

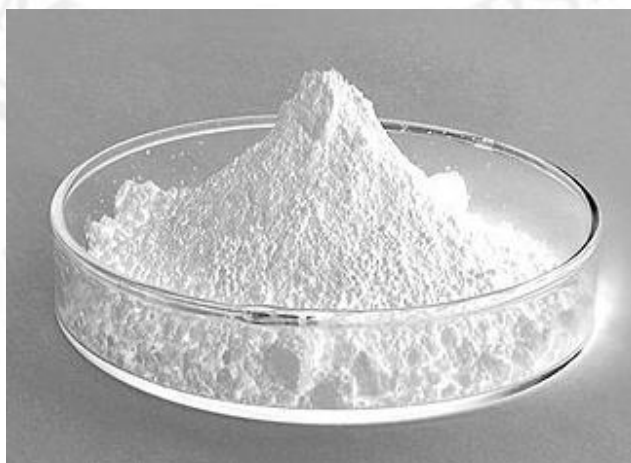
บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

ในบทนี้เป็นการนำเสนอผลการทดลองที่ได้จากการทำงานวิจัยในครั้งนี้ ซึ่งทำการศึกษาถึงสมบัติทางกายภาพ เช่น ความหนาแน่น เป็นต้นอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการเผาผนึกของเซรามิกแบเรียมเซอร์โคเนียมไททานเนต(BZT)โครงสร้างทางจุลภาค สมบัติเชิงกล สมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติทางชีวภาพซึ่งก็คือการทดสอบการเข้ากันได้ทางชีวภาพ โดยมีรายละเอียดของผลการทดลองดังนี้

4.1 การตรวจสอบผงเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่สกัดมาจากเปลือกไข่

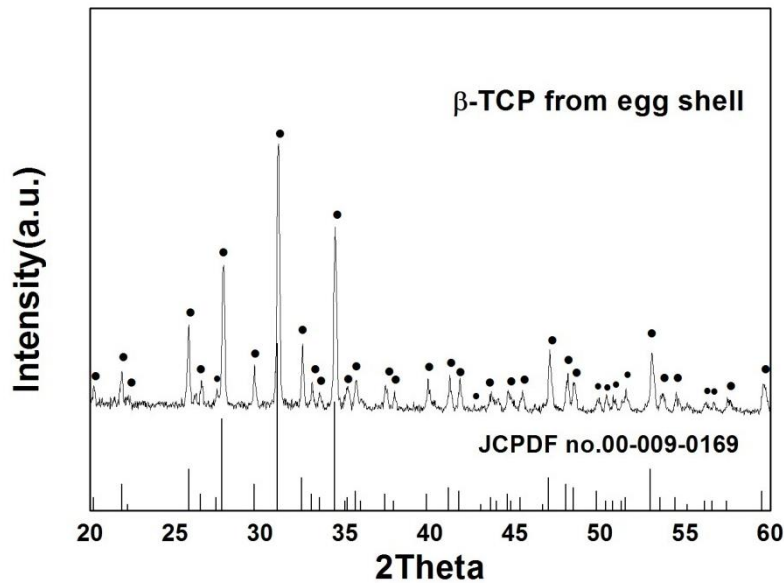
ในผลการทดลองในส่วนนี้เริ่มจากการวิเคราะห์ห้อนุภาคผงที่ได้จากการสังเคราะห์เบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตจากเปลือกไข่ผสมกับแอมโมเนียมไดไฮโดรฟอสเฟต ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$) โดยที่ทำการเผาแคลไซน์เปลือกไข่ที่อุณหภูมิ 625°C นาน 2 h เมื่อทำการผสมแล้วการแคลไซน์ที่อุณหภูมิดังกล่าวที่ 3.5 และนำไปตรวจสอบความบริสุทธิ์ของผงเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตด้วยวิธีวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์(XRD)



ภาพที่ 4.1 แสดงลักษณะผงเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่สังเคราะห์จากเปลือกไข่

4.1.1 ผลการตรวจสอบความบริสุทธิ์ของเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เรย์

ผงเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่ผ่านการสกัดมาจากเปลือกไข่จะทำการทดสอบความบริสุทธิ์ของผงที่ทำการสังเคราะห์ได้เพื่อเป็นการยืนยันว่าอนุภาคผงที่ได้มานั้นเป็นเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่มีความบริสุทธิ์จริงๆ โดยจากการตรวจสอบพบว่าเฟสที่เกิดขึ้นมีผลที่ตรงกับฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 00-009-0169 และมีโครงสร้างเป็นแบบรอมโบฮีดรอล ดังภาพที่ 4.2



ภาพที่ 4.2 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟต

4.1.2 ผลการหาความหนาแน่นของอนุภาคเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟต

การหาความหนาแน่นของอนุภาคผงเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟต จากการหาความถ่วงจำเพาะของอนุภาคด้วยขวดพิคโนมิเตอร์ โดยน้ำที่ใช้ในการทดสอบที่อุณหภูมิ 29°C พบว่าความหนาแน่นเฉลี่ยของอนุภาคมีค่าเท่ากับ 2.687 g/cm³

ตาราง 4.1 แสดงผลการหาค่าความหนาแน่นผงของเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟต

รายการ	ครั้งที่			
	1	2	3	4
M1	23.44	23.45	23.45	23.45
M2	24.93	24.95	24.93	24.93
M3	74.43	74.44	74.45	74.44
M4	73.50	73.51	73.50	73.50
ความหนาแน่น	2.649	2.631	2.781	2.687

4.2 ผลการตรวจสอบเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่เติมแบเรียมเซอร์โคเนียมไททานेट

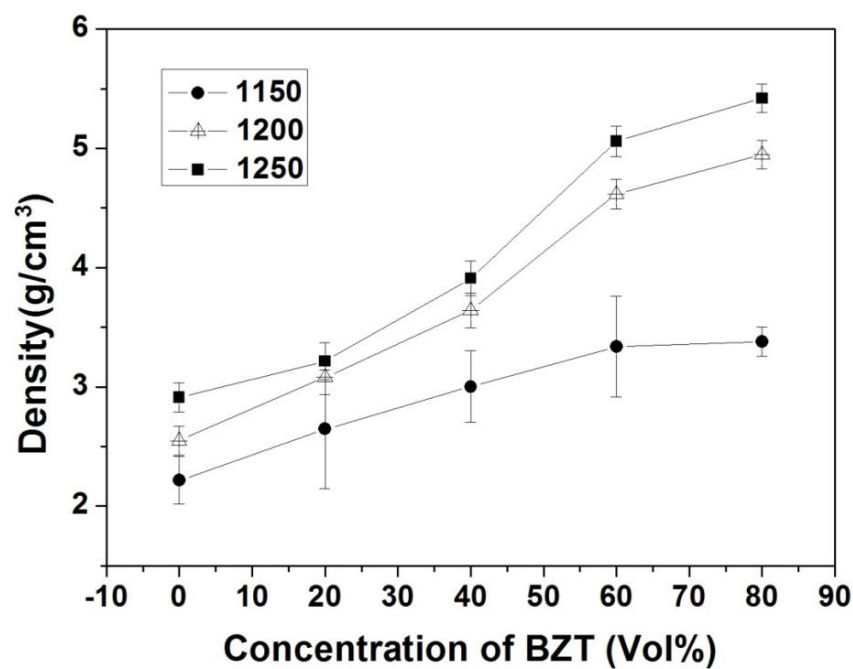
ในหัวข้อนี้เป็นการนำสารเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่ผ่านการสกัดจากเปลือกไข่และผ่านการเติมBZTด้วยวิธีปฏิกิริยาแบบของแข็ง จากนั้นนำมาขึ้นรูปและทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิระหว่าง 1150-1250 °C และทำการตรวจสอบความบริสุทธิ์ของเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เรย์ควบคู่ไปกับการตรวจสอบความหนาแน่น จากนั้นทำการตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาค ความแข็ง และสมบัติทางชีวภาพต่อไป

4.2.1 ผลการตรวจสอบความหนาแน่นและการหดตัวของเซรามิก

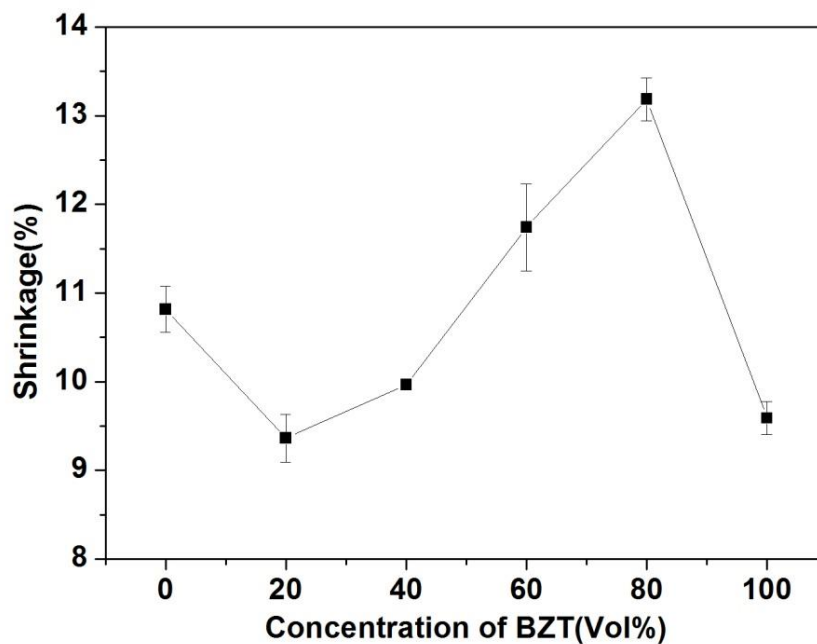
จากการศึกษาพบว่าช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการเผาผนึกของเม็ดเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตอยู่ในช่วงระหว่าง 1150-1250 °C ซึ่งได้ทำการตรวจสอบอุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดโดยการทำการทดสอบการเผาผนึกซึ่งดูจากค่าความหนาแน่น ในส่วนของการตรวจสอบความหนาแน่นของเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่เติมBZT ไททานेटที่ทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1150, 1200, 1250 °C และจากการทดลองพบว่า ที่อุณหภูมิในการเผาผนึกที่ 1250 °C ที่ทำการเติมBZT ที่ร้อยละ 20, 40 และ 60 โดย

ปริมาตรพบว่าจะมีค่าความหนาแน่นประมาณ 3.3379, 4.6175 และ 5.0594 g/cm³ ตามลำดับโดยที่ร้อยละ 60 โดยปริมาตรมีค่าความหนาแน่นสูงที่สุดดังภาพที่ 4.3

ภาพที่ 4.4 แสดงการหดตัวเชิงเส้นเทียบกับปริมาณการเติม BZT ร้อยละ 20, 40, 60 และ 80 โดยปริมาตร พบว่าการหดตัวที่ 20, 40, 60, และ 80 Vol% จะมีการหดตัวที่เพิ่มมากขึ้นซึ่งสอดคล้องกับค่าความหนาแน่นที่ได้จากการทดลองและอาจเกิดเป็นเฟสใหม่เกิดขึ้นซึ่งสอดคล้องกับข้อมูล XRD ดังภาพที่ 4.6 เนื่องจากว่าที่ 0 Vol% มีค่าการหดตัวที่สูงกว่า 20 และ 40 Vol% นอกจากนี้ยังพบว่าที่ BZT บริสุทธิ์นั้นมีการหดตัวที่ต่ำ เนื่องจากอุณหภูมิในการซินเตอร์ยังไม่สูงพอที่จะทำให้ชิ้นงานเกิดความหนาแน่นมากขึ้นได้



ภาพที่ 4.3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นเทียบกับปริมาณการเติม BZT ที่เติมลงในเบตา ไตรแคลเซียมฟอสเฟต

