บทที่ 3

วิธีการดำเนินการทดลอง

ในการศึกษาปัจจัยของกระบวนการขึ้นรูปที่มีผลต่อการเกิดรูพรุนของเซรามิกซ์ไฮดรอกซี่อะพาไทต์ สามารถกระทำได้จากการศึกษาการกรรมวิธีการขึ้นรูปชิ้นงานเซรามิกซ์ไฮดรอกซี่อะพาไทต์ให้มีลักษณะเป็นรูพรุนด้วยเทคนิคการสร้างรูพรุน 2 แบบ คือ (1) เทคนิคการใช้ฟองน้ำ และ (2) เทคนิคการใช้ผงแป้ง แล้วนำไปผ่านกระบวนการทางความร้อน แล้วจึงนำมาตรวจสอบสมบัติของชิ้นงานตัวอย่าง เพื่อที่จะศึกษาถึงปัจจัยที่เกิดขึ้นว่า ปัจจัยใดที่มีอิทธิพลต่อการเกิดรูพรุนของเซรามิกซ์ไฮดรอกซี่อะพาไทต์

ขั้นตอนในการดำเนินงานวิจัย มีดังนี้

1. การสังเคราะห์สารไฮดรอกซี่อะพาไทต์
2. การเตรียมชิ้นงานและการขึ้นรูปชิ้นงานตัวอย่าง
3. การตรวจสอบสมบัติของผงไฮดรอกซี่อะพาไทต์สังเคราะห์
4. การตรวจสอบสมบัติของวัสดุสร้างความพรุน
5. การตรวจสอบสมบัติของชิ้นงานตัวอย่าง
    - 5.1 เปอร์เซ็นต์ความพรุน (% Porosity)
    - 5.2 ความหนาแน่นบัลค์ (Bulk Density)
    - 5.3 เปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้น (% Linear Shrinkage)
    - 5.4 ความแข็งของวัสดุ (Hardness)
    - 5.5 ความแข็งแรงภายใต้แรงกดของวัสดุ (Compressive Strength) และโมดูลัสของยังภายใต้แรงกด (Compressive Young's Modulus)
    - 5.6 ลักษณะโครงสร้างของชิ้นงาน

3.1 การสังเคราะห์สารไฮดรอกซีอะพาไทต์

3.1.1 วัสดุ และอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

ในการสังเคราะห์สารไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยปฏิกิริยาการตกตะกอนทางเคมี จะมีวัสดุและอุปกรณ์ดังนี้ คือ

1. ผงแคลเซียมไนเตรด (Calcium Nitrate, $Ca(NO_3)_2.4H_2O$) ยี่ห้อ Univar
2. ผงได-แอมโมเนียมไฮโดรเจนออโทฟอสเฟส (Di-Ammonium Hydrogen Orthophosphate, $(NH_4)_2HPO_4$) ยี่ห้อ Univar
3. สารละลายแอมโมเนียไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 28% (Ammonia Hydroxide Solution 28%) ยี่ห้อ Univar
4. น้ำกลั่น (Deionized Water)
5. เครื่องชั่งน้ำหนัก ความละเอียด 0.001 กรัม
6. บีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 1000 มิลลิลิตร
7. ขวด Buchner Flask ขนาด 1000 มิลลิลิตร
8. ขวด Funnel Dropping ขนาด 500 มิลลิลิตร
9. กระบอกตวงสาร ขนาด 100 มิลลิลิตร
10. แท่งแก้วกวน
11. กรวยกรอง ขนาด 110 มิลลิลิตร
12. กระดาษกรอง ยี่ห้อ MN เบอร์ 615 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 11 เซนติเมตร
13. เทอร์โมมิเตอร์ปรอท ทนอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส
14. เครื่องกวนสารระบบแม่เหล็ก (Magnetic Stirrer) ชนิดมี heater
15. ปั๊มสูญญากาศ พร้อมชุดสายยาง
16. เตาอบสูญญากาศ ยี่ห้อ WTB Binder

3.1.2 วิธีการสังเคราะห์สารไฮดรอกซี่อะพาไทต์

ในการสังเคราะห์สารไฮดรอกซี่อะพาไทต์สามารถสังเคราะห์ได้ด้วยกรรมวิธีการตกตะกอนจากปฏิกิริยาเคมี (Precipitation Method) ตามสมการที่ 3.1

$$10\ Ca(NO_3)_2 + 6\ (NH_4)_2HPO_4 + 8\ NH_4OH \Longrightarrow Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2 + 20\ NH_4NO_3 + 6\ H_2O \quad (3.1)$$

ในการสังเคราะห์สารไฮดรอกซี่อะพาไทต์ จะมีขั้นตอนดังต่อไปนี้ โดยจะเป็นการสังเคราะห์สารไฮดรอกซี่อะพาไทต์ ปริมาณ 10 กรัม ต่อรอบการสังเคราะห์

1. เริ่มต้นด้วยการเตรียมสารละลายของแคลเซียมไนเตรด ด้วยการนำผงแคลเซียมไนเตรด ($Ca(NO_3)_2.4H_2O$) ยี่ห้อ Univar น้ำหนัก 23.51 กรัม ละลายในน้ำกลั่น ปริมาตร 99.5 มิลลิลิตร กวนจนผงแคลเซียมไนเตรดละลายหมด แล้วเติมสารละลายแอมโมเนียไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 28% ยี่ห้อ Univar ปริมาตร 10 มิลลิลิตร นำสารละลายที่เตรียมได้ไปกวนทิ้งบนเครื่องกวนสารระบบแม่เหล็ก
2. เตรียมสารละลายของได-แอมโมเนียมไฮโดรเจนออโทฟอสเฟส ด้วยการนำผงได-แอมโมเนียมไฮโดรเจนออโทฟอสเฟส ($(NH_4)_2HPO_4$) ยี่ห้อ Univar น้ำหนัก 7.89 กรัม ละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 54.7 มิลลิลิตร กวนจนผงละลายหมด แล้วเติมแล้วเติมสารละลายแอมโมเนียไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 28% ยี่ห้อ Univar ปริมาตร 10 มิลลิลิตร กวนให้เข้ากันแล้วบรรจุลงในขวด Funnel Dropping
3. เปิดวาล์วของขวด Funnel Dropping หยดสารละลายในขั้นตอนที่ 2 ผสมกับสารละลายที่เตรียมไว้ในขั้นตอนแรก เพื่อให้สารละลายทั้งสองชนิดผสมกัน แล้วปรับความเร็วของเครื่องกวนสารระบบแม่เหล็กให้มีความเร็วรอบมากขึ้น เนื่องจากความหนืดของสารละลายจะเพิ่มขึ้น
4. เมื่อสารละลายทั้งสองชนิดผสมกันหมดแล้ว ยังคงเปิดให้เครื่องกวนทำงานต่อไป และเปิด heater ของเครื่องกวนสารระบบแม่เหล็กให้ความร้อนกับสารละลาย ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
5. ปิดเครื่องกวนสาร แล้วทิ้งสารละลายให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดการตกตะกอน

6. นำสารละลายที่ตกตะกอนมากรองผ่านกระดาษกรองยี่ห้อ MN เบอร์ 615 เพื่อให้การกรองเป็นไปอย่างรวดเร็วให้ใช้ ระบบการกรองที่ต่อกับปั๊มสูญญากาศ
7. นำตะกอนที่ได้จากการกรองมาล้างด้วยน้ำกลั่นอีกประมาณ 2-3 รอบ เพื่อขจัดสารแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่ตกค้างอยู่
8. นำตะกอนที่ล้างแล้วไปอบแห้ง โดยอบในเตาอบสูญญากาศ อบที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ประมาณ 3 ชั่วโมง
9. นำตะกอนที่อบแห้งแล้วไปบด จะได้เป็นผงไฮดรอกซี่อะพาไทต์ ที่ใช้ในการทดลอง

ตารางที่ 3.1 ตารางแสดงส่วนผสมของสารละลายที่ใช้ในการสังเคราะห์สารไฮดรอกซี่อะพาไทต์ 10 กรัม

สารละลาย	สารเคมี	ปริมาณ
สารละลาย 1	ผงแคลเซียมไนเตรด ($Ca(NO_3)_2.4H_2O$)	23.51 กรัม
	สารละลายแอมโมเนียไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 28%	10 มิลลิลิตร
	น้ำกลั่น	99.5 มิลลิลิตร
สารละลาย 2	ผงได-แอมโมเนียมไฮโดรเจนออโทฟอสเฟส ($(NH_4)_2HPO_4$)	7.89 กรัม
	สารละลายแอมโมเนียไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 28%	10 มิลลิลิตร
	น้ำกลั่น	54.7 มิลลิลิตร

3.2 การเตรียมชิ้นงานและการขึ้นรูปชิ้นงานตัวอย่าง

การขึ้นรูปชิ้นงานตัวอย่างให้มีลักษณะเป็นชิ้นงานเซรามิกซ์ไฮดรอกซี่อะพาไทต์ชนิดมีรูพรุน สามารถเตรียมได้จากผงไฮดรอกซี่อะพาไทต์ที่สังเคราะห์จากกรรมวิธีการตกตะกอนผสมกับสารสร้างความพรุน ในงานวิจัยนี้การขึ้นรูปชิ้นงานตัวอย่างให้มีลักษณะเป็นรูพรุนสามารถขึ้นรูปได้ 2 เทคนิค คือ

1. การขึ้นรูปชิ้นงานด้วยเทคนิคการใช้ฟองน้ำ (Sponge Method)
2. การขึ้นรูปชิ้นงานด้วยเทคนิคการใช้ผงแป้ง (Starch Method)

3.2.1 วัสดุ และอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

การขึ้นรูปชิ้นงานตัวอย่างเพื่อใช้ในการทดลอง จะมีวัสดุและอุปกรณ์ที่จำเป็นดังนี้

1. ผงไฮดรอกซี่อะพาไทต์ ที่สังเคราะห์จากปฏิกิริยาการตกตะกอนทางเคมี
2. ฟองน้ำสังเคราะห์ ตรา3M
3. แป้งข้าวจ้าว ตราช้างสามเศียร
4. น้ำกลั่น
5. บีกเกอร์ ขนาด 500 มิลลิลิตร
6. เครื่องชั่งน้ำหนัก ความละเอียด 0.001 กรัม
7. เวอร์เนียร์คาลิปเปอร์
8. เตาอบสูญญากาศ ของบริษัท WTB Binder
9. เครื่องกวนความเร็วรอบสูง (Homogenizer) รุ่น AIRONE 1200 GS
10. เครื่องผสม ขนาด 5 ลิตร
11. เครื่องทำความร้อน (Heater)
12. เตาไฟฟ้า ของบริษัท Carbolite รุ่น STF 16/75/450
13. เครื่องทดสอบแรงกดแนวตั้ง (Universal Testing Machine) ของบริษัท Hounsfield รุ่น H10K-C
14. แบบหล่อพลาสติก
15. แม่พิมพ์โลหะ รูปทรงกระบอก ขนาด ϕ25 x L50 มิลลิเมตร

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.2.2 การขึ้นรูปชิ้นงานด้วยเทคนิคการใช้ฟองน้ำ

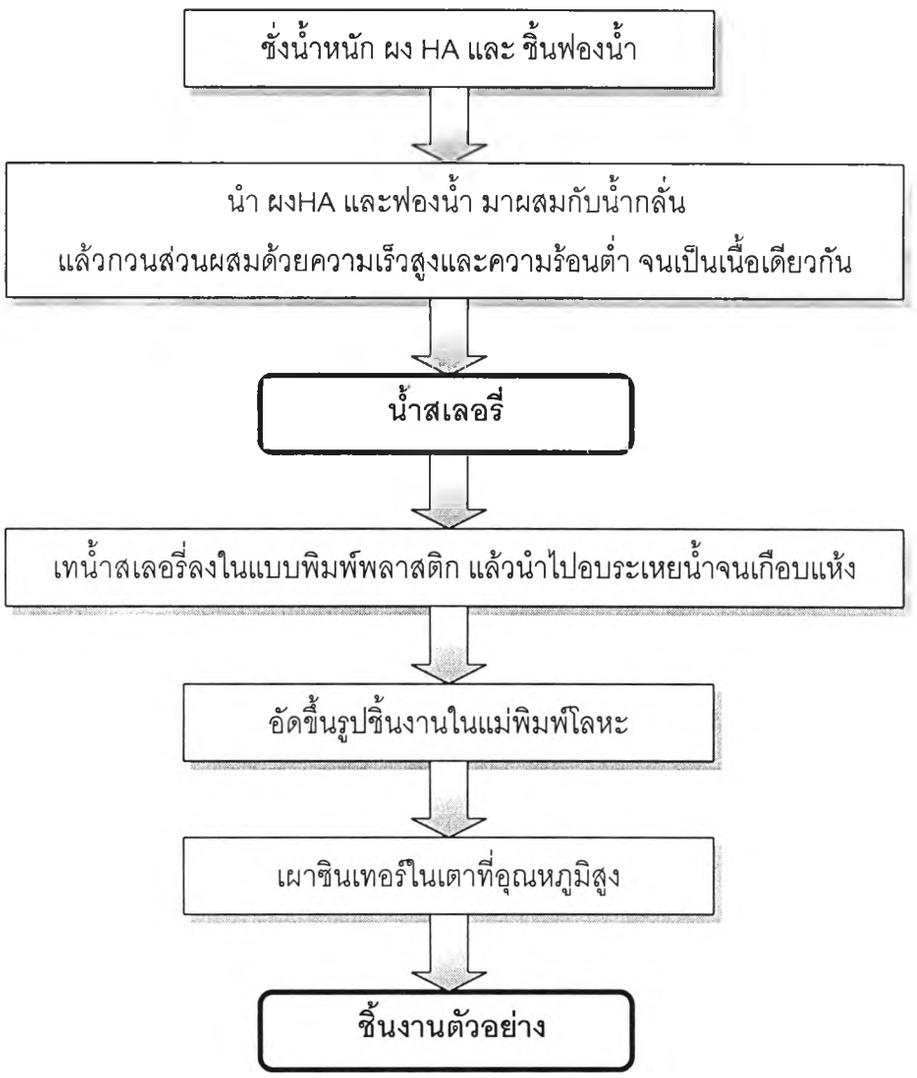
การขึ้นรูปชิ้นงานตัวอย่างด้วยเทคนิคการใช้ฟองน้ำ (Sponge Method) จัดเป็นการขึ้นรูปโดยอาศัยโครงสร้างของฟองน้ำมาเป็นโครงสร้างให้กับชิ้นงานที่จะทำการขึ้นรูป โดยเมื่อนำชิ้นงานที่ผสมฟองน้ำไปผ่านความร้อนที่อุณหภูมิสูงจนทำให้เนื้อฟองน้ำสลายตัวไป จะทำให้ได้ชิ้นงานเซรามิกซ์ที่ยังคงรักษาโครงสร้างเดิมของฟองน้ำไว้ ซึ่งจะมีขั้นตอนการเตรียมดังนี้

