

การเพิ่มความแข็งแรงของไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เตรียมจากถ้ำกระดูกวัวควาย
โดยการเหนียวทำให้เกิดแรงอัดที่ผิวหน้า



นางสาววรรณ โฉมิตะมงคล

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
ภาควิชาวัสดุศาสตร์

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ. 2538

ISBN 974 - 632 - 339 -3

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

I16588265

**STRENGTHENING OF HYDROXYAPATITE PREPARED
FROM CATTLE BONE ASH BY INDUCING COMPRESSIVE SURFACE**

Miss Wanna Kositamongkol

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science

Department of Materials Science

Graduate School

Chulalongkorn University

1995

ISBN 974 - 632 - 339 - 3



Thesis Title Strengthening of Hydroxyapatite Prepared from
 Cattle Bone Ash by Inducing Compressive Surface
 By Miss Wanna Kositamongkol
 Department Materials Science
 Thesis Advisor Assoc. Prof. Charussri Lorprayoon, Ph.D.

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

..... *Santi Thoongsuwan* Dean of Graduate School
 (Assoc. Prof. Santi Thoongsuwan , Ph.D.)

Thesis Committee

..... *Wut Uda* Chairman
 (Assoc. Prof. Weresak Udomkichecha , Ph.D.)
 *Charussri Lorprayoon* Thesis Adviser
 (Assoc. Prof. Charussri Lorprayoon , Ph.D.)
 *Reinhard Conradt* Member
 (Reinhard Conradt , Ph.D.)
 *Supatra Jinawath* Member
 (Assoc. Prof. Supatra Jinawath , Ph.D.)
 *Paipan Suntisuk* Member
 (Assist. Prof. Paipan Suntisuk)



พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสี่เหลี่ยมนี้เพียงแผ่นเดียว

วรรณฯ โยสิตะมงคล : การเพิ่มความแข็งแรงของไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เตรียมจากเต้ากระดูกวัวควายโดยการเหนี่ยวนำให้เกิดแรงอัดที่ผิวหน้า (STRENGTHENING OF HYDROXYAPATITE PREPARED FROM CATTLE BONE ASH BY INDUCING COMPRESSIVE SURFACE)

อ.ที่ปรึกษา : รศ.ดร.จรัสศรี ลอประยูร, 106 หน้า. ISBN 974-632-339-3

งานวิจัยครั้งนี้มีจุดประสงค์เพื่อเพิ่มความแข็งแรงของไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เตรียมจากเต้ากระดูกวัวควายโดยการเหนี่ยวนำให้เกิดแรงอัดที่ผิวหน้า ในการทดลองครั้งนี้ได้นำเอาไฮดรอกซีอะพาไทต์สองชนิดคือ MP และ TP โดยที่ TP มีการชินเทอร์ง่ายและ MP ชินเทอร์ยากกว่ามาใช้ร่วมกันในอัตราส่วนต่างๆ กัน ทำการอัดขึ้นรูปให้เป็นแท่งบาร์โดยใช้แรงอัดทิศทางเดียว เฝาระและศึกษาลักษณะเฉพาะ เลือกส่วนผสมที่มีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเมื่อร้อนต่ำทำเป็นส่วนที่เคลือบ แล้วนำไปพันเคลือบชิ้นงานที่เตรียมจาก TP ซึ่งมีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเมื่อร้อนสูงกว่า ทำการเฝาระและวัดค่าความแข็งแรง พบว่าค่าความแข็งแรงของชิ้นงานที่ผ่านการเคลือบมีค่าลดลงร้อยละ 19-27 เนื่องจากค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเมื่อร้อนของชิ้นงาน TP และส่วนที่เคลือบมีความแตกต่างกันเพียงเล็กน้อยจึงไม่สามารถเหนี่ยวนำให้เกิดแรงอัดที่ผิวหน้าได้

ภาควิชา วัสดุศาสตร์

สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก

ปีการศึกษา 2537

ลายมือชื่อนิสิต โยสิตะมงคล

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม



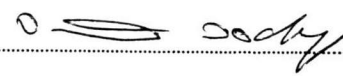
C527082 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEY WORD: HYDROXYAPATITE / STRENGTHENING / CATTLE BONE ASH

WANNA KOSITAMONGKOL : STRENGTHENING OF HYDROXYAPATITE PREPARED FROM CATTLE BONE ASH BY INDUCING COMPRESSIVE SURFACE. THESIS ADVISOR : ASSO. PROF. CHARUSSRI LORPRAYOON, Ph.D. 106 pp. ISBN 974-632-339-3

The work is aimed to investigate the strengthening of hydroxyapatite (HAp) prepared from cattle bone ash by means of induced compressive surface stresses. In the study, there are two kinds of HAp: one that is easily sintered and another that is poorly sintered, are used together in different ratios. The preparation of sintered HAp specimens coated with a mixture of two different HAp having a lower thermal expansion coefficient is characterised. It was found that the compressive strength of the coated HAp is decreased to 19-27 %, compared to that of the uncoated HAp due to the slight difference in thermal expansion coefficient.

ภาควิชา วัสดุศาสตร์.....
สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก.....
ปีการศึกษา 2537.....

ลายมือชื่อนิสิต..... วรรณวิมลวรรณ.....
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา..... ๐ .....
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม..... -.....



ACKNOWLEDGEMENT

I would like to express the sincere appreciation to my advisor, Assoc. Prof. Dr. Charussri Lorprayoon, for her patience, invaluable assistance and for all that I have learned from her during my study. My special thanks are extended to Dr. Suthiweth T.Saengchantara for giving many helpful suggestions.

I also wish to thank all teachers, graduate students and my colleagues at Department of Science Service who have contributed the continuing interest and comments.

Finally, I would like to acknowledge the Graduate School Committee of the university for financial support.



CONTENTS

		Page
Abstract (Thai)	IV
Abstract (English)	V
Acknowledgement	VI
List of Tables	IX
List of Figures	X
Chapter		
1	Introduction	1
2	Literature Survey	4
	Hydroxyapatite Structure	4
	Clinical Applications of Hydroxyapatite	7
	Strengthen of Hydroxyapatite	8
	Strengthen by Compressive Surface Stresses	12
	Ceramic Processing	17
3.	Experiment	26
	Experimental Description	26
	Experimental Procedure	28
	3.1 Hydroxyapatite Preperation and Process	28
	3.2 Characterization of Hydroxyapatite	35
	3.3 Mechanical Strength Testing of Hydroxyapatite	41
	3.4 Hydroxyapatite Mixtures Preperation and Process	43
	3.5 Characterization of Hydroxyapatite Mixtures	44
	3.6 Strengthening of Hydroxyapatite by Coating	45
	3.7 Characterization of Coated Hydroxyapatite	46

Chapter	Page
3.8 Mechanical Strength Testing of Coated Hydroxyapatite.....	46
4 Results and Discussion.....	47
Characteristics of Hydroxyapatite.....	47
Mechanical Strength of Hydroxyapatite.....	68
Characteristics of Hydroxyapatite Mixtures.....	70
Characteristics of Coated Hydroxyapatite.....	84
Mechanical Strength of Coated Hydroxyapatite.....	89
5 Conclusion.....	93
References.....	94
Appendices.....	97
Vita.....	106

Lists of Tables

Table	Page	
2.1	Techniques for consolidation of powder into a particular shape.....	21
2.2	Microstructural change observed in solid-state sintering.....	25
3.1	Various compositions of MP and TP mixtures.....	43
4.1	Chemical composition of MP and TP powders.....	48
4.2	Density and Specific surface area of MP and TP powders.....	51
4.3	Characteristics of MP and TP granules.....	52
4.4	Compact density of MP and TP compact bars.....	53
4.5	Properties of MP and TP sintered specimens.....	61
4.6	Thermal expansion coefficient of MP and TP specimens sintered at 1200°C.....	67
4.7	Compressive strength of MP and TP sintered specimens.....	68
4.8	Compact density of MPTP1-6.....	70
4.9	Properties of MPTP1-6 sintered specimens.....	77
4.10	Thermal expansion coefficient of MPTP1-6 specimens sintered at 1200°C.....	83
4.11	Thickness of a coating layer of the coated TP specimens.....	84
4.12	Properties of coated TP specimens sintered at 1200°C.....	87
4.13	Compressive strength of the coated TP with MP, MPTP5 and MPTP6 sintered at 1200°C.....	89

List of Figures

Figure	Page
1.1 Flowchart of the research work.....	3
2.1 Crystal structure of hydroxyapatite projected along c-axis (upper) and along a-axis (bottom).....	5
2.2 Effects of additives on compressive strength.....	11
2.3 Effects of additives on bending strength.....	11
2.4 Crazeing and peeling in ceramic coating.....	16
2.5 Schematic of an attrition mill (Richerson,1982).....	19
2.6 Schematic of solid-state material transport.....	24
3.1 Flow chart of experimental procedure.....	27
3.2 Selected part of cattle leg bone.....	28
3.3 Illustration of granule size selection.....	30
3.4 MP powders.....	31
3.5 MP granules.....	31
3.6 Hydraulic pressing machine.....	32
3.7 Metal mould.....	33
3.8 Compact bars (MP).....	33
3.9 Electric furnace (Nabertherm model 20N/H).....	34
3.10 X-ray driffractometer (Philips PW 1710).....	35
3.11 Scanning electron microscope (JEOL JSM 35 CF).....	36
3.12 Micromeritics pycnometer (AccuPyc 1330).....	37
3.13 Sedigraph 5100 particle size analyser.....	38

Figure	Page
3.14 Dilatometer (Adamel Lhomargy DI-24).....	40
3.15 Universal Testing Machine (Shimadzu Autograph AGS-500D).....	42
4.1 XRD patterns of MP and TP powders.....	49
4.2 Scanning electron micrograph of MP and TP powders.....	50
4.3 Particle size distribution of MP and TP powders.....	51
4.4 Scanning electron micrograph of MP and TP compact bars.....	54
4.5 XRD patterns of MP specimens sintered at 1150 ^o , 1200 ^o and 1250 ^o C respectively.....	56
4.6 XRD patterns of TP specimens sintered at 1150 ^o , 1200 ^o and 1250 ^o C respectively.....	57
4.7 Scanning electron micrograph of MP and TP specimens sintered at 1150 ^o , 1200 ^o and 1250 ^o C respectively.....	59
4.8 Linear shrinkage of MP and TP specimens sintered at 1150 ^o , 1200 ^o and 1250 ^o C respectively.....	62
4.9 Water absorption of MP and TP specimens sintered at 1150 ^o , 1200 ^o and 1250 ^o C respectively.....	63
4.10 Apparent porosity of MP and TP specimens sintered at 1150 ^o , 1200 ^o and 1250 ^o C respectively.....	64
4.11 Bulk density of MP and TP specimens sintered at 1150 ^o , 1200 ^o and 1250 ^o C respectively.....	65
4.12 Relative density of MP and TP specimens sintered at 1150 ^o ,1200 ^o and1250 ^o c respectively.....	66

Figure	Page
4.13 Compressive strength of MP and TP specimens sintered at 1150 ^o , 1200 ^o and 1250 ^o C respectively.....	69
4.14 Scanning electron micrograph of MPTP4 and MPTP5 compact bars.....	72
4.15 XRD patterns of MPTP1-6 sintered at 1200 ^o C.....	73
4.16 Scanning electron micrograph of MPTP1-6 sintered at 1200 ^o C.....	75
4.17 Linear shrinkage of MPTP1-6 including MP and TP specimens sintered at 1150 ^o , 1200 ^o and 1250 ^o C respectively.....	78
4.18 Water absorption of MPTP1-6 including MP and TP specimens sintered at 1150 ^o , 1200 ^o and 1250 ^o C respectively.....	79
4.19 Apparent porosity of MPTP1-6 including MP and TP specimens sintered at 1150 ^o , 1200 ^o and 1250 ^o C respectively.....	80
4.20 Bulk density of MPTP1-6 including MP and TP specimens sintered at 1150 ^o , 1200 ^o and 1250 ^o C respectively.....	81
4.21 Theoretical density of MPTP1-6 including MP and TP specimens sintered at 1150 ^o , 1200 ^o and 1250 ^o C respectively.....	82
4.22 XRD patterns of coated TP with a) MP b) MPTP5 and c) MPTP6 after sintering at 1200 ^o C.....	86
4.23 Surface condition of coated TP with a) MP b) MPTP5 and c)MPTP6 sintered at 1200 ^o C.....	88
4.24 The relationship of compressive strength and relative density of uncoated and coated TP with MP, MPTP5 and MPTP6.....	91