

7

การเพิ่มความแข็งแรงของไฮดรอกซีอะพาไทต์
โดยการเคลือบด้วยแก้วเคลือบเซียมฟอสเฟต

นายสมชาติ พุกพัฒนาชัย



สถาบันวิทยบริการ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
ภาควิชาวัสดุศาสตร์

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2539

ISBN 974-636-639-8

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

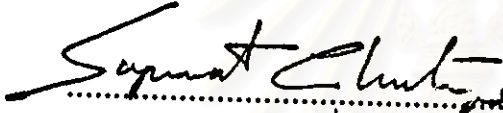
**STRENGTHENING OF HYDROXYAPATITE BY GLAZING
WITH CALCIUM PHOSPHATE GLASS**

MR. SOMCHART PHUCKPATTANACHAI

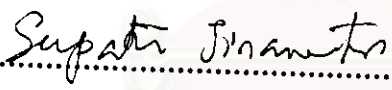
**A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science
Department of Materials Science
Graduate School
Chulalongkorn University
Academic Year 1996
ISBN 974-636-539-8**

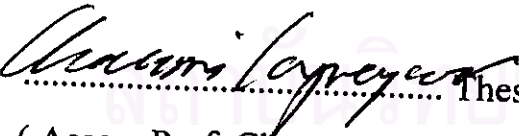
Thesis Title Strengthening of Hydroxyapatite by Glazing with
 Calcium Phosphate Glass
By Mr. Somchart Phuckpattanachai
Department Materials Science
Thesis Adviser Assoc. Prof. Charussri Lorprayoon, Ph.D.

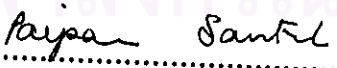
Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University in
Partial Fulfillment of Requirements for the Master's Degree.

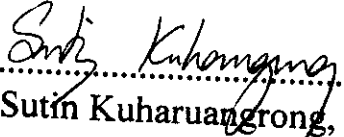

..... Dean of Graduate School
(Professor Supawat Chutivongse, M.D.)

Thesis Committee.


..... Chairman
(Assoc. Prof. Supatra Jinawath, Ph.D.)


..... Thesis Adviser
(Assoc. Prof. Charussri Lorprayoon, Ph.D.)


..... Member
(Assist. Prof. Paipan Santisuk)


..... Member
(Sutin Kuharuangrong, Ph.D.)



พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสี่เหลี่ยมนี้เพียงแผ่นเดียว

สมชาติ พุกพัฒนาชัย : การเพิ่มความแข็งแรงของไฮดรอกซีอะพาไทต์โดยการเคลือบด้วยแก้วแคลเซียมฟอสเฟต (STRENGTHENING OF HYDROXYAPATITE BY GLAZING WITH CALCIUM PHOSPHATE GLASS) อ. ที่ปรึกษา : รศ.ดร. จรัสศรี ลอประยูร, 77 หน้า ISBN 974-636-539-8.

งานวิจัยนี้มีจุดประสงค์เพื่อเพิ่มความแข็งแรงของไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เตรียมจากเก้ากระดุก โดยการเหนี่ยวนำให้เกิดภาวะแรงอัดที่ผิวหน้า ในการศึกษา มีชิ้นตัวอย่างเตรียมได้จากผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ โดยการรีดผ่านหัวแบบ เมาและวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะ จากนั้นเคลือบด้วยแก้วแคลเซียมฟอสเฟต ซึ่งสามารถเลือกส่วนผสมให้มีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเมื่อได้รับความร้อนได้ตามความเหมาะสม โดยการเติมสารเติมแต่ง เช่น Na_2O ควบคุมอุณหภูมิ และเวลาขณะเคลือบให้เหมาะสม แล้วทดสอบค่าความแข็งแรงของชิ้นงาน พบว่าความแข็งแรงของไฮดรอกซีอะพาไทต์ ที่ถูกเคลือบด้วยแก้ว แคลเซียมฟอสเฟตซึ่งเติม $0.18 \text{ mol } Na_2O$ มีค่าเพิ่มขึ้น 18.5% (32 MPa) เมื่อเปรียบเทียบกับชิ้นงานที่ไม่ได้เคลือบ



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา วัสดุศาสตร์
สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก
ปีการศึกษา 2539

ลายมือชื่อนิติกร
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

พิมพ์ต้นฉบับบทความวิจัยวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสี่เหลี่ยมนี้เพียงแผ่นเดียว

##C726226 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEY WORD: HYDROXYAPATITE / STRENGTHENING/ CALCIUM PHOSPHATE GLASS

SOMCHART PHUCKPATTANACHAI : STRENGTHENING OF HYDROXYAPATITE BY GLAZING WITH CALCIUM PHOSPHATE GLASS. THESIS ADVISER : ASSOC. PROF. CHARUSSRI LORPRAYOON, Ph.D. 77 pp. ISBN 974-636-539-8.

The aim of this research was to increase the strength of Hydroxyapatite (HAP) prepared from cattle bone ash by inducing compressive surface stress. In this study, the HAP paste was extruded into rod shape specimens, sintered and then characterized. Calcium phosphate (CP) glass was used as a coating material. The glass composition was selected in such a way that it had the appropriate coefficient of thermal expansion by adding Na₂O. Coating process was carried out by dipping the sintered specimens in the molten glass under controlled temperature and time. The compressive strength of the coated specimens was measured and compared to that of uncoated ones. It was found that the maximum flexural strength of coated HAP with 0.18 mol Na₂O added CP glass was increased to 18.5% (32 MPa) compared with the uncoated specimens.




สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา..... วัสดุศาสตร์.....

สาขาวิชา..... เทคโนโลยีเซรามิก.....

ปีการศึกษา..... 2539.....

ลายมือชื่อนิสิต..... สมชาติ นุกนันทน์.....

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา..... .....

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม..... -.....

ACKNOWLEDGEMENT

I would like to express deep appreciation to my adviser, Assoc. Prof. Dr. Charussri Lorprayoon, for her patience, invaluable assistance and for all that I have learned from her during the entire study.

I also wish to thank the following people :

Mrs. Tepiwan Chitwatcharakomol, Mrs. Wanna Kositamongkol, Miss Arunee Kongdee, Miss Raweevan Visanuyothin for their kind assistance and valuable advice.

Appreciation is also extended to all teachers, graduate students, and staff of Materials Science Department who have contributed to the continuing interest and comments.

Last by, I would like to express my love and gratitude to my father and mother for their love, patience and encouragement and also my appreciation for the research financial support from Graduate School Committee, Chulalongkorn University.

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Contents

	page
Abstract (Thai).....	IV
Abstract (English)	V
Acknowledgement	VI
List of Tables	IX
List of Figures	X
Chapter	
I Introduction	1
II Literature Survey	4
2.1 Hydroxyapatite.....	4
2.2 Synthesis of Hydroxyapatite.....	7
2.3 Strengthening of Hydroxyapatite.....	11
2.4 Forming	19
2.5 Sintering.....	23
2.6 Calcium Phosphate Glass.....	26
III Experimental Procedure.....	31
3.1 Preparation and Ceramic Processing of	31
Hydroxyapatite	
3.2 Characterization of Hydroxyapatite.....	34
3.3 Strength Measurement of Hydroxyapatite.....	36
3.4 Preparation of Calcium Phosphate Glass.....	37

3.5	Strengthening of Hydroxyapatite by Coating	39
	with Calcium Phosphate Glass	
3.6	Strength Measurement of Coated Hydroxyapatite	40
IV	Results and Discussion	41
4.1	Characteristics Characteristics of Hydroxyapatite	41
4.2	Forming and Characteristics of Hydroxyapatite	44
4.3	Mechanical Strength of Sintered Hydroxyapatite	48
4.4	Characteristics of Calcium Phosphate Glass	49
4.5	Characteristics of Coated Hydroxyapatite	55
4.6	Strength Measurement of Coated Hydroxyapatite	61
V	Conclusion	65
	References	66
	Appendices	69
	Vita	77

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

List of Tables

Table	Page
2.1 Mechanical properties.....	13
2.2 Various techniques for coating HAp onto metals.....	15
2.3 Microstructure change observed in solid-state sintering.....	25
3.1 Composition of CP glass.....	38
4.1 Chemical analysis of HAp powder.....	42
4.2 Condition of extruded HAp specimens.....	45
4.3 Properties of sintered HAp.....	48
4.4 Compressive strength and flexural strength of sintered HAp	48
4.5 Thermal expansion and glass transition temperature of CP glass	49
4.6 Difference of thermal expansion between HAp and CP glass	51
4.7 Thickness of coated HAp specimens.....	57
4.8 Compressive strength of coated HAp under annealing.....	61
4.9 Flexural strength of coated HAp without annealing.....	62

List of Figures

Figure	Page
2.1 Crystal structure of hydroxyapatite projected along c-axis (upper) and along a-axis (bottom)	5
2.2 Effect of additives on compressive strength.....	4
2.3 Effect of additives on flexural strength.....	14
2.4 The relationship of pressure and water content for the various types of forming.....	20
2.5 Piston extruder.....	21
2.6 Vacuum auger extruder.....	22
2.7 Schematic of solid-state material transport.....	24
2.8 Forms planar chains of tetrahedral.....	27
2.9 Phosphate chain cross-linking by divalent cations.....	27
3.1 Selected part of cattle leg bone.....	32
3.2 Illustration of coating process.....	39
4.1 XRD patterns of HAp powder.....	43
4.2 Sintered HAp specimens.....	46
4.3 XRD patterns of sintered HAp.....	46

Figure	Page
4.4 SEM of HAp specimens.....	47
4.5 The change of thermal expansion coefficient as a function of mol Na ₂ O	50
4.6 The variation of thermal expansion of HAp compared..... with C4	52
4.7 The variation of thermal expansion of HAp compared..... with C5	53
4.8 The variation of thermal expansion of HAp compared..... with C6	54
4.9 Coated HAp specimens under annealing.....	56
4.10 Coated HAp specimens without annealing.....	56
4.11 Microstructure of coated HAp under annealing..... a), b) HAp-C4 c), d) HAp-C5	58
4.12 Microstructure of coated HAp without annealing..... a), b) HAp-C4 c), d) HAp-C5 e), f) HAp-C6	59
4.13 The relationship of compressive strength of uncoated HAp and coated HAp with C4 and C5 under annealing	63

Figures

Page

- 4.14 The relationship of flexural strength of uncoated HAp and
and coated HAp with C4, C5 and C6 under annealing 61



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย