การสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์จากแหล่งธรรมชาติโดยวิธีไฮโดรเทอร์มัล

นางสาวดลยา ผลฉาย

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2544

ISBN 974-03-0464-8

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

SYNTHESIS OF HYDROXYAPATITE FROM NATURAL SOURCES BY HYDROTHERMAL METHOD

Miss Dolaya Polchai

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science in Ceramic Technology

Department of Materials Science
Faculty of Science
Chulalongkorn University

Academic Year 2001

ISBN 974-03-0464-8

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์จากแหล่งธรรมชาติโดยวิธีไฮโดรเทอร์มัล
โดย	นางสาวดลยา ผลฉาย
สาขาวิชา	เทคโนโลยีเซรามิก
อาจารย์ที่ปรึกษา	รองศาสตราจารย์ ดร.สุพัตรา จินาวัฒน์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญามหาบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์

(รองศาสตราจารย์ ดร.วันชัย โพธิ์พิจิตร)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ

(รองศาสตราจารย์เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร์)

..... อาจารย์ที่ปรึกษา

(รองศาสตราจารย์ ดร.สุพัตรา จินาวัฒน์)

..... กรรมการ

(Professor Dr. Shigetaka Wada)

..... กรรมการ

(อาจารย์ ดร. ศิริธันว์ เจียมศิริเลิศ)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ดลยา ผลฉาย : การสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์จากแหล่งธรรมชาติโดยวิธีไฮโดรเทอร์มัล. (SYNTHESIS OF HYDROXYAPATITE FROM NATURAL SOURCES BY HYDROTHERMAL METHOD) อ. ที่ปรึกษา :รศ. ดร. สุพัตรา จินาวัฒน์, 105 หน้า.
ISBN 974-03-0464-8

ได้ทำการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (hydroxyapatite) ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลโดยอาศัยปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้นได-แอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต ($(NH_4)_2HPO_4$) หรือสาร precursor ได้แก่ ไดแคลเซียมฟอสเฟตแอนไฮดรัส (DCPA) ไดแคลเซียมฟอสเฟตไดไฮเดรต (DCPD) และโมโนแคลเซียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต (MCPM) ซึ่งสกัดจากผลพลอยได้ของอุตสาหกรรมกระดูก $(NH_4)_2HPO_4$ และสาร precursor ทำปฏิกิริยากับ Ca^{2+} จาก $Ca(OH)_2$ หรือปะการัง (อะราโกไนต์ $CaCO_3$) ที่ภาวะต่างๆ ได้แก่ อัตราส่วน Ca/P ในช่วง 1.5-1.67 โดยโมล ในกรณีของ $Ca(OH)_2$ และอัตราส่วน Ca/P ในช่วง 1.4-1.67 โดยโมล ในกรณีของปะการัง ที่อุณหภูมิ 160-200 °C เป็นเวลา 4-7 ชั่วโมง ในการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์บนผิวปะการังด้วยได-แอมโมเนียมไฮโดรเจน ออร์โทฟอสเฟต ($(NH_4)_2HPO_4$) ได้เฟสหลักเป็นเบต้า-ไตรแคลเซียมฟอสเฟต (β-TCP) ไฮดรอกซีอะพาไทต์ และอะราโกไนต์ (aragonite) ตามลำดับ DCPD เกิดปฏิกิริยาดีไฮเดรชันได้ DCPA มีลักษณะเป็นแผ่น (tablets) ซึ่งต่อมาจะทำปฏิกิริยากับ Ca^{2+} เกิดเป็นไฮดรอกซีอะพาไทต์มีลักษณะเป็นผลึกรูปเข็ม (needles) พบวิสเกอร์ (whiskers) ของ DCPA บนพื้นผิวของแผ่น ที่อุณหภูมิ 200 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เมื่อปรับอัตราส่วน Ca/P เป็น 1.67 โดยโมล ได้ไฮดรอกซีอะพาไทต์เป็นเฟสหลัก ที่เหลือคืออะราโกไนต์ และ DCPA ภาวะที่เหมาะกับการเตรียมไฮดรอกซีอะพาทไต์คือการใช้ MCPM เป็นสารตั้งต้น ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 200°C เป็นเวลา 7 ชั่วโมง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา วัสดุศาสตร์
สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก
ปีการศึกษา 2544

ลายมือชื่อนิสิต.....ดลยา ผลฉาย
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....

4272279023 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEY WORD : HYDROXYAPATITE/ HYDROTHERMAL METHOD/ SYNTHESIS/ CORAL

DOLAYA POLCHAI : SYNTHESIS OF HYDROXYAPATITE FROM NATURAL SOURCES BY HYDROTHERMAL METHOD. THESIS ADVISOR : ASSOC. PROF. SUPATRA JINAWATH, Ph. D. 105 pp. ISBN 974-03-0464-8.

Hydroxyapatite ($Ca_{10}(PO_4)_6OH_2$) was hydrothermally synthesized using either di-ammonium hydrogen orthophosphate ($(NH_4)_2HPO_4$) or precursors, such as dicalcium phosphate anhydrous (DCPA), dicalcium phosphate dihydrate (DCPD) and monocalcium phosphate monohydrate (MCPM), derived from by-product of bone industry. The $(NH_4)_2HPO_4$ and the precursors reacted with Ca^{2+} from $Ca(OH)_2$ or coral (aragonite, $CaCO_3$) under various conditions –Ca/P molar ratios 1.5-1.67 in the case of $Ca(OH)_2$ and 0.14-1.67 in the case of coral, at 160-200 °C for 4-7 hours. β-tricalcium phosphate (β-TCP), hydroxyapatite and aragonite were the products obtained from $(NH_4)_2HPO_4$ + coral. DCPD was found to dehydrate to DCPA tablets which would later react with Ca^{2+} to form HA of needle-to-rod shaped crystals. DCPA whiskers were detected on the surfaces of tablets at 200 °C, 4 hour reaction. When the Ca/P ratio was increased to 1.67, the main phase was HA and the remaining were aragonite and DCPA. The optimal condition of synthesis is treating the coral with MCPM solution at 200°C for 7 h.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Department Materials Science — Student's signature..... Dolaya Polchai

Field of study Ceramic Technology — Advisor's signature..... Supatra

Academic year 2001

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จได้ ด้วยความช่วยเหลืออย่างดียิ่งของ รองศาสตราจารย์ ดร.สุพัตรา จินาวัฒน์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ซึ่งกรุณาให้คำปรึกษา คำแนะนำและข้อคิดเห็นต่างๆ ในงานวิจัยด้วยดีตลอดมา ขอกราบขอบพระคุณคณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่านที่ให้ข้อเสนอแนะ และตรวจแก้ไขวิทยานิพนธ์นี้ให้เสร็จสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ ภาควิชาธรณีวิทยา คณะวิทยาศาสตร์ และ สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่อนุเคราะห์เครื่องมือวิเคราะห์ทดสอบจนโครงการนี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี

ขอขอบคุณ พันเอกนายแพทย์ศุภชัย วงศ์พิเชฐชัย อาจารย์ธนากร วาสนาเพียรพงษ์ คุณวิชิต ประกายพรรณ และคุณพรนภา สุจริตวรกุล ที่กรุณาให้คำปรึกษา ความช่วยเหลือและข้อเสนอแนะ

ขอขอบคุณ คุณนิตยา แก้วแพรก คุณชุมพล บุษบก คุณสมศรี ทวีถาวร และคุณจิระประภา เนียมปาน ที่กรุณาให้ความช่วยเหลือและคำแนะนำในด้านเครื่องมือวิเคราะห์

ขอขอบคุณ คุณภาณุ เวทยนุกูล ที่กรุณาให้คำแนะนำ และความช่วยเหลือในการจัดทำวิทยานิพนธ์

ขอขอบพระคุณ กองทุนรัชดาภิเษกสมโภชน์ และบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยที่ได้ให้ทุนสนับสนุนงานวิจัยนี้

ขอขอบคุณพี่ๆ เพื่อนๆ และน้องๆ ที่คอยให้ความช่วยเหลือ แลกเปลี่ยนความคิดเห็น และเป็นกำลังใจ ด้วยดีตลอดมา

สุดท้ายนี้ ผู้วิจัยใคร่ขอกราบขอบพระคุณอย่างสูงต่อบิดา มารดา และครอบครัว ผู้ซึ่งให้ความเมตตา กรุณา เป็นกำลังใจ และสนับสนุนในด้านกำลังทรัพย์ ให้การศึกษาของผู้วิจัยเสมอมา จนสำเร็จการศึกษาลุล่วงลงได้ด้วยดี

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย..... ง

บทคัดย่อภาษาอังกฤษ..... จ

กิตติกรรมประกาศ..... ฉ

สารบัญ..... ช

สารบัญตาราง..... ฎ

สารบัญรูป..... ฎ

บทที่

1. บทนำ..... 1

2. ข้อมูลเบื้องต้น..... 3

2.1 ไฮดรอกซีอะพาไทต์เซรามิกชีวภาพ

2.1.1 ลักษณะทั่วไปของไฮดรอกซีอะพาไทต์..... 3

2.1.2 การเตรียมไฮดรอกซีอะพาไทต์จากกระดูกสัตว์และผลพลอยได้ของการผลิตเจลาติน..... 7

2.2 วิธีการเตรียมไฮดรอกซีอะพาไทต์..... 9

2.2.1 วิธีเปียก..... 9

2.2.2 วิธีแห้ง..... 12

2.2.3 วิธีไฮโดรเทอร์มัล..... 13

2.3 กระบวนการไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal Processing)..... 13

2.4 กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลของไฮดรอกซีอะพาไทต์และการนำไปใช้งาน..... 17

2.4.1 การสังเคราะห์ผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล..... 17

2.4.2 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ชนิดพรุนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล..... 26

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

บทที่

3. การทดลอง..... 30

3.1 วัตถุดิบ ปะการังและสารเคมี..... 30

3.2 การเตรียมสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตเพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มัล..... 32

3.2.1 การเตรียมไดแคลเซียมฟอสเฟตแอนไฮดรัส (DCPA) และไดแคลเซียมฟอสเฟตไดไฮเดรต (DCPD)..... 33

3.2.2 การเตรียมโมโนแคลเซียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต (MCPM)..... 34

3.3 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์จากไดแคลเซียมฟอสเฟตแอนไฮดรัส (DCPA) และไดแคลเซียมฟอสเฟตไดไฮเดรตโดยวิธีไฮโดรเทอร์มัล..... 35

3.4 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์บนผิวปะการังโดยวิธีไฮโดรเทอร์มัล..... 37

3.5 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะ..... 39

3.5.1 เฟส..... 39

3.5.2 ลักษณะโครงสร้างจุลภาค..... 39

3.5.3 หมู่ฟังก์ชัน..... 39

4. ผลและวิเคราะห์ผลการทดลอง..... 40

4.1 วัตถุดิบ และปะการัง..... 40

4.1.1 วัตถุดิบจากอุตสาหกรรมสกัดเจลาตินจากกระดูก..... 40

4.1.2 ปะการัง..... 42

4.2 สารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตที่เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์..... 45

4.2.1 ไดแคลเซียมฟอสเฟตแอนไฮดรัส (DCPA) และไดแคลเซียมฟอสเฟตไดไฮเดรต (DCPD)..... 45

4.2.2 โมโนแคลเซียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต (MCPM)..... 49

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.3 ผงไฮดรอกซีอะพาไทต์สังเคราะห์จากไดแคลเซียมฟอสเฟตแอนไฮดรัส และไดแคลเซียมฟอสเฟตไดไฮเดรตโดยวิธีไฮโดรเทอร์มัล..... 51

4.4 ไฮดรอกซีอะพาไทต์บนผิวปะการัง

4.4.1 ไฮดรอกซีอะพาไทต์บนผิวปะการังโดยใช้สารละลายได-แอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต ($(NH_4)_2HPO_4$) เป็นสารตั้งต้น..... 70

4.4.2 ไฮดรอกซีอะพาไทต์บนผิวปะการังโดยใช้สารละลายไดแคลเซียมฟอสเฟต ($CaHPO_4$ solution) เป็นสารตั้งต้น..... 73

4.4.3 ไฮดรอกซีอะพาไทต์บนผิวปะการังโดยใช้โมโนแคลเซียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต (MCPM) เป็นสารตั้งต้น..... 84

5. สรุปผลการทดลอง..... 91

รายการอ้างอิง..... 93

ภาคผนวก..... 94

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์..... 105

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่

2-1 แคลเซียมฟอสเฟตประเภทต่างๆ โดยแบ่งตามอัตราส่วนระหว่างแคลเซียมและฟอสฟอรัส... 5

2-2 การเตรียมไฮดรอกซีอะพาไทต์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มัลต่อของแข็ง..... 11

2-3 ลักษณะการกระทำของของไหลไฮโดรเทอร์มัลต่อของแข็ง..... 14

2-4 การเตรียมไฮดรอกซีอะพาไทต์วิสเกอร์และไฟเบอร์ (hydroxyapatite whiskers and fibers)..... 22

3-1 แสดงปริมาณสารตั้งต้นและสภาวะที่ใช้ในการทดลอง..... 35

4-1 ผลสรุปการทดลองสังเคราะห์ผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล..... 53

4-2ผลสรุปการทดลองสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์บนผิวปะการังโดยใช้สารละลายไดแอมโมเนียไฮโดรเจน ออร์โทฟอสเฟต ($(NH_4)_2HPO_4$) เป็นสารตั้งต้น..... 70

4-3ผลสรุปการทดลองสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์บนผิวปะการังโดยใช้สารละลายไดแคลเซียมฟอสเฟต ($CaHPO_4$ solution) เป็นสารตั้งต้น..... 74

4-4ผลสรุปการทดลองสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์บนผิวปะการังโดยใช้โมโนแคลเซียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต (MCPM) เป็นสารตั้งต้น..... 85

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญรูป

หน้า

รูปที่

2-1 ไฮดรอกซีอะพาไทต์ในกระดูก..... 4
2-2 ส่วนประกอบของฟัน..... 4
2-3 การเปลี่ยนแปลงค่า pH ตามปริมาณ H_3PO_4 ที่เติม..... 10
2-4 แสดง IR spectra ของไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่ได้จากการสังเคราะห์ ด้านซ้ายเป็นไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เตรียมด้วยวิธีเปียก ด้านขวาเป็นไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เตรียมด้วยวิธีแห้ง..... 12
2-5 เฟสไดอะแกรม ความดัน-อุณหภูมิของน้ำบริสุทธิ์..... 15
2-6 ลักษณะการกระทำของของไหลไฮโดรเทอร์มัลต่อของแข็ง..... 15
2-7 รูป TEM ของผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ละเอียดที่ผ่านการสังเคราะห์ด้วยไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดัน 2 เมกะปาสคาล เป็นเวลา 10 ชั่วโมง..... 17
2-8 รูป XRD ของผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ (ก) เตรียมด้วยวิธีเปียกที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 10 ชั่วโมง รูป (ข)-(ง) เตรียมด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 10 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดัน 0.1 เมกะปาสคาล ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดัน 0.5 เมกะปาสคาล ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดัน 2 เมกะปาสคาล ตามลำดับ..... 18
2-9 Williamson-Hall plot (ก) ผงไฮดรอกซีอะพาไทต์เตรียมจากวิธีธรรมดา (ข) ผงไฮดรอกซีอะพาไทต์เตรียมด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดัน 2 เมกะปาสคาล เป็นเวลา 10 ชั่วโมง..... 19
2-10 การเปลี่ยนแปลงขนาดผลึก และ aspect ratio (c/a) ของไฮดรอกซีอะพาไทต์สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ความดัน 2 เมกะปาสคาล เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ด้วยตัวเติมแต่งต่างๆ 5 หรือ 10% โดยน้ำหนัก..... 23
2-11 รูป TEM ไฮดรอกซีอะพาไทต์สังเคราะห์วิธีไฮโดรเทอร์มัล ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ความดัน 2 เมกะปาสคาล เป็นเวลา 5 ชั่วโมง (ก) ไม่มีตัวเติม (ข) KOH (10% โดยน้ำหนัก) (ค) K_3PO_4 (10% โดยน้ำหนัก)(ง) EDTA (5% โดยน้ำหนัก)..... 24
3-1 แสดงภาพปะการังที่ใช้ในการทดลอง..... 31
3-2 ขั้นตอนการเตรียม DCPA และ DCPD..... 33
3-3 ขั้นตอนการเตรียม MCPM..... 34

สารบัญรูป (ต่อ)

หน้า

รูปที่

3-4 ขั้นตอนการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์จากไดแคลเซียมฟอสเฟตแอนไฮดรัส (DCPA) และไดแคลเซียมฟอสเฟตไดไฮเดรต โดยวิธีไฮโดรเทอร์มัล..... 36
3-5 ขั้นตอนการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์บนผิวปะการังโดยวิธีไฮโดรเทอร์มัล..... 38
4-1 ผลวิเคราะห์ XRD ของวัตถุดิบ..... 40
4-2 ผลวิเคราะห์ IR ของวัตถุดิบ..... 41
4-3 ภาพถ่าย SEM ของวัตถุดิบ..... 41
4-4 ผลวิเคราะห์ XRD ของปะการัง..... 42
4-5 ผล IR ของปะการัง..... 43
4-6 ภาพถ่าย SEM ของปะการังกำลังขยาย 35 เท่า..... 43
4-7 ภาพถ่าย SEM ของปะการังโดยใช้กำลังขยาย 10000 เท่า..... 44
4-8 ภาพถ่าย SEM ของปะการังโดยใช้กำลังขยาย 35000 เท่า..... 44
4-9 ผลวิเคราะห์ XRD ของ DCPAที่เตรียมได้..... 45
4-10 ผลวิเคราะห์ IR ของ DCPA ที่เตรียมได้..... 46
4-11 ภาพถ่าย SEM ของ DCPA ที่เตรียมได..... 46
4-12 ผลวิเคราะห์ XRD ของ DCPD ที่เตรียมได้..... 47
4-13 ผลวิเคราะห์ IR ของ DCPD ที่เตรียมได้..... 48
4-14 ภาพถ่าย SEM ของ DCPD ที่เตรียมได้..... 48
4-15 ผลวิเคราะห์ XRD ของ MCPM ที่เตรียมได้..... 49
4-16 ผลวิเคราะห์ IR ของ MCPM ที่เตรียมได้..... 50
4-17 ภาพถ่าย SEM ของ MCPM ที่เตรียมได้กำลังขยาย 1000 เท่า..... 50
4-18 ภาพถ่าย SEM ของ MCPM ที่เตรียมได้กำลัง 7500 เท่า..... 51
4-19 ผลวิเคราะห์ XRD ผงที่สังเคราะห์จากไดแคลเซียมฟอสเฟตแอนไฮดรัส (DCPA) กับน้ำ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 4 ชั่วโมง (ก) อุณหภูมิ 160 °C (ข) อุณหภูมิ 200 °C..... 55
4-20 ภาพถ่าย SEM ผงที่สังเคราะห์จากไดแคลเซียมฟอสเฟตแอนไฮดรัส (DCPA) กับน้ำ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 4 ชั่วโมง (ก) อุณหภูมิ 160 °C (ข) อุณหภูมิ 200 °C..... 56
4-21 ผล IR ผงที่สังเคราะห์จากไดแคลเซียมฟอสเฟตแอนไฮดรัส (DCPA) กับน้ำ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 4 ชั่วโมง 200 °C..... 56

สารบัญรูป (ต่อ)

หน้า

รูปที่

4-22 ผลวิเคราะห์ XRD ผงที่สังเคราะห์จากไดแคลเซียมฟอสเฟตไดไฮเดรต (DCPD) กับน้ำโดยวิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 4 ชั่วโมง (ก) อุณหภูมิ 160 °C (ข) อุณหภูมิ 200 °C..... 58

4-23 ภาพถ่าย SEM ผงที่สังเคราะห์จากไดแคลเซียมฟอสเฟตไดไฮเดรต (DCPD) กับน้ำโดยวิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 4 ชั่วโมง (ก) อุณหภูมิ 160 °C (ข) อุณหภูมิ 200 °C..... 59

4-24 ผล IR ผงที่สังเคราะห์จากไดแคลเซียมฟอสเฟตไดไฮเดรต (DCPD) กับน้ำโดยวิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 4 ชั่วโมง 200 °C..... 59

4-25 ผลวิเคราะห์ XRD ผงที่สังเคราะห์จากไดแคลเซียมฟอสเฟตแอนไฮดรัส (DCPA) และ $Ca(OH)_2$ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 4 ชั่วโมง (ก) อัตราส่วน Ca/P 1.5 โดยโมล 160 °C (ข) อัตราส่วน Ca/P 1.5 โดยโมล 200 °C (ค) อัตราส่วน Ca/P 1.67 โดยโมล 160 °C (ง) อัตราส่วน Ca/P 1.67 โดยโมล 200 °C..... 61

4-26 ภาพถ่าย SEM ผงที่สังเคราะห์จากไดแคลเซียมฟอสเฟตแอนไฮดรัส (DCPA) และ $Ca(OH)_2$ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 4 ชั่งโมง (ก) อัตราส่วน Ca/P 1.5 โดยโมล 160 °C (ข) อัตราส่วน Ca/P 1.5 โดยโมล 200 °C (ค) อัตราส่วน Ca/P 1.67 โดยโมล 160 °C (ง) อัตราส่วน Ca/P 1.67 โดยโมล 200 °C..... 63

4-27 ผล IR ผงที่สังเคราะห์จากไดแคลเซียมฟอสเฟตแอนไฮดรัส (DCPA) และ $Ca(OH)_2$ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 4 ชั่วโมง (ก) อัตราส่วน Ca/P 1.5 โดยโมล 200 °C (ข) อัตราส่วน Ca/P 1.67 โดยโมล 200 °C..... 64

4-28 ผลวิเคราะห์ XRD ผงที่สังเคราะห์จากไดแคลเซียมฟอสเฟตไดไฮเดรต (DCPD) และ $Ca(OH)_2$ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 4 ชั่วโมง (ก) อัตราส่วน Ca/P 1.5 โดยโมล 160 °C (ข) อัตราส่วน Ca/P 1.5 โดยโมล 200 °C (ค) อัตราส่วน Ca/P 1.67 โดยโมล 160 °C (ง) อัตราส่วน Ca/P 1.67 โดยโมล 200 °C..... 66

4-29 ภาพถ่าย SEM ผงที่สังเคราะห์จากไดแคลเซียมฟอสเฟตไดไฮเดรต (DCPD) และ $Ca(OH)_2$ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 4 ชั่วโมง (ก) อัตราส่วน Ca/P 1.5 โดยโมล 160 °C (ข) อัตราส่วน Ca/P 1.5 โดยโมล 200 °C (ค) อัตราส่วน Ca/P 1.67 โดยโมล 160 °C (ง) อัตราส่วน Ca/P 1.67 โดยโมล 200 °C..... 68.

