



การปรับปรุงสมบัติเชิงกลของซีเมนต์เชื่อมกระดูก  
IMPROVEMENT MECHANICAL PROPERTIES OF BONE CEMENT

นายศุภกฤต พรมดวง รหัส 56364670  
นายอดิศร ปันมณี รหัส 56364748



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต  
สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ ภาควิชาวิศวกรรมอุตสาหกรรม  
คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร  
ปีการศึกษา 2560

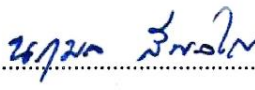



## ใบรับรองปริญญาานิพนธ์


ชื่อหัวข้อโครงการ      การปรับปรุงสมบัติเชิงกลของซีเมนต์เชื่อมกระดูก  
ผู้ดำเนินโครงการ      นายศุภกฤต      พรมดวง      รหัสนิต 56364670  
                                         นายอดิศร      ปิ่นมณี      รหัสนิต 56364748  
ที่ปรึกษาโครงการ      ดร. ปิยนันท์      บุญพยัคฆ์  
สาขาวิชา      วิศวกรรมวัสดุ  
ภาควิชา      วิศวกรรมอุตสาหกรรม  
ปีการศึกษา      2560

คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยราชภัฏสุรินทร์ อนุมัติให้ปริญญาานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของ  
การศึกษา ตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ

  
..... ที่ปรึกษาโครงการ  
(ดร. ปิยนันท์ บุญพยัคฆ์)

  
..... ประธานกรรมการ  
(ดร. นฤมล สีพลไกร)

  
..... กรรมการ  
(ดร. ธนิกานต์ ชงชัย)

  
..... กรรมการ  
(อาจารย์กฤษณา พูลสวัสดิ์)

ชื่อหัวข้อโครงการงาน	การปรับปรุงปรุงสมบัติเชิงกลของซีเมนต์เชื่อมกระดูก		
ผู้ดำเนินโครงการงาน	นายศุภกฤต	พรมดวง	รหัสனிสิต 56364670
	นายอดิศร	ปิ่นมณี	รหัสனிสิต 56364748
ที่ปรึกษาโครงการงาน	ดร. ปิยนันท์ บุญพยัคฆ์		
สาขาวิชา	วิศวกรรมวัสดุ		
ภาควิชา	วิศวกรรมอุตสาหกรรม		
ปีการศึกษา	2560		

### บทคัดย่อ

ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้จัดทำขึ้นเพื่อศึกษาการปรับปรุงปรุงสมบัติเชิงกลของซีเมนต์เชื่อมกระดูก ซึ่งซีเมนต์เชื่อมกระดูก คือ สสารหรือส่วนประกอบที่ใช้สำหรับการเชื่อมกระดูกหรือซ่อมแซมกระดูกที่เกิดการแตกหักเสียหายโดยทำหน้าที่เป็นกาวเชื่อมระหว่างกระดูก 2 ชิ้นเข้าด้วยกัน โดยจะช่วยลดระยะเวลาในการรักษาแผลจากการผ่าตัดเพราะแผลมีขนาดเล็ก ในงานวิจัยนี้จะศึกษาการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์เพื่อประยุกต์ใช้สำหรับ ซีเมนต์เชื่อมกระดูก โดยจะศึกษาเปรียบเทียบไฮดรอกซีอะพาไทต์ และ ไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เติมด้วยโบรอนร้อยละ 10 และ 20 โดยโมลของฟอสฟอรัส ด้วยกระบวนการการตกตะกอนร่วม จากการสังเคราะห์พบว่า สามารถสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ และไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เติมด้วยโบรอนร้อยละ 10 และ 20 โดยโมลของฟอสฟอรัส ที่อุณหภูมิห้อง ด้วยกระบวนการการตกตะกอนร่วม

การศึกษาอิทธิพลของสารละลายที่ใช้เป็นของเหลวผสมซีเมนต์ ได้แก่ น้ำปราศจากไอออน และสารละลายกรดซิตริก ความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร ต่อสมบัติความต้านทานแรงกดของไฮดรอกซีอะพาไทต์ ใช้อัตราส่วนของเหลวต่อผงซีเมนต์แห้ง (L/P ratio) เท่ากับ 0.8 มิลลิลิตรต่อกรัม ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 21 วัน พบว่าที่สารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตรให้ค่าต้านทานแรงกดมากที่สุด

การศึกษาอิทธิพลของโบรอนที่ผสมสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร ที่มีผลต่อความต้านทานแรงกด พบว่าไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่ผสมด้วยโบรอนร้อยละ 10 และ 20 โดยโมลของฟอสฟอรัส มีค่าความต้านทานแรงกดไม่ต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

การศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นของสารละลายกรดซิตริกที่ความเข้มข้นร้อยละ 10 และ 20 โดยปริมาตร พบว่าที่สารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 20 โดยปริมาตรให้ค่าความ

ต้านทานแรงกดมากที่สุดคือ 4.00 MPa จึงสรุปได้ว่าสารละลายกรดซิดริกช่วยในการทำให้ซีเมนต์มีสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้น



<b>Project title</b>	IMPROVEMENT MECHANICAL PROPERTIES OF BONE CEMENT	
<b>Name</b>	Mr. Supakit Phromduang	ID. 56364670
	Mr. Adisorn Pinmanee	ID. 56364748
<b>Project advisor</b>	Dr. Piyanan Boonphayak	
<b>Major</b>	Materials Engineering	
<b>Department</b>	Industrial Engineering	
<b>Academic year</b>	2017	

---

### Abstract

Studied improvement the mechanical properties of bone cement. The bone cement is a substance or component used to heal or repair broken bones. Bone cement can be reduced the time and used minimally invasive surgery. Hydroxyapatite and hydroxyapatite substitute boron 10% and 20% by mole of phosphorus with the co-precipitation process were studied. The result has shown that can synthesized hydroxyapatite and borohydroxyapatite via the co-precipitate method

To study the influence of solvent-based liquid cement such as DI - water and 10%v of citric acid on the compressive strength of HA cement, using the liquid to powder ratio (L / P ratio) of 0.8 ml/g and cured in room temperature for 21 days. The resulted found that HA cement powder was mixed with the 10%v of citric acid has the highest compressive strength. So, the citric acid solution has affected the compressive strength of HA bone cement.

To study of the influence of Boron amount of substitution in HA structure such as 10 and 20 percent mole of phosphorus on the compressive strength of HA substituted with boron (B) 10 (10%B-HA) and 20 (20%B-HA) percent mole of phosphorus cement, were mixed with the 10%v of citric acid, using the liquid to powder ratio (L / P ratio) of 0.8 ml/g and cured in room temperature for 21 days. The compressive strength was increased when Boron amount of substitution is increasing. However, the compressive strength of 10%B-HA and 20%B-HA were not significantly

different, so Boron amount of substitution in HA structure is not affected the compressive strength.

To study the influence of the citric acid concentration such as 10 and 20 volume percentage (%V) on the compressive strength of 20%B-HA, using the liquid to powder ratio (L / P ratio) of 0.8 ml/g and cured in room temperature for 21 days. The result found that the concentration of citric acid increased, the compressive strength is increasing. The 20%V of citric acid has the highest of the compressive strength as 4 MPa. From these studied showed that citric acid can be improved the compressive strength both of HA and B-HA bone cement.



## กิตติกรรมประกาศ

ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้เป็นอย่างดี ด้วยความอนุเคราะห์ของบุคคลหลายท่าน ข้าพเจ้าจึงขอแสดงความขอบพระคุณผู้มีพระคุณ โดยเฉพาะ ดร. ปิยนันท์ บุญพยัคฆ์ อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ ดร. ศิริกาญจน์ ชันส์สมฤทธิ์ ที่ได้ให้คำปรึกษา คำแนะนำทั้งทางด้านภาคทฤษฎี ภาคปฏิบัติ รวมถึงข้อคิดเห็นต่างๆ ที่เป็นประโยชน์ ตลอดจนดูแลติดตามโครงการมาโดยตลอด

ขอขอบพระคุณ ดร. นฤมล สีพลไกร ดร. ธนิกานต์ ธงชัย และ อาจารย์ กฤษณา พูลสวัสดิ์ ที่กรุณาเสียสละเวลามาเป็นอาจารย์สอบโครงการ พร้อมทั้งให้คำแนะนำที่เป็นประโยชน์ และข้อเสนอแนะในการปรับปรุงแก้ไขโครงการเล่มนี้

ขอขอบห้องปฏิบัติการเซรามิก มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ที่เอื้อเฟื้อสถานที่ อุปกรณ์ และคำแนะนำในการใช้เครื่องมือต่างๆ ในการทดสอบชิ้นงาน

ขอขอบพระคุณคณาจารย์ภาควิชาวิศวกรรมอุตสาหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร ที่ประสิทธิ์ประสานวิชาความรู้ และอบรมสั่งสอนให้จัดทำโครงการเป็นคดีของสังคม

ขอขอบพระคุณบิดา มารดา และครอบครัวที่คอยสนับสนุนค่าใช้จ่ายและให้กำลังใจตลอดมา จนสามารถทำโครงการเล่มนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ขอขอบคุณเพื่อนๆ พี่ๆ น้องๆ และเจ้าหน้าที่ทุกท่านในภาควิชาวิศวกรรมอุตสาหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร ที่ให้ความรัก คำปรึกษา และความช่วยเหลือขณะที่ศึกษาและทำโครงการเป็นอย่างดี

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณทุกท่านที่ให้การดูแลตลอดการทำโครงการจนสำเร็จการศึกษา หากปริญญานิพนธ์ฉบับนี้สามารถเป็นประโยชน์แก่ผู้ที่สนใจ ขอมอบความดีให้แก่ผู้มีพระคุณทุกท่าน

คณะผู้ดำเนินโครงการวิศวกรรม

นายนศุภกฤต พรมดวง

นายอดิสร ปิ่นมณี

พฤษภาคม 2561

# สารบัญ

หน้า

ใบรับรองปริญญาโท.....	ก
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ง
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฅ
สารบัญรูป.....	ญ
สารบัญสัญลักษณ์ และคำย่อ.....	ฐ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมา และความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ.....	2
1.3 เกณฑ์ชี้วัดผลงาน.....	2
1.4 เกณฑ์ชี้วัดผลความสำเร็จ.....	2
1.5 ขอบเขตในการดำเนินโครงการ.....	2
1.6 สถานที่ในการดำเนินโครงการ.....	3
1.7 ระยะเวลาในการดำเนินโครงการ.....	3
1.8 ขั้นตอนและแผนการดำเนินโครงการ.....	3
บทที่ 2 หลักการ และทฤษฎีเบื้องต้น.....	4
2.1 ปัญหาความเสียหายของกระดูกในปัจจุบัน.....	4
2.2 การเชื่อมประสานของกระดูก.....	5
2.3 วัสดุการแพทย์.....	7
2.4 เซรามิกในทางการแพทย์.....	10
2.5 ซีเมนต์เชื่อมกระดูก.....	14
2.6 ไฮดรอกซีอะพาไทต์.....	15
2.7 กระบวนการเตรียมผงซีอะพาไทต์.....	17
2.8 โบรอน.....	24
2.9 สารละลายกรดซิตริก.....	25
2.10 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์.....	26



## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.11 การทดสอบแรงกด.....	34
2.12 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง .....	34
บทที่ 3 วิธีการดำเนินโครงการ.....	39
3.1 ขั้นตอน และระเบียบวิธีที่ใช้ในการดำเนินโครงการ.....	39
3.2 วัสดุ และอุปกรณ์ .....	41
3.3 ขั้นตอนการดำเนินโครงการ.....	42
3.4 สรุปผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง .....	48
บทที่ 4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์.....	49
4.1 ผลการสังเคราะห์และวิเคราะห์ผลการสังเคราะห์ได้ .....	49
4.2 ผลการทดสอบอิทธิพลของสารละลายที่ส่งผลต่อความต้านแรงกด ของ HA ซีเมนต์.....	53
4.3 อิทธิพลของโบรอนที่ผสมกรดกรดซิดริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร ที่ส่งผลถึงความต้านทานแรงกด.....	58
4.4 อิทธิพลของความเข้มข้นของสารละลายกรดซิดริกต่อความต้านทานแรงกด ของ 20%B-HA ซีเมนต์.....	60
บทที่ 5 บทสรุป และขอเสนอแนะ .....	65
5.1 บทสรุป.....	65
5.2 ข้อเสนอแนะ และการพัฒนา.....	66
เอกสารอ้างอิง.....	67
ประวัติผู้ดำเนินโครงการ.....	69

## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
1.1 ขั้นตอน และแผนการดำเนินงาน.....	3
2.1 หมู่ฟังก์ชันนอกห่วงของ HA และ B-HA.....	30
3.1 ความเข้มข้นของสารละลายกรดซिटริกและปริมาณที่ใช้ในการผสม.....	45
3.2 ความเข้มข้นของสารละลายกรดซिटริกและปริมาณที่ใช้ในการผสม.....	46
3.3 ความเข้มข้นของสารละลายกรดซिटริกและปริมาณที่ใช้ในการผสม.....	48



## สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
1.1	กราฟจากเครื่อง X-ray diffraction (XRD) ของ HA และ กระดูก .....1
2.1	ชนิดของการหักของกระดูก .....4
2.2	กระบวนการเชื่อมประสานกระดูก.....6
2.3	ลักษณะการใช้งานโลหะทางการแพทย์เป็นสกรูยึดกระดูก .....8
2.4	ลักษณะการใช้งานพอลิเมอร์ทางการแพทย์ฉีดขึ้นรูปรักษากระดูกพรุน .....9
2.5	ลักษณะการใช้งานเซรามิกทางการแพทย์ฉีดขึ้นรูปซ่อมแซมกระดูก..... 10
2.6	โครงสร้างของอะลูมินา ..... 11
2.7	โครงสร้างโมเลกุลของไฮดรอกซีอะพาไทต์ ..... 15
2.8	โครงสร้างของไฮดรอกซีแอพาไทต์..... 16
2.9	XRD แพทเทิร์นของผงไฮดรอกซีอะพาไทต์เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนที่มีอัตราส่วน โดยโมลระหว่าง Ca/P เท่ากับ 1.67 ..... 17
2.10	แผนภาพแสดงกลไกการเกิดวัสดุผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ ..... 19
2.11	รูปไม่โครกราฟของผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ทำให้แห้งที่ 100 °C/12hr..... 19
2.12	XRD แพทเทิร์นของผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ แคลไซต์ที่อุณหภูมิต่างๆ ..... 20
2.13	ผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มัล..... 21
2.14	การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอพาไทต์ด้วยวิธีโซลเจล..... 23
2.15	โครงสร้างโมเลกุลของโบรอน ..... 24
2.16	โครงสร้างโมเลกุลของสารละลายกรดซิตริก..... 25
2.17	SEM ของ (A) Hydroxyapatite และ (B) Hydroxyapatite ที่ผสมกับ สารละลายกรดซิตริก ..... 25
2.18	แสดงแผนภูมิระบบ The Michelson Interferometer ..... 29
2.19	แสดงอินฟราเรดสเปกตรัม ..... 30
2.20	ลักษณะการติดตัวอย่างที่เป็นผง..... 31
2.21	ลักษณะการป้ายยาทาเล็บบน stub..... 32
2.22	การเตรียมตัวอย่างอนุภาคขนาดเล็ก โดยกระจายตัวอย่างในตัวทำละลายที่เหมาะสม ..... 33
2.23	การโรยตัวอย่างด้วยไม้พันสำลี ..... 33
3.1	ขั้นตอนการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์..... 42
3.2	ขั้นตอนการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เติมโบรอน..... 43
3.3	แบบพิมพ์ขึ้นงานทดสอบ ..... 45

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.1	แสดงพีค XRD ของ HA ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการตกตะกอนร่วม ที่อุณหภูมิห้อง อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง..... 49
4.2	อินฟราเรดสเปกตรัมของ HA ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการตกตะกอน ที่อุณหภูมิห้องอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ..... 50
4.3	แสดงพีค XRD ของ 10% B-HA และ 20% B-HA ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการ ตกตะกอนร่วม ที่อุณหภูมิห้อง อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ..... 51
4.4	อินฟราเรดสเปกตรัมของ (ก) 10%B-HA และ (ข) 20%B-HA ที่สังเคราะห์ได้จาก กระบวนการตกตะกอนร่วม ที่อุณหภูมิห้อง และอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ..... 52
4.5	แสดงพีค XRD ของ HA โดยใช้สารละลายที่ผสมซีเมนต์ได้แก่น้ำปราศจากไอออน และสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร และ L/P ratio เท่ากับ 0.8 มิลลิลิตรต่อกรัม เก็บที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 21 วัน ..... 54
4.6	อินฟราเรดสเปกตรัมของ (ก) HA ซีเมนต์ผสมกับน้ำปราศจากไอออน และ (ข) HA ซีเมนต์ผสมสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร และ L/P ratio เท่ากับ 0.8 มิลลิลิตรต่อกรัม เก็บที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 21 วัน..... 55
4.7	แสดงค่าความต้านทานแรงกดของซีเมนต์ HA โดยใช้ของเหลวที่ใช้ผสมซีเมนต์ได้แก่น้ำ ปราศจากไอออน และกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร และ L/P ratio เท่ากับ 0.8 มิลลิลิตรต่อกรัม เก็บที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 21 วัน ..... 56
4.8	ภาพถ่าย SEM ของ (ก.) HA ซีเมนต์ที่ผสมกับน้ำปราศจากไอออน (ข.) HA ซีเมนต์ที่ผสมกับ สารละลายกรดซิตริก ที่กำลังขยาย 25,000 เท่า..... 57
4.9	แสดงพีค XRD ของ HA, 10%B-HA และ 20%B-HA ซีเมนต์ที่ผสมกับ สารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร และ L/P ratio เท่ากับ 0.8 มิลลิลิตรต่อกรัม เก็บที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 21 วัน ..... 58
4.10	แสดงค่าความต้านทานแรงกดของซีเมนต์ HA, 10%B-HA และ 20%B-HA โดยใช้สารละลายกรดซิตริก ความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร และ L/P ratio เท่ากับ 0.8 มิลลิลิตรต่อกรัม เก็บที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 21 วัน ..... 59
4.11	แสดงพีค XRD ของ 20%B-HA ซีเมนต์ที่ผสมสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้น ร้อยละ 10 และ 20 โดยปริมาตร (Citric 10%v และ Citric 20%v ตามลำดับ) โดยใช้ L/P ratio เท่ากับ 0.8 มิลลิลิตรต่อกรัม เก็บที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 21 วัน ..... 61

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.12 อินฟราเรดสเปกตรัมของ 20%B-HA ซีเมนต์ที่ผสมกับสารละลายกรดซิตริก ความเข้มข้นร้อยละ 10 และ 20 โดยปริมาตร (Citric 10%v และ Citric 20%v ตามลำดับ) โดยใช้ L/P ratio เท่ากับ 0.8 มิลลิลิตรต่อกรัม เก็บที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 21 วัน.....	62
4.13 แสดงค่าความต้านทานแรงกดของซีเมนต์ B-HA โดยใช้สารละลายกรดซิตริก ความเข้มข้นร้อยละ 10 และ 20 โดยปริมาตร ใช้ L/P ratio เท่ากับ 0.8 มิลลิลิตรต่อกรัม เก็บที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 21 วัน .....	63
4.14 ภาพถ่าย SEM ของ 20%B-HA ที่ผสมกับ (ก.) สารละลายกรดซิตริกความเข้มข้น ร้อยละ 10 โดยปริมาตร และ (ข.) สารละลายกรดซิตริกความเข้มข้น ร้อยละ 20 โดยปริมาตร ที่กำลังขยาย 25,000 เท่า .....	64



## สารบัญญัติสัญลักษณ์ และคำย่อ

ASTM	สมาคมการทดสอบและวัสดุอเมริกัน
B	โบรอน
bend	การเปลี่ยนแปลงมุมของพันธะ
Ca	แคลเซียม
Ca/P ratio	อัตราส่วน แคลเซียม/ฟอสฟอรัส
Ca(OH) <sub>2</sub>	แคลเซียมไฮดรอกไซด์
°C	องศาเซลเซียส
cm	เซนติเมตร
g	กรัม
g/mol	กรัม/โมล
GPa	กิโลปาสคาล
FT-IR	ฟลูเรียทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี
hr	ชั่วโมง
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	ไฮโดรเจนฟอสเฟส
HA	ไฮดรอกซีอะพาไทต์
IR spectrum	อินฟราเรดสเปกตรัม
kN	กิโลนิวตัน
L/P ratio	อัตราส่วน ของเหลว/ผง
M	โมล
ml	มิลลิกรัม
MPa	เมกะ ปาสคาล
µm	ไมโครเมตร
NH <sub>4</sub> OH	แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์
nm	นาโนเมตร
P	ฟอสฟอรัส
pH	เป็นค่าที่แสดงความเป็นกรดเป็นเบสของสารเคมี
PMMA	โพลีเมทิลเมทาครีเลท
SBF	สารละลายจำลองร่างกายมนุษย์
str	การเปลี่ยนแปลงความยาวของพันธะ
TCP	ไตรแคลเซียมฟอสเฟส

## สารบัญสัญลักษณ์ และคำย่อ (ต่อ)

wt%

เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

XRD

เอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน



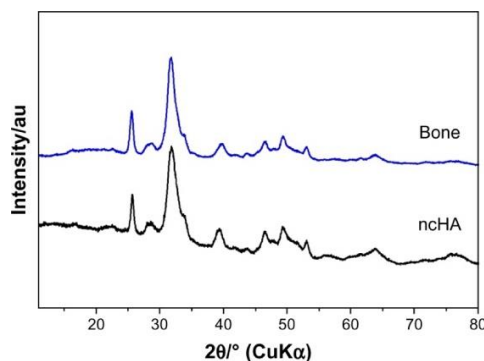
# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมา และความสำคัญ

ในการซ่อมแซมกระดูกของมนุษย์ที่เกิดจากการแตกหักเสียหาย มีวัสดุหลายประเภทที่ช่วยในการซ่อมแซมกระดูก เช่น ใช้โลหะยึดสกรูตามกระดูกให้ติดกัน วิธีการนี้จะมีความแข็งแรงสูงมากแต่จะมีปัญหาจากการต่อต้านจากร่างกายทำให้เกิดการอักเสบได้ และยังมีอีกหนึ่งวิธีคือ ซีเมนต์เชื่อมกระดูก (Bone Cement)

ซีเมนต์เชื่อมกระดูก คือ สสารหรือส่วนประกอบที่ใช้สำหรับการเชื่อมกระดูกหรือซ่อมแซมกระดูกที่เกิดการแตกหักเสียหายโดยทำหน้าที่เป็นกาวเชื่อมระหว่างกระดูก 2 ชิ้นเข้าด้วยกัน โดยจะช่วยลดระยะเวลาในการรักษาแผลจากการผ่าตัดเพราะแผลมีขนาดเล็ก โดยซีเมนต์เชื่อมกระดูกในปัจจุบันมีใช้กันอยู่ 2 ประเภท ประเภทแรกคือ วัสดุพอลิเมอร์ ที่นิยมใช้คือ โพลีเมทิลเมทาไครเลต (Poly methyl methacrylate; PMMA) ซึ่งพอลิเมอร์ในการช่วยยึดติดกระดูกที่มีความยืดหยุ่นสูงสามารถใช้ซ่อมแซมกระดูกได้หลากหลาย แต่ยังมีปัญหาด้านการต่อต้านจากร่างกายอยู่และเกิดความร้อนระหว่างการเซตตัว และประเภทที่สองคือ เซรามิก ที่เข้ากับร่างกายได้ดี มีองค์ประกอบหลักคือ แคลเซียม ซึ่งเป็นองค์ประกอบที่คล้ายคลึงกับกระดูกของมนุษย์ จึงทำให้มีความเข้ากันได้กับร่างกายมนุษย์สูง ซึ่งส่วนใหญ่นิยมใช้ ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (Hydroxyapatite; HA) เนื่องจากไม่เกิดความร้อนระหว่างการเซตตัว มีความเข้ากันได้กับร่างกายสูง ในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้วัสดุเซรามิกในการทำซีเมนต์เชื่อมกระดูก



รูปที่ 1.1 กราฟจากเครื่อง X-ray diffraction (XRD) ของ HA และ กระดูก

ที่มา ; Martin Adum (2014)



จากรูปที่ 1.1 แสดงผลของเครื่องวิเคราะห์โครงสร้างโครมพลิกจะเห็นว่า HA และ กระจก มีลักษณะที่เหมือนกัน จึงทำให้ HA จึงทำให้มีความเข้ากันได้กับร่างกายมนุษย์สูง

ในงานวิจัยนี้จะทำการศึกษา สังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์เพื่อประยุกต์ใช้สำหรับ ซีเมนต์เชื่อมกระดูก โดยจะศึกษาเปรียบเทียบไฮดรอกซีอะพาไทต์บริสุทธิ์และไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่ผสมด้วย โบรอน (Boron: B) เพื่อปรับปรุงโครงสร้างและคุณสมบัติของไฮดรอกซีอะพาไทต์ โดยที่จะศึกษา สารละลายที่ช่วยในเพิ่มสมบัติทางกลของซีเมนต์เชื่อมกระดูก

## 1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ

1.2.1 สังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์จากกระบวนการตกตะกอนเพื่อประยุกต์ใช้สำหรับ ซีเมนต์เชื่อมกระดูก

1.2.2 ปรับปรุงสมบัติของเชิงกลซีเมนต์เชื่อมกระดูกโดยศึกษาสารละลายที่ในการขึ้นรูป

## 1.3 เกณฑ์ชี้วัดผลงาน (Output)

ซีเมนต์เชื่อมกระดูกจากไฮดรอกซีอะพาไทต์

## 1.4 เกณฑ์ชี้วัดผลสำเร็จ (Outcome)

1.4.1 ซีเมนต์เชื่อมกระดูกที่สามารถขึ้นรูปได้

1.4.1 ซีเมนต์เชื่อมกระดูกที่มีความแข็งแรง

## 1.5 ขอบเขตในการดำเนินงานวิจัย

1.5.1 สังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์เพื่อประยุกต์ใช้สำหรับซีเมนต์เชื่อมกระดูกโดย กระบวนการตกตะกอนร่วม (Co-Precipitation)

1.5.2 เติมโบรอนร้อยละ 10 และ 20 โดยโมลของฟอสฟอรัส เข้าไปในโครงสร้างของ ไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยกระบวนการตกตะกอนร่วม

1.5.3 ใช้สารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 และ 20 โดยปริมาตร เป็นสารละลาย ในการผสมซีเมนต์เชื่อมกระดูกเพื่อเพิ่มสมบัติทางกลของซีเมนต์เชื่อมกระดูก

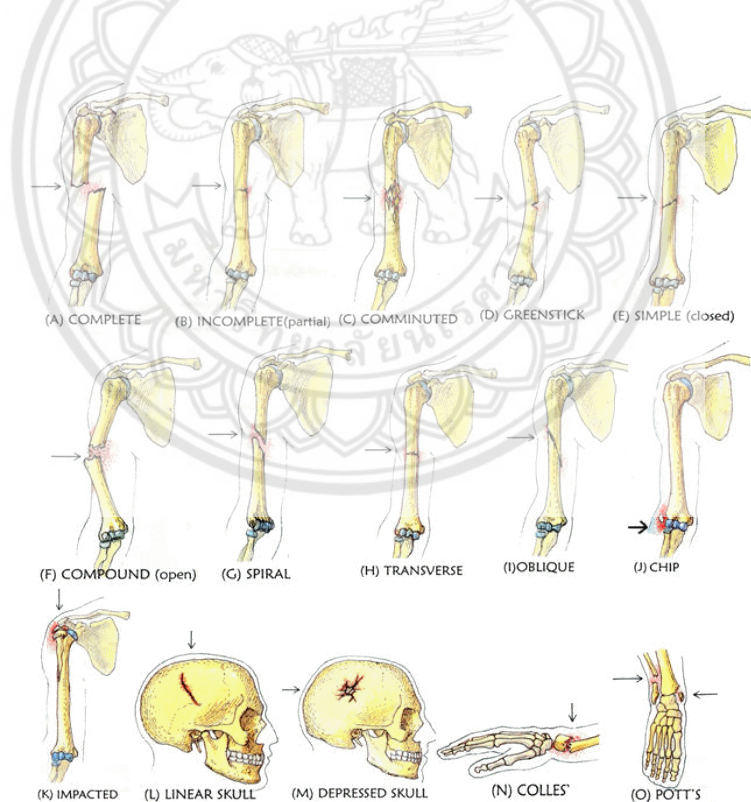


## บทที่ 2

### หลักการ และทฤษฎีเบื้องต้น

#### 2.1 ปัญหาความเสียหายของกระดูกในปัจจุบัน

การที่กระดูกเกิดการร้าว แตกหรือการหักของกระดูกมีโอกาสเกิดขึ้นได้เสมอ การหักของกระดูกแยกเป็นหลายลักษณะดังรูปที่ 2.1 โดยปรกติกระดูกของสัตว์อายุน้อยจะมีขนาดเล็กและไม่แข็งเท่ากระดูกของสัตว์ที่เจริญเต็มวัยแล้ว จึงมีโอกาสหักง่ายกว่าในทางกลับกันกระดูกของสัตว์อายุน้อยจะประกอบด้วยสัดส่วนของเนื้อเยื่อเส้นใยที่มากกว่าสารอนินทรีย์จึงมีความยืดหยุ่นมากกว่าในขณะที่กระดูกของสัตว์ที่มีอายุมากกว่ามีสัดส่วนของสารอนินทรีย์โดยเฉพาะอย่างยิ่งแคลเซียมในสัดส่วนที่สูงกว่าเนื้อเยื่อเส้นใย กระดูกของสัตว์ที่มีอายุมากมีความแข็ง แต่กลับเปราะกว่าของสัตว์อายุน้อย แม้ว่าสัตว์อายุน้อยกระดูกมีโอกาสหักง่ายกว่าในสัตว์อายุมาก เนื่องจากกระดูกมีขนาดเล็ก และเป็นกระดูกที่กำลังมีการเจริญ แต่การประสานกันจะเกิดง่ายกว่าในสัตว์เจริญเต็มวัยแล้ว



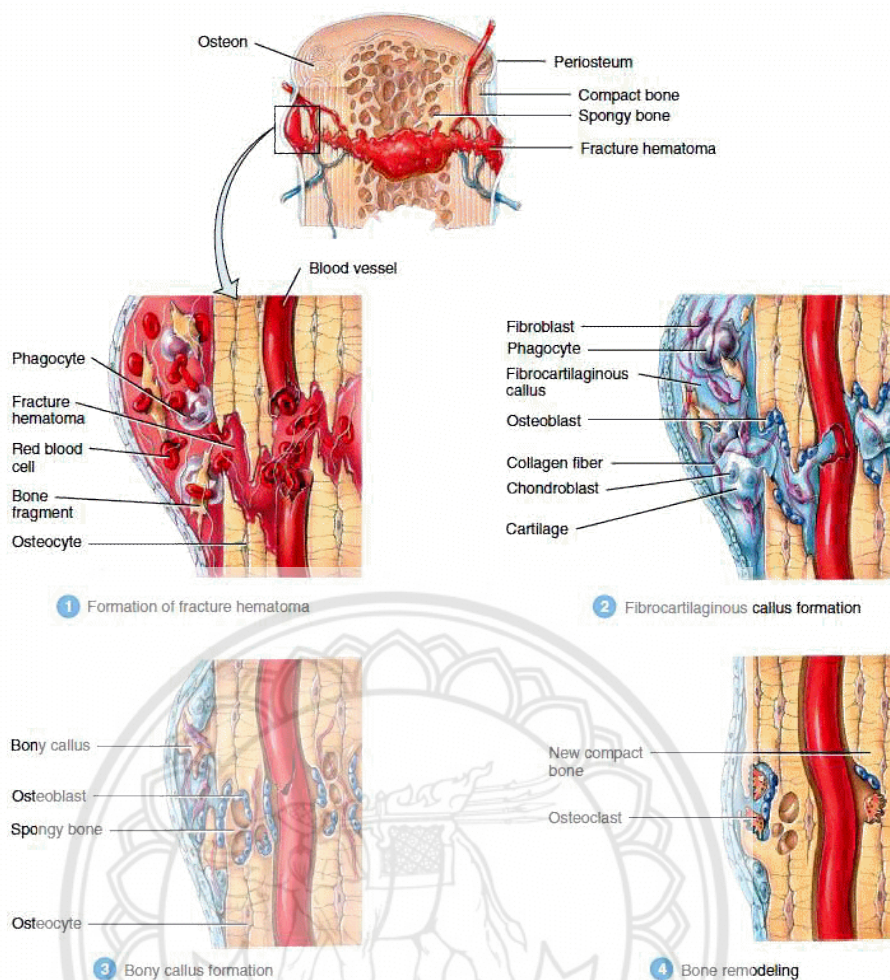
รูปที่ 2.1 ชนิดของการหักของกระดูก (ลูกศรชี้ทิศทางของแรงกระทำที่ทำให้เกิดการหักหรือแตก)

ที่มา ; Carola (1992)

จากรูปที่ 2.1 จะแสดงลักษณะการแตกหักเสียหายของกระดูก จะเห็นว่ากระดูกมีลักษณะการแตกหักเสียหายหลายรูปแบบ ซึ่งในการใช้งานของซีเมนต์เชื่อมกระดูกจะใช้ในลักษณะของกระดูกที่เสียหายจากการร้าวมีรอยหักแต่รอยหักไม่แยกเป็นสองท่อน

## 2.2 การเชื่อมประสานของกระดูก

กระดูกที่หักสามารถประสาน หรือต่อกันได้ ถ้าอยู่ในตำแหน่งและสภาวะที่เหมาะสม โดยจะสามารถประสานกันตัวเองเนื่องจากกระดูกเป็นอวัยวะที่มีชีวิต มีเซลล์และมีระบบหลอดเลือดมาเลี้ยง ทำให้มีความยืดหยุ่น แต่การประสานจะเกิดขึ้นเร็วในสัตว์อ่อนหรืออายุน้อย ส่วนในสัตว์อายุมากจะเกิดได้ช้ากว่า เนื่องจากเซลล์ส่วนใหญ่เป็นเซลล์สำรองและมีสัดส่วนของสารอินทรีย์สูงกว่า สารอินทรีย์ ต้องมีการกระตุ้นการแบ่งเซลล์ใหม่และสร้างแมทริกซ์ของกระดูกใหม่ แต่ในสัตว์อายุน้อย เซลล์ที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการสร้างกระดูกเป็นเซลล์ที่กำลังเจริญและมีการแบ่งตัวมากมีสารอินทรีย์ในสัดส่วนสูงกว่า การประสานจึงเกิดรวดเร็วกว่าแต่ทั้งนี้ความยากหรือง่ายของการเชื่อมประสานขึ้นกับชนิดของการหักด้วย กระบวนการเชื่อมประสานแบ่งออกเป็น 4 ระยะคือ (รูปที่ 2.2) โดยระยะแรกคือระยะการเกิดก้อนเลือดปิดตรงรอยร้าวหรือรอยหัก (Formation of fracture hematoma) เป็นระยะของการเริ่มเกิดการซ่อมแซมกระดูก ระยะต่อมาคือระยะการเกิดแคลลัสของเนื้อเยื่อเส้นใยและกระดูกอ่อน (Fibrocartilagenous callus formation) เป็นระยะของการเริ่มเกิดการสร้างกระดูกใหม่ ระยะต่อมาคือระยะการเกิดแคลลัสที่เป็นกระดูกหรือแคลลัสแข็ง (Bony callus formation) เป็นระยะของการเริ่มกระบวนการสร้างความแข็งแรงของ กระดูกใหม่ และระยะสุดท้ายคือระยะการคืนรูปของกระดูก (Bone remodeling) เป็นระยะของการสร้างกระดูกใหม่ที่เสร็จสมบูรณ์กระดูกมีความแข็งแรง



รูปที่ 2.2 กระบวนการเชื่อมประสานกระดูก  
ที่มา ; Carola และคณะ (1992)

จากรูปที่ 2.2 (1), เมื่อกระดูกหักมีเลือดไหลออกมาบริเวณของเนื้อเยื่อกระดูกที่ถูกทำลาย และใช้เวลาหลายชั่วโมงในกระบวนการแข็งตัวเพื่อหยุดการไหลของเลือดเกิดแถบของก้อนเลือด (Hematoma) ปิดตรงรอยหัก ; (2), จากนั้นเซลล์สร้างเส้นใยและเซลล์กระดูกอ่อนเข้าสู่บริเวณที่กระดูกหักและมีการสร้างแคลลัส (Callus) ; (3), ออสติโอเจนิค เซลล์แบ่งตัวและพัฒนาอย่างรวดเร็วและมีการสร้างทราบีคิวลิ (Trabeculae) หรือแคลลัสที่เป็นกระดูก (Bony callus) ของกระดูกใหม่เพื่อประสานกระดูกที่หักเข้าด้วยกัน และมีการสร้างกระดูกอ่อนมาปกคลุมชั้นนอกนอก (Outer collar) ของรอยหัก ; (4), ระยะการคืนรูปของกระดูก (Bone remodeling) ในระยะนี้กระดูกอ่อนจะถูกทดแทนด้วยกระดูกฟองน้ำและรอยหักจะมีการซ่อมแซมโดยการสร้างกระดูกคอมแพกต์ และมีเซลล์สลายกระดูกมาช่วยสลายกระดูกส่วนเกินออกไปให้กระดูกมีรูปร่างคงเดิม

## 2.3 วัสดุการแพทย์

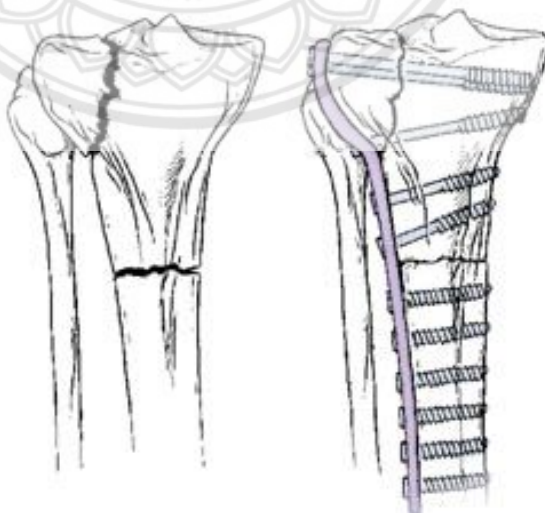
วิวัฒนาการของวัสดุที่ใช้ในทางการแพทย์ได้มีการเปลี่ยนแปลงไปอย่างมากในตลอดระยะเวลา 20 ปี ที่ผ่านมาในยุคแรกๆ ของวัสดุนี้จะเป็นเรื่องของแบบพิมพ์ต่างๆ ทางด้านวิศวกรรมวัสดุที่ใช้คือ โลหะไร้สนิม (Stainless steel) แต่ในยุคปัจจุบันวัสดุที่ใช้ในทางการแพทย์มีมากถึงกว่า 40 ชนิดที่ผลิตเป็นวัสดุชีวภาพและเครื่องมือใช้ในผู้ป่วยวัสดุยุคแรกๆ มีคุณลักษณะคือขอให้มันเป็นแค่เพียงวัสดุที่ใช้แล้วไม่เกิดปฏิกิริยาต่อต้านจากเนื้อเยื่อข้างเคียงก็เพียงพอ แต่ปัจจุบันสิ่งที่สำคัญยิ่งยวดคือต้องดูถึงปฏิกิริยาผิวสัมผัส (Interfacial reaction) ระหว่างวัสดุที่ใช้กับอวัยวะข้างเคียงที่รองรับ ในอดีตวัสดุที่เคยใช้นั้นขอเพียงให้อยู่คงทนได้นานแค่หลายปีก็พอ แต่ปัจจุบันควรมีจุดมุ่งหมายที่จะสามารถใช้งานได้คงทนถึง 20 ปี ทั้งนี้เพื่อประโยชน์สูงสุดของผู้ป่วย ในยุคก่อนนี้การตรวจสอบวัสดุที่ใช้ในทางการแพทย์มีไม่มากนักแต่ในปัจจุบันการที่จะได้มาซึ่งวัสดุใหม่ๆ ที่ใช้การได้ดีและมีประสิทธิภาพนั้นต้องผ่านการทดสอบทั้งในแง่กลศาสตร์ ในสัตว์ทดลอง และการทดสอบในแบบจำลองเหมือนอวัยวะของจริงในมนุษย์ เพื่อให้ได้มาซึ่งความแน่นอนว่าวัสดุนั้นมีพิษต่อร่างกายหรือเข้ากันได้กับเนื้อเยื่อข้างเคียง การศึกษาในห้องทดลองและจากร่างกายของผู้เสียชีวิตใหม่ๆ ในเรื่องของการเปลี่ยนแปลงของผิววัสดุที่ใช้หรือการเปลี่ยนแปลงของเนื้อเยื่อระหว่างผิววัสดุและอวัยวะที่รองรับช่วยให้เกิดความเข้าใจกระจ่างขึ้นเกี่ยวกับการเปลี่ยนแปลงทางด้านเคมีและปฏิกิริยาของอวัยวะที่มีต่อวัสดุที่ใช้ จุดประสงค์ของการใช้วัสดุทางการแพทย์ ก็คือใช้ทดแทนส่วนอวัยวะ และ/หรือ ทำหน้าที่ของอวัยวะที่เสียไปในขณะเดียวกันต้องเป็นวิธีการที่ปลอดภัยเชื่อถือได้ ประหยัด และไม่เป็นอันตรายต่อร่างกาย การที่จะบรรลุวัตถุประสงค์ดังกล่าวได้ ก็ต้องขึ้นอยู่กับความมั่นคง ความคงทนถาวรของปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างผิววัสดุที่ใช้กับอวัยวะที่รองรับต้องมีความเข้าใจว่าผิวสัมผัสของเนื้อเยื่อและวัสดุ (Biomaterial tissue interface) เปลี่ยนแปลงอยู่เสมอ ฉะนั้นต้องมีการศึกษาถึงความเปลี่ยนแปลงทั้งในแง่เคมีและเซลล์ที่เกิดขึ้นเมื่อนำวัสดุไปฝังแทนอวัยวะส่วนนั้น เช่น จำเป็นต้องเรียนรู้เคมีพื้นผิว (Surface chemistry), การสึกกร่อนของโลหะ (Metal corrosion), ปฏิกิริยาต่อพอลิเมอร์ (Polymer reaction) และพฤติกรรมพื้นผิวของเซรามิกและแก้ว (Ceramic & Glass surface behavior) ในปีหนึ่งๆ จากตัวเลขที่ปรากฏการใช้วัสดุทางการแพทย์ในอเมริกาและยุโรปมีรวมกันมีถึง 4-5 ล้านชิ้น ชิ้นส่วนจากวัสดุที่ต่างกันกว่า 40 ชนิดที่กำลังใช้อยู่วัสดุทางการแพทย์สามารถแบ่งออกได้ เป็น 4 ชนิดใหญ่ๆ โดยพิจารณาในแง่ของปฏิกิริยาเนื้อเยื่อโต้ตอบต่อการกระตุ้นที่ผิวสัมผัส (Interfacial response)

### 2.3.1 โลหะทางการแพทย์

โลหะถือได้ว่า เป็นวัสดุชนิดหนึ่งที่มีความสำคัญต่องานทางด้านการแพทย์ จะเห็นได้ว่า ตั้งแต่ก่อนที่จะมีพัฒนาการ ทางด้านวัสดุการแพทย์อย่างจริงจัง โลหะมักเป็นตัวเลือกอันดับต้นๆ ที่นำมาใช้ในการรักษา หรือประดิษฐ์เป็นอุปกรณ์ ด้านการแพทย์ ทั้งนี้อาจเป็นเพราะโลหะเป็นวัสดุที่มีความแข็งแรงและมีความเหนียว ซึ่งน่าจะปลอดภัย ไม่แตกหักเสียหาย ในการใช้งาน แต่ในความเป็นจริงแล้ว ไม่ใช่ว่าโลหะทุกประเภทสามารถนำมาใช้งานทางการแพทย์ได้ เนื่องจาก ปัญหาสำคัญของ การใช้โลหะทางการแพทย์ ได้แก่ ปัญหาการกัดกร่อนจากสภาพแวดล้อมภายในร่างกาย ซึ่งถือได้ว่ารุนแรงมาก ดังนั้น โลหะที่สามารถนำมาใช้งานได้ นั้น ต้องทนทานต่อการกัดกร่อนได้ดีด้วย

ปัจจุบันโลหะที่นำมาใช้งานในทางการแพทย์แบ่งออกเป็น 2 กลุ่มใหญ่ คือ โลหะมีค่า และ โลหะทั่วไป

- โลหะมีค่า ได้แก่ โลหะในกลุ่มของทองคำ เงิน และแพลทินัม ส่วนโลหะทั่วไป ได้แก่ อะลูมิเนียมหรือโลหะผสมปรอท เหล็กกล้าไม่เป็นสนิม โลหะผสมของโคบอลต์ไทเทเนียมบริสุทธิ์ และ โลหะผสมของไทเทเนียม ซึ่งโลหะแต่ละประเภท มีคุณสมบัติที่แตกต่างกัน และนำไปใช้งานในลักษณะที่แตกต่างกันตามจุดประสงค์ โลหะมีค่ามักนำไปใช้งานทางด้านทันตกรรม เนื่องจากมีราคาแพง
- โลหะทั่วไป มีความแข็งแรงมากกว่า และมีราคาต่ำกว่า ทำให้สามารถนำไปใช้งานได้หลากหลายกว่า ไม่ว่าจะเป็นด้านทันตกรรม ออร์โทพีดิกส์ ศัลยกรรมต่างๆ และมักใช้งาน ในลักษณะที่เป็นวัสดุดิบในด้านการผลิตอุปกรณ์การแพทย์ต่างๆ



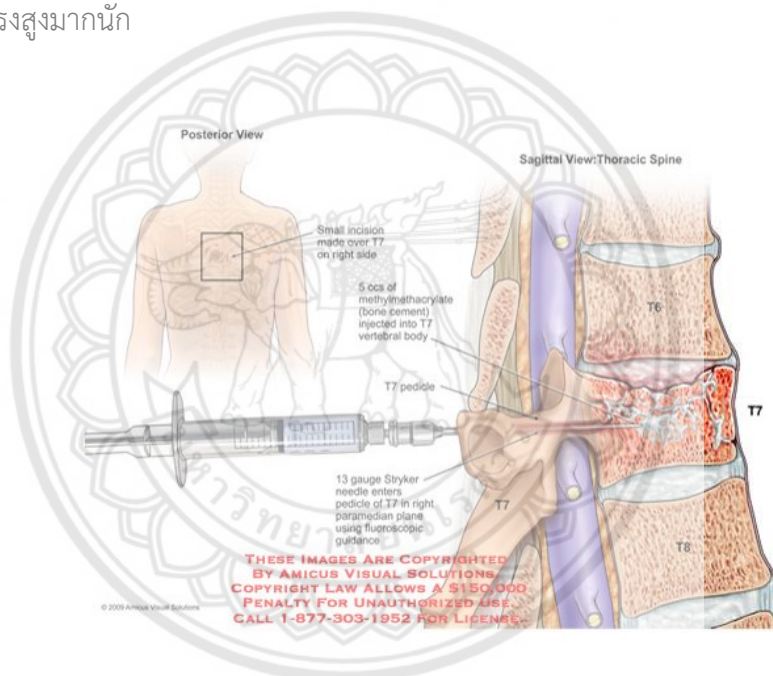
รูปที่ 2.3 ลักษณะการใช้งานโลหะทางการแพทย์เป็นสกรูยึดกระดูก

ที่มา ; Jointdee (2014)

### 2.3.2 พอลิเมอร์ทางการแพทย์

พอลิเมอร์หรือพลาสติกเป็นวัสดุที่มีลักษณะเฉพาะตัว คือ เป็นวัสดุที่ประกอบขึ้นด้วย โขโมเลกุลขนาดยาว ที่มีหน่วย หรือโครงสร้างทางเคมีซ้ำๆ กันเป็นองค์ประกอบ หากเปรียบเทียบกับ ก็จะมีลักษณะเหมือนกับเส้นบะหมี่ที่ขดรวม และพันทับกันไปมา พอลิเมอร์พบได้ทั้งในธรรมชาติ เช่น แป้ง ยางธรรมชาติ เซลลูโลส และพอลิเมอร์สังเคราะห์ เช่น พอลิเอทิลีน พอลิโพรพิลีน พอลิเอสเตอร์

สำหรับงานทางการแพทย์สามารถนำมาใช้งานได้ทั้งพอลิเมอร์ธรรมชาติ และพอลิเมอร์สังเคราะห์ ซึ่งมีทั้งประเภท ที่ไม่ย่อยสลาย และย่อยสลายได้เมื่อใช้งานในร่างกาย ทั้งนี้ พอลิเมอร์มีข้อดีคือ มีความเหนียว มีน้ำหนักเบา สามารถขึ้นรูปได้ง่าย ราคาถูก และไม่เกิดการกัดกร่อนเหมือนกับ โลหะ แต่อย่างไรก็ตาม พอลิเมอร์มีความแข็งแรงน้อยกว่าโลหะ ทำให้ไม่สามารถใช้งานในลักษณะที่ต้องมีการรับแรงสูงมากนัก



รูปที่ 2.4 ลักษณะการใช้งานพอลิเมอร์ทางการแพทย์ฉีดขึ้นรูปรักษากระดูกพรุน

ที่มา ; Medicalexhibits (2007)

### 2.3.3 เซรามิกทางการแพทย์

เมื่อพูดถึงเซรามิก เรามักนึกถึงถ้วยชาม หรือเครื่องสุขภัณฑ์ต่างๆ ที่พบเห็นอยู่ในชีวิตประจำวัน แต่เซรามิกก็มีการนำมาใช้งานทางการแพทย์เพิ่มมากขึ้นเรื่อยๆ เพราะมีจุดเด่นคือ มีความแข็งแรงสูง ทนทานต่อการสึกหรอได้ดี และมีความเฉื่อยทางชีวภาพ ตัวอย่างของการใช้งานของเซรามิกในทางการแพทย์ ได้แก่ การใช้ประดิษฐ์ลูกปืนยนต์ตาเทียม ฝือก กระดูกเทียม หัวและเบ้ากระดูกของข้อสะโพกเทียม ครอบฟัน ฟันปลอม นอกจากสมบัติที่มีความเฉื่อยทางชีวภาพแล้วยังมี



เซรามิก อีกประเภทหนึ่งที่สามารถสร้างพันธะเคมีกับเนื้อเยื่อในร่างกายได้ ทำให้เกิดการยึดแน่นระหว่างวัสดุและเนื้อเยื่อได้ดี ซึ่งส่งผลให้การรักษา โดยใช้เซรามิกประเภทนี้ เป็นไปอย่างรวดเร็วกว่าเซรามิก ที่มีสมบัติความเฉื่อยเพียงอย่างเดียวเซรามิกประเภทนี้ได้แก่ ไฮดรอกซีอะพาไทต์ และไบโอกลาสส์



รูปที่ 2.5 ลักษณะการใช้งานเซรามิกทางการแพทย์ฉีดขึ้นรูปซ่อมแซมกระดูก  
ที่มา ; Pelican Opnadmin (2014)

## 2.4 เซรามิกในทางการแพทย์

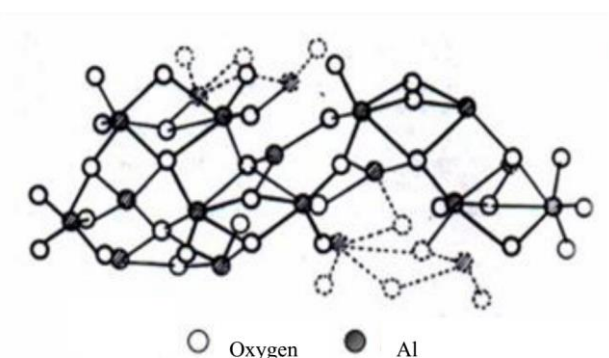
วัสดุเซรามิกที่เป็นที่นิยมนามาประยุกต์ใช้ทางการแพทย์ เช่น วัสดุคาร์บอนได้ออกไซด์ถูกนำมาใช้ เป็นลึ้นหัวใจเทียมสายนำที่สอดผ่านผิวหนังเข้าไปในร่างกาย (Percutaneous lead) และในทางทันตกรรม (Dentistry) วัสดุคาร์บอนนี้ถึงแม้ว่าจะมีสีดำแต่ก็มีข้อดีหลายอย่างที่ถูกเลือกนำมาใช้ก็คือ ทำได้ง่ายและสามารถเข้ากับเนื้อเยื่อในร่างกายได้เป็นอย่างดี นอกจากนี้ยังได้ มีการนำเอาอะลูมินา (Alumina) มาใช้ งานเกี่ยวกับกระดูกและข้อต่อเทียมเพราะเป็นวัสดุที่ทนต่อแรงกดได้มากและมีความแข็งแรงอย่างยิ่งยวดในเรื่องของกระดูกและข้อต่อเทียมนี้ได้มีการพัฒนานาเอาซิลิกอนไนไตรด์ (Silicon nitride) มาใช้แทนอะลูมินาเพราะมีความแข็งแรงที่สูงกว่าเปราะน้อยกว่าและง่ายต่อการขึ้นรูปในแบบต่างๆ นอกจากนี้ยังมี ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (hydroxyapatite) ที่มีรูพรุนก็ได้ถูกนำมาใช้ เป็นวัสดุที่ฝังเข้าไปในร่างกายในกรณีที่กระดูกหักและสำหรับกระดูกใหม่ที่สร้างสอดแทรกมาตามรูพรุนของวัสดุนี้เป็นการยึดที่มั่นคงแต่เมื่อนำมาใช้งานจริงก็พบว่าวัสดุเซรามิกอาจจะเปราะและความแข็งแรงลดลงได้ เมื่อถูกแช่ในน้ำเกลือหรือถูกฝังไว้ในเนื้อเยื่ออ่อนตัวอย่างการนำเซรามิกมาประยุกต์ใช้ในทางการแพทย์

### 2.4.1 อะลูมินา

อะลูมินา (Alumina) มีชื่อทางเคมีคือ อลูมินัมออกไซด์ (Aluminum oxide) มีสูตรทางเคมี คือ  $Al_2O_3$  จัดเป็นออกไซด์ที่มนุษย์ใช้ประโยชน์มาตั้งแต่ดึกดำบรรพ์จนกระทั่งถึงปัจจุบันและยังคงถูกพัฒนานำมาใช้งานมากขึ้นในอนาคตอะลูมินาบริสุทธิ์ที่มีความถ่วงจำเพาะ 3.69 จุดหลอมเหลว  $2030^{\circ}C$  ความแข็ง (Mohs scale) เท่ากับ 9 อะลูมินาในธรรมชาติจัดเป็นแร่ธาตุที่พบในรูปของ Corundum ( $Al_2O_3$ ), Diaspore ( $Al_2O_3 \cdot H_2O$ ), Gibbsite ( $Al_2O_3 \cdot 3H_2O$ ) และ Bauxite ( $Al_2O_3 \cdot 2H_2O$ ) โดยแร่ Corundum ที่พบจะเป็นรัตนชาติ เช่น ทับทิม (Ruby), ไพลิน (Sapphire), บุษราคัม (Yellow sapphire) เป็นรูปแบบของ Corundum ที่มีมลทิน ในขณะที่ Corundum ที่ไม่มีมลทินจะไม่มีสี อะลูมินาบริสุทธิ์ และ ไฮเดรตอะลูมินา สามารถสกัดได้จากแร่บอกไซต์ และดินลูกรังโดยวิธีของเบเยอร์ (Bayer Process) คือนำแร่มาบดแล้วหลอมด้วยโซดาไฟ (Caustic soda) จากนั้นแยกตะกอนที่ได้ออกมาแล้วเผา

อะลูมินาจะพบในรูปอัลฟา ( $\alpha$ ) แกมมา ( $\gamma$ ) และเบต้า ( $\beta$ ) โดยส่วนใหญ่จะอยู่ในรูปของอัลฟาอะลูมินาและแกมมาอะลูมินาในอุณหภูมิที่ไม่เกิน 500 องศาเซลเซียส อะลูมินาจะอยู่ในรูปแกมมาหากนำไปเผาให้อุณหภูมิสูงถึง 1150-1200 องศาเซลเซียส จะเปลี่ยนอยู่ในรูปของอัลฟาแต่เบต้าอะลูมินาจะอยู่ในรูปของสารประกอบไฮเดรตคือ Sodium aluminate ( $Na_2O \cdot 11Al_2O_3$ ) (สุจินต์ พรภาพันธุ์, 2545)

ซึ่งอะลูมินาที่มีความเสถียรมากที่สุดอยู่ในรูปอัลฟาอะลูมินา ( $\alpha-Al_2O_3$ ) ซึ่งมีโครงสร้างเป็นเฮกซาโกนอล (Hexagonal) โดยมีออกซิเจนเรียงตัวกันแบบเฮกซาโกนอล และมีอะลูมิเนียมที่มีขนาดเล็กกว่าแทรกอยู่ในช่องออกตะฮีดรอล 2 ใน 3 ส่วนของช่องทั้งหมดดังแสดงในรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 โครงสร้างของอะลูมินา  
ที่มา ; W.E. Worrall (1986)

เนื่องจากสมบัติของอะลูมินาที่มีค่าความแข็งสูงมีความหนาแน่นสูงมีความต้านทานต่อการขีดสีและสึกกร่อนสูงทนต่อสารเคมีเป็นฉนวนไฟฟ้าที่อุณหภูมิสูงได้ดี และมีความทนไฟสูงจึงสามารถนำมาใช้ในอุตสาหกรรมได้หลายประเภท เช่น อุตสาหกรรมเครื่องขัดถู (Abrasive) อุตสาหกรรมวัสดุทนไฟ อุตสาหกรรมเซรามิก และอื่นๆ ซึ่งแนวโน้มในการนำอะลูมินาไปใช้งานก็ได้มีการพัฒนาเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ โดยเฉพาะอุตสาหกรรมเซรามิกสมัยใหม่สามารถนำอะลูมินาที่ได้จากการสังเคราะห์มาผลิตเป็นผลิตภัณฑ์ได้หลายประเภทเช่นอุปกรณ์ประกอบชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์ ชิ้นส่วนรถยนต์ อุปกรณ์กึ่งตัวนำไฟฟ้า อุปกรณ์ฉนวนไฟฟ้า เครื่องมือตัดแต่งอุปกรณ์ทางการแพทย์ อวัยวะเทียม เครื่องมือวิทยาศาสตร์ เป็นต้น โดยอะลูมินาที่นำมาใช้ในส่วนนี้จะมีชนิดทั้งที่เป็นผงเป็นผลึกเดี่ยวๆ เป็นฟิล์มบางๆ เป็นเส้นใยและที่เป็นรูพรุนทั้งนี้อะลูมินาที่จะนำมาใช้นั้นต้องมีความบริสุทธิ์สูงและมี ความละเอียดมากเพราะสมบัติทางฟิสิกส์และเชิงกลของอะลูมินาสามารถเพิ่มขึ้นได้โดยการกำจัดมลทินต่างๆ ออกไป เช่น ซิลิกาที่ปนเปื้อนจะมีผลต่อการเผาขึ้น (Sintering) และ แคลเซียมที่ปนเปื้อนก็มีผลทำให้สมบัติเชิงกลของอะลูมินาลดลง

#### 2.4.2 สารประกอบแคลเซียมฟอสเฟต

ไตรแคลเซียมฟอสเฟต (Tri-calcium phosphate: TCP) ไตรแคลเซียมฟอสเฟตมีสูตรทางเคมี คือ  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  นำหนักโมเลกุลประมาณ 310.18 กรัมต่อโมล จุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิประมาณ 1,670 องศาเซลเซียส และมีอัตราส่วนเชิงโมลระหว่าง Ca/P ประมาณ 1.50 เขากันได้ดีกับร่างกายของมนุษย์โครงสร้างที่มีรูพรุนจะเอื้อต่อการเจริญของเซลล์กระดูก จึงถูกแทนที่ด้วยเนื้อเยื่อใหม่และมีการปรับปรุงใหม่ในเวลาต่อมา อัตราการเจริญเติบโตของกระดูกอัตราการเจริญเติบโตของกระดูกเขาไปในรูพรุนจะแปรตามตำแหน่งที่ใส่เข้าไปในร่างกายเนื่องจากกระดูกในแต่ละบริเวณมีเซลล์กระดูกบรรพบุรุษในปริมาณที่แตกต่างกัน

ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (Hydroxyapatite: HA) มีสูตรทางเคมีเป็น  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  มีโครงสร้างลักษณะทางเคมีที่มีลักษณะคล้ายกับโครงสร้างทางเคมีของกระดูกของสัตว์มีกระดูกสันหลังทั่วไปและเป็นวัสดุที่มีสมบัติความเข้ากันได้ทางชีวภาพ (Biocompatibility) ไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่สังเคราะห์ขึ้นมา ค่อนข้างจำกัด ในเรื่องของการนำมาใช้เฉพาะเป็นวัสดุแบบไม่รองรับน้ำหนัก (Non-load-bearing implant) เพราะว่าไฮดรอกซีอะพาไทต์มีสมบัติเชิงกลที่ไม่ดีกล่าวคือ มีความแข็งแรง (Strength) และความต้านทานต่อการแตก (Fracture toughness) ต่ำเมื่อเทียบกับกระดูกจริงของมนุษย์

### 2.4.3 เซอร์โคเนีย

เซอร์โคเนียที่เกิดตามธรรมชาติโดยทั่วไปจะพบอยู่ในรูปของแร่แบดเดอไรต์ (Baddeleyite) หรือเซอร์คอน ( $ZrSiO_4$ ) ซึ่งการที่จะได้เซอร์โคเนียที่บริสุทธิ์นั้นจะต้องทำการแยกสิ่งเจือปนที่ไม่ต้องการออก โดยผ่านกรรมวิธีการผลิตที่ซับซ้อนและทันสมัยเซอร์โคเนียบริสุทธิ์ที่ได้จะอยู่ในโครงสร้างผลึก แบบโมโนคลินิค (Monoclinic) ที่อุณหภูมิห้องและจะเกิดการเปลี่ยนวัฏภาคเป็นเตตระโกนอล (Tetragonal Phase) และลูกบาศก์ (Cubic Phase) เมื่อมีการเปลี่ยนอุณหภูมิ ซึ่งผลของการเปลี่ยนโครงสร้างนี้จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงปริมาตรสูงถึง 3% - 5% ซึ่งผลของการเปลี่ยนแปลงดังกล่าวทำให้เราไม่สามารถใช้ประโยชน์จากเซอร์โคเนียบริสุทธิ์ได้ (R. Stevens, 1986)

### 2.4.4 ซิลิคอนไนไตรด์

ซิลิคอนไนไตรด์ (Silicon nitride) นำมาใช้ในงาน Turbine blade ที่มีอุณหภูมิสูง และถูกพิจารณานำมาใช้เป็นกระดูกและข้อเทียมเทียมเพราะมีความแข็งแรงกว่าเปราะน้อยกว่าและขึ้นรูปได้ง่ายกว่าอะลูมินา

### 2.4.5 ซีโรเซียม

ซีโรเซียม (Cerosium, Ceramic-epoxy composite) ทำเป็นวัสดุที่มีรูพรุนเพื่อแก้ปัญหาที่เนื้อเยื่อจะไม่ยึดเกี่ยวกับวัสดุที่ฝังโดยการทดลองในหนูและกระต่ายมาตั้งแต่ปี ค.ศ. 1963 แล้วโดยฝังไว้ใต้ผิวหนังในกล้ามเนื้อละลายและข้อเข่านานมากกว่า 20 เดือน ไม่พบปฏิกิริยาตอบสนองของเนื้อเยื่อชนิดที่ว่า การอักเสบเฉพาะที่หรือมีแนวโน้มว่าจะเป็นก้อนตมแต่เนื้อเยื่อสามารถสอดแทรกเข้าไปยังรูพรุนได้ ต่อมา Harold Voris ได้รายงานการใช้ซ่อมกระดูกกะโหลกศีรษะในคนปรากฏว่าได้ผลดียึดติดได้ดีไม่มีปฏิกิริยากับเนื้อเยื่อโดยรอบ

### 2.4.6 ไพโรไลติกคาร์บอน

ไพโรไลติกคาร์บอน (Pyrolytic carbon) ใช้ทำลิ้นหัวใจเทียมที่มีข้อดีไม่ต้องใช้สารกันเลือดแข็งตัว (Anticoagulant) เคลือบอีกจากการทดสอบมีอายุการใช้งานมากกว่า 100 ปี

## 2.4.7 แบเรียมไททาเนต

แบเรียมไททาเนต (Barium titanate,  $\text{BaTiO}_3$ ) และควอตซ์ (Quartz,  $\text{SiO}_2$ ) มีคุณสมบัติเป็นเพียโซอิเล็กทริกกำลังได้รับการศึกษาเพื่อพิจารณาใช้ อย่างกว้างขวาง เนื่องจากมีคุณสมบัติคล้ายคลึงกับเนื้อเยื่อธรรมชาติ

## 2.5 ซีเมนต์เชื่อมกระดูก

ซีเมนต์กระดูก (Bone cement) เป็นวัสดุที่ใช้เติมเต็มโพรงกระดูกและช่วยยึดข้อเทียมให้อยู่ในโพรงกระดูกได้ตรงตามตำแหน่งที่ต้องการและไม่มีการเคลื่อนไหว การยึดติดระหว่างซีเมนต์กับกระดูกหรือซีเมนต์กับข้อเทียมเป็นการยึดติดแบบทางกลซึ่งเกิดจากการไหลตัวของซีเมนต์กระดูกเข้าไปยังรูพรุนต่างๆ ของกระดูกและโลหะที่เป็นข้อเทียม ซีเมนต์กระดูกจะไม่ได้ทำหน้าที่เป็นกาวโดยตรง ซีเมนต์กระดูกจะมีบทบาทที่สำคัญในการรองรับและเป็นตัวกลางส่งผ่านแรงหรือความเค้นที่ข้อเทียมได้รับไปยังบริเวณกระดูกโดยรอบเพื่อช่วยทำให้ข้อเทียมอยู่ในที่ที่ถูกต้องได้ในระยะยาว โดยเฉพาะอย่างยิ่งในบริเวณที่ต้องการความแข็งแรง

ในการใช้งานซีเมนต์กระดูกจะต้องมีการผสมองค์ประกอบสองส่วนเข้าด้วยกัน คือส่วนที่เป็นของแข็งที่เป็นผง ตัวเริ่มปฏิกิริยา สารที่บดสีเอ็กซ์ และส่วนที่เป็นของเหลว สารช่วยเร่งปฏิกิริยา สารยับยั้งปฏิกิริยา เมื่อนำทั้งสองส่วนมาผสมและกวนเข้าด้วยกันกลายเป็นวัสดุหนืดสามารถฉีดรูปร่างต่างๆ ได้

การฉีดซีเมนต์เสริมกระดูก เป็นการรักษากระดูกรูปแบบใหม่ ที่ไม่ต้องผ่าตัด โดยใช้วิธีฉีดวัสดุที่มีสมบัติคล้ายหรือใกล้เคียงกับกระดูกตามธรรมชาติเข้าไปยังบริเวณที่มีปัญหาเพื่อทดแทนกระดูกส่วนที่ได้รับความเสียหาย โดยวัสดุที่ฉีดสามารถสลายตัวจนเกิดรูพรุน ทำให้เกิดการเจริญของกระดูกตามธรรมชาติได้ การใช้วิธีนี้ช่วยให้ไม่ต้องผ่าตัด ช่วยลดความเจ็บปวดหลังการผ่าตัด และทำให้เกิดกระดูกใหม่ได้เร็วกว่าการเสริมด้วยโลหะตามกระดูกแบบเดิม สำหรับผู้ป่วยที่มีปัญหาปวดหลังจากกระดูกสันหลังหักยุบ การฉีดซีเมนต์เสริมกระดูกจะช่วยยึดและเสริมกระดูกให้แข็งแรง ลดความเจ็บปวดที่เกิดจากกระดูกสันหลังยุบตัว และป้องกันไม่ให้เกิดกระดูกสันหลังยุบตัวมากขึ้น

ซีเมนต์เสริมกระดูกที่ใช้ในการรักษาแบบฉีดนั้นมีราคาสูงและต้องนำเข้าจากต่างประเทศ ส่วนใหญ่เป็นวัสดุประเภทโพลีเมทิลเมทาไครเลต ซึ่งมีข้อเสียคือ การเกิดความร้อนในขณะที่เซตตัว ซึ่งอาจส่งผลให้เซลล์ตายและเกิดช่องว่างระหว่างวัสดุฝังในและกระดูกของผู้ป่วย นอกจากนี้ซีเมนต์ชนิดนี้ยังไม่สามารถสลายตัวให้เกิดโครงสร้างยึดเกาะของเซลล์ (Scaffold) ได้ อีกทั้งในการสลายตัวของซีเมนต์

จะทำให้ความแข็งแรงของซีเมนต์ลดลง ส่งผลให้ภายหลังการผ่าตัดวัสดุซีเมนต์เกิดการยึดเกาะไม่ดี มีการหลวม และใช้เวลาในการยึดเกาะนาน

ซีเมนต์เสริมกระดูก ที่ถูกพัฒนาขึ้นใหม่มีความแตกต่างจากผลิตภัณฑ์เดิม โดยเป็นวัสดุที่เมื่อเซตตัวแล้วมีองค์ประกอบทางเคมีคล้ายกับกระดูกของมนุษย์ (Calcium phosphate) และยังสามารถสลายตัวได้ในร่างกาย ช่วยส่งเสริมการเกาะของเซลล์กระดูก โดยการสลายตัวที่เกิดขึ้นจะเป็นไปอย่างช้าๆ และให้รูพรุนที่เป็นโครงสร้าง (Scaffold) ให้เซลล์กระดูก เลือดและของเหลวในร่างกายเข้าไปภายใน ช่วยให้เนื้อเยื่อกระดูกใหม่เจริญเติบโตได้ดี มีความปลอดภัยต่อเซลล์สิ่งมีชีวิต นอกจากนี้ ยังประกอบด้วยส่วนเสริมแรงจากเส้นใยพอลิเมอร์ธรรมชาติที่สามารถย่อยสลายได้ (Biodegradation) เพื่อให้เกิดความแข็งแรงเพียงพอในระหว่างที่เนื้อซีเมนต์บางส่วนสลายตัวไป

## 2.6 ไฮดรอกซีอะพาไทต์

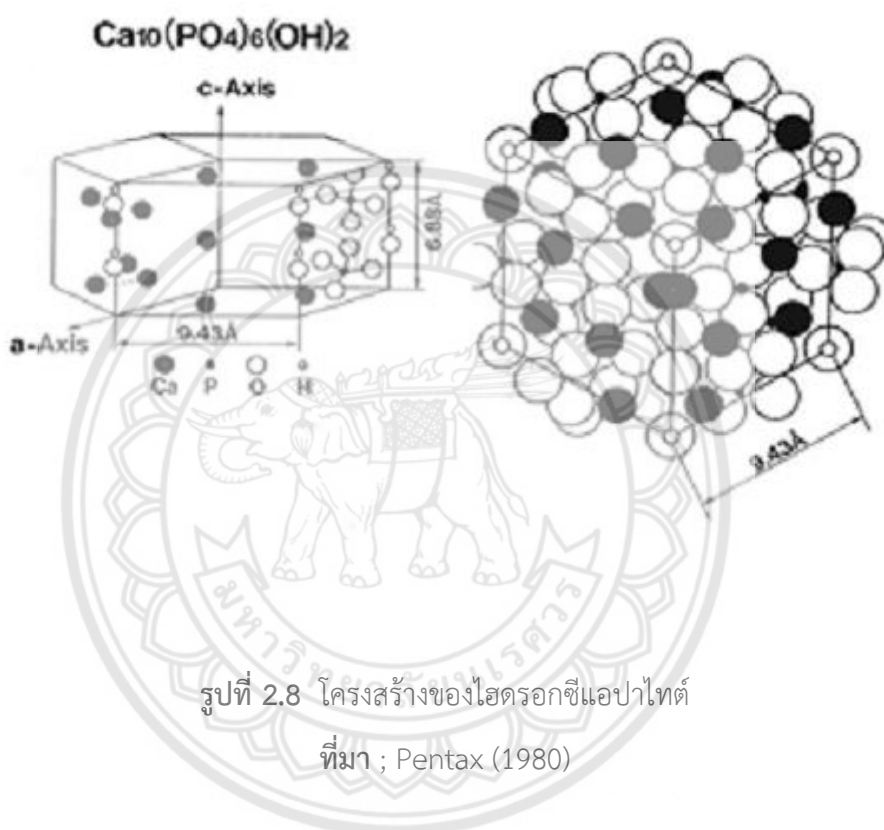


รูปที่ 2.7 โครงสร้างโมเลกุลของไฮดรอกซีอะพาไทต์

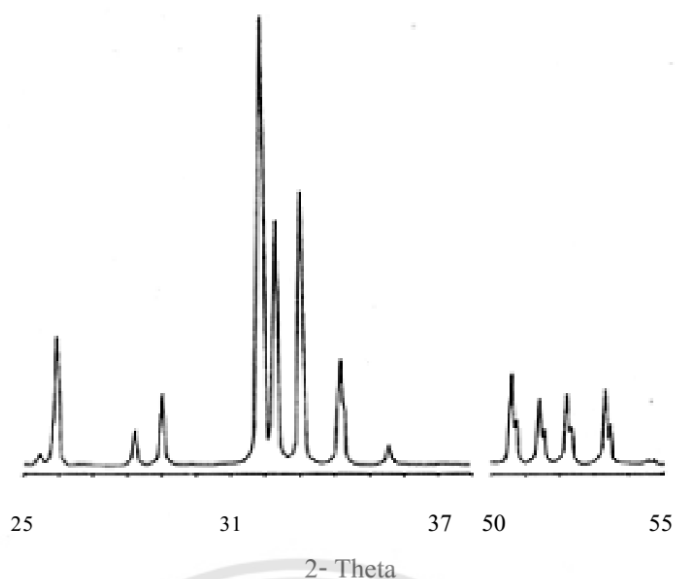
ที่มา ; Sangi (1980)

ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (Hydroxyapatite, HA) มีสูตรทางเคมี คือ  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  จัดเป็นวัสดุที่มีโครงสร้างลักษณะทางเคมีที่มีลักษณะคล้ายกับ โครงสร้างทางเคมีของกระดูกของสัตว์มีกระดูกสันหลังทั่วไปและเป็นวัสดุที่มีสมบัติความเข้ากันได้ทางชีวภาพ (Biocompatibility) อย่างดีเยี่ยมกับเนื้อเยื่อแข็งของมนุษย์ (Human hard tissue) วัสดุนี้นี้จึงถูกนำมาศึกษาเพื่อที่จะถูกนำมาใช้ประโยชน์เป็น

วัสดุแทนที่กระดูก (Bone replacement material) อย่างไรก็ตามการใช้วัสดุ ไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่สังเคราะห์ขึ้นมา ค่อนข้างจำกัด ในเรื่องของการนำมาใช้เฉพาะเป็นวัสดุแบบไม่รองรับน้ำหนัก (Non-load-bearing implant) เท่านั้น ทั้งนี้ เพราะว่าไฮดรอกซีอะพาไทต์มีสมบัติเชิงกลที่ไม่ดี กล่าวคือ มีความแข็งแรง (Strength) และ ความต้านทานต่อการแตกหัก (Fracture toughness) ต่ำเมื่อเทียบกับกระดูกของมนุษย์ โครงสร้างไฮดรอกซีอะพาไทต์ จะมีโครงสร้าง ดังรูป 2.7



องค์ประกอบของไฮดรอกซีอะพาไทต์ ไฮดรอกซีอะพาไทต์บริสุทธิ์มีองค์ประกอบทางทฤษฎีคือ มีแคลเซียม (Ca) อยู่ ร้อยละ 39.68 โดยน้ำหนัก และ ฟอสฟอรัส (P) ร้อยละ 18.45 โดยน้ำหนักและมีอัตราส่วนระหว่างแคลเซียมต่อฟอสฟอรัส Ca/P คือ 1.67 โดยโมลถ้าอัตราส่วนโดยโมล มี 1.67 หมายความว่า มีแคลเซียม 4 อะตอมต่อฟอสฟอรัส 3 อะตอม มีสูตรเคมีคือ  $\text{Ca}_4(\text{PO}_4)_3\text{OH}$  หรือ  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  ถ้าอัตราส่วนระหว่าง Ca/P ของวัสดุไฮดรอกซีอะพาไทต์จะอยู่ในช่วง 1.57-1.70 (Fischer-Brandeis et al.,1987)



รูปที่ 2.9 XRD แพทเทิร์นของผงไฮดรอกซีอะพาไทต์เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนที่มีอัตราส่วนโดยโมลระหว่าง Ca/P เท่ากับ 1.67 ที่มา ; Hench and Wilson (1993)

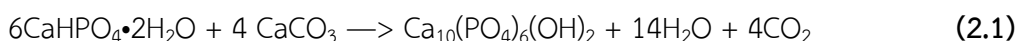
## 2.7 กระบวนการเตรียมผงไฮดรอกซีอะพาไทต์

การเตรียมวัสดุไฮดรอกซีอะพาไทต์มีอยู่หลายวิธีซึ่งแต่ละวิธีมีขั้นตอนการเตรียมและข้อดีข้อเสียแตกต่างกันไปวิธีหลักๆ ที่ใช้กันอยู่ในปัจจุบันมีอยู่ 4 วิธี ได้แก่ กระบวนการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction), กระบวนการการตกตะกอน (Precipitation), กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) และกระบวนการโซลเจล (Sol-gel) โดยแต่ละวิธีมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

### 2.7.1 กระบวนการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง

กระบวนการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction) เป็นวิธีการที่อาศัยการเกิดปฏิกิริยาเคมีระหว่างสารตั้งต้นที่สถานะเป็นของแข็งผสมกันอยู่ซึ่งเป็นวิธีการที่นิยมใช้ในการเตรียมผงพวกรวมประกอบออกไซด์เชิงซ้อน โดยใช้สารพวกคาร์บอเนตไนเตรตซัลไฟต์แอซิเตท และออกซาลेट เป็น สารตั้งต้น ตัวอย่างเช่น การสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ : HA) จากการทำปฏิกิริยาระหว่าง แคลเซียมฟอสเฟตไดไฮเดรต ( $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) กับ แคลเซียมคาร์บอเนต ( $\text{CaCO}_3$ ) ดังสมการที่ 2.1 (Yang et al., 1998)





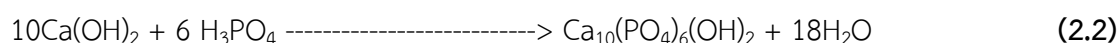
โดยที่การทำปฏิกิริยาของแคลเซียมฟอสเฟตไดไฮเดรตกับแคลเซียมคาร์บอเนตสามารถเตรียมได้โดยการบดย่อยด้วยลูกบดแบบบดเปียก (Wet ball milling) หลังจากนั้น ทำให้สารละลายแห้งจนกลายเป็นของแข็งที่มีส่วนผสมของบรูไซต์และแคลเซียมคาร์บอเนต จากนั้น ให้ความร้อนเพื่อให้เกิดการสลายตัวหรือเกิดปฏิกิริยากันระหว่างสารตั้งต้นต่างชนิดกันแล้วเกิดเป็นชนิดใหม่ขึ้นมา กระบวนการดังกล่าวเรียกว่ากระบวนการแคลไซน์ (Calcination)

การเตรียมวัสดุผงจากปฏิกิริยาสถานะของแข็งมีค่าใช้จ่ายค่อนข้างน้อย แต่วัสดุผงที่เตรียมได้มักจะมีปัญหาเรื่องการเกาะกลุ่มกันเป็นก้อน (Agglomeration) ทำให้ต้องมีการบดย่อยลดขนาด อยู่เสมอ เนื่องจากการบดย่อยต้องมีการใช้ลูกบด (Media ball) จึงมีโอกาสทำให้วัสดุผงที่เตรียมได้มีสารแปลกปลอม (Contamination) ปะปนมาด้วย และเมื่อนำไปใช้อาจจะทำให้เกิดเฟสที่ไม่ต้องการเกิดขึ้นในผลิตภัณฑ์ได้

### 2.7.2 กระบวนการตกตะกอน

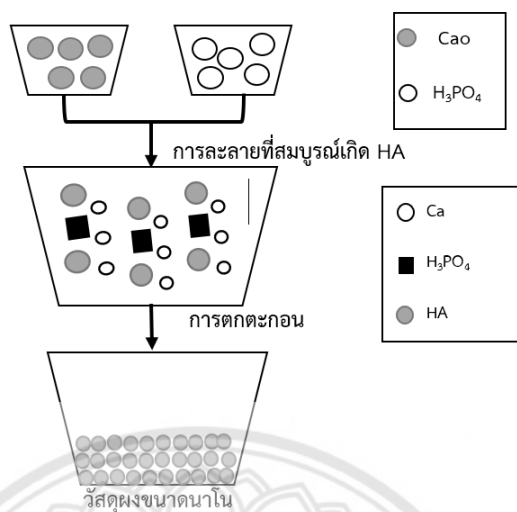
กระบวนการตกตะกอน (Precipitation) เป็นเทคนิคเชิงเคมีประเภทปริมาณวิเคราะห์ (Quantitative analysis) แบบเปียก ประเภทหนึ่งที่มีมานาน

โดยในการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์จะมีขั้นตอนดังนี้ นำแคลเซียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) และไฮโดรเจนฟอสเฟต ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) ไปเผาที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ให้แคลเซียมออกไซด์ตกผลึกเป็นแคลเซียมออกไซด์ ( $\text{CaO}$ ) หลังจากนั้นนำไปละลายในน้ำด้วยอัตราส่วน 5.6 g  $\text{CaO}$  ต่อ น้ำ 100 มิลลิตร ทำการกรองและนำมาผสมกับ ไฮโดรเจนฟอสเฟตที่ผสมน้ำด้วยอัตราส่วน 0.06 โมล  $\text{H}_3\text{PO}_4$  ต่อ น้ำ 100 มิลลิตร บดย่อยที่ไว้ 1 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส หรือที่อุณหภูมิห้องโดยควบคุมค่า pH ค่าเท่ากับ 11 โดยใช้สารละลายแอมโมเนียมจนได้สมการที่ 2.2

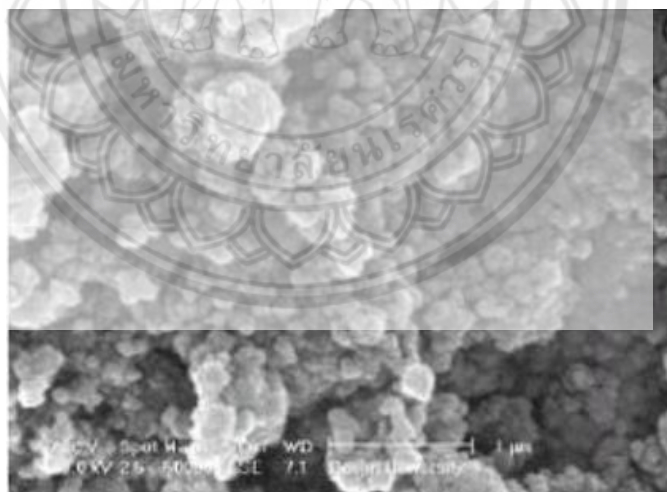


แล้วทำการปล่อยให้ทิ้งไว้เพื่อทำให้เกิดการตกตะกอนโดยปกติแล้วจะตกตะกอนใน 24 ชั่วโมงหลังจากที่เกิดการตกตะกอนสมบูรณ์แล้ว นำไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เพื่อกำจัดตัว

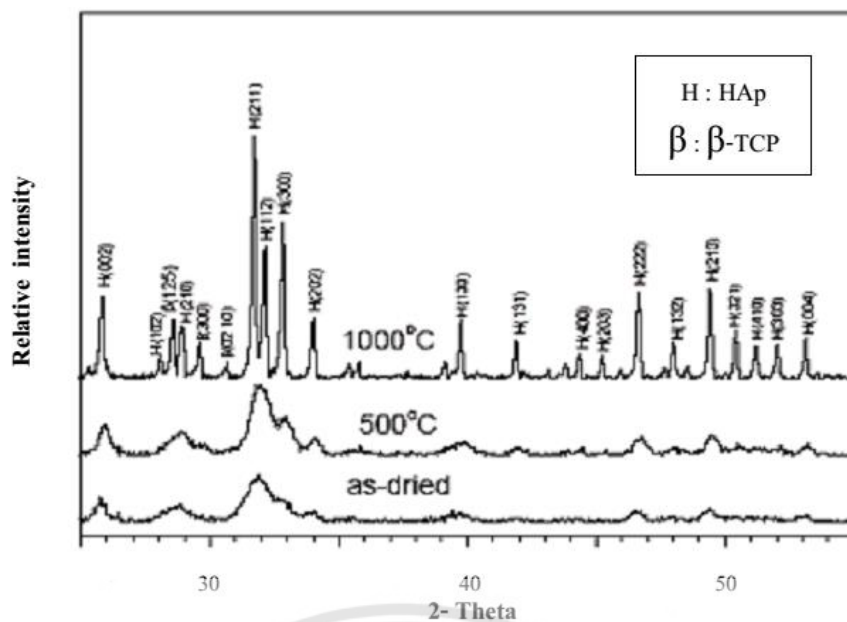
ทำละลายออกไป แล้วนำไปบดเพื่อให้ผงมีอนุภาคขนาดนาโนเมตร แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (Der Pharma Chemical, 2016)



รูปที่ 2.10 แผนภาพแสดงกลไกการเกิดวัสดุผงไฮดรอกซีอะพาไทต์  
ที่มา ; Sung et al. (2004)



รูปที่ 2.11 รูปไมโครกราฟของผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ทำให้แห้งที่ 100 °C/12h  
ที่มา ; Sung et al. (2004)



รูปที่ 2.12 XRD แพทเทิร์นของผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ แคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

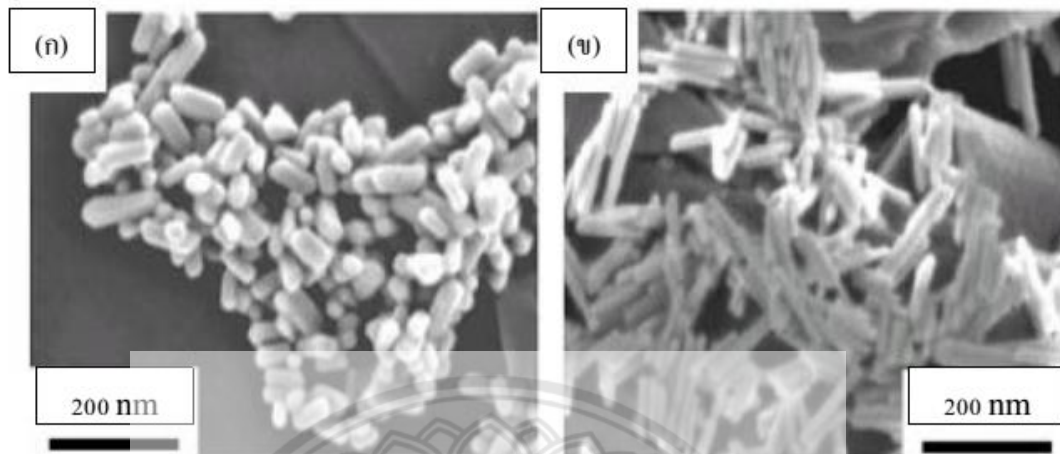
ที่มา ; Sung et al. (2004)

### 2.7.3 กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล

กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) เกี่ยวข้องกับการให้ความร้อนแก่ตัวทำปฏิกิริยาพวกเกลือของโลหะออกไซด์ ไฮดรอกไซด์ หรือพวกโลหะต่างๆ ที่อยู่ในรูปของสารละลายหรือสารแขวนลอย (ปกติจะใช้น้ำ) ด้วยอุณหภูมิและความดันสูงซึ่งการตกตะกอนภายใต้สภาวะดังกล่าวนี้จะทำให้เกิดผงที่ปราศจากน้ำ (Anhydrous powder) ที่มีลักษณะที่ค่อนข้างโดดเด่น นอกจากนี้ผงที่ได้ยังมีขนาดอนุภาคที่เล็กมากๆ (โดยทั่วไปจะมีขนาดประมาณ 10-12 นาโนเมตร) มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคน้อยส่วนใหญ่เป็นพวกผลึกเชิงเดี่ยวมีความบริสุทธิ์สูงและมีความเป็นเนื้อเดียวกันดีเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลนี้มีความแตกต่างจากเทคนิคการตกตะกอนที่ได้กล่าวมาก่อนแล้วตรงที่ต้องมีการใช้อุณหภูมิและความดันสูงในการเกิดปฏิกิริยาซึ่งอุณหภูมิที่ใช้งานก็มักจะ ใกล้กับบริเวณจุดเดือดกับอุณหภูมิวิกฤติของน้ำ (374 องศาเซลเซียส) และความดันที่ใส่จะอยู่ในช่วงประมาณ 20 เมกะปาสคาล จึงต้องทำการเตรียมในหม้อนึ่งอัดความดันไอ (Autoclave)

การสังเคราะห์วัสดุผงไฮดรอกซีอะพาไทต์โดยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล สารตั้งต้นอยู่ในรูปของ  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ,  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ , ร้อยละ 29  $\text{NH}_4\text{OH}$  และ ร้อยละ 9  $\text{HNO}_3$  ซึ่งเป็นวิธีการสังเคราะห์ที่ให้ทั้งปริมาณและคุณภาพของวัสดุผงไฮดรอกซีอะพาไทต์สูง และได้วัสดุที่มีโครงสร้าง

แบบเข็ม (Needle-structure) ที่มีความกว้างประมาณ 20-40 นาโนเมตร และยาวประมาณ 100 -160 นาโนเมตร



รูปที่ 2.13 ผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มัล  
ที่มา ; Riman et al. (2002)

#### 2.7.4 กระบวนการโซลเจล

กระบวนการโซลเจล (Sol-gel) เป็นกระบวนการเชิงเคมีประเภทหนึ่งที่มีความนิยมอย่างสูงเนื่องจากเป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพสูงในการผลิตชิ้นงานที่มีคุณภาพและนอกจากนี้ยังสามารถนำไปดัดแปลงประยุกต์ใช้งานในการผลิตวัสดุได้หลายโซลเจลเป็นเทอมที่มีลักษณะเฉพาะตัวและเกี่ยวข้องกับเทคนิคต่างๆ มากมายที่สามารถนำมาใช้เพื่อเตรียมสารที่มีความบริสุทธิ์สูง และมีความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุล ซึ่งการเตรียมผงด้วยเทคนิคโซลเจล จะต้องประกอบไปด้วยขั้นตอนหลักดังต่อไปนี้

2.7.4.1 เตรียมโซลจากการผสมสารตั้งต้นขนาดอนุภาคเล็กกว่า 0.1 ไมโครเมตร ชนิดต่างๆ ในปริมาณที่เหมาะสมในของเหลวแล้วทำให้อนุภาคเหล่านี้มีการกระจายตัวไปทั่วของเหลวอย่างเสถียร(มีสภาพเป็นคอลลอยด์แบบเสถียร)

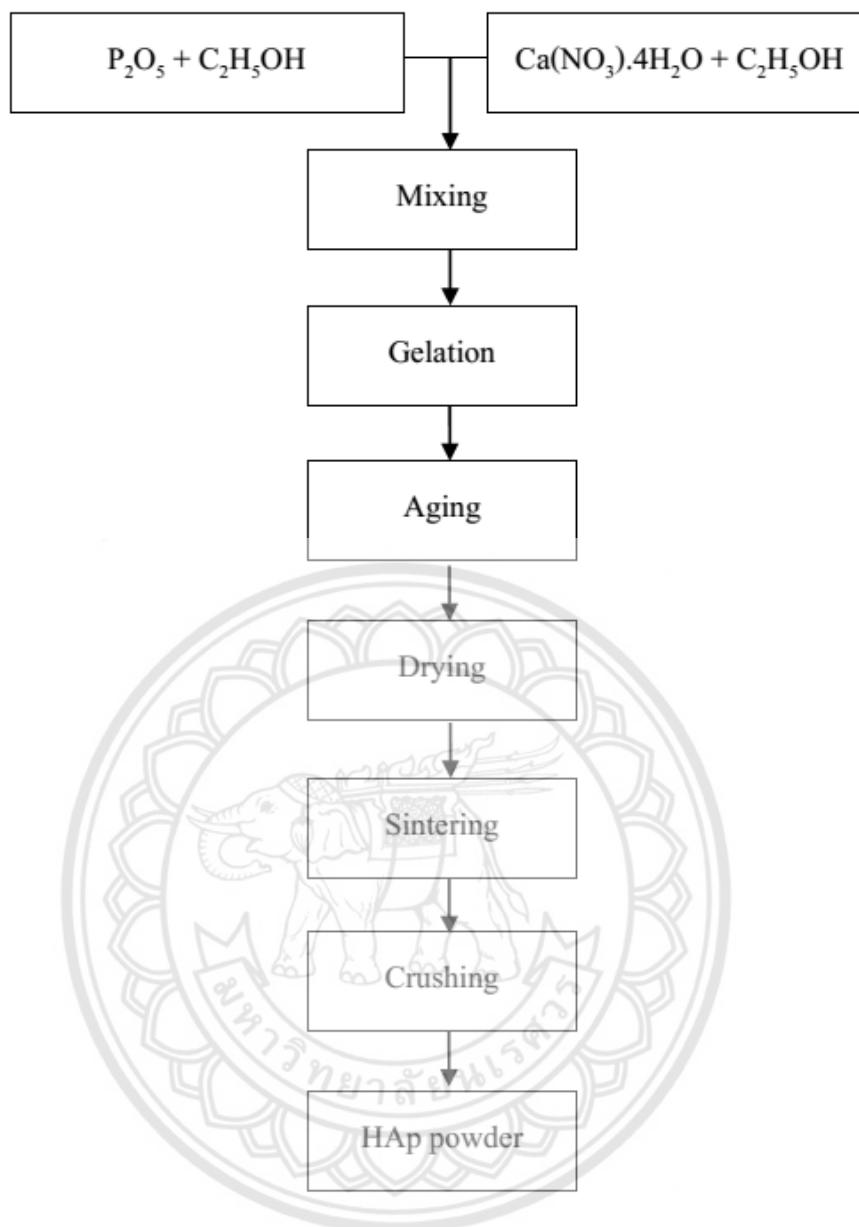
2.7.4.2 ทำการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นด้วยการระเหยของเหลวบางส่วนออกไปหรือปล่อยให้แห้งเป็นเวลานานหรือมีการเติมสารนำไฟฟ้า (Electrolyte) ที่เหมาะสมลงไปเพื่อเหนี่ยวนำให้เกิดการสร้าง พันธะที่เชื่อมต่อกันเป็นโครงข่ายต่อเนื่องในสามมิติคล้ายคลึงกับกระบวนการเกิดพอลิเมอร์ (Polymerization) จะเป็นกลไกที่คอยควบคุมการยึดเกาะกันของ

องค์ประกอบทางเคมี และ ช่วยป้องกันไม่ให้เกิดการแยกออกไปกองอยู่อีกด้านใดด้านหนึ่งมากเกินไปอีกด้วย ในการเกิดเจล (Gelation) จะอาศัยกลไกการสลายตัวด้วยน้ำ (Hydrolysis) และกลไกการควบแน่น (Condensation) เป็นสำคัญ

2.7.4.3 ทำการระเหยของเหลวที่อยู่ในเจลออกไป (Dehydration) ความแข็งแรงของตัวเจลจะช่วยป้องกันไม่ให้อะตอมย้ายตำแหน่ง หรือหลุดแยกไปจากกันในระหว่างที่มีการทำให้เจลแห้งจึงช่วยให้สามารถรักษาความสม่ำเสมอและเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุลให้คงอยู่ได้ นอกจากนี้การกำจัดของเหลวออกไปจากตัวเจลภายใต้สภาวะยิ่งยวด (Supercritical state) หรือภาวะวิกฤติมิติเกิน (Hypercritical state) นั้นแทบจะทำให้ไม่มีการหดตัวเกิดขึ้นเลยเจลที่แห้งแล้วจึงไม่มีการแน่นตัวเกิดขึ้น ทำให้มีความเปราะจึงสามารถบดย่อยเจลที่แห้งแล้วให้กลายเป็นผงละเอียดได้ง่าย

2.7.4.4 ทำการแคลไซน์เจลที่ปราศจากน้ำให้เปลี่ยนไปเป็นสารประกอบตามต้องการต่อไปนี้

ผงที่เตรียมได้โดยวิธีโซลเจลจะมีขนาดอนุภาคเล็กละเอียดมากอยู่ในช่วงประมาณ 20 ถึง 50 nm และมีพื้นที่ผิวมากการเผาผืนี้ทำให้เกิดการเกาะตัว จึงสามารถทำได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่ากระบวนการสังเคราะห์วัสดุผง ไฮดรอกซีแอปาทิตด้วยวิธีโซลเจล สามารถสังเคราะห์ได้ ดังภาพที่ 2.12 สารตั้งต้นที่ใช้อยู่ในรูปของ  $P_2O_5$ ,  $C_2H_5OH$ ,  $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$  (Wang et al., 2005) โดยอาศัยการเกิดปฏิกิริยาเคมีแบบเปียก (Wet chemical reactions) โดยเริ่มต้นละลาย  $P_2O_5$  ในเอทานอลให้ได้สารละลาย 0.5 โมลต่อลิตร และละลาย  $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$  ในเอทานอลให้ได้สารละลาย 1.67 โมลต่อลิตร สารละลายทั้งสองจะถูกผสมกันด้วยอัตราส่วนโดยโมลระหว่าง Ca/P ของสารละลายเริ่มต้นคือ 1.67 ใช้อุณหภูมิในการอบให้แห้งที่ 80 องศาเซลเซียสต่อ 24 ชั่วโมง เจลแห้งจะถูกแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600, 700, 800 และ 900 องศาเซลเซียส

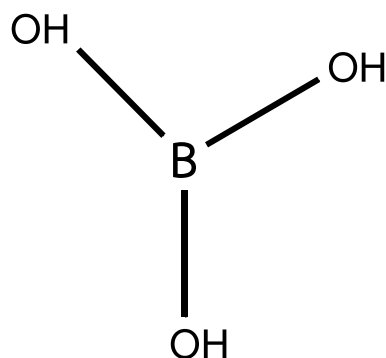


รูปที่ 2.14 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาइटด้วยวิธีโซลเจล

ที่มา ; Wang et al. (2005)

ซึ่งในงานวิจัยครั้งนี้เลือกใช้กระบวนการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาइटโดยกระบวนการตกตะกอน (Precipitation) ในการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาइट เนื่องจากกระบวนการเตรียมวัสดุผงที่ได้สารที่ต้องการมาโดยไม่ต้องผ่านกระบวนการอื่นให้ยุ่งยาก ทำให้ในการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาइटใช้เวลาสั้น

## 2.8 โบรอน (Boron ; B)



รูปที่ 2.15 โครงสร้างโมเลกุลของโบรอน

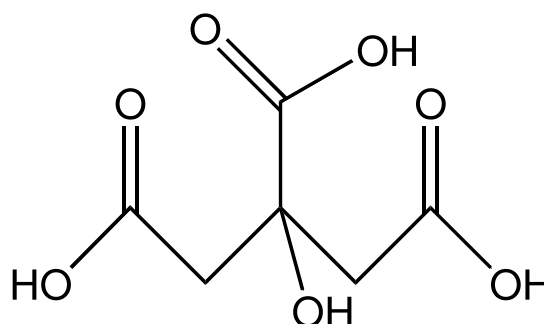
ที่มา ; A. Arslantas (2013)

โบรอน เป็นธาตุในตารางธาตุที่มีสัญลักษณ์ B และเลขอะตอม 5 เป็นธาตุที่มี วาเลนซ์ 3 และเป็นกึ่งโลหะ โบรอนปรากฏมากในแร่บอแรกซ์ โบรอนมี 2 อัญรูปโดยที่ อสังฐานโบรอน (Amorphous Boron) เป็นผงสีน้ำตาล และ แร่โลหะโบรอน (Metallic Boron) มีสีดำ รูปแบบที่เป็นโลหะมีความแข็งมาก (9.3 บนมาตราของมอร์ส) แต่นำไฟฟ้าไม่ดีที่อุณหภูมิห้อง โบรอนนำไฟฟ้าได้น้อยแต่เมื่อทำให้อุณหภูมิสูงขึ้นจะสามารถนำไฟฟ้าได้ดีขึ้น" ไม่ปรากฏแบบอิสระในธรรมชาติ เป็นสารประกอบออกไซด์และไฮไลต์ เป็นพันธะโควาเลนต์

ในปัจจุบันนักวิทยาศาสตร์และวงการแพทย์ มีการใช้แร่ธาตุโบรอนมากขึ้น เนื่องจากพบว่าโบรอนมีความเกี่ยวข้องกับความหนาแน่น ความแข็งแรง แข็งแกร่งและความยืดหยุ่นในมวลเนื้อกระดูกแล้ว โบรอนยังมีส่วนในการช่วยเพิ่มมวลกล้ามเนื้อ ซึ่งจะทำให้กล้ามเนื้อมีความแข็งแรงมากขึ้น ซึ่งก็เป็นที่ทราบกันดีว่ากล้ามเนื้อ และกระดูกทำงานประสานกัน หากกระดูกแข็งแรงแต่กล้ามเนื้อที่พุงกระดูกไว้มันแข็งแรง กระดูกก็ต้องรับแรงมากเกินไป ในทางตรงกันข้ามหากกล้ามเนื้อแข็งแรงก็จะช่วยพุงกระดูกได้ดี ทำให้กระดูก ไม่ต้องรับแรงมากและเสื่อมช้าลง

ซึ่งในงานวิจัยนี้จะใช้โบรอนเติมลงไปในการบวนการสังเคราะห์เพื่อให้ซีเมนต์เชื่อมกระดูกมีสมบัติ การดูดซึมแคลเซียม ช่วยกระตุ้นการผลิต คอร์ติโคสเตียรอยด์ (Corticosteroid) มีผลต้านกลไกการอักเสบของเนื้อเยื่อ ข้อ และกระดูก ซึ่งมีผลลดโอกาสเกิดหินปูนที่เกาะตามกระดูก (Osteophyte) ที่ได้มาจากอิทธิพลของโบรอน

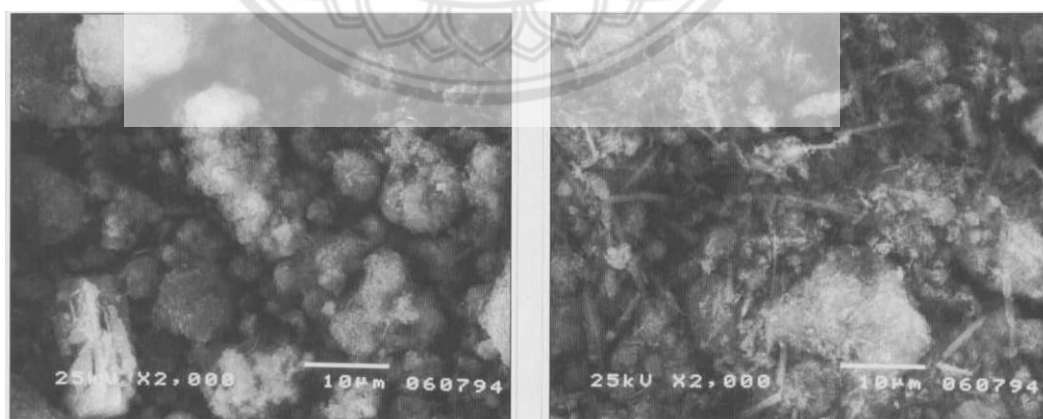
## 2.9 สารละลายกรดซิตริก (citric acid)



รูปที่ 2.16 โครงสร้างโมเลกุลของสารละลายกรดซิตริก

ที่มา ; A. Arslantas (2013)

สารละลายกรดซิตริก (Citric acid) เป็นกรดอินทรีย์ (Organic acid) เป็นกรดอ่อน (Weak acid) มีสูตรโมเลกุล  $C_6H_{10}O_8$  พบตามธรรมชาติในอาหารหลายชนิดได้แก่ พืชตระกูลส้ม (Citrus) เช่น ส้ม มะนาว และผลไม้หลายชนิด มะนาวมีสารละลายกรดซิตริกเป็นส่วนประกอบร้อยละ 7-9 สารละลายกรดซิตริกเคยผลิตจากน้ำมะนาว ปัจจุบันสารละลายกรดซิตริกส่วนใหญ่ผลิตจากเชื้อรา *Aspergillus niger* โดยวัตถุดิบที่ใช้ในการหมัก คือกากน้ำตาล การใช้ในอาหารสารละลายกรดซิตริก เป็นวัตถุเจือปนอาหาร (food additive) ที่ใช้อย่างกว้างขวางในอาหาร และเครื่องดื่ม



รูปที่ 2.17 SEM ของ (A) Hydroxyapatite และ (B) Hydroxyapatite

ที่ผสมกับสารละลายกรดซิตริก

ที่มา : Adamson AW (1960).



สารละลายกรดซिटริกเป็นกรดอ่อน ใช้ประโยชน์เพื่อการถนอมอาหารโดยมีบทบาทสำคัญในการเพิ่มรสชาติให้กับอาหารให้มีรสเปรี้ยวและมีกลิ่นหอมชวนรับประทาน ได้รับการยอมรับโดยทั่วไปว่ามีความปลอดภัยในการบริโภค สามารถเติมลงไปให้อาหารโดยไม่เกิดอันตราย และสามารถย่อยสลายได้ง่ายและไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม ซึ่งในทางการแพทย์จะมีการใช้สารละลายกรดซिटริกในการฟื้นฟูปริทันต์ (Register and Burdick, 1975; Nightingale and Sheridan, 1982) การรักษาด้วยสารละลายกรดซिटริกช่วยเพิ่มการรักษาปริทันต์ด้วยการฟื้นฟูซีเมนต์และเส้นใยคอลลาเจนที่มีประโยชน์และขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของกรดเวลาในการใช้

ซึ่งในงานวิจัยนี้จะใช้สารละลายกรดซिटริกในการเป็นตัวทำละลายตัวไฮดรอกซีอะปาไทต์ในขั้นตอนการขึ้นรูป โดยจะใช้ที่ความเข้มข้นต่างๆ โดยที่ความเข้มข้นของสารละลายกรดซिटริกจะส่งผลต่อเวลาของการขึ้นรูปขึ้นงานและความแข็งแรงของขึ้นงาน จากรูปที่ 2.17 จะเห็นว่าสารละลายกรดซिटริกจะส่งผลต่อการรวมตัวของของไฮดรอกซีอะปาไทต์ โดยสารละลายกรดซिटริกจะเกิดปฏิกิริยากับไฮดรอกซีอะปาไทต์โดยเกิดพันธะพันธะไอออนิกกับออกซิเจน (O) และหมู่ไฮดรอกซิล (OH) โดยจะทำหน้าที่ช่วยเชื่อมประสาน Ca เข้าด้วยกันและนอกจากจะช่วยในการเชื่อมประสานแล้วยังสามารถช่วยฟื้นฟูซีเมนต์และเส้นใยคอลลาเจนที่มีประโยชน์อีกด้วย

## 2.10 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

### 2.10.1 เครื่องวิเคราะห์โครงสร้างผลึก

เครื่องวิเคราะห์โครงสร้างผลึก (X-ray diffraction: XRD) เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เป็นเทคนิคการวิเคราะห์แบบไม่ทำลายสารตัวอย่าง (Non-destructive analysis) ซึ่งนำมาใช้ในการตรวจวิเคราะห์ชนิดของเฟสที่ปรากฏในวัสดุเบื้องต้นข้อมูลที่ได้จากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จะประกอบด้วยข้อมูลของชุดค่า  $d$  - spacing และความเข้มของรังสีที่ตรวจจับได้ ซึ่งสามารถนำไปใช้ในการคำนวณหาค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice parameters) โครงสร้างผลึก (Crystal structure) อย่างคร่าวๆ ชนิดของเฟสที่ปรากฏขนาดของเกรน (Grain size) และในบางกรณียังสามารถใช้ในการวิเคราะห์ลักษณะการจัดเรียงของส่วนประกอบของโครงสร้าง (Texture analysis) ได้อีกด้วยรังสีเอกซ์เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 0.01 ถึง 10 นาโนเมตร เมื่อรังสีเอกซ์เกิดอันตรกิริยากับสสารจะทำให้เกิดปรากฏการณ์ต่างๆ เช่น การเปล่งแสง การดูดกลืน การกระเจิงหรือการเลี้ยวเบน ซึ่งปรากฏการณ์เหล่านี้จะมีลักษณะเฉพาะที่ขึ้นอยู่กับสารแต่ละชนิดเนื่องจากของแข็งที่เป็นผลึกจะมีการจัดเรียง

อะตอมอย่างเป็นระเบียบในสามมิติและมีหลายชุดระนาบเมื่อรังสีเอกซ์มาตกกระทบบนผิวของชุดระนาบต่างๆ ด้วยมุมที่เหมาะสมจะทำให้เกิดพฤติกรรมการเลี้ยวเบน ซึ่งการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์สามารถนำไปใช้วิเคราะห์สำหรับตัวอย่างที่เป็นผง (Powder X-ray Diffraction) และสำหรับตัวอย่างที่เป็นผลึกเดี่ยว (Single-crystal X-ray Diffraction)

2.10.1.1. ตัวอย่างที่เป็นผงซึ่งสามารถวิเคราะห์ชนิดของวัสดุได้เนื่องจากการเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จะให้สเปกตรัมที่เป็นลักษณะเฉพาะของแต่ละธาตุสามารถบอกวิถุภาคเชิงผลึกของวัสดุได้ว่ามีความเป็นผลึกหรือเป็นอสัณฐานเทคนิคนี้มีประโยชน์ในการวิเคราะห์ลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์เพราะสามารถบอกชนิดของสารที่อยู่ในตัวเร่งปฏิกิริยารวมทั้งวิถุภาคของวัสดุได้

2.10.1.2 ตัวอย่างที่เป็นผลึกเดี่ยวสามารถหาโครงสร้างของโมเลกุลได้ คือ สามารถบอกการจัดเรียงตัวของอะตอมความยาวพันธะมุมระหว่างอะตอมในโมเลกุลเนื่องจากวัสดุตัวอย่างสำหรับเทคนิคนี้ ต้องเป็นผลึกเดี่ยว ดังนั้น ขั้นตอนการตกผลึกจึงมีความสำคัญมากในการศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์นั้น

การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากผลึกจะเกิดขึ้นได้เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบผลึกแล้วเกิดการกระเจิงโดยชนกับอิเล็กตรอนในอะตอมของผลึกรังสีเอกซ์ที่กระเจิงนี้ยังคงมีความยาวคลื่นไม่เปลี่ยนแปลงซึ่งเรียกว่าการกระเจิงแบบออปทิคัล (Coherent scattering) หรือการกระเจิงแบบแบรกก์ (Bragg scattering) การเลี้ยวเบนนี้อธิบายได้ 2 แบบ คือ ตามสมการของเลาเอ (Laue equation) และตามกฎของแบรกก์ (Bragg's law) แต่ในที่นี้จะอธิบายตามกฎของแบรกก์ ซึ่งเหมาะกับผลึกผงเมื่อรังสีเอกซ์ความยาวคลื่น  $\lambda$  ตกกระทบผลึกจะเกิดการกระเจิงจากชุดระนาบของอะตอมถ้ามุมตกกระทบ  $\theta$  ทำมุมที่พอเหมาะกับความยาวคลื่นและ  $d$  คือระยะระหว่างระนาบในชุดเดียวกัน สำหรับรังสีเอกซ์ที่กระเจิงจะทามุม  $2\theta$  กับแนวรังสีตกกระทบซึ่งรังสีทั้งสองจะมีค่าความแตกต่างของทางเดิน (Path difference) และมีค่าเป็นจำนวนเท่าของความยาวคลื่นที่ตกกระทบนั้นคือรังสีเอกซ์ทั้งสองอยู่ในเฟสเดียวกันจะได้

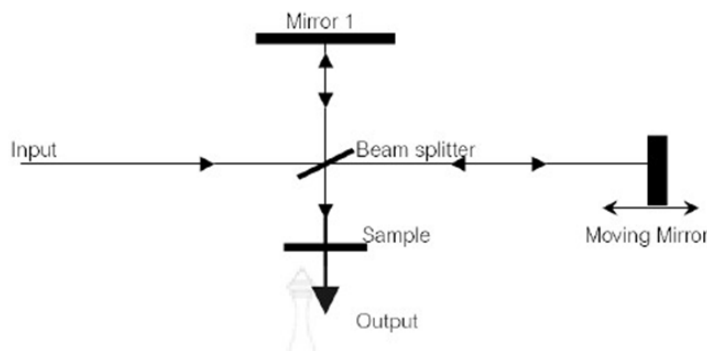
$$2d\sin\theta = \lambda \quad (2.3)$$

โดยที่	d	คือ ระยะระหว่างระนาบในชุดเดียวกัน
	$\theta$	คือ มุมตกกระทบ
	$\lambda$	คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

เครื่องมือที่วัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์คือเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer) เป็นเครื่องมือที่ใช้รังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นค่าเดียวและใช้กับตัวอย่างแร่ที่บดเป็นผงละเอียดอัดลงในที่ใส่ตัวอย่างหรือฉาบบนแผ่นสไลด์เครื่องนี้จะปล่อยรังสีให้ตกกระทบบนตัวอย่าง โดยตัวอย่างจะหมุนไปโดยทามุม  $\theta$  กับแนวยิงหลอดสำหรับนับความเข้มข้นของรังสีที่สะท้อนออก จากผลึกจะหมุนไปเช่นกันเป็นมุมเท่ากับ  $2\theta$  เครื่องนับความเข้มของรังสีจะส่งข้อมูลที่ได้ไปยัง เครื่องขยาย (Amplified) และแปลงค่าเป็นตัวเลขหรือบันทึกบนกระดาษตารางบันทึกซึ่งเคลื่อนที่ใน อัตราเร็วที่ปรับได้ตามต้องการ

### 2.10.2 เครื่องมือวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันนอลกรุป

เครื่องมือวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันนอลกรุป (Fourier Transform Infrared Spectroscopy: FT-IR) เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ขั้นสูงที่พัฒนามาจากเครื่อง IR Spectrometer เพื่อให้สามารถทำงานได้รวดเร็วขึ้นมีความสามารถในการแยกสูงและสภาพไวสูงสามารถวิเคราะห์สาร ตัวอย่างที่มีในปริมาณน้อยๆ ได้แหล่งกำเนิดคลื่นอินฟราเรดของเครื่อง FT-IR Spectrometer เป็น แท่งเซรามิกที่เผาด้วยขดลวดความร้อนทำให้เกิดรังสีอินฟราเรดสู่กระจกเงาที่ทำด้วยโลหะขัดมัน สะท้อนคลื่นแสงสู่ส่วนสำคัญคือตัวแยกแสง (Beam Splitter) เพื่อแยกคลื่นแสงออกเป็นสองส่วน เท่าๆ กันส่วนหนึ่งจะผ่านทะลุออกไปอีกส่วนหนึ่งจะสะท้อนกลับสู่กระจกเงาที่คลื่นที่ได้ โดยมีแสง เลเซอร์ ปรับระยะการเคลื่อนที่ของกระจกให้มีระยะและทิศทางที่คลื่นแสงทั้งสองส่วนมารวมกันเป็น ลำแสงเดียวผ่านไปยังสารตัวอย่างซึ่งเรียกระบบนี้ว่า The michelson interferometer

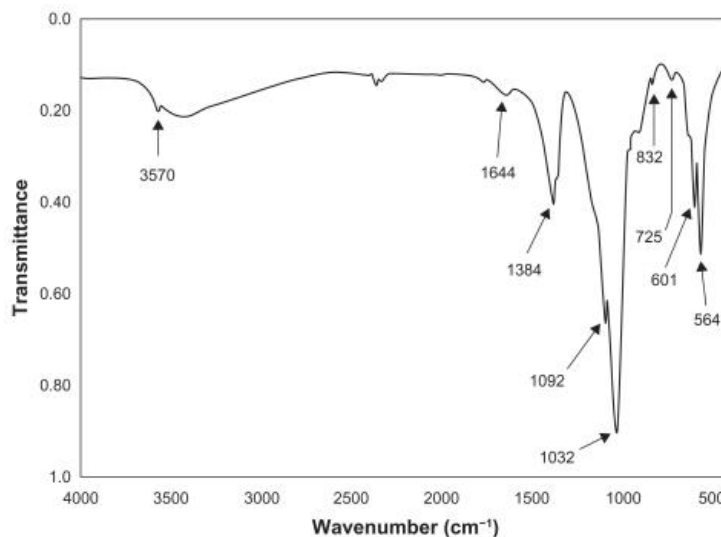


รูปที่ 2.18 แสดงแผนภูมิระบบ The Michelson Interferometer

ที่มา ; Mohammed Samim และคณะ (2011)

คลื่นรังสีอินฟราเรดเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มองไม่เห็นด้วยตาเปล่าแต่ให้ความร้อนที่สัมผัสได้อยู่ระหว่างย่านที่มองเห็น (Visible region) กับย่านไมโครเวฟความยาวของคลื่นอินฟราเรดแบ่งเป็นช่วงๆ คือ ช่วง Wavelength Number 4,000 – 12,800 หนึ่งต่อเซนติเมตร (2.5 – 0.78 ไมโครเมตร) เป็นย่านอินฟราเรดใกล้ (Near infrared region) ช่วง Wavelength Number 200 – 4,000 หนึ่งต่อเซนติเมตร (50-2.5 ไมโครเมตร) เป็นย่านอินฟราเรดกลาง (Middle infrared region) ช่วง Wavelength Number 10 – 200 หนึ่งต่อเซนติเมตร (1,000 – 50 ไมโครเมตร) เป็นย่านอินฟราเรดไกล (Far infrared region) นักเคมีวิเคราะห์จะให้ความสนใจ และใช้ประโยชน์คลื่นรังสีอินฟราเรดช่วงกลาง (Middle IR) มากกว่าช่วงอื่น

คลื่นอินฟราเรดในช่วง Wavelength Number 4,000 – 400 หนึ่งต่อเซนติเมตร ซึ่งจัดเป็นแสงอินฟราเรดช่วงกลาง (Middle IR) มีความถี่ซึ่งตรงกับความถี่ของการสั่นของพันธะโควาเลนต์ในโมเลกุลของสารเมื่อสารตัวอย่างได้รับพลังงานจากคลื่นรังสีอินฟราเรดที่พอเหมาะจะเกิดการสั่นหรือการหมุนของพันธะของโมเลกุลทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงค่าโมเมนต์ขั้วคู่ของโมเลกุล ทำให้ โมเลกุลเกิดการดูดกลืนแสงแล้ววัดแสงที่ส่งผ่านออกมาแสดงผลเป็นความสัมพันธ์ของความถี่ หรือ Wavelength Number กับค่าการส่งผ่านของแสงเรียกว่าอินฟราเรดสเปกตรัม (Infrared Spectrum: IR spectrum)



รูปที่ 2.19 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัม ( IR Spectrum )

ที่มา ; Mohammed Samim และคณะ (2011)

จากรูปที่ 2.19 จะเห็นได้ข้อมูลของหมู่ฟังก์ชันนอลกรุปของสารแต่ละชนิดที่แตกต่างกัน โดยสารต่างชนิดกันมีพันธะที่ต่างกันจะมีความถี่ของการดูดกลืนที่ต่างกันทำให้ทราบข้อมูลเกี่ยวกับโครงสร้างของโมเลกุลของสารนั้นๆ ว่ามีหมู่ฟังก์ชันนอลกรุปของ HA จะได้ค่าดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 หมู่ฟังก์ชันนอลกรุปของ HA และ B-HA (E.Ö. Tunc, ay et al.(2017) 638–646)

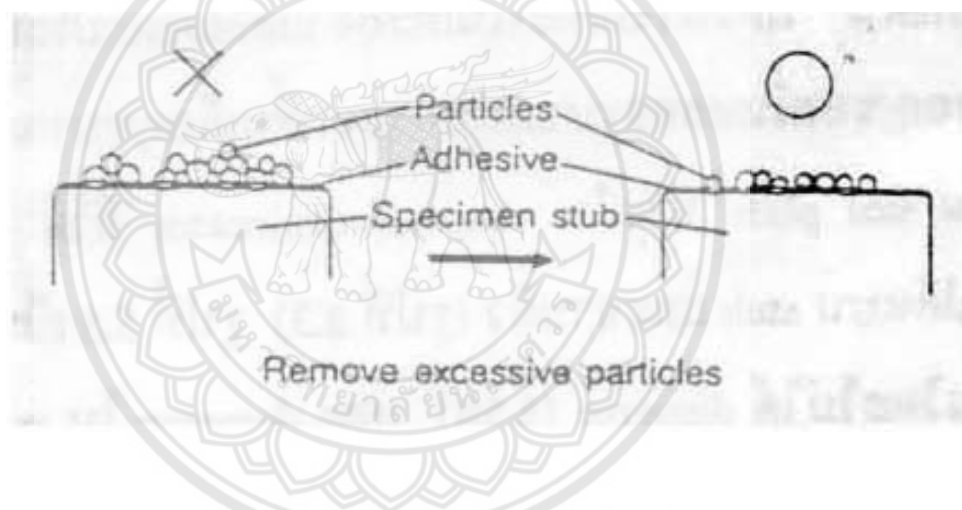
Wavenumber (cm <sup>-1</sup> )	Functional group
3500-3570	O-H
1638-1644	C=C
1384	C-H
1190-1280	B-O
1032-1092	P-O
725-832	C-H
564-601	O-P-O

### 2.10.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด

หลักการการทำงานของเครื่อง SEM จะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วย

สนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (Condenser lens) เพื่อให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (Objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) ขึ้นซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึก และแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์และ ถูกนำไปสร้างเป็นภาพบนจอโทรทัศน์ต่อไปและสามารถบันทึกภาพจากหน้าจอโทรทัศน์ได้เลย

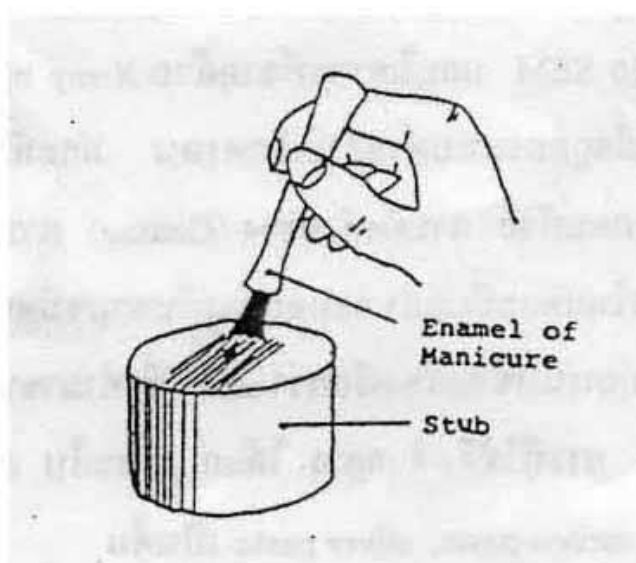
การเตรียมตัวอย่างเป็นผง (Powder specimen) ตัวอย่างที่เป็นผงสามารถนำไปติดบน Stub ได้เลย โดยพยายามติดให้อนุภาคเรียงตัวในลักษณะชั้นเดียวไม่เกาะกลุ่มกัน (รูปที่ 2.20) เพื่อให้การฉาบผิว ทำได้ทั่วถึง และไม่เกิดปัญหาการ Charge up



รูปที่ 2.20 ลักษณะการติดตัวอย่างที่เป็นผง

ที่มา ; JEOL (2531)

ตัวอย่างที่มีอนุภาคขนาดใหญ่กว่า 1 มิลลิเมตร สามารถเตรียมได้โดย ป้ายยาทาเล็บ บางๆ บน stub (รูปที่ 2.21) ระวังอย่าทามากเกินไป เพราะจะทำให้ตัวอย่างจม แล้วรีบรอยตัวอย่างลงบน stub ก่อนที่กาวจะแห้ง หรือใช้ปากคีบปลายแหลม (Tweezers) ค่อยๆ หยิบอนุภาค จัดวางเรียงบน stub ภายใต้กล้อง สเตอริโอ (Stereo microscope) หลังจากตัวอย่างแห้งดีแล้ว ใช้ลูกโป่งยางเป่าฝุ่น หรืออนุภาคที่ไม่ติด ออกไปแล้วนำไปฉาบผิว



รูปที่ 2.21 ลักษณะการป้ายยาทาเล็บบน stub

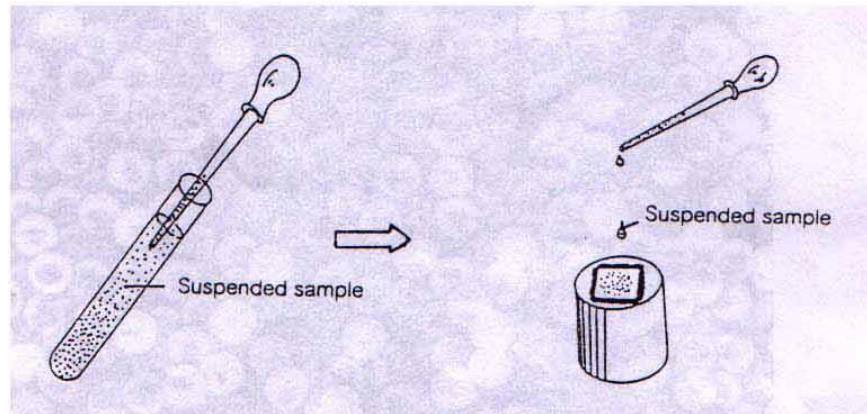
ที่มา ; JEOL (2531)

ชิ้นตัวอย่างที่มีอนุภาคเล็กกว่า 5 มิลลิเมตร มักมีปัญหาจับตัวกันเป็นก้อน การเตรียมจะต้องพยายามทำให้อนุภาคกระจายตัวออก (Disperse) เสียก่อนซึ่งสามารถเตรียมด้วยวิธีต่างๆ ดังนี้

ก. ทำตัวอย่างให้เป็นสารแขวนลอย (Suspension) โดยนำไปละลายในน้ำหรือตัวทำละลายที่เหมาะสม เช่น Methanol ,Ethanol เป็นต้น แล้วนำไปเขย่าในเครื่อง Ultrasonic ประมาณ 5 - 30 นาที อนุภาคตัวอย่างจะกระจายตัวออก จากนั้นหยดลงบนแผ่นกระจกชิ้นเล็กๆ ขนาดเท่า stub แล้วปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง หรือ บน Hot plate หรือใน Vacuum desiccator ก็ได้ ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับตัวอย่างและตัวทำละลายที่ใช้ แล้วนำไปติดบน Stub และฉาบผิว (รูปที่ 2.21) รูปที่ 2.22 เป็นภาพถ่าย พอลิเมอร์เปรียบเทียบระหว่างการเตรียมโดยไม่ได้ทำให้อนุภาคกระจายตัวออก (2.22) และ ทำให้อนุภาคกระจายตัวออก ใน Methanol (2.23) จะเห็นว่าตัวอย่างที่ไม่ได้กระจายตัวออกจะทำให้ฉาบทองได้ไม่ทั่วถึงและเกิดการ Charge up

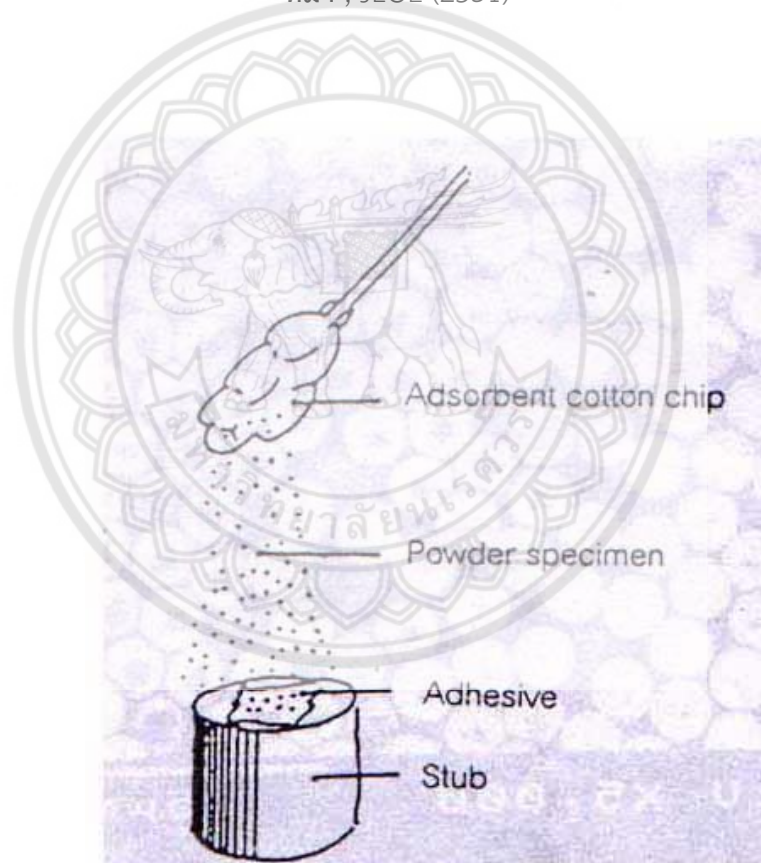
ข. ใช้หลักไฟฟ้าสถิตย์ เตรียมโดยติดเทปขาวสองหน้าบน Stub แล้วลอกกระดาษออกนำไปแตะผงตัวอย่างอนุภาคตัวอย่างจะติดมา กับกระดาษ จากนั้นนำไปแตะบน Stub ที่เตรียมไว้ แล้วฉาบผิว

ค. ใช้ไม้พันสำลีตัวอย่าง แล้วเคาะเบาๆ บน Stub ที่ติดเทปสองหน้าไว้ ใช้ลูกโป่งยางเป่าส่วนเกินออก แล้วนำไปฉาบผิว (รูปที่ 2.23)



รูปที่ 2.22 การเตรียมตัวอย่างอนุภาคขนาดเล็ก โดยกระจายตัวออกใน ตัวทำละลาย ที่เหมาะสม

ที่มา ; JEOL (2531)



รูปที่ 2.23 การโรยตัวอย่างด้วยไม้พันสำลี

ที่มา ; JEOL (2531)



## 2.11 การทดสอบแรงกด

การทดสอบแรงกดเป็นการทดสอบที่มีลักษณะการใส่แรงกระทำในแบบตรงข้ามกับการทดสอบแรงดึงคือการทดสอบแรงดึงเป็นการทดสอบในลักษณะการดึงยืดขึ้นทดสอบสวนการการทดสอบแรงกดเป็นการทดสอบในลักษณะการกดอัดขึ้นทดสอบ โดยการพิจารณาเลือกการทดสอบแรงอัดแทนกระบวนการทดสอบอื่นจะขึ้นอยู่กับประเภทของการนำไปใช้งานของวัสดุ เช่น โลหะซึ่งมีความต้านทานแรงดึงค่อนข้างสูงรวมทั้งวัสดุกลุ่มพลาสติก สวนใหญ่จะทำการทดสอบแรงดึง สวนวัสดุเปราะ เช่น คอนกรีต อิฐ และผลิตภัณฑ์เซรามิกซึ่งมีความต้านทานแรงดึงค่อนข้างสูง รวมทั้งวัสดุกลุ่มพลาสติก สวนใหญ่จะทำการทดสอบแรงดึง สวนวัสดุเปราะ เช่น คอนกรีต อิฐ และผลิตภัณฑ์เซรามิกซึ่งมีความแข็งแรงดึงค่อนข้างต่ำเมื่อเทียบกับความแข็งแรงอัด ประกอบกับวัสดุประเภทนี้จะใช้งานในรูปแบบของการรับแรงกดมากกว่า ดังนั้น การทดสอบแรงกดกับวัสดุประเภทนี้จึงมีนัยสำคัญมากกว่าการทดสอบแรงดึง

แรงเค้นอัดเกิดจากแรงอัดที่ให้กับขึ้นทดสอบ ซึ่งทำให้ขึ้นทดสอบเกิดการหดตัวหรืออัดตัวภายใต้แรงอัดนั้น ขึ้นทดสอบที่ใช้ในการทดสอบแรงอัดนี้ต้องมีลักษณะสั้นและมีเส้นผ่านศูนย์กลางมากกว่าความยาว เนื่องจากการทดสอบแรงอัดกับขึ้นทดสอบที่มีขนาดยาวจะเกิดการโค้งงอด้านข้างซึ่งมีรูปแบบการเกิดที่ไม่แน่นอนจากการเสียรูปแบบยืดหยุ่น ดังนั้นโดยปกติขึ้นทดสอบที่ใช้ในการทดสอบแรงอัดมักเตรียมเป็นทรงกระบอก อย่างไรก็ตามบางวัสดุเช่นอิฐซึ่งเตรียมเป็นทรงกระบอกได้ยาก กรณีเช่นนี้จะเตรียมขึ้นทดสอบในรูปทรงที่สะดวกที่สุด

อัตราส่วนความยาวต่อเส้นผ่านศูนย์กลางของขึ้นทดสอบต้องพิจารณาอย่างระมัดระวัง ทั้งนี้จึงกำหนดให้ความสูงเป็น 2 เท่าของเส้นผ่านศูนย์กลาง

## 2.12 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

A. Anwer และคณะ (2559) ทำการศึกษาการคาร์บอนที่เข้าไปแทนที่ไฮดรอกซีอะปาไทต์ในกระบวนการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการตกตะกอนร่วมจากสารละลายในน้ำของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ ไฮดรอกไซด์ และ ไดแอมโมเนียไฮโดรเจนซัลไฟด์ โดยมีการปรากฏของสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่ 70 องศาเซลเซียส ที่ค่า pH เท่ากับ 11 โดยจะวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพของผงด้วย TEM, XRD, FT-IR และ Raman spectroscopy วิเคราะห์ขนาดของอนุภาคด้วย DLS และ วิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วย XPS หลังจากทิ้งไว้ 12 ชั่วโมงและเผาที่ 1000 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง โดยผลที่ได้มาีมีความเป็นผลึกสูงขึ้นจากการที่มีคาร์บอนไฮดรอกซีอะปาไทต์

Novesar Jamarun และคณะ (2559) ทำการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์จากกระบวนการตกตะกอน ของ  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  กับ  $\text{H}_3\text{PO}_4$  โดยการ ผสม 10 โมล  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  กับ 6 โมล  $\text{H}_3\text{PO}_4$  ต่อน้ำ 100 มิลลิลิตร จะได้เป็นสารละลาย  $\text{CaO} + \text{H}_3\text{PO}_4$  คนช้าๆ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้องโดยควบคุมค่า pH ค่าประมาณ 11 โดยใช้สารละลายแอมโมเนียมจนได้สมการ 2.2 ปล่อยให้เกิดการตกตะกอน 24 ชั่วโมง นำไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เพื่อกำจัดตัวทำละลายออกไป นำไปบดขนาด 200 ไมโครเมตร เผาที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และผลของการสังเคราะห์คือได้ผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีความบริสุทธิ์สูงและมีขนาดเล็กขนาดนาโนเมตร

T. Tolga Demirtas และคณะ (2559) ทำการศึกษาการเติมโบรอนลงไปไฮดรอกซีอะพาไทต์เพื่อที่จะช่วยเพิ่มสมบัติการสร้างกระดูกใหม่ (Osteoinductive) หรือทำหน้าที่เป็นตัวกระตุ้น โดยที่จะเกิดจากการทำปฏิกิริยาของไอออนของเหลวในร่างกายภายในร่างกายทำปฏิกิริยากับโบรอนด้วยพลังงานไมโครเวฟ โบรอนเข้าไปในโครงสร้างนี้ถูกกระทำโดยการแทนที่ของบอเรตไอออนกับฟอสเฟตและไฮดรอกซิลไอออน ซึ่งในการทดลองจะทำการทดลองโดยใช้เวลาที่ต่างกันและสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการผลิต มีการเติม  $1.15 \pm 0.11\%$  (w/w) ของโบรอนและในการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์จากปริมาณร้อยละ 34.8 มวลโดยน้ำหนัก ของ Ca, 15.2 มวลโดยน้ำหนัก ของ P จะได้ Ca/P ratio เท่ากับ 1.77 และจากการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เติม B ลงไป จากปริมาณร้อยละ 39.8 มวลโดยน้ำหนัก ของร้อยละ Ca, 18.5 มวลโดยน้ำหนัก ของ P จะได้ Ca/P ratio เท่ากับ 1.67 และจากนั้นทำการทดสอบทางชีวภาพกับเซลล์จำลองของมนุษย์ ซึ่งผลของการทำสอบ คือ เมื่อไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เติมโบรอนลงไปทำการทดสอบแล้วมีการเกิดปฏิกิริยาที่ทำให้ปริมาณของ Ca ที่เพิ่มขึ้นมากกว่าไฮดรอกซีอะพาไทต์บริสุทธิ์ จึงสรุปได้ว่าโบรอนที่เติมลงไปช่วยเพิ่มสมบัติการสร้างกระดูกใหม่

ปิยะพงษ์ ปานแก้ว กัลทิมา เชาว์ชาญชัยกุล และ วรณช ดีละมัน (2557) ทำการศึกษาการพัฒนาวัสดุทดแทนกระดูกจากการปลูกผลึกนาโนไฮดรอกซีอะพาไทต์บนเส้นไหมไฟโบรอินโดยทำการศึกษาความเข้มข้นของสารละลายและค่า pH เริ่มต้นที่มีต่อผลึกอะพาไทต์ที่เกิดขึ้น โดยใช้เปลือกไข่ไก่ถูกใช้ เป็นวัตถุดิบของแคลเซียมโดยการเผาผงเปลือกไข่ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 h เพื่อจะได้รับผง  $\text{CaO}$  จากนั้นจึงนำไปละลายในกรด  $\text{HNO}_3$  ก็จะได้รับสารละลาย  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$  โดยสารละลายนี้จะถูกปรับความเข้มข้นเป็น 3 ระดับ และปรับค่า pH เป็น 7, 8 และ 9 ตามลำดับ ในขั้นตอนการปลูกผลึก นำเส้นไหมไฟโบรอินไปแช่ในสารละลาย  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$  เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นก็เติมสารละลาย  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  ลงไปในเส้นไหมไฟโบรอินที่ถูกแช่อยู่ในสารละลาย

$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$  ผลการทดลอง ความเข้มข้นของสารละลายและระดับ pH ของสารละลาย มีผลต่ออัตราส่วนของแคลเซียมต่อฟอสฟอรัสของผลึกอพาไทต์ที่เกิดขึ้น โดยอัตราส่วน Ca/P เพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นของสารละลายเพิ่มขึ้นหรือระดับ pH ของสารละลายเพิ่มขึ้น งานวิจัยได้ทำการสกัดท่อนใยไหมไฟโบรอินเป็น 2 รูปแบบ คือ แบบลายขัดและแบบลายทแยง และนำไปตรวจสอบเพื่อหาค่าสมมูลของยังและค่าความทนต่อแรงดึงของทั้งสองรูปแบบนี้ ผลการทดลองพบว่าค่าสมมูลของยังของผ้าฝ้ายเส้นใยไหมไฟโบรอินที่สกัดแบบลายทแยงและลายขัดมีค่าประมาณ 616 เมกะปาสคาล และ 425 เมกะปาสคาล ตามลำดับ ในขณะที่ค่าความทนต่อแรงดึงของผ้าฝ้ายเส้นใยไหมไฟโบรอินที่สกัดแบบลายทแยงและลายขัดพบว่ามีค่าประมาณ 40 เมกะปาสคาล และ 72 เมกะปาสคาล ตามลำดับจากข้อมูลทั้งหมดสามารถสรุปได้ไฟโบรอินที่สกัดแบบลายขัดมีความเหมาะสมที่จะนำมาพัฒนาเป็นวัสดุทดแทนกระดูก

E. Skwarek และคณะ (2556) ทำการศึกษาการดูดซับสารละลายกรดซิตริกโดยเฉพาะที่จุดเชื่อมต่อไฮดรอกซีอพาไทต์ถูกตรวจสอบโดยใช้วิธีไอโซโทปไอโซโทป ตามความเข้มข้นของสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นของ NaCl และค่าความเป็นกรด - ด่าง การใช้ไฮดรอกซีอพาไทต์ได้กลายเป็นเรื่องที่กว้างในด้านชีววัสดุเนื่องจาก  $\text{Ca}_{10}(\text{OH})_2(\text{PO}_4)_6$  มีความเข้ากันได้ทางชีวภาพกับเนื้อเยื่อกระดูกของมนุษย์ ไฮดรอกซีอพาไทต์สังเคราะห์ได้โดยใช้วิธีการต่างๆ 3 วิธี การศึกษาสมบัติทางกายภาพเป็น DTA / TG, XRD, AFM และ SEM microscopy ศึกษาคุณสมบัติทางเคมีฟิสิกส์ของชั้นไฮดรอกซีอพาไทต์ต่อไนโตรเจน ศักยภาพของความต่างศักย์ระหว่างศักย์ไฟฟ้าบริเวณพื้นผิวสเตอร์นและการดูดซับโมเลกุลของสารละลายกรดซิตริกได้ศึกษาในรูปของ pH กำหนดจุดศูนย์และจุดไอโซอิเล็กทริกของตัวอย่าง พารามิเตอร์สองชั้นของไฮดรอกซีอพาไทต์ต่อ NaCl ได้รับอิทธิพลจากวิธีการสังเคราะห์ จุด  $\text{pH}_{\text{pzc}}$  และ  $\text{pH}_{\text{IEP}}$  สำหรับตัวอย่าง 1 คือ  $\text{pH}_{\text{pzc}}$  7.5 และ  $\text{pH}_{\text{IEP}}$  3; สำหรับตัวอย่างที่ 2  $\text{pH}_{\text{pzc}}$  7.05 และ  $\text{pH}_{\text{IEP}}$  3 สำหรับ sample 3  $\text{pH}_{\text{pzc}}$  6.7 และ  $\text{pH}_{\text{IEP}}$  3. อุณหภูมิมีอิทธิพลทั้งในสารบริสุทธิ์และสารละลายกรดซิตริกที่ถูกดูดซับเนื่องจากการแสดงการทำให้เป็นรูปแบบและสามารถอธิบายลักษณะของโครงสร้างไฮดรอกซีอพาไทต์ได้โดยการวิเคราะห์ทางความร้อน ปฏิกิริยาการปล่อยประจุที่มีผลต่อการดูดซับสารละลายกรดซิตริก กลุ่มฟอสเฟตในการแทนที่ด้วยไฮดรอกซีอพาไทต์ด้วยไอออนซิเตริกขนานไปกับการก่อตัวที่ซับซ้อนภายใน

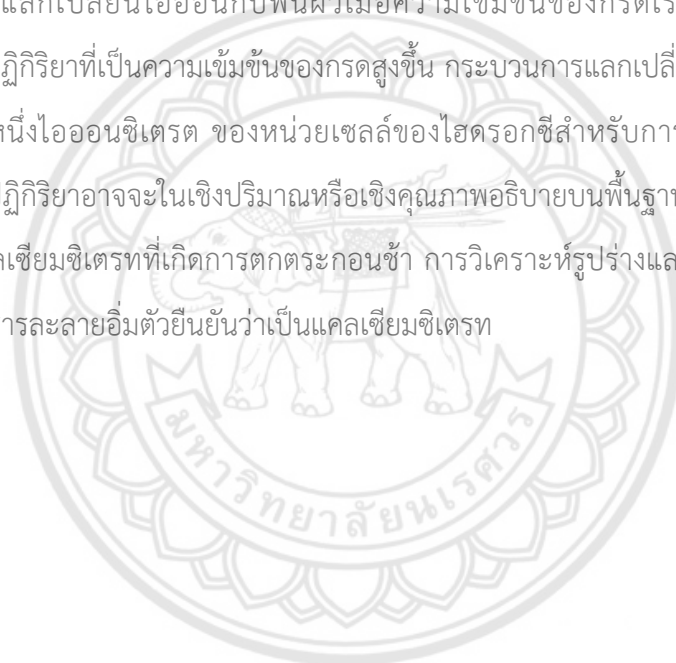
ไพรัช ทองละเอียด (2553) ศึกษาการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุชีวภาพเชิงประกอบไฮดรอกซีอพาไทต์-อะลูมินาด้วยอนุภาคเซอร์โคเนีย โดยทำการศึกษาอิทธิพลของเซอร์โคเนีย ที่มีต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบไฮดรอกซีอพาไทต์-อะลูมินา เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบไฮดรอกซีอพาไทต์-อะลูมินา เป็นวัสดุสำหรับทดแทนกระดูกได้อย่างมีประสิทธิภาพ

โดยนำผงไฮดรอกซีอะปาไทต์มาบดผสมกับอะลูมินาปริมาณร้อยละ 20, 25 และ 30 โดยปริมาตร และใช้เซอร์โคเนียปริมาณร้อยละ 15, 20 และ 25 โดยปริมาตร เป็นสารเติมแต่ง ผลการทดสอบเชิงกลพบว่าความทนต่อการดัดโค้ง มีค่าสูงสุดเท่ากับ  $45.60 \pm 2.24$  เมกะปาสคาล ซึ่งได้จากชิ้นงานที่ใช้อะลูมินาปริมาณร้อยละ 25 และ 4Y เซอร์โคเนีย (เซอร์โคเนียที่เติมร้อยละ 4 โดยโมลอิทธิพลออกไซด์) ร้อยละ 20 โดยปริมาตรที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส ค่าความแข็งมีค่าสูงสุดเท่ากับ  $3.73 \pm 0.05$  จิกะปาสคาล ซึ่งได้จากชิ้นงานที่ใช้อะลูมินาปริมาณร้อยละ 30 และ เซอร์โคเนียร้อยละ 15 โดยปริมาตรที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส และค่าความเหนียว มีค่าสูงสุดเท่ากับ  $1.04 \pm 0.06$  เมกะปาสคาล ซึ่งได้จากชิ้นงานที่ใช้อะลูมินาปริมาณร้อยละ 20 และ เซอร์โคเนียร้อยละ 25 โดยปริมาตรที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส

Hongjin Qiu และคณะ (2549) ทำการศึกษาผลกระทบของสารละลายกรดซิตริกที่มีผลต่อสมบัติทางกลของไฮดรอกซีอะปาไทต์เพื่อใช้ในการทดแทนกระดูก โดยทำการผสมไฮดรอกซีอะปาไทต์กับสารละลายกรดซิตริกและทดสอบผลที่เกิดขึ้นในโครงสร้าง ซึ่งสารละลายกรดซิตริกมีความสามารถในการประสานให้กับ Ca เพื่อเพิ่มความแข็งของให้กับไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่ขึ้นรูป และสารละลายกรดซิตริกยังช่วยให้กระบวนการสังเคราะห์ให้ได้ไฮดรอกซีอะปาไทต์บริสุทธิ์ได้เร็วขึ้น ซึ่งในการทดลองจะมีการสังเคราะห์โดยใช้สารละลายกรดซิตริกช่วยในการสังเคราะห์และผสมไฮดรอกซีอะปาไทต์กับสารละลายกรดซิตริก โดยมีการเร่งอุณหภูมิเพื่อให้แห้งตัวในโมลให้เร็วขึ้น ซึ่งจากการทดลองพบว่าสารละลายกรดซิตริกใช้ในกระบวนการสังเคราะห์ได้และได้ผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่มีความบริสุทธิ์สูงและทำให้ชิ้นงานที่ขึ้นรูปโดยการใส่สารละลายกรดซิตริกเป็นสารละลายมีความแข็งแรงจากการยึดเกาะกันสูง

R. Ternane และคณะ (2544) ทำการศึกษาโบรอนในไฮดรอกซีอะปาไทต์โดยการสังเคราะห์และตรวจสอบโครงสร้างลักษณะ โดจจะมีการเติมโบรอนลงไปในกลุ่มของฟอสเฟส ทำให้กลุ่มของฟอสเฟสและไฮดรอกซิลถูกแทนด้วยบอแรกซ์และแคลเซียมตัวใหม่คือแคลเซียมโบโรไฮดรอกซีอะปาไทต์ ด้วยสารปฏิสัมพันธ์คือ  $Ca_{10}\{(PO_4)_{6-x}(BO_3)_x\}H\{(BO_3)_y(BO_2)_z(OH)_{2-3y-z}\}$  ที่ฟอสฟอรัสต่อโบรอนเท่ากับ 7.22 แต่ที่ฟอสฟอรัสต่อโบรอนเท่ากับ 11 จะเกิดเป็นแคลเซียมโบโรไฮดรอกซีอะปาไทต์และแคลเซียมไฮดรอกไซด์ ฉะนั้นที่ฟอสฟอรัสต่อโบรอน เท่ากับ 7.22 ก็จะมีเกิดเช่นกัน โดยใช้ FT-IR, Raman spectroscopy และ NMR ในการตรวจสอบโบรอนที่เกิดขึ้นทั้ง  $BO_2^-$  และ  $BO_3^{3-}$  ที่แทนที่ในกลุ่มของฟอสเฟสและหน้าที่ของกลุ่มไฮดรอกซิลในแคลเซียมโบโรไฮดรอกซีอะปาไทต์เมื่อเทียบกับโบโรไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่ฟอสฟอรัสและโบรตรอนถูกแบ่งออกเป็นหลายตำแหน่งในสารประกอบที่ถูกแทนที่

D.N. Misra และคณะ (2539) ทำการศึกษาปฏิกิริยาภายในของสารละลายกรดซิงก์ในไฮดรอกซีอะ-ปาไทต์ การแลกเปลี่ยนไอออนของพื้นผิวและการตกตะกอนของแคลเซียมซิงค์ การเลือกใช้สารละลายกรดซิงก์เนื่องจากมีประสิทธิภาพและโดดเด่นในการกำจัดไอออนออกจากผิวของรากฟันเพื่อสำหรับการฟื้นฟูปริทันต์ เป็นการกีดขวางกรดทางทันตกรรม บทบาทของสารละลายกรดซิงก์ในการใช้งานเหล่านี้เป็นสิ่งสำคัญในการเข้าใจพื้นฐานของการปฏิกิริยาภายในของการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะ-ปาไทต์ การดูดซึมหรือการจัดของไอออนซิงค์จากสารละลายกรดซิงก์ โดยจะศึกษาไฮดรอกซีอะ-ปาไทต์ที่อุณหภูมิ 22 องศาเซลเซียส ตรวจสอบวัดความเข้มข้นความเข้มข้นของการกรอง ตรวจสอบความเข้มข้นของแคลเซียมฟอสเฟตและไฮโดรเจนไอออนหลังจากเกิดปฏิกิริยาโดยทันที เพื่อให้เป็นสารละลายตัวเดียวกัน ปฏิกิริยาภายในตัวแรกที่เกิดขึ้นคือกระบวนการแลกเปลี่ยนไอออนกับพื้นผิวเมื่อความเข้มข้นของกรดเริ่มต้นเจือจาง ต่อมาคือกระบวนการปฏิกิริยาที่เป็นความเข้มข้นของกรดสูงขึ้น กระบวนการแลกเปลี่ยนแสดงให้เห็นถึงการดูดซับประมาณหนึ่งไอออนซิงค์ของหน่วยเซลล์ของไฮดรอกซีสำหรับการแลกเปลี่ยนพื้นผิว เกิดกระบวนการปฏิกิริยาอาจจะในเชิงปริมาณหรือเชิงคุณภาพอธิบายบนพื้นฐานของความเข้มข้นเกินจุดอิ่มตัวของแคลเซียมซิงค์ที่เกิดการตกตะกอนซ้ำ การวิเคราะห์รูปร่างและผลึกของผลึกของการตกตะกอนจากสารละลายอิมิต์ยืนยันว่าเป็นแคลเซียมซิงค์



## บทที่ 3

### วิธีการดำเนินโครงการ

บทนี้จะกล่าวถึงวิธีการดำเนินโครงการ วัสดุ และอุปกรณ์และขั้นตอนการดำเนินโครงการโดยงานวิจัยนี้จะทำการศึกษากการ สังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (Hydroxyapatite: HA) และไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เติมโบรอน (Borohydroxyapatite: B-HA) เพื่อประยุกต์ใช้สำหรับซีเมนต์เชื่อมกระดูก โดยจะศึกษาอิทธิพลของสารละลายที่ส่งผลต่อสมบัติความต้านทานแรงกดต่อซีเมนต์ ศึกษาอิทธิพลของโบรอนที่ส่งผลต่อสมบัติความต้านทานแรงกด และศึกษาอิทธิพลของสารละลายที่ใช้ผสมซีเมนต์โดยศึกษาอิทธิพลของสารละลายกรดซัลฟิวริกความเข้มข้นร้อยละ 10 และ 20 โดยปริมาตร เพื่อเปรียบเทียบสมบัติความต้านทานแรงกดแสดงรายละเอียดดังนี้

### 3.1 ขั้นตอน และระเบียบวิธีที่ใช้ในการดำเนินโครงการ

#### 3.1.1 การศึกษาข้อมูลเบื้องต้นในการดำเนินโครงการ

3.1.1.1 ศึกษาซีเมนต์เชื่อมกระดูก

3.1.1.2 ศึกษาเซรามิกที่ใช้ในทางการแพทย์

3.1.1.3 ศึกษาการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์และไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เติมโบรอน

3.1.1.4 ศึกษาการวิเคราะห์ผงไฮดรอกซีอะพาไทต์และไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เติม

โบรอน

3.1.1.5 ศึกษาสารละลายที่ช่วยปรับปรุงสมบัติทางกลของไฮดรอกซีอะพาไทต์และไฮดร

อกซีอะพาไทต์ที่เติมโบรอน

### 3.1.2 ศึกษาการเตรียมซีเมนต์เชื่อมกระดูก และวิเคราะห์คุณสมบัติของซีเมนต์เชื่อมกระดูกที่สังเคราะห์ได้

ทำการสังเคราะห์ซีเมนต์เชื่อมกระดูก HA และ B-HA ที่เติมโบรอนร้อยละ 10 และ 20 โดยโมลของฟอสฟอรัส ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม ที่อุณหภูมิห้อง และอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและนำไปวิเคราะห์ด้วย XRD และหมู่ฟังก์ชันด้วย FT-IR

### 3.1.3 ศึกษาอิทธิพลของสารละลายที่ใช้เป็นของเหลวในการผสมซีเมนต์เชื่อมกระดูกที่สังเคราะห์ได้ ได้แก่ น้ำปราศจากไอออน (Deionization water: DI water) และสารละลายกรดซิตริก (Citric acid) ที่มีผลต่อความต้านทานแรงกดของซีเมนต์

เปรียบเทียบผลของสารละลายที่ใช้เป็นของเหลวในการผสมซีเมนต์เชื่อมกระดูกที่สังเคราะห์ได้ ได้แก่ น้ำปราศจากไอออน (Deionization water: DI water) และสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร เพื่อสังเกตการณ์เปลี่ยนแปลงของวัฏภาค (Phase), หมู่ฟังก์ชัน (Functional groups) และ สมบัติความต้านทานแรงกด (Compressive strength) ของซีเมนต์

### 3.1.4 ศึกษาอิทธิพลของโบรอนที่อยู่ในโครงสร้างของ HA ซีเมนต์ที่ผสมด้วยสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร ที่มีผลต่อความต้านทานแรงกดของซีเมนต์

เปรียบเทียบผลของโบรอนที่อยู่ในโครงสร้างของ HA ร้อยละ 10 และ 20 โดยโมลของฟอสฟอรัส ที่ผสมกับสารละลายกรดซิตริก (Citric acid) ความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร เพื่อสังเกตการณ์เปลี่ยนแปลงของวัฏภาค หมู่ฟังก์ชันและสมบัติความต้านทานแรงกดของซีเมนต์ของซีเมนต์

### 3.1.5 ศึกษาอิทธิพลของสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 และ 20 โดยปริมาตร ที่มีผลต่อความต้านทานแรงกดของซีเมนต์

เปรียบเทียบผลของสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 และ 20 โดยปริมาตร โดยใช้ HA ที่เติมโบรอนลงไปร้อยละ 20 โดยโมลของฟอสฟอรัส เพื่อสังเกตการณ์เปลี่ยนแปลงของวัฏภาค หมู่ฟังก์ชันและสมบัติความต้านทานแรงกดของซีเมนต์

## 3.2 วัสดุ และอุปกรณ์

### 3.2.1 วัสดุที่ใช้ในการดำเนินโครงการ

แม่พิมพ์ใช้สำหรับการขึ้นรูปชิ้นงาน ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.6 เซนติเมตร สูง 1.2 เซนติเมตร

### 3.2.2 สารเคมีที่ใช้ในการดำเนินโครงการ

3.2.2.1 แคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Calcium Hydroxide, 98%, extra pure (Calcium Hydroxide,  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ )

3.2.2.2 ไฮเจนฟอสเฟต (Hydrogen Phosphate,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ )

3.2.2.3 โบรอนออกไซด์ (Boron oxide,  $\text{BO}_3$ )

3.2.2.4 สารละลายกรดซิตริก (Citric acid)

3.2.2.5 น้ำปราศจากไอออน (deionized water)

### 3.2.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในการดำเนินโครงการ วิเคราะห์และการทดสอบทั้งหมด

3.2.3.1 เทคนิคการวิเคราะห์โครงสร้างผลึก (X-Ray Diffractometer : XRD)

3.2.3.2 เทคนิคการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน (Fourier transform infrared spectroscopy : FT-IR)

3.2.3.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope : SEM)

3.2.3.3 เครื่องทดสอบแรงกด (Compression machine)

3.2.3.4 เตาอบอุณหภูมิไม่เกิน 300 องศาเซลเซียส (Oven)

3.2.3.5 เครื่องกวนสารละลาย (Magnetic stirrer)

3.2.3.6 ชุดกรองสุญญากาศ (Vacuum filter set)



### 3.3 ขั้นตอนการดำเนินโครงการงาน

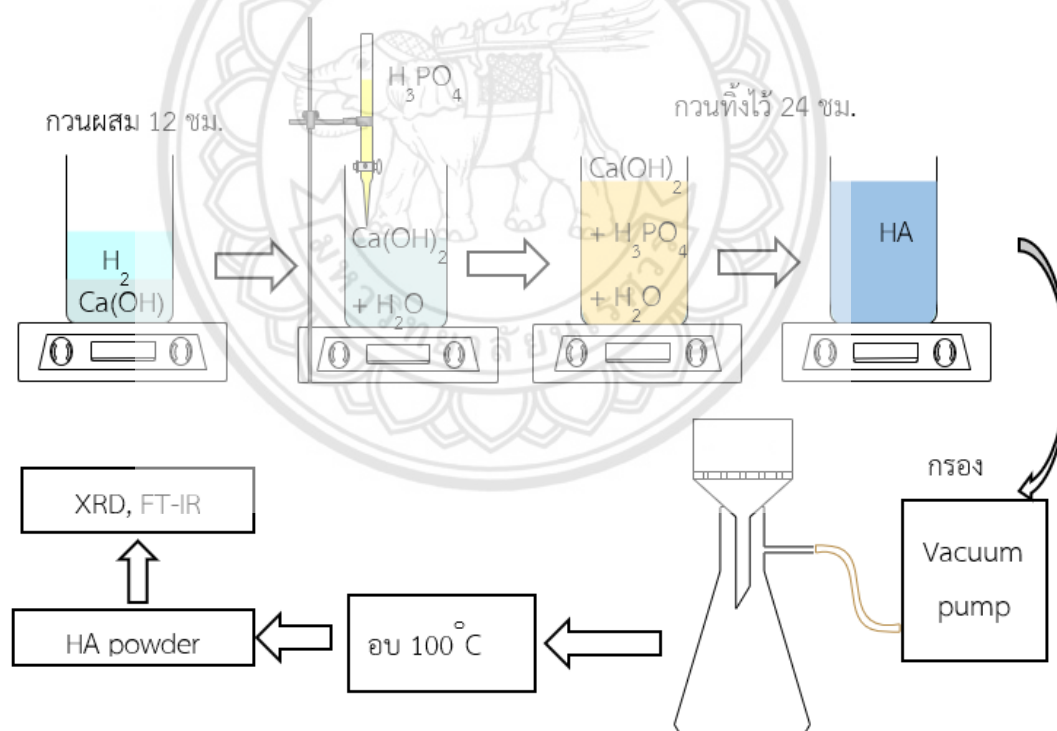
#### 3.3.1 การสังเคราะห์และวิเคราะห์ซีเมนต์เชื่อมกระดูกที่สังเคราะห์ได้

ในขั้นตอนนี้ได้แบ่งขั้นตอนการทดลองออกเป็น 3 ส่วน ดังนี้

##### 3.3.3.1 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (Hydroxyapatite: HA)

การสังเคราะห์ HA ทำซังสารตั้งต้น  $\text{Ca(OH)}_2$  จำนวน 10 โมล และ  $\text{H}_3\text{PO}_4$  จำนวน 6 โมล จากนั้นทำการละลายสารตั้งต้น  $\text{Ca(OH)}_2$  ด้วยน้ำปราศจากไอออน 500 มิลลิตร จากนั้นทำการกวนผสมสารด้วยเครื่องกวนสารละลาย (Magnetic Stirrer) เป็นเวลา 12 ชั่วโมง และหยดสารละลาย  $\text{H}_3\text{PO}_4$  500 มิลลิตร ลงในสารละลาย  $\text{Ca(OH)}_2$  ดังสมการที่ 2.2 จะเกิดเป็นเจลสีขาว ทำการกวนผสมเจลด้วยเครื่องกวนสารละลาย ที่อุณหภูมิห้อง และกวนผสมทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นกรองสารที่ได้จากการสังเคราะห์ และนำไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นบด จะได้ผง HA ซีเมนต์ โดยขั้นตอนการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ จะแสดงดังรูปที่

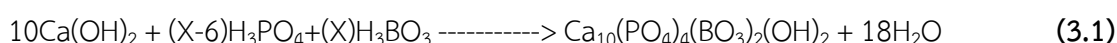
3.1



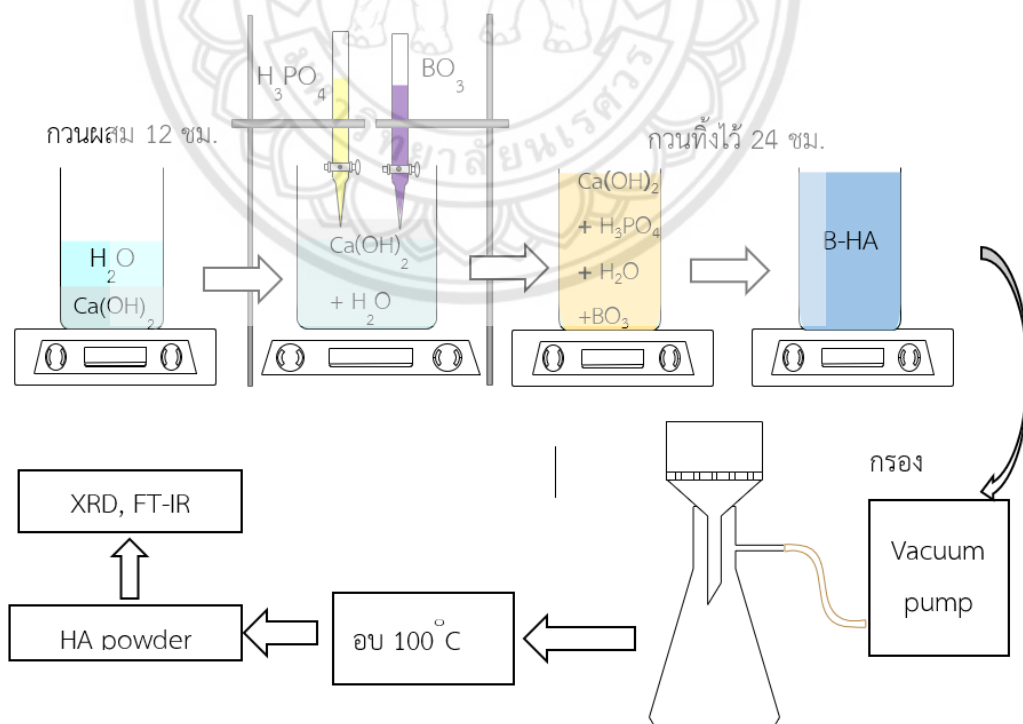
รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (Hydroxyapatite: HA)

### 3.3.3.2 การสังเคราะห์โบโรไฮดรอกซีอะพาไทต์ (Boron Hydroxyapatite: B-HA)

การสังเคราะห์ HA ทำซังสารตั้งต้น  $\text{Ca(OH)}_2$  จำนวน 10 โมล และ  $\text{H}_3\text{PO}_4$  จำนวน (X-6) โมล และ  $\text{BO}_3(\text{X})$  โมล (โบรอนลงไปร้อยละ 10 โดยโมลของฟอสฟอรัสเต็มโบรอน 0.6 โมล และ 20 โดยโมลของฟอสฟอรัสเต็มโบรอน 1.2 โมล) จากนั้นทำการละลายสารตั้งต้น  $\text{Ca(OH)}_2$  ด้วยน้ำปราศจากไอออน 500 มิลลิตร จากนั้นทำการกวนผสมสารด้วยเครื่องกวนสารละลาย (Magnetic Stirrer) เป็นเวลา 12 ชั่วโมง และหยุดสารละลาย  $\text{H}_3\text{PO}_4$  300 มิลลิตร พร้อมกับหยุดสารละลาย  $\text{BO}_3$  200 มิลลิตร ลงในสารละลาย  $\text{Ca(OH)}_2$  ดังสมการที่ 3.1



จะเกิดเป็นเจลสีขาว จากนั้นทำการกวนผสมเจลด้วยเครื่องกวนสารละลายที่อุณหภูมิห้อง และกวนผสมทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นทำการสารที่ได้จากการสังเคราะห์ และนำไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นบด จะได้ผง B-HA ซีเมนต์ โดยขั้นตอนการสังเคราะห์โบโรไฮดรอกซีอะพาไทต์ จะแสดงดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เติมโบรอน (Boron hydroxyapatite: B-HA)

### 3.3.3.3 การวิเคราะห์ซีเมนต์เชื่อมกระดูกที่สังเคราะห์ได้

การวิเคราะห์วัฏภาค (Phase) ของผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ และผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีการเติมโบรอนลงไปร้อยละ 10 และ 20 โดยโมลของฟอสฟอรัสโดยใช้เทคนิค XRD มีการเตรียมตัวอย่างที่ใช้วิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้คือ บดผงตัวอย่างให้ละเอียดด้วยโกร่ง (Mortar) เพื่อให้ผงตัวอย่างมีความละเอียด จากนั้นทำการอัดผงตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ลงในที่ใส่ตัวอย่าง (Sample holder) แล้วจึงนำไปวิเคราะห์ ด้วยเทคนิค XRD โดยใช้ Ni เป็นตัวกรองรังสี  $\text{CuK}\alpha$ ,  $\lambda = 1.5406$  อังสตรอม  $2\theta = 10 - 60$  องศา และทำการเปรียบเทียบกับ Joint Committee Powder Diffraction Standard (JCPDS) ของไฮดรอกซีอะพาไทต์ หมายเลข (JCPDS No. 74-0565)

การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน (Functionals group) ของผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีการเติมโบรอนลงไปร้อยละ 10 และ 20 โดยโมลของฟอสฟอรัสการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) โดยใช้ในการทดสอบ Attenuated total reflectance (ATR) ซึ่งเป็นการเป็นเทคนิคอินฟราเรดในอีก รูปแบบหนึ่ง ที่มี กลไกการทำงานต่างไปจากเทคนิคอินฟราเรดแบบแสงทะลุผ่านสารตัวอย่าง (Transmission mode IR) โดย ATR แสงอินฟราเรดจะตกกระทบสารตัวอย่างซึ่งวางทาบอยู่บน Window cell มีการเตรียมตัวอย่างที่ใช้วิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้คือ บดผงตัวอย่างให้ละเอียดด้วยโกร่ง (Mortar) เพื่อให้ผงตัวอย่างมีความละเอียด จากนั้นทำการตัดผงตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ลงบน Window cell จึงทำการกดตัวกดตัวอย่างเพื่อทำการวิเคราะห์ โดยใช้ช่วงคลื่น (Wavelength number:  $\text{cm}^{-1}$ )  $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$

### 3.3.2 การเตรียมซีเมนต์เชื่อมกระดูกและวิเคราะห์คุณสมบัติของซีเมนต์เชื่อมกระดูก

การขึ้นรูปซีเมนต์เพื่อศึกษาอิทธิพลของสารละลายกรดซิตริกต่อความต้านแรงกดของไฮดรอกซีอะพาไทต์ ได้แก่

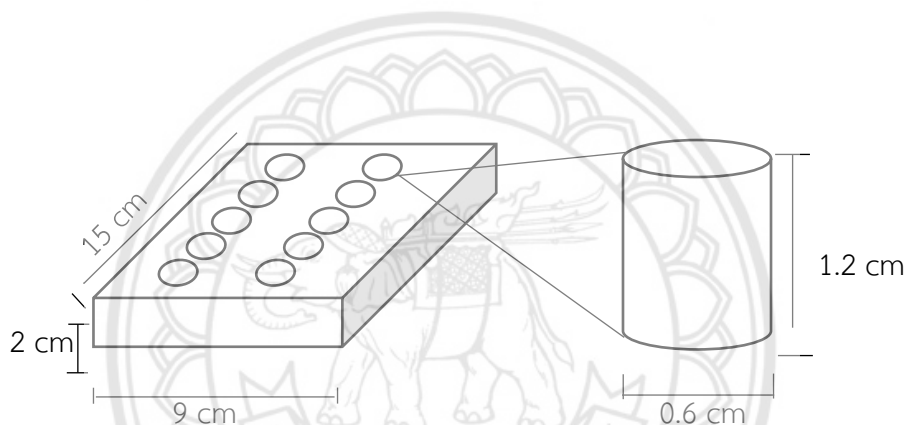
3.3.2.1 การศึกษาอิทธิพลของสารละลายกรดซิตริกต่อความต้านแรงกดของไฮดรอกซีอะพาไทต์

เปรียบเทียบผลของสารละลายที่ใช้เป็นของเหลวในการผสม HA ซีเมนต์เชื่อมกระดูกที่สังเคราะห์ได้โดยใช้ น้ำปราศจากไอออนและสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร เพื่อสังเกตการเปลี่ยนแปลงของวัฏภาค หมู่ฟังก์ชันและสมบัติความต้านทานแรงกดของซีเมนต์ โดยทำการชั่งผง HA ซีเมนต์ที่สังเคราะห์ได้ ดังตาราง 3.1 จากนั้นผสม HA ซีเมนต์กับน้ำปราศจากไอออนและสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร กำหนดอัตราส่วนของเหลวต่อผง (L/P ratio) เท่ากับ 0.8 มิลลิลิตรต่อกรัม จากนั้นนำไปขึ้นรูปในแม่แบบ ดังรูปที่ 3.3

รอให้ตัวอย่างเซตตัวแล้วทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 21 วัน แล้วจึงนำไปทดสอบหาค่าความต้านทานแรงอัด วิเคราะห์วัฏภาค หมูฟังก์ชัน และ สันฐานวิทยา เลือกสารละลายที่ให้ค่าความต้านทานแรงอัดที่ดีที่สุดไปทำการทดลองขั้นต่อไป

ตารางที่ 3.1 ความเข้มข้นของสารละลายกรดซิตริกและปริมาณที่ใช้ในการผสม

ความเข้มข้นสารละลายกรดซิตริก (%v)	ปริมาณสารละลายกรดซิตริก (ml)	ผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่สังเคราะห์ (g)
0	1.6	2
10	1.6	2



รูปที่ 3.3 แบบพิมพ์ชิ้นงานทดสอบ

3.3.2.2 การศึกษาอิทธิพลของโบรอนที่ผสมกับสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร ที่มีผลต่อความต้านทานแรงกด

เปรียบเทียบผลของสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร เพื่อสังเกตสมบัติความต้านทานแรงอัดของซีเมนต์ โดยผสมผงโบโรไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่มีการเติมโบรอนลงไปร้อยละ 10 (10%B-HA) และ 20 (20%B-HA) โดยโมลของฟอสฟอรัส กับสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร ดังตารางที่ 3.2 กำหนดอัตราส่วนของเหลวต่อผง (L/P ratio) เท่ากับ 0.8 มิลลิลิตรต่อกรัม ขึ้นรูปดังรูปที่ 3.3 รอให้ตัวอย่างเซตตัวแล้วทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 21 วัน แล้วจึงนำไปทดสอบหาค่าความต้านทานแรงอัดและวิเคราะห์วัฏภาค

ตารางที่ 3.2 ความเข้มข้นของสารละลายกรดซิตริกและปริมาณที่ใช้ในการผสม

ความเข้มข้นของสารละลาย กรดซิตริก (%v)	ปริมาณของ สารละลายกรดซิ ตริก (ml)	เปอร์เซ็นต์ โบรอน	ผงโบรอน-ไฮด รอกซีอาปาไทต์ (g)
10	1.6	10	2
10	1.6	20	2

3.3.2.3 ศึกษาอิทธิพลของสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นต่างๆ เพื่อสังเกตการเปลี่ยนแปลงของวัฏภาค สมบัติความต้านทานแรงกด ขนาดและลักษณะของซีเมนต์

เปรียบเทียบผลของสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 และ 20 โดยปริมาตร เพื่อสังเกตการเปลี่ยนแปลงของวัฏภาค สมบัติความต้านทานแรงกด และสันฐานวิทยาของซีเมนต์ โดยผสมผงโบรอนไฮดรอกซีอาปาไทต์ร้อยละ 20 โมลโดยฟอสฟรัสกับสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นต่างๆ ดังตารางที่ 3.3 กำหนดอัตราส่วนของเหลวต่อผง (L/P ratio) เท่ากับ 0.8 มิลลิลิตรต่อกรัม ขึ้นรูปดังรูปที่ 3.3 รอให้ตัวอย่างเซตตัวแล้วทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 21 วันแล้วจึงนำไปทดสอบหาค่าความต้านทานแรงอัด วิเคราะห์วัฏภาคเพื่อสังเกตการเปลี่ยนแปลงของวัฏภาคขนาดและลักษณะของซีเมนต์หลังจากผสมสารละลาย

ตารางที่ 3.3 ความเข้มข้นของสารละลายกรดซิตริกและปริมาณที่ใช้ในการผสม

ความเข้มข้นสารละลายกรดซิตริก (%v)	ปริมาณสารละลาย กรดซิตริก (ml)	โบรอน-ไฮดรอกซีอาปาไทต์ 20%B-HA (g)
10	1.6	2
20	1.6	2

### 3.3.3 การทดสอบชิ้นงาน

3.3.3.1 ทดสอบความต้านทานแรงกด (Compressive strength) ของ HA และ B-HA ซีเมนต์ ในการวิเคราะห์ในขั้นตอนนี้จะทำการทดสอบตามมาตรฐานของ American Standard Test Method (ASTM F451-9a) (ASTM 1999) โดยเตรียมตัวอย่างที่ใช้ในการทดสอบเป็นรูปทรงกระบอก (Cylindrical) ที่มีขนาดความสูงต่อเส้นผ่านศูนย์กลาง (Height to diameter ratio)

เท่ากับ 2 และได้ระนาบ ทดสอบโดยใช้เครื่องทดสอบแรงกด (Compression machine) ที่โหลด 5 kN โดยใช้ความเร็วการกด 1 mm/min โดยทำซ้ำ 3 ชั้นต่อ 1 ตัวอย่าง บันทึกค่าและคำนวณค่าความต้านทานแรงกด ดังสมการที่ 3.2

$$\begin{aligned} \text{ความต้านทานแรงกด (N/cm}^2\text{)} &= \frac{\text{แรง (N)}}{\text{พื้นที่ผิวหน้าตัด}} \\ &= \frac{\text{แรง (N)}}{\pi r^2} \end{aligned} \quad (3.2)$$

โดยที่  $\pi$  = 22/7 หรือ 3.1428

$r$  = รัศมีของแท่งตัวอย่าง (เซนติเมตร: cm)

และ 1 N/Cm<sup>2</sup> เท่ากับ 1 ปากาล (Pa)

1 Pa เท่ากับ 1 × 10<sup>-6</sup> เมกะปากาล (MPa)

3.3.3.2 การวิเคราะห์วัฏภาค (Phase) ของไฮดรอกซีอะพาไทต์และโบรอนไฮดรอกซีอะพาไทต์การเตรียมตัวอย่างที่ใช้วิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้คือ หลังจากทดสอบความต้านทานแรงกด จากนั้นทำการอัดตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ลงในที่ใส่ตัวอย่าง (Sample holder) แล้วจึงนำไปวิเคราะห์ ด้วยเครื่อง XRD โดยใช้ Ni เป็นตัวกรองรังสี CuK $\alpha$ ,  $\lambda = 1.5406$  อังสโตม  $2\theta = 10 - 60$  องศา และทำการเปรียบเทียบกับ Joint Committee Powder Diffraction Standard (JCPDS) ของไฮดรอกซีอะพาไทต์ หมายเลข (JCPDS No. 74-0565)

3.3.3.3 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน (Functionals group) ของไฮดรอกซีอะพาไทต์และโบโรไฮดรอกซีอะพาไทต์การเตรียมตัวอย่างที่ใช้วิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้คือ หลังจากทดสอบความต้านทานแรงกด ทำการอัดตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ลงในที่ใส่ตัวอย่างการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) โดยใช้การทดสอบ Attenuated total reflectance (ATR) แสงอินฟราเรดจะตกกระทบสารตัวอย่างซึ่งวางทาบอยู่บน Window cell กดตัวอย่างเพื่อทำการวิเคราะห์ โดยใช้ช่วงคลื่น 400 – 4000 cm<sup>-1</sup>

3.3.3.4 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM) ของไฮดรอกซีอะปาไทต์และโบโรไฮดรอกซีอะปาไทต์การเตรียมตัวอย่างที่ใช้วิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้คือ หลังจากทดสอบความต้านทานแรงกด ดัดชิ้นงานทดสอบบน Stub ด้วย Silver paint รอจนแห้ง เคลือบชิ้นตัวอย่างด้วยทอง นำ Stub ไปติดตั้งบนเครื่อง SEM และทำการทดสอบในสภาวะ 10 กิโลโวลต์ (kV) ถ่ายที่กำลังขยาย 10000 และ 25000 บันทึกลงและวิเคราะห์ผล

### 3.4 สรุปผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

3.4.1 ผลการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะปาไทต์และโบโรไฮดรอกซีอะปาไทต์

3.4.2 ผลการทดสอบอิทธิพลของสารละลายต่อความต้านทานแรงกดของไฮดรอกซีอะปาไทต์

3.4.3 อิทธิพลของโบรอนที่ผสมกับสารละลายกรดซิดริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร ที่มีผลต่อความต้านทานแรงกด

3.4.4 ศึกษาอิทธิพลของสารละลายกรดซิดริกความเข้มข้นต่างๆ เพื่อสังเกตการเปลี่ยนแปลงของภูมิภาค สมบัติความต้านทานแรงกด ขนาดและลักษณะของซีเมนต์หลังจากผสมสารละลาย

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและการวิเคราะห์

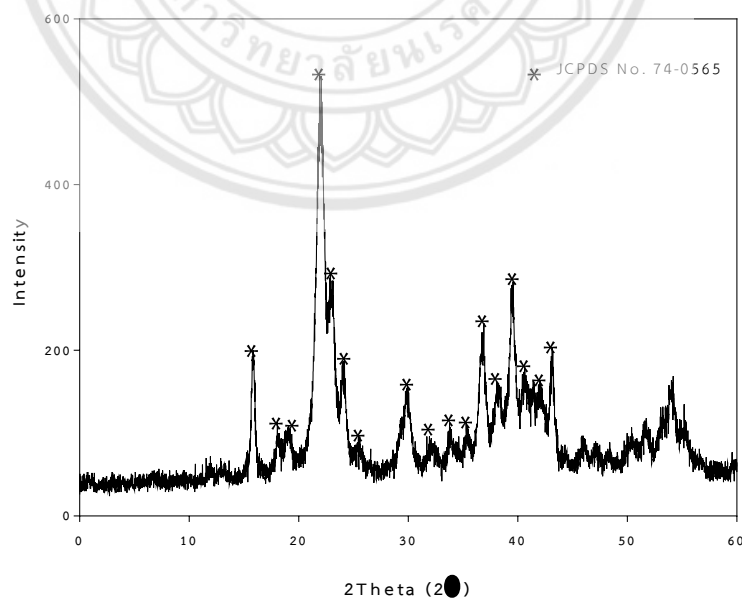
ในบทนี้จะกล่าวถึงผลการทดลอง และการวิเคราะห์ผลการทดลองของการสังเคราะห์ ไฮดรอกซีอะพาไทต์ และการสังเคราะห์โบโรไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่ ศึกษาอิทธิพลของสารละลายที่มีผล ต่อสมบัติความต้านทานแรงกดของซีเมนต์ ศึกษาอิทธิพลของโบรอนที่มีผลต่อสมบัติความต้านทาน แรงกด และศึกษาอิทธิพลของสารละลายโดยใช้สารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 และ 20 โดยปริมาตร เพื่อเปรียบเทียบสมบัติความต้านทานแรงกดแสดงรายละเอียดดังนี้

#### 4.1 ผลการวิเคราะห์ผงซีเมนต์ที่สังเคราะห์ได้

การสังเคราะห์ HA และ B-HA ที่เติมโบรอนเข้าไปในโครงสร้างร้อยละ 10 ( 10%B-HA) และ 20 (20% B-HA) โดยโมลของฟอสฟอรัส โดยทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิห้อง ในบรรยากาศปกติ ทำการ กรองและอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

##### 4.1.1 ผลการศึกษารูปร่างของ HA ซีเมนต์ที่สังเคราะห์ได้

ผงของ HA ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการตกตะกอนร่วม ที่อุณหภูมิห้อง และอบที่ อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่า มีรูปร่างที่ คล้ายคลึงกับ HA (JCPDS No.74-0565) ดังจะแสดงในรูปที่ 4.1

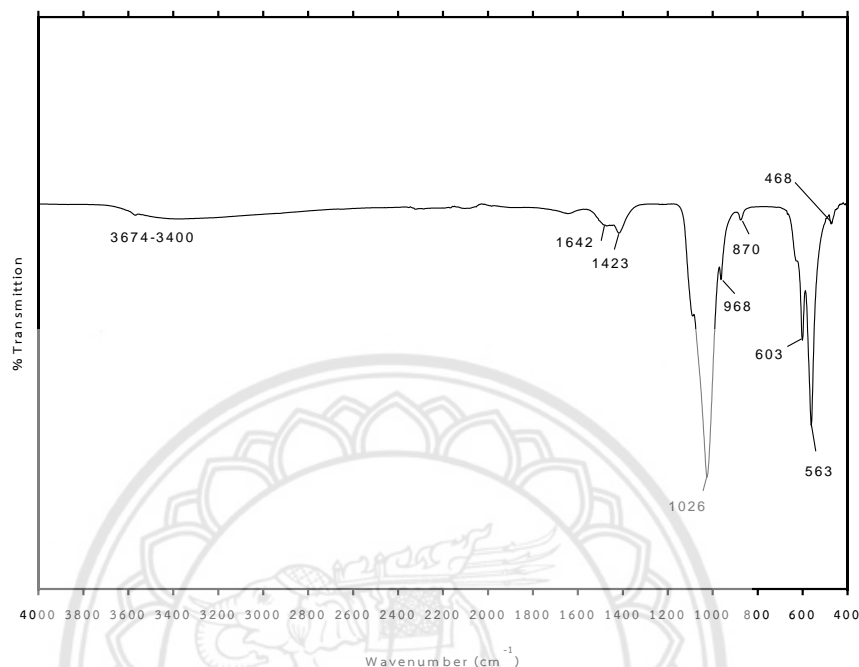


รูปที่ 4.1 แสดงพิก XRD ของ HA ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการตกตะกอนร่วม ที่อุณหภูมิห้อง อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง (\* HA JCPDS หมายเลข 74-0565)



#### 4.1.2 ผลการศึกษาหมู่ฟังก์ชันัลของ HA

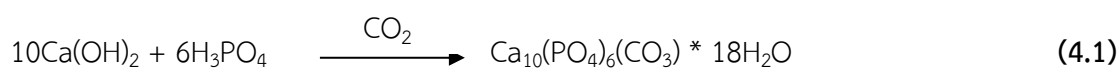
ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันัลของ HA ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิห้อง ด้วยเทคนิค FT-IR ดังจะแสดงในรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.2 อินฟราเรดสเปกตรัมของ HA ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการตกตะกอน ที่อุณหภูมิห้อง อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

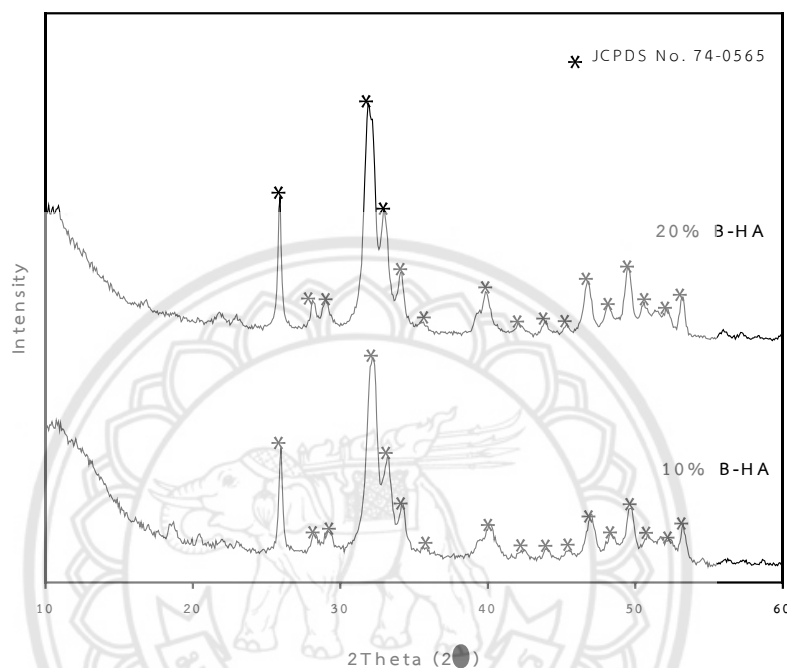
หมู่ฟังก์ชันัลที่เป็นหมู่ฟังก์ชันที่อยู่ในรูปของไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีสูตรทางเคมีคือ  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  ดังแสดงที่ตารางที่ 2.1 จากการวิเคราะห์ผลของ HA ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการตกตะกอนร่วม พบว่าเกิดพีคของไฮดรอกไซด์ (OH) ที่ 3674 และ 1642  $\text{cm}^{-1}$  พีคที่ 1423  $\text{cm}^{-1}$  เป็นการสั่นแบบ C-O str. ของ  $\text{CO}_3^{2-}$  พีคช่วงที่ 1030 $\text{cm}^{-1}$ – 970  $\text{cm}^{-1}$  เป็นการสั่นแบบ P-O Stretching (str.) ของ  $\text{PO}_4^{3-}$  และพีคช่วงที่ 610 $\text{cm}^{-1}$ –450 $\text{cm}^{-1}$ เป็น P-O bend ของ  $\text{PO}_4^{3-}$

จากผลของ FT-IR สามารถสรุปได้ว่าผง HA ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิห้อง ในบรรยากาศปกตินั้นทำให้ได้คาร์บอเนตอะพาไทต์ (Carbonate apatite:  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{CO}_3) \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) ดังสมการที่ 4.1 เนื่องจาก พีคของ FT-IR ที่ 1423  $\text{cm}^{-1}$  นั้นเป็นพีคที่แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน C-O ของ  $\text{CO}_3^{2-}$  (A. Anwar et al. 2016)



#### 4.1.3 ผลการศึกษาวัฏภาคของไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เติมโบรอนร้อยละ 10 และ 20 โดยโมลของฟอสเฟต B-HA ซีเมนต์ที่สังเคราะห์ได้

ผงของ B-HA ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการตกตะกอนร่วม ที่อุณหภูมิห้อง และอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง พบว่า ผง B-HA ทั้งสองมีวัฏภาคคล้ายคลึงกับ HA ที่มีวัฏภาคที่คล้ายคลึงกับ HA (JCPDS No. 74-0565) ดังแสดงในรูปที่ 4.3

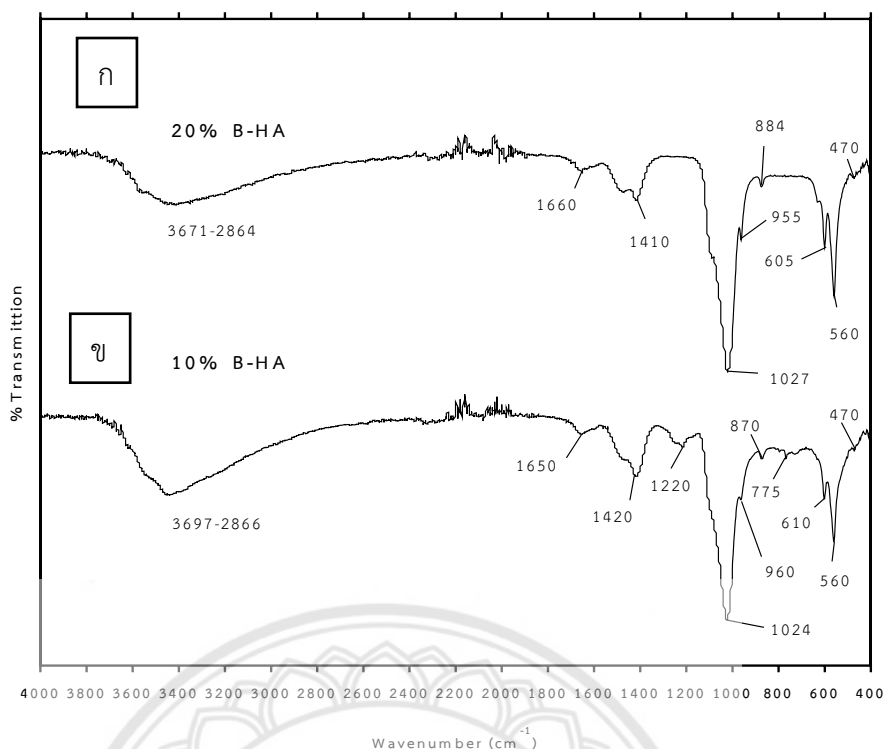


รูปที่ 4.3 แสดงพีค XRD ของ 10% B-HA และ 20% B-HA ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการตกตะกอนร่วม ที่อุณหภูมิห้อง อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง (\* HA JCPDS หมายเลข 74-0565)

จากผลการสังเคราะห์ข้างต้นพบว่าเมื่อมีการเติมโบรอนลงไปโครงสร้างของ HA ร้อยละ 10 และ 20 โดยโมลของฟอสเฟต ไม่ทำให้วัฏภาคของ HA เกิดการเปลี่ยนแปลง

#### 4.1.2 ผลการศึกษาหมู่ฟังก์ชันของ B-HA ด้วยเทคนิค FT-IR

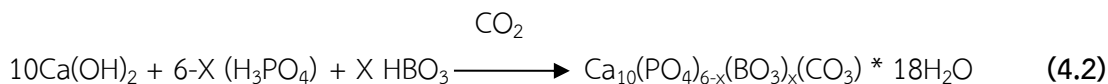
ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน ผงของ B-HA ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการตกตะกอนร่วม ที่อุณหภูมิห้อง ดังแสดงในรูปที่ 4.4



รูปที่ 4.4 อินฟราเรดสเปกตรัมของ (ก) 10%B-HA และ (ข) 20%B-HA ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการตกตะกอนร่วม ที่อุณหภูมิห้อง และอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

จากรูปที่ 4.4 จะพบที่พีกอินฟราเรดสเปกตรัมช่วง  $3697\text{ cm}^{-1}$ – $2864\text{ cm}^{-1}$  และ  $1642\text{ cm}^{-1}$  เป็นของหมู่ไฮดรอกไซด์ (OH) พีกที่  $1423\text{ cm}^{-1}$  เป็นการสั่นแบบ C-O str ของ  $\text{CO}_3^{2-}$  จากรูปที่ 4.4 (ก) พบพีกในช่วง  $1220\text{ cm}^{-1}$  เป็นตำแหน่งของ B-O str. ของ  $\text{BO}_3$  สำหรับ B-HA ที่เติมโบรอนลงร้อยละ 20 โดยโมลของฟอสฟอรัส ซึ่งแสดงในรูป (ข) ไม่พบการเปลี่ยนแปลงในช่วงนี้ สาเหตุเนื่องจากเกิดข้อผิดพลาดในการทำการทดลอง และการสั่นแบบ P-O str. ของ  $\text{PO}_4^{3-}$  พบพีกกว้างในช่วง  $1030\text{ cm}^{-1}$ – $950\text{ cm}^{-1}$  แถบพีกช่วงที่  $610\text{ cm}^{-1}$ – $450\text{ cm}^{-1}$  เป็น P-O bend ของ  $\text{PO}_4^{3-}$  พบทั้ง 10% B-HA และ 20%B-HA

จากผลการวิเคราะห์ FT-IR สรุปได้ว่าผงของ B-HA ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการตกตะกอนร่วม ที่อุณหภูมิห้อง ในบรรยากาศปกติ นั้น มี  $\text{BO}_3$  และ  $\text{CO}_3$  เข้าไปในโครงสร้างของ HA ได้ ดังสมการที่ 4.2 เนื่องจาก พีกของ FT-IR ที่  $1423\text{ cm}^{-1}$  นั้นเป็นพีกที่แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน C-O ของ  $\text{CO}_3^{2-}$  และพีกในช่วง  $1220\text{ cm}^{-1}$  เป็นตำแหน่งของ B-O str. ของ  $\text{BO}_3$



จากผลการทดลองข้างต้นแสดงให้เห็นว่าสามารถสังเคราะห์ HA ด้วยกระบวนการตกตะกอนร่วมได้ และโบรอนนั้นสามารถเข้าไปอยู่ในโครงสร้างของ HA ได้ โดยจะเห็นได้จากพีคของ XRD ที่มีความคล้ายคลึงกันกับ HA โดยแสดงในรูปที่ 4.1 และ 4.2 และผลของ FT-IR (รูปที่ 4.4) แสดงให้เห็นว่ามีโบรอนอยู่ภายในผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ แต่การสังเคราะห์ HA และ B-HA ที่อุณหภูมิห้องที่บรรยากาศปกติ นั้นจะมีคาร์บอเนต (Carbonate:  $\text{CO}_3$ ) เข้าไปเจือปนอยู่ในโครงสร้างของ HA ซึ่งทำให้ HA ที่สังเคราะห์ได้ไม่มีความบริสุทธิ์ ซึ่งจะแสดงดังสมการที่ 4.1 และ 4.2

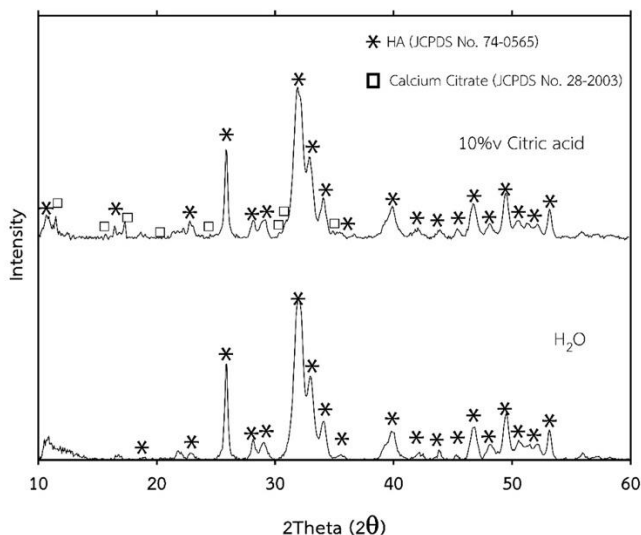
แต่อย่างไรก็ตาม การเจือปนด้วย  $\text{CO}_3$  นั้นไม่เกิดความเป็นพิษในร่างกาย เนื่องจากในองค์ประกอบทางเคมีของกระดูกมนุษย์นั้นก็มี  $\text{CO}_3$  เป็นองค์ประกอบเช่นเดียวกัน

#### 4.2 ผลการทดสอบอิทธิพลของสารละลายที่ส่งผลต่อความต้านแรงกดของ HA ซีเมนต์

การศึกษาอิทธิพลอิทธิพลของสารละลายกรดซิตริกต่อความต้านแรงกดของ HA โดยใช้ น้ำปราศจากไอออนและสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร โดยผสมซีเมนต์ด้วยอัตราส่วนของเหลวต่อผงซีเมนต์แห้ง (L/P ratio) เท่ากับ 0.8 มิลลิลิตรต่อกรัม (mL/g) โดยเตรียมแท่งตัวอย่างขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 6 มิลลิเมตร สูง 12 มิลลิเมตร และเก็บตัวอย่างไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 21 วัน

##### 4.2.1 ผลการศึกษาวัฏภาคของ HA ซีเมนต์ที่ผสมด้วยน้ำปราศจากไอออนและสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร

จากรูปที่ 4.5 แสดงพีค XRD ของ HA โดยใช้ของเหลวที่ใช้ผสมซีเมนต์ได้แก่น้ำปราศจากไอออนและสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร พบว่ายังคงมีวัฏภาคที่คล้ายคลึงกับ HA (JCPDS No.74-0565)

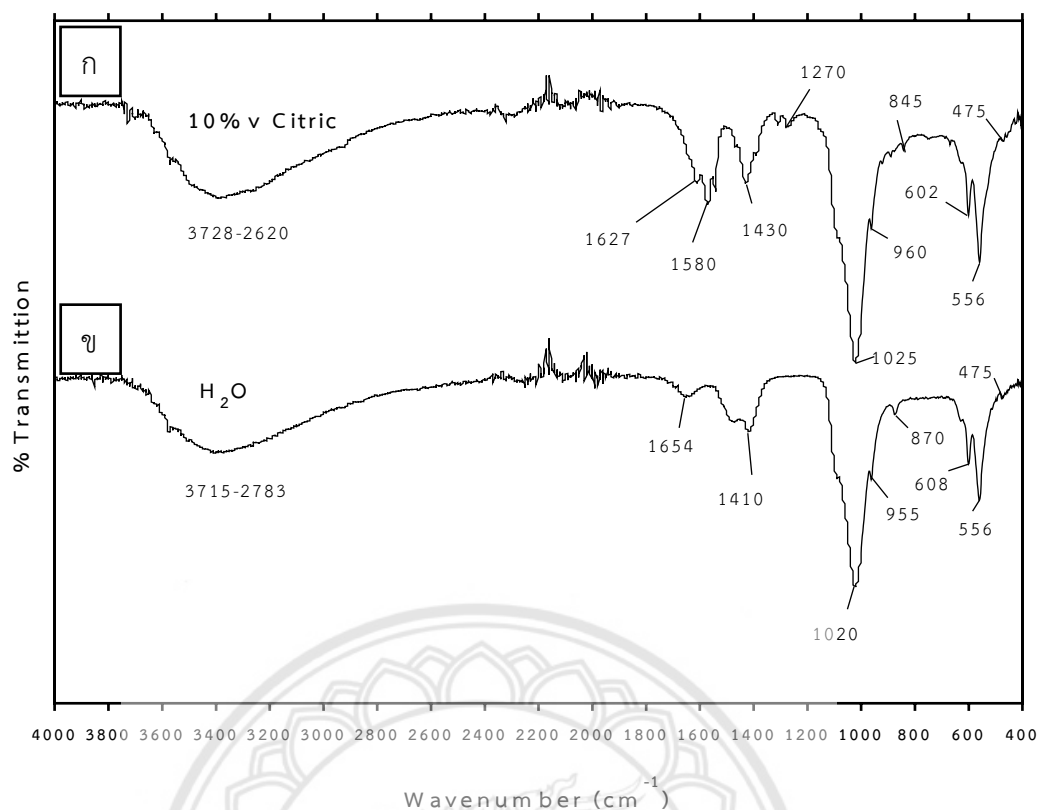


**รูปที่ 4.5** แสดงพีค XRD ของ HA โดยใช้สารละลายที่ผสมซีเมนต์ได้แก่น้ำปราศจากไอออน และ สารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร และ L/P ratio เท่ากับ 0.8 มิลลิลิตรต่อกรัม เก็บที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 21 วัน

จากรูปที่ 4.5 แสดงพีค XRD ของ HA โดยใช้สารละลายที่ใช้ผสมซีเมนต์ได้แก่น้ำปราศจาก ไอออน และสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร พบว่า HA ซีเมนต์ที่ผสมกับน้ำ ปราศจากไอออน พบเพียงวัฏภาคของ HA เท่านั้น แต่ในขณะเดียวกัน HA ซีเมนต์ที่ผสมกับ สารละลายกรดซิตริกพบ 2 วัฏภาค คือ วัฏภาคของ HA (JCPDS No.74-0565) และแคลเซียม- ซิตเรท JCPDS หมายเลข 28-2003 (D.N: Misra. 1996) เนื่องจาก HA ทำปฏิกิริยากับสารละลายกรด ซิตริกกลายเป็นแคลเซียมซิตเรท (Calcium citrate)

#### 4.2.2 ผลการศึกษาหมู่ฟังก์ชันของ HA ซีเมนต์ที่ผสมกับน้ำปราศจากไอออนและสารละลาย กรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร

ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันนำลกรูปผงของ HA ซีเมนต์ที่ผสมกับน้ำปราศจากไอออน และ สารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิห้อง ดังแสดงในรูปที่ 4.6

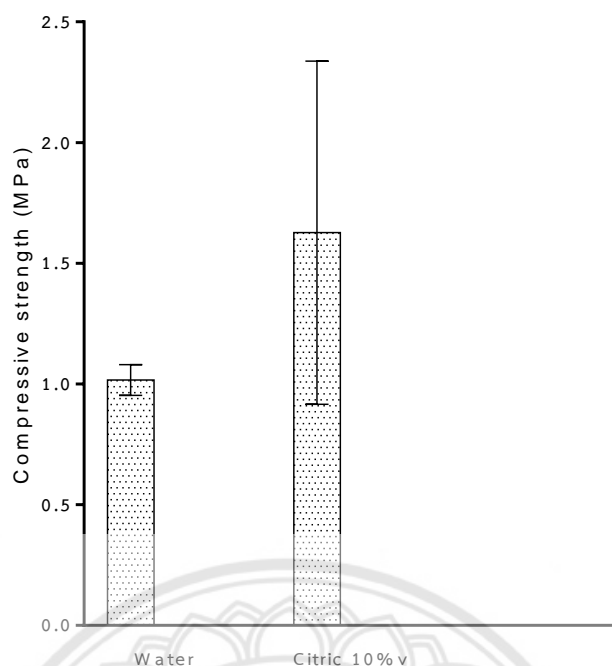


รูปที่ 4.6 อินฟราเรดสเปกตรัมของ (ก) HA ซีเมนต์ผสมกับน้ำปราศจากไอออน และ (ข) HA ซีเมนต์ผสมสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร และ L/P ratio เท่ากับ 0.8 มิลลิลิตรต่อกรัม เก็บที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 21 วัน

จากรูปที่ 4.6 อินฟราเรดสเปกตรัมของ HA ผสมกับน้ำปราศจากไอออน (ก) พบพิกที่สำคัญที่เพิ่มเข้ามาใน อินฟราเรดสเปกตรัมในช่วง  $1590\text{ cm}^{-1}$ – $1500\text{ cm}^{-1}$  เป็นตำแหน่งพิกของ C-C str. ของสารละลายกรดซิตริก พิกช่วง  $1220\text{ cm}^{-1}$  เป็นตำแหน่งพิกของ C-O str. ของเอสเทอร์นอกจากนี้ พบพิกในช่วงของ  $856\text{ cm}^{-1}$ – $845\text{ cm}^{-1}$  เป็นตำแหน่งพิกของ O-O str. ที่เกิดจากการเชื่อมโยงระหว่างสารละลายกรดซิตริกกับ HA ส่วนในรูปที่ 4.6 (ข) ซึ่งเป็นการผสมซีเมนต์กับน้ำปราศจากไอออน พบอินฟราเรดสเปกตรัมที่คล้ายคลึงกับที่เป็นอินฟราเรดสเปกตรัมของผง HA ซีเมนต์ ซึ่งก็คือ HA ที่ผสมกับน้ำปราศจากไอออนไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงของหมู่ฟังก์ชัน

#### 4.2.3 ผลการทดสอบความต้านแรงกดของ HA ซีเมนต์

การทดสอบเปรียบเทียบความต้านแรงกดของ HA ที่ใช้สารละลายที่เป็นน้ำปราศจากไอออน และสารละลายกรดซิตริก ความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร ในการขึ้นรูปที่อุณหภูมิห้อง

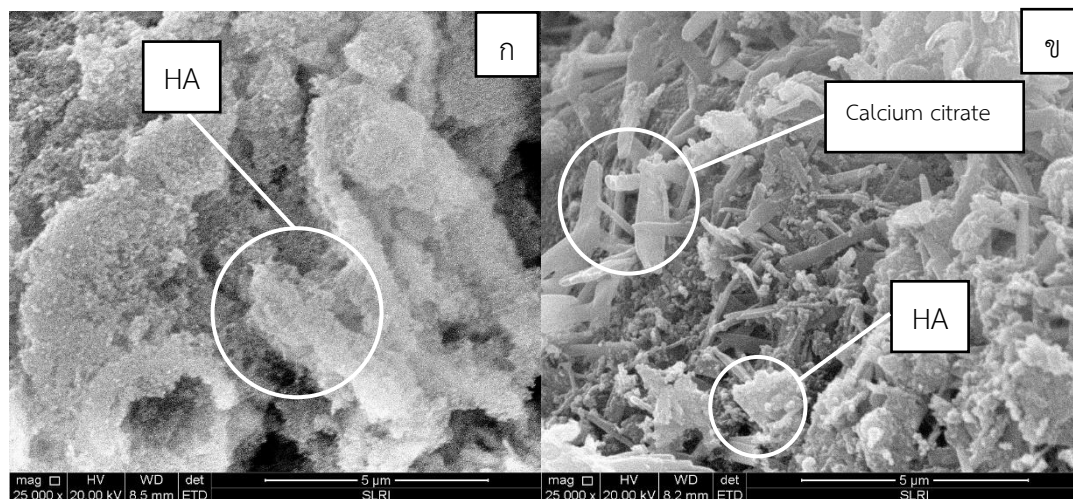


รูปที่ 4.7 แสดงค่าความต้านทานแรงกดของซีเมนต์ HA โดยใช้ของเหลวที่ใช้ผสมซีเมนต์ได้แก่ น้ำปราศจากไอออน และสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร และ L/P ratio เท่ากับ 0.8 มิลลิลิตรต่อกรัม เก็บที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 21 วัน

จากการผสมน้ำปราศจากไอออนและสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร เมื่อเปรียบเทียบค่าความต้านทานแรงกดของ HA ซีเมนต์ที่สังเคราะห์ได้กับสารละลายที่เตรียมซีเมนต์ พบว่า สารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร ให้ค่าความต้านทานแรงกด คือ 1.63 เมกะปาสคาลซึ่งสูงกว่าน้ำปราศจากไอออนที่ให้ค่าความต้านทานแรงกดอยู่ที่ 1.01 เมกะปาสคาล ดังแสดงในรูปที่ 4.7

#### 4.2.3 ผลการวิเคราะห์ ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของ HA ที่ผสมกับน้ำปราศจากไอออนและสารละลายกรดซิตริก

การวิเคราะห์ลักษณะและขนาดอนุภาคของ HA ที่ผสมด้วยน้ำปราศจากไอออนและกรดซิตริก ด้วยเทคนิค SEM ดังแสดงในรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.8 ภาพถ่าย SEM ของ (ก.) HA ซีเมนต์ที่ผสมกับน้ำปราศจากไอออน (ข.) HA ซีเมนต์ที่ผสมกับสารละลายกรดซิตริก ที่กำลังขยาย 25,000 เท่า

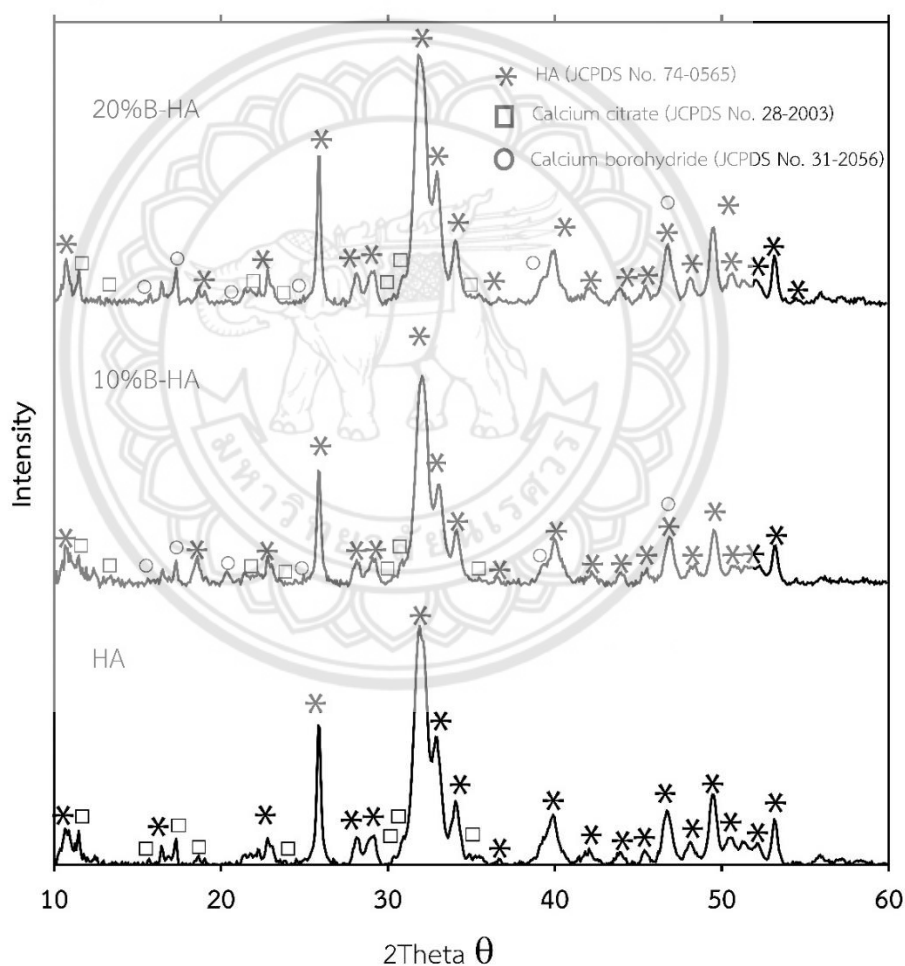
จากภาพถ่าย (ก.) SEM ของ HA ซีเมนต์ที่ผสมกับน้ำปราศจากไอออน พบว่าผลึกมีขนาดเล็กมากและไม่ต่อเนื่อง เนื่องจากอนุภาคของ HA ซีเมนต์ที่สังเคราะห์ได้นั้นมีขนาดอนุภาคที่เล็กมาก ทำให้ผลึกเกิดจากแรงดึงดูดระหว่างอนุภาคทำให้เกาะกันเป็นก้อน และเมื่อผสมน้ำเข้าไปจึงทำให้เกิดผลึกของ HA ที่ไม่ต่อเนื่องกัน จึงส่งผลต่อความต้านทานแรงกดของซีเมนต์ ดังแสดงในรูปที่ 4.7 แต่ในขณะเดียวกัน เมื่อสารละลายกรดซิตริกไปทำปฏิกิริยากับ Ca ใน HA นั้นทำให้เกิดผลึกของแคลเซียมซิเตรท (Calcium citrate) (M.H. Al-Khaldi et al. 2007, E. Skwarek, W. Janusz and D. Sternik. 2013) ดังแสดงจากผลการวิเคราะห์วิเคราะห์ภาคของ HA ที่ผสมกับสารละลายกรดซิตริกที่ความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร (รูปที่ 4.5) และในรูปที่ 4.7 (ข) ที่แสดงลักษณะผลึกของแคลเซียมซิเตรท (Calcium citrate) มีลักษณะเป็นแผ่นที่สานกันไปมาทำให้การยึดเกาะของอนุภาคมีความเหนียวแน่นมากขึ้น จึงทำให้ซีเมนต์มีค่าความต้านทานแรงกดที่เพิ่มขึ้น (รูปที่ 4.7) เมื่อ HA ผสมกับสารละลายกรดซิตริกเปรียบเทียบกับ HA ซีเมนต์ที่ผสมกับน้ำปราศจากไอออน ดังรูปที่ 4.8



### 4.3 อิทธิพลของโบรอนที่ผสมสารละลายกรดซिटริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตรที่ส่งผลถึงความต้านทานแรงกด

จากขั้นตอนที่ 4.2 พบว่าสารละลายกรดซिटริกส่งผลให้ค่าความต้านทานแรงกดที่เพิ่มสูงขึ้นของซีเมนต์ที่สังเคราะห์ได้ ดังนั้น การทดลองในส่วนนี้ทำการศึกษาอิทธิพลของสารละลายกรดซिटริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร ผสม 10%B-HA และ 10%B-HA ซีเมนต์เพื่อทำการเปรียบเทียบค่าความต้านทานแรงกด

#### 4.3.1 ผลการศึกษาวิฤภาคของ 10%BHA และ 20%B-HA ที่ผสมด้วยสารละลายกรดซिटริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร

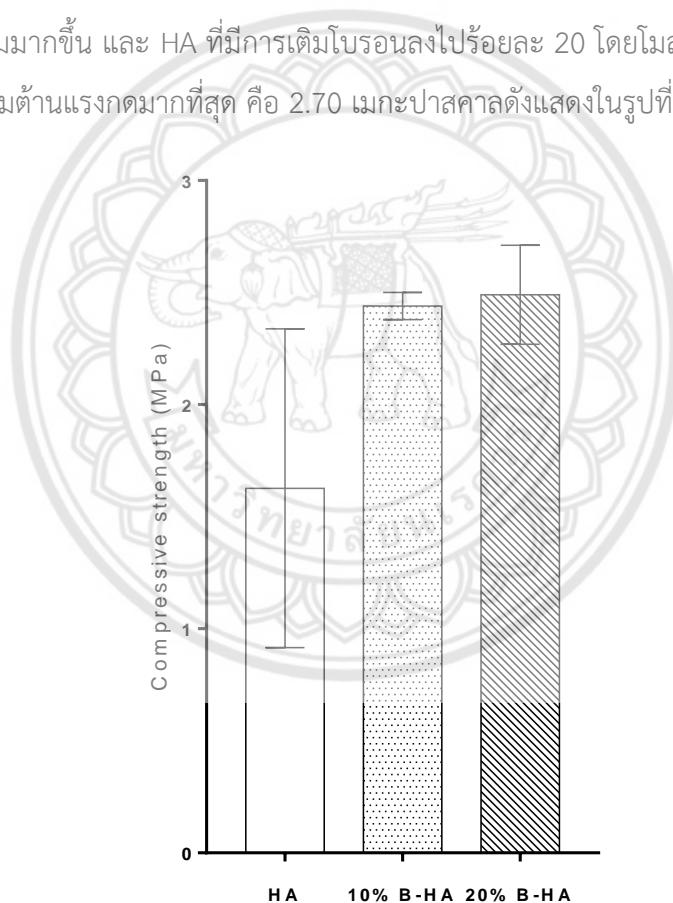


รูปที่ 4.9 แสดงพีค XRD ของ HA, 10%B-HA และ 20%B-HA ซีเมนต์ที่ผสมกับสารละลายกรดซिटริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร และ L/P ratio เท่ากับ 0.8 มิลลิลิตรต่อกรัม เก็บที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 21 วัน

จากรูปที่ 4.9 แสดงพีค XRD ของ 10%B-HA และ 20%B-HA ซีเมนต์ที่ผสมกับสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร พบ 3 วัฏภาคคือ HA (JCPDS หมายเลข 74-0565), วัฏภาคของ Calcium citrate (JCPDS หมายเลข 28-2003) และ Calcium borohydride (JCPDS หมายเลข 31-0256) ซึ่งเกิดจากการทำปฏิกิริยาของ Ca และ B ใน HA และสารละลายกรดซิตริก (B. Yilmaz and Z. Evis. 2016)

#### 4.3.2 ผลการทดสอบความต้านแรงกดของ HA และ B-HA ซีเมนต์ที่ผสมด้วยสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร

HA, 10%B-HA และ 20%B-HA ซีเมนต์โดยผสมสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร พบว่าความต้านทานแรงกดของซีเมนต์นั้นมีแนวโน้มที่เพิ่มสูงขึ้น เมื่อปริมาณของโบรอนเพิ่มมากขึ้น และ HA ที่มีโบรอนลงไปร้อยละ 20 โดยโมลของฟอสฟอรัส (20%B-HA) ให้ค่าความต้านแรงกดมากที่สุด คือ 2.70 เมกะปาสคาลดังแสดงในรูปที่ 4.10



รูปที่ 4.10 แสดงค่าความต้านทานแรงกดของซีเมนต์ HA, 10%B-HA และ 20%B-HA โดยใช้สารละลายกรดซิตริก ความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร และ L/P ratio เท่ากับ 0.8 มิลลิลิตรต่อกรัม เก็บที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 21 วัน

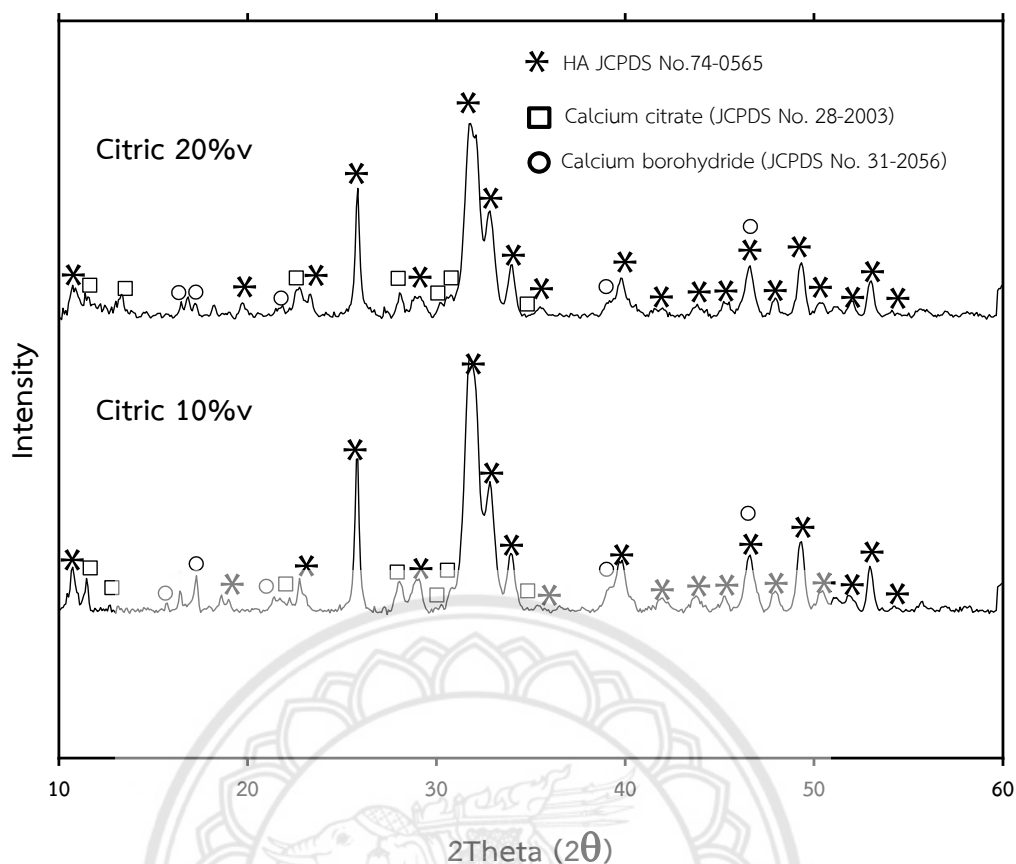
แต่อย่างไรก็ตาม 10%B-HA และ 20%B-HA ให้ค่าความต้านทานแรงกดที่ไม่ต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ดังนั้นจากผลการทดลองสามารถสรุปได้ว่าปริมาณของโบรอนที่เติมเข้าไปในโครงสร้าง HA นั้นไม่ส่งผลต่อค่าความต้านทานแรงกด แต่เนื่องจากวัตถุประสงค์ในการเติมโบรอนเข้าไปนั้นเพื่อการเพิ่มสมบัติในการดูดซึมแคลเซียมที่มีส่วนช่วยในการซ่อมแซมกระดูกที่เสียหาย ดังนั้นในการทดลองในขั้นต่อไปจึงเลือก HA ที่มีการเติมโบรอนลงไปร้อยละ 20 ร้อยละ 20 โดยโมลของฟอสฟอรัสไปศึกษาในขั้นตอนถัดไป

#### 4.4 อิทธิพลของความเข้มข้นของสารละลายกรดซिटริกต่อความต้านทานแรงกดของ 20%B-HA ซีเมนต์

จากขั้นตอนที่ 4.3 ได้ทำการเลือก HA ที่มีการเติมโบรอนลงไปร้อยละ 20 โดยโมลของฟอสฟอรัสในการศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นของสารละลายกรดซिटริกที่ความเข้มข้นร้อยละ 10 และ 20 โดยปริมาตร เพื่อเปรียบเทียบค่าความต้านทานแรงกดของ 20%B-HA ซีเมนต์ โดยใช้ L/P ratio เท่ากับ 0.8 มิลลิลิตรต่อกรัม เก็บที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 21 วัน

##### 4.4.1 ผลการศึกษาวิฤภาคของ 20%B-HA ซีเมนต์ที่ผสมด้วยสารละลายกรดซिटริกความเข้มข้นร้อยละ 10 และ 20 โดยปริมาตร

ผลการวิเคราะห์วิฤภาคของ B-HA ที่ใช้ผสมซีเมนต์สารละลายกรดซिटริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร พบว่ายังคงมีวิฤภาคที่คล้ายคลึงกับ HA (JCPDS No.74-0565)

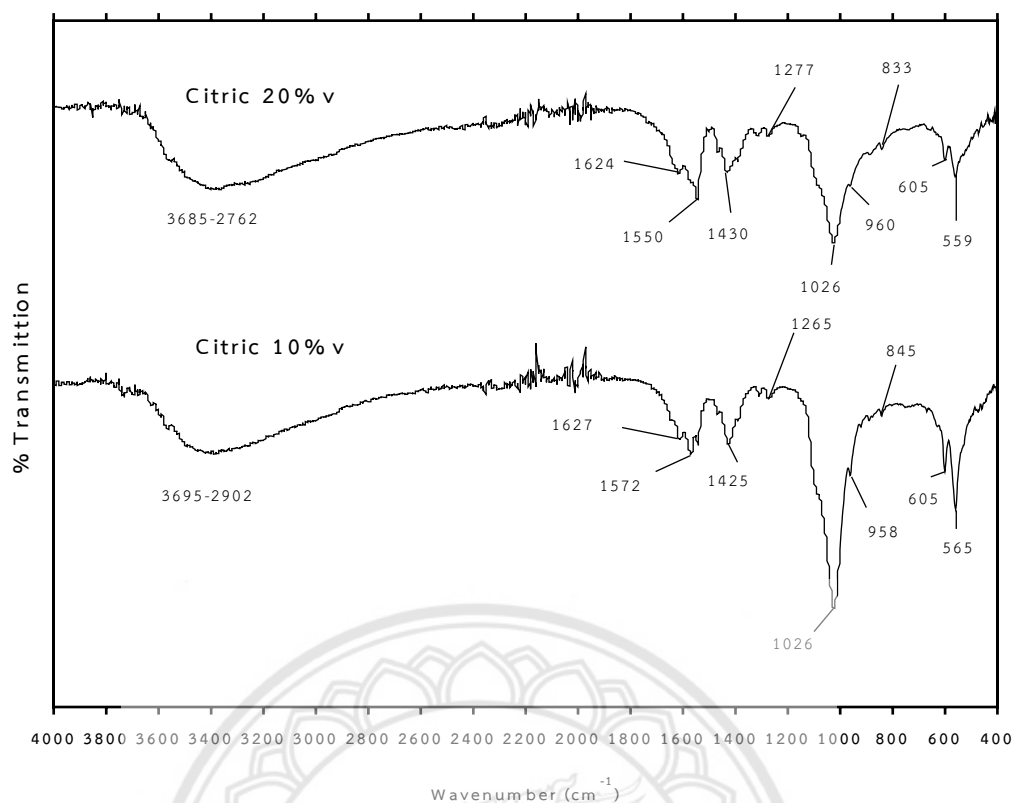


รูปที่ 4.11 แสดงพีค XRD ของ 20%B-HA ซีเมนต์ที่ผสมสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 และ 20 โดยปริมาตร (Citric 10%v และ Citric 20%v ตามลำดับ) โดยใช้ L/P ratio เท่ากับ 0.8 มิลลิลิตรต่อกรัม เก็บที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 21 วัน

จากรูปที่ 4.11 แสดงพีค XRD ของ 20%B-HA ซีเมนต์ที่ผสมสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 และ 20 โดยปริมาตร พบว่าวัฏภาคหลักคือ HA (JCPDS หมายเลข 74-0565) และมีวัฏภาคของ Calcium citrate (JCPDS หมายเลข 28-2003) และ Calcium borohydride (JCPDS หมายเลข 31-0256) ซึ่งให้ผลที่คล้ายคลึงกันกับขั้นตอนที่ 4.3.1

#### 4.4.2 ผลการศึกษาหมู่ฟังก์ชันของ 20%B-HA ซีเมนต์ที่ผสมด้วยสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 และ 20 โดยปริมาตร

ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของ 20%B-HA ซีเมนต์ที่ผสมด้วยสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 และ 20 โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิห้อง ดังแสดงในรูปที่ 4.12

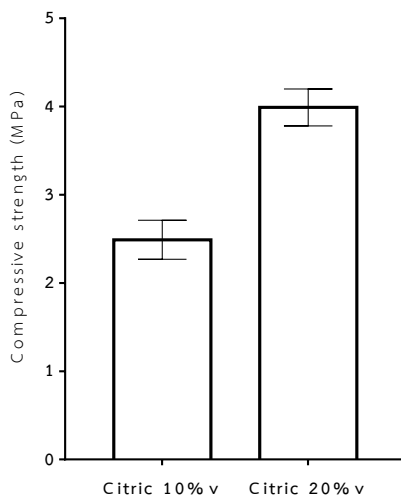


รูปที่ 4.12 อินฟราเรดสเปกตรัมของ 20%B-HA ซีเมนต์ที่ผสมกับสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 และ 20 โดยปริมาตร (Citric 10%v และ Citric 20%v ตามลำดับ) โดยใช้ L/P ratio เท่ากับ 0.8 มิลลิลิตรต่อกรัม เก็บที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 21 วัน

จากรูป 4.12 สรุปได้ว่าอินฟราเรดสเปกตรัมของ 20%B-HA ซีเมนต์ที่ผสมกับสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 20 โดยปริมาตร คล้ายคลึงกับอินฟราเรดสเปกตรัมของ 20%B-HA ซีเมนต์ที่ผสมกับสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร (รูปที่ 4.9)

#### 4.4.3 ผลการทดสอบความต้านแรงกดของ 20%B-HA ที่ผสมสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 และ 20 โดยปริมาตร

ค่าความต้านทานแรงกดจากการผสม 20%B-HA ซีเมนต์ที่ใช้สารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 และ 20 โดยปริมาตร ดังแสดงในรูปที่ 4.13

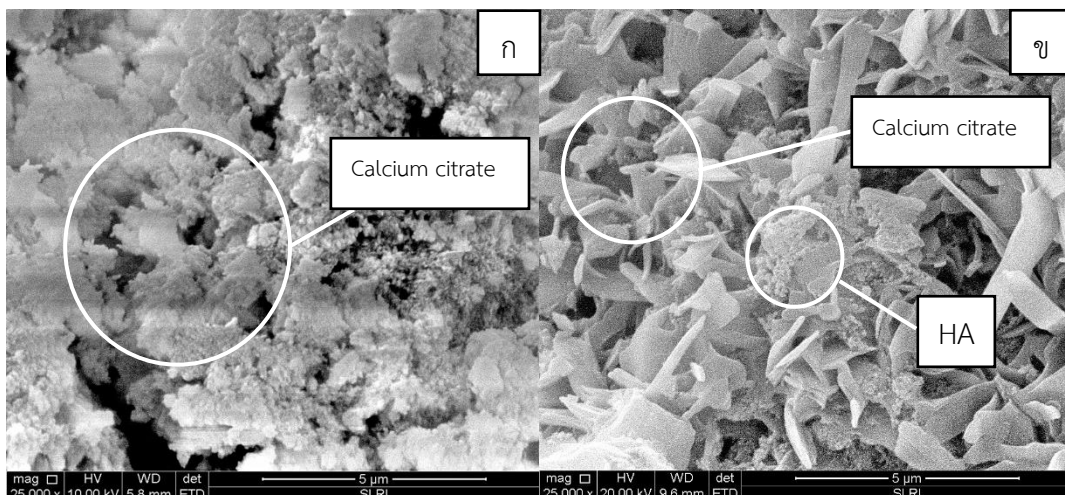


**รูปที่ 4.13** แสดงค่าความต้านทานแรงกดของซีเมนต์ B-HA โดยใช้สารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 และ 20 โดยปริมาตร ใช้ L/P ratio เท่ากับ 0.8 มิลลิลิตรต่อกรัม เก็บที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 21 วัน

จากรูปที่ 4.13 ผลการทดสอบค่าความต้านทานแรงกดของ 20%B-HA ซีเมนต์ที่ผสมกับสารละลายกรดซิตริกที่ความเข้มข้นต่างกัน พบว่าความต้านทานแรงกดของซีเมนต์นั้นมีแนวโน้มที่เพิ่มสูงขึ้น เมื่อความเข้มข้นของสารละลายกรดซิตริกที่เพิ่มมากขึ้น และค่าความต้านทานแรงกดมากที่สุด คือ 20%B-HA ที่ผสมกับสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 20 โดยปริมาตร คือ 4.00 เมกะปาสคาล

**4.4.4 ผลการวิเคราะห์ขนาดและลักษณะของ 20%B-HA ที่ผสมด้วยสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 และ 20 โดยปริมาตร**

การวิเคราะห์ลักษณะและขนาดอนุภาคของ 20%B-HA ที่ผสมด้วยสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 และ 20 โดยปริมาตร โดยใช้เทคนิค SEM แสดงในรูปที่ 4.14



รูปที่ 4.14 ภาพถ่าย SEM ของ 20%B-HA ที่ผสมกับ (ก.) สารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร และ (ข.) สารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 20 โดยปริมาตร ที่กำลังขยาย 25,000 เท่า

จากภาพถ่าย SEM จะเห็นว่าที่ (ก.) สารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 20 โดยปริมาตรเกิดผลึกรูปเข็มหนาแน่นมากกว่า (ข.) สารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร ซึ่งการมีผลึกรูปเข็มที่หนาแน่นมากกว่าจะส่งผลให้การยึดเกาะของอนุภาคมีความเหนียวแน่นมากขึ้น โดยที่ผลึกจะทำหน้าที่ขัดกัน และสานตัวกันระหว่างอนุภาคต่ออนุภาค จึงทำให้ซีเมนต์มีค่าความต้านทานแรงกดที่เพิ่มขึ้น (S. Sarda et al. 2002) ซึ่งสามารถสรุปได้ว่าสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นที่เพิ่มขึ้นทำให้สมบัติความต้านทานแรงกดเพิ่มขึ้น (รูปที่ 4.13)

จากผลการทดสอบข้างต้นที่กล่าวมา พบว่า สารละลายกรดซิตริกนั้นสามารถปรับปรุงค่าความต้านทานแรงกดของ HA และ B-HA ซีเมนต์ได้

## บทที่ 5

### บทสรุป และขอเสนอแนะ

ในบทนี้จะกล่าวถึงบทสรุปผลโครงการวิจัย ข้อเสนอแนะ การพัฒนา ปัญหาที่พบ และแนวทางการแก้ปัญหาของโครงการวิจัย โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

#### 5.1 บทสรุป

5.1.1. สามารถสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะปาไทต์และโบโรไฮดรอกซีอะปาไทต์โดยใช้กระบวนการตกตะกอนร่วมได้

5.1.2. HA ซีเมนต์ที่ผสมกับน้ำปราศจากไอออนมีผลต่อความต้านทานแรงกดของซีเมนต์ต่ำกว่าเมื่อเทียบกับ HA ซีเมนต์ที่ผสมกับสารละลายกรดซิตริก เนื่องจากสารละลายกรดซิตริกไปทำปฏิกิริยากับ Ca ใน HA ทำให้เกิดผลึกของแคลเซียมซิเตรทที่มีลักษณะเป็นแผ่นที่สานกันไปมา ทำให้การยึดเกาะของอนุภาคมีความเหนียวแน่นมากขึ้น ซึ่งเป็นสาเหตุทำให้ HA ซีเมนต์ที่ผสมกับสารละลายกรดซิตริกมีค่าความต้านทานแรงกดที่สูงกว่า HA ซีเมนต์ที่ผสมกับน้ำปราศจากไอออน

5.1.3 ปริมาณของโบรอนที่เติมเข้าไปในโครงสร้าง HA นั้นไม่ส่งผลต่อค่าความต้านทานแรงกด ดังแสดงได้จากโบรอนที่เติมลงไปโครงสร้างของ HA ซีเมนต์ในอัตราส่วนร้อยละ 10 และ 20 โดยโมลของฟอสฟอรัส ให้ค่าความต้านทานแรงกดที่ไม่ต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ (รูปที่ 4.10) เมื่อผสมกับสารละลายกรดซิตริก ความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร

5.1.4 ความเข้มข้นของสารละลายกรดซิตริกนั้น มีผลต่อการเกิดผลึกของแคลเซียมซิเตรทใน 20%B-HA ซีเมนต์ ดังแสดงให้เห็นจากรูปที่ 4.14 ที่แสดงลักษณะผลึกของ 20%B-HA ซีเมนต์ที่ผสมสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 20 โดยปริมาตร ได้ผลึกรูปแผ่นบางที่หนาแน่นมากกว่า จึงมีค่าความต้านทานแรงกดที่สูงกว่า 20%B-HA ซีเมนต์ที่ผสมสารละลายกรดซิตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร

5.1.5 สรุปโดยรวม สารละลายกรดซิตริกนั้นสามารถปรับปรุงค่าความต้านทานแรงกดของไฮดรอกซีอะปาไทต์ซีเมนต์และโบโรไฮดรอกซีอะปาไทต์ซีเมนต์ได้



## 5.2 ข้อเสนอแนะ และการพัฒนา

5.2.1 ควรมีการทดสอบหาอัตราการสลายตัวของซีเมนต์เชื่อมกระดูกที่สังเคราะห์ในสารละลายจำลองในร่างกายมนุษย์ (simulated Body Fluid: SBF) เพื่อให้รู้ถึงพฤติกรรมของซีเมนต์เชื่อมกระดูกที่สังเคราะห์ขึ้น เมื่ออยู่ในร่างกายมนุษย์

5.2.2 จากการศึกษาซีเมนต์เชื่อมกระดูกในลักษณะการใช้งานจะใช้งานภายในร่างกายควรทดสอบความเป็นพิษต่อร่างกาย (Biototoxicity) เช่น Alamar blue assay เพื่อเป็นการยืนยันว่าซีเมนต์ที่สังเคราะห์ได้นั้นไม่เป็นอันตรายต่อร่างกายมนุษย์

5.2.3 งานวิจัยนี้ได้ทำการเติมโบรอนเข้าไปในโครงสร้างของ HA เพื่อเพิ่มอัตราการดูดซึมแคลเซียมที่จะทำให้การซ่อมแซมกระดูกได้รวดเร็วยิ่งขึ้น ดังนั้น ควรมีการทดสอบ Alkaline phosphate, Osteocalcin และ Collagen assay เพื่อเป็นการยืนยัน



## เอกสารอ้างอิง

- นายไพรัช ทองละเอียด. (2553). การปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุชีวภาพเชิงประกอบไฮดรอกซีอะพาไทต์-อะลูมินาด้วยอนุภาคเซอร์โคเนีย. นครราชสีมา: มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
- A. Anwar. (2016). **Low temperature synthesis and characterization of carbonated hydroxyapatite nanocrystals.** Pakistan: University of Engineering and Technology, KSK Campus, GT Road, Lahore
- B. Yilmaz and Z. Evis. (2016). **Boron-substituted bioceramics: A review.** Turkey: Middle East Technical University.
- David L, Argenta L and Fisher D. (2005). **Hydroxyapatite cement in pediatric craniofacial reconstruction.** USA: University Baptist Medical Center.
- D.N. Misra. (1996). **Interaction of Citric Acid with Hydroxyapatite: Surface Exchange of Ions and Precipitation of Calcium Citrate.** USA: American Dental Association Health Foundation, Paffenbarger Research Center
- J. Biomed. (2002). **Synthesis and characterization of hydroxyapatite crystals : areview study on the analytical methods.** Greece: Department of Nanobiomedical Science, Dankook University.
- L. Jun, X. Shuping, G. Shiyang. (1995). **FT-IR and Raman spectroscopic study of hydrated borates, Spectrochim.** China: Institute of Salt Lakes, Academia Sinica, Xining.
- M.H. Al-Khalidi. (2007). **Reaction of citric acid with calcite.** Saudi Arabia: University of Adelaide.
- M. Nakamura, Z. Zhuang and M. Aizawa. (2013). **Fabrications of boron-containing apatiteceramics via ultrasonic spray- pyrolysis route and their surface properties.** Japan: Department of Applied Chemistry Meiji University.
- S. Sarda. (2002). **Kinetic study of citric acid influence on calcium phosphate bone cements as water-reducing agent.** Spain: Department of Materials Science and Metallurgy, Technological University of Catalonia.

## เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

- T.T. Demirtas, G. Kaynak, M. Gumusderelioglu. (2015). **Bone-like hydroxyapatite precipitated from 10xSBF-like solution by microwave irradiation.** Turkey: Bioengineering Engineering Department, Hacettepe University.
- Yang J, Webb AR and Ameer GA. (2004). **Novel citric acid-based biodegradable elastomers for tissue engineering.** China: National Natural Sciences Foundation of China.

