

รหัสโครงการ SUT7-708-53-12-29



## รายงานการวิจัย

### การปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบเซรามิกชีวภาพไฮดรอกซี แอสปาทิต-อะลูมินาด้วยอนุภาคเซอร์โคเนีย

(Improvement of Mechanical Properties of Hydroxyapatite-Alumina  
Bioceramic Composite Materials with Zirconia Particles)

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจาก  
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว

รหัสโครงการ SUT7-708-53-12-29



## รายงานการวิจัย

### การปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบเซรามิกชีวภาพไฮดรอกซี แอสปาทิต-อะลูมินาด้วยอนุภาคเซอร์โคเนีย

(Improvement of Mechanical Properties of Hydroxyapatite-Alumina  
Bioceramic Composite Materials with Zirconia Particles)

#### คณะผู้วิจัย

##### หัวหน้าโครงการ

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุขเกษม กังวานตระกูล

สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก

สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ปีงบประมาณ พ.ศ. 2553

ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว

ธันวาคม 2554

## กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ประสบความสำเร็จลุล่วงด้วยดี โดยได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ปีงบประมาณ 2553 ผู้วิจัยขอขอบคุณคุณไพรัช ทองละเอียด ผู้ช่วยวิจัย และขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ประจำศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ที่ให้ความช่วยเหลือตลอดจนอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือต่าง ๆ จนผู้วิจัยสามารถดำเนินการวิจัยจนสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี



(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุภเกษม กิ่งวานตระกุล)

ผู้วิจัย



## บทคัดย่อ

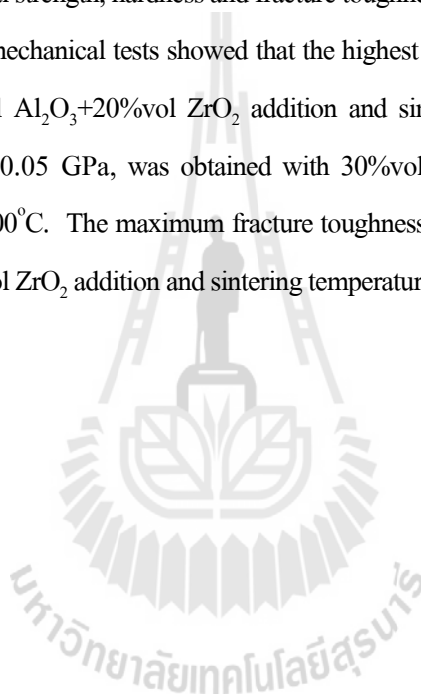
งานวิจัยนี้ทำการศึกษาอิทธิพลของเซอร์โคเนียที่มีต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบไฮดรอกซีแอปาทิต-อะลูมินา โดยมีวัตถุประสงค์เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบไฮดรอกซีแอปาทิต-อะลูมินา โดยเฉพาะอย่างยิ่งด้านความแข็งแรง ความแข็ง และความเหนียว โดยใช้เซอร์โคเนียเป็นสารเติมแต่งสมบัติ เพื่อสามารถใช้งานเป็นวัสดุสำหรับทดแทนกระดูกได้อย่างมีประสิทธิภาพ โดยนำผงไฮดรอกซีแอปาทิตมาผสมกับอะลูมินา ปริมาณร้อยละ 20-30 โดยปริมาตร และใช้เซอร์โคเนียปริมาณร้อยละ 15-25 โดยปริมาตร เป็นสารเติมแต่ง ส่วนผสมจะถูกอัดแห้งและทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิที่ต่าง ๆ วัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกจะนำไปวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะ ได้แก่ ความหนาแน่น วัฏภาค โครงสร้างจุลภาค รวมถึง ความแข็งแรง ความแข็ง และความเหนียว

ผลการทดสอบเชิงกลพบว่าความทนต่อการดัดโค้ง มีค่าสูงสุดเท่ากับ  $45.60 \pm 2.24$  MPa ซึ่งได้จากชิ้นงานที่ใช้อะลูมินาปริมาณร้อยละ 25+4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 20 โดยปริมาตรที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ  $1500^{\circ}\text{C}$  ค่าความแข็ง มีค่าสูงสุดเท่ากับ  $3.73 \pm 0.05$  GPa ซึ่งได้จากชิ้นงานที่ใช้อะลูมินาปริมาณร้อยละ 30+4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 15 โดยปริมาตรที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ  $1500^{\circ}\text{C}$  และค่าความเหนียว มีค่าสูงสุดเท่ากับ  $1.04 \pm 0.06$  MPa.m<sup>0.5</sup> ซึ่งได้จากชิ้นงานที่ใช้อะลูมินาปริมาณร้อยละ 20+4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 25 โดยปริมาตรที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ  $1500^{\circ}\text{C}$

## Abstract

The purpose of this work is to study the effect of  $ZrO_2$  on mechanical properties of HAp- $Al_2O_3$  based composite is to improve the flexural strength, hardness and fracture toughness properties of biocomposite materials for bone replacement. HAp powder was mixed with 20-30%vol  $Al_2O_3$  and 15-25%vol  $ZrO_2$  as an additive. The mixtures were dry pressed and then sintered at different temperatures. Density, phase and microstructure of sintered composites were characterized. Flexural strength, hardness and fracture toughness.

The results from mechanical tests showed that the highest flexural strength,  $45.60 \pm 2.24$  MPa, was obtained with 25%vol  $Al_2O_3$ +20%vol  $ZrO_2$  addition and sintering temperature at  $1500^\circ C$ . The maximum hardness,  $3.73 \pm 0.05$  GPa, was obtained with 30%vol  $Al_2O_3$ +15%vol  $ZrO_2$  addition and sintering temperature at  $1500^\circ C$ . The maximum fracture toughness,  $1.04 \pm 0.06$  MPa.m<sup>0.5</sup> was obtained with 20%vol  $Al_2O_3$ +25%vol  $ZrO_2$  addition and sintering temperature at  $1500^\circ C$ .



## สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ (ภาษาไทย).....	ก
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ).....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ฉ
สารบัญรูป.....	ญ
<b>บทที่</b>	
<b>1 บทนำ.....</b>	<b>1</b>
1.1 ความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
<b>2 ปรัชญาบรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....</b>	<b>4</b>
2.1 ไฮดรอกซีแอปาไทต์.....	4
2.1.1 โครงสร้างไฮดรอกซีแอปาไทต์.....	4
2.1.2 องค์ประกอบของไฮดรอกซีแอปาไทต์.....	5
2.1.3 การเตรียมวัสดุผงไฮดรอกซีแอปาไทต์.....	6
2.1.3.1 การเตรียมวัสดุผงจากปฏิกิริยาสถานะของแข็ง.....	6
2.1.3.2 การเตรียมวัสดุผงจากการตกตะกอน.....	8
2.1.3.3 การเตรียมวัสดุผงด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล.....	11
2.1.3.4 การเตรียมวัสดุผงด้วยเทคนิคโซล-เจล.....	12
2.1.3.5 การเตรียมวัสดุผงด้วยวิธี Pechini หรือวิธีพอลิเมอร์เชิงซ้อน.....	15

## สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.2	อะลูมินา.....	17
2.3	เซอร์โคเนีย.....	18
2.4	รูปแบบเสถียรของเซอร์โคเนีย.....	19
2.4.1	Partially Stabilised Zirconia.....	20
2.4.2	Tetragonal Zirconia Polycrystals.....	21
2.4.3	Partially Stabilised Zirconia in a non Zirconia matrix.....	23
2.5	กระบวนการเกิดความเหนียวของเซอร์โคเนีย.....	23
2.5.1	กระบวนการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาค ของเซอร์โคเนีย.....	23
2.6	งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	25
3	วิธีดำเนินการวิจัย.....	32
3.1	อุปกรณ์การทดลอง.....	32
3.2	วัสดุและสารเคมี.....	33
3.2.1	ผงไฮดรอกซีเอปาทาइट (Hydroxyapatite Powder).....	33
3.2.2	ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminium Oxide Powder).....	33
3.2.3	ผงเซอร์โคเนียมออกไซด์ (Zirconium Oxide Powder).....	33
3.3	วิธีการทดลอง.....	35
3.3.1	การทดลองเบื้องต้น.....	35
3.3.1.1	การ Stabilize เซอร์โคเนียโดยใช้ 4% โมล อิทธิพลออกไซด์ (4Y).....	35
3.3.1.2	การเตรียมผง Stabilize เซอร์โคเนียโดยใช้ 4% โมล อิทธิพลออกไซด์ (4Y).....	36

## สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.3.2 การทดลองในงานวิจัย .....	37
3.3.3 การออกแบบการทดลอง.....	39
3.3.4 การทดสอบลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น .....	40
3.3.4.1 การหาขนาดและการกระจายอนุภาคของตัวอย่าง .....	40
3.3.4.2 การตรวจวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเฟส.....	40
3.3.5 การเตรียมแผ่นตัวอย่าง .....	41
3.3.6 การเผาผนึกแผ่นตัวอย่าง.....	43
3.3.7 การทดสอบความหนาแน่นของตัวอย่าง.....	44
3.3.8 การทดสอบความทนต่อการคัดโค้ง.....	45
3.3.9 การทดสอบความแข็งจุลภาค.....	46
3.3.10 การหาค่าความเหนียว.....	48
3.3.11 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค.....	49
3.3.11.1 การเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาค.....	49
<b>4 ผลการทดลองและอภิปรายผล.....</b>	<b>52</b>
4.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น.....	52
4.1.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงไฮดรอกซีเอปาทาइट.....	52
4.1.1.1 การวิเคราะห์ทางวัฏภาคของผงไฮดรอกซีเอปาทาइट.....	53
4.1.1.2 การวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างของผงไฮดรอกซีเอปาทาइट.....	54
4.1.1.3 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงไฮดรอกซีเอปาทาइट.....	55
4.1.2 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา.....	56
4.1.2.1 การวิเคราะห์ทางวัฏภาคของผงอะลูมินา.....	57
4.1.2.2 การวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างของผงอะลูมินา.....	58
4.1.2.3 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงอะลูมินา.....	59



## สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.1.3 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงเซอร์โคเนีย .....	60
4.1.3.1 การวิเคราะห์ทางวัฏภาคของผงเซอร์โคเนีย .....	61
4.1.3.2 การวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างของผงเซอร์โคเนีย .....	62
4.1.3.3 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงเซอร์โคเนีย .....	63
4.1.4 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงเซอร์โคเนียที่ผ่านการทำให้เสถียร โดยใช้ 4% โมลอิทธิพลออกไซด์ (4Y) .....	64
4.1.4.1 การวิเคราะห์ทางวัฏภาคของผงเซอร์โคเนียที่ผ่านการ ทำให้เสถียร โดยใช้ 4% โมลอิทธิพลออกไซด์ (4Y) .....	64
4.2 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อลักษณะเฉพาะ และสมบัติเชิงกลของ วัสดุชีวภาพเชิงประกอบไฮดรอกซีแอลฟาไฮดรอกซีอะลูมินา/เซอร์โคเนีย หลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิแตกต่างกันเป็นเวลา 120 นาที .....	65
4.2.1 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อความหนาแน่น .....	65
4.2.2 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อการเปลี่ยนแปลงวัฏภาค .....	68
4.2.3 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อโครงสร้างจุลภาค .....	75
4.2.3.1 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อโครงสร้างจุลภาคของวัสดุ ชีวภาพเชิงประกอบที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1300°C .....	75
4.2.3.2 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อโครงสร้างจุลภาคของวัสดุ ชีวภาพเชิงประกอบที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1400°C .....	77
4.2.3.3 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อโครงสร้างจุลภาคของวัสดุ ชีวภาพเชิงประกอบที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1500°C .....	79
4.2.4 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อความทนต่อการตัดโค้ง ความแข็งและความเหนียว .....	81
5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ .....	85
5.1 สรุปผลการวิจัย .....	85
5.2 ข้อเสนอแนะ .....	86

## สารบัญ (ต่อ)

หน้า

รายการอ้างอิง.....	87
ประวัติผู้วิจัย.....	90



## สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 โครงสร้างของไฮดรอกซีแอปาทาइट.....	5
2.2 XRD แพทเทิร์นของผงไฮดรอกซีแอปาทาइटเตรียมโดยวิธีการตกตะกอน.....	6
2.3 XRD แพทเทิร์นของผงไฮดรอกซีแอปาทาइटที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ.....	7
2.4 แผนภาพแสดงกลไกการเกิดวัสดุผงไฮดรอกซีแอปาทาइट.....	9
2.5 รูปไมโครกราฟของผงไฮดรอกซีแอปาทาइट ทำให้แห้งที่ 100°C/12h.....	10
2.6 XRD แพทเทิร์นของผงไฮดรอกซีแอปาทาइट แคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ.....	10
2.7 ผลึกไฮดรอกซีแอปาทาइटที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล.....	12
2.8 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาทาइटด้วยวิธีโซล-เจล.....	14
2.9 XRD แพทเทิร์นของผงไฮดรอกซีแอปาทาइट ที่ถูกทิ้งไว้ 4 h และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C.....	15
2.10 การสังเคราะห์วัสดุผงไฮดรอกซีแอปาทาइटโดยวิธีพอลิเมอร์เชิงซ้อน.....	16
2.11 โครงสร้างของอะลูมินา.....	17
2.12 การเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนีย ณ อุณหภูมิต่าง ๆ.....	18
2.13 ลักษณะของโครงสร้างจุลภาคของเซอร์โคเนีย ทั้ง 3 ระบบ.....	19
2.14 แผนภูมิวัฏภาคของ MgO ใน ZrO <sub>2</sub> .....	21
2.15 แผนภูมิวัฏภาคของ Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ใน ZrO <sub>2</sub> .....	22
2.16 ผลของปริมาณสารสร้างความเสถียรกับขนาด Critical Grain Size.....	23
2.17 แสดงการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาค.....	24
2.18 ค่าความแข็งแรงและค่าความเหนียวของ HAp โดยการเติม Tetragonal ZrO <sub>2</sub> Polycrystalline (TZP) และเติม Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ที่ปริมาณแตกต่างกันและเปรียบเทียบ เทียบกันระหว่างการผสมปกติ (Mixing) และการเคลือบ.....	26
2.19 ค่าความแข็งแรงและค่าความเหนียวของ HAp โดยการเติม Tetragonal ZrO <sub>2</sub> Polycrystalline (TZP) และเติม Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ที่ปริมาณแตกต่างกัน.....	27
2.20 ค่าความแข็งแรงของ HAp โดยการเติม ZrO <sub>2</sub> ในปริมาณแตกต่างกัน.....	28
2.21 ค่าความเหนียวของ HAp ที่มีขนาดอนุภาคของ ZrO <sub>2</sub> ที่แตกต่างกัน.....	31

## สารบัญญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.1 แผนผังขั้นตอนการ Stabilize เซอร์โคเนียโดยใช้ 4% โมล อิทธิยมออกไซด์ (4Y).....	35
3.2 กราฟข้อมูลในการเผานึกแผ่นตัวอย่างการเตรียมผง Stabilize เซอร์โคเนียโดยใช้ 4% โมลอิทธิยมออกไซด์ (4Y).....	36
3.3 แผนผังขั้นตอนและวิธีการทดลอง ตามการทดลองที่ 1 .....	37
3.4 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะและการตรวจสอบสมบัติเชิงกล ของแผ่นตัวอย่างวัสดุเชิงประกอบ .....	38
3.5 เครื่อง Particle Size Analyzer.....	40
3.6 เครื่อง X-ray Diffraction, XRD .....	41
3.7 เครื่องอัดแบบไฮดรอลิกแรงอัดขนาด 11 ตัน.....	43
3.8 กราฟข้อมูลในการเผานึกแผ่นตัวอย่าง .....	44
3.9 การเรียงลำดับในการจัดด้วยกระดาษทรายจากเบอร์ ที่มีความหยาบไปหาละเอียด.....	47
3.10 ลักษณะรอยกดและความยาวรอยแตกของชิ้นงาน.....	49
3.11 เครื่อง Ion Sputtering Device.....	50
3.12 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	50
3.13 การวัดขนาดเกรนของตัวอย่างตามวิธีของเฟอร์เร็ด.....	51
4.1 XRD แพทเทิร์น ของผงไฮดรอกซีแอปาทาइट.....	53
4.2 รูปไมโครกราฟของผงไฮดรอกซีแอปาทาइटจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด.....	54
4.3 การกระจายขนาดอนุภาคของไฮดรอกซีแอปาทาइट.....	55
4.4 XRD แพทเทิร์น ของผงอะลูมินา.....	57

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.5 รูปไมโครกราฟของผงอะลูมินาจากกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	58
4.6 การกระจายขนาดอนุภาคของอะลูมินา.....	59
4.7 XRD แพทเทิร์น ของผงเซอร์โคเนีย .....	61
4.8 รูปไมโครกราฟของผงเซอร์โคเนียจากกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	62
4.9 การกระจายขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนีย.....	63
4.10 XRD แพทเทิร์น ของผง 4Yเซอร์โคเนีย .....	64
4.11 ค่าความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่าง ๆ.....	66
4.12 โครงสร้างจุลภาคแสดงรอยร้าวที่เกิดขึ้นในไฮดรอกซีแอปาทาइट ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500°C.....	67
4.13 XRD แพทเทิร์น ของตัวอย่างที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาผนึกที่ อุณหภูมิ 1300°C.....	68
4.14 XRD แพทเทิร์น ของตัวอย่างที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาผนึกที่ อุณหภูมิ 1400°C.....	69
4.15 XRD แพทเทิร์น ของตัวอย่างที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาผนึกที่ อุณหภูมิ 1500°C.....	70
4.16 XRD แพทเทิร์นของชิ้นงานไฮดรอกซีแอปาทาइटร้อยละ 100 โดยปริมาตร.....	71
4.17 XRD แพทเทิร์น ของชิ้นงานซึ่งประกอบด้วยอะลูมินาร้อยละ 30 โดยปริมาตร และ 4Yเซอร์โคเนียร้อยละ 15 โดยปริมาตร หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ ที่แตกต่างกัน.....	72
4.18 XRD แพทเทิร์น ของชิ้นงานซึ่งประกอบด้วยอะลูมินาร้อยละ 25 โดยปริมาตร และ 4Yเซอร์โคเนียร้อยละ 20 โดยปริมาตร หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ ที่แตกต่างกัน.....	73

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.19 XRD แพทเทิร์น ของชิ้นงานซึ่งประกอบด้วยอะลูมินาร้อยละ 20 โดยปริมาตร และ 4Yเซอร์โคเนียร้อยละ 25 โดยปริมาตร หลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน .....	74
4.20 โครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1300°C.....	75
4.21 โครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1400°C.....	77
4.22 โครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1500°C.....	79
4.23 ค่าความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ.....	82
4.24 ค่าความแข็งของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ.....	83
4.25 ค่าความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ.....	84
4.26 ตัวอย่างโครงสร้างจุลภาคของรอยกคจากการทดสอบด้วยเครื่อง Microhardness Tester.....	85
4.27 ตัวอย่างโครงสร้างจุลภาคของรอยร้าวที่เกิดจากกดด้วยเครื่อง Microhardness Tester.....	86

## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1	ค่าความแข็งและค่าความเหนียวของ HAp โดยการเติม $ZrO_2$ ในปริมาณแตกต่างกัน.....28
2.2	ค่าความหนาแน่นและความแข็งแรงของ HAp ที่ wt% ของ $ZrO_2$ ที่แตกต่างกัน.....29
2.3	ค่าความแข็งและค่าความแข็งแรงของ HAp ที่มีขนาดอนุภาคของ $ZrO_2$ ที่แตกต่างกัน.....30
3.1	อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....32
3.2	วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....33
3.3	ค่าองค์ประกอบทางเคมีของสารตั้งต้น.....34
3.4	อัตราส่วนผสมของสารตั้งต้น สารแต่งเติม และอุณหภูมิในการเผาผนึก ของการทดลอง .....39
4.1	ลักษณะเฉพาะของผงไฮดรอกซีแอปาทาइट.....52
4.2	ลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา.....56
4.3	ลักษณะเฉพาะของผงเซอร์โคเนีย.....60
4.4	ค่าความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบแต่ละตัวอย่าง.....65
4.5	ค่าความทนต่อการตัดโค้ง ความแข็งและความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบ ของแต่ละตัวอย่าง ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ ที่ต่างกัน เป็นเวลา 120 นาที.....81

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความสำคัญของปัญหา

ในปัจจุบันนักวิจัยได้มีความพยายามที่จะพัฒนาวัสดุสำหรับทดแทนกระดูกและฟันที่ใช้ในร่างกาย เพื่อให้มีประสิทธิภาพ และสมบัติสูงสุดในการใช้งานที่ใกล้เคียงกับกระดูกและฟันจริง ซึ่งวัสดุไฮดรอกซีแอปาทิต ( $\text{HAp:Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) เป็นที่นิยมเป็นอย่างมากที่นำมาใช้เป็นวัสดุแทนที่กระดูกและฟัน เนื่องจากมีโครงสร้างลักษณะทางเคมีที่มีลักษณะคล้ายกับโครงสร้างทางเคมีของกระดูกของสัตว์มีกระดูกสันหลังทั่วไป แต่อย่างไรก็ตามไฮดรอกซีแอปาทิตก็ยังมีข้อจำกัดในด้านสมบัติเชิงกลอยู่ โดยเฉพาะอย่างยิ่งการรับแรงทางกลขณะใช้งานเมื่อเปรียบเทียบกับกระดูกจริง ซึ่งเป็นข้อจำกัดในการใช้งานหากเลือกใช้ไฮดรอกซีแอปาทิตเพียงอย่างเดียว ดังนั้นได้มีการคิดวิธีที่จะปรับปรุงและพัฒนาสมบัติของไฮดรอกซีแอปาทิตให้ดียิ่งขึ้น เพื่อสามารถใช้งานเป็นวัสดุสำหรับทดแทนกระดูกได้อย่างมีประสิทธิภาพ สำหรับการพัฒนาสมบัติเชิงกลของไฮดรอกซีแอปาทิตนั้นจะมีอยู่ 2 วิธี ได้แก่

1. การทำ Macrocomposite material หรือ การนำวัสดุโลหะมา Coating ด้วยไฮดรอกซีแอปาทิตแต่อย่างไรวิธีนี้ก็ยังมีข้อจำกัดในเรื่องของสมบัติทางกายภาพและทางความร้อนที่แตกต่างของวัสดุโลหะกับไฮดรอกซีแอปาทิต

2. การทำ Microscale composite material หรือ การเสริมแรงไฮดรอกซีแอปาทิตด้วยวัสดุ ceramic หรือ metal ในลักษณะของผง (Powder) เม็ด (Particles) หรือ เส้นใย (Fiber) ซึ่งวิธีนี้เป็นวิธีที่นักวิจัยให้ความสนใจและกำลังพัฒนาอยู่ในปัจจุบัน

แต่อย่างไรก็ตามการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของไฮดรอกซีแอปาทิตเพื่อให้มีประสิทธิภาพและได้ผลเป็นที่น่าพอใจ ในทางปฏิบัตินั้นมีสิ่งที่จะต้องคำนึงถึงดังนี้

1. Strength และ Elastic modulus ของ Reinforcing phase จะต้องสูงกว่า Matrix phase
2. Interfacial Strength ของ Matrix phase และ Reinforcing phase จะต้องไม่แข็งและอ่อนเกินไป และไม่เกิดปฏิกิริยาต่อกัน
3. ในการเติม Second phase เพื่อให้เกิดประสิทธิภาพมากที่สุด Reinforcing phase จะต้องมีความ Coefficient of thermal expansion(COE) ใกล้เคียงกับ Matrix phase มิฉะนั้น ในระหว่างการ Cooling จะเกิด Microcrack ในบริเวณ Reinforcing phase และจะส่งผลทำให้คุณสมบัติเชิงกลของ Composite material ไม่ดี



ดังนั้นการทำ Microscale composites material โดยการเสริมแรงไฮดรอกซีแอปาทาइटด้วยวัสดุ ceramic ที่สามารถเพิ่มความแข็งแรง ความเหนียว และมีความเป็น biocompatibility ของ ไฮดรอกซีแอปาทาइटจึงเป็นวิธีที่มีความเป็นไปได้ ซึ่งอะลูมินา ( $Al_2O_3$ ) ก็เป็นวัสดุที่ถูกจัดว่าเป็น Chemical inertness ที่ถูกนำมาใช้เป็นวัสดุ Reinforcement ในไฮดรอกซีแอปาทาइटโดยการเติม อะลูมินาลงไปใน ไฮดรอกซีแอปาทาइटนั้นจะสามารถเพิ่มความแข็งแรงให้กับไฮดรอกซีแอปาทาइट ได้ แต่อย่างไรก็ตามถึงแม้จะทำให้ความแข็งแรงนั้นจะสูงขึ้นแต่สมบัติด้านความเหนียวยังไม่เป็นที่ น่าพอใจ ดังนั้นจึงควรพิจารณาปรับปรุงสมบัติด้านความเหนียวของไฮดรอกซีแอปาทาइटด้วย ซึ่ง วัสดุที่มีศักยภาพในการเพิ่มความเหนียวนั้นก็คือเซอร์โคเนีย ( $ZrO_2$ ) ซึ่งถือได้ว่าเป็นวัสดุที่มี biocompatibility อีกชนิดหนึ่งและมีค่าความแข็งแรงและความเหนียวที่สูง เหมาะสมที่จะนำมาเป็น วัสดุสารเติมแต่งสมบัติทางกลในวัสดุชีวภาพเชิงประกอบไฮดรอกซีแอปาทาइट-อะลูมินา เพื่อให้ได้ สมบัติทางกลที่ดีขึ้น

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงได้นำอนุภาคเซอร์โคเนีย ( $ZrO_2$ ) มาใช้เป็นสารเติมแต่งสมบัติทางกลให้แก่ วัสดุ ชีวภาพเชิงประกอบไฮดรอกซีแอปาทาइट-อะลูมินา โดยเฉพาะอย่างยิ่งสมบัติด้านความเหนียว เนื่องจากเซอร์โคเนียนั้นมีสมบัติด้านความเหนียวที่เด่นกว่าเซรามิกชนิดอื่น ๆ

## 1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย

1.2.1 เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุชีวภาพเชิงประกอบไฮดรอกซีแอปาทาइट-อะลูมินา โดยการใช้อนุภาคเซอร์โคเนียให้ได้ค่าความแข็งแรง ความแข็งและความเหนียวที่มากกว่าไฮดรอกซี แอปาทาइट 50%

1.2.2 เพื่อศึกษาผลของปริมาณเซอร์โคเนียและภาวะที่ใช้ในการเผาผลาญ ได้แก่ อุณหภูมิที่มีผลต่อ สมบัติเชิงกลของวัสดุชีวภาพเชิงประกอบไฮดรอกซีแอปาทาइट-อะลูมินา/เซอร์โคเนีย

1.2.3 เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของวัสดุชีวภาพเชิงประกอบ ได้แก่ วัฏภาค โครงสร้าง จุลภาค และความหนาแน่น

1.2.4 เพื่อศึกษากลไกของการเกิดวัฏภาคต่าง ๆ ที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุชีวภาพเชิง ประกอบไฮดรอกซีแอปาทาइट-อะลูมินา/เซอร์โคเนีย

1.2.5 เพื่อศึกษากลไกการเกิดความเหนียว ของวัสดุชีวภาพเชิงประกอบ ไฮดรอกซีแอปาทาइट-อะลูมินา/เซอร์โคเนีย

### 1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1.3.1 ตรวจสอบปริมาณ  $ZrO_2$  ที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุชีวภาพเชิงประกอบไฮดรอกซีแอปาทิต-อะลูมินา/เซอร์โคเนีย

1.3.2 ตรวจสอบตัวแปรที่สำคัญและภาวะที่ใช้ในการเผาผนึกวัสดุชีวภาพเชิงประกอบไฮดรอกซีแอปาทิต-อะลูมินา/เซอร์โคเนีย

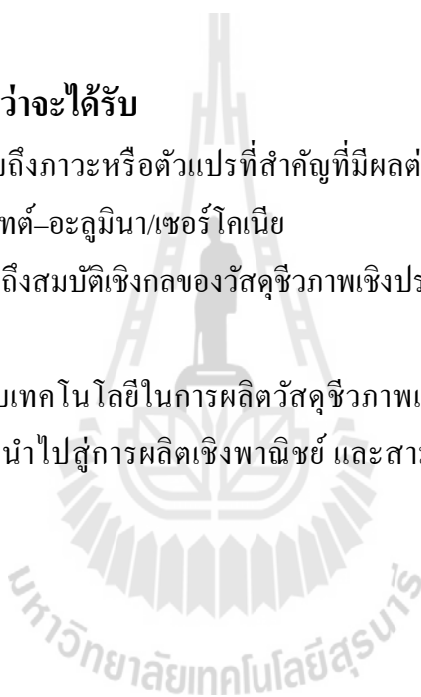
1.3.3 ตรวจสอบวิภาค โครงสร้างจุลภาค (Microstructure) และความหนาแน่นของวัสดุชีวภาพเชิงประกอบไฮดรอกซีแอปาทิต-อะลูมินา/เซอร์โคเนีย

### 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ทำให้ทราบถึงภาวะหรือตัวแปรที่สำคัญที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุชีวภาพเชิงประกอบไฮดรอกซีแอปาทิต-อะลูมินา/เซอร์โคเนีย

1.4.2 ทำให้ทราบถึงสมบัติเชิงกลของวัสดุชีวภาพเชิงประกอบไฮดรอกซีแอปาทิต-อะลูมินา/เซอร์โคเนีย

1.4.3 ทำให้ทราบเทคโนโลยีในการผลิตวัสดุชีวภาพเชิงประกอบไฮดรอกซีแอปาทิต-อะลูมินา/เซอร์โคเนียเพื่อนำไปสู่การผลิตเชิงพาณิชย์ และสามารถลดการพึ่งพาเทคโนโลยีจากต่างประเทศได้



## บทที่ 2

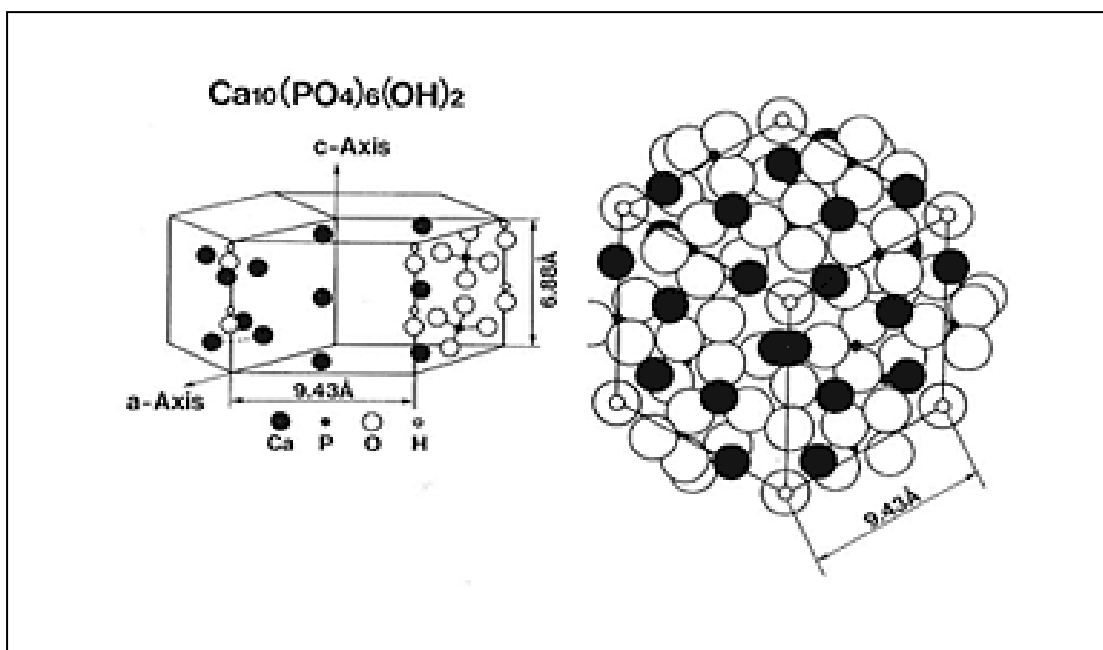
### ปริทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### 2.1 ไฮดรอกซีแอปาไทต์

ไฮดรอกซีแอปาไทต์ (Hydroxyapatite, HAp) มีสูตรทางเคมี เป็น  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  จัดเป็น วัสดุที่มีโครงสร้างลักษณะทางเคมี ที่มีลักษณะคล้ายกับโครงสร้างทางเคมีของกระดูกของสัตว์มีกระดูกสันหลังทั่วไปและเป็นวัสดุที่มีสมบัติความเข้ากันได้ทางชีวภาพ (Biocompatibility) อย่างดีเชื่อมกับเนื้อเยื่อแข็งของมนุษย์ (Human hard tissue) วัสดุนี้นี้จึงถูกนำมาศึกษาเพื่อที่จะถูกนำมาใช้ประโยชน์เป็นวัสดุแทนที่กระดูก (Bone replacement material) อย่างไรก็ตามการใช้วัสดุไฮดรอกซีแอปาไทต์ที่สังเคราะห์ขึ้นมา ก่อนข้างจำกัดในเรื่องของการนำมาใช้เฉพาะเป็นวัสดุแบบไม่รองรับน้ำหนัก (non-load-bearing implant) เท่านั้น ทั้งนี้เพราะว่าไฮดรอกซีแอปาไทต์มีสมบัติเชิงกลที่ไม่ดี กล่าวคือ มีความแข็งแรง (Strength) และความต้านทานต่อการแตก (Fracture toughness) ต่ำ เมื่อเทียบกับกระดูกจริงของมนุษย์ ผลสืบเนื่องมาจากความแตกต่างทางด้านองค์ประกอบรอง (Minor composition) และโครงสร้างจุลภาค (Microstructure) ระหว่างกระดูกจริงกับวัสดุสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาไทต์ โดยทั่วไปแล้ววัสดุสังเคราะห์ไฮดรอกซีแอปาไทต์จะเป็นแบบไอโซโทรปิก (isotropic) คือสมบัติไม่ขึ้นกับทิศทางหรือการจัดตัวของผลึกและส่วนใหญ่มิมีขนาดเกรน (grain size) ที่ใหญ่กว่ากระดูกจริง นอกจากนี้กระดูกจริงจะประกอบไปด้วยวัสดุผสมระหว่างสารอินทรีย์คอลลาเจน (organic collagen) และสารอนินทรีย์ คือ แอปาไทต์ชีวภาพ (Biological apatite) ดังนั้น โครงสร้างของวัสดุสังเคราะห์ของไฮดรอกซีแอปาไทต์ จึงต้องเข้าได้ดีกับองค์ประกอบของกระดูกจริงและต้องมีสมบัติเชิงกลที่ดี

##### 2.1.1 โครงสร้างไฮดรอกซีแอปาไทต์

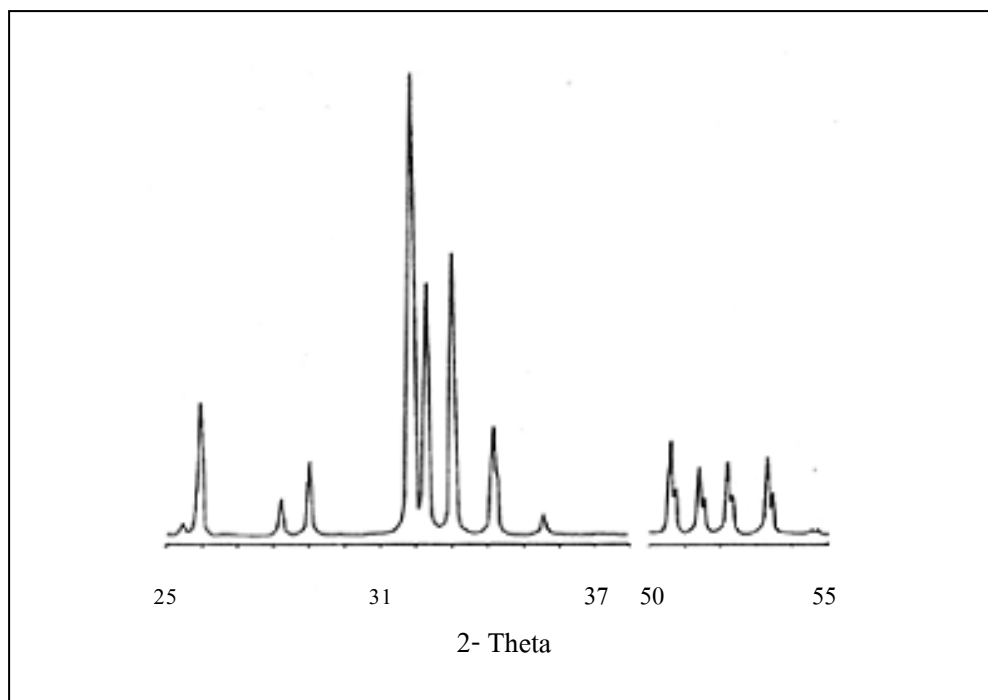
ในเทอมของแอปาไทต์ (Apatite) อธิบายได้ว่าเป็นกลุ่มของสารประกอบที่มีโครงสร้างเหมือนกันแต่ไม่จำเป็นต้องมีองค์ประกอบเดียวกันกับไฮดรอกซีแอปาไทต์ โดยเฉพาะแคลเซียมไฮดรอกซีแอปาไทต์ ซึ่งอยู่ในรูปของสารประกอบ  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  โครงสร้างของแคลเซียมไฮดรอกซีแอปาไทต์แสดงตำแหน่งที่แน่นอนในผลึก ซึ่งถูกกำหนดจากแร่ธาตุแต่ละธาตุโดย Beavers และ Malntype (Beavers et al., 1956) ซึ่งต่อมาภายหลังได้มีการกำหนดตำแหน่งของอะตอมขึ้นมาใหม่จากการสังเคราะห์วัสดุไฮดรอกซีแอปาไทต์ (key et al., 1992) โดยโครงสร้างแคลเซียมไฮดรอกซีแอปาไทต์จะมีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอลมิกกลุ่มปริภูมิ (Space group)  $P63/m$  มีค่า  $a = b = 9.43$  และ  $c = 6.88$  angstrom และมุม  $\alpha = \beta = 90$ ,  $\gamma = 120^\circ$  ดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของไฮดรอกซีแอปาไทต์([http://www.bone.pentax.jp/img/img\\_crystal.gif](http://www.bone.pentax.jp/img/img_crystal.gif))

### 2.1.2 องค์ประกอบของไฮดรอกซีแอปาไทต์

ไฮดรอกซีแอปาไทต์บริสุทธิ์มีองค์ประกอบทางทฤษฎีคือ มี Ca อยู่ 39.68% โดยน้ำหนัก และ P 18.45% โดยน้ำหนัก และมีอัตราส่วนระหว่าง Ca/P คือ 2.151 โดยน้ำหนัก หรือ 1.67 โดยโมล ถ้าอัตราส่วนโดยโมลมีค่าเท่ากับ 1.67 XRD แพทเทิร์นแสดงวิถีภาพจะเป็นดังภาพ 2.2 ถ้าอัตราส่วนระหว่าง Ca/P น้อยกว่า 1.67 โดยโมล จะได้ไฮดรอกซีแอปาไทต์ที่มีเฟสอื่นปนอยู่ เช่น หรือเฟสอื่นเช่น TTCP (Tetracalcium phosphate,  $\text{Ca}_4\text{P}_2\text{O}_9$  หรือ  $\text{Ca}_4(\text{PO}_4)_2\text{O}$ ) ถ้าอัตราส่วนระหว่าง Ca/P มากกว่า 1.67 โดยโมลจะได้เฟส CaO ปนอยู่กับเฟสของไฮดรอกซีแอปาไทต์ โดยในเชิงพาณิชย์อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง Ca/P ของวัสดุไฮดรอกซีแอปาไทต์จะอยู่ในช่วง 1.57-1.70 (Fischer-Brandeis et al., 1987)



รูปที่ 2.2 XRD แพทเทิร์นของผงไฮดรอกซีแอปพาไทต์เตรียมโดยวิธีการตกตะกอน ที่มีอัตราส่วนโดยโมลระหว่าง Ca/P เท่ากับ 1.67 (Hench and Wilson, 1993)

### 2.1.3 การเตรียมวัสดุผงไฮดรอกซีแอปพาไทต์

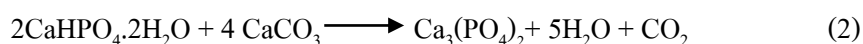
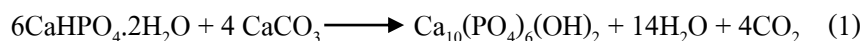
การเตรียมวัสดุไฮดรอกซีแอปพาไทต์มีอยู่หลายวิธี ซึ่งแต่ละวิธีมีขั้นตอนการเตรียมและข้อดีข้อเสียแตกต่างกันไป วิธีหลักๆที่ใช้กันอยู่ในปัจจุบันมีอยู่ 5 วิธี ได้แก่ การเตรียมวัสดุผงจากปฏิกิริยาสถานะของแข็ง การเตรียมวัสดุผงจากการตกตะกอน การเตรียมวัสดุผงด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล การเตรียมวัสดุผงด้วยเทคนิคโซล-เจล และวิธีการสังเคราะห์วัสดุผงโดยวิธี Pechini หรือวิธี

พอลิเมอร์เชิงซ้อน โดยแต่ละวิธีมีรายละเอียดโดยสรุปดังต่อไปนี้

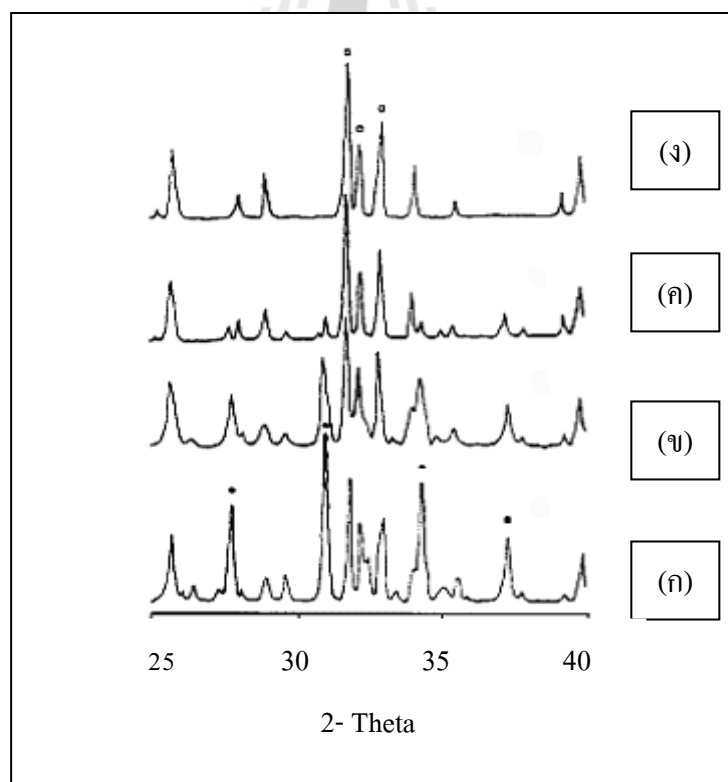
#### 2.1.3.1 การเตรียมวัสดุผงจากปฏิกิริยาสถานะของแข็ง

การเตรียมวัสดุผงจากปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction) เป็นวิธีการที่อาศัยการเกิดปฏิกิริยาเคมีระหว่างสารตั้งต้นที่สถานะเป็นของแข็งผสมกันอยู่ ซึ่งเป็นวิธีการที่นิยมใช้ในการเตรียมผงพวกรวมประกอบออกไซด์เชิงซ้อน โดยใช้สารพวกคาร์บอนัต ไนเตรต ซัลไฟด์ แอซิเตท และออกซาลेटเป็นสารตั้งต้น ตัวอย่างเช่น การสังเคราะห์วัสดุผงเซรามิก 2 โครงสร้างของไฮดรอกซีแอปพาไทต์ ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ , HAp) และเบต้า-ไตรแคลเซียมฟอสเฟส

(Ca<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, β-TCP) จากการทำปฏิกิริยาระหว่าง บรูไซต์ (Brushite, CaHPO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O) กับแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO<sub>3</sub>) ดังสมการที่ 1 และ 2 (Yang et al., 1998)



โดยที่การทำปฏิกิริยาของบรูไซต์กับแคลเซียมคาร์บอเนต สามารถเตรียมได้ โดยการบดด้วยลูกบดแบบเปียก (wet ball milling) หลังจากนั้นทำให้สารละลายแห้งจนกลายเป็นของแข็งที่มีส่วนผสมของ บรูไซต์และแคลเซียมคาร์บอเนต จากนั้นให้ความร้อนเพื่อให้เกิดการสลายตัวหรือเกิดปฏิกิริยากันระหว่างสารตั้งต้นต่างชนิดกัน แล้วเกิดเป็นชนิดใหม่ขึ้นมา กระบวนการดังกล่าวเรียกว่า การแคลไซน์ (Calcination)



รูปที่ 2.3 XRD แพทเทิร์นของผงไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยที่ (ก) 1000°C/1h, (ข) 1000°C/4h, (ค) 1100°C/2h และ (ง) 1200°C/2h

มีปัจจัยอยู่หลายประการที่มีอิทธิพลต่อการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็งระหว่างอนุภาคผงของตัวทำปฏิกิริยา เช่น ธรรมชาติทางเคมีของตัวทำปฏิกิริยาและสารที่เกิดขึ้นใหม่ ขนาดของอนุภาค ลักษณะการกระจายตัวของอนุภาค ความแตกต่างของอนุภาคในวัสดุผสม ความเป็นเนื้อเดียวกันของวัสดุผสม สภาพของบรรยากาศ อุณหภูมิและระยะเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา โดยทั่วไปแล้ว ถ้าใช้อนุภาคของวัสดุผงที่มีขนาดโต อัตราการเกิดปฏิกิริยาในวัสดุผสมก็จะลดลง เนื่องจากอนุภาคของวัสดุผงต้องเคลื่อนที่ด้วยระยะทางที่ไกลขึ้น นอกจากนี้คุณภาพของการผสมอนุภาคของตัวทำปฏิกิริยาก็เป็นประเด็นสำคัญ ที่มีผลต่อระยะทางในการแพร่และจำนวนผิวที่อนุภาคสัมผัสกันอีกด้วย

การเตรียมวัสดุผงจากปฏิกิริยาสถานะของแข็งมีค่าใช้จ่ายค่อนข้างน้อย แต่วัสดุผงที่เตรียมได้มักจะมีปัญหาเรื่องการเกาะกลุ่มกันเป็นก้อนโต (Agglomeration) ทำให้ต้องมีการบดย่อยลดขนาดออกอยู่เสมอ เนื่องจากการบดย่อยต้องมีการใช้ลูกบด (Media ball) จึงมีโอกาสทำให้วัสดุผงที่เตรียมได้มีสารแปลกปลอม (Contamination) ปะปนมาด้วย และเมื่อนำไปใช้อาจจะทำให้เกิดเฟสที่ไม่ต้องการเกิดขึ้นในผลิตภัณฑ์ได้

#### 2.1.3.2 การเตรียมวัสดุผงจากการตกตะกอน

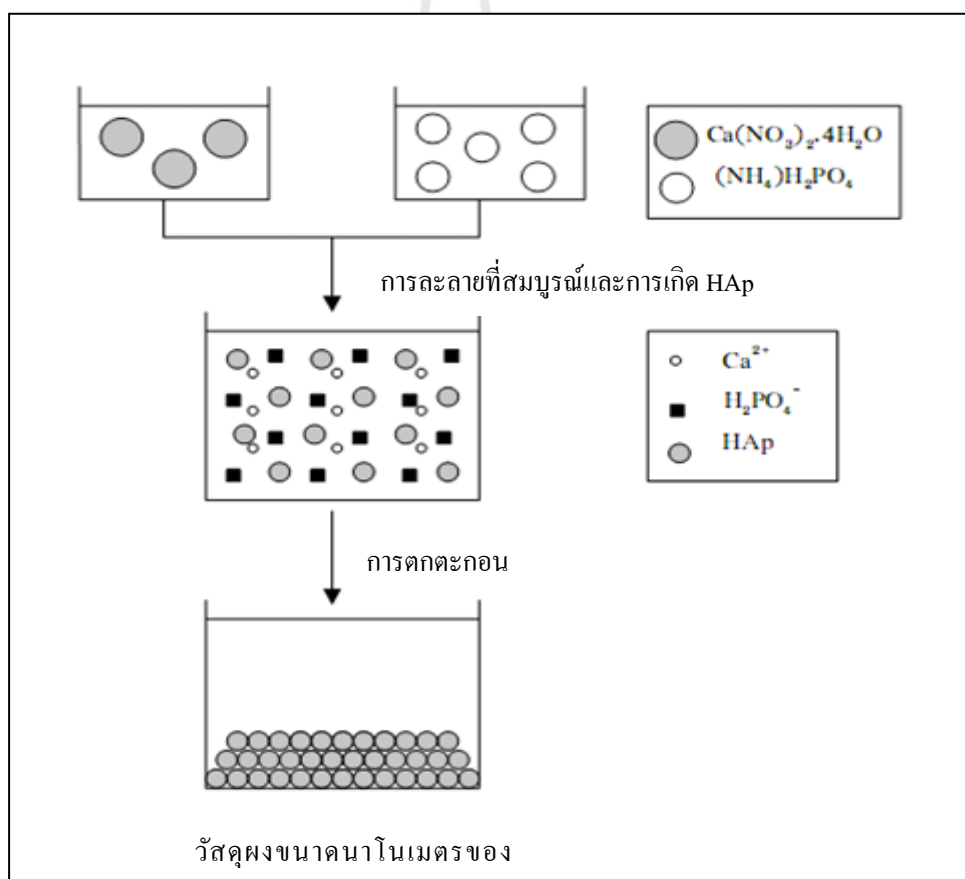
การเตรียมวัสดุผงจากการตกตะกอน (Precipitation) เป็นเทคนิคเชิงเคมีประเภทปริมาณวิเคราะห์ (Quantitative analysis) แบบเปียกประเภทหนึ่งที่มีมานานและถูกนำมาใช้ในการเตรียมสารประกอบของเกลืออนินทรีย์ต่างๆ ได้อย่างมากมาย

การตกตะกอนเป็นการทำให้โมเลกุลหรือไอออนที่ละลายอยู่ในสารละลายเกิดการแยกตัวออกมาจากสารละลาย โดยอาศัยการเติมสารเคมีที่เหมาะสมที่เรียกว่า ปริซิปิแทนต์ (Precipitant) อย่างช้าๆ ในปริมาณที่พอเหมาะ หรือมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิหรือความดันเพื่อลดขีดความสามารถในการละลายของระบบลดลงทำให้ระบบมีการตกตะกอนเกิดขึ้นได้ ซึ่งการตกตะกอนจะประกอบด้วยกลไกสำคัญคือ การเกิดนิวเคลียส (Nucleation) และการเติบโต (Growth) โมเลกุลหรือไอออนของสารแปลกปลอมที่ปะปนอยู่ในสารละลาย โดยการเกาะแนบอยู่กับพื้นผิวบางส่วนของอนุภาคอะตอม สามารถที่จะทำให้กลไกการเติบโตของระบบเปลี่ยนแปลงได้อยู่เสมอ นอกจากนี้การเติบโตของตะกอนตามแนวแกนของผลึกด้วยอัตราการเติบโตที่แตกต่างกัน ก็ยังเป็นสาเหตุสำคัญที่ทำให้ตะกอนที่ได้มีรูปร่างเป็นแบบขึ้นกับทิศทาง (Anisotropy)

การควบคุมการตกตะกอนนั้น สามารถทำได้ด้วยการควบคุมอัตราการผสมกับอุณหภูมิของสารละลาย นอกจากนี้ยังมีตัวแปรที่สำคัญอื่นๆ อีกได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลาย ค่าพีเอช (pH) อัตราการผสมกันและการกวนสารละลายให้เข้ากัน ในการตกตะกอนนั้น

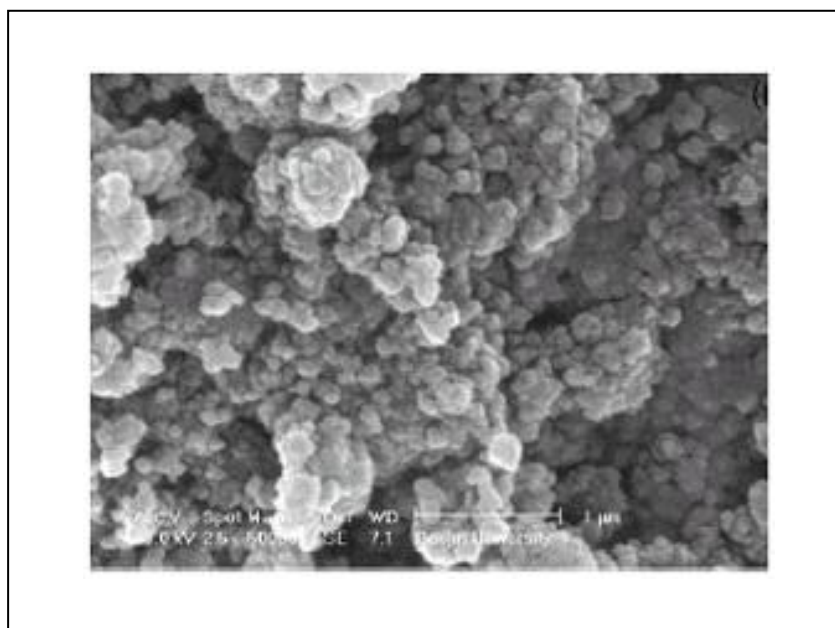
จำเป็นจะต้องมีการทิ้งสารละลายเอาไว้ช่วงเวลาหนึ่ง เพื่อให้การตกตะกอนเป็นไปอย่างสมบูรณ์ เทคนิคการตกตะกอนสามารถใช้วัสดุผงที่มีความบริสุทธิ์สูง และมีขนาดอนุภาคเล็ก

ตัวอย่างการนำเทคนิคการตกตะกอนไปใช้ในการเตรียมวัสดุผงไฮดรอกซีแอปาทิต จากรายงานวิจัยของ Sung และคณะ (sung et al., 2004) โดยในการเตรียมจะใช้การทำปฏิกิริยาของ แคลเซียมไนเตรต ( $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) และแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต ( $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$ ) ที่ละลายในน้ำกลั่น จากนั้นคนให้สารละลายเข้ากันเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ซึ่งจะเกิดการตกตะกอนที่สมบูรณ์แล้วปล่อยให้ทิ้งไว้ 12 ชั่วโมงโดยที่ไม่มีคน ทำการล้างด้วยน้ำกลั่นแล้วกรองเอาตะกอนจากสารละลายทิ้งให้ตะกอนแห้งที่อุณหภูมิห้องในอากาศ ซึ่งจะได้วัสดุผงไฮดรอกซีแอปาทิตที่ยังไม่เป็นผลึกจากนั้นทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ  $500-1000^\circ\text{C}$  ซึ่งจะได้วัสดุผงไฮดรอกซีแอปาทิตที่เป็นผลึกเกิดขึ้น



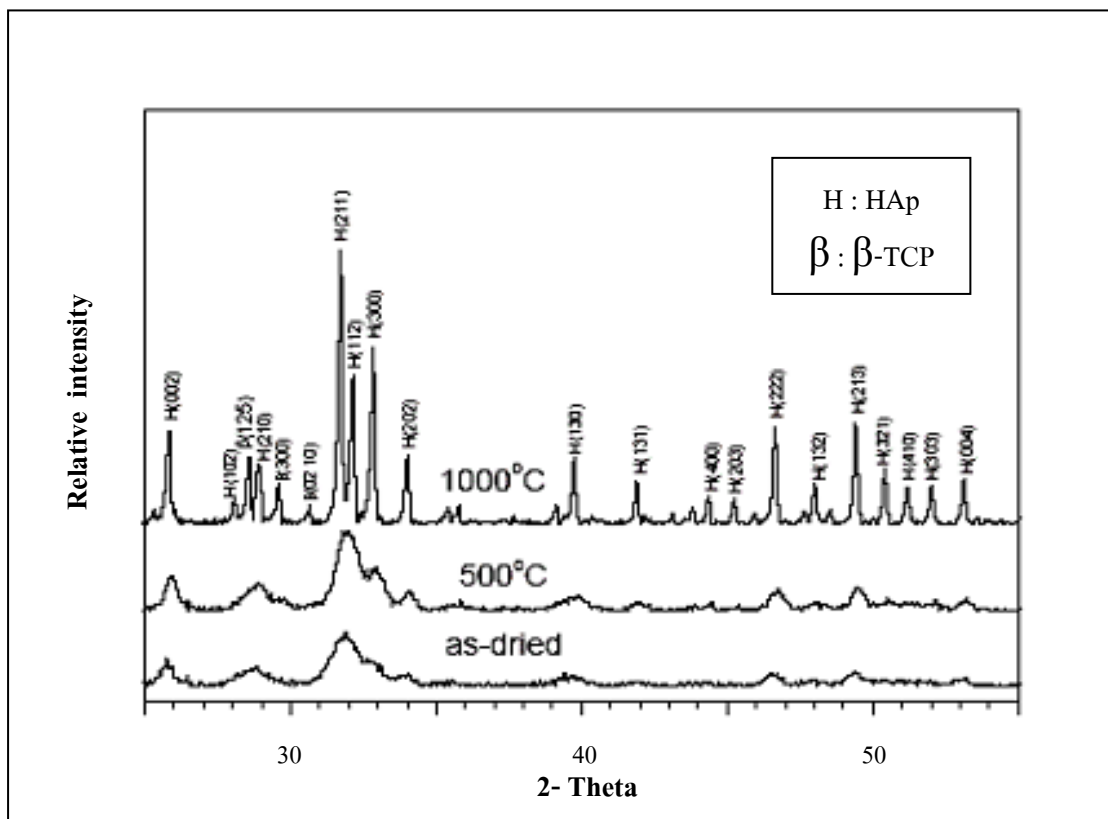
รูปที่ 2.4 แผนภาพแสดงกลไกการเกิดวัสดุผงไฮดรอกซีแอปาทิต (ดัดแปลงจาก Sung et al., 2004)





รูปที่ 2.5 รูปไมโครกราฟของผงไฮดรอกซีแอปาทาไทต์ ทำให้งั่งที่100°C/12h (Sung et al., 2004)



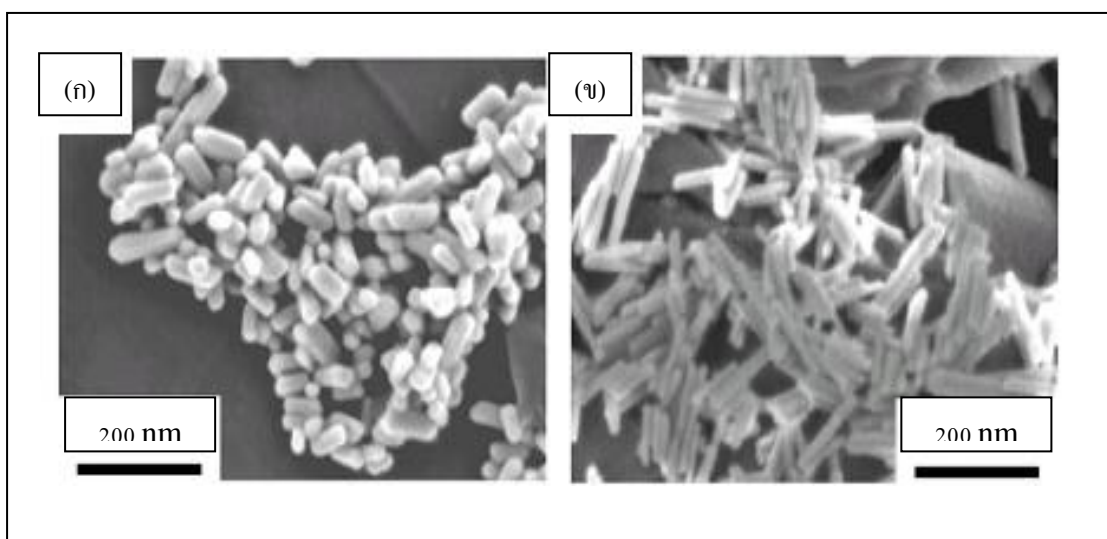


รูปที่ 2.6 XRD แพทเทิร์นของผงไฮดรอกซีแอปาทิต แคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ (Sung et al., 2004)

### 2.1.3.3 การเตรียมวัสดุผงด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล

การเตรียมวัสดุผงด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) เกี่ยวข้องกับการให้ความร้อนแก่ตัวทำปฏิกิริยาพวกเกลือของโลหะออกไซด์ ไฮดรอกไซด์ หรือพวกโลหะต่างๆ ที่อยู่ในรูปของสารละลายหรือสารแขวนลอย (ปกติจะใช้น้ำ) ด้วยอุณหภูมิและความดันสูง ซึ่งการตกตะกอนภายใต้สภาวะดังกล่าวนี้จะทำให้เกิดผงที่ปราศจากน้ำ (Anhydrous powder) ที่มีลักษณะที่ค่อนข้างโดดเด่นเป็นพิเศษ นอกจากนี้ผงที่ได้ยังมีขนาดอนุภาคที่เล็กมากๆ (โดยทั่วไปจะมีขนาดประมาณ 10-12 นาโนเมตร) มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคน้อย ส่วนใหญ่เป็นพวกผลึกเชิงเดี่ยว มีความบริสุทธิ์สูงและมีความเป็นเนื้อเดียวกันดี เทคนิคไฮโดรเทอร์มอลนี้จะมีความแตกต่างจากเทคนิคการตกตะกอนที่ได้กล่าวมาก่อนแล้ว ตรงที่ต้องมีการใช้อุณหภูมิและความดันสูงในการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งอุณหภูมิที่ใช้งานก็มักจะใกล้เคียงกับบริเวณจุดเดือดกับอุณหภูมิวิกฤติของน้ำ (374°C) และความดันที่ใช้จะอยู่ในช่วงประมาณ 20 MPa จึงต้องทำการเตรียมในหม้ออัดความดันไอ (Autoclave)

การสังเคราะห์หัวสาคูผงไฮดรอกซีแอปพาไทต์โดยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล สารตั้งต้นอยู่ในรูปของ  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ,  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ , 29%  $\text{NH}_4\text{OH}$  และ 9%  $\text{HNO}_3$  ซึ่งเป็นวิธีการสังเคราะห์ที่ให้ทั้งปริมาณและคุณภาพของวัสดุผงไฮดรอกซีแอปพาไทต์สูง และได้วัสดุที่มีโครงสร้างแบบเข็ม (Needle-structure) ที่มีความกว้างประมาณ 20-40 นาโนเมตร และยาวประมาณ 100-160 นาโนเมตร



รูปที่ 2.7 ผลึกไฮดรอกซีแอปพาไทต์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ  $200^\circ\text{C}/24\text{h}$  โดยมีค่า pH ของสารละลายคือ 10 ที่อุณหภูมิห้อง (ก) วัสดุผงที่เตรียมจาก 2-Propanal 50 vol.% ในน้ำ และ (ข) วัสดุผงที่เตรียมจาก KCl 1wt.% (Riman et al., 2002)

#### 2.1.3.4 การเตรียมวัสดุผงด้วยเทคนิคโซล-เจล

การเตรียมวัสดุผงด้วยเทคนิคโซล-เจล (sol-gel) เป็นกระบวนการเชิงเคมีประเภทหนึ่งที่ได้รับคามนิยมนอย่างสูง เนื่องจากเป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพสูงในการผลิตชิ้นงานที่มีคุณภาพ และนอกจากนี้ยังสามารถนำไปดัดแปลงประยุกต์ใช้งานในการผลิตวัสดุได้หลายรูปแบบ เช่น การผลิตสารเร่งปฏิกิริยา (Catalysis) ตัวดูดซับ (Absorbents) แผ่นฟิล์มบาง (Thin films) การเคลือบวัสดุ (Coating) และวัสดุชีวภาพ (Biomaterials)

โซล-เจลเป็นเทอมที่มีลักษณะเฉพาะตัว และเกี่ยวข้องกับเทคนิคต่างๆมากมายที่สามารถนำมาใช้เพื่อเตรียมสารที่มีความบริสุทธิ์สูง และมีความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุล ซึ่งการเตรียมผงด้วยเทคนิคโซล-เจล จะต้องประกอบไปด้วยขั้นตอนหลักดังต่อไปนี้

1. เตรียมโซลจากการผสมสารตั้งต้นขนาดอนุภาคเล็กกว่า 0.1 ไมโครเมตร

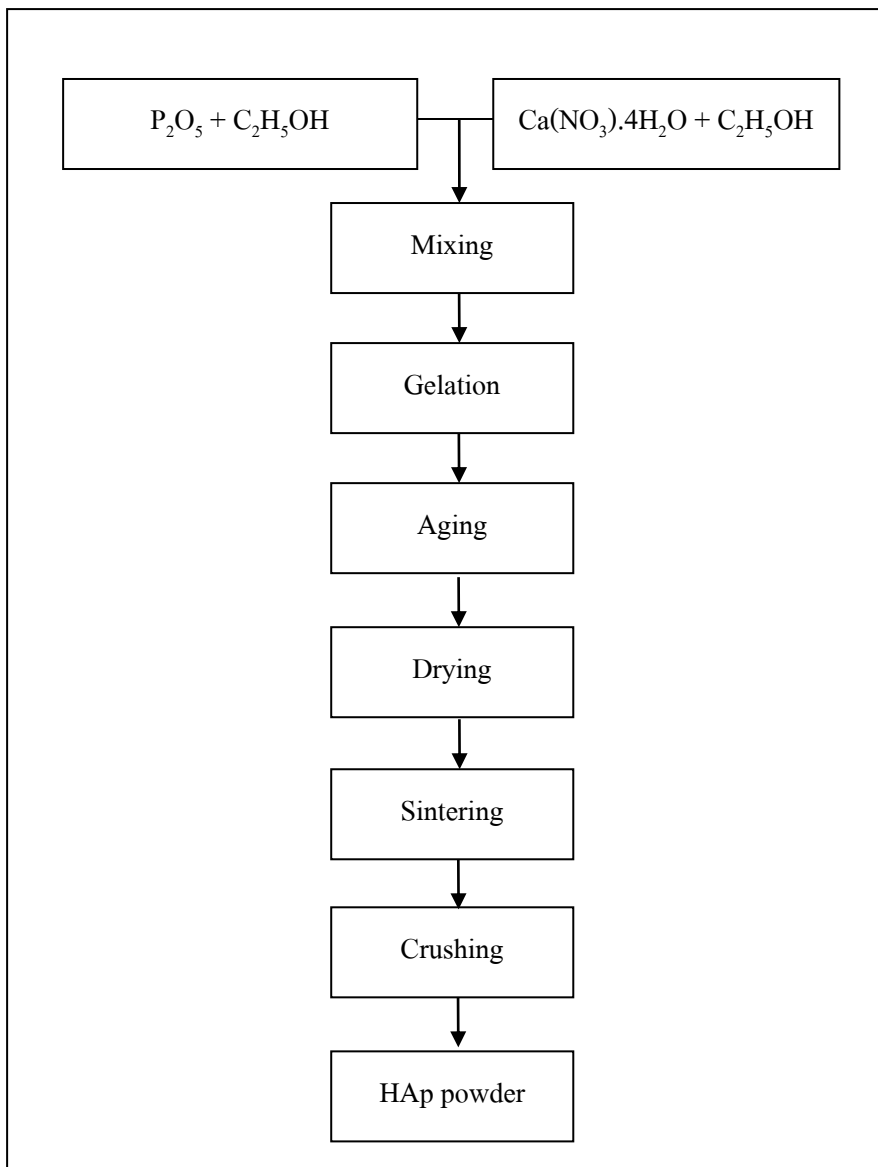
ชนิดต่างๆ ในปริมาณที่เหมาะสมในของเหลว แล้วทำให้อนุภาคเหล่านี้มีการกระจายตัวไปทั่วของเหลวอย่างเสถียร (มีสภาพเป็นคอลลอยด์แบบเสถียร)

2. ทำการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นด้วยการระเหยของเหลวบางส่วนออกไป หรือปล่อยให้แห้งเป็นเวลานานหรือมีการเติมสารนำไฟฟ้า (Electrolyte) ที่เหมาะสมลงไป เพื่อเหนี่ยวนำให้เกิดการสร้างพันธะที่เชื่อมต่อกันเป็น โครงข่ายต่อเนื่องในสามมิติ คล้ายคลึงกับ กระบวนการเกิดพอลิเมอร์ (Polymerization) จะเป็นกลไกที่คอยควบคุมการยึดเกาะกันของ องค์ประกอบทางเคมี และช่วยป้องกัน ไม่ให้เกิดการแยกออกไปกองอยู่อีกด้านใดด้านหนึ่งมากเกินไปอีกด้วย ในการเกิดเจล (Gelation) จะอาศัยกลไกการสลายตัวด้วยน้ำ (Hydrolysis) และกลไก การควบแน่น (Condensation) เป็นสำคัญ

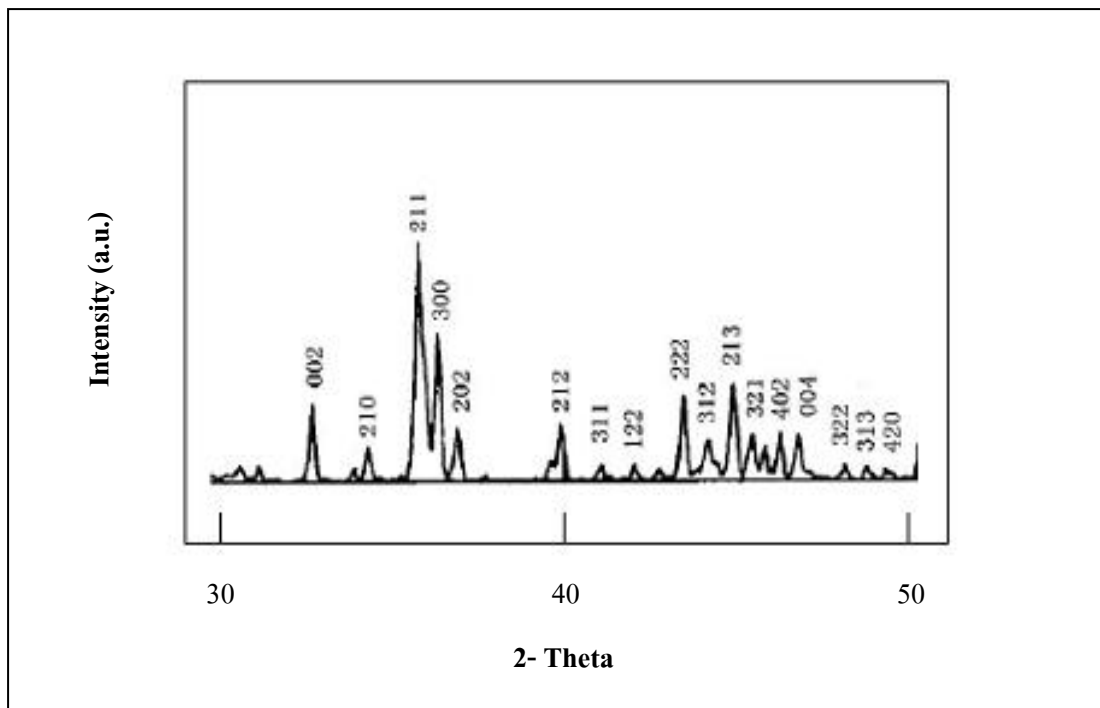
3. ทำการระเหยของเหลวที่อยู่ในเจลออกไป (Dehydration) ความแข็งแรงของตัวเจลจะช่วยป้องกันไม่ให้อะตอมย้ายตำแหน่ง หรือหลุดแยกไปจากกันในช่วงที่มีการทำให้เจลแห้ง จึงช่วยให้สามารถรักษาความสม่ำเสมอและเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุลให้คงอยู่ได้ นอกจากนี้การกำจัดของเหลวออกไปจากตัวเจลภายใต้สภาวะยิ่งยวด (Supercritical state) หรือภาวะวิกฤติมิติเกิน (Hypercritical state) นั้นแทบจะทำให้ไม่มีการหดตัวเกิดขึ้นเลย เจลที่แห้งแล้วจึงไม่มีการแน่นตัวเกิดขึ้น ทำให้มีความเปราะจึงสามารถบดขยี้เจลที่แห้งแล้วให้กลายเป็นผงละเอียดได้ง่าย

4. ทำการแคลไซน์เจลที่ปราศจากน้ำให้เปลี่ยนไปเป็นสารประกอบตามต้องการต่อไปนี้

ผงที่เตรียมได้โดยวิธีโซล-เจลจะมีขนาดอนุภาคเล็กละเอียดมาก อยู่ใน ช่วงประมาณ 20 ถึง 50 นาโนเมตร และมีพื้นที่ผิวมาก การเผาผลาญให้เกิดการเกาะตัวจึงสามารถทำได้ที่อุณหภูมิต่ำ กระบวนการสังเคราะห์วัสดุผงไฮดรอกซีแอปาทิตด้วยวิธีโซล-เจลสามารถสังเคราะห์ได้ ดังภาพที่ 2.8 สารตั้งต้นที่ใช้อยู่ในรูปของ  $P_2O_5$ ,  $C_2H_5OH$ ,  $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$  (Wang et al., 2005) โดยอาศัยการเกิดปฏิกิริยาเคมีแบบเปียก (Wet chemical reactions) โดยเริ่มต้น ละลาย  $P_2O_5$  ในเอทานอลให้ด้สารละลาย 0.5 mol/l และละลาย  $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$  ในเอทานอลให้ด้ สารละลาย 1.67 mol/l สารละลายทั้งสองจะถูกผสมกันด้วยอัตราส่วน โดยโมลระหว่าง Ca/P ของ สารละลายเริ่มต้นคือ 1.67 ใช้อุณหภูมิในการอบให้แห้งที่ 80 °C/24h เจลแห้งจะถูกแคลไซน์ที่ อุณหภูมิ 600, 700, 800 และ 900°C



รูปที่ 2.8 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอปาทาइटด้วยวิธีโซล-เจล (Wang et al., 2005)



รูปที่ 2.9 XRD แพทเทิร์นของผงไฮดรอกซีแอปาทิต์ ที่ถูกทิ้งไว้ 4 h และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C (Wang et al., 2005)

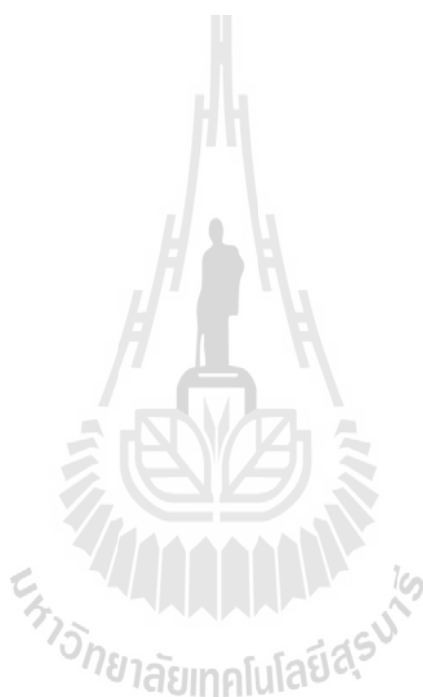
#### 2.1.3.4 การเตรียมวัสดุผงด้วยวิธี Pechini หรือวิธีพอลิเมอร์เชิงซ้อน

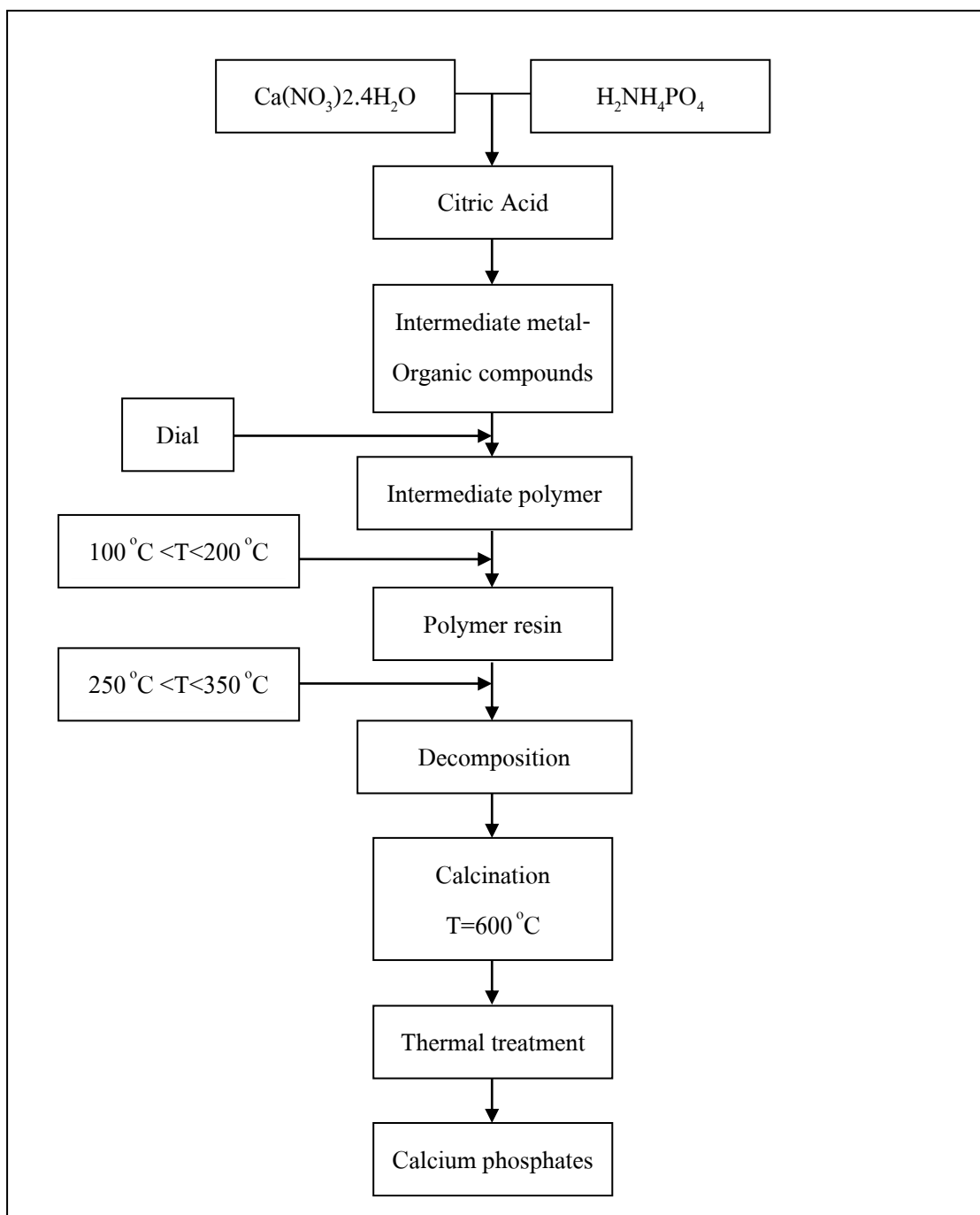
การสังเคราะห์วัสดุผงด้วยวิธี Pechini (the pechini method) หรือวิธีพอลิเมอร์เชิงซ้อน (polymerized complex method) ถูกพัฒนามาจากกระบวนการโซล-เจลแบบดั้งเดิม ในปี 1967 โดยในตอนต้นวิธี Pechini (pechini, 1967) เหมาะสำหรับการเตรียมฟิล์มบาง ต่อมาในภายหลังได้มีการปรับปรุงเพื่อใช้สังเคราะห์วัสดุผง

วิธี Pechini เป็นวิธีที่แสดงถึงการเกิดสารประกอบจำพวกโลหะอัลคาไล (alkali metals), อัลคาไลเอิร์ท (alkali earths) โลหะทรานซิชัน (transition metal) และสารที่ไม่ใช่โลหะบางตัว ซึ่งสารเหล่านี้จะทำปฏิกิริยากับสารประกอบอินทรีย์ เช่น กรดซิตริก (citric acid) โดยที่โพลีแอลกอฮอล์ เช่น เอทิลีนไกลคอล (polyethylene glycol) จะถูกเติมเข้าไปสร้างพันธะระหว่างโลหะและสารประกอบอินทรีย์ด้วยปฏิกิริยาโพลีเอสเตอริฟิเคชัน (polyesterification) เป็นผลทำให้เกิดเจลขึ้นในสารผสม ซึ่งหลังจากทำให้เจลแห้งแล้วจะได้อนุภาคออกไซด์ที่เกาะตัวกันและมีขนาดน้อยกว่าระดับไมโครเมตร

วิธี Pechini สามารถเลือกใช้สารประกอบอินทรีย์ และสารที่ทำให้เกิดกระบวนการพอลิเมอร์ได้หลากหลาย ซึ่งมีนักวิจัยหลายกลุ่มใช้วิธี Pechini ในการสังเคราะห์วัสดุผง และได้วัสดุผงที่มีขนาดอนุภาคในระดับนาโนเมตร ส่วนข้อดีของวิธี Pechini คือสารตั้งต้นที่ใช้

เป็นสารประกอบของเกลือไนเตรตที่มีราคาถูกและหาซื้อได้ง่าย กระบวนการเจลเกิดได้ง่ายโดยไม่ต้องควบคุมค่า pH (ค่า pH อยู่ในช่วงที่กว้าง) ทำให้เกิดเป็นสารประกอบไฮดรอกไซด์ (hydroxo complex) ที่เหมาะสม และง่ายต่อการสังเคราะห์สารประกอบออกไซด์ สำหรับข้อเสียของวิธี Pechini คือการควบคุมขนาด รูปร่างและลักษณะทางกายภาพของอนุภาคทำได้ยากกว่ากระบวนการโซล-เจล





รูปที่ 2.10 การสังเคราะห์วัสดุผงไฮดรอกซีเอปาทิตโดยวิธีพอลิเมอร์เชิงซ้อน (Pena et al., 2003)

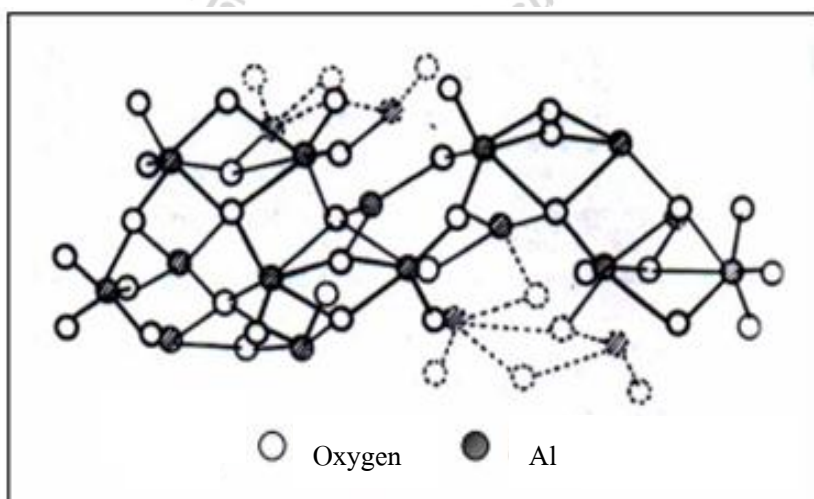


## 2.2 อะลูมินา

อะลูมินา (Alumina) มีชื่อทางเคมีคือ Aluminium Oxide มีสูตรทางเคมี เป็น  $\text{Al}_2\text{O}_3$  จัดเป็น ออกไซด์ที่มนุษย์ใช้ประโยชน์มาตั้งแต่ยุคค้ำบรรพ์จนกระทั่งถึงปัจจุบันและยังคงถูกพัฒนานำมาใช้ งานมากขึ้นในอนาคต อะลูมินาบริสุทธิ์มีความถ่วงจำเพาะ 3.69 จุดหลอมเหลว  $2030^\circ\text{C}$  ความแข็ง (Mohs Scale) เท่ากับ 9 อะลูมินาในธรรมชาติจัดเป็นแร่ธาตุที่พบในรูปของ Corundum ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) Diaspore ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) Gibbsite ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) และ Bauxite ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) โดยแร่ Corundum ที่พบจะ เป็นรัตนชาติ เช่น ทับทิม (Ruby) ไพลิน (Sapphire) นุสราคัม (Yellow Sapphire) เป็นรูปแบบของ Corundum ที่มีมลทิน ในขณะที่ Corundum ที่ไม่มีมลทินจะไม่มีสี อะลูมินาบริสุทธิ์และ Hydrate อะลูมินา สามารถสกัดได้จาก แร่ Bauxite และดินลูกรังโดยวิธีของ Bayer (Bayer Process) ก็นำแร่ มาบดแล้วหลอมด้วยโซดาไฟ (Caustic Soda) จากนั้นแยกตะกอนที่ได้ออกมาแล้วเผา

อะลูมินาจะพบในรูปอัลฟา ( $\alpha$ ) แกมมา ( $\gamma$ ) และเบต้า ( $\beta$ ) โดยส่วนใหญ่จะอยู่ในรูปของ อัลฟาอะลูมินาและแกมมาอะลูมินาในอุณหภูมิที่ไม่เกิน  $500^\circ\text{C}$  อะลูมินาจะอยู่ในรูปแกมมา หาก นำไปเผาให้อุณหภูมิสูงถึง  $1150-1200^\circ\text{C}$  จะเปลี่ยนอยู่ในรูปของอัลฟา แต่เบต้าอะลูมินาจะอยู่ในรูป ของสารประกอบโซเดียมคือ Sodium Aluminate ( $\text{Na}_2\text{O} \cdot 11\text{Al}_2\text{O}_3$ ) (สุจินต์ พราวพันธุ์, 2545)

ซึ่งอะลูมินาที่มีความเสถียรมากที่สุดอยู่ในรูปอัลฟาอะลูมินา ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) ซึ่งมีโครงสร้าง เป็นเฮกซาโกนอล (Hexagonal) โดยมีออกซิเจนเรียงตัวกันแบบเฮกซาโกนอล และมีอะลูมิเนียมที่มี ขนาดเล็กกว่าแทรกอยู่ในช่องออกตะสี่ดรอลด 2 ใน 3 ส่วนของช่องทั้งหมด ดังแสดงในรูปที่ 2.1



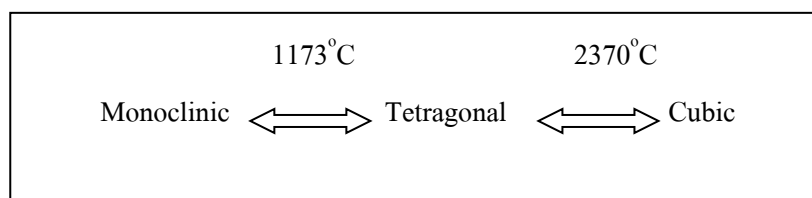
รูปที่ 2.11 โครงสร้างของอะลูมินา (W.E. Worrall, 1986)

เนื่องจากสมบัติของอะลูมินาที่มีค่าความแข็งสูง มีความหนาแน่นสูง มีความต้านทานต่อการขัดสีและสึกกร่อนสูง ทนต่อสารเคมี เป็นฉนวนไฟฟ้าที่อุณหภูมิสูงได้ดี และมีความทนไฟสูง จึงสามารถนำมาใช้ในอุตสาหกรรมได้หลายประเภท เช่น อุตสาหกรรมเครื่องขัดถู (Abrasive) อุตสาหกรรมวัสดุทนไฟ อุตสาหกรรมเซรามิก และอื่น ๆ ซึ่งแนวโน้มในการนำอะลูมินาไปใช้งานก็ได้มีการพัฒนาเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ โดยเฉพาะอุตสาหกรรมเซรามิกสมัยใหม่ สามารถนำอะลูมินาที่ได้จากการสังเคราะห์มาผลิตเป็นผลิตภัณฑ์ได้หลายประเภท เช่น อุปกรณ์ประกอบชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์ ชิ้นส่วนรถยนต์ อุปกรณ์กึ่งตัวนำไฟฟ้า อุปกรณ์ฉนวนไฟฟ้า เครื่องมือตัดแต่ง อุปกรณ์ทางการแพทย์ อวัยวะเทียม เครื่องมือวิทยาศาสตร์ เป็นต้น โดยอะลูมินาที่นำมาใช้นั้นจะมีชนิดทั้งที่เป็นผง เป็นผลึกเดี่ยว ๆ เป็นฟิล์มบาง ๆ เป็นเส้นใยและที่เป็นรูพรุน ทั้งนี้อะลูมินาที่จะนำมาใช้นั้นต้องมีความบริสุทธิ์สูงและมีความละเอียดมากเพราะสมบัติทางฟิสิกส์และเชิงกลของอะลูมินาสามารถเพิ่มขึ้นได้โดยการกำจัดมลทินต่าง ๆ ออกไป เช่น ซิลิกาที่ปนเปื้อนจะมีผลต่อการควบคุม Microstructure มีผลต่ออัตราการสึกกร่อนของอะลูมินารวมทั้งมีผลต่อการเผาผนึก (Sintering) และแคลเซียมที่ปนเปื้อนก็มีผลทำให้สมบัติเชิงกลของอะลูมินาลดลง

### 2.3 เซอร์โคเนีย

เซอร์โคเนียที่เกิดตามธรรมชาติโดยทั่วไปจะพบอยู่ในรูปของแร่แบดเดิลไต์ (Baddeleyite) หรือเซอร์คอน ( $ZrSiO_4$ ) ซึ่งการที่จะได้เซอร์โคเนียที่บริสุทธิ์นั้น จะต้องทำการแยกสิ่งเจือปนที่ไม่ต้องการออก โดยผ่านกรรมวิธีการผลิตที่ซับซ้อนและทันสมัย

เซอร์โคเนียบริสุทธิ์ที่ได้จะอยู่ในวัฏภาคแบบ โมโนคลินิก (Monoclinic) ที่อุณหภูมิห้องและจะเกิดการเปลี่ยนวัฏภาคเป็นเตตระโกนอล (Tetragonal Phase) และลูกบาศก์ (Cubic Phase) เมื่อมีการเปลี่ยนอุณหภูมิ ดังรูปที่ 2.2 ซึ่งผลของการเปลี่ยนโครงสร้างนี้ จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงปริมาตรสูงถึง 3% - 5% ซึ่งผลของการเปลี่ยนแปลงดังกล่าวทำให้เราไม่สามารถใช้ประโยชน์จากเซอร์โคเนียบริสุทธิ์ได้ (R. Stevens, 1986)



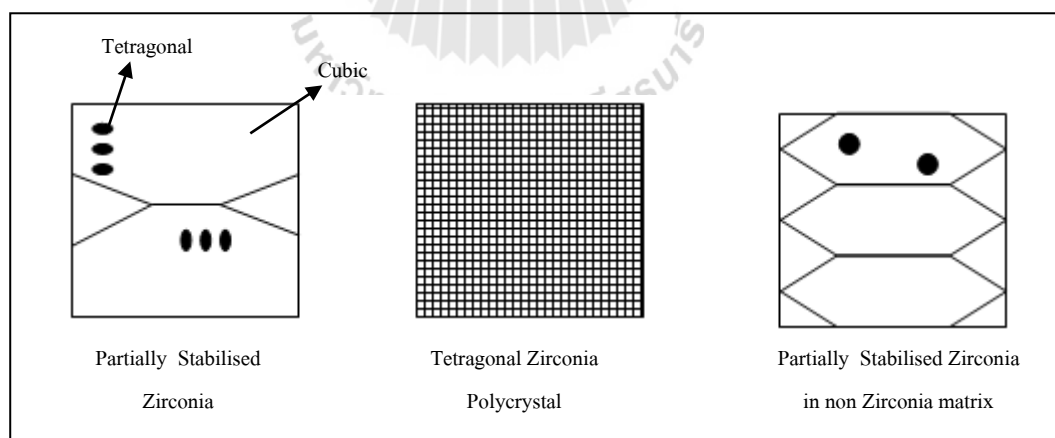
รูปที่ 2.12 การเปลี่ยนวัฏภาคของเซอร์โคเนีย ณ อุณหภูมิต่าง ๆ (K.K. Chawla, 1993)

แต่ผลของการเปลี่ยนแปลงปริมาตรดังกล่าวนี้ก็เป็จุดเด่นพิเศษของเซอร์โคเนียที่สามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้โดยการเติมสารบางตัวที่เรียกว่าสารสร้างความเสถียร (Stabilizer) เมื่อเติมสารดังกล่าวแล้ว เซอร์โคเนียจะสามารถนำมาใช้งานที่อุณหภูมิห้องได้และยังเกิดสมบัติพิเศษที่สำคัญประการหนึ่งคือ ความเหนียว

## 2.4 รูปแบบเสถียรของเซอร์โคเนีย

ดังที่ได้กล่าวในเบื้องต้นแล้วว่า เซอร์โคเนียไม่สามารถนำมาใช้งานได้ตามลำพังที่อุณหภูมิห้องจำเป็นที่จะต้องเติมสารสร้างความเสถียรบางตัวเข้าไป โดยสารที่นิยมใช้โดยทั่วไปได้แก่ แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) อิตเทียมออกไซด์ ( $Y_2O_3$ ) แคลเซียมออกไซด์ (CaO) โดยสารดังกล่าวนี้จะทำให้เซอร์โคเนียสามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิห้องโดยจะไปทำให้โครงสร้างของเซอร์โคเนียเสถียรในรูปเตตระโกนอลหรือลูกบาศก์ การเติมสารสร้างความเสถียรที่ต่างชนิดและปริมาณที่ต่างกันจะทำให้ได้ โครงสร้างจุลภาคที่ต่างกัน ซึ่งสามารถแบ่งลักษณะความต่างของโครงสร้างจุลภาค ได้เป็น 3 ลักษณะคือ

1. Partially Stabilised Zirconia
2. Tetragonal Zirconia Polycrystal
3. Partially Stabilised Zirconia in a non Zirconia matrix



รูปที่ 2.13 ลักษณะของโครงสร้างจุลภาคของเซอร์โคเนีย ทั้ง 3 ระบบ (Richard H.J.

Hannink, Patrick M. Kelly, and Barry C. Muddle, 2000)

ซึ่งจากลักษณะของโครงสร้างจุลภาคที่ต่างกันจึงทำให้เกิดชื่อเรียกและสัญลักษณ์ของเซอร์โคเนียแตกต่างกันออกไปเช่น

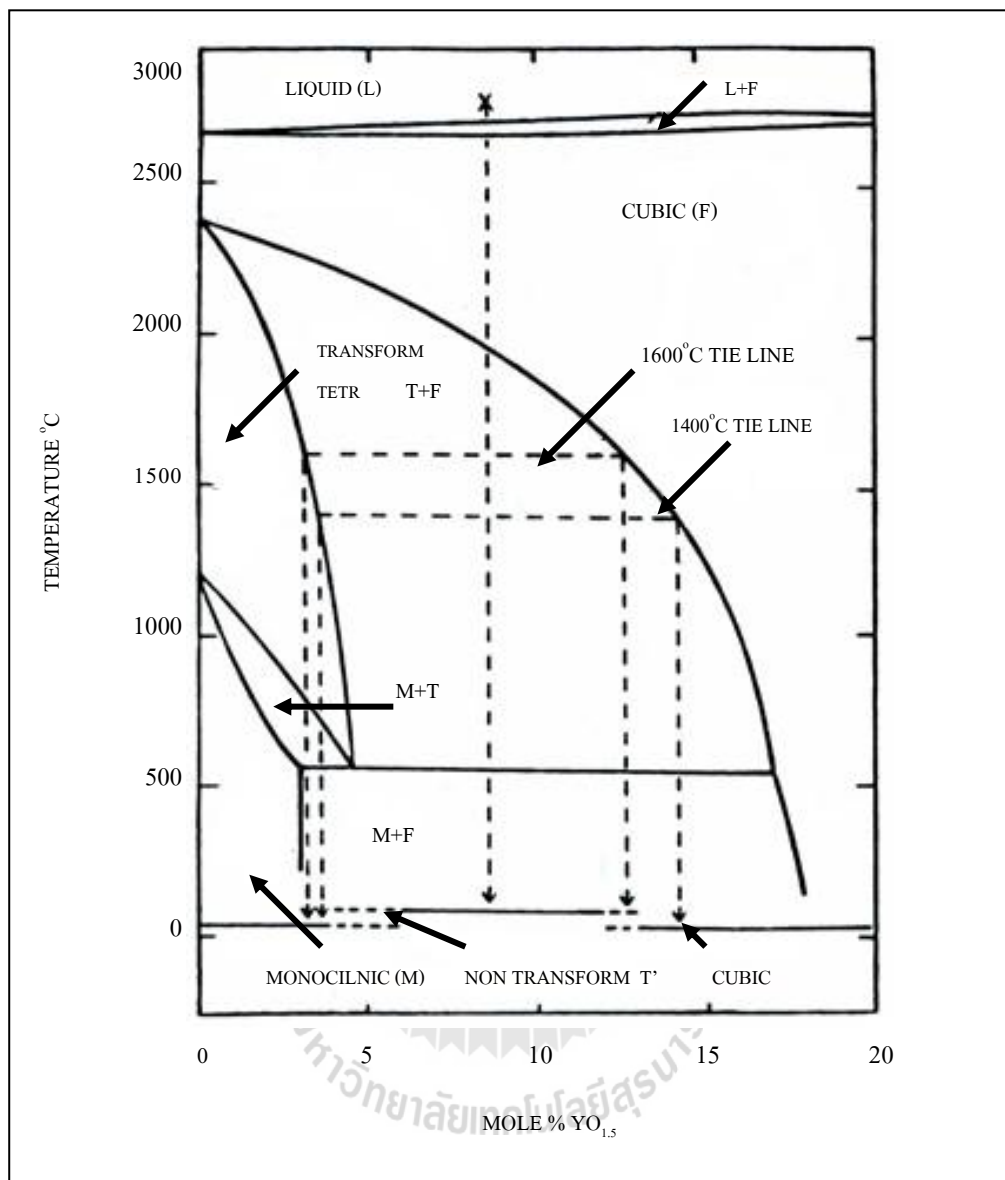
- TZP Tetragonal Zirconia Polycrystal
- PSZ Partially Stabilised Zirconia
- FSZ Fully Stabilised Zirconia
- TTC Transformation Toughened Ceramics
- ZTA Zirconia Toughened Alumina
- TTZ Transformation Toughened Zirconia

#### 2.4.1 Partially Stabilised Zirconia

คือ ลักษณะของเซอร์โคเนียที่บางส่วนเสถียร (Stable) ในวัฏภาคเตตระโกนอลแล้วกระจายอยู่ในวัฏภาคลูกบาศก์ โดยทั่วไปการทำให้เกิดโครงสร้างลักษณะนี้จะใช้ MgO และ CaO เป็นสารสร้างความเสถียร โดยหากพิจารณาจากแผนภูมิวัฏภาคในรูปที่ 2.4 ในระบบของ ZrO<sub>2</sub> และ MgO เมื่อเราพิจารณาปริมาณของ MgO ในช่วง 6%mol - 8%mol จะพบว่าที่อุณหภูมิประมาณ 2000°C-2450°C เกิดสารละลายของแข็ง (Solid Solution) ในวัฏภาคลูกบาศก์ หากทำให้สารละลายของแข็งนี้เย็นตัวอย่างรวดเร็ว (Quench) มาอยู่ในบริเวณที่เกิดสารละลายของแข็งวัฏภาคลูกบาศก์ และวัฏภาคเตตระโกนอลในบริเวณนี้จะเกิดนิวเคลียสของสารละลายของแข็งวัฏภาคเตตระโกนอล ซึ่งสามารถควบคุมขนาดของนิวเคลียสได้ โดยการคุมอัตราการลดอุณหภูมิ (Cooling Rate) จากช่วงอุณหภูมิดังกล่าวมาที่อุณหภูมิห้อง

จากกระบวนการดังกล่าวจะได้ PSZ ซึ่งผลึกของ t-ZrO<sub>2</sub> นี้จะสามารถเปลี่ยนรูปเป็น โมโนคลีนิกเซอร์โคเนีย (m-ZrO<sub>2</sub>) ได้เมื่อมีแรงจากภายนอกมากระทำ ซึ่งเป็นกระบวนการการเกิดความเหนียวที่สำคัญกระบวนการหนึ่ง ซึ่งจะกล่าวถึงในรายละเอียดต่อไป





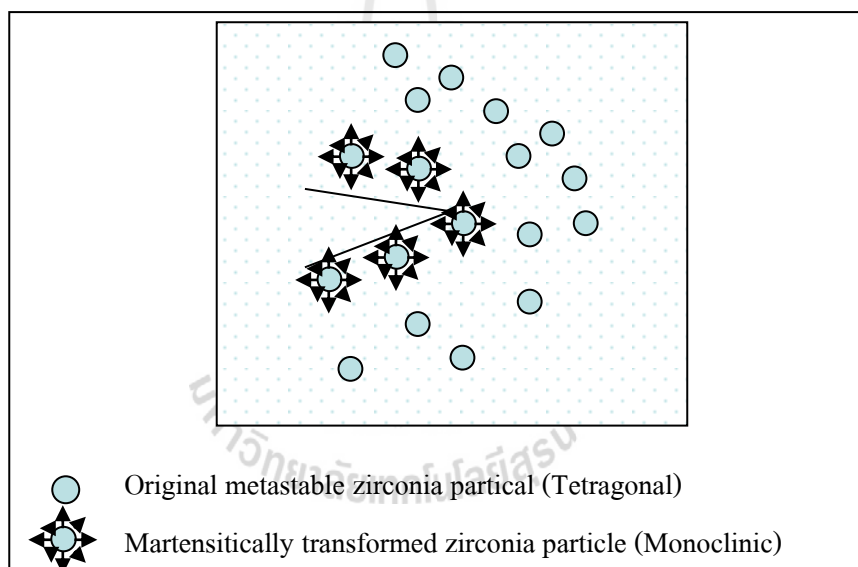
รูปที่ 2.15 แผนภูมิวิวัฒนาการของ Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ใน ZrO<sub>2</sub> (Miller R.A., Smialek R.G., and Garlick, 1981)

จากที่กล่าวเบื้องต้นว่าขนาดของเกรน (Grain Size) ของ TZP มีผลต่อค่าความแข็งแรง ดังนั้นจึงมีการศึกษาหาขนาดที่ส่งผลต่อการเปลี่ยนวิวัฒนาการของเซอร์โคเนียพบว่า ขนาดวิกฤตขึ้นอยู่กับปริมาณของสารเสริมเสถียรที่เติมลงไป ดังรูปที่ 2.6 (R. Stevens, 1986)



ตัวแปรที่สำคัญของกระบวนการเกิดความเหนียวนี้คือ ขนาดของอนุภาคเซอร์โคเนีย กล่าวคือ เซอร์โคเนียจะมีขนาดที่เหมาะสมสำหรับการเปลี่ยนวัฏภาคเนื่องจากแรงเค้นที่เกิดโดยรอยร้าวขนาดหนึ่งเท่านั้น ซึ่งจะเรียกขนาดนี้ว่าขนาดวิกฤต (Critical Size) ถ้าอนุภาคของเซอร์โคเนียมีขนาดเล็กไปกว่าขนาดวิกฤต เซอร์โคเนียจะไม่ยอมเปลี่ยนวัฏภาคเมื่อมีรอยร้าวขึ้นในชิ้นงาน แต่ถ้าเซอร์โคเนียมีขนาดอนุภาคที่ใหญ่เกินกว่าขนาดวิกฤต เซอร์โคเนียจะเปลี่ยนวัฏภาคเองโดยธรรมชาติ ซึ่งขนาดวิกฤตนี้จะถูกกำหนดโดย การบังคับของวัฏภาคหลัก และธรรมชาติของเซอร์โคเนียเอง (R. Stevens, 1986)

จากกระบวนการดังกล่าวข้างต้นอาจกล่าวได้ว่า ความเหนียวของชิ้นงานขึ้นอยู่กับ ปริมาณของ  $t\text{-ZrO}_2$  หากชิ้นงานมี  $t\text{-ZrO}_2$  มากชิ้นงานก็มีแนวโน้มที่จะมีความเหนียวเพิ่มขึ้น (R.W. Cahn, P. Haasen, and E.J.Kramer, 1993 )



รูปที่ 2.17 แสดงการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวัฏภาค (R. Stevens, 1986)

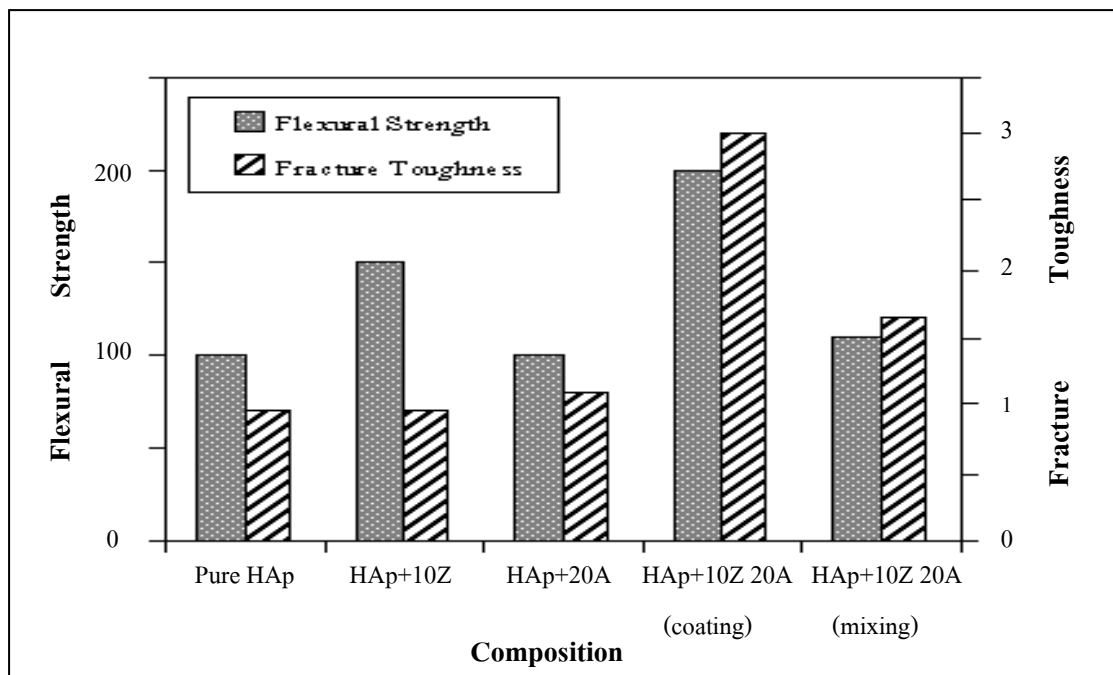


## 2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

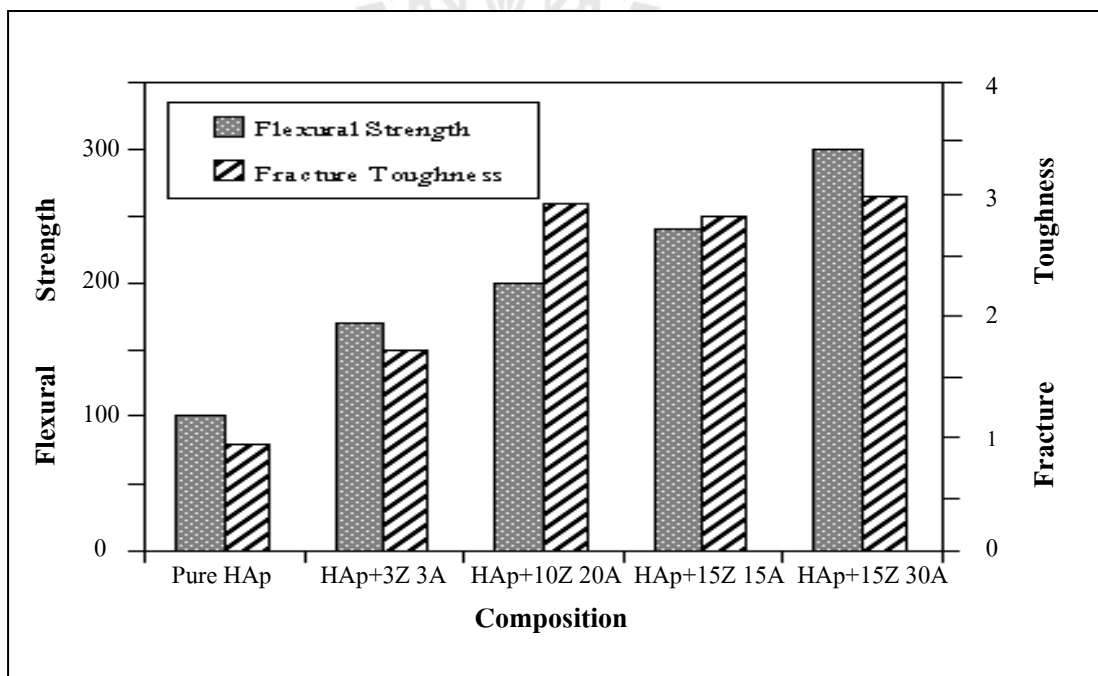
ได้มีงานวิจัยจำนวนมากพยายามที่จะปรับปรุงสมบัติเชิงกลของไฮดรอกซีแอปาไทต์สำหรับเป็นวัสดุทดแทนกระดูกและฟัน

อย่างที่ได้อ่านไปแล้วว่า อะลูมินาและเซอร์โคเนียซึ่งเป็นวัสดุที่มีความเข้ากันได้และไม่เป็นพิษต่อร่างกาย และมีสมบัติเชิงกลที่ดีในการนำมาใช้งานร่วมกับไฮดรอกซีแอปาไทต์เพื่อเพิ่มสมบัติเชิงกลให้กับไฮดรอกซีแอปาไทต์ในการใช้งานเป็นวัสดุทดแทนกระดูกและฟัน และมีงานวิจัยจำนวนมากที่ได้มีการทำการศึกษาเพื่อที่จะปรับปรุงสมบัติเชิงกลของไฮดรอกซีแอปาไทต์โดยใช้อะลูมินาและเซอร์โคเนีย