สารบัญรูป (ต่อ)

หน้า

รูปที่

4-30 ผล IR ผงที่สังเคราะห์จากไดแคลเซียมฟอสเฟตไดไฮเดรต (DCPD) และ $Ca(OH)_2$ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 4 ชั่วโมง (ก) อัตราส่วน Ca/P 1.5 โดยโมล 200 °C (ข) อัตราส่วน Ca/P 1.67 โดยโมล 200 °C..... 69

4-31 ผลวิเคราะห์ XRD ของปะการังโดยใช้สารละลายได-แอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต ($(NH_4)_2HPO_4$) เป็นสารตั้งต้น ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 4 ชั่วโมง อุณหภูมิ 200 °C (ก) อัตราส่วน Ca/P 1.67 โดยโมล (ข) อัตราส่วน Ca/P 0.14 โดยโมล..... 71

4-32 ภาพถ่าย SEM ของปะการังโดยใช้สารละลายได-แอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต ($(NH_4)_2HPO_4$) เป็นสารตั้งต้น อัตราส่วน Ca/P 0.14 โดยโมล ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 4 ชั่วโมง อุณหภูมิ 200 °C (ก) กำลังขยาย 35 เท่า
(ข) กำลังขยาย 35000 เท่า..... 72

4-33 ผล IR ของปะการังโดยใช้สารละลายได-แอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต ($(NH_4)_2HPO_4$) เป็นสารตั้งต้น อัตราส่วน Ca/P 0.14 โดยโมล ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 4 ชั่วโมง อุณหภูมิ 200 °C..... 73

4-34 ผลวิเคราะห์ XRD ของปะการังโดยใช้สารละลายไดแคลเซียมฟอสเฟต ($CaHPO_4$ solution) เป็นสารตั้งต้น ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 200 °C (ก) Coral + $CaHPO_4$ solution อัตราส่วน Ca/P 0.6 โดยโมล 4 ชั่วโมง (ข) Coral + $CaHPO_4$ solution อัตราส่วน Ca/P 1.14 โดยโมล 4 ชั่วโมง (ค) Coral + $CaHPO_4$ solution อัตราส่วน Ca/P 1.14 โดยโมล 4 ชั่วโมง และเติม $Ca(OH)_2$ 4 ชั่วโมง (ฆ) Coral + $CaHPO_4$ solution อัตราส่วน Ca/P 1.14 โดยโมล 7 ชั่วโมง (ง) Coral + $CaHPO_4$ solution อัตราส่วน Ca/P 1.14 โดยโมล 4 ชั่วโมง และเติม $Ca(OH)_2$ 7 ชั่วโมง..... 75

4-35 ภาพถ่าย SEM ของปะการังโดยใช้สารละลายไดแคลเซียมฟอสเฟต ($CaHPO_4$ solution) เป็นสารตั้งต้น อัตราส่วน Ca/P 0.6 โดยโมล ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 4 ชั่วโมง 200 °C (ก) กำลังขยาย 500 เท่า (ข) กำลังขยาย 2000 เท่า..... 78

4-36 ภาพถ่าย SEM ของปะการังโดยใช้สารละลายไดแคลเซียมฟอสเฟต ($CaHPO_4$ solution) เป็นสารตั้งต้น อัตราส่วน Ca/P 1.14 โดยโมล ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 4 ชั่วโมง 200 °C (ก) กำลังขยาย 1000 เท่า (ข) กำลังขยาย 7500 เท่า (ค) กำลังขยาย 15000 เท่า..... 79

สารบัญรูป (ต่อ)

หน้า

รูปที่

4-37 ภาพถ่าย SEM ของปะการังโดยใช้สารละลายไดแคลเซียมฟอสเฟต ($CaHPO_4$ solution) เป็นสารตั้งต้น อัตราส่วน Ca/P 1.14 โดยโมล ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 7 ชั่วโมง 200 °C (ก) กำลังขยาย 500 เท่า (ข) กำลังขยาย 2000 เท่า..... 80

4-38 ภาพถ่าย SEM ของปะการังโดยใช้สารละลายไดแคลเซียมฟอสเฟต ($CaHPO_4$ solution) เป็นสารตั้งต้น อัตราส่วน Ca/P 1.14 โดยโมล ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 4 ชั่วโมง 200 °C และเติม $Ca(OH)_2$ ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 4 ชั่วโมง 200 °C (ก) ไฮดรอกซีอะพาไทต์บนแผ่น DCPA กำลังขยาย 5000 เท่า (ข) ไฮดรอกซีอะพาไทต์บนวิสเกอร์ DCPA กำลังขยาย 2000 เท่า (ค) ไฮดรอกซีอะพาไทต์บนวิสเกอร์ DCPA กำลังขยาย 20000 เท่า..... 82

4-39 ภาพถ่าย SEM ของปะการังโดยใช้สารละลายไดแคลเซียมฟอสเฟต ($CaHPO_4$ solution) เป็นสารตั้งต้น อัตราส่วน Ca/P 1.14 โดยโมล ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 7 ชั่วโมง 200 °C และเติม $Ca(OH)_2$ ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 7 ชั่วโมง 200 °C (ก) ไฮดรอกซีอะพาไทต์บนแผ่น DCPA กำลังขยาย 20000 เท่า (ข) หน้าตัดหกเหลี่ยมไฮดรอกซีอะพาไทต์บนแผ่น DCPA กำลังขยาย 35000 เท่า..... 83

4-40 ผล IR ของปะการังโดยใช้สารละลายไดแคลเซียมฟอสเฟต ($CaHPO_4$ solution) เป็นสารตั้งต้น อัตราส่วน Ca/P 1.14 โดยโมล ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 7 ชั่วโมง 200 °C..... 83

4-41 ผล IR ของปะการังโดยใช้สารละลายไดแคลเซียมฟอสเฟต ($CaHPO_4$ solution) เป็นสารตั้งต้น อัตราส่วน Ca/P 1.14 โดยโมล ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 7 ชั่วโมง 200 °C และเติม $Ca(OH)_2$ ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 7 ชั่วโมง 200 °C..... 84

4-42 ผลวิเคราะห์ XRD ของปะการังโดยใช้ MCPM เป็นสารตั้งต้น ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 200 °C (ก) Coral+MCPM อัตราส่วน Ca/P 1.67 โดยโมล 7 ชั่วโมง (ข) Coral+MCPM อัตราส่วน Ca/P 1.67 โดยโมล 7 ชั่วโมง และเติม $Ca(OH)_2$ 7 ชั่วโมง..... 86

4-43 ภาพถ่าย SEM ของปะการังโดยใช้โมโนแคลเซียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต (MCPM) เป็นสารตั้งต้น ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 7 ชั่วโมง 200 °C (ก) กำลังขยาย 75 เท่า (ข) กำลังขยาย 3500 เท่า..... 87

สารบัญรูป (ต่อ)

หน้า

รูปที่

4-44 ภาพถ่าย SEM ของปะการังโดยใช้โมโนแคลเซียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต (MCPM) เป็นสารตั้งต้น ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 7 ชั่วโมง 200 °C และเติม Ca(OH)2 ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 7 ชั่วโมง 200 °C (ก) กำลังขยาย 10000 เท่า (ข) กำลังขยาย 15000 เท่า (ค) กำลังขยาย 35000 เท่า..... 88

4-45 ผล IR ของปะการังโดยใช้ MCPM เป็นสารตั้งต้น ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 7 ชั่วโมง 200 °C..... 90

4-46 ผล IR ของปะการังโดยใช้ MCPM เป็นสารตั้งต้น ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 7 ชั่วโมง 200 °C และเติม $Ca(OH)_2$ ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเป็นเวลา 7 ชั่วโมง 200 °C..... 90

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย