

การสังเคราะห์แคลเซียมทิตาเนตโดยวิธีบดผสมเชิงกล
เพื่อประยุกต์ใช้ในงานทางการแพทย์



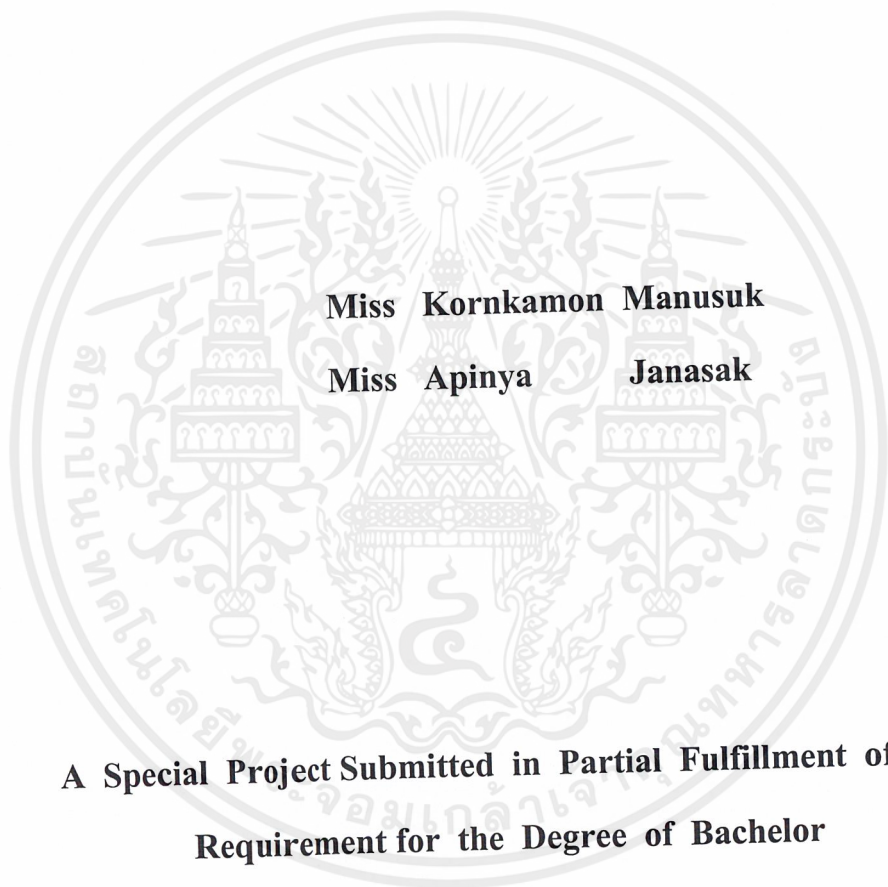
นางสาวกรกมล มนุสุข รหัสนักศึกษา 41052004
นางสาวอภิญญา จนาศักดิ์ รหัสนักศึกษา 41052098

เลขที่.....
เลขทะเบียน 43884
วัน, เดือน, ปี 17 ต.ค. 2545

b.....
i.....

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต
ภาควิชาเคมี สาขาเคมีอุตสาหกรรม
คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2544

**Synthesis of Calcium Titanate by Mechanical
Mixing for Medical Applications**



Miss Kornkamon Manusuk

Miss Apinya Janasak

**A Special Project Submitted in Partial Fulfillment of the
Requirement for the Degree of Bachelor**

Department of Chemistry

Faculty of Science

King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

2001


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ การสังเคราะห์แคลเซียมทิทาเนตโดยวิธีบดผสมเชิงกลเพื่อประยุกต์ใช้ใน
งานทางการแพทย์

นักศึกษา นางสาวกรกมล มนุษุช
นางสาวอภิญญา จนาศักดิ์

อาจารย์ที่ปรึกษา ดร.ปุณณมา ศิริพันธ์โนน

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติ
ให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

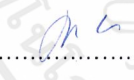

.....
(ผศ.ดร.สมศักดิ์ วรมงคลชัย)

หัวหน้าภาควิชาเคมี

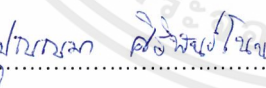
คณะกรรมการตรวจสอบโครงการพิเศษ


.....
(ผศ.ดร.ตะวัน สุขน้อย)

ประธานกรรมการ


.....
(ดร.วันฉัตร ชื่นชม)

กรรมการ


.....
(ดร.ปุณณมา ศิริพันธ์โนน)

กรรมการ

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การสังเคราะห์แคลเซียมทิทาเนตโดยวิธีบดผสมเชิงกลที่ประยุกต์ใช้ในงานทางการแพทย์
นักศึกษา	นางสาวกรกมล มนุสุข นางสาวอภิญญา จนาศักดิ์
ภาควิชา	เคมีสาขาเคมีอุตสาหกรรม
ปีการศึกษา	2544
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร. ปุณณมา ศิริพันธ์โนน

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์แคลเซียมทิทาเนตโดยวิธีบดผสมเชิงกล สารตั้งต้นแคลเซียมออกไซด์หรือแคลเซียมคาร์บอเนตจะถูกผสมกับทิทาเนียมไดออกไซด์ในอัตราส่วนโมลเป็น 1:1 โดยใช้เวลาในการบดผสมเป็น 1 และ 3 ชั่วโมง สารที่ได้จากการบดผสมจะผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงและที่อุณหภูมิ 1000 หรือ 1100 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สารที่ผ่านการแคลไซน์แล้วจะมีวัฏภาคองค์ประกอบหลักคือ แคลเซียมทิทาเนต จากนั้นสารที่สังเคราะห์ได้จะถูกนำไปทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ โดยนำไปแช่ในสารละลายจำลองของร่างกาย (simulated body fluid, SBF) เป็นเวลา 1 ถึง 30 วัน พบว่าสารตัวอย่างภายหลังการแช่ในสารละลาย SBF จะเกิดการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคที่เป็นผลึกของสารตัวอย่าง ซึ่งเกิดจากการละลายของพื้นผิวสารตัวอย่างเป็นผลให้ค่า pH ของสารละลาย SBF เพิ่มขึ้น ดังนั้นสารละลายมีสภาวะที่เหมาะสมแก่การเกิดไฮดรอกซีแอปพาไทต์ ภายหลังการแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลานานพบว่าบนพื้นผิวของสารตัวอย่างมีกลุ่มอนุภาคที่มีโครงสร้างจุลภาคแตกต่างไปจากสารตั้งต้นซึ่งสันนิษฐานว่าเป็นอนุภาคของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ และเมื่อพิจารณาปริมาณฟอสฟอรัสไอออนในสารละลาย SBF พบว่ามีค่าลดลง ซึ่งเนื่องมาจากฟอสฟอรัสไอออนถูกใช้ในการก่อตัวของอนุภาคไฮดรอกซีแอปพาไทต์ เมื่อทำการปรับปรุงพื้นผิวของสารตัวอย่างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นพบว่าจะช่วยเพิ่มความว่องไวในการเกิดไฮดรอกซีแอปพาไทต์ให้เร็วขึ้นได้

Special Project Title	Synthesis of Calcium Titanate by Mechanical Mixing for Medical Applications
Student	Miss Kornkamon Manusuk Miss Apinya Janasak
Department	Chemistry
Academic Year	2001
Special Project Advisor	Dr. Punnama Siriphannon

Abstract

This research studied a synthesis of calcium titanate by mechanical mixing. Calcium oxide or calcium carbonate were mixed with titanium dioxide in 1:1 molar ratio by grinding for 1 and 3 hours. The ground powders were calcined at 500 °C for 2 hours and 1000 or 1100 °C for 2 hours. A main constituent phase of the calcined powder was calcium titanate. The synthesized powders were investigated their bioactivity by soaking in a simulated body fluid (SBF) for 1-30 days. It was found that the crystalline phase of the soaked samples was changed due to the dissolution of the sample surface, resulting in an increasing pH of the SBF solution, therefore, the solution approached to the suitable condition for the hydroxyapatite formation. After prolonged soaking, clusters of particles having the different microstructure from the starting powders were observed on the sample surfaces. These were assumed to be the hydroxyapatite particles. In addition, the decreasing of phosphorus ion concentration in the SBF solution was considered to be because the phosphorus ion was used to form the hydroxyapatite particles. Chemical modification of the sample surface by using the high concentration sodium hydroxide was found to promote the rapid formation of hydroxyapatite.

กิตติกรรมประกาศ

การจัดทำโครงการพิเศษนี้สำเร็จได้เนื่องจากได้รับความช่วยเหลือ ความร่วมมือ ตลอดจนคำแนะนำต่าง ๆ ที่เป็นประโยชน์แก่คณะผู้จัดทำจากบุคคลและองค์กรต่าง ๆ

ขอขอบพระคุณ ดร.ปยุตต์มา ศิริพันธ์โนน ที่กรุณาให้คำปรึกษาและให้ความช่วยเหลือในการดำเนินโครงการพิเศษนี้มาโดยตลอด

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.ตะวัน สุขน้อย ดร.วันฉัตร ชื่นชม อาจารย์คณะกรมการตรวจสอบโครงการพิเศษที่ช่วยกรุณาตรวจทาน และแก้ไขโครงการฉบับนี้ให้ถูกต้องสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ ผศ.อนุพงศ์ สรงประภา อาจารย์ภาควิชาฟิสิกส์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความอนุเคราะห์ด้านอุปกรณ์และสถานที่ในการทำโครงการฉบับนี้

ขอขอบพระคุณอาจารย์ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ทุกท่านที่ประสิทธิประสาทวิชาความรู้ และช่วยเหลือให้คำปรึกษางานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วง

ขอขอบพระคุณบรรณารักษ์และเจ้าหน้าที่ศูนย์สารสนเทศ กรมวิทยาศาสตร์ ที่ได้ให้ความช่วยเหลือทางด้านเอกสาร ที่จำเป็นสำหรับการดำเนินโครงการพิเศษนี้

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา และขอบคุณเพื่อน ๆ รุ่นพี่ รุ่นน้อง เจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมีทุกท่าน ที่คอยช่วยเหลือและให้กำลังใจโดยตลอด

นอกจากนี้ยังมีบุคคลที่มีส่วนช่วยเหลืออีกมากซึ่งมิได้กล่าวถึง ณ ที่นี้ ทางผู้จัดทำจึงขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูงมา ณ โอกาสนี้ด้วย

นางสาวกรกมล มนุสุข

นางสาวอภิญา จนาศักดิ์

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่ออังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ช
สารบัญรูปภาพ	ซ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของโครงการพิเศษ	1
1.2 วัตถุประสงค์	2
1.3 ขอบเขตของโครงการพิเศษ	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
1.5 ขั้นตอนการดำเนินงาน	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ	4
2.1 ความรู้พื้นฐานเกี่ยวกับวัสดุชีวภาพ	4
2.1.1 ประวัติความเป็นมาของวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียม	4
2.1.2 ปฏิกริยาตอบโต้ของร่างกายต่อวัสดุชีวภาพ	6
2.1.3 วัสดุชีวภาพประเภทเซรามิกส์ (Bioceramics)	6
2.1.4 การทดสอบวัสดุทางชีวภาพ	10
2.2 แคลเซียมทิตาเนต (CaTiO_3)	12
2.2.1 บทนำ	12
2.2.2 โครงสร้างของแคลเซียมทิตาเนต	13
2.2.3 การสังเคราะห์แคลเซียมทิตาเนต	15
2.2.4 การประยุกต์ใช้งานแคลเซียมทิตาเนตในปัจจุบัน	16
2.3 สังเคราะห์วัสดุติบเซรามิกส์ด้วยวิธีการบดผสมเชิงกล	16
2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	17
บทที่ 3 การวิจัยและการดำเนินงาน	22
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	22
3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	22

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

	หน้า
3.3 ขั้นตอนการทดลอง	24
3.3.1 การสังเคราะห์ CaTiO_3 ด้วยวิธีบดผสมเชิงกล	26
3.3.2 การแคลไซน์ (Calcine) สารที่สังเคราะห์ได้	29
3.3.3 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้	
ก) องค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้	29
ข) ภูมิภาคที่เป็นผลึกของสารที่สังเคราะห์ได้	31
3.3.5 การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของสารที่สังเคราะห์ได้ในระบบจำลอง	
ก) การเตรียมสารละลาย simulated body fluid (SBF)	31
ข) การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของผงแคลเซียมทิตานเนต	33
ค) การปรับปรุงพื้นผิวของสารที่สังเคราะห์ได้และการทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ	34
3.3.6 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบทางชีวภาพ	
ก) การเปลี่ยนแปลงของภูมิภาคที่เป็นผลึก	34
ข) การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคที่พื้นผิวของสารตัวอย่าง	35
3.3.7 การตรวจสอบสารละลาย Simulated Body Fluid ที่แยกตัวอย่างออกไปแล้ว	35
ก) การหาปริมาณฟอสเฟตด้วยวิธีแอสคอบิกแอซิด	36
บทที่ 4 ผลการทดลอง	39
4.1 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้	39
4.1.1 องค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้	39
4.1.2 ภูมิภาคที่เป็นผลึกของสารที่สังเคราะห์ได้	40
ก) สารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการบดผสมเชิงกล	40
ข) สารผลิตภัณฑ์ที่ผ่านการแคลไซน์	42
4.2 การทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ (Bioactivity) ของสารที่สังเคราะห์ได้ในระบบจำลอง	44
4.2.1 การเปลี่ยนแปลงภูมิภาคที่เป็นผลึก	44

4.2.2 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคของสารที่สังเคราะห์ ภายหลังการแช่ในสารละลาย SBF	48
4.2.3 การเปลี่ยนแปลงของสารละลาย Simulated Body Fluid (SBF) ภายหลังการแช่สารตัวอย่าง	52
ก) ค่าความเป็นกรด-เบส	52
ข) การตรวจวิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัสที่เปลี่ยนไป ในสารละลาย SBF	53
4.2.4 การปรับปรุงพื้นที่ผิวเคลือบเซรามิกที่ใช้สารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์	54
ก) ภูมิภาคที่เป็นผลึกของสารตัวอย่างที่ผ่านขั้นตอนการ ปรับปรุงพื้นผิว	55
ข) การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคของพื้นที่ผิวสารตัวอย่าง ที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวและแช่ในสารละลาย SBF	56
ค) การเปลี่ยนแปลงของสารละลาย SBF ภายหลังการแช่ ผงเคลือบเซรามิกที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว	57
ง) การตรวจวิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัสจากสารละลาย SBF	58
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	59
เอกสารอ้างอิง	61
ภาคผนวก	62

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 ตารางแสดงชนิดของเซรามิกส์ตามกลไกการยึดติดและตัวอย่าง ของเซรามิกส์แต่ละประเภท	9
ตารางที่ 3.1 ปริมาณส่วนผสมในการสังเคราะห์ CaTiO_3	28
ตารางที่ 3.2 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย simulated body fluid	32
ตารางที่ 3.3 แสดงให้เห็นถึงการเปรียบเทียบความเข้มข้นของไอออนระหว่าง Simulated body fluid กับ human blood plasma	33
ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้	39
ตารางที่ 4.2 ค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลาย SBF หลังแช่สารตัวอย่างเป็น เวลา 5 และ 20 วัน	52
ตารางที่ 4.3 ปริมาณฟอสฟอรัสไอออนในสารละลาย SBF ภายหลังจากผ่านการแช่ ผงเคลือบที่ทาเนตที่เตรียมในสภาวะต่าง ๆ กัน	54
ตารางที่ 4.4 ค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลาย SBF ภายหลังจากแช่ ผงเคลือบที่ทาเนตที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว	58
ตารางที่ 4.5 ปริมาณฟอสฟอรัสไอออนจากสารละลาย SBF ภายหลังจากแช่ ผงเคลือบที่ทาเนตที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว	58

สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1 ตัวอย่างการใช้งานวัสดุเซรามิกส์ในร่างกาย	7
รูปที่ 2.2 ความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุเซรามิกส์ชีวภาพทั้ง 4 ชนิด	10
รูปที่ 2.3 ลักษณะผลึกของ CaTiO_3 ชนิด Perovskite	12
รูปที่ 2.4 CaTiO_3 และ TiO_2 ที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ	
(ก) แสดงรูป CaTiO_3 จากธรรมชาติ	13
(ข) แสดง TiO_2 ชนิด Rutile	13
(ค) แสดง TiO_2 ชนิด Anatase	13
(ง) แสดง TiO_2 ชนิด Rutile	13
รูปที่ 2.5 โครงสร้างผลึกของ CaTiO_3 ที่ $a = 7.65^\circ \text{A}$, $b = 7.65^\circ \text{A}$ และ $c = 7.65^\circ \text{A}$; $\beta = 90.6^\circ$ [9]	14
รูปที่ 2.6 ลักษณะ CaTiO_3 ที่สังเคราะห์ขึ้นจะมีสีขาว	14
รูปที่ 2.7 เฟสไดอะแกรมของ CaO และ TiO_2	15
รูปที่ 2.8 เครื่องบดผสมเชิงกล	16
รูปที่ 2.9 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของพื้นที่ผิวโลหะที่เคลือบด้วยไฮดรอกซีแอปาทิต์	18
รูปที่ 2.10 การวิเคราะห์ด้วย (a) TGA และ (b) DTA	19
รูปที่ 2.11 Uniform Submicrometer particles of calcium titanate	19
รูปที่ 2.12 หม้อบดผสมแบบ Planetary	20
รูปที่ 3.1 ลักษณะของสารตั้งต้นที่ใช้ทำการทดลอง	
(ก) CaO	24
(ข) CaCO_3	24
(ค) TiO_2	24
รูปที่ 3.2 การเตรียมแคลเซียมทิตานเนตโดยวิธีบดผสมเชิงกลและวิธีการทดสอบ	25

สารบัญรูปภาพ(ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 3.3 ลักษณะสารผลิตภัณฑ์หลังทำการบดผสม	
(ก) สารตั้งต้นเป็น CaO บดผสม 1 ชั่วโมง	26
(ข) สารตั้งต้นเป็น CaO บดผสม 3 ชั่วโมง	26
(ค) สารตั้งต้นเป็น CaCO ₃ บดผสม 1 ชั่วโมง	26
(ง) สารตั้งต้นเป็น CaCO ₃ บดผสม 3 ชั่วโมง	26
รูปที่ 3.4 ลักษณะหม้อบดผสมที่ใช้ในการทดลอง	27
รูปที่ 3.5 ขนาดของลูกบดที่ใช้ในการบดผสม	28
รูปที่ 3.6 แกนของเครื่องช่วยในการบดผสม	28
รูปที่ 3.7 เตาเผาสารที่ใช้ในการทดลอง	29
รูปที่ 3.8 เครื่องบดผสมสารตัวอย่างสำหรับ XRF	30
รูปที่ 3.9 เครื่องอัดตัวอย่างสำหรับ XRF	30
รูปที่ 3.10 ชิ้นงานที่ผ่านการอัดสำหรับ XRF	30
รูปที่ 3.11 เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF)	31
รูปที่ 3.12 อ่างควบคุมอุณหภูมิ	33
รูปที่ 3.13 เครื่องหมุนเหวี่ยงแยกตะกอน	34
รูปที่ 3.14 เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD)	35
รูปที่ 3.15 ลักษณะของน้ำยารวม	37
รูปที่ 3.14 เครื่องวัดค่าการดูดกลืนแสงอุลตราไวโอเลต	38
รูปที่ 4.1 แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ ที่ได้จากการบดผสม CaO และ TiO ₂	41
รูปที่ 4.2 แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ ที่ได้จากการบดผสม CaCO ₃ และ TiO ₂	41
รูปที่ 4.3 แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์จาก CaO และ TiO ₂ ภายหลังจากเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิสูง	42
รูปที่ 4.4 แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์จาก CaCO ₃ และ TiO ₂ ภายหลังจากเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิสูง	43

สารบัญรูปภาพ(ต่อ)

หน้า

รูปที่ 4.5	แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ที่ใช้ CaO เป็นสารตั้งต้น บดผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมงและแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000°C แห่สารละลาย SBF เป็นเวลา 20 วัน	44
รูปที่ 4.6	แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ที่ใช้ CaO เป็นสารตั้งต้น บดผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมงและแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C แห่ สารละลาย SBF เป็นเวลา 20 วัน	45
รูปที่ 4.7	แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ที่ใช้ CaO เป็นสารตั้งต้น บดผสมเป็นเวลา 3 ชั่วโมงและแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C แห่ สารละลาย SBF เป็นเวลา 15 วัน	45
รูปที่ 4.8	แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ที่ใช้ CaCO ₃ เป็นสารตั้งต้น บดผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมงและแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C แห่ สารละลาย SBF เป็นเวลา 20 วัน	46
รูปที่ 4.9	แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ที่ใช้ CaCO ₃ เป็นสารตั้งต้น บดผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมงและแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C แห่ สารละลาย SBF ที่มีความเข้มข้น 1 เท่าของเลือดเป็นเวลา 10 วัน	46
รูปที่ 4.10	โครงสร้างจุลภาคของ CaTiO ₃ ที่สังเคราะห์โดยใช้สารตั้งต้นเป็น CaO บด 1 ชั่วโมง แคลไซน์ที่ 1000°C ก่อนแช่และภายหลังการแช่ในสารละลาย SBF ที่มีความเข้มข้น 1 และ 1.5 เท่า ของเลือด กำลังขยาย 10,000 เท่า	
	(ก) ก่อนแช่สารละลาย SBF	48
	(ข) หลังแช่ SBF ความเข้มข้น 1 เท่าของเลือด เป็นเวลา 20 วัน	48
	(ค) หลังแช่ SBF ความเข้มข้น 1.5 เท่าของเลือด เป็นเวลา 30 วัน	48
รูปที่ 4.11	โครงสร้างจุลภาคของ CaTiO ₃ ที่สังเคราะห์โดยใช้สารตั้งต้นเป็น CaO บด 1 ชั่วโมง แคลไซน์ที่ 1100°C ก่อนแช่และภายหลังการแช่ในสารละลาย SBF ที่มีความเข้มข้น 1 เท่าของเลือดเป็นเวลา 20 วัน กำลังขยาย 10,000 เท่า	
	(ก) ก่อนแช่สารละลาย SBF	49
	(ข) หลังแช่ SBF ความเข้มข้น 1 เท่าของเลือด เป็นเวลา 20 วัน	49

สารบัญรูปภาพ(ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.12 โครงสร้างจุลภาคของ CaTiO_3 ที่สังเคราะห์โดยใช้สารตั้งต้นเป็น CaO บด 3 ชั่วโมง แคลไซน์ที่ 1000°C ก่อนแช่และภายหลังการแช่ในสารละลาย SBF ที่มีความเข้มข้น 1 เท่าของเลือดเป็นเวลา 15 วัน กำลังขยาย 10,000 เท่า	
(ก) ก่อนแช่สารละลาย SBF	49
(ข) หลังแช่ SBF ความเข้มข้น 1 เท่าของเลือด เป็นเวลา 15 วัน	49
รูปที่ 4.13 โครงสร้างจุลภาคของ CaTiO_3 ที่สังเคราะห์โดยใช้สารตั้งต้นเป็น CaCO_3 บด 1 ชั่วโมง แคลไซน์ที่ 1000°C ก่อนแช่และภายหลังการแช่ในสารละลาย SBF ที่ความเข้มข้น 1 และ 1.5 เท่าของเลือด กำลังขยาย 10,000 เท่า	
(ก) ก่อนแช่สารละลาย SBF	50
(ข) หลังแช่ SBF ความเข้มข้น 1 เท่าของเลือด เป็นเวลา 20 วัน	50
(ค) หลังแช่ SBF ความเข้มข้น 1.5 เท่าของเลือด เป็นเวลา 40 วัน	50
รูปที่ 4.14 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของไฮดรอกซีแอปพาไทต์	51
รูปที่ 4.15 กราฟมาตรฐานในการหาปริมาณฟอสเฟตด้วยเทคนิคแอสคอบิกแอซิด	53
รูปที่ 4.16 แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์จาก CaCO_3 บดผสม 3 ชั่วโมง เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C ภายหลังจากแช่สารละลาย SBF ที่มีความเข้มข้น 1 เท่าของเลือด	55
รูปที่ 4.17 โครงสร้างจุลภาคของ CaTiO_3 ที่สังเคราะห์โดยใช้สารตั้งต้นเป็น CaCO_3 บด 3 ชั่วโมง แคลไซน์ที่ 1100°C ก่อนและภายหลังการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารละลาย NaOH เข้มข้นและแช่ในสารละลาย SBF ที่มีความเข้มข้น 1 เท่าของเลือด เป็นเวลา 10 วัน กำลังขยาย 10,000 เท่า	
(ก) ก่อนการปรับปรุงพื้นผิวและไม่ผ่านการแช่ในสารละลาย SBF	56
(ข) ภายหลังจากการปรับปรุงพื้นผิวด้วย NaOH และผ่านการแช่ในสารละลาย SBF	56
(ค) ภายหลังจากการปรับปรุงพื้นผิวด้วย NaOH แคลไซน์ที่ 600°C และผ่านการแช่ในสารละลาย SBF	56

สารบัญรูปภาพ(ต่อ)

หน้า

รูปที่ 4.18 โครงสร้างจุลภาคของ CaTiO_3 ที่สังเคราะห์โดยใช้สารตั้งต้นเป็น CaCO_3 บด 3 ชั่วโมง แคลไซน์ที่ $1100\text{ }^\circ\text{C}$ ก่อนและภายหลังการปรับปรุงพื้นผิวด้วย สารละลาย NaOH เข้มข้นและแช่ในสารละลาย SBF ที่มีความเข้มข้น 1 เท่า ของเลือด เป็นเวลา 10 วัน กำลังขยาย 15,000 เท่า

(ก) ก่อนการปรับปรุงพื้นผิวและไม่ผ่านการแช่ใน

สารละลาย SBF

57

(ข) ภายหลังการปรับปรุงพื้นผิวด้วย NaOH และผ่านการแช่ใน

สารละลาย SBF

57



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของโครงการพิเศษ

ในอดีตที่ผ่านมาเมื่ออวัยวะและเนื้อเยื่อต่าง ๆ ในร่างกายเกิดการติดเชื้อหรือถูกทำลายเนื่องจากโรคภัยไข้เจ็บและอุบัติเหตุ การบำบัดรักษาที่ทำได้ในขณะนั้นคือการตัดเนื้อเยื่อหรืออวัยวะส่วนนั้นทิ้งไป การรักษาวิธีนี้มีผลช่วยลดการติดเชื้อและการแพร่กระจายของโรคไปยังอวัยวะส่วนอื่น ๆ ทั้งช่วยบรรเทาความเจ็บปวดของผู้ป่วยด้วย อย่างไรก็ตามการรักษาวินิจฉัยทำให้เกิดความบกพร่องของร่างกายและมีโอกาสเกิดโรคแทรกซ้อนอื่น ๆ ตามมาได้ การเปลี่ยนถ่ายอวัยวะชีวภาพมาแทนที่อวัยวะหรือเนื้อเยื่อที่ติดเชื้อหรือบกพร่องในร่างกายมนุษย์เริ่มมีบทบาทสำคัญในการแพทย์

วัสดุที่ใช้ในการผลิตวัสดุชีวภาพที่ใช้สำหรับงานทางการแพทย์และอวัยวะเทียมมีอยู่หลายชนิด แต่วัสดุชนิดหนึ่งที่น่าสนใจคือ เซรามิกส์ เนื่องจากเซรามิกส์มีข้อดีหลายประการเช่น มีความคล้ายคลึงและสามารถเข้ากันได้กับเนื้อเยื่อของร่างกาย มีความแข็งแรง ทนต่อแรงกดอัด และการขัดสี เป็นต้น วัสดุเซรามิกส์ที่มีบทบาทสำคัญในการผลิตวัสดุชีวภาพ คือ ไฮดรอกซีแอปาทาइट (Hydroxyapatite, $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) เพราะไฮดรอกซีแอปาทาइटเป็นแร่ธาตุซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักในกระดูกและฟัน แต่ข้อด้อยที่สำคัญของไฮดรอกซีแอปาทาइट คือ ยากต่อการขึ้นรูปและมีสมบัติเชิงกลต่ำ ในช่วง 40 ปี ที่ผ่านมา มีนักวิจัยจำนวนมากทำการศึกษาวิจัยเพื่อแก้ไขข้อด้อยดังกล่าวของไฮดรอกซีแอปาทาइटโดยการทำเป็นวัสดุประกอบ (composite) วัสดุประกอบประเภทหนึ่งซึ่งได้รับความสนใจจากนักวิจัยหลายกลุ่มได้แก่ การนำเอาไฮดรอกซีแอปาทาइटมาเคลือบบนโลหะซึ่งสามารถขึ้นรูปได้ง่าย โลหะที่นิยมใช้ได้แก่ ทิทาเนียม (Titanium) และโลหะทิทาเนียมอัลลอยด์ (Ti6Al4V) วัสดุประกอบแอปาทาइट - ทิทาเนียมและแอปาทาइट - ทิทาเนียมอัลลอยด์ที่ผลิตได้มีสมบัติเชิงกลและความเข้ากันได้กับเนื้อเยื่อสูงกว่าวัสดุที่ผลิตจากไฮดรอกซีแอปาทาइटหรือทิทาเนียมบริสุทธิ์ [1] นักวิจัยหลายกลุ่มเสนอแนะในขั้นตอนการเคลือบน่าจะเกิดการเกิดปฏิกิริยาระหว่างโลหะทิทาเนียมที่เป็นซับสเตรท (Substrate) กับแคลเซียมไอออนจากสารเคลือบ (Coating agent) ได้เป็นแคลเซียมทิทาเนต (CaTiO_3) จากนั้นไฮดรอกไซด์ไอออนและฟอสเฟตไอออนจากสารเคลือบจะเกิดปฏิกิริยากับแคลเซียมไอออนบนพื้นผิวซับสเตรทได้เป็นไฮดรอกซีแอปาทาइट [2]

จากแนวคิดข้างต้น โครงการวิจัยนี้จึงศึกษาการสังเคราะห์แคลเซียมทิทาเนตซึ่งเป็นสารที่น่าจะมีความเหมาะสมในการใช้เป็นวัสดุในการผลิตวัสดุทางชีวภาพและอวัยวะเทียมที่

ประยุกต์ใช้ในงานทางการแพทย์ โดยในงานวิจัยนี้จะเลือกใช้วัตถุดิบในการสังเคราะห์ที่หาง่ายและมีราคาถูก นอกจากนี้ขบวนการสังเคราะห์ที่ใช้จะเป็นวิธีการพื้นฐานที่ไม่มีความยุ่งยากซับซ้อนเพื่อให้ได้สารผลิตภัณฑ์ที่มีราคาถูกและง่ายต่อการผลิต

1.2 วัตถุประสงค์

- 1.2.1 เพื่อสังเคราะห์แคลเซียมทิทานเนตโดยวิธีบดผสมเชิงกล
- 1.2.2 เพื่อศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ที่มีผลต่อลักษณะและสมบัติของสารที่สังเคราะห์ได้
- 1.2.3 เพื่อศึกษาสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ (bioactivity)

1.3 ขอบเขตของโครงการพิเศษ

โครงการวิจัยนี้เป็นการศึกษาการเตรียมแคลเซียมทิทานเนตโดยวิธีบดผสมเชิงกลเพื่อนำไปประยุกต์ใช้ในงานทางการแพทย์ โดยทำการทดลองเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์แคลเซียมทิทานเนต แคลเซียมทิทานเนตที่สังเคราะห์ได้จะนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ และศึกษาถึงการเปลี่ยนวัฏภาคของแคลเซียมทิทานเนตเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูง นอกจากนี้จะทำการทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพของแคลเซียมทิทานเนตที่สังเคราะห์ได้ ภายใต้สภาวะจำลองของร่างกายมนุษย์ ซึ่งข้อมูลที่ได้ในการทดสอบนี้จะเป็นแนวทางในการทำนายความเป็นไปได้ในการใช้แคลเซียมทิทานเนตที่ผลิตได้ด้วยการบดผสมเชิงกลเป็นวัตถุดิบในการผลิตวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียมที่ใช้กับร่างกายมนุษย์

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.4.1 ทำให้ทราบถึงสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์แคลเซียมทิทานเนตด้วยวิธีบดผสมเชิงกล
- 1.4.2 ทำให้ทราบถึงอิทธิพลของความร้อนต่อการเปลี่ยนวัฏภาคของแคลเซียมทิทานเนต
- 1.4.3 ทำให้ทราบถึงความเป็นไปได้ที่จะใช้แคลเซียมทิทานเนตที่สังเคราะห์ได้เป็นวัตถุดิบในการผลิตวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียม

1.5 ขั้นตอนการดำเนินงาน

- 1.5.1 ค้นคว้าข้อมูลและทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับโครงการ
- 1.5.2 วางแผนการดำเนินการทดลอง
- 1.5.3 สังเคราะห์แคลเซียมทิทานเนตโดยวิธีบดผสมเชิงกล
- 1.5.4 ตรวจสอบพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 1.5.5 ทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของสารที่สังเคราะห์ได้ในระบบจำลอง
- 1.5.6 วิเคราะห์ผลและสรุปผลการทดลอง
- 1.5.7 เขียนรายงานและเสนอผลการวิจัย



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการ

2.1 ความรู้พื้นฐานเกี่ยวกับวัสดุชีวภาพ (Biomaterial) [3]

วัสดุสังเคราะห์ที่นำมาใช้ในทางการแพทย์เพื่อผลิตอวัยวะเทียมสำหรับใช้ในร่างกายของมนุษย์ เรียกกันทั่วไปว่าวัสดุชีวภาพ (Biomaterials) ในทางการแพทย์คำว่า "วัสดุชีวภาพ" สามารถแบ่งได้เป็น 2 ประเภทใหญ่ ๆ ได้แก่

1. วัสดุทางชีววิทยา (Biological materials) ได้แก่ เนื้อเยื่อและวัสดุธรรมชาติต่าง ๆ
2. อวัยวะเทียม (Artificial Implant materials) ได้แก่ วัสดุสังเคราะห์ที่สามารถทำหน้าที่แทนวัสดุธรรมชาติได้ วัสดุประเภทนี้ผลิตขึ้นโดยกรรมวิธีและขบวนการเชิงกล ทางไฟฟ้าหรือทางเคมีเพื่อให้ได้วัสดุที่มีสมบัติต่าง ๆ และสามารถทำหน้าที่ได้เช่นเดียวกับอวัยวะธรรมชาติ

2.1.1 ประวัติความเป็นมาของวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียม

เนื่องจากการเกิดโรคภัยไข้เจ็บและอุบัติเหตุอาจมีส่วนทำให้อวัยวะและเนื้อเยื่อต่าง ๆ ในร่างกายถูกทำลายหรือเกิดการติดเชื้อ ซึ่งแต่เดิมวิธีการบำบัดรักษาในทางการแพทย์ ทำได้โดยการตัดเนื้อเยื่อหรืออวัยวะส่วนที่มีปัญหาทิ้งไป เพื่อช่วยบรรเทาไม่ให้เกิดการติดเชื้อและการแพร่กระจายของโรคไปยังเนื้อเยื่อหรืออวัยวะข้างเคียงส่วนอื่น อย่างไรก็ตามการรักษาวิธีนี้จะส่งผลให้เกิดความพิการของร่างกายอีกทั้งยังมีโอกาสจะเกิดโรคแทรกซ้อนอื่น ๆ ตามมา

การศึกษาค้นคว้าและพัฒนาความรู้และวิทยาการทางวิทยาศาสตร์เป็นส่วนสำคัญที่ก่อให้เกิดการพัฒนาด้านวิทยาการทางการแพทย์ สุขศึกษาและเทคโนโลยีของวัสดุอุปกรณ์ต่าง ๆ ในทางการแพทย์ การพัฒนานี้มีส่วนส่งเสริมให้เกิดการเปลี่ยนแปลงแนวทางการบำบัดรักษาที่ต่างไปจากเดิมมาก หนึ่งในวิธีการรักษาที่ได้รับการพัฒนาได้แก่การเปลี่ยนถ่ายอวัยวะและการใช้อวัยวะเทียมมาแทนที่อวัยวะหรือเนื้อเยื่อที่ติดเชื้อหรือพิการในร่างกายของมนุษย์ วิธีการรักษานี้เริ่มมีบทบาทสำคัญมากในทางการแพทย์ โดยเฉพาะอย่างยิ่งในช่วง 40-50 ปีนี้ นอกจากนี้ยังมีการศึกษาวิจัยอย่างแพร่หลายเพื่อที่จะนำเทคโนโลยีที่ทันสมัยเข้ามาปรับปรุงให้การผลิตและการนำวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียมไปประยุกต์ใช้งานได้อย่างมีประสิทธิภาพสูงขึ้นเรื่อย ๆ

การบำบัดรักษาโดยการเปลี่ยนถ่ายอวัยวะสามารถแบ่งออกเป็น 2 ประเภทหลัก ๆ [3,4] ได้แก่

1. การปลูกถ่ายเนื้อเยื่อและอวัยวะจากธรรมชาติ (Transplantation)

วิธีการนี้จะแบ่งย่อยได้ 3 ประเภทตามแหล่งที่มาของอวัยวะ ดังนี้

1.1 Autograft transplants หรือ Autogeneous implants

วิธีนี้จะเป็นการปลูกถ่ายเนื้อเยื่อจากอวัยวะส่วนอื่น ๆ ของผู้ป่วยเองมาใช้ซึ่งวิธีนี้มีข้อดีคือ ไม่เกิดการต่อต้านจากร่างกาย และไม่มีปัญหาเรื่องระบบภูมิคุ้มกันอีกด้วย อย่างไรก็ตามปัญหาหลักของวิธีการรักษานี้คือจะก่อให้เกิดบาดแผลบริเวณอวัยวะที่ตัดเนื้อเยื่อออกมาซึ่งจะต้องเสียเวลาในการรักษาแผลและอาจมีโอกาเกิดการติดเชื้อที่บริเวณบาดแผลด้วยและในกรณีที่ผู้ป่วยมีสุขภาพไม่แข็งแรงเนื้อเยื่อที่ติดออกมาอาจมีคุณภาพที่ไม่ดีพอ และวิธีการปลูกถ่ายนี้มีโอกาสก่อให้เกิดมะเร็งได้

1.2 Homograft transplants

วิธีนี้เป็น การนำเนื้อเยื่อหรืออวัยวะของผู้บริจาคคนอื่นทั้งที่ยังมีชีวิตอยู่ และเสียชีวิตแล้วมาใช้ในการเปลี่ยนถ่ายในร่างกายของผู้ป่วย วิธีนี้สามารถแก้ไขข้อจำกัดบางประการที่เกิดกับเนื้อเยื่อประเภท autograft ได้อย่างไรก็ตามวิธีการรักษานี้ยังมีข้อจำกัดคือ อวัยวะหรือเนื้อเยื่อที่ได้รับบริจาคมาอาจจะมีสภาพไม่สมบูรณ์เพราะอาจมีการเสื่อมไประหว่างขั้นตอนการถ่ายทอดจากผู้บริจาคไปถึงผู้รับ เนื้อเยื่อประเภทนี้มีโอกาสถูกต่อต้านจากร่างกายผู้รับซึ่งอาจทำให้เนื้อเยื่อบริเวณนั้นเกิดการติดเชื้อโรคได้ง่าย อีกทั้งถูกตั้งข้อสงสัยในเรื่องคุณธรรมและจริยธรรมในเรื่องการตัดเนื้อเยื่อบางส่วนจากผู้ป่วยที่ยังมีชีวิตอยู่ อย่างไรก็ตามการรักษาวิธีนี้ยังมีปัญหาหลักที่สำคัญคือการขาดแคลนผู้บริจาคเนื้อเยื่อจึงมีผู้ป่วยจำนวนน้อยที่ได้รับประโยชน์จากวิธีนี้

1.3 Heterografts หรือ Xenograft

วิธีนี้จะใช้เนื้อเยื่อของสิ่งมีชีวิตชนิดอื่นทั้งที่มีชีวิตหรือเสียชีวิตแล้วก็ได้แต่ผลที่ได้มันต่ำกว่าที่ ต้องการ

2. การเปลี่ยนถ่ายโดยใช้วัสดุสังเคราะห์ที่มนุษย์ผลิตขึ้นมาเอง (Implantation)

วัสดุประเภทนี้มีข้อได้เปรียบหลายประการคือ ไม่มีปัญหาด้านศีลธรรมและจริยธรรม ไม่มีข้อจำกัดในด้านปริมาณ สามารถผลิตขึ้นมาใหม่ได้และไม่มีปัญหาด้านคุณภาพของเนื้อเยื่อ เนื่องจากสามารถควบคุมมาตรฐานการผลิตได้นอกจากนี้วัสดุสังเคราะห์ที่ผลิตขึ้นมาจะผ่านการทดสอบเพื่อให้มีประสิทธิภาพได้มาตรฐานสากลทำให้โอกาสเกิดความล้มเหลวเชิงกลของวัสดุประเภทนี้ลดต่ำกว่าวัสดุธรรมชาติทั่วไป อย่างไรก็ตามปัญหาสำคัญของวัสดุประเภทนี้คือวัสดุจำพวกนี้จะมีอายุการใช้งานจำกัดจำเป็นต้องมีการเปลี่ยนเมื่อใช้งานเป็นระยะเวลาานานวัสดุประเภทนี้ยังขาดความสามารถในการซ่อมแซมตัวเองและความสามารถในการปรับปรุงโครงสร้าง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และสมบัติของตนเองให้เหมาะสมเมื่ออยู่ภายใต้สภาวะของร่างกายซึ่งเป็นสมบัติสำคัญของเนื้อเยื่อธรรมชาติทั่วไป เช่น การรับแรงเชิงกล เป็นต้น

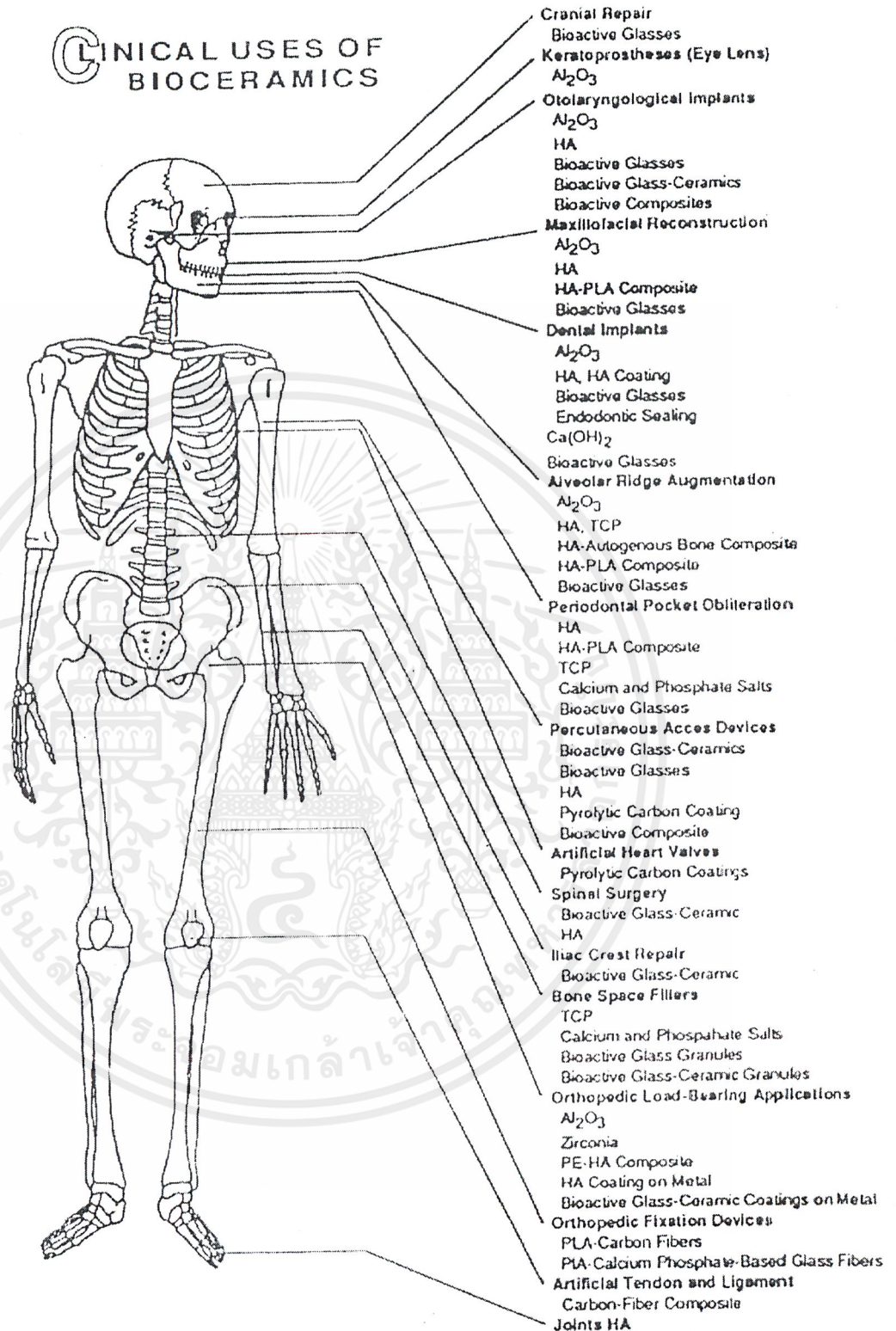
2.1.2 ปฏิกริยาตอบโต้ของร่างกายต่อวัสดุชีวภาพ [3]

สมบัติสำคัญของวัสดุชีวภาพคือจะต้องมีความสามารถในการเข้ากันได้ระหว่างเนื้อเยื่อและวัสดุชีวภาพโดยจะต้องไม่ก่อให้เกิดการตอบสนองที่ผิดปกติของร่างกายเช่น ไม่ก่อให้เกิดการระคายเคืองและอักเสบของเนื้อเยื่อรอบข้าง ไม่ก่อให้เกิดอาการแพ้ หรือเกิดมะเร็ง เป็นต้น ปฏิกริยาตอบโต้ของร่างกายที่มีต่อวัสดุชีวภาพสามารถแบ่งได้เป็น 4 ชนิด ดังนี้

1. วัสดุเป็นพิษต่อร่างกาย (Toxic) จะทำให้เนื้อเยื่อเกิดความผิดปกติกลายเป็นมะเร็งซึ่งจะทำให้เนื้อเยื่อตาย
2. วัสดุชีวภาพจะถูกหุ้มด้วยถุงเส้นใยที่ไม่ยึดติดกัน (Non – adherent fibrous capsule) เพื่อแยกวัสดุนั้นออกจากระบบร่างกายมนุษย์
3. เนื้อเยื่อสร้างพันธะที่บริเวณรอยต่อระหว่างเนื้อเยื่อกับวัสดุทางชีวภาพ(Bioactive)
4. เนื้อเยื่อสร้างตัวเองแทนที่วัสดุทางชีวภาพ (Dissolution of implant)

2.1.3 วัสดุชีวภาพประเภทเซรามิกส์ (Bioceramics)

เทคโนโลยีของการเปลี่ยนถ่ายอวัยวะวัสดุเซรามิกเข้ามามีบทบาทสำคัญในการดำรงชีวิตมนุษย์ตั้งแต่ยุคก่อนประวัติศาสตร์แต่เดิมการประยุกต์ใช้งานเซรามิกส์มักจะเป็นพวกเครื่องปั้นดินเผาและอุปกรณ์ก่อสร้างแต่เมื่อไม่นานมานี้ได้มีการพัฒนาเพื่อนำเซรามิกส์มาประยุกต์ใช้ในงานทางการแพทย์ โดยส่วนใหญ่มีการออกแบบให้ใช้สำหรับซ่อมแซมระบบเนื้อเยื่อแข็ง เช่น กระดูก โครงสร้างข้อต่อและฟัน ซึ่งในแต่ละส่วนของร่างกายจะมีสมบัติที่ต่างกันทำให้ต้องใช้เซรามิกส์ที่ต่างชนิดกันเพื่อให้เหมาะสมกับการใช้งานในส่วนนั้น ๆ วัสดุเซรามิกส์ที่ใช้ในงานข้างต้นนี้จะเรียกว่า วัสดุเซรามิกส์ชีวภาพ (Bioceramics) ตัวอย่างของการใช้งานวัสดุเซรามิกส์ในร่างกายดังแสดงในรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 ตัวอย่างการใช้งานวัสดุเซรามิกในร่างกาย [5]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กลไกการยึดติดระหว่างเนื้อเยื่อและวัสดุเซรามิกส์ชีวภาพ

วัสดุเซรามิกส์ชีวภาพสามารถแบ่งตามประเภทการตอบสนองของร่างกายและกลไกการยึดติดระหว่างเนื้อเยื่อกับวัสดุเซรามิกส์ชีวภาพได้เป็น 4 ประเภท คือ

1. เซรามิกส์ค่อนข้างเฉื่อย (Nearly inert / Bioinert ceramics)

ลักษณะทั่วไปของวัสดุเซรามิกส์ชีวภาพประเภทนี้คือเมื่อถูกใส่เข้าไปแทนที่อวัยวะภายในร่างกายแล้วไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมีหรือเกิดการเปลี่ยนแปลงน้อยมาก ซึ่งเนื้อเยื่อในร่างกายจะตอบสนองต่อวัสดุชีวภาพชนิดนี้โดยการสร้างเส้นใยขึ้นมาห่อหุ้มวัสดุชีวภาพชนิดนั้นเพื่อป้องกันไม่ให้วัสดุชีวภาพสัมผัสโดยตรงกับเนื้อเยื่อข้างเคียงภายในร่างกาย อย่างไรก็ตามข้อดีของวัสดุประเภทนี้คือเมื่อเกิดการเคลื่อนที่บริเวณรอยต่อระหว่างวัสดุกับเนื้อเยื่อจะทำให้ความหนาของชั้นเส้นใยเพิ่มมากขึ้น ซึ่งมีผลให้ความสามารถในการยึดติดกับกระดูกลดลงและอาจเกิดการเลื่อนหลุดของวัสดุได้

2. เซรามิกส์ที่มีรูพรุน (Porous ceramics)

วัสดุเซรามิกส์ชีวภาพประเภทนี้ถูกพัฒนาขึ้นเพื่อแก้ปัญหาเรื่องการเลื่อนหลุดของวัสดุประเภทแรกออกจากเนื้อเยื่อข้างเคียง เนื่องจากวัสดุประเภทนี้มีลักษณะที่เป็นรูพรุนซึ่งทำให้นเนื้อเยื่อสามารถเข้าไปเติบโตภายในรูพรุนได้ทำให้มีแรงยึดเหนี่ยวที่ดีกว่าเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างวัสดุกับเนื้อเยื่อ ข้อจำกัดของวัสดุประเภทนี้คือขนาดของรูพรุนจะต้องมีเส้นผ่าศูนย์กลางมากกว่า 10 ไมครอน เพื่อให้เส้นเลือดฝอยสามารถเจริญเติบโตเข้าไปหล่อเลี้ยงเนื้อเยื่อกระดูกในรูพรุนได้ นอกจากนี้เมื่อเกิดการเคลื่อนที่โดยเฉพาะบริเวณรอยต่อระหว่างเนื้อเยื่อกับวัสดุ อาจทำให้เส้นเลือดฝอยขาดได้ซึ่งจะทำให้เนื้อเยื่อที่อยู่ในรูพรุนตายและเกิดการติดเชื้อตามมา

3. เซรามิกส์ที่สามารถถูกดูดซับหรือกักเซาะภายใต้สภาวะทางสรีระวิทยา (Resorbable ceramics)

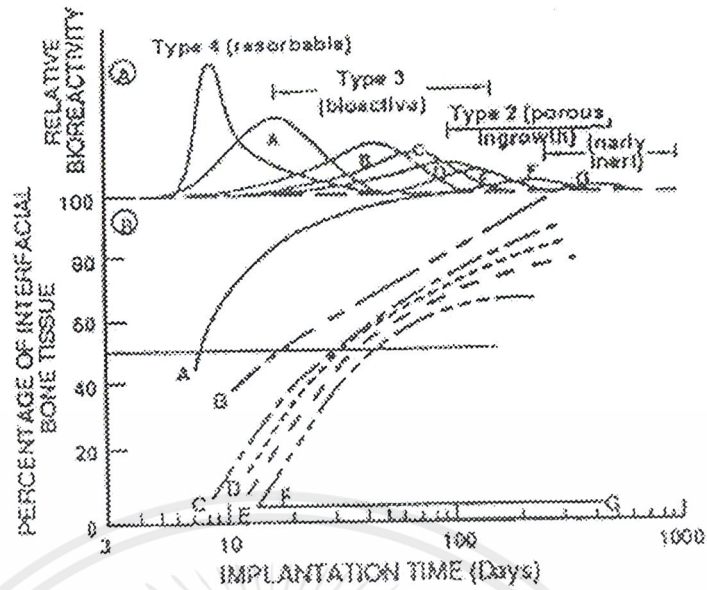
วัสดุเซรามิกส์ชีวภาพประเภทนี้มีคุณสมบัติพิเศษซึ่งสามารถย่อยสลายตัวเองได้ เมื่อเข้าไปอยู่ภายในร่างกายและถูกแทนที่ด้วยเนื้อเยื่อธรรมชาติที่ร่างกายสร้างขึ้นมา ข้อจำกัดของวัสดุประเภทนี้คือ องค์ประกอบของวัสดุประเภทนี้จะต้องสามารถถูกย่อยสลายด้วยระบบเมตาบอลิซึมส่วนสารที่ปล่อยออกมาจะต้องไม่เป็นพิษต่อร่างกายและสามารถถูกกำจัดได้ด้วยระบบของร่างกาย สมบัติที่สำคัญประการหนึ่งของวัสดุประเภทนี้คืออัตราการย่อยสลายของวัสดุจะต้องใกล้เคียงกับอัตราการสร้างกระดูกและเนื้อเยื่อของร่างกาย ถ้าอัตราการย่อยสลายเร็วเกินไปจะทำให้เกิดช่องว่างของกระดูกใหม่กับอวัยวะเทียม ถ้าอัตราการย่อยสลายช้าเกินไปจะมีผลให้เกิดการซ้อนทับของกระดูกและอวัยวะเทียม สมบัติข้อนี้ทำให้เกิดข้อจำกัดในการออกแบบของวัสดุชนิดนี้มีความยากลำบากและมีวัสดุเพียงไม่กี่ชนิดที่สามารถครอบคลุมข้อกำหนดทุกข้อได้

4. เซรามิกที่ว่องไวทางชีวภาพ (Bioactive ceramics)

สมบัติของวัสดุประเภทนี้จะอยู่กึ่งกลางระหว่างวัสดุที่ค่อนข้างเฉื่อยและวัสดุที่สามารถถูกดูดซับภายใต้สภาวะร่างกาย ลักษณะโดยทั่วไปของวัสดุประเภทนี้คือเมื่อใส่เข้าไปในร่างกายแล้ว จะเกิดปฏิกิริยาเคมีเฉพาะที่บริเวณรอยต่อของวัสดุกับเนื้อเยื่อ ทำให้เกิดการสร้างพันธะระหว่าง วัสดุกับกระดูกหรือเนื้อเยื่อภายในร่างกาย โดยจะสร้างชั้นไฮดรอกซีแอปพาไทต์ขึ้นที่ผิวของวัสดุเพื่อ ยึดวัสดุกับเนื้อเยื่อดังนั้นจึงช่วยลดปัญหาเรื่องการเลื่อนหลุดที่บริเวณรอยต่อระหว่างวัสดุได้

ตารางที่ 2.1 แสดงชนิดของเซรามิกส์ตามกลไกการยึดติดและตัวอย่างของเซรามิกส์แต่ละประเภท [5]

Type of implant	Type of Attachment	Example
1. Nearly inert	Mechanical interlock (Morphological Fixation)	Al_2O_3 , Zirconia
2. Porous	Ingrowth of tissues into pores (Biological Fixation)	Hydroxyapatite (HA) HA coated porous metals
3. Resorbable	Replacement with tissue	Tricalcium phosphate Bioactive glasses
4. Bioactive	Interfacial bonding with tissues (Biological Fixation)	Bioactive glasses Bioactive glass- ceramics HA



รูปที่ 2.2 ความว่องไวทางชีวภาพของวัสดุเซรามิกส์ชีวภาพทั้ง 4 ชนิด [5]

2.1.4 การทดสอบวัสดุทางชีวภาพ [4]

การประเมินผลของวัสดุทางชีวภาพโดยทั่วไปมักกระทำใน 2 วิธีด้วยกันคือ

1. การทดสอบนอกร่างกาย

เป็นการทดสอบประสิทธิภาพของวัสดุชีวภาพวิธีหนึ่งที่สามารถใช้บอกถึงสมรรถภาพใช้สังเกตวิธีการทำงาน และประเมินประสิทธิภาพของวัสดุชีวภาพ รวมทั้งสามารถใช้ประเมินความเชื่อถือได้และความคงทนของวัสดุชีวภาพ อย่างไรก็ตามวิธีการทดสอบนี้มีข้อจำกัดเนื่องจากวัสดุที่ถูกสังเคราะห์ขึ้นเมื่อนำไปใช้งานจริงภายในร่างกายจะอยู่ในสภาวะที่สัมผัสกับเนื้อเยื่อและของเหลวในร่างกายโดยตรง ซึ่งสภาวะแวดล้อมนี้จะซับซ้อนกว่าสภาวะแวดล้อมที่ทำการทดลองภายนอก ร่างกาย มีผลให้สมบัติของวัสดุเปลี่ยนแปลงไปดังนั้นเพื่อให้การศึกษามีความสมจริงจะต้องออกแบบสภาวะในการทดสอบให้คล้ายกับสภาวะแวดล้อมในร่างกายให้มากที่สุด ซึ่งอาจทำได้โดยสร้างของเหลวที่ใช้ในการทดสอบให้คล้ายกับพลาสมาในร่างกาย การกระทำเช่นนี้มีความยุ่งยากมากเนื่องจากของเหลวเหล่านี้อาจจะไม่เสถียรเมื่ออยู่นอกร่างกาย

2. การทดสอบภายในร่างกาย

การทดสอบวัสดุชีวภาพวิธีนี้มีข้อได้เปรียบกว่าการทดสอบนอกร่างกายเนื่องจากวัสดุชีวภาพสามารถทำงานในร่างกายได้เป็นเวลานานกว่า อีกทั้งยังสามารถทำการทดสอบการทำงานของวัสดุชีวภาพภายใต้สภาวะที่เป็นจริง ได้แก่ การทดสอบภายในร่างกายสามารถแบ่งย่อยได้เป็น 4 ขั้นตอนหลัก ๆ ดังนี้

2.1 การประเมินในสัตว์ทดลองที่สุขภาพดี

สิ่งสำคัญในการประเมินประสิทธิภาพการใช้งานของวัสดุชีวภาพโดยวิธีนี้คือจะต้องทำการประเมินผลการใช้งานในตำแหน่งที่มีสภาวะใกล้เคียงกับตำแหน่งที่จะใช้งานจริงในร่างกายมนุษย์ให้มากที่สุด อย่างไรก็ตามผลการศึกษาที่ได้จากการทดสอบวิธีนี้จะมีข้อแตกต่างจากการนำวัสดุชีวภาพไปแทนที่ในร่างกายมนุษย์อย่างถาวร เนื่องจากวงจรชีวิตและอายุขัยของสัตว์ทดลองแตกต่างจากมนุษย์

2.2 การประเมินในสัตว์ทดลองที่เป็นโรค

การประเมินประสิทธิภาพของวัสดุชีวภาพในสัตว์ทดลองที่สุขภาพดีจะให้ผลแตกต่างจากสัตว์ทดลองที่เป็นโรค เนื่องจากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างวัสดุทางชีวภาพกับอวัยวะข้างเคียงที่เป็นโรคจะแตกต่างจากปฏิกิริยาระหว่างวัสดุชีวภาพกับอวัยวะที่สุขภาพดี ทำให้ไม่สามารถประเมินผลการทดลองเนื่องจากผลของอาการป่วยต่อประสิทธิภาพของวัสดุชีวภาพในสัตว์ทดลองสุขภาพดีได้ ดังนั้นจึงต้องทำการทดลองในสัตว์ทดลองที่เป็นโรคด้วย

2.3 การศึกษาจากกลุ่มผู้ป่วยในทางคลินิก

วัสดุที่ผ่านการทดสอบในสัตว์ทดลองทั้งที่มีสุขภาพดีและเป็นโรคแล้วให้ผลที่มีประสิทธิภาพดี และมีความเป็นไปได้ในการใช้งานจริงจะถูกนำมาทดลองในมนุษย์เพื่อทดสอบความปลอดภัยของวัสดุทางชีวภาพ รวมทั้งศึกษาภาวะการเกิดโรคแทรกซ้อนที่เกิดจากการใช้งานของวัสดุชีวภาพ

2.4 การใช้งานทางคลินิกทั่วไป

เมื่อมีการสร้างวัสดุทางชีวภาพขึ้นมาแล้วก็ต้องถูกรับรองโดยองค์กรที่ทำหน้าที่ควบคุมเพื่อให้แน่ใจก่อนนำไปผลิตเพื่อใช้กับผู้ป่วยจริง

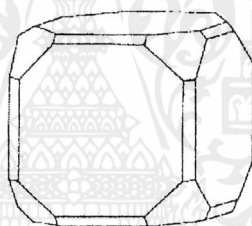
2.2 แคลเซียมทิตาเนต

2.2.1 บทนำ

แคลเซียมทิตาเนต (CaTiO_3) จะมีโครงสร้างผลึกที่เรียกว่า perovskite ดังแสดงในรูปที่ 2.3 สมบัติโดยทั่วไปของ CaTiO_3 มีดังนี้

- ความหนาแน่น 4.02 g/ml
- ความมันเงา : adamantine, metallic, greasy
- ความแข็ง 5.5
- ค่าความถ่วงจำเพาะ 4.0
- จุดหลอมเหลว 1980 °C
- ลักษณะการส่องผ่านของแสง ทึบแสง - โปร่งแสง

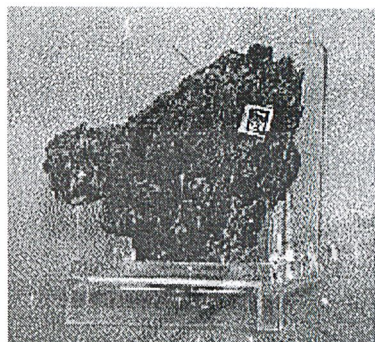
สมบัติทางเคมี : สามารถบวมตัวแต่ไม่ละลายใน H_2SO_4 และจะละลายได้ดีใน HF ที่เย็น นอกจากนี้ไม่สามารถละลายได้ สามารถเป็นสารตัวเติมของ BaTiO_3 ได้ นอกจากนั้นยังเป็นวัสดุ high-dielectric ซึ่งลुकติดไฟที่ 2450 - 2500 °F เมื่อเป็นองค์ประกอบเดี่ยว และถูกทดสอบที่ 1 kHz และ 1 MHz จะมีค่า dielectric constants ในช่วง 150 -175 และ power factor น้อยกว่า 0.07% ค่า negative temperature coefficient of capacity เท่ากับ 1400 ppm/ °c [6]



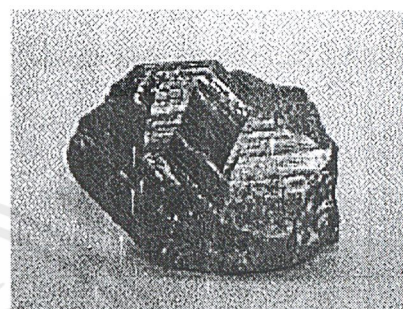
รูปที่ 2.3 ลักษณะผลึกของ CaTiO_3 ชนิด Perovskite

2.2.2 โครงสร้างของ CaTiO_3

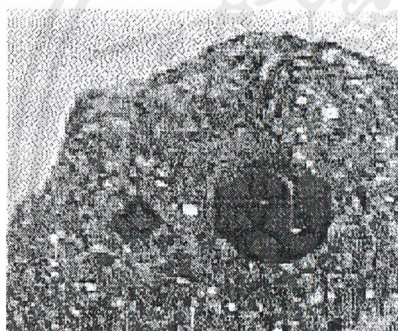
แคลเซียมทิทาเนตที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติจะอยู่ในรูป Orthorhombic-Dipyramidal ส่วนใหญ่ที่พบจะมีสีเหลือง สีน้ำตาล และสีเทา ดังแสดงในรูปที่ 2.4



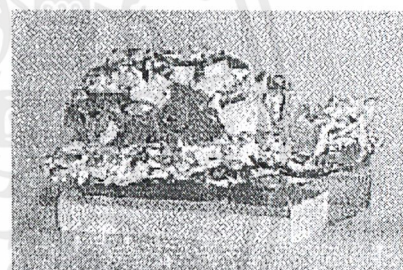
(ก)



(ข)



(ค)



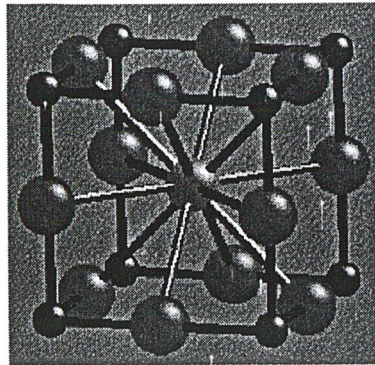
(ง)

รูปที่ 2.4 CaTiO_3 และ TiO_2 ที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ

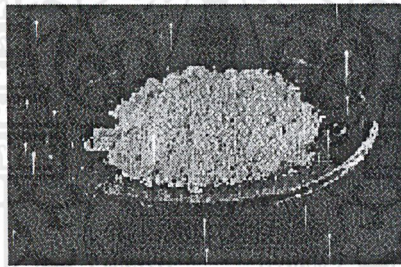
ก. CaTiO_3 จากธรรมชาติ ข. TiO_2 ชนิด Rutile

ค. TiO_2 ชนิด Anatase ง. TiO_2 ชนิด brookite

สำหรับโครงสร้างของ perovskite ที่ถูกสังเคราะห์ขึ้นจะอยู่ในรูป monoclinic, pseudocubic



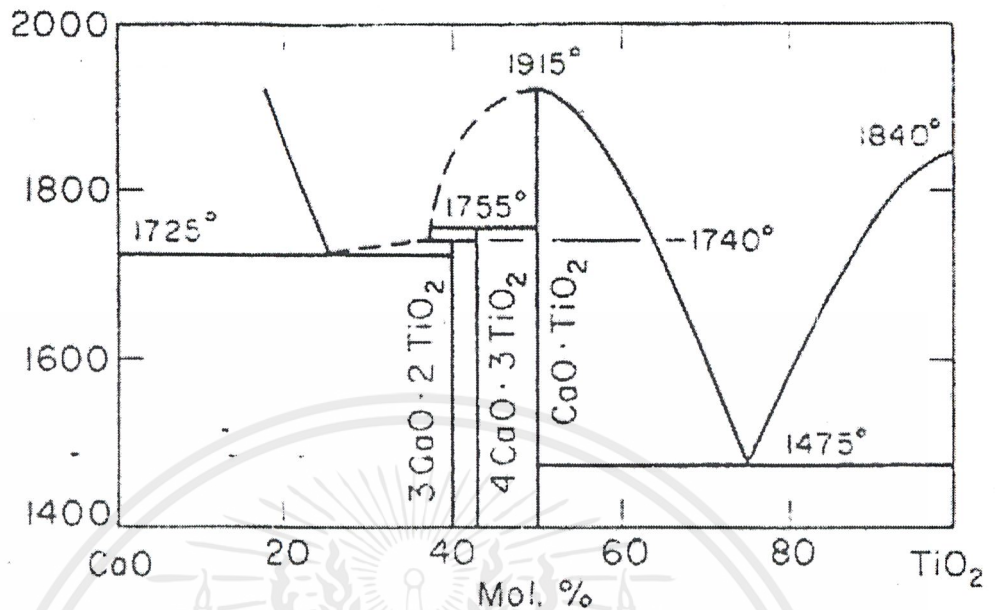
รูปที่ 2.5 โครงสร้างผลึกของ CaTiO_3 ที่ $a = 7.65 \text{ \AA}$, $b = 7.65 \text{ \AA}$ และ $c = 7.65 \text{ \AA}$;
 $\beta = 90.6^\circ$ [9]



รูปที่ 2.6 ลักษณะ CaTiO_3 ที่สังเคราะห์ขึ้นจะมีสีขาว

ส่วนประกอบทางเคมีของแคลเซียมทิตานตประกอบด้วย $\text{CaO} = 41.24\%$ และ $\text{TiO}_2 = 58.76\%$ [6] ซึ่งจะแสดง phase diagram ดังรูปที่ 2.7

CaO-TiO₂



รูปที่ 2.7 เฟสไดอะแกรมของ CaO และ TiO₂

2.2.3 การสังเคราะห์แคลเซียมทิตาเนต

แคลเซียมทิตาเนตสามารถสังเคราะห์ได้หลายวิธีดังตัวอย่างต่อไปนี้

1) การแคลไซด์ของผลสมระหว่างสารประกอบ CaO หรือ CaCO₃ กับ TiO₂ ที่อุณหภูมิสูง ปฏิกิริยาจะเริ่มที่ 700°C และเสร็จสมบูรณ์หลังจากให้ความร้อนเป็นเวลา 10 ชั่วโมงที่ 1350°C [1]

2) การสังเคราะห์โดยวิธีบดผสมเชิงกล ซึ่งวิธีนี้จะทำให้เกิด reactivity มาก และ metastable state ของสารประกอบ วิธีนี้จะบดผสมสารตั้งต้น Ca(OH)₂ หรือ CaO กับ TiO₂ โครงสร้างผลึกของ TiO₂ อยู่ในรูป anatase จะเกิดเป็นแคลเซียมทิตาเนต ได้ง่ายกว่า TiO₂ รูป rutile ที่ไม่มีโครงสร้างผลึก การสังเคราะห์วิธีนี้สามารถทำได้ที่อุณหภูมิห้อง

3) การสังเคราะห์โดยวิธีการตกตะกอนทำโดยนำสารละลาย Tetraisopropyl ortho Titanate ผสมกับน้ำและ Calcium Nitrate ทำการผสมกันเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นปรับ pH ด้วย NH₃ จะเกิดตะกอน CaTiO₃ จากนั้นนำไปแยกได้โดยการกรอง (Filtration) และนำไปทำให้แห้งโดยการอบ ตัวแปรที่มีผลต่อการควบคุมสมบัติของสารประกอบออกไซด์ผสมที่สังเคราะห์ได้คือ ค่าความเป็นกรดต่าง (pH) อัตราการปั่นกวน (Mixing rate) อุณหภูมิ (Temperature) และความเข้มข้นของสารละลาย

2.2.4 การประยุกต์ใช้งาน CaTiO_3 ในปัจจุบัน

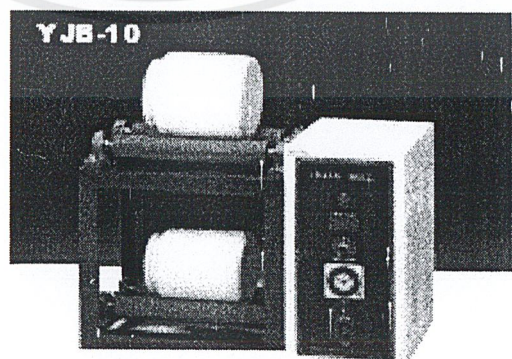
แคลเซียมทิตาเนต เป็นที่รู้จักดีในด้านของวัสดุพื้นฐานของ ferroelectric ceramics สารประกอบนี้จะถูกใช้ทางด้านการตรวจวัดความร้อนในอุปกรณ์ด้านกระแสไฟฟ้าในวงจร เนื่องจากมีความเป็นลบในสัมประสิทธิ์ความร้อน และยังเป็นวัสดุทนต่อสารละลายที่ว่องไวในการกัดกร่อน

2.3 การสังเคราะห์วัสดุติบเซรามิกส์ด้วยวิธีการบดผสมเชิงกล

การสังเคราะห์สารประกอบออกไซด์เซรามิกส์ด้วยวิธีนี้เป็นวิธีพื้นฐานที่ง่ายที่สุด ราคาถูก และไม่ยุ่งยากซับซ้อนทำโดยการผสมสารประกอบประเภท ออกไซด์, ไฮดรอกไซด์ หรือเกลือของโลหะที่ต้องการนำมาบดในหม้อบด (Pot mill) ด้วยลูกบด (Ball mill) ในการบดผสมเชิงกลจะต้องมีการควบคุมขนาดของอนุภาคอยู่ในช่วงขนาดที่ยอมรับได้ การเตรียมผลิตภัณฑ์ที่มีขนาดอนุภาคน้อยกว่า $1 \mu\text{m}$ จะต้องใช้เทคนิคที่ยุ่งยากมาก นอกจากนี้ข้อด้อยที่สำคัญของการสังเคราะห์วิธีนี้คือ การกระจายตัวของอนุภาคไม่สม่ำเสมอและมีสิ่งเจือปนจากขั้นตอนการบดผสม ทำให้ความบริสุทธิ์ของผลิตภัณฑ์ที่ได้ต่ำ แต่ในบางกรณีสามารถจะทำให้สารที่ผลิตได้มีสมบัติดีขึ้นโดยการแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงก่อนซึ่งจะทำให้ราคาผลิตภัณฑ์สูงขึ้น ตัวอย่างเช่น magnesium aluminate ต้องเผาโดยใช้อุณหภูมิมากกว่า 1200°C [9]

เครื่องบดผสมชนิด Ball Mill [10]

เครื่องบดชนิดนี้ ประกอบด้วยหม้อบดรูปทรงกระบอก ทำด้วยเหล็กหรือเซรามิกส์และหมุนในแนวนอน สำหรับหม้อบดที่ทำด้วยเหล็กลูกบดที่บรรจุภายในจะเป็นลูกเหล็กและใช้บดได้กับผลิตภัณฑ์ที่มีสีเข้มเท่านั้น แต่ถ้าเป็นหม้อบดที่ทำด้วยเซรามิกส์ลูกบดที่บรรจุภายในจะทำด้วยผลิตภัณฑ์เซรามิกส์ เช่น สตีไทต์ (Steatite), อะลูมินา หรือ พอร์ซเลน ซึ่งสามารถใช้บดผลิตภัณฑ์ที่มีสีขาวและสีอ่อนได้ ดังแสดงได้ดังรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 แสดงเครื่องบดผสมเชิงกล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในการใช้งานจะนำเอาวัตถุดิบทั้งหมดและลูกบดใส่ในหม้อบด วางหม้อบดบนแกนของเครื่องโดยวางในแนวนอน เปิดสวิตซ์ทำให้แกนของเครื่องหมุน ซึ่งจะทำให้หม้อบดหมุนตามไปด้วย วัตถุดิบและลูกบดจะเกิดการเหวี่ยงไปมาระหว่างการหมุนของหม้อบด การบดจะเกิดขึ้นเนื่องจากการกระทบกันระหว่างวัตถุดิบและลูกบดที่ลิ่งไปมาตลอดเวลาพร้อมกับเกิดการเสียดสีระหว่างลูกบดและผนังหม้อบดด้วย ดังนั้นถ้าใช้หม้อบดที่ทำด้วยเหล็กอาจมีเหล็กเข้าไปเจือปนกับผลิตภัณฑ์ทำให้สีเข้มขึ้น

ประสิทธิภาพในการบดของ ball mill ขึ้นกับปัจจัยหลายประการดังนี้

1. อัตราการหมุนของหม้อบด
2. ขนาด ปริมาณ และธรรมชาติของลูกบด
3. ปริมาณและความชื้นเหลวของวัสดุที่นำมาบด

สำหรับอัตราการหมุนที่เหมาะสมของหม้อบดจะอยู่ในช่วง 50-60 % ของอัตราเร็ววิกฤต (critical speed) ซึ่งสามารถคำนวณหาอัตราเร็ววิกฤตได้จากสูตร

$$\text{อัตราเร็ววิกฤต} = \frac{54.18}{\sqrt{r}}$$

เมื่อ r คือ รัศมีภายใน (ฟุต) ของหม้อบด

"อัตราเร็ววิกฤต" หมายถึงอัตราเร็วต่ำสุดที่ทำให้ลูกบดเกิดการเหวี่ยงไปมาได้ โดยอาศัยแรงหนีศูนย์กลาง (centifugal force)

สำหรับลูกบดที่ใช้จะมีขนาดเท่าใดนั้นขึ้นกับความหนาแน่นของลูกบดและขนาดของหม้อบด โดยปกติลูกเหล็กที่ใช้กันทั่วไปจะมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 mm แต่ถ้าเป็นลูกบดพอร์ซเลนจะมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.5 -3.5 cm ส่วนปริมาณของลูกบดที่ใช้ในการบดจะอยู่ในช่วง 40 - 50 % ของปริมาตรของหม้อบด ในกรณีที่เป็นลูกเหล็กจะใช้ในปริมาณที่น้อยกว่าคือ ประมาณ 35 - 40 %

2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

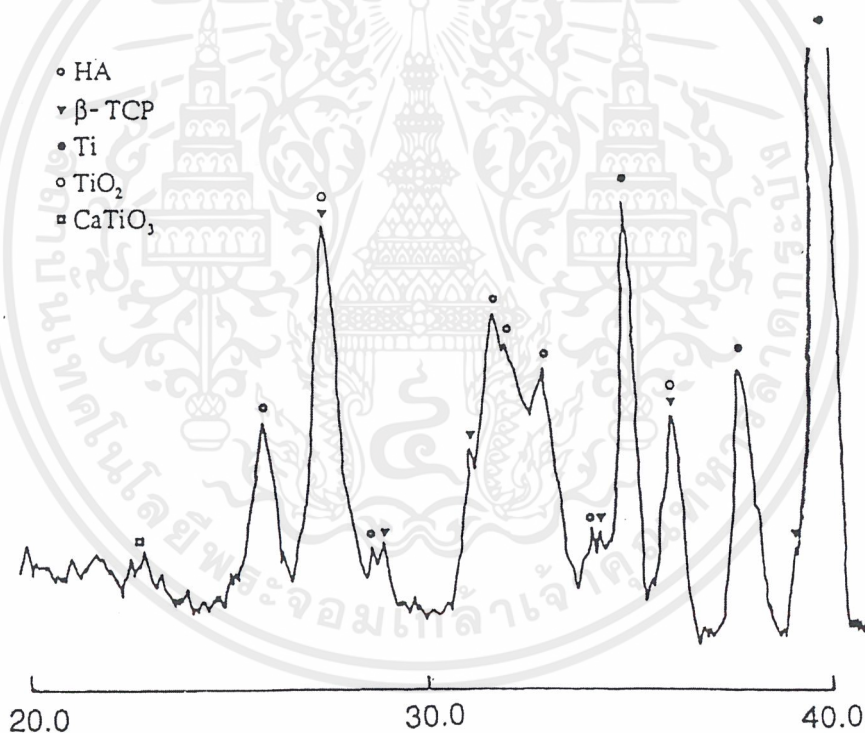
งานวิจัยของ Ping Zhou และ Masaru Alou [2] ได้ทำการเคลือบผิวไฮดรอกซีแอปาทาइट (HA) บนทิตานเนียม ซึ่งในการเคลือบผิวจะใช้เทคนิค thermal decomposition

ในการเคลือบผิวเริ่มจากทำการเคลือบด้วยสารละลายแคลเซียมทิตานเนตบนแผ่นทิตานเนียม หลังจากนั้นนำเอาแผ่นทิตานเนียมที่ทำการเคลือบผิวแล้วไป centrifuge อบแห้งที่ 110 °C หลังจากนั้นเผาที่ 600 °C (sintering) ทำการเคลือบซ้ำ 3 ครั้ง ต่อบนนำเอาแผ่นทิตานเนียมที่เคลือบด้วยสารละลายแคลเซียมทิตานเนตแล้วมาจุ่มในสารละลายไฮดรอกซีแอปาทาइटและทำการเคลือบคล้ายกันแต่เปลี่ยนอุณหภูมิในการเผาเป็น 650 °C ในการเคลือบผิวไฮดรอกซีแอปาทาइटจะ

ต้องทำการเคลือบซ้ำ 6 ครั้งหลังจากนั้นนำเอาแผ่นทิตาเนียมที่เคลือบผิวทั้งสองชั้นไปตรวจสอบด้วย XRD , SEM

จากการตรวจสอบด้วย XRD พบว่าการเกิดผลึกของไฮดรอกซีแอปพาไทต์เริ่มที่ 650 °C และขึ้นงานสุดท้ายจะประกอบด้วย HA , β - TCP ดังแสดงใน รูปที่ 2.9 โดยสัดส่วนของ 2 เฟสเกิดที่ 650 °C และ 750 °C เป็น 1:1 และ 2:1 ตามลำดับ โดยเฟสของไฮดรอกซีแอปพาไทต์จะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิของปฏิกิริยาและเฟสของแคลเซียมทิตาเนตจะเกิดที่ 650 °C และที่ 1050 °C จะเกิดแคลเซียมออกไซด์แทนแคลเซียมทิตาเนต

จากการตรวจสอบด้วย SEM จะใช้ตรวจดูการโตของผลึก จะพบว่าก่อนที่จะมีการเคลือบผิวพื้นผิวของทิตาเนียมจะมีผิวที่เรียบแต่หลังจากมีการเคลือบผิวด้วยแคลเซียมทิตาเนตและไฮดรอกซีแอปพาไทต์ฟิล์มที่เคลือบจะขรุขระมากกว่าก่อนเคลือบและพบว่าความหนาของฟิล์มที่เคลือบคือ 3 – 5 μm

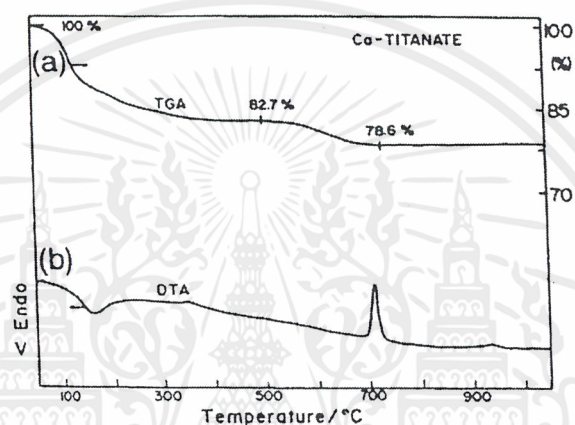


รูปที่ 2.9 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของพื้นที่ผิวโลหะที่เคลือบด้วยไฮดรอกซีแอปพาไทต์

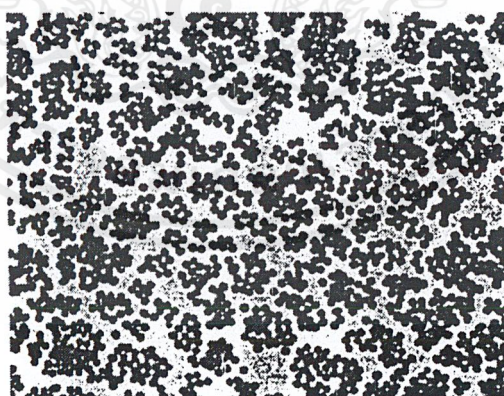
จากผลการทดลองพบว่าเมื่อมีการเคลือบผิวบนทิตาเนียม 2 ชั้น มีข้อดีคือการเคลือบผิวที่ได้มีความเป็นเนื้อเดียวกันและสามารถเคลือบในรูพรุนที่มีขนาดเล็กได้และในชั้นของแคลเซียมทิตาเนตจะช่วยป้องกันการเกิดทิตาเนียมไดออกไซด์และช่วยลดการละลายของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่อยู่บนผิวที่เป็นกรดในร่างกายและช่วยยึดชั้นของไฮดรอกซีแอปพาไทต์เอาไว้และข้อดีที่

สำคัญที่พบคือ ช่วยลดปริมาณของไฮดรอกซีแอสปาทิตที่ใช้เมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณของไฮดรอกซีแอสปาทิตที่ใช้ทั่วไปและช่วยยืดอายุของอวัยวะเทียมให้ใช้ได้นานกว่าเดิม

งานวิจัยของ Myung Jin Kim และ Egon Matijevic [8] ได้ทำการเตรียม Uniform Submicrometer Particles ของแคลเซียมทิตาเนตใช้ปฏิกิริยาการแทนที่ระหว่างสารละลาย peroxotitanium และสารละลาย NTA stock (Na_2HNTA) จะได้ Calcium Titanium Peroxohydroxide นำไปวิเคราะห์ด้วย x-ray diffraction ใช้ $\text{CuK}\alpha$ radiation ทำการเผาผงที่เตรียมได้ใน horizontal tubular furnace และทำการวิเคราะห์ข้อมูลด้วย DTA และ TGA ผลการวิเคราะห์ดังรูปที่ 2.10



รูปที่ 2.10 การวิเคราะห์ด้วย (a) TGA และ (b) DTA



รูปที่ 2.11 Uniform Submicrometer Particles of Calcium Titanate

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ของแข็งที่เตรียมได้จากรูปมี molar ratio $[Ca]/[Ti] = 0.33$ และจาก DTA curve แสดง endothermic peak ที่อุณหภูมิน้อยกว่า $200^{\circ}C$ ปริมาณของน้ำหนักที่หายไปที่แสดงใน TGA curve มี exothermic peak เกิดที่อุณหภูมิประมาณ $700^{\circ}C$

การเปลี่ยนแปลงสถานะจาก amorphous powder ไปเป็น mix phase ของผลึก $CaTiO_3$ และ TiO_2 วิเคราะห์ได้โดย x-ray diffractometry

งานวิจัยของ Guomin และคณะ [12] ได้ทำงานวิจัยคือการเตรียม $CaTiO_3$ จากของผสม $CaO-TiO_2$ โดยวิธีทางเชิงกลโดยจะเตรียมจากสารประกอบ CaO กับ TiO_2 ที่มีวัฏภาคแบบ anatase และ rutile ในงานวิจัยนี้ศึกษาปฏิกิริยาทางเคมีที่เกิดขึ้นว่าสามารถเกิดเป็น $CaTiO_3$ ได้หรือไม่

วิธีที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่างทำได้โดยการนำ TiO_2 แบบ anatase และ rutile ไปทำการบดรวมกับ CaO โดยใช้ หม้อบดผสมแบบ Planetary ดังแสดงในรูปที่ 2.12



รูปที่ 2.12 แสดงหม้อบดผสมแบบ Planetary

ในการบดสารให้เข้ากันที่อุณหภูมิต่ำ ในการศึกษาการบดจะใช้เวลาดั้งแต่ 30 นาที ถึง 5 ชั่วโมง การเกิดปฏิกิริยาเคมีภายหลังการบดผสมจะตรวจสอบโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (x-ray diffraction ,XRD) พบว่าเมื่อทำการบดนาน 1 ชั่วโมงจะเกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมี คือ วัฏภาค anatase จะสามารถเปลี่ยนเป็น rutile ได้โดยผ่านวัฏภาค brookite โดย anatase จะเกิดปฏิกิริยากับ CaO แล้วเกิดเป็น $CaTiO_3$ ได้เร็วกว่า rutile เนื่องจาก anatase เป็นตัวที่ค่อนข้างว่องไวมากกว่า rutile ซึ่งเกิดการย้อนกลับได้ ทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้ช้ากว่า

จากการทดลองเมื่อทำการทดสอบด้วย XRD พบว่าเมื่อเวลาผ่านไป 1 ชั่วโมงครึ่ง ของ

ผสมระหว่าง CaO และ anatase จะเริ่มเกิดเป็นผลึกของ $CaTiO_3$ เล็กน้อยและมีส่วนที่เป็น เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่โดยไม่ผ่านการคัดค้านใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อัญฐานอยู่รอบ ๆ และเมื่อเวลาที่ใช้ในการบดนานขึ้นจะทำให้ผลึกโตขึ้น เมื่อเวลาที่ใช้ในการบดมากกว่า 2 ชั่วโมง ในขณะที่ ของผสมระหว่าง CaO กับ rutile ต้องใช้เวลา 2 ชั่วโมง จึงจะเริ่มเกิดเป็นผลึกของ CaTiO_3 เล็กน้อย และเมื่อเราทำการเพิ่มเวลาที่ใช้ในการบดในทั้ง 2 สารผสมเราจะพบว่าปริมาณผลึกของ CaTiO_3 จะเพิ่มมากขึ้น

เมื่อทำการทดสอบด้วย High resolution transmission electron microscope (HR-TEM) ซึ่งจะสามารถมองเห็นขนาดอนุภาคที่ได้จากการบดต่าง ๆ พบว่าที่ระยะเวลาที่ทำการบดนาน 2 ชั่วโมง จะมีขนาดอนุภาคประมาณ 0.5 ไมโครเมตร ซึ่งจะมีผลึกขนาดเล็กประเภท 5 นาโนเมตร ของ CaTiO_3 ผสมอยู่ด้วย เมื่อเวลาที่ใช้ในการบดนาน 5 ชั่วโมง พบว่า ขอบของโครงผลึก (Crystal grain) จะมีขนาดใหญ่มากขึ้น ทำให้ขนาดอนุภาคของ CaTiO_3 เพิ่มขึ้นเป็น 20 นาโนเมตร เป็นผลให้เกิด grain boundary และ lattice fringes ที่ชัดเจนขึ้นโดยสามารถวัดระยะห่างของการจัดเรียงตัวได้ประมาณ 0.27 นาโนเมตร ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงแสดงให้เห็นว่าของผสมระหว่าง CaO กับ TiO_2 สามารถเกิดปฏิกิริยาทางเคมีเป็น CaTiO_3 ได้จริง

บทที่ 3

การวิจัยและการดำเนินงาน

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. แคลเซียมออกไซด์ (Calcium Oxide, CaO)
2. แคลเซียมคาร์บอเนต (Calcium Carbonate, CaCO₃)
3. ทิทาเนียมไดออกไซด์ (Titaniumdioxide, TiO₂)
4. เอทานอล (Commercial Ethanol)
5. สารละลาย SBF (Simulated body fluid)
6. กรดบอริก (Boric acid)
7. กรดซัลฟูริก 5 นอร์มัล
8. สารละลายแอนติโมนีโพแทสเซียมทาทเรต (K(SbO)C₄H₄O₆·1/2H₂O)
9. สารละลายแอมโมเนียมโมลิบเดต ((NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O)
10. สารละลายแอสคอบิก 0.1 โมลาร์
11. สารละลายมาตรฐานฟอสเฟต
12. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5 โมลาร์

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องบดผสมเชิงกลพร้อมหม้อบดและลูกบด
2. บีกเกอร์ขนาด 500 ml
3. แท่งแม่เหล็ก (Magnetic bar)
4. แท่งแก้ว
5. ช้อนตักสาร
6. ขวดพลาสติก
7. บีกเกอร์พลาสติก
8. หลอดหยด
9. ปิเปตขนาด 5 ml พร้อมจุกยาง
10. ปิเปตขนาด 10 ml พร้อมจุกยาง
11. ปิเปตขนาด 25 ml พร้อมจุกยาง
12. ปิเปตขนาด 50 ml พร้อมจุกยาง
13. ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 ml

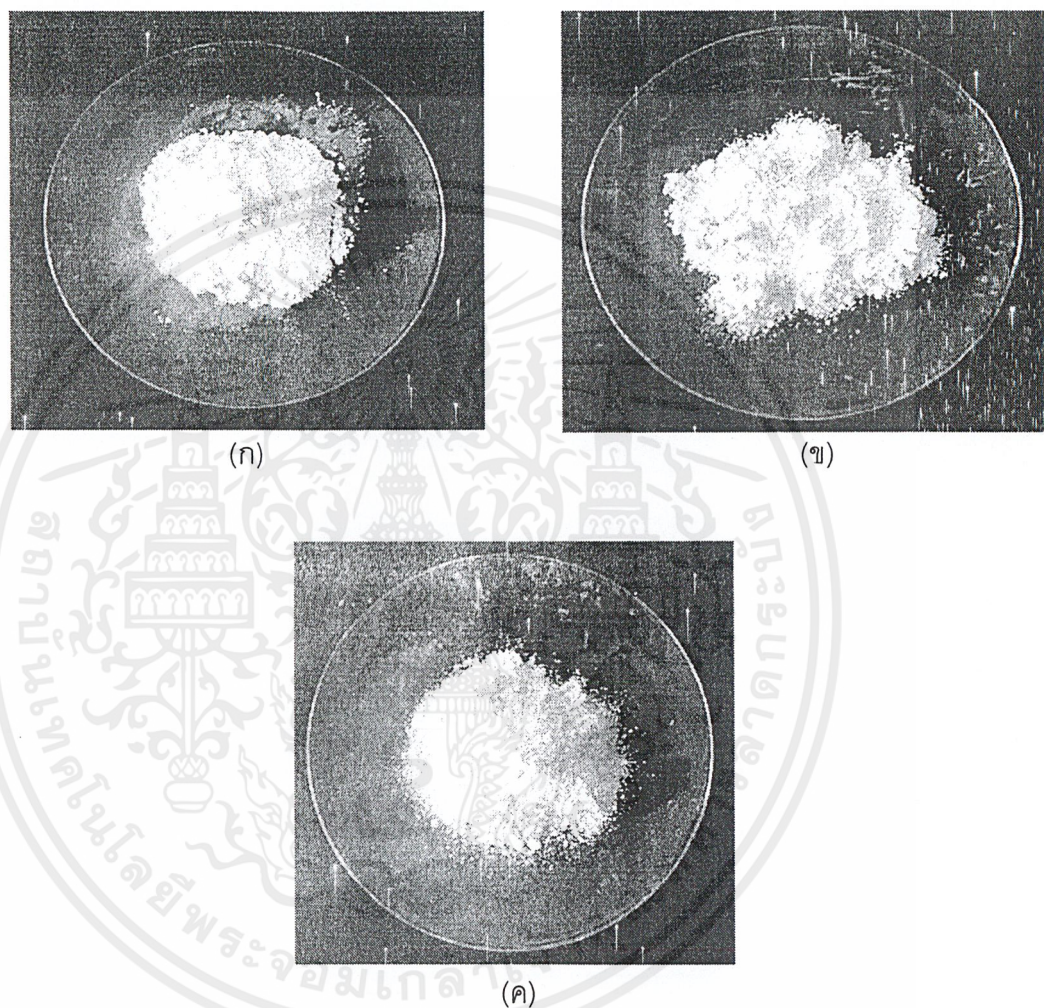
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

14. ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 ml
15. ขวดวัดปริมาตรขนาด 200 ml
16. กระจกนาฬิกา
17. ครุฑิเบิลชนิดพอร์ซเลนและอลูมินา
18. โกร่งบดสาร
19. ขวดรูปชมพู่
20. Hot plate
21. กระจกบอกร้ากลั่น
22. เซลล์ควอท
23. เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง
24. เครื่อง Ultra sonic บริษัท Ney Dental Inc. รุ่น 14H
25. เต้าเผาสาร Farnance 6000
26. เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH meter)
27. อ่างควบคุมอุณหภูมิ บริษัท Fisher Scientific รุ่น ISOTEMP 228
28. เครื่องบดผสมสารตัวอย่างสำหรับ XRF (Rock Lab) รุ่น Benchmill Model 1A
29. เครื่องอัดตัวอย่างสำหรับ XRF (Herzog) รุ่น TP60/2D
30. เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF) บริษัท BRUKER รุ่น SRS3400
31. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) บริษัท BRUKER รุ่น D8 Advance
32. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM) บริษัท JEOL รุ่น JSM-5410
33. เครื่องเคลือบทอง สำหรับ SEM บริษัท JEOL รุ่น JFC-1200
34. เครื่องหมุนเหวี่ยงแยกตะกอน (Centifuge) บริษัท Sanyo รุ่น Centaur 2
35. เครื่องวัดค่าการดูดกลืนแสง (UV-VIS spectrophotometer) บริษัท JASCO รุ่น 7800

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3 ขั้นตอนการทดลอง

ขั้นตอนการทดลองนี้จะใช้สารตั้งต้นที่แตกต่างกัน 2 ชนิดคือแคลเซียมออกไซด์, CaO หรือ แคลเซียมคาร์บอเนต, CaCO₃ บดผสมกับทิตานียมไดออกไซด์, TiO₂ ลักษณะของสารตั้งต้นที่ใช้ทำการทดลองจะแสดงในรูปที่ 3.1



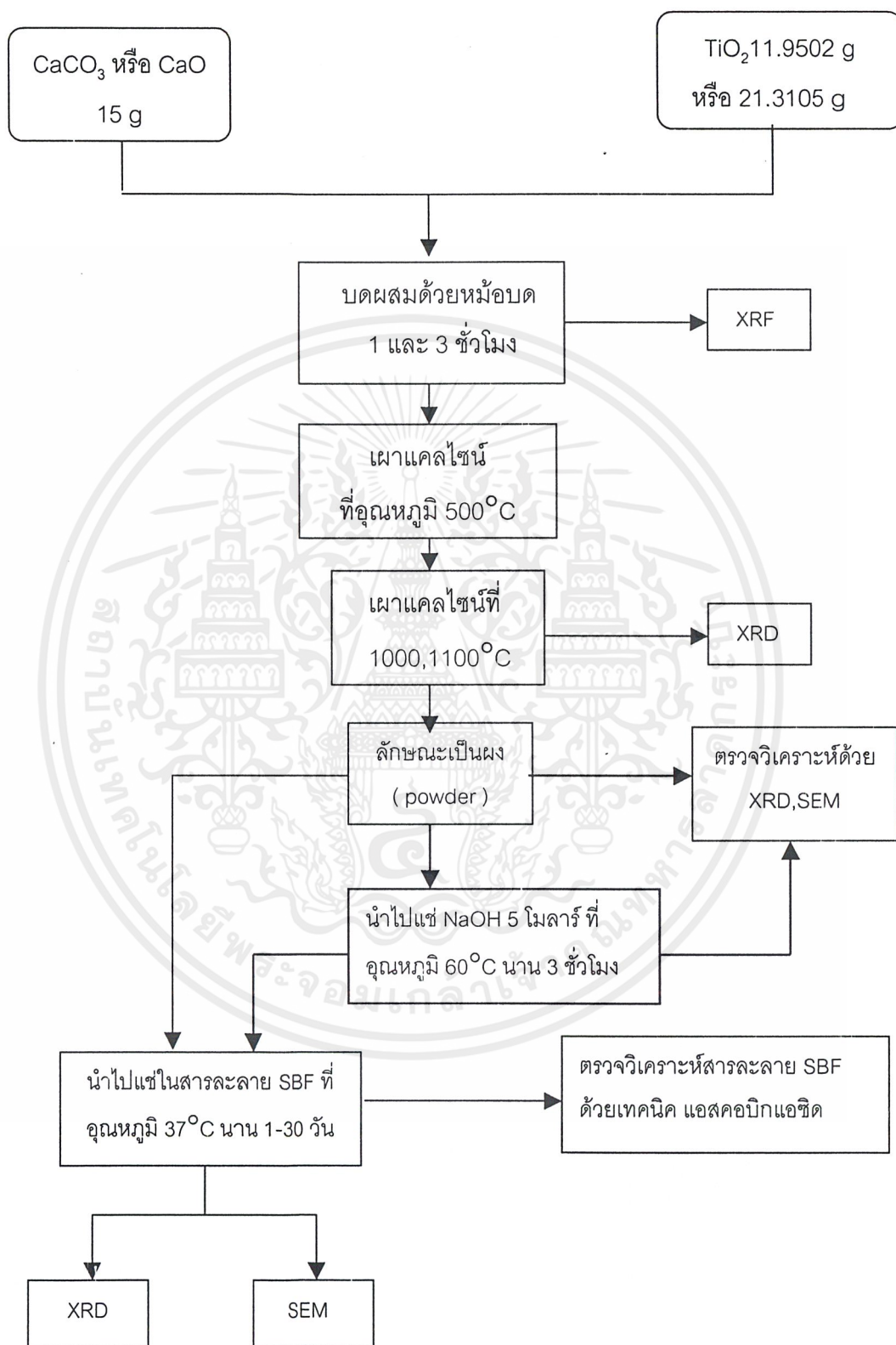
รูปที่ 3.1 ลักษณะของสารตั้งต้นที่ใช้ทำการทดลอง

(ก) CaO

(ข) CaCO₃

(ค) TiO₂

ส่วนของขั้นตอนการทดลองนี้สามารถสรุปได้ดังแสดงในรูปที่ 3.2

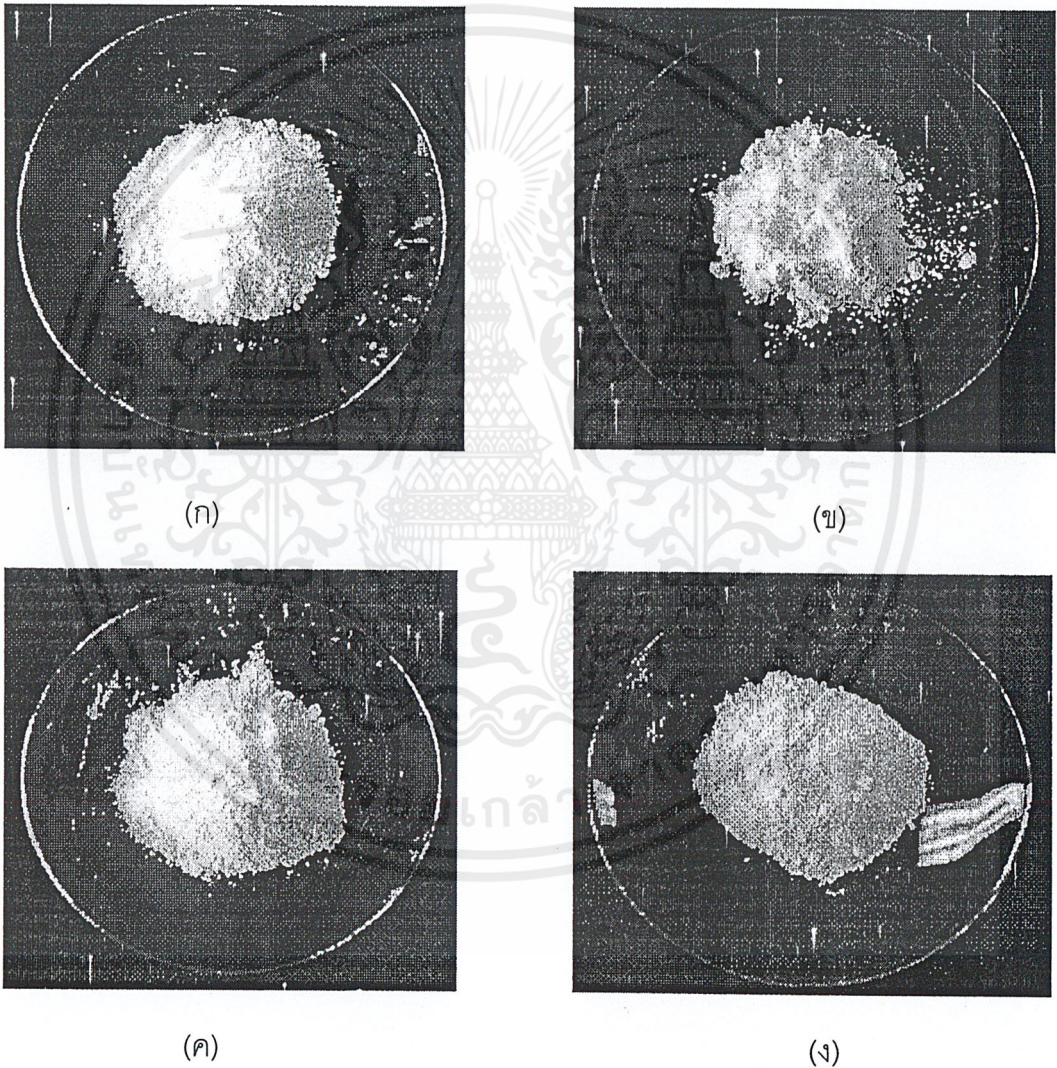


รูปที่ 3.2 การเตรียมแคลเซียมที่ทาเนตโดยวิธีบดผสมเชิงกลและวิธีการทดสอบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.1 การสังเคราะห์ CaTiO_3 ด้วยวิธีบดผสมเชิงกล

ซังสาร CaCO_3 15.0000 กรัม และ TiO_2 11.9502 กรัม นำใส่ในหม้อบดที่ทำจากเหล็กกล้าปลอดสนิม โดยใส่ลูกบดประมาณ 2/3 ของปริมาตรหม้อบด ปิดฝาให้สนิททำการบดผสมด้วยความเร็ว 40 - 50 รอบต่อนาที โดยใช้เวลาในการบด 1 และ 3 ชั่วโมง โดยทุก 1 ชั่วโมง จะหยุดการบดเป็นเวลา 15 นาที แล้วจึงเริ่มทำการบดต่อจนครบเวลาที่กำหนด ทำการบดผสมสารตัวอย่างสูตรอื่นโดยเปลี่ยนสารตั้งต้นเป็น CaO 15.0000 กรัมและ TiO_2 21.3105 กรัม สารที่สังเคราะห์ได้ซึ่งลักษณะเป็นผง ดังแสดงในรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 ลักษณะสารผลิตภัณฑ์หลังทำการบดผสม

(ก) สารตั้งต้นเป็น CaO บดผสม 1 ชั่วโมง

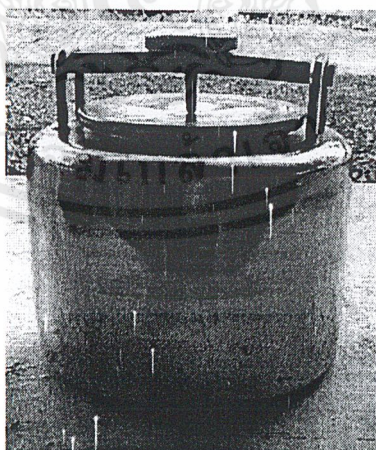
(ข) สารตั้งต้นเป็น CaO บดผสม 3 ชั่วโมง

(ค) สารตั้งต้นเป็น CaCO_3 บดผสม 1 ชั่วโมง

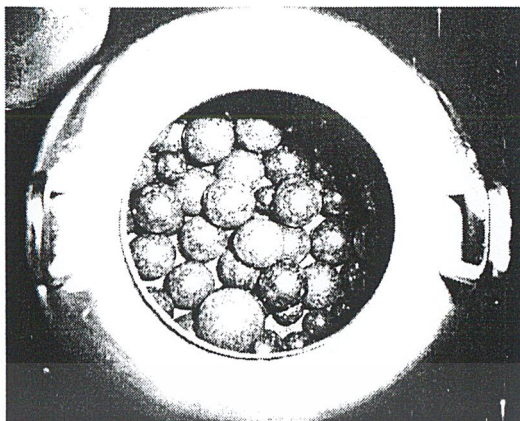
(ง) สารตั้งต้นเป็น CaCO_3 บดผสม 3 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไมออนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

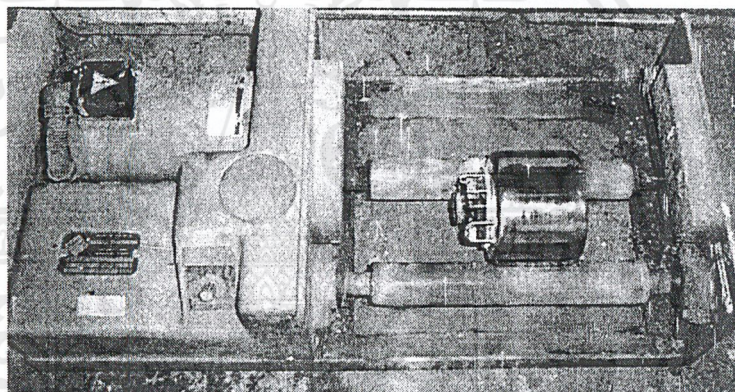
จากนั้นจะถูกนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF) นำสารที่สังเคราะห์ได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงและทำการแคลไซน์ต่อที่อุณหภูมิ 1000°C และ 1100°C ซึ่งจะใช้เวลาในการเผา 2 ชั่วโมง แบ่งสารที่ผ่านการแคลไซน์แล้วไปตรวจวิเคราะห์ โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD) เพื่อตรวจหาผลึกของ CaTiO_3 จากสารที่สังเคราะห์ขึ้น พร้อมทั้งตรวจวิเคราะห์ด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM) ผงแคลเซียมทิทานेटจะถูกแบ่งออกเป็นสองส่วน โดยส่วนแรกนำไปแช่ในสารละลาย SBF ที่อุณหภูมิ 37°C ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ โดยชั่งสาร 0.06 กรัมแช่ในสารละลาย SBF ปริมาตร 60 ml ในอัตราส่วนสารต่อสารละลาย 50 mg : 50 ml ใช้ระยะเวลาในการแช่ต่าง ๆ กัน ตั้งแต่ 1 วันถึง 1 เดือน เมื่อครบตามเวลาที่กำหนดแยกส่วนของสารละลาย SBF และผงแคลเซียมทิทานेटออกจากกันโดยใช้เครื่องมือหมุนเหวี่ยงแยกตะกอน ผงแคลเซียมทิทานेटที่แยกได้จะถูกล้างด้วยน้ำกลั่นและทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง เก็บสารละลาย SBF และผงแคลเซียมทิทานेटที่ผ่านการแช่สารละลาย SBF เพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป ส่วนที่สองนำไป treat ด้วยไฮเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 5 mol/l เพื่อปรับปรุงพื้นผิวของสารโดยขั้นตอนการทดลองและทดสอบจะกล่าวรายละเอียดต่อไปภายหลัง ผงแคลเซียมทิทานेटที่ผ่านการแช่สารละลาย SBF แล้วนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วย X-ray diffraction (XRD) และตรวจวิเคราะห์ด้วย Scanning Electron Microscope (SEM) อีกครั้ง ส่วนสารละลาย SBF ที่ผ่านการแช่ผงแคลเซียมทิทานेटแล้ว นำไปตรวจวิเคราะห์ด้วย วิถีแอสคอปิกแอซิดซึ่งใช้วิเคราะห์หาปริมาณฟอสเฟต



รูปที่ 3.4 ลักษณะหม้อบดผสมที่ใช้ในการทดลอง



รูปที่ 3.5 ขนาดของลูกบดที่ใช้ในการบดผสม



รูปที่ 3.6 แกนของเครื่องช่วยในการบดผสม

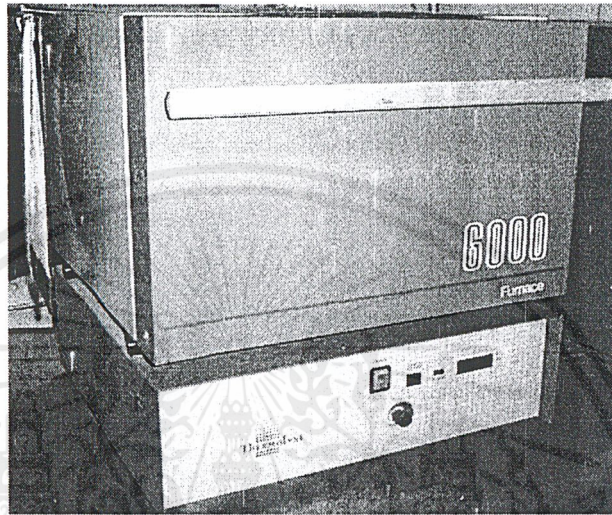
ตารางที่ 3.1 ปริมาณส่วนผสมในการสังเคราะห์ CaTiO_3

CaCO_3 (กรัม)	CaO (กรัม)	TiO_2 (กรัม)	Ca/Ti (Mole ratio)	เวลาในการบด ผสม (ชม.)
15.0000	-	11.9502	0.9991	1
15.0000	-	11.9502	0.9991	3
-	15.0000	21.3105	0.9999	1
-	15.0000	21.3105	0.9999	3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.2 การแคลไซน์ (Calcine) สารที่สังเคราะห์ได้

ในขั้นตอนนี้จะนำสารที่สังเคราะห์ได้มาเผาในด้วยครุชีเบิลที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อไล่องค์ประกอบอินทรีย์ออกไป และทำการแคลไซน์อีกครั้งที่อุณหภูมิ 1000 หรือ 1100 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อเปลี่ยนให้เป็นวัฏภาคที่เป็นผลึกอย่างสมบูรณ์



รูปที่ 3.7 เตาเผาสารที่ใช้ในการทดลอง

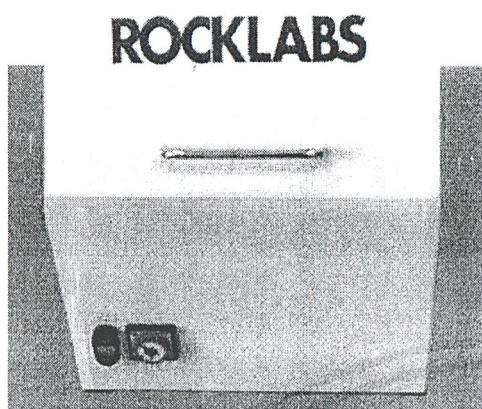
3.3.3 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้

ก) องค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้

นำสารตัวอย่างที่ได้จากการบดผสมเชิงกลมาตรวจวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคการคายรังสีเอ็กซ์ (X-ray fluorescence, XRF)

การเตรียมตัวอย่าง

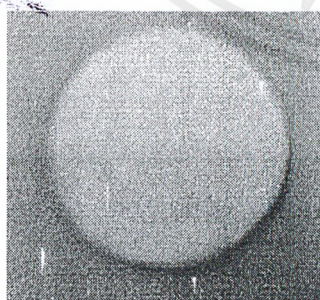
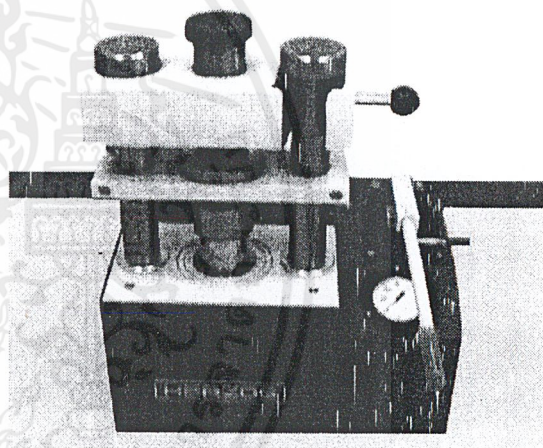
ชั่งสารตัวอย่างประมาณ 0.5 g บดผสมรวมกับ Boric acid ประมาณ 4.5 g โดยใช้เครื่องบดผสม (ดังแสดงในรูปที่ 3.8) แล้วนำไปอัดขึ้นรูปในภาดอะลูมิเนียมโดยใช้เครื่องอัดสารตัวอย่าง (ดังแสดงในรูปที่ 3.9) สำหรับใส่สารตัวอย่างเพื่อทำการตรวจวิเคราะห์โดยใช้เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF) รุ่น SRS3400 บริษัท BRUKER (ดังแสดงในรูปที่ 3.11)



รูปที่ 3.8

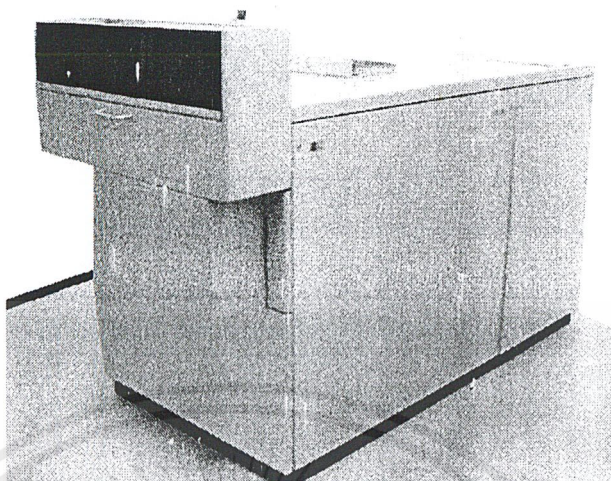
เครื่องบดผสมสารตัวอย่างสำหรับ XRF

รูปที่ 3.9 เครื่องอัดตัวอย่างสำหรับ XRF



รูปที่ 3.10 ชิ้นงานที่ผ่านการอัด สำหรับ XRF

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.11 เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF)

ข) ภูมิภาคที่เป็นผลึกของสารที่สังเคราะห์ได้

นำสารที่แคลไซน์ที่ 1000 และ 1100 °C แล้วมาตรวจวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD) โดยนำเอาผงของตัวอย่างมาบดละเอียดแล้วใส่สารตัวอย่างในภาชนะที่ทำมาจาก silicon plate ทำการตรวจวิเคราะห์สารที่เตรียมได้โดยใช้เครื่อง D8 Advance โดยมี Cu เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์

3.3.5 การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของสารที่สังเคราะห์ได้ในระบบจำลอง

ในการทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของสารที่สังเคราะห์ได้ในระบบจำลองจะทำการทดสอบโดยแช่ผงแคลเซียมฟอสเฟตที่สังเคราะห์ได้ในสารละลาย simulated body fluid ซึ่งจะมีองค์ประกอบคล้ายกับของเหลวในร่างกายมนุษย์

ก) การเตรียมสารละลาย simulated body fluid (SBF) [13-15]

สารละลาย simulated body fluid จะถูกเตรียมจากสารเคมีให้มีความเข้มข้นของอนินทรีย์ไอออนและค่าความเป็นกรด-เบสใกล้เคียงกับของเหลวในร่างกาย สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมดังแสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย simulated body fluid

Reagent ที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย	
1. NaCl	3.998 g
2. NaHCO ₃	0.175 g
3. KCl	0.112 g
4. K ₂ HPO ₄ ·3H ₂ O	0.114 g
5. MgCl ₂ ·6H ₂ O	0.153 g
6. 1M HCl	20 ml
7. CaCl ₂	0.139 g
8. Na ₂ SO ₄	0.036
9. Trishydroxymethyl-aminomethane [(CH ₂ OH) ₃ CNH ₂]	3.029 g

ขั้นตอนการเตรียม

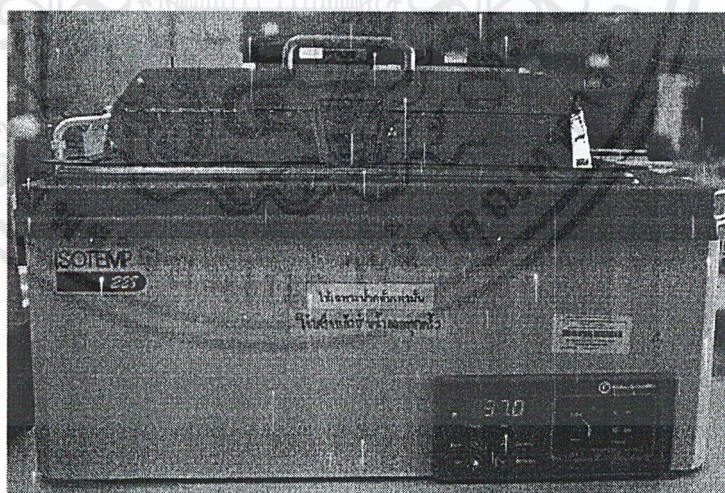
- เติมน้ำกลั่น 350 ml ในบีกเกอร์ขนาด 500 ml ซึ่งทำด้วยพอลิเอทิลีน
- จุ่มบีกเกอร์ในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่อุณหภูมิ 36.5 องศาเซลเซียสด้วยแท่งแม่เหล็ก ปิดบีกเกอร์ด้วยกระดาษฟิวส์
- ละลายสารเคมีที่ละลายได้ ตั้งแต่ข้อ 1 จนถึงข้อ 8 พร้อมวัดค่า pH ของสารละลายในระหว่างการผสม (ค่า pH ควรอยู่ประมาณ 1-2)
- เติมสารเคมี ข้อ 9 ลงไปที่ละน้อย พร้อมอ่านค่า pH เติมสารนี้ลงไปเรื่อยๆ จนกระทั่งสารละลายมีค่า pH ประมาณ 7.3-7.4 แล้วจึงใช้ 1M HCl เพื่อปรับ pH กลับไปที่ 7.25 (ค่า pH ไม่ควรเกิน 7.5 เพราะจะทำให้เกิดการตกตะกอน) ทำเช่นนี้สลับกันจนกระทั่งสารเคมีในข้อ 9 หมด ปรับ pH ขึ้นสุดท้ายด้วย 1M HCl ให้มีค่า pH 7.4
- ล้าง pH electrode ด้วยน้ำกลั่น โดยให้น้ำล้างไหลลงไปในบีกเกอร์ที่เตรียมสาร SBF
- นำสารละลายที่เตรียมได้ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 ml ชะสารที่อาจตกค้างอยู่ในบีกเกอร์ด้วยน้ำกลั่นนำไปรวมกับสารละลายในขวดวัดปริมาตร
- ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น
- เก็บสารละลาย SBF ที่ได้ไว้ในตู้เย็น

ตารางที่ 3.3 แสดงให้เห็นถึงการเปรียบเทียบความเข้มข้นของไอออนระหว่าง Simulated body fluid กับ human blood plasma

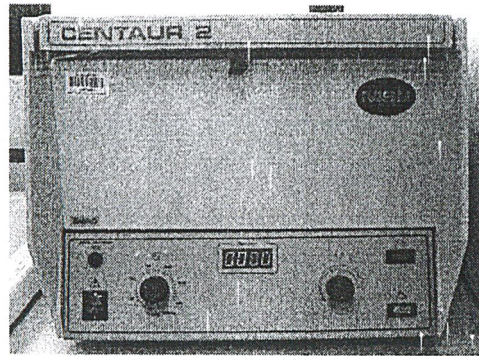
	Ion concentration (mmol/l)						
	Na ⁺	K ⁺	Mg ⁺	Ca ⁺	Cl ⁻	HCO ₃ ⁻	HPO ₄ ²⁻
Simulated body fluid	142.0	5.0	1.5	2.5	148.8	4.2	1.0
Blood plasma	142.0	5.0	1.5	2.5	103.0	27.0	1.0

ข) การทดสอบความว่องไวทางชีวภาพของผงแคลเซียมทิตาเนต

ทำการแช่ผงแคลเซียมทิตาเนตในสารละลาย SBF (simulated body fluid) โดยใช้อัตราส่วนสารตัวอย่างต่อสารละลายเท่ากับ 50 mg : 50 ml ในช่วงเวลาต่าง ๆ กันตั้งแต่ 1 วันถึง 1 เดือนโดยควบคุมอุณหภูมิที่ 37°C (อุณหภูมิร่างกาย) เมื่อครบตามเวลาที่กำหนดแยกส่วนของสารละลาย SBF และผงแคลเซียมทิตาเนตออกจากกันโดยใช้เครื่องหมุนเหวี่ยงแยกตะกอน ผงแคลเซียมทิตาเนตที่แยกได้จะถูกล้างด้วยน้ำกลั่นและทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง เก็บสารละลาย SBF และผงแคลเซียมทิตาเนตไว้เพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป



รูปที่ 3.12 อ่างควบคุมอุณหภูมิ



รูปที่ 3.13 เครื่องหมუნเหวียงแยกตะกอน

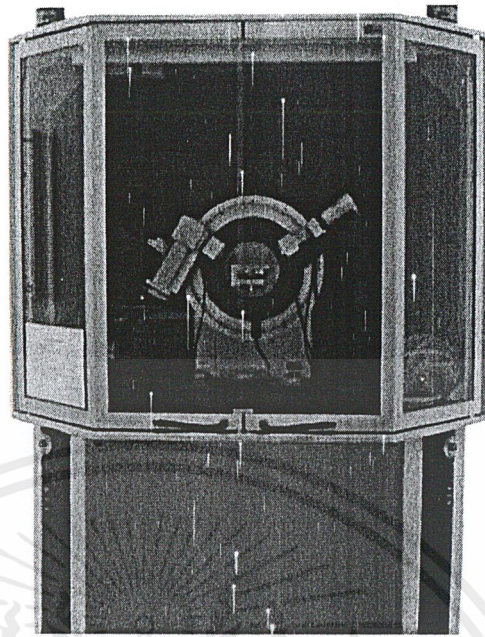
ค) การปรับปรุงพื้นผิวของสารที่สังเคราะห์ได้และการทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ

นำผงแคลเซียมทิทาเนตที่สังเคราะห์ได้มาทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารละลาย NaOH เข้มข้น 5 mol/l โดยชั่ง NaOH 40 กรัม ทำการละลายด้วยน้ำกลั่นให้มีปริมาตร 200 ml จากนั้นเตรียมสารตัวอย่างมา 0.1 กรัม แช่ในสารละลาย NaOH ที่เตรียมไว้แล้ว 50 ml ทำการแช่เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60 °C เมื่อครบกำหนดแยกสารตัวอย่างออกจาก สารละลาย NaOH โดยทิ้งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง นำสารที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวไปทำการทดสอบตามวิธีในข้อ 3.3.5 (ข)

3.3.6 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบทางชีวภาพ

ก) การเปลี่ยนแปลงของวัฏภาคที่เป็นผลึก

ศึกษาการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคที่เป็นผลึกของสารตัวอย่างโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์, XRD การเตรียมตัวอย่างจะทำโดยสุ่มปริมาณสารตัวอย่างเพียงเล็กน้อยแล้วนำไปโรยบน Zero background holder แล้วนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD รุ่น D8 Advance ดังแสดงในรูปที่ 3.14



รูปที่ 3.14 เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD)

ข) การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคที่พื้นผิวของสารตัวอย่าง

ในการศึกษาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคที่พื้นผิวจะใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning Electron Microscope , SEM)

การเตรียมตัวอย่างทำได้โดยนำสารตัวอย่างที่แยกจากสารละลาย SBF ไปเคลือบด้วยทอง โดยใช้เครื่องเคลือบทอง รุ่น JFC-1200 บริษัท JEOL จากนั้นนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด รุ่น JSM-5410 บริษัท JEOL เพื่อสังเกตการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวสารตัวอย่างหลังจากการแช่ในสารละลาย SBF

3.3.7 การตรวจสอบสารละลาย Simulated Body Fluid ที่แยกตัวอย่างออกไปแล้ว

ทำการวัดค่าความเป็นกรด - ด่างที่เปลี่ยนแปลงไปของสารละลาย SBF หลังจากแช่สารตัวอย่างด้วยเครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH meter) จากนั้นเปิดสารละลายมา 5 ml ใส่ในขวดวัดปริมาตร 50 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเพื่อทำการเจือจางสารให้ได้ 10 เท่า แล้วนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยวิธีแอสคอบิกแอซิดสำหรับหาปริมาณฟอสเฟต

ก) การหาปริมาณฟอสเฟตด้วยวิธีแอสคอบิกแอซิด

แอมโมเนียมโมลิบเดตและโพแทสเซียมแอนติโมนิธาเทรต จะทำปฏิกิริยากับสารละลายฟอสเฟตเจือจางในสภาวะที่เป็นกรดจะได้เฮเทอโรโพลิแอซิดฟอสฟอโมลิบดิกแอซิด (heteropoly acid phosphomolybdic acid) จากนั้นจะถูกรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอบิกให้สีฟ้าของโมลิบดินัมบลูสารเคมี

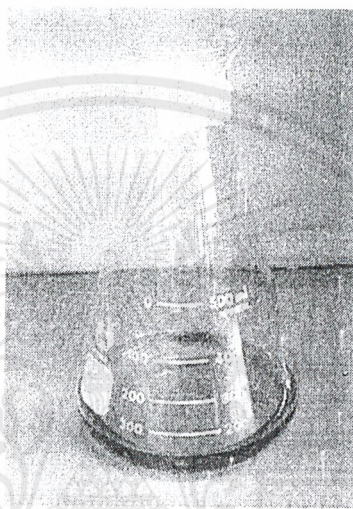
1. กรดซัลฟูริก 5 นอร์มัล
2. สารละลายแอนติโมนิโพแทสเซียมธาเทรต , $K(SbO)C_4H_4O_6 \cdot 1/2H_2O$
3. สารละลายแอมโมเนียมโมลิบเดต , $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$
4. สารละลายแอสคอบิก 0.1 ไมลาร์
5. สารละลายมาตรฐานฟอสเฟต

การเตรียมสารเคมี

- กรดซัลฟูริก 5 นอร์มัล
เติมกรดซัลฟูริก เข้มข้น 70 มล. ในน้ำกลั่น 500 มล.
- สารละลายแอนติโมนิโพแทสเซียมธาเทรต , $K(SbO)C_4H_4O_6 \cdot 1/2H_2O$
ละลาย $K(SbO)C_4H_4O_6 \cdot 1/2H_2O$ 1.3715 กรัม ในน้ำกลั่น 200 มล. เติมน้ำจนครบ 500 มล. เก็บในขวดแก้ว
- สารละลายแอมโมเนียมโมลิบเดต , $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$
ละลาย $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ 20 กรัม ในน้ำกลั่น 500 มล. เก็บในขวดแก้ว
- สารละลายแอสคอบิก 0.1 ไมลาร์
ละลาย กรดแอสคอบิก 1.76 กรัม ในน้ำกลั่น 100 มล. สารละลายนี้คงตัวอยู่ได้ประมาณ 1 สัปดาห์ และต้องเก็บในตู้เย็น
- สารละลายมาตรฐานฟอสเฟต
เตรียมสารละลายสต็อกฟอสเฟต โดยละลาย KH_2PO_4 219.5 กรัม ในน้ำกลั่นเจือจางให้เป็น 1 ลิตร สารละลายนี้ 1 มล. มีปริมาณฟอสเฟต 50.0 ไมโครกรัม จากนั้น ปิเปตมา 50 มล. เติมน้ำจนครบ 1 ลิตร ดังนั้น ในสารละลาย 1 มล. มีปริมาณฟอสเฟต 2.5 ไมโครกรัม

- การเตรียมน้ำยารวม (Combined reagent)
ผสมน้ำยาเคมีในสัดส่วนสำหรับ 100 มล. ของน้ำยารวมดังนี้

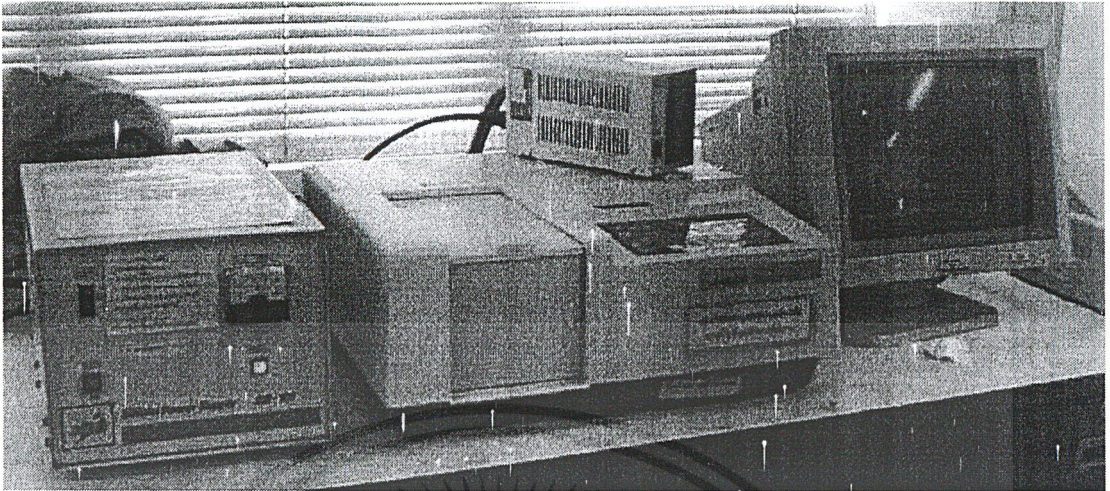
- กรดซัลฟูริก 5 นอร์มัล	50 ml
- สารละลายแอนติโมนีโพแทสเซียมทาเทรต	5 ml
- สารละลายแอมโมเนียมโมลิบเดต	15 ml
- สารละลายแอสคอบิก 0.1 โมลาร์	30 ml



รูปที่ 3.15 ลักษณะของน้ำยารวม

การทดลอง

1. ปิเปตสารละลาย SBF ที่ผ่านการแช่สารตัวอย่างในแต่ละสถานะ 5 ml ในขวดวัดปริมาตร 50 ml เพื่อเจือจาง 10 เท่า
2. เติมน้ำยารวม 8.0 ml เขย่าให้เข้ากันตั้งทิ้งไว้ 10 นาที
3. วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ 880 นาโนเมตร
4. เติรมกรรพมาตรฐานที่ความเข้มข้นระหว่าง 0.15-1.3 มิลลิกรัม ฟอสฟอรัสต่อลิตร โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานฟอสเฟตมา 0, 2, 6, 10, 16, 24 ml ใส่ขวดวัดปริมาตร 50 ml เติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดแล้วจึง เติมน้ำยารวม 8.0 ml เขย่าให้เข้ากันจะได้สารละลายฟอสเฟตที่มีความเข้มข้น 0, 5, 15, 25, 40, 60 ไมโครกรัม ฟอสฟอรัส นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงเช่นเดียวกับแบลนด์และสารละลาย SBF ที่ผ่านการแช่สารตัวอย่าง



รูปที่ 3.16 เครื่องวัดค่าการดูดกลืนแสงอุลตราไวโอเล็ต



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการทดลอง

4.1 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้

4.1.1 องค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้

องค์ประกอบทางเคมีของสารตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C ซึ่งวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคการคายรังสีเอกซ์ (X-ray fluorescence spectroscopy, XRF) จะแสดงไว้ในภาคผนวก ก โดยจะสามารถสรุปเปรียบเทียบได้ดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้

CaO (โมล)	CaCO ₃ (โมล)	TiO ₂ (โมล)	เวลาในการ บดผสม (ชั่วโมง)	องค์ประกอบทางเคมี (wt%)				อัตราส่วนโมล ของ Ca/Ti ภาย หลังการบด
				CaO	TiO ₂	Al ₂ O ₃	อื่นๆ	
0.267	-	0.267	1	39.10	55.76	3.04	2.10	0.999
0.267	-	0.267	3	38.64	57.34	2.88	1.14	0.960
-	0.150	0.149	1	39.10	54.13	2.88	3.89	1.029
-	0.150	0.149	3	40.40	56.49	2.80	0.31	1.019

องค์ประกอบเคมีทางทฤษฎีของแคลเซียมทิตาเนต (CaTiO_3) จะประกอบด้วย CaO 41.24 wt% และ TiO₂ 58.76 wt% หรือคิดเป็นอัตราส่วนโมลของ Ca/Ti เท่ากับ 1 ในการศึกษานี้ จะกำหนดอัตราส่วนโมลระหว่าง CaO และ TiO₂ ได้ด้วยการคำนวณปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ จากผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารผลิตภัณฑ์ภายหลังการบด ดังแสดงในตารางที่ 4.1 ซึ่งให้เห็นว่าสารผลิตภัณฑ์ที่ได้มีอัตราส่วนโมลของ Ca/Ti ใกล้เคียงกับค่าทางทฤษฎีของแคลเซียมทิตาเนต นอกจากนั้นยังพบปริมาณสารเจือปนอื่น ๆ ซึ่งโดยส่วนใหญ่จะเป็น Al₂O₃ ซึ่งโดยหากดูผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารตั้งต้น ดังแสดงในภาคผนวก ก ก็จะมีพบ Al₂O₃ แสดงว่า Al₂O₃ ที่พบน่าจะมาจากสารตั้งต้น

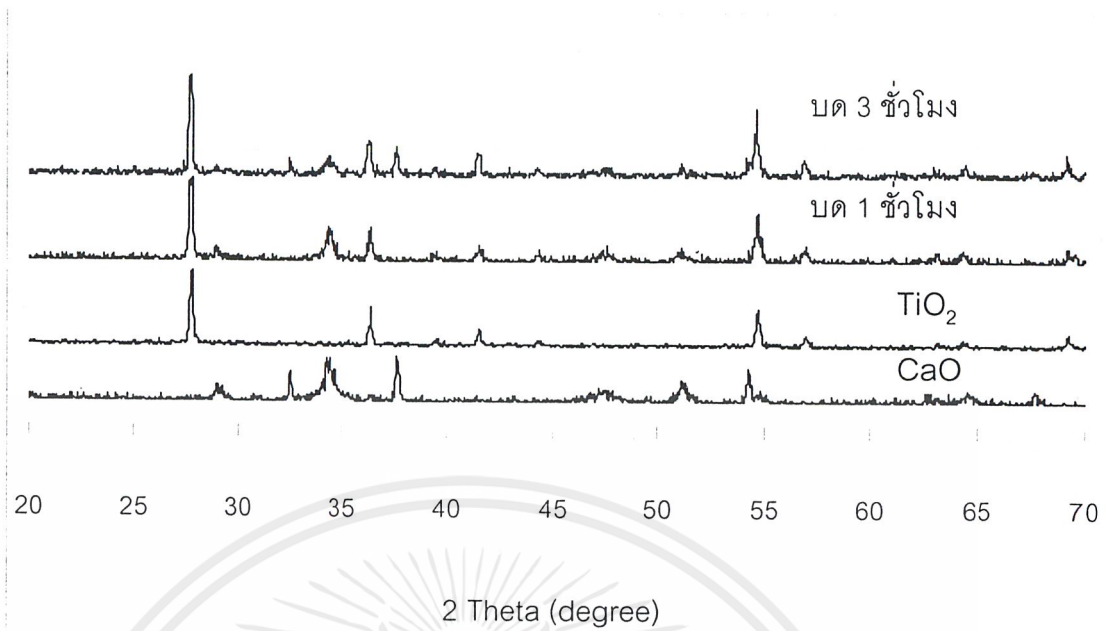
4.1.2 วัฏภาคที่เป็นผลึกของสารที่สังเคราะห์ได้

ก) สารผลึกที่ได้อาจจากการบดผสมเชิงกล

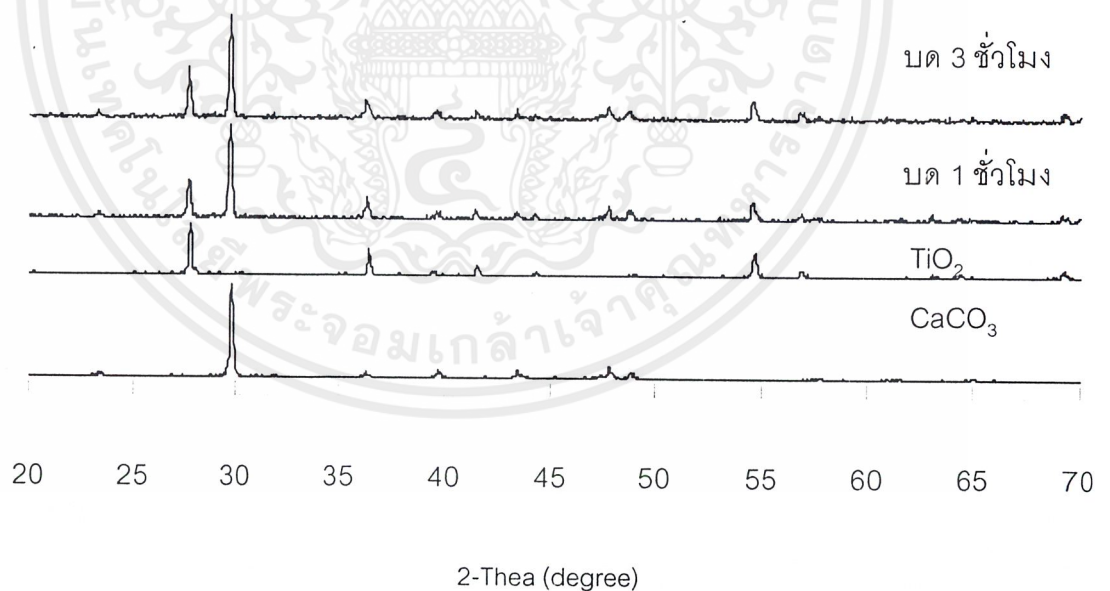
รูปที่ 4.1 แสดงแพทเทิร์นการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ของสารตั้งต้นและสารผลึกที่จากการบดผสม CaO กับ TiO_2 โดยใช้เวลาในการบด 1 และ 3 ชั่วโมง สำหรับแพทเทิร์นของสารตั้งต้น CaO แสดงพีคที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 32.2, 37.3, 53.8, 64.1 และ 67.3 องศาซึ่งตรงกับแพทเทิร์นของ Lime ดังแสดงในภาคผนวก ข นอกจากนี้ในแพทเทิร์นของสารตั้งต้น CaO สังเกตเห็นว่าพีคบางตำแหน่งมีลักษณะกว้างเนื่องจากการซ้อนทับกันของพีคในตำแหน่ง 2θ ประมาณ 28.9, 34.3, 47.4, และ 51.1 องศา จากการตรวจสอบพบว่าพีคที่เกิดการซ้อนทับนี้เป็นพีคการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของ Ca(OH)_2 ซึ่งการเกิดวัฏภาคเจือปน Ca(OH)_2 นี้จะเนื่องมาจาก CaO ที่สามารถดูดความชื้นได้ทำให้เกิดสารเจือปนขึ้น ส่วนสารตั้งต้น TiO_2 จะเห็นว่ามีพีคที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 27.4, 36.1, 41.2 และ 54.3 องศา ซึ่งเป็นพีคของ TiO_2 ชนิด rutile (ภาคผนวก ข) ซึ่ง rutile เป็นเฟสอุณหภูมิสูงของ TiO_2

จากนั้นเมื่อทำการบดผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมงจะพบว่าลักษณะของแพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารที่ได้จะเป็นการรวมระหว่างพีคของสารตั้งต้นทั้งสอง และผลึกที่จากการบดผสม 3 ชั่วโมงก็ได้แพทเทิร์นในลักษณะเดียวกันแต่จะมีพีคที่แตกต่างจากการบดผสม 1 ชั่วโมง ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 32.2 และ 37.3 องศา ซึ่งเป็นพีคของ CaO จากผลการวิเคราะห์นี้ชี้ให้เห็นว่าความชื้นจะมีปริมาณลดลงเมื่อใช้เวลาในการบดมากขึ้น การบดผสมที่ใช้เวลา 1 ชั่วโมง จะมีการดูดความชื้นเข้าไปเนื่องจาก CaO ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นสามารถดูดความชื้นได้ทำให้พบเฉพาะพีคของ Ca(OH)_2 ในขณะที่สารผลึกที่จากการบดผสม 3 ชั่วโมงจะเกิดความร้อนจากการเสียดสีในระหว่างการบดทำให้ความชื้นในสารผลึกที่ถูกกำจัดออกไปดังนั้นไม่พบเฟสของ Ca(OH)_2 แต่พบเป็นเฟสของ CaO แทนดังนั้นพีคของสารที่ใช้เวลาบดผสม 3 ชั่วโมงที่ตำแหน่งของ 2θ เท่ากับ 28.9, 34.3, 47.4 51.1 ซึ่งเป็นพีคของ Ca(OH)_2 มีความเข้มของพีคลดลงจากสารที่ใช้เวลาบดผสม 1 ชั่วโมง

นอกจากนี้จากการวิเคราะห์ยังพบอีกว่าลักษณะของพีคที่ใช้เวลาในการบดผสม 3 ชั่วโมง จะมีความชัดเจนของพีค TiO_2 มากขึ้นอย่างไรก็ตามการบดผสมที่ทำในการศึกษานี้ไม่สามารถทำให้เกิด CaTiO_3 ในสารผลึกที่ภายหลังการบดผสมได้เนื่องจาก TiO_2 ที่ใช้เป็นชนิด rutile [12]



รูปที่ 4.1 แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการบดผสม CaO และ TiO₂

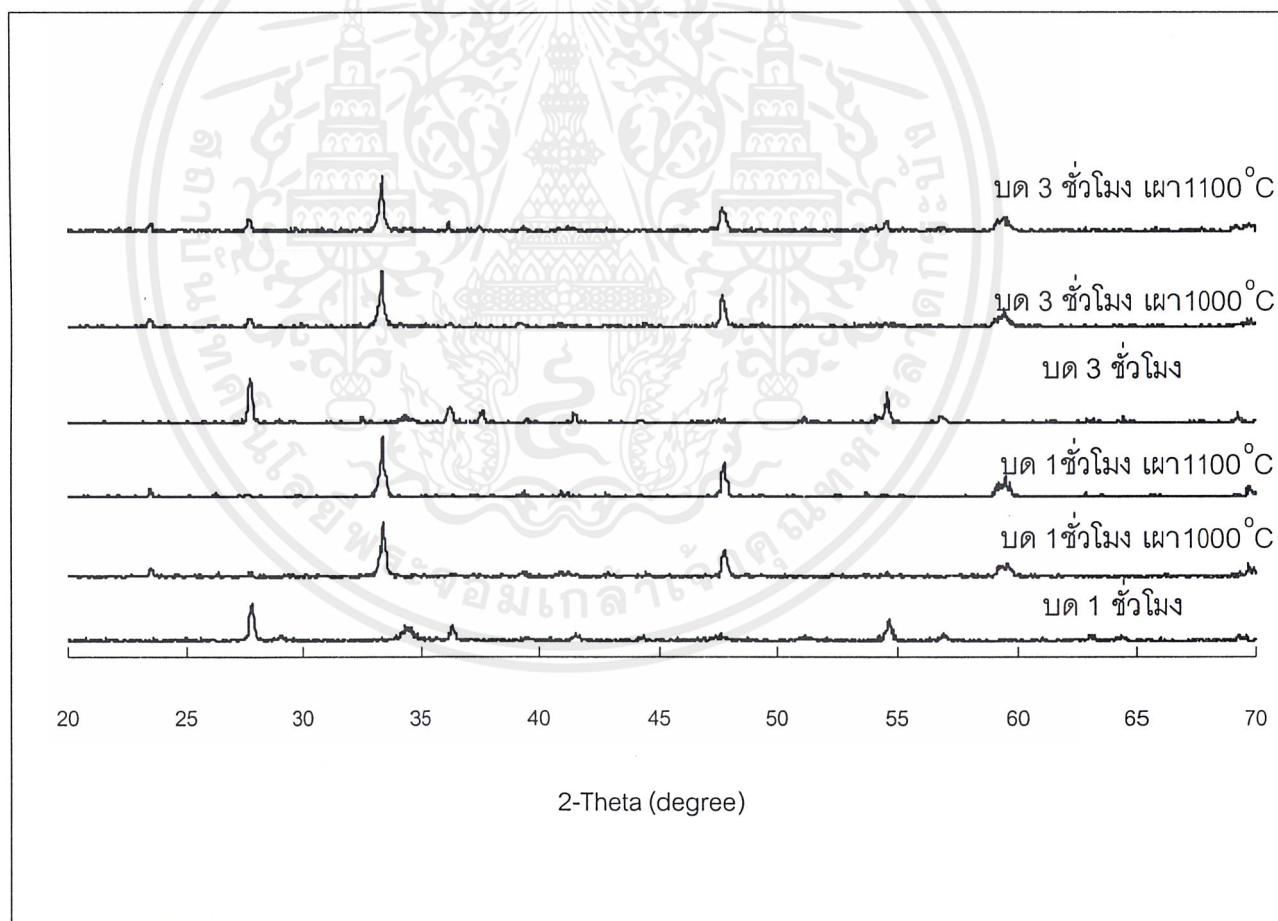


รูปที่ 4.2 แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการบดผสม CaCO₃ และ TiO₂

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 4.2 พบว่าสารตั้งต้น CaCO_3 มีพีคที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 29.4, 35.9, 39.4, 43.1, 47.4 และ 48.5 องศา ซึ่งตรงกับแพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของ CaCO_3 ชนิด calcite ส่วนสารตั้งต้น TiO_2 จะมีพีคที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 27.4, 36.0, 41.2 และ 54.3 องศา ซึ่งพีคดังกล่าวเป็นพีคของ สาร TiO_2 ชนิด rutile เช่นเดียวกับในรูป 4.1 หลังจากทำการบดผสมที่เวลา 1 และ 3 ชั่วโมง พีคของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จะเป็นแพทเทิร์นที่เกิดจากการรวมของพีคของสารตั้งต้นทั้งสอง แต่สารที่ทำการบดผสมเป็นเวลา 3 ชั่วโมงมีความชัดเจนของพีคมากขึ้น และจากผลการทดลองดังกล่าวพบว่าสารผลิตภัณฑ์ที่ได้ไม่สามารถเกิดเป็น CaTiO_3 ได้ด้วยการบดผสมที่อุณหภูมิห้องเนื่องจากสารตั้งต้น TiO_2 เป็นชนิด rutile ทำให้ต้องมีการเผาที่อุณหภูมิสูงเพื่อช่วยในการเกิดเป็น CaTiO_3 ของสารผสม

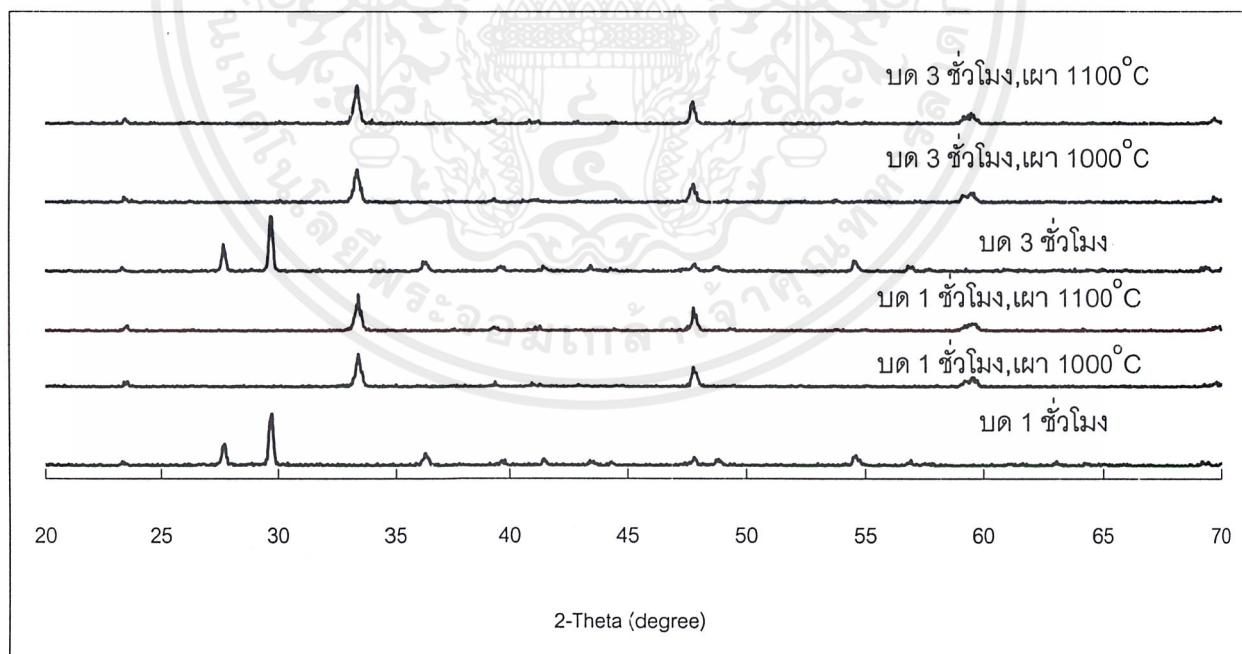
ข) สารผลิตภัณฑ์ที่ผ่านการแคลไซน์



รูปที่ 4.3 แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์จาก CaO และ TiO_2 ภายหลังจากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูง

จากรูปที่ 4.3 เมื่อนำสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการบดผสมระหว่าง CaO และ TiO₂ ไปแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1000 และ 1100 °C พบว่าแพทเทิร์นของผลิตภัณฑ์ภายหลังเผาที่อุณหภูมิสูง มีพีคที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 23.3, 33.3, 47.7 และ 59.5 องศา ซึ่งเป็นแพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของ CaTiO₃ ชนิด Perovskite ดังแสดงในภาคผนวก ข นอกจากนี้ยังพบว่าหากใช้อุณหภูมิในการเผาสูงขึ้นจะทำให้รูปร่างของพีคเปลี่ยนจากพีคที่มีฐานกว้าง (broad) ซึ่งอาจจะเนื่องมาจากการซ้อนทับกันของพีคตำแหน่งใกล้เคียงกันและมีความเป็นผลึกของสารที่ค่อนข้างต่ำ กลายเป็นพีคที่มีลักษณะแหลมสูงและมีความชัดมากขึ้น นั่นแสดงให้เห็นว่าสารที่ผ่านการแคลไซต์ที่อุณหภูมิสูงจะมีความเป็นผลึกมากขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่าการเกิดปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้น CaO กับ TiO₂ อาจเกิดปฏิกิริยาไม่สมบูรณ์ทำให้ยังคงมี CaO เหลืออยู่ซึ่งเป็นผลให้ผลิตภัณฑ์ดูความชื้นได้

รูปที่ 4.4 แสดงแพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์จาก CaCO₃ กับ TiO₂ ภายหลังการแคลไซต์ที่อุณหภูมิสูง พบว่าแพทเทิร์นที่ได้มีรูปแบบคล้ายคลึงกับแพทเทิร์นในรูป 4.3 ซึ่งใช้สารตั้งต้น CaO และ TiO₂ เฟสองค์ประกอบของสารผลิตภัณฑ์เกิดขึ้นที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 23.6, 33.3, 47.7, 59.2 และ 69.6 องศา ซึ่งเป็นพีคของ CaTiO₃ เมื่อเปรียบเทียบลักษณะพีคซึ่งผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่างกัน พบว่าพีคของสารที่ทำการเผาที่อุณหภูมิ 1100 °C จะมีฐานของพีคแคบและมีลักษณะพีคแหลมสูงชัดเจนมากขึ้น เนื่องจากความเป็นผลึกของ CaTiO₃ ในสารผลิตภัณฑ์สูงขึ้นเมื่อแคลไซต์ที่อุณหภูมิสูง



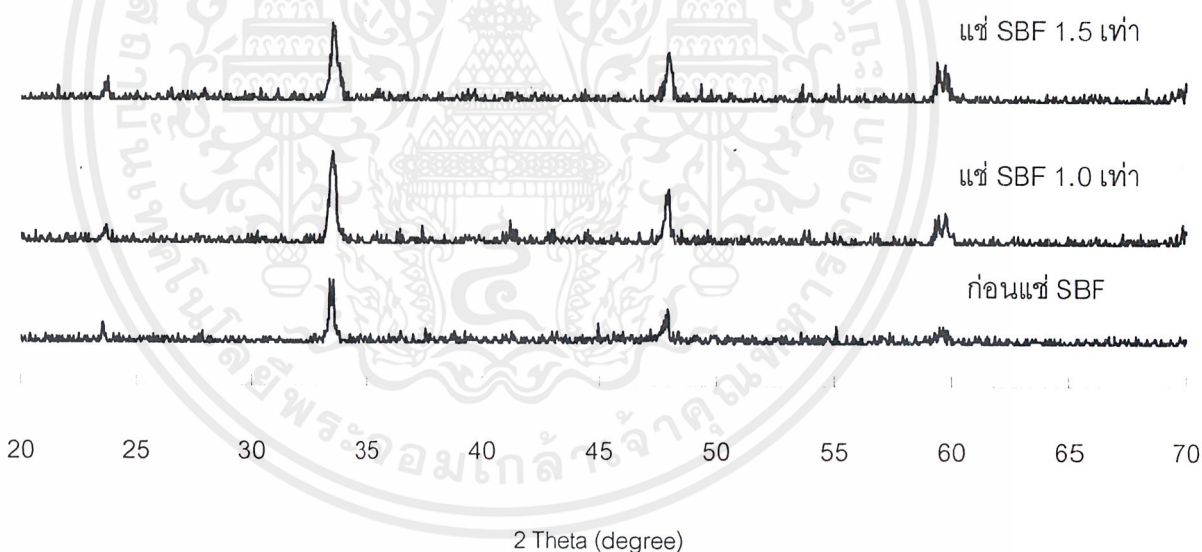
รูปที่ 4.4 แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์จาก CaCO₃ และ TiO₂ ภายหลังการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิสูง

4.2 การทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ (Bioactivity) ของสารที่สังเคราะห์ได้ในระบบจำลอง

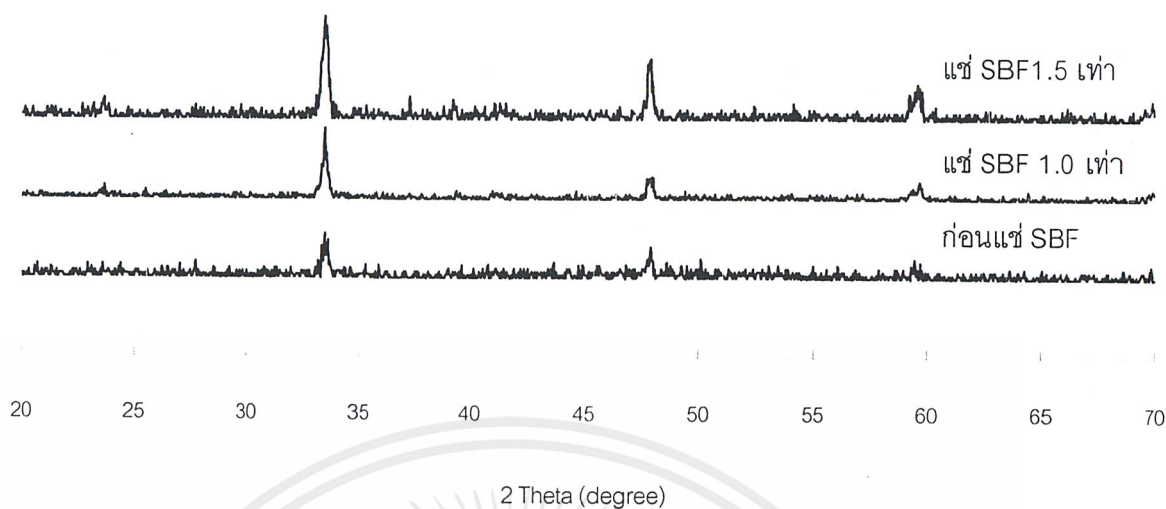
สารผลิตภัณฑ์ที่ผ่านการแคลไซน์แล้วจะนำไปทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพโดยแช่ในสารละลาย SBF ที่มีความเข้มข้น 1 และ 1.5 เท่าของเลือดซึ่งมีค่า pH ประมาณ 7.4 สารตัวอย่างภายหลังการทดสอบจะถูกนำมาตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) และศึกษาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคที่พื้นผิว (SEM) ส่วนสารละลาย SBF ภายหลังการทดสอบจะนำไปวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง และหาปริมาณฟอสเฟตด้วยวิธีแอสคอบิกแอซิด

4.2.1 การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคที่เป็นผลึก

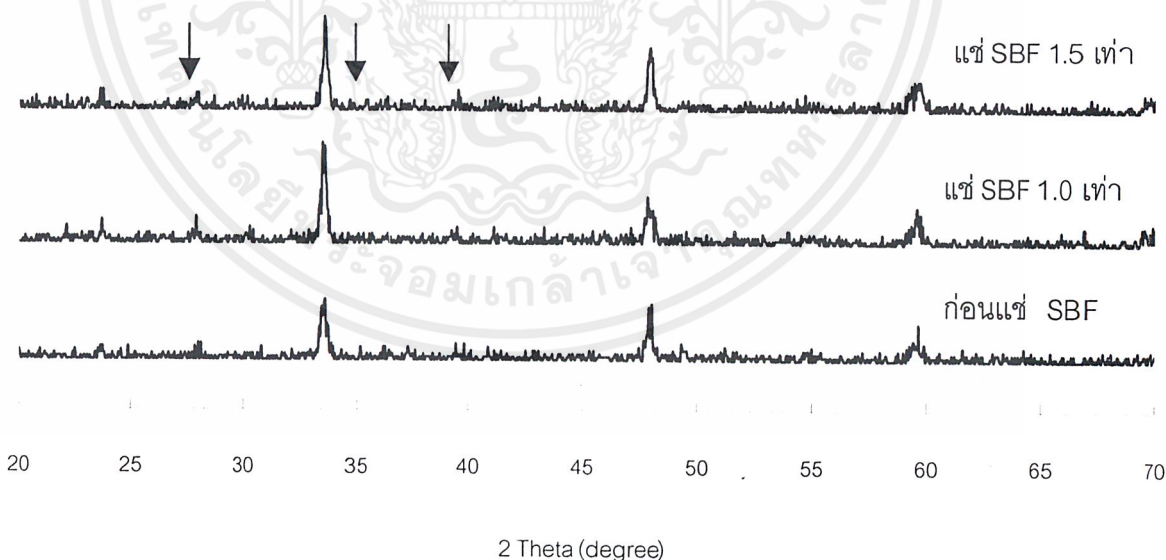
จากรูปที่ 4.5 ทำการแช่ผง CaTiO_3 โดยใช้สารตั้งต้นที่เป็น CaO กับ TiO_2 ทำการบดผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1000°C โดยแช่สารละลาย SBF ที่ความเข้มข้น 1 เท่า เป็นเวลา 20 วัน พบว่าพีคที่แสดงถึงลักษณะสาร CaTiO_3



รูปที่ 4.5 แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ที่ใช้ CaO เป็นสารตั้งต้น บดผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมงและแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000°C แช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 20 วัน

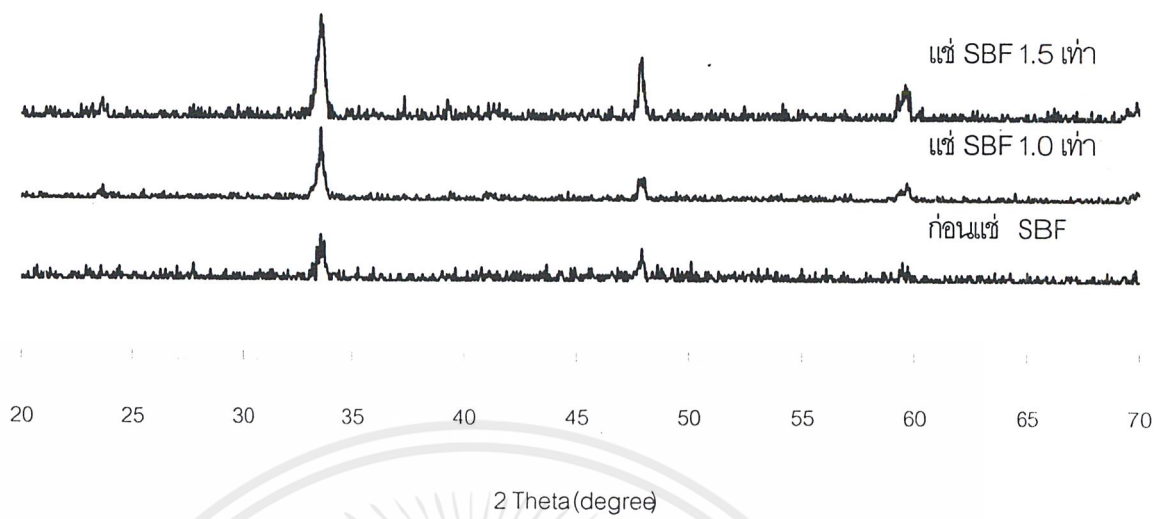


รูปที่ 4.6 แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ที่ใช้ CaO เป็นสารตั้งต้น บดผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมงและเคลือบที่อุณหภูมิ 1100°C แช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 20 วัน

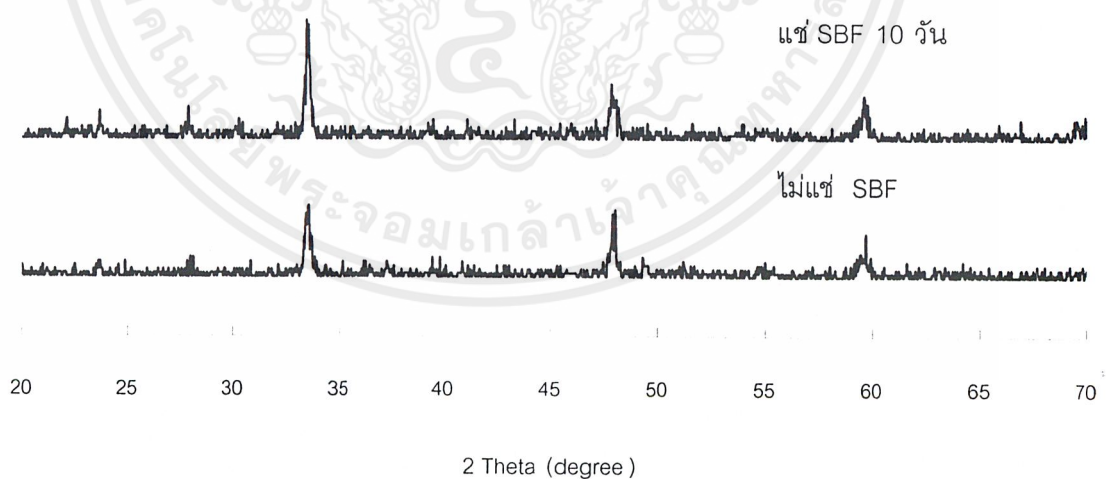


รูปที่ 4.7 แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ที่ใช้ CaO เป็นสารตั้งต้น บดผสมเป็นเวลา 3 ชั่วโมงและเคลือบที่อุณหภูมิ 1100°C แช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 15 วัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.8 แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ที่ใช้ CaCO_3 เป็นสารตั้งต้น บดผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมงและแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C แช่สารละลาย SBF เป็นเวลา 20 วัน

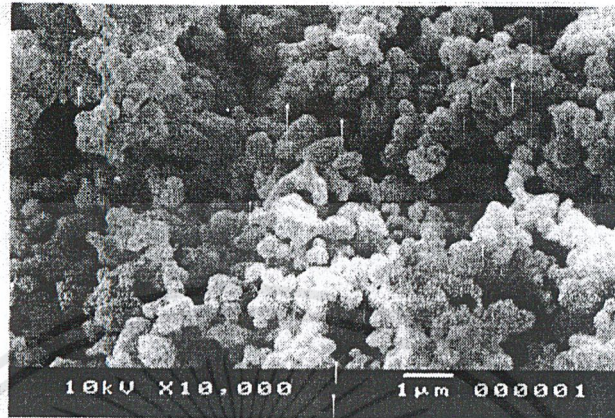


รูปที่ 4.9 แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ที่ใช้ CaCO_3 เป็นสารตั้งต้น บดผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมงและแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C แช่สารละลาย SBF ที่มีความเข้มข้น 1 เท่าของเลือดเป็นเวลา 10 วัน

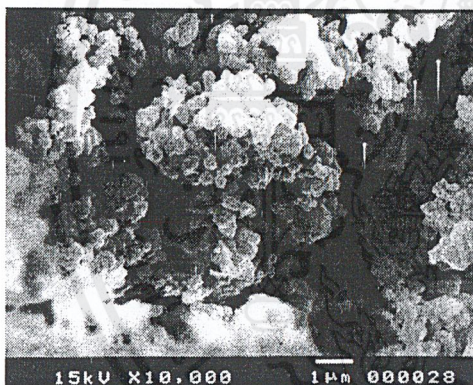
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.5 –4.9 ผลจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์พบว่าฟิสิกอยู่ในตำแหน่งเดิมเช่นเดียวกับก่อนทำการแช่ในสารละลาย SBF เหตุที่เป็นเช่นนั้นเพราะสารตัวอย่างมีลักษณะเป็นผงซึ่งในการแช่ระหว่างนั้นจะเกิดปฏิกิริยาที่บริเวณผิวของสารตัวอย่างแต่ไม่ใช่ทั้งอนุภาค ดังนั้นปริมาณสารส่วนใหญ่ภายหลังจากแช่จึงเหมือนเดิมมีแค่การเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยที่พื้นผิวทำให้ฟิสิกที่ปรากฏจึงเป็นฟิสิกของสารตั้งต้นเหมือนเดิมแต่อย่างไรก็ตามลักษณะฟิสิกภายหลังจากแช่สารละลาย SBF จะมีการเปลี่ยนแปลงไปโดยเฉพาะตำแหน่งแคลเซียมทิตานเนียมฐานของฟิสิกกว้างขึ้นจากเดิมที่ฟิสิกมีลักษณะแยกชัดเจน นั่นคืออาจมีการละลายของแคลเซียมไฮดรอกซีแอปาทิตบางส่วนออกจากโครงสร้างผลึก จากการพิจารณารูปที่ 4.7 พบว่าตำแหน่งที่แสดงดังกล่าวเป็นลักษณะของทิตานเนียมไดออกไซด์ ซึ่งก่อนทำการแช่ในสารละลาย SBF ไม่ชัดเจนนั้นจะแสดงให้เห็นถึงปริมาณแคลเซียมไฮดรอกซีแอปาทิตที่ละลายออกมาจากโครงสร้างผลึก ทำให้ปริมาณแคลเซียมลดลงแต่ทิตานเนียมไดออกไซด์ยังคงอยู่ทำให้ฟิสิกแสดงลักษณะทิตานเนียมไดออกไซด์เด่นชัดขึ้น นอกจากนี้ยังมีไฮดรอกซีแอปาทิตเกิดขึ้นที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 30-33 ลักษณะบรอดฟิสิกซึ่งตรงกับตำแหน่งของแคลเซียมทิตานเนียมไดออกไซด์ซึ่งฟิสิกที่สูงขึ้นนี้อาจเกิดไฮดรอกซีแอปาทิตได้ แต่จากผลการวิเคราะห์ถึงโครงสร้างทางผลึกยังไม่สามารถยืนยันได้ชัดเจนว่าเกิดไฮดรอกซีแอปาทิตซึ่งจะต้องทำการศึกษาด้วยเทคนิคอื่น ๆ เช่น เทคนิค EDS (Energy dispersive X-ray Spectroscopy)

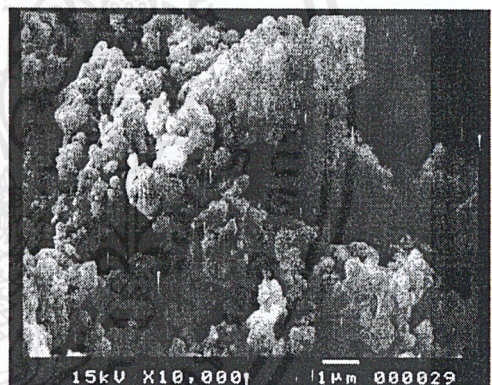
4.2.2 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคของสารที่สังเคราะห์ภายหลังจากแช่ในสารละลาย SBF



(ก) ก่อนแช่สารละลาย SBF

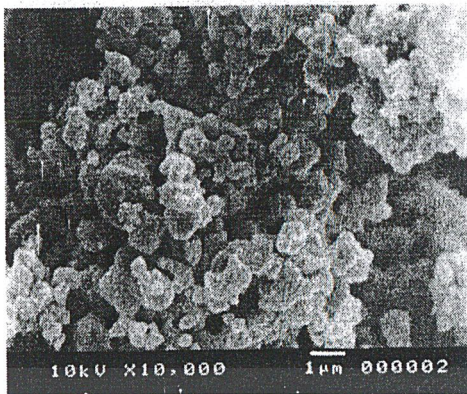


(ข) หลังแช่ SBF ความเข้มข้น 1 เท่าของเลือด เป็นเวลา 20 วัน

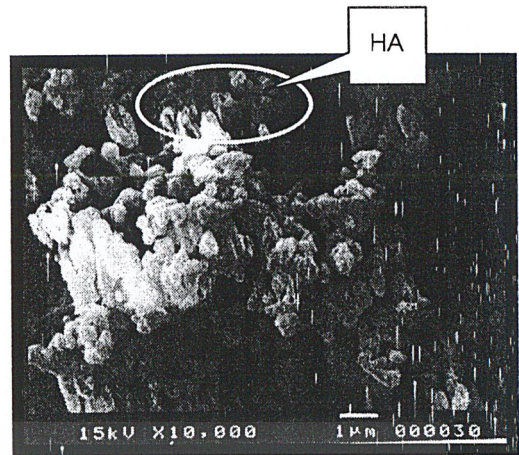


(ค) หลังแช่ SBF ความเข้มข้น 1.5 เท่าของเลือด เป็นเวลา 30 วัน

รูปที่ 4.10 โครงสร้างจุลภาคของ CaTiO_3 ที่สังเคราะห์โดยใช้สารตั้งต้นเป็น CaO บด 1 ชั่วโมง แคลไซน์ที่ 1000°C ก่อนแช่และภายหลังจากแช่ในสารละลาย SBF ที่มีความเข้มข้น 1 และ 1.5 เท่า ของเลือด กำลังขยาย 10,000 เท่า

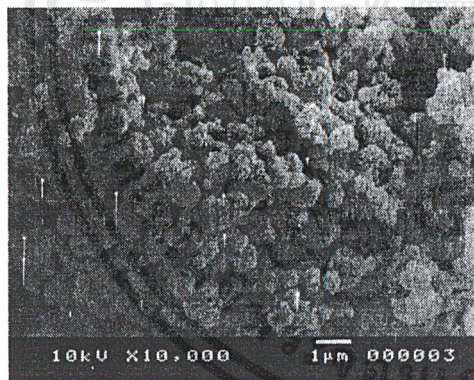


(ก) ก่อนแช่สารละลาย SBF

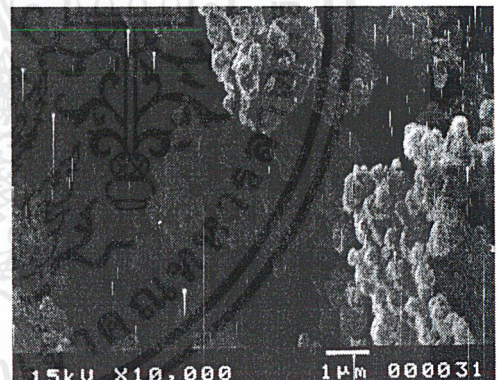


(ข) หลังแช่ SBF ความเข้มข้น 1 เท่า
ของเลือด เป็นเวลา 20 วัน

รูปที่ 4.11 โครงสร้างจุลภาคของ CaTiO_3 ที่สังเคราะห์โดยใช้สารตั้งต้นเป็น CaO บด 1 ชั่วโมง แคลไซน์ที่ 1100°C ก่อนแช่และภายหลังการแช่ในสารละลาย SBF ที่มีความเข้มข้น 1 เท่าของเลือดเป็นเวลา 20 วัน กำลังขยาย 10,000 เท่า

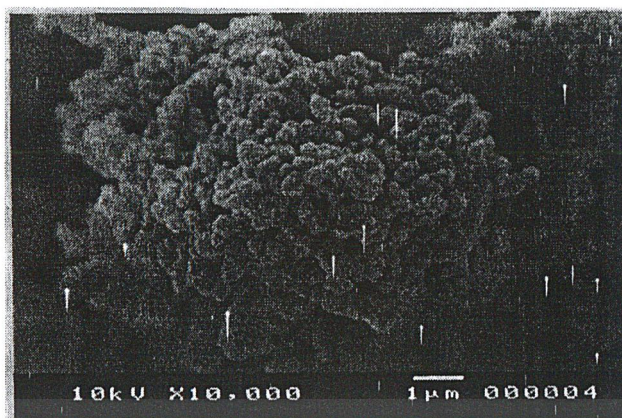


(ก) ก่อนแช่สารละลาย SBF

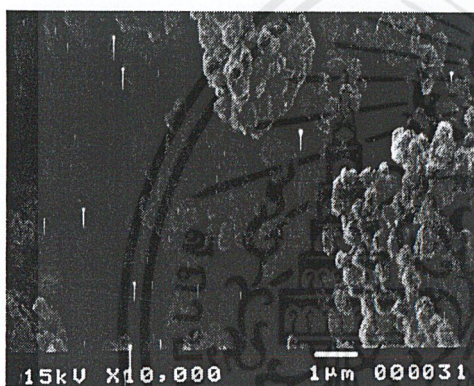
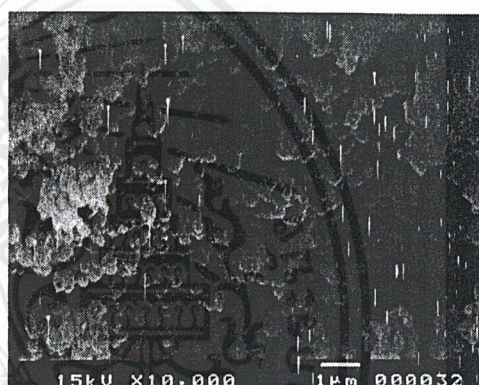


(ข) หลังแช่ SBF ความเข้มข้น 1 เท่า
ของเลือด เป็นเวลา 15 วัน

รูปที่ 4.12 โครงสร้างจุลภาคของ CaTiO_3 ที่สังเคราะห์โดยใช้สารตั้งต้นเป็น CaO บด 3 ชั่วโมง แคลไซน์ที่ 1000°C ก่อนแช่และภายหลังการแช่ในสารละลาย SBF ที่มีความเข้มข้น 1 เท่าของเลือดเป็นเวลา 15 วัน กำลังขยาย 10,000 เท่า



(ก) ก่อนแช่สารละลาย SBF

(ข) หลังแช่ SBF ความเข้มข้น 1 เท่า
ของเลือด เป็นเวลา 20 วัน(ค) หลังแช่ SBF ความเข้มข้น 1.5 เท่า
ของเลือด เป็นเวลา 40 วัน

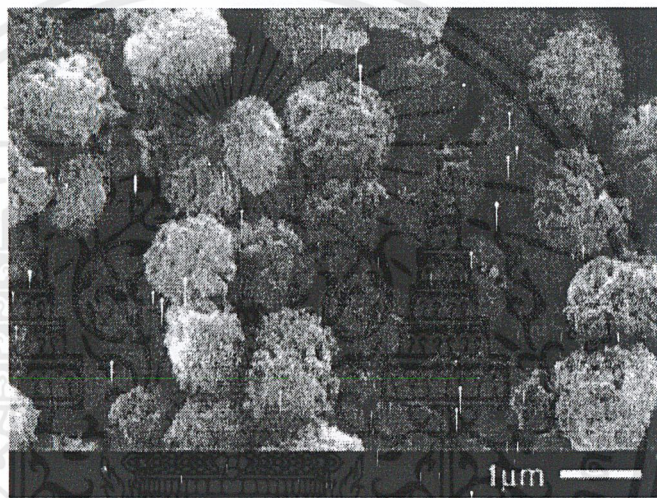
รูปที่ 4.13 โครงสร้างจุลภาคของ CaTiO_3 ที่สังเคราะห์โดยใช้สารตั้งต้นเป็น CaCO_3 บด 1 ชั่วโมง แคลไซน์ที่ 1000°C ก่อนแช่และภายหลังการแช่ในสารละลาย SBF ที่ความเข้มข้น 1 และ 1.5 เท่า ของเลือด กำลังขยาย 10,000 เท่า

จากรูป 4.10 ถึง 4.13 เป็นโครงสร้างจุลภาค (Microstructure) ของสารตัวอย่างภายหลังการแช่ในสารละลาย SBF 1.0 และ SBF 1.5 เท่า เพื่อทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพ สังเกตเห็นพื้นผิวโดยส่วนใหญ่ของผงแคลเซียมทิทาเนตประกอบด้วยกลุ่มอนุภาคที่มีลักษณะเกรนค่อนข้างกลม ซึ่งเป็นเกรนของแคลเซียมทิทาเนตที่มีรูปผลึกเป็น octahedral ขนาดเกรนของแคลเซียมทิทาเนตที่พบมีขนาดค่อนข้างสม่ำเสมอ (uniform grain size) และมีขนาดเล็กกว่า 1 ไมครอน นอกจากนี้ลักษณะพื้นผิวของกลุ่มอนุภาคมีการเชื่อมติดกันหนาแน่น ซึ่งเป็นผลมาจาก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเผาสารตัวอย่างที่อุณหภูมิสูงซึ่งจะก่อให้เกิดการเชื่อมติดกันของอนุภาคเห็นเป็นรอยต่อของเกรน (grain boundary) ทำให้อนุภาคอยู่ชิดกันมาก หากนำสารตัวอย่างแคลเซียมทิทาเนตมาอัดขึ้นรูปชิ้นงานก็จะได้ชิ้นงานที่มีความหนาแน่นเกิดขึ้น

จากการพิจารณารูปโครงสร้างที่ 4.11 พบว่ามีบางบริเวณที่มีลักษณะโครงสร้างจุลภาคบางส่วนแตกต่างจากสารตั้งต้นแต่อนุภาคนี้มีขนาดเล็กมากจึงไม่สามารถที่จะเห็นลักษณะอนุภาคที่แท้จริงนั้นได้ แต่จากการสังเกตสันนิษฐานว่า อนุภาคที่เกิดขึ้นน่าจะเป็นอนุภาคของไฮดรอกซีแอปาทาइट เพราะมีลักษณะพื้นผิวที่คล้ายดอกกระหล่ำซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของไฮดรอกซีแอปาทาइटที่เกิดจากการแช่ในสารละลาย SBF ดังแสดงในรูปที่ 4.14



รูปที่ 4.14 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของไฮดรอกซีแอปาทาइट [16]

สำหรับในตัวอย่างอื่น ๆ ไม่พบเห็นอนุภาคที่แตกต่างกันชัดเจนเนื่องจากสารที่สังเคราะห์ได้นั้นมีขนาดเป็นผงละเอียดเมื่อนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วย SEM จึงเป็นการสุ่มปริมาณเล็กน้อยบางส่วนของสารตัวอย่างไปตรวจสอบ ทำให้บางตัวอย่างที่สุ่มมานั้นไม่แสดงข้อมูลของไฮดรอกซีแอปาทาइट หรืออาจเป็นได้ที่ไฮดรอกซีแอปาทาइटยังไม่เกิดขึ้น นอกจากนั้นขนาดของแคลเซียมทิทาเนตที่น้อยกว่า 1 ไมครอน ทำให้พื้นผิวที่จะเกิดการฟอร์มตัวเป็นไฮดรอกซีแอปาทาइटมีขนาดเล็ก ดังนั้นไฮดรอกซีแอปาทาइट ที่จะเกิดขึ้นได้ มีขนาดเล็กเกินไปที่จะเห็นได้ด้วยเทคนิคนี้

4.2.3 การเปลี่ยนแปลงของสารละลาย Simulated Body Fluid (SBF) ภายหลังจากการแช่สารตัวอย่าง

ภายหลังจากการแยกผงแคลเซียมทิทาเนตออกจากสารละลาย SBF จะถูกนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ เพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงภายหลังจากทดสอบ

ก) ค่าความเป็นกรด-เบส

ค่าความเป็นกรด-เบส (pH) ของสารละลาย SBF ภายหลังจากแช่สารตัวอย่างซึ่งจะแสดงค่าทั้งหมดไว้ในภาคผนวก ค และสรุปเปรียบเทียบดังแสดงในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลาย SBF หลังแช่สารตัวอย่างเป็นเวลา 5 และ 20 วัน

สารตั้งต้น	เวลาการบด (ชั่วโมง)	อุณหภูมิการเผา (°C)	ความเข้มข้น SBF	เวลาในการแช่ SBF (วัน)	ค่า pH หลังแช่สารตัวอย่าง
CaCO ₃	1	1000	1	5	7.52
				20	8.04
CaCO ₃	1	1000	1.5	5	7.65
				20	7.88
CaO	1	1000	1	5	7.55
				20	8.07
CaO	1	1000	1.5	5	7.64
				20	7.93

โดยปกติสารละลาย SBF จะมีค่า pH ประมาณ 7.4 ภายหลังจากแช่ผงแคลเซียมทิทาเนตในสารละลาย SBF พบว่าค่า pH ของสารละลายเพิ่มสูงขึ้น เนื่องจากค่า pH ที่ค่อนข้างเป็นกลางของสารละลาย SBF ทำให้แคลเซียมบางส่วนในสารตัวอย่างสามารถละลายออกมาสู่สารละลาย SBF เป็นผลให้สารละลายมีความเป็นเบสมากขึ้น ซึ่งสภาวะที่เป็นเบสของสารละลายจะเหมาะสมแก่การเกิดไฮดรอกซีแอปพาไทต์ ค่า pH ประมาณ 8–10 จากตารางที่ 4.2 พบว่าค่า pH ในวันแรก ๆ ยังไม่เพียงพอ ค่า pH ที่ได้ยังต่ำกว่าค่าที่เหมาะสม ดังนั้นจึงจำเป็นต้องใช้เวลาเพิ่มขึ้นเพื่อให้เกิดไฮดรอกซีแอปพาไทต์

แต่เมื่อเปรียบเทียบระหว่าง SBF ที่มีความเข้มข้น 1 และ 1.5 เท่า ของเลือด พบว่าที่ระยะเวลา

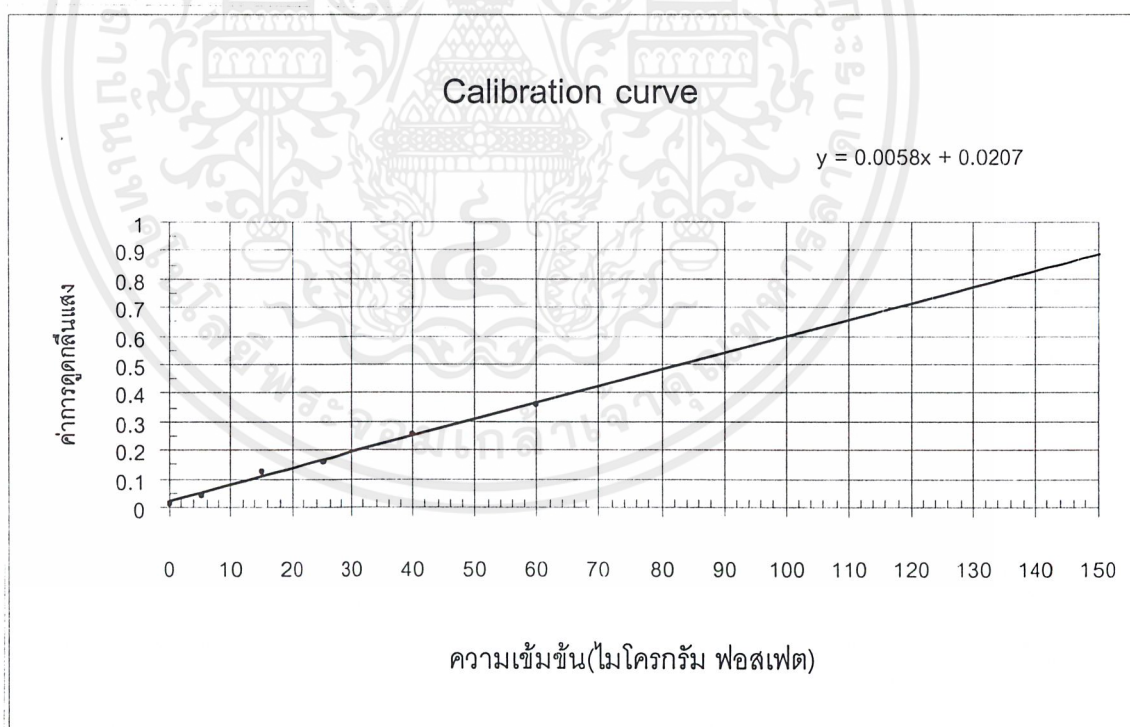
เวลาในการแช่ผงแคลเซียมทิทาเนตนาน 5 วันเท่ากัน การแช่ในสารละลาย SBF ความเข้มข้น 1.5 เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เท่าของเลือด ซึ่งมีความเข้มข้นมากกว่าจะมีการเปลี่ยนแปลงของค่า pH สูงกว่า นั้นแสดงให้เห็นว่าปริมาณแคลเซียมไอออนที่ละลายออกมาจากสารละลาย SBF ความเข้มข้น 1.5 เท่าของเลือดมีมากกว่าสารละลาย SBF ที่มีความเข้มข้น 1 เท่าของเลือดแต่เมื่อเพิ่มเวลาในการแช่ให้นานขึ้นเป็น 20 วันเมื่อพิจารณาจากสารละลาย SBF ความเข้มข้น 1.5 เท่าของเลือด พบว่าค่า pH ไม่เปลี่ยนแปลงมากนักแสดงว่าการละลายของแคลเซียมที่สารละลาย SBF ความเข้มข้น 1.5 เท่าของเลือด เริ่มที่จะช้าลง นอกจากนั้นอาจเป็นไปได้ที่ค่า pH ไม่สูงมากนั้นอาจเป็นเพราะแคลเซียมไอออนเริ่มที่จะตกกลับมาเพื่อเกิดเป็นไฮดรอกซีแอปพาไทต์ทำให้ค่า pH ไม่สูงขึ้น

ข) การตรวจวิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัสที่เปลี่ยนไปในสารละลาย SBF [17]

เทคนิคแอสคอบิกแอซิดช่วยในการตรวจวิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัสในสารละลาย SBF ที่ผ่านการแช่สารตัวอย่าง สามารถคำนวณด้วยสูตรดังนี้

$$\text{ฟอสเฟต (mg P/l)} = \frac{\text{ไมโครกรัมที่อ่านได้จากกราฟ}}{\text{ปริมาณสารละลาย SBF(ml)}}$$



รูปที่ 4.15 กราฟมาตรฐานในการหาปริมาณฟอสเฟตด้วยเทคนิคแอสคอบิกแอซิด

จากกราฟมาตรฐานในรูปที่ 4.15 สามารถคำนวณหาเป็นปริมาณฟอสฟอรัสในสารละลาย SBF ที่ผ่านการแช่ผงแคลเซียมทิตาเนตได้ดังแสดงในภาคผนวก ค.2 และเพื่อสรุปเปรียบเทียบได้ในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ปริมาณฟอสฟอรัสไอออนในสารละลาย SBF ภายหลังจากผ่านการแช่ผงแคลเซียมทิตาเนตที่เตรียมในสภาวะต่าง ๆ กัน

สารตั้งต้น	เวลาการบด (ชั่วโมง)	อุณหภูมิการ เผา (°C)	ความเข้มข้น SBF	เวลาในการแช่ SBF (วัน)	ปริมาณฟอสฟอรัส (ppm)
CaO	1	1000	1	20	22.20
CaO	1	1100	1	20	22.61
CaCO ₃	1	1000	1	20	11.23
CaCO ₃	1	1000	1.5	20	8.31

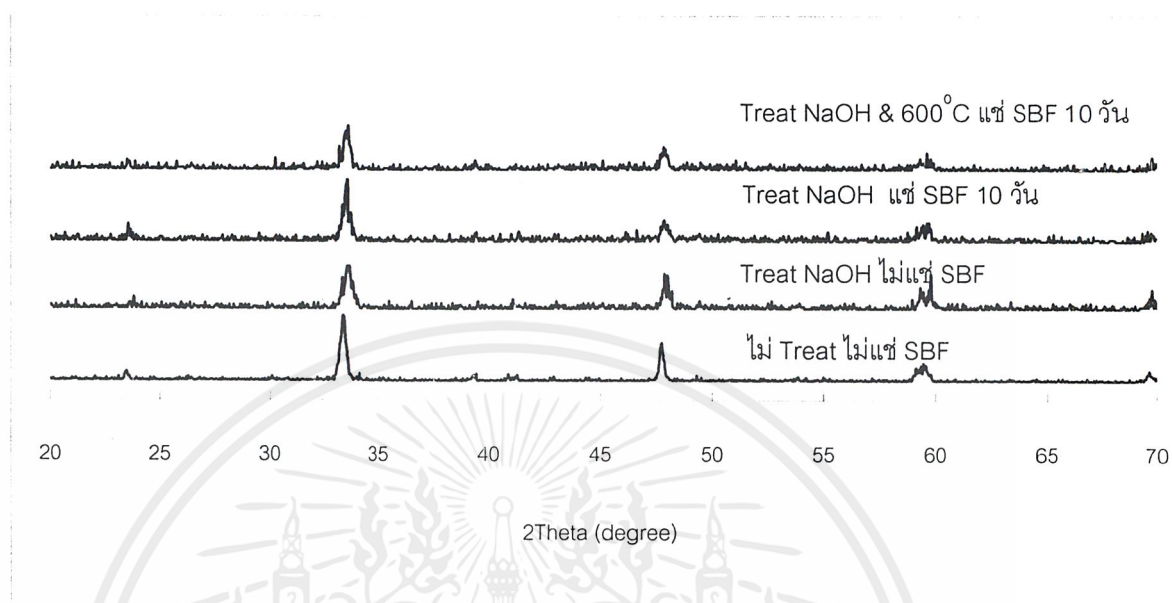
สารละลาย SBF ก่อนทำการทดสอบมีปริมาณฟอสฟอรัสไอออน 34.77 ppm เมื่อนำมาแช่ผงแคลเซียมทิตาเนต จากตารางที่ 4.3 พบว่าปริมาณฟอสฟอรัสไอออนในสารละลาย SBF ภายหลังจากการแช่ผงแคลเซียมทิตาเนตตัวอย่างเป็นเวลา 20 วันพบว่าปริมาณฟอสฟอรัสไอออนในสารละลายมีค่าลดลงซึ่งน่าจะเป็นผลมาจากฟอสฟอรัสไอออนบางส่วนเกิดการตกผลึกเป็นไฮดรอกซีเอปาทาइट

4.2.4 การปรับปรุงพื้นที่ผิวแคลเซียมทิตาเนตโดยใช้สารละลายไฮดรอกไซด์

จากผลการทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพข้างต้นสันนิษฐานว่าแคลเซียมทิตาเนตที่สังเคราะห์มีความเสถียรมากจึงเกิดการเปลี่ยนแปลงภายใต้สารละลาย SBF ได้ยากจึงทำให้ต้องใช้เวลาในการเกิดไฮดรอกซีเอปาทาइटนานมากในงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง [18] ซึ่งได้ทำการเคลือบผิวทิตาเนียมไดออกไซด์ด้วยไฮดรอกซีเอปาทาइटพบว่าพื้นผิวทิตาเนียมไดออกไซด์จะต้องเกิดการเปลี่ยนแปลงเป็น TiOH ซึ่งเป็นโครงสร้างที่มีความเหมาะสมต่อการเกิดไฮดรอกซีเอปาทาइटก่อน ดังนั้นจึงมีนักวิจัยบางกลุ่มทำการปรับปรุงสภาพพื้นผิวของสารตัวอย่างก่อน โดยใช้สารละลาย NaOH เข้มข้นเพื่อทำการเปลี่ยนทิตาเนียมไดออกไซด์ที่พื้นผิวของสารตัวอย่างเป็น TiOH ก่อนนำไปทดสอบโดยการแช่ในสารละลาย ในการทดลองขั้นนี้จะใช้แคลเซียมทิตาเนตที่สังเคราะห์จากสารตั้งต้น CaCO₃ ทำการบดผสมเป็นเวลา 3 ชั่วโมง นำไปเผาที่ 1100 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

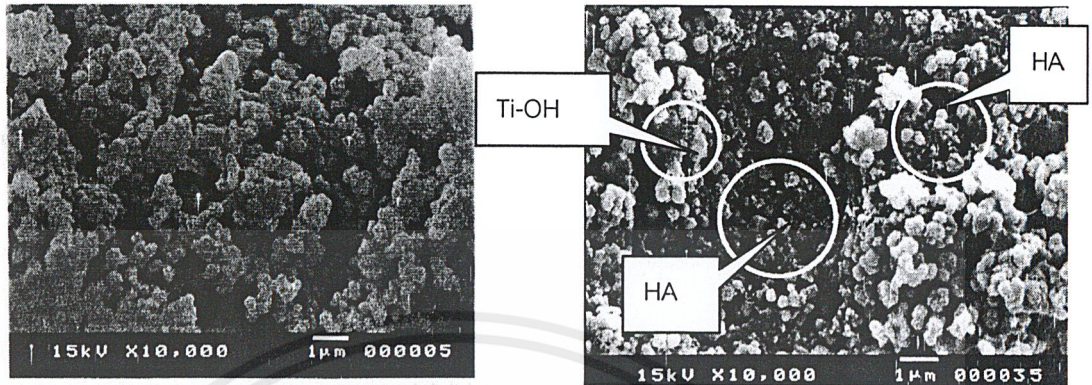
ก) ภูมิภาคที่เป็นผลึกของสารตัวอย่างที่ผ่านขั้นตอนการปรับสภาพพื้นผิว



รูปที่ 4.16 แพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์จาก CaCO_3 บดผสม 3 ชั่วโมง เคาเคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C ภายหลังจากแช่สารละลาย SBF ที่มีความเข้มข้น 1 เท่าของเลือด

จากรูปที่ 4.16 พบว่าแพทเทิร์นการกระเจิงเป็นลักษณะของ CaTiO_3 ชนิด perovskite โดยจะพบพีคที่ ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 23.8, 33.6, 47.7, 59.3 และ 69.7 พบว่าลักษณะพีคของแคลเซียมไททานเนตมีการเปลี่ยนแปลงภายหลังการปรับปรุงพื้นผิวด้วย NaOH และภายหลังการนำสารละลายที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวแล้วไปแช่สารละลาย SBF โดยจะเห็นได้ว่าลักษณะพีคจะมีฐานที่กว้างขึ้นมีความชัดเจนของสารเพิ่มขึ้น น่าจะเป็นเพราะมีสารละลายออกไปทำให้มีการเปลี่ยนแปลงของพีคหรือมีไฮดรอกซีแอปาทาไทต์เกิดขึ้น แต่พบว่าผลที่ได้นั้นยังไม่สามารถระบุได้ชัดเจนว่ามีไฮดรอกซีแอปาทาไทต์เกิดขึ้น เนื่องจากเวลาที่ใช้ในการปรับปรุงพื้นผิวตั้งแต่ 1-30 วันน้อยเกินไป

ข) การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวสารตัวอย่างที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวและแช่ในสารละลาย SBF



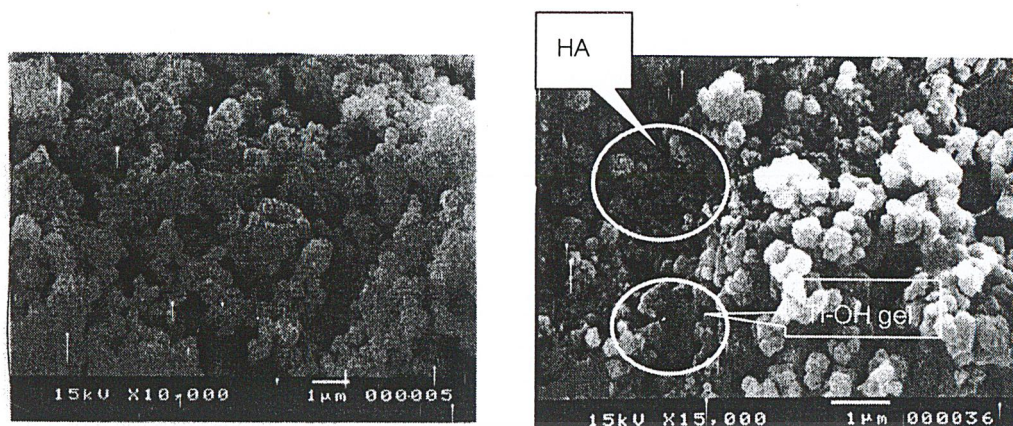
(ก) ก่อนการปรับปรุงพื้นผิวและไม่ผ่านการแช่ในสารละลาย SBF

(ข) ภายหลังการปรับปรุงพื้นผิวด้วย NaOH และผ่านการแช่ในสารละลาย SBF



(ค) ภายหลังการปรับปรุงพื้นผิวด้วย NaOH แคลไซน์ที่ 600 °C และผ่านการแช่ในสารละลาย SBF

รูปที่ 4.17 โครงสร้างจุลภาคของ CaTiO_3 ที่สังเคราะห์โดยใช้สารตั้งต้นเป็น CaCO_3 บด 3 ชั่วโมง แคลไซน์ที่ 1100 °C ก่อนและภายหลังการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารละลาย NaOH เข้มข้นและแช่ในสารละลาย SBF ที่มีความเข้มข้น 1 เท่าของเลือด เป็นเวลา 10 วัน กำลังขยาย 10,000 เท่า



(ก) ก่อนการปรับปรุงพื้นผิวและไม่ผ่านการแช่ (ข) ภายหลังการปรับปรุงพื้นผิวด้วย NaOH ในสารละลาย SBF และผ่านการแช่ในสารละลาย SBF

รูปที่ 4.18 โครงสร้างจุลภาคของ CaTiO_3 ที่สังเคราะห์โดยใช้สารตั้งต้นเป็น CaCO_3 บด 3 ชั่วโมง แคลไซน์ที่ 1100°C ก่อนและภายหลังการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารละลาย NaOH เข้มข้นและแช่ในสารละลาย SBF ที่มีความเข้มข้น 1 เท่าของเลือด เป็นเวลา 10 วัน กำลังขยาย 15,000 เท่า

จากรูปที่ 4.17 และ 4.18 จะเห็นว่ามีบริเวณที่มีอนุภาคซึ่งมีโครงสร้างจุลภาคคล้ายดอกกระหล่ำขนาดเล็กปนอยู่ในอนุภาคของ CaTiO_3 ซึ่งสันนิษฐานว่าอนุภาคบริเวณนั้นน่าจะเป็นไฮดรอกซีแอปพาไทต์ ที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวสารตัวอย่าง นอกจากนั้นยังพบว่าบางบริเวณบนพื้นผิวสารตัวอย่างมีลักษณะเปลี่ยนไปจากสารตั้งต้นที่มีความชัดเจนของเกรนและขอบเกรนของแคลเซียมทิตานาตที่ชัดเจนเป็นลักษณะอนุภาคที่มีการเชื่อมติดของอนุภาคเป็นแผ่นกว้าง โดยลักษณะเช่นนี้สันนิษฐานว่าบางส่วนของพื้นผิวเกิดการเปลี่ยนแปลงเป็น Ti-OH เจล เนื่องจากสารตัวอย่างที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย NaOH ซึ่ง TiOH มีความแข็งแรงน้อยกว่าโครงสร้าง TiO_2 จึงทำให้เกิดไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่พื้นผิวสารตัวอย่างง่ายกว่าสารที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย NaOH

ค) การเปลี่ยนแปลงของสารละลาย SBF ภายหลังการแช่ผงแคลเซียมทิตานาตที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว

สารละลาย SBF ภายหลังจากผ่านการแช่ผงแคลเซียมทิตานาตที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว จะถูกวัดค่าความเป็นกรด-เบส และการหาปริมาณฟอสฟอรัสไอออนที่เปลี่ยนไปในสารละลาย SBF

ตารางที่ 4.4 ค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลาย SBF ภายหลังจากแช่ผงแคลเซียมฟอสเฟตที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว

ลำดับ	Treat	เวลาในการแช่ SBF	ค่า pH ที่วัดได้
1	NaOH	5	7.90
2	NaOH & 600°C	5	7.87
3	NaOH	10	8.21
4	NaOH & 600°C	10	8.16

จากตารางที่ 4.4 พบว่าค่า pH ของสารละลาย SBF ที่แช่สารตัวอย่างซึ่งผ่านการปรับปรุงพื้นผิวมีค่าสูงถึง 8.21 ภายหลังจากแช่เพียง 10 ซึ่งน่าจะส่งผลให้มีโอกาสเกิดไฮดรอกซีแอปพาไทต์ได้มากขึ้น หากใช้เวลาในการแช่นานกว่านี้

ง) การตรวจวิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัสจากสารละลาย SBF

ตารางที่ 4.5 ปริมาณฟอสฟอรัสไอออนจากสารละลาย SBF ภายหลังจากแช่ผงแคลเซียมฟอสเฟตที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว

ลำดับ	Treat	เวลาในการแช่ SBF	ปริมาณฟอสฟอรัส (ppm)
1	NaOH	5	28.79
2	NaOH & 600°C	5	24.02
3	NaOH	10	16.82
4	NaOH & 600°C	10	14.49

จากตารางที่ 4.5 พบว่าปริมาณฟอสฟอรัสไอออนในสารละลาย SBF หลังแช่สารตัวอย่างที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวมีค่าลดลงจากปริมาณฟอสฟอรัสไอออนของสารละลาย SBF เริ่มต้น (34.77ppm) ทำให้สันนิษฐานได้ว่าปริมาณฟอสฟอรัสไอออนที่หายไปน่าจะเนื่องมาจากการเกิดเป็นสารไฮดรอกซีแอปพาไทต์บนพื้นผิวสารตัวอย่าง

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

ในการทดลองนี้เป็นการสังเคราะห์แคลเซียมทิตานิตโดยวิธีบดผสมเชิงกล วิธีนี้เป็นวิธีที่ง่ายและต้นทุนต่ำ แต่มีข้อจำกัดคือความบริสุทธิ์ของสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ที่ได้ ซึ่งจากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ สามารถสรุปได้ดังนี้

1. เมื่อใช้ CaO เป็นสารตั้งต้นพบว่าสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการบดผสม สามารถดูความชื้นได้ ทำให้วัฏภาคองค์ประกอบเกิดการเปลี่ยนแปลงจาก CaO เป็น Ca(OH)_2 ซึ่งปัญหาดังกล่าวจะไม่พบในการสังเคราะห์โดยใช้ CaCO_3 เป็นสารตั้งต้น

2. สารที่ผ่านการบดผสมเป็นเวลา 1 และ 3 ชั่วโมง ไม่สามารถเกิดเป็นแคลเซียมทิตานิตได้เนื่องจาก TiO_2 ที่ใช้เป็นเฟส rutile ที่มีความเสถียรสูงมาก จึงต้องนำมาเผาที่อุณหภูมิสูงเพื่อช่วยในการเปลี่ยนเฟสเป็นแคลเซียมทิตานิตชนิด perovskite ในการทดลองนี้เมื่อใช้อุณหภูมิในการเผา 1000 และ 1100 °C พบว่า ผงแคลเซียมทิตานิตมีโครงสร้างจุลภาคที่มีลักษณะกลมซึ่งมีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 1 ไมครอน

3. เมื่อนำมาทดสอบความว่องไวทางชีวภาพโดยทำการแช่ผงแคลเซียมทิตานิตในสารละลาย SBF ทั้งที่มีความเข้มข้นเท่ากับเลือดปกติ และที่มีความเข้มข้นเป็น 1.5 เท่าของเลือด จากแพทเทิร์นการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารภายหลังการแช่ในสารละลาย SBF พบว่ามีการเปลี่ยนแปลงของวัฏภาคที่เป็นผลึกซึ่งน่าจะเนื่องมาจากการละลายของพื้นผิวของสารตัวอย่างในสารละลาย SBF ดังนั้นหากเกิดไฮดรอกซีแอปพาไทต์ขนาดที่เกิดจะต้องเล็กมากทำให้ไม่พบพีดของไฮดรอกซีแอปพาไทต์แต่เมื่อดูจากผล SEM พบว่ามีอนุภาคคล้ายดอกกะหล่ำซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของไฮดรอกซีแอปพาไทต์อย่างไรก็ตามยังไม่สามารถสรุปได้ชัดเจนจากแพทเทิร์นการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ว่ามีสารไฮดรอกซีแอปพาไทต์เกิดขึ้นที่บริเวณพื้นผิวของตัวอย่างทั้งนี้ น่าจะเนื่องมาจากการวิเคราะห์ใช้การสุ่มตัวอย่างของสารเพียงเล็กน้อยซึ่งสารที่สุ่มอาจไม่ใช่ส่วนที่เกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างชัดเจน

ผลการทดสอบที่ช่วยยืนยันการเกิดไฮดรอกซีแอปพาไทต์ก็คือปริมาณฟอสฟอรัสไอออนที่ลดลงแสดงให้เห็นว่ามีการนำฟอสฟอรัสไปใช้ในการฟอร์มตัวเพื่อเกิดไฮดรอกซีแอปพาไทต์

4. ในบางตัวอย่างพบว่าที่พื้นผิวของสารตัวอย่างภายหลังการแช่ในสารละลาย SBF มีกลุ่มอนุภาคคล้ายดอกกะหล่ำ (Cauliflower like particles) ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่เกิดขึ้นในสารละลาย SBF ซึ่งผลดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าน่าจะมีไฮดรอกซีแอปพาไทต์เกิดขึ้นที่พื้นผิวของผงแคลเซียมทิตานิตตัวอย่าง นอกจากนี้ผลการลดลงของปริมาณฟอสฟอรัส

ไอออนในสารละลาย SBF ยังช่วยสนับสนุนผลให้เห็นว่า ฟอสฟอรัสในสารละลาย SBF ถูกใช้ไปในการก่อตัวเป็นไฮดรอกซีแอปพาไทต์

5. ภายหลังจากปรับปรุงพื้นผิวของแคลเซียมทิทาเนตโดยใช้สารละลาย NaOH เข้มข้นจะช่วยเพิ่มความว่องไวในการเกิดไฮดรอกซีแอปพาไทต์ได้เนื่องจาก NaOH จะทำให้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ซึ่งจะเป็นโครงสร้างขององค์ประกอบทิทาเนียมออกไซด์ที่พื้นผิวสารตัวอย่างซึ่งมีความเสถียรสูงให้เป็น TiOH เจลซึ่งโครงสร้างของ TiOH จะมีความเหมาะสมต่อการเกิดไฮดรอกซีแอปพาไทต์มากกว่าดังนั้นจึงพบว่าบนพื้นผิวของสารตัวอย่างที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวมีอนุภาคของไฮดรอกซีแอปพาไทต์เกิดขึ้นภายหลังจากแช่สารละลาย SBF เนื่องจาก SBF ในขณะเริ่มต้นมีค่า pH ประมาณ 7.4 ซึ่งเป็นค่าที่เหมาะสมกับการละลายขององค์ประกอบแคลเซียม เมื่อปริมาณแคลเซียมไอออนในสารละลาย SBF เพิ่มขึ้นจะทำให้ pH ของ SBF เพิ่มขึ้น ซึ่งจะเข้าใกล้สภาวะที่มีความเหมาะสมในการเกิดไฮดรอกซีแอปพาไทต์

ข้อเสนอแนะ

1. เนื่องจาก TiO_2 ชนิด rutile มีความเสถียรของโครงสร้างสูงดังนั้นควรจะเปลี่ยนสารตั้งต้นเป็นชนิด anatase เนื่องจากสารชนิดนี้มีความเสถียรน้อยกว่าซึ่งสันนิษฐานว่าแคลเซียมทิทาเนตที่เตรียมได้น่าจะมีความว่องไวในการเกิดไฮดรอกซีแอปพาไทต์ได้ดีกว่า
2. เวลาในการบดผสมซึ่งหากมีการเปลี่ยนสารตั้งต้นเป็นชนิด anatase เมื่อใช้เวลาในการบดผสมที่นานขึ้นจะทำให้สามารถเกิดเป็น CaTiO_3 ได้ที่อุณหภูมิห้อง แต่จะมีการเปลี่ยนรูปพอร์มของ anatase ไปเป็น rutile ได้ด้วย จึงควรจัดหาเวลาในการบดให้เหมาะสม
3. อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาที่สูงเกินไปมีผลในการเปลี่ยนแปลงชนิดของ TiO_2 ด้วย กล่าวคือยิ่งอุณหภูมิในการเผาที่สูงมากจะเปลี่ยน TiO_2 จากชนิด anatase ให้เป็นชนิด rutile จึงต้องเลือกใช้อุณหภูมิให้เหมาะสม
4. ใช้เวลาในการทดสอบสมบัติความว่องไวทางชีวภาพที่นานขึ้นเพื่อให้เข้าสู่สภาวะที่เหมาะสมต่อการเกิดไฮดรอกซีแอปพาไทต์มากขึ้นจากผลของค่าความเป็นกรด-เบสที่เปลี่ยนไป พบว่าที่เวลา 20 วัน สารละลาย SBF มีค่า pH มากกว่า 8 เพียงเล็กน้อย ซึ่งหากใช้เวลามากกว่านี้สภาวะดังกล่าวอาจจะเหมาะต่อการเกิดไฮดรอกซีแอปพาไทต์มากขึ้น
5. สำหรับการวิเคราะห์ห้อนุภาคที่มีโครงสร้างจุลภาคแตกต่างไปจากสารตั้งต้นควรใช้เทคนิค EDS (Energy dispersive X-ray Spectroscopy) ร่วมกับ SEM เพื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของตำแหน่งต่าง ๆ บนพื้นผิวสารตัวอย่าง ทำให้ยืนยันได้ชัดเจนยิ่งขึ้นว่ามีไฮดรอกซีแอปพาไทต์เกิดขึ้นหรือไม่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

1. Kaciulis , G. Mattogna , A. Napoli.,J. Electron.Spectrosc.Relat.Phenom, 95 , 61 (1998).
2. Ping Zhou, Masaru Akao, Bio – Med. Mater. and Eng. ,7 , 67 (1997).
3. เอกสารประกอบการสอนวิชาวัสดุชีวภาพและอวัยวะเทียม ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ โดย อ. ปุณณมา ศิริพันธ์โนน , 2544.
4. ชูศักดิ์ เวชแพศย์ , สมศรี ดาวฉาย, อวัยวะเทียม ,โครงการวิจัยและพัฒนาอุปกรณ์ทางชีวภาพทางการแพทย์ สถาบันวิจัยและพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยมหิดล,2543 หน้า 1 – 12.
5. Larry L. Hecch., June Wilson., An introduction to Bioceramics : Advance series in Ceramics–vol. 1 Florida : World Scientific Publishing , 1993 pp.
6. Rudolf Duda,Lubos Rejl, Rocks & Minerals of the world.:Tiger Book International,294.
7. K. Othmer , Encycl. Chem. Technol. , 20 , 413 , (1969).
8. Myung Jin Kim , Egon Matijevic , J. Am. Ceram. Soc. , 77 , 1950 (1994).
9. P.cousin, R.A. Ross, Mater. Sci. and Eng, A130 , 119 (1990).
10. อรุษา สรวารี,สารเคลือบผิว(สี วาร์นิช และแล็กเกอร์),ภาควิชาเทคโนโลยีสารเคลือบผิว คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย,2539 หน้า 132-133.
11. สิทธิสุนทร สุโพธิณะ , วารสาร MTEC. , มิถุนายน , 52 (2543).
12. Guomin Mi, Yasukazu Marakami, Daisuke Shindo, Fumio Saito, Powder Technol,105 , 162 (1999).
13. T. Kokubo, J. Non – cryst. Solids, 120 ,138 (1990).
14. T.Kokubo, An Introduction to Bioceramics , Singapore : World Scientific Publishing, 1993 pp. 75 – 99.
15. S.B. Cho, K. Nakanishi, T. Kokubo, N. Soga, C. Ohtsuki, T. Nakamura, T. Kitsugi, and T. Yamamuro, J. Am. Ceram. , 78 , 1769 (1995).
- 16 . www.adelaide.net.au/~byuki/
17. กรองแก้ว ทิพย์ศักดิ์,พิสมัย ชัยรัตน์อุทัย,ปฏิบัติการเคมีสิ่งแวดล้อม1,ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง,(2541) หน้า 55-64.
18. T.Kokubo,H-M. Kim,M. Kawashita and T.Nakamura,J.Aust.Ceram.Soc., 36, 1(2000) pp. 37-46

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

ตารางที่ ก.1 องค์ประกอบทางเคมีของสารตั้งต้น CaCO_3

Compton 0.846

Rayleigh 0.888

Compound formular	concentration
F	4.9
MgO	0.40
Al_2O_3	0.0075
SiO_2	0.34
SO_3	0.16
CaO	51.4
TiO_2	0.075
SrO	0.031

* การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRF จะแสดงผลอยู่ในรูปสารประกอบออกไซด์และธาตุหนักเท่านั้น

ตารางที่ ก.2 องค์ประกอบทางเคมีของสารตั้งต้น CaO

Compton 0.846

Rayleigh 0.888

Compound formular	concentration
F	7.3
MgO	1.7
Al_2O_3	0.16
SiO_2	0.52
SO_3	0.45
K_2O	0.048
CaO	89.3
TiO_2	0.18
SrO	0.046
Ru	0.068
Rh	0.055
	0.086

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับ Pd ารใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่ให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก.3 องค์ประกอบทางเคมีของสารตั้งต้น TiO_2

Compton 0.884

Rayleigh 0.920

Compound formular	concentration
F	5.4
MgO	0.41
Al_2O_3	0.21
SiO_2	5.54
SiO_2	0.68
P_2O_5	0.22
SO_3	0.32
Cl	0.039
K_2O	0.024
CaO	0.079
TiO_2	86.54
V_2O_5	0.27
Rb_2O	0.019
SrO	0.013
ZrO_2	0.025
Ru	0.059
ThO_2	0.022
UO_2	0.065

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก.4 องค์ประกอบทางเคมีของสารสังเคราะห์ระหว่าง CaO และ TiO₂ ทำการบดผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แคลไซด์ 500 °C

Compton 0.821

Rayleigh 0.894

Compound formular	concentration
Na ₂ O	0.74
MgO	0.84
Al ₂ O ₃	3.04
SiO ₂	0.54
CaO	39.1
TiO ₂	55.76

ตารางที่ ก.5 องค์ประกอบทางเคมีของสารสังเคราะห์ระหว่าง CaO และ TiO₂ ทำการบดผสมเป็นเวลา 3 ชั่วโมง แคลไซด์ 500 °C

Compton 0.803

Rayleigh 0.893

Compound formular	concentration
MgO	0.62
Al ₂ O ₃	2.88
SiO ₂	0.52
CaO	38.64
TiO ₂	57.34

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก.6 องค์ประกอบทางเคมีของสารสังเคราะห์ระหว่าง CaCO_3 และ TiO_2 ทำการ
บดผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แคลไซต์ $500\text{ }^{\circ}\text{C}$

Compton 0.824

Rayleigh 0.861

Compound formular	concentration
F	3.4
Al_2O_3	2.88
SiO_2	0.50
CaO	39.1
TiO_2	54.13

ตารางที่ ก.7 องค์ประกอบทางเคมีของสารสังเคราะห์ระหว่าง CaCO_3 และ TiO_2 ทำการ
บดผสมเป็นเวลา 3 ชั่วโมง แคลไซต์ $500\text{ }^{\circ}\text{C}$

Compton 0.752

Rayleigh 0.866

Compound formular	concentration
Al_2O_3	2.8
CaO	40.4
TiO_2	56.49

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

รูปแบบการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของสารต่าง ๆ จากฐานข้อมูล Jcpds (Joint Committee of Powder Diffraction Standard) แสดงได้ดังนี้

Pattern : 37-1497		Radiation = 1.540598		Quality : High		
CaO		2th	l	h	k	l
Lime, syn / Calcium Oxide calcia burnt lime quicklime		32.204	36	1	1	1
		37.347	100	2	0	0
		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
<p>Lattice : Face-centered cubic</p> <p>S.G. : Fm3m (225)</p> <p>a = 4.81059</p> <p>Z = 4</p>		<p>Mol. weight = 56.08</p> <p>Volume [CD] = 111.33</p> <p>Dx = 3.346</p>				
<p>SAMPLE PREPARATION : 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 N₂ during data collection.</p> <p>STRUCTURE : The structure was determined by Oftedal (1).</p> <p>TEMP. OF DATA COLLECTION : The mean temperature of data collection was 25.3 deg.</p> <p>ADDITIONAL PATTERN : To replace 4-777 (2).</p> <p>GENERAL COMMENTS : References to earlier patterns will be found in reference 4.</p> <p>COLOR : Colorless</p> <p>GENERAL COMMENTS : 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 : McMurdie, H., Morris, M., Evans, E., Paretzkin, B., Wong-Ng, W., Hubbard, C.</p> <p>*Z. Phys. Chem. (Leipzig), volume 128, page 154, (1927) : 1. Oftedal, I.</p> <p>*Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, volume 1, page 43, (1953) : 2. Swanson, H., Tatge, E.</p>						
<p>Radiation : CuKα1</p> <p>Lambda : 1.54060</p> <p>SS/FOM : F13=146(0.0069,13)</p>		<p>Filter : Monochromator crystal</p> <p>d-sp : Diffractometer</p> <p>Internal standard : W</p>				

Pattern : 44-1481

Radiation = 1.540598

Quality : High

Ca(OH)₂

Portlandite, syn / Calcium Hydroxide

Lattice : Hexagonal

Mol. weight = 74.09

S.G. : P-3m1 (164)

Volume [CD] = 54.87

a = 3.58990

Dx = 2.242

c = 4.91600

Z = 1

I/lor = 2.90

2th	l	h	k	l
18.008	72	0	0	1
28.672	27	1	0	0
34.102	100	1	0	1
36.527	1	0	0	2
47.121	30	1	0	2
50.813	31	1	1	0
54.358	14	1	1	1
56.092	1	0	0	3
59.426	3	2	0	0
62.634	9	2	0	1
64.233	7	1	0	3
*64.233	7	1	1	2
71.811	6	2	0	2
77.654	1	0	0	4
79.095	2	1	1	3
81.909	2	2	1	0
84.751	5	1	0	4
*84.751	5	2	1	1
86.197	2	2	0	3
93.209	3	2	1	2
96.029	2	3	0	0
98.882	2	1	1	4
*98.882	2	3	0	1
103.142	1	0	0	5
106.066	1	2	0	4
107.578	2	2	1	3
110.520	1	1	0	5
118.268	1	2	2	0

COLOR : White

SAMPLE SOURCE OR LOCALITY : Sample obtained from Sigma Chemical Co.

GENERAL COMMENTS : Average relative standard deviation in intensity of the ten strongest reflections for three specimen mounts = 2.2%.

ADDITIONAL PATTERN : Validated by a calculated pattern.

OPTICAL DATA : A=1.545, B=1.574, Sign=-

DELETED AND REJECTED BY : Deleted by 4-733 which is satisfactory.

*ICDD Grant-in-Aid, (1992) primary reference :

Martin, K., McCarthy, G., North Dakota State University, Fargo, North Dakota, USA.

*Microscopic Character of Artificial Inorg. Solid Sub., page 69, (1964) optical data :

Winchell, A., Winchell, H.

Radiation : CuK α 1

Filter : Monochromator crystal

Lambda : 1.54056

d-sp : Diffractometer

SS/FOM F25= 52(0.0167,29)

Internal standard : Si

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pattern : 4-733

Radiation = 1.540598

Quality : Indexed

Ca(OH)₂

Portlandite, syn / Calcium Hydroxide

Lattice : Hexagonal

S.G. : P-3m1 (164)

a = 3.59300

c = 4.90900

Z = 1

Mol. weight = 74.09

Volume [CD] = 54.88

Dx = 2.242

I/cor = 1.40

2th	l	h	k	l
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
56.253	1	0	0	3
59.304	3	2	0	0
62.540	13	2	0	1
64.228	13	1	1	2
71.779	8	2	0	2
77.699	1	0	0	4
79.001	1	1	1	3
81.825	3	2	1	0
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

GENERAL COMMENTS : Levi, Giorn, Chim. Ind. Applicata, 6 333-7 (1924).
 ANALYSIS : NBS analysis shows about 0.21% MgO, 0.1% Ba and no other
 impurities over 0.04%.
 TEMP. OF DATA COLLECTION : Pattern taken at 27 C.

*Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, volume 0, page 58, (1953) primary
 reference :
 Swanson, Tatge.

Radiation : CuKα1

Filter : Beta

Lambda : 1.54056

d-sp : Not given

SS/FOM : F28= 14(0.0520,39)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pattern : 21-1272

Radiation = 1.540598

Quality : High

TiO ₂		2 θ	<i>l</i>	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>i</i>
Anatase, syn / Titanium Oxide		25.281	100	1	0	1
		36.947	10	1	0	3
		37.801	20	0	0	4
		38.576	10	1	1	2
		48.050	35	2	0	0
		53.891	20	1	0	5
		55.062	20	2	1	1
		62.121	4	2	1	3
		62.690	14	2	0	4
		68.762	6	1	1	6
		70.311	6	2	2	0
		74.031	2	1	0	7
		75.032	10	2	1	5
		76.020	4	3	0	1
		80.727	2	0	0	8
		82.139	2	3	0	3
		82.662	6	2	2	4
		83.149	4	3	1	2
		93.220	2	2	1	7
		94.181	4	3	0	5
		95.143	4	3	2	1
		98.318	2	1	0	9
		99.804	2	2	0	8
		101.221	2	3	2	3
		107.448	4	3	1	6
		108.963	4	4	0	0
		112.840	2	3	0	7
		113.861	2	3	2	5
		114.909	2	4	1	1
		118.439	4	2	1	9
		120.104	2	2	2	8
		121.725	2	4	1	3
		122.336	2	4	0	4
		131.035	2	4	2	0
		135.998	2	3	2	7
		137.391	4	4	1	5
		143.887	2	3	0	9
		150.039	4	4	2	4
		152.633	2	0	0	12
Lattice : Body-centered tetragonal S.G. : I41/amd (141) a = 3.78520 c = 9.51390 Z = 4 Mol. weight = 79.90 Volume [CD] = 136.31 Dx = 3.893 //cor = 3.30						
COLOR : Colorless TEMP. OF DATA COLLECTION : Pattern taken at 25 C. SAMPLE SOURCE OR LOCALITY : Sample obtained from National Lead Co., South Amboy, NJ, USA. GENERAL COMMENTS : Anatase and another polymorph, brookite (orthorhombic), are converted to rutile (tetragonal) by heating above 700 C. GENERAL COMMENTS : Pattern reviewed by Holzer, J., McCarthy, G., North Dakota State Univ, Fargo, ND, USA, ICDD Grant-in-Aid (1990). Agrees well with experimental and calculated patterns. ADDITIONAL PATTERN : Validated by calculated pattern.						
*Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, volume 7, page 82, (1969) primary reference :						
Radiation : Filter : Not specified d-sp : Not given						

SS/FOM : F30= 74(0.0116,35) ไม่สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pattern : 21-1276		Radiation = 1.540598		Quality : High		
TiO ₂		2th	l	h	k	j
Rutile, syn / Titanium Oxide titania		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
Lattice : Tetragonal S.G. : P42/mnm (136) a = 4.59330 c = 2.95920 Z = 2		Mol. weight = 79.90 Volume [CD] = 62.43 Dx = 4.250 Dm = 4.230 l/cor = 3.40				
GENERAL COMMENTS : No impurity over 0.001%. SAMPLE SOURCE OR LOCALITY : Sample obtained from National Lead Co., South Amboy, NJ, USA. TEMP. OF DATA COLLECTION : Pattern taken at 25 C. GENERAL COMMENTS : Two other polymorphs, anatase (tetragonal) and brookite (orthorhombic), converted to rutile on heating above 700 C. OPTICAL DATA : A=2.9467, B=2.6505, Sign=+ GENERAL COMMENTS : Optical data on specimen from Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., I 555. 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. 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. GENERAL COMMENTS : Additional weak reflections [indicated by brackets] were observed. ADDITIONAL PATTERN : Validated by calculated pattern. GENERAL COMMENTS : Naturally occurring material may be reddish brown. COLOR : White						
*Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, volume 7, page 83, (1969) primary reference : *Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., volume 0, page 575, optical data :						
Radiation : CuK α 1 Lambda : 1.54056 SS/FOM : F30=107(0.0088,32)		Filter : Monochromator crystal d-sp : Not given Internal standard : W				

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pattern : 5-586

Radiation = 1.540598

Quality : High

Ca C O ₃		2th	l	h	k	l
Calcite, syn / Calcium Carbonate		23.022	12	0	1	2
		29.406	100	1	0	4
		31.418	3	0	0	6
		35.966	14	1	1	0
		39.402	18	1	1	3
		43.146	18	2	0	2
		47.124	5	0	2	4
		47.490	17	0	1	8
		48.513	17	1	1	6
		56.555	4	2	1	1
		57.402	8	1	2	2
		58.075	2	1	0	10
		60.678	5	2	1	4
		60.987	4	2	0	8
		61.345	3	1	1	9
		63.060	2	1	2	5
		64.678	5	3	0	0
		65.599	3	0	0	12
		69.231	1	2	1	7
		70.238	2	0	2	10
		72.870	2	1	2	8
		73.729	1	3	0	6
		76.300	1	2	2	0
		77.177	2	1	1	12
		80.933	1	3	1	2
		81.547	3	2	1	10
		82.113	1	0	1	14
		83.767	3	1	3	4
		84.788	1	2	2	6
		86.483	1	1	2	11
		93.072	1	2	0	14
		94.701	3	4	0	4
		95.011	4	3	1	8
		96.165	2	1	0	16
		97.647	1	2	1	13
		99.161	2	3	0	12
		102.242	1	3	2	1
		102.952	1	2	3	2
		103.899	1	1	3	10
		104.124	3	1	2	14
		105.846	2	3	2	4
		106.145	4	0	4	8
		107.333	1	0	2	16
		109.561	2	4	1	0
		110.483	2	2	2	12
Lattice : Rhombohedral S.G. : R-3c (167) a = 4.98900 c = 17.06200 Z = 6		Mol. weight = 100.09 Volume [CD] = 367.78 Dx = 2.711 Dm = 2.710 //cor = 2.00				
OPTICAL DATA : A=1.487, B=1.659, Sign=- COLOR : Colorless SAMPLE SOURCE OR LOCALITY : Sample from Mallinckrodt Chemical Works. ANALYSIS : Spectroscopic analysis: <0.1% Sr; <0.01% Ba; <0.001% Al, B, Cs, Cu, K, Mg, Na, Si, Sn; <0.0001% Ag, Cr, Fe, Li, Mn. TEMP. OF DATA COLLECTION : Pattern taken at 26 C. GENERAL COMMENTS : Other form: aragonite. GENERAL COMMENTS : Pattern reviewed by Parks, J., McCarthy, G. North Dakota State Univ., Fargo, ND, USA, ICDD Grant-in-Aid (1992). GENERAL COMMENTS : Agrees well with experimental and calculated patterns. GENERAL COMMENTS : Additional weak reflections [indicated by brackets] were observed. ADDITIONAL PATTERN : See ICSD 16710, 20179, 28827, 18164, 18165 and 18166 (PDF 72-1214 and 72-1937).						
*Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, volume 0, page 51, (1953) primary reference : Swanson, Fuyat. *Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., volume 0, page 142, optical data :						
Radiation : CuKα1 Lambda : 1.54050 SS/FOM : F30= 57(0.0159,33)		Filter : Beta d-sp : Not given				

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pattern : 42-423

Radiation = 1.540598

Quality : High

Ca Ti O ₃		2th					2th				
Perovskite, syn / Calcium Titanium Oxide		<i>l</i>	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	<i>l</i>	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	<i>h</i>	<i>k</i>
		23.230	10	1	0	1	107.490	1	0	8	
		23.260	5	0	2	0	108.520	1	4	1	
		26.030	3	1	1	1	111.620	1	5	4	
		32.900	26	2	0	0	111.790	1	5	0	
		33.110	100	1	2	1	112.240	1	4	2	
		33.270	24	0	0	2	112.440	1	1	8	
		34.980	1	2	1	0	112.670	1	3	0	
		37.000	1	2	0	1	113.050	1	5	1	
		37.250	2	1	0	2	113.430	1	3	7	
		38.890	2	2	1	1	113.940	1	3	1	
		39.090	4	0	3	1	116.320	1	6	0	
		39.140	3	1	1	2	116.900	3	5	2	
		40.680	5	2	2	0	117.450	3	2	8	
		40.990	4	0	2	2	117.470	3	3	6	
		42.610	2	1	3	1	117.680	3	0	8	
		44.160	2	2	2	1	117.820	5	3	2	
		44.380	1	1	2	2	118.390	1	0	0	
		47.490	44	2	0	2	118.700	1	4	3	
		47.560	23	0	4	0					
		48.950	2	2	3	0					
		49.050	2	2	1	2					
		51.990	1	2	3	1					
		52.190	1	1	3	2					
		52.350	1	0	1	3					
		53.260	2	3	0	1					
		53.530	2	2	2	2					
		53.580	2	1	4	1					
		53.770	1	1	0	3					
		54.700	4	3	1	1					
		55.200	1	1	1	3					
		58.880	15	3	2	1					
		59.040	10	2	4	0					
		59.280	10	0	4	2					
		59.350	22	1	2	3					
		61.910	1	1	4	2					
		61.920	1	2	0	3					
		63.190	1	0	5	1					
		65.460	1	3	3	1					
		68.990	4	4	0	0					
		69.480	18	2	4	2					
		69.860	4	0	0	4					
		70.230	1	4	1	0					
		71.490	1	4	0	1					
		72.290	1	1	0	4					
		73.000	1	3	3	2					
		73.110	1	2	5	1					
		73.270	1	1	5	2					
		73.270	1	2	3	3					
		73.510	1	1	1	4					
		73.910	1	4	2	0					
		74.160	1	3	4	1					
		75.520	1	3	1	3					
		77.120	1	1	2	4					
		78.780	3	4	0	2					
		79.110	5	3	2	3					
		79.200	6	1	6	1					
		79.400	1	2	0	4					
		79.970	1	4	1	2					
		80.350	1	2	5	2					
		80.590	1	2	1	4					
		82.930	1	0	5	3					
		83.040	1	1	3	4					
		84.830	1	3	5	1					
		84.990	1	3	3	3					
		85.240	1	1	5	3					
		88.090	3	4	4	0					
		88.910	3	0	4	4					
		89.330	1	4	3	2					
		92.110	1	0	7	1					
		92.120	1	3	1	4					
		92.480	1	5	0	1					
		93.649	1	5	1	1					
		97.160	2	5	2	1					
		97.500	3	4	4	2					
		97.670	3	3	6	1					
		98.080	4	1	6	3					
		98.120	3	2	4	4					
		98.399	5	1	2	5					
		98.599	1	4	5	0					
		103.070	1	5	3	1					
		107.290	2	4	0	4					

Lattice : Orthorhombic	Mol. weight = 135.98
S.G. : Pnma (62)	Volume [CD] = 223.78
a = 5.44240	Dx = 4.036
b = 7.64170	Dm = 4.030
c = 5.38070	
a/b = 0.71220	Z = 4
c/b = 0.70412	

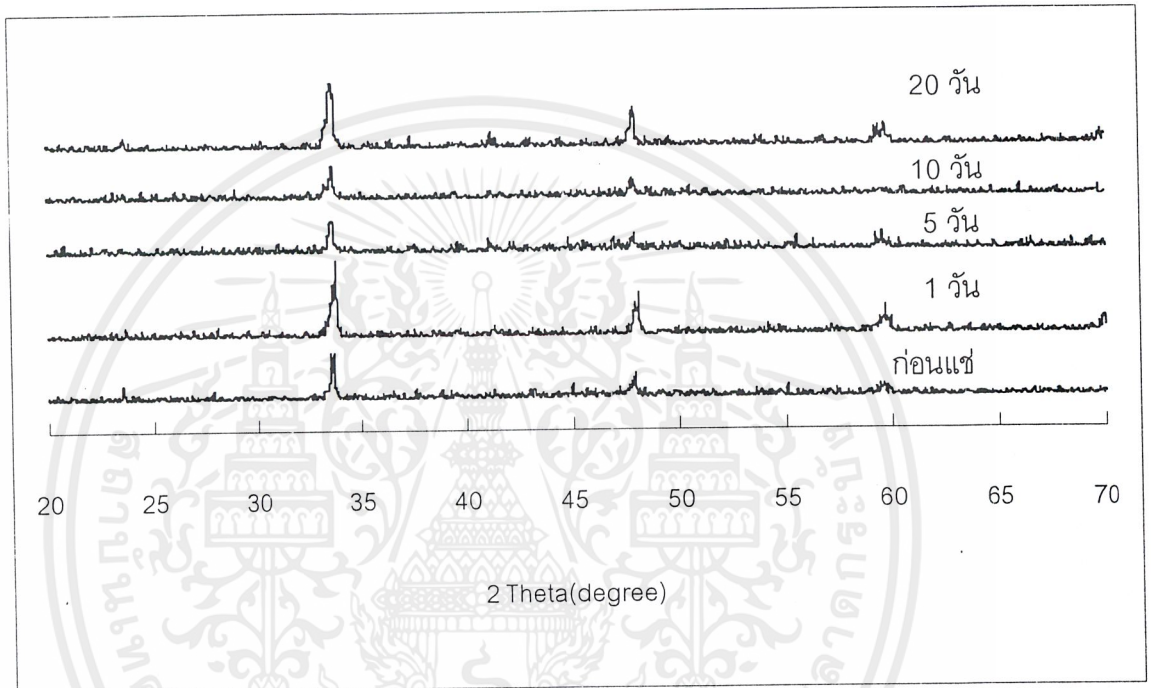
SAMPLE PREPARATION : Prepared from TiO₂ and CaCO₃ at 1100 C for 16 hours, reground, and then 1300 C for 16 hours.
 ANALYSIS : Chemical analysis (wt.%): Ca 28.82, Ti 26.54, Al 0.103, Si <0.04, Cr <0.002, Fe 0.044, Sr 0.013, Zr 0.533, Mo <0.004, Pd <0.004, Ag <0.004, Cd 0.008, Ba 0.011, Ce <0.03, Nd <0.03, U <0.07.
 GENERAL COMMENTS : High resolution comparison of CuKalpha and CoKalpha patterns to obt high accuracy cell parameters.
 OPTICAL DATA : B=2.38

Radiation : CuKa1	Filter : Not specified
Lambda : 1.54060	d-sp : Debye-Scherrer
SS/FOM : F30=168(0.0058,31)	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่สามารถนำออกจำหน่ายหรือเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต
 ไม่ว่าการณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

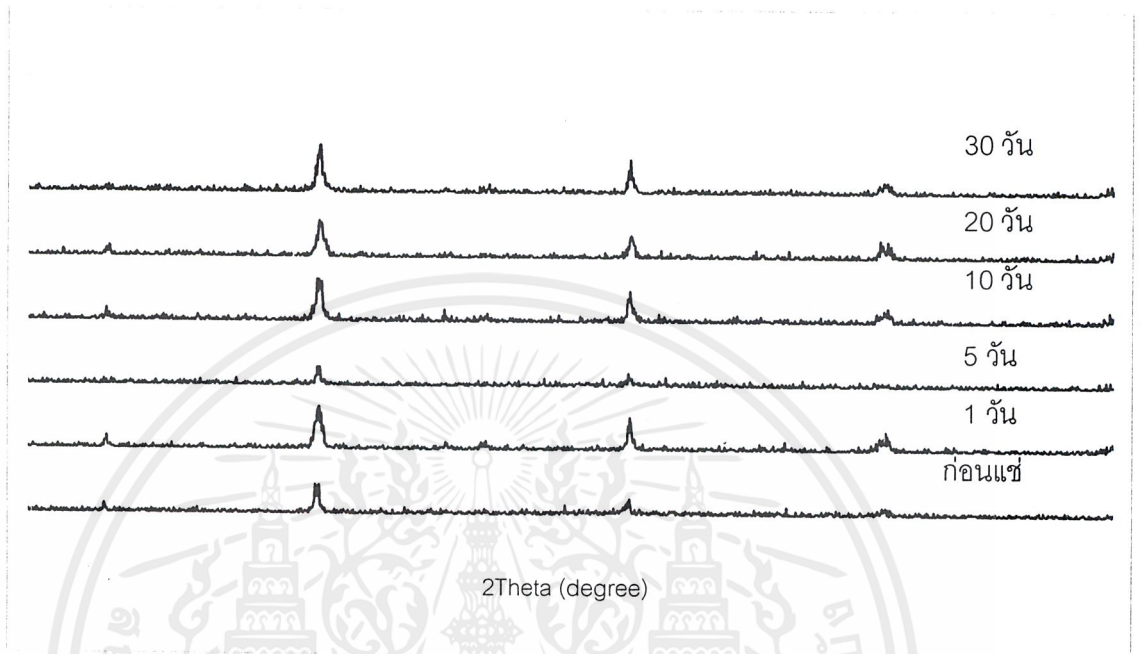
ตารางผลการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารสังเคราะห์ที่ผ่านการแช่สารละลาย simulated body fluid (SBF) ที่เวลาต่าง ๆ กัน แสดงได้ดังตารางเหล่านี้

ตารางที่ ข.1 ผลการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารที่ใช้ CaO เป็นสารตั้งต้น บดผสม 1 ชั่วโมง เผาที่ อุณหภูมิ 1000°C ทำการแช่ สารละลาย SBF ความเข้มข้น 1 เท่า



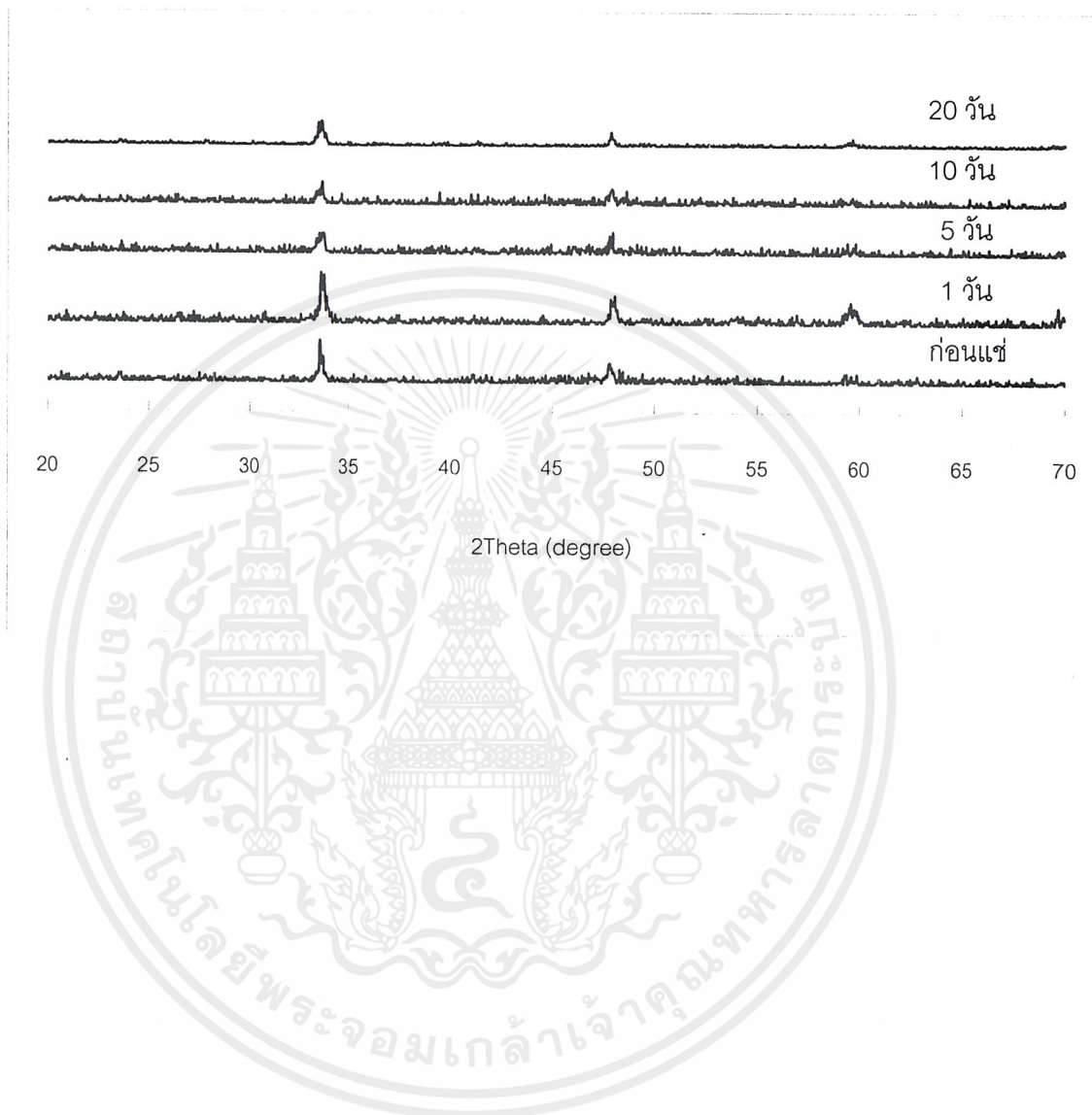
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ข.2 ผลการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารที่ใช้ CaO เป็นสารตั้งต้น บดผสม 1 ชั่วโมง เผาที่ อุณหภูมิ 1000°C ทำการแช่ สารละลาย SBF ความเข้มข้น 1.5 เท่า



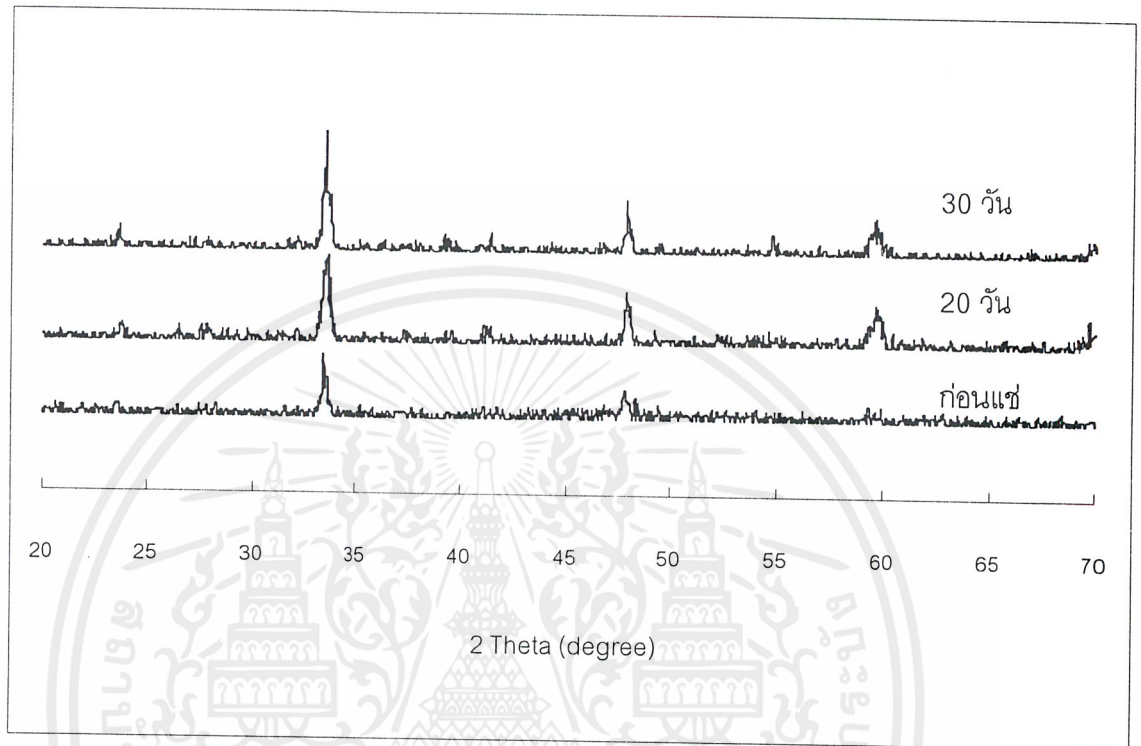
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ข.3 ผลการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารที่ใช้ CaO เป็นสารตั้งต้น บดผสม 1 ชั่วโมง เผาที่ อุณหภูมิ 1100°C ทำการแช่ สารละลาย SBF ความเข้มข้น 1 เท่า



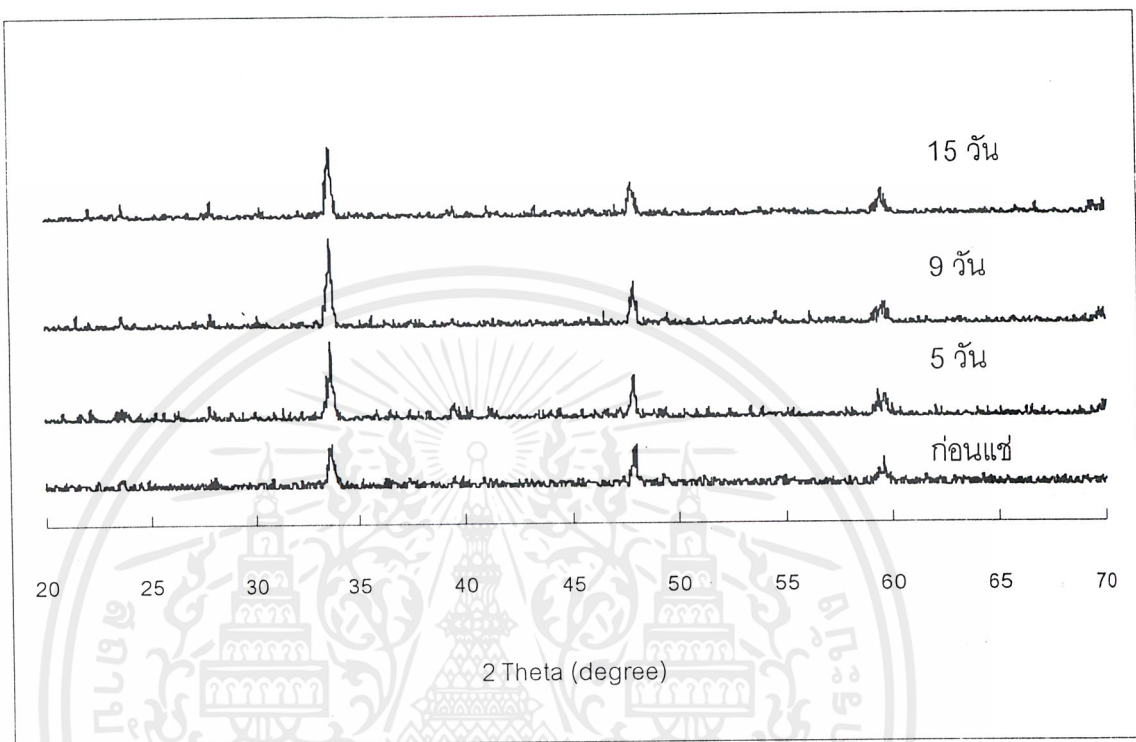
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ข.4 ผลการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารที่ใช้ CaO เป็นสารตั้งต้น บดผสม 1 ชั่วโมง เผาที่ อุณหภูมิ 1100°C ทำการแช่ สารละลาย SBF ความเข้มข้น 1.5 เท่า



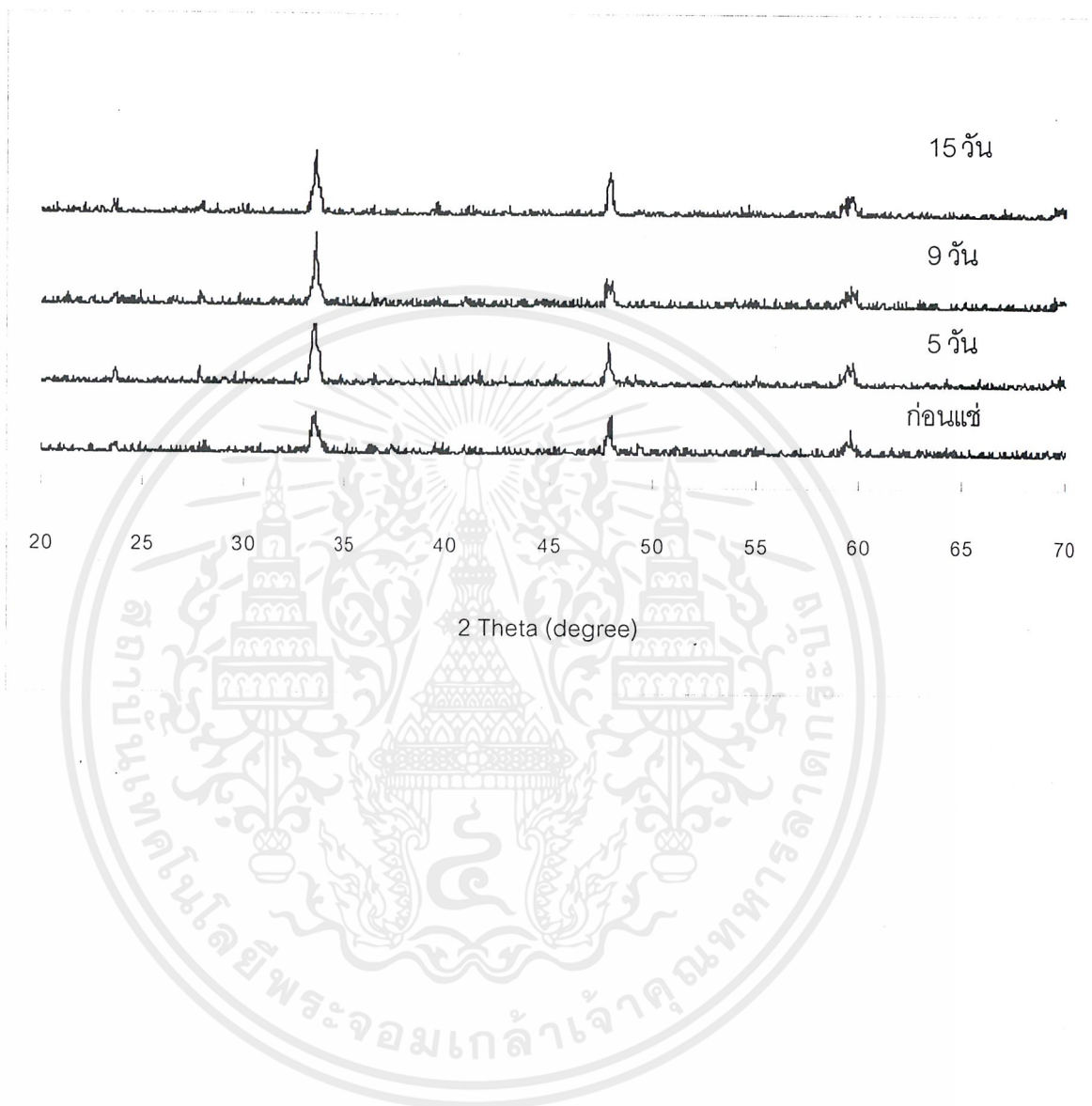
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ข.5 ผลการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารที่ใช้ CaO เป็นสารตั้งต้น บดผสม 3 ชั่วโมง เผาที่ อุณหภูมิ 1000°C ทำการแช่ สารละลาย SBF ความเข้มข้น 1 เท่า



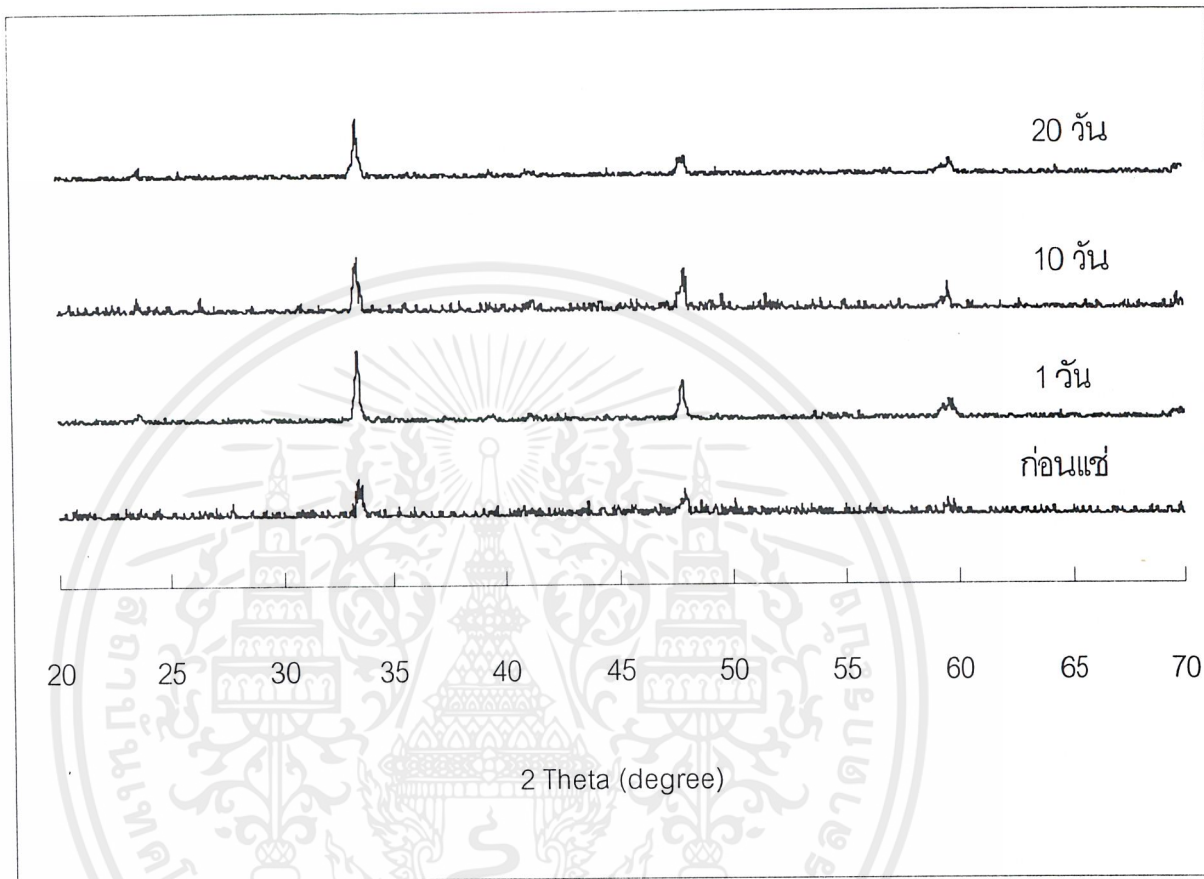
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ข.6 ผลการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารที่ใช้ CaO เป็นสารตั้งต้น บดผสม 3 ชั่วโมง เผาที่ อุณหภูมิ 1000°C ทำการแช่ สารละลาย SBF ความเข้มข้น 1.5 เท่า



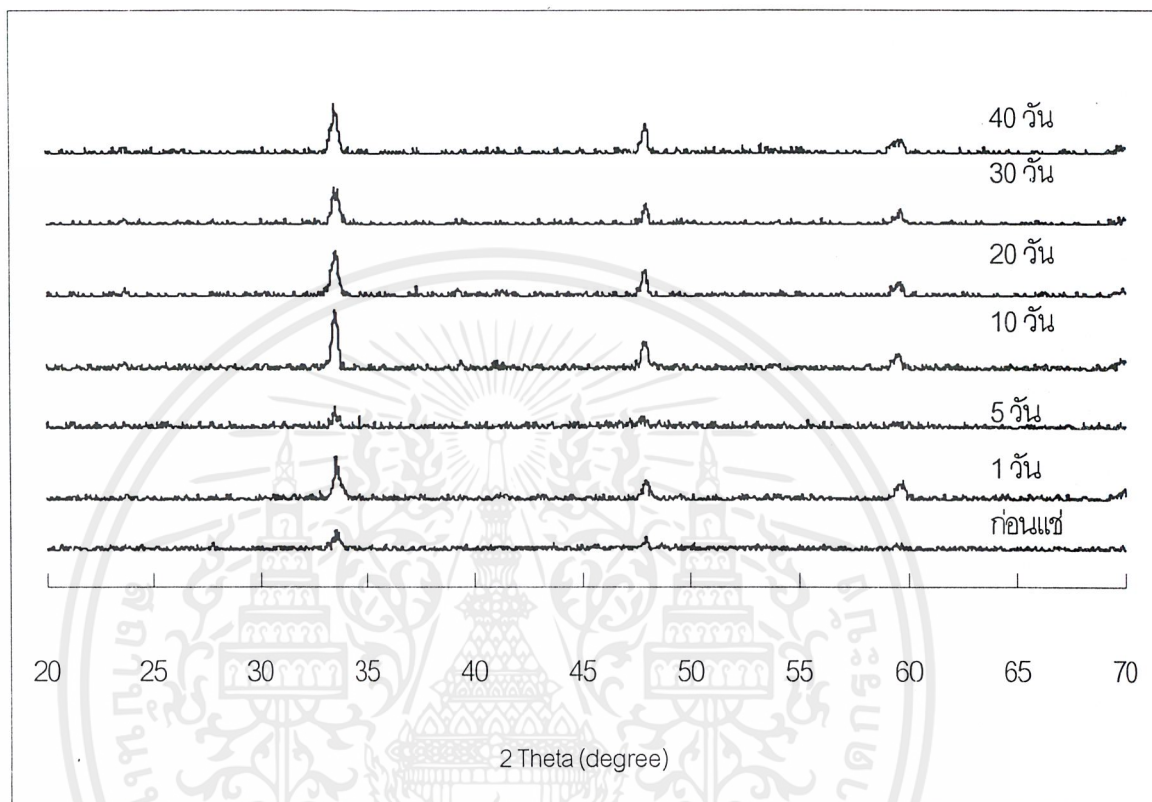
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ข.7 ผลการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารที่ใช้ CaCO_3 เป็นสารตั้งต้น บดผสม 1 ชั่วโมง เผา
ที่อุณหภูมิ 1000°C ทำการแช่ สารละลาย SBF ความเข้มข้น 1 เท่า



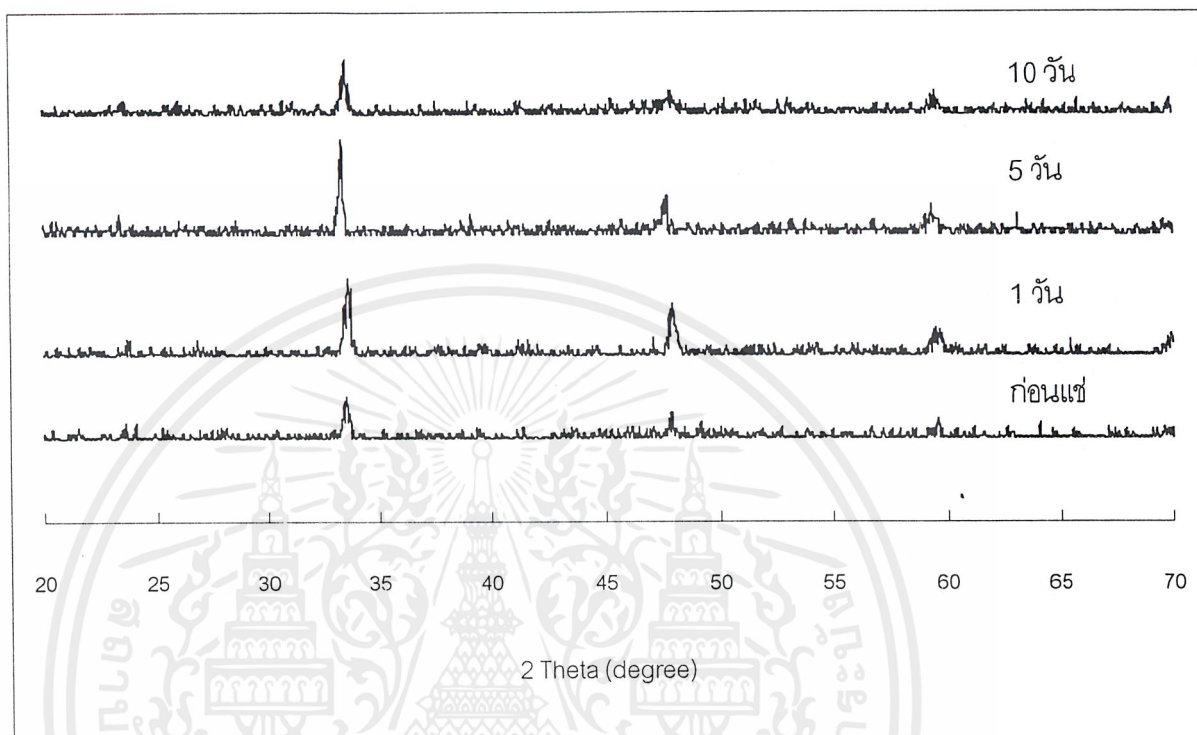
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ข.8 ผลการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารที่ใช้ CaCO_3 เป็นสารตั้งต้น บดผสม 1 ชั่วโมง เผาที่อุณหภูมิ 1000°C ทำการแช่ สารละลาย SBF ความเข้มข้น 1.5 เท่า



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ข.9 ผลการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารที่ใช้ CaCO_3 เป็นสารตั้งต้น บดผสม 1 ชั่วโมง เผาที่อุณหภูมิ 1100°C ทำการแช่ สารละลาย SBF ความเข้มข้น 1 เท่า



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ค

ตารางที่ ค.1 แสดงค่าความเป็นกรด-เบส ของสารละลาย simulated body fluid ที่ผ่านการแช่สารตัวอย่าง

สารตั้งต้น	เวลาการบด (ชั่วโมง)	อุณหภูมิการเผา (°C)	ความเข้มข้น SBF	เวลาในการแช่ SBF (วัน)	ค่า pH หลังแช่สารตัวอย่าง
SBF	-	-	1	-	7.4
SBF	-	-	1.5	-	7.4
CaCO ₃	1	1000	1	1	7.92
CaCO ₃	1	1000	1	5	7.52
CaCO ₃	1	1000	1	10	7.68
CaCO ₃	1	1000	1	20	8.04
CaCO ₃	1	1100	1	5	7.53
CaCO ₃	1	1100	1	10	7.69
CaCO ₃	1	1000	1.5	1	7.86
CaCO ₃	1	1000	1.5	5	7.65
CaCO ₃	1	1000	1.5	20	7.88
CaCO ₃	1	1000	1.5	29	7.87
CaCO ₃	1	1000	1.5	40	7.58
CaO	1	1000	1	1	7.94
CaO	1	1000	1	5	7.55
CaO	1	1000	1	10	7.70
CaO	1	1000	1	20	8.07
CaO	1	1100	1	1	7.92
CaO	1	1100	1	5	7.53
CaO	1	1100	1	10	7.69
CaO	1	1100	1	20	8.08
CaO	1	1000	1.5	1	7.77
CaO	1	1000	1.5	5	7.64
CaO	1	1000	1.5	20	7.93

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ค.1 แสดงค่าความเป็นกรด-เบส ของสารละลาย simulated body fluid ที่ผ่านการแช่สารตัวอย่าง (ต่อ)

สารตั้งต้น	เวลาการบด (ชั่วโมง)	อุณหภูมิการ เผา (°C)	ความเข้มข้น SBF	เวลาในการ แช่ SBF (วัน)	ค่า pH หลังแช่สาร ตัวอย่าง
CaO	1	1000	1.5	29	7.91
CaO	1	1100	1.5	20	7.9
CaO	1	1100	1.5	29	7.9
CaO	3	1000	1	5	7.99
CaO	3	1000	1	9	7.89
CaO	3	1000	1	15	7.76
CaO	3	1000	1.5	5	7.67
CaO	3	1000	1.5	9	7.61
CaO	3	1000	1.5	15	7.66

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ค.2 แสดงปริมาณฟอสเฟตของสารละลาย simulated body fluid ที่ผ่านการแช่ผงแคลเซียมทิทานต

สารตั้งต้น	เวลาการบด (ชั่วโมง)	อุณหภูมิการ เผา ($^{\circ}\text{C}$)	ความเข้มข้น SBF	เวลาในการแช่ SBF (วัน)	ปริมาณฟอสฟอรัส (ppm)
-	-	-	1	-	34.77
CaCO_3	1	1000	1	1	11.38
CaCO_3	1	1000	1	5	10.36
CaCO_3	1	1000	1	20	11.23
CaCO_3	1	1100	1	10	10.49
CaCO_3	1	1000	1.5	5	8.09
CaCO_3	1	1000	1.5	20	8.31
CaCO_3	1	1100	1.5	40	8.62
CaO	1	1000	1	5	7.27
CaO	1	1000	1	20	22.20
CaO	1	1100	1	5	9.32
CaO	1	1100	1	20	22.60
CaO	1	1000	1.5	20	23.24
CaO	1	1100	1.5	20	25.68
CaO	3	1000	1	5	22.78
CaO	3	1000	1	15	22.80
CaO	3	1000	1.5	15	24.36

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้