บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 วัตถุดิบและสารเคมี

ไฮดรอกซีแอปาไทต์ชนิดผง จากบริษัทเมอร์ค (Merck 2196, Germany) ความบริสุทธิ์ 99.9% สูตรเคมี $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$

3.2 การวิเคราะห์สมบัติของวัตถุดิบตั้งต้น

3.2.1 วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี (chemical composition) ของไฮดรอกซีแอปาไทต์ด้วยเครื่อง X-ray fluorescence (XRF) Philips รุ่น PV2510 เพื่อหาอัตราส่วนของแคลเซียมและฟอสฟอรัส

3.2.2 วิเคราะห์เฟสของผงไฮดรอกซีแอปาไทต์ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer JEOL รุ่น JDX –3530 ความเร็วสแกน 5° ต่อนาที ใช้ทองแดงเป็นเป้า (target source)

3.2.3 วิเคราะห์ลักษณะรูปร่างเบื้องต้นของผงไฮดรอกซีแอปาไทต์ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสงสะท้อน (reflecting optical Microscope) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope) JEOL รุ่น JSM 5410

3.2.4 วิเคราะห์ขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาคด้วยเครื่อง Mastersizer Malvern รุ่น 2.19 ขอบเขตขนาดอนุภาคที่วัดได้ 0.01-1000.0 ไมครอน

3.3 การเตรียมผงไฮดรอกซีแอปาไทต์

ทำการคัดขนาดผงไฮดรอกซีแอปาไทต์ โดยใช้ตะแกรงร่อนมาตรฐาน (standard sieves) ให้มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดผงเล็กกว่า 38 ไมครอน

3.4 การเตรียมชิ้นตัวอย่างไฮดรอกซีแอปาไทต์

ทำการอัด (pressing) ผงไฮดรอกซีแอปาไทต์เป็นเม็ด (pellets) ด้วยเครื่องอัดแนวเดียว (uniaxial press) ด้วยความดัน 120 MPa ในแบบทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร และเก็บไว้ในห้องที่มีความชื้นสัมพัทธ์ 65-75%

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.5 การซินเทอร์

ทำการซินเทอร์ชิ้นตัวอย่างไฮดรอกซีแอปาไทต์ ในเตาควบคุมบรรยากาศแบบท่อ (controlled atmosphere tube furnace) โดยควบคุมตัวแปรซึ่งได้แก่ อุณหภูมิ เวลาและบรรยากาศ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

3.5.1 ซินเทอร์ชิ้นตัวอย่างที่อุณหภูมิตั้งแต่ 1050°C ถึง 1300°C โดยยืนอุณหภูมิ (soak) ที่อุณหภูมิสูงสุดเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งเป็นเวลาที่ได้ความหนาแน่นของชิ้นตัวอย่างมากที่สุด [5] และซินเทอร์ในอากาศ (air) โดยทุกครั้งที่ทำการซินเทอร์จะควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ของห้องเตาเผาให้ใกล้เคียงกันทุกครั้ง ประมาณ 65-75 %

3.5.2 วัดความหนาแน่นของชิ้นตัวอย่างไฮดรอกซีแอปาไทต์หลังการซินเทอร์

3.5.3 ซินเทอร์ชิ้นตัวอย่างที่อุณหภูมิตั้งแต่ 1050°C ถึง 1300°C โดยเปลี่ยนเวลายืนอุณหภูมิเป็น 1, 4 ชั่วโมง ในอากาศ (air)

