

ความบริสุทธิ์ของผลึกนาโนแคลเซียมไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่สังเคราะห์จากกากบูดูโดยวิธีการแคลไซน์และ  
การดูดซับยาปฏิชีวนะ streptomycin เบื้องต้น

Purities of Synthesized Ca-Hydroxyapatite Nanoparticle from Budu Residue by  
Calcination Method and Primary Streptomycin Adsorption

ฮาซัน ดอปอ\* พาตีเราะห์ กูวะ และอิสมะแอ เจ๊ะหลง  
 Hasan Daupor\* Pateeroh Kuwae and Isma-ae Chelong

มหาวิทยาลัยราชภัฏยะลา เลขที่ 133 ถ.เทศบาล 3 ต.สะเตง อ.เมือง จ.ยะลา 95000  
 Yala Rajabhat University, 133 Thetsaban 3 Road, Tambol Sateng, Amphoe Mueang, Yala Province 95000. Thailand

\*Corresponding Author, E-mail: hasan.d@yru.ac.th

(Received: December 20, 2018; Revised: March 28, 2019; Accepted: May 13, 2019)

**บทคัดย่อ**

งานวิจัยชิ้นนี้เป็นการศึกษาวิธีการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์จากกากบูดู โดยจะนำกากบูดูมาทำการล้าง เพื่อกำจัดเศษปลาที่เหลืออยู่ด้วยการต้มในน้ำเดือด นาน 1 ชั่วโมง นำไปกรอง ล้างด้วยน้ำกลั่นหลาย ๆ ครั้ง และนำไปอบให้แห้ง จึงนำไปเผาที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จะได้ตะกอนสีขาวของสารประกอบแคลเซียมไฮดรอกซีอะพาไทต์  $[Ca_5(PO_3)_4OH]$  ที่มีแคลเซียมแมกนีเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตหรือแร่ Whitlockite อยู่ 71%  $[Ca_{18}Mg_2H_2(PO_3)_{14}]$  และแมกนีเซียมฟอสเฟต  $[Mg_2(P_2O_7)]$  อยู่ 15% เป็นองค์ประกอบอยู่ด้วย โดยมีผลผลิตร้อยละเท่ากับ 55% จากการนำผลจากเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชันไปคำนวณพบว่ามีขนาดผลึกเท่ากับ 54 nm ความยาวของแกนผลึกด้าน a เท่ากับ 9.4369 Å ด้านแกน c เท่ากับ 6.85714 Å ส่วนปริมาตรของผลึกจะเท่ากับ 528.85 Å<sup>3</sup> และเมื่อนำมาศึกษาเอกลักษณ์ของสารด้วยอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี พบการสั่นที่ตำแหน่ง 1,025.94, 601.68 และ 548.65 cm<sup>-1</sup> ซึ่งเป็นการสั่นของหมู่ PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> และปรากฏสเปกตรัมที่ชัดเจนมากกว่ากระดูกปลาบริสุทธิ์ นอกจากนี้ยังปรากฏแถบการสั่นที่ 371.23 cm<sup>-1</sup> เป็นการสั่นของพันธะ Ca-O ซึ่งสามารถยืนยันได้ว่ามีผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์เป็นองค์ประกอบอยู่ และจากการทดสอบการดูดซับยาปฏิชีวนะ Streptomycin พบว่ามีอัตราการดูดซับที่ไม่คงที่ คาดว่าเกิดอันตรกิริยากับไฮดรอกซีอะพาไทต์จนทำให้เกิดการดูดกลืนแสงในช่วงวิสิเบิล

**คำสำคัญ:** กระดูกปลา แคลเซียมไฮดรอกซีอะพาไทต์ อนุภาคนาโน XRD การดูดซับ Streptomycin

**Abstract**

This research was to synthesis of hydroxyapatite from budu waste. For the synthesis method, budu waste was removed remaining fish residue by boiling in distilled water for 1 hour, filtered and dried. The dried budu waste was calcined at 900 °C for 12 hours. The white powder of calcium hydroxyapatite  $[Ca_5(PO_3)_4OH]$  was obtained containing 71 and 15 percent of calciummagnesium hydrogenphosphate or whitlockite  $[Ca_{18}Mg_2H_2(PO_3)_{14}]$  and magnesium phosphate  $[Mg_2(P_2O_7)]$ , respectively. The result of X-ray diffraction was calculated to have a crystal size of 54 nm with crystal volume of 528.85 Å<sup>3</sup>. The length of the crystal axis of a and c were 9.4369 Å and 6.85714 Å, respectively. The Infrared spectroscopy showed vibrations at 1,025.94, 601.68 and 548.65 corresponding to PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>. The vibration band at 371.23 cm<sup>-1</sup> was also a vibration of the Ca-O bond, which can be confirmed by the presence of hydroxyapatite crystals. From the streptomycin adsorption, we found that the adsorption efficiency was unstable occurred from interaction with hydroxyapatite resulting in visible light absorption.