Young Min Kong et al. (1999) ได้ศึกษาสมบัติเชิงกลของHAp โดยการเติม Tetragonal ZrO<sub>2</sub> Polycrystalline (TZP) และเติม Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> โดยเปรียบเทียบ 2 วิธีคือ การผสมปกติ (Mixing) และการเคลือบ (Coating) ซึ่งใช้อัตราส่วนที่แตกต่างกันคือ HAp+10Vol%ZrO<sub>2</sub>, HAp+20Vol%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, HAp+10Vol%ZrO<sub>2</sub>+20Vol%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, HAp+15Vol%ZrO<sub>2</sub>+15Vol%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> และ HAp+15Vol%ZrO<sub>2</sub>+30Vol%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ทำการขึ้นรูปด้วยวิธี Hot Press ใน Graphite mold ที่อุณหภูมิ 1200°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้ความดัน 20 MPa ภายใต้บรรยากาศ Argon ผลการทดลองที่ได้พบว่า การเติม TZP Powder ลงใน HAp และ Coating ด้วย Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> จะมีค่า Flexural strength และ Fracture Toughness ที่สูงกว่าการ Mixing และยังพบว่า การเติม TZP powder และ Coating ด้วย Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ในปริมาณที่เพิ่มมากขึ้นจะมีค่า Flexural Strength และ Fracture Toughness สูงขึ้น โดยที่การเติม 15Vol% TZP และ Coating ด้วย 30Vol% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> จะมีค่า Flexural Strength และ Fracture Toughness สูงที่สุดคือ 300 MPa และ 3 MPa.m<sup>1/2</sup> ตามลำดับ ซึ่งมีทั้งค่าการใช้ HAp เพียงอย่างเดียวถึง 3 เท่า



รูปที่ 2.18 ค่าความแข็งแรงและค่าความเหนียวของ HAp โดยการเติม Tetragonal ZrO<sub>2</sub> Polycrystalline (TZP) และเติม Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ที่ปริมาณแตกต่างกันและเปรียบเทียบกันระหว่างการผสมปกติ (Mixing) และการเคลือบ (Coating) (Young-Min Kong et al., 1999)

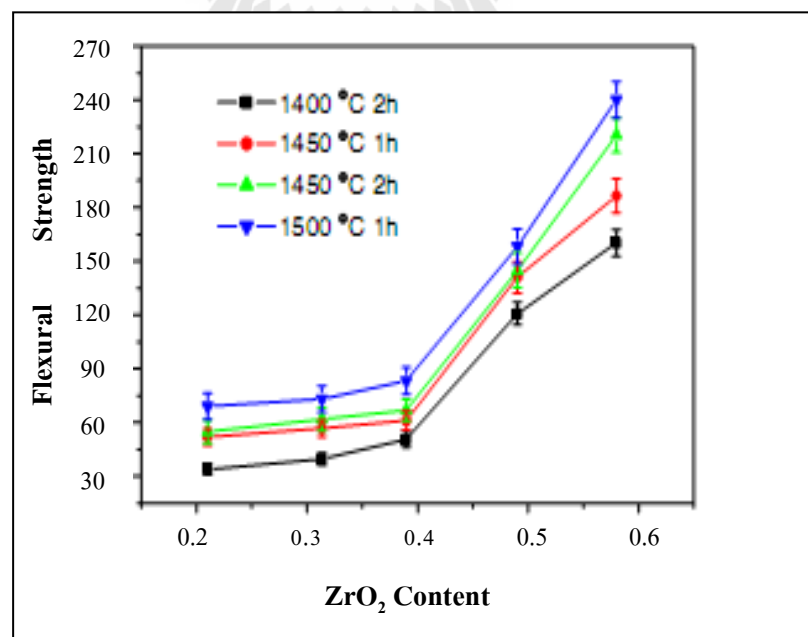


รูปที่ 2.19 ค่าความแข็งแรงและค่าความเหนียวของ HAp โดยการเติม Tetragonal ZrO<sub>2</sub> Polycrystalline (TZP) และเติม Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ที่ปริมาณแตกต่างกัน (Young-Min Kong et al., 1999)

Jingxian Zhong et al. (2006) ได้ศึกษาการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของ HAp-ZrO<sub>2</sub> โดยการเติม ZrO<sub>2</sub> ในปริมาณที่แตกต่างกันคือ 20 30 40 50 และ 60Vol%ZrO<sub>2</sub> จากนั้นนำไปทำการขึ้นรูปด้วยวิธี Slip Casting แล้วทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิและเวลาแตกต่างกันคือ 1400°C เวลา 2 ชั่วโมง 1450°C เวลา 1 ชั่วโมง 1450°C เวลา 2 ชั่วโมงและ 1500°C เวลา 1 ชั่วโมง ผลการทดลองพบว่าเมื่อเติมปริมาณ ZrO<sub>2</sub> เพิ่มขึ้นจะทำให้ค่าความแข็งแรง ความแข็งและความเหนียวเพิ่มมากขึ้น โดยที่การเติม 60Vol% ZrO<sub>2</sub> ลงใน HAp และทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1450°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะมีสมบัติทางกลที่ดีที่สุด คือมีค่าความแข็งแรง 200 MPa ความแข็ง 4.53 GPa และความเหนียว 4.37 MPa.m<sup>1/2</sup>

(Jingxian Zhang et al., 2006)

Sintering condition	50 vol% HAp-50 vol% ZrO <sub>2</sub>		40 vol% HAp-60 vol% ZrO <sub>2</sub>	
	Hardness (GPa)	Toughness (MPa.m <sup>1/2</sup> )	Hardness (GPa)	Toughness (MPa.m <sup>1/2</sup> )
1400°C 2 h	2.21±0.03	2.21±0.11	3.12±0.13	3.05±0.33
1450°C 1 h	2.68±0.03	2.04±0.32	3.74±0.16	3.45±0.53
1450°C 2 h	3.58±0.08	2.64±0.20	4.53±0.28	4.37±0.54
1500°C 1 h	4.21±0.10	2.59±0.15	5.01±0.23	4.25±0.64



รูปที่ 2.20 ค่าความแข็งแรงของ HAp โดยการเติม ZrO<sub>2</sub> ในปริมาณแตกต่างกัน

(Jingxian Zhang et al., 2006)

Horng Yih Juang et al. (1994) ได้ศึกษาการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของ HAp-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> โดยการเติม Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ในปริมาณที่ต่างกันคือ 5 10 15 และ 20Vol%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> จากนั้นนำไปทำการขึ้นรูปเป็นแท่งและเผาที่อุณหภูมิ 1200- 1450°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ผลจากการทดสอบพบว่า การเติม 10Vol%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ลงใน HAp โดยการเผาที่อุณหภูมิ 1400°C จะมีค่าความแข็งแรงสูงที่สุดคือ 156 MPa

Yougoti Nayak et al. (2008) ได้ศึกษาการผลของการเติม ZrO<sub>2</sub> ลงใน HAp ที่มีต่อความหนาแน่นและสมบัติทางกลของชิ้นงานที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่ำ โดยเติมผง ZrO<sub>2</sub> ในปริมาณที่ต่างกันคือ 2 5 7.5 และ 10wt%ZrO<sub>2</sub> จากนั้นนำไปทำการขึ้นรูปด้วยวิธี Uniaxilly Press โดยใช้แรงดัน 280 MPa และเผาที่อุณหภูมิ 1150-1250°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศปกติ ผลจากการทดลองพบว่า การเติม ZrO<sub>2</sub> ในปริมาณ 2wt%ZrO<sub>2</sub> ลงใน HAp โดยเผาที่อุณหภูมิ 1250°C จะมีค่าความหนาแน่นและความแข็งแรงสูงที่สุดคือ 99.6% และ 72 MPa ตามลำดับ

ตารางที่ 2.2 ค่าความแข็งแรงของ HAp ที่ wt% ของ ZrO<sub>2</sub> ที่แตกต่างกัน

(Yougoti Nayak et al., 2008)

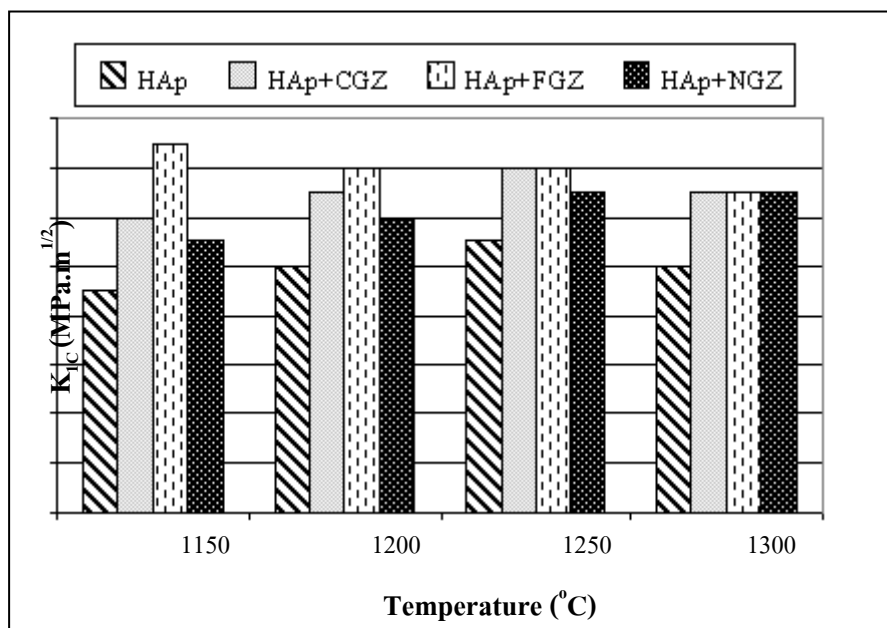
Composition (wt% ZrO <sub>2</sub> )	Relative sintered density (%)	Diametral compression strength (MPa)	Three-point bending strength (MPa)	Phase in sintered HAp sample (vol%)			
				HAp	t-ZrO <sub>2</sub>	CZ	TCP
0	98.0	13.0±1.03	35±1.2	100	-	-	-
2	99.6	34.5±2.763	72±3.6	96.50	3.50	-	-
5	96.3	11.3±1.04	31±1.55	64.9	11.3	6.2	17.6
7.5	92.4	17.0±1.362	40±2	71.2	12.7	5.1	11
10	90.0	13.0±0.907	36±1.75	79	14.50	Tr.	6.5

A.Rapaz-Kmita et al. (2005) ได้ศึกษาการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของ HAp-ZrO<sub>2</sub> โดยการเติม ZrO<sub>2</sub> ที่มีขนาดอนุภาคที่ต่างกันคือ Coarse – grained ZrO<sub>2</sub> (CGZ), Fine – grained ZrO<sub>2</sub> (FGZ) และ Needle – grained ZrO<sub>2</sub> (NGZ) ในปริมาณ 20wt%ZrO<sub>2</sub> จากนั้นทำการขึ้นรูปด้วยวิธี Uniaxilly Press โดยใช้ความดัน 100 MPa และเผาที่อุณหภูมิ 1150-1300°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผลของการทดลองพบว่า การเติมปริมาณ ZrO<sub>2</sub> โดยใช้ขนาดอนุภาคเป็น Fine – grained ZrO<sub>2</sub> ลงใน HAp ที่ทำการเผาที่อุณหภูมิ 1200 °C จะมีสมบัติเชิงกลที่ดีที่สุดคือมีค่า ความแข็งแรง 125.2 MPa ความแข็ง 7.6 GPa และความเหนียว 1.4 MPa.m<sup>1/2</sup>

ตารางที่ 2.3 ค่าความแข็งและค่าความแข็งแรงของ HAp ที่มีขนาดอนุภาคของ  $ZrO_2$  ที่แตกต่างกัน

(A.Rapaz-Kmita et al., 2005)

Type of material	Sintering Temperature ( $^{\circ}C$ )	Vickers Hardness (GPa)	Bending strength (MPa)
HAp	1150	5.8	101.2±13.4
	1200	6.4	98.6±15.1
	1250	6.6	89.5±13.4
	1300	5.7	84.3±11.6
HAp-CGZ composite	1150	6.8	121.6±15.0
	1200	6.4	119.1±15.0
	1250	6.7	125.9±16.5
	1300	6.5	130.8±15.6
HAp-FGZ composite	1150	7.4	120.4±19.8
	1200	7.6	125.2±18.7
	1250	6.5	100.6±17.0
	1300	6.1	97.1±15.9
HAp-NGZ composite	1150	7.1	129.0±16.9
	1200	7.3	123.9±22.0
	1250	7.1	101.2±16.8
	1300	6.9	110.9±14.6



รูปที่ 2.21 ค่าความเหนียวของ HAp ที่มีขนาดอนุภาคของ ZrO<sub>2</sub> ที่แตกต่างกัน

(A.Rapaz-Kmita et al., 2005)

Young-Minkong et al. (2008) ได้ศึกษาการผลของการเติม HAp ลงใน ZrO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ที่มีต่อความแข็งแรง โดยใช้อัตราส่วน ZrO<sub>2</sub> : Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> เท่ากับ 4 : 1 หรือเท่ากับ 80wt%ZrO<sub>2</sub>-20wt%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ซึ่งทำการเตรียม ZrO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> โดยเปรียบเทียบกัน 2 วิธีระหว่าง Nano-composite powder และ Convectionally mixed powder จากนั้นทำการเตรียม HAp ในปริมาณที่แตกต่างกันคือ 5 10 20 30 และ 40Vol%HAp แล้วทำการขึ้นรูปด้วยวิธี Hot Press ใน Graphite mold ที่อุณหภูมิ 1400°C โดยใช้แรงดัน 30 MPa เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ผลการทดลองพบว่า การเตรียม ZrO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nano-composite จะมีค่าความแข็งแรงมากกว่า ZrO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> จากการเตรียมโดย Convectionally mixed และการเติม 30Vol%HAp ลงใน ZrO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nano-composite เป็นอัตราส่วนที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการใช้งานเพื่อรับ Load-bearing และมีค่าความแข็งแรงมากที่สุดคือ 800 MPa นอกจากนี้ยังมีเฟสของ Tricalcium phosphate (TCP) เกิดขึ้นมากที่สุด ซึ่งมีความสามารถจะละลายและสร้างเป็นกระดูกในร่างกายได้ดีกว่า HAp เพียงอย่างเดียว

ซึ่งจากการศึกษานานวิจัยต่าง ๆ พบว่าอะลูมินาและเซอร์โคเนียนั้นมีสมบัติเด่นในการช่วยปรับปรุงสมบัติเชิงกลให้กับวัสดุชีวภาพเชิงประกอบ ทั้งนี้ก็ขึ้นอยู่กับปริมาณวัฏภาค และอุณหภูมิการเผาผลาญที่เหมาะสม

## บทที่ 3

### วิธีการดำเนินการวิจัย

#### 3.1 อุปกรณ์การทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่าง วิเคราะห์และทดสอบสมบัติทั้งหมด แสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์	ผู้ผลิต	แบบ/รุ่น
Particle Size Analyzer	Malvern	Mastersizer S
X-Ray Diffractometer (XRD)	Bruker	D5005
Ball Mill	P.S.C.M.	-
Dryer	ELE	Model SDO 225E1
Vibrator/Shaker	Retsch	AS200
Hydraulic press (Compression machine, 11 tons)	Carver	Model 3620
Vernier	Mitutoyo	Diamond
High Temperature Furnace (1800°C)	Labquip	Vecstar/VF2
Furnace (1500°C)	Nabertherm	GMbH
Microhardness Tester	Wilson	450SVD CK-AH
High Speed Diamond Saw	Buehler	Isomet 1000
Grinder&Polisher Machine	Buehler	Ecomet 5
Ultrasonic	NEY	28H
Ion Sputtering Device	JEOL	JFC-1100E
Scanning Electron Microscope (SEM)	JEOL	JSM-6400
Universal Testing Machine	Instron	5569

### 3.2 วัสดุและสารเคมี

วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง แสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ประเภทสาร	ชื่อการค้า	ชนิด/เกรด	ผู้ผลิต
สารตั้งต้น	Aluminum Oxide	CA 5 M	Suzhou Dexin Advanced Ceramics Co., Ltd.
	Hydroxyapatite	Hydroxylapatite	Fluka Analytical
สารเติมแต่งสมบัติ	Zirconium Oxide	m-ZrO <sub>2</sub>	Riedel-de Haen
สารเพิ่มการยึดเกาะ	Polyvinyl Alcohol	-	Fluka
สาร Stabilizer	Yttrium Oxide	-	Riedel-de Haen

#### 3.2.1 ผงไฮดรอกซีแอปาทิต์ (Hydroxyapatite Powder)

ผงไฮดรอกซีแอปาทิต์ สูตรเคมี Ca<sub>5</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> เป็นไฮดรอกซีแอปาทิต์ที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 90 โดยน้ำหนัก สิ่งเจือปนหลักได้แก่ น้ำร้อยละ 5.0 โดยน้ำหนัก คลอรีนร้อยละ 0.05 โดยน้ำหนัก ซัลเฟตร้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก แคลเซียมร้อยละ 0.005 โดยน้ำหนัก โคบอลต์ร้อยละ 0.005 โดยน้ำหนัก ทองแดงร้อยละ 0.005 โดยน้ำหนัก เหล็กร้อยละ 0.04 โดยน้ำหนัก โพแทสเซียมร้อยละ 0.01 โดยน้ำหนัก โซเดียมร้อยละ 0.05 โดยน้ำหนัก นิกเกิลร้อยละ 0.005 โดยน้ำหนัก ตะกั่ว ร้อยละ 0.005 โดยน้ำหนัก และสังกะสีร้อยละ 0.005 โดยน้ำหนัก (Fluka Co., Ltd.)

#### 3.2.2 ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminum Oxide Powder)

ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (อะลูมินา) สูตรเคมี Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ใช้เกรด CA 5 M เป็นอะลูมินาที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 95 โดยน้ำหนัก สิ่งเจือปนหลักได้แก่ โซเดียมออกไซด์ร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก ซิลิการ้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก แคลเซียมออกไซด์ร้อยละ 0.1 โดยน้ำหนัก และเหล็กออกไซด์ (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ร้อยละ 0.02 โดยน้ำหนัก (Suzhou Dexin Advanced Ceramics Co., Ltd.)



### 3.2.3 ผงเซอร์โคเนียมออกไซด์ (Zirconium Oxide Powder)

ผงเซอร์โคเนียมออกไซด์ (เซอร์โคเนีย) สูตรเคมี  $ZrO_2$  เป็นวัตถุดิบที่ใช้ในโรงงานเซรามิก องค์ประกอบหลักประกอบด้วย เซอร์โคเนียร้อยละ 99 โดยน้ำหนัก ไททานเนียมร้อยละ 0.1 โดยน้ำหนัก ซิลิการ้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก ซัลเฟอร์ร้อยละ 0.2 โดยน้ำหนัก เหล็กร้อยละ 0.03 โดยน้ำหนัก และมลทินอื่น ๆ ร้อยละ 0.37 โดยน้ำหนัก (ข้อมูลจาก บริษัท รีเคอร์ เดอ ฮัท จำกัด)

ตารางที่ 3.3 ค่าองค์ประกอบทางเคมีของสารตั้งต้น

องค์ประกอบทางเคมี	ไฮดรอกซีแอปาทิต(%wt)*	อะลูมินา (%wt)**	เซอร์โคเนีย (%wt) ***
$Ca_3(PO_4)_2$	90	-	-
$Al_2O_3$	-	95.0	-
$ZrO_2$	-	-	99.0
$SiO_2$	-	0.2	0.3
$SO_4$	0.2	-	0.2
Fe	0.04	-	0.03
$Fe_2O_3$	-	0.02	-
$Na_2O$	-	0.3	-
CaO	-	0.1	-
$H_2O$	5.0	-	-
Cl	0.05	-	-
Ti	-	-	0.1
Cd	0.005	-	-
Co	0.005	-	-
Cu	0.005	-	-
K	0.01	-	-
Na	0.05	-	-
Ni	0.005	-	-
Pb	0.005	-	-
Zn	0.005	-	-
อื่น ๆ	4.62	4.38	0.37

หมายเหตุ: \* ข้อมูลจาก Fluka Co., Ltd

\*\* ข้อมูลจาก Suzhou Dexin Advanced Ceramics Co., Ltd

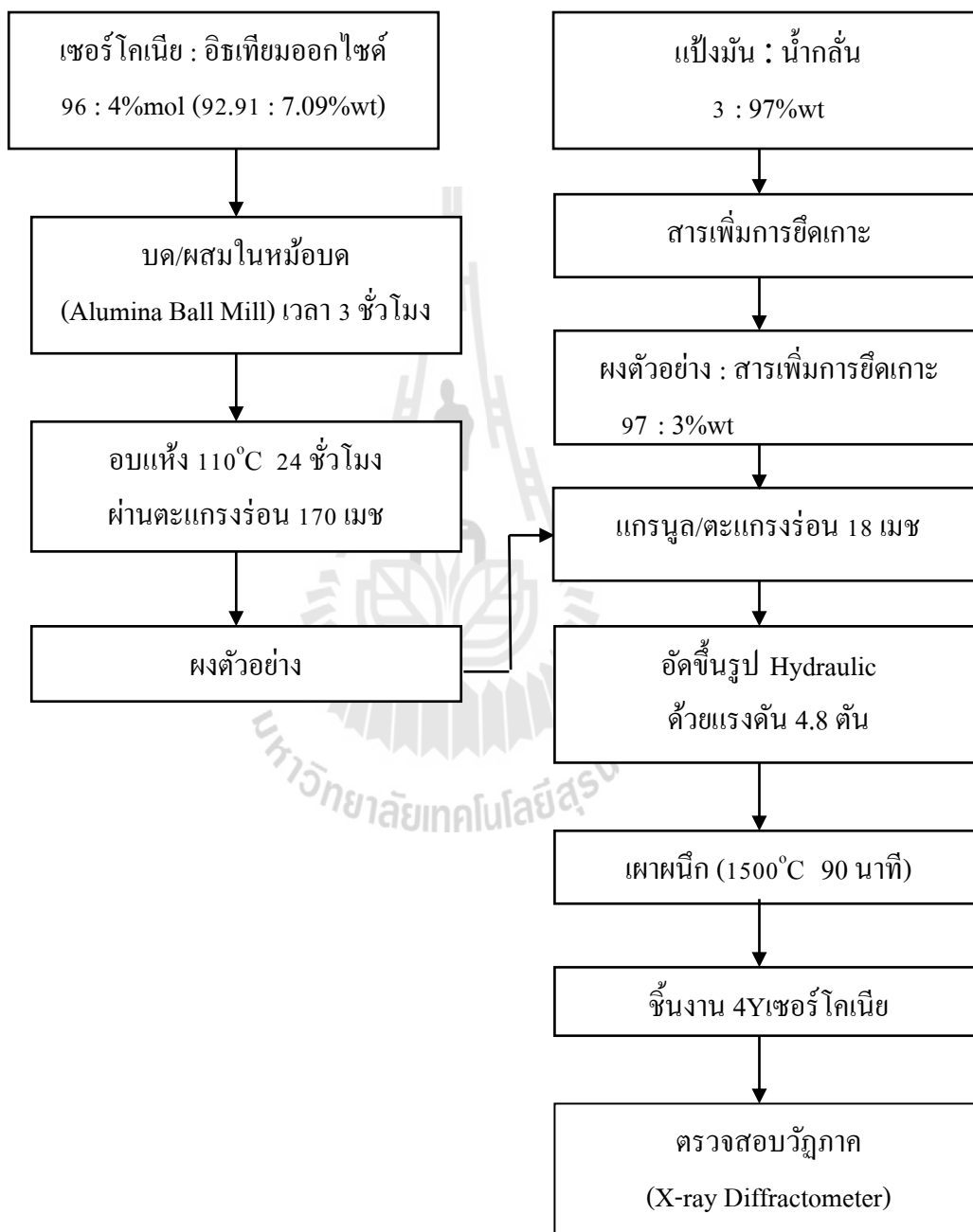
\*\*\* ข้อมูลจาก บริษัท รีเคอร์ เดอ ฮัท จำกัด

### 3.3 วิธีการทดลอง

#### 3.3.1 การทดลองเบื้องต้น

##### 3.3.1.1 การ Stabilize เซอร์โคเนียโดยใช้ 4%โมลอิทธิยมออกไซด์ (4Y)

ขั้นตอนและวิธีการ Stabilize เซอร์โคเนีย แสดงดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แผนผังขั้นตอนการ Stabilize เซอร์โคเนียโดยใช้ 4%โมลอิทธิยมออกไซด์ (4Y)

### 3.3.1.2 การเตรียมผง Stabilize เซอร์โคเนียโดยใช้ 4% โมลอิทธิพลออกไซด์ (4Y)

1) นำเซอร์โคเนียมาผสมแบบเปียกในหม้อบดกับอิทธิพลออกไซด์ จนเข้ากันในอัตราส่วน 96 : 4% โมล (92.91 : 7.09%wt) โดยใช้เวลาผสม 3 ชั่วโมง

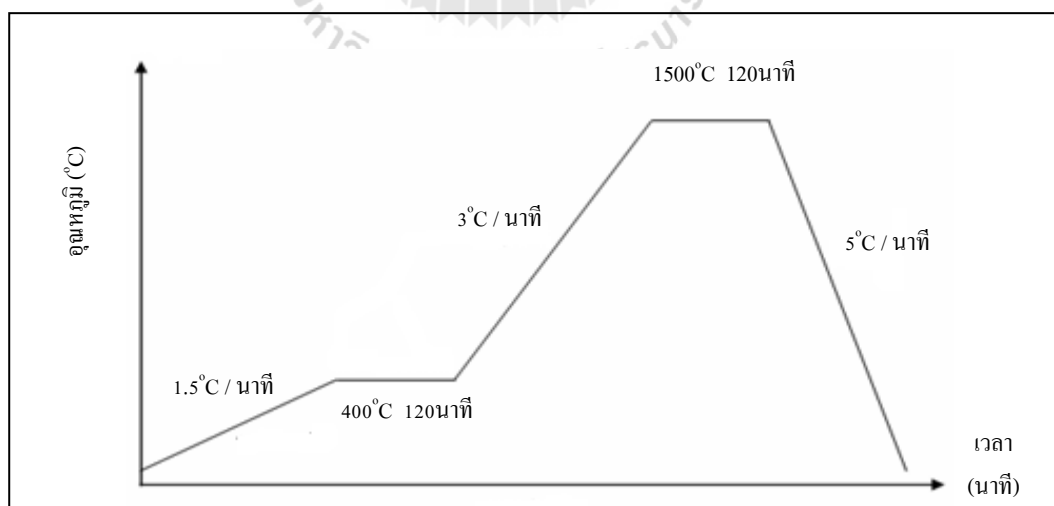
2) นำผงที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำส่วนผสมที่ได้ไปบด แล้วร่อนผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 170 เมช (Mesh)

3) เตรียมสารเพิ่มการยึดเกาะซึ่งสามารถทำได้โดยนำน้ำกลั่นและ แป้งมัน (Tapioca Starch) มาผสมในอัตราส่วนร้อยละ 97 ต่อ 3 โดยน้ำหนัก หลังจากนั้นนำไปต้มแล้วทำการกวนจนกว่าแป้งมันละลายจนหมดกลายเป็นน้ำกาวเหนียว

4) นำผงตัวอย่างที่ได้จาก ข้อ 2. มาผสมกับสารเพิ่มการยึดเกาะที่ได้จาก ข้อ 3. ในอัตราส่วนร้อยละ 97 ต่อ 3 โดยน้ำหนัก จากนั้นนำผงตัวอย่างที่มีความเหนียวไปร่อนผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 18 เมช เพื่อให้ได้อนุภาคที่มีลักษณะเป็นเม็ดกลมง่ายต่อการขึ้นรูป

5) นำผงตัวอย่างที่ได้จากข้อ 4. มาทำการอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดแบบไฮดรอลิก โดยใช้แรงอัด 4.8 ตัน แม่พิมพ์อัดขนาด 40 x 40 มิลลิเมตร จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้ไปทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500°C โดยใช้เวลาเผาแ่ง 90 นาที

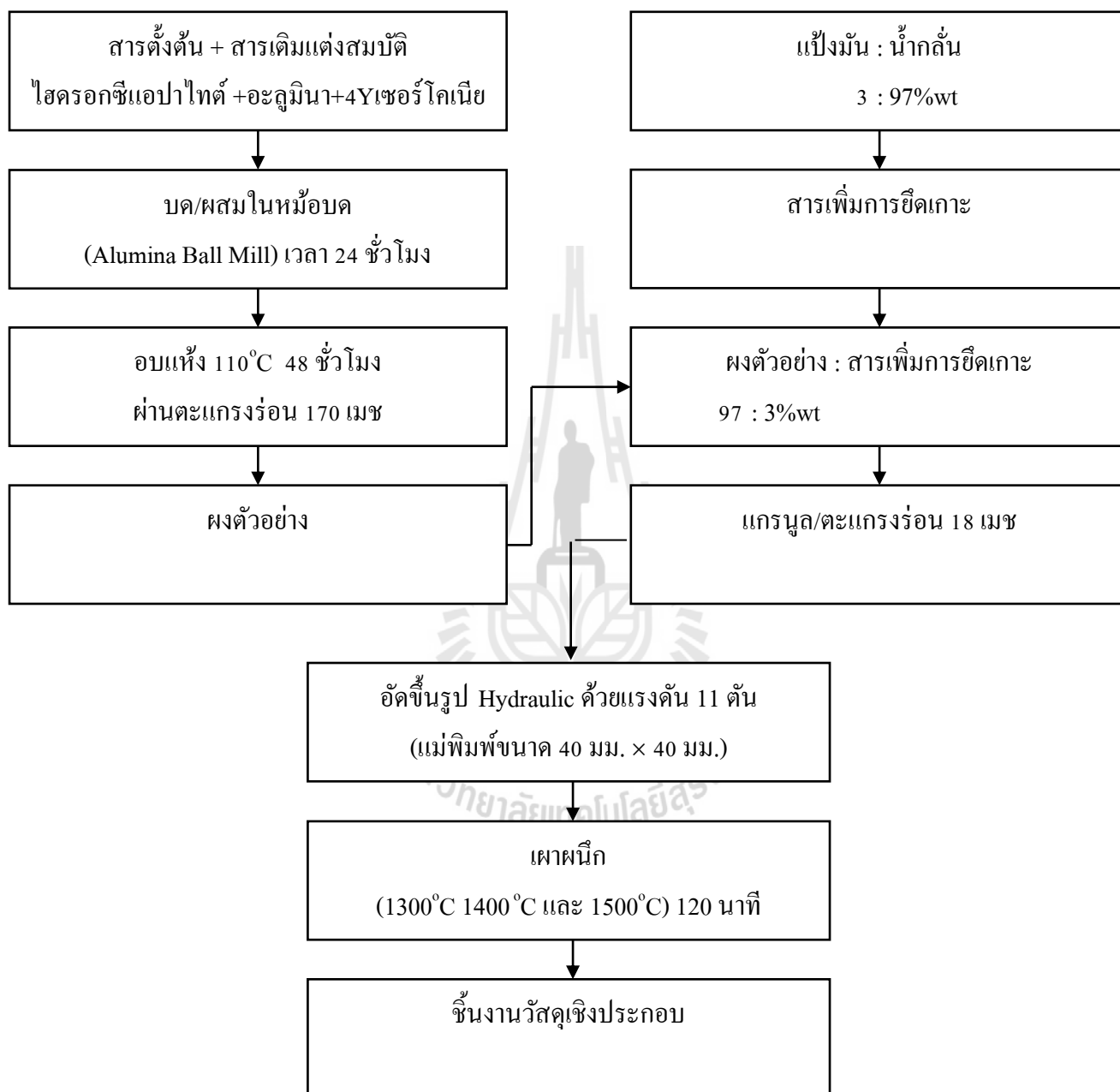
6) นำชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกที่ได้จากข้อ 5. มาทำการบดแห้งด้วยโกร่งแล้วนำผงที่ได้ไปร่อนผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 120 เมช (Mesh) จากนั้นนำผงตัวอย่างที่ได้ไปทำการตรวจสอบวัฏภาคด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer



รูปที่ 3.2 กราฟข้อมูลในการเผาผนึกแผ่นตัวอย่างการเตรียมผง Stabilize เซอร์โคเนีย โดยใช้ 4% โมลอิทธิพลออกไซด์ (4Y)

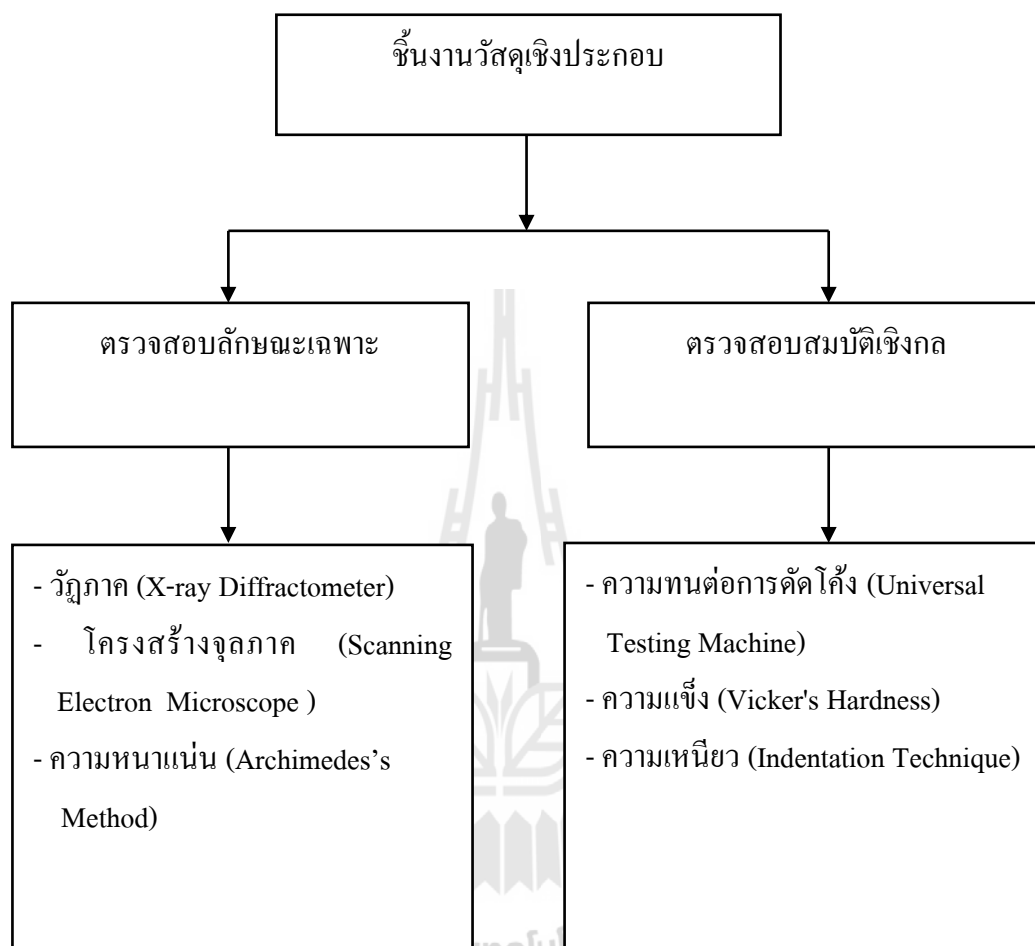
### 3.3.2 การทดลองในงานวิจัย

ขั้นตอนและวิธีการทดลองแบ่งเป็น 2 การทดลอง ดังแสดงในรูปที่ 3.3 และรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.3 แผนผังแสดงขั้นตอนและวิธีการทดลอง ตามการทดลองที่ 1

หลังจากนั้นนำชิ้นงานวัสดุเชิงประกอบที่ได้จากกระบวนการเตรียมในรูปที่ 3.3 จะนำมาตรวจสอบลักษณะเฉพาะและตรวจสอบสมบัติเชิงกลดังแสดงในรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะและการตรวจสอบสมบัติเชิงกลของแผ่นตัวอย่างวัสดุเชิงประกอบ

จากรูปที่ 3.3 - 3.4 สามารถแบ่งเป็นขั้นตอนและวิธีการทดลองโดยละเอียด ดังนี้

### 3.3.3 การออกแบบการทดลอง

การทดลองที่ 1 เป็นการทดลองเพื่อหาอัตราส่วนระหว่างสารตั้งต้น ซึ่งได้แก่ ไฮดรอกซีแอปาทิต และอะลูมินาต่อสารเติมแต่งสมบัติซึ่งได้แก่ เซอร์โคเนีย ที่ทำให้วัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-โครเมีย/เซอร์โคเนีย มีสมบัติเชิงกลซึ่งได้แก่ ความแข็งแรง ความแข็งและความเหนียวโดยตัวแปรคือ ปริมาณของอะลูมินาและเซอร์โคเนียที่เติมลงในไฮดรอกซีแอปาทิต และกำหนดเงื่อนไขและภาวะการทดลองของการเผาผนึก เช่น อุณหภูมิและเวลาในการเผาผนึก เพื่อหาภาวะการเผาผนึกที่เหมาะสมที่สุดสำหรับวัสดุชีวภาพเชิงประกอบ ดังแสดงรายละเอียดในตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 แสดงอัตราส่วนผสมของสารตั้งต้น สารเติมแต่ง และอุณหภูมิในการเผาผนึก ของการทดลองที่ 1

รหัสตัวอย่าง	สารตั้งต้น (ร้อยละโดยปริมาตร)		สารเติมแต่งสมบัติ (ร้อยละโดยปริมาตร)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	เวลา (นาที)
	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	4Y-ZrO <sub>2</sub>		
FA1300	100	0	0	1300	120
FB1300	55	30	15		
FC1300	55	25	20		
FD1300	55	20	25		
FA1400	100	0	0	1400	120
FB1400	55	30	15		
FC1400	55	25	20		
FD1400	55	20	25		
FA1500	100	0	0	1500	120
FB1500	55	30	15		
FC1500	55	25	20		
FD1500	55	20	25		

### 3.3.4 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น

#### 3.3.4.1 การหาขนาดและการกระจายอนุภาคของผงตัวอย่าง

การหาขนาดและการกระจายอนุภาคของผงตัวอย่าง โดยอาศัยหลักการการกระเจิงและการเลี้ยวเบนของแสง ใช้ฮีเลียม-นีออนเลเซอร์เป็นแหล่งกำเนิดแสง

เครื่องมือ: Mastersizer S ของบริษัท Malvern Instruments Ltd.

วิธีการทดสอบ

- 1) ชั่งผงตัวอย่างโดยการสุ่มปริมาณ 2 กรัม
- 2) เตรียมสารละลาย Calgon 1 เปอร์เซ็นต์
- 3) เติมสารละลายในข้อ 2. ผสมกับผงตัวอย่าง 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- 4) นำไปเขย่าด้วยเครื่องสั่นสะเทือน โดยคลื่นเสียงความถี่สูง (Ultrasonic bath) เป็นเวลา 30 นาที แล้วนำไปวิเคราะห์ต่อไป



รูปที่ 3.5 แสดงเครื่อง Particle Size Analyzer

### 3.3.4.2 การตรวจวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบทางเฟส (Phase Analysis)

การตรวจวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบทางเฟสของตัวอย่าง โดยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD) จากผลึกของสารจะให้แพทเทิร์น (Pattern) การเลี้ยวเบนเฉพาะตัวของสารแต่ละชนิดตามกฎของแบรกก์ (Bragg's Law)

เครื่องมือ: XRD (PW3710 BASED) ของบริษัท Bruker ใช้  $\text{CuK}\alpha$  เป็นแหล่งกำเนิดรังสี

#### วิธีการทดสอบ

- 1) โปรมองตัวอย่างลงบนกรอบใส่ผงตัวอย่าง (Sample holder)
- 2) ใช้แผ่นกระจกกดตัวอย่างที่อยู่ในกรอบใส่ผงตัวอย่างให้เรียบแน่น
- 3) นำฝาหลังปิดเข้ากับกรอบใส่ผงตัวอย่างแล้วนำไปตรวจวิเคราะห์

สถานะที่ใช้ในการทดสอบ

Generator tension	=	40 KV
Generator current	=	40 mA
Start angle	=	20°
End angle	=	70°
Time per step	=	0.5s
Step size	=	0.02°



รูปที่ 3.6 แสดงเครื่อง X-ray diffraction, XRD



### 3.3.5 การเตรียมแผ่นตัวอย่าง

1) นำผงไฮดรอกซีเอปาทิตมาบดผสมกับผงอะลูมินาปริมาณร้อยละ 20-30 โดยปริมาตร เป็นสารตั้งต้น และสารเสริมแรงซึ่งจะใช้ (4Y)เซอร์โคเนียปริมาณร้อยละ 15-25 โดยปริมาตร ดังแสดงในตารางที่ 3.4

2) เตรียมสารเพิ่มการยึดเกาะซึ่งทำได้โดยนำน้ำกลั่นและ Polyvinyl Alcohol มาผสมในอัตราส่วนร้อยละ 97 ต่อ 3 โดยน้ำหนัก หลังจากนั้นนำไปต้มแล้วทำการกวนจนกว่า Polyvinyl Alcohol ละลายจนหมดกลายเป็นน้ำใส

3) นำผงตัวอย่างที่ได้จาก ข้อ 1. มาทำการบดผสมด้วย Ball mill โดยใช้แอลกอฮอล์เป็นตัวกลางบดผสมเป็นเวลา 23 ชั่วโมง

4) นำสารเพิ่มการยึดเกาะที่ได้จาก ข้อ 2. เติมลงใน Ball mill ที่ได้จาก ข้อ 3. แล้วบดผสมต่ออีกเป็นเวลา 1 ชั่วโมง

5) นำผงที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง

6) หลังจากนั้นนำส่วนผสมที่ได้ไปบดแห้งด้วยโกร่ง เพื่อไม่ให้อนุภาคเกิดการจับตัวกันแล้วนำผงที่ได้ไปร่อนผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 170 เมช (Mesh) แล้วจะได้ผงตัวอย่างที่มีขนาดเล็กกว่า 90 ไมครอน

7) เตรียมสารเพิ่มการยึดเกาะซึ่งสามารถทำได้โดยนำน้ำกลั่นและแป้งมัน (Tapioca Starch) มาผสมในอัตราส่วนร้อยละ 97 ต่อ 3 โดยน้ำหนัก หลังจากนั้นนำไปต้มแล้วทำการกวนจนกว่าแป้งมันละลายจนหมดกลายเป็นน้ำกาวเหนียว

8) นำผงตัวอย่างที่ได้จาก ข้อ 6. มาบดผสมกับสารเพิ่มการยึดเกาะที่ได้จาก ข้อ 7. ในอัตราส่วนร้อยละ 97 ต่อ 3 โดยน้ำหนัก จากนั้นนำผงตัวอย่างที่มีความเหนียวไปร่อนผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 18 เมช เพื่อให้ได้อนุภาคที่มีลักษณะเป็นเม็ดแกรนูล ง่ายต่อการขึ้นรูป

9) นำผงตัวอย่างที่ได้จาก ข้อ 8. มาทำการอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดแบบไฮดรอลิก (Hydraulic press, 11 tons ของบริษัท Carver International) ดังรูปที่ 3.8 โดยใช้แรงอัด 4.8 ตัน แม่พิมพ์อัดขนาด 40 x 40 มิลลิเมตร ซึ่งจะอัดให้แผ่นตัวอย่างมีความหนา 7 มิลลิเมตร



รูปที่ 3.7 เครื่องอัดแบบไฮดรอลิกแรงอัดขนาด 11 ตัน

### 3.3.6 การเผาผนึกแผ่นตัวอย่าง

นำแผ่นตัวอย่างที่ผ่านการอัดขึ้นรูปจากข้อ 3.3.5 มาเผาผนึกด้วยเตาเผาเพื่อทำให้ชิ้นงานสุกตัวและเพิ่มความหนาแน่นให้กับชิ้นงาน

เครื่องมือ : Furnace (1500 องศาเซลเซียส) ของบริษัท Nabertherm

สภาวะที่ใช้ในการทดลอง

ช่วงที่ 1

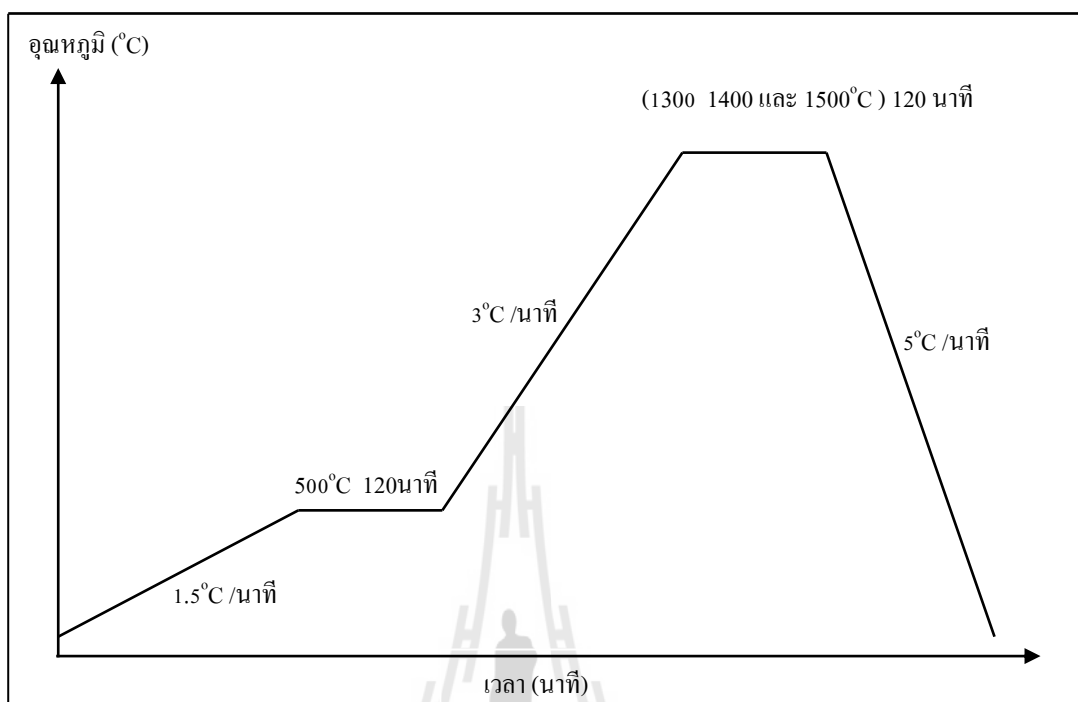
อุณหภูมิ	=	500 องศาเซลเซียส
อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ	=	1.5 องศาเซลเซียส/นาที
เวลาเผาแซ่	=	120 นาที

ช่วงที่ 2

อุณหภูมิ	=	1300 1400 และ 1500 องศาเซลเซียส
อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ	=	3 องศาเซลเซียส/นาที
เวลาเผาแซ่	=	120 นาที

ช่วงที่ 3

อุณหภูมิ	=	50 องศาเซลเซียส
อัตราการลดลงของอุณหภูมิ	=	5 องศาเซลเซียส/นาที
บรรยากาศ	=	ปกติ



รูปที่ 3.8 กราฟแสดงข้อมูลในการเผาผนึกแผ่นตัวอย่าง

### 3.3.7 การทดสอบความหนาแน่น

การทดสอบความหนาแน่นของตัวอย่าง จะดำเนินการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM C373-88

วิธีการทดสอบความหนาแน่น

- 1) นำชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกไปทำการอบแห้งที่อุณหภูมิ 150°C จากนั้นนำไปพักไว้ให้เย็นในหม้อดูดความชื้น (Desiccator) แล้วจึงนำไปชั่งน้ำหนักแห้ง ( $W_D$ )
- 2) นำชิ้นงานในข้อที่ 1 ไปต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลา 5 ชั่วโมง (โดยการต้มนั้นต้องให้น้ำท่วมชิ้นงานตลอดเวลา) จากนั้นทิ้งตัวอย่างไว้ในน้ำเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 3) นำตัวอย่างในข้อที่ 2 ไปทำการชั่งน้ำหนักแขวนลอยในน้ำ ( $W_{SS}$ )
- 4) นำตัวอย่างที่ผ่านการชั่งน้ำหนักแขวนลอยในน้ำแล้ว มาชั่งน้ำหนักอิมมัวในน้ำ ( $W_S$ ) โดยใช้ผ้าชุบน้ำบิดให้หมาด แล้วเช็ดน้ำส่วนเกินที่ผิวออกแล้วจึงทำการชั่งน้ำหนัก จากนั้นนำผลที่ได้ไปคำนวณค่าความหนาแน่น

- 5) การคำนวณหาความหนาแน่นของตัวอย่าง

$$\text{ปริมาตรของตัวอย่าง (V)} = \frac{W_S - W_{SS}}{\rho}$$

$\rho$  คือ ความหนาแน่นของน้ำ เท่ากับ  $1 \text{ g/cm}^3$

$$\text{ความหนาแน่นของตัวอย่าง (Bulk Density)} = W_D/V$$

### 3.3.8 การทดสอบความทนต่อการดัดโค้ง (Bending Strength)

ทดสอบความทนต่อการดัดโค้งตามมาตรฐาน ASTM C1161-90 โดยใช้เครื่องทดสอบแรงดึงและแรงกดของวัสดุ (Universal Testing Machine)

#### 1) การเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบ

- ตัดตัวอย่างทดสอบให้เป็นแท่งสี่เหลี่ยมขนาดประมาณ  $5 \times 35 \times 5$  (กว้าง  $\times$  ยาว  $\times$  สูง) มิลลิเมตร ( $\pm 0.05$  มิลลิเมตร) ด้วยเครื่องตัดใบตัดเพชรความเร็วต่ำ (Low Speed Diamond Saw)

- ลบมุมเหลี่ยมของตัวอย่างด้วยกระดาษทรายละเอียดแล้วนำไปทดสอบ

สถานะที่ใช้ในการเตรียม

ใบตัดเพชรขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 นิ้ว

ความเร็วรอบ = 150 รอบ/นาที

น้ำหนักกดตัด = 150 กรัม

ใช้น้ำหล่อเย็นขณะตัด

#### 2) การทดสอบความทนต่อการดัดโค้ง

เป็นการทดสอบความทนต่อการดัดโค้ง โดยใช้เครื่องมือทดสอบแรงดึงและแรงกดของวัสดุ ใช้แรงกระทำกับชิ้นงาน 3 จุด (Three-point flexure)

เครื่องมือ : Universal Testing Machine ของบริษัท Instron

วิธีการทดสอบ

นำตัวอย่างที่ได้จากขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างมาทดสอบ

สถานะที่ใช้ในการทดสอบ

ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของจุดรองรับตัวอย่าง = 2 มิลลิเมตร

ความกว้างของจุดรองรับตัวอย่าง (Support span) = 20 มิลลิเมตร

ความเร็วในการกดดัดโค้ง (Crosshead speed) = 0.2 มิลลิเมตร/นาที

จำนวนตัวอย่าง = 12 ตัวอย่าง

ทดสอบซ้ำตัวอย่างละ = 3 ครั้ง

ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง

การคำนวณความทนต่อการตัดโค้งคำนวณได้จากสมการ (3-3)

$$\text{MOR} = \frac{3PL}{2bd^2} \text{ MPa} \quad (3-1)$$

โดย MOR = ความทนต่อการตัดโค้งของชิ้นงาน

P = ขนาดของแรงกดที่ทำให้ชิ้นงานแตกหัก

L = ความกว้างของจุกรองรับตัวอย่าง

b = ความกว้างของตัวอย่าง

d = ความสูงของตัวอย่าง

การคำนวณค่าเฉลี่ยของความทนต่อการตัดโค้งคำนวณได้จากสมการ (3-2)

$$\bar{X} = \sum X / N \quad (3-2)$$

โดย  $\bar{X}$  = ค่าเฉลี่ยของความทนต่อการตัดโค้ง

$\sum X$  = ผลรวมของความทนต่อการตัดโค้ง

N = จำนวนตัวอย่าง

การคำนวณส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของความทนต่อการตัดโค้งคำนวณได้จากสมการ (3-3)

$$\text{S.D.} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (X_i - \bar{X})^2}{N}} \quad (3-3)$$

โดย S.D. = ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน

$X_i$  = ค่าความทนต่อการตัดโค้งของตัวอย่าง

$\bar{X}$  = ค่าเฉลี่ยของความทนต่อการตัดโค้ง

N = จำนวนตัวอย่าง

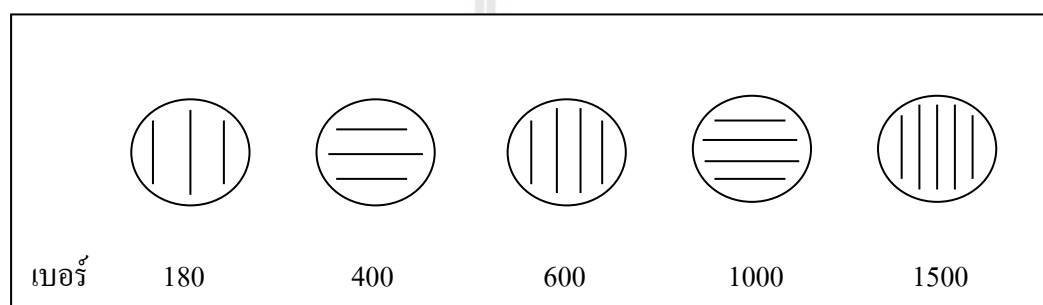
### 3.3.9 ทดสอบความแข็งจุลภาค (Microhardness Test)

การทดสอบความแข็งจุลภาคตามมาตรฐาน ASTM E384-89

เครื่องมือ : Microhardness Tester ของบริษัท Wilson

วิธีทดสอบ

1) เตรียมตัวอย่างโดยการขัดผิวหน้าด้วยกระดาษทราย เรียงลำดับในการขัดด้วยกระดาษทรายจากเบอร์ที่มีความหยาบไปหาละเอียด (เบอร์ 180-1500) ดังแสดงในรูปที่ 3.10 (เมื่อมีการเปลี่ยนกระดาษทรายต้องวางชิ้นงานให้ตัดกับรอยเดิมทุกครั้ง)



รูปที่ 3.9 แสดงการเรียงลำดับในการขัดด้วยกระดาษทรายจากเบอร์ที่มีความหยาบไปหาละเอียด

2) นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 1. มาขัดผิวละเอียดด้วยผงขัดอะลูมินาขนาด 0.3 ไมครอน และ 0.05 ไมครอน ตามลำดับ บนจานขัดแบบผ้า

3) ทำความสะอาดด้วยน้ำและแอลกอฮอล์ เพื่อขจัดคราบไขมัน

4) ล้างอนุภาคที่จับเกาะผิวหน้าตัวอย่างออก ด้วยเครื่องสั่นสะเทือนคลื่นความถี่สูง แล้วนำไปทดสอบ

5) สภาวะที่ใช้ในการทดสอบ

น้ำหนักกด = 5 กิโลกรัม (49.033 นิวตัน)

เวลากดแช่ = 15 วินาที

กำลังขยายในการวัดรอยกด = 100 เท่า

จำนวนจุดกด = 3 จุด

หัวกดเป็นเพชรรูปทรงสี่เหลี่ยมปิรามิดมีมุมปลายแหลม 136 องศา

การคำนวณหาค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ส (HV) คำนวณตามสมการ (3-4)

$$H_v = 0.1891F / d^2 \quad (3-4)$$

- โดย  $H_v$  = ความแข็งวิกเกอร์ หน่วยเป็น นิวตัน/ ตารางมิลลิเมตร  
 $d$  = เส้นทแยงมุมของรอยกด หน่วยเป็น มิลลิเมตร โดยหาได้จาก  $(d_1 + d_2) / 2$   
 $F$  = แรงที่ใช้กด หน่วยเป็น นิวตัน

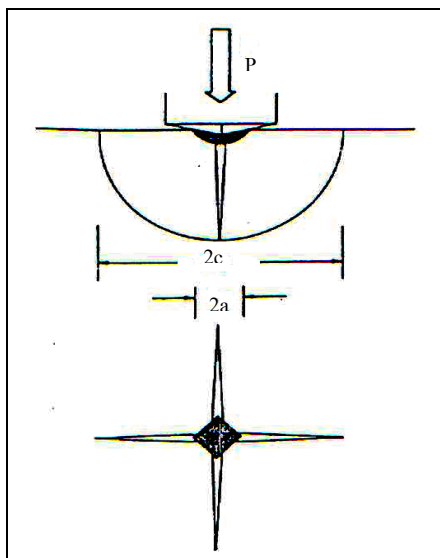
### 3.3.10 การหาค่าความเหนียว

การหาค่าความเหนียวโดยใช้เทคนิคอินเดนเทชันของแอนทิสและคณะ (Anstis G.R., Chantikul P., Lawn B.R., and Marshall D.B., 1981) คำนวณได้จากสมการ (3-5)

$$K_{IC} = \xi (E/H)^{1/2} P / C^{3/2} \quad (3-5)$$

- โดย  $K_{IC}$  = ค่าความต้านทานการยืดยาวออกของรอยร้าว (ความเหนียว)  
 $E$  = ค่าโมดูลัสของยัง (Young's modulus)  
 $H$  = ค่าความแข็ง  
 $P$  = ขนาดแรงกดอินเดนเทชัน  
 $C$  = ความยาวรอยแตก/2  
 $\xi$  = ค่าคงที่ ที่ได้จากการทดลองอินเดนเทชัน โดยการใช้หัดกดแบบวิกเกอร์ของแอนทิส และคณะ ซึ่งมีค่าประมาณ  $0.016 \pm 0.004$   
 สภาวะที่ใช้ในการทดสอบหาค่าความเหนียวใช้สภาวะเดียวกันกับการทดสอบความ

แข็งจุลภาค



รูปที่ 3.10 แสดงลักษณะรอยแตกและความยาวรอยแตกของชิ้นงาน (Ansis et al., 1981)

### 3.3.11 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาค (Microstructure Analysis)

การศึกษาลักษณะ โครงสร้างจุลภาคทั่วไปของตัวอย่าง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

#### 3.3.11.1 การเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาค

- 1) เตรียมตัวอย่าง โดยการขัดผิวหน้าด้วยกระดาษทราย เรียงลำดับในการขัดด้วยกระดาษทรายจากเบอร์ที่มีความหยาบไปหาละเอียด ดังแสดงตามรูปที่ 3.10
- 2) นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 1. มาขัดผิวละเอียดด้วยผงขัดอะลูมินาขนาด 0.3 ไมครอน และ 0.05 ไมครอน ตามลำดับ บนจานขัดแบบผ้า
- 3) ทำความสะอาดตัวอย่างด้วยน้ำและแอลกอฮอล์ จากนั้นใช้เครื่องเป่าแห้ง (Dryer) เป่าให้แห้ง
- 4) ขจัดสิ่งปนเปื้อนที่อยู่บนผิวหน้าชิ้นงานออก โดยใช้เครื่องสันสะเทือนคลื่นความถี่สูง
- 5) นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 4. นำไปฉาบทองด้วยเครื่องเคลือบผิวตัวอย่างด้วยไอออน (Ion Sputtering Device ของบริษัท JEOL)
- 6) นำตัวอย่างที่ผ่านการฉาบด้วยทองไปถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด





รูปที่ 3.11 แสดงเครื่อง Ion Sputtering Device



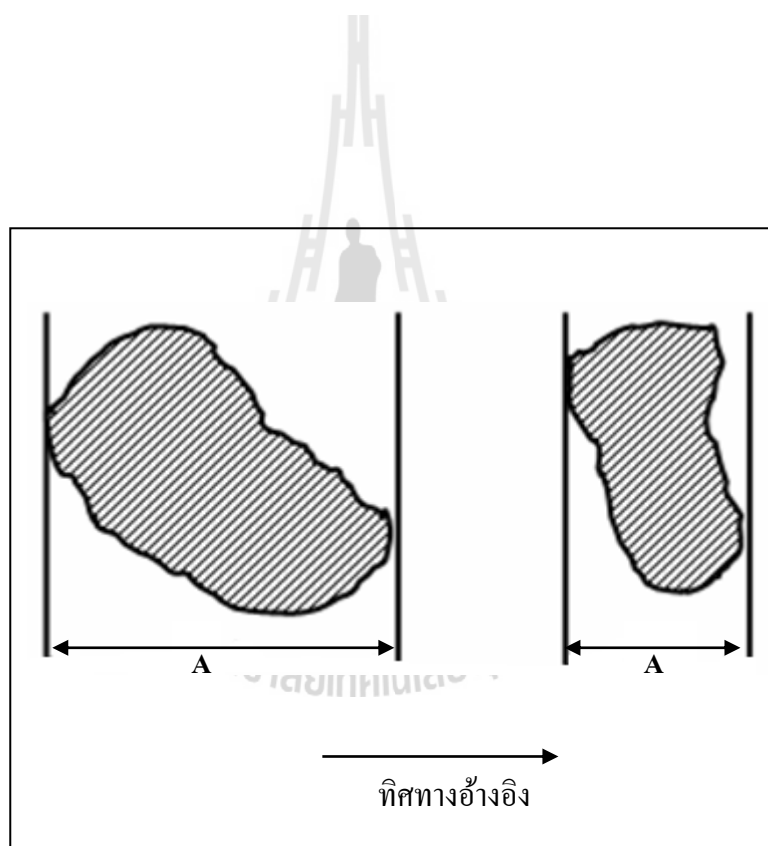
รูปที่ 3.12 แสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

### 3.3.11.2 การวัดขนาดเกรนของตัวอย่าง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

การเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบจะทำในลักษณะเดียวกันกับการเตรียมตัวอย่างในหัวข้อ 3.3.13.1

#### วิธีการทดสอบ

การทดสอบจะวัดขนาดเกรนของตัวอย่างตามวิธีของเฟอร์เรต์ (Ferret's method) โดยการลากเส้นขนานและเส้นสัมผัสที่ขอบทั้งสองข้างของเกรนที่ต้องการวัดจากนั้นกำหนดทิศทางอ้างอิง แล้วจึงทำการวัดขนาดของเกรนตามทิศทางนั้นตลอดดังแสดงในรูปที่ 3.16



รูปที่ 3.13 แสดงการวัดขนาดเกรนของตัวอย่างตามวิธีของเฟอร์เรต์

## บทที่ 4

### ผลการทดลอง และ อภิปรายผล

#### 4.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น

##### 4.1.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงไฮดรอกซีเอปาทิต

ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของผงไฮดรอกซีเอปาทิตแสดงในตารางที่ 4.1

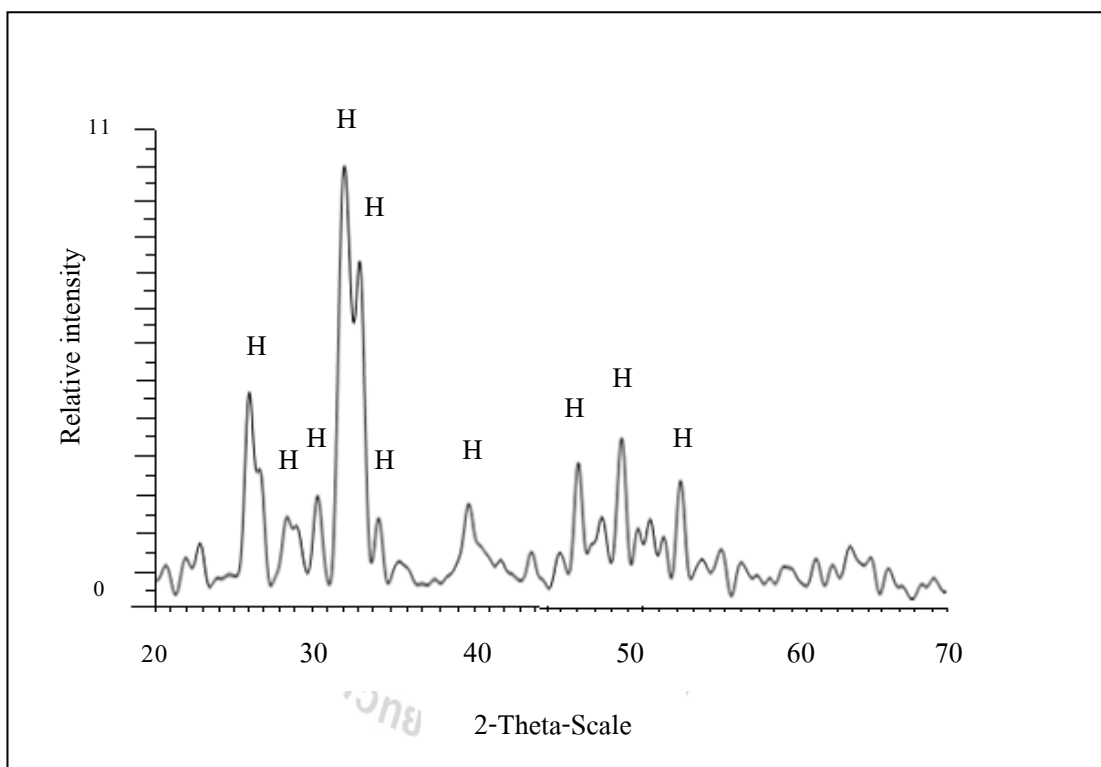
ตารางที่ 4.1 ลักษณะเฉพาะของผงไฮดรอกซีเอปาทิต

ลักษณะเฉพาะ	ค่าที่วัดได้
ความถ่วงจำเพาะ	3.2
การกระจายขนาดอนุภาค (ไมครอน)	
- ขนาดที่เล็กกว่า 0.71	ร้อยละ 10
- ขนาดที่เล็กกว่า 7.11	ร้อยละ 50
- ขนาดที่เล็กกว่า 29.72	ร้อยละ 90
องค์ประกอบทางเคมี (ร้อยละโดยน้ำหนัก) *	
Ca <sub>3</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	90.0
H <sub>2</sub> O	5.0
SO <sub>4</sub>	0.2
Cl	0.05
Na	0.05
Fe	0.04
K	0.01
Cd	0.005
Co	0.005
Cu	0.005
Ni	0.005
Pb	0.005
Zn	0.005
อื่น ๆ	4.62
วิญญูภาค	Ca <sub>3</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>

หมายเหตุ:\* ข้อมูลจาก บริษัท ฟลูก้า จำกัด

#### 4.1.1.1 การวิเคราะห์ทางวิทยาของผงไฮดรอกซีแอปาทิต

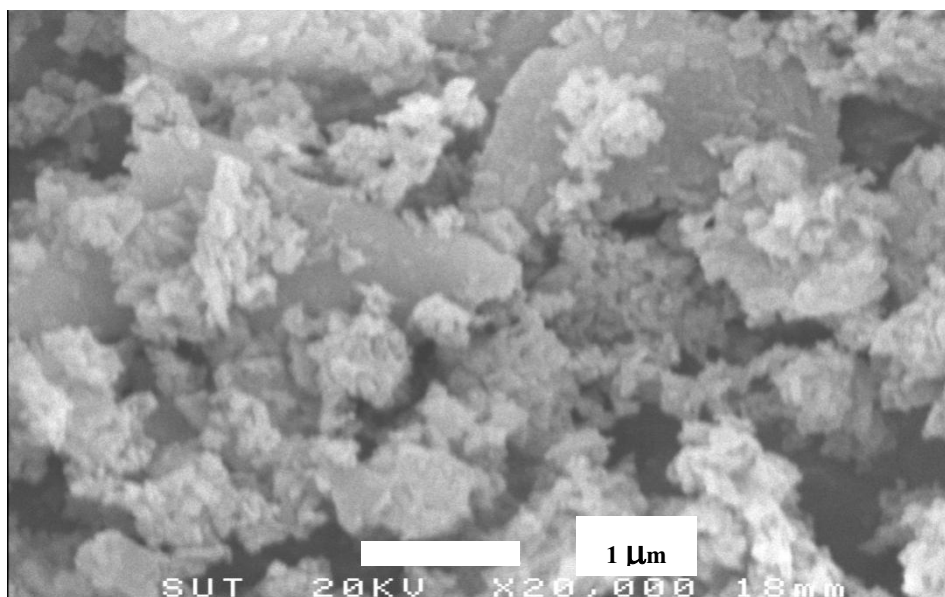
การวิเคราะห์หัตถวิทยา ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) แพทเทิร์น (Peak) ที่แสดงในรูปที่ 4.1 พบว่า พิกที่มีความเข้ม (Intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม  $2\theta$  เท่ากับ 31.80 องศา พิกที่มีความเข้มชั้นรองลงมาอยู่ที่มุม  $2\theta$  เท่ากับ 33.0 และ 32.50 องศา ตามลำดับ มีหัตถวิทยาอยู่ในรูปไฮดรอกซีแอปาทิต (HAp) (Card number 00-009-0432) เพียงหัตถวิทยาเดียว



รูปที่ 4.1 XRD แพทเทิร์นของผงไฮดรอกซีแอปาทิตโดย H แสดงหัตถวิทยาไฮดรอกซีแอปาทิต

#### 4.1.2.2 การวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างของผงไฮดรอกซีแอปาทิต

รูปไมโครกราฟจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) แสดงในรูปที่ 4.2 พบว่าผงไฮดรอกซีแอปาทิตมีรูปร่างไม่สม่ำเสมอ (Irregular shape) มีอนุภาคขนาดใหญ่ปะปนอยู่กับอนุภาคขนาดเล็ก มีขนาดอนุภาคค่อนข้างละเอียด อยู่ในช่วงประมาณ 0.1 ถึง 0.5 ไมครอน

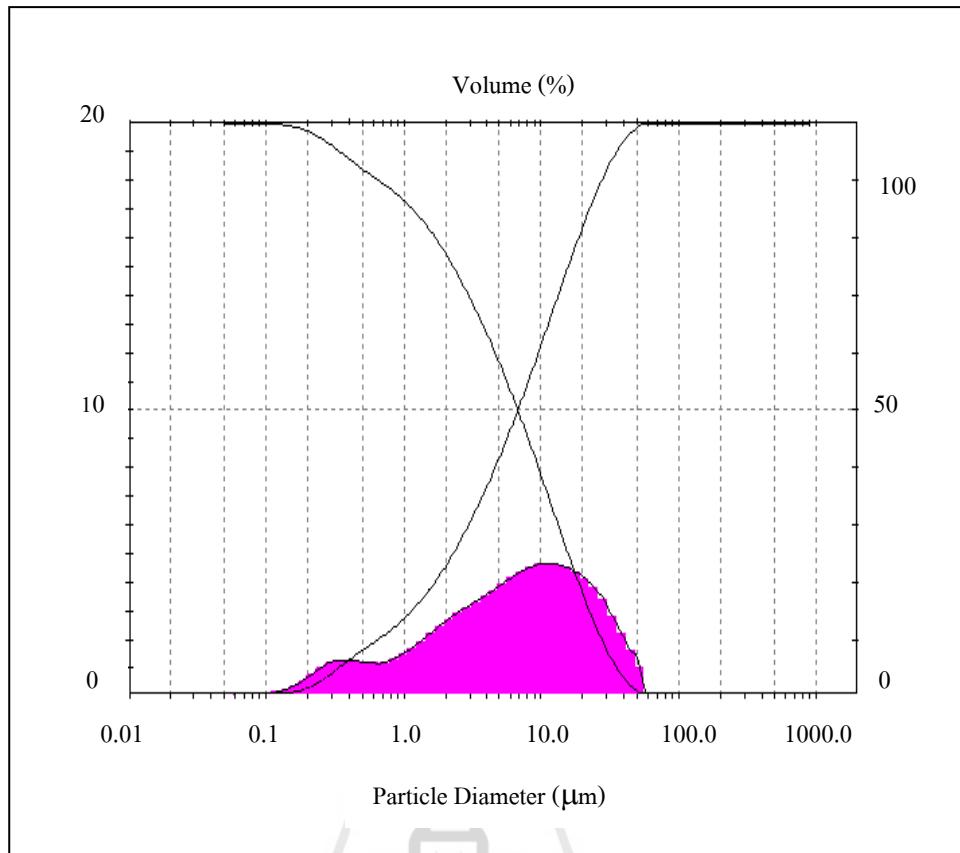


รูปที่ 4.2 รูปไมโครกราฟของผงไฮดรอกซีเอปาทิตจากลิ่งจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

#### 4.1.1.3 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงไฮดรอกซีเอปาทิต

รูปแบบการกระจายขนาดอนุภาคของไฮดรอกซีเอปาทิตจากการศึกษาด้วยเครื่องมือวัดขนาดอนุภาค โดยอาศัยการกระเจิงและเลี้ยวเบนของลำแสงเลเซอร์แสดงในรูปที่

4.3 พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่ปริมาณสะสมร้อยละ 50 มีค่าเท่ากับ 7.11 ไมครอน



รูปที่ 4.3 แสดงการกระจายขนาดอนุภาคของไฮดรอกซีเอปาทิต

#### 4.1.2 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา

ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา แสดงในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา

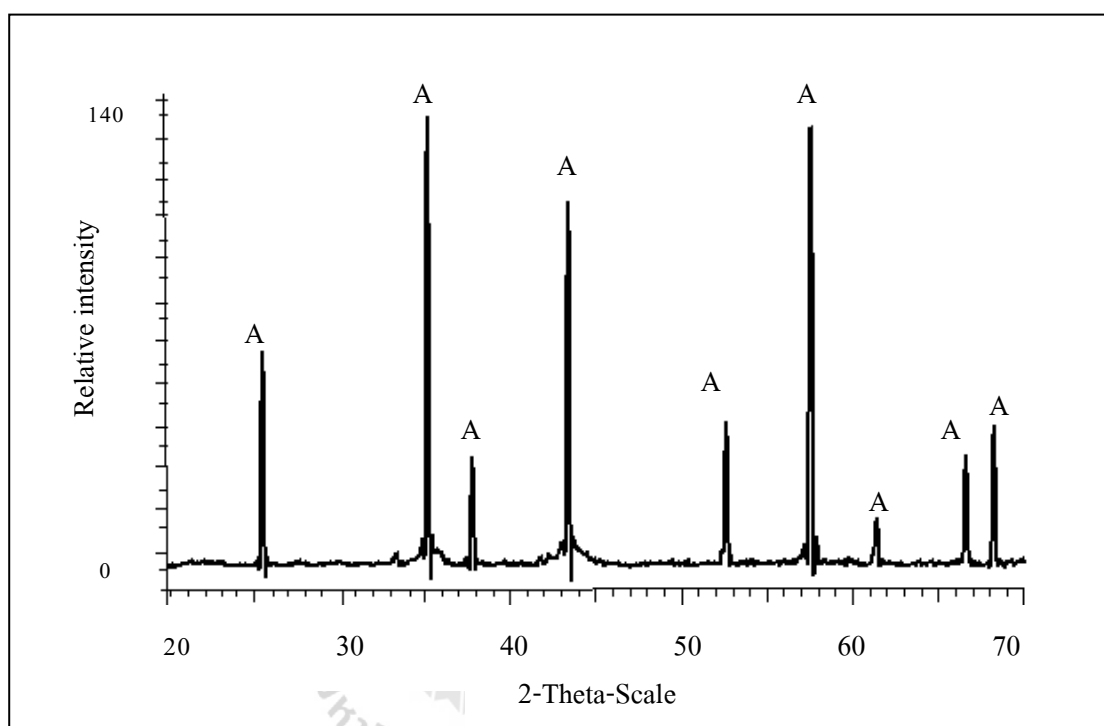
ลักษณะเฉพาะ	ค่าที่วัดได้
ความถ่วงจำเพาะ	3.69
การกระจายขนาดอนุภาค (ไมครอน)	
- ขนาดที่เล็กกว่า 0.39	ร้อยละ 10
- ขนาดที่เล็กกว่า 5.45	ร้อยละ 50
- ขนาดที่เล็กกว่า 13.30	ร้อยละ 90
องค์ประกอบทางเคมี (ร้อยละโดยน้ำหนัก) *	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	95.0
Na <sub>2</sub> O	0.3
SiO <sub>2</sub>	0.2
CaO	0.1
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.02
อื่น ๆ	4.38
วัสดุภาค	α- Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>

หมายเหตุ: \* Suzhou Dexin Advanced Ceramics Co., Ltd.

จากการศึกษาอะลูมินาที่มีความบริสุทธิ์สูง (ร้อยละ 99.5 โดยน้ำหนัก) จะมีสมบัติเชิงกลสูงด้วย แต่การวิจัยครั้งนี้ใช้อะลูมินาที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 95 โดยน้ำหนัก เนื่องจากเป็นวัตถุดิบที่มีอยู่แล้วและลดต้นทุนในการผลิต

#### 4.1.2.1 การวิเคราะห์ทางวิทยาของผงอะลูมินา

การวิเคราะห์ทางวิทยา ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) แพทเทิร์น (Peak) ที่แสดงในรูปที่ 4.4 พบว่า พีคที่มีความเข้ม (Intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม  $2\theta$  เท่ากับ 35.13 องศา พีคที่มีความเข้มชั้นรองลงมาอยู่ที่มุม  $2\theta$  เท่ากับ 57.51 และ 43.36 องศา ตามลำดับ มีวิทยาอยู่ในรูปแอลฟา- อะลูมินา ( $\alpha$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) (Card number 00-010-0173) เพียงวิทยาเดียว

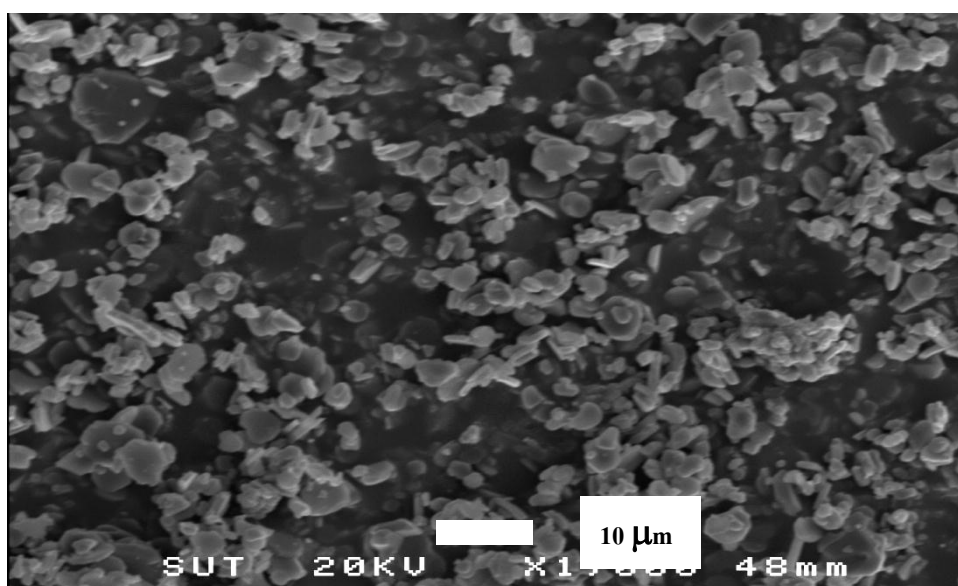


รูปที่ 4.4 XRD แพทเทิร์นของผงอะลูมินา โดย A แสดงวิทยาแอลฟา- อะลูมินา



#### 4.1.2.1 การวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างของผงอะลูมินา

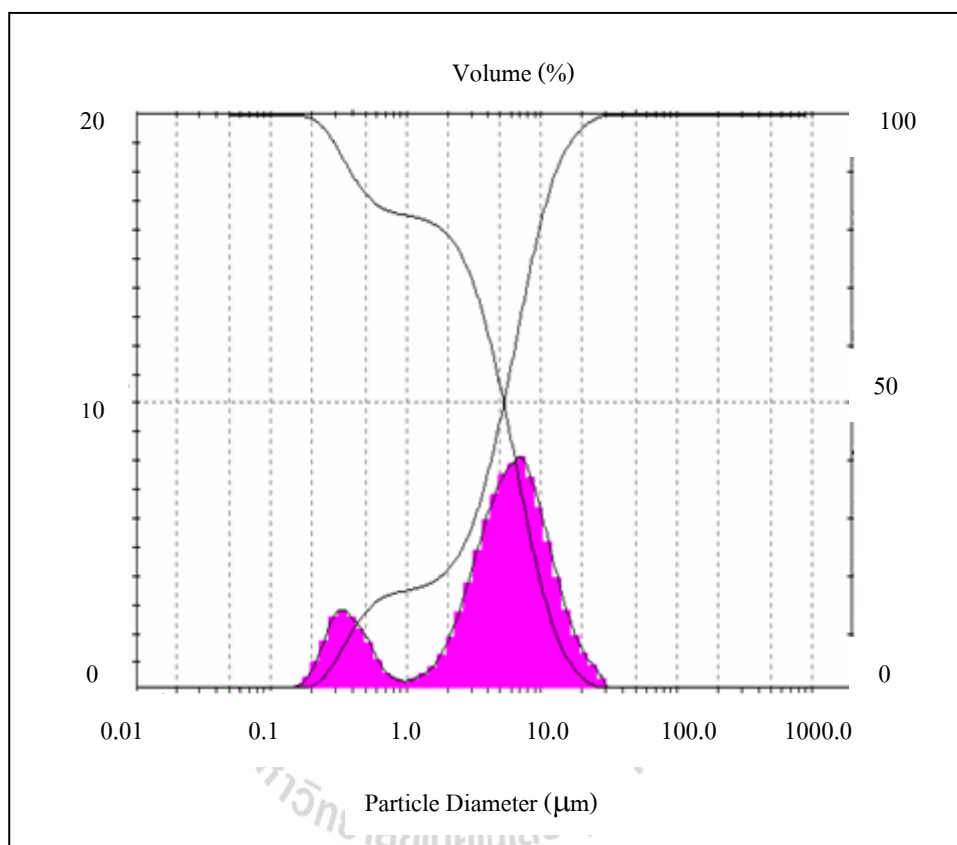
รูปไมโครกราฟจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) แสดงในรูปที่ 4.5 พบว่าผงอะลูมินามีรูปร่างไม่สม่ำเสมอ (Irregular shape) มีอนุภาคขนาดใหญ่ปะปนอยู่กับอนุภาคขนาดเล็ก มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วงประมาณ 1 ถึง 10 ไมครอน



รูปที่ 4.5 รูปไมโครกราฟของผงอะลูมินาจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

#### 4.1.2.3 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงอะลูมินา

รูปแบบการกระจายขนาดอนุภาคของอะลูมินา จากการศึกษาด้วยเครื่องมือวัดขนาดอนุภาค โดยอาศัยการกระเจิงและเลี้ยวเบนของลำแสงเลเซอร์แสดงในรูปที่ 4.6 พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่ปริมาณสะสมร้อยละ 50 มีค่าเท่ากับ 5.45 ไมครอน



รูปที่ 4.6 การกระจายขนาดอนุภาคของอะลูมินา

#### 4.1.3 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงเซอร์โคเนีย

ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของผงเซอร์โคเนีย แสดงในตารางที่ 4.3

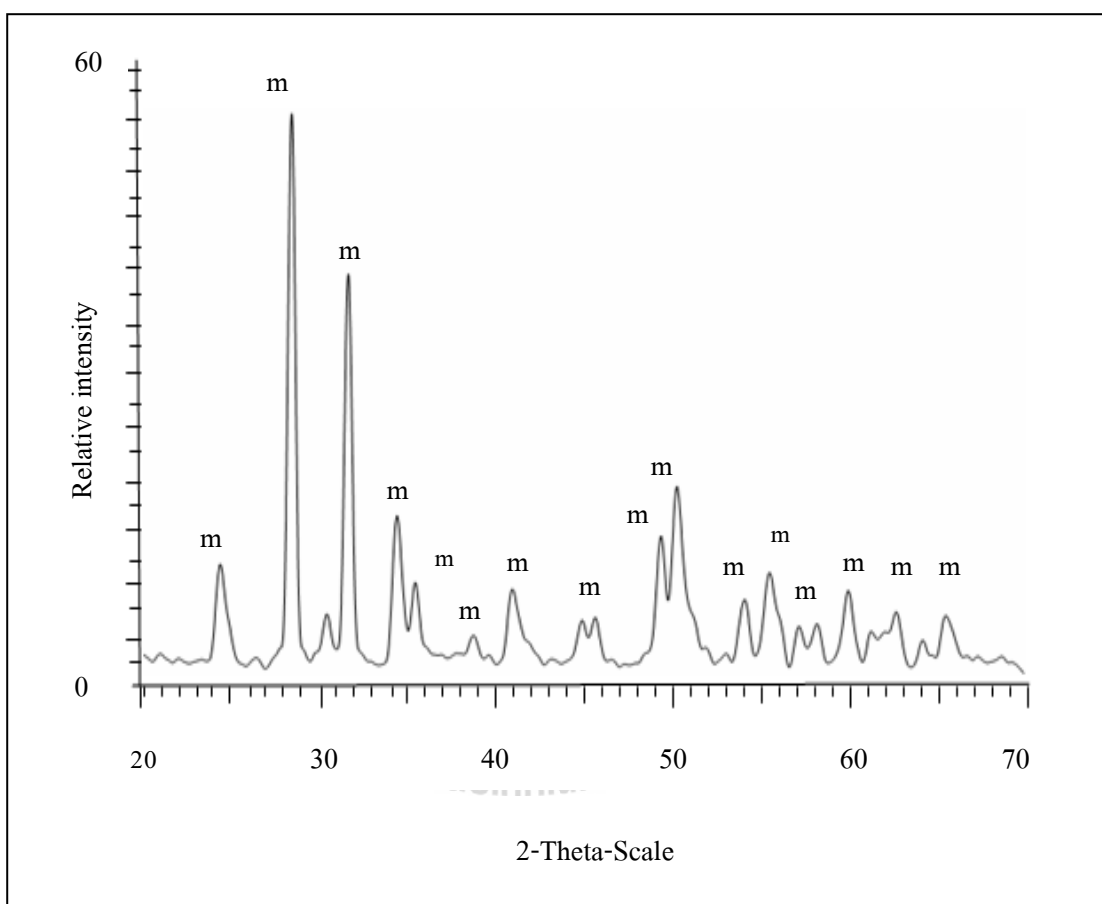
ตารางที่ 4.3 ลักษณะเฉพาะของผงเซอร์โคเนีย

ลักษณะเฉพาะ	ค่าที่วัดได้
ความถ่วงจำเพาะ	5.68
การกระจายขนาดอนุภาค (ไมครอน)	
- ขนาดที่เล็กกว่า 0.48	ร้อยละ 10
- ขนาดที่เล็กกว่า 13.67	ร้อยละ 50
- ขนาดที่เล็กกว่า 21.50	ร้อยละ 90
องค์ประกอบทางเคมี (ร้อยละโดยน้ำหนัก)*	
ZrO <sub>2</sub>	99
Fe	0.03
Ti	0.1
SiO <sub>2</sub>	0.3
SO <sub>4</sub>	0.2
อื่นๆ	0.37
วัสดุภาค	m-ZrO <sub>2</sub>

หมายเหตุ:\* ข้อมูลจาก บริษัท รีเคอร์ เคอ ฮัท จำกัด

#### 4.1.3.1 การวิเคราะห์ทางวัฏภาคของผงเซอร์โคเนีย

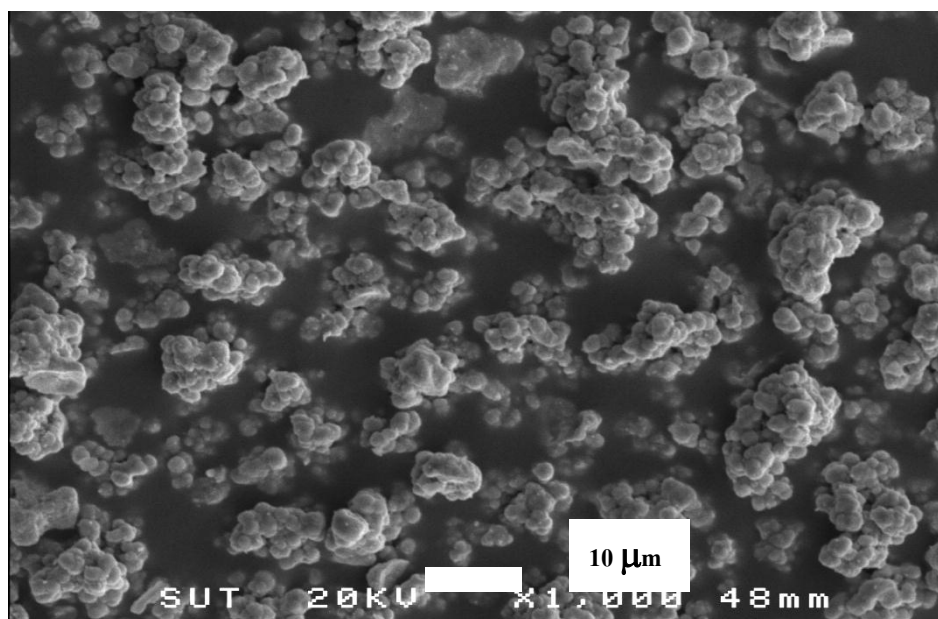
การวิเคราะห์วัฏภาค ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) แพทเทิร์น (Peak) ที่แสดงในรูปที่ 4.7 พบว่า พีคที่มีความเข้ม (Intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม  $2\theta$  เท่ากับ 28.17 องศา พีคที่มีความเข้มชั้นรองลงมาอยู่ที่มุม  $2\theta$  เท่ากับ 31.46 และ 50.11 องศา ตามลำดับ มีวัฏภาคอยู่ในรูปโมนอกลิติก-เซอร์โคเนีย ( $m\text{-ZrO}_2$ ) (Card number 00-037-1484) เพียงวัฏภาคเดียว



รูปที่ 4.7 XRD แพทเทิร์นของผงเซอร์โคเนีย โดย m แสดงวัฏภาค  
โมนอกลิติก-เซอร์โคเนีย ( $m\text{-ZrO}_2$ )

#### 4.1.3.2 การวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างของผงเซอร์โคเนีย

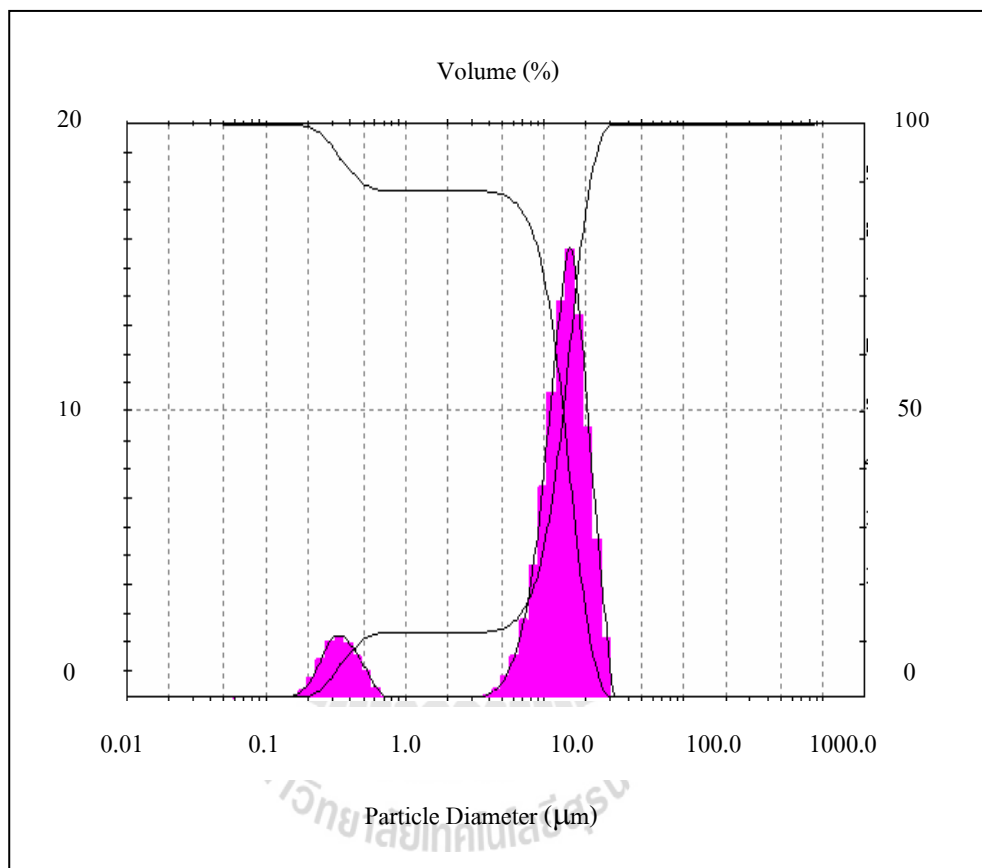
รูปไมโครกราฟจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) แสดงในรูปที่ 4.8 พบว่าผงเซอร์โคเนียมีรูปร่างไม่สม่ำเสมอ (Irregular shape) มีการกระจายตัวที่แคบและจับตัวกันเป็นก้อน มีขนาดอนุภาคค่อนข้างใหญ่อยู่ในช่วงประมาณ 1 ถึง 20 ไมครอน



รูปที่ 4.8 รูปไมโครกราฟของผงเซอร์โคเนียจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

#### 4.1.3.3 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงเซอร์โคเนีย

รูปแบบการกระจายขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนีย จากการศึกษาค้นคว้าด้วยเครื่องมือวัดขนาดอนุภาค โดยอาศัยการกระเจิงและเลี้ยวเบนของลำแสงเลเซอร์แสดงใน รูปที่ 4.9 พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่ปริมาณสะสมร้อยละ 50 มีค่าเท่ากับ 13.67 ไมครอน

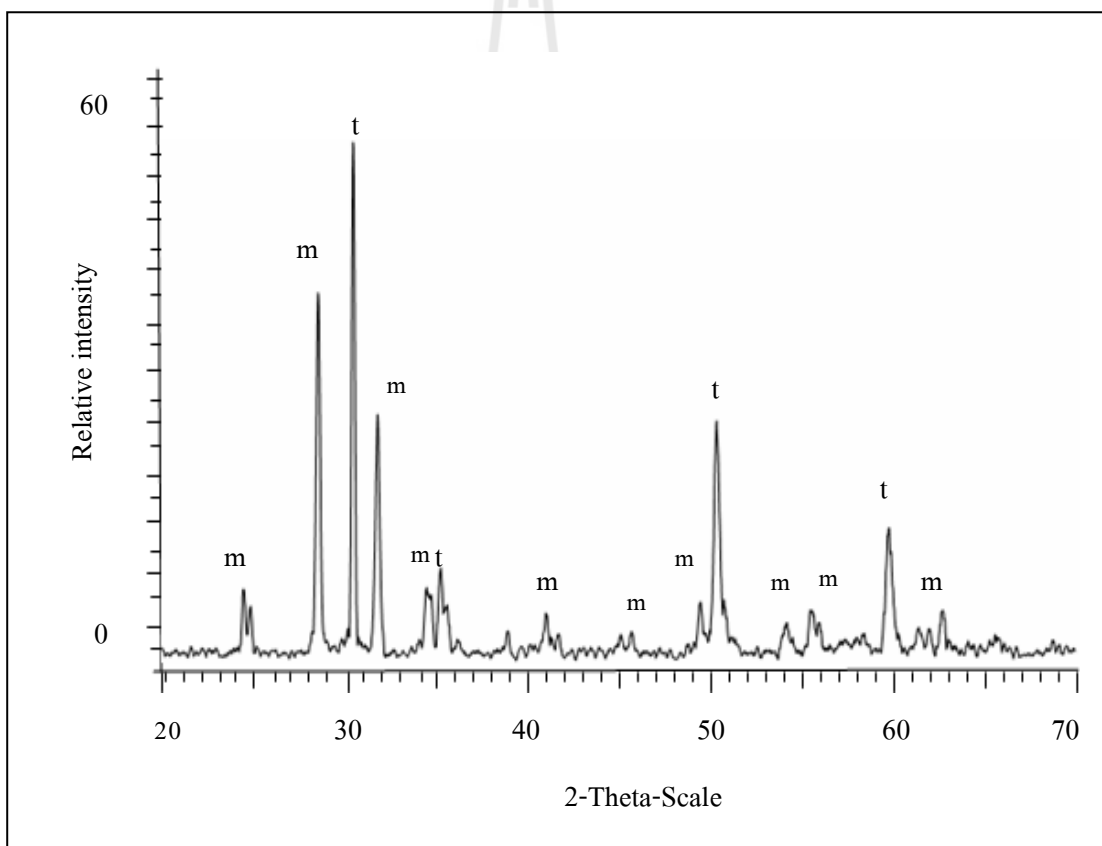


รูปที่ 4.9 แสดงการกระจายขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนีย

#### 4.1.4 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงเซอร์โคเนียที่ผ่านการทำให้เสถียรโดยใช้ 4% โมล อิทเทียมออกไซด์ (4Y)

##### 4.1.4.1 การวิเคราะห์ทางวิทยาศาสตร์ของผงเซอร์โคเนียที่ผ่านการทำให้เสถียรโดยใช้ 4% โมล อิทเทียมออกไซด์ (4Y)

การวิเคราะห์วิทยาศาสตร์ ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) แพทเทิร์น (Peak) ที่แสดงในรูปที่ 4.10 พบว่ามีพีคของเตตระโกนอลเซอร์โคเนียเกิดขึ้น ซึ่งพีคเตตระโกนอลเซอร์โคเนียที่มีความเข้ม (Intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม  $2\theta$  เท่ากับ 30.14 องศา พีคที่มีความเข้มขึ้นรองลงมาอยู่ที่มุม  $2\theta$  เท่ากับ 50.23 และ 59.76 องศา ตามลำดับ (Card number 01-070-4430)



รูปที่ 4.10 XRD แพทเทิร์นของผง 4Y เซอร์โคเนีย โดย m แสดงวิทยาศาสตร์โมโนคลีนิก ( $m\text{-ZrO}_2$ ) และ t แสดงวิทยาศาสตร์เตตระโกนอล ( $t\text{-ZrO}_2$ )

#### 4.2 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อลักษณะเฉพาะและสมบัติเชิงกลของวัสดุ เซิงประกอบไฮดรอกซีแอปาทาइट-อะลูมินา/เซอร์โคเนีย หลังผ่านการเผาพูนที่อุณหภูมิแตกต่างกันเป็นเวลา 120 นาที

##### 4.2.1 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อความหนาแน่น

ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารเติมแต่งต่อความหนาแน่นของแต่ละตัวอย่างแสดงไว้ในตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 แสดงค่าความหนาแน่นของวัสดุเซิงประกอบแต่ละตัวอย่าง

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	รหัสตัวอย่าง	ความหนาแน่น (Bulk Density) (กรัม/เซนติเมตร <sup>3</sup> )
1300	H	2.96
	H30A15Z	2.32
	H25A20Z	2.99
	H20A25Z	2.40
1400	H	2.86
	H30A15Z	2.42
	H25A20Z	2.43
	H20A25Z	2.57
1500	H	2.68
	H30A15Z	3.11
	H25A20Z	3.41
	H20A25Z	3.24

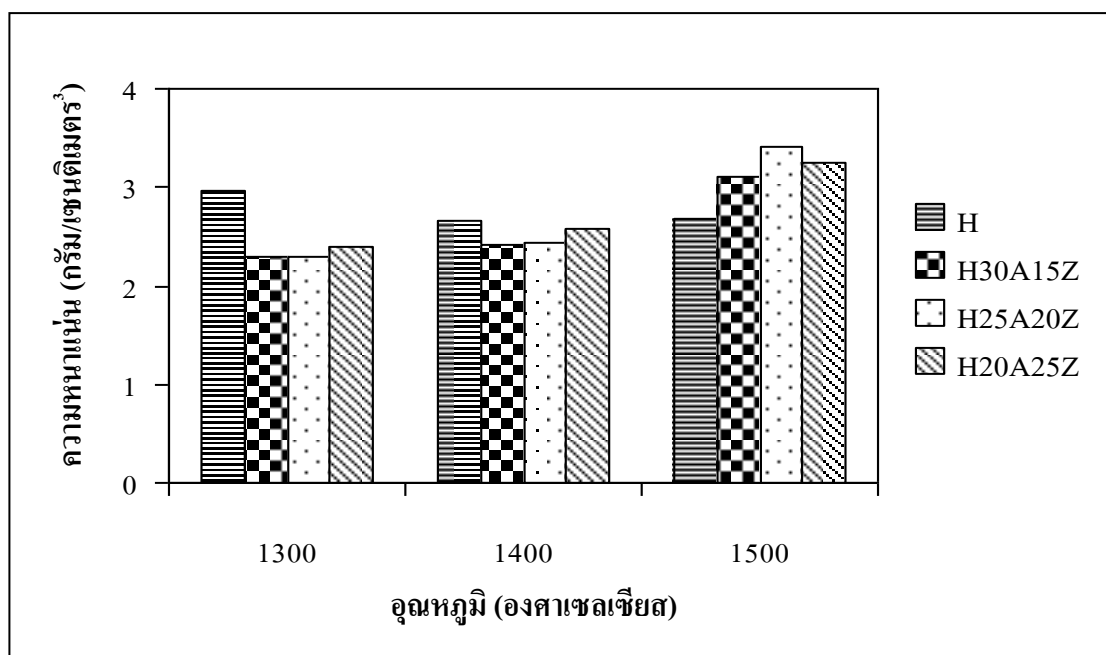
หมายเหตุ: ตัวอย่าง H มีส่วนผสมของ ไฮดรอกซีแอปาทาइटร้อยละ 100 โดยปริมาตร

H30A15Z มีส่วนผสมของ ไฮดรอกซีแอปาทาइट+อะลูมินา+เซอร์โคเนียร้อยละ 55+30+15 โดยปริมาตร ตามลำดับ

H25A20Z มีส่วนผสมของ ไฮดรอกซีแอปาทาइट+อะลูมินา+เซอร์โคเนียร้อยละ 55+25+20 โดยปริมาตร ตามลำดับ

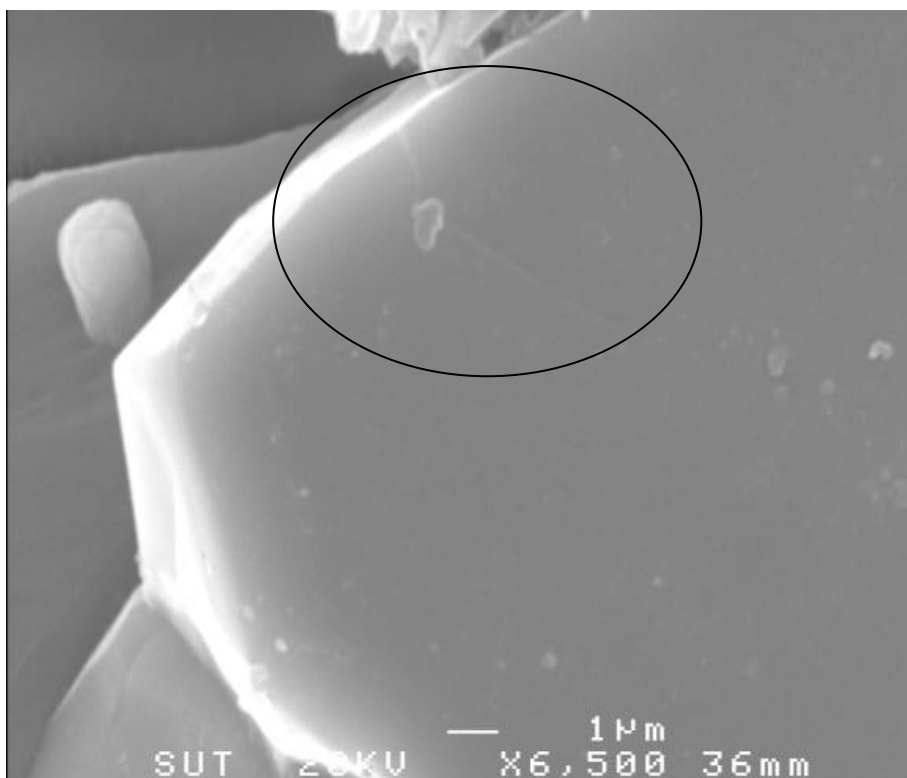
H20A25Z มีส่วนผสมของ ไฮดรอกซีแอปาทาइट+อะลูมินา+เซอร์โคเนียร้อยละ 55+20+25 โดยปริมาตร ตามลำดับ



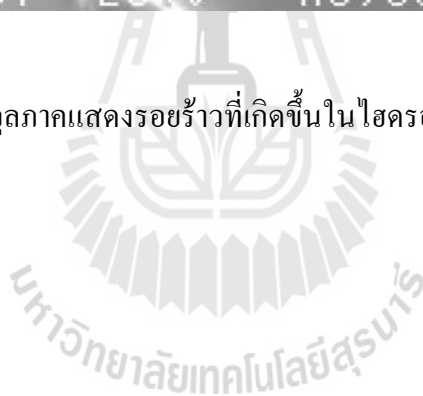


รูปที่ 4.11 ค่าความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่าง ๆ

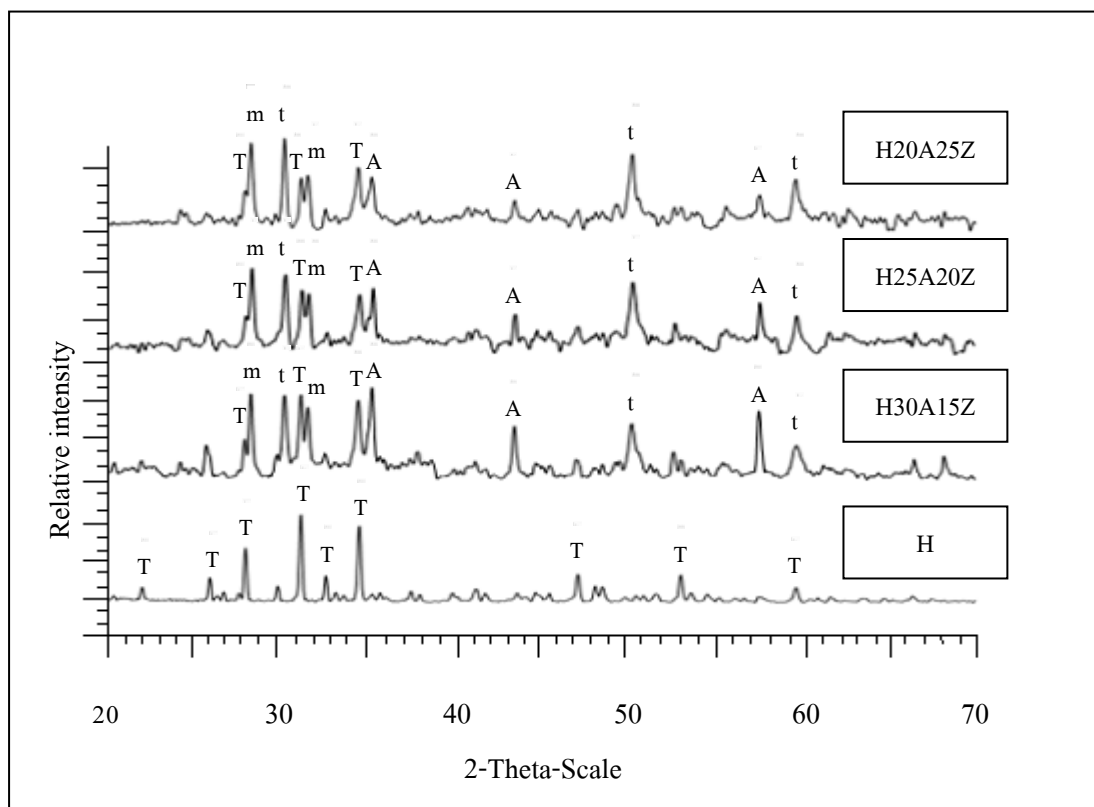
เมื่อเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นของแต่ละตัวอย่าง พบว่าเมื่ออุณหภูมิการเผาผนึกสูงขึ้นจะทำให้ความหนาแน่นของไฮดรอกซีแอปาทาइटลดลง เนื่องจากการเผาผนึกในอุณหภูมิที่สูงขึ้นจะทำให้ไฮดรอกซีแอปาทาइटสุดตัวมากเกินไป มีผลให้เกิด Thermal stress ขึ้นภายในชิ้นงาน เนื่องมาจากเกรนจะเกิดการขยายโตอย่างมาก ทำให้เกิดการดันกันระหว่างเกรนมากขึ้น ส่งผลทำให้เกิดรอยร้าวขึ้นภายในชิ้นงาน ซึ่งแสดงในรูปที่ 4.21 ดังนั้นจึงทำให้ค่าความหนาแน่นของไฮดรอกซีแอปาทาइटจึงมีค่าลดลง อย่างไรก็ตามการเติมเซอร์โคเนียลงในไฮดรอกซีแอปาทาइट-อะลูมินาในปริมาณที่แตกต่างกัน พบว่าความหนาแน่นจะไม่แตกต่างกันมากนัก แต่การเผาผนึกที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะทำให้ความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบสูงขึ้น เนื่องจากชิ้นตัวอย่างมีการสุกตัวมากขึ้น เกิดการเชื่อมต่อกันของเกรนมากขึ้น



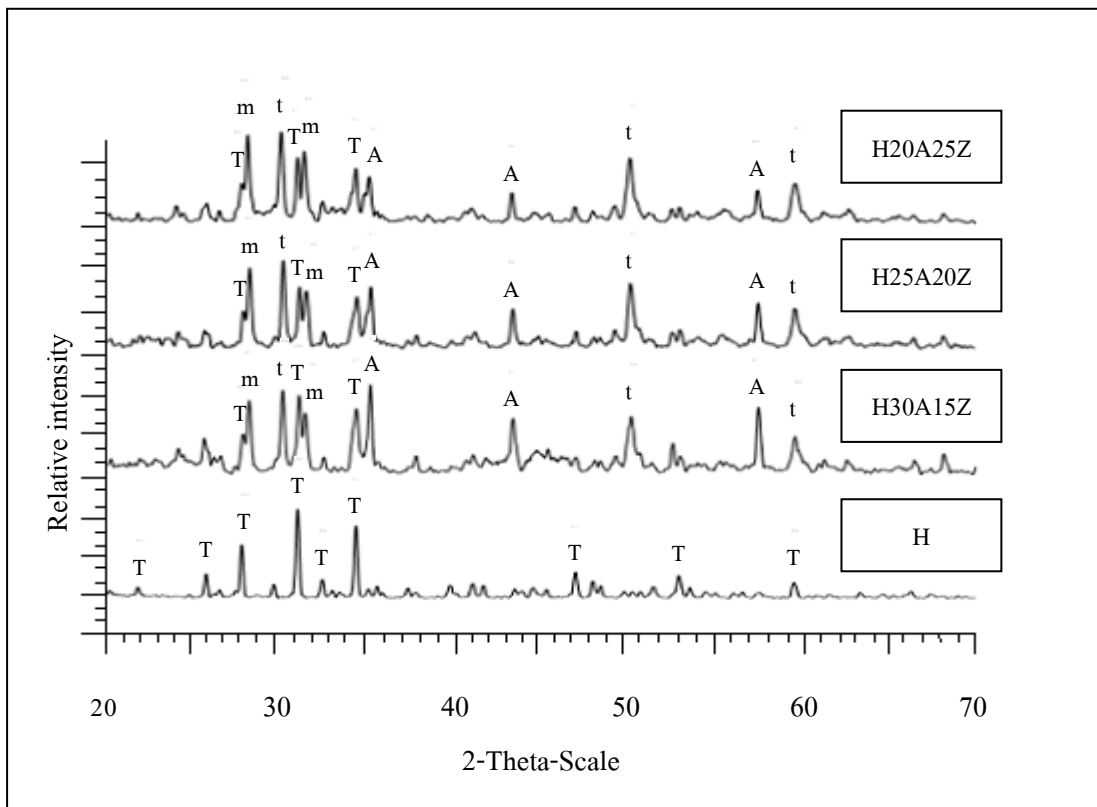
รูปที่ 4.12 ภาพโครงสร้างจุลภาคแสดงรอยร้าวที่เกิดขึ้นในไฮดรอกซีแอปาทิตที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1500°C



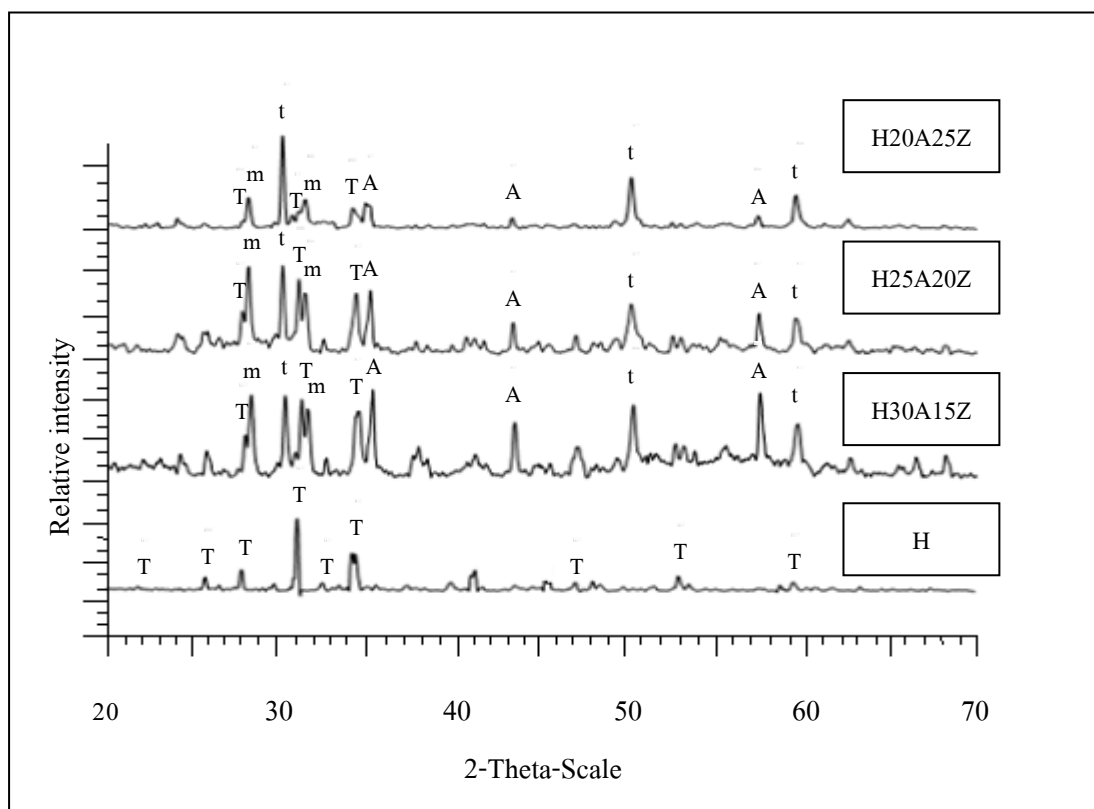
#### 4.2.2 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อการเปลี่ยนแปลงวัฏภาค



รูปที่ 4.13 XRD แพทเทิร์น ของตัวอย่างที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ  $1300^{\circ}\text{C}$  โดย A T m และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของอะลูมินา ไตรแคลเซียมฟอสเฟต  $m\text{-ZrO}_2$  และ  $t\text{-ZrO}_2$  ตามลำดับ



รูปที่ 4.14 XRD แพทเทิร์น ของตัวอย่างที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1400°C โดย A T m และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของอะลูมินา ไตรแคลเซียมฟอสเฟต  $m\text{-ZrO}_2$  และ  $t\text{-ZrO}_2$  ตามลำดับ



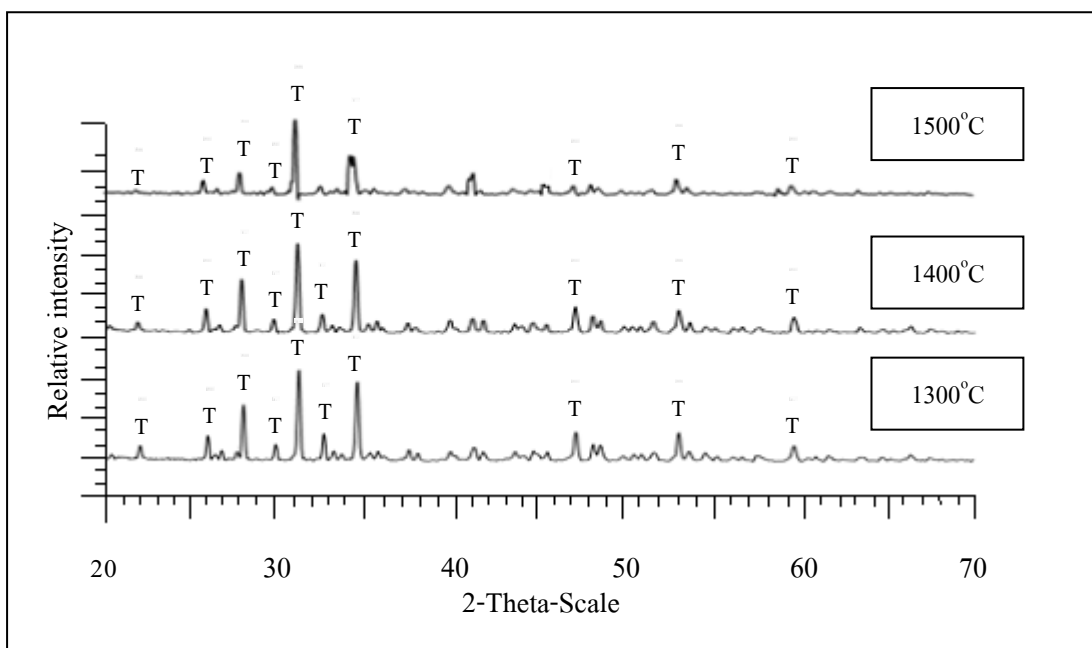
รูปที่ 4.15 XRD แพทเทิร์น ของตัวอย่างที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1500°C โดย A T m และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของอะลูมินา ไตรแคลเซียมฟอสเฟต  $m\text{-ZrO}_2$  และ  $t\text{-ZrO}_2$  ตามลำดับ

รูปที่ 4.13-4.15 แสดงผลการวิเคราะห์ทางวัฏภาคด้วยเครื่อง XRD ของแต่ละตัวอย่างหลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิเดียวกันพบว่า ไฮดรอกซีเอปาทาไตร์ร้อยละ 100 โดยปริมาตร จะเกิดการแตกตัวเปลี่ยนรูปไปเป็นไตรแคลเซียมฟอสเฟตทั้งหมดดังสมการที่ 4.1 (Z.E. Erkmen et al.,2007) ซึ่งการแตกตัวของไฮดรอกซีเอปาทาไตร์นี้จะเริ่มเกิดในช่วงอุณหภูมิ 1150-1300 °C (A.Rapacz-Kmita et al.,2004)

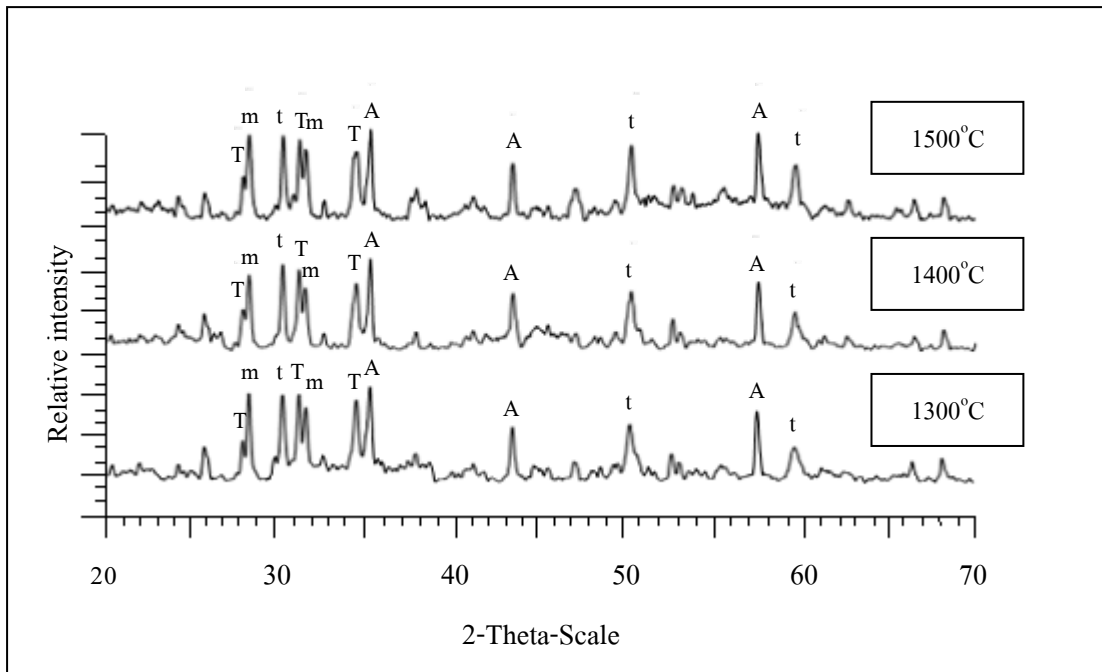


และเมื่อเติมอะลูมินาในปริมาณร้อยละ 20 25 และ 30 โดยปริมาตรเข้าไปในตัวอย่างก็จะปรากฏวัฏภาคของอัลฟาอะลูมินา (Card number 00-010-0173)ซึ่งจะมีปริมาณฟิสิกเพิ่มขึ้นตามปริมาณของอะลูมินาที่เติมเข้าไป และเมื่อเติม 4Yเซอร์โคเนีย ในปริมาณร้อยละ 15

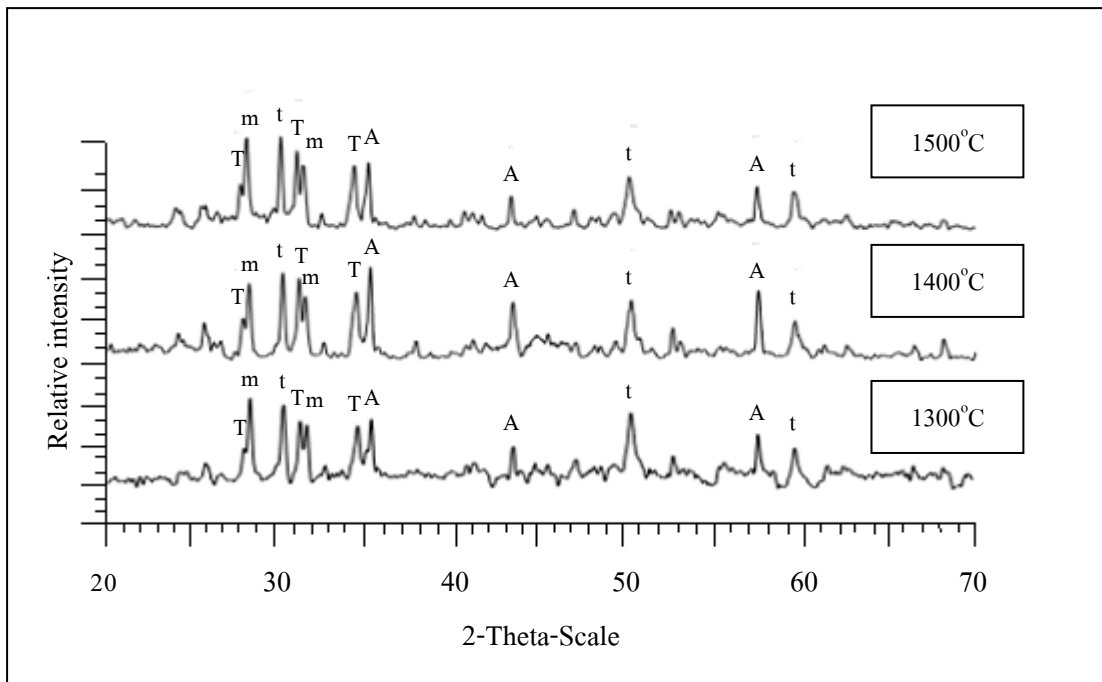
20 และ 25 โดยปริมาตร เข้าไปในตัวอย่างก็จะปรากฏวัฏภาคของ  $m\text{-ZrO}_2$  (Card number 00-037-1484) และ  $t\text{-ZrO}_2$  (Card number 01-070-4430) ซึ่งวัฏภาคเหล่านี้จะมีปริมาณเพิ่มเพิ่มขึ้นตามปริมาณของ 4Y เซอร์โคเนียที่เติมเข้าไป และจะไม่ปรากฏฟิสิกอื่น ๆ เข้ามาเจือปน และเมื่อพิจารณาตัวอย่างที่มีปริมาณของอะลูมินาที่เติมเข้าไปในปริมาณร้อยละ 20 25 และ 30 โดยปริมาตรและ 4Y เซอร์โคเนียในปริมาณร้อยละ 15 20 และ 25 โดยปริมาตรหลังผ่านการเผาฟิสิกที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน ดังรูปที่ 4.16-4.19 พบว่าไม่ปรากฏฟิสิกอื่น ๆ เข้ามาเจือปนเช่นเดียวกัน



รูปที่ 4.16 แพทเทิร์น ของชิ้นงานซึ่งประกอบด้วย 4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 0 โดยปริมาตร หลังผ่านการเผาฟิสิกที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน โดย  $A T m$  และ  $t$  เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของอะลูมินา ไตรแคลเซียมฟอสเฟต  $m\text{-ZrO}_2$  และ  $t\text{-ZrO}_2$  ตามลำดับ

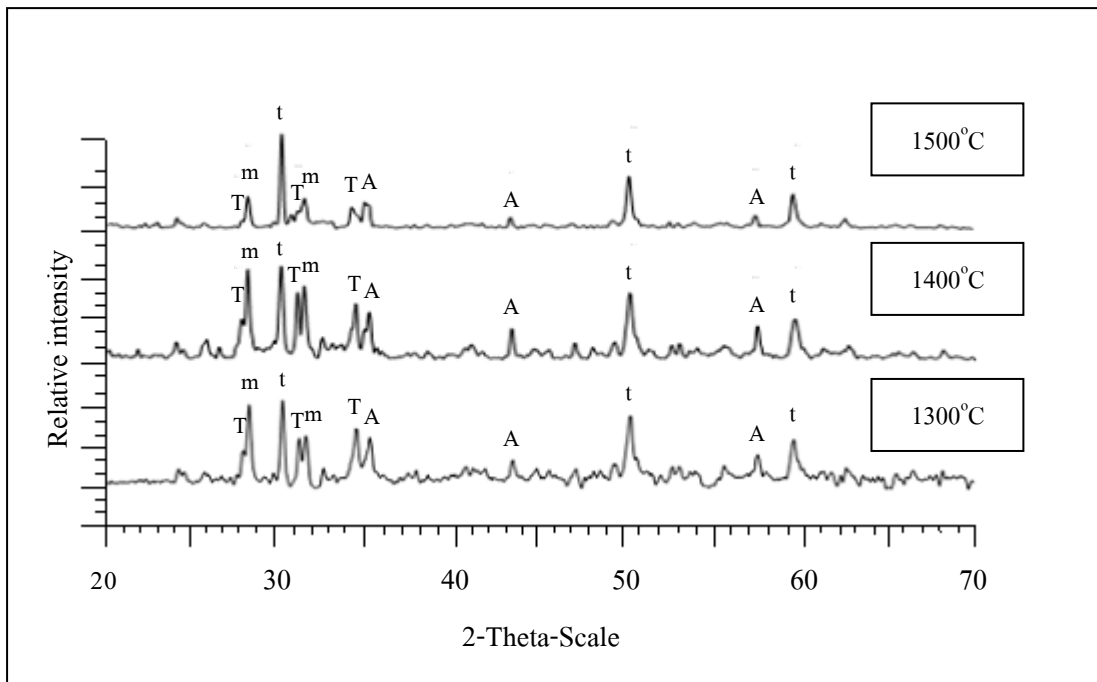


รูปที่ 4.17 XRD แพทเทิร์น ของชิ้นงานซึ่งประกอบด้วย 4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 15 โดยปริมาตร หลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน โดย A T m และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของอะลูมินา ไตรแคลเซียมฟอสเฟต  $m\text{-ZrO}_2$  และ  $t\text{-ZrO}_2$  ตามลำดับ



รูปที่ 4.18 XRD แพทเทิร์น ของชิ้นงานซึ่งประกอบด้วย 4Yเซอร์โคเนียร้อยละ 20 โดยปริมาตร หลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน โดย A T m และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของอะลูมินา ไตรแคลเซียมฟอสเฟต  $m\text{-ZrO}_2$  และ  $t\text{-ZrO}_2$  ตามลำดับ



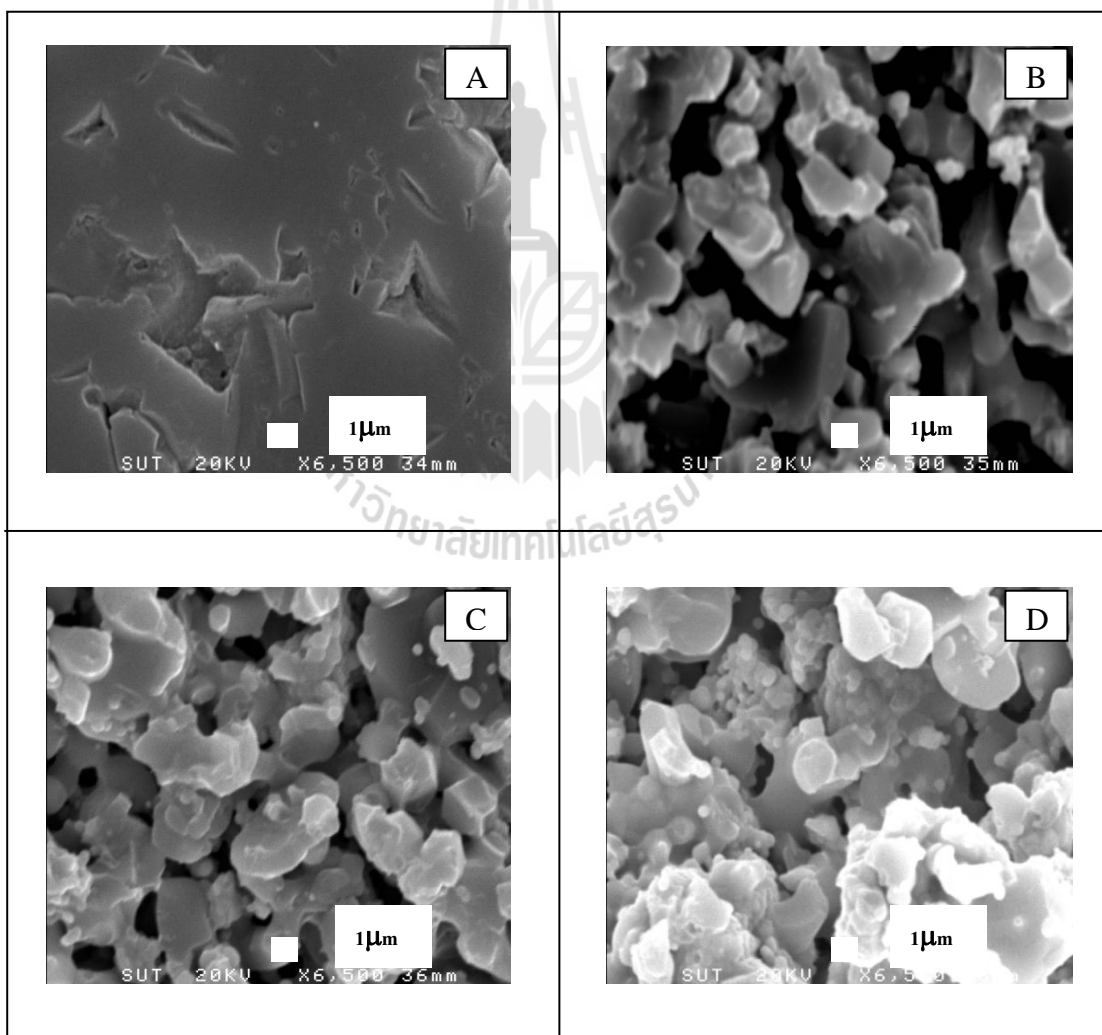


รูปที่ 4.19 XRD แพทเทิร์น ของชิ้นงานซึ่งประกอบด้วย 4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 25 โดยปริมาตร หลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน โดย A T m และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของอะลูมินา ไตรแคลเซียมฟอสเฟต  $m\text{-ZrO}_2$  และ  $t\text{-ZrO}_2$  ตามลำดับ

#### 4.2.3 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อโครงสร้างจุลภาค

##### 4.2.3.1 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อโครงสร้างจุลภาคของวัสดุชีวภาพเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300°C

ตัวอย่าง A มีปริมาณไฮดรอกซีแอปพาไทต์ร้อยละ 100 โดยปริมาตร ตัวอย่าง B มีปริมาณไฮดรอกซีแอปพาไทต์ร้อยละ 55 โดยปริมาตร อะลูมินาร้อยละ 30 โดยปริมาตร และ 4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 15 โดยปริมาตร ตัวอย่าง C มีปริมาณไฮดรอกซีแอปพาไทต์ร้อยละ 55 โดยปริมาตร อะลูมินาร้อยละ 25 โดยปริมาตร และ 4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 20 โดยปริมาตร ตัวอย่าง D มีปริมาณไฮดรอกซีแอปพาไทต์ร้อยละ 55 โดยปริมาตร อะลูมินาร้อยละ 25 โดยปริมาตร และ 4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 20 โดยปริมาตร



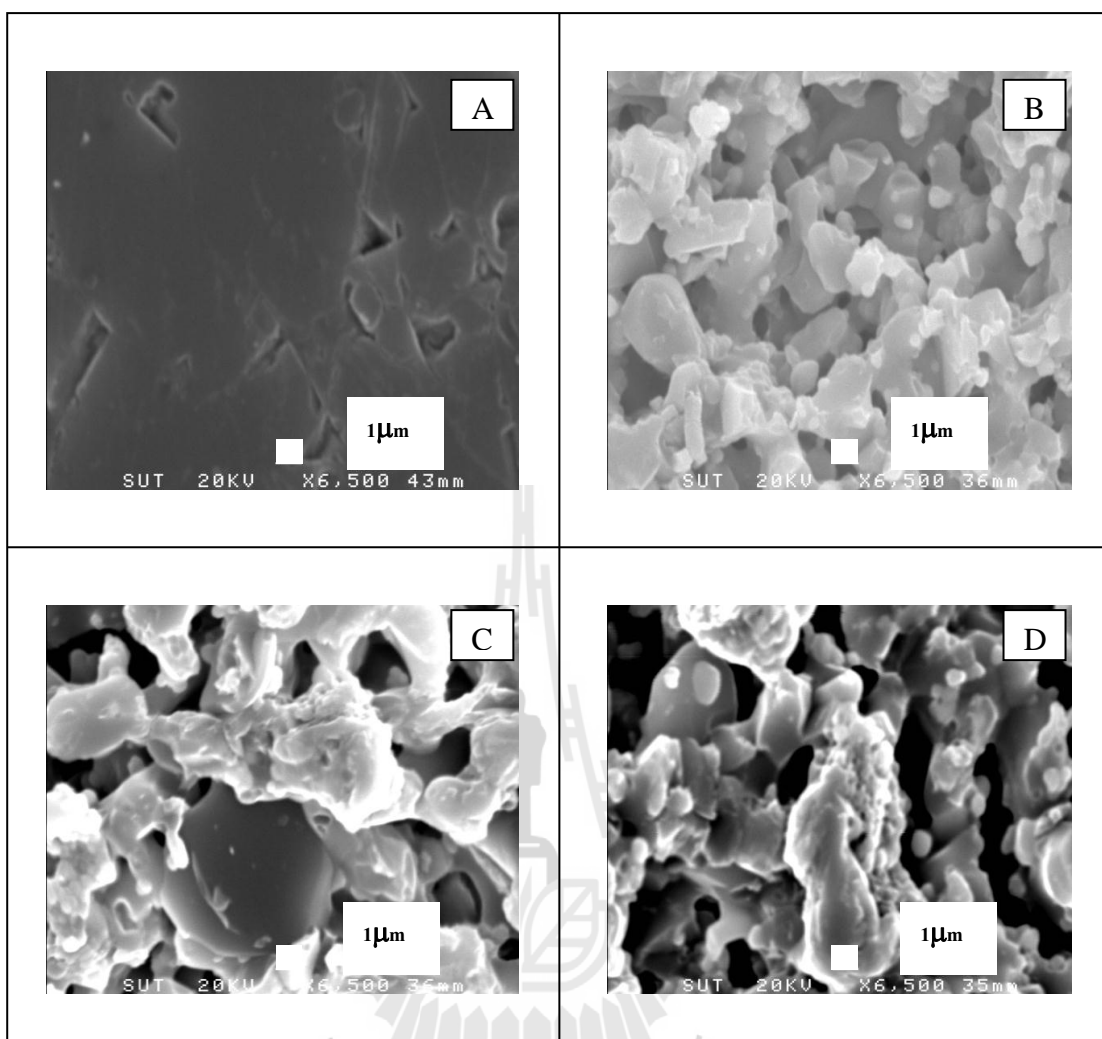
รูปที่ 4.20 โครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300°C

จากรูปที่ 4.20 A-D พบว่าตัวอย่างที่เป็นไฮดรอกซีแอลฟาไทด์ร้อยละ 100 โดยปริมาตร จะมีลักษณะพื้นผิวที่เชื่อมต่อกันเป็นแผ่น ซึ่งจะมีรูพรุนแบบปิด (Closed pores) เกิดขึ้นกระจายอยู่ ดังรูป 4.20A แต่เมื่อเติม อะลูมินา และ 4Y เซอร์โคเนียลงในไฮดรอกซีแอลฟาไทด์ พบว่า จะเกิดเกรนของไฮดรอกซีแอลฟาไทด์เชื่อมต่อกัน โดยจะสังเกตเห็นเพียงเล็กน้อย ดังรูปที่ 4.20 B-D ซึ่งจะมีอนุภาคของอะลูมินา และ 4Y เซอร์โคเนียกระจายอยู่เป็นเนื้อเดียวกัน โดยที่ไม่เกิดการเชื่อมติดกันเป็นเกรน และมีปริมาณรูพรุนที่เกิดขึ้นจำนวนมาก ซึ่งเป็นผลมาจากชิ้นงานไม่เกิดการสุกตัว

#### 4.2.3.2 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อโครงสร้างจุลภาคของวัสดุชีวภาพเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1400°C

ตัวอย่าง A มีปริมาณไฮดรอกซีแอลฟาไทด์ร้อยละ 100 โดยปริมาตร ตัวอย่าง B มีปริมาณไฮดรอกซีแอลฟาไทด์ร้อยละ 55 โดยปริมาตร อะลูมินาร้อยละ 30 โดยปริมาตร และ 4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 15 โดยปริมาตร ตัวอย่าง C มีปริมาณไฮดรอกซีแอลฟาไทด์ร้อยละ 55 โดยปริมาตร อะลูมินาร้อยละ 25 โดยปริมาตร และ 4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 20 โดยปริมาตร ตัวอย่าง D มีปริมาณไฮดรอกซีแอลฟาไทด์ร้อยละ 55 โดยปริมาตร อะลูมินาร้อยละ 25 โดยปริมาตร และ 4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 20 โดยปริมาตร



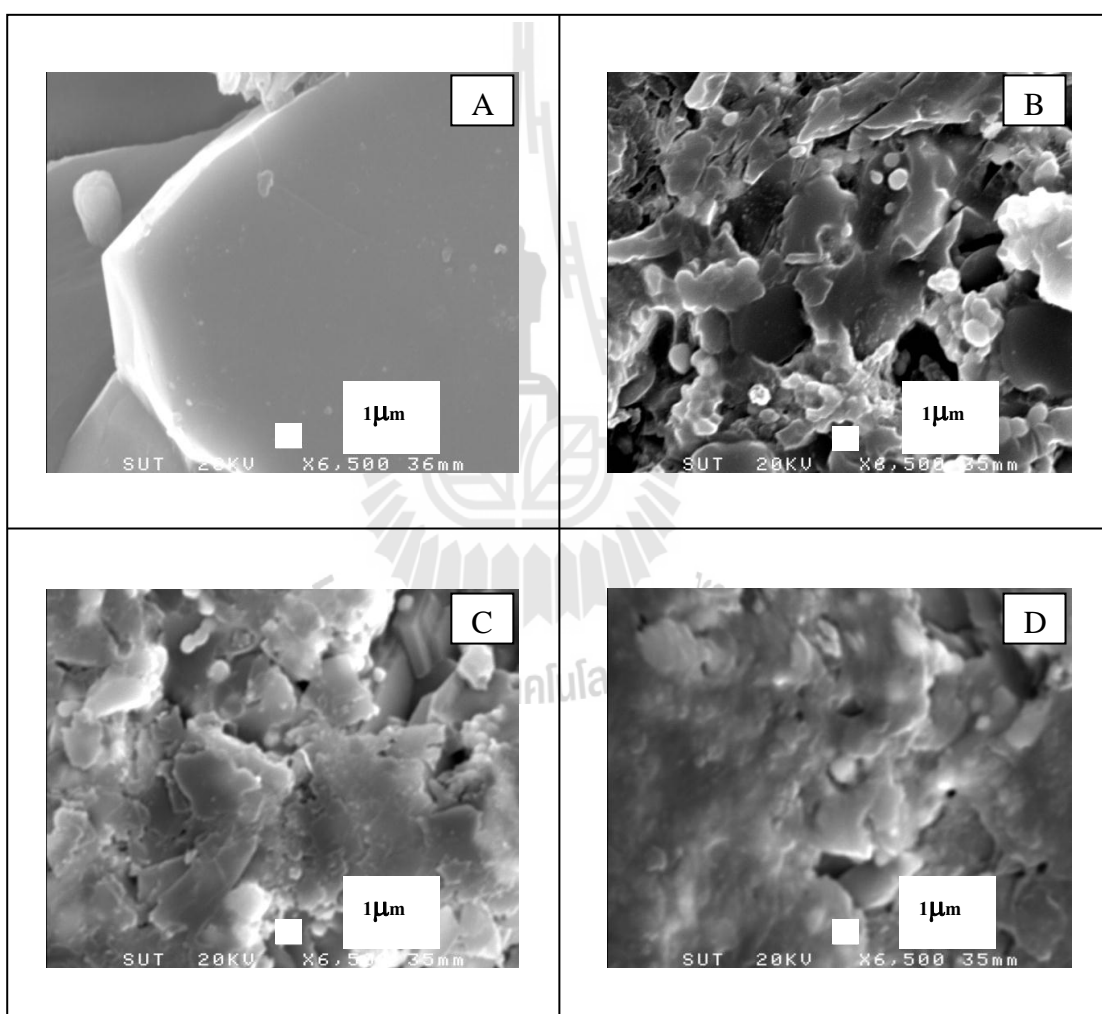


รูปที่ 4.21 โครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1400°C

จากรูปที่ 4.21 A-D พบว่าตัวอย่างที่เป็นไฮดรอกซีแอปาทาไทต์ร้อยละ 100 โดยปริมาตร จะมีลักษณะพื้นผิวที่เชื่อมต่อกันเป็นแผ่นมากขึ้น ซึ่งจะมีรูพรุนลดลงเพียงเล็กน้อยดังรูป 4.21 A เมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1300°C ดังรูป 4.20 A และเมื่อเติมอะลูมินา และ 4Y เซอร์โคเนียลงในไฮดรอกซีแอปาทาไทต์ พบว่าจะเกิดเกรนของไฮดรอกซีแอปาทาไทต์เชื่อมต่อกัน โดยจะสังเกตเห็นเพียงเล็กน้อย ดังรูปที่ 4.20 B-D ซึ่งจะมีอนุภาคของอะลูมินาและ 4Y เซอร์โคเนียกระจายอยู่เป็นเนื้อเดียวกัน โดยที่ไม่เกิดการเชื่อมติดกันเป็นเกรน และมีปริมาณรูพรุนที่เกิดขึ้นจำนวนมาก ซึ่งเป็นผลมาจากชิ้นงานไม่เกิดการสุกตัว

#### 4.2.3.3 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อโครงสร้างจุลภาคของวัสดุชีวภาพเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500°C

ตัวอย่าง A มีปริมาณไฮดรอกซีแอปพาไทต์ร้อยละ 100 โดยปริมาตร ตัวอย่าง B มีปริมาณไฮดรอกซีแอปพาไทต์ร้อยละ 55 โดยปริมาตร อะลูมินาร้อยละ 30 โดยปริมาตร และ 4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 15 โดยปริมาตร ตัวอย่าง C มีปริมาณไฮดรอกซีแอปพาไทต์ร้อยละ 55 โดยปริมาตร อะลูมินาร้อยละ 25 โดยปริมาตร และ 4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 20 โดยปริมาตร ตัวอย่าง D มีปริมาณไฮดรอกซีแอปพาไทต์ร้อยละ 55 โดยปริมาตร อะลูมินาร้อยละ 25 โดยปริมาตร และ 4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 20 โดยปริมาตร

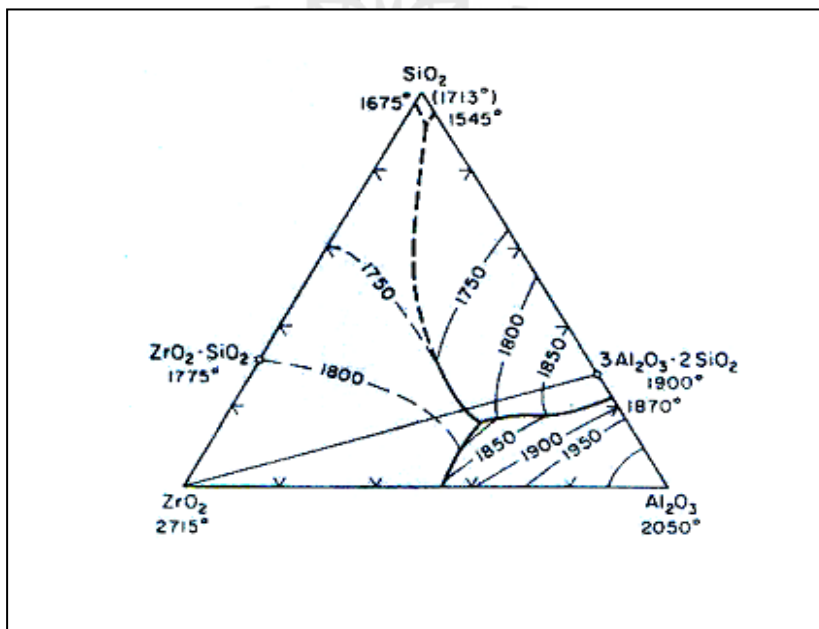


รูปที่ 4.22 โครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500°C

จากรูปที่ 4.22 A-D พบว่า ตัวอย่างที่เป็นไฮดรอกซีแอปพาไทต์ร้อยละ 100 โดยปริมาตร จะมีลักษณะพื้นผิวที่เชื่อมต่อกันเป็นเกรน และจะสังเกตเห็นรอยร้าวที่เกิดขึ้นในเกรน ซึ่งเป็นมาจากการที่ไฮดรอกซีแอปพาไทต์สุกตัวมากเกินไป ทำให้เกิด Thermal stress ขึ้นภายใน

ชิ้นงาน เนื่องมาจากเกรนจะเกิดการขยายโตอย่างมาก ทำให้เกิดการดันกันระหว่างเกรนมากขึ้น จึงส่งผลทำให้เกิดรอยร้าวขึ้นภายในชิ้นงาน ดังแสดงในรูปที่ 4.22 A แต่เมื่อเติม อะลูมินา และ 4Y เซอร์โคเนียลงในไฮดรอกซีแอปพาไทต์ พบว่าจะเกิดเกรนของไฮดรอกซีแอปพาไทต์เชื่อมต่อกันโดยจะสังเกตเห็นเพียงเล็กน้อย ดังรูปที่ 4.22 B-D ซึ่งจะมีอนุภาคของอะลูมินาและเซอร์โคเนียกระจายอยู่เป็นเนื้อเดียวกัน โดยที่เกิดการหลอมเชื่อมติดกันระหว่างมากขึ้น เมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ  $1300^{\circ}\text{C}$  และ  $1400^{\circ}\text{C}$  ดังรูป 4.20 B-D และ 4.21 B-D

จากรูปที่ 4.20-4.22 ตัวอย่าง B-D ซึ่งเติมอะลูมินา และ 4Y เซอร์โคเนียลงในไฮดรอกซีแอปพาไทต์ จะมีลักษณะที่เป็นอนุภาคของอะลูมินาและเซอร์โคเนียกระจายอยู่เป็นเนื้อเดียวกัน โดยที่ไม่เกิดการเชื่อมต่อกันเป็นเกรน เนื่องมาจากทั้งอะลูมินาและเซอร์โคเนียเป็นวัสดุที่มีจุดสุกตัวที่อุณหภูมิสูง ดังแสดงในแผนภูมิวิภูภาครูปที่ 4.23 ซึ่งอะลูมินามีจุดสุกตัวที่อุณหภูมิ ประมาณ  $2050^{\circ}\text{C}$  และเซอร์โคเนียมีจุดสุกตัวที่อุณหภูมิ ประมาณ  $2715^{\circ}\text{C}$  (Cemail Aksel, 2003) ดังนั้น จึงทำให้ตัวอย่างมีความหนาแน่นต่ำ แต่อย่างไรก็ตามเมื่ออุณหภูมิในการเผาผนึกเพิ่มขึ้น จะพบว่าอนุภาคจะเกิดการเชื่อมติดกันมากขึ้น ซึ่งจะสอดคล้องกับ ค่าความหนาแน่นดังตารางที่ 4.4 และรูปที่ 4.11 ที่มีค่าเพิ่มขึ้น



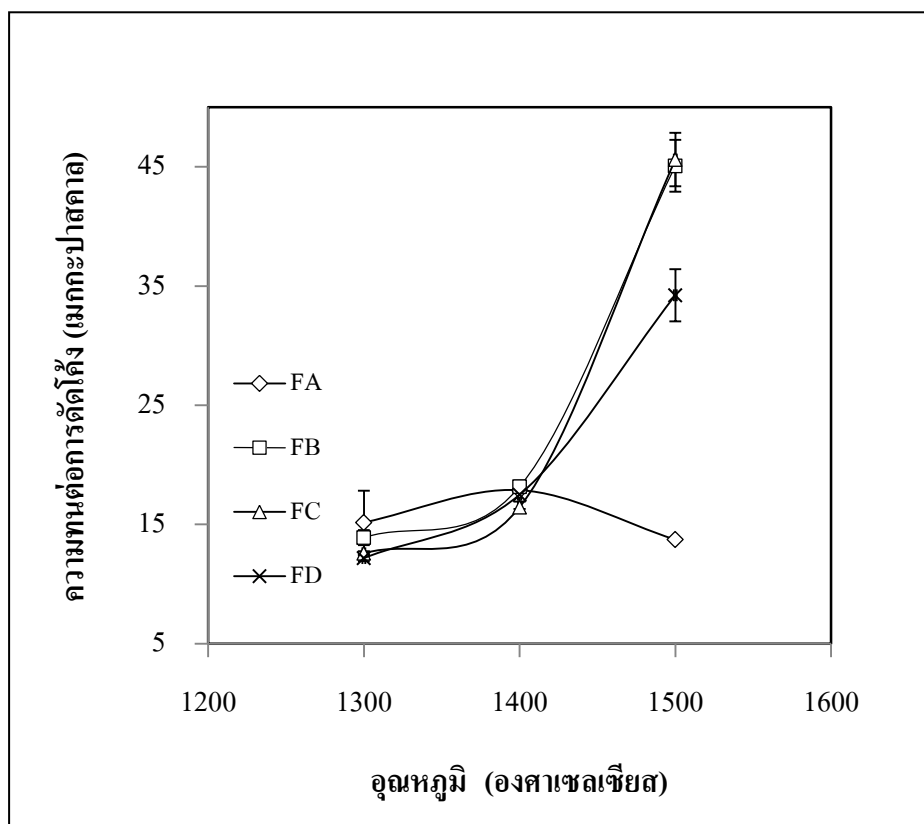
รูปที่ 4.23 แสดงแผนภูมิวิภูภาคของระบบอะลูมินา ซิลิกา และเซอร์โคเนีย (Cemail Aksel, 2003)

#### 4.2.4 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อความทนต่อการตัดโค้ง ความเหนียวและ ความแข็ง

ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารเติมแต่งต่อความทนต่อการตัดโค้ง ความเหนียวและ ความแข็งของตัวอย่างที่ได้จากงานวิจัยแสดงไว้ในตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 แสดงค่าความทนต่อการตัดโค้ง ความแข็งและความเหนียว ของวัสดุเชิงประกอบ ของแต่ละตัวอย่าง ที่ผ่านการเผาผืนที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน เป็นเวลา 120 นาที

อุณหภูมิ (องศา เซลเซียส)	สูตร	ความทนต่อการตัดโค้ง (เมกกะปาสกาล)	ความแข็งวิกเกอร์ (จิกกะปาสกาล)	ความเหนียว (เมกกะปาสกาล× เมตร <sup>0.5</sup> )
1300	H	15.17±2.67	2.10±0.03	0.63±0.08
	H30A15Z	13.90±0.63	0.48±0.07	0.49±0.04
	H25A20Z	12.58±0.16	0.38±0.07	0.42±0.02
	H20A25Z	12.17±0.26	0.40±0.08	0.46±0.03
1400	H	17.88±0.16	2.43±0.14	0.54±0.04
	H30A15Z	18.17±0.27	0.53±0.05	0.57±0.02
	H25A20Z	16.45±0.49	0.42±0.08	0.52±0.05
	H20A25Z	17.50±1.19	0.61±0.04	0.55±0.03
1500	H	13.73±0.10	-	-
	H30A15Z	45.10±2.27	3.73±0.05	0.91±0.04
	H25A20Z	45.60±2.24	3.67±0.14	1.01±0.03
	H20A25Z	34.23±2.18	1.80±0.05	1.04±0.06

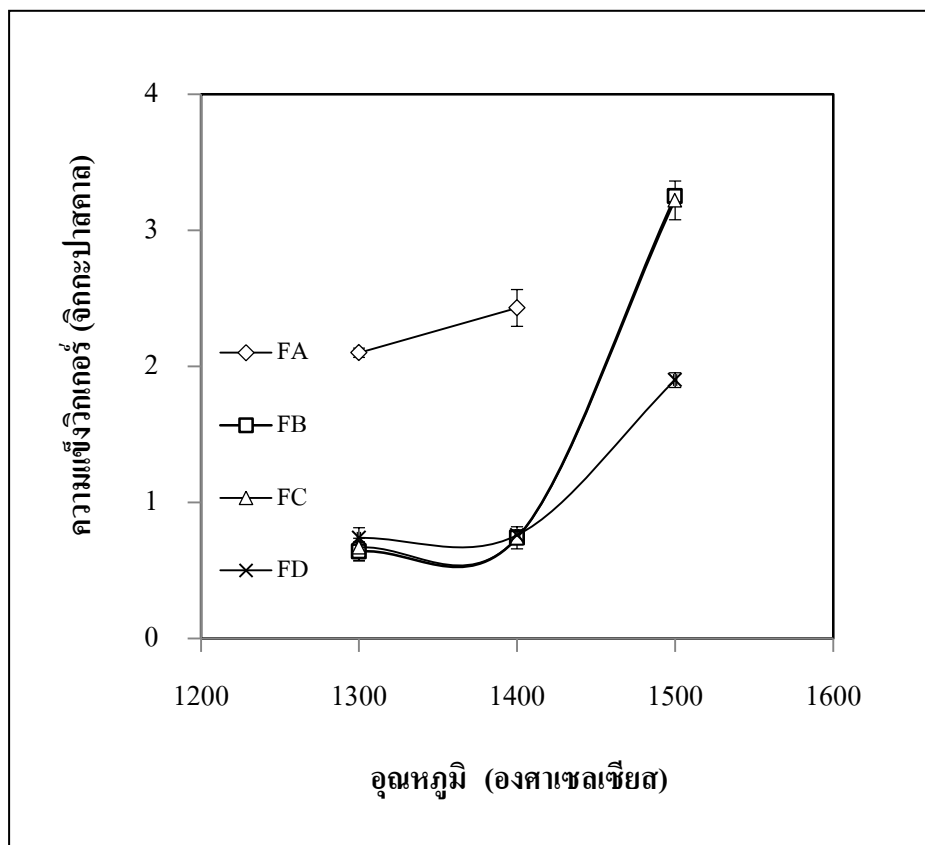


รูปที่ 4.24 แสดงค่าความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ

จากตารางที่ 4.5 และรูปที่ 4.24 เมื่อเติมอะลูมินาและ 4Y เซอร์โคเนียลงในไฮดรอกซี แอปาทิต เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิต่ำ (1300 และ 1400°C) พบว่ามีผลต่อความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบที่เปลี่ยนแปลงน้อยมาก เนื่องจากที่อุณหภูมิดังกล่าววัสดุเชิงประกอบไม่เกิดการสุกตัว จึงทำให้การเผาที่อุณหภูมิต่ำนี้ไม่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงของความทนต่อการตัดโค้ง แต่เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้น (1500°C) จะทำให้ความทนทานต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบมีค่าสูงขึ้น เนื่องจากการเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะทำให้วัสดุเชิงประกอบเกิดการสุกตัวมากขึ้นเป็นผลให้ความหนาแน่นสูงขึ้นด้วย ดังเหตุผลที่อธิบายไว้ในหัวข้อ 4.2.1 ส่วนการเติมอะลูมินาในปริมาณที่ลดลง ในขณะที่ปริมาณ 4Y เซอร์โคเนียเพิ่มขึ้นจะทำให้ความทนทานต่อการตัดโค้งลดลง เนื่องจาก 4Y เซอร์โคเนียมีผลให้อุณหภูมิการเผาที่สูงขึ้น ดังนั้นการเติมปริมาณเซอร์โคเนียซึ่งเป็นวัสดุที่มีจุดตัดที่อุณหภูมิสูง (ประมาณ 2715°C) (Cemail Aksel, 2003) เพิ่มขึ้นจึงทำให้ความหนาแน่นนั้นลดลงดังเหตุผลที่อธิบายไว้ในหัวข้อ 4.2.1 โดยที่การเติมอะลูมินาปริมาณร้อยละ 30+4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 15 โดยปริมาตร และอะลูมินาปริมาณร้อยละ 25+4Y เซอร์โคเนีย

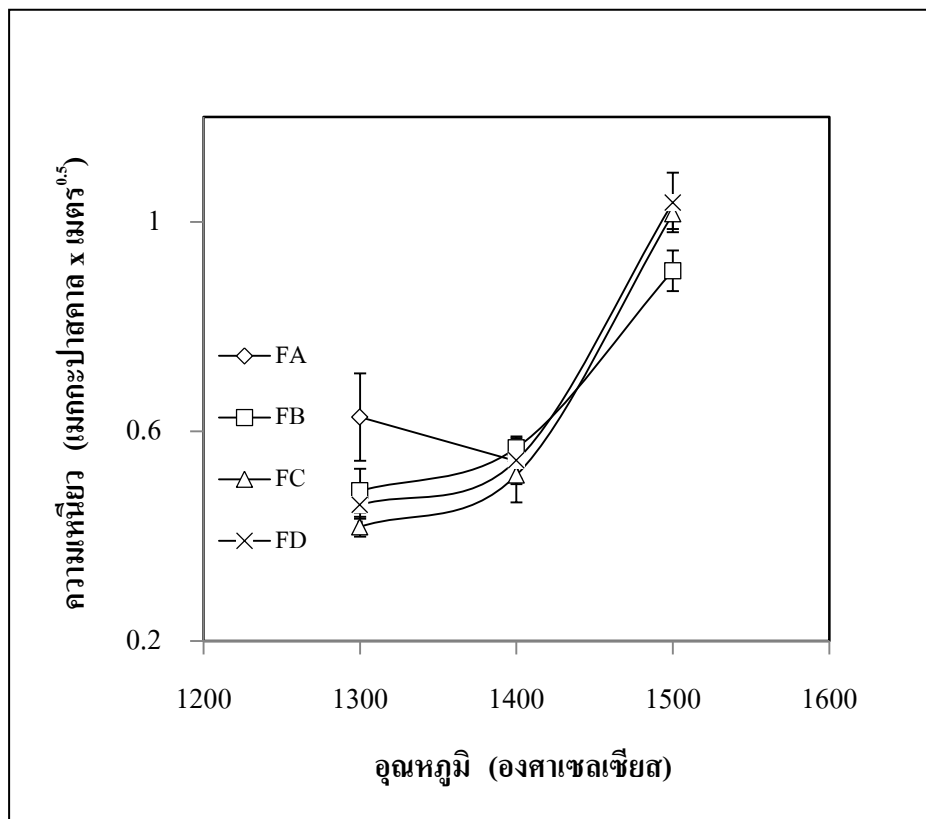


ร้อยละ 20 โดยปริมาตร ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500 °C มีค่าความทนต่อการดัดโค้งสูงสุดคือประมาณ 45 MPa ซึ่งมากกว่าไฮดรอกซีแอลไพบาไทต์ในปริมาณร้อยละ 100 โดยปริมาตร (ประมาณ 13-17 MPa)



รูปที่ 4.25 แสดงค่าความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่าง ๆ

ส่วนการศึกษาค่าความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบจากรายที่ 4.5 และรูปที่ 4.25 อะลูมินาที่เติมเข้าไปจะช่วยทำให้ไฮดรอกซีแอลไพบาไทต์มีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น เนื่องจากอะลูมินาเป็นวัสดุที่มีความแข็งแรงสูง ในขณะที่การเติม 4Y เซอร์โคเนียในปริมาณร้อยละ 15 20 และ 25 โดยปริมาตร เข้าไปนั้นจะส่งผลให้ค่าความแข็งแรงของวัสดุลดลงตามปริมาณของ 4Y เซอร์โคเนียที่เพิ่มขึ้น ซึ่งเป็นไปตามกฎ Rule of Mixture ของ (Y.Takano et al., 1998) ที่ได้อธิบายไว้ว่าวัสดุจะมีความแข็งแรงที่ดีได้นั้นจะขึ้นอยู่กับสารเติมแต่งที่ใช้ หากสารเติมแต่งที่ใช้มีปริมาณของวัฏภาคที่มีความแข็งแรงที่สูงในปริมาณมาก ก็จะส่งผลให้วัสดุที่ได้นั้นมีความแข็งแรงที่สูงขึ้นโดยค่าความแข็งแรงของอะลูมินามีค่าประมาณ 20 GPa ส่วนเซอร์โคเนียมีค่าประมาณ 9.4 GPa



รูปที่ 4.26 แสดงค่าความหนึยวของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่าง ๆ

จากตารางที่ 4.5 และรูปที่ 4.26 พบว่า การเผาผนึกวัสดุเชิงประกอบที่อุณหภูมิต่ำ (1300 และ 1400°C) โดยการเติม 4Y เซอร์โคเนียในปริมาณแตกต่างกัน มีผลต่อการเปลี่ยนความหนึยวของวัสดุเชิงประกอบเพียงเล็กน้อย เมื่อทำการเผาผนึกที่อุณหภูมิสูงขึ้น (1500°C) แต่การเติม 4Y เซอร์โคเนียมีผลทำให้ความหนึยวของวัสดุเชิงประกอบมีค่าสูงขึ้น โดยที่เติม 4Y เซอร์โคเนียในปริมาณร้อยละ 15 20 และ 25 โดยปริมาตรเข้าไป พบว่าค่าความหนึยวของไฮดรอกซีแอปพาไทต์-อะลูมินาจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณของ 4Y เซอร์โคเนียที่เพิ่มขึ้น เนื่องมาจากการเติม 4Y เซอร์โคเนียในวัสดุจะส่งผลให้เกิดวัฏภาคของ  $t\text{-ZrO}_2$  ขึ้นภายในวัสดุ ซึ่งสอดคล้องกับคำอธิบายตามรูปที่ 4.15-4.18 (ในหัวข้อที่ 4.2.2) ซึ่งการมีปริมาณวัฏภาค  $t\text{-ZrO}_2$  มากขึ้นนี้ชิ้นงานจะมีความหนึยวเพิ่มขึ้น (R.W. Cahn et al, 1993) เนื่องจากการเกิดความหนึยวจะเกิดจากเปลี่ยนวัฏภาคเมื่อมีรอยร้าวเริ่มต้นเกิดขึ้นภายในชิ้นงาน และมีความเค้นขึ้นรอบ ๆ รอยร้าว ซึ่งความเค้นนี้จะทำให้เซอร์โคเนียเปลี่ยนวัฏภาคจาก  $t\text{-ZrO}_2$  เป็น  $m\text{-ZrO}_2$  และเกิดการเปลี่ยนแปลงปริมาตรขยายตัวขึ้นอย่างมาก ส่งผลให้เกิดความเค้นกดอัดบริเวณปลายของรอยร้าว ทำให้รอยร้าวไม่สามารถวิ่งต่อไปได้ทำให้วัสดุมีความหนึยว จึง

เป็นสาเหตุทำให้วัสดุที่เติม 4Y เซอร์โคเนียมีค่าความเหนียวที่สูงขึ้น และเมื่ออุณหภูมิในการเผาขึ้นสูง ค่าความเหนียวของวัสดุจะมีแนวโน้มสูงขึ้น โดยที่การเติมอะลูมินาปริมาณร้อยละ 20+4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 25 โดยปริมาตร ผ่านการเผาขึ้นที่อุณหภูมิ 1500 °C มีค่าความเหนียวสูงที่สุดคือเท่ากับ  $1.04 \pm 0.06 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$



## บทที่ 5

### สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการวิจัย

การศึกษาผลของปริมาณของสารเติมแต่งสมบัติ และภาวะตัวแปรที่ใช้ในการเผาผนึกของวัสดุเชิงประกอบนั้น ในการทดลองพบว่าสามารถทำให้ชิ้นงานที่ผลิตได้มีสมบัติหลายด้านที่ดีขึ้น โดยสามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

1. เมื่อเติมอะลูมินาและเซอร์โคเนียเข้าไปในไฮดรอกซีเอปาทาइट พบว่ามีความแข็งแรงของไฮดรอกซีเอปาทาइटเพิ่มขึ้น และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาผนึกก็พบว่าความแข็งแรงมีค่าเพิ่มขึ้น เนื่องจากมีการสุกตัวมากขึ้น โดยค่าความแข็งแรงที่สูงสุดมีค่าเท่ากับ  $45.6 \pm 2.24$  ซึ่งมีค่ามากกว่าไฮดรอกซีเอปาทาइट (13.73 – 17.88 MPa) ประมาณ 150%

2. การเติมอะลูมินาร้อยละ 30 โดยปริมาตรเข้าไปในไฮดรอกซีเอปาทาइटมีผลให้ความแข็งแรงของไฮดรอกซีเอปาทาइटเพิ่มขึ้น โดยการเผาผนึกที่อุณหภูมิ  $1500^{\circ}\text{C}$  จะมีค่าความแข็งแรงสูงสุดคือมีค่าเท่ากับ  $3.25 \pm 0.05$  ซึ่งมีค่ามากกว่าไฮดรอกซีเอปาทาइट (2.1 – 2.43 GPa) ประมาณ 50%

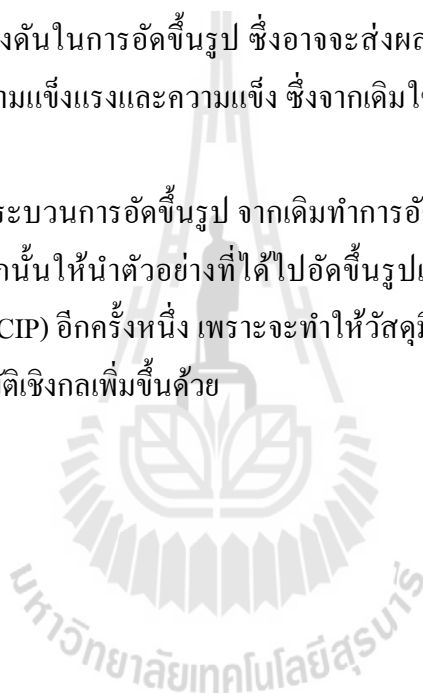
3. การเติมสารเติมแต่งเซอร์โคเนียในไฮดรอกซีเอปาทาइट-อะลูมินามีผลทำให้ความเหนียวของไฮดรอกซีเอปาทาइट-อะลูมินามีค่าเพิ่มขึ้น โดยค่าความเหนียวที่สูงสุดจะมีปริมาณเซอร์โคเนียร้อยละ 25 โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิการเผาผนึกที่  $1500^{\circ}\text{C}$  คือมีค่าเท่ากับ  $1.04 \pm 0.06 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$  ซึ่งมีค่ามากกว่า ไฮดรอกซีเอปาทาइट ( $0.54 - 0.63 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$ ) ประมาณ 100%

4. การเติมเซอร์โคเนียที่มากขึ้น เป็นผลให้เกิดวิฤภาคของ  $t\text{-ZrO}_2$  ในวัสดุเชิงประกอบเพิ่มขึ้น ซึ่งวิฤภาคดังกล่าวมีผลในการช่วยเพิ่มความเหนียวให้กับวัสดุ โดยกระบวนการการเกิดความเหนียวโดยอาศัยการเปลี่ยนวิฤภาคจาก  $t\text{-ZrO}_2$  ไปเป็น  $m\text{-ZrO}_2$  จึงเป็นสาเหตุทำให้วัสดุเชิงประกอบที่เติม เซอร์โคเนียมีค่าความเหนียวที่สูงขึ้น

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

ในการวิจัยและทดลองนี้สามารถปรับปรุงและพัฒนาขั้นต่อไปได้ดังนี้

1. การเพิ่มอุณหภูมิในการเผาผนึก ซึ่งอาจจะส่งผลทำให้วัสดุมีการสุกตัวมากขึ้น และทำให้ความหนาแน่นของวัสดุมีค่ามากขึ้น
2. การลดปริมาณส่วนผสมของอะลูมินาและเซอร์โคเนีย ซึ่งเป็นวัสดุที่มีอุณหภูมิในการสุกตัวที่สูง โดยการลดปริมาณส่วนผสมทั้งสองจะช่วยลดอุณหภูมิการสุกตัวของวัสดุลง ทำให้ความหนาแน่นของวัสดุมีค่าสูงขึ้น ซึ่งอาจจะส่งผลให้ได้วัสดุที่มีสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งด้านความแข็งแรงและความแข็ง
3. การเพิ่มแรงดันในการอัดขึ้นรูป ซึ่งอาจจะส่งผลให้ได้วัสดุที่มีสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งด้านความแข็งแรงและความแข็ง ซึ่งจากเดิมใช้แรงดันในการอัดขึ้นรูป 11 ตันต่อ 160 ตารางมิลลิเมตร
4. การศึกษากระบวนการอัดขึ้นรูป จากเดิมทำการอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดแบบไฮดรอลิกเพียงอย่างเดียว หลังจากนั้นให้นำตัวอย่างที่ได้ไปอัดขึ้นรูปแบบใช้ความดันเท่ากันทุกทิศทาง (Cold isostatic pressing, CIP) อีกครั้งหนึ่ง เพราะจะทำให้วัสดุมีความหนาแน่นมากกว่าเดิม ส่งผลให้วัสดุเชิงประกอบมีสมบัติเชิงกลเพิ่มขึ้นด้วย

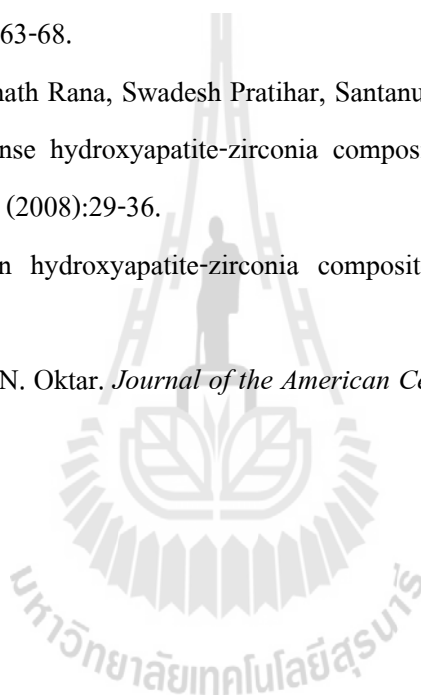


## เอกสารอ้างอิง

- จิตติ รินเสนา. (2552). การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-อะลูมิเนียม แบบอัดซ้อน. วิทยานิพนธ์ปริญญาโท สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี.
- สุรพงษ์ เพชรวัตร. (2552). ผลของเซอร์โคเนียที่มีต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-โครเมีย. วิทยานิพนธ์ปริญญาโท สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี.
- อนุรัตน์ ภูวนคำ. (2548). การพัฒนาวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย สำหรับงานทางวิศวกรรม. วิทยานิพนธ์ปริญญาโท สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี.
- ปรีดา พิมพ์ขาวขำ. (2539). เซรามิกส์. (พิมพ์ครั้งที่ 4). กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- อนุรัตน์ ภูวนคำ. (2548). การพัฒนาวัสดุเชิงประกอบ อะลูมินา-มุลไลต์-เซอร์โคเนีย สำหรับงานทางวิศวกรรม. วิทยานิพนธ์ปริญญาโท สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี.
- American Society for Testing and Material (ASTM). (1991). Standard Test Method for Water Absorption, Bulk density, Apparent Porosity, and Specific Gravity for Fired Whiteware Products. **ASTM C373-88**. New York: ASTM.
- American Society for Testing and Material (ASTM). (1996). Standard Test Method for Flexural Strength of Advance Ceramic at Ambient Temperature. **ASTM C1161-90**. New York: ASTM.
- Anstis, G.P., Chantikul, P., Lawn, B.R., and Marshall, D.B. (1981). A Critical evolution of indentation techniques for mearsuring fracture toughness: I, direct crack measurements. **Journal of American Ceramic Society**. 64: 533-538.
- Akira Chiba, Shuuichi Kimura, K.Raghukandan, Yasuhiro Morizono. Effect of alumina addition on hydroxyapatite biocomposites fabricated by underwater-shock compaction. *Materials Science and Engineei g*, A350(2003): 179-183.
- A. Rapacz-Kmita, A. Slosarczyk, Z. Paszkiewicz, C. Paszkiewicz. Phase stability of hydroxyapatite-zirconia (HAp- ZrO<sub>2</sub>)composites for bone replacement. *Journal of Molecular Structure*, 704(2004):333-340.

- B. Viswanath, N. Ravishankar. Interfacial reaction in hydroxyapatite/alumina nanocomposites. *Scripta Materialia*, 55(2006): 863-866.
- Cemail Aksel. (2003). Mechanical properties and thermal shock behaviour of alumina-mullite-Ceramics zirconia and alumina-mullite refractory material by slip casting. *International. (29)*:311-316.
- Chin-Yi Chiu, Hsiu-Ching Hsu, Wei-Hsing Tuan .Effect of zirconia addition on the microstructural evolution of porous hydroxyapatite. *Ceramics International* , 33(2007): 715-718.
- Hornng Yih Juang, Min Hsiung Hon. Fabrication and mechanical properties of hydroxyapatite – alumina composites. *Materials Science and Engineering*, C2 (1994): 77-81.
- J. Li, B. Fartash, L. Hermansson. Hydroxyapatite-alumina composites and bone-bonding. *Biomaterials* ,16 (1995): 417-422.
- J. Li, H. Liao, L. Hermansson. Sintering of partially-stabilized zirconia and partially-stabilized zirconia- hydroxyapatite composites by hot isostatic pressing and pressureless sintering. *Biomaterials* ,17 (1996): 1787-1790.
- Masahiro Inuzuka, Satoshi Nakamura, Shigeki Kishi, Katsumi Yoshida, Kazuaki Hashimoto, Yoshitomo Toda, Kimihiro Yamashita. Hydroxyapatite-doped zirconia for preparation of biomedical composites ceramics. *Solid State Ionics* , 172 (2004): 509-513.
- Norimichi Kawashima, Kawan Soetanto, Ken-ichi Watanabe, Kenji Ono, Takashi Matsuno. The surface characteristics of the sintered body of hydroxyapatite-zirconia composite particles. *Colloids and Surface B:Biointerface* ,10(1997):23-27.
- P.Pankaew, L.Pinyo, N.Wuttiphan, P.Chantikul. 10vol%alumina hydroxyapatite/3 mol% yttria tetragonal zirconia belayed composite fabricated by die pressing. *National Metal and Materials Technology Center* , 2006.
- Qingling Wang, Shirong Ge, Dekun Zhang. Nano-mechanical properties and biotribological behaviors of nanosized HA/partially-stabilized zirconia composites. *Wear*, 259 (2005):952-957.
- R. Ramachandra Rao, T.S. Kannan. Synthesis and sintering of hydroxyapatite-zirconia composites. *Materials Science and Engineering* ,C20(2002): 187-193.

- Viviane V.Silva, Fernando S. Lamerias, Rosana Z. Domingues, Microstructure and mechanical properties study of zirconia – hydroxyapatite(ZH) composite ceramics for biomedical applications. *Composites Science and Technology* , 61 (2001): 301-310.
- Young-Min Kong, Chang-Jun Bae, Su-Hae-Won Kim, Hyoun-Ee Kim . Improvement in biocompatibility of  $ZrO_2$ -  $Al_2O_3$  nano – composite by addition of HA. *Biomaterials*, 26 (2005): 509-517.
- Young – Min Kong, Sona Kim, Hyoun – Ee Kim. Reinforcement of Hydroxyapatite Bioceramic by Addition of  $ZrO_2$  Coated with  $Al_2O_3$ . *Journal of the American Ceramic Society* ,82[11] (1999):2963-68.
- Yougojoti Nayak, Raghunath Rana, Swadesh Pratihar, Santanu Bhattacharyya. Low-Temperature processing of dense hydroxyapatite-zirconia composites. *Journal of Applied Ceramic Technology* , 5[1] (2008):29-36.
- Zafer Evis. Reactions in hydroxyapatite-zirconia composites. *Ceramics International*, 22 (2007):987-991.
- Z.E. Erkmen, Y. Genc, F.N. Oktar. *Journal of the American Ceramic Society*, 90[9] (2007):2885-2892.





## ประวัติผู้วิจัย

1. ชื่อ(ภาษาไทย) ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุขเกษม กังวานตระกูล  
(ภาษาอังกฤษ) Assist. Prof. Dr.Sukasem Kangwantrakool
2. รหัสประจำตัวนักวิจัยแห่งชาติ 42500056
3. เลขหมายประจำตัวประชาชน 3-3099-00294-82-5
4. ตำแหน่งปัจจุบัน หัวหน้าสาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก
5. ที่ทำงาน สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์  
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี จ.นครราชสีมา 30000  
โทรศัพท์ 0-4422-4471 โทรสาร 0-4422-4612  
โทรศัพท์มือถือ 089-845-0557 E-mail: [sukasemk@yahoo.com](mailto:sukasemk@yahoo.com)

## 6. ประวัติการศึกษา

ปีที่สำเร็จการศึกษา	ระดับปริญญา	ชื่อปริญญา	สาขาวิชา	สถาบันการศึกษา	ประเทศ
2546	ปริญญาเอก	D.Eng.	วิศวกรรมวัสดุศาสตร์	Hokkaido University	ญี่ปุ่น
2540	ปริญญาโท	วทม.	เทคโนโลยีเซรามิก	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย	ไทย
2537	ปริญญาตรี	วทบ.	เทคโนโลยีการผลิต	สถาบันราชภัฏพระนคร กรุงเทพฯ	ไทย

## 7. สาขาวิชาที่เชี่ยวชาญ

- วัสดุโลหะ และ เซรามิกพื้นฐาน
- กระบวนการขึ้นรูปวัสดุเซรามิกขั้นสูง
- เซรามิกชีวภาพ(สัลยกรรมวัสดุ) ได้แก่ HA/HDPE composite
- วัสดุเซรามิกขั้นสูง ได้แก่  $Al_2O_3$ ,  $ZrO_2$ , WC, TiC, SiC,  $Si_3N_4$  เป็นต้น
- วัสดุเชิงประกอบ ได้แก่  $Al_2O_3$ -TiC,  $Al_2O_3$ -SiC,  $Al_2O_3$ - $Al_2O_3$ , WC-Co composite เป็นต้น

## 8. ผลงานวิจัย

- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara; "Preparation of New WC-Co/TiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite Materials with Mechanically Coated Particles," *Journal of Chemical Engineering of Japan*, 2001; 34(12):1486-1492.
- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara; "New Design of Microstructure of WC-Co/TiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite Materials by Mechanical Coating of Particles," *Journal of the Japan Society Powder and Powder Metallurgy*, 2002; 49(12): 1070-1075.
- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara, "Hot Hardness of WC-Co/TiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite Materials," *Journal of Chemical Engineering of Japan*, 2002; 35(9): 893-899.
- **S. Kangwantrakool**, B. Golman and K. Shinohara; "Quantitative Characterization of Microstructure of WC-Co/TiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite Materials with Relate to Mechanical Properties," *Journal of Chemical Engineering of Japan*, 2003; 36(1): 49-56.
- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara; "Sintering Behavior of Mechanically Coated WC-Co/TiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Particles by High-speed Rotational Impact Blending," *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2003; 21: 171-182.
- J. Suwanprateeb, S. Tiemprateeb, **S. Kangwantrakool** and K. Hemachadra: The Role of Filler Volume Fraction in the Strain Rate Dependence of Calcium Carbonate Reinforced Polyethylene, *Journal of Applied Polymer Science*, 1998; 70: 1717-1724.

## 9. ผลงานวิชาการอื่น ๆ

- **สุขเกษม กังวานตระกูล**: Hot Isostatic Press (HIP) of Materials, Proceeding of Annual Meeting of the Thai Ceramic Society of Thailand, Bangkok (1994).
- **สุขเกษม กังวานตระกูล**; "Ceramic Cutting Tools: Part I", วารสารเทคโนโลยีวัสดุ (MTEC), 2542; 16: 20-23.
- **สุขเกษม กังวานตระกูล**; "Ceramic Cutting Tools: Part II", วารสารเทคโนโลยีวัสดุ (MTEC), 2542; 7: 60-64.
- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara; "Advanced Preparation of WC-Co/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC Surface Composite Particles for Sintered Materials," Proceeding of the First Asian Particle Technology Symposium (APT 2000), Bangkok, Thailand, CD-ROM, pp. S-II (2)-3#0076 (2000).

- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara; “Proper Composition of Coated Particles for New Cemented Carbide Material,” Proceeding of 34<sup>th</sup> Autumn Meeting of the Society of Chemical Engineering of Japan, Sapporo, CD-ROM, pp.R109(2001).
- **S. Kangwantrakool** and K. Shinohara; “Microstructure of WC-Co/TiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite Materials Prepared from Coated Particles by Rotational Impact Blending,” Proceeding of Annual Spring Meeting of the Powder Technology Society of Japan, Kyoto, pp.106 (2002).

