

บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

ในบทนี้ได้กล่าวถึงวัสดุ อุปกรณ์ รวมไปถึงขั้นตอนและวิธีการทดลอง เพื่อศึกษาผลกระทบจากการเติมโลหะออกไซด์ในเซรามิกไฮดรอกซีอะพาไทต์ ซึ่งผงของไฮดรอกซีอะพาไทต์ได้มาจากการสกัดจากกระดูกวัว จากนั้นทำการเผาผนึกเพื่อให้ได้เซรามิกไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เจือด้วยนิกเกิลออกไซด์ อีกทั้งยังได้อธิบายขั้นตอนการตรวจสอบ การวิเคราะห์ผงและเซรามิกไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคต่างๆ อาทิเช่น การวิเคราะห์ด้วยรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction analysis) การหาความหนาแน่น (density measurement) การหาค่าการหดตัวเชิงเส้น (linear shrinkage) การหาขนาดอนุภาค (dynamic light scattering) การทดสอบความแข็ง (hardness) การวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) การวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณ (Energy Dispersive System; EDS) การทดสอบความเข้ากันได้ทางชีวภาพ (vitro bioreactivity tastes) เป็นต้น

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

รายละเอียดสารเคมีและวัตถุดิบตั้งต้นที่ใช้ในการทดลองได้แสดงในตาราง 3.1 ซึ่งประกอบด้วยชื่อสารเคมี สูตรทางเคมี บริษัทผู้ผลิต มวลโมเลกุล และความบริสุทธิ์ของสาร

ตาราง 3.1 สารเคมีและวัตถุดิบตั้งต้นที่ใช้ในการทดลอง

ชื่อสารเคมี	ผู้ผลิต	มวลโมเลกุล (g/mol)	ความบริสุทธิ์ (%)
กระดูกวัวสด	-	-	-
นิกเกิลออกไซด์ (NiO)(<50)	Aldrich	74.69	>99.8
เอทานอล	Merck	-	>99.9
Simulated Body Fluid (SBF)	ศวท.มช	-	-

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

รายละเอียดอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลองได้แสดงในตาราง 3.2 ซึ่งประกอบด้วยชื่ออุปกรณ์และเครื่องมือ บริษัทผู้ผลิตและรุ่นของเครื่องมือ

ตาราง 3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์และเครื่องมือ	รุ่น	ผู้ผลิต
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน	JSM-6335F	Jeol
กระดาษขึงสาร	10×10 cm	Whiteman
กระดาษทราย	500,1000,1200	Swallow
ขวดบดสารชนิด polyethylene	500 cc	-
ครกบดสาร	AM-100	Masuda
เครื่องชั่งไฟฟ้า 4 ตำแหน่ง	APX-200	Denver instrument
เครื่องบดแบบหมุนวน	ความเร็ว 1430 รอบ/min	-
เครื่องขัดไฟฟ้าแบบ 2 หัว	Roto pol-v	Sturers
เครื่องให้ความร้อน	J Lav Tech	Daihan Labtech co
เครื่องอัดขึ้นรูประบบไฮดรอลิก	P-1B-041	Riken Seki co.LTD
เครื่องกำเนิดรังสีเอ็กซ์	Miniflax II	Riguku
เครื่องอัลตราโซนิก	UP 200S	Hielscher
เครื่องวัดขนาดอนุภาค	Nano S	Malvern
ลูกบด YSZ (yttrium-stabilized zirconia)	ขนาด 0.5 cm	-
ชุดอัดสารเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร	-	-
เตาอบไฟฟ้า	FH 10	Bogen Fuji
เตาเผาไฟฟ้า	1700°C	สมศักดิ์ซัพพลาย
โถดูดความชื้น	-	-
เวอร์เนียร์คาลิเปอร์	Digital	Zimm-Zeem

3.3 วิธีการทดลอง

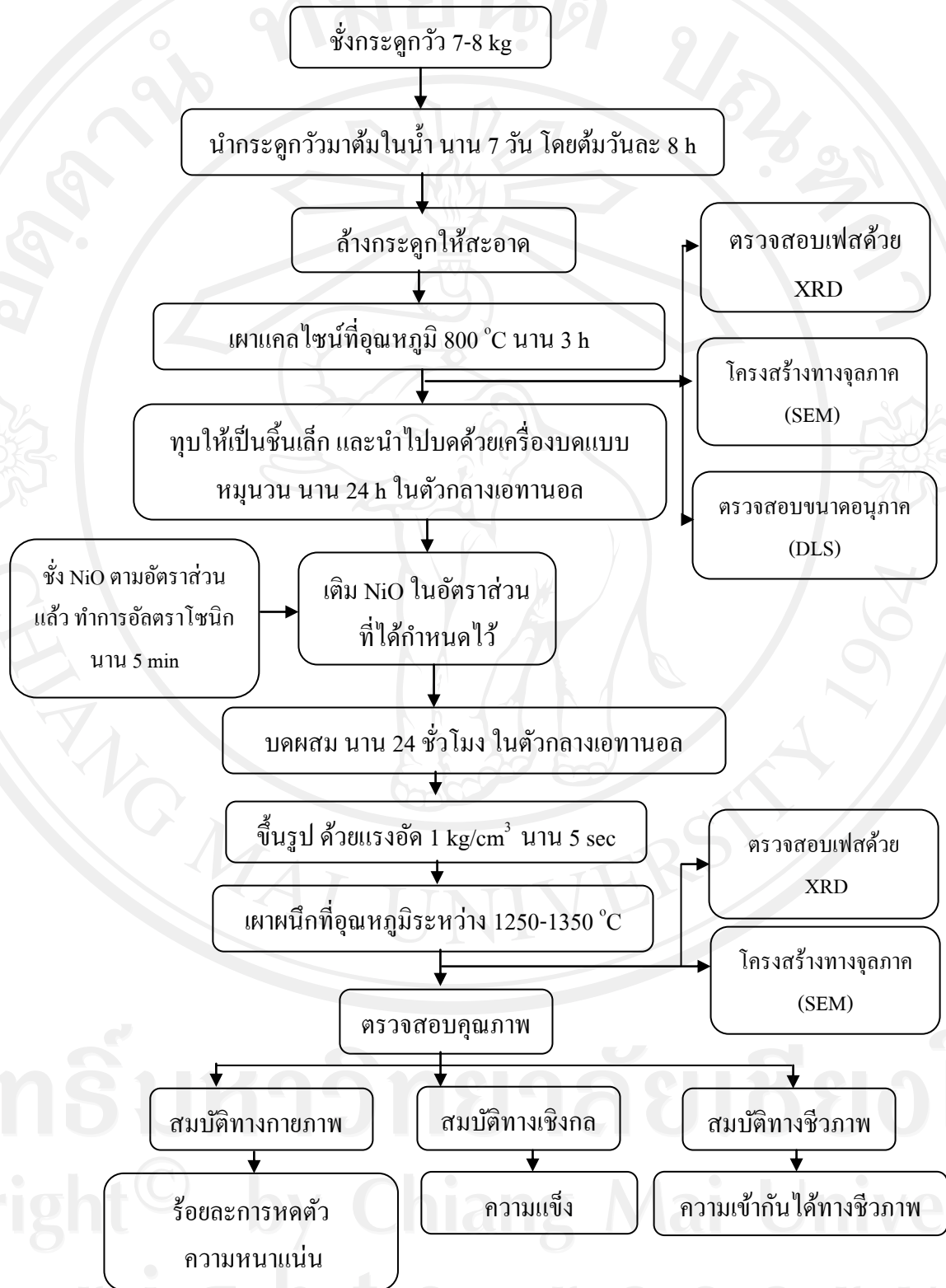
ในการทดลองนี้ได้ทำการศึกษาอิทธิพลของการเติมนิกเกิลออกไซด์ลงในเซรามิกไฮดรอกซีอะพาไทต์ ที่สกัดจากกระดูกวัว ซึ่งเติมโลหะออกไซด์นั้นเติมในอัตราส่วนโดยปริมาตรที่ต่างกัน โดยโลหะออกไซด์ที่เติมนี้มีความบริสุทธิ์ที่มากกว่า 99.8 % และมีขนาดในระดับนาโนเมตร ดังแสดงในตาราง 3.1



