

บทที่ 4

ผลการทดลอง และ อภิปรายผล

4.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้น

4.1.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงไฮดรอกซีแอปาทิต

ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของผงไฮดรอกซีแอปาทิตแสดงในตารางที่ 4.1

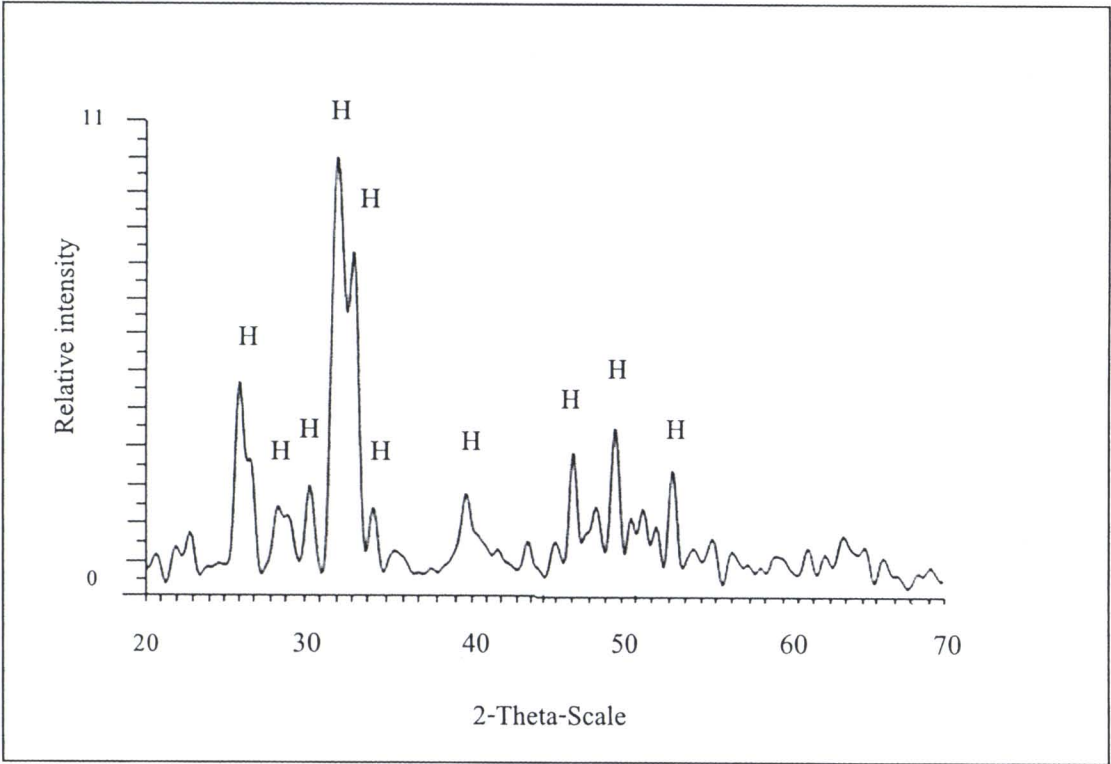
ตารางที่ 4.1 ลักษณะเฉพาะของผงไฮดรอกซีแอปาทิต

ลักษณะเฉพาะ	ค่าที่วัดได้
ความถ่วงจำเพาะ	3.2
การกระจายขนาดอนุภาค (ไมครอน) - ขนาดที่เล็กกว่า 0.71 - ขนาดที่เล็กกว่า 7.11 - ขนาดที่เล็กกว่า 29.72	ร้อยละ 10 ร้อยละ 50 ร้อยละ 90
องค์ประกอบทางเคมี (ร้อยละโดยน้ำหนัก) *	
Ca ₃ (PO ₄) ₂	90.0
H ₂ O	5.0
SO ₄	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
วัสดุภาค	Ca ₃ (PO ₄) ₂

หมายเหตุ:* ข้อมูลจาก บริษัท ฟลูก้า จำกัด

4.1.1.1 การวิเคราะห์ทางวิทยาศาสตร์ของผงไฮดรอกซีแอพาไทต์

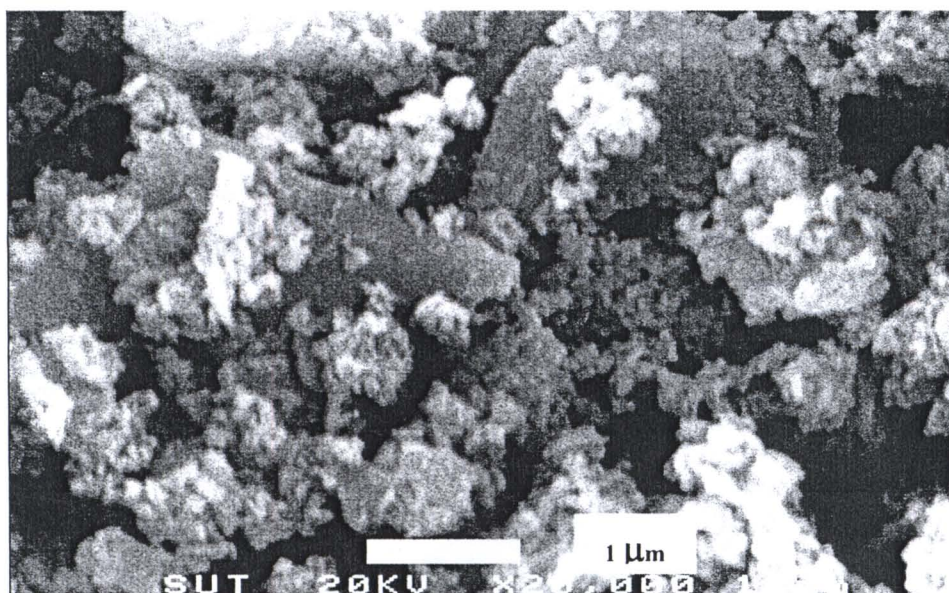
การวิเคราะห์หัตถ์ภาพ ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) แพทเทิร์น (Peak) ที่แสดงในรูปที่ 4.1 พบว่า พิกที่มีความเข้ม (Intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 31.80 องศา พิกที่มีความเข้มขึ้นรองลงมาอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 33.0 และ 32.50 องศา ตามลำดับ มีวัฏภาคอยู่ในรูปไฮดรอกซีแอพาไทต์(HAp) (Card number 00-009-0432) เพียงวัฏภาคเดียว



รูปที่ 4.1 XRD แพทเทิร์นของผงไฮดรอกซีแอพาไทต์โดย H แสดงวัฏภาคไฮดรอกซีแอพาไทต์

4.1.2.2 การวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างของผงไฮดรอกซีแอพาไทต์