**Keywords:** Fish bone, Calcium hydroxyapatite, XRD diffraction, Adsorption, Streptomycin

## บทนำ

บุดูเป็นภูมิปัญญาชาวบ้านสืบทอดกันมาตั้งแต่บรรพบุรุษเป็นอาหารพื้นเมืองของชาวทะเลทางภาคใต้เป็นการแปรรูปอาหารเพื่อเป็นการถนอมอาหารให้อยู่ได้นานมากยิ่งขึ้นประวัติความเป็นมาของบุดูมีที่มาที่ไม่ชัดเจนบ้างก็ว่ามาจากคำว่าบุดูเนื่องจากปลาจะมีลักษณะที่เน่าและต่อมาก็เพี้ยนเป็นคำว่าบุดูบ้างก็ว่าเป็นคำที่มีมาจากภาษาอินโดนีเซียซึ่งแปลว่าปลาหมักดอง น้ำบุดูจะมีลักษณะคล้ายน้ำปลาแต่จะข้นกว่าน้ำปลาเป็นอาหารที่เลืองชื่อในภาคใต้ โดยเฉพาะอย่างยิ่งในพื้นที่สามจังหวัดชายแดนภาคใต้เพราะบุดูสามารถนำมาใช้เป็นส่วนหนึ่งของสารอาหารได้หลายอย่าง เช่น นำบุดูมาผสมกับมะนาว ใส่หอมแดงซอยตะไคร้ซอย แล้วนำมาคลุกกับข้าวหรือเป็นเครื่องจิ้ม เพื่อจิ้มกับผักทั้งยังสามารถนำมาแปรรูปเพื่อเป็นบุดูข้าวยาได้อีกด้วย ข้าวยาจะเป็นที่นิยมมากในสามจังหวัดชายแดนภาคใต้แต่ปัจจุบันข้าวยาก็เป็นที่รู้จักกันอย่างกว้างขวางเพราะข้าวยาเป็นอาหารที่อร่อยเป็นอาหารที่มีประโยชน์และเป็นอาหารจานเดียวที่มีสารอาหารครบถ้วนตามหลักโภชนาการ สำหรับบุดูข้าวยาจะมีวิธีการทำคือนำเอาบุดูมาต้มปรุงรสด้วยน้ำตาลแว่น ตะไคร้ ข่า ต้มจนน้ำบุดูข้นแล้วตักผสมพริกต่าง ๆ ออกบรรจุใส่ขวดบุดูข้าวยาสามารถเก็บไว้ได้นาน สำหรับกระบวนการผลิตบุดูจะนำปลาทะเล ได้แก่ ปลาไส้ตัน หรือปลากะตัก (*Stolephorus*) และปลาหลังเขียว (*Clupeiformes*) ผสมกัน มาหมักทิ้งไว้กับเกลือแล้วใส่ลงในบ่อซีเมนต์ซึ่งชาวบ้านจะเรียกว่าบ่อบุดูซึ่งจะหมักทิ้งไว้ 8-12 เดือน เมื่อครบแล้วปลาที่หมักไว้กับเกลือก็จะกลายเป็นน้ำบุดูแต่ไม่ได้มีแค่น้ำบุดูอย่างเดียวจะมีเนื้อปลารวมทั้งก้างปลาปะปนอยู่ด้วยแต่ที่ชาวบ้านนำมาใช้คือน้ำบุดูจะทำให้เหลือกากบุดูทิ้งไว้ (ซุลกิปลี ยาบี, 2555) กากบุดูจะลอยอยู่บนน้ำบุดูและอยู่ที่ก้นของบ่อบุดูซึ่งชาวบ้านจะไม่นำมาใช้ประโยชน์แต่จะนำไปทิ้งตามที่ต่าง ๆ ซึ่งไม่มีการกำจัดอย่างถูกวิธีจึงส่งกลิ่นเหม็นช้ำยังส่งผลให้เป็นมลพิษต่อสิ่งแวดล้อม



ภาพที่ 1 แสดงตัวอย่างกากบุดู (ก) กากบุดูที่ผ่านการล้าง (ข) และผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่สังเคราะห์ได้ (ค)

ไฮดรอกซีอะพาไทต์จะนิยมนำมาใช้แทนกระดูกเพราะไฮดรอกซีอะพาไทต์มีคุณสมบัติที่จะทำให้เกิดการสร้างพันธะระหว่างวัสดุหรืออุปกรณ์การแพทย์ได้ดีและยังเป็นองค์ประกอบหลักของกระดูกและฟันได้อีกด้วย จึงมีการนำมาประยุกต์ใช้ทางการแพทย์ เช่น ใช้เป็นตัวนำส่งยาการรักษาโรคติดเชื้อที่กระดูก (Al-sokanee et al., 2009) เป็นต้น จากงานวิจัยพบว่าการเตรียมไฮดรอกซีอะพาไทต์สามารถสังเคราะห์ได้จากกระดูกสัตว์ เช่น กระดูกวัว เกล็ดปลา ก้างปลา (Boutinguiza et al., 2012) นอกจากการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์จากกระดูกสัตว์ข้างต้นแล้วยังสามารถสังเคราะห์จากปะการัง (Akram and Ahmed, 2014) และสามารถที่จะสังเคราะห์จากห้องปฏิบัติการได้อีกด้วย การสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์จากกากบุดูเป็นการเพิ่มทางเลือกอีกทางเลือกหนึ่งในการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ซึ่งวัตถุดิบที่ใช้สังเคราะห์เป็นวัตถุดิบที่มีอยู่ในพื้นที่สามจังหวัดชายแดนภาคใต้ เป็นวัตถุดิบที่มีมากในพื้นที่และเป็นวัตถุดิบที่ชาวบ้านไม่ใช้ประโยชน์เป็นวัสดุเหลือใช้จากการบริโภคกากบุดูที่ชาวบ้านไม่ใช้ประโยชน์มีก้างปลาปะปนอยู่ด้วย ซึ่งเป็นแหล่งของแคลเซียมและฟอสฟอรัส เป็นองค์ประกอบหลักอยู่สามารถที่จะนำมาสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ได้

ดังนั้น ผู้วิจัยจึงสนใจนำกากที่ตกตะกอนที่ก้นบ่อบุดูมาสังเคราะห์เป็นไฮดรอกซีอะพาไทต์โดยนำมาผ่านกระบวนการล้างเนื้อปลาที่ยังคงเหลืออยู่ในกากบุดูด้วยวิธีการต้มด้วยน้ำกลั่น และนำไปเผาที่อุณหภูมิสูง แล้วนำไปวิเคราะห์สมบัติทางผลึกศาสตร์เบื้องต้นด้วยเครื่องมือ XRD และ FT-IR และนำไปทดสอบประสิทธิภาพการดูดซับยาปฏิชีวนะ Streptomycin เบื้องต้น

### วัตถุประสงค์ของการวิจัย

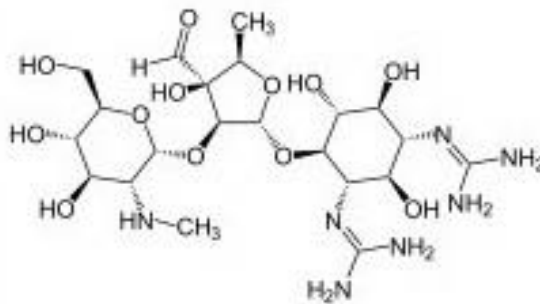
- 1) เพื่อศึกษาความบริสุทธิ์ของไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่สังเคราะห์จากกากบุดูโดยวิธีการแคลไซน์
- 2) เพื่อศึกษาลักษณะทางฟลิกศาสตร์ของไฮดรอกซีอะพาไทต์เบื้องต้น
- 3) เพื่อศึกษาประสิทธิภาพในการดูดซับยาปฏิชีวนะ streptomycin เบื้องต้น

### วิธีดำเนินการวิจัย

แบ่งการทดลองเป็นสองส่วน ดังนี้

1. เตรียมตัวอย่างกากบุดู โดยนำกากบุดูจากโรงงานบุดูยี่เซ็ง อำเภอสายบุรี จังหวัดปัตตานี เนื่องจากกากบุดูจะมีอยู่ 2 ส่วน คือ ส่วนที่ตกตะกอนที่ก้นบ่อบูดูและส่วนที่ลอยอยู่ที่ผิวน้ำบุดู ในการทดลองนี้จะใช้ส่วนที่ตกตะกอนนอนก้นบ่อบูดู จะทำการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์โดยดัดแปลงจากวิธีของ Figueiredo ดังนี้ จะนำกากบุดูไปล้างสิ่งสกปรกด้วยน้ำกลั่น 2.0 ลิตร หลังจากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส แล้วนำไปมาบดในครกบดจะได้ตัวอย่างกากบุดูแห้ง นำกากบุดูแห้งไปทำการชั่ง 20 กรัม เติมน้ำกลั่นลงไปประมาณ 200 มิลลิลิตร (อัตราส่วนกากบุดูต่อน้ำกลั่น 1:10) ให้ความร้อนจนเดือดพร้อมกวนตลอดเวลา 1 ชั่วโมง นำไปกรองสารละลายออก ล้างด้วยน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร นำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส หรือจนแห้ง ซึ่งกากบุดูที่แห้งและผ่านการล้างนี้มา 1 กรัม เผาที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ด้วยเครื่องเผา Furnace (Figueiredo et al. 2010) จะได้ตะกอนสีขาวขุ่น มาปริมาณ 0.55 กรัม ดังภาพที่ 1 (ค) ศึกษาคุณลักษณะเบื้องต้นด้วยเครื่อง FTIR และจะนำไปศึกษาความบริสุทธิ์ด้วยเครื่อง XRD จากผล XRD นำไปคำนวณหาขนาดผลึก ความยาวของแกนผลึก ปริมาตรของผลึก ดังสมการที่ 1-3 ตามลำดับ

2. นำไปทดสอบการดูดซับยาปฏิชีวนะ Streptomycin ความเข้มข้น 1 พีพีเอ็ม ปริมาตร 50 มิลลิลิตร โดยใช้ไฮดรอกซีอะพาไทต์ปริมาณ 10 มิลลิกรัม ทำการกวนสารละลายที่อุณหภูมิห้องด้วยเครื่อง Horizontal shaker ทำการเก็บตัวอย่างสารละลายปริมาตร 4 มิลลิลิตร ที่เวลา 0, 20, 40, 60, 80, 100, 120, 140, 160 และ 180 มิลลิลิตร และวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 282 นาโนเมตร โดยมีโครงสร้างดังแสดงในภาพที่ 2 แต่สารละลายและผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เหลือจากการเก็บตัวอย่างในแต่ละครั้งจะเทกลับ เพื่อรักษาความเข้มข้นให้คงที่



ภาพที่ 2 แสดงโครงสร้างทางเคมีของตัวยา Streptomycin

### วิธีการคำนวณหาขนาดผลึก (Crystal Size)

โดย  $D_{hkl}$  คือ ขนาดผลึก (Crystal Size),  $K$  คือ ค่าคงที่ของการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ มีค่าเท่ากับ 0.89,  $\lambda$  คือ ค่าความยาวคลื่น มีค่าเท่ากับ 1.54 Å,  $\beta_{1/2}$  คือ ความกว้างที่ความสูงครึ่งหนึ่งของกราฟ (FWHM,  $\beta$ ),  $\theta$  มุมของการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (Kumar et al., 2017)

$$D_{hkl} = \frac{K\lambda}{\beta_{1/2} \cos \theta} \quad (1)$$

### วิธีการคำนวณความยาวของแกนผลึก (Lattice Parameters)

เมื่อค่า  $a$  หรือ  $b$  และ  $c$  คือ ความยาวของแกนผลึก  $d$  คือระยะห่างระหว่างระนาบผลึก ( $d$ -spacing),  $h, k, l$  คือหน่วยความยาวของแกนผลึก  $a, b, c$  (Pal et al. 2017)

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4(h^2 + hk + k^2)}{3a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (2)$$

### วิธีการคำนวณปริมาตรของผลึก (Volume, V)

เมื่อค่า  $V$  คือปริมาตรของผลึก  $a$  และ  $c$  คือ ความยาวของแกนผลึก  $a$  และ  $c$  ตามลำดับ (Pal et al. 2017)

$$V = \sin 60^\circ a^2 c \quad (3)$$

### ผลและอภิปรายผล

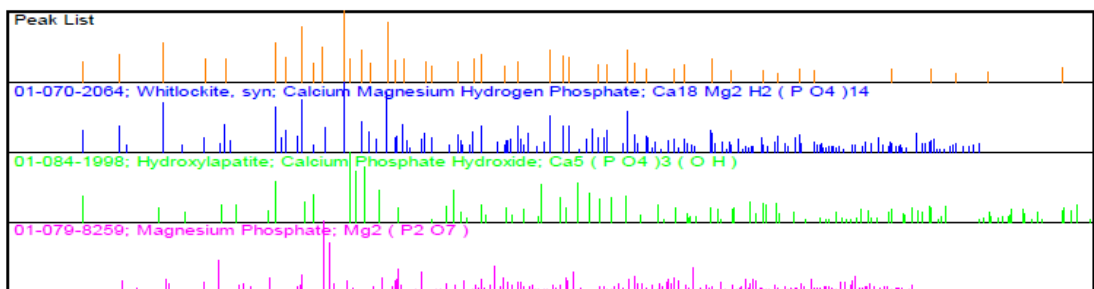
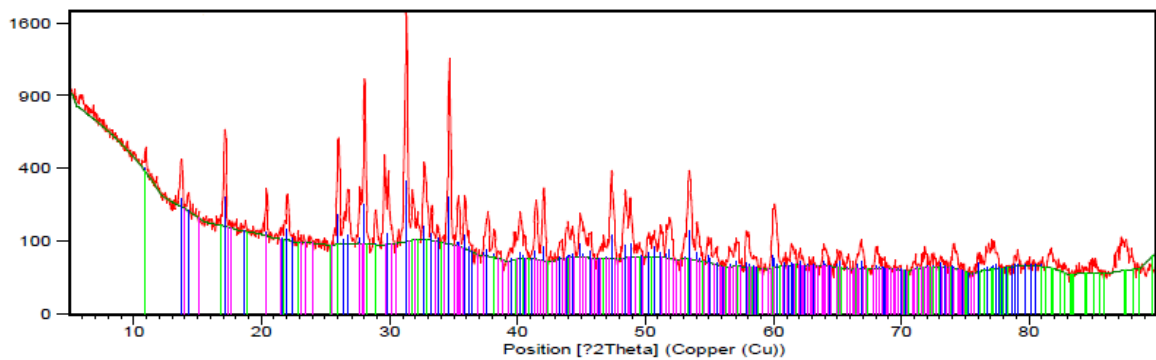
คุณลักษณะของไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray powder diffraction, XRD) จากการวิเคราะห์คุณลักษณะและความบริสุทธิ์ของไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ โดยเมื่อรังสีเอ็กซ์ไปยังตัวอย่างจะเกิดการกระเจิงของแสงบนระนาบต่าง ๆ โดยปรากฏมุมของการกระเจิงที่ตำแหน่ง 10.92, 25.30, 28.05, 28.93, 31.82, 32.73, 35.35, 38.19, 42.05, 43.85, 48.43, 48.84, 51.22, 53.43, 57.14, 57.89, 60.02, 61.51, 64.01, 65.15, 74.15, 77.11, 81.63 และ 87.39 สอดคล้องกับระนาบผลึกในระบบเฮกซะโกนอลของสารประกอบไฮดรอกซีอะพาไทต์  $[\text{Ca}_5(\text{PO}_3)_4\text{OH}]$  ในฐานข้อมูล JCPDS file No. 01-084-1998 ดังนี้ (100), (201), (102), (120), (121), (300), (301), (222), (311), (113), (312), (320), (410), (004), (133), (501), (331) (421), (304), (151), (423), (414), (440) และ (154) ตามลำดับ ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบ hexagonal (Piccirillo et al. 2013) จากความเข้มของกราฟปรากฏว่าตำแหน่งมุม 28.05 มีความเข้มสูงสุด แต่ตำแหน่งกราฟหลัก คือ ตำแหน่ง 31.82 แต่มีความเข้มต่ำกว่ามาก จะเห็นได้ว่าบางตำแหน่งมุม  $2\theta$  ต่ำ ๆ จะไม่ปรากฏ เช่น 16.85, 18.83, 21.78, 22.87, 25.90, 32.22, 39.82 ซึ่งเป็นของระนาบ (101), (110), (200), (111), (002), (112), (310) เป็นต้น คาดว่าเกิดจากการที่ผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่สังเคราะห์ได้นี้ ที่มีผลผลิตร้อยละเท่ากับ 55% แต่จะมีสารประกอบแคลเซียมแมกนีเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต หรือแร่ Whitlockite  $[\text{Ca}_{18}\text{Mg}_2\text{H}_2(\text{PO}_3)_{14}]$  เป็นองค์ประกอบอยู่ถึง 71% เปอร์เซ็นต์ และยังมีแมกนีเซียมฟอสเฟต  $[\text{Mg}_2(\text{P}_2\text{O}_7)]$  อยู่ 15 เปอร์เซ็นต์ เป็นองค์ประกอบด้วย จะทำให้ระนาบผลึกที่ตำแหน่งมุม  $2\theta$  ต่ำ ๆ ของสารประกอบแคลเซียมแมกนีเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตที่มีอยู่ในปริมาณสูงถึง 71% สามารถไปบดบังการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์บนระนาบเดียวกันกับสารประกอบไฮดรอกซีอะพาไทต์ ส่งผลให้ความเข้มของการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์บนระนาบของไฮดรอกซีอะพาไทต์ลดน้อยลง จนไม่ปรากฏการกระเจิงที่ตำแหน่งดังกล่าวได้ แต่สารประกอบไฮดรอกซีอะพาไทต์ยังปรากฏการกระเจิงบนระนาบหลัก คือ ระนาบ (121) ที่ตำแหน่งมุม 31.82 เพียงแต่ความเข้มของพีคจะต่ำเท่ากับ 11 เปอร์เซ็นต์ ดังแสดงในตารางที่ 1 เนื่องจากมีอยู่ในปริมาณน้อย จึงทำให้ระนาบหลักของสารประกอบแคลเซียมแมกนีเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตที่ตำแหน่งมุม 31.31 ที่มีสารอยู่ในปริมาณที่สูงปรากฏความเข้มของกราฟที่เด่นชัดและเป็นกราฟที่มีความเข้มสูงสุดในสารประกอบชุดนี้ ดังแสดงในภาพที่ 3

ตารางที่ 1 เปรียบเทียบตำแหน่งมุม  $2\theta$  ระยะห่างระหว่างระนาบ ความเข้มของกราฟแต่ละระนาบ ของสารประกอบไฮดรอกซีอะพาไทต์  $[\text{Ca}_5(\text{PO}_3)_4\text{OH}]$  ที่ได้จากการสังเคราะห์ กับสารมาตรฐานในฐานข้อมูล JCPDS file No. 01-084-1998

Crystallographic plane (h k l)	JCPDS file No. 01-084-1998			Synthesized hydroxyapatite		
	Angle ( $\theta$ )	d-spacing (nm)	Intensity (%)	Angle ( $\theta$ )	d-spacing (nm)	Intensity (%)
(100)	10.840	8.1550	14	10.952	8.0982	8
(002)	25.901	3.4372	34	25.997	3.4274	30

ตารางที่ 1 (ต่อ)

Crystallographic plane (h k l)	JCPDS file No. 01-084-1998			Synthesized hydroxyapatite		
	Angle ( $\theta$ )	d-spacing (nm)	Intensity (%)	Angle ( $\theta$ )	d-spacing (nm)	Intensity (%)
(120)	28.944	3.0823	15	28.931	3.0862	6
(121)	31.791	2.8125	100	31.818	2.8125	11
(300)	32.924	2.7183	61	32.727	2.7364	20
(202)	34.087	2.6281	21	35.354	2.5388	10
(310)	39.823	2.2618	20	38.195	2.3563	5
(222)	46.731	1.9423	29	48.430	1.8796	13
(123)	49.526	1.8390	31	48.844	1.8646	12
(004)	53.258	1.7186	14	53.432	1.7148	20



ภาพที่ 3 แสดงแพทเทิล XRD ของไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มี  $[Ca_{18}Mg_2H_2(PO_3)_{14}]$  และ  $[Mg_2(P_2O_7)]$  เกิดขึ้นด้วย

ขนาดของอนุภาค จากสมการที่ 1

$$D_{hkl} = \frac{K\lambda}{\beta_{1/2} \cos \theta}$$

เมื่อตำแหน่งกราฟหลัก คือ ตำแหน่งมุม 31.8 ตรงกับระนาบ (121) เมื่อนำมาหารสองจะเท่ากับ 15.9 โดยค่า  $\beta$  เท่ากับ 0.1476 จึงแทนค่าได้ดังนี้

$$D_{hkl} = \frac{(0.89)(1.54)}{0.1476 \cos(15.9)} \times \left(\frac{180}{\pi}\right)$$



$$D_{hkl} = 541.99 \text{ \AA} \times (0.1 \text{ nm}/1 \text{ \AA}) = 54.12 \text{ nm}$$

ความยาวของแกนผลึก **a** หรือ **b** จากสมการที่ 2

เมื่อค่า d-spacing ของระนาบ (300) และระนาบ (410) มีค่าเท่ากับ 2.73643 และ 1.78341 ตามลำดับ แทนค่าได้ดังนี้ ดังนี้

$$a = \frac{9.4793 + 9.4369}{2} = 9.4581 \text{ \AA}$$

ความยาวของแกนผลึก **c** จากสมการที่ 2

เมื่อค่า d-spacing ของระนาบ (004) และระนาบ (002) มีค่าเท่ากับ 1.7148 และ 3.4274 ตามลำดับ แทนค่าได้ดังนี้ ดังนี้

$$c = \frac{6.8592 + 6.8548}{2} = 6.8570 \text{ \AA}$$

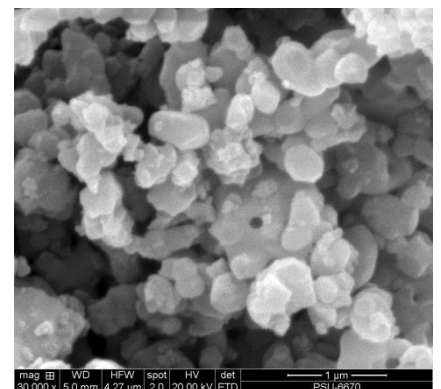
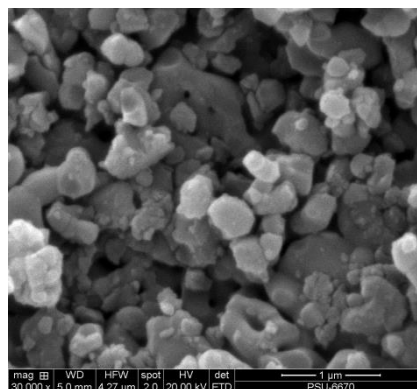
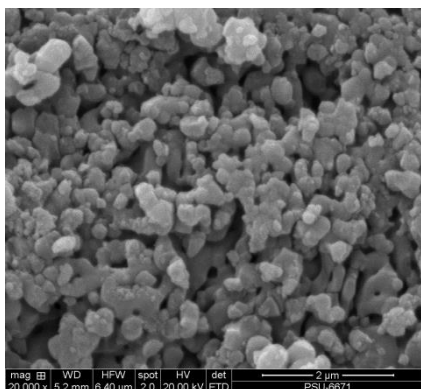
ปริมาตรของผลึก จากสมการที่ 3

แทนค่าความยาวของแกนผลึกที่คำนวณได้จากสมการข้างต้น

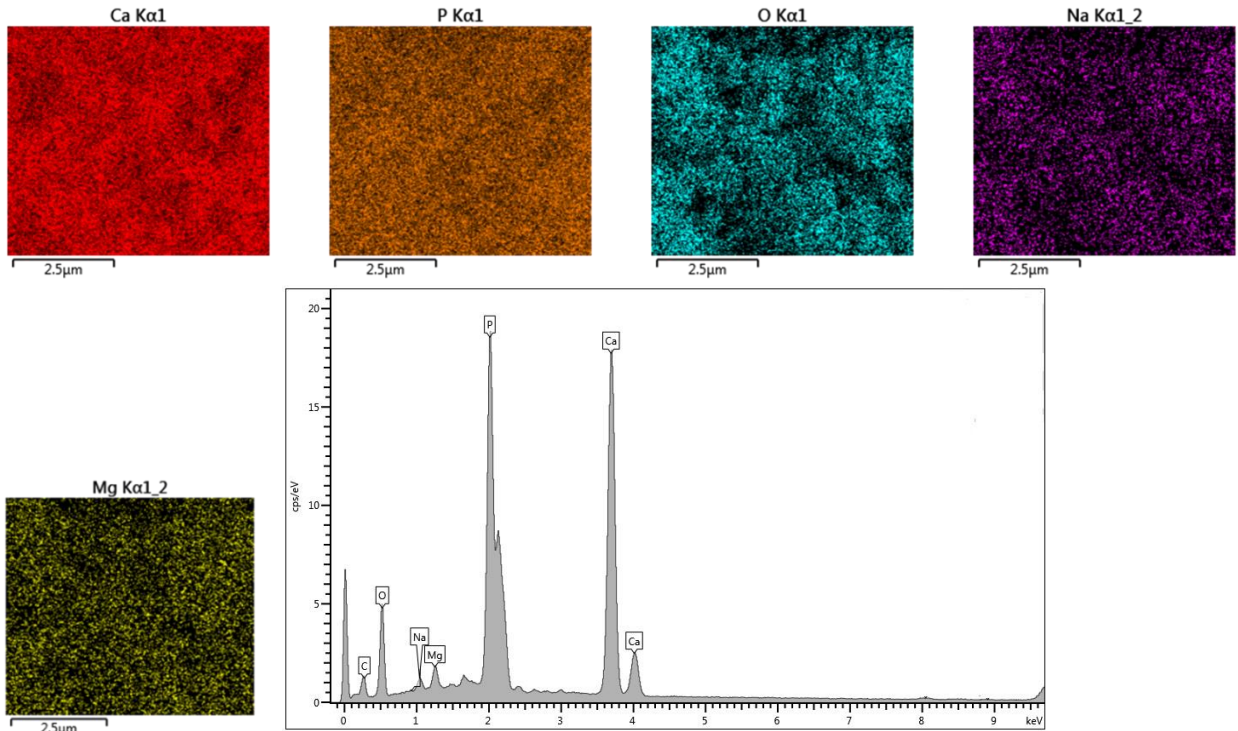
$$V = \sin 60^\circ 9.4581^2 6.8570 = 528 \text{ \AA}^3$$

#### ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของไฮดรอกซีอะพาไทต์

สำหรับสภาวะการสังเคราะห์ที่ไฮดรอกซีอะพาไทต์จากกากบูดู ที่ให้ไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีความบริสุทธิ์ค่อนข้างสูง เช่น การสังเคราะห์ด้วยวิธีการแช่ด้วยกรด HCl และเบส NaOH เป็นเวลา 12 ชั่วโมง พร้อมกวนสารละลายไปด้วย จะให้ผลิตภัณฑ์ที่มีไฮดรอกซีอะพาไทต์บริสุทธิ์ 79 เปอร์เซ็นต์ โดยจากการถ่ายภาพอิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) จะเห็นว่ามีบางอนุภาคก่อผลึกเป็นรูปร่างแบบ hexagonal ในลักษณะที่แกน *a* ยาวกว่าแกน *c* สอดคล้องกับการคำนวณหาค่าแกน *a* และแกน *c* (Daupor et al., 2018) แต่สำหรับการสังเคราะห์ด้วยสภาวะนี้ไม่ปรากฏลักษณะผลึกรูปร่าง hexagonal คาดว่าเกิดจากปริมาณความบริสุทธิ์ของผลึกนั้น ค่อนข้างต่ำ คือ เพียง 13% ทำให้โอกาสในการพบผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์นั้นมีน้อย จึงไม่พบผลึกรูปร่างแบบ hexagonal ของไฮดรอกซีอะพาไทต์ดังกล่าว ดังแสดงในภาพที่ 4 แต่การเตรียมไฮดรอกซีอะพาไทต์ในสภาวะนี้จะทำให้มีรูพรุนเกิดขึ้น จะส่งผลดีต่อประสิทธิภาพในการดูดซับ เนื่องจากได้เพิ่มพื้นที่ผิว ดังแสดงในภาพที่ 5 ส่วนชนิดของธาตุองค์ประกอบ ได้แก่ Ca, P, O, Na และ Mg โดยธาตุ Ca, P, O และ Mg มีความหนาแน่นของเม็ดสียูก่อนข้างสูง ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักที่มีตรวจพบจากการวิเคราะห์ด้วย XRD ส่วนธาตุ Na มีอยู่เล็กน้อย



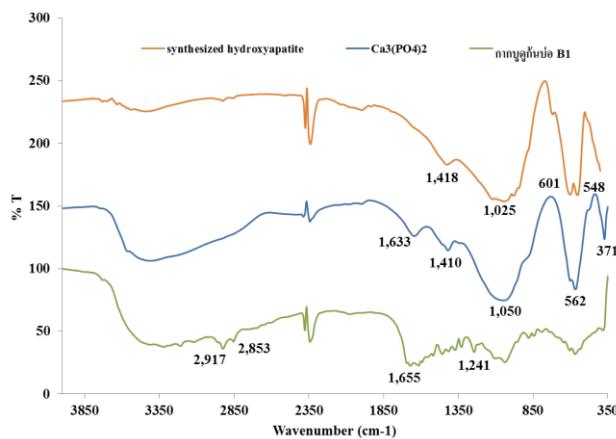
ภาพที่ 4 ภาพถ่ายอิเล็กตรอนแบบส่องกราด



ภาพที่ 4 แสดงสัญญาณวิทยาของไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่กำลังขยายต่าง ๆ แสดงชนิดและการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบ

**วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยเทคนิค Infrared spectroscopy**

จากการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยเครื่อง Infrared spectroscopy จากรูปที่ 6 พบว่ามีแถบการดูดกลืนที่กว้างในช่วง 3,000-3,600  $\text{cm}^{-1}$  เป็นการสั่นของโมเลกุลของน้ำ ที่ตำแหน่ง 601.68 และ 548.65  $\text{cm}^{-1}$  เป็นการสั่นแบบ Bending O-P-O ที่ตำแหน่ง 1,025.94  $\text{cm}^{-1}$  เป็นการสั่นแบบ Stretching P-O ที่ตำแหน่ง 1,418  $\text{cm}^{-1}$  เป็นการสั่นของพันธะ  $\text{CO}_3^{2-}$  ที่มีอยู่ในผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์ ที่ตำแหน่ง 371.23  $\text{cm}^{-1}$  เป็นการสั่นของพันธะ Ca-O การสั่นของหมู่ฟอสเฟตเป็นตำแหน่งเดียวกันกับหมู่ฟอสเฟตและพันธะของแคลเซียม ในตัวอย่างกากบดก่อนที่จะนำมาสังเคราะห์เป็นไฮดรอกซีอะพาไทต์ เพียงแต่ในตัวอย่างกากบดการสั่นที่ตำแหน่งดังกล่าวยังไม่เด่นชัด เนื่องจากกากบดยังมีองค์ประกอบอื่น ๆ จำพวก โปรตีนและไขมัน อยู่อีกมาก ดังที่ปรากฏการสั่นที่ตำแหน่ง 2,917 และ 2,853  $\text{cm}^{-1}$  ซึ่งเป็นการสั่นของหมู่ C-H ในโปรตีนและไขมัน แถบการดูดกลืนที่กว้างในช่วง 1,655-1,241  $\text{cm}^{-1}$  (Goto & Sasaki, 2014) แสดงการสั่นของสารกลุ่มเอไมด์ที่เป็นองค์ประกอบของโปรตีนจากกากบดดังกล่าว



ภาพที่ 5 แสดงแพทเทิล XRD ของไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่สังเคราะห์จากกากบดโดยวิธีการแคลไซน์

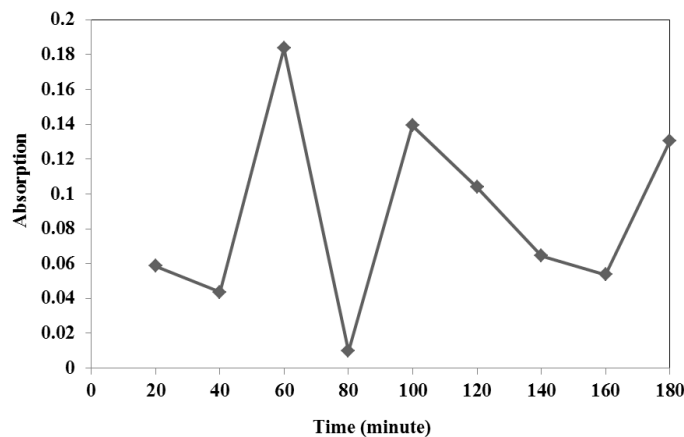
ตารางที่ 2 สรุปคุณลักษณะทางฟิสิกส์เบื้องต้นของไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่ได้จากการสังเคราะห์

สารตัวอย่าง	ลักษณะของสี	ผลผลิตร้อยละ (%)	ขนาดผลึก (nm)	ความยาวของแกนผลึก (Å)		ปริมาตรของผลึก (Å) <sup>3</sup>
				<i>a</i>	<i>c</i>	
JCPDS file No. 01-084-1998	ผงสีขาว	NA	NA	9.4166	6.8745	527
Synthesized hydroxyapatite	ผงสีขาว	55	54	9.4581	6.8570	528

หมายเหตุ NA หมายถึง ไม่ได้ทำการวิเคราะห์

### ผลการดูดซับยาปฏิชีวนะ Streptomycin

ตัวยาปฏิชีวนะ Streptomycin เป็นยาต้านแบคทีเรียที่ใช้กันอย่างแพร่หลาย มีค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น  $\lambda_{max} = 282$  นาโนเมตร เมื่อนำมาทดสอบประสิทธิภาพการดูดซับยาปฏิชีวนะ Streptomycin พบว่า ความเข้มข้นของตัวยาไม่คงที่ โดยความเข้มข้นลดลงในช่วงเวลา 40 นาทีแรก และจะเพิ่มขึ้นสูงที่เวลาการดูดซับ 60 นาที และจะมีแนวโน้มที่ลดลงอีกครั้งในช่วงเวลา 100 – 160 นาที ดังแสดงในรูปที่ 7 การที่ความเข้มข้นของตัวยาไม่คงที่ คาดว่าเกิดจากการที่ตัวยาเกิดอันตรกิริยากับไฮดรอกซีอะพาไทต์ ที่มีทั้งแคตไอออนและแอนไอออน คือ  $Ca^{2+}$  และ  $PO_4^{3-}$  ทำให้ความเข้มข้นของตัวยาไม่คงที่ โดยปรากฏสเปกตรัมการดูดกลืนแสงใหม่ที่กว้าง ที่ช่วงความยาวคลื่นประมาณ 400 – 500 นาโนเมตร ซึ่งคาดว่า เป็นผลจากการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของตัวยาจากอันตรกิริยาดังกล่าว



ภาพที่ 7 แสดงประสิทธิภาพการดูดซับยาปฏิชีวนะ Streptomycin

### สรุป

การสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์จากการบดที่ตกตะกอนอยู่ที่ก้นบ่อขุด โดยการล้างกากบดด้วยวิธีการต้มด้วยน้ำกรองและล้าง แล้วนำไปอบให้แห้ง จึงนำไปเผา ผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่ได้จากวิธีการนี้จะมีสารประกอบแคลเซียมแมกนีเซียมไฮดรเจนฟอสเฟตเกิดขึ้นในปริมาณสูงและยังมีแมกนีเซียมฟอสเฟตอยู่ด้วย คาดว่าเกิดจากขั้นตอนการล้างกากบดขณะทำการกรอง ไม่สะอาดพอ โดยไม่ได้ทำการตรวจสอบใด ๆ ควรจะทำการวัดค่าพีเอชของสารละลายที่ได้จากการล้างให้เป็นกลาง ก่อนที่จะนำไปอบ การล้างในปริมาณที่น้อยและสารละลายยังไม่เป็นกลาง อาจส่งผลให้แมกนีเซียมไอออนที่มีอยู่ในการบดไม่ถูกล้างออกไป ทำให้เมื่อทำการเผาเกิดการแย่งเกิดพันธะกับฟอสเฟตไอออน ทำให้เกิดเป็นแคลเซียมแมกนีเซียมไฮดรเจนฟอสเฟตและแมกนีเซียมฟอสเฟต อีกทั้งไม่มีการเติมสารละลายเบสลงไป ทำให้ไม่มีหมู่ไฮดรอกซีเกิดขึ้นในโครงผลึกในโครงผลึกของไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่ไม่มีริสท์ที่มีแคลเซียมแมกนีเซียมไฮดรเจนฟอสเฟตและแมกนีเซียมฟอสเฟตอยู่ด้วย จะทำให้ความยาวของแกนผลึกด้าน *a* มีความยาวมากกว่าสารมาตรฐาน แต่ด้าน *c* จะสั้นกว่าสารมาตรฐาน คาดว่าเกิดจากการแทรกตัวของสารแคลเซียมแมกนีเซียมไฮดรเจนฟอสเฟตและแมกนีเซียมฟอสเฟตไปตามแกน *a* และ *b* ไม่ได้แทรกตัวอยู่ตามแกน *c* ส่งผลให้มีความยาวของแกนผลึกผิดไปจากเดิม และทำให้ปริมาตรของผลึกมีค่ามากกว่าสารมาตรฐานด้วยเช่นกัน ดังแสดงข้อมูลสรุปในตารางที่ 2



## กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณโรงงานบุญดูยี่เซ็ง ตำบลปะเสยะวอ อำเภอสายบุรี จังหวัดปัตตานี ที่สนับสนุนทุนวิจัยบางส่วน

## เอกสารอ้างอิง

- ชุลกิปลี ยานี. (2555). ภูมิปัญญาการทำและการอนุรักษ์น้ำบาดาลของกลุ่มชาวบ้านหมู่ 1 ตำบลปะเสยะวอ อำเภอสายบุรี จังหวัดปัตตานี. วิทยานิพนธ์ปริญญาศิลปศาสตรมหาบัณฑิต, มหาวิทยาลัยสุโขทัยธรรมาธิราช.
- Akram, M. & Ahmed, R. (2014). Extracting Hydroxyapatite and its Precursors from Natural Resources. *Journal of Materials Science*, 49, 1461-1475.
- Al-sokanee, Z. N., Toabi, A. A. H., Al-assadi, M. J. & Alassadi. E. A. S. (2009). The Drug Release Study of Ceftriaxone from Porous Hydroxyapatite Scaffolds. *American Association of Pharmaceutical Scientists*, 10(3), 772-779.
- Boutinguiza, M. J., Comesaña, P. R., Lusquiños, F., Carlos, A. D. & León, B. (2012). Biological Hydroxyapatite Obtained from Fish Bones. *Materials Science & Engineering C*, 32(3). 478-486.
- Daupor, H., Kuwae, P., Wijaya. A. R. Chelong, I. & Haji Samoh, A. (2018). Effect of the Sample Preparation on the Composition of Hydroxyapatite Derived from Waste Anchovy Fish Bone. Proceeding of the *Pure and Applied Chemistry International Conference (PACCON 2018)*, Thailand, 7-9 February 2018.
- Figueiredo, M., Fernando, A., Martins, G., Freitas, J., Judas, J. M. & Figueiredo, H. (2010). Effect of the Calcination Temperature on the Composition and Microstructure of Hydroxyapatite Derived from Human and Animal Bone. *Ceramics International*, 36(8), 2383-2393.
- Goto, T. & Sasaki, K. (2014). Effects of Trace Elements in Fish Bones on Crystal Characteristics of Hydroxyapatite Obtained by Calcination. *Ceramics International*, 40, 10777-10785.
- Kumar, G. S., Rajendran, S., Karthi, S., Govindan, R., Girija, E. K., Karunakaran, G. & Kuznetsov, D. (2017). Green Synthesis and Antibacterial Activity of Hydroxyapatite Nanorods for Orthopedic Applications. *MRS Communication*, 1-6, doi:10.1557/mrc.2017.18.
- Pal, A., Paul, S., Choudhury, A. R., Balla, V.K., Das, M. & Sinha, A. (2017). Synthesis of Hydroxyapatite from *Lates calcarifer* Fish Bone for Biomedical Applications. *Materials Letters*, 203, 89-92.
- Piccirillo, C. M., Silva, F., Pullar, R. C., Braga, I., Jorge, R., Pintado, M. M. A. & Castro. P.M.L. (2013). Extraction and Characterisation of Apatite- and Tricalcium Phosphate-based Materials from Cod Fish Bones. *Materials Science & Engineering C*, 33(1), 103-110.