3.5.4 วัดความหนาแน่นของชิ้นตัวอย่างไฮดรอกซีแอปาไทต์หลังการซินเทอร์

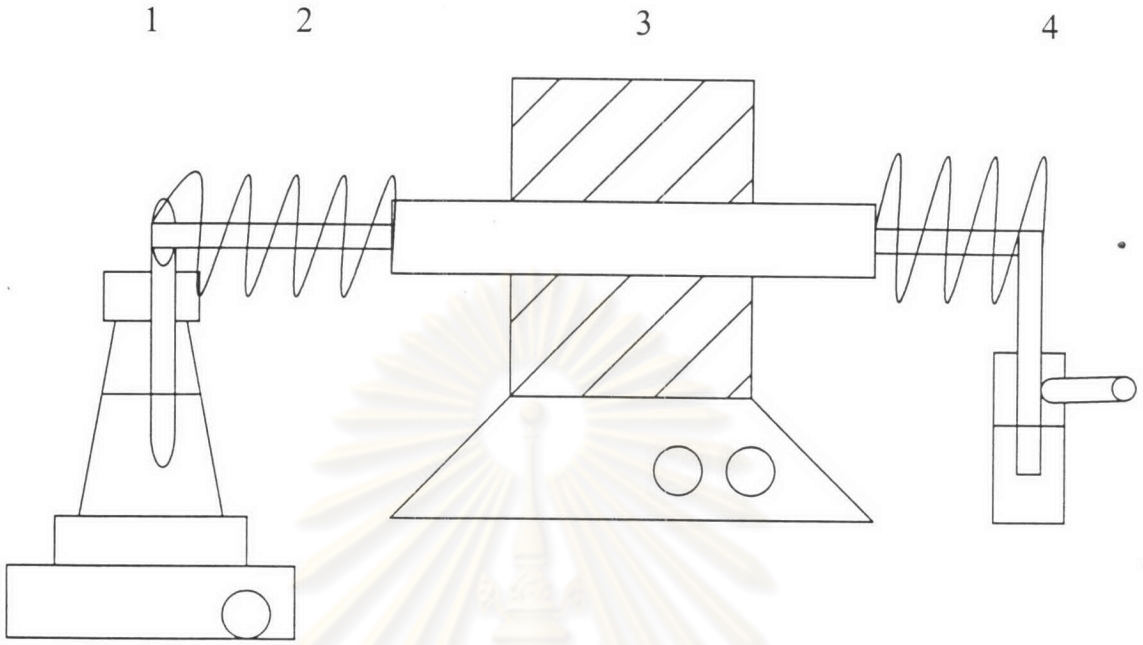
3.5.5 วิเคราะห์ผลการซินเทอร์ทั้งหมดโดยเลือกทั้งภาวะการซินเทอร์ที่ให้ชิ้นตัวอย่างเนื้อแน่นที่สุดและให้เนื้อพรุนที่สุด

3.5.6 ทำการซินเทอร์ในภาวะสุดขีด (extreme) โดยใช้เวลาซินเทอร์ 8 และ 16 ชั่วโมง

3.5.7 จากผลวิเคราะห์ภาวะซินเทอร์ที่ให้ชิ้นตัวอย่างเนื้อแน่นและเนื้อพรุนมากที่สุด นำมาซินเทอร์โดยเปลี่ยนบรรยากาศเป็นบรรายากาศอิ่มตัวด้วยไอน้ำ (saturated moist air) แสดงในรูปที่ 3.1

3.5.8 วัดความหนาแน่นที่ได้เพื่อดูผลของบรรยากาศการซินเทอร์ต่อสมบัติของไฮดรอกซีแอปาไทต์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.1 การจัดเตรียมเครื่องมือการซินเทอร์ มีรายละเอียดดังนี้

1 ต้มน้ำด้วยเตาไฟฟ้า (hot plate)ให้เดือดที่ 100°C แล้วยืนอุณหภูมิคงที่ไว้ เพื่อควบคุม partial pressure ไว้ที่ 0.101 MPa [ภาคผนวก]

2 ใช้เทปควบคุมความร้อน (heating tape) ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 100°C

3 เตาควบคุมบรรยากาศแบบท่อ (controlled atmosphere tube furnace)

4 ปล่อยไอน้ำออก ซึ่งในการทดลองไอน้ำระบายออกสม่ำเสมอ สังเกตจากฟองอากาศ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

อุณหภูมิ (°C)	เวลา (ชั่วโมง)		
1050	1	2	4
1100	1	2	4
1150	1	2	4
1200	1	2	4
1250	1	2	4
1300	1	2	4

→ ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ของห้องเตาเผา 65-75%

วัดความหนาแน่นของชิ้นตัวอย่างไฮดรอกซีแอปาไทต์

ซินเทอร์ในภาวะสุดขีด (extreme) → ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ของห้องเตาเผา 65-75%