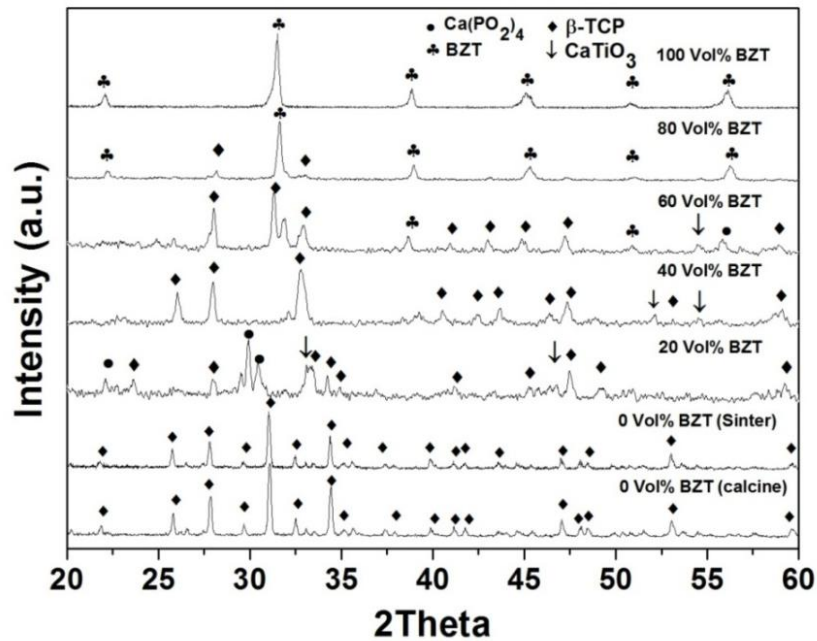


ภาพที่ 4.4 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างการหดตัวเชิงเส้นเทียบกับปริมาณการเติม BZT ที่ปริมาณต่างๆ ของเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟต

4.2.2 ผลการตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เรย์

จากผลการศึกษาและการทดลองที่ผ่านมา พบว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการเผาผลาญของเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตอยู่ระหว่าง 1150 - 1250 °C และจากค่าความหนาแน่นที่ได้จากการทดลองมีค่ามากที่สุดที่อุณหภูมิ 1250 °C จึงได้นำชิ้นงานที่ได้จากอุณหภูมินี้ไปทำการสอบต่อไป ซึ่งพบว่าเมื่อยังไม่มีการเติม BZT ลงไปจะได้เซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่มีเฟสที่บริสุทธิ์ ซึ่งตรงกับ JCPDS หมายเลข 00-009-0169 นอกจากนี้จากภาพพบว่าที่ 0 Vol% นั้น คือ β -TCP ที่ตรงกับ JCPDF หมายเลข 00-009-0169 เมื่อทำการเจือ BZT ในปริมาณ 20 Vol% และ 40 Vol% เข้าไปพบว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของ β -TCP เป็นอย่างมากโดยมีการเปลี่ยนแปลงของเฟสไปจากเดิม และมีการทำปฏิกิริยากันขึ้นที่ 20, 40, 60 และ 80 Vol% ซึ่งปรากฏเฟสของ BZT ในปริมาณที่น้อยมาก นอกจากนี้ยังพบว่าเกิดเฟสของแคลเซียมฟอสเฟตและแคลเซียมไททานเตเป็นบางส่วนนอกจากนี้เมื่อมีปริมาณ BZT เพิ่มขึ้นที่ 60 Vol% และ 80 Vol% จะเห็นว่าเริ่มเกิดเฟสของ BZT อย่างชัดเจน โดยเฉพาะที่ 80 Vol% และพบว่าปรากฏลักษณะโครงสร้างของ BZT เพิ่มขึ้นตรงกับ JCPDS หมายเลข 01-081-2200 โดยมีพิกัดหลักคือ 22.14, 31.53, 38.91, 45.14, 50.89 และ 56.06 ซึ่งเมื่อเติม BZT ในปริมาณที่มาก

ขึ้น ความสูงของพีคBZT ก็จะเพิ่มขึ้นตามVol% ที่มากขึ้น ผลจากการตรวจสอบเฟส แสดงดังในภาพที่ 4.5



ภาพที่ 4.5แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1250°C

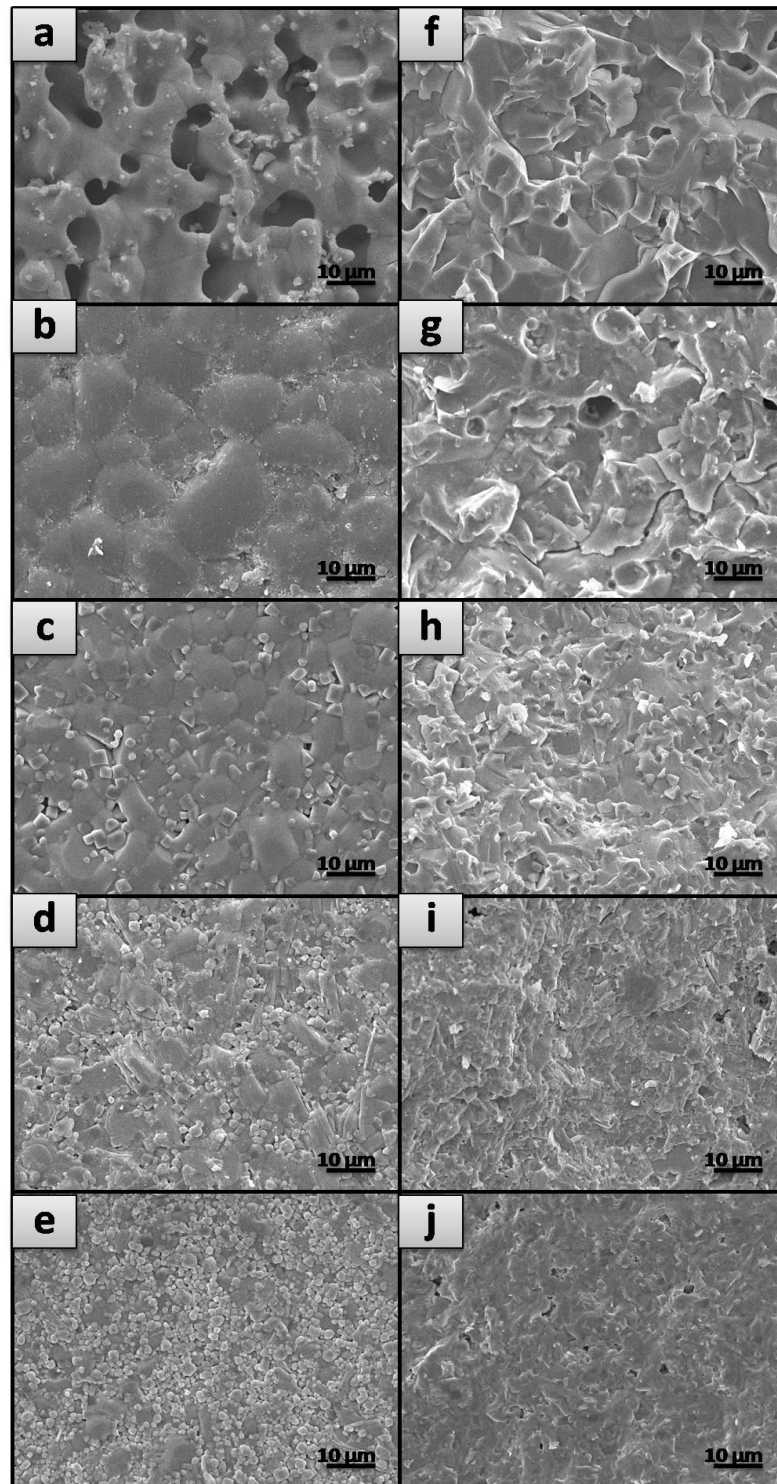
4.2.3 ผลการตรวจสอบ โครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

การตรวจสอบพื้นผิวของเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟต ก่อนอื่นจะต้องผ่านการทำความสะอาดผิวหน้าชิ้นงานด้วยการสันแบบอัลตราโซนิคในตัวกลางเอทานอล นานประมาณ 10 นาที ต่อมาอบให้แห้งที่อุณหภูมิประมาณ 80 องศาเซลเซียส นาน 24 ชั่วโมง หลังจากชิ้นงานผ่านการอบแห้งมาแล้วจึงนำชิ้นงานติดบนแท่งทองเหลืองและทำการเคลือบด้วยทอง เมื่อทำการตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนของเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่เผาผนึกที่อุณหภูมิ 1250 องศา

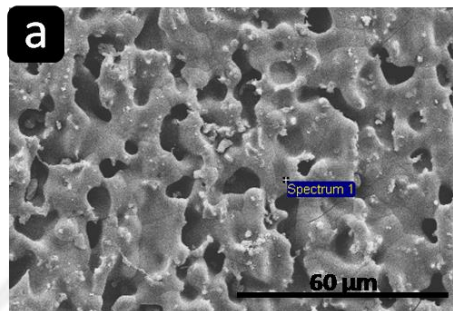
พบว่าโครงสร้างพื้นผิวทางจุลภาคของเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตบริสุทธิ์มีองค์ประกอบเฟสเดี่ยวของ β -TCP มีปริมาณรูพรุนมากและมีขนาดใหญ่ดังภาพที่ 4.6a แสดงให้เห็นว่าชิ้นงาน β -TCP ที่บริสุทธิ์นั้นมีความแข็งแรงต่ำ ซึ่งดังจะเห็นได้จากลักษณะการแตกแบบฉีกขาดแยกออกจากกัน ดังภาพที่ 4.6bเมื่อทำการเติมBZT ที่ 20 Vol% นั้นจากภาพที่ 4.6cพบว่ารูพรุนลดน้อยลงกว่า 0 Vol%เป็นอย่างมากทำให้ความแข็งแรงของ 20 Vol% มีค่าเพิ่มขึ้น จากนั้นเมื่อเติมBZT ในปริมาณ 40, 60 และ 80 Vol% ดังภาพที่ 4.6c-h, 4.6d-i และ 4.6e-j ตามลำดับพบว่าบริเวณพื้นผิวนั้นจะมีเฟสที่มีลักษณะ

เป็นคิวบิกปะปนอยู่ในชิ้นงานทั้งที่เป็นลักษณะเป็นแบบคิวบิก กลม และแบบเหลี่ยม
ขายนอกจากนี้จะเห็นว่าจะมีปริมาณมากขึ้นเมื่อทำการเติม BZT ในปริมาณมากขึ้น
ตามลำดับโดยจะเห็นมากขึ้นอย่างชัดเจนที่ 80 Vol% โดยเมื่อทำการวิเคราะห์ธาตุเชิง
พลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer ; EDS) พบว่าบริเวณ ดังกล่าว
ประกอบด้วยแคลเซียมและแบเรียมดังภาพที่ 4.7 ซึ่งสอดคล้องกับการตรวจสอบเฟสด้วย
XRD ที่บางส่วนเป็นสารประกอบ CaTiO_3 และ BaTiO_3 ซึ่งมีโครงสร้างเป็นเพอโรพส
ไคต์ (perovskite) นอกจากนี้อัตราส่วน Ca:P เมื่อทำการเติม BZT ในปริมาณสูงขึ้นพบว่า
อัตราส่วนของ Ca:P มีค่าลดลงตามลำดับดังตารางที่ 4.2 และ ภาพที่ 4.8 เมื่อนำค่าจากการ
EDS มาพล็อตกราฟจะเห็นว่าปริมาณ Ba เพิ่มขึ้นเมื่อมีปริมาณ BZT มากขึ้น และ Ca,P มี
ค่าลดลงเมื่อมีปริมาณของ BZT เพิ่มมากขึ้น โดยที่การลดลงของจำนวนรูพรุนและ
ลักษณะการแตกเช่นนี้ทำให้สอดคล้องกับค่าความหนาแน่น และค่าความแข็งของเม็ด
เซรามิกดังกล่าวจึงได้กล่าวถึงในหัวข้อต่อไป

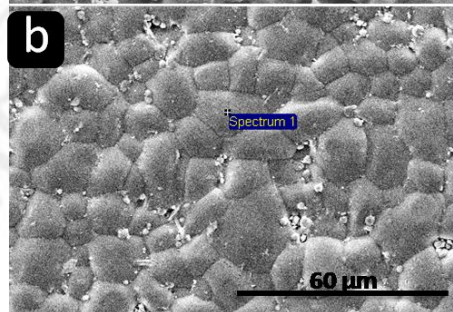
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



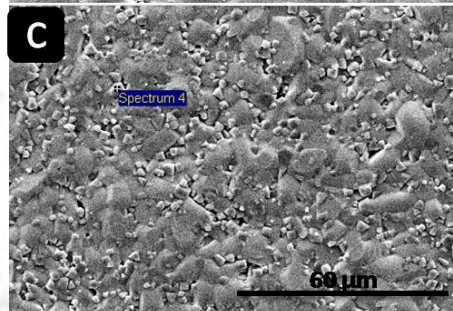
ภาพที่ 4.6 แสดงรูปโครงสร้างทางจุลภาคพื้นผิวที่กำลังขยาย 1000X (a-e) และลักษณะการแตกของเซรามิก BZT (f-j) a., f. β -TCP/0 BZTVol%, b., g. β -TCP/20BZTVol%, c., h. β -TCP/40BZTVol%, d., i. β -TCP/60BZTVol% และ d., j. β -TCP/80BZTVol%



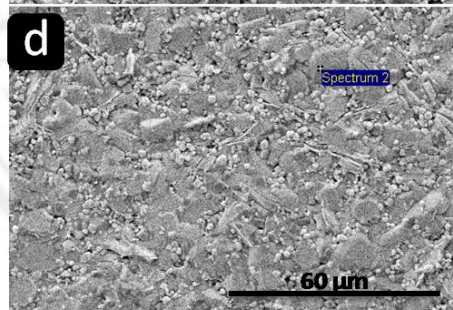
Element	Weight%
Ca	31.93
P	20.56



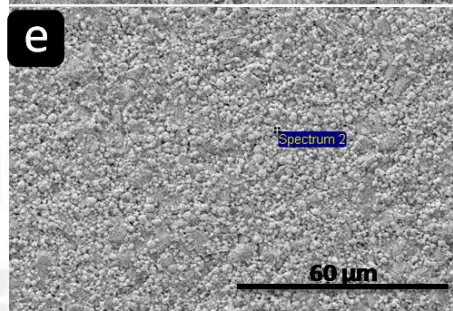
Element	Weight%
Ca	21.48
P	15.76



Element	Weight%
Ca	13.06
P	11.35

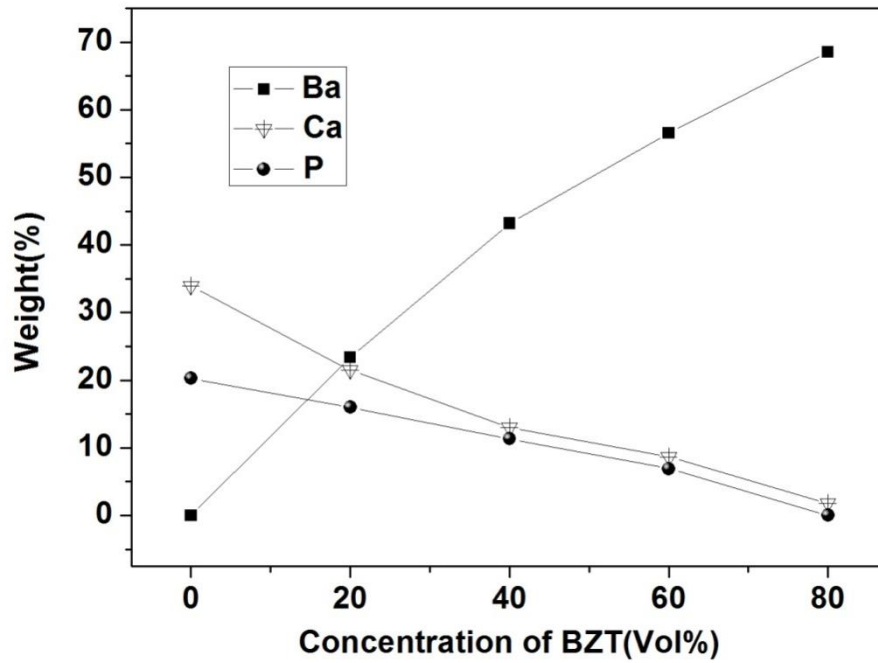


Element	Weight%
Ca	8.63
P	11.40



Element	Weight%
Ca	0.57
P	0

ภาพที่ 4.7แสดงรูปโครงสร้างทางจุลภาคพื้นผิวที่ทำการตรวจสอบด้วย EDS a) β -TCP/0 BZTVol%, b) β -TCP/20BZTVol%, c) β -TCP/40BZTVol%, d) β -TCP/60BZTVol%, e) β -TCP/80BZTVol%,



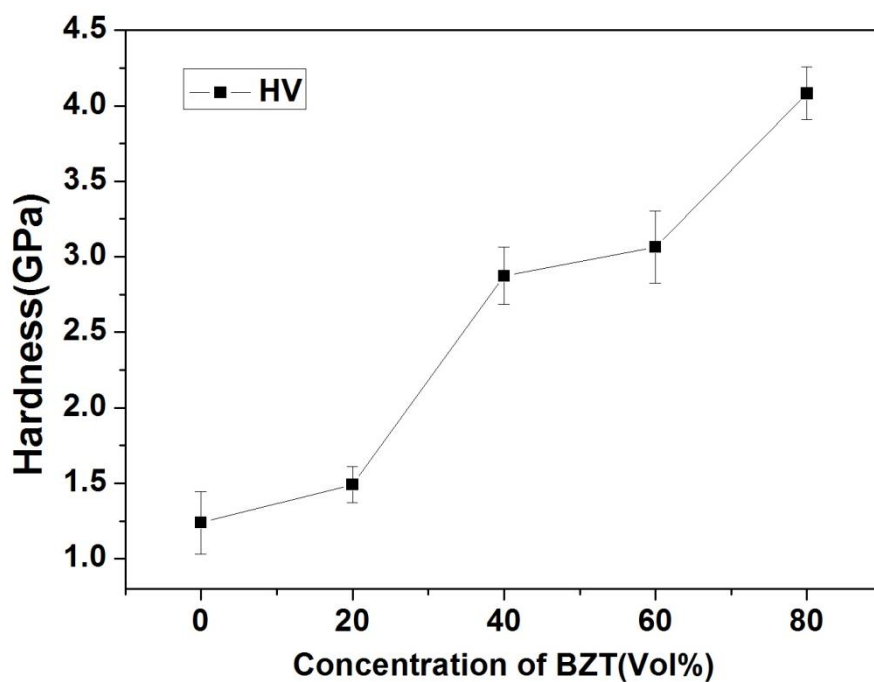
ภาพที่ 4.8 แสดงถึงปริมาณของ Ba, Ca และ P เมื่อทำการ EDS

ตารางที่ 4.2 แสดงอัตราส่วน Ca:P

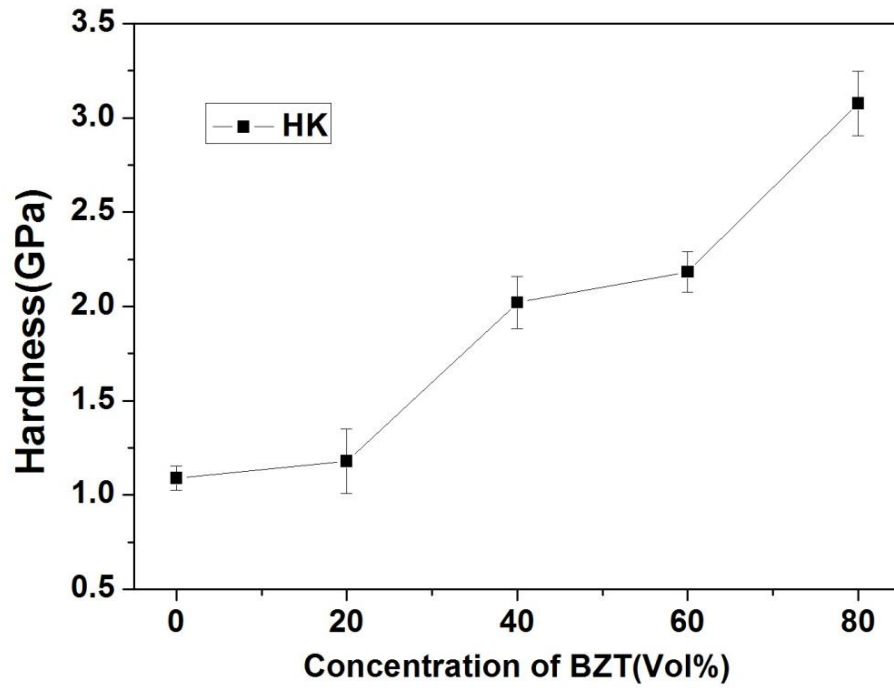
Volume fraction of BZT	Ca:P	Ca:P
0	32.29:20.56	1.57
20	24.58:16.85	1.45
40	10.69:11.29	1.05
60	4.82:8.408	0.57
80	2.50:0	0

4.2.4 การทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ (Vickers hardness)และทดสอบความแข็งแบบนूप (Knoop Hardness)

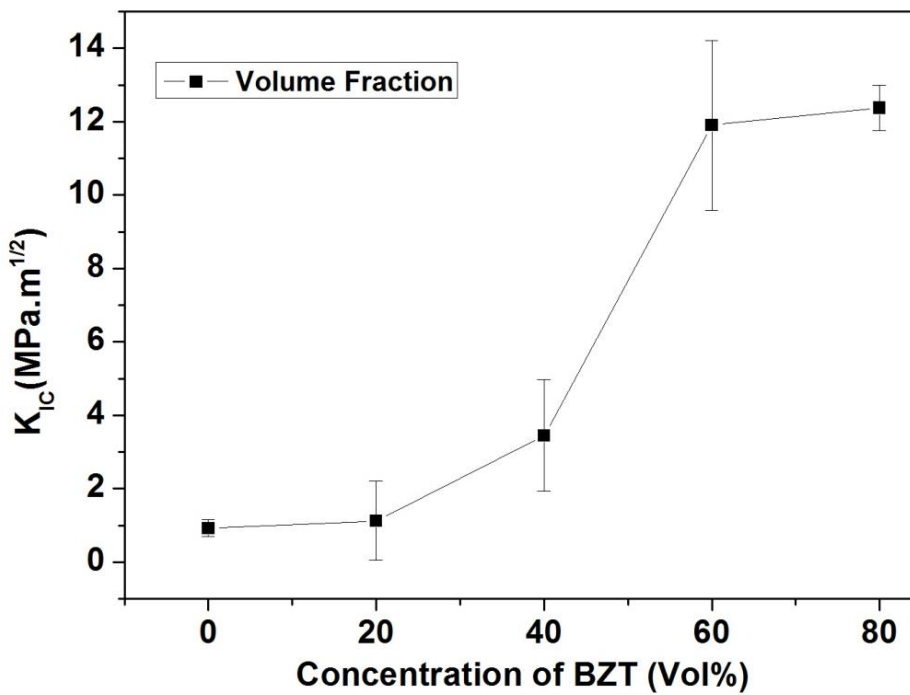
การทำทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์และการทดสอบความแข็งแบบนूप ซึ่งทำการทดสอบที่แรง 100gfnาน 10 sec ซึ่งผลการทดสอบพบว่าความแข็งจะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณของ BZT เพิ่มขึ้น โดยความแข็งสูงสุดอยู่ที่ร้อยละ 80 โดยปริมาตรซึ่งมีค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ประมาณ 4.07GPaซึ่งมีค่าความแข็งเพิ่มขึ้นถึงเกือบสามเท่าเมื่อเทียบกับร้อยละ 0 โดยปริมาตรดังภาพที่ 4.9และ ค่าความแข็งแบบนूपประมาณ 3.06GPa ดังภาพที่ 4.10 และนอกจากนี้ยังได้นำค่าความแข็งทั้งสองมาคำนวณค่าความต้านทานต่อการแตกหักดังภาพที่4.11 พบว่ามีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณของ BZT ที่เพิ่มขึ้นซึ่งแสดงให้เห็นถึง BZT นั้นส่งผลต่อค่าความแข็งแรงของเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตโดยสามารถปรับปรุงสมบัติเชิงกลให้มีค่าที่สูงขึ้นละยังมีความสอดคล้องกับความหนาแน่นและจำนวนรูพรุนที่ลดลงดังแสดงจากภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคดังได้กล่าวไว้แล้ว



ภาพที่ 4.9 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความแข็งแบบวิกเกอร์กับปริมาณการเติมBZT



ภาพที่ 4.10 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความแข็งแบบฮุกกับปริมาณการเติมBZT



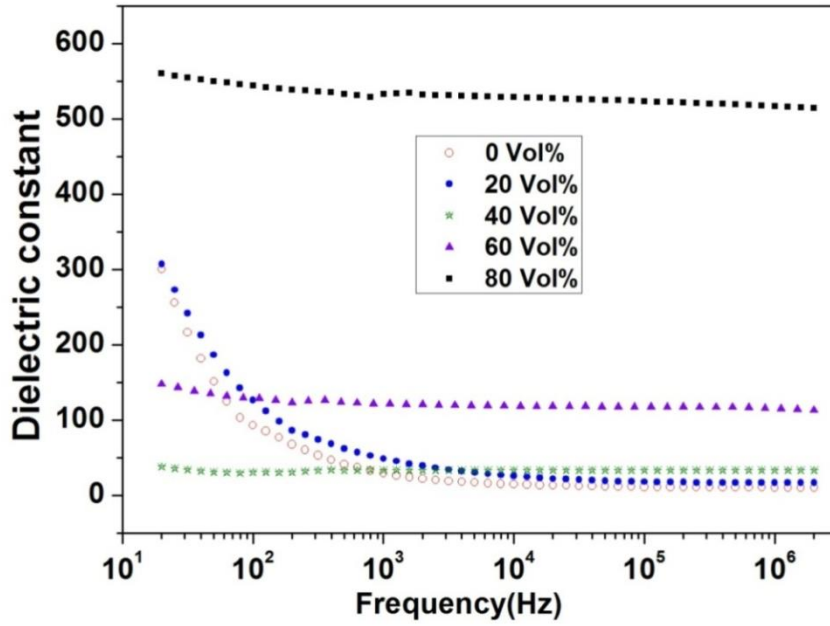
ภาพที่ 4.11 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานต่อการแตกหักกับปริมาณการเติมBZT