1. ชั่งส่วนผสมต่างๆ เตรียมไว้ ตามที่กำหนดไว้ในตารางที่ 3.2
2. นำผงไฮดรอกซี่อะพาไทต์ที่ชั่งเตรียมไว้ผสมกับน้ำกลั่นในบีกเกอร์ แล้วนำไปกวนด้วยเครื่องกวนความเร็วรอบสูง และให้ความร้อนต่ำ จนผงไฮดรอกซี่อะพาไทต์กับน้ำกลายเป็นเนื้อเดียวกัน ซึ่งจะเรียกว่า "น้ำสเลอรี่ (Slurry)"
3. นำฟองน้ำที่เตรียมไว้มาตัดเป็นชิ้นๆ แล้วผสมกับน้ำกลั่นนำลงไปบดในเครื่องผสม บดทิ้งไว้เป็นเวลา 30 วินาที จะได้ฟองน้ำที่มีลักษณะเป็นชิ้นเล็กละเอียด ขนาดประมาณ 2-3 มิลลิเมตร แล้วนำไปทำให้แห้ง
4. นำชิ้นฟองน้ำขนาดเล็กมาชั่งน้ำหนักตามสัดส่วนที่กำหนดไว้ มาผสมกับน้ำสเลอรี่ที่เตรียมไว้ แล้วกวนต่อจนกระทั่งมีความหนืดมากขึ้น
5. นำน้ำสเลอรี่ที่เตรียมได้มาเทลงบนแบบหล่อพลาสติก ในปริมาณที่เท่าๆกัน
6. นำแบบหล่อไประเหยน้ำจนเกือบแห้งในเตาอบสูญญากาศ ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
7. ถอดชิ้นงานไฮดรอกซี่อะพาไทต์ออกจากแบบหล่อพลาสติก แล้วนำไปอัดขึ้นรูปต่อในแม่พิมพ์โลหะ รูปทรงกระบอก ขนาด ϕ25 x L50 มิลลิเมตร ที่ติดตั้งกับหัวกดของเครื่องทดสอบแรงกด ของบริษัท Hounsfield รุ่น H10K-C โดยตั้งค่าของเครื่องใน Mode Compressive and Extension (Kgf) Bottom Zone ที่ระดับความเร็ว 1 มิลลิเมตรต่อนาที แล้วจึงทำการขึ้นรูปชิ้นงานตัวอย่างจนถึงระดับแรงดันที่ต้องการ
8. ทำการขึ้นรูปชิ้นงานตัวอย่างตามแผนการทดลองจนครบ
9. วัดและบันทึกค่า ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางและความหนาของชิ้นงานตัวอย่างแต่ละชิ้น
10. นำชิ้นงานที่ขึ้นรูปเสร็จแล้วไปเผาซินเทอร์ในเตาไฟฟ้า ของบริษัท Carbolite รุ่น STF 16/75/450 ที่ระดับอุณหภูมิตามแผนการทดลอง

ตามตารางที่ 3.2 จะแบ่งประเภทของชิ้นงานออกตามการศึกษาปัจจัยในกระบวนการขึ้นรูป โดยชิ้นงานประเภท S คือ ชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วยเทคนิคการใช้ฟองน้ำ (Sponge) ชิ้นงานประเภท SA จะเป็นชิ้นงานที่ศึกษาผลกระทบของปริมาณฟองน้ำที่มีต่อสมบัติของชิ้นงานตัวอย่าง และชิ้นงานประเภท SB SC และ SD เป็นชิ้นงานที่ศึกษาผลกระทบของแรงกดที่ใช้ในการขึ้นรูปชิ้นงาน และอุณหภูมิในการเผาชิ้นงานที่มีต่อสมบัติของชิ้นงานตัวอย่าง

ตารางที่ 3.2 ตารางแสดงส่วนผสมทั้งหมดที่ใช้ในการขึ้นรูปชิ้นงานด้วยเทคนิคการใช้ฟองน้ำ

ประเภท	ลำดับที่	ปริมาณผง HA (กรัม)	ปริมาณฟองน้ำ (กรัม)	แรงกดขึ้นรูปชิ้นงาน (MPa)	อุณหภูมิในการเผาชิ้นงาน (องศาเซลเซียส)	จำนวน (ชิ้น)
SA	1	10	0.05	2	1,100	3
	2	10	0.07	2	1,100	3
	3	10	0.09	2	1,100	3
	4	10	0.11	2	1,100	3
	5	10	0.15	2	1,100	3
	6	10	0.20	2	1,100	3
SB	1	10	0.15	2	1,050	3
	2	10	0.15	4	1,050	3
	3	10	0.15	6	1,050	3
	4	10	0.15	8	1,050	3
SC	1	10	0.15	2	1,100	3
	2	10	0.15	4	1,100	3
	3	10	0.15	6	1,100	3
	4	10	0.15	8	1,100	3
SD	1	10	0.15	2	1,150	3
	2	10	0.15	4	1,150	3
	3	10	0.15	6	1,150	3
	4	10	0.15	8	1,150	3



รูปที่ 3.1 แสดงขั้นตอนการขึ้นรูปชิ้นงานด้วยเทคนิคการใช้ฟองน้ำ

3.2.3 การขึ้นรูปชิ้นงานด้วยเทคนิคการใช้ผงแป้ง

การขึ้นรูปชิ้นงานตัวอย่างด้วยเทคนิคการใช้ผงแป้ง (Starch Method) จัดเป็นการขึ้นรูปชิ้นงานให้มีลักษณะเป็นรูพรุน โดยการผสมผงแป้งกับผงไฮดรอกซี่อะพาไทต์ แล้วนำไปทำการขึ้นรูปในแบบพิมพ์ เมื่อนำไปผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิสูงแล้ว จะทำให้ผงแป้งที่แทรกตัวอยู่ในเนื้อเซรามิกซ์สลายตัวไปจนหมด เหลือไว้เพียงโพรงอากาศที่ผงแป้งแทรกตัวอยู่ ซึ่งจะมีขั้นตอนการเตรียมดังนี้

1. ชั่งส่วนผสมต่างๆ เตรียมไว้ ตามที่กำหนดไว้ในตารางที่ 3.3
2. นำผงไฮดรอกซี่อะพาไทต์ ผสมกับผงแป้งข้าวจ้าวตามสัดส่วนที่กำหนด เทลงไปในเครื่องผสม เปิดเครื่องทิ้งไว้ เป็นระยะเวลา 5-10 นาที
3. นำผงที่ผสมได้เทใส่จานแล้วเกลี่ยให้กระจายทั่วจาน
4. นำน้ำกลั่นใส่กระบอกฉีดฝอย ฉีดลงในจานให้มีความชื้นกระจายทั่วจาน
5. ชั่งน้ำหนักผงที่ผสมกันแล้วที่น้ำหนัก 7 กรัม เทเข้าแม่พิมพ์โลหะ รูปทรงกระบอก ขนาด ϕ25 x L50 มิลลิเมตร ที่ติดตั้งกับหัวกดของเครื่องทดสอบแรงกด ของบริษัท Hounsfield รุ่น H10K-C โดยตั้งค่าของเครื่องใน Mode Compressive and Extension (Kgf) Bottom Zone ที่ระดับความเร็ว 1 มิลลิเมตรต่อนาที แล้วจึงทำการขึ้นรูปชิ้นงานตัวอย่างจนถึงระดับแรงดันที่ต้องการ
6. ทำการขึ้นรูปชิ้นงานตัวอย่างตามแผนการทดลองจนครบ
7. วัดและบันทึกค่า ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางและความหนาของชิ้นงานตัวอย่างแต่ละชิ้น
8. นำชิ้นงานที่ขึ้นรูปเสร็จแล้วไปเผาซินเทอร์ในเตาไฟฟ้า ของบริษัท Carbolite รุ่น STF 16/75/450 ที่ระดับอุณหภูมิตามแผนการทดลอง

ตามตารางที่ 3.3 จะแบ่งประเภทของชิ้นงานออกตามการศึกษาปัจจัยในกระบวนการขึ้นรูป โดยชิ้นงานประเภท P คือ ชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วยเทคนิคการใช้ผงแป้ง (Starch Powder) ชิ้นงานประเภท PA จะเป็นชิ้นงานที่ศึกษาผลกระทบของแรงกดที่ใช้ในการขึ้นรูปชิ้นงานที่มีค่อสมบัติของชิ้นงานตัวอย่าง และชิ้นงานประเภท PB PC และ PD เป็นชิ้นงานที่ศึกษาผลกระทบของปริมาณแป้ง และอุณหภูมิในการเผาชิ้นงานที่มีต่อสมบัติของชิ้นงานตัวอย่าง

ตารางที่ 3.3 ตารางแสดงส่วนผสมทั้งหมดที่ใช้ในการขึ้นรูปชิ้นงานด้วยเทคนิคการใช้ผงแป้ง

ประเภท	ลำดับที่	ปริมาณผง HA (%ปริมาตร)	ปริมาณแป้งข้าวจ้าว (%ปริมาตร)	แรงกดขึ้นรูปชิ้นงาน (MPa)	อุณหภูมิในการเผาชิ้นงาน (องศาเซลเซียส)	จำนวน (ชิ้น)
PA	1	99	1	2	1,100	3
	2	99	1	5	1,100	3
	3	99	1	10	1,100	3
	4	99	1	20	1,100	3
	5	99	1	30	1,100	3
	6	99	1	36	1,100	3
PB	1	99	1	2	1,050	3
	2	97	3	2	1,050	3
	3	95	5	2	1,050	3
PC	1	99	1	2	1,100	3
	2	97	3	2	1,100	3
	3	95	5	2	1,100	3
PD	1	99	1	2	1,150	3
	2	97	3	2	1,150	3
	3	95	5	2	1,150	3

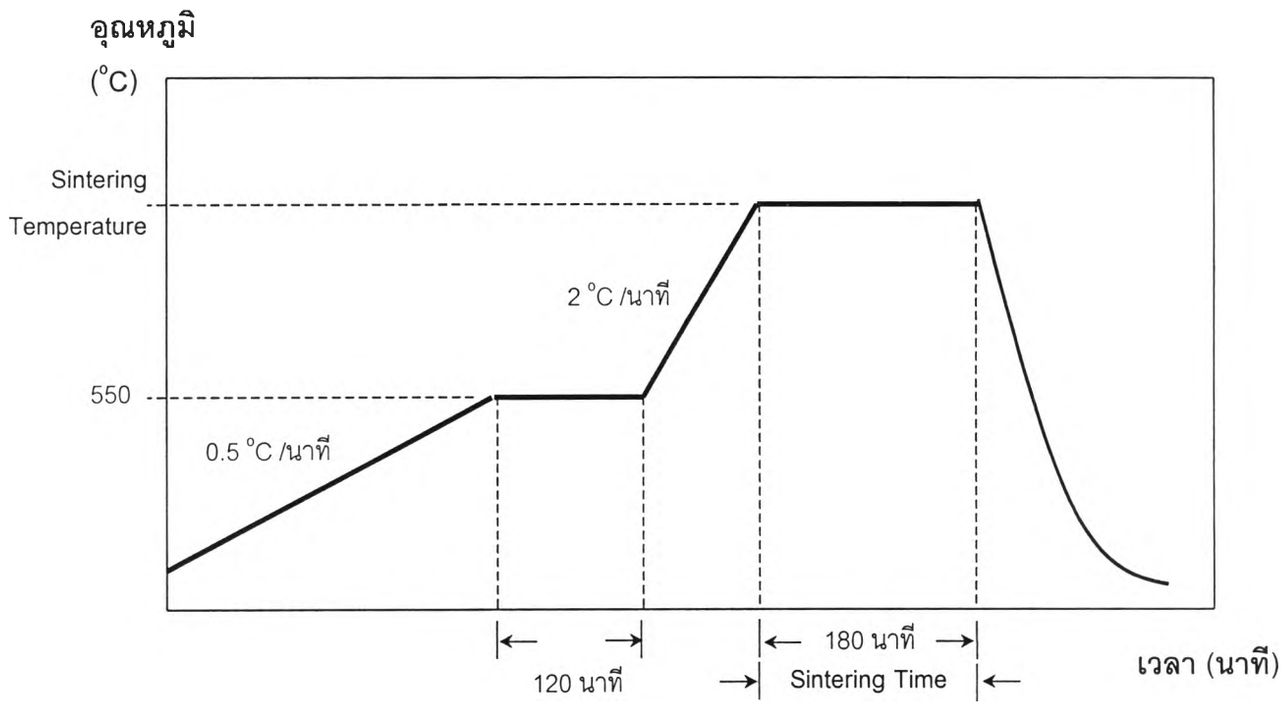
รูปที่ 3.2 แสดงขั้นตอนการขึ้นรูปชิ้นงานด้วยเทคนิคการใช้ผงแป้ง

3.2.4 การเผาชิ้นงานตัวอย่าง

หลังจากขั้นตอนการขึ้นรูปชิ้นงานตัวอย่างด้วยเทคนิคทั้งสองแล้ว ให้นำชิ้นงานดังกล่าวมาเผาต่อในเตาไฟฟ้า ของบริษัท Carbolite รุ่น STF 16/75/450 ตามรูปที่ 3.4 โดยการตั้งค่าอุณหภูมิการเผา แบ่งออกเป็น 2 ช่วง คือ ช่วงแรก เป็นการเผาเพื่อสลายวัสดุสร้างความพรุนในเนื้อชิ้นงาน คือ ฟองน้ำ และผงแป้งข้าวจ้าว และช่วงที่สองของการเผาจะเป็นการเผาซินเทอร์ชิ้นงาน

ในขั้นตอนการเผาชิ้นงานตัวอย่าง เริ่มต้นด้วยการเผาชิ้นงานในช่วงแรกที่ระดับอุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เป็นอุณหภูมิที่วัสดุสร้างความพรุนที่ใช้ในการทดลองทั้งสองชนิดสามารถสลายตัวได้จนหมด โดยตั้งค่าอัตราการให้ความร้อน 0.5 องศาเซลเซียสต่อนาที เพื่อให้การสลายตัวเกิดขึ้นอย่างช้าๆ ด้วยอัตราการให้ความร้อนในระดับนี้จะไม่ทำลายลักษณะโครงสร้างภายในของชิ้นงานตัวอย่าง หลังจากถึงระดับอุณหภูมินี้ให้รักษาระดับอุณหภูมิเป็นเวลา 2 ชั่วโมง (เพื่อให้สารสร้างความพรุนสลายตัวจนหมด)

ต่อจากนั้น ทำการเผาซินเทอร์ต่อในช่วงที่สอง ที่ระดับอุณหภูมิซินเทอร์ที่กำหนดไว้ตามแผนการทดลอง คือที่ระดับอุณหภูมิ 1,050 1,100 และ 1,150 องศาเซลเซียส โดยเพิ่มอัตราการให้ความร้อนเป็น 2 องศาเซลเซียสต่อนาที จนถึงระดับอุณหภูมิที่กำหนด และรักษาระดับอุณหภูมิดังกล่าวเป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากช่วงนี้แล้วจึงปล่อยให้ชิ้นงานตัวอย่างเย็นตัวลงขณะอยู่ในเตาไฟฟ้า ตามรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 แสดงอัตราการให้ความร้อนในการเผาซินเทอร์ชิ้นงานตัวอย่าง

3.3 การตรวจสอบสมบัติของผงไฮดรอกซี่อะพาไทต์สังเคราะห์

3.3.1 การตรวจสอบลักษณะเฟส

ผงไฮดรอกซี่อะพาไทต์ที่สังเคราะห์ได้จะต้องผ่านการตรวจสอบลักษณะเฟสของสารประกอบว่ามีลักษณะตรงกับเฟสมาตราฐานของสารไฮดรอกซี่อะพาไทต์ เพื่อยืนยันว่าสารที่สังเคราะห์ได้เป็นสารไฮดรอกซี่อะพาไทต์อย่างแท้จริง ในงานวิจัยนี้ได้ทำการตรวจสอบเฟสของสารได้ด้วยเครื่อง XRD (X-ray Diffraction) ของบริษัท Philip รุ่น DY 1023 Type PW 1730/10 ของศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ซึ่งอาศัยหลักการทำงานของรังสีเอ็กซ์จากสาร CuK ที่จะตกกระทบลงบนผลึกของสารตัวอย่างแล้วเกิดการเลี้ยวเบนเป็นมุม 2θ กับแนวรังสีตกกระทบ ทำให้ทราบความสัมพันธ์ระหว่างมุม 2θ กับความเข้มแสงสัมพัทธ์ของสารตัวอย่าง แล้วนำไปเทียบกับกราฟมาตราฐาน

3.3.2 การศึกษาลักษณะการกระจายตัวของขนาดอนุภาค

การศึกษาลักษณะการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของผงไฮดรอกซี่อะพาไทต์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาการตกตะกอนในงานวิจัยฉบับนี้ สามารถวิเคราะห์ได้ด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค PSLA (Particle Size Laser Analyzer) ของบริษัท Mastersizer รุ่น Mastersizer S ของศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.3.3 การศึกษาลักษณะรูปทรง

การศึกษาลักษณะรูปทรงของผงไฮดรอกซี่อะพาไทต์ที่สังเคราะห์ในงานวิจัยฉบับนี้ ได้ศึกษาด้วยเครื่อง SEM (Scanning Electron Microscope) ของบริษัท JOEL รุ่น JSM-5410 LV ของศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยการเตรียมผงตัวอย่างสำหรับการส่องดูลักษณะรูปทรง เริ่มต้นจากการโรยผงไฮดรอกซี่อะพาไทต์ที่ต้องกาตรวจสอบลงบนแท่นทองเหลือง ตรงกับด้านที่ติดกระดาษกาวสองหน้าเอาไว้ แล้วนำแท่นดังกล่าวไปผ่านกระบวนการฉาบทอง จะทำให้ได้แท่นตัวอย่างที่พร้อมจะส่องดูลักษณะรูปทรงของผง

3.4 การตรวจสอบสมบัติของวัสดุสร้างความพรุน

3.4.1 การเลือกวัสดุสร้างความพรุนสำหรับการขึ้นรูป

ในการศึกษากรรมวิธีการขึ้นรูปชิ้นงานด้วยเทคนิคการใช้วัสดุสร้างความพรุน มีความจำเป็นที่จะต้องทำการศึกษาและทดลองขึ้นรูปชิ้นงานด้วยวัสดุสร้างความพรุนหลายชนิด เพื่อเลือกวัสดุสร้างความพรุนที่เหมาะสมสำหรับการขึ้นรูปชิ้นงานตัวอย่าง โดยจะสนใจวัสดุสร้างความพรุน 2 ประเภท คือ

1. วัสดุสร้างความพรุนประเภทฟองน้ำ
2. วัสดุสร้างความพรุนประเภทแป้ง

3.4.1.2 วัสดุสร้างความพรุนประเภทฟองน้ำ

ในงานวิจัยนี้ได้เลือกวัสดุสร้างความพรุนประเภทฟองน้ำ มาทำการศึกษาการขึ้นรูปชิ้นงานไฮดรอกซี่อะพาไทต์ ทั้งหมด 3 ชนิด ได้แก่

1. ฟองน้ำธรรมชาติ
2. ฟองน้ำสังเคราะห์
3. ฟองน้ำเซลลูโลส

3.4.1.2 วัสดุสร้างความพรุนประเภทแป้ง

ในงานวิจัยนี้ได้เลือกวัสดุสร้างความพรุนประเภทแป้ง มาทำการศึกษาการขึ้นรูปชิ้นงานไฮดรอกซี่อะพาไทต์ ทั้งหมด 3 ชนิด ได้แก่

1. ผงแป้งข้าวจ้าว
2. เม็ดสาคู
3. เม็ดแมงลัก

3.4.2 การศึกษาอุณหภูมิที่วัสดุสร้างความพรุนสลายตัว

เป็นการศึกษาเพื่อค้นหาระดับอุณหภูมิที่วัสดุสร้างความพรุนสามารถสลายตัวจนหมดภายในเตาที่ใช้ในการทดลอง คือ เตาไฟฟ้า ของบริษัท Carbolite รุ่น STF 16/75/450 โดยการนำวัสดุสร้างความพรุนที่ใช้ในการทดลอง 2 ชนิด คือ ฟองน้ำ และผงแป้งข้าวจ้าว มาทำการเผาในเตาไฟฟ้า โดยการเปิดฝาเตาเพื่อสังเกตความเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นกับชิ้นวัสดุสร้างความพรุน พิจารณาที่อุณหภูมิเพิ่มขึ้นทุก ๆ 50 องศาเซลเซียส จนกระทั่งชิ้นวัสดุสลายตัวไปจนหมด

3.4.3 การศึกษาลักษณะการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของผงแป้ง

การศึกษาลักษณะการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของผงแป้งข้าวจ้าวที่ใช้ในงานวิจัยฉบับนี้ สามารถวิเคราะห์ได้ด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค PSLA (Particle Size Laser Analyzer) ของบริษัท Mastersizer รุ่น Mastersizer S ของศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ทำให้ทราบถึงขนาดเฉลี่ยของผงแป้งที่ใช้ในการทดลอง

3.4.4 การศึกษาลักษณะโครงสร้างของวัสดุสร้างความพรุน

การศึกษาลักษณะโครงสร้างของวัสดุสร้างความพรุนในงานวิจัยฉบับนี้ คือ ฟองน้ำ และผงแป้งข้าวจ้าว สามารถศึกษาได้ด้วยเครื่อง SEM (Scanning Electron Microscope) ของบริษัท JOEL รุ่น JSM-5410 LV ของศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยการเตรียมชิ้นงานตัวอย่างที่ต้องการส่องดูลักษณะโครงสร้าง ติดลงบนแท่นทองเหลือง ตรงกับด้านที่ติดกระดาษกาวสองหน้าเอาไว้ แล้วนำแท่นดังกล่าวไปผ่านกระบวนการฉาบทอง จะทำให้ได้แท่นตัวอย่างที่พร้อมจะส่องดูลักษณะโครงสร้างของสารสร้างความพรุน

3.5 การตรวจสอบสมบัติของชิ้นงานตัวอย่าง

สมบัติต่างๆของชิ้นงานตัวอย่างที่จะทำการตรวจสอบในงานวิจัยฉบับนี้ ได้แก่ เปอร์เซ็นต์ความพรุน, ความหนาแน่นบัลค์, เปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้น, ความแข็งของวัสดุ และความแข็งแกร่งของวัสดุภายใต้แรงกด

3.5.1 เปอร์เซ็นต์ความพรุน (% Porosity)

นำชิ้นงานตัวอย่างที่ผ่านการเผาซินเทอร์แล้ว มาทำการทดสอบตามมาตราฐาน ASTM designation C373-88 (Reapproved 1994) เริ่มต้นด้วยการนำชิ้นงานที่ต้องการตรวจสอบเปอร์เซ็นต์ความพรุนมาต้มในน้ำกลั่นให้เดือดเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แช่ชิ้นงานทิ้งไว้ในน้ำต้มเป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นให้นำชิ้นงานมาชั่งน้ำหนักบนเครื่องชั่งที่มีความละเอียด 0.001 กรัม โดยแขวนชิ้นงานให้ลอยตัวอยู่ในน้ำ แล้วบันทึกเป็นค่า S ต่อจากนั้นให้ใช้ผ้าเปียกที่ผิวหมาดๆ มาเช็ดบริเวณผิวชิ้นงานที่อมน้ำอยู่ แล้วนำไปชั่งน้ำหนักโดยชั่งชิ้นงานในบรรยากาศห้อง บันทึกค่าเป็นค่า M สุดท้ายให้นำชิ้นงานไปอบแห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำชิ้นงานที่แห้งแล้วไปชั่งในบรรยากาศห้อง บันทึกค่าเป็นค่า D ให้นำค่าที่ได้ทั้งหมดไปคำนวณตามสูตร

สูตรที่ใช้ในการคำนวณหาค่าเปอร์เซ็นต์ความพรุนของชิ้นงานตัวอย่าง แสดงไว้ในสมการที่ 3.2 ต่อไปนี้

$$\% \text{ Porosity} = \frac{(M - D) \times 100}{(M - S)} \qquad (3.2)$$

เมื่อ S คือ น้ำหนักของชิ้นงานที่อิ่มตัว ขณะอยู่ในน้ำ (กรัม)

M คือ น้ำหนักของชิ้นงานที่อิ่มตัว ขณะอยู่ในอากาศ (กรัม)

D คือ น้ำหนักของชิ้นงานแห้ง ขณะอยู่ในอากาศ (กรัม)

3.5.2 **ความหนาแน่นบัลค์** (Bulk Density)

ความหนาแน่นบัลค์ของชิ้นงานตัวอย่างหลังการเผา เริ่มต้นด้วยการนำชิ้นงานแห้งมาชั่งน้ำหนักบนเครื่องชั่งที่มีความละเอียด 0.001 กรัม บันทึกเป็นค่ามวลของชิ้นงาน แล้วใช้เวอเนียร์คาลิปเปอร์วัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง และความหนา ของชิ้นงานแต่ละชิ้น นำไปคำนวณหาปริมาตรของชิ้นงาน แล้วนำค่ามวลและปริมาตรของชิ้นงานแต่ละชิ้นมาคำนวณตามสูตร

สูตรที่ใช้ในการคำนวณค่าความหนาแน่นบัลค์ ของชิ้นงานตัวอย่าง แสดงไว้ในสมการที่ 3.3 ต่อไปนี้

$$\text{Bulk Density} = \frac{\text{Mass}}{\text{Volume}} \qquad (3.3)$$

เมื่อ Mass คือ มวลของชิ้นงานตัวอย่าง (กรัม)

Volume คือ ปริมาตรของชิ้นงานตัวอย่าง (ลูกบาศก์เซนติเมตร)

3.5.3 **เปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้น** (% Linear Shrinkage)

การหาค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้นของชิ้นงานตัวอย่าง เป็นการเปรียบเทียบขนาดของชิ้นงานก่อนการเผาและหลังการเผา เริ่มต้นโดยใช้เวอร์เนียร์คาลิปเปอร์วัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานตัวอย่างก่อนการเผา (d_o) และ เส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานหลังการเผา (d_s) นำค่าทั้งสองไปคำนวณตามสูตร

สูตรการคำนวณค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวเชิงเส้นของชิ้นงานตัวอย่าง แสดงไว้ในสมการที่ 3.4 ต่อไปนี้

$$\%\ \text{Linear Shrinkage} = \frac{(d_o - d_s)}{d_o} \times 100 \qquad (3.4)$$

เมื่อ d_o คือ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานก่อนการเผา (มิลลิเมตร)

d_s คือ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานหลังการเผา (มิลลิเมตร)

3.5.4 **ความแข็งของวัสดุ** (Hardness)

นำชิ้นงานตัวอย่างหลังการเผาซินเทอร์มาเตรียมผิว โดยการนำกระดาษทรายน้ำเบอร์ 500 และ เบอร์ 1200 มาขัดบริเวณผิวชิ้นงานจนกระทั่งผิวชิ้นงานมีลักษณะเป็นมันวาว นำชิ้นงานที่ผ่านขั้นตอนการเตรียมผิวมาทดสอบความแข็งด้วยเครื่องทดสอบความแข็ง (Hardness Tester) ของบริษัท ZWICK ตามรูปที่ 3.5 โดยใช้ตุ่มน้ำหนักขนาด 1 กิโลกรัมวางบนแท่นกด เข้าไปตั้งค่าในซอฟแวร์ของเครื่อง โดยเลือกในรายการ การวัดค่าความแข็ง (Hardness Measurement) เลือกการวัดค่าความแข็งแบบวิคเกอร์ (Vickers) ปรับขนาดของเลนส์ขยายให้ตรงกับเครื่องวัด ตั้งเวลาในการกดชิ้นงานเป็น 30 วินาที หลังจากนั้นวางชิ้นงานตัวอย่างลงบนแท่นกด ดึงคันโยกให้ตุ้มน้ำหนักกดลงบนชิ้นงานจนครบ 30 วินาที แล้วยกตุ้มน้ำหนักออกจากชิ้นงาน ใช้กล้องไมโครสโคปของเครื่องวัดขนาดเส้นทแยงมุมทั้งสองด้านของรอยกดที่เกิดขึ้นแล้วซอฟแวร์จะทำการคำนวณขนาดรอยกดให้เป็นค่าความแข็ง บันทึกค่าความแข็งของชิ้นงานตัวอย่าง โดยทำการวัดค่าความแข็ง 3 ครั้งต่อ 1 ชิ้นงาน

สูตรที่ซอฟแวร์ในเครื่องวัดความแข็งใช้ในการคำนวณค่าความแข็งของวัสดุ แสดงไว้ในสมการที่ 3.5 ต่อไปนี้

$$\text{Hardness (HV)} = \frac{1854.4\ P}{d^2} \qquad (3.5)$$

เมื่อ P คือ น้ำหนักที่ใช้กดชิ้นงานตัวอย่าง (กิโลกรัม)

d คือ ขนาดเฉลี่ยของเส้นทแยงมุมของรอยกด (ไมครอน)

3.5.5 **ความแข็งแรงภายใต้แรงกดของวัสดุ** (Compressive Strength) **และโมดูลัสของยังภายใต้แรงกด** (Compressive Young's Modulus)

นำชิ้นงานตัวอย่างหลังการเผามาทดสอบค่าความแข็งแกร่งของวัสดุภายใต้แรงกด โดยใช้เครื่องทดสอบแรงกด (Universal Testing Machine) ของบริษัท Hounsfield Tester Equipment รุ่น H10K-C ตามรูปที่ 3.6 โดยเลือกใช้รายการ Compression to Extension (Kgf) Bottom Zone โดยกำหนดความเร็วในการทดสอบที่ 0.5 มิลลิเมตร ต่อนาที

สูตรที่ใช้ในการคำนวณหาค่าความแข็งแรงภายใต้แรงกดของวัสดุ แสดงไว้ในสมการที่ 3.6 ต่อไปนี้

$$\text{Compressive Strength} = \frac{F_{max}}{A} \qquad (3.6)$$

เมื่อ F_{max} คือ ขนาดของแรงกดสูงสุดที่ทำให้ชิ้นงานตัวอย่างเกิดการแตกหักเสียหาย

A คือ พื้นที่หน้าตัดเริ่มต้นก่อนทำการทดสอบ

และ สูตรที่ใช้ในการคำนวณหาค่าโมดูลัสของยังภายใต้แรงกด แสดงไว้ในสมการที่ 3.7 ต่อไปนี้

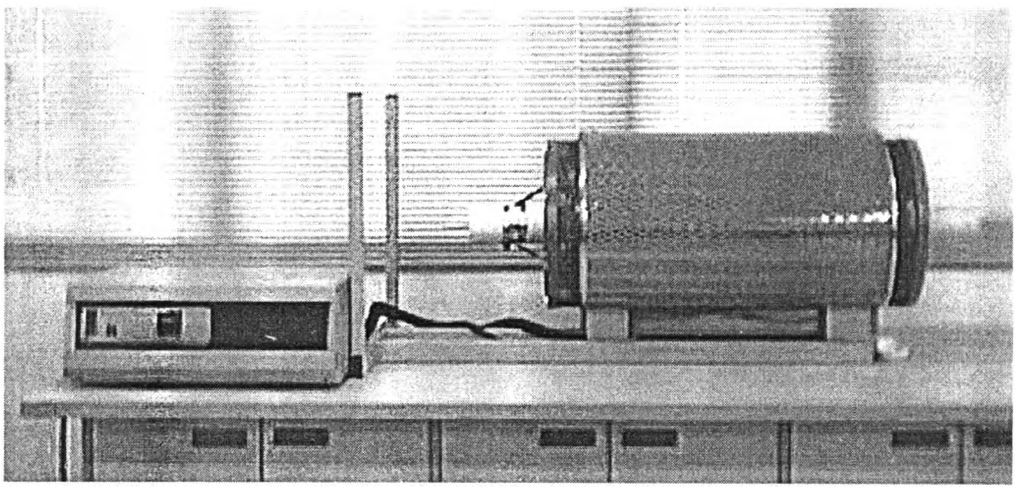
$$\text{Compressive Young's Modulus} = \frac{\sigma}{\varepsilon} \qquad (3.7)$$

เมื่อ σ คือ ค่าความแค้นของวัสดุ หรือ ค่าความแข็งแรงภายใต้แรงกดของวัสดุ

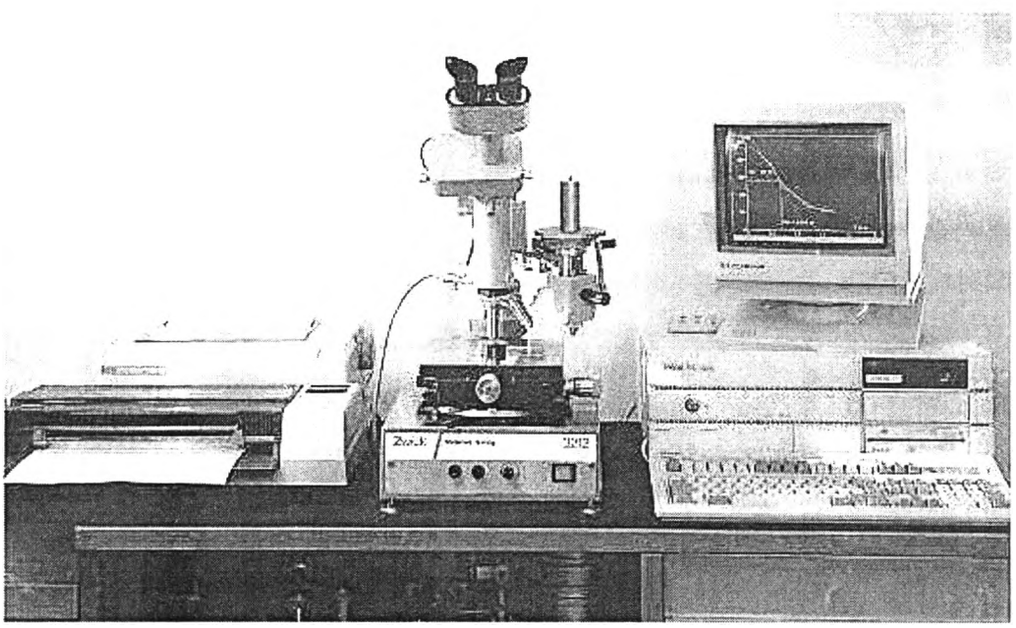
ε คือ ค่าความเครียดของวัสดุ หรือความหนาที่เปลี่ยนแปลงไปต่อความหนาเดิม

3.5.6 ลักษณะโครงสร้างของชิ้นงาน

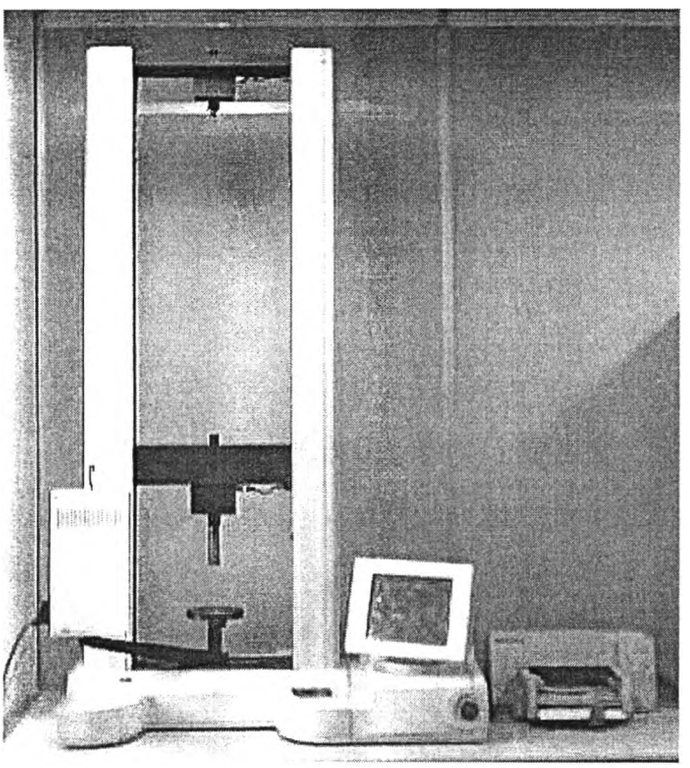
การศึกษาโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานตัวอย่าง ด้วยเครื่อง SEM (Scanning Electron Microscope) ของบริษัท JOEL รุ่น JSM-5410 LV ของศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยจะต้องทำการเตรียมชิ้นงานก่อน เริ่มต้นจากการหักชิ้นงานตัวอย่างโดยหักบริเวณหน้าตัดที่ต้องการตรวจดูโครงสร้าง นำด้านที่ต้องการจะส่องกล้องไปจุ่มในสารละลายกรดอ่อนของฟอสฟอริค ความเข้มข้น 10%โดยปริมาตร ทิ้งไว้ให้แห้งนำชิ้นงานตัวอย่างไปติดบนแท่นทองเหลือง แล้วนำไปผ่านกระบวนการฉาบทอง จะได้ชิ้นงานที่พร้อมจะนำไปส่องตรวจดูโครงสร้าง



รูปที่ 3.4 เตาไฟฟ้า ของบริษัท Carbolite รุ่น STF 16/75/450



รูปที่ 3.5 เครื่องทดสอบความแข็งของวัสดุ (Hardness Tester) ของบริษัท ZWICK



รูปที่ 3.6 เครื่องทดสอบแรงกด (Universal Testing Machine)
ของบริษัท Hounsfield รุ่น H10K-C