

### บทที่ 3

## วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

ในบทนี้ได้กล่าวถึงวัสดุ อุปกรณ์ รวมไปถึงขั้นตอนและวิธีการทดลอง เพื่อศึกษาผลกระทบจากการเติมแบเรียมเซอร์โคเนียมไททานเนตลงในเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟต ซึ่งผงเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตได้มาจากเปลือกไข่บดเผาแคลไซน์แล้วนำมาผสมกับแอมโมเนียมไดไฮโดรฟอสเฟตจะได้เป็นเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตออกมา จากนั้นทำการวิเคราะห์ผงและเซรามิเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคต่างๆ อาทิเช่น การวิเคราะห์ด้วยรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction analysis) การหาความหนาแน่น (density measurement) การหาค่าการหดตัวเชิงเส้น (linear shrinkage) การหาขนาดอนุภาค (dynamic light scattering) การทดสอบความแข็ง (hardness) การวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) การทดสอบความเข้ากันได้ทางชีวภาพ (vitro bioreactivity tastes) เป็นต้น

### 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

รายละเอียดสารเคมีและวัตถุดิบตั้งต้นที่ใช้ในการทดลองได้แสดงในตาราง 3.1 ซึ่งประกอบด้วยชื่อสารเคมี สูตรทางเคมี บริษัทผู้ผลิต มวลโมเลกุล และความบริสุทธิ์ของสาร

ตาราง 3.1 สารเคมีและวัตถุดิบตั้งต้นที่ใช้ในการทดลอง

ชื่อสารเคมี	ผู้ผลิต	ความบริสุทธิ์ (%)
เปลือกไข่	-	-
แอมโมเนียมไดไฮโดรฟอสเฟต	Fluka analytical	99.8%
แบเรียมคาร์บอเนต	Sigma Aldrich	98.5%
เซอร์โคเนียมไดออกไซด์	Riedel-de Haen	99.0%
ไททานเนียม	Riedel-de Haen	99.0%

เอทานอล	Merck	99.0%
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
กระดาษซังสาร	10×10 cm	Whiteman
กระดาษทราย	500,1000,1200	Swallow
ขวดบดสารชนิด polyethylene	500 cc	-
กรกบดสาร	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	DaihanLabtech co
เครื่องอัดขึ้นรูประบบไฮดรอลิก	P-1B-041	Riken Seki co.LTD
เครื่องกำเนิดรังสีเอ็กซ์	Miniflux 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	สมศักดิ์ชัยพลาย
โถดูดความชื้น	-	-
เวอร์เนียร์คาลิเปอร์	Digital	Zimm-Zeem

### 3.3 วิธีการทดลอง

#### 3.3.1 การสกัดเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตจากเปลือกไข่

การสังเคราะห์เบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตจากเปลือกไข่นั้นเนื่องจากในเปลือกไข่มีแร่ธาตุที่เหมือนกันกับในกระดูกของมนุษย์ และเพื่อเป็นการนำสิ่งที่เหลือใช้มาใช้ให้เกิดประโยชน์ อีกทั้งยังเป็นการลดต้นทุนในการผลิตอีกด้วย ซึ่งในการทดลองนี้เริ่มจากการนำเปลือกไข่มาทำความสะอาด จากนั้นนำไปอบให้แห้งแล้วบดละเอียดด้วยเครื่องบด จากนั้นนำไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 625 °C เป็นเวลา 3 h ดังรูป 3.4 จากนั้นนำมาผสมกับแอมโมเนียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตด้วยกระบวนการผสมโดยใช้ลูกบอลหรือเครื่องบดผสมแบบหมุนวนนาน 24 h ในตัวกลางเอทานอล ต่อมานำมาทำการคัดแยกลูกบดออกและร่อนด้วยตะแกรง และนำผงเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิประมาณ 80 °C นาน 24 h จากนั้นนำไปแคลไซน์อีกครั้งด้วยอุณหภูมิดังรูปที่ 3.5 เพื่อที่จะทำให้ได้เบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตออกมา

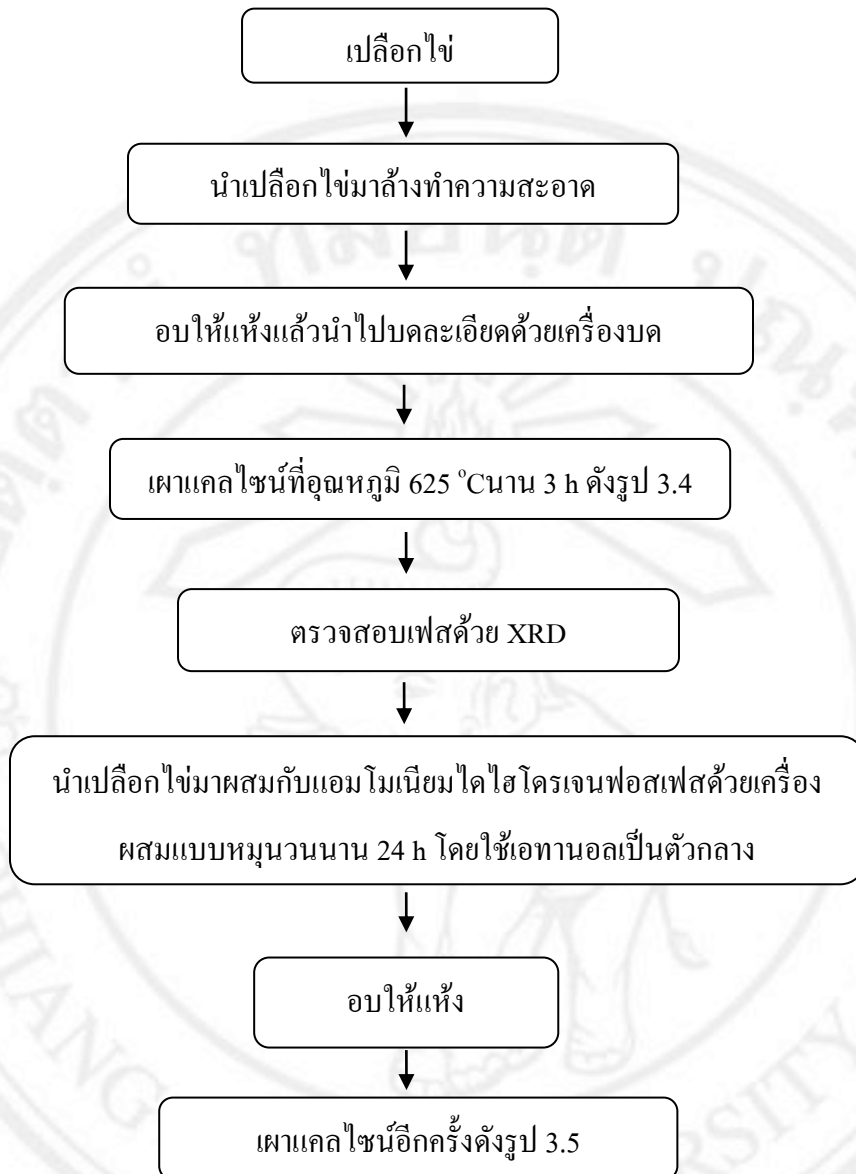


ภาพที่ 3.1 เปลือกไข่ที่ผ่านการล้างทำความสะอาดแล้ว

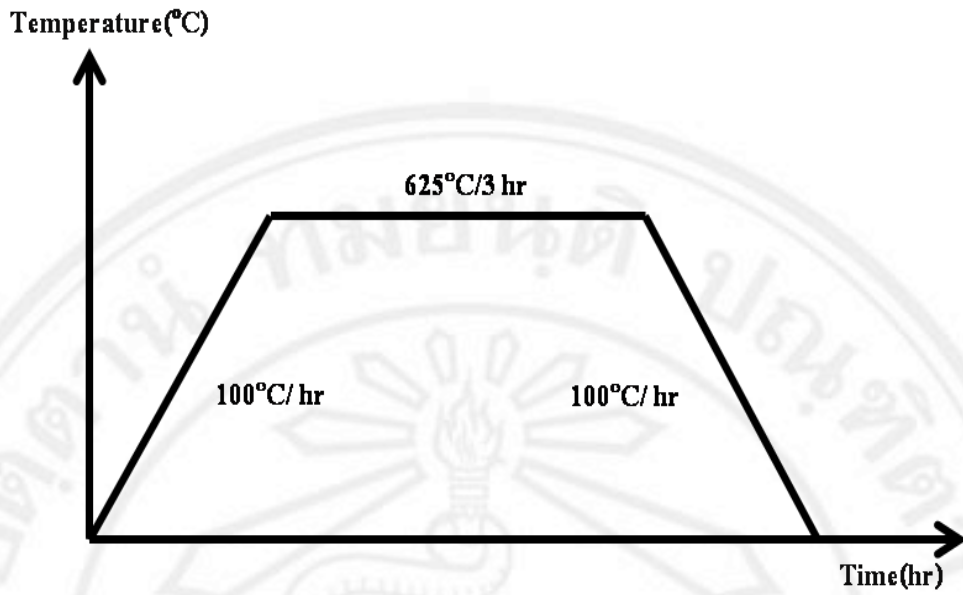


ภาพที่ 3.2 เครื่องบดผสมแบบหมุนวน

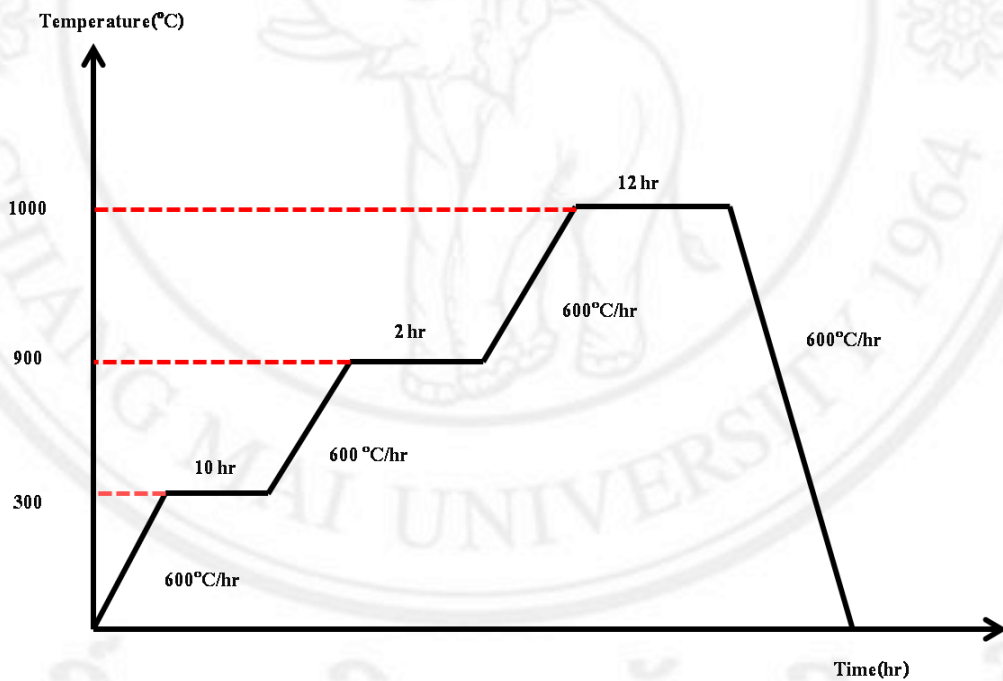
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่  
Copyright© by Chiang Mai University  
All rights reserved



ภาพที่ 3.3 แสดงแผนภาพขั้นตอนการสังเคราะห์เบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตจากเปลือกไข่



ภาพที่ 3.4 แสดงแผนภาพขั้นตอนการเผาแคลไซน์เปลือกไข่



ภาพที่ 3.5 แสดงแผนภาพขั้นตอนการเผาแคลไซน์เบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟต

### 3.3.2 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction)

ในงานวิจัยนี้เมื่อได้ผ่านกระบวนการแคลไซน์เพื่อสกัดเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตมาแล้ว จำเป็นจะต้องมีการตรวจสอบถึงเฟสองค์ประกอบ โดยอนุภาคผงของสารเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟต ที่ผ่านการแคลไซน์แล้วจะต้องนำไปอบที่อุณหภูมิ 110 °C เพื่อลดความชื้น และทำการวิเคราะห์ด้วยรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคผงเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่ผ่านการแคลไซน์แล้ว ด้วยเครื่อง Miniflux II ดังรูป 3.6



ภาพที่ 3.6 เครื่อง Miniflux II

เทคนิคนี้เป็นการตรวจสอบโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (x-ray diffraction technique) โดยเมื่อรังสีเอ็กซ์ตกกระทบบนผิววัสดุซึ่งมีโครงสร้างเป็นผลึก และมีการจัดเรียงตัวของอะตอมอย่างมีระเบียบ ซึ่งมีลักษณะเป็นระนาบ (hkl) จะทำให้เกิดการกระเจิง (scattering) ของรังสีเอ็กซ์ โดยที่มุมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ออกจากผลึกจะเป็นลักษณะเฉพาะตามชุดระนาบนั้นๆ และสามารถที่จะเกิดการแทรกสอดแบบเสริมกันได้เมื่อเป็นรังสีเลี้ยวเบน ก็สามารถตรวจสอบได้ว่ารังสีที่ตรวจจับนั้นมาจากระนาบใดและมีปริมาณเท่าใด โดยดูจากค่ามุมและความเข้มและรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ ซึ่งสารแต่ละชนิดจะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันตามโครงสร้าง โดยเริ่มจากการนำผงตัวอย่างที่ผ่านการบดละเอียดแล้วบรรจุลงในแผ่นบรรจุสารตัวอย่าง (sample holder) เกลี่ยผงตัวอย่างให้เรียบ โดยใช้กระจกสไลด์ ใส่แผ่นบรรจุสารตัวอย่างที่เตรียมได้ในเครื่อง XRD และเริ่มทำการทดสอบโดยให้มุมเริ่มต้นที่  $2\theta$  เท่ากับ 20 °C และมุม

สุดท้าย 2 เท่ากับ 80 °C จากนั้นผลที่แสดงออกมาในรูปแบบของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มกับมุม 2 จากนั้นนำผลที่ได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลในแฟ้ม JCPDS เพื่อตรวจสอบเฟสและความบริสุทธิ์ของผงตัวอย่างที่เกิดขึ้น โดยนำค่ามุม 2 ที่ได้มาหาค่า d-spacing จากกฎของแบรค สมการที่ 3.1

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

โดยที่ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ (d-spacing)

$\lambda$  คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ในกรณีนี้ ( $\lambda = 1.54439 \text{ \AA}$ )

### 3.3.3 การหาความหนาแน่นของอนุภาค

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการหาความหนาแน่นของอนุภาคเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟต ที่สกัดได้ เนื่องจากต้องนำไปใช้ในการคำนวณอัตราส่วนในการเติมแบเรียมเซอร์โคเนียมไททานेट ซึ่งในที่นี้จะพิจารณาในส่วนของความถ่วงจำเพาะ โดยความถ่วงจำเพาะคือ อัตราส่วนของความหนาแน่นของสารต่อความหนาแน่นของสารมาตรฐาน ซึ่งในที่นี้ใช้เครื่องมือที่เรียกว่า พิกโนมิเตอร์ (ดังรูป 3.8) โดยสามารถทำได้โดยหามวลของพิกโนมิเตอร์พร้อมจุก ( $M_1$ ) จากนั้นหามวลของสารตัวอย่างรวมกับพิกโนมิเตอร์ ( $M_2$ ) และมวลของน้ำรวมสารตัวอย่างและพิกโนมิเตอร์ ( $M_3$ ) ท้ายสุดก็หามวลพิกโนมิเตอร์และน้ำโดยไม่มีสารตัวอย่าง ( $M_4$ ) ซึ่งสามารถใช้สมการ 3.2 ในการคำนวณ

$$\rho = \frac{M_2 - M_1}{(M_4 - M_1) - (M_3 - M_2)} \rho_{st} \quad (3.2)$$

เมื่อ  $\rho_{st}$  คือ ความหนาแน่นของของเหลว ( $\text{g/cm}^3$ )

$\rho$  คือ ความถ่วงจำเพาะ ( $\text{g/cm}^3$ )

$M_1$  คือ มวลขวดพิกโนมิเตอร์ (g)

$M_2$  คือ มวลขวดพิกโนมิเตอร์ร่วมกับสาร (g)

$M_3$  คือ มวลขวดพิกโนมิเตอร์รวมสารและน้ำ (g)

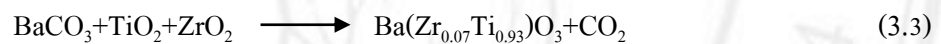
M<sub>4</sub> คือ มวลขวดฟิสิกโนมิเตอร์รวมน้ำ (g)



ภาพที่3.7 ขวดฟิสิกโนมิเตอร์

### 3.4 ขั้นตอนการเตรียมแบเรียมเซอร์โคเนียมไททานเนตแบบสารละลายของแข็ง

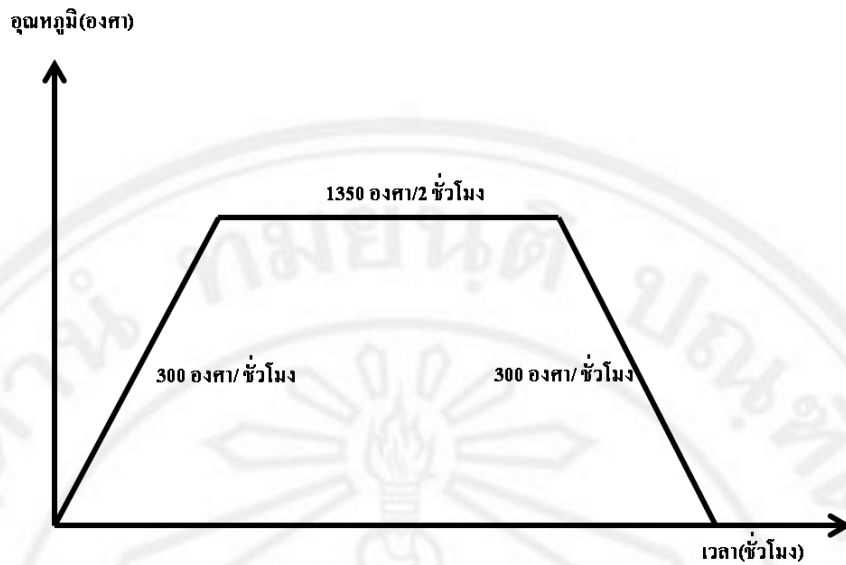
ขั้นตอนการเตรียมแบเรียมเซอร์โคเนียมไททานเนต (Ba(Zr<sub>0.07</sub>Ti<sub>0.93</sub>)O<sub>3</sub>) ซึ่งทำการสังเคราะห์โดยกระบวนการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง ซึ่งสารเคมีที่ใช้ในนั้นประกอบด้วย BaCO<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub> และ TiO<sub>2</sub> จากนั้นทำการคำนวณสารโดยมีอัตราส่วนดังสมการ (3.3)



ทำการชั่งสารด้วยเครื่องชั่งสารความละเอียด 4 ตำแหน่ง ตามสัดส่วนที่เหมาะสมดังสมการ (3.1) จากนั้นนำผงที่ชั่งเสร็จแล้วมาใส่กระป๋องพลาสติกที่บรรจุลูกบอลดอลูมินา และเอทานอลทำการบดผสมเป็นเวลา 24 h หลังจากนั้นกรองแยกสารผสมโดยใช้เอทานอลล้างกรองสารผสมผ่านตะแกรงลวดและนำสารผสมที่ได้ไปกวนด้วยแท่งแม่เหล็กตั้งบนเตาให้ความร้อนเพื่อให้เอทานอลระเหยออกไปจนเหลือเพียงผงของสารผสมที่แห้ง จากนั้นนำไปอบในตู้อบสาร ดังรูป 3.9 ที่อุณหภูมิประมาณ 150 °C เป็นเวลา 24 h หลังจากนั้นนำผงแบเรียมเซอร์โคเนียมไททานเนตไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1350 °C เป็นเวลา 2h ด้วยอัตราขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 300 °C/min ดังรูป 3.10



ภาพที่3.8 แสดงตู้อบสาร



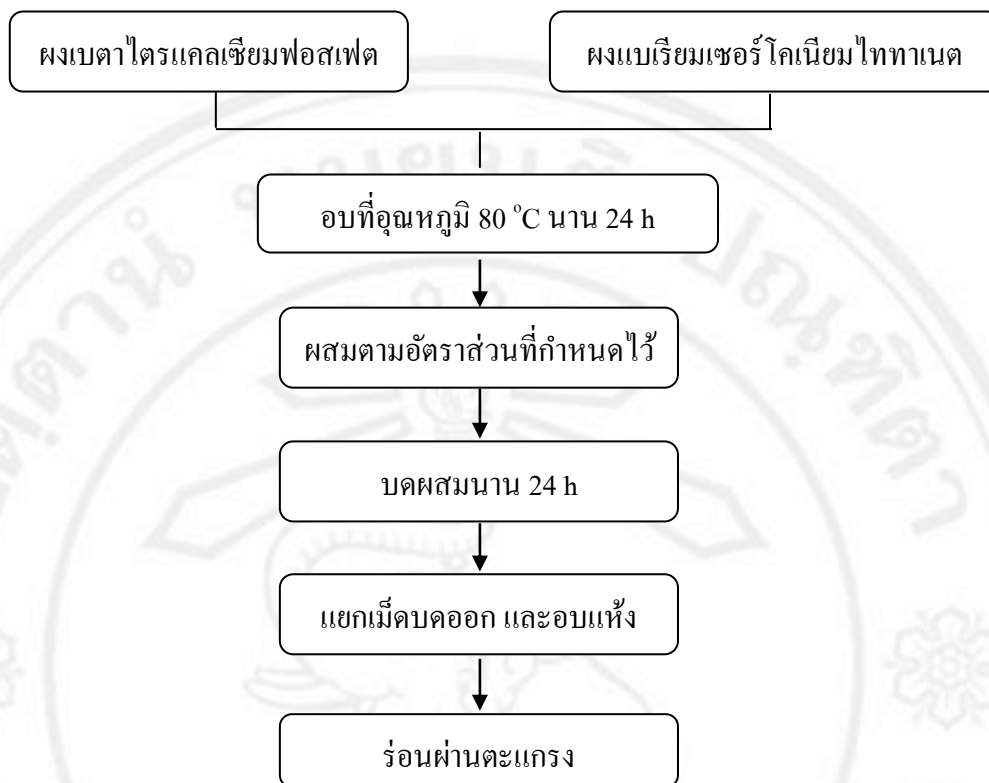
ภาพที่ 3.9 แสดงแผนภาพขั้นตอนการเผาเคลือบไฮดรอกซีอะพาไทต์

### 3.4.1 ขั้นตอนการเติมแบเรียมเซอร์โคเนียมไฮดรอกซีอะพาไทต์ลงในเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตด้วยกระบวนการปฏิกิริยาของแข็ง

หลังจากที่ได้สารเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่ผ่านการสกัดจากเปลือกไข่ และแบเรียมเซอร์โคเนียมไฮดรอกซีอะพาไทต์มาแล้ว จึงนำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 80 °C เพื่อกำจัดความชื้นออกไป จากนั้นทำการเตรียมเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตและแบเรียมเซอร์โคเนียมไฮดรอกซีอะพาไทต์ในอัตราส่วน 20, 40 และ 60 ดังตาราง 3.3 (การเตรียมในปริมาณ 100 กรัม) โดยอัตราส่วนการเติมเป็นร้อยละโดยปริมาตร ซึ่งใช้วิธีการแบบสารละลายของแข็ง และจึงนำมาผสมรวมกันทั้งเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตและแบเรียมเซอร์โคเนียมไฮดรอกซีอะพาไทต์ตามอัตราส่วนที่ขังมาโดยการบดผสมแบบหมุนวนในตุ๊กกลางเอทานอลนาน 24 h ต่อมาทำการแยกเม็ดบดออกและอบให้แห้ง ร้อนแบบละเอียดก็จะได้เป็นสารประกอบเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่เติมแบเรียมเซอร์โคเนียมไฮดรอกซีอะพาไทต์ในอัตราส่วนที่ต่างกัน

ตาราง 3.3 แสดงตารางการคำนวณสารตามอัตราการเติม BZT ที่อัตราส่วนต่างๆ

ร้อยละโดยปริมาตรของ BZT	น้ำหนักของ BZT (g)	น้ำหนักของ $\beta$ -TCP(g)
20	2.3358	97.6642
40	4.6094	95.3906
60	6.8233	93.1767

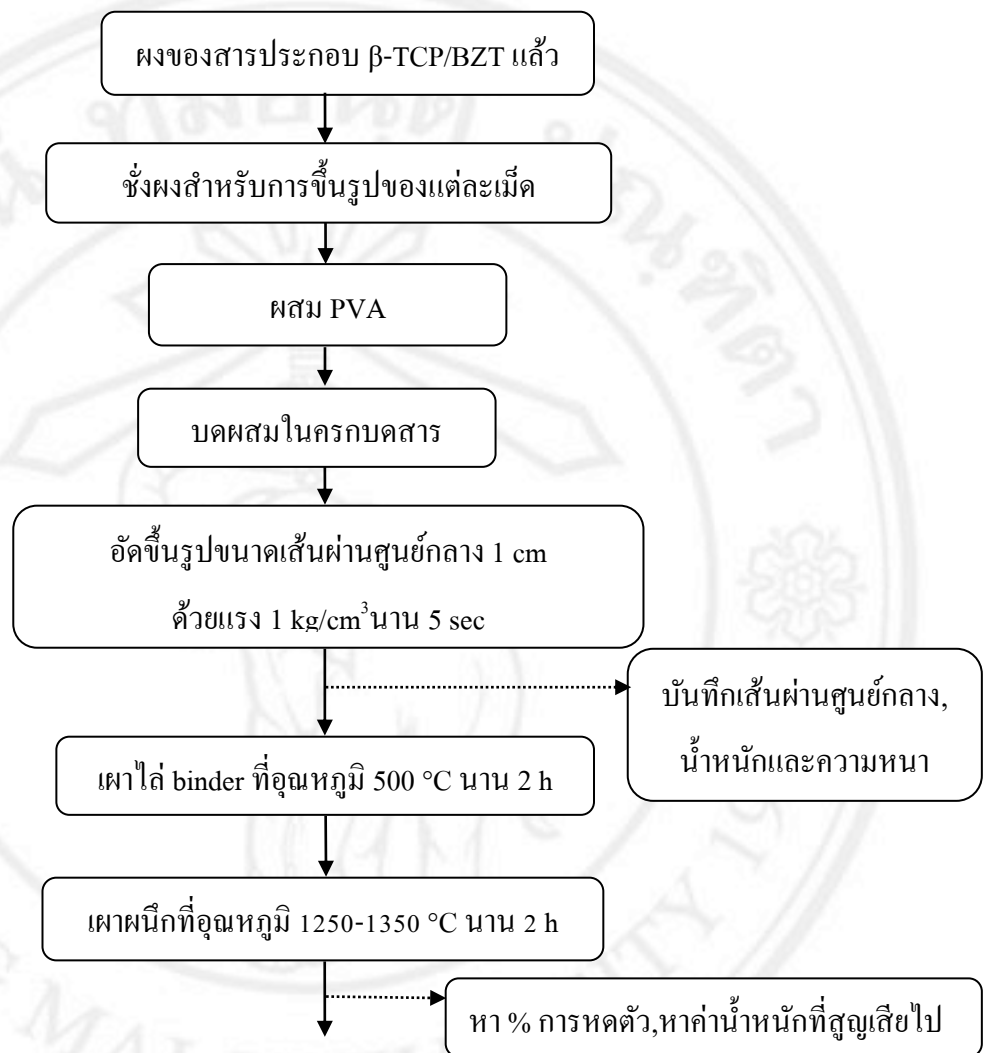


ภาพที่ 3.10 แสดงขั้นตอนการเตรียมแบเรียมเซอร์โคเนียมไททานेट

#### 3.4.2 ขั้นตอนการเตรียมเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่เติมแบเรียมเซอร์โคเนียมไททานेट

ในขั้นตอนของกระบวนการเตรียมเซรามิกของเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่เติมเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟต ได้อาศัยการศึกษาช่วงอุณหภูมิในการเผาผนึกจากงานวิจัยอื่นๆที่ใกล้เคียง[87-88] โดยในการขึ้นรูปชิ้นงานได้มีการเติมสารยึดเหนี่ยว (binder) เพื่อช่วยในการยึดเกาะกันของอนุภาค โดยในที่นี้ได้เลือกใช้สารยึดเหนี่ยว โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol; PVA) เติมลงไปในงาน และยังมีส่วนในการเพิ่มความสามารถในการเผาผนึกอีกด้วย หลังจากซึ่งสารสำหรับขึ้นรูปเรียบร้อยแล้ว จึงทำการผสม PVA แล้วทำการบดในครก แล้วนำผงที่ขึ้นรูปด้วยแม่พิมพ์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 cm ด้วยแรงกดที่  $1 \text{ kg/cm}^2$  เป็นเวลานาน 5 วินาทีจากนั้นทำการจดบันทึกความหนา เส้นผ่านศูนย์กลาง และน้ำหนักเอาไว้เพื่อคำนวณหาค่าความหนาแน่น และค่าความสูญเสียของมวลภายหลังการเผาผนึก แต่ก่อนการเผาผนึกจะต้องมีการเผาไล่สาร

ยึดเหนี่ยวออกจากชิ้นงาน ก่อนการเผาจริงที่อุณหภูมิ 500°C นาน 2 h แล้วจึงทำการผนีกที่อุณหภูมิ 1250-1350°C นาน 2h ต่อไป ดังแสดงขั้นตอนในรูป 3.1



ภาพที่3.11 แสดงแผนภาพขั้นตอนการเตรียมเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่เดิมเบเรียม

เซอร์โคเนียมไททานेट

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่  
Copyright © by Chiang Mai University  
All rights reserved



ภาพที่ 3.12 ชุดอัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร

### 3.5 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของเซรามิก

#### 3.5.1 การหาค่าความหนาแน่น

การงานวิจัยนี้ี้ได้ทำการหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้โดยใช้หลักการแทนที่น้ำของ Archimedes ทำการทดลองโดยนำเซรามิกที่เตรียมได้มาต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลา 6 h ทิ้งไว้ให้เย็นในอากาศแล้วจึงนำมาชั่งในน้ำ ( $W_3$ ) ทั้งนี้เพื่อเป็นการกำจัดผลของรูพรุนภายนอกของสารเซรามิก หลังจากนั้นนำชิ้นเซรามิกที่ผ่านการต้มมาชั่งในอากาศ ( $W_2$ ) หลังจากนั้นนำชิ้นเซรามิกไปอบในตู้อบอุณหภูมิ  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  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  $\rho_s$  และ  $\rho_{st}$  คือ ความหนาแน่นของเซรามิกและน้ำตามลำดับ

$W_1$  คือ น้ำหนักของเซรามิกหลังการอบแห้ง

$W_2$  คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศ

$W_3$  คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในน้ำ



ภาพที่ 3.13 เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง

### 3.5.2 การหาค่าการหดตัวหลังการเผา

หลังจากทำการเผาผนึกเซรามิกเบตาไดรแคลเซียมฟอสเฟต ที่อุณหภูมิต่างๆ แล้วนั้นแล้วจึงนำชิ้นงานที่ได้มาทำการตรวจวัดการหดตัวของเซรามิกหลังเผาในรูปของการหดตัวเชิงเส้น (Linear shrinkage) ด้วยการวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางก่อนการเผา และหลังการเผาผนึก ดังสมการ 3.5

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

- เมื่อ  $S_L$  คือร้อยละของการหดตัวเชิงเส้นของเซรามิก
- $l$  คือ เส้นผ่านศูนย์กลางหลังการเผาผนึก
- $l_0$  คือ เส้นผ่านศูนย์กลางก่อนการเผาผนึก

### 3.6 การศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนมีความสามารถแจกแจงรายละเอียดของภาพและแสดงถึงความสามารถในการแยกชัดได้ โดยการประยุกต์นำเอาอิเล็กตรอนที่มีช่วงคลื่นสั้นกว่าคลื่นแสงมาใช้เลนส์สนามแม่เหล็กไฟฟ้า และมีตัวตรวจวัดที่จะมาจับสัญญาณอิเล็กตรอนที่เกิดจากการเร่งความเร็วของลำอิเล็กตรอนให้มีความต่างศักย์ที่สูงไปกระทบผิวตัวอย่างจากนั้นก็จะมีอุปกรณ์ในการแปลงสัญญาณที่ได้ให้เป็นสัญญาณภาพปรากฏบนจอรับภาพต่อไปผลที่ได้ก็คือภาพของวัสดุหรือ

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

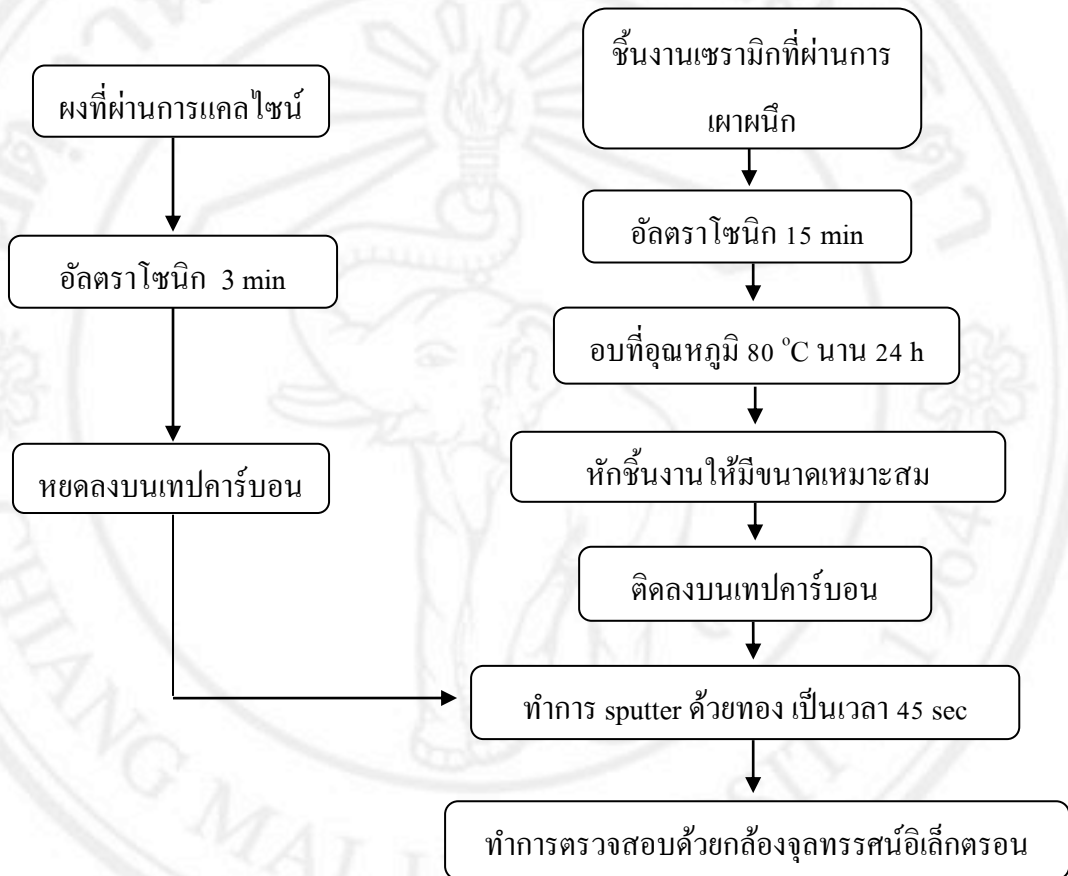
อิเล็กตรอนปฐมภูมิ (primary electron) จากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron gun) จะถูกเร่งด้วยศักย์ไฟฟ้า (1,000 - 3,000 อิเล็กตรอน โวลต์หรือมากกว่า) ที่สามารถปรับค่าได้จากนั้นจึงถูกดึงดูดสู่เบื้องล่างโดยแผ่นแอโนด (anode plate) ให้มีขนาดเล็กลงเพื่อเป็นการเพิ่มความเข้มของลำอิเล็กตรอน จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะวิ่งลงสู่เบื้องล่างผ่านเลนส์วัตถุ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



ภาพที่ 3.14 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน

ในด้านของการศึกษาโครงสร้างจุลภาค ซึ่งในงานทดลองนี้ได้ใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) มาใช้ในการศึกษาลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของ ผงภายหลังการเคลือบและชิ้นงานที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ  $1250^{\circ}\text{C}$  เพื่อนำข้อมูลที่ได้มาใช้ประกอบการอธิบายถึงโครงสร้างจุลภาคของอนุภาคผงและเซรามิกที่มีขนาดเกรนและรูปร่างของเกรนที่แตกต่างกัน รวมถึงใช้ประกอบการอธิบายสมบัติทางกายภาพทางเซรามิกที่เตรียมได้ โดยเริ่มจากการนำชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้มาทำความสะอาด โดยการใช้เครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลานาน 15 min เพื่อกำจัดสิ่งสกปรก

ให้หลุดออกไปจากผิวชิ้นงาน นำชิ้นงานไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 80 °C ประมาณ 24 h เพื่อให้ชิ้นงานแห้ง หักชิ้นงานตัวอย่างแล้วนำไปติดบนแท่งทองเหลือง (stup) ด้วยเทปคาร์บอน โดยจัดรอยหักและผิวหน้าของชิ้นงานวางตัวอยู่ในแนวที่เหมาะสมกับการตรวจสอบ และทำการเคลือบผิวของชิ้นงานด้วยคาร์บอน โดยใช้เทคนิค sputtering เป็นเวลานาน 45min ก่อนที่จะนำไปตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน เพื่อทำการศึกษาลักษณะ โครงสร้างจุลภาคต่อไป



ภาพที่ 3.15 แสดงแผนภาพขั้นตอนการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาค

นอกจากนั้นแล้วยังใช้เทคนิคนี้ในการตรวจสอบลักษณะทางจุลภาคของการเกิดขึ้นใหม่ของเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่เกิดขึ้นหลังจากทำการทดสอบความเข้ากันได้ทางชีวภาพ โดยการเตรียมชิ้นงานก็ทำโดยการติดชิ้นงานบนแท่งทองเหลือง แล้วทำการเคลือบด้วยทอง นาน 45 วินาที แล้วทำการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนต่อไป

### 3.7 การตรวจสอบสมบัติทางกลของเซรามิก

#### 3.7.1 การทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ (Vickers hardness)

การทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ (Vickers hardness testing: HV) เป็นรูปแบบการทดสอบความแข็งของชิ้นงานแบบใช้หัวกดเป็นแบบพีระมิดที่มีด้านเท่ากันทั้ง 4 ด้าน มีมุมระหว่างผิวหน้าของหัวกด ( $\alpha$ )  $136^\circ$  ซึ่งการออกแบบลักษณะทางเรขาคณิตของหัวกดแบบนี้ทำให้ค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ (HV) นี้มีความสัมพันธ์ที่ดีกับค่าความแข็งแบบบริเนล (HBS) ที่ค่าระหว่าง 350 - 400

การทดสอบ โดยหัวกดแบบวิกเกอร์ จะทำการกดลงไป ในทิศทางแนวตั้งกับชิ้นงานด้วยแรง  $P$  (kgf) ดังรูป 3.27 โดยที่มุมระหว่างผิวหน้าของหัวกด ( $\alpha$ ) จะทำมุมกัน  $136^\circ$  ค่า  $d_1$  และ  $d_2$  คือค่าเส้นทแยงมุมของรอยกด (mm) ดังนั้นค่าเฉลี่ย  $d$  จะใช้ในการคำนวณหาความแข็งดังสมการ 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 ( $\text{mm}^2$ )

$d$  คือ ค่าเฉลี่ยของความยาวเส้นทแยงมุมของรอยกด (mm)

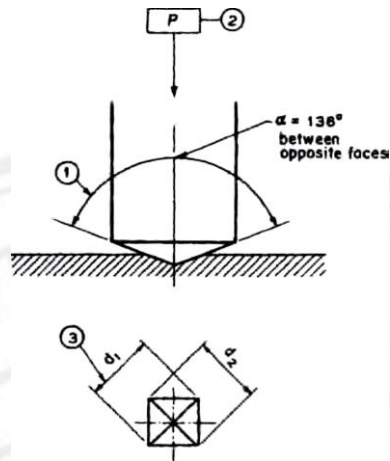
ในกรณีทำค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ให้อยู่ในหน่วย GPa ได้โดยสมการ 3.7

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

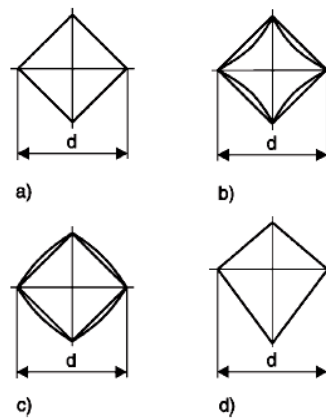
เมื่อ  $P_2$  มีหน่วยเป็นนิวตัน

เนื่องทรงเรขาคณิตแบบพีระมิดจากจะมีค่าความสัมพันธ์ระหว่างค่าความลึกของรอยกดกับความยาวของเส้นทแยงมุมของรอยกดดังสมการ 3.8

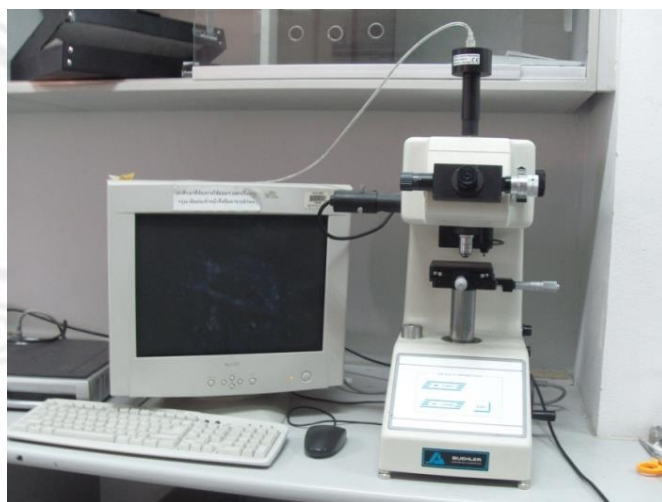
$$h = \frac{d}{7.0006} \quad (3.8)$$



ภาพที่ 3.16 หลักการทำงานของทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ตามมาตรฐาน ASTM E92



ภาพที่ 3.17 ลักษณะรอยกดแบบต่างๆจากการทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์  
 (a) รอยกดแบบสมบูรณ์ (ideal indentation) (b) รอยกดลักษณะบุ๋มลงไป (sink-in indentation)  
 (c) รอยกดลักษณะซ้อนๆกันขึ้นไป (pile-up indentation) (d) รอยกดสี่เหลี่ยมรูปว่าว  
 (kite-shaped indentation)



รูปที่ 3.18 เครื่องวัดค่าความความแข็งแบบวิกเกอร์ (Vickers Hardness Tester)

### 3.8 การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้า

การตรวจสอบสมบัติทางไฟฟ้าจะเริ่มจากการเตรียมชิ้นงานเซรามิกที่ผ่านการเผาซินเตอร์ไปจัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 600 800 1000 และ 1200 ให้ชิ้นงานบางลงประมาณ 1 มิลลิเมตร และผิวชิ้นงานเซรามิกมีความเรียบจากนั้นทำความสะอาดผิว แล้วจึงนำมาทำขั้วไฟฟ้าเพื่อนำไปวัดสมบัติทางไฟฟ้า ประกอบด้วย สมบัติไดอิเล็กทริกเพอร์โรอิเล็กทริก เพียโซอิเล็กทริก และสัมประสิทธิ์คูลัมไฟฟ้าทางกล ดังรายละเอียดต่อไปนี้

#### 3.8.1 การตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริก (dielectric properties) ที่อุณหภูมิห้อง

ในการตรวจสอบค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก ในการทดลองนี้ได้ทำการตรวจสอบที่อุณหภูมิห้อง (ที่ประมาณ 25° C) สามารถหาค่าได้โดยใช้เครื่อง LCR มิเตอร์ดังรูปที่ 3.10 ซึ่งสามารถวัดค่าความจุไฟฟ้า และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก (tanδ) ในช่วงความถี่ 20 Hz – 2 MHz โดยเริ่มจากการนำชิ้นงานตัวอย่างที่ทราบค่าความหนาและเส้นผ่านศูนย์กลางไปทำขั้วไฟฟ้าโดยการทากาวเงินแบบเผาทั้ง 2 ด้านของชิ้นงานนำชิ้นงานไปเผาเพื่อทำให้กาวเงินยึดติดกับผิวเซรามิกได้ดีที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลานาน 15 นาที อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ 10 °C/นาที จากนั้นนำชิ้นงานมาทำการวัดที่ความถี่ 1 kHz 10 kHz 20 kHz และ 100 kHz โดยทำการเก็บข้อมูลความถี่ละ 2 ข้อมูลเพื่อใช้ในการหาค่าเฉลี่ย ทำการจดบันทึกค่าความจุไฟฟ้า และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกตามช่วงความถี่ที่กำหนด จากนั้นนำค่าความจุไฟฟ้ามาทำการคำนวณหาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก จากสมการ 3.5

$$\epsilon_r = \frac{Cd}{\epsilon_0 A} \quad (3.9)$$

เมื่อ  $\epsilon_r$  คือค่าสภาพยอมสัมพัทธ์

$C$  คือค่าความจุไฟฟ้า มีหน่วยเป็นฟารัด (F)

$d$  คือความหนาของสารไดอิเล็กทริก มีหน่วยเป็นเมตร (m)

$A$  คือพื้นที่ของไดอิเล็กทริก มีหน่วยเป็นตารางเมตร (m<sup>2</sup>)

$\epsilon_0$  คือค่าสภาพยอมของสุญญากาศมีค่าเท่ากับ  $8.854 \times 10^{-12}$  F/m



ภาพที่ 3.19 แสดงเครื่อง E4980A 20 Hz – 2 MHz Precision LCR meter

### 3.8.2 การตรวจสอบสมบัติไดอิเล็กทริกสัมพันธ์กับอุณหภูมิ (dielectric constant VS temperature)

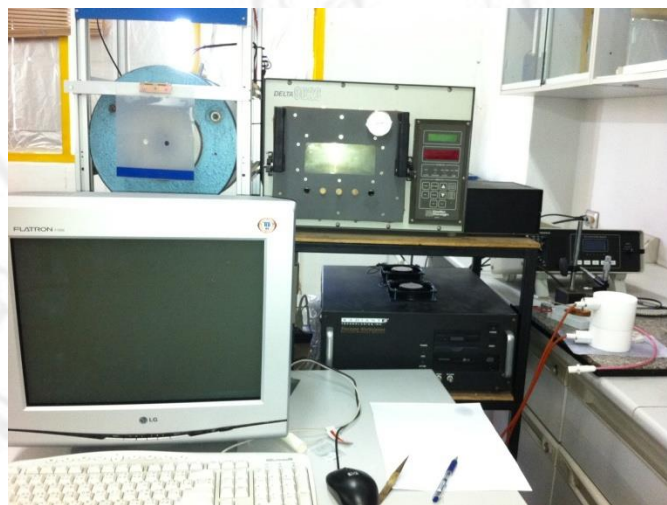
ในการทดลองนี้ได้ตรวจสอบความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกเทียบกับอุณหภูมิซึ่งสามารถทำให้ทราบถึงช่วงอุณหภูมิที่เซรามิกเกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสองค์ประกอบโดยเมื่อ เซรามิกเกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสองค์ประกอบขึ้นนั้นค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ( $\epsilon_r$ ) จะเกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็ว และชัดเจนในช่วงอุณหภูมินั้นๆ ซึ่งในเซรามิกแต่ละชนิดจะมีช่วงอุณหภูมิของการเปลี่ยนเฟสที่แตกต่างกันออกไป โดยในงานทดลองนี้ได้ทำการตรวจสอบในช่วงของอุณหภูมิตั้งแต่ ประมาณ  $30^{\circ}\text{C}$  ไปจนถึง  $200^{\circ}\text{C}$  ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่ประมาณ  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  โดยใช้เครื่อง E4980A 20 Hz – 2 MHz Precision LCR meter ซึ่งต่อเข้ากับชุดควบคุมอุณหภูมิและชุดประมวลผลดังแสดงในรูปที่ 3.11



ภาพที่ 3.20 แสดงชุดควบคุมและประมวลผลเพื่อทดสอบสมบัติไดอิเล็กทริกเทียบกับอุณหภูมิ

### 3.8.3 การตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก (ferroelectric measurement)

ในงานทดลองนี้ได้ทำการตรวจสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกของเซรามิก PSZT-ZN ที่ผ่านการทำขั้วไฟฟ้าด้วยกาวเงินมาทำการตรวจสอบสมบัติของเฟอร์โรอิเล็กทริก โดยการวิเคราะห์จากวงฮิสเทอรีซิส เพื่อทำการศึกษาถึงความสัมพันธ์ระหว่างสนามไฟฟ้า และโพลาริเซชันของเซรามิก อีกทั้งยังได้ทำการศึกษาถึงสภาพคงเหลือของโพลาริเซชัน (remanent polarization;  $P_r$ ) และค่าสนามไฟฟ้าลบค้างของโพลาริเซชัน (coercive electric field;  $E_c$ ) โดยใช้เครื่องวัดฮิสเทอรีซิส (hysteresis analyzer) Precision High Voltage Interface ซึ่งสามารถให้สนามไฟฟ้าได้สูงสุดที่ 20 kV/cm แสดงในรูป 3.12 โดยการนำชิ้นงานที่ผ่านการทำขั้ววางใน holder ซึ่งชิ้นงานจะจุ่มในน้ำมันซิลิโคน (silicone oil) เพื่อป้องกันการพังทลายทางไฟฟ้า (electric breakdown) ในงานวิจัยนี้จะให้สนามไฟฟ้าสูงสุด 3 kV จากนั้นชิ้นงานจะถูกเชื่อมต่อกับเครื่องเก็บประจุไฟฟ้ามาตรฐาน (standard capacitor) บนเครื่อง Sawyer Tower circuit (รูปที่ 3.12) ทำการเก็บข้อมูลซึ่งประกอบไปด้วยวงฮิสเทอรีซิส (hysteresis loop) C/V Characterization และ IV Characterization



ภาพที่ 3.21 แสดงชุดทดสอบสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก

### 3.8.4 การตรวจสอบค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริก (piezoelectric coefficient, $d_{33}$ )

ในการตรวจสอบค่าสัมประสิทธิ์เพียโซอิเล็กทริกของเซรามิก PSZT-ZN สามารถทำได้โดยเริ่มจากการนำชิ้นงานตัวอย่างที่ผ่านการทำขั้วไฟฟ้าโดยใช้กาวเงินแบบเผาทั้ง 2 หน้าของชิ้นงาน มาผ่านกระบวนการโพลลิง (poling) เพื่อให้เกิดการจัดเรียงตัวของไดโพลโมเมนต์ และทำให้สารเซรามิกสามารถแสดงพฤติกรรมการเกิดสมบัติเพียโซอิเล็กทริก ทำการโพลในน้ำมันซิลิโคนที่อุณหภูมิ 70 °C ให้สนามไฟฟ้า dc เท่ากับ 3

kV/mm เป็นเวลา 30 นาที เครื่องโพลสารแสดงในรูปที่ 3.13 จากนั้นนำเม็ดเซรามิกที่ทำการโพล เรียบร้อยแล้วนำมาเก็บไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนที่จะนำมาทำการวัดค่าสัมประสิทธิ์พีโซอิเล็กทริกโดยใช้เครื่อง KCF S5865  $d_{33}$ meter (รูปที่ 3.14)



ภาพที่ 3.22 แสดงเครื่องมือในการโพลสารเซรามิก



ภาพที่ 3.23 แสดงเครื่อง KCF S5865  $d_{33}$ meter

### 3.9 การทดสอบทางชีวภาพ

#### 3.9.1 การทดสอบความเข้ากันได้ทางชีวภาพ (vitro bioreactivity tastes)

ในการทดสอบความเข้ากันได้ทางชีวภาพนั้นเป็นการทดสอบการเหนี่ยวนำการเกิดอะพาไทต์ใหม่บนวัสดุทางชีวภาพ โดยการแช่ตัวอย่างลงในสารละลายจำลองที่มีไอออนเหมือนเลือดจริงๆ ดังตาราง 3.4 เพื่อเป็นการจำลองสภาวะการก่อตัวของเบตาไทรแคลเซียมฟอสเฟตบนวัสดุทางการแพทย์ [57] โดยการทดสอบในการทดลองนี้ทำโดยการทำความสะอาดผิวหน้าของชิ้นงานด้วยการสันแบบอัลตราโซนิกเม็ดเซรามิก

เป็นเวลา 15 min ต่อมาแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลานาน 7, 14, 28, 56 วัน โดยเก็บสารตัวอย่างที่แช่สารละลาย SBF ไว้ที่ห้องอุณหภูมิ 37 °C หลังจากแช่สารละลายครบกำหนดแล้วก็ล้างสารละลายออกด้วยน้ำที่ปราศจากไอออน เพื่อหยุดการเกิดอะพาไทต์ใหม่บนพื้นผิวชิ้นงาน หลังจากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 3 h ตรวจสอบลักษณะของเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่เกิดขึ้นโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน



รูปที่ 3.24 แสดงการแช่เม็ดเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตในสารละลาย SBF

ตาราง 3.4 แสดงปริมาณความเข้มข้นของสารละลาย SBF เทียบกับความเข้มข้นของเลือด

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