รูป 3.1 กระดูกวัวที่ผ่านการล้างทำความสะอาด (ด้านขวา) และกระดูกวัวที่ยังไม่ได้ทำความสะอาด (ด้านซ้าย)



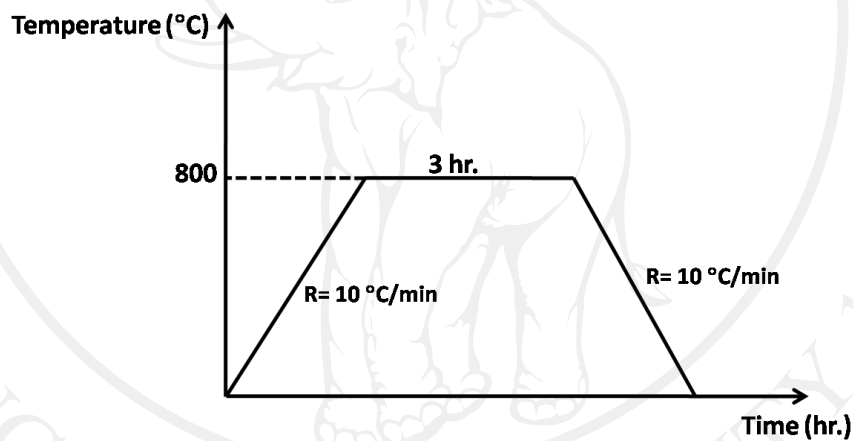
รูป 3.2 เครื่องบดผสมแบบหมุนวน



รูป 3.3 แสดงแผนภาพขั้นตอนการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์และการเติมโลหะออกไซด์

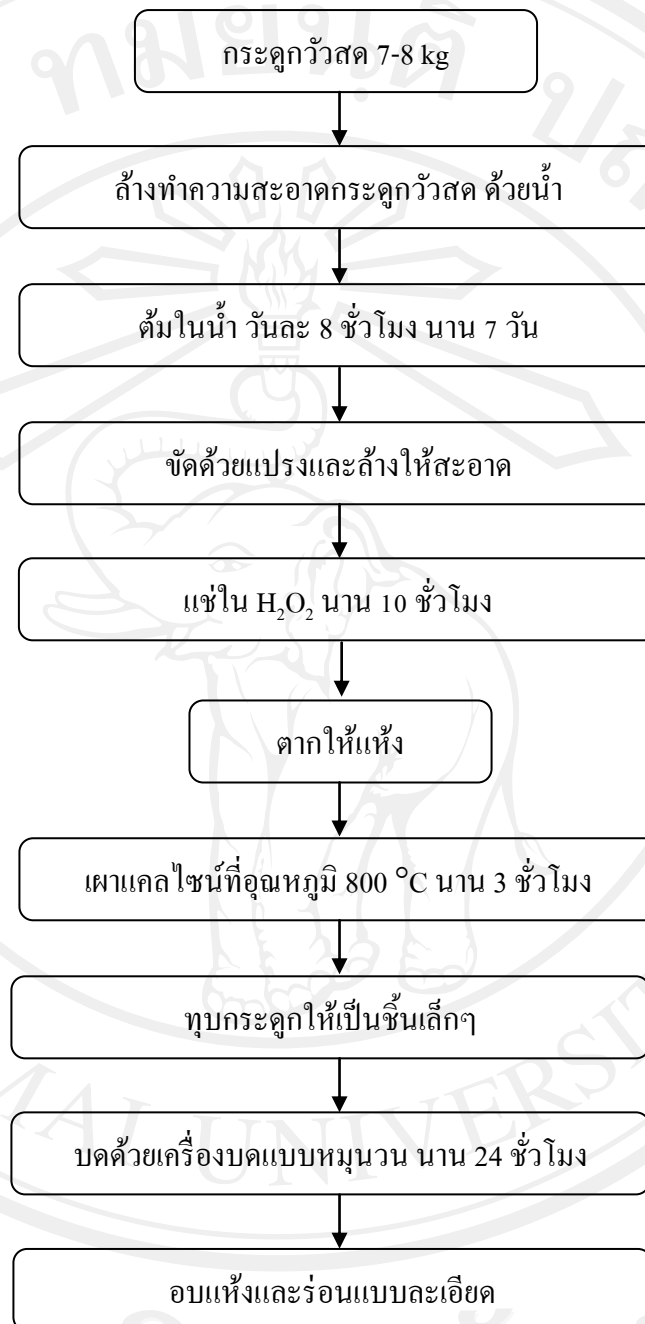
3.3.1 การสกัดไฮดรอกซีอะพาไทต์จากกระดูกวัว (Bovine hydroxyapatite, HA)

การสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์จากกระดูกวัวนั้นเนื่องจากในกระดูกวัวมีแร่ธาตุที่เหมือนกับในกระดูกของมนุษย์ และเพื่อเป็นการนำกระดูกที่เหลือใช้มาใช้ให้เกิดประโยชน์ อีกทั้งยังเป็นการลดต้นทุนในการผลิตอีกด้วย ซึ่งในการทดลองนี้เริ่มจากการนำกระดูกวัวสดประมาณ 7-8 kg มาทำความสะอาด ต้มในน้ำนาน 7 วัน นานวันละ 8 h เพื่อเป็นการกำจัดเนื้อเยื่อในส่วนที่ไม่ต้องการออกไป จากนั้นแช่ในสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) เป็นเวลานาน 10 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำมาทำความสะอาดและตากให้แห้ง ต่อมานำมาเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ นาน 3 h ดังรูป 3.4



รูป 3.4 แสดงแผนภาพขั้นตอนการเผาแคลไซน์กระดูกวัว

เมื่อทำการเผาแคลไซน์เสร็จ จึงนำกระดูกที่ได้มาทำการทุบให้เป็นชิ้นเล็กๆ หลังจากนั้นนำไปบดด้วยเครื่องบดแบบหมุนวน นาน 24 h ในตัวกลางเอทานอล ต่อมานำมาทำการคัดแยกลูกบดออกและร่อนด้วยตะแกรง ต่อมานำผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิประมาณ $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ นาน 24 h ดังแสดงในรูป 3.5 จากนั้นนำมาร่อนแบบละเอียดก็จะได้เป็นผงไฮดรอกซีอะพาไทต์และนำไปตรวจสอบลักษณะทางจุลภาค, การหาความหนาแน่น, ตรวจสอบเฟสและขนาดอนุภาค



รูป 3.5 แสดงขั้นตอนการสกัดไฮดรอกซีอะพาไทต์จากกระดุกว้าวสด

3.3.2 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction)

ในงานวิจัยนี้เมื่อได้ผ่านกระบวนการแคลไซน์เพื่อสกัดไฮดรอกซีอะพาไทต์มาแล้ว จำเป็นจะต้องมีการตรวจสอบถึงเฟสองค์ประกอบ โดยอนุภาคผงของสารไฮดรอกซีอะพาไทต์ ที่ผ่านการแคลไซน์แล้วจะต้องนำไปอบที่อุณหภูมิ 110 °C เพื่อลดผลกระทบอันเนื่องมาจากความชื้น ได้ทำการกำหนดเงื่อนไขของการวิเคราะห์ด้วยรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคผงของอนุภาคผงของสารไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่ผ่านการแคลไซน์ที่เงื่อนไขเดียวกัน เพื่อให้สารที่นำมาทดสอบมีสถานะเหมือนกัน ด้วยเครื่อง Miniflux II ดังรูป 3.6



รูป 3.6 เครื่อง Miniflux II

เทคนิคนี้เป็นการตรวจสอบโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (x-ray diffraction technique) โดยเมื่อรังสีเอ็กซ์ตกกระทบบนผิววัสดุซึ่งมีโครงสร้างเป็นผลึก และมีการจัดเรียงตัวของอะตอมอย่างมีระเบียบ ซึ่งมีลักษณะเป็นระนาบ (hkl) จะทำให้เกิดการกระเจิง (scattering) ของรังสีเอ็กซ์ โดยที่มุมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ออกจากผลึกจะเป็นลักษณะเฉพาะตามชุดระนาบนั้นๆ และสามารถที่จะเกิดการแทรกสอดแบบเสริมกันได้เมื่อเป็นรังสีเลี้ยวเบน ก็สามารถตรวจสอบได้ว่า รังสีที่ตรวจจับนั้นมาจากระนาบใดและมีปริมาณเท่าใด โดยดูจากค่ามุมและความเข้มและรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ ซึ่งสารแต่ละชนิดจะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันตามโครงสร้าง โดยเริ่มจากการนำผงตัวอย่างที่ผ่านการบดละเอียดแล้วบรรจุลงในแผ่นบรรจุสาร

ตัวอย่าง (sample holder) เปลี่ยนตัวอย่างให้เรียบโดยใช้กระจกสไลด์ ใส่แผ่นบรรจุสารตัวอย่างที่เตรียมได้ในเครื่อง XRD และเริ่มทำการทดสอบโดยให้มุมเริ่มต้นที่ 2θ เท่ากับ 20 องศา และมุมสุดท้าย 2θ เท่ากับ 80 องศา จากนั้นผลที่แสดงออกมาในรูปแบบของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มกับมุม 2θ จากนั้นนำผลที่ได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลในแฟ้ม JCPDS เพื่อตรวจสอบเฟสและความบริสุทธิ์ของผงตัวอย่างที่เกิดขึ้น โดยนำค่ามุม 2θ ที่ได้มาหาค่า d-spacing จากกฎของแบรกก์สมการที่ 3.1

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad (3.1)$$

โดยที่ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ (d-spacing)

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ในกรณีนี้ ($\lambda = 1.54439^\circ$)

3.3.3 การตรวจสอบขนาดอนุภาค

เมื่อผ่านกระบวนการสกัดไฮดรอกซีอะพาไทต์ ต่อมานำมาทำการทดสอบขนาดของอนุภาคด้วยกระบวนการทางแสง โดยขั้นตอนในการเตรียมชิ้นงานในการทดสอบอันดับแรกเตรียมสารแขวนลอยของไฮดรอกซีอะพาไทต์ในตัวกลางอะซิโตน ต่อมานำไปทำให้อนุภาคเกิดการกระจายตัวด้วยเครื่องสั่นแบบอัลตราโซนิก นาน 30 min แล้วจึงนำไปทำการวัดด้วยใช้เครื่องทดสอบทดสอบขนาดอนุภาคดังรูป 3.7

อาศัยหลักการทางแสงที่ว่า “อนุภาคขนาดเล็กขณะที่แขวนลอยอยู่ □ ในของเหลวจะเคลื่อนที่ใด □ เร็วกว □ อนุภาคที่มีใหญ่ □ กว □ าว □ การวิเคราะห์ □ ขนาดอนุภาคทำโดยการวัดการกระเจิงกลับของลำแสงเลเซอร์ □ ที่ยิงไปตกกระทบสารตัวอย่าง □ าว อนุภาคขนาดเล็กซึ่งเคลื่อนที่ได้เร็วกว่าจะมีการเปลี่ยนแปลงความเข้มแสงเลเซอร์ที่กระเจิงกลับออกมาได้รวดเร็วกว่าแล้วคำนวณความเข้ม □ ของแสงที่กระเจิงกลับออกมา เพื่อแปลงค □ าว □ าว □ อยู่ในรูปของขนาดอนุภาคใด □

ดังสมการ 3.2 [89]

$$R_H = \frac{KT}{6\pi\eta D} \quad (3.2)$$

เมื่อ R_H = Radius
 T = Temperature
 D = Diffusion coefficient
 η = solvent viscosity



รูป 3.7 เครื่องวัดขนาดอนุภาค

3.3.4 การหาความหนาแน่นของอนุภาค

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการหาความหนาแน่นของอนุภาคไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่สกัดได้ เนื่องจากต้องนำไปใช้ในการคำนวณอัตราส่วนในการเติมอนุภาคนิกเกิลออกไซด์ ซึ่งในที่นี้จะพิจารณาในส่วนของความถ่วงจำเพาะ โดยความถ่วงจำเพาะคือ อัตราส่วนของความหนาแน่นของสารต่อความหนาแน่นของสารมาตรฐาน ซึ่งในที่นี้ใช้เครื่องมือที่เรียกว่า พิกโนมิเตอร์ (ดังรูป 3.8) โดยสามารถทำได้โดยหามวลของพิกโนมิเตอร์พร้อมจุก (M_1) จากนั้นหามวลของสารตัวอย่างรวมกับพิกโนมิเตอร์ (M_2) และมวลของน้ำรวมสารตัวอย่างและพิกโนมิเตอร์ (M_3) ทำยสุดท้ายหามวลพิกโนมิเตอร์และน้ำโดยไม่มีสารตัวอย่าง (M_4) ซึ่งสามารถใช้สมการ 3.3 ในการคำนวณ

$$\rho = \frac{M_2 - M_1}{(M_4 - M_1) - (M_3 - M_2)} \rho_{st}$$

(3.3)

เมื่อ ρ_{st} = ความหนาแน่นของของเหลว (g/cm^3)

ρ = ความถ่วงจำเพาะ (g/cm^3)

M_1 = มวลขวดพิคโนมิเตอร์ (g)

M_2 = มวลขวดพิคโนมิเตอร์ร่วมกับสาร (g)

M_3 = มวลขวดพิคโนมิเตอร์รวมสารและน้ำ (g)

M_4 = มวลขวดพิคโนมิเตอร์รวมน้ำ (g)



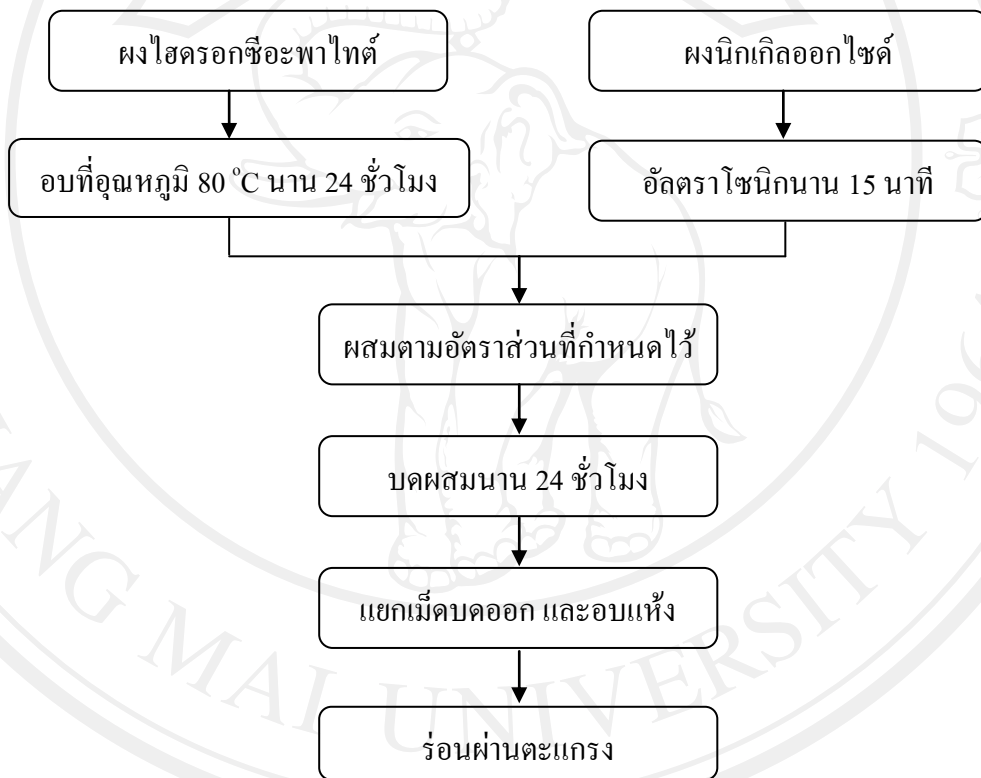
รูป 3.8 ขวดพิคโนมิเตอร์

3.4. ขั้นตอนการเติมอนุภาคขนาดนาโนของออกไซด์โลหะแบบสารละลายของแข็ง

หลังจากที่ได้สารไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่ผ่านการสกัดจากกระดูกวัวมาแล้ว จึงนำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ เพื่อกำจัดความชื้นออกไป ต่อมานำมาชั่งไฮดรอกซีอะพาไทต์และนิกเกิลออกไซด์ในอัตราส่วนดังตาราง 3.3 (การเตรียมในปริมาณ 100 กรัม) โดยอัตราส่วนการเติมเป็นร้อยละโดยปริมาตร ซึ่งใช้วิธีการแบบสารละลายของแข็ง โดยก่อนการเติมนิกเกิลออกไซด์นั้น นำไปทำการสันแบบอัลตราโซนิกนาน 15 min ในตัวกลางเอทานอล เพื่อลดการเกาะตัวกันของอนุภาคขนาดนาโนเมตร ต่อมานำมาผสมรวมกันทั้งนิกเกิลออกไซด์และสารไฮดรอกซีอะพาไทต์ตามอัตราส่วนที่ชั่งมาโดยการบดผสมแบบหมุนวนในตัวกลางเอทานอลนาน 24 h ต่อมาทำการแยกเม็ดบดออกและอบให้แห้ง ร้อนแบบละเอียดยังจะได้เป็นสารประกอบไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เติมนิกเกิลออกไซด์ในอัตราส่วนที่ต่างกัน

ตาราง 3.3 แสดงตารางการคำนวณสารตามอัตราการผลิตนิกเกิลออกไซด์ที่อัตราส่วนต่างๆ

ร้อยละโดยปริมาตรของ NiO	น้ำหนักของ NiO (g)	น้ำหนักของ HA (g)
1	2.3358	97.6642
2	4.6094	95.3906
3	6.8233	93.1767

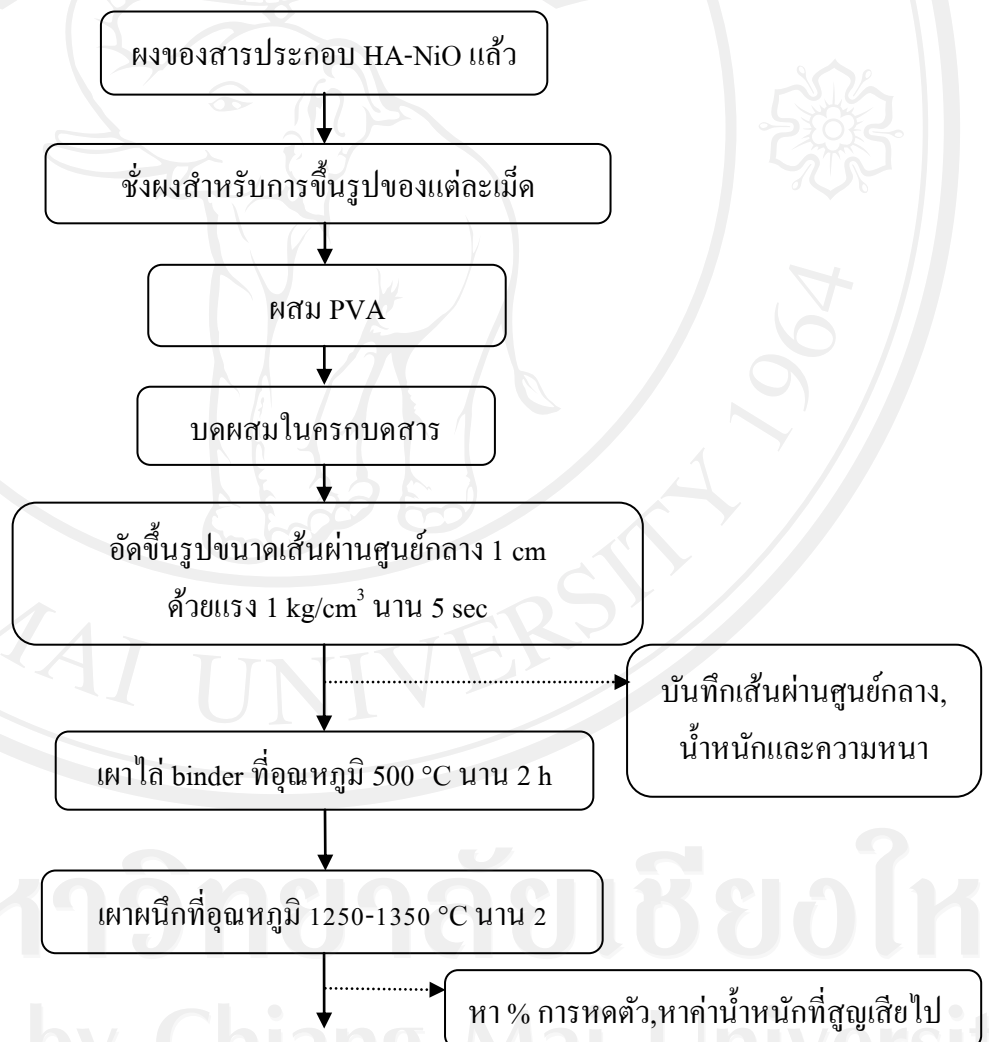


รูป 3.9 แสดงขั้นตอนการเตรียมอนุภาคนาโนของนิกเกิลออกไซด์

3.5 ขั้นตอนการเตรียมเซรามิกไฮดรอกไซด์อะพาไทต์ที่เติมอนุภาคนาโนของนิกเกิลออกไซด์

ในขั้นตอนของกระบวนการเตรียมเซรามิกของไฮดรอกไซด์อะพาไทต์ที่เติมอนุภาคนาโนของนิกเกิลออกไซด์ ได้อาศัยการศึกษาช่วงอุณหภูมิในการเผาผนึกจากงานวิจัยอื่นๆ ที่ใกล้เคียง [87-88] แต่ก่อนการขึ้นรูปชิ้นงานจำเป็นต้องมีการเติมสารยึดเหนี่ยว (binder) เพื่อช่วยในการยึดเกาะกันของอนุภาค โดยในที่นี้เลือกใช้สารยึดเหนี่ยว โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol; PVA) เติมลง

ไปในชิ้นงาน และยังมีส่วนในการการเพิ่มความสามารถในการเผาผนึกอีกด้วย หลังจากชั่งสาร สำหรับขึ้นรูปเรียบร้อยแล้วจึงทำการผสม PVA แล้วทำการบดในครก แล้วนำผงที่ขึ้นรูปด้วย แม่พิมพ์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 cm ด้วยแรงกดที่ 1 kg/cm^3 เป็นเวลานาน 5 วินาที จากนั้นทำการ จดบันทึกความหนา เส้นผ่านศูนย์กลาง และน้ำหนักเอาไว้เพื่อคำนวณหาค่าความหดตัว และค่า ความสูญเสียของมวลภายหลังการเผาผนึก แต่ก่อนการเผาผนึกจะต้องมีการเผาไล่สารยึดเหนี่ยว ออกจากชิ้นงาน ก่อนการเผาจริงที่อุณหภูมิ $700 \text{ }^\circ\text{C}$ นาน 2 h แล้วจึงทำการผนึกที่อุณหภูมิ $1250 - 1350^\circ\text{C}$ นาน 2 ชั่วโมง ต่อไป ดังแสดงขั้นตอนในรูป 3.10



รูป 3.10 แสดงแผนภาพขั้นตอนการเตรียมเซรามิกไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เติมอนุภาคนาโนของ นิกเกิลออกไซด์



รูป 3.11 ชุดอัตรขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร

3.6 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของเซรามิก

3.6.1 การหาค่าความหนาแน่น

การงานวิจัยนี้ี้ได้ทำการหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้โดยใช้หลักการแทนที่น้ำของ Archimedes ทำการทดลองโดยนำเซรามิกที่เตรียมได้มาต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลา 6 h ทิ้งไว้ให้เย็นในอากาศแล้วจึงนำมาชั่งในน้ำ (W_3) ทั้งนี้เพื่อเป็นการกำจัดผลของรูพรุนภายนอกของสารเซรามิก หลังจากนั้นนำชิ้นเซรามิกที่ผ่านการต้มมาชั่งในอากาศ (W_2) หลังจากนั้นนำชิ้นเซรามิกไปอบในตู้อบอุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 24 h เพื่อเป็นการทำให้แห้งก่อนนำมาชั่งในอากาศอีกครั้งหนึ่ง (W_1) แล้วจึงทำการคำนวณหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงานจากสมการ 3.4

$$\rho_s = \frac{W_1}{W_2 - W_3} \times \rho_{st} \quad (3.4)$$

เมื่อ ρ_s และ ρ_{st} คือ ความหนาแน่นของเซรามิกและน้ำตามลำดับ

W_1 คือ น้ำหนักของเซรามิกหลังการอบแห้ง

W_2 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศ

W_3 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในน้ำ



รูป 3.12 เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง

3.6.2 การหาค่าการหดตัวหลังการเผา

หลังจากทำการเผาพริกเซรามิกไฮดรอกซีอะไทต์ ที่อุณหภูมิต่างต่างแล้วนั้นแล้วจึงนำชิ้นงานที่ได้มาทำการตรวจวัดการหดตัวของเซรามิกหลังเผาในรูปของการหดตัวเชิงเส้น (Linear shrinkage) ด้วยการวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางก่อนการเผาและหลังการเผาพริก ดังสมการ 3.5

$$S_L = \left(1 - \frac{l}{l_0}\right) \times 100 \quad (3.5)$$

เมื่อ S_L คือ ร้อยละของการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก

l คือ เส้นผ่านศูนย์กลางหลังการเผาพริก

l_0 คือ เส้นผ่านศูนย์กลางก่อนการเผาพริก

3.6.3 การศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนมีความสามารถแจกแจงรายละเอียดของภาพและแสดงถึงความสามารถในการแยกชัดได้ โดยการประยุกต์นำเอาอิเล็กตรอนที่มีช่วงคลื่นสั้นกว่าคลื่นแสงมา และใช้เลนส์สนามแม่เหล็กไฟฟ้า และมีตัวตรวจวัดที่จะมาจับสัญญาณอิเล็กตรอนที่เกิดจากการเร่งความเร็วของลำอิเล็กตรอนให้มีความต่างศักย์ที่สูงไปกระทบผิวตัวอย่างจากนั้นก็จะมีอุปกรณ์ใน

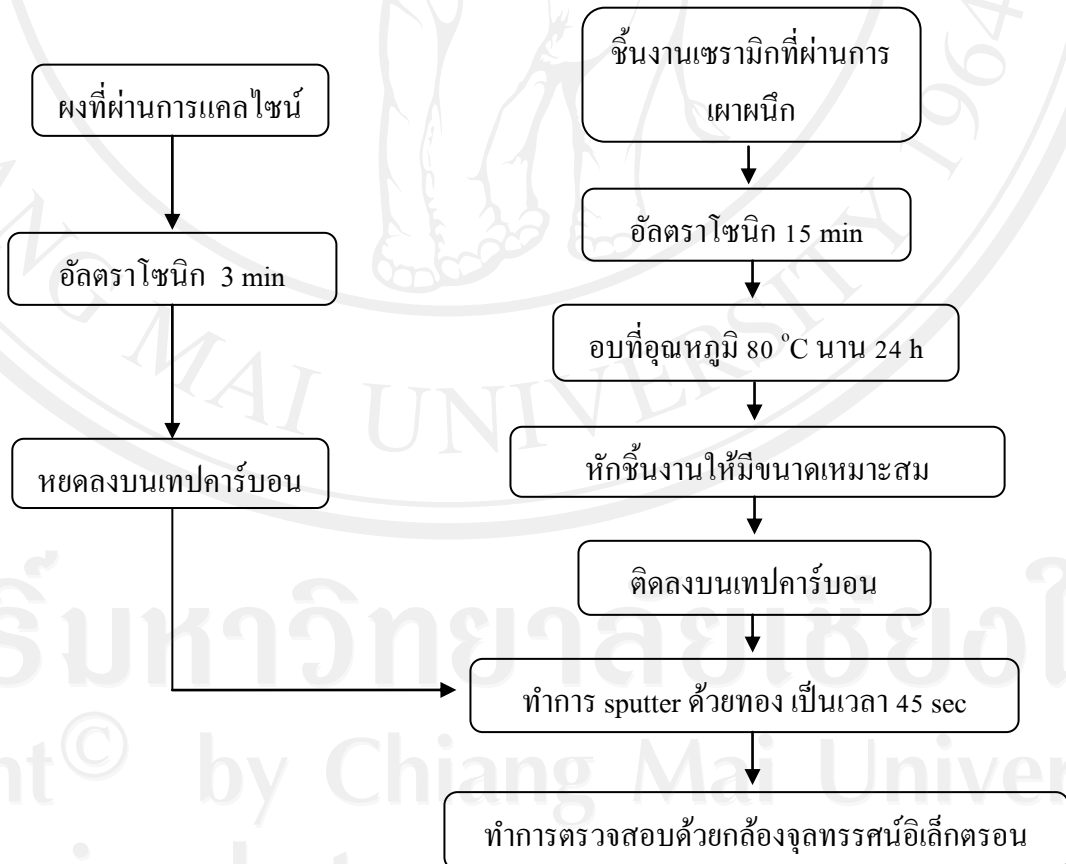
การแปลงสัญญาณที่ได้ให้เป็นสัญญาณภาพปรากฏบนจอรับภาพต่อไปผลที่ได้คือภาพของวัสดุหรือตัวอย่างที่กำลังขยายมากกว่า 3,000 เท่าถึงระดับมากกว่า 100,000 เท่า อีกทั้งยังสามารถแจกแจงรายละเอียดของภาพซึ่งขึ้นกับลักษณะตัวอย่างได้ตั้งแต่ 3 ถึง 100 นาโนเมตร

อิเล็กตรอนปฐมภูมิ (primary electron) จากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron gun) จะถูกเร่งด้วยศักย์ไฟฟ้า (1,000 - 3,000 อิเล็กตรอน โวลต์หรือมากกว่า) ที่สามารถปรับค่าได้จากนั้นจึงถูกดึงดูดสู่เบื้องล่างโดยแผ่นแอโนด (anode plate) ให้มีขนาดเล็กลงเพื่อเป็นการเพิ่มความเข้มของลำอิเล็กตรอน จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะวิ่งลงสู่เบื้องล่างผ่านเลนส์วัตถุ ซึ่งทำหน้าที่ในการปรับลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้มีจุดโฟกัสบนผิวตัวอย่างพอดี และลำอิเล็กตรอนที่ตกกระทบผิววัตถุหรือตัวอย่างจะมีขนาดในช่อง 5 ถึง 200 nm โดยมีชุดควบคุมการส่องกราดของลำอิเล็กตรอนทำหน้าที่ในการควบคุมทิศทางการเคลื่อนที่ของลำอิเล็กตรอนบนพื้นผิวตัวอย่าง ซึ่งผู้ใช้สามารถกำหนดได้โดยการผ่านทางชุดควบคุม (control unit) ขณะที่ลำอิเล็กตรอนกระทบผิวตัวอย่างจะเกิดอันตรกิริยา ระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมในวัสดุหรือเกิดการถ่ายโอนพลังงานที่ชั้นความลึกจากพื้นผิวที่ระดับต่างๆทำให้เกิดการปลดปล่อยสัญญาณอิเล็กตรอนชนิดต่างๆ ออกมาซึ่งใช้ประโยชน์ในการศึกษาลักษณะผิวของตัวอย่าง



รูป 3.13 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน

ในด้านของการศึกษาโครงสร้างจุลภาค ซึ่งในงานทดลองนี้ได้ใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) มาใช้ในการศึกษาลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของ ผงภายหลังการแคลไซน์และชิ้นงานที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1250 °C เพื่อนำข้อมูลที่ได้อมาใช้ประกอบการอธิบายถึงโครงสร้างจุลภาคของอนุภาคผงและเซรามิกที่มีขนาดเกรนและรูปร่างของเกรนที่แตกต่างกัน รวมถึงใช้ประกอบการอธิบายสมบัติทางกายภาพทางเซรามิกที่เตรียมได้ โดยเริ่มจากการนำชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้มาทำความสะอาด โดยการใช้เครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลานาน 15 min เพื่อกำจัดสิ่งสกปรกให้หลุดออกไปจากผิวชิ้นงาน นำชิ้นงานไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 80 °C ประมาณ 24 h เพื่อทำให้ชิ้นงานแห้ง หักชิ้นงานตัวอย่างแล้วนำไปติดบนแท่งทองเหลือง (stap) ด้วยเทปคาร์บอน โดยจัดรอยหักและผิวหน้าของชิ้นงานวางตัวอยู่ในแนวที่เหมาะสมกับการตรวจสอบและทำการเคลือบผิวของชิ้นงานด้วยคาร์บอน โดยใช้เทคนิค sputtering เป็นเวลานาน 45 min ก่อนที่จะนำไปตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน เพื่อทำการศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคต่อไป



รูป 3.14 แสดงแผนภาพขั้นตอนการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาค

นอกจากนั้นแล้วยังใช้เทคนิคนี้ในการตรวจสอบลักษณะทางจุลภาคของการเกิดขึ้นใหม่
ของไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เกิดขึ้นหลังจากทำการทดสอบความเข้ากันได้ทางชีวภาพ โดยการเตรียม
ชิ้นงานก็ทำโดยการติดชิ้นงานบนแท่งทองเหลือง แล้วทำการเคลือบด้วยทอง นาน 45 วินาที แล้วทำ
การตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนต่อไป

3.7 การตรวจสอบสมบัติทางกลของเซรามิก

3.7.1 การทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ (Vickers hardness)

การทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ (Vickers hardness testing: HV) เป็นรูปแบบการ
ทดสอบความแข็งของชิ้นงานแบบใช้หัวกดเป็นแบบพีรามิดที่มีด้านเท่ากันทั้ง 4 ด้าน มีมุมระหว่าง
ผิวหน้าของหัวกด (α) 136° ซึ่งการออกแบบลักษณะทางเรขาคณิตของหัวกดแบบนี้ทำให้ค่าความ
แข็งแบบวิกเกอร์ (HV) นี้มีความสัมพันธ์ที่ดีกับค่าความแข็งแบบบริเนล (HBS) ที่ค่าระหว่าง 350 -
400

การทดสอบโดยหัวกดแบบวิกเกอร์จะทำการกดลงไปในทิศทางแนวตั้งกับชิ้นงานด้วยแรง
 P (kgf) ดังรูป 3.27 โดยที่มุมระหว่างผิวหน้าของหัวกด (α) จะทำมุมกัน 136° ค่า d_1 และ d_2 คือค่า
เส้นทแยงมุมของรอยกด (mm) ดังนั้นค่าเฉลี่ย d จะใช้ในการคำนวณหาค่าความแข็ง ดังสมการ 3.6

$$HV = 0.9272 \frac{P}{A} = \frac{2P \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{d^2} \sim 1.8544 \frac{P}{d^2} \quad (3.6)$$

เมื่อ HV คือ ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์

P คือ แรงที่ใช้ในการทดสอบ (kgf)

A คือ พื้นที่ผิวของหัวกด (mm^2)

d คือ ค่าเฉลี่ยของความยาวเส้นทแยงมุมของรอยกด (mm)

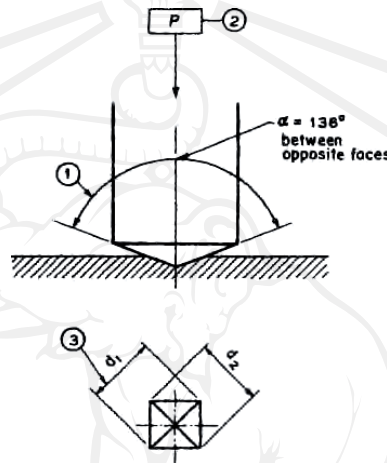
ในกรณีทำค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ให้อยู่ในหน่วย GPa ได้โดยสมการ 3.7

$$HV = 0.0018544 \times \frac{P_2}{d_2^2} \quad (3.7)$$

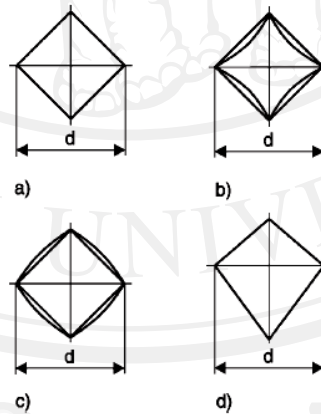
เมื่อ P_2 มีหน่วยเป็นนิวตัน

เนื่องทรงเรขาคณิตแบบพีรามิดจากจะมีค่าความสัมพันธ์ระหว่างค่าความลึกของรอยกดกับ ความยาวของเส้นทแยงมุมของรอยกดดังสมการ 3.8

$$h = \frac{d}{7.0006} \tag{3.8}$$



รูป 3.15 หลักการทำงานของทดสอบความแข็งแบบวิสเกอร์ตามมาตรฐาน ASTM E92



รูป 3.16 ลักษณะรอยหัวกดแบบต่างๆจากการทดสอบความแข็งแบบวิสเกอร์

(a) รอยกดแบบสมบูรณ์ (ideal indentation) (b) รอยกดลักษณะบุ๋มลงไป (sink-in indentation)

(c) รอยกดลักษณะซ้อนๆกันขึ้นไป (pile-up indentation) (d) รอยกดสี่เหลี่ยมรูปว่าว

(kite-shaped indentation)



รูป 3.17 เครื่องวัดค่าความความแข็งแบบวิสเกอร์ (Vickers Hardness Tester)

3.8 การทดสอบทางชีวภาพ

3.8.1 การทดสอบความเข้ากันได้ทางชีวภาพ (vitro bioreactivity tastes)

ในการทดสอบความเข้ากันได้ทางชีวภาพนั้นเป็นการทดสอบการเหนี่ยวนำการเกิดอะพาไทต์ใหม่บนวัสดุทางชีวภาพ โดยการแช่ตัวอย่างลงในสารละลายจำลองที่มีไอออนเหมือนเลือดจริงๆ ดังตาราง 3.4 เพื่อเป็นการจำลองสภาวะการก่อตัวของไฮดรอกซีอะพาไทต์บนวัสดุทางการแพทย์ [57] โดยการทดสอบในการทดลองนี้ทำโดยการทำความสะอาดผิวหน้าของชิ้นงานด้วยการสันแบบอัลตราโซนิคเม็ดเซรามิกเป็นเวลา 15 min ต่อมาแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลานาน 7, 14, 28, 56 วัน โดยเก็บสารตัวอย่างที่แช่สารละลาย SBF ไว้ที่ห้องอุณหภูมิ 37 °C หลังจากแช่สารละลายครบกำหนดแล้วก็ล้างสารละลายออกด้วยน้ำที่ปราศจากไอออน เพื่อหยุดการเกิดอะพาไทต์ใหม่บนพื้นผิวชิ้นงาน หลังจากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 3 h ตรวจสอบลักษณะของไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เกิดขึ้นโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน



รูป 3.18 แสดงการแช่เม็ดเซรามิกไฮดรอกซีอะพาไทต์ในสารละลาย SBF

ตาราง 3.4 แสดงปริมาณความเข้มข้นของสารละลาย SBF เทียบกับความเข้มข้นของเลือด

Ion	Concentration (mmol/dm ³)	
	Simulated body fluid (SBF)	Human blood plasma
Na ⁺	142.0	142.0
K ⁺	5.0	5.0
Mg ²⁺	1.5	1.5
Ca ²⁺	2.5	2.5
Cl ⁻	147.8	103.0
HCO ₃ ⁻	4.2	27.0
HPO ₄ ²⁻	1.0	1.0
SO ₄ ²⁻	0.5	0.5