

การสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะปาทิตด้วยสภาวะอุณหภูมิต่ำ
ภายในระบบที่มีการเติมสารอินทรีย์ประจุบวก

Synthesis of hydroxyapatite by low temperature system
with the addition of organic cations



โครงการพิเศษเป็นส่วนหนึ่งของภาควิชาคานาเคมีศาสตรบัณฑิต
สาขาเคมีอุตสาหกรรม - เครื่องมือวิเคราะห์
คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2555

การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาทาไทต์ด้วยสภาวะอุณหภูมิต่ำ
ภายในระบบที่มีการเติมสารอินทรีย์ประจุบวก
Synthesis of hydroxyapatite by low temperature system
with the addition of organic cations



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต
สาขาเคมีอุตสาหกรรม - เครื่องมือวิเคราะห์
คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2555

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**Synthesis of hydroxyapatite by low temperature system
with the addition of organic cations**



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

Department of Industrial Chemistry – Analytical Instrumentation

Faculty of Science

King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

Academic Year 2012

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษเรื่อง	การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอลฟาไทด์ด้วยสภาวะอุณหภูมิต่ำภายในระบบที่มี การเติมสารอินทรีย์ประจุบวก
นักศึกษา	นางสาวปรางชนก ช้องนอก นายพีรยสทธิ์ ทองแมน นางสาวสิริภา ช่อสัจย์
ภาควิชา	เคมี
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม - เครื่องมือวิเคราะห์
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร.ปยุตธมา ศิริพันธ์โนน

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้
โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการตรวจสอบ	ลายมือชื่อ
ประธานกรรมการ รศ.ดร.อิทธิพล แจ่มชัด	
กรรมการ ดร.ปานไพลิน สีหาราช	
กรรมการ ผศ.ดร.ปยุตธมา ศิริพันธ์โนน	

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทไตต์ด้วยสภาวะอุณหภูมิต่ำภายในระบบที่มีการเติมสารอินทรีย์ประจุบวก		
ชื่อนักศึกษา	นางสาวปรางชนก	ชื่องนอก	52050981
	นายพีรยสทธิ์	ทองแมน	52050991
	นางสาวสิริภา	ชื่อสัตย์	52051014
ภาควิชา	ภาคเคมี คณะวิทยาศาสตร์		
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม - เครื่องมือวิเคราะห์		
ปีการศึกษา	2555		
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร.ปยุตธมา ศิริพันธ์ โนน		

บทคัดย่อ

การสังเคราะห์สารไฮดรอกซีเอปาทไตต์ (HAp) จาก $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ และ $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลและวิธีอัลตราโซนิคภายในระบบที่มีการเติมสารอินทรีย์ประจุบวก ได้แก่ พอลิไดอัลลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (Polydiallyldimethylammonium chloride, PDDA) และ 3-คลอโร-2-ไฮดรอกซีโพรพิลไตรเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (3-Chloro-2-hydroxypropyl trimethylammonium chloride, CHTAC) โดยวิธีไฮโดรเทอร์มัลจะทำปฏิกิริยาในช่วง pH 8 - 10 ที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง พบว่าในระบบที่เติม PDDA จะสามารถสร้างผลึกไฮดรอกซีเอปาทไตต์ที่บริสุทธิ์ได้ในทุกค่า pH โดยที่ผลึกไฮดรอกซีเอปาทไตต์ที่สังเคราะห์ได้ที่ pH 8 จะมีขนาดเล็กกว่าขนาดนาโนเกาะกันเป็นกลุ่มก้อน เมื่อ pH ของระบบเพิ่มขึ้นผลึกค่อยๆ โตขึ้นจนมีลักษณะเป็นแท่งคล้ายเข็ม ในขณะที่ในระบบที่เติม CHTAC จะสามารถสร้างผลึกไฮดรอกซีเอปาทไตต์ที่บริสุทธิ์ได้เมื่อ pH ของระบบมีค่าในช่วง 8.5 ถึง 10 โดยผลึกที่เกิดขึ้นบางส่วนเป็นผลึกขนาดนาโนรูปเข็มที่เล็กกว่าเมื่อเติม PDDA เนื่องจากโมเลกุลของ CHTAC มีความเกาะกันจึงทำให้เกิดผลึกได้ยากกว่า PDDA ในขณะที่วิธีอัลตราโซนิคจะสามารถสร้างผลึกไฮดรอกซีเอปาทไตต์ที่บริสุทธิ์ได้เมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเวลาเป็น 15 และ 30 นาที แต่ผลึกที่ได้จะมีขนาดเล็กกว่าขนาดนาโนเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนและมีรูปร่างไม่แน่นอน เนื่องจากแรงสั่นที่รุนแรงของอัลตราโซนิคมีอิทธิพลทำให้สารอินทรีย์ประจุบวกที่เติมลงไปไม่สามารถควบคุมรูปร่างของผลึกได้

Special Project Title	Synthesis of hydroxyapatite by low temperature system with the addition of organic cations	
Name	Miss Prangchanok	Khongnok
	Mr. Peerayod	Thongman
	Miss Siripa	Suesat
Department	Chemistry	
Program	Industrial Chemistry - Analytical Instrumentation	
Academic Year	2012	
Special Project advisor	Asst.Prof.Dr. Punnama Siriphannon	

Abstract

Hydroxyapatite (HAp) was synthesized from $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ and $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ by hydrothermal and sonochemistry methods in the presence of cationic organic substances, i.e. polydiallyldimethylammonium chloride (PDDA) and 3-Chloro-2-hydroxypropyl trimethylammonium chloride (CHTAC). The hydrothermal reaction was performed in the pH range of 8 - 10 at 100 °C for 3 hours. It was found that the PDDA adding system could synthesize pure crystalline HAp in all the pH conditions. The HAp synthesized at pH 8 was agglomerated nanocrystals. The HAp crystals gradually grew to needle-like nanorods after increasing pH of hydrothermal system. While the pure crystalline HAp could synthesize in the CHTAC adding system create when the system pH was in the range of 8.5 to 10. Almost crystals formed as needle-like nanocrystals with smaller size those in the PDDA adding system due to the steric hindrance of CHTAC molecules. In the sonochemistry system, the pure crystalline HAp was obtained when using 15 and 30 min of reaction time. However, the resulting HAp was agglomerated nanocrystals with irregular shape because of the violence of the ultrasonic vibration, so the shape of HAp crystals was not able to be controlled by the cationic organic substance.

กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี เนื่องจากได้รับความช่วยเหลือ ความร่วมมือ ตลอดจนคำแนะนำ และคำปรึกษาต่างๆจากบุคคลและองค์กรต่างๆ

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.ปยุตตมา ศิริพันธ์โนน อาจารย์ที่ปรึกษาที่กรุณาให้ความรู้ คำปรึกษา อบรมเอาใจใส่และกรุณาตรวจทาน แก้ไขโครงการพิเศษฉบับนี้ให้มีความสมบูรณ์

ขอขอบพระคุณ รศ.ดร.อิทธิพล แจ่มชัด และ ดร.ปานไพลิน สีหาราช อาจารย์ คณะกรรมการที่ช่วยกรุณาตรวจทานและแก้ไขโครงการพิเศษฉบับนี้ให้ถูกต้องสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณอาจารย์ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้า-
คุณทหารลาดกระบัง ที่ประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ และคอยให้คำปรึกษา

ขอขอบพระคุณพี่ปราณี ชนะวงศ์ พี่สาคร สอนพงษ์ พี่ณัฐพล ไกรธรรม พี่นักวิทยาศาสตร์และเจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมีทุก ๆ ฝ่าย สำหรับคำแนะนำ ความช่วยเหลือ ตลอดจน คอยเอื้อเฟื้ออุปการณ์ สารเคมี และเครื่องมือต่างๆ

สุดท้ายนี้ผู้จัดทำขอขอบคุณบุคคลที่มีส่วนช่วยเหลืออีกมากมายที่ทำให้การดำเนินโครงการ
พิเศษนี้สำเร็จลุล่วง ซึ่งไม่ได้กล่าวถึง ณ ที่นี้

นางสาวปรางชนก ช้องนอก
นายพีรยสทธิ์ ทองแมน
นางสาวสิริภา ชื้อสตัย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	II
กิตติกรรมประกาศ	III
สารบัญ	IV
สารบัญตาราง	VII
สารบัญรูป	VIII
คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อ	X
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์	2
1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากโครงการวิจัย	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ	
2.1 ไฮดรอกซีแอปาไทต์	3
2.1.1 โครงสร้างผลึกไฮดรอกซีแอปาไทต์	3
2.1.2 สมบัติของไฮดรอกซีแอปาไทต์	5
2.1.3 สมบัติในการละลายของไฮดรอกซีแอปาไทต์	5
2.1.4 สมบัติทางกายภาพ	6
2.1.5 พฤติกรรมของไฮดรอกซีแอปาไทต์ที่อุณหภูมิสูง	6
2.1.6 สารประกอบจำพวกแคลเซียมฟอสเฟตชนิดอื่น ๆ	7
2.1.7 แอปาไทต์ในกระดูกและฟัน	8
2.1.8 การเตรียมไฮดรอกซีแอปาไทต์	10
2.1.9 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาไทต์	10
2.1.10 การประยุกต์การใช้งานของไฮดรอกซีแอปาไทต์	12
2.2 ระบบอัลตราโซนิก	13
2.2.1 กลไกการเกิดกระบวนการอัลตราโซนิก	15
2.2.2 การนำคลื่นเสียงย่านอัลตราโซนิกไปใช้งาน	18
2.3 การสังเคราะห์วัสดุด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล	19
2.3.1 ข้อได้เปรียบของกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล	20

2.3.2	ข้อค้อยของกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล	20
2.4	พอลิอิเล็กโทรไลต์	20
2.4.1	สมบัติของพอลิอิเล็กโทรไลต์	21
2.4.2	การดูดซับพอลิอิเล็กโทรไลต์ลงบนผิวที่มีประจุ	22
2.5	งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	23
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย		
3.1	สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	26
3.2	อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง	26
3.3	วิธีการทดลอง	27
3.3.1	การสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาइट (HAp) โดยปราศจากพอลิอิเล็กโทรไลต์	27
3.3.2	การสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาइट (HAp) โดยใช้พอลิไดอัสลิด ไคเมทิล แอมโมเนียมคลอไรด์	30
3.3.3	การสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาइट (HAp) โดยใช้สารละลาย 3-กลูโคโร-2-ไฮดรอกซีโพรพิล ไตรเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์	33
3.4	การพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ	
3.4.1	วิฤภาคที่เป็นผลึกของสารที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค XRD	36
3.4.2	สัณฐานวิทยาของอนุภาคไฮดรอกซีเอปาทาइटด้วย SEM	36
3.4.3	องค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค XRF	36
บทที่ 4 ผลการทดลองและการอภิปราย		
4.1	การสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล	37
4.1.1	การสังเคราะห์โดยไม่เติมสารอินทรีย์ประจุบวก	37
4.1.2	การสังเคราะห์โดยเติมสารอินทรีย์ประจุบวกชนิด PDDA	39
4.1.3	การสังเคราะห์โดยเติมสารอินทรีย์ประจุบวกชนิด CHTAC	41
4.2	การสังเคราะห์ด้วยวิธีอัลตราโซนิค	43
4.2.1	การสังเคราะห์โดยไม่เติมสารอินทรีย์ประจุบวก	43
4.2.2	การสังเคราะห์โดยเติมสารอินทรีย์ประจุบวกชนิด PDDA	45
4.2.3	การสังเคราะห์โดยเติมสารอินทรีย์ประจุบวกชนิด CHTAC	47
4.3	การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของไฮดรอกซีเอปาทาइटที่สังเคราะห์ได้	49
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ		
	สรุปผลการวิจัย	51
	ข้อเสนอแนะ	52

เอกสารอ้างอิง	53
ภาคผนวก ก รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากฐานข้อมูล PDF/JCPDS	55
ภาคผนวก ข องค์ประกอบทางเคมีของสารจากเทคนิค XRF	59
ภาคผนวก ค เทอร์โมแกรมจากเครื่อง TGA	63



สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 สมบัติเชิงกลของไฮดรอกซีแอปาไทต์	6
ตารางที่ 2.2 แคลเซียมชนิดต่างๆ ที่มีอัตราส่วน Ca:P แตกต่างกัน	7
ตารางที่ 2.3 องค์ประกอบทางเคมี ระบบผลึกและสมบัติเชิงกลของเคลือบฟัน กระดูกและไฮดรอกซีแอปาไทต์	8
ตารางที่ 4.1 อัตราส่วน โมลระหว่างแคลเซียมต่อฟอสฟอรัสของไฮดรอกซีแอปาไทต์ ที่สังเคราะห์ได้	49



สารบัญรูป

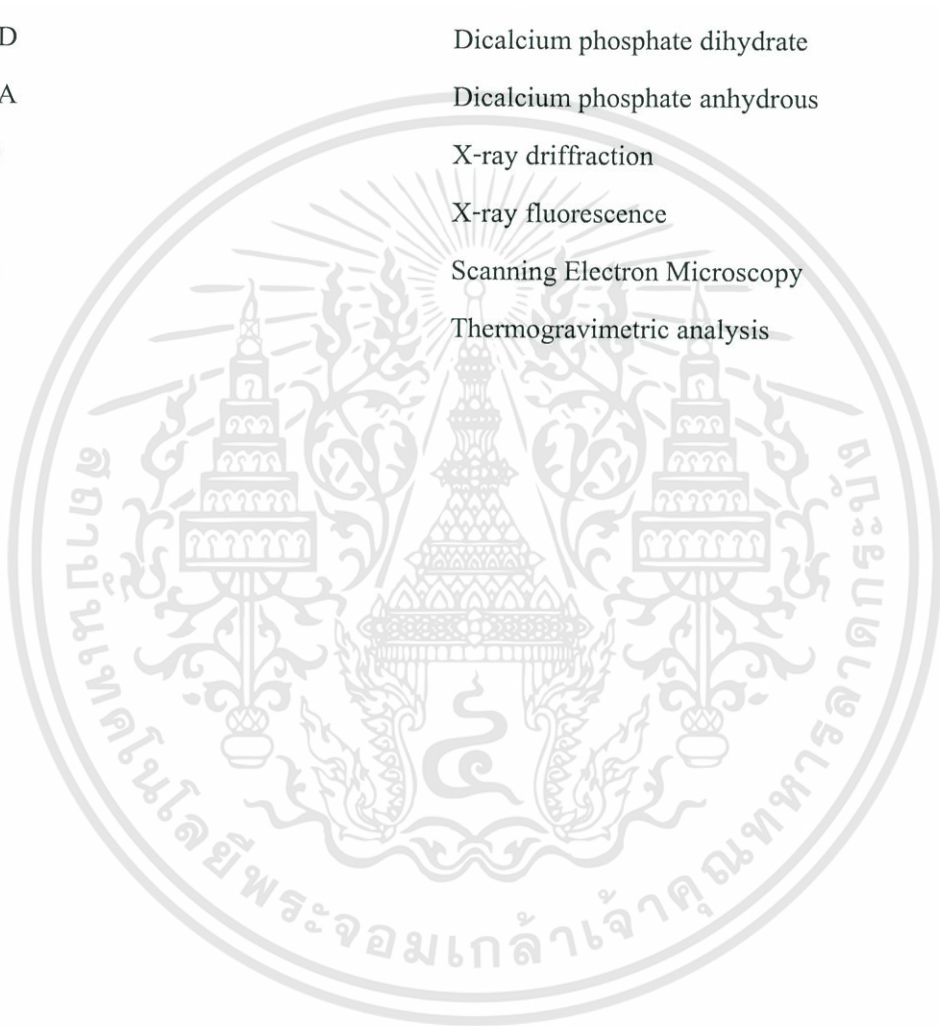
	หน้า
รูปที่ 2.1 ภาพองค์ประกอบของกระดูกในร่างกาย	3
รูปที่ 2.2 แสดงภาพฉายด้านบนของ โครงสร้างผลึกไฮดรอกซีแอปพาไทต์	4
รูปที่ 2.3 แสดงภาพ 3 มิติของผลึกไฮดรอกซีแอปพาไทต์	5
รูปที่ 2.4 แสดงความถี่ของคลื่นเสียง	13
รูปที่ 2.5 ภาพลักษณะของคลื่นเสียงเป็นคลื่นกลตามยาว	14
รูปที่ 2.6 ภาพลักษณะการสั่นของคลื่นเสียง	14
รูปที่ 2.7 ภาพลักษณะการเกิดโพรงอากาศ	15
รูปที่ 2.8 การเจริญเติบโตของฟองก๊าซและการระเบิดในของเหลว เมื่อได้รับด้วยอัลตราซาวด์	16
รูปที่ 2.9 อัลตราซาวด์ที่ผลิตในของเหลวโดยวิธีการของเพียโซอิเล็กทริก	17
รูปที่ 2.10 ภาพ Ultrasonic cleaning bath	18
รูปที่ 2.11 ภาพระบบ โพรบ (Probe systems)	18
รูปที่ 2.12 ภาพโครงสร้างของ poly(diallyldimethylammonium chloride) (PDDA)	20
รูปที่ 2.13 ภาพโครงสร้าง poly(sodium-4-styrene-sulfonate) (PSS)	21
รูปที่ 2.14 ภาพโครงสร้างพอลิอิเล็กโทรไลต์ชนิดบวกและลบ	21
รูปที่ 3.1 แผนงานการสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปพาไทต์โดยปราศจากอิเล็กโทรไลต์	29
รูปที่ 3.2 แผนงานการสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปพาไทต์โดยใช้ (Polydiallyldimethylammonium chloride, PDDA)	32
รูปที่ 3.3 แผนงานการสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปพาไทต์โดยใช้ (3-Chloro-2-hydroxypropyl trimethylammonium chloride, CHTAC)	35
รูปที่ 4.1 แผนภาพเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์และภาพถ่าย SEM ของสารที่สังเคราะห์ด้วย วิธีไฮโดรเทอร์มัล โดยไม่เติมสารอินทรีย์ประจุบวก (ก) pH 8.5 และ (ข) pH 10	38
รูปที่ 4.2 หน่วยเซลล์ของไฮดรอกซีแอปพาไทต์	39
รูปที่ 4.3 แผนภาพเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์และภาพถ่าย SEM ของสารที่สังเคราะห์ด้วย วิธีไฮโดรเทอร์มัล โดยเติมสารอินทรีย์ประจุบวกชนิด PDDA ที่ pH ต่างๆ	40
รูปที่ 4.4 แผนภาพแสดงกลไกการก่อตัวของ DCPD นิวคลีโอไมเออ์มีการเติม PDDA	41
รูปที่ 4.5 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์และภาพถ่าย SEM ของสารที่สังเคราะห์ ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล โดยเติมสารอินทรีย์ประจุบวกชนิด CHTAC ที่ pH ต่างๆ	42

รูปที่ 4.6 แผนภาพแสดงกลไกการก่อตัวของ DCPD นิวคลีโอไมเออ์เมื่อมีการเติม CHTAC	43
รูปที่ 4.7 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์และภาพถ่าย SEM ของสารที่สังเคราะห์ด้วยวิธีอัลตราโซนิก โดยไม่เติมสารอินทรีย์ประเภทที่ (ก) pH 8.5 และ (ข) 10	44
รูปที่ 4.8 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์และภาพถ่าย SEM ของสารที่สังเคราะห์ด้วยวิธีอัลตราโซนิก โดยเติมสารอินทรีย์ประเภทชนิด PDDA ที่ pH ต่าง ๆ	46
รูปที่ 4.9 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์และภาพถ่าย SEM ของสารที่สังเคราะห์ด้วยวิธีอัลตราโซนิก โดยเติมสารอินทรีย์ประเภทชนิด CHTAC ที่ pH ต่าง ๆ	48



คำอธิบายสัญลักษณ์และอักษรย่อ

HAp	Hydroxyapatite
PDDA	Polydiallyldimethylammonium chloride
CHTAC	3-Chloro-2-hydroxypropyl trimethylammonium Chloride
DCPD	Dicalcium phosphate dihydrate
DCPA	Dicalcium phosphate anhydrous
XRD	X-ray diffraction
XRF	X-ray fluorescence
SEM	Scanning Electron Microscopy
TGA	Thermogravimetric analysis



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย

ปัจจุบันวิทยาศาสตร์ทางการแพทย์ได้มีการพัฒนา การฟื้นฟูสมรรถภาพของร่างกายเมื่อได้รับโรคภัยไข้เจ็บและอุบัติเหตุต่างๆ รวมถึงการเปลี่ยนถ่ายอวัยวะต่างๆ ที่วงการแพทย์ใช้ในการบำบัดรักษา ซึ่งบางครั้งในการบำบัดรักษาอาจมีข้อจำกัดในการเปลี่ยนถ่ายอวัยวะ เนื่องจากระบบภูมิคุ้มกันของร่างกายและระบบเนื้อเยื่อต่างๆ ดังนั้นจึงต้องใช้วัสดุที่เป็นวัสดุทางชีวภาพ ไม่มีพิษต่อร่างกาย มีคุณภาพและมีคุณสมบัติเชิงกลที่ใกล้เคียงกับอวัยวะในร่างกายของมนุษย์ สามารถกำหนดปริมาณในการผลิตและควบคุมมาตรฐานได้ เพื่อให้เกิดความปลอดภัยในร่างกายของมนุษย์มากที่สุด ซึ่งวัสดุชีวภาพที่ได้รับความนิยมนำมาใช้มากที่สุดก็คือ ไฮดรอกซีเอปาทาइट เพราะเนื่องจากสารไฮดรอกซีเอปาทาइटเป็นองค์ประกอบหลักของกระดูกและฟัน [1] จึงนิยมนำมาใช้ในการผลิตวัสดุชีวภาพหรืออวัยวะเทียมที่ใช้ในร่างกาย โดยจะไม่ก่อให้เกิดผลกระทบที่ร้ายแรงต่อร่างกายของมนุษย์

เนื่องจากงานวิจัยก่อนหน้านี้ได้ทำการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาइटด้วยวิธีการตกตะกอนทางเคมีและเผาที่อุณหภูมิสูง [2] อย่างไรก็ตามวิธีนี้จะได้อนุภาคที่มีขนาดใหญ่และจับกันเป็นก้อนจึงทำให้ไฮดรอกซีเอปาทาइटที่สังเคราะห์ได้เหมาะแก่การใช้เป็นวัสดุดิบในการผลิตกระดูกและฟันเทียม อย่างไรก็ตามในงานวิจัยทางการแพทย์อีกกลุ่มหนึ่งที่มีการนำเอาไฮดรอกซีเอปาทาइटมาใช้เป็นซีเมนต์ในการเชื่อมอุดรอยแตกของกระดูก โพรงประสาทฟันและปลายรากฟัน และใช้ในระบบนำส่งยา (Drug delivery) ซึ่งงานประยุกต์ใช้ในลักษณะดังกล่าวจำเป็นต้องใช้ไฮดรอกซีเอปาทาइटที่มีขนาดอนุภาคเล็กเพื่อให้สามารถแทรกเข้าไปในพื้นที่แคบๆ ได้ ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงสนใจที่จะพัฒนาวิธีการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาइटให้มีขนาดอนุภาคเล็กลงในระดับนาโน เพื่อให้อนุภาคสามารถแทรกเข้าไปในช่องว่างรอยต่อหรือสามารถเคลื่อนที่เข้าไปในเส้นเลือดได้

จากแนวคิดข้างต้นโครงการวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาइटด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลและวิธีอัลตราโซนิค [3] โดยใช้สารอินทรีย์ประจุบวก [4] เป็นสารควบคุมการก่อผลึก วิธีไฮโดรเทอร์มัลและวิธีอัลตราโซนิค โดยวิธีที่เลือกใช้เป็นวิธีที่ใช้ความร้อนและความดันในการเกิดปฏิกิริยาที่ไม่สูงมากนัก วิธีไฮโดรเทอร์มัล ทำให้สารมีองค์ประกอบทางเคมีและโครงสร้างผลึกที่สม่ำเสมอ ในขณะที่วิธีอัลตราโซนิค จะเป็นการใช้คลื่นเสียงความถี่สูงช่วยในการเกิดปฏิกิริยาของการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาइट สำหรับวิธีนี้จะช่วยลดเวลาในการสังเคราะห์ให้น้อยลง โดยทั้ง

สองวิธีนี้จะมีข้อดี คือ ช่วยประหยัดพลังงานและค่าใช้จ่ายในการสังเคราะห์ และยังสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในทางการแพทย์ได้หลากหลาย

1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาสภาวะในการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทิตด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลและวิธีอัลตราโซนิคโดยใช้สารอินทรีย์ประจุบวก
2. เพื่อศึกษาผลของสภาวะในการสังเคราะห์ต่อลักษณะและสมบัติของไฮดรอกซีเอปาทิตที่สังเคราะห์ได้

1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

งานวิจัยนี้ศึกษาการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทิตด้วยวิธีที่ใช้อุณหภูมิและความดันต่ำ และมีน้ำเป็นตัวกลางเพื่อให้ได้ไฮดรอกซีเอปาทิตที่มีอนุภาคระดับนาโน โดยมีขอบเขตของการศึกษาคือ

1. ศึกษาการเตรียมไฮดรอกซีเอปาทิตที่สภาวะต่างๆ โดยมีการเปลี่ยนแปลงสภาวะในการสังเคราะห์ดังนี้
 - 1.1 วิธีการที่ใช้ประกอบด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลและวิธีอัลตราโซนิค
 - 1.2 สารอินทรีย์ประจุบวกที่ใช้ ได้แก่ พอลิไดอัลดีลิมิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (Polydiallyldimethylammonium chloride, PDDA) และสารละลาย 3-คลอโร-2-ไฮดรอกซีโพรพิลไตรเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (3-Chloro-2-hydroxypropyl trimethylammonium chloride, CHTAC)
 - 1.3 ค่า pH ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา ได้แก่ pH 8, pH 8.5, pH 9.5 และ pH 10
2. นำของที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจผลึกพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ ได้แก่ XRD XRF และ SEM

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากโครงการวิจัย

1. ทำให้ทราบถึงสภาวะและวิธีที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทิต
2. ทำให้ทราบถึงความว่องไวทางชีวภาพและความเข้ากันได้ทางชีวภาพของสารไฮดรอกซีเอปาทิต
3. ทำให้ทราบถึงความเป็นไปได้ที่จะใช้สารไฮดรอกซีเอปาทิตที่สังเคราะห์ได้เป็นวัสดุชีวภาพ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ไฮดรอกซีเอปาทาइट (Hydroxyapatite, HAp)

องค์ประกอบหลักของมนุษย์ประกอบด้วย 3 ส่วน คือ น้ำ คอลลาเจน (Collagen) และ ไฮดรอกซีเอปาทาइट (Hydroxyapatite) โดยไฮดรอกซีเอปาทาइटเป็นแร่ธาตุที่เป็นองค์ประกอบหลักของกระดูกและฟัน ซึ่งมีอยู่ประมาณ 5% ของน้ำหนักร่างกาย [1]

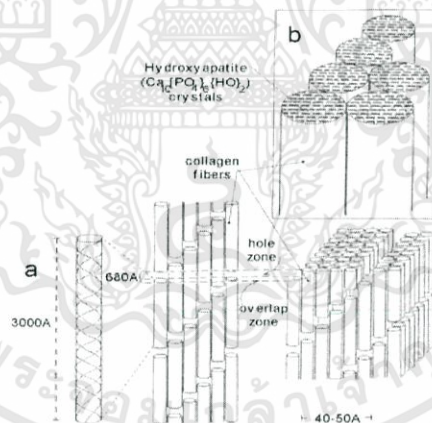
กระดูกและเนื้อเยื่อประกอบด้วยองค์ประกอบหลัก 2 ส่วน คือ

1.แร่ธาตุ (Mineral)

เป็นสารอนินทรีย์ มีสัดส่วนประมาณ 69% ของน้ำหนักกระดูก ซึ่งประกอบไปด้วยสารไฮดรอกซีเอปาทาइटเป็นหลัก ด้วยเหตุนี้จึงเป็นที่นิยมนำสารตัวนี้มาใช้เป็นสารทดแทนกระดูก

2.เนื้อเยื่อ (Tissues)

เนื้อเยื่อประกอบด้วยสารอินทรีย์ ซึ่งจะมีเซลล์ของสารจำพวกไขมันและพอลิเมอร์ธรรมชาติ เช่น พอลิแซ็กคาไรด์ (Polysaccharides) คอลลาเจน (Collagen) และพอลิฟอสเฟต (Polyphosphates) เป็นต้น



รูปที่ 2.1 ภาพองค์ประกอบของกระดูกในร่างกาย [5]

2.1.1 โครงสร้างผลึกไฮดรอกซีเอปาทาइट [6]

สารไฮดรอกซีเอปาทาइट เป็นสารประกอบพวกแคลเซียมฟอสเฟต (Calcium phosphate) มีสูตรเคมี คือ $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6$ มีอัตราส่วนโดยโมลของ Ca:P เป็น 1.67 คำว่าไฮดรอกซีเอปาทาइट มาจากคำว่า “ไฮดรอกซี” (Hydroxy) หมายถึง ไฮดรอกไซด์ไอออน (Hydroxide ion) และคำว่า “เอปาทาइट” (Apatite) เป็นชื่อผลึกแร่ธาตุที่มีองค์ประกอบดังนี้ $\text{M}_{10}(\text{ZO}_4)_6\text{X}_2$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารประกอบแอปาไทต์ (Apatite compound) จะมีส่วนประกอบแตกต่างกันออกไปขึ้นอยู่กับไอออนที่เข้าแทนที่ในตำแหน่ง M Z และ X ซึ่งไอออนที่เป็นไปได้ในการแทนที่ ได้แก่

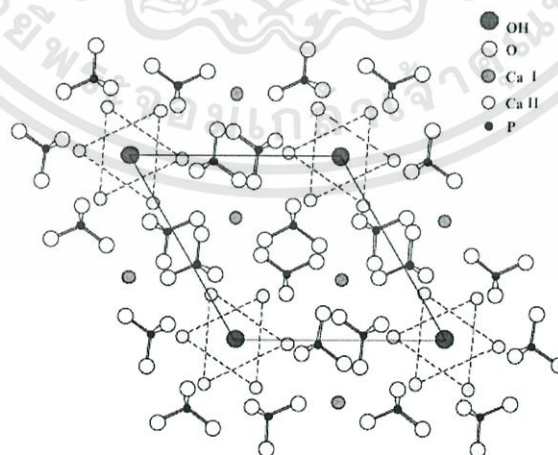
M = Ca, Sr, Ba, Cd, Pb, Mg, Na, K, H, D เป็นต้น

Z = P, V, As, S, Si, Ge, Cr, B เป็นต้น

X = OH, OD, CO₃, O, BO₂, F, Cl, Br, Vacancy เป็นต้น

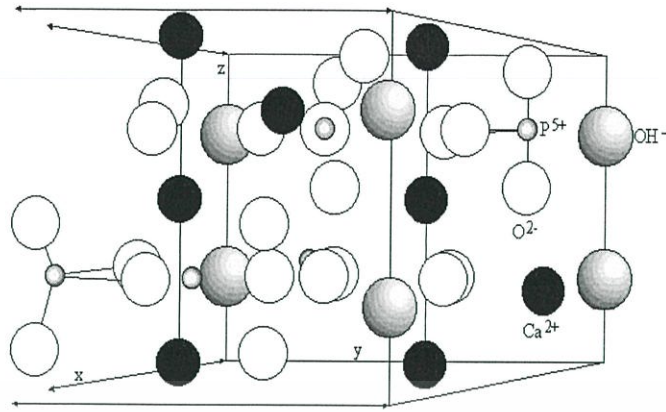
สูตรเคมี	Ca ₁₀ (PO ₄) ₆ (OH) ₂
น้ำหนักโมเลกุล (Molecular weight)	M = 1004.8 g/mol
ระบบผลึก (Crystal system)	Hexagonal
ขนาดหน่วยเซลล์ (Unit cell)	a = 9.423 Å, c = 6.875 Å
Chemical Unit Number	Z = 1
ความหนาแน่น (Density)	D = 3.16 g/cm ³

สารไฮดรอกซีแอปาไทต์ เป็นผลึกเฮกซะโกนอล (Hexagonal) มีน้ำหนักโมเลกุล (Molecular weight) เท่ากับ 1004.8 g/mol ขนาดหน่วยเซลล์ (Unit cell) เท่ากับ a = 9.432 อังสตรอม และ c = 6.875 อังสตรอม โดยมีหมู่ไฮดรอกซิลอยู่บริเวณมุมที่ฐานรอมบิก (Rhombic) ของหน่วยเซลล์ มีการจัดเรียงตัวเป็นคอลัมน์ในที่ว่างซึ่งมีความสูงเป็นครึ่งหนึ่งของความสูงของหน่วยเซลล์ คอลัมน์ของหมู่ไฮดรอกซิลจะถูกล้อมรอบด้วยไอออนของแคลเซียม 6 ไอออน ที่จัดเรียงตัวในลักษณะสามเหลี่ยมด้านเท่า 2 รูป ตั้งฉากกับคอลัมน์ไฮดรอกซิล โดยมีหมู่ไฮดรอกซิลเป็นศูนย์กลาง ไอออนของแคลเซียมอีก 4 ไอออนที่เหลือจะเรียงต่อเป็นคอลัมน์ 2 คอลัมน์ระหว่างสามเหลี่ยมด้านเท่าของไอออนของแคลเซียมขนานกับคอลัมน์ของไฮดรอกซิล ไอออนของแคลเซียมเหล่านี้จะถูกล้อมรอบด้วยออกซิเจนของออร์โทฟอสเฟตเตตระฮีดรอล (Orthophosphate tetrahedral)



รูปที่ 2.2 แสดงภาพฉายด้านบนของโครงสร้างผลึกไฮดรอกซีแอปาไทต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.3 แสดงภาพ 3 มิติของผลึกไฮดรอกซีเอปาทาइट [7]

2.1.2 สมบัติของไฮดรอกซีเอปาทาइट [8]

1. ไฮดรอกซีเอปาทาइट เป็นสารที่ไม่เสถียรต่อความร้อน สลายตัวที่อุณหภูมิ 800 - 1200°C ขึ้นอยู่กับสัดส่วนองค์ประกอบทางเคมี
2. โดยทั่วไปไฮดรอกซีเอปาทาइट มีความแข็งแรงเชิงกลต่ำ จึงไม่สามารถนำไปใช้งานที่ต้องรับน้ำหนักมากๆ ได้

2.1.3 สมบัติในการละลายของไฮดรอกซีเอปาทาइट [6]

ไฮดรอกซีเอปาทาइटสามารถละลายได้ในกรด แต่ไม่ละลายในสารละลายแอลคาไลน์และละลายได้เพียงเล็กน้อยในน้ำ ค่าความสามารถในการละลายได้ในน้ำ (pKs) ของไฮดรอกซีเอปาทาइट มีค่าประมาณ 120

$$\text{pKs} = -\log([\text{Ca}]_{10}[\text{PO}_4]_6[\text{OH}]_2) \approx 120 \quad (1)$$

ความสามารถละลายได้ในน้ำของไฮดรอกซีเอปาทาइटจะเพิ่มขึ้น เมื่อเติมสารอิเล็กโทรไลต์ (Electrolyte) ความสามารถในการละลายของไฮดรอกซีเอปาทาइटจะเกิดการเปลี่ยนแปลงเมื่ออยู่ในกรดอะมิโน โปรตีน เอนไซม์และสารอินทรีย์อื่นๆ สมบัติของการละลายเหล่านี้ มีความสัมพันธ์กับความสามารถในการเข้ากันได้ทางชีวภาพกับเนื้อเยื่อและการเกิดปฏิกิริยาเคมีกับสารประกอบอื่นๆ อย่างไรก็ตามอัตราของการละลายขึ้นอยู่กับความแตกต่างของรูปร่าง ความมีรูพรุน ขนาดผลึก ความเป็นผลึก และการเสียรูปเนื่องจากความเครียด (Strain defects) ไฮดรอกซีเอปาทาइटจะทำปฏิกิริยากับโปรตีน ไขมัน และวัสดุที่เป็นสารอนินทรีย์ เมื่อนำไฮดรอกซีเอปาทาइटไปเผาที่อุณหภูมิสูง จะทำให้ความสามารถในการละลายลดลง สำหรับเนื้อเยื่อได้ผิวหนังจะมีอัตราของการละลายเป็น 0.1 มิลลิกรัมต่อปี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.4 สมบัติทางกายภาพ

ค่าความแข็งแรงของไฮดรอกซีเอปาทไตต์ในระบบของ Mohs มีค่าเท่ากับ 5 และความหนาแน่นมีค่าเท่ากับ 3.16 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร สมบัติเชิงกลของไฮดรอกซีเอปาทไตต์แสดงดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 สมบัติเชิงกลของไฮดรอกซีเอปาทไตต์

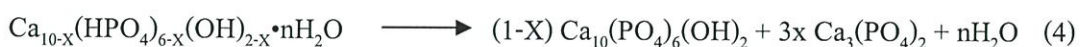
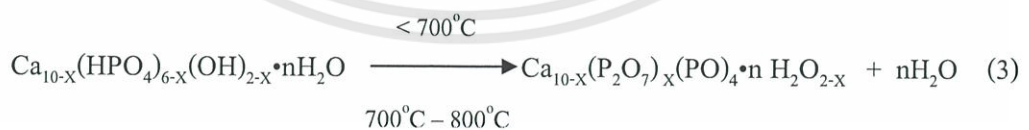
Temperature (°C)	Compressive Strength σ_c (MPa)	Flexural Strength σ_f (MPa)	Torsional Strength τ_{st} (MPa)	Dinamic Torsional Strength τ_{dy} (MPa)	Modulus of elasticity in compressive on E_c (MPa)	Modulus of elasticity in blending E_b (GPa)
1150	308 ± 46	61 ± 8	50 ± 7	57 ± 6	42.2 ± 3.8	44.3 ± 3.5
1200	415 ± 46	104 ± 11	62 ± 5	92 ± 6	74.6 ± 4.1	80.0 ± 6.4
1250	465 ± 58	106 ± 10	75 ± 4	76 ± 5	79.0 ± 4.8	85.1 ± 6.1
1300	509 ± 57	113 ± 12	76 ± 5	68 ± 5	81.4 ± 4.6	87.8 ± 6.0

2.1.5 พฤติกรรมของไฮดรอกซีเอปาทไตต์ที่อุณหภูมิสูง [8]

ไฮดรอกซีเอปาทไตต์ที่ได้จากการสังเคราะห์จะให้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction pattern) ที่มีพีคกว้าง เนื่องจากยังไม่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมต่างๆ ที่สมบูรณ์ สูตรทั่วไปที่ใช้แทนไฮดรอกซีเอปาทไตต์ดังกล่าว คือ



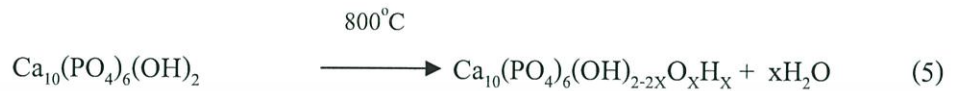
ในระหว่างที่ไฮดรอกซีเอปาทไตต์ได้รับความร้อนจะมีการเปลี่ยนแปลง ดังนี้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สมการข้างต้นที่ (3), (4) สามารถใช้อธิบายในกรณีที่ไฮดรอกซีเอปาทาइटที่สังเคราะห์ได้มีอัตราส่วนโดยโมลของ Ca:P เบี่ยงเบนไปจาก 1.67 เท่านั้น ในกรณี Ca:P มีค่าเข้าใกล้ 1.67 พบว่าการเผาไฮดรอกซีเอปาทาइटที่ 700°C หรือการเผา 900 - 1300°C จะไม่พบเฟสอื่นๆ เกิดขึ้นเลย

ไฮดรอกซีเอปาทาइटจะสูญเสียหมู่ไฮดรอกซิลทีละน้อยเมื่อถูกเผาที่อุณหภูมิสูงกว่า 800°C แยกตัวให้ $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ และ $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$



2.1.6 สารประกอบจำพวกแคลเซียมฟอสเฟตชนิดอื่นๆ [6]

นอกจากไฮดรอกซีเอปาทาइट ยังมีสารประกอบจำพวกแคลเซียมฟอสเฟตอีกหลายชนิดที่เข้ามามีบทบาทในงานวิจัยด้านวัสดุทางการแพทย์และอวัยวะเทียม สารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตเหล่านี้ แตกต่างกันที่อัตราส่วนโมลของ Ca:P ในโครงสร้างและชนิดของไอออนองค์ประกอบอื่นๆ ตัวอย่างของแคลเซียมฟอสเฟตบางชนิดแสดงในตาราง

ตารางที่ 2.2 แคลเซียมชนิดต่างๆ ที่มีอัตราส่วน Ca:P แตกต่างกัน

สูตร	ชื่อ	อักษรย่อ	Ca:P
$\text{Ca}_4\text{O}(\text{PO}_4)_2$	Tetracalcium phosphate (Hilgenstockite)	TeCP (TTCP)	2.0
$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	Hydroxyapatite	HAp	1.67
$\text{Ca}_{10-x}\text{H}_{2x}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	Amorphus calcium phosphate	ACP	-
$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	Tricalcium phosphate (α, β, γ)	TCP	1.50
$\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	Octacalcium phosphate	OCP	1.33
$\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	Dicalcium phosphate dehydrate (Brushite)	DCPD	1.0
CaHPO_4	Dicalcium phosphate	DCP	1.0
$\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$	Cacium pyrophosphate (α, β, γ)	CPP	1.0
$\text{Ca}_7(\text{P}_5\text{O}_{16})_2$	Heptacalcium phosphate (Trömelite)	HPC	0.7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.2 (ต่อ)

สูตร	ชื่อ	อักษรย่อ	Ca:P
$\text{Ca}_4\text{H}_2\text{P}_6\text{O}_{20}$	Tetracalcium dihydrogen phosphate	TDHP	0.67
$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	Monocalcium phosphate monohydrate	MCPM	0.5
$\text{Ca}(\text{PO}_3)_2$	Calcium metaphosphate (α, β, γ)	CMP	0.5

2.1.7 แอป่าไทต์ในกระดูกและฟัน

แอป่าไทต์ในกระดูกและฟันอาจเรียกว่า “สารแอป่าไทต์ชีวภาพ” (Biological apatite) ซึ่งมีสูตรเคมีหลากหลายแตกต่างกันขึ้นอยู่กับไอออนองค์ประกอบของแอป่าไทต์ และความบกพร่อง (Defects) ที่แตกต่าง ดังแสดงในตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 องค์ประกอบทางเคมีระบบผลึกและสมบัติเชิงกลของเคลือบฟัน กระดูก และไฮดรอกซีแอป่าไทต์ [8]

	Ethanol	Bone	HAp
<i>Constituents(wt%)</i>			
Calcium, Ca^{2+}	36.0	24.5	39.6
Phosphorus, P	17.7	11.5	18.5
(Ca:P) mol	1.62	1.65	1.67
Sodium, Na^+	0.5	0.7	tr
Potassium, K^+	0.08	0.03	tr
Magnesium, Mg^{2+}	0.44	0.55	tr
Carbonate, CO_3^{2-}	3.2	5.8	-
Fluoride, F^-	0.01	0.02	-
Chloride, Cl^-	0.30	0.10	-
Ash(total inorganic)	97.0	65.0	100
Total organic	1.0	25.0	-
Absorbed H_2O	1.5	9.7	-
Trace elements: Sr^{2+} , Pb^{2+} , Ba^{2+} , Fe^{3+} , Zn^{2+} , Cu^{2+} , etc.			

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.3 (ต่อ)

	Ethanol	Bone	HAp
<i>Crystallographic properties</i>			
Lattice parameter (+/- 0.003 Å)			
a-axis	9.441	9.419	9.422
c-axis	6.882	6.880	6.880
Crystallinity index	70-75	33-37	100
Crystalline size, Å	1300 x 300	250 x 25-50	
<i>Product after sintering</i> (950°C)			
	Hydroxyapatite (HAp) +Tricalcium phosphate (TCP)	Hydroxyapatite (HAp) + Calcium Oxide (CaO)	Hydroxyapatite (HAp)
<i>Mechanical properties</i>			
Elastic modulus (10 ⁶ MPa)	0.014	0.020	0.01
Tensile strength (MPa)	70	150	100

สูตรเคมีที่เป็นไปได้ขององค์ประกอบของกระดูกเป็นดังนี้



อย่างไรก็ตามสูตรนี้ไม่เป็นที่แน่นอนสำหรับแอปพาไทต์ของกระดูก เพราะในความเป็นจริง องค์ประกอบทางเคมีของแอปพาไทต์ของกระดูกแตกต่างกันเล็กน้อยตามอายุ (Age) สปีชีส์ของ สิ่งมีชีวิต (Species) และส่วนของอวัยวะ เป็นต้น อัตราส่วนโมลของ Ca:P ในเนื้อเยื่อแข็งประเภท กระดูกและฟันจะเพิ่มขึ้นตามการเจริญเติบโตจนมีค่าใกล้เคียง 1.67 ผลึกแอปพาไทต์ชีวภาพจะมี ขนาดเล็กมาก โดยมีขนาดเล็กกว่า 0.2 ไมโครเมตร และมีรูปร่างเป็นแท่งยาวคล้ายรูปเข็ม (Needle-like) โดยในกระดูกจะมีขนาดประมาณ 20 x 3 x 7 ลูกบาศก์นาโนเมตร ส่วนในเคลือบฟันจะมีขนาด ประมาณ 150 x 60 x 30 ลูกบาศก์นาโนเมตร เป็นต้น เนื่องจากผลึกแอปพาไทต์มีขนาดเล็ก จึง สามารถช่วยให้การสร้างและซ่อมแซมกระดูกเกิดขึ้นได้เร็ว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.8 การเตรียมไฮดรอกซีแอปาทิต์

สามารถเตรียมได้จาก 3 แหล่ง คือ [1]

1. สารเคมี เช่น แคลเซียมไนเตรทกับแอมโมเนียมฟอสเฟต เป็นต้น
2. ปะการัง โดยการนำมาผ่านกระบวนการเปลี่ยนเป็นสารไฮดรอกซีแอปาทิต์ แต่ปะการังมีปริมาณน้อยและมีปัญหาด้านสิ่งแวดล้อมจึงไม่นิยมใช้
3. กระดูกสัตว์ เช่น โค กระบือ ช้าง สุกร ปลา รวมทั้งจากมนุษย์ ส่วนใหญ่นิยมใช้กระดูกโคและกระบือ เนื่องจากมีปริมาณมากและเป็นสัตว์ที่มนุษย์เลี้ยงไว้ใช้ประโยชน์อยู่แล้ว

2.1.9 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาทิต์ [2]

วิธีสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาทิต์สามารถทำได้หลายวิธี ได้แก่

- วิธีตกตะกอนทางเคมี (Precipitation method)
- การใช้ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis method)
- การใช้ปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid-state reaction)
- วิธีไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal method)
- วิธีอัลคอกไซด์ (Alkoxide method)

1. วิธีตกตะกอนทางเคมี (Precipitation method)

การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาทิต์ โดยวิธีการตกตะกอนโดยทั่วไปจะเป็นไปตามวิธีของ Rathje [9] และ Hayek กับ Newesely [2] วิธีของ Rathje เป็นการเติมกรดฟอสฟอริกลงในสารละลายแคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่ปั่นคววนอยู่ ดังสมการที่ (7)



ได้มีการปรับปรุงวิธีการตกตะกอนในสมการที่ (7) โดยการทำให้ปฏิกิริยามีความเป็นเบสสูงเพื่อให้เกิด Hap ได้ดีโดยการเติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ร่วมด้วย ดังวิธีของ Hayek กับ Newesely ในสมการที่ (8)



วิธีนี้ค่า pH และความเข้มข้นของสารเคมีที่ใช้จะมีผลโดยตรงต่อองค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้ สารตั้งต้นสามารถใช้ CaCO_3 , CaC_2O_4 , CaCl_2 หรือ $\text{Ca}(\text{OH}_3\text{COO})_2$ แทน $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ และในทำนองเดียวกันสามารถใช้ $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4$, K_2HPO_4 , Na_2HPO_4 , NaH_2PO_4 แทน เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

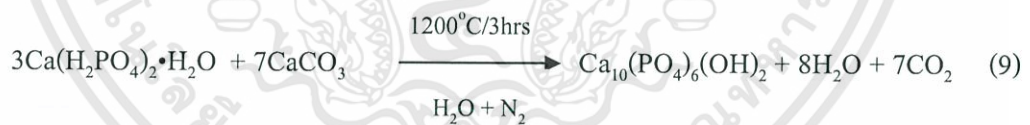
$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ นอกจากนี้ยังมีการเสนอให้ใช้แคลเซียมอะซิเตท ($\text{Ca}(\text{COOH})_2$) แทนแคลเซียมคลอไรด์หรือแคลเซียมไนเตรท เนื่องจากไอออนของอะซิเตทจะไม่รวมเข้าด้วยกันกับไฮดรอกซีเอปาทไตต์ เหมือนไอออนของไนเตรทหรือไอออนของคลอไรด์ที่อาจรวมเข้ากับไฮดรอกซีเอปาทไตต์ได้ อุณหภูมิที่ใช้ในการตกตะกอนจะอยู่ในช่วงอุณหภูมิห้องถึงจุดเดือด ($95 - 100^\circ\text{C}$)

2. การใช้ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis method)

ไฮดรอกซีเอปาทไตต์สามารถเตรียมได้จากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของกรดแคลเซียมฟอสเฟต เช่น ไดแคลเซียมฟอสเฟตไดไฮเดรต ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, DCPD) ออกตะแคลเซียมฟอสเฟตเตตระไฮเดรต ($\text{C}_8\text{H}_8(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, OCP) ไดแคลเซียมฟอสเฟตแอนไฮดรัส (CaHPO_4 , DCP) ในสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ หรือโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ นอกจากนี้ไฮดรอกซีเอปาทไตต์ยังเตรียมได้จากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของแคลเซียมคาร์บอเนตในสารละลายแอมโมเนียมฟอสเฟตหรือโซเดียมฟอสเฟต

3. การใช้ปฏิกิริยาสภาวะของแข็ง (Solid-state reaction)

วิธีการนี้จะเป็นวิธีการพื้นฐาน ทำได้โดยการนำสารเคมีในสภาวะที่เป็นของแข็งมาทำปฏิกิริยากันที่อุณหภูมิสูง (Solid-state reaction) [8] ตัวอย่างวิธีการสังเคราะห์โดยวิธีนี้ เช่น การทำปฏิกิริยาระหว่างโมโนแคลเซียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต ($\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) กับแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ที่ 1200°C ในบรรยากาศที่มีไอน้ำและไนโตรเจนในปริมาณที่เท่ากัน ดังสมการที่ (9)

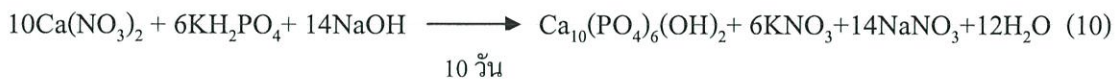


สารไฮดรอกซีเอปาทไตต์ที่ได้จากปฏิกิริยาสภาวะของแข็งจะมีลักษณะเป็นผงละเอียดและเรียงตัวเป็นโครงผลึกที่ดี

4. วิธีไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal method)

วิธีนี้ทำโดยการนำสารเคมีที่เป็นเกลือของแคลเซียมและฟอสเฟต มาทำปฏิกิริยากันภายในบรรยากาศที่มีความดันและอุณหภูมิสูง เช่น Mosebach ใช้ $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ทำปฏิกิริยา KH_2PO_4 ใน NaOH ที่ 500°C ภายใต้ความดัน 360 บรรยากาศ เป็นเวลา 10 วัน ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะเป็นดังสมการนี้

500°C, 360 atm



ส่วนวิธีของ Somiya ใช้การควบคุมสภาวะที่อุณหภูมิ 100 - 200°C และความดัน 0.1 - 0.2 เมกะปาสคาล เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ไฮดรอกซีเอปาทิตที่ได้จากวิธีนี้จะมีลักษณะเป็นผลึกเดี่ยว (Single crystal) ที่สมบูรณ์ และสามารถทำให้มีขนาดต่างๆ ได้

5. วิธีอัลคอกไซด์ (Alkoxide method)

วิธีนี้เป็นวิธีใหม่ที่ใช้สังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทิตให้มีลักษณะเป็นฟิล์มบางๆ โดยใช้แคลเซียมไนเตรตและไตรเมทิลฟอสเฟตละลายในเอทานอลหรือฟอร์มาไมด์ ปล่อยให้ตัวทำละลายให้ระเหยไปบางส่วน นำส่วนที่เหลือไปเผาที่อุณหภูมิ 500 - 1000°C จะได้ไฮดรอกซีเอปาทิต ปฏิกริยาที่เกิดขึ้นดังสมการที่ (11)



2.1.10 การประยุกต์การใช้งานของไฮดรอกซีเอปาทิต [1]

ลักษณะการนำวัสดุทางการแพทย์ไปใช้งานนั้น จะมีอยู่ 2 ลักษณะ

1. วัสดุการแพทย์ที่ใส่เข้าไปในร่างกายจะทำหน้าที่ทดแทนอวัยวะนั้นๆ โดยไม่จำเป็นต้องมีส่วนเกี่ยวข้องกับระบบเนื้อเยื่อส่วนต่างๆ ของร่างกาย

2. วัสดุการแพทย์ที่ใส่เข้าไปในร่างกายจะต้องมีส่วนร่วมหรือมีหน้าที่สัมพันธ์กับอวัยวะหรือส่วนต่างๆ ที่อยู่ในร่างกาย แต่ต้องไม่เป็นพิษต่อเนื้อเยื่อในร่างกาย เช่น ลูกตาเทียม ซีเมนต์กระดูก รากฟันเทียม ข้อสะโพกเทียม เป็นต้น

รูปแบบการนำไฮดรอกซีเอปาทิตที่นิยมมาใช้ทางการแพทย์ มีหลายลักษณะแตกต่างกันตามวัตถุประสงค์ การใช้งานและสมบัติที่ต้องการ แบ่งได้ 3 ลักษณะ คือ

1. ไฮดรอกซีเอปาทิตแบบผง (Powder hydroxyapatite)

สามารถใช้เคลือบลงบนข้อสะโพกเทียมในส่วนที่เป็นแกน โลหะเพื่อให้โลหะทนทานต่อการกัดกร่อนจากของเหลวภายในร่างกาย ซึ่งปกติจะมีสภาพเป็นกรดอ่อนๆ อยู่แล้ว และหากเกิดการเจ็บป่วย สภาพร่างกายก็จะมีความเป็นกรดยิ่งขึ้น ดังนั้นการใช้สารไฮดรอกซีเอปาทิตเคลือบบนผิวข้อสะโพกจะทำให้อุปกรณ์มีความทนทานมากยิ่งขึ้น และยังช่วยสร้างพันธะระหว่างข้อสะโพกเทียมกับกระดูกของผู้ป่วยด้วย

2. ไฮดรอกซีเอปาทาइटแบบเนื้อแน่น (Dense hydroxyapatite)

ไฮดรอกซีเอปาทาइटประเภทนี้จะมีคุณสมบัติเชิงกลดีกว่าแบบรูพรุนจึงสามารถรับน้ำหนักได้มากกว่าการนำไปใช้งานทดแทนกระดูกสันหลังของผู้ป่วย โดยสารไฮดรอกซีเอปาทาइटจะเป็นตัวเร่งให้เกิดการสร้างเนื้อเยื่อมาเกาะ และทำให้เกิดการยึดติดได้ดีขึ้น

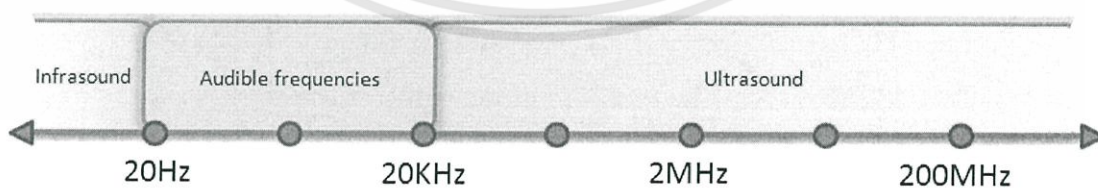
3. ไฮดรอกซีเอปาทาइटชนิดที่มีรูพรุน (Porous hydroxyapatite)

ไฮดรอกซีเอปาทาइटประเภทนี้จะมีรูพรุนต่อเนื่องกัน ทำให้เนื้อเยื่อบริเวณข้างเคียงมีการเจริญเติบโตเข้าไปข้างในรูพรุนและยึดติดกันเป็นรูปร่างใหม่ของกระดูก อย่างไรก็ตาม ปัญหาที่สำคัญของไฮดรอกซีเอปาทาइटชนิดนี้ คือ มีพื้นที่ผิวมากเนื่องจากมีรูพรุนมากจึงมีสมบัติเชิงกลต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับชนิดเนื้อแน่น โดยเฉพาะด้านความแข็งแรง ดังนั้นจึงต้องมีการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของไฮดรอกซีเอปาทาइटชนิดนี้ก่อนที่จะนำไปปลูกถ่ายอวัยวะ ซึ่งสามารถทำได้โดยการนำเอาไฮดรอกซีเอปาทาइटประเภทนี้ไปผลิตเป็นวัสดุประกอบ (Composite)

จากการสำรวจความต้องการจากแพทย์พบว่า สารไฮดรอกซีเอปาทาइटแบบรูพรุน เป็นที่ต้องการมากที่สุด ณ ขณะนี้ เพื่อใช้เป็นตัวเติมแทนกระดูกของผู้ป่วย สำหรับบริเวณต่างๆ ของร่างกายที่มีการสูญเสียกระดูกไม่ว่าจะเนื่องมาจากโรคมะเร็ง การติดเชื้อ หรืออุบัติเหตุก็ตาม โดยอาศัยความเป็นรูพรุนทำให้เซลล์และเลือดนำพาแร่ธาตุต่างๆ เข้าไปได้อย่างทั่วถึง ช่วยทำให้เกิดการสร้างกระดูกเชื่อมต่อดี

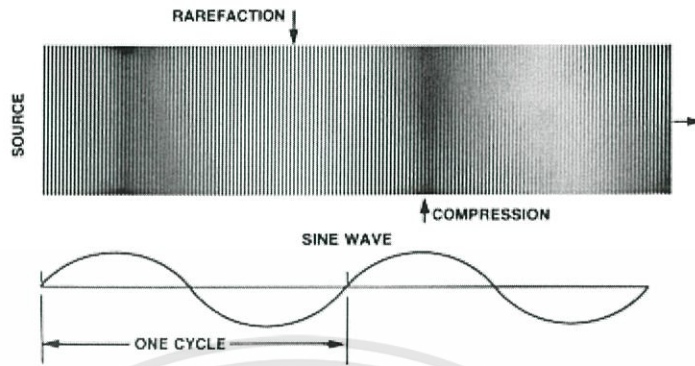
2.2 ระบบอัลตราโซนิก (Ultrasonic) [3]

หมายถึง คลื่นเสียงที่มีความถี่สูงกว่า 20 kHz ขึ้นไป จะสูงขึ้นจนถึงเท่าใดไม่ได้ระบุจำกัดเอาไว้ ซึ่งเป็นความถี่ที่สูงเกินกว่าที่ประสาทหูมนุษย์จะได้ยิน โดยทั่วไปแล้วหูของมนุษย์โดยเฉลี่ยจะสามารถได้ยินเสียงในช่วงความถี่ 20 เฮิร์ตซ์ (Hertz ย่อว่า Hz) ถึง 20,000 เฮิร์ตซ์ คลื่นเสียงที่มีความถี่สูงกว่า 20,000 เฮิร์ตซ์ นั้น เรียกว่าคลื่นเหนือเสียงหรืออัลตราโซนิก (Ultrasonic) ส่วนเสียงที่มีความถี่ต่ำกว่า 20 เฮิร์ตซ์ เรียกว่าคลื่นใต้เสียงหรืออินฟราโซนิก (Infrasonic Wave)



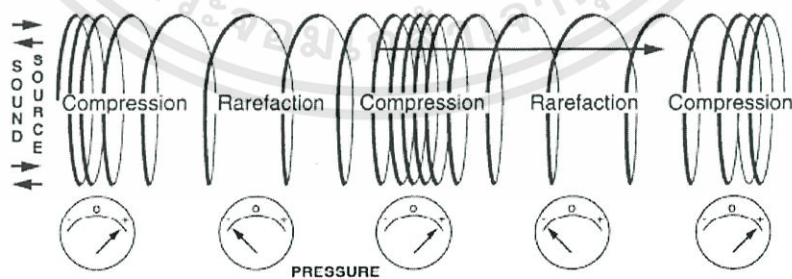
รูปที่ 2.4 แสดงความถี่ของคลื่นเสียง [3]

คลื่นย่านอัลตราโซนิกเป็นคลื่นที่มีทิศทางทำให้เราสามารถเล็งคลื่นเสียงไปยังเป้าหมายที่ต้องการได้โดยเจาะจง ไม่มีการเลี้ยวเบนที่ขอบ จึงพุ่งออกมาเป็นลำแคบๆ



รูปที่ 2.5 ภาพลักษณะของคลื่นเสียงเป็นคลื่นกลตามยาว [3]

คลื่นเสียงเป็นคลื่นตามยาวเกิดจากการสั่นของวัตถุ ความถี่ของเสียงจะมีค่าเท่ากับความถี่ของแหล่งกำเนิด และในขณะที่มีการสั่น โมเลกุลของตัวกลางจะมีการถ่ายทอดพลังงานทำให้เกิดความดันอากาศที่เปลี่ยนแปลงไปตามตำแหน่งแล้วมีการถ่ายทอดพลังงานผ่านตัวกลางจนมาถึงผู้ฟัง โดยการสั่นสะเทือนของวัตถุ (การเปลี่ยนแปลงความดันของอากาศ) ไปทำให้โมเลกุลของอากาศมีการบีบเข้าหากัน (ความดันมีค่ามาก) เรียกว่า ช่วงอัดหรือส่วนอัด (Compression) และบริเวณที่โมเลกุลอากาศคลายหรือแยกตัวห่างจากกัน (ความดันมีค่าน้อย) เรียกว่า ช่วงขยายหรือส่วนขยาย (Rarefaction) โดยที่ช่วงอัดช่วงอัดหรือส่วนอัด คือบริเวณที่อนุภาคของตัวกลางอัดเข้าหากัน บริเวณนี้จะมีความดันสูงสุดโดยเทียบกับความดันที่ตำแหน่งสมดุลของอนุภาค ส่วนช่วงขยายหรือส่วนขยาย คือบริเวณที่อนุภาคตัวกลางแยกห่างจากกัน บริเวณนี้มีความดันต่ำสุดโดยเทียบกับความดันที่ตำแหน่งสมดุลของอนุภาค ดังแสดงในรูปที่ 2.6



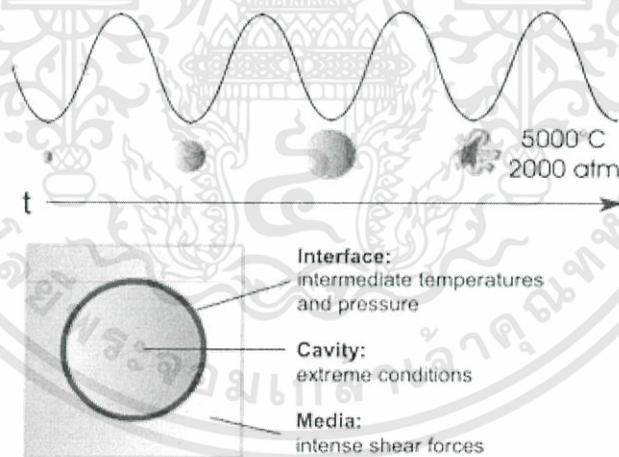
รูปที่ 2.6 ภาพลักษณะการสั่นของคลื่นเสียง [3]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สาเหตุที่มีการนำเอาคลื่นย่านอัลตราโซนิกมาใช้ก็เพราะว่าเป็นคลื่นที่มีทิศทางทำให้สามารถเล็งคลื่นเสียงไปยังเป้าหมายที่ต้องการได้โดยเจาะจง เรื่องนี้เป็นคุณสมบัติของคลื่นอย่างหนึ่ง ยิ่งคลื่นมีความถี่สูงขึ้นความยาวคลื่นก็จะยิ่งสั้นลง ถ้าความยาวคลื่นยาวกว่าช่องเปิด (ที่ให้เสียงนั้นออกมา) ของตัวกำเนิดเสียงความถี่นั้น เช่น คลื่นความถี่ 300 Hz ในอากาศจะมีความยาวถึงประมาณ 1 เมตรเศษๆ ซึ่งจะยาวกว่าช่องที่ให้คลื่นเสียงออกมาจากตัวกำเนิดเสียง โดยทั่วไปคลื่นจะหักเหที่ขอบด้านนอกของตัวกำเนิดเสียงทำให้เกิดการกระจายทิศทางคลื่นแต่ถ้าความถี่สูงขึ้นมาอยู่ในย่านอัลตราโซนิก อย่างเช่น 40 kHz จะมีความยาวคลื่นในอากาศเพียงประมาณ 8 มิลลิเมตรเท่านั้นซึ่งเล็กกว่ารูเปิดของตัวที่ให้กำเนิดเสียงความถี่นี้มากคลื่นเสียงจะไม่มี การเลี้ยวเบนที่ขอบจึงพุ่งออกมาเป็นลำแคบๆ หรือที่เราเรียกว่า มีทิศทาง

2.2.1 กลไกการเกิดกระบวนการอัลตราโซนิก [9]

คลื่นอัลตราซาวด์เหมือนคลื่นเสียง ประกอบด้วยช่วงของการบีบอัดและการขยายตัว สำหรับช่วงการบีบอัด คือ การที่เกิดแรงดันของเหลวเชิงบวก (Positive pressure) และการผลักโมเลกุล ส่วนช่วงการขยายตัว คือ การที่เกิดแรงดันของเหลวเชิงลบ (Negative pressure) และดึงโมเลกุลที่อยู่ห่างออกไป ในระหว่างช่วงการขยายตัวของคลื่นเสียงที่มีความเข้มเพียงพอที่สามารถเกิดโพรงอากาศ (Cavity)

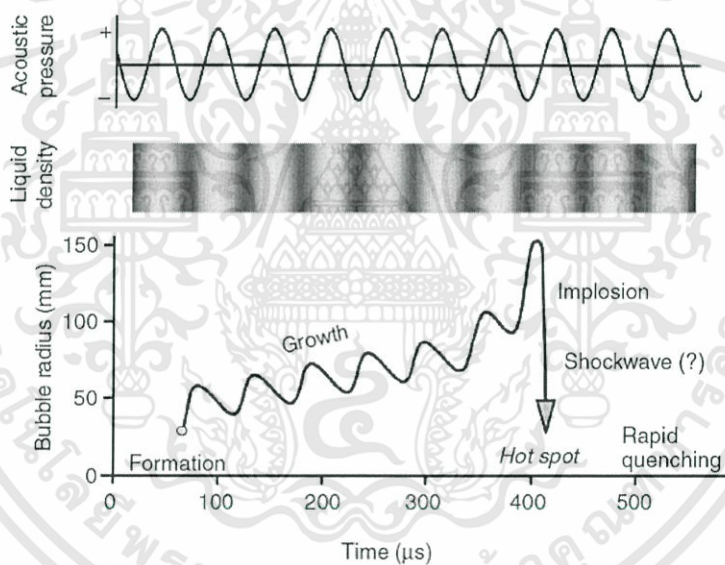


รูปที่ 2.7 ภาพลักษณะการเกิดโพรงอากาศ [10]

โดยแรงที่เหมาะสมที่เป็นตัวกำหนดความต้านทานแรงดึงของของเหลว เพื่อให้ช่องโพรงอากาศขนาดใหญ่เกิดจากแรงดันเชิงลบในช่วงการขยายตัวของคลื่นเสียงที่เอาชนะความต้านทานแรงดึงของของเหลว ซึ่งปริมาณความดันเชิงลบขึ้นอยู่กับชนิดและความบริสุทธิ์ของของเหลว เมื่อแรงดันลดลงทำให้ก๊าซในรอยแยกขยายจนกระทั่งฟองอากาศขนาดเล็กถูกปล่อยเข้าไปในสารละลายจะทำให้เกิดโพรงอากาศ ถ้าเป็นฟองอากาศขนาดใหญ่จะลอยออกไปและแตกที่บริเวณ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

พื้นผิวแต่ถ้าเป็นฟองอากาศขนาดเล็กมันจะละลายในของเหลว ซึ่งฟองอากาศขนาดเล็กนี้จะได้รับคลื่นเสียงอัลตราซาวด์และดูดซึมพลังงานได้จากช่วงการบีบอัดและการขยายคลื่นเสียงอย่างต่อเนื่อง กรณีนี้ฟองอากาศจะมีขนาดใหญ่และเล็กซึ่งทำให้เกิดการสมดุลทางพลศาสตร์ขึ้นระหว่างใกภายในฟองอากาศและของเหลวด้านนอกของฟองอากาศ การโตของโพรงอากาศขึ้นอยู่กับความเข้มของคลื่นเสียงที่ได้รับ ซึ่งโพรงอากาศสามารถโตขึ้นอย่างรวดเร็วในหนึ่งวัฏจักรของเสียงอัลตราซาวด์ ความเข้มต่ำขนาดของช่องว่างจะสั่นในเฟสการขยายและการบีบอัด เมื่อปริมาณของก๊าซแพร่กระจายอยู่ข้างในหรือข้างนอกโพรงอากาศขึ้นอยู่กัพื้นที่ผิว เมื่อมีการดูดกลืนพลังงานจากอัลตราซาวด์มากขึ้นจะทำให้โพรงอากาศโตขึ้นอย่างช้าๆจนถึงขนาดวิกฤตและเกิดการระเบิดขึ้น การระเบิดข้างในของโพรงอากาศมาจากปัจจัย เช่น ปฏิกริยาเคมี ก๊าซและใกภายในโพรงอากาศจะเกิดการบีบอัดแล้วเกิดเป็นความร้อนเป็นผลทำให้อุณหภูมิของของเหลวรอบๆโพรงอากาศเพิ่มอย่างรวดเร็ว หลังจากการระเบิดของโพรงอากาศในฟองแล้วขนาดของฟองอากาศจะมีขนาดเล็กลง จากนั้นจะทำให้เกิดจุดที่ร้อนสำหรับเริ่มโตของโพรงในฟองอากาศอีกครั้ง (Hot spot)

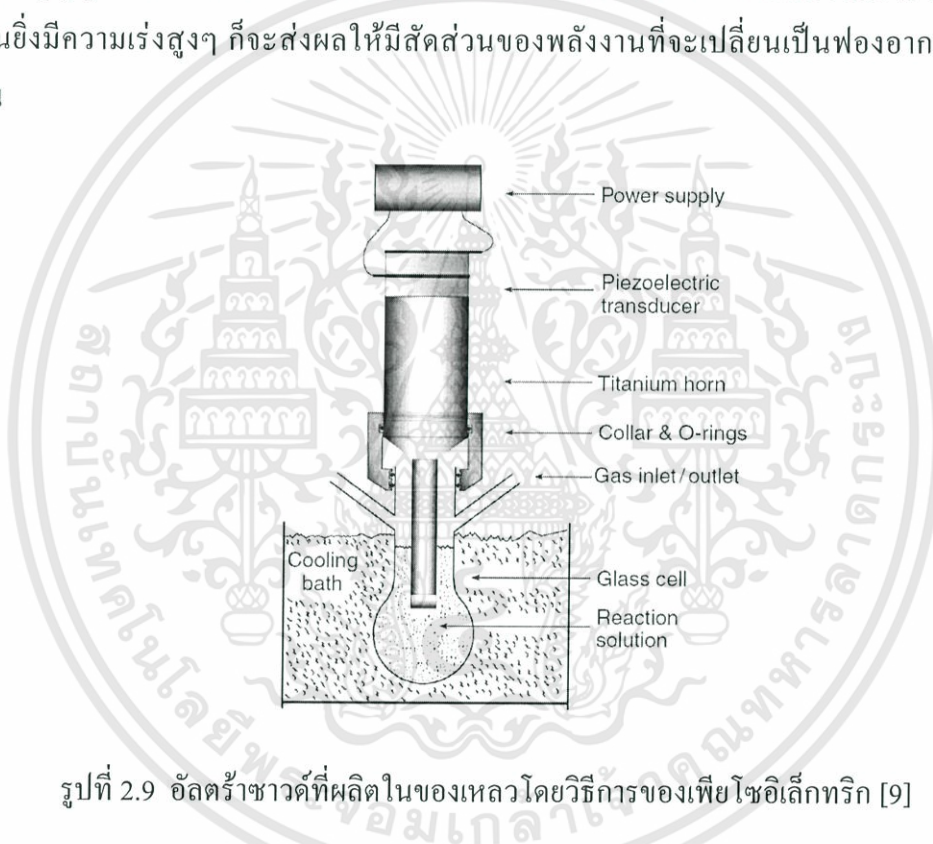


รูปที่ 2.8 การเจริญเติบโตของฟองก๊าซและการระเบิดในของเหลว
เมื่อได้รับด้วยอัลตราซาวด์ [9]

สรุปได้ว่า วิธีอัลตราโซนิกเป็นวิธีที่เกี่ยวข้องกับการใช้คลื่นอัลตราซาวด์เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาเคมีโดยกลไกการเกิดปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นนี้ทำให้เกิดปรากฏการณ์อคูสติคคาวิตชัน (acoustic cavitation) คือการเกิดฟองอากาศแล้วเกิดการชนกันอย่างรุนแรงของฟองอากาศในของเหลว ทำให้เกิดความร้อนที่มีอุณหภูมิสูงถึงประมาณ 5000 เคลวิน และความดันประมาณ 1000 บรรยากาศ ก่อให้เกิดการเพิ่มความร้อน (หรือการลด) ด้วยอัตรามหาศาลมากกว่า 100 องศาเซลเซียสต่อวินาที และเกิดไมโครเจ็ตที่ความเร็วประมาณ 400 กิโลเมตรต่อชั่วโมง ซึ่งปรากฏการณ์นี้ทำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ให้เกิดผลต่างของอุณหภูมิและความดันที่มหาศาลที่สามารถเอาชนะแรงดึงดูดภายในโมเลกุลของสารได้ ส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาเคมีขึ้น คาวีเตชันอาจเกิดจากการเหนี่ยวนำด้วยเวนวนูรีนอซเซิล (venture nozzles) ซึ่งเป็นหัวฉีดความดันสูง หรือจากการเหนี่ยวนำด้วยคลื่นอัลตราซาวด์ (ultrasound wave $\sim 20 \text{ kHz} - 10 \text{ MHz}$) ซึ่งในระบบที่กล่าวมาทั้งหมดนี้พลังงานที่ถูกใช้ (เป็นพลังงานที่ให้ไป) จะถูกเปลี่ยนเป็นแรงเสียดทาน ความปั่นป่วนคลื่น และคาวีเตชัน ซึ่งสัดส่วนของพลังงานอินพุตที่ถูกเปลี่ยนเป็นคาวีเตชัน จะขึ้นอยู่กับหลายๆ ปัจจัย เช่น ความเข้มของความเร่งของพลังงานที่ให้แก่ระบบ ซึ่งเป็นปัจจัยหนึ่งที่มีความสำคัญต่อการเปลี่ยนแปลงพลังงานเป็นคาวีเตชันอย่างมีประสิทธิภาพ โดยความเร่งที่สูงจะก่อให้เกิดผลต่างของความดันที่มาก ซึ่งสิ่งนี้จะไปทำให้เกิดฟองสุญญากาศที่มากขึ้นแทนที่จะเกิดการเคลื่อนที่ผ่านของเหลวของคลื่นอัลตราซาวด์เท่านั้น ดังนั้นยังมีความเร่งสูงๆ ก็จะทำให้มีสัดส่วนของพลังงานที่จะเปลี่ยนเป็นฟองอากาศได้มากยิ่งขึ้น

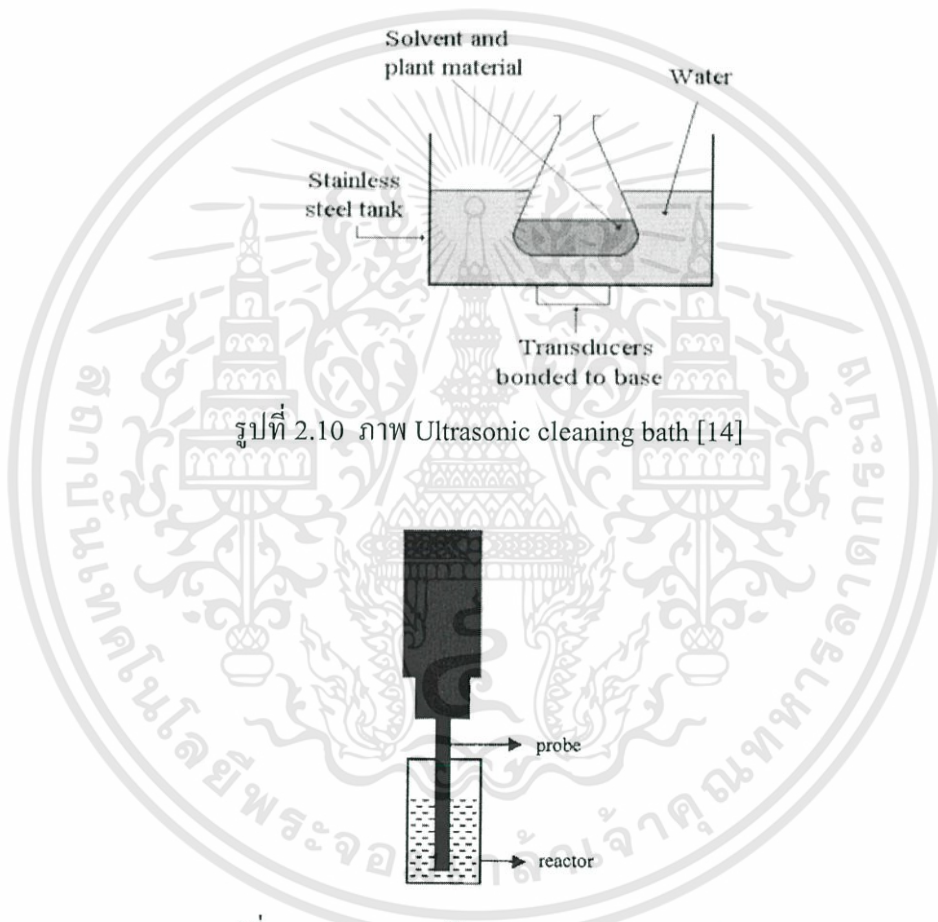


รูปที่ 2.9 อัลตราซาวด์ที่ผลิตในของเหลวโดยวิธีการของเพียโซอิเล็กทริก [9]

เมื่อตัวให้กระแสไฟฟ้า (Power supply) ให้กระแสกับขั้ว (Electrode) ทำให้เกิดการเหนี่ยวนำกับวัสดุเพียโซอิเล็กทริก (Piezoelectric) แล้วเกิดการสั่นสะเทือนลักษณะขึ้นลงทำให้เกิดคลื่นการสั่นสะเทือนของแผ่นวัสดุนี้คล้ายกับการเคลื่อนที่ของลูกสูบ ทำให้คลื่นนี้เคลื่อนที่ไปในทิศทางเดียวกันเป็นลำขนาดเท่ากับขนาดของวัสดุนั้น แต่เมื่อคลื่นเคลื่อนที่ต่อไปได้อีกระยะหนึ่งพบว่าลักษณะการเคลื่อนที่แบบลูกสูบ (Piston movement) อ่อนกำลังลงแล้วจะพบคลื่นเริ่มแตกกระจายตัวออกจากกัน

2.2.2 การนำคลื่นเสียงย่านอัลตราโซนิกไปใช้งาน

การมีทิศทางของคลื่นเสียงย่านอัลตราโซนิกทำให้นำไปใช้งานได้หลายอย่าง เช่น นำไปใช้ในเครื่องควบคุมระยะไกล (Ultrasonic remote control) เครื่องล้างอุปกรณ์และแยกโลหะออกจากแร่ (Ultrasonic cleaning bath) โดยให้น้ำที่ความถี่สูง จะนำไปใช้ทำความสะอาดผิวโลหะและเครื่องแก้ว นอกจากนี้ยังสามารถกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยาเคมีด้วย ต่อมาได้มีการนำมาใช้งานทางชีววิทยาและทางชีวเคมี ปัจจุบันได้มีการพัฒนาให้เป็นระบบโพรบ (Probe systems) โดยจะจุ่มลงไปในการละลายโดยตรง และเครื่องวัดความหนาของวัตถุโดยสังเกตระยะเวลาที่คลื่นสะท้อนกลับมา



รูปที่ 2.11 ภาพระบบ โพรบ (Probe systems) [14]

เครื่องวัดความลึกและทำแผนที่ใต้ท้องทะเล ใช้ในเครื่องหาตำแหน่งอวัยวะบางส่วนในร่างกาย ใช้ทดสอบการรั่วไหลของท่อ เป็นต้น โดยความถี่ที่ใช้ขึ้นอยู่กับการใช้งาน เช่น คลื่นเสียงต้องเดินทางผ่านอากาศแล้วความถี่ที่ใช้ก็มักจะจำกัดอยู่เพียงไม่เกิน 50 kHz เพราะที่ความถี่สูงขึ้นไปนี้ อากาศจะดูดกลืนคลื่นเสียงเพิ่มขึ้นมาก ทำให้ระดับความแรงของคลื่นเสียงที่ระยะห่างออกไปลดลงอย่างรวดเร็ว ส่วนการใช้งานด้านการแพทย์ซึ่งต้องการรัศมีทำการสั้นๆ ก็อาจใช้ความถี่ในช่วง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1 MHz ถึง 10 MHz ขณะที่ความถี่เป็น GHz (10^9 Hz) ก็มีใช้กันมากมาย การใช้งานที่ตัวกลางที่คลื่นเสียงเดินทางผ่านไม่ใช่อากาศ

2.3 การสังเคราะห์วัสดุด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal synthesis) [15]

การสังเคราะห์วัสดุด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล เป็นกระบวนการที่สารละลายหรือสารแขวนลอยของสารตั้งต้นในน้ำ เกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูงในภาชนะภายใต้ความดัน เป็นการสังเคราะห์ทางเคมีของผลึก หรือผงเซรามิกออกไซด์ที่ปราศจากน้ำที่แตกต่างจากกระบวนการอื่นๆ เช่น โซล-เจล หรือการตกตะกอนร่วมโดยอาศัยอุณหภูมิและความดันในการเกิดปฏิกิริยา อุณหภูมิที่ใช้จะอยู่ระหว่าง 100°C จนถึง อุณหภูมิวิกฤต ที่ 374°C และความดันสูงถึง 15 MPa สภาวะจำเพาะที่ใช้ในการรักษาเฟสของสารละลายให้เกิดการเคลื่อนย้ายมวล เพื่อให้เกิดการเปลี่ยนเฟส ผลโดยรวมของความดันและอุณหภูมิสามารถลดพลังงานอิสระสำหรับการเกิดเฟสที่เสถียรได้ที่ความดันปกติ กลไกของกระบวนการเกิดอนุภาคเซรามิกออกไซด์อธิบายได้เป็น กระบวนการละลายและการตกตะกอน หรือกระบวนการเปลี่ยนแปลงภายใน (In-situ) กลไกของการละลายและการตกตะกอนเกิดขึ้นเมื่ออนุภาคของสารตั้งต้นซึ่งเป็นออกไซด์ ไฮดรอกไซด์หรือองค์ประกอบของออกไซด์สามารถละลายเข้าสู่สารละลาย เกิดเป็นสารละลายอิ่มตัว เกิดเป็นปฏิกิริยาภายใต้สภาวะดังกล่าวข้างต้น และตกตะกอนเป็นอนุภาคของผลิตภัณฑ์ แรงกระตุ้นที่ทำให้เกิดปฏิกิริยามาจากความแตกต่างของการละลายได้ระหว่างเฟสออกไซด์และสารตั้งต้นที่ละลายได้น้อยที่สุดหรือสารมัธยันตร์

ในหลายกรณี สารตั้งต้นแขวนลอยไม่สามารถละลายได้เพียงพอในน้ำ จึงต้องเติมมินิเอร์ราไลเซอร์ (Mineralizer) เช่น เบสหรือกรด อนุภาคเซรามิกเกิดโดยผ่านกลไกการเปลี่ยนแปลงภายในที่อนุภาคแขวนลอยเกิดพอลิมอร์ฟิก (Polymorphic) หรือการเปลี่ยนแปลงเฟสทางเคมี ในบางกรณีกลไกอาจเกิดทั้งสองกรณีขึ้นกับสภาวะการสังเคราะห์ กระบวนการสังเคราะห์ไฮโดรเทอร์มัลของผงอนุภาคเซรามิกมีข้อได้เปรียบ 2 ประการคือ สามารถกำจัดหรือลดขั้นตอนการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงและการใช้สารตั้งต้นราคาไม่แพง โดยเฉพาะออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ภายใต้สภาวะไฮโดรเทอร์มัล ได้แก่ ผงอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ของเซรามิกของแบเรียมไททานเตด (BaTiO_3) เลดเซอร์โคเนตไททานเตด (PZT) เลดแลนทานัมเซอร์โคเนตไททานเตด (PLZT) บิสมัทโซเดียมไททานเตด (BNT) บิสมัทแลนทานัมโซเดียมไททานเตด (BLNT) ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ทินไดออกไซด์ (SnO_2) และทินไตรออกไซด์ (SnO_3)

2.3.1 ข้อได้เปรียบของกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

- สารตั้งต้นที่ระเหยที่อุณหภูมิของการเกิดปฏิกิริยา สามารถควบคุมระหว่างกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล เพื่อรักษาปริมาณสัมพันธ์ของปฏิกิริยา
- กระบวนการนี้เกิดขึ้นที่อุณหภูมิต่ำกว่า 300°C ในกรณีที่เทฟลอนเป็นภาชนะบรรจุสารภายในจะใช้อุณหภูมิไม่เกิน 250°C ซึ่งเป็นจุดหลอมเหลวของเทฟลอน การใช้อุณหภูมิไม่สูงมากนัก ภายใต้อุณหภูมิจะพอเพียงที่สลายตัวสารตั้งต้นที่เสถียรและป้องกันการรวมตัวกันของสารผลิตภัณฑ์ซึ่งมักเกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูง ในปฏิกิริยาโซลิตสเตท (Solid-state)
- กระบวนการนี้สามารถผลิตอนุภาคสารละลายของแข็ง (Solid Solution) ที่ควบคุมการกระจายของขนาดสัณฐานวิทยาและองค์ประกอบทางเคมี
- ผงเซรามิกที่ผลิตด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล ไม่ต้องผ่านขั้นตอนพรีเซนเตอริง (Presentering) หรือการเผาแคลไซน์

2.3.2 ข้อด้อยของกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

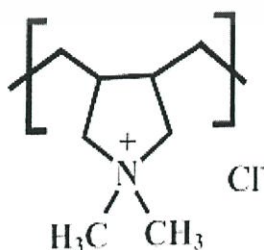
- เครื่องมือราคาค่อนข้างแพง
- มีข้อควรระวังเกี่ยวกับกระบวนการที่เกี่ยวข้องกับความดันสูง
- การสึกกร่อนของเครื่องมือที่เกิดจากกรดหรือเบสที่เป็นมิเนอราไลเซอร์

2.4 พอลิอิเล็กโทรไลต์ (Polyelectrolytes) [4]

พอลิอิเล็กโทรไลต์เป็นกลุ่มพอลิเมอร์ที่มีหน่วยย่อยที่มีประจุ หรือแตกตัวเป็นประจุได้ ทำให้เกิดเป็นสารประกอบที่มีประจุทางไฟฟ้า ซึ่งมี ประจุบวก หรือ ประจุลบ หรืออาจมีทั้งประจุบวกและประจุลบ และอาจจะไม่มีประจุหรือมีประจุน้อยมากก็เป็นได้

พอลิอิเล็กโทรไลต์ชนิดบวก

- เป็นพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่มีหน่วยย่อยประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชันที่มีประจุบวกหรือแตกตัวเป็นประจุบวกได้ เช่น Polydiallyldimethylammonium chloride (PDDA)

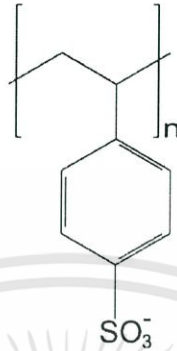


รูปที่ 2.12 ภาพโครงสร้างของ Polydiallyldimethylammonium chloride (PDDA)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

พอลิอิเล็กโทรไลต์ชนิดลบ

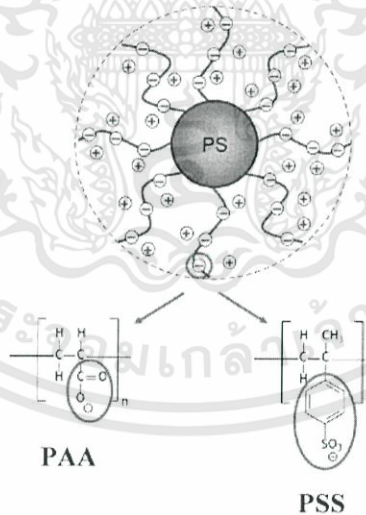
- เป็นพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่มีหน่วยย่อยประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชันที่มีประจุลบหรือแตกตัวเป็นประจุลบได้ เช่น poly(sodium-4-styrene-sulfonate) (PSS)



รูปที่ 2.13 ภาพโครงสร้าง poly(sodium-4-styrene-sulfonate) (PSS)

พอลิอิเล็กโทรไลต์ชนิดบวกและลบ

- เป็นพอลิอิเล็กโทรไลต์โมเลกุลใหญ่ที่มีหน่วยย่อยประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชันที่แตกตัวเป็นประจุบวกหรือลบได้ ส่วนใหญ่มักให้ประจุบวกที่มีค่า pH สูง ซึ่งจัดเป็น Zwitterion



รูปที่ 2.14 ภาพโครงสร้างพอลิอิเล็กโทรไลต์ชนิดบวกและลบ [17]

2.4.1 สมบัติของพอลิอิเล็กโทรไลต์

สมบัติของพอลิอิเล็กโทรไลต์ขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายอย่าง [17] เช่น

1. ประจุของพอลิอิเล็กโทรไลต์

สารพอลิอิเล็กโทรไลต์สามารถแบ่งความแรงของประจุออกเป็น 2 ประเภท คือ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- ชนิดแก่ : สารพอลิอิเล็กโทรไลต์ชนิดนี้ จะแตกตัวได้อย่างสมบูรณ์ในทุกๆ ช่วง pH
- ชนิดอ่อน : สารพอลิอิเล็กโทรไลต์ชนิดนี้ จะสามารถแตกตัวได้เพียงบางส่วนในแต่ละช่วง pH

2. ความหนาแน่นของประจุ

ความหนาแน่นของประจุจะถูกกำหนดโดยค่าเฉลี่ยของระยะทางระหว่างประจุสองประจุ ตามลักษณะโครงสร้างของสารพอลิอิเล็กโทรไลต์นั้นๆ ซึ่งถ้าสารพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่มีความหนาแน่นสูงจะมีความสามารถในการนำไฟฟ้าได้สูง

3. ชนิดของโมเลกุลเล็กๆ ที่มีประจุตรงข้ามกัน

ถ้าหากในระบบของพอลิอิเล็กโทรไลต์ มีโมเลกุลขนาดเล็กที่มีประจุอยู่ด้วย โมเลกุลที่มีประจุจะมีอิทธิพลสูงต่อสมบัติโดยรวมของระบบสารละลาย เช่น ในระบบที่มีโมเลกุลประจุบวกของพอลิไดอัลลิลไคเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์อยู่ร่วมกับคลอไรด์ไอออน การละลายของพอลิอิเล็กโทรไลต์ในน้ำจะดีขึ้น แต่ถ้าเปลี่ยนจากไอออนของคลอไรด์เป็นไอออนของไอโอดีน พอลิอิเล็กโทรไลต์ชนิดนี้แทบจะไม่ละลายน้ำเลย

2.4.2 การดูดซับพอลิอิเล็กโทรไลต์ลงบนผิวที่มีประจุ (Polyelectrolyte adsorption)

เมื่อนำวัสดุซึ่งพื้นผิวมีประจุไปจุ่มในสารละลายพอลิอิเล็กโทรไลต์ พบว่าการดูดซับของพอลิอิเล็กโทรไลต์บนผิววัสดุที่มีประจุนั้น สามารถเกิดได้หลายกรณีขึ้นอยู่กับปัจจัยต่างๆ [18-20] ได้แก่

1. เมื่อใช้สารละลายพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่มีความเข้มข้นต่ำจะเกิดพฤติกรรมในการดูดซับได้ 3 ลักษณะ คือ

- เมื่อพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้มีประจุบนสายโซ่อยู่ห่างๆ กัน สายโซ่พอลิอิเล็กโทรไลต์จะเกิดการดูดซับบนพื้นผิววัสดุที่มีประจุตรงข้ามกันในปริมาณมากและก่อให้เกิดชั้นพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่มีความหนามาก
- เมื่อพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้มีประจุบนสายโซ่อยู่อย่างหนาแน่น เมื่อเกิดการดูดซับลงบนผิวของวัสดุที่มีประจุตรงข้ามกัน สายโซ่โมเลกุลของพอลิอิเล็กโทรไลต์จะเหยียดตรง เป็นผลทำให้ประจุส่วนใหญ่บนสายโซ่เกิดแรงดึงดูดทางไฟฟ้าสถิตกับพื้นผิววัสดุ ดังนั้นจึงทำให้ในกรณีนี้พอลิอิเล็กโทรไลต์ถูกดูดซับได้ในปริมาณที่น้อย ความหนาของชั้นพอลิอิเล็กโทรไลต์ก็บางลงด้วย
- เมื่อสายโซ่พอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้มีประจุเดียวกับพื้นผิววัสดุ สารพอลิอิเล็กโทรไลต์จะไม่ถูกดูดซับลงบนพื้นผิววัสดุ

2. เมื่อใช้สารละลายพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่มีความเข้มข้นสูง พฤติกรรมในการดูดซับของสารละลายพอลิอิเล็กโทรไลต์สำหรับพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่มีประจุบนสายโซ่ห่างๆ กันและพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่มี

ประจวบกับอย่างหนาแน่นจะแสดงพฤติกรรมการดูดซึมที่คล้ายคลึงกัน คือ พอลิอิเล็กโทรไลต์สามารถดูดซับลงบนพื้นผิววัสดุในปริมาณที่สูง ทำให้เกิดชั้นที่ค่อนข้างหนา

3.เมื่อใช้สารละลายพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่มีความเข้มข้นปานกลางจะเกิดพฤติกรรมการดูดซับได้ 2 ลักษณะ คือ

- เมื่อสายโซ่พอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้มีประจุตรงข้ามกันกับพื้นผิวของวัสดุ พอลิอิเล็กโทรไลต์จะเกิดการดูดซับบนพื้นผิววัสดุด้วยแรงทางไฟฟ้าสถิตย์ เช่นเดียวกับกรณีที่ได้กล่าวมาข้างต้น
- เมื่อใช้สารละลายพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่มีประจุเหมือนกันกับพื้นผิววัสดุ อาจเกิดจากการดูดซับของพอลิอิเล็กโทรไลต์ จากอันตรกิริยาระหว่างส่วนของสายโซ่ที่ไม่มีประจุจะถูกผลักห่างออกจากบริเวณพื้นผิววัสดุซึ่งมีประจุชนิดเดียวกัน

2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

งานวิจัยของ Fathi, M. และ Hanifi, A. [21] ได้ทำการสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ ซึ่งเตรียมจาก $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ และ P_2O_5 โดยใช้เทคนิคโซล-เจล และตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค XRD SEM และ TEM เพื่อดูลักษณะทางสัณฐานวิทยา (Morphology) และขนาดอนุภาคของสารที่สังเคราะห์ได้ จะแสดงให้เห็นว่าเมื่อเผาของสารที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 600°C จะเกิดการจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อนของผลึกขนาดนาโน (25 – 28 นาโนเมตร) ซึ่งเมื่อเพิ่มอุณหภูมิและเวลาในการเผา อาจทำให้ไฮดรอกซีแอปพาไทต์สลายตัวเป็น β -tricalcium phosphate และ Calcium oxide ซึ่งสารไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่มีผลึกขนาดนาโนสามารถนำไปใช้ในทางการแพทย์เพื่อเชื่อมกระดูกเทียมกับกระดูกแท้ได้

งานวิจัยของ Zou, Z. และคณะ [22] ได้ศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์ผงคาร์บอนไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่มีขนาดระดับนาโน โดยใช้คลื่นเสียงความถี่สูงร่วมกับคลื่นไมโครเวฟในการสังเคราะห์สาร ซึ่งได้อธิบายเกี่ยวกับอิทธิพลจากการฉายรังสีของคลื่นไมโครเวฟและคลื่นเสียงความถี่สูงที่มีต่อปริมาณของผลึก การศึกษารูปร่างผลึก ร้อยละผลผลิต อัตราส่วนโดยโมลของแคลเซียมต่อฟอสฟอรัส (Ca : P) ความจำเพาะของพื้นที่ผิว และตรวจสอบการกระจายตัวของผลึกโดยเปรียบเทียบกับการใช้กระบวนการตกตะกอน ผลจากการศึกษาพบว่ากระบวนการใช้คลื่นเสียงความถี่สูงร่วมกับคลื่นไมโครเวฟ จะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการสังเคราะห์สารซึ่งเกิดมากกว่าการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการตกตะกอน โดยปริมาณผลึกที่เกิดขึ้นเมื่อใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาภายใต้อัตรา 5 นาที สูงถึง 98.8 เปอร์เซ็นต์ นอกจากนี้พลังงานของคลื่นเสียงความถี่สูงและคลื่นไมโครเวฟจะช่วยส่งผลให้เกิดผลึกเพิ่มขึ้น และระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาจะมีผลช่วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เพิ่มความจำเพาะของพื้นที่ผิวและการกระจายตัวของสารที่สังเคราะห์ จากปัจจัยเหล่านี้แสดงให้เห็นว่าสำหรับการสังเคราะห์ผงคาร์บอนไฮดรอกซีเอปาทาइटด้วยกระบวนการใช้คลื่นเสียงความถี่สูงร่วมกับคลื่นไมโครเวฟจะมีประสิทธิภาพสูงกว่าการใช้กระบวนการตกตะกอน

งานวิจัยของ Xiao X. และคณะ [23] ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับผลึกของไฮดรอกซีเอปาทาइटที่มีรูปร่างลักษณะแตกต่างกันด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มัล โดยใช้ $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ และ $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ เป็นสารตั้งต้น และเติมสารอินทรีย์ประจุลบ poly(sodium-4-styrene-sulfonate) หรือ PSS ลงไป ซึ่งผลึกไฮดรอกซีเอปาทาइटที่สังเคราะห์ได้ถูกนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์โดยใช้เทคนิค XRD FT-IR TEM TG และ UV-Vis พบว่าความเข้มข้นของ PSS และอุณหภูมิที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยามีบทบาทสำคัญในการควบคุมลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผลึกไฮดรอกซีเอปาทาइट ซึ่งเมื่อควบคุมอุณหภูมิแต่เพิ่มความเข้มข้นของ PSS ไฮดรอกซีเอปาทาइटจะมีการเปลี่ยนแปลงรูปร่างจากเส้นใยเป็นแบบแท่ง และเมื่อควบคุมความเข้มข้นของ PSS แต่เพิ่มอุณหภูมิจะทำให้ไฮดรอกซีเอปาทาइटมีการเปลี่ยนแปลงรูปร่างจากแบบแท่งไปเป็นแบบปรีซึม

งานวิจัยของ Salimi, M.N. และคณะ [24] ได้ทำการศึกษาผลกระทบของอัตราเร็วในการปั่นกววนและอุณหภูมิที่ใช้ต่อขนาดอนุภาคไฮดรอกซีเอปาทาइट ด้วยเทคนิคโซล-เจล โดยปรับเปลี่ยนอัตราเร็วในการปั่นกววนเป็น 200 1,200 2,200 3,000 และ 7,000 รอบต่อนาที และปรับเปลี่ยนอุณหภูมิเป็น 20°C และ 40°C พบว่าอนุภาคที่ได้มีขนาดอยู่ในช่วง 43 – 68 นาโนเมตร ขณะที่การกระเจิงของแสงไดนามิกช่วยทำให้อนุภาคมีการจับตัวเป็นกลุ่มก้อน ทำให้อนุภาคเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 145 - 219 นาโนเมตร และพบว่าการให้อัตราการปั่นกววนที่มากกว่า 2,200 รอบต่อนาที จะส่งผลทำให้อนุภาคของสารไม่จับตัวกันเป็นก้อน ดังนั้นจึงสรุปได้ว่า พลังงานจลน์ที่ให้จากการปั่นกววนมีผลต่อการจับตัวของสาร โดยสัณฐานวิทยาของอนุภาคจะแตกต่างกันเมื่อได้รับอัตราการปั่นกววนที่แตกต่างกัน ขณะที่การปรับเปลี่ยนอุณหภูมิจะมีผลกระทบต่อขนาดอนุภาคเช่นเดียวกัน

งานวิจัยของ นิษณา เนตรสวาสดี และคณะ [25] ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์วัสดุประกอบร่วมระหว่างไฮดรอกซีเอปาทาइटกับแคลเซียมซิลิเกตและพอลิเอทิลออคิเปต (HAp-CS/PEA) โดยสังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมจากแคลเซียมไฮดรอกไซด์กับกรดฟอสฟอริก และสังเคราะห์แคลเซียมซิลิเกตด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมจากแคลเซียมไนเตรทเตตระไฮเดรตและเตตระเอทิลออคิซิลิเกต โดยโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นสารตกตะกอน จากนั้นนำ HAp และ CS ที่สังเคราะห์ได้มาผสมในอัตราส่วนต่างๆ แล้วนำไปขึ้นรูปชิ้นงานทรงกระบอกจากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง จะได้ชิ้นงานเซรามิก HAp-CS ที่มีรูพรุน จากนั้นเตรียมวัสดุ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประกอบโดยการแช่ชิ้นงานเซรามิก HAp-CS ในสารละลายของสารประกอบ โอลิโกเปปไทด์ละลายดีเปต แล้วนำไปทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงที่อุณหภูมิ 220°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ได้เป็นวัสดุประกอบ HAp-CS/PEA และนำไปทดสอบสมบัติความทนแรงกด (Compressive strength) พบว่าของวัสดุประกอบที่ทุกอัตราส่วนสามารถทนแรงกดได้มากกว่าชิ้นงานเซรามิกเริ่มต้น

จากงานวิจัยของ Benerjee, A. และคณะ [26] ได้ศึกษาการเตรียมผงไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่มีอัตราส่วนยาวต่อกว้าง (aspect ratio) แตกต่างกันโดยใช้ระบบ reverse micelle template ผงไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่สังเคราะห์ได้จะถูกนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRD TEM และตรวจวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะด้วย BET พบว่าการเพิ่มสัดส่วนระหว่างส่วนที่ละลายน้ำกับส่วนของสารอินทรีย์ (A/O) และการเพิ่ม pH จะลดอัตราส่วนยาวต่อกว้างของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่สังเคราะห์ได้ จากนั้นนำตัวอย่างไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่มีอัตราส่วนยาวต่อกว้างมากที่สุด คือ 7.2 ± 3.2 ซึ่งมีรูปร่างเป็นแท่งและต่ำที่สุด คือ 1.3 ± 0.3 ซึ่งมีรูปร่างทรงกลม ไปผ่านกระบวนการทำให้แน่น จากนั้นนำไปศึกษาผลของปริมาณของรูปร่างที่เป็นแท่งกับปริมาณของรูปร่างที่เป็นทรงกลมในผงไฮดรอกซีแอปพาไทต์ต่อการทำให้แน่นที่อุณหภูมิ 1250°C พบว่าเมื่อปริมาณของรูปร่างที่เป็นแท่งในผงไฮดรอกซีแอปพาไทต์มากจะทำให้ผงไฮดรอกซีแอปพาไทต์อัดแน่นได้ลดลง จากนั้นนำตัวอย่างผงไฮดรอกซีแอปพาไทต์ทั้งที่มีรูปร่างเป็นแท่งและรูปร่างที่เป็นทรงกลมไปแช่ในสารจำลองสถานะในร่างกาย พบว่าสามารถเกิดชั้นของแอปพาไทต์ได้และเมื่อนำไปทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์ พบว่าผงไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่เตรียมได้สามารถเข้ากันได้ดีกับเซลล์

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- พอลิไดอัลลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (Polydiallyldimethylammonium chloride, PDDA) low molecular weight 20 w/t in water บริษัท ALDRIH CHEMISTRY
- ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (Diammonium hydrogen phosphate, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) บริษัท CARLO ERBA REAGENT
- แคลเซียมไนเตรทเตตระไฮเดรต (Calcium nitrate tetrahydrate, $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) บริษัท UNIVAR เกรดวิเคราะห์
- โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH) บริษัท RANKEM เกรดวิเคราะห์
- สารละลายเอทานอล (Ethanol, $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$) บริษัท CARLO ERBA REAGENT
- สารละลาย 3-คลอโร-2-ไฮดรอกซีโพรพิลไตรเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (3-Chloro-2-hydroxypropyl trimethylammonium chloride, CHTAC) บริษัท ALDRIH CHEMISTRY

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องปั่นกวน บริษัท IKA C-MAG HS7 รุ่น RCTB
2. เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH-meter) บริษัท DKK-TOA COOPERATION รุ่น HM-20P
3. เครื่องชั่งอย่างละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง บริษัท DENVER INSTRUMENT รุ่น TC-254
4. ตู้อบสาร บริษัท FISHER SCIENTIFIC รุ่น ISOTEMP
5. เครื่องเหวี่ยงตกตะกอนสาร (Centrifuge) บริษัท HETTICH ZENTRIFUGEN รุ่น UNIVERSAL 320
6. เครื่องอัลตราโซนิค บริษัท FISHER SCIENTIFIC รุ่น ULTRA SONIC (20 KHz and 500 W)
7. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer, XRD) บริษัท BRUKER AG รุ่น D8 ADVANCE
8. เครื่องวัดการคายรังสีเอ็กซ์ (X-ray fluorescence spectrometer, XRF) บริษัท BRUKER AG รุ่น SRS3400

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

9. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)
บริษัท JEOL รุ่น JSM 5600 LV

3.3 วิธีการทดลอง

ในงานวิจัยนี้ ได้สังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่มีขนาดอนุภาคเล็กระดับนาโนเมตร โดยมีปัจจัยศึกษาดังนี้

1. วิธีการทำปฏิกิริยา ได้แก่ วิธีไฮโดรเทอร์มัลและวิธีอัลตราโซนิก
2. ชนิดสารอินทรีย์ประจุบวก 2 ชนิด ได้แก่ พอลิไดอัลดีมิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (Polydiallyldimethylammonium chloride, PDDA) และ 3-คลอโร-2-ไฮดรอกซีโพรพิลไตรเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (3-Chloro-2-hydroxypropyl trimethylammonium chloride, CHTAC)
3. ค่า pH ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยามี 4 ค่า ได้แก่ pH 8, pH 8.5, pH 9.5 และ pH 10

3.3.1 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปพาไทต์ (HAp) โดยปราศจากสารอินทรีย์ประจุบวก

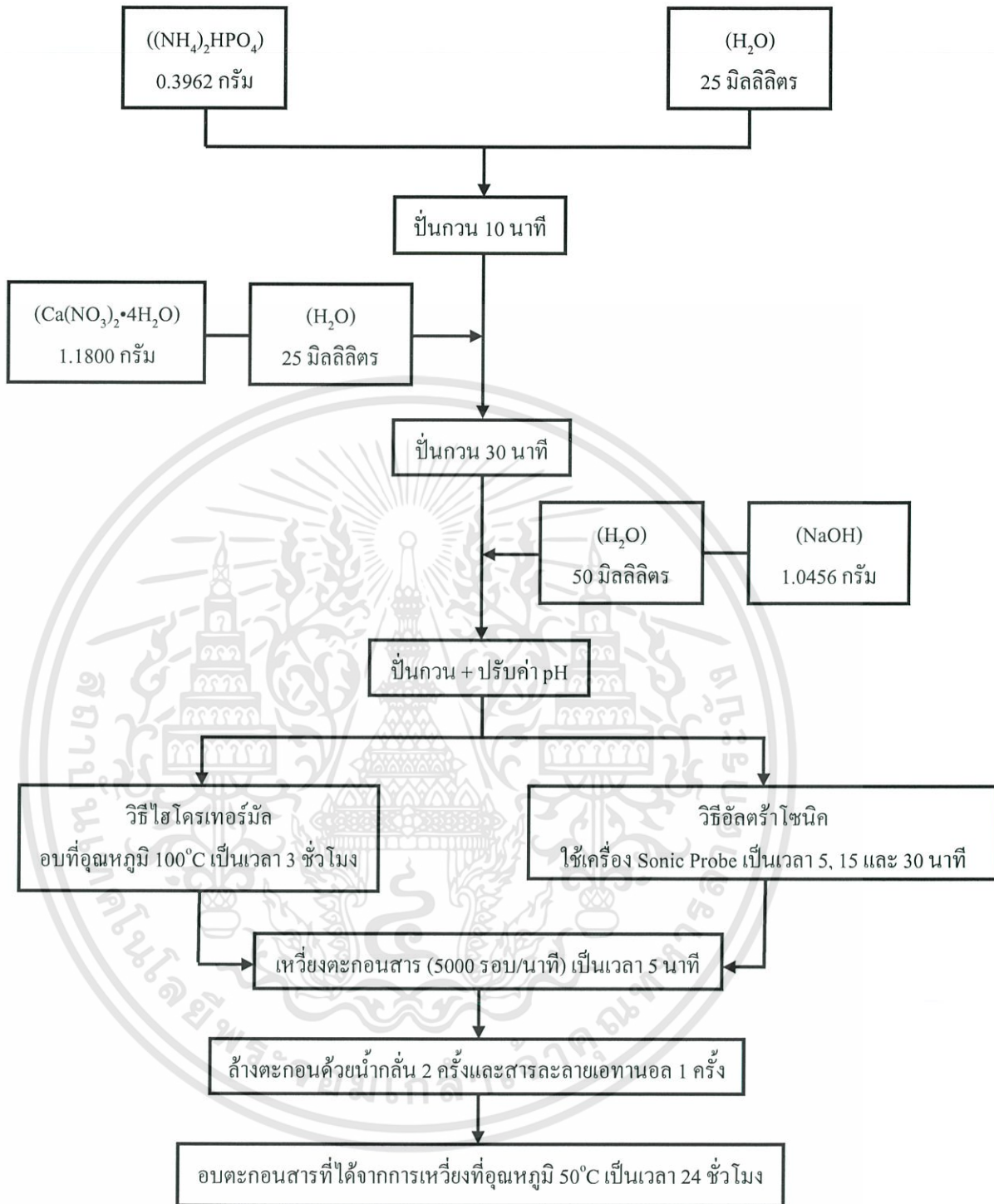
1. ชั่งไคแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) 0.3962 กรัม (ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร ละลายในน้ำ 25 มิลลิลิตร พร้อมปั่นกวนเป็นเวลา 10 นาที
2. ชั่งแคลเซียมไนเตรทเตตระไฮเดรต ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 1.1800 กรัม (ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร ละลายในน้ำ 25 มิลลิลิตร
3. จากนั้นนำสารละลายแคลเซียมไนเตรทเตตระไฮเดรตที่เตรียมไว้ทำการเทใส่ลงในกรวยแยก ค่อยๆ หยดสารลงไปในสารละลายไคแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟตที่ปั่นกวนทิ้งไว้ เมื่อสารละลายในกรวยแยกทำการหยดจนหมด จากนั้นทำการปั่นกวนทิ้งไว้เป็นเวลา 30 นาที
4. ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 1.0456 กรัม (ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร ละลายในน้ำ 50 มิลลิลิตร
5. นำสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมไว้ไปทำการค่อยๆ หยดสารลงไปในสารละลายไคแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต ที่ปั่นกวนทิ้งไว้ เพื่อทำการปรับค่า pH ของสารละลาย (ให้มีค่า pH 8, pH 8.5, pH 9.5 และ pH 10) ทำการบันทึกปริมาตรสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้
6. เมื่อปรับค่า pH จนสารละลายมีค่า pH 8, pH 8.5, pH 9.5 และ pH 10 จากนั้นนำสารละลายที่เตรียมได้ไปทำปฏิกิริยาด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลหรือวิธีอัลตราโซนิก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- วิธีไฮโครเทอร์มัล นำสารละลายเทใส่ลงในขวดทนความร้อน แล้วนำเข้าตู้อบสารเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 100°C
 - วิธีอัลตราโซนิค นำสารละลายไปทำการทดลองโดยใช้เครื่องอัลตราโซนิค (Sonic Probe) เป็นเวลา 5, 15 และ 30 นาที
7. นำตะกอนที่เกิดขึ้นไปทำการแยกด้วยเครื่องเหวี่ยงตกตะกอนสาร (Centrifuge) เป็นเวลา 5 นาที (5000 รอบ/นาที) เมื่อเหวี่ยงตะกอนสารจนเสร็จ ทำการล้างตะกอนสารด้วยน้ำกลั่น 2 ครั้ง และครั้งสุดท้ายล้างตะกอนสารด้วยสารละลายเอทานอล ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$) 1 ครั้ง
 8. เมื่อทำการเหวี่ยงตะกอนสารจนเสร็จสิ้น นำตะกอนสารที่ได้จากการเหวี่ยงมาเข้าสู่อบสารเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 50°C



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.1 แผนงานการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาइटโดยปราศจากสารอินทรีย์ระจุบวม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.2 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาไทต์ (HAp) โดยใช้พอลิไดอัลลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (Polydiallyldimethylammonium chloride, PDDA)

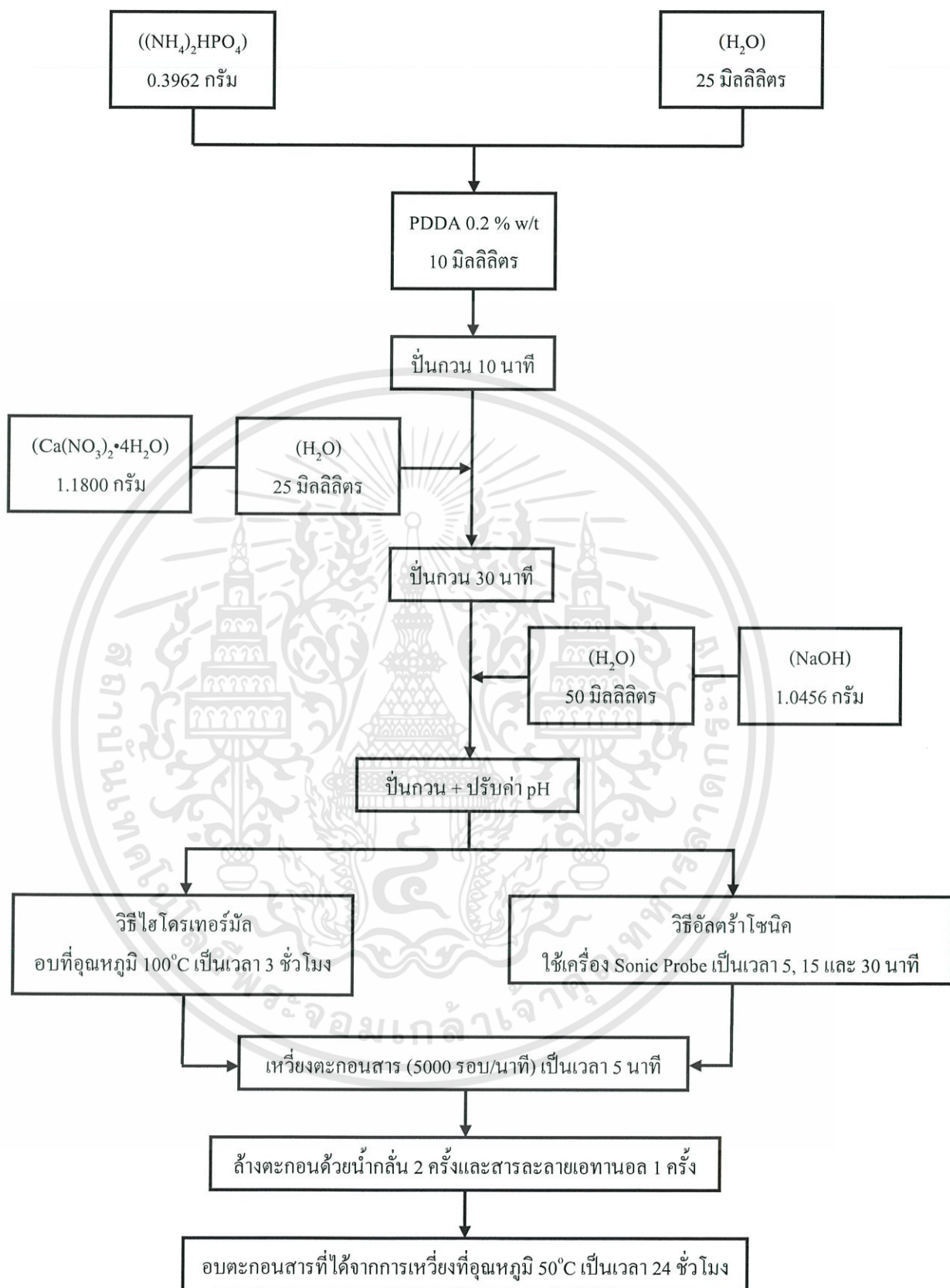
1. ชั่งไคแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) 0.3962 กรัม (ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร ละลายในน้ำ 25 มิลลิลิตร
2. เตรียมพอลิไดอัลลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (PDDA) ความเข้มข้น 0.2% w/t จาก PDDA ความเข้มข้น 20% w/t โดยการปีเปตสารละลายมา 1 มิลลิลิตร ใส่ในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น
3. นำปีเปตมาปีเปตสารละลายพอลิไดอัลลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (PDDA) ความเข้มข้น 0.2% w/t มา 10 มิลลิลิตร ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร จากนั้นนำบีกเกอร์ที่มีสารละลายไคแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟตที่เตรียมไว้มาผสมลงไป พร้อมปั่นกวนเป็นเวลา 10 นาที
4. ชั่งแคลเซียมไนเตรทเตตระไฮเดรต ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 1.1800 กรัม (ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร ละลายในน้ำ 25 มิลลิลิตร
5. จากนั้นนำสารละลายแคลเซียมไนเตรทเตตระไฮเดรตที่เตรียมไว้ทำการเทใส่ลงในกรวยแยกค่อยๆ หยดสารลงไปในสารละลาย PDDA ที่ปั่นกวนทิ้งไว้ เมื่อสารละลายในกรวยแยกทำการหยดจนหมด จากนั้นทำการปั่นกวนทิ้งไว้เป็นเวลา 30 นาที
6. ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 1.0456 กรัม (ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร ละลายในน้ำ 50 มิลลิลิตร
7. นำสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมไว้ไปทำการค่อยๆ หยดสารลงไปในสารละลาย PDDA ที่ปั่นกวนทิ้งไว้ เพื่อทำการปรับค่า pH ของสารละลาย (ให้มีค่า pH 8, pH 8.5, pH 9.5 และ pH 10) ทำการบันทึกปริมาตรสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้
8. เมื่อปรับค่า pH จนสารละลายมีค่า pH 8, pH 8.5, pH 9.5 และ pH 10 จากนั้นนำสารละลายที่เตรียมได้ไปทำปฏิกิริยาดังวิธีไฮโดรเทอร์มัลหรือวิธีอัลตราโซนิค
 - วิธีไฮโดรเทอร์มัล นำสารละลายเทใส่ลงในขวดทนความร้อน แล้วนำเข้าตู้อบสารเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 100°C
 - วิธีอัลตราโซนิค นำสารละลายไปทำการทดลองโดยใช้เครื่องอัลตราโซนิค (Sonic Probe) เป็นเวลา 5, 15 และ 30 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

9. นำตะกอนที่เกิดขึ้นไปทำการแยกด้วยเครื่องเหวี่ยงตกตะกอนสาร (Centrifuge) เป็นเวลา 5 นาที (5000 รอบ/นาที) เมื่อเหวี่ยงตะกอนสารจนเสร็จ ทำการล้างตะกอนสารด้วยน้ำกลั่น 2 ครั้ง และครั้งสุดท้ายล้างตะกอนสารด้วยสารละลายเอทานอล ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$) 1 ครั้ง
10. เมื่อทำการเหวี่ยงตะกอนสารจนเสร็จสิ้น นำตะกอนสารที่ได้จากการเหวี่ยงมาเข้าสู่อบสาร เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 50°C



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.2 แผนงานการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาไทต์โดยใช้
(Polydiallyldimethylammonium chloride, PDPA)

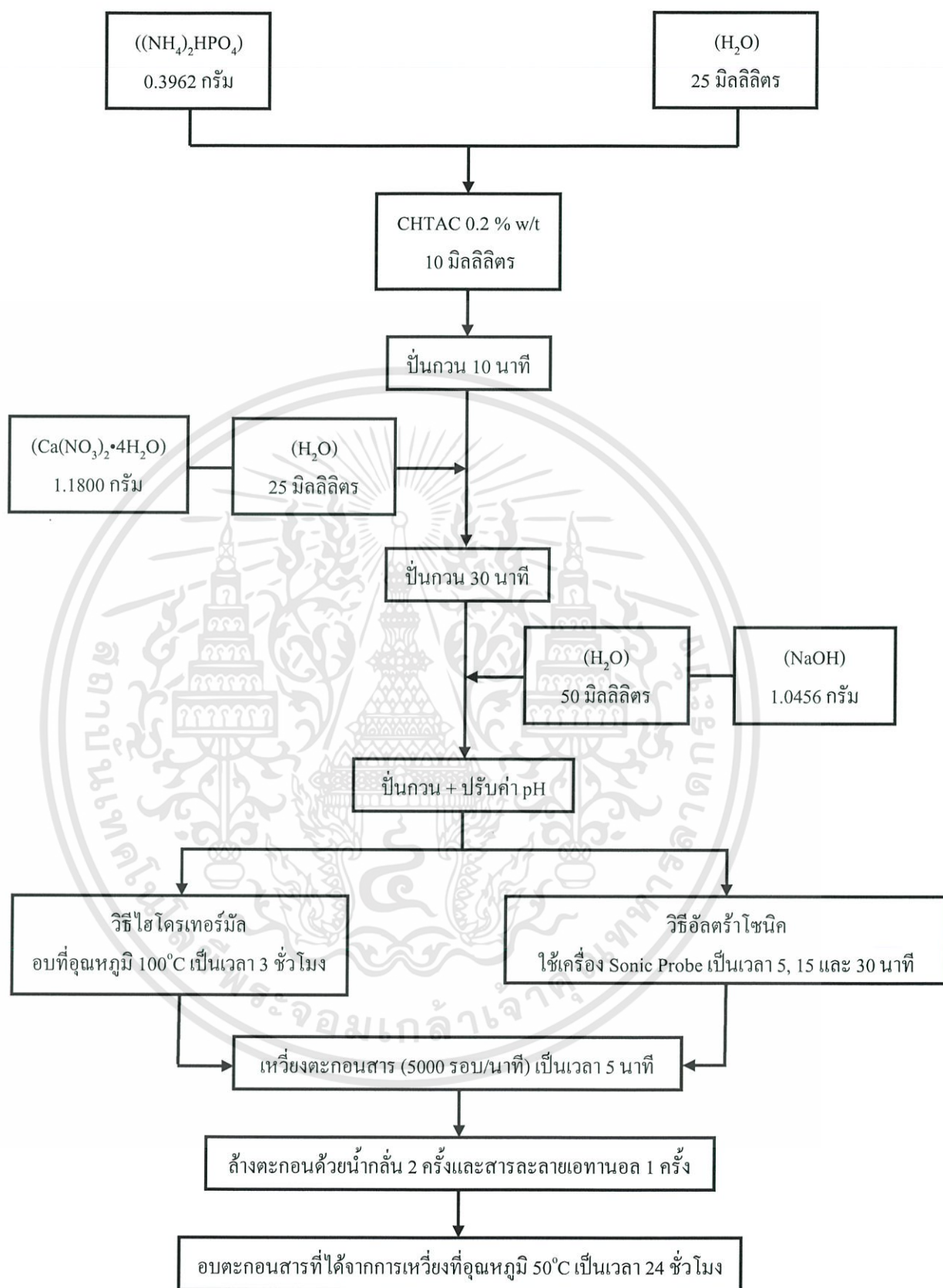
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.3 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาทิต (HAp) โดยใช้สารละลาย 3-คลอโร-2-ไฮดรอกซีโพรพิล ไตรเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (3-Chloro-2-hydroxypropyl trimethylammonium chloride, CHTAC)

1. ชั่งไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) 0.3962 กรัม (ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร ละลายในน้ำ 25 มิลลิลิตร
2. เตรียมสารละลาย 3-คลอโร-2-ไฮดรอกซีโพรพิล ไตรเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (CHTAC) ความเข้มข้น 0.2% w/t จาก CHTAC ความเข้มข้น 60% w/t โดยการเปิดสารละลายมา 0.25 มิลลิลิตร ใส่ในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น
3. นำปิเปตมาปิเปตสารละลาย 3-คลอโร-2-ไฮดรอกซีโพรพิล ไตรเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (CHTAC) ความเข้มข้น 0.2% w/t มา 10 มิลลิลิตร ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร จากนั้นนำบีกเกอร์ที่มีสารละลายไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟตที่เตรียมไว้มาผสมลงไป พร้อมปั่นกวนเป็นเวลา 10 นาที
4. ชั่งแคลเซียมไนเตรทเตตระไฮเดรต ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 1.1800 กรัม (ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร ละลายในน้ำ 25 มิลลิลิตร
5. จากนั้นนำสารละลายแคลเซียมไนเตรทเตตระไฮเดรตที่เตรียมไว้ทำการเทใส่ลงในกรวยแยกค่อยๆ หยดสารลงไปนในสารละลาย CHTAC ที่ปั่นกวนทิ้งไว้ เมื่อสารละลายในกรวยแยกทำการหยดจนหมด จากนั้นทำการปั่นกวนทิ้งไว้เป็นเวลา 30 นาที
6. ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 1.0456 กรัม (ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร ละลายในน้ำ 50 มิลลิลิตร
7. นำสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมไว้ไปทำการค่อยๆ หยดสารลงไปนในสารละลาย CHTAC ที่ปั่นกวนทิ้งไว้ เพื่อทำการปรับค่า pH ของสารละลาย (ให้มีค่า pH 8, pH 8.5, pH 9.5 และ pH 10) ทำการบันทึกปริมาตรสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้
8. เมื่อปรับค่า pH จนสารละลายมีค่า pH 8, pH 8.5, pH 9.5 และ pH 10 จากนั้นนำสารละลายที่เตรียมได้ไปทำปฏิกิริยาดังวิธีไฮโดรเทอร์มัลหรือวิธีอัลตราโซนิก
 - วิธีไฮโดรเทอร์มัล นำสารละลายเทใส่ลงในขวดทนความร้อน แล้วนำเข้าตู้อบสารเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 100°C

- วิธีอัลตราโซนิก นำสารละลายไปทำการทดลองโดยใช้เครื่องอัลตราโซนิก (Sonic Probe) เป็นเวลา 5, 15 และ 30 นาที
9. นำตะกอนที่เกิดขึ้นไปทำการแยกด้วยเครื่องเหวี่ยงตกตะกอนสาร (Centrifuge) เป็นเวลา 5 นาที (5000 รอบ/นาที) เมื่อเหวี่ยงตะกอนสารจนเสร็จ ทำการล้างตะกอนสารด้วยน้ำกลั่น 2 ครั้ง และครั้งสุดท้ายล้างตะกอนสารด้วยสารละลายเอทานอล ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) 1 ครั้ง
 10. เมื่อทำการเหวี่ยงตะกอนสารจนเสร็จสิ้น นำตะกอนสารที่ได้จากการเหวี่ยงมาเข้าสู่อบสาร เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 50°C





รูปที่ 3.3 แผนงานการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาโทโดยใช้

(3-Chloro-2-hydroxypropyl trimethylammonium chloride, CHTAC)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4 การพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคต่างๆ

3.4.1 วัฏภาคที่เป็นผลึกของสารที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค XRD

นำสารที่สังเคราะห์ได้มาตรวจวิเคราะห์เพื่อศึกษาการเปลี่ยนวัฏภาคที่เป็นผลึก โดยใช้เทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffraction, XRD) การวิเคราะห์ทำได้โดยการนำเอาผงของตัวอย่างมาบดละเอียดแล้วใส่ในภาชนะใส่ตัวอย่างซึ่งทำมาจากพอลิเมทิลเมทาอะไครเลต (PMMA) ทำการตรวจวิเคราะห์สารที่เตรียมได้ โดยใช้เครื่อง XRD โดยมีทองแดง (Cu) เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์

ความยาวคลื่น : $4000 \text{ cm}^{-1} - 400 \text{ cm}^{-1}$

การเตรียมตัวอย่าง : ของแข็งอัดผสมกับ KBr ของเหลวหนืดละลายด้วยคลอโรฟอร์ม แล้วทาบน KBr Plate ทิ้งให้คลอโรฟอร์มระเหยจนหมด

3.4.2 ลักษณะวิทยาของอนุภาคไฮดรอกซีแอปาทิตด้วย SEM

การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) ของอนุภาคไฮดรอกซีแอปาทิตที่สังเคราะห์ได้ โดยการนำเอาอนุภาคไฮดรอกซีแอปาทิตไปกระจายตัวในน้ำ แล้วทำการหยดลงบนเทปคาร์บอนและเคลือบผิวด้วยทอง

3.4.3 องค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค XRF

นำสารที่สังเคราะห์มาตรวจวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี โดยใช้เทคนิคเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray fluorescence, XRF)

การเตรียมตัวอย่าง

ซึ่งสารตัวอย่างประมาณ 0.5 กรัม บดผสมรวมกับกรดบอริกประมาณ 4.5 กรัม โดยใช้เครื่องบดผสม (Rock Labs) แล้วนำไปอัดขึ้นรูปในภาชนะลูมิเนียมสำหรับใส่สารตัวอย่างเพื่อทำการตรวจวิเคราะห์โดยใช้เครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF) รุ่น SRS3400 บริษัท BRUKER AG

บทที่ 4

ผลการทดลองและการอภิปราย

ในโครงการพิเศษนี้ได้ทำการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทิต จากสารตั้งต้นแคลเซียม-ไฮดรอกซีเตตระไฮดรอกซีกับไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟตในสถานะที่เป็นเบส โดยทำการควบคุม pH ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ในช่วง pH 8 ถึง 10 ซึ่งสันนิษฐานว่ากลไกการเกิดไฮดรอกซีเอปาทิตในสถานะดังกล่าวมีกลไกการทำปฏิกิริยาแสดงในสมการดังต่อไปนี้



ในสมการที่ 4.1 เมื่อนำแคลเซียมไฮดรอกซีเตตระไฮดรอกซีกับไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟตมาผสมกันจะเกิดปฏิกิริยาไฮเดรชันได้เป็นไดแคลเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตไดไฮเดรต ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; DCPD) เมื่อ DCPD ได้รับพลังงานจากการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลหรืออัลตราโซนิคจะทำให้เกิดปฏิกิริยาดีไฮเดรชันแตกตัวเป็นแคลเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (CaHPO_4 ; DCPA) ดังแสดงในสมการที่ 4.2 และเมื่อ DCPA อยู่ในสถานะเบสจะทำให้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสได้ผลิตภัณฑ์เป็นไฮดรอกซีเอปาทิต ดังสมการที่ 4.3

4.1 การสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล

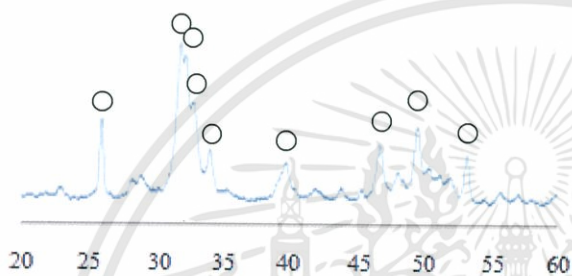
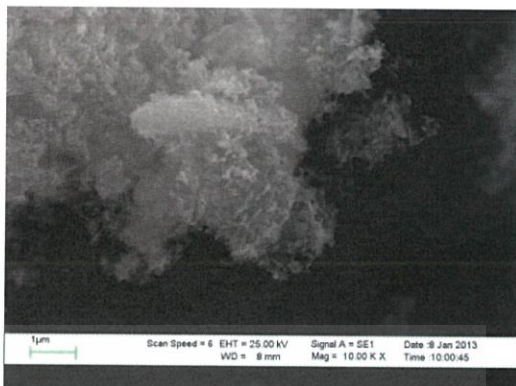
4.1.1 การสังเคราะห์โดยไม่เติมสารอินทรีย์ประจุบวก

เมื่อนำสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ที่ pH 8.5 และ 10 โดยไม่เติมสารอินทรีย์ประจุบวก เมื่อนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ได้แผนภาพการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ดังแสดงในรูปที่ 4.1

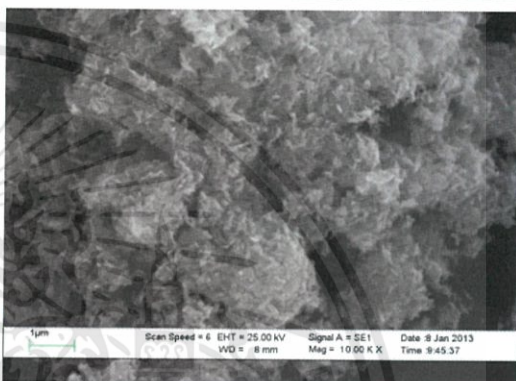
○ HAp



(ข) pH10



(ก) pH8.5



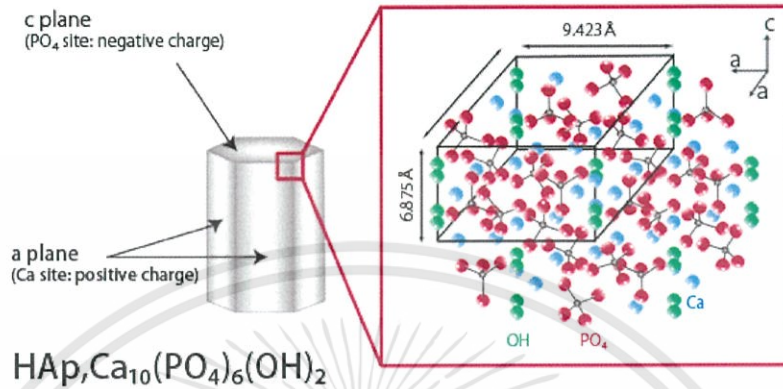
รูปที่ 4.1 แผนภาพเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์และภาพถ่าย SEM ของสารที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลโดยไม่เติมสารอินทรีย์ประจุบวก (ก) pH 8.5 และ (ข) pH 10

จากรูปที่ 4.1 (ก) และ (ข) พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งที่ pH 8.5 และ 10 มีพีกของวัฏภาคผลึกที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 25.8, 31.7, 32.2, 32.9, 46.7, 49.5 องศา ซึ่งพีกดังกล่าวที่สอดคล้องกับพีกของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ตามฐานข้อมูล PDF No. 9-432 ทำให้สามารถยืนยันได้ว่าสารที่สังเคราะห์ได้ด้วยสถานะนี้เป็นไฮดรอกซีแอปพาไทต์โดยสมบูรณ์ เนื่องจากไม่พบวัฏภาคผลึกชนิดอื่นเจือปนอยู่

อย่างไรก็ตามจากการปรับค่าจาก pH 8.5 เป็น pH 10 จะพบว่าพีกที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 32.90 องศา มีความเข้มของพีกสูงขึ้น ซึ่งพีกตำแหน่งดังกล่าวเป็นพีกของระนาบ 300 ของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ ซึ่งแสดงถึงการเติบโตของผลึกไฮดรอกซีแอปพาไทต์ในแนวแกน a จากผลดังกล่าวสันนิษฐานได้ว่าเมื่อ pH เพิ่มขึ้น ปริมาณไฮดรอกไซด์ไอออนในระบบจะเพิ่มสูงขึ้น ซึ่งไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) จากสารละลายจะไปจับกับแคลเซียมไอออน (Ca^{2+}) ที่อยู่บนหน้าด้าน a ของหน่วยเซลล์ไฮดรอกซีแอปพาไทต์ (ดังแสดงในรูปที่ 4.2) ได้เร่งการเติบโตของการเติบโตของผลึกไฮดรอกซีแอปพาไทต์ในแนว a ได้มากขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

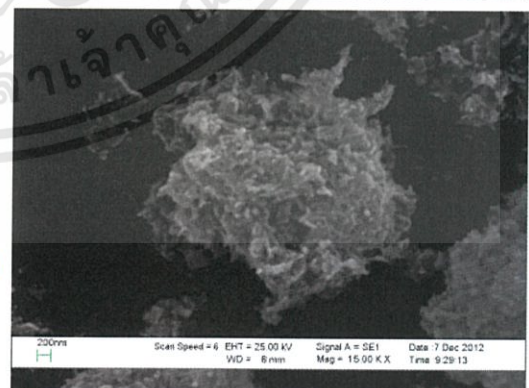
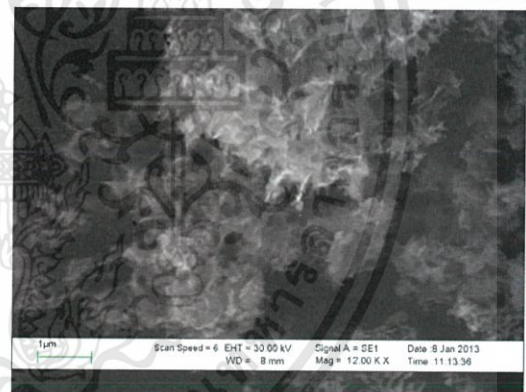
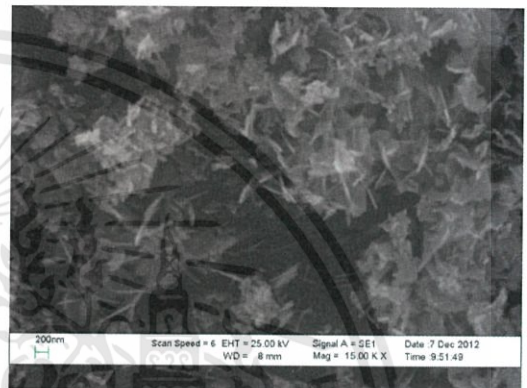
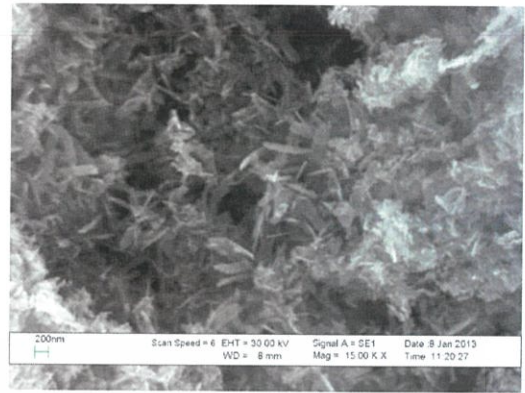
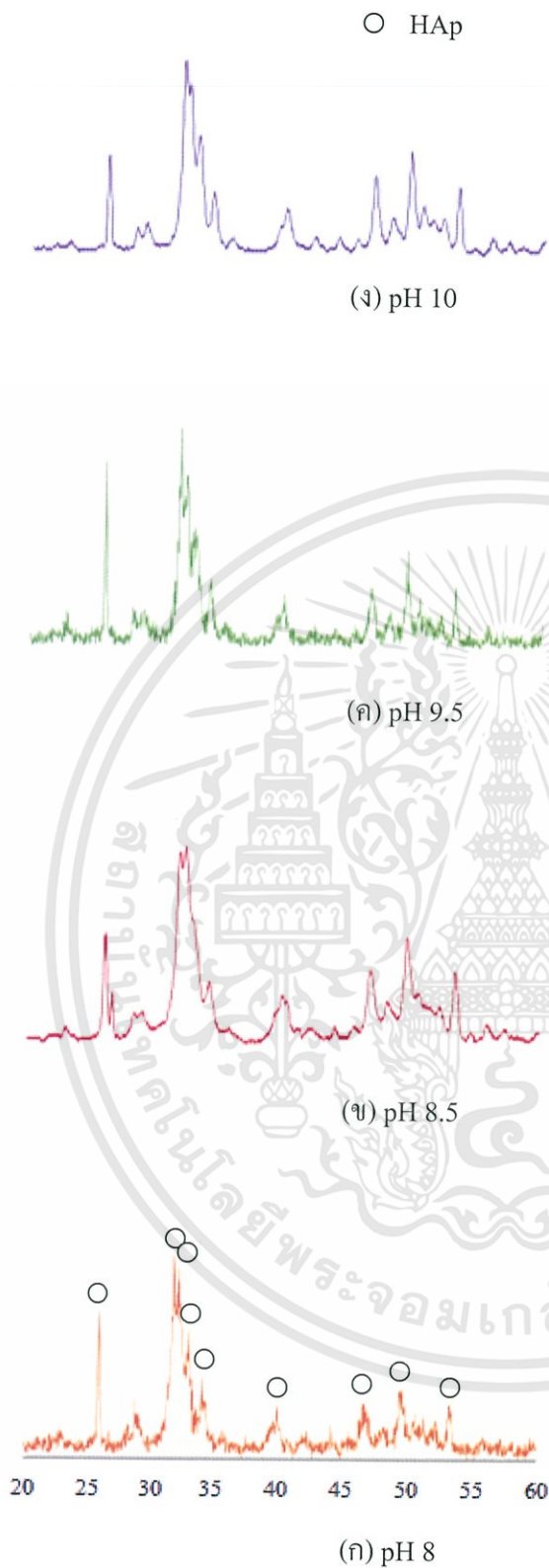
จากภาพถ่าย SEM ในรูปที่ 4.1 (ก) และ (ข) แสดงถึงลักษณะของไฮดรอกซีแอพาไทต์ที่สังเคราะห์ได้จะเห็นว่า ผลิตภัณฑ์ของไฮดรอกซีแอพาไทต์ที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นกลุ่มก้อนของอนุภาคขนาดเล็กระดับนาโน แต่ไม่สามารถเห็นรูปร่างของผลึกเดี่ยวๆ ที่ชัดเจนได้



รูปที่ 4.2 หน่วยเซลล์ของไฮดรอกซีแอพาไทต์ [27]

4.1.2 การสังเคราะห์โดยเติมสารอินทรีย์ประจุบวกชนิด PDDA

เมื่อนำสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ไฮดรอกซีแอพาไทต์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ที่ pH 8, 8.5, 9.5 และ 10 โดยเติมสารอินทรีย์ประจุบวกชนิด PDDA เมื่อนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ได้แผนภาพการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ดังแสดงในรูปที่ 4.3



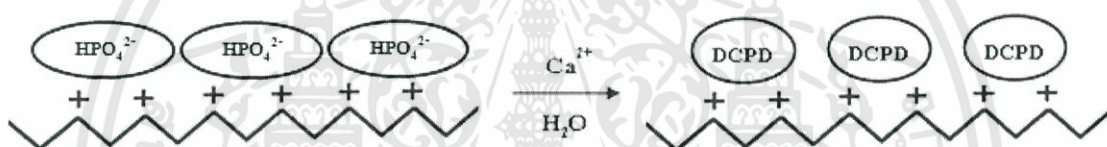
รูปที่ 4.3 แผนภาพเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์และภาพถ่าย SEM ของสารที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล โดยเติมสารอินทรีย์ประจุบวกชนิด PDDA ที่ pH ต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แผนภาพ XRD รูปที่ 4.3 พบว่าฟีกของวัฏภาคผลึกของสารที่สังเคราะห์ได้ จากวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่มีการเติม PDDA และปรับ pH ของระบบในช่วง pH 8 - 10 เป็นฟีกเอกลักษณ์ของไฮดรอกซีเอปาทิตที่สอดคล้องกับฐานข้อมูล PDF No. 9-432 ทุกตำแหน่ง

จากผลการทดลอง สันนิษฐานว่ากลไกการก่อผลึกและการเติบโตของผลึกไฮดรอกซีเอปาทิตในระบบที่มีการเติม PDDA เริ่มต้นจากไอออนลบ HPO_4^{2-} จากสารตั้งต้นไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟตเกิดอันตรกิริยากับประจุบวกบนสายโซ่ PDDA ซึ่งละลายอยู่ในสารละลาย เมื่อเติมแคลเซียมไนเตรทเตตระไฮเดรตลงในสารละลายผสม ไอออน Ca^{2+} จะไปก่อพันธะกับ HPO_4^{2-} ก่อให้เกิดเป็นนิวคลีโอ (nuclei) ของ DCPD ดังแสดงในสมการที่ 4.1 เมื่อ DCPD เกิดปฏิกิริยาต่อเนื่องกลายเป็น DCPA และ HAp ภายในระบบไฮโดรเทอร์มัล ดังกล่าวข้างต้น

นอกจากนี้ เนื่องจากจำนวนประจุบวกบนสายโซ่ PDDA มีอยู่ทุกๆ หน่วยซ้ำของสายโซ่ ทำให้จุดที่ก่อผลึกไฮดรอกซีเอปาทิตมีจำนวนมากและอยู่ใกล้กัน ผลึกจึงมีขนาดเล็กและสามารถรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน แผนภาพแสดงกลไกการก่อตัวของ DCPD นิวคลีโอ ดังแสดงในรูปที่ 4.4



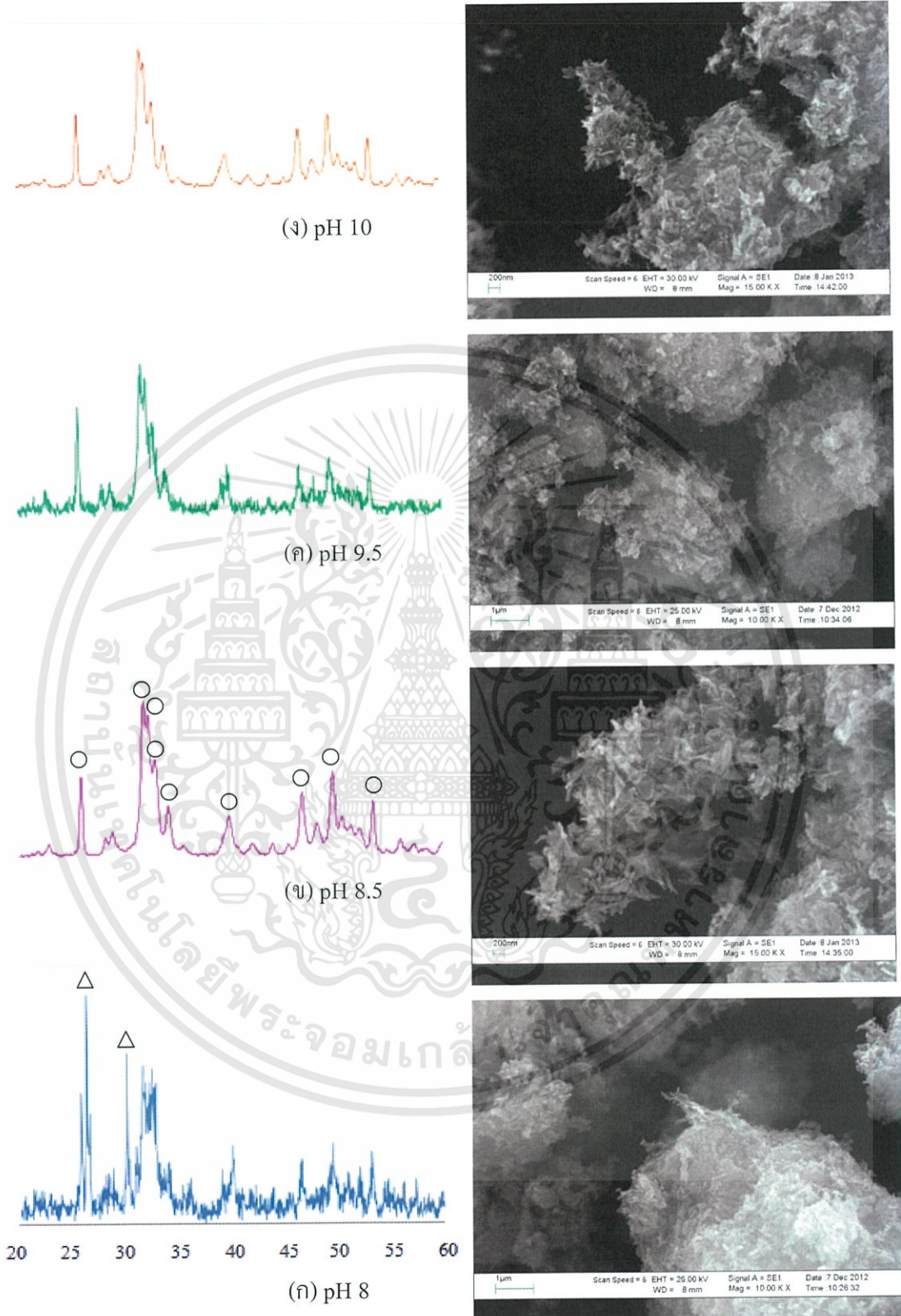
รูปที่ 4.4 แผนภาพแสดงกลไกการก่อตัวของ DCPD นิวคลีโอเมื่อมีการเติม PDDA

เมื่อพิจารณาภาพ SEM ในรูปที่ 4.3 พบว่าที่ pH 8 ผลึกที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นผลึกขนาดเล็กระดับนาโนเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่ แต่ไม่สามารถเห็นรูปร่างที่ชัดเจนได้ เมื่อ pH เพิ่มขึ้นเป็น 8.5, 9.5 และ 10 พบว่าผลึกที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นแท่งและค่อยๆ โตขึ้นตามลำดับ

4.1.3 การสังเคราะห์โดยเติมสารอินทรีย์ประจุบวกชนิด CHTAC

เมื่อนำสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทิตด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 100°C ที่ pH 8, 8.5, 9.5 และ 10 โดยเติมสารอินทรีย์ประจุบวกชนิด CHTAC เมื่อนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ (XRD) ได้แผนภาพการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ดังแสดงในรูปที่ 4.5

○ HAp, △ Monetite (CaHPO_4)



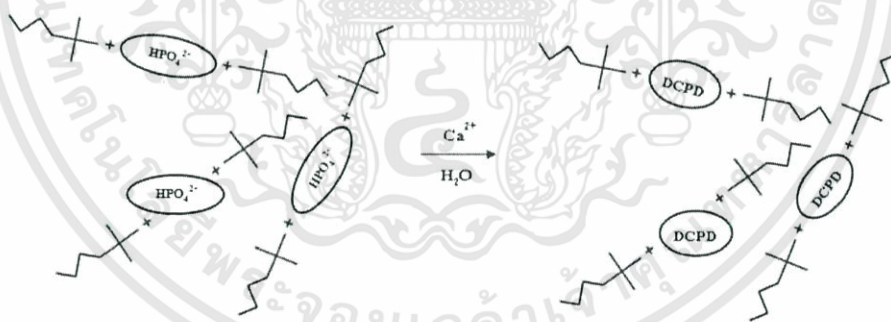
รูปที่ 4.5 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์และภาพถ่าย SEM ของสารที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล โดยเติมสารอินทรีย์ประจุบวกชนิด CHTAC ที่ pH ต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากแผนภาพ XRD ในรูปที่ 4.5 พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้ที่ pH 8 เกิดเป็นไฮดรอกซีเอปาทาइटที่ไม่สมบูรณ์ เนื่องจากมีวัฏภาคผลึกของ DCPA ชนิด monetite ผสมอยู่ ซึ่งผลึก DCPA ที่เกิดขึ้นเป็นสารผลึกภัณฑ์ที่เกิดจากปฏิกิริยาไฮเดรชันของ DCPD ดังแสดงในสมการที่ 4.2 ซึ่งผลึก DCPA นี้สามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสกลายเป็นไฮดรอกซีเอปาทาइटได้ดังสมการที่ 4.3

เมื่อพิจารณาภาพ SEM ในรูปที่ 4.4 พบว่าที่ pH 8 ผลึกที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นผลึกขนาดเล็กระดับนาโนเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่ แต่ไม่สามารถเห็นรูปร่างที่ชัดเจนได้ เมื่อ pH เพิ่มขึ้นช่วง 8.5 และ 10 พบว่าผลึกมีลักษณะเป็นแบบแท่งที่ชัดเจนขึ้น ยกเว้น pH 9.5 ที่มีรูปร่างผลึกไม่เป็นไปตามแนวโน้มดังกล่าวข้างต้น ซึ่งสันนิษฐานว่าอาจเกิดจากความผิดพลาดของการเก็บตัวอย่างสารที่สังเคราะห์ได้

จากผลการทดลอง สันนิษฐานว่ากลไกการก่อผลึกและการเติบโตของผลึกไฮดรอกซีเอปาทาइटในระบบที่มีการเติม CHTAC นั้นเริ่มต้นจากไอออนลบ HPO_4^{2-} จากสารตั้งต้นไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟตเกิดอันตรกิริยากับประจุบวกของ CHTAC ซึ่งละลายอยู่ในสารละลาย เมื่อเติมแคลเซียมไนเตรทเตตระไฮเดรตลงในสารละลายผสม ไอออน Ca^{2+} จะไปก่อพันธะกับ HPO_4^{2-} ก่อให้เกิดเป็นนิวคลีโอ (nuclei) ของ DCPD ดังแสดงในรูปที่ 4.6 อย่างไรก็ตาม โมเลกุล CHTAC มีความเกาะกะสูง ทำให้ DCPD ที่เกิดขึ้นเติบโตอยู่ห่างกัน เมื่อเกิดปฏิกิริยาต่อเนื่องกลายเป็น DCPA และ HAp ภายในระบบไฮดรเทอร์มัล ผลึกที่ได้จึงมีขนาดเล็กและมีลักษณะเป็นแท่ง ดังกล่าวข้างต้น



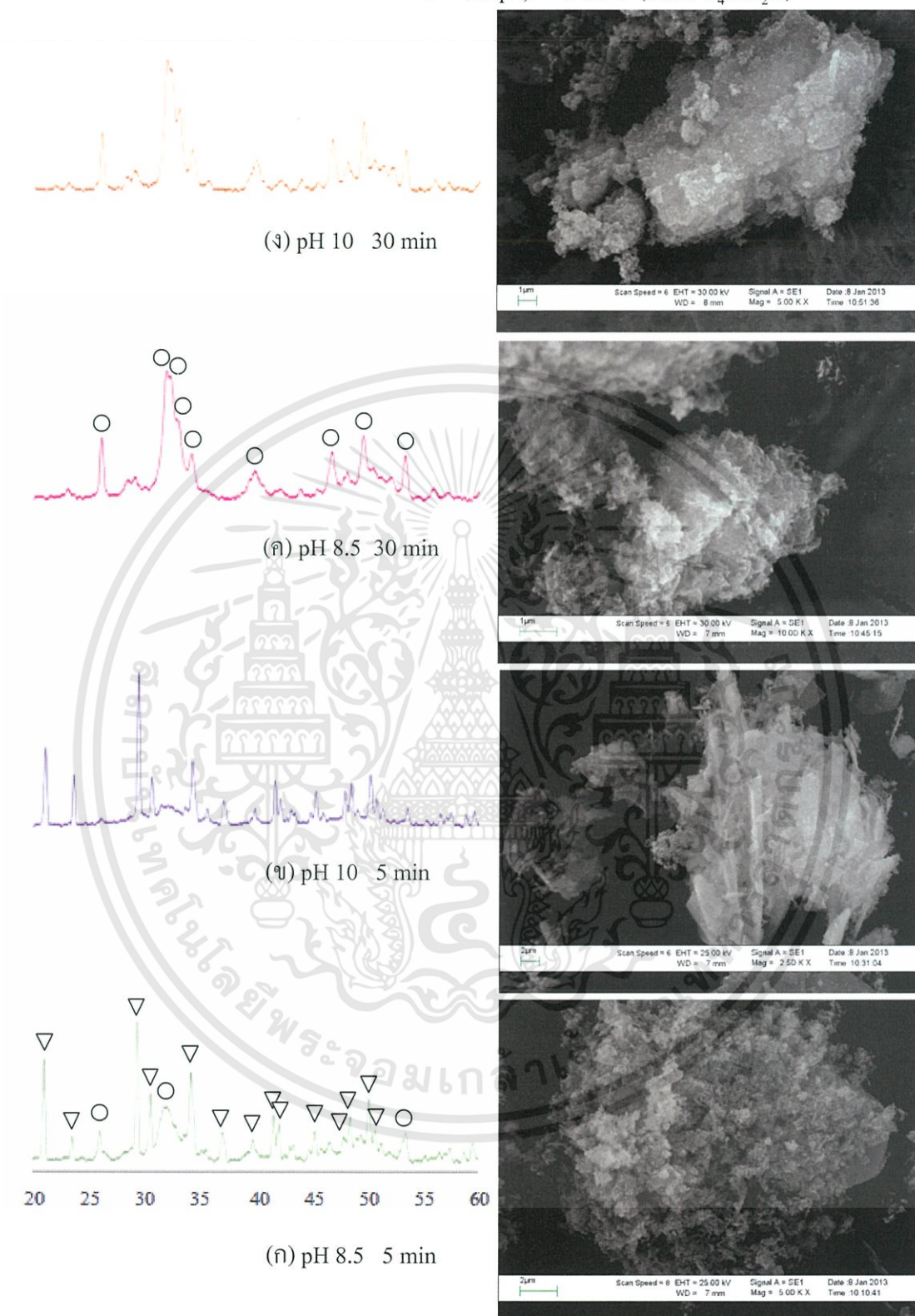
รูปที่ 4.6 แผนภาพแสดงกลไกการก่อตัวของ DCPD นิวคลีโอเมื่อมีการเติม CHTAC

4.2 การสังเคราะห์ด้วยวิธีอัลตราโซนิก

4.2.1 การสังเคราะห์โดยไม่เติมสารอินทรีย์ประจุบวก

เมื่อนำสารผลึกภัณฑ์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีอัลตราโซนิกเป็นเวลา 5 และ 30 นาที ที่ pH 8.5 และ 10 โดยไม่เติมสารอินทรีย์ประจุบวก เมื่อไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ได้แผนภาพการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ดังแสดงในรูปที่ 4.7

○ HAp, ▽ DCPD ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)



รูปที่ 4.7 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์และภาพถ่าย SEM ของสารที่สังเคราะห์ด้วยวิธีอัลตรา-โซนิค โดยไม่เติมสารอินทรีย์ประจุบวกที่ (ก) pH 8.5 และ (ข) 10

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

พิจารณารูปที่ 4.7 เมื่อสังเคราะห์สารด้วยวิธีอัลตราโซนิกโดยใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 5 นาที พบว่าทั้งระบบที่ใช้ pH เป็น 8.5 และ 10 มีวัฏภาคหลักเป็น DCPD เกิดร่วมกับวัฏภาค HAp แสดงให้เห็นว่าเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยายังไม่มากพอให้เกิดเป็นไฮดรอกซีแอปาไทต์ที่สมบูรณ์

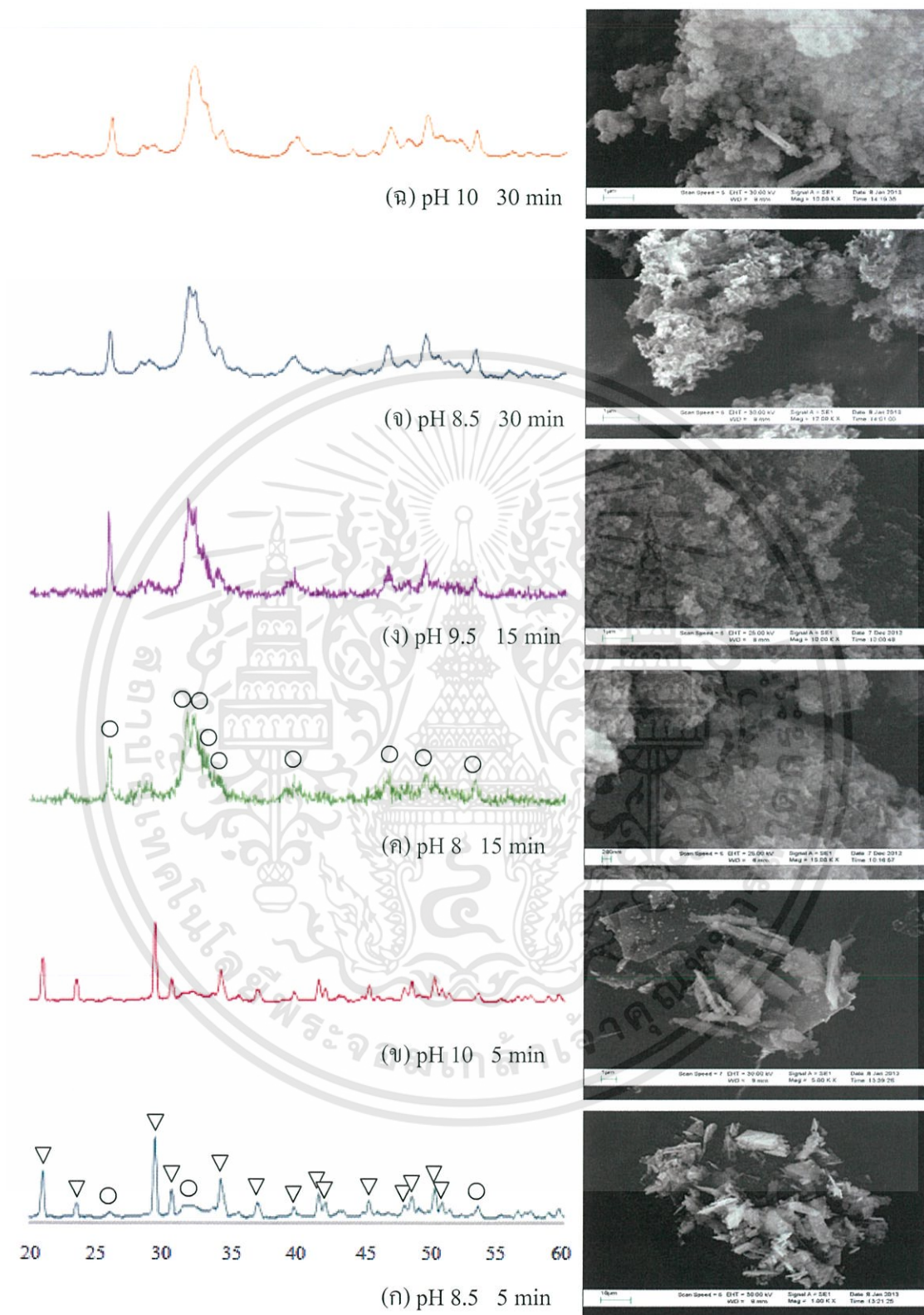
เมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาภายใต้สภาวะอัลตราโซนิกเป็น 30 นาที พบว่าทั้ง pH 8.5 และ 10 มีวัฏภาคหลักเป็นไฮดรอกซีแอปาไทต์ แสดงให้เห็นว่าสามารถเกิดเป็นไฮดรอกซีแอปาไทต์ที่สมบูรณ์ทั้ง 2 สภาวะ

เมื่อพิจารณาภาพ SEM ในรูปที่ 4.7 พบว่าที่ 5 นาที ทั้ง pH 8.5 และ 10 ผลึกของ HAp ที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นแผ่นสามารถมองเห็นได้ชัดเจน แต่เมื่อเวลาเพิ่มขึ้นเป็น 30 นาที แรงสั่นที่รุนแรงของอัลตราโซนิกจะทำให้ผลึกของไฮดรอกซีแอปาไทต์แตก จึงมีขนาดเล็กและมีรูปร่างไม่ชัดเจน

4.2.2 การสังเคราะห์โดยเติมสารอินทรีย์ประจุบวกชนิด PDDA

เมื่อนำสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีอัลตราโซนิก เป็นเวลา 5, 15 และ 30 นาที ที่ pH 8.5 และ 10 โดยเติมสารอินทรีย์ประจุบวกชนิด PDDA เมื่อนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ (XRD) ได้แผนภาพการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ดังแสดงในรูปที่ 4.8

○ HAp , ▽ DCPD ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)



รูปที่ 4.8 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์และภาพถ่าย SEM ของสารที่สังเคราะห์ด้วยวิธีอัลตรา-โซนิค โดยเติมสารอินทรีย์ประจุบวกชนิด PDDA ที่ pH ต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

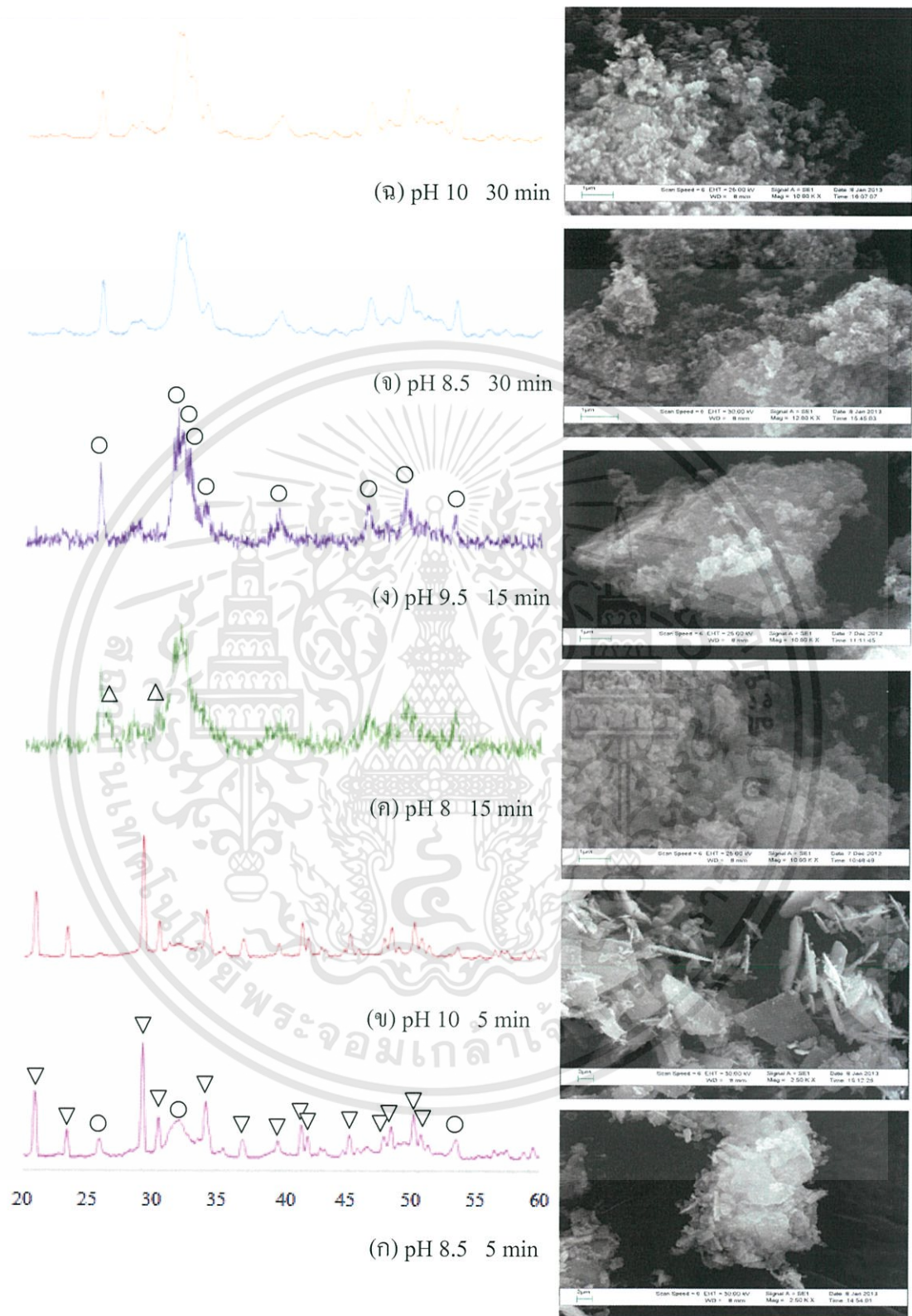
พิจารณารูปที่ 4.8 เมื่อสังเคราะห์สารด้วยวิธีอัลตราโซนิกโดยใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 5 นาที พบว่าทั้งระบบที่ใช้ pH เป็น 8.5 และ 10 มีวัฏภาคหลักเป็น DCPD แสดงให้เห็นว่าเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยายังไม่มากพอให้เกิดเป็นไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่สมบูรณ์ แต่เมื่อเพิ่มเวลาเป็น 15 และ 30 นาที ทุกสถานะพบว่าสามารถเกิดเป็นวัฏภาคไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่สมบูรณ์

เมื่อพิจารณาภาพ SEM ในรูปที่ 4.8 พบว่าที่ 5 นาที ทั้ง pH 8.5 และ 10 ผลึกของ HAP ที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นแผ่นสามารถมองเห็นได้ชัดเจน แต่เมื่อเวลาเพิ่มขึ้นเป็น 15 และ 30 นาที พบว่าผลึกของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดเล็กและรูปร่างไม่ชัดเจน เนื่องจากแรงสั่นที่รุนแรงของอัลตราโซนิกจะทำให้ผลึกแตก ถึงแม้จะเติมสาร PDPA ลงไปก็ไม่สามารถควบคุมรูปร่างของผลึกได้

4.2.3 การสังเคราะห์โดยเติมสารอินทรีย์ประจุบวกชนิด CHTAC

เมื่อนำสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีอัลตราโซนิก เป็นเวลา 5, 15 และ 30 นาที ที่ pH 8.5 และ 10 โดยเติมสารอินทรีย์ประจุบวกชนิด CHTAC เมื่อนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ (XRD) ได้แผนภาพการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ดังแสดงในรูปที่ 4.9

○ HAp, Δ monetite (CaHPO_4), ∇ DCPD ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)



รูปที่ 4.9 แผนภาพการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์และภาพถ่าย SEM ของสารที่สังเคราะห์ด้วยวิธีอัลตรา-โซนิค โดยเติมสารอินทรีย์ประจุบวกชนิด CHTAC ที่ pH ต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่วารณิต่างสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

พิจารณารูปที่ 4.9 พบว่าสารที่สังเคราะห์ด้วยวิธีอัลตราโซนิกเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 5 นาที ทั้งระบบที่ใช้ pH เป็น 8.5 และ 10 มีวัฏภาคหลักเป็น DCPD แสดงให้เห็นว่าเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยายังไม่มากพอให้เกิดเป็นไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่สมบูรณ์

เมื่อเพิ่มเวลาเป็น 15 นาที ที่ pH 8 พบว่าเกิดวัฏภาครอบกวนของ DCPA ชนิด monetite แต่ที่ pH 9.5 และเมื่อเพิ่มเวลาเป็น 30 นาทีที่ทุกสภาวะ พบว่าสามารถเกิดเป็นไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่สมบูรณ์ สันนิษฐานว่าการเติมสาร CHTAC ซึ่งมีความเกาะของโมเลกุลสูงจะต้องใช้เวลามากพอและความเป็นเบสที่เหมาะสมจึงจะเกิดเป็นไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่สมบูรณ์

เมื่อพิจารณาภาพ SEM ในรูปที่ 4.9 พบว่าที่ 5 นาที ทั้ง pH 8.5 และ 10 ผลึกของ HAp ที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นแผ่นสามารถมองเห็นได้ชัดเจน แต่เมื่อเวลาเพิ่มขึ้นเป็น 15 และ 30 นาที ทุกสภาวะพบว่าผลึกของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดเล็กเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่และมีรูปร่างไม่ชัดเจน เนื่องจากแรงสั่นที่รุนแรงของอัลตราโซนิกจะทำให้ผลึกแตกถึงแม้จะเติมสาร CHTAC ลงไปก็ไม่สามารถควบคุมรูปร่างของผลึกได้

4.3 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่สังเคราะห์ได้

ไฮดรอกซีแอปพาไทต์มีองค์ประกอบหลักคือ แคลเซียมและฟอสฟอรัส โดยมีอัตราส่วนโมลทางทฤษฎีของแคลเซียมต่อฟอสฟอรัส (Ca:P) เท่ากับ 1.67 และเมื่อนำตัวอย่างที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลและอัลตราโซนิกเป็นเวลา 5 และ 30 นาที ที่ pH 8.5 ทั้งที่เติมและไม่เติมสารอินทรีย์ประจุบวกไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการคายรังสีเอ็กซ์ (XRF) พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีอัตราส่วนโมล 0.79 - 1.24 ดังแสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 อัตราส่วน โมลระหว่างแคลเซียมต่อฟอสฟอรัสของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่สังเคราะห์ได้

สาร	องค์ประกอบทางเคมี (% โดยน้ำหนัก)						อัตราส่วน โมล Ca:P
	MgO	P ₂ O ₅	SO ₃	Cl	CaO	Fe ₂ O ₃	
1. สังเคราะห์ HAp ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล โดยไม่เติมสารอินทรีย์ประจุบวก ที่ pH 8.5	-	56.14	1.95	-	41.47	0.44	0.93
2. สังเคราะห์ HAp ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล โดยเติม PDDA ที่ pH 8.5	1.53	47.50	2.72	-	46.48	1.75	1.24

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.1(ต่อ)

3. สังเคราะห์ HAp ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล โดยเติม PDDA ที่ pH 10	-	49.64	1.99	-	47.57	0.79	1.21
4. สังเคราะห์ HAp ด้วยวิธีอัลตราโซนิค 5 นาที โดยเติม PDDA ที่ pH 8.5	-	54.46	2.78	2.95	38.57	1.23	0.70
5. สังเคราะห์ HAp ด้วยวิธีอัลตราโซนิค 30 นาที โดยเติม PDDA ที่ pH 8.5	-	53.01	2.01	-	43.98	1.01	1.05

จากตารางที่ 4.1 พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีอัตราส่วนโมลระหว่างแคลเซียมต่อฟอสเฟตประมาณ 1.2 ซึ่งมีค่าน้อยกว่าค่าทางทฤษฎี สันนิษฐานว่าเป็นผลเนื่องมาจากมีวัฏภาคผลึกของแคลเซียมฟอสเฟตชนิดอื่นเจือปนอยู่

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

- ไฮดรอกซีเอปาทาइटสามารถสังเคราะห์ได้ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลและอัลตราโซนิกทั้งในสถานะที่เต็มและไม่เต็มสารอินทรีย์ประจุบวก เมื่อในระบบมีสถานะความเป็นเบสที่สูงมากพอและเวลาที่เหมาะสม โดยวิธีอัลตราโซนิกสามารถสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาइटได้โดยใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาน้อยกว่าวิธีไฮโดรเทอร์มัล วิธีไฮโดรเทอร์มัลสามารถควบคุมรูปร่างผลึกไฮดรอกซีเอปาทาइटที่เกิดขึ้นได้โดยการใส่สารอินทรีย์ประจุบวก แต่วิธีอัลตราโซนิกไม่สามารถทำได้ เนื่องจากแรงสั่นที่รุนแรงทำให้ผลึกแตกถึงแม้จะเต็มสารอินทรีย์ประจุบวกก็ไม่สามารถควบคุมรูปร่างของผลึกได้

- ผลของสถานะที่ใช้ต่อการก่อผลึกของไฮดรอกซีเอปาทาइटในระบบไฮโดรเทอร์มัลมีดังนี้

ก. ไม่เต็มสารอินทรีย์ประจุบวก พบว่าการใช้ค่า pH ในช่วง 8.5 ถึง 10 สามารถทำให้เกิดผลึกไฮดรอกซีเอปาทาइटที่สมบูรณ์ได้

ข. เมื่อมีการเติม PDDA พบว่าการใช้ค่า pH ในช่วง 8 ถึง 10 สามารถทำให้เกิดผลึกไฮดรอกซีเอปาทาइटที่สมบูรณ์ได้ โดยผลึกไฮดรอกซีเอปาทาइटที่ได้จะมีรูปร่างเป็นแท่งชัดเจนมากขึ้นเมื่อในระบบมีค่า pH เพิ่มขึ้น

ค. เมื่อมีการเติม CHTAC พบว่าการใช้ค่า pH ในช่วง 8.5 ถึง 10 สามารถทำให้เกิดผลึกไฮดรอกซีเอปาทาइटที่สมบูรณ์ได้ แต่ผลึกที่ได้ส่วนใหญ่จะยังมีรูปร่างที่ไม่แน่นอน

- การใช้วิธีอัลตราโซนิกในการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาइट

ก. ไม่เต็มสารอินทรีย์ประจุบวก พบว่าการใช้ค่า pH ในช่วง 8.5 ถึง 10 ที่เวลา 30 นาที สามารถทำให้เกิดผลึกไฮดรอกซีเอปาทาइटที่สมบูรณ์ได้

ข. เมื่อมีการเติม PDDA พบว่าการใช้ค่า pH ในช่วง 8 ถึง 10 ที่เวลา 5 นาที ผลึกที่สังเคราะห์ยังเกิดเป็นไฮดรอกซีเอปาทาइटที่ไม่สมบูรณ์ แต่เมื่อเวลาเพิ่มขึ้นเป็น 15 และ 30 นาที สามารถทำให้เกิดผลึกไฮดรอกซีเอปาทาइटที่สมบูรณ์มากขึ้น

ค. เมื่อมีการเติม CHTAC พบว่าการใช้ค่า pH ในช่วง 8.5 ถึง 10 ที่เวลา 5 นาที ผลึกที่สังเคราะห์ยังเกิดเป็นไฮดรอกซีเอปาทาइटที่ไม่สมบูรณ์ แต่เมื่อเวลาเพิ่มขึ้นเป็น 15 และ 30 นาที สามารถทำให้เกิดผลึกไฮดรอกซีเอปาทาइटที่สมบูรณ์ได้

- ผลของสารอินทรีย์ประจุบวก

PDDA สามารถควบคุมรูปร่างการก่อผลึกของไฮดรอกซีเอปาทาइटได้ดีกว่า CHTAC เนื่องจากโครงสร้างของ PDDA มีความกะกะนั้นน้อยกว่า CHTAC และจำนวนประจุบวกบน

สายโซ่ PDDA มีอยู่ทุกๆหน่วยซ้ำของสายโซ่ทำให้จุดที่ก่อผลึกไฮดรอกซีเอปาทิตต์มีจำนวนมาก และอยู่ใกล้กัน จึงสามารถควบคุมรูปร่างผลึกให้มีอนุภาคขนาดเล็กในระดับนาโนได้

ข้อเสนอแนะ

1. ควรปรับลำดับขั้นตอนการเติมสารอินทรีย์ประจุบวกในระบบ เพื่อควบคุมรูปร่างของผลึกไฮดรอกซีเอปาทิตต์ให้มีความชัดเจนมากยิ่งขึ้น
2. การสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทิตต์ด้วยวิธีอัลตราโซนิคโดยการเติมสารอินทรีย์ประจุบวก ไม่มีผลต่อรูปร่างของผลึกที่เกิดขึ้น
3. ควรปรับเปลี่ยนความเข้มข้นของสารตั้งต้นให้มีค่าลดน้อยลง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

1. [Online].Available : www.mtec.or.th/index.php?option=com_content&task=view&id=109 &Itemid=176
2. Yamashita, K. and Kanasawa, T. 1989. In Inorganic Phosphate. Tokyo:Elsevier.
3. [Online].Available : www.foodnetworksolution.com/vocab/word/535/ultrasonic-อัลตราโซนิคส์.
4. ยูวันดา เอี่ยมเผ่าจีน.2554. การตรึงอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์บนผ้าฝ้ายโดยใช้พอลิไทริน-ซัลโฟนิคแอซิดพอลิอิลิกโทไรไลต์.งานวิจัย.สาขาเทคโนโลยีพอลิเมอร์.คณะวิทยาศาสตร์.สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
5. Aoki, H.1994.Medical Application of Hydroxyapatite. Tokyo:Ishiyaky Euro America Inc.
6. LeGeros, R.Z. and LeGeros, J.P. 1993. An introduction to bioceramics.Singapore:World Scientific Publishing Co,pp. : 140-145.
7. [Online].Available : www.health-pic.com/calcium_hydroxyapatite-crystal-deposition/.
8. [Online].Available : www.material.chula.ac.th/RADIO44/december/radio12-4.htm
9. Suslick, K.S. (1989). The Chemical Effects of Ultrasound. SCIENTIFIC AMERICAN, 80 - 86.
10. [Online].Available : www.organic-chemistry.org/topics/sonochemistry.shtm
11. Hench, L.L and Wilson, J. 1993. An Introduction to bioceramics. Singapore:World Scientific Publishing Co.Pte,Ltd.
- 12.Rathje, w.1963.Zur Kenntnis de Phosphate. I.Uber Hydroxyapatite. In:Inorganic Synthesis vol.7,pp.63-65. Kleinberg, I.,eds.USA:McGrew-Hill.
- 13.Somiya, S.,Loku, K and Yoshimura, M. 1988. Hydrothermail Synthesis and Characterization of Fine Apatite Crystals. Ceramic Developments.(34-36) : 371-378.
- 14.[Online].Available : www.gpo.or.th/rdi/html/ultrasound.html
- 15.[Online].Available : [webcache.googleusercontent.com/search?q=cache:wJ6lR934dJEJ:203.158.253.140/Research/Research-Thesis \(Hydrothermal+Synthesis\)](http://webcache.googleusercontent.com/search?q=cache:wJ6lR934dJEJ:203.158.253.140/Research/Research-Thesis (Hydrothermal+Synthesis))
- 16.Hayek, E. and Newesely, H. 1963. Pentacalcium Monohydroxyorthophosphate. In:Inorganic Synthesis Vol.7,Kleinberg,J,eds.USA:Mcgraw-Hill Book Company Inc.pp. 63-65.
- 17.Rembaum , A..and Selegn. 1975. E. Polyelectrolytes and Their Applications. D.Reidel Publishing,Boston,

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

18. Conen Stuart, A. 1988. Polyelectrolyte adsorption. *Journal de Physique France* (49) : 1001-1008.
19. Stuart, M., Flier, J., Lyklema, J., Norde, W. and Scheutjens, M. 1991. Adsorption of ion polyelectrolytes and protein. *Advances in colloid and interface science* (34) : 477-535.
20. T. Cosgrove, A. and Vincent, B. 1993. *Polymers at Interfaces*. Chapman & Hall, London
21. Fathi, M.H. and Hanifi, A. 2007. Evaluation and characterization of nanostructure hydroxyapatite powder prepared by simple sol-gel method. *Materials Letters*. (61) : 3978-3983
22. Zou, Z., Lin, K., Chen, L. and Chang, J. 2011. Ultrafast synthesis and characterization of carbonated hydroxyapatite nanopowders via sonochemistry-assisted microwave process. *Ultrasonics Sonochemistry*. (19) : 1174-1179
23. Xiao, X., Liu, R., Liu, F., Zheng, X. and Zhu, D. 2010. Effect of poly(sodium 4-styrene-sulfonate) on the crystal growth of hydroxyapatite prepared by hydrothermal method. *Materials Chemistry and Physics*. (120) : 603-607
24. Salimi, M.N., Bridson, R.H., Grover, L.M. and Leeke, G.A. 2012. Effect of processing conditions on the formation of hydroxyapatite nanoparticles. *Powder Technology*. (218) : 109-118
25. นิษณา เนตรสวาสดี, ภาณิชา สุขประเสริฐ และสุทธาชีนี จันทหาร. 2547. การสังเคราะห์วัสดุประกอบร่วมระหว่างไฮดรอกซีเอปาทิตเคลือบเซรามิกและพอลิเอทิลีนอะซิเตด. โครงการงานพิเศษ. สาขาเคมีอุตสาหกรรม. คณะวิทยาศาสตร์. สถาบันเทคโนโลยีพระเจ้านครินทร์-ลาดกระบัง.
26. Benerjee, A., Bandyopadhyay, A. and Bose, S. 2007. Hydroxyapatite nanopowders: Synthesis, densification and cell-materials interaction. *Materials Science and Engineering*. (27) : 729-735
27. [Online]. Available : www.sofsera.co.jp/english/tech1_e.html



ภาคผนวก ก
รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์จากฐานข้อมูล PDF/JCPDS
(Power Diffraction File)/
(Joint Committee Power Diffraction Standard)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pattern : 9-432

Radiation = 1.540600

Quality : Indexed

Ca₅(PO₄)₃(OH)

Hydroxylapatite, syn / Calcium Phosphate Hydroxide

Lattice : Hexagonal

Mol. weight = 502.32

S.G. : P63/m (176)

Volume [CD] = 528.80

a = 9.41800

Dx = 3.155

Dm = 3.080

c = 6.88400

Z = 2

COLOR : Green, bluish green, yellow-green, grayish green, violet, violet-blue, violet, colorless, light greenish white, gray, brown, pinkish red, pinkish-red, blue

GENERAL COMMENTS : I/I are peak values from a pattern which shows slight broadening of prism reflections.

SAMPLE SOURCE OR LOCALITY : Sample obtained following the procedure indicated by Hodge et al., Ind. Eng. Chem. Anal. Ed., 10 156 (1938).

GENERAL COMMENTS : Validated by calculated data 24-33.

ADDITIONAL PATTERN : To replace 34-10.

OPTICAL DATA : B=1.651, C=1.644, Sign=-

ADDITIONAL PATTERN : See ICSD 22059, 22060, 24240, 26204, 26205 and 34457 (PDF 73-293, 73-294, 73-1731, 74-565, 74-566 and 76-694).

CAS: 1306-06-5

*ICDD Grant-in-Aid, primary reference :

2 θ	<i>l</i>	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>j</i>
10.820	12	1	0	0
16.842	6	1	0	1
18.785	4	1	1	0
21.820	10	2	0	0
22.902	10	1	1	1
25.354	2	2	0	1
25.879	40	0	0	2
28.127	12	1	0	2
28.967	18	2	1	0
31.774	100	2	1	1
32.197	60	1	1	2
32.902	60	3	0	0
34.049	25	2	0	2
35.481	6	3	0	1
39.205	8	2	1	2
39.819	20	3	1	0
40.453	2	2	2	1
42.030	10	3	1	1
42.319	4	3	0	2
43.805	8	1	1	3
44.370	2	4	0	0
45.306	6	2	0	3
46.713	30	2	2	2
48.104	16	3	1	2
48.624	6	3	2	0
49.469	40	2	1	3
50.494	20	3	2	1
51.285	12	4	1	0
52.102	16	4	0	2
53.145	20	0	0	1
54.442	4	1	0	4
55.881	10	3	2	2
57.129	8	3	1	3
58.075	4	5	0	1
59.940	6	4	2	0
60.459	6	3	3	1
61.662	10	2	1	4
63.013	12	5	0	2
63.444	4	5	1	0
64.080	13	3	0	4
64.080	13	3	2	3
65.033	9	5	1	1
66.388	4	4	2	2
66.388	4	4	1	3
69.701	3	5	1	2
71.653	5	4	3	1
*71.653	5	4	0	4
72.288	4	5	2	0
*72.288	4	2	0	5
73.997	7	4	2	3
75.025	3	3	2	4
*75.025	3	6	0	2
75.586	9	2	1	5
76.156	1	4	3	2
77.177	11	5	1	3
78.230	9	5	2	2

รูปที่ ก-1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของไฮดรอกซีแอปพาไทต์จากข้อมูล PDF

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

09-0077		Wavelength= 1.54056									
CaPO ₃ (OH) 2830		2 θ	Int	h	k	l	2 θ	Int	h	k	l
Calcium Phosphate Hydroxide Hydrate		11.680	100	0	2	0	50.107	20	2	4	1
		17.978	2	1	1	1	50.703	10	0	6	2
		20.934	100	0	2	1	51.283	4	0	8	1
Brushite, syn		23.390	8	0	4	0	52.292	2	3	3	0
Rad.: CuK α	λ : 1.54056	23.707	<1	1	3	0					
Filter:		24.502	2	1	3	1					
d-sp:	Guinier 114.6	29.257	75	0	4	1					
Cut off:	Int:	30.505	50	2	2	1					
1/ICor.:		31.305	10	1	1	2					
Ref: de Wolff, P., Technisch Physische Dienst, Delft, The Netherlands, ICDD Grant in Aid		31.971	2	2	0	0					
		33.536	4	1	5	0					
Sys.: Monoclinic		33.823	1	1	3	1					
S.G.: Cc (9)		34.155	50	2	2	0					
a: 6.363	b: 15.19	34.425	30	2	0	2					
c: 5.815	A: 0.4169	35.107	4	0	0	2					
C: 0.3828		35.422	2	0	6	0					
α :	β : 118.5	35.597	1	1	3	2					
γ :	Z: 4	36.899	14	2	4	1					
mp:		37.104	16	0	2	2					
Ref: Ibid.		39.709	4	0	6	1					
		40.003	2	2	4	0					
Dx: 2.314	Dm: 2.306	41.543	20	1	5	1					
	SS/FOM F ₃₀ = 68(.0119 .37)	42.029	16	2	4	2					
		42.611	2	0	4	2					
ea: 1.539	η : 1.545	43.037	6	1	5	2					
er: 1.551	Sigma: + 2V: 87°	43.384	10	3	1	1					
Ref: Balc, Bonner, Hodge, Ind. Eng. Chcm., Anal. Ed., 17, 491 (1945)		44.785	4	1	7	0					
		45.281	10	1	7	1					
		45.886	6	1	1	2					
		46.711	2	3	3	1					
		47.860	2	0	8	0					
		48.157	4	1	1	3					
		48.430	14	2	6	0					
		48.985	8	2	2	3					
		49.070	<1	1	3	2					
Color: Colorless, light yellow											
Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., II 704. Beevers, Acta Crystallogr., 11 273-277 (1958) reports: a=5.812, b=15.80, c=6.239, β =116.25, S.G.=I2/a'; a=6.359, b=15.180, c=5.182, β =118.31, S.G.=C2/c' in the setting used here. Gypsum Group, Class Member. C.D. Cell: a=6.244, b=15.190, c=5.815, β =116.42, a/b=0.4111, c/b=0.3828, S.G.=Ia(9), PSC: mC52. Plus additional reflections. Optical data reference: Bale, Bonner, Hodge, Ind. Eng. Chem., Anal. Ed., 17, 491 (1945). Structural reference: Bale, Bonner, Hodge, Ind. Eng. Chem., Anal. Ed., 17, 491 (1945). Mwt: 172.09. Volume[CD]: 493.93.											

ICDD 2001 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.2

รูปที่ ก-2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ DCPD จากข้อมูล JCPDS

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

09-0080		Wavelength: 1.54056								
CaPO ₃ (OH)	2 θ	Int	h	k	l	2 θ	Int	h	k	l
Calcium Hydroxide Phosphate	13.125	14	0	1	0	40.339	10	1	1	2
	16.311	4	1	0	0	40.681	4	1	3	2
	17.760	4	0	1	1	41.010	12	0	0	3
Monetite, syn	19.801	2	0	1	1	41.206	4	3	2	1
Rad: CuK α λ : 1.54056 Filter: d-sp: Guinier 114.6	20.258	4	1	0	1	41.784	12	0	1	3
	20.785	4	1	2	0	42.214	6	2	4	0
Cut off: 50.0 Int: 1/4cor:	22.038	4	1	0	1	42.674	8	3	3	1
	24.032	4	1	2	1	42.930	4	1	2	1
Ref: de Wolff, P., Technisch Physische Dienst, Delft, The Netherlands, ICDD Grant in Aid. (1957)	25.576	14	1	2	1	43.275	6	1	1	3
	26.426	70	0	2	0	43.692	4	2	3	2
	26.586	75	2	2	0	44.553	6	1	3	2
Sys: Triclinic S.G.: P1 (2)	26.749	16	2	1	0	44.996	2	1	2	3
a: 6.906 b: 6.577 c: 6.634 A: 0.8052 C: 0.7735	26.997	10	0	0	2	45.401	6	1	2	2
α : 93.99 β : 91.50 γ : 127.6 Z : 4 mp:	28.493	20	1	1	1	45.642	6	3	4	0
Ref: MacLennan, Beevers, Acta Crystallogr., 8, 579 (1955)	28.775	6	0	1	2	46.308	2	2	1	1
	29.899	2	2	2	1	46.890	2	1	1	3
	30.188	100	1	1	2	47.436	16	3	2	2
	30.409	35	1	0	2	48.238	2	3	4	1
Dx: 2.921 Dm: 2.900 SS/POM: F ₃₀ = 26(0.036, 45)	30.677	4	2	1	1	48.678	6	2	1	2
	31.015	8	0	2	1	49.211	20	3	2	2
ca: 1.50 η : 1.61 ϵ : 1.63 Sign: + 2V: 60(15)°	31.170	4	1	1	1	49.640	4	3	1	2
Ref: Bale, Bonner, Hodge, Ind. Eng. Chem., Anal. Ed., 17, 491 (1945)	31.440	2	0	1	2	50.703	6	1	2	2
	32.375	10	1	3	0	50.915	4	3	0	1
	32.484	20	2	3	0	51.532	2	0	3	2
	32.889	35b	1	0	2	52.068	6	1	1	3
Color: Light yellowish white	34.720	4	2	3	1	52.616	4	1	3	0
Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., II 660. Dehydrated Ca H P O ₄ · 2 H ₂ O. Weillite is the As analogue. C.D. Cell: a=6.906, b=6.998, c=6.634, α =96.38, β =91.50, γ =76.17, a/b=0.9868, c/b=0.9479, S.G.=P-1(2). PSC: ap28. To replace 1-653. See ICSD 31046 (PDF 75-1520); See ICSD 38128 (PDF 77-128); See ICSD 917 (PDF 70-359); See ICSD 918 (PDF 70-360); See ICSD 2745 (PDF 70-1425). Optical data reference: Bale, Bonner, Hodge, Ind. Eng. Chem., Anal. Ed., 17, 491 (1945). Unit cell reference: MacLennan, Beevers, Acta Crystallogr., 8, 579 (1955). Structural reference: Bale, Bonner, Hodge, Ind. Eng. Chem., Anal. Ed., 17, 491 (1945). Mwt: 136.06. Volume[CD]: 309.40.	35.422	4	1	2	2	53.044	20b	3	1	2
	35.906	16b	0	2	2	53.784	2	2	1	2
	36.055	2	1	1	2	54.196	6	2	5	0
	36.758	2	2	0	1	54.440	6	2	3	3
	37.264	2	2	1	2	54.616	6	0	4	1
	38.251	4	2	2	2	55.042	4	4	2	0
	39.045	10	1	2	0	55.585	6	3	0	2
	39.365	2	2	1	2	55.916	6	0	1	4
	40.021	16	0	3	0	56.781	2	1	0	4
	40.189	6	0	2	2	57.205	6	2	5	1

ICDD 2001 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.2

รูปที่ ก-3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ DCPA จากข้อมูล JCPDS

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Printed by Eval on 20-Nov-2012 15:32:20
 Sample :XF56_0006_01_Sample 1
 Sample measured on 20-Nov-2012 14:27:36

Na2O	P2O5	CaO	Compton	Rayleigh	Norm.
0.1 KCps	8.3 KCps	68.5 KCps			
2.32 %	39.7 %	57.9 %	0.92	1.05	100.00 %

ตารางที่ ข-1 อัตราส่วนโมลระหว่าง Ca:P ของHAp ที่สังเคราะห์โดยการเติม PDDA
 ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล ที่ pH 8

Printed by Eval on 07-Dec-2012 14:26:54
 Sample :XF56_0006_01_2 PDDA(O)9.5
 Sample measured on 28-Nov-2012 13:45:00

Na2O	P2O5	SO3	CaO	Fe2O3	CuO	HfO2	Au	Compton	Rayleigh	Norm.
0.1 KCps	3.6 KCps	0.4 KCps	30.7 KCps	2.0 KCps	3.1 KCps	0.9 KCps	0.8 KCps			
4.27 %	36.6 %	1.38 %	55.0 %	0.343 %	0.780 %	0.617 %	0.249 %	0.93	1.06	100.00 %

ตารางที่ ข-2 อัตราส่วนโมลระหว่าง Ca:P ของHAp ที่สังเคราะห์โดยการเติม PDDA
 ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล ที่ pH 9.5

Printed by Eval on 07-Dec-2012 14:28:06
 Sample :XF56_0006_02_3 PDDA(S)9.5
 Sample measured on 28-Nov-2012 14:01:58

P2O5	SO3	CaO	TiO2	Fe2O3	CuO	Pd	Au	Compton	Rayleigh	Norm.
3.3 KCps	0.3 KCps	28.5 KCps	0.2 KCps	1.9 KCps	3.0 KCps	0.3 KCps	0.6 KCps			
38.3 %	1.37 %	57.4 %	0.366 %	0.419 %	0.840 %	0.763 %	0.208 %	0.95	1.07	100.00 %

ตารางที่ ข-3 อัตราส่วนโมลระหว่าง Ca:P ของHAp ที่สังเคราะห์โดยการเติม PDDA
 ด้วยวิธีอัลตราโซนิก เป็นเวลา 15 นาที ที่ pH 9.5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Printed by Eval on 07-Dec-2012 14:28:55
 Sample :XF56_0006_03_4 PDDA(S)8
 Sample measured on 28-Nov-2012 14:18:27

P2O5	SO3	CaO	TiO2	Fe2O3	CuO	Rh	Pd	HfO2	Compton	Rayleigh
3.5 KCps	0.3 KCps	28.9 KCps	0.3 KCps	1.8 KCps	3.3 KCps	0.2 KCps	0.3 KCps	0.8 KCps		
39.0 %	1.24 %	56.3 %	0.390 %	0.328 %	0.880 %	0.477 %	0.761 %	0.631 %	0.93	1.07

Norm.
100.00 %

ตารางที่ ข-4 อัตราส่วน โมลระหว่าง Ca:P ของHAp ที่สังเคราะห์โดยการเติม PDDA
 ด้วยวิธีอัลตราโซนิก เป็นเวลา 15 นาที ที่ pH 8

Printed by Eval on 07-Dec-2012 14:30:30
 Sample :XF56_0006_04_6 C(0)9.5
 Sample measured on 28-Nov-2012 14:34:58

Na2O	P2O5	SO3	CaO	MnO	Fe2O3	CuO	Pd	Pt	Compton	Rayleigh
0.1 KCps	3.2 KCps	0.3 KCps	29.8 KCps	0.8 KCps	1.9 KCps	3.6 KCps	0.3 KCps	0.7 KCps		
5.56 %	34.2 %	0.916 %	56.0 %	0.650 %	0.338 %	0.935 %	0.901 %	0.245 %	0.92	1.06

Norm.
100.00 %

ตารางที่ ข-5 อัตราส่วน โมลระหว่าง Ca:P ของHAp ที่สังเคราะห์โดยการเติม CHTAC
 ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล ที่ pH 9.5

Printed by Eval on 07-Dec-2012 14:31:30
 Sample :XF56_0006_05_7 C(S)8
 Sample measured on 28-Nov-2012 15:23:00

P2O5	SO3	CaO	Fe2O3	CuO	Compton	Rayleigh	Norm.
2.9 KCps	0.3 KCps	23.6 KCps	1.9 KCps	3.3 KCps			
39.2 %	1.69 %	56.4 %	0.604 %	1.09 %	0.93	1.04	100.00 %

ตารางที่ ข-6 อัตราส่วน โมลระหว่าง Ca:P ของHAp ที่สังเคราะห์โดยการเติม CHTAC
 ด้วยวิธีอัลตราโซนิก เป็นเวลา 15 นาที ที่ pH 8

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Printed by Eval on 07-Dec-2012 14:32:26
 Sample :XF56_0006_06_8 C(S)9.5
 Sample measured on 28-Nov-2012 15:40:27

Na2O	P2O5	SO3	CaO	Fe2O3	CuO	La2O3	Compton	Rayleigh	Norm.
0.1 KCps	2.7 KCps	0.3 KCps	24.5 KCps	1.8 KCps	3.4 KCps	3.5 KCps			
4.18 %	27.4 %	1.22 %	44.2 %	0.306 %	0.881 %	21.2 %	0.89	1.06	100.00 %

ตารางที่ ข-7 อัตราส่วนโมลระหว่าง Ca:P ของHAp ที่สังเคราะห์โดยการเติม CHTAC
 ด้วยวิธีอัลตราโซนิก เป็นเวลา 15 นาที ที่ pH 9.5

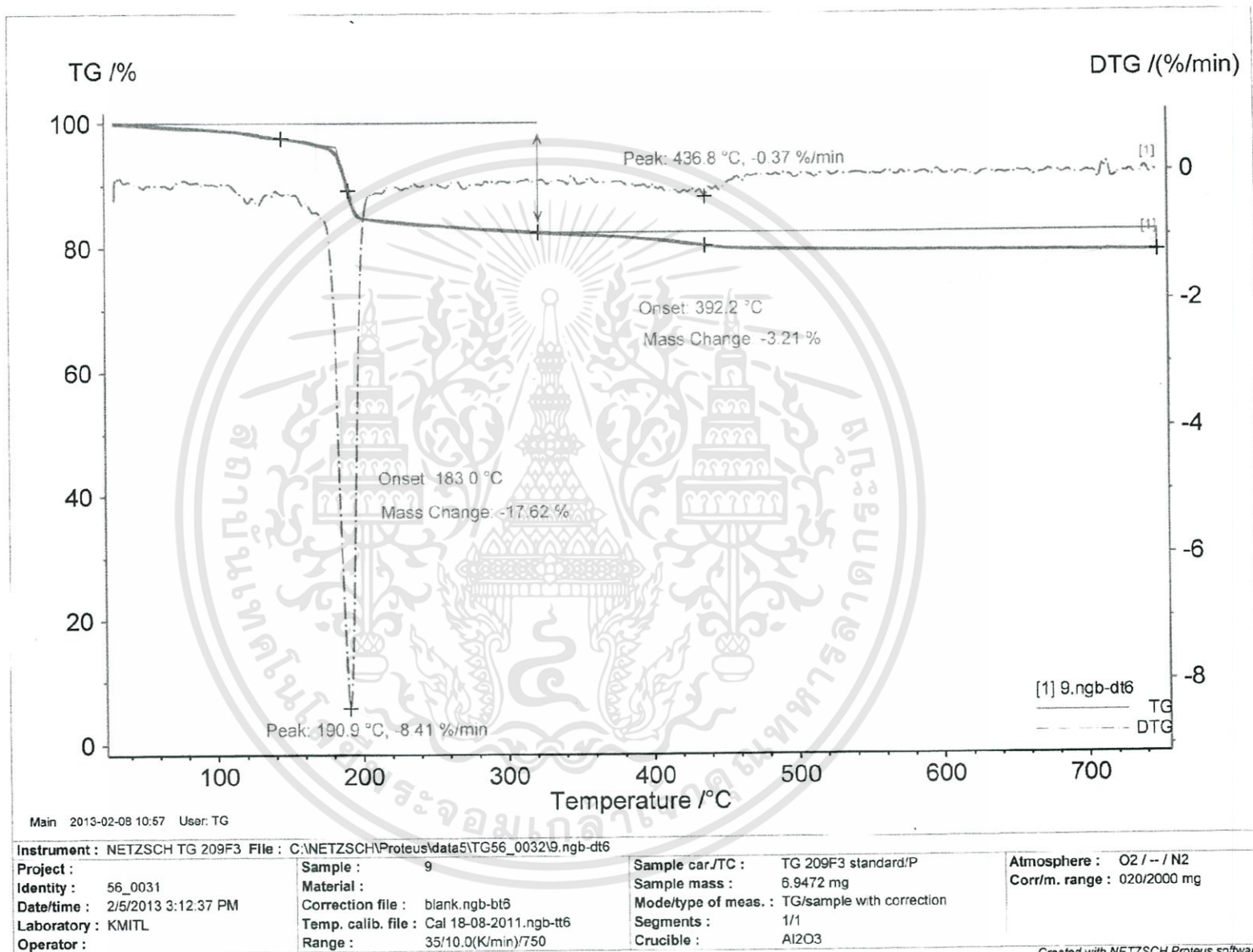


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

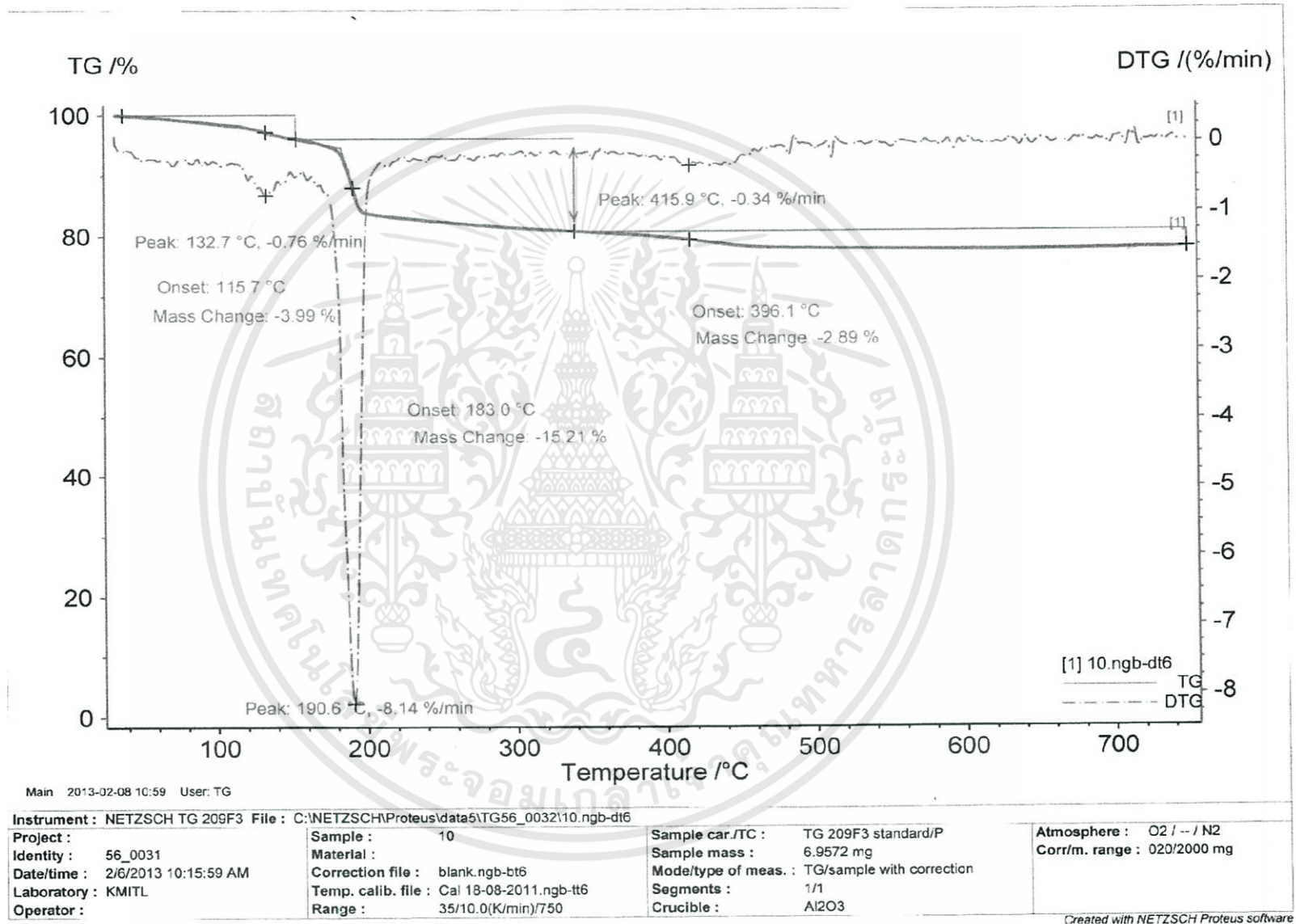


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

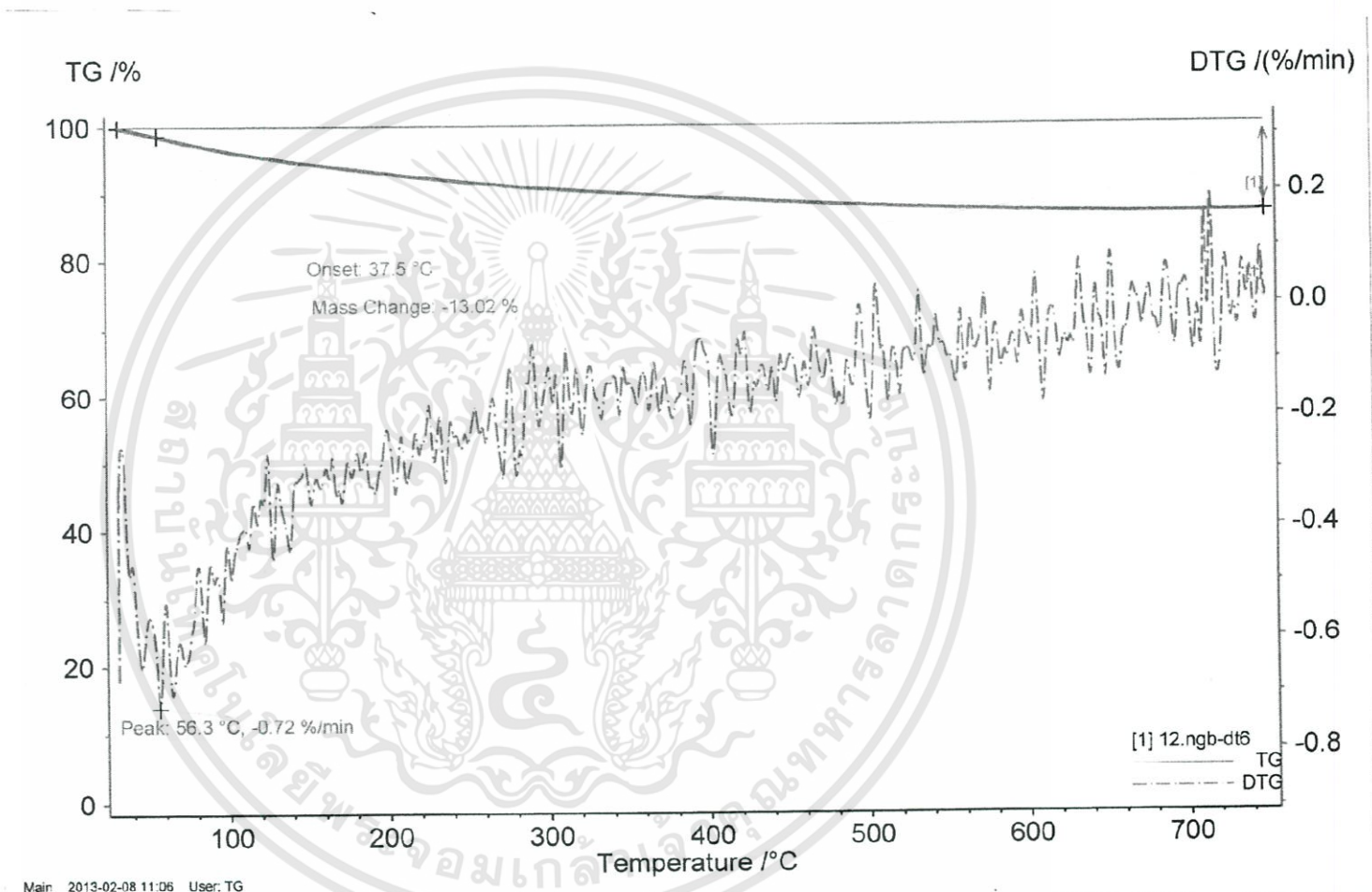
รูปที่ ค-1 เทอร์โมแกรมของไฮดรอกซีเอปาทดที่สังเคราะห์โดยเติม PDDA ด้วยวิธีอัลติราโซนิค เป็นเวลา 5 นาที ที่ pH 8.5



รูปที่ ค-2 เทอร์โมแกรมของ ๒ ทรอกซ์ที่เอาไป ทดสอบที่สภาวะให้โดยเติม PDDA ด้วยวิธีลดค่า pH 10



รูปที่ ค-3 เทอร์โมแกรมของไฮดรอกซีเอปาทิตสังเคราะห์โดยเติม PDDA ด้วยวิธีอัลติตราโซนิก เป็นเวลา 30 นาที ที่ pH 8.5

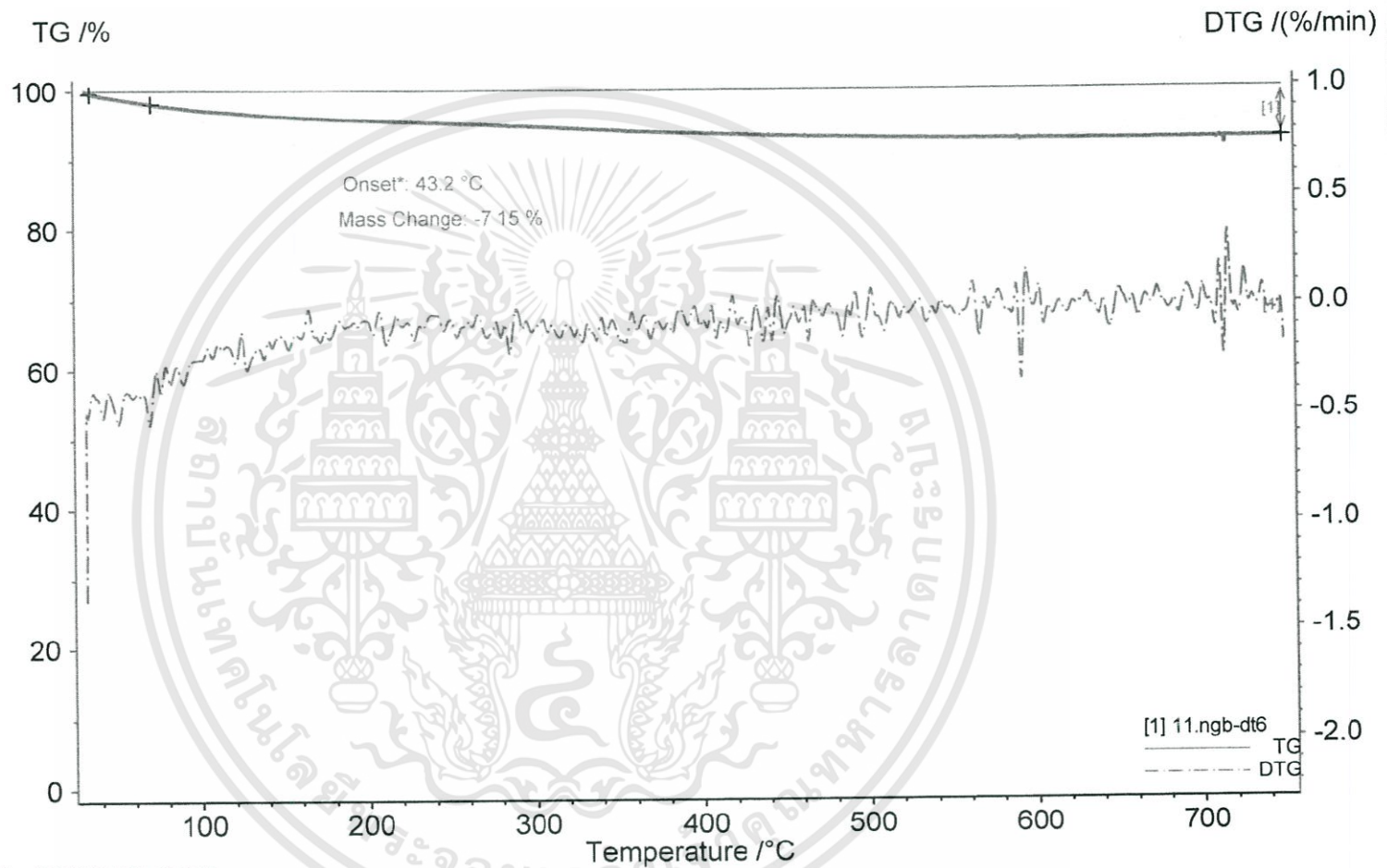


Main 2013-02-08 11:06 User: TG

Instrument : NETZSCH TG 209F3 File : C:\NETZSCH\Proteus\data5\TG56_0033\12.ngb-dt6			
Project :	Sample :	Sample car./TC :	Atmosphere :
Identity : TG56_0033	12	TG 209F3 standard/P	O2 / -- / N2
Date/time : 2/7/2013 10:00:29 AM	Material :	Sample mass :	Corr/m. range : 020/2000 mg
Laboratory : KMITL	Correction file :	4.6607 mg	
Operator :	Temp. calib. file :	Mode/type of meas. :	
	Cal 18-08-2011 ngb-rt6	TG/sample with correction	
	Range :	Segments :	
	35/10.0(K/min)/750	1/1	
		Crucible :	
		Al2O3	

Created with NETZSCH Proteus software

รูปที่ ค-4 เทอร์โมแกรมของไฮดรอกซีอะลาไนด์ที่สังเคราะห์โดยทีม CHTAC
ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่ pH 8.

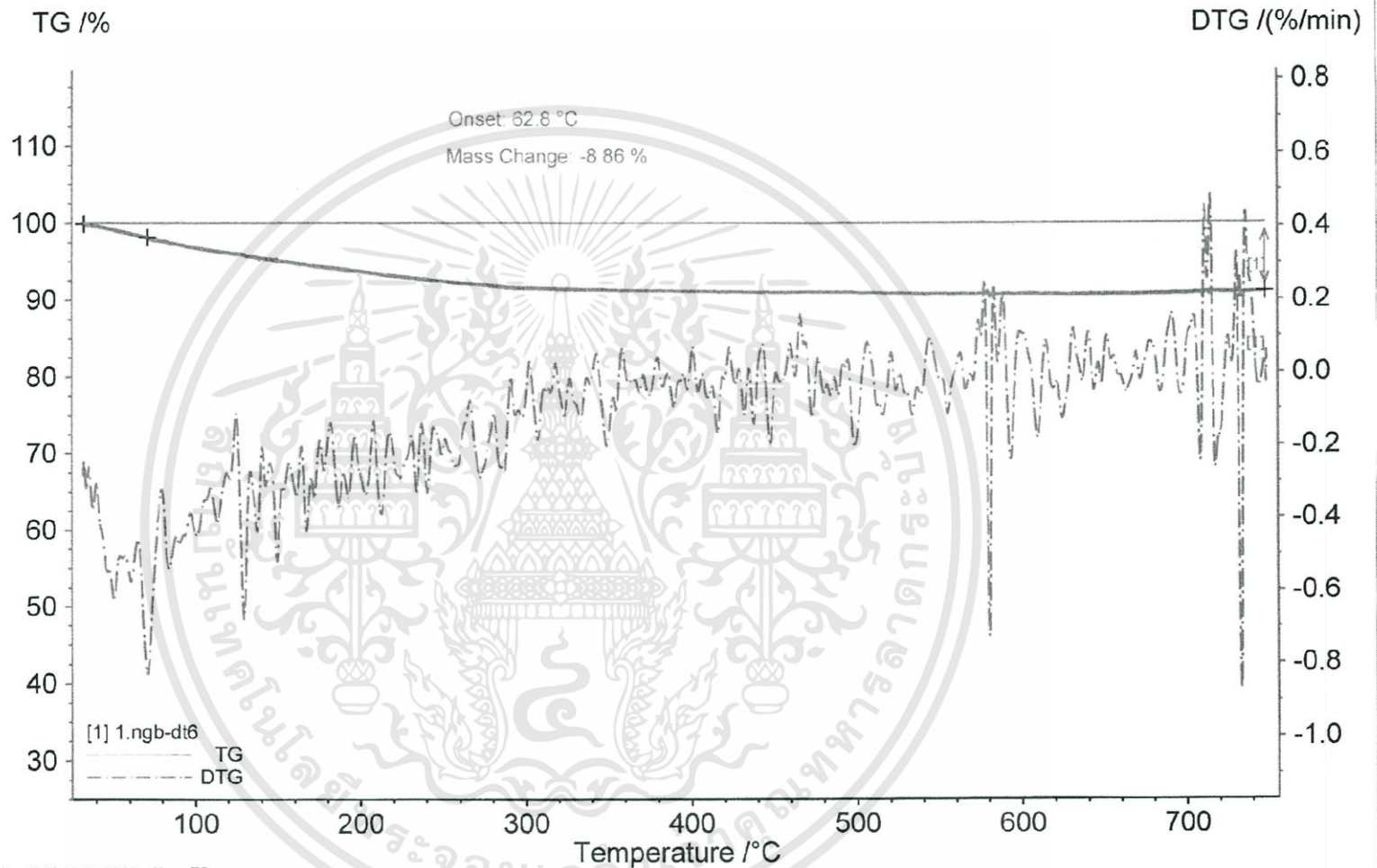


Main 2013-02-08 11:01 User TG

Instrument : NETZSCH TG 209F3 File : C:\NETZSCH\Proteus\data5\TG56_0032\11.ngb-dt6		Sample car./TC : TG 209F3 standard/P		Atmosphere : O2 / -- / N2	
Project : TG56_0032	Sample : 11	Sample mass : 5.2027 mg	Corr/m. range : 020/2000 mg		
Date/time : 2/6/2013 2:04:01 PM	Material : blank.ngb-bt6	Mode/type of meas. : TG/sample with correction			
Laboratory : KMITL	Temp. calib. file : Cal 18-08-2011.ngb-tt6	Segments : 1/1			
Operator :	Range : 35/10.0(K/min)/750	Crucible : Al2O3			

Created with NETZSCH Proteus software

รายงานผลการทดลองการสลายตัวของสารประกอบอินทรีย์ที่ pH 8.5
 ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่ pH 8.5



Main 2013-02-04 09:39 User: TG

Instrument : NETZSCH TG 209F3 File : C:\NETZSCH\Proteus\data5\TG56_0030\1.ngb-dt6

Project :
 Identity : TG56_0030
 Date/time : 2/1/2013 9:42:03 AM
 Laboratory : KMITL
 Operator :

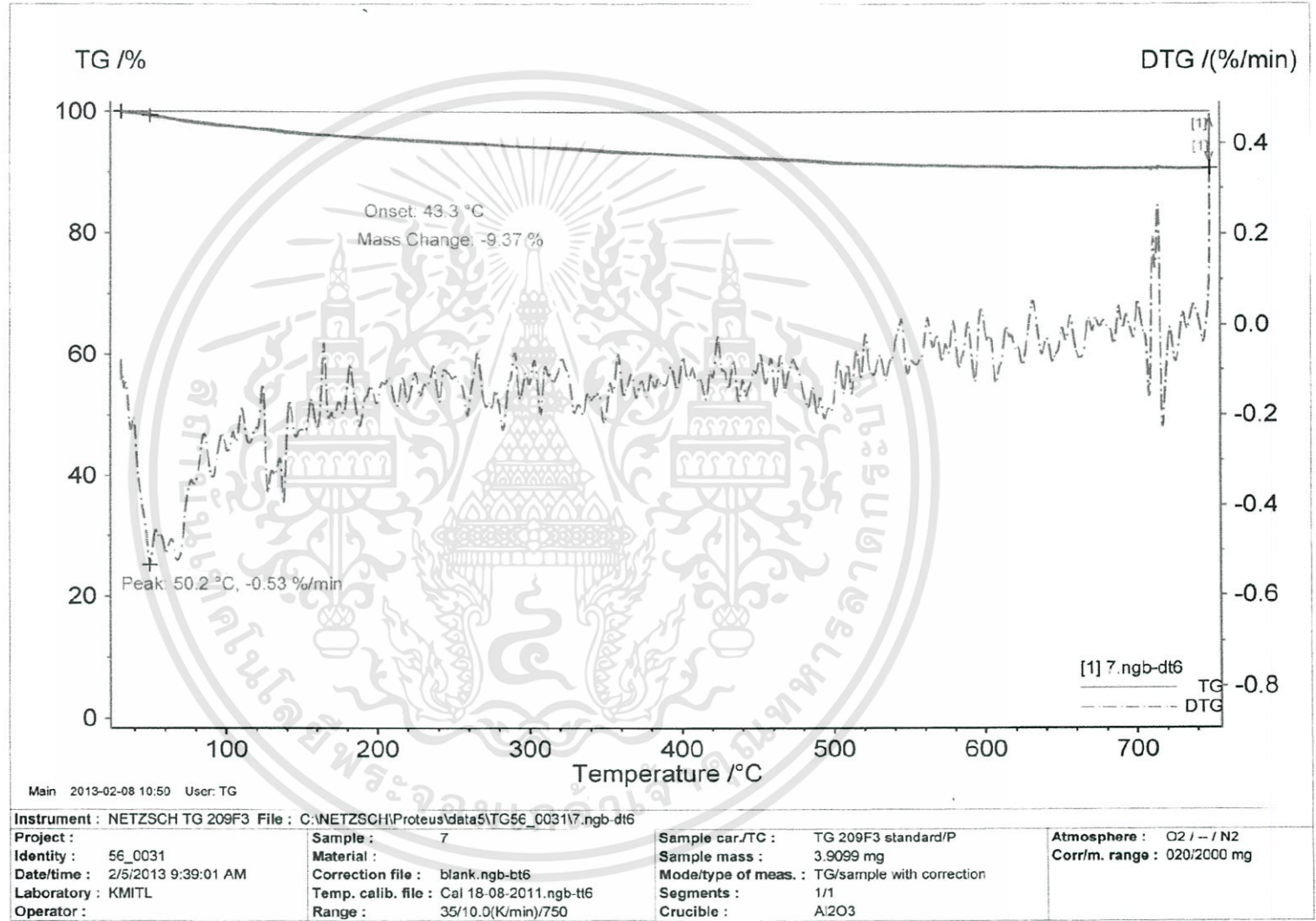
Sample : 1
 Material :
 Correction file : blank.ngb-bt6
 Temp. calib. file : Cal 18-08-2011.ngb-tt6
 Range : 35/10.0(K/min)/750

Sample car./TC : TG 209F3 standard/P
 Sample mass : 2.1816 mg
 Mode/type of meas. : TG/sample with correction
 Segments : 1/1
 Crucible : Al2O3

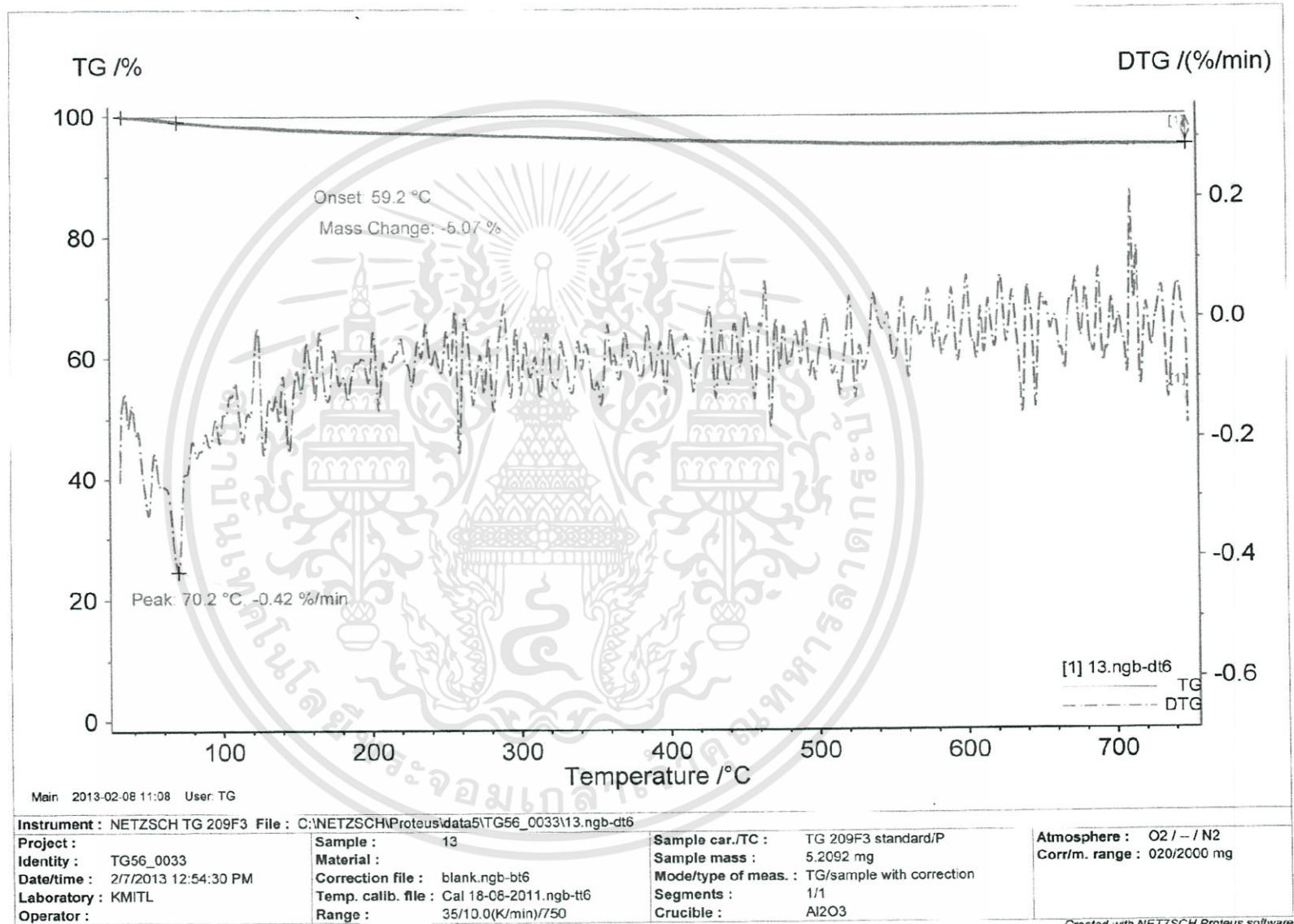
Atmosphere : O2 / -- / N2
 Corr/m. range : 020/2000 mg

Created with NETZSCH Proteus software

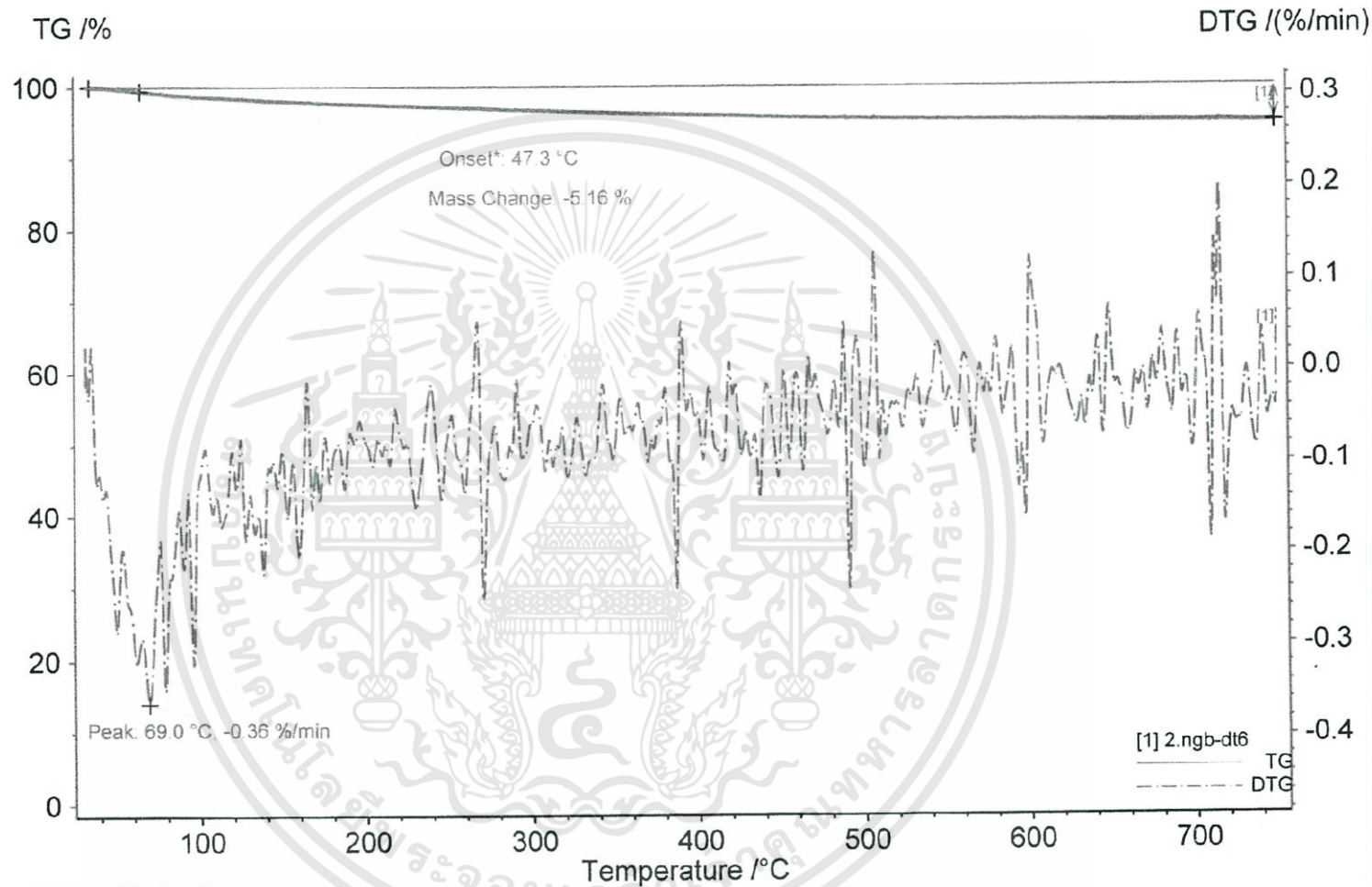
รูปที่ ๓-๖ เทอร์โมแกรมของ ไฮดรอกซีเอปาทิตที่สังเคราะห์โดยดีมี PDDA
 ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่ pH 8.5



รูปที่ ค-7 เทอร์โมแกรมของไฮดรอกซีเอปาทิตที่สังเคราะห์โดยเตา CHTAC ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่ pH 8.5



รูปที่ ๘-8 เทอร์โมแกรมของโพลีเอทิลีนที่สังเคราะห์โดยเติม PDDA ด้วยวิธีอัลตราโซนิค เป็นเวลา 30 นาที ที่ pH 10



Main 2013-02-04 09:50 User: TG

Instrument : NETZSCH TG 209F3 File : C:\NETZSCH\Proteus\data5\TG55_0030\2.ngb-dt6

Project :

Identity : TG55_0030

Date/time : 2/1/2013 1:23:22 PM

Laboratory : KMITL

Operator :

Sample : 2

Material :

Correction file : blank ngb-bt6

Temp. calib. file : Cal 18-08-2011.ngb-tt6

Range : 35/10.0(K/min)/750

Sample car./TC : TG 209F3 standard/P

Sample mass : 4.2502 mg

Mode/type of meas. : TG/sample with correction

Segments : 1/1

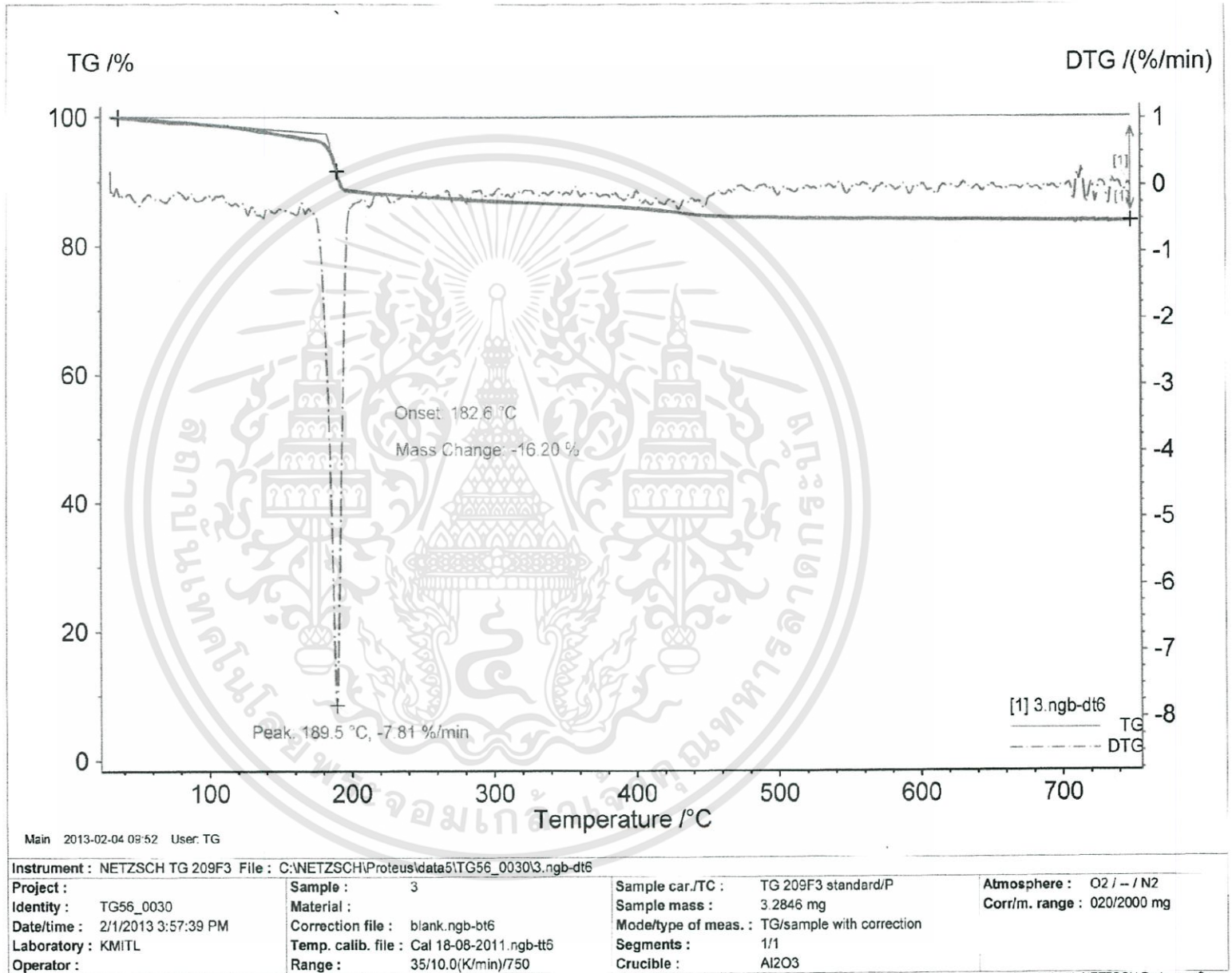
Crucible : Al2O3

Atmosphere : O2 / - / N2

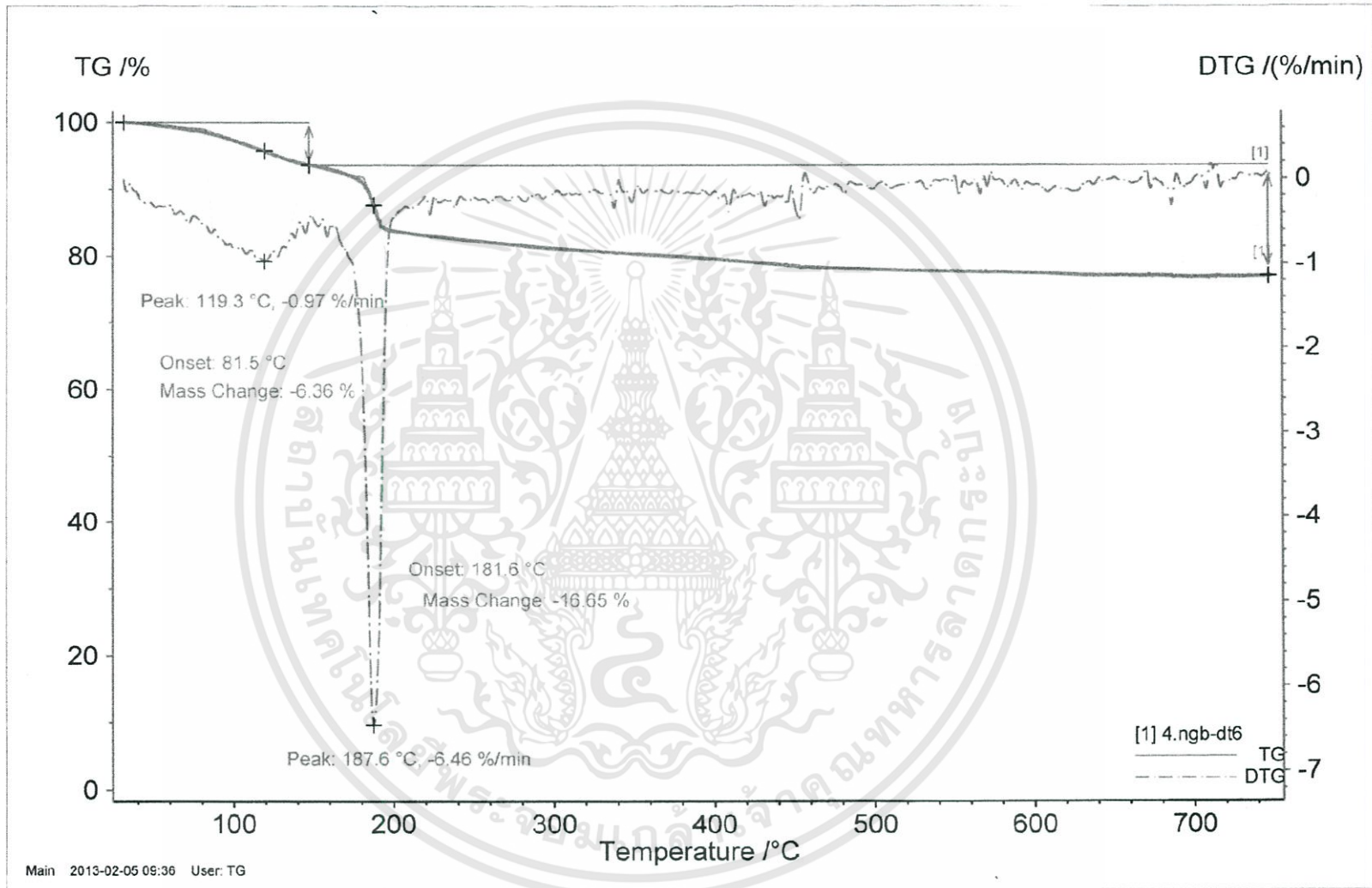
Corr.im. range : 020/2000 mg

Created with NETZSCH Proteus software

รูปที่ ค-๑ เทอร์โมแกรมของไฮดรอกซีอะพาไทต์สังเคราะห์โดยไม่เติมสารอินทรีย์ที่ pH 8.5 ด้วยวิธีอัลตราโชนิก เป็นเวลา 5 นาที ที่ pH 8.5



รูปที่ ค-10 เทอร์โมแกรมของไฮดรอกซีเมอปาที่แสดงการสลายตัวโดยไม่เต็มสารอินทรีย์ประกอบ
ด้วยวิธีอัลตราโซนิค เป็นเวลา 5 นาที ที่ pH 10



Instrument : NETZSCH TG 209F3 File : C:\NETZSCH\Proteus\data51TG56_0030\4 ngb-dt6

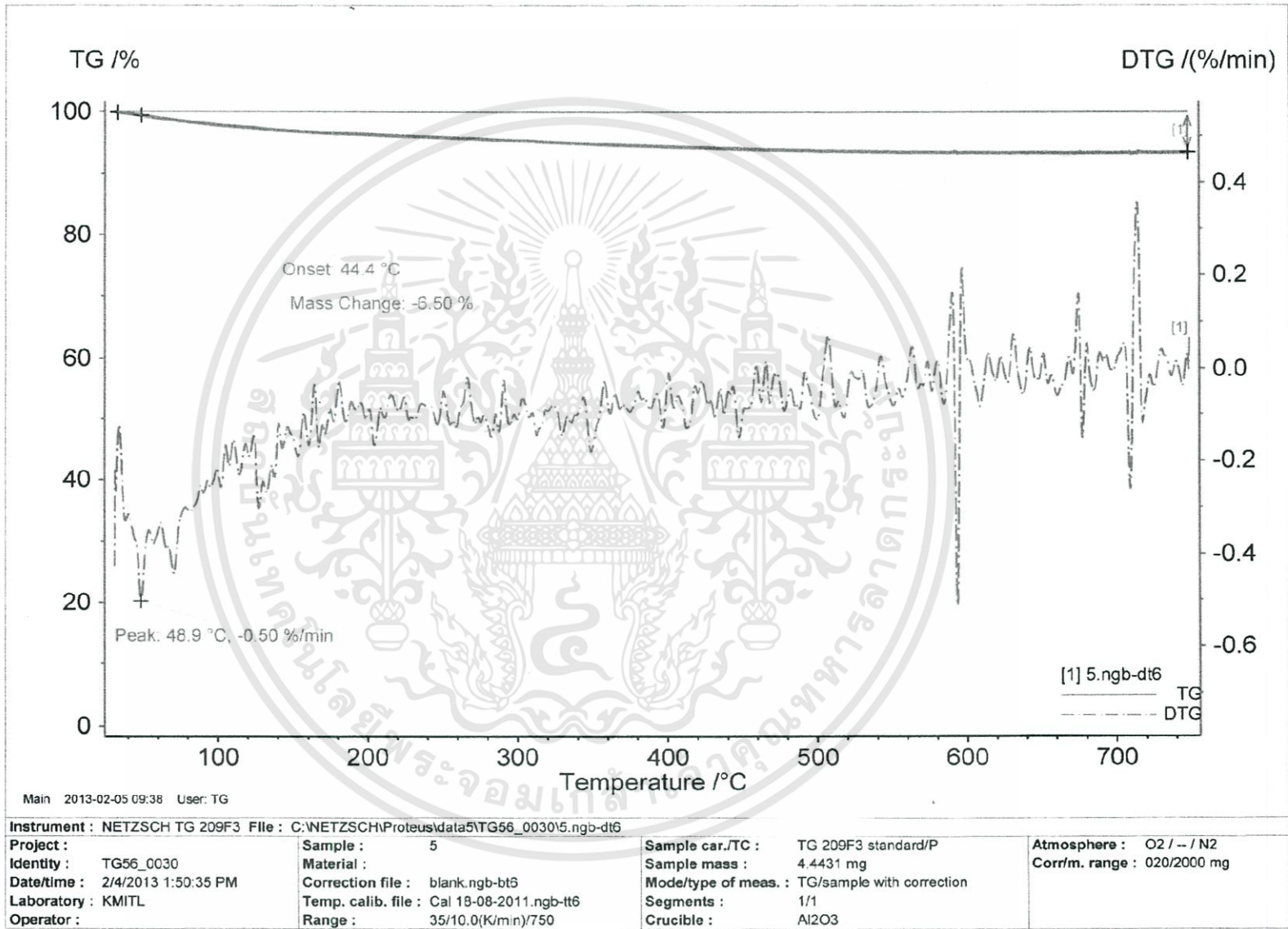
Project :
Identity : TG56_0030
Date/time : 2/4/2013 9:52:52 AM
Laboratory : KMITL

Sample : 4
Material :
Correction file : blank.ngb-bt6
Temp. calib. file : Cal 18-08-2011.ngb-tt6

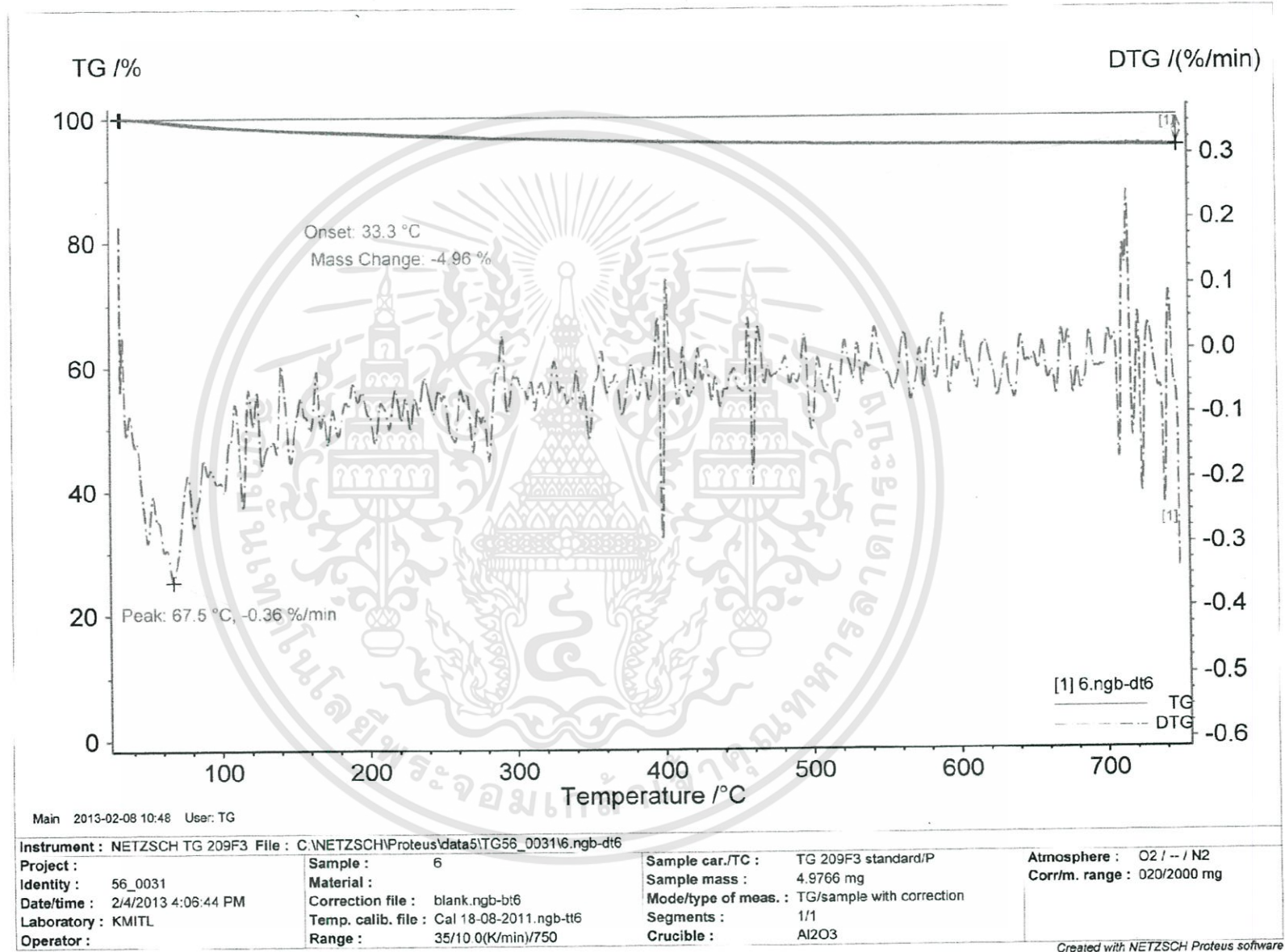
Sample car./TC : TG 209F3 standard/P
Sample mass : 5.5723 mg
Mode/type of meas. : TG/sample with correction
Segments : 1/1

Atmosphere : O2 / - / N2
Corr/m. range : 020/2000 mg

รูปที่ ค-11 เทอร์โมแกรมของไฮดรอกซีเอปาทะติงสถานะโดยไม่ได้มีการอินทรีย์ปรากฏ
ด้วยวิธีอัตราพีเอชเป็นเวลา 30 นาที ที่ pH 8.5



รูปที่ ค-12 เทอร์โมแกรมของไฮดรอกซีเอปาทดที่สังเคราะห์โดยไม่ได้มีการอินทรีย์ประจำเวลา ด้วยวิธีอิเล็กตรา โชนิก เป็นเวลา 30 นาที ที่ pH 10



รูปที่ 13 เทอร์โมแกรมของไฮดรอกซีแอลกอฮอล์ที่ pH 10
 ศาสตราจารย์ ดร.เทวรัตน์ ปัทมสันติคุณ