4.2.5 สมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่เติมBZT

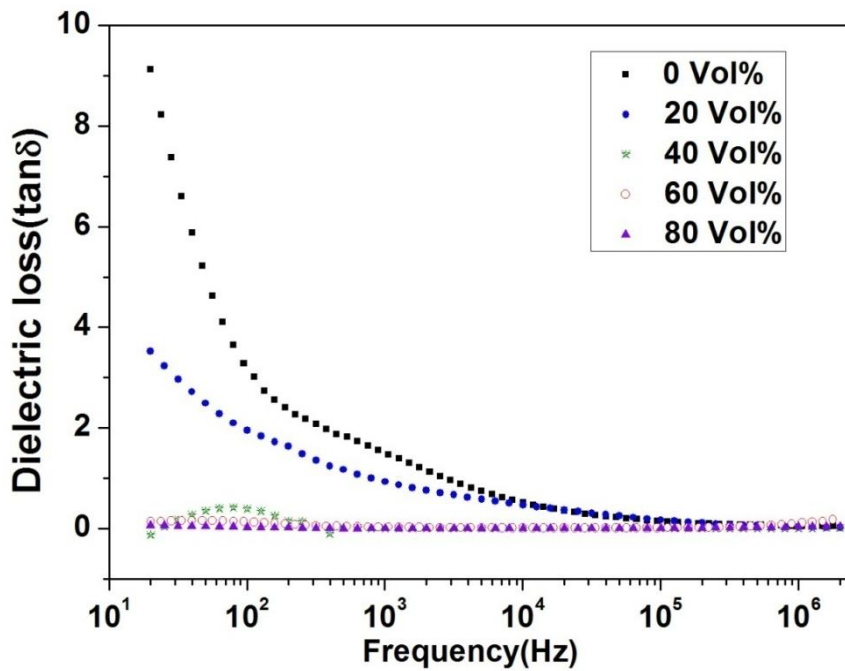
ผลการทดลองในส่วนนี้จะนำเสนอผลการตรวจสอบค่าไดอิเล็กทริกค่าการสูญเสียของไดอิเล็กทริกของเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตบริสุทธิ์และเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่เติม BZT ที่ร้อยละ 20, 40, 60 และ 80 โดยปริมาตรที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียส

- 1) ค่าไดอิเล็กทริกและแฟกเตอร์การสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่เติมด้วยBZTที่อุณหภูมิห้อง

เมื่อนำเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตและ เซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่เติมBZT มาศึกษาการเปลี่ยนแปลงค่าคงที่ไดอิเล็กทริก และแฟกเตอร์การสูญเสียของไดอิเล็กทริกที่อุณหภูมิห้องโดยทำการศึกษาที่ความถี่ 20 เฮิร์ต-2 เมกะเฮิร์ตดังแสดงดังภาพที่ 4.12 ซึ่งจากรูปพบว่าค่าไดอิเล็กทริกจะเพิ่มขึ้นเมื่อทำการเติม BZT มากขึ้น โดยค่าไดอิเล็กทริกที่สูงที่สุดอยู่ที่ 80 Vol% และจากรูปจะเห็นว่าค่าไดอิเล็กทริกค่อนข้างที่จะมีค่าคงที่ตามความถี่หรือแทบจะไม่มีเปลี่ยนแปลงตามความถี่เมื่อความถี่เปลี่ยนไปซึ่งเกิดขึ้นเนื่องจาก BZT นั้นเป็นอิเล็กโทรเซรามิกที่มีค่าไดอิเล็กทริกที่ดี มีค่าไดอิเล็กทริกที่ไม่เปลี่ยนไปตามความถี่ ซึ่งเมื่อทำการเติมลงใน β -TCP มากขึ้นจะแสดงสมบัติความเป็น BZT มากขึ้น ส่วนค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกที่ได้แสดงดังภาพที่ 4.13 พบว่าจะมีค่าลดลงเมื่อมีปริมาณของ BZT เพิ่มขึ้น และมีการเปลี่ยนแปลงค่าไดอิเล็กทริกตามความถี่ที่ค่อนข้างจะคงที่เมื่อมีความถี่เปลี่ยนไปเช่นเดียวกันกับค่าไดอิเล็กทริกที่ได้กล่าวไว้แล้ว ซึ่งมีความสอดคล้องกับค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตและสอดคล้องกับค่าไดอิเล็กทริกที่เปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิที่ความถี่ 1 kHz ดังแสดงในภาพที่ 4.19 และ 4.20



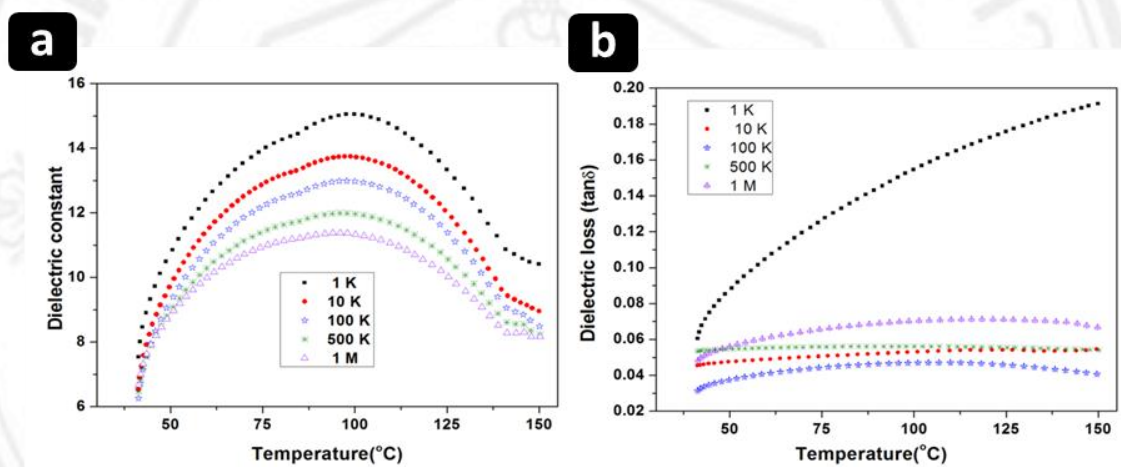
ภาพที่ 4.12 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับปริมาณการเติม BZT ที่อุณหภูมิห้อง



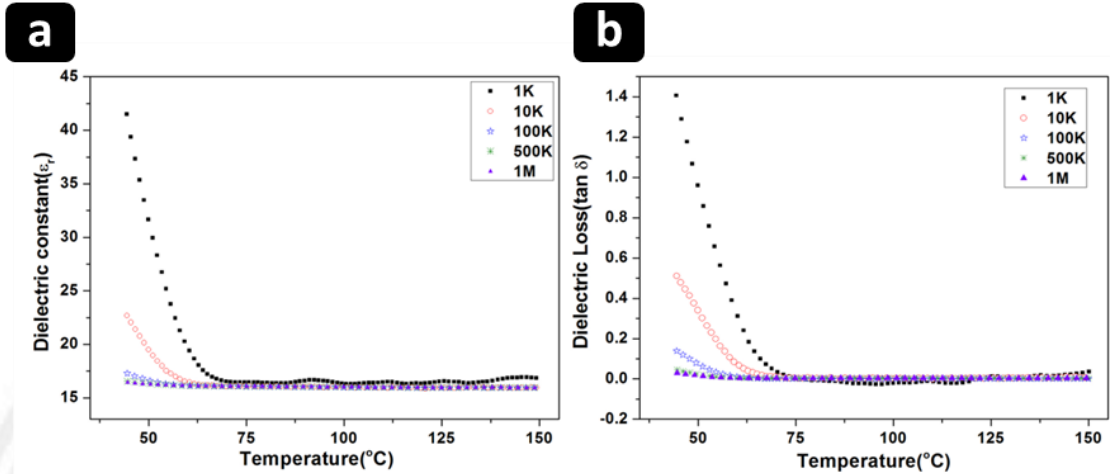
ภาพที่ 4.13 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างการสูญเสียไดอิเล็กทริกกับปริมาณการเติม BZT ที่อุณหภูมิห้อง

2) ค่าไดอิเล็กทริกและแฟกเตอร์การสูญเสียไดอิเล็กทริกของเซรามิกเบตาไดรเคลเซียมฟอสเฟตที่เติมด้วย BZT ที่อุณหภูมิเปลี่ยนไป

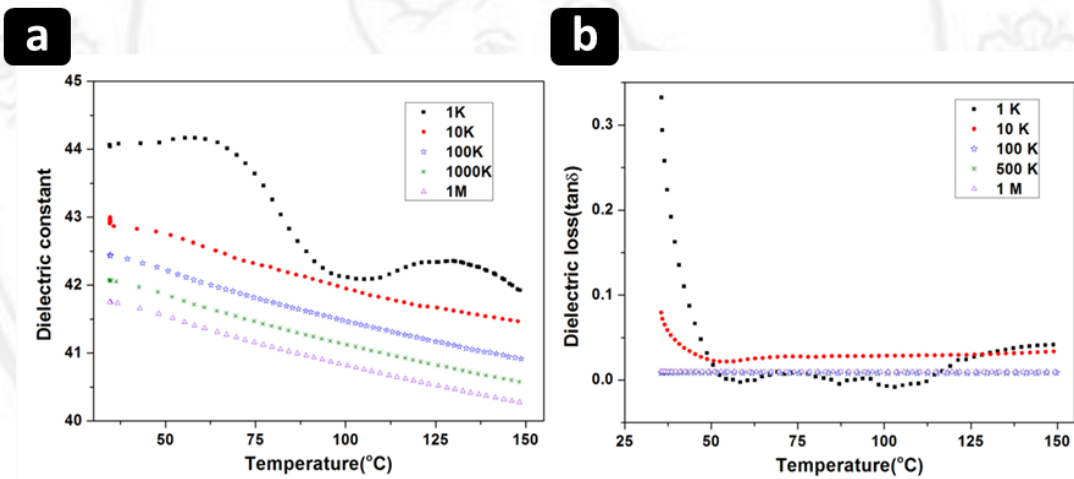
เมื่อนำเซรามิกเบตาไดรเคลเซียมฟอสเฟตที่เติมด้วย BZT ไททานเนตที่ปริมาณร้อยละ 20, 40, 60 และ 80 โดยปริมาตร มาศึกษาการเปลี่ยนแปลงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกเทียบกับอุณหภูมิซึ่งจะใช้ความถี่ที่ 1 kHz, 10 kHz, 100 kHz, 500 kHz และ 1 MHz โดยจากภาพที่ 4.14-ภาพที่ 4.18 แสดงถึงค่าคงที่ไดอิเล็กทริกระหว่างอุณหภูมิห้องประมาณ 37 องศาเซลเซียสจนถึงอุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียสของวัสดุผสม β -TCP/BZT ที่ 0, 20, 40, 60 และ 80 Vol% พบว่าที่ความถี่ 1 kHz จะมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่สูงที่สุด และที่ความถี่ 1 MHz มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ต่ำที่สุด



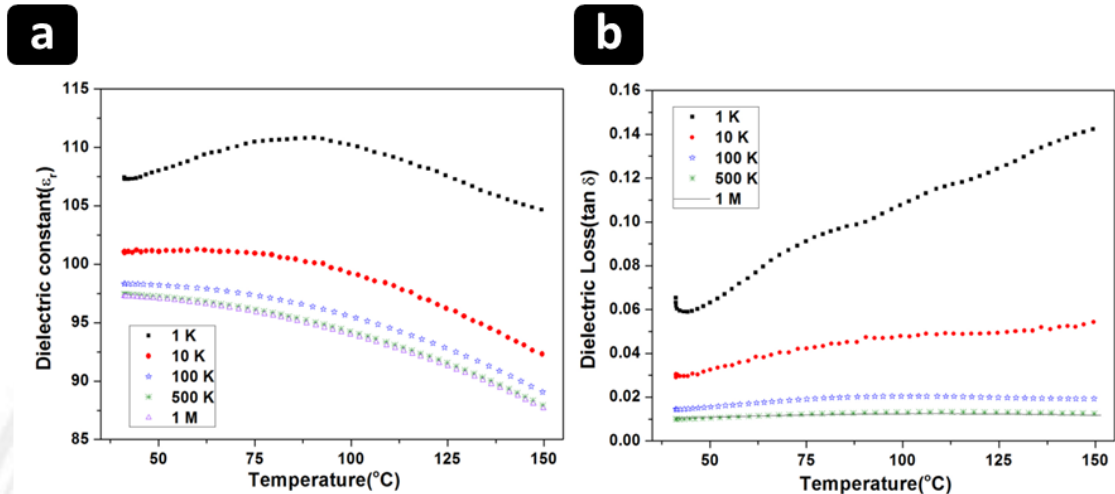
ภาพที่ 4.14 แสดงถึง (a) ค่าไดอิเล็กทริกและ (b) แฟกเตอร์การสูญเสียไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิของ β -TCP/BZT ที่ 0 Vol% ที่ความถี่ 1 kHz, 10 kHz, 100 kHz, 500 kHz และ 1 MHz



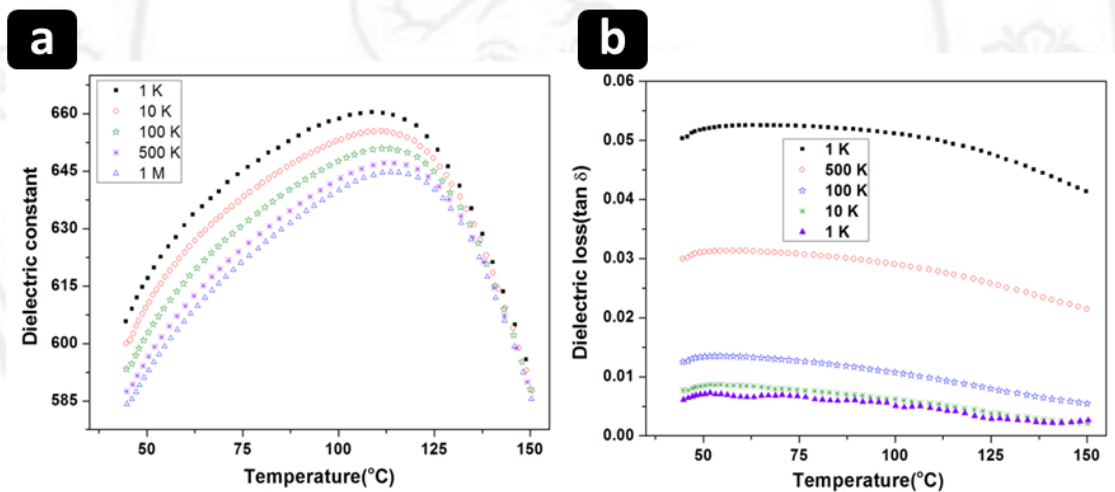
ภาพที่ 4.15 แสดงถึง (a) ค่าไดอิเล็กทริกและ (b) แฟกเตอร์การสูญเสียไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิของ β -TCP/BZT ที่ 20 Vol% ที่ความถี่ 1kHz, 10kHz, 100kHz, 500kHz และ 1 MHz



ภาพที่ 4.16 แสดงถึง (a) ค่าไดอิเล็กทริกและ (b) แฟกเตอร์การสูญเสียไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิของ β -TCP/BZT ที่ 40 Vol% ที่ความถี่ 1kHz, 10kHz, 100kHz, 500kHz และ 1 MHz



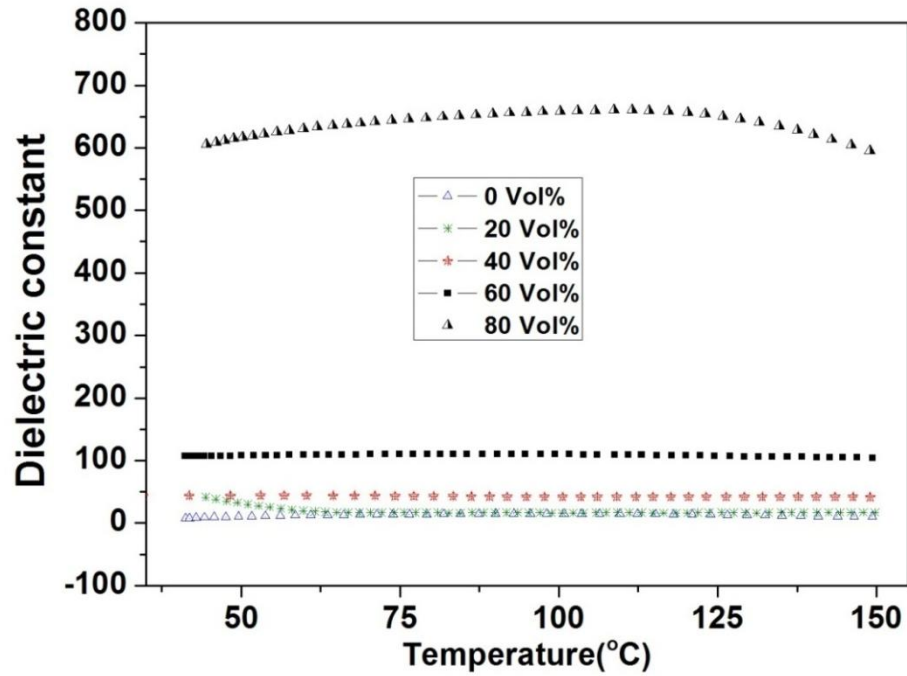
ภาพที่ 4.17 แสดงถึง (a) ค่าไดอิเล็กทริกและ (b) แฟกเตอร์การสูญเสียไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิของ β -TCP/BZT ที่ 60 Vol% ที่ความถี่ 1kHz, 10kHz, 100kHz, 500kHz และ 1 MHz



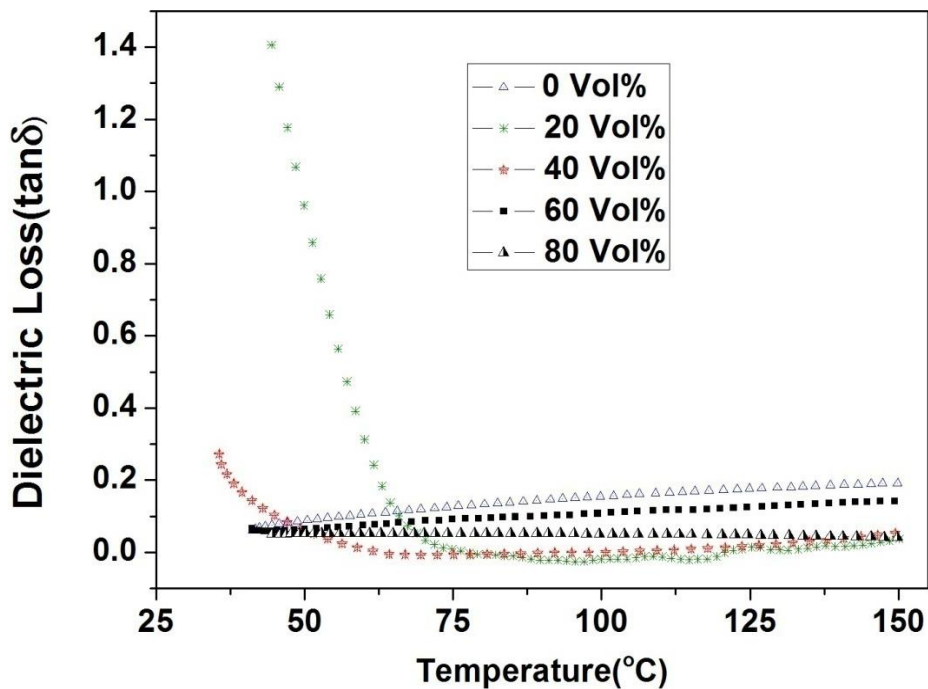
ภาพที่ 4.18 แสดงถึง (a) ค่าไดอิเล็กทริกและ (b) แฟกเตอร์การสูญเสียไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิของ β -TCP/BZT ที่ 80 Vol% ที่ความถี่ 1kHz, 10kHz, 100kHz, 500kHz และ 1 MHz

นอกจากนี้เมื่อนำค่าไดอิเล็กทริกที่ความถี่ 1kHz มาเปรียบเทียบกับกันดังแสดงในภาพที่ 4.19 ในแต่ละปริมาณการเติม BZT พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกจะมีค่าที่สูงขึ้นเมื่อมีปริมาณของ BZT มากขึ้น และพบว่าค่าไดอิเล็กทริกมีแนวโน้มที่เปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิที่น้อยลงตามปริมาณของ BZT ที่เพิ่มขึ้นเช่นเดียวกัน ซึ่งสามารถสรุปได้ว่าปริมาณของ BZT มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงทางไดอิเล็กทริกของเบตาไทรแคลเซียมฟอสเฟตที่เกิดขึ้นเนื่องจาก BZT เป็นสารเซรามิกที่มีความเสถียรต่อการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ [50-51] รวมทั้งแบเรียมเซอร์โคเนียมไททานตที่มีสมบัติทางไดอิเล็กทริกที่มีค่าสูงอีกด้วย (ที่อุณหภูมิห้องมีค่าไดอิเล็กทริก

ประมาณ 2000) ส่วนค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกที่ขึ้นกับการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิที่ความถี่ 1kHz ดังแสดงในภาพที่ 4.20 จะเห็นว่าค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกมีแนวโน้มลดลงเมื่อมีปริมาณของ BZT ที่เพิ่มขึ้น



ภาพที่ 4.19 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิที่ความถี่ 1 KHz



ภาพที่ 4.20 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกกับอุณหภูมิที่ความถี่ 1 KHz

3) การศึกษาโมเดลไดอิเล็กทริกของเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่เติมด้วย BZT

ในงานนี้ได้ทำการศึกษาโมเดลทางไดอิเล็กทริกจำนวน 3 โมเดลได้แก่ โมเดลพาราเรล(Parallel model)[71], โมเดลซีรีย์(Series model)[72] ,โมเดลแบบคิวบ์(cube)[73] และ โมเดลฟูรุคาวาซึ่งได้นำโมเดลทั้งสี่นี้มาเปรียบเทียบกับค่าไดอิเล็กทริกของวัสดุผสม β -TCP/BZT ที่ร้อยละ 20,40,60 และ 80 โดยปริมาตร โดยได้ทำการคำนวณดังสมการดังนี้

- Parallel model[71]

$$\varepsilon_c = v_1\varepsilon_1 + v_2\varepsilon_2 \quad (4.1)$$

- Series model[72]

$$\frac{1}{\varepsilon_c} = \frac{v_1}{\varepsilon_1} + \frac{v_2}{\varepsilon_2} \quad (4.2)$$

- Cube model[73]

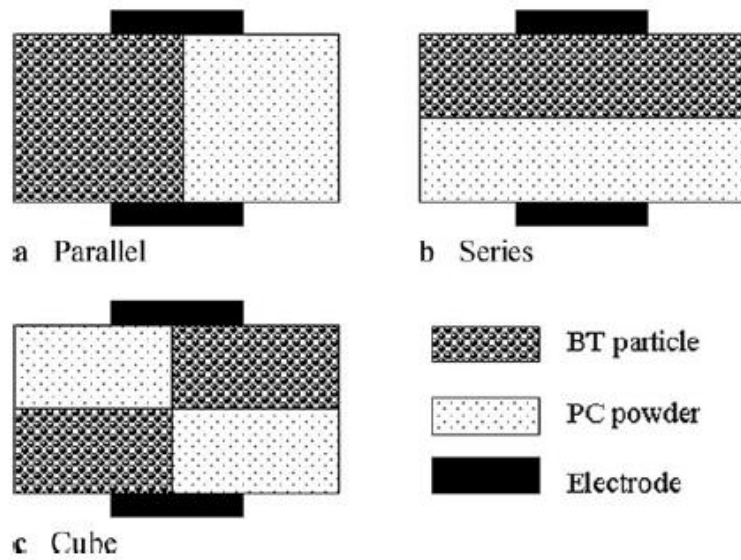
$$\frac{\varepsilon_1\varepsilon_2}{(\varepsilon_2 - \varepsilon_1)v_1^{-2/3} + \varepsilon_1v_1^{-2/3}} + \varepsilon_2 \cdot (1 - v_1^{2/3}) \quad (4.3)$$

- Furukawa model[74]

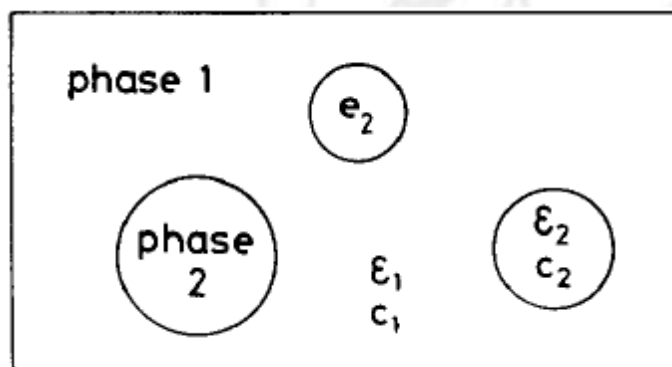
$$\varepsilon = \frac{2(1 - v_1)\varepsilon_2 + (1 + 2v_1)\varepsilon_1}{(2 + v_1)\varepsilon_2 + (1 - v_1)\varepsilon_1} \varepsilon_2 \quad (4.4)$$

เมื่อ ε_1 และ ε_2 คือค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของเฟส BZT และค่าไดอิเล็กทริกของเฟส β -TCP ตามลำดับ v_1 และ v_2 คือร้อยละโดยปริมาตรของเฟส BZT และ ร้อยละโดยปริมาตรของเฟส β -TCPตามลำดับ ซึ่งโมเดลพาราเรลและโมเดลซีรีย์ นั้นมีโมเดลที่มีการสลับกันของเฟสแต่ละชั้นโดยที่จะมีลักษณะทิศทางที่แตกต่าง กันคือ แบบโมเดลพาราเรลจะมีลักษณะแบบตั้งฉากกับอิเล็กโทรดดังภาพที่ 4.21a ส่วนโมเดลซีรีย์จะมีลักษณะแบบขนานกับอิเล็กโทรดดังภาพที่ 4.21b ส่วนแบบโมเดลคิวบ์นั้นจะมีลักษณะเฟสที่สลับกันโดยมีการรวมกันของแบบซีรีย์และพาราเรลอยู่ด้วยกันดังภาพที่ 4.21c และแบบฟูรุคาวาจะประกอบด้วยเฟสที่เป็นเฟส ต่อเนื่องเป็นเฟสที่ 1 ซึ่งไม่มีคุณสมบัติเฟียโซอิเล็กทริกส่วนเฟสที่สองจะมี ลักษณะเป็นทรงกลมซึ่งเป็นเฟสที่มีความเป็นเฟียโซ ดังภาพที่ 4.22 เมื่อนำค่าไดอิเล็กทริกมาทำการคำนวณดังสมการที่ (1),(2),(3)และ(4) แล้วนำมาเปรียบเทียบกับโมเดลทั้งสามนี้พบว่าค่าไดอิเล็กทริกของวัสดุผสม β -TCP/BZTแบบโมเดล

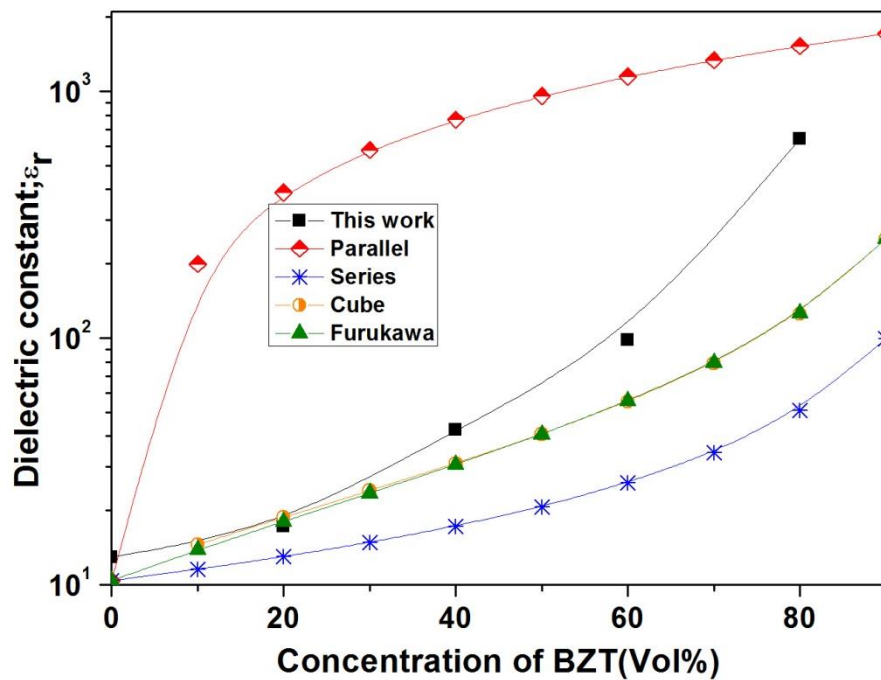
พาราเรลมีค่าที่สูงกว่าค่าไดอิเล็กทริกของวัสดุผสม β -TCP /BZT มากในทางกลับกันแบบโมเดลซีรี่ส์จะมีค่าที่ต่ำกว่าค่าไดอิเล็กทริกของวัสดุผสม β -TCP/BZT กว่ามาก อย่างไรก็ตามพบว่าค่าไดอิเล็กทริกของวัสดุผสม β -TCP/BZT มีความสอดคล้องกันกับโมเดลคิวบ์และฟูรุกาวามากกว่าแบบโมเดลพาราเรลและแบบโมเดลซีรี่ส์ดังแสดงในภาพที่ 4.23



ภาพที่ 4.21แสดงถึงลักษณะ โมเดลแบบพาราเรล(a), โมเดลซีรี่ส์(b), โมเดลคิวบ์(c)[75]



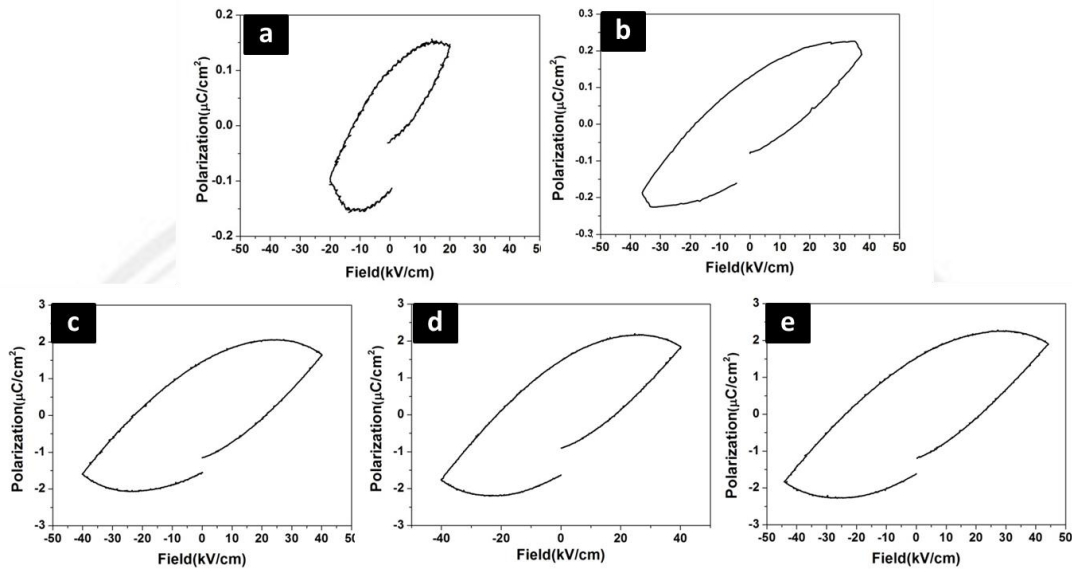
ภาพที่ 4.22 แสดงถึงรูปแบบ โมเดลฟูรุกาวา(Furukawa model)[74]



ภาพที่ 4.23 แสดงถึง โมเดลไดอิเล็กทริกทั้งสาม โมเดลของวัสดุผสม β -TCP/BZT

- 4) ค่าเฟอร์โรอิเล็กทริก (ferroelectric) ของเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่เติมด้วย BZT

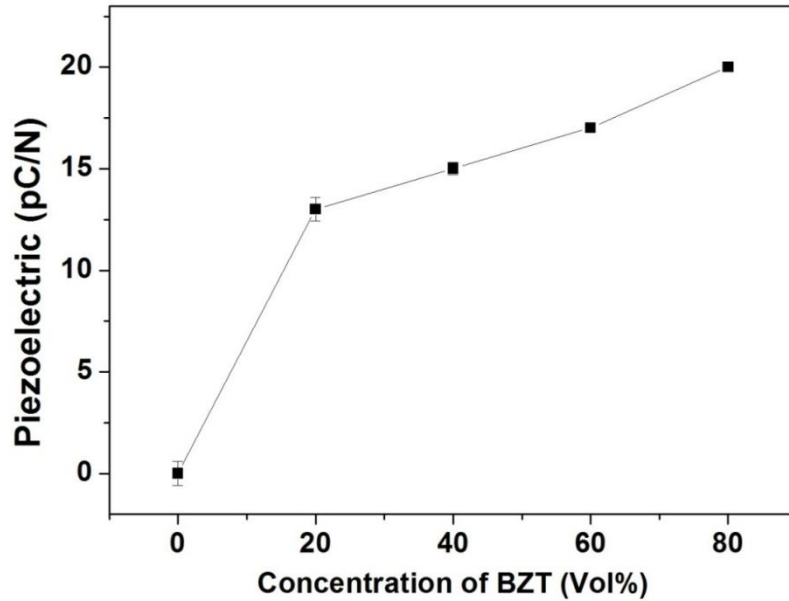
เมื่อนำเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่เติมด้วย BZT ที่ปริมาณร้อยละ 20, 40, 60 และ 80 โดยปริมาตร มาศึกษาการเกิดเฟอร์โรอิเล็กทริกที่ความต่างศักย์ต่างๆ พบว่าเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่เติมด้วย BZT มีค่าความเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกมากขึ้นเมื่อมีปริมาณของ BZT มากขึ้น โดยจะสามารถสังเกตการเปลี่ยนแปลงได้อย่างชัดเจนที่ 40, 60 และ 80 Vol% ที่มีความเป็นเฟอร์โรมากกว่า 0 และ 20 Vol% ซึ่งเหตุที่ทำให้เพิ่มขึ้นนี้เนื่องจาก BZT มีสมบัติความเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกที่ดีเมื่อทำการเติมลงในเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่ไม่มีสมบัติความเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกนั้นทำให้เกิดการเหนี่ยวนำในการจัดเรียงตัวของไดโพลภายในเม็ดเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตให้ดีขึ้น [76] ดังภาพที่ 4.24



ภาพที่ 4.24 แสดงความสัมพันธ์ของค่าเฟอร์โรอิเล็กทริกตามปริมาณการเติมBZT ที่ร้อยละ โดย ปริมาตรที่ 0, 20, 40, 60 และ 80 ของ BZT

- 5) ค่าเพียโซอิเล็กทริก (piezoelectric) ของเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่เติมด้วย BZT

จากการศึกษาสมบัติเพียโซอิเล็กทริกหรือค่า d_{33} ของวัสดุผสม β -TCP/BZT ที่ BZT ร้อยละ 0, 20, 40, 60 และ 80 โดยปริมาตรพบว่าเมื่อทำการเติม BZT ลงไปใน β -TCP ส่งผลทำให้ค่าเพียโซอิเล็กทริกของวัสดุผสมนี้มีค่าสูงขึ้นที่ 0, 13, 15, 17 และ 20 พิโคคูลอมบ์ต่อนิวตันตามลำดับ ดังภาพที่ 4.25 ซึ่ง BZT ปริมาณนั้นมีค่าประมาณ 250 พิโคคูลอมบ์ต่อนิวตัน [70] ซึ่งแสดงให้เห็นว่า β -TCP นั้นส่งผลทำให้ค่าเพียโซอิเล็กทริกลดลงโดยสาเหตุนั้นเนื่องมาจาก เกิดการสัมผัสกันระหว่างอนุภาคในโครงสร้าง (clamping) ของเมทริกซ์ในวัสดุผสม β -TCP/BZT ดังนั้นเมื่อมีการสัมผัสกันระหว่างอนุภาคทั้งสองก็คือ β -TCP กับ BZT ตัว β -TCP จะไปป้องกันการจัดเรียงไดโพลใน BZT ส่งผลทำให้การโพลาริเซชันในระหว่างกระบวนการโพล (poling) เกิดได้น้อยลง หรือมีการจัดเรียงกันไม่สมบูรณ์ ส่งผลทำให้สมบัติเพียโซอิเล็กทริกนั้นลดลง [76]



ภาพที่ 4.25 แสดงความสัมพันธ์ของค่าเพียโซอิเล็กทริกตามปริมาณการเติม BZT ที่ร้อยละ โดยปริมาตร ที่ 0, 20, 40 และ 60 ของ BZT

- 6) การศึกษาโมเดลไดอิเล็กทริกของเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตที่เติมด้วย BZT

ในงานนี้ได้ทำการศึกษาโมเดลเพียโซอิเล็กทริกของวัสดุผสม β -TCP/BZT ได้แสดงดังภาพที่ 4.26 แสดงถึง โมเดลเพียโซอิเล็กทริกจำนวน 3 โมเดล เช่นเดียวกันได้แก่ โมเดลพาราเรล (Parallel model)[77], โมเดลซีรีย์ (Series model)[77] และ โมเดลแบบคิวบ์ (cube)[77] ซึ่งได้นำโมเดลทั้งสามโมเดลนี้มา เปรียบเทียบกับค่าเพียโซอิเล็กทริกของวัสดุผสม β -TCP/BZT ที่ร้อยละ 20, 40, 60 และ 80 โดยปริมาตร โดยได้ทำการคำนวณดังสมการดังนี้

- Parallel model[77]

$$d_{33} = \frac{v_{BZT} d_{33(BZT)} S_{33(\beta-TCP)} + v_{\beta-TCP} d_{33(\beta-TCP)} S_{33(BZT)}}{v_{BZT} S_{33(\beta-TCP)} + v_{\beta-TCP} S_{33(BZT)}} \quad (4.5)$$

- Series model[77]

$$d_{33} = \frac{v_{BZT} d_{33(BZT)} \epsilon_{\beta-TCP} + v_{\beta-TCP} d_{33(\beta-TCP)} \epsilon_{BZT}}{v_{BZT} \epsilon_{\beta-TCP} + v_{\beta-TCP} \epsilon_{BZT}} \quad (4.6)$$

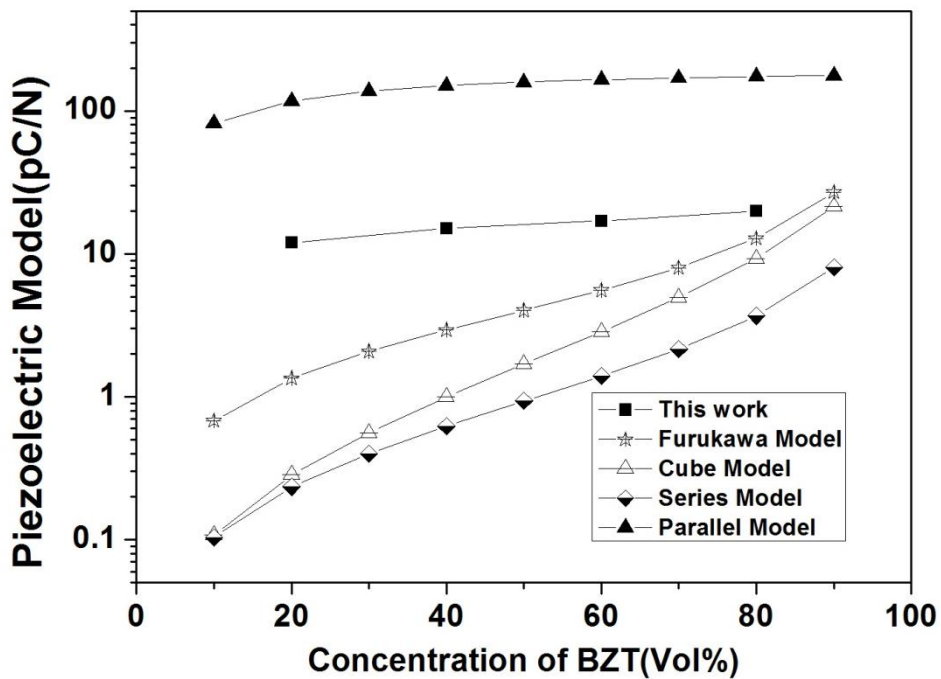
- Cube model[77]

$$d_{33} = \frac{d_{33(BZT)}v_{BZT}}{\left(v_{BZT}^{1/3} + \frac{\epsilon_{BZT}}{\epsilon_{\beta-TCP}}(1 - v_{BZT}^{1/3})\right)(1 - v_{BZT}^{1/3} + v_{BZT})} \quad (4.7)$$

- สมการที่สรุปโดย Furukawa และ คณะ [74]

$$d_{33(\text{composite})} = \frac{15v_{BZT}\epsilon_{\beta-TCP}d_{33(BZT)}}{(1 - v_{BZT})(2 + 3v_{BZT})\epsilon_{BZT}} \quad (4.8)$$

เมื่อ d_{33} , $d_{33(BZT)}$, และ $d_{33(\beta-TCP)}$ คือค่าเพียโซอิเล็กทริกของวัสดุผสม, เพียโซอิเล็กทริกของ BZT และเพียโซอิเล็กทริกของ β -TCP ตามลำดับ $S_{33(BZT)}$ และ $S_{33(\beta-TCP)}$ คือ Elastic compliance ของ BZT และ Elastic compliance ของ β -TCP ตามลำดับ จากภาพที่ 4.26 จะเห็นว่าค่าเพียโซอิเล็กทริกมีค่าใกล้เคียงกับ โมเดลฟูรุกาวามากที่สุดซึ่งสอดคล้องกับ โมเดลทางไดอิเล็กทริกที่มีความสอดคล้องกับ โมเดลแบบฟูรุกาวาเช่นเดียวกัน



ภาพที่ 4.26 แสดงความสัมพันธ์โมเดลของค่าเพียโซอิเล็กทริก (Piezoelectric) ตามปริมาณการเติม BZT ที่ร้อยละ โดยปริมาตรที่ 0, 20, 40, 60 และ 80 ของ BZT

4.2.6 การทดสอบความเข้ากันได้ทางชีวภาพ

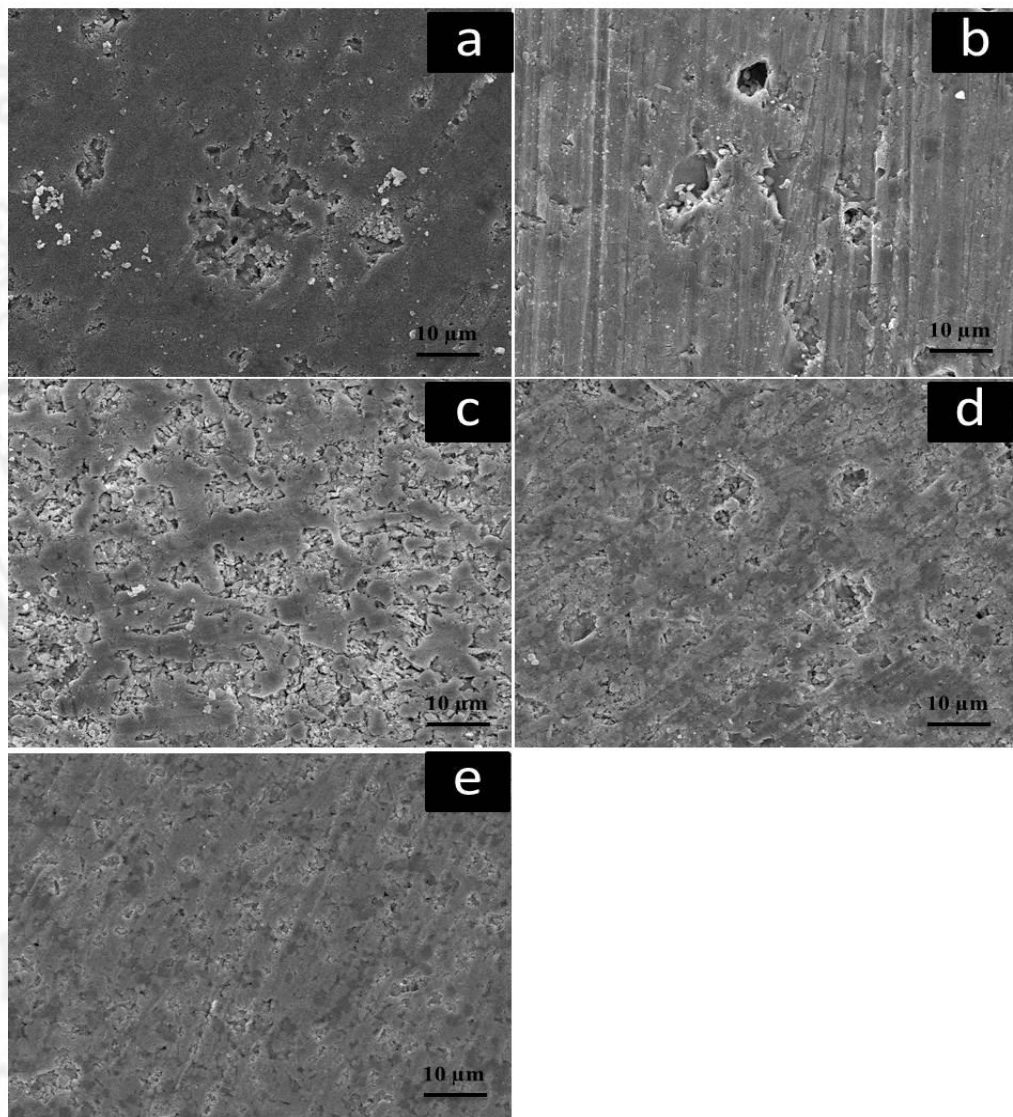
การทดสอบความเข้ากันได้ทางชีวภาพนี้เป็นการนำชิ้นงานตัวอย่างที่ได้มาทำ ความสะอาดผิวหน้าด้วยการอัลตราโซนิก ต่อจากนั้นนำไปแช่ในสารละลาย SBF ซึ่งทำ การแช่ในสารละลาย SBF เป็นเวลา 14 วัน จากนั้นนำเก็บไว้ที่ห้องควบคุมอุณหภูมิ 37 °C แต่ต้องทำการเปลี่ยนสารละลาย SBF ที่ใช้ ทุกๆ 7 วัน และแบ่งออกเป็นเม็ดที่ไม่ได้ ทำการโพลก่อนไปแช่ SBF และเม็ดที่ได้ทำการโพลก่อน ไปแช่น้ำ SBF ซึ่งได้ผลทดลอง หลังจากทำการทดสอบมา ดังนี้

- 1) การตรวจสอบพื้นผิวและโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานก่อนการ โพลด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

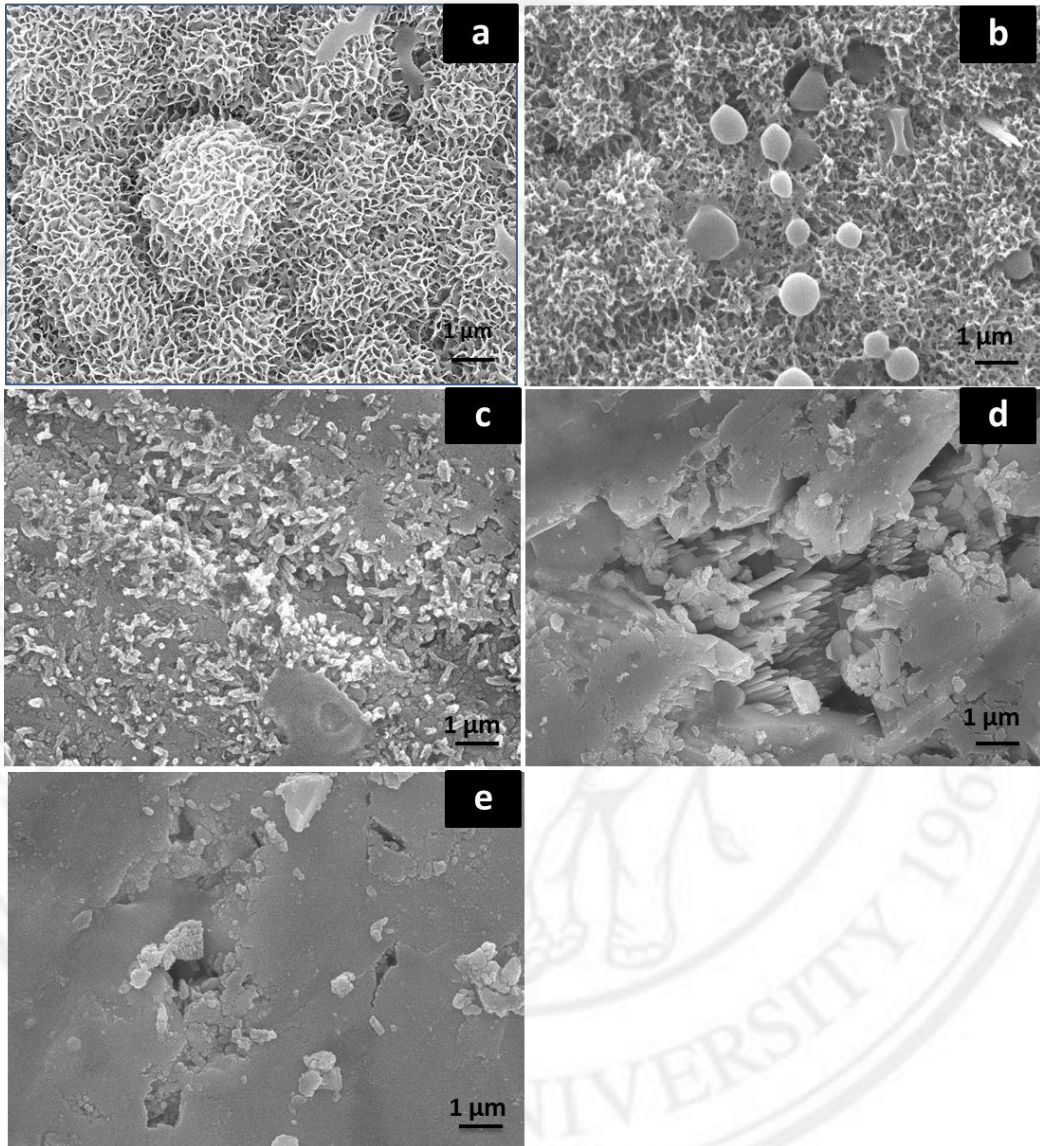
ผลการตรวจสอบพื้นผิวด้วย โครงสร้างทางจุลภาคพบว่าที่ระยะเวลาการแช่ ที่ต่างๆ กันและในปริมาณการเติม BZT ที่ร้อยละ โดยปริมาตรที่ต่างกัน พบว่ามี ลักษณะการเกิดของไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่งอกใหม่ 2 แบบ คือ แบบก้อนและ แบบแผ่น ซึ่งลักษณะการเกิดที่แตกต่างกันนี้ขึ้นอยู่กับไอออนในสารละลาย SBF ที่มาจับกับ ไอออนบนชิ้นงานเซรามิกไฮดรอกซีอะพาไทต์ ซึ่งถ้าไอออนของ Ca^{2+} มาเกาะที่พื้นผิวก่อนจะทำให้ได้ลักษณะของอะพาไทต์ที่งอกใหม่เป็นลักษณะ แบบก้อน ซึ่งในทางกลับกันถ้าไอออนของ PO_4^{3-} มาเกาะก่อนจะทำให้ได้ลักษณะ ของอะพาไทต์ที่งอกใหม่เป็นแบบแผ่น

จากภาพที่ 4.27 จากการแช่ที่ 14 วัน โดยที่ไม่ได้ทำการโพลพบว่ามี การเกิด ของอะพาไทต์บนบริเวณพื้นผิวที่น้อยมากแต่เมื่อทำการโพลก่อนแล้วนำไปแช่ SBF ดังภาพที่ 4.28 พบว่าอะพาไทต์ใหม่จะเริ่มเกิดบริเวณผิวของชิ้นงานเซรามิก ซึ่งจากภาพที่ 4.28a เป็นพื้นผิวของเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตบริสุทธิ์จะมีการ เกิดของอะพาไทต์ทั่วบริเวณผิวของชิ้นงานซึ่งมีลักษณะเป็นแบบแผ่น เมื่อทำการ เติม BZT ลงไป 20 Vol% ดังภาพที่ 4.28b จะเห็นว่าการเกิดขึ้นของอะพาไทต์เริ่มมี ปริมาณที่ลดลงกว่า 0 Vol% และที่บริเวณพื้นผิวมีทั้งแบบก้อนและแบบแผ่น แตกต่างกัน ส่วนที่ร้อยละ 40 Vol% ดังภาพที่ 4.28c จะเห็นว่ามี การเกิดของอะพา ไทต์ที่ลดลงอย่างเห็น ได้ชัดมีลักษณะเป็นเม็ดเล็กๆ บริเวณพื้นผิวซึ่งอาจต้องใช้ เวลาในการแช่ที่ระยะเวลามากกว่าเดิมจึงจะมีอะพาไทต์ที่เห็นได้ชัดเจนขึ้น และ 60 Vol% และ 80 Vol% ของ BZT อะพาไทต์ที่เกิดขึ้นจะเริ่มมีรูปร่างแบบเข็มและ ลักษณะก้อนกลมอยู่ที่บริเวณรูพรุนของชิ้นงานดังภาพที่ 4.28d และ 4.28e

ตามลำดับ โดยที่ 80 Vol% มีปริมาณอะพาไทต์ที่น้อยมากซึ่งแสดงว่าอาจมีความเข้ากันได้ทางชีวภาพที่ต่ำเนื่องจากมี BZT ในปริมาณที่มากเกินไปหรือต้องทำการแช่ SBF ในระยะเวลาที่นานมากยิ่งขึ้นซึ่งการเพิ่มขึ้นของอะพาไทต์หลังจากการโพลนี้ อาจเกิดจากการจัดเรียงตัวของทิศทางการโพลาริเซชันด้วยเหนียวนำไปให้เกิดการทำปฏิกิริยาบริเวณพื้นผิวมากยิ่งขึ้น[15] นอกจากนี้เมื่อทำการเทียบอัตราส่วน Ca:P ก่อนการโพลและหลังการโพล พบว่าอัตราส่วน Ca:P หลังการโพลก่อนแช่ SBF จะมีแนวโน้มมากขึ้นเมื่อเทียบกับเซรามิกก่อนการโพลแล้วนำไปแช่ SBF ดังตารางที่ 4.3 และสามารถสรุปได้ดังภาพที่ 4.29



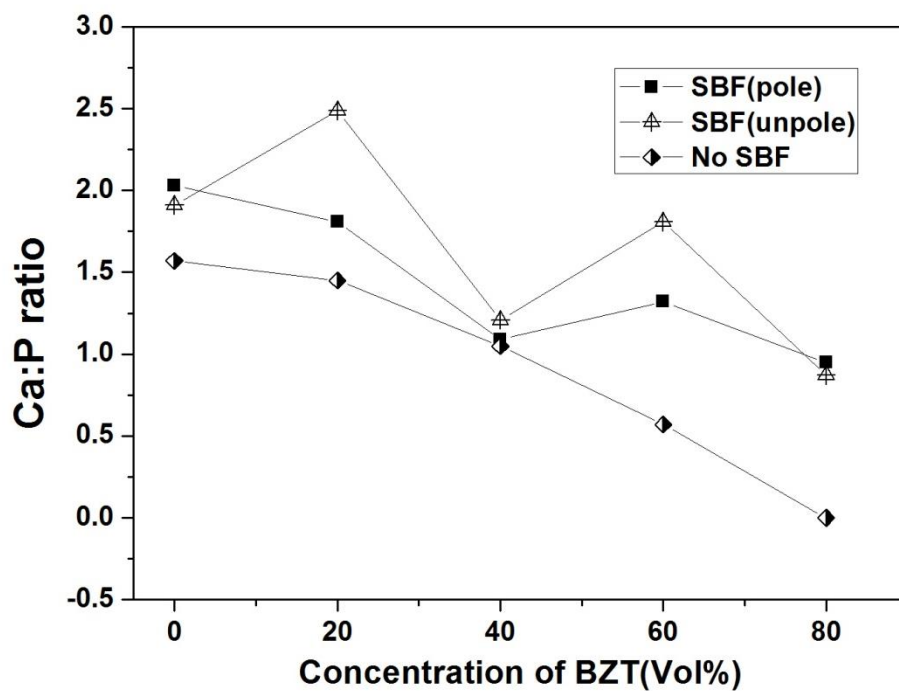
ภาพที่ 4.27 แสดงลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของพื้นผิวเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตไม่ได้ทำการโพลที่กำลังขยาย 10,000X ที่ระยะเวลาการแช่ 14 วัน (a.) 0 BZTVol%, (b.) 20BZTVol%, (c.) 40BZTVol%, (d.) 60BZTVol% และ (e.) 80BZTVol %



ภาพที่ 4.28 แสดงลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของพื้นผิวเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟต
 กำลังขยาย 10,000X ที่ระยะเวลาการแช่ 14 วัน (a.) 0 BZTVol%, (b.) 20BZTVol%, (c.) 40BZTVol%,
 (d.) 60BZTVol% และ (e.) 80BZTVol %

ตารางที่ 4.3 แสดงอัตราส่วน Ca:P ก่อนการโพล และหลังการโพล SBF

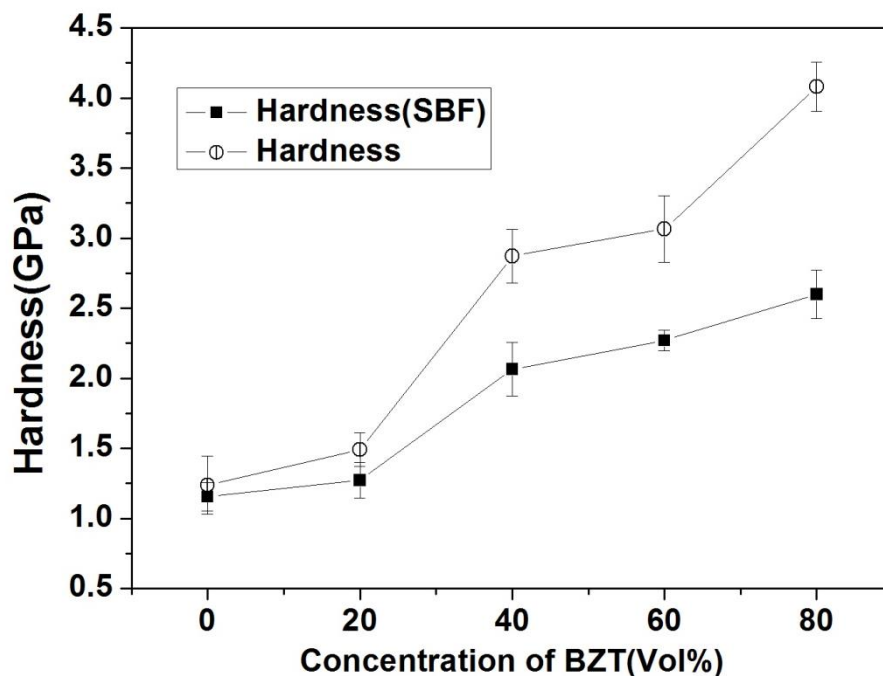
Volume fraction of BZT	Ca:P ไม่ได้ทำการ pole (weight%)	อัตราส่วน Ca:P	Ca:P หลังทำการแช่ SBF (weight%)	อัตราส่วน Ca:P
0	37.54:18.42	2.03	30.04:15.66	1.91
20	64.42:35.54	1.81	38.33:15.37	2.49
40	52.14:47.66	1.09	22.91:18.92	1.21
60	50.68:49.32	1.32	29.74:16.41	1.81
80	48.83:51.17	0.95	13.07:15.00	0.87



ภาพที่ 4.29 แสดงอัตราส่วน Ca:P ของ β -TCP/BZT

2) การทดสอบความแข็งของเซรามิกเบตาไตรแคลเซียมฟอสเฟตหลังจากแช่ในสารละลายจำลองน้ำเลือด (SBF)

จากผลการทดสอบความแข็งแบบวิกเกอร์ หลังจากแช่ในสารละลาย SBF โดยหลังจากแช่ในสารละลาย SBF นำมาทำความสะอาดด้วยน้ำที่ปราศจากไอออน หลังจากนั้นทำให้แห้งโดยการอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 80 °C หลังจากนั้นทำการวัดค่าความแข็งโดยใช้แรง 100 gf นาน 10 sec. ผลการทดสอบพบว่าเมื่อเพิ่มระยะเวลาในการแช่มากขึ้นค่าความแข็งก็จะมีค่าเพิ่มมากขึ้นตามปริมาณการเติมBZTแต่มีค่าความแข็งลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับค่าความแข็งก่อนแช่ SBF ดังแสดงในภาพที่ 4.30



ภาพที่ 4.30แสดงค่าความแข็งหลังแช่ SBF และ ก่อนแช่ SBF