ซินเทอร์ในบรรยากาศอิ่มตัวด้วยไอน้ำ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 3.2 แผนผังขั้นตอนการซินเทอร์

3.6 การวิเคราะห์ทางกายภาพ (physical characterization)

3.6.1 วิเคราะห์ความหนาแน่น (Bulk density) ด้วยวิธีอาร์คีมิดิส (Archimedes' method) ตามมาตรฐาน ASTM C 20-92 ดังต่อไปนี้

1) นำชิ้นงานต้มในน้ำกลั่นนาน 5 ชั่วโมง
2) แช่ชิ้นงานทิ้งไว้ในน้ำกลั่นนานอย่างน้อย 12 ชั่วโมง
3) ชั่งน้ำหนักชิ้นงานโดยแขวนในน้ำ
4) ซับน้ำชิ้นงานหมาด ๆ แล้วชั่งแขวนในอากาศ
5) อบในตู้อบอุณหภูมิ 110°C จนแห้งสนิท
6) ชั่งน้ำหนักโดยแขวนในอากาศ
7) คำนวณตามสมาการ

Volume (V)	=	M-S	
Bulk density (B)	=	D/V	
% Relative density	=	$(B/D_t) \times 100$	(3.1)
; D_t : theoretical density	=	3.156 g/cm^3	
M	=	น้ำหนักชิ้นงานซับน้ำหมาดๆ	
S	=	น้ำหนักชิ้นงานชั่งในน้ำ	
D	=	น้ำหนักชิ้นงานชั่งในอากาศ	

3.6.2 วิเคราะห์ความพรุนตัว (porosity) ทั้งรูพรุนเปิด (open pore) และรูพรุนปิด (closed pore) ตามมาตรฐาน ASTM : C 20-92

Volume of Open pore	=	M-D	
% Apparent porosity	=	[(M-D)/V] x 100	(3.2)

3.6.3 วิเคราะห์การดูดซึมน้ำ (water absorption) ASTM C373-72

% water absorption	=	[(M-D)/D] x 100	(3.3)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.6.4 วิเคราะห์การหดตัว (shrinkage) [5]

$$\% \text{ shrinkage} = \frac{(\text{diameterof green body} - \text{diameter sintered body}) \times 100}{\text{Diameter of sintered body}} \quad (3.4)$$

3.6.5 วิเคราะห์เฟส (phase characterization) ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer JEOL รุ่น JDX-3530

3.6.6 วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค (microstructure) ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสงสะท้อน (reflecting optical Microscope) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope) JEOL รุ่น JSM 5410

3.6.7 วิเคราะห์สัดส่วนโดยปริมาตรของรูพรุน (volume fraction of pore) ด้วยวิธี systematic point count ซึ่งคำนวณได้ตามสมการ

$$V_p = P_a / P \quad (3.5)$$

V_p = volume fraction of pore

P_a = the number of points that fall on the pore phase

P = the total number of points sampled = 400

3.6.8 วิเคราะห์ขนาดเกรน (microstructure analysis) ด้วยวิธี mean intercept length ขนาดเกรนคำนวณได้ตามสมการ

$$G = \left(\frac{\ell_t - \ell_p}{n_i m} \right) \left(10^3 \right) \quad (3.6)$$

G = ขนาดเกรน (ไมครอน)

ℓ_t = ความยาวทั้งหมดของเส้นที่ลากผ่านเกรน (mm)

ℓ_p = ความยาวทั้งหมดของเส้นที่ตัดผ่านรูพรุน (mm)

n_i = จำนวนจุดตัดของเส้นกับขอบเกรน

m = กำลังขยาย

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.6.9 วิเคราะห์ความแข็ง (vickers hardness, HV) ด้วยเครื่อง microhardness tester (Vickers) รุ่น zwick I เลนส์วัตถุขนาด x10 และ x40 โดยคำนวณตามสมการ

$$HV\ (GPa) = F/2d^2 \qquad (3.7)$$

F = แรงที่กด (N) , d = ครึ่งหนึ่งของขนาดรอยกด (m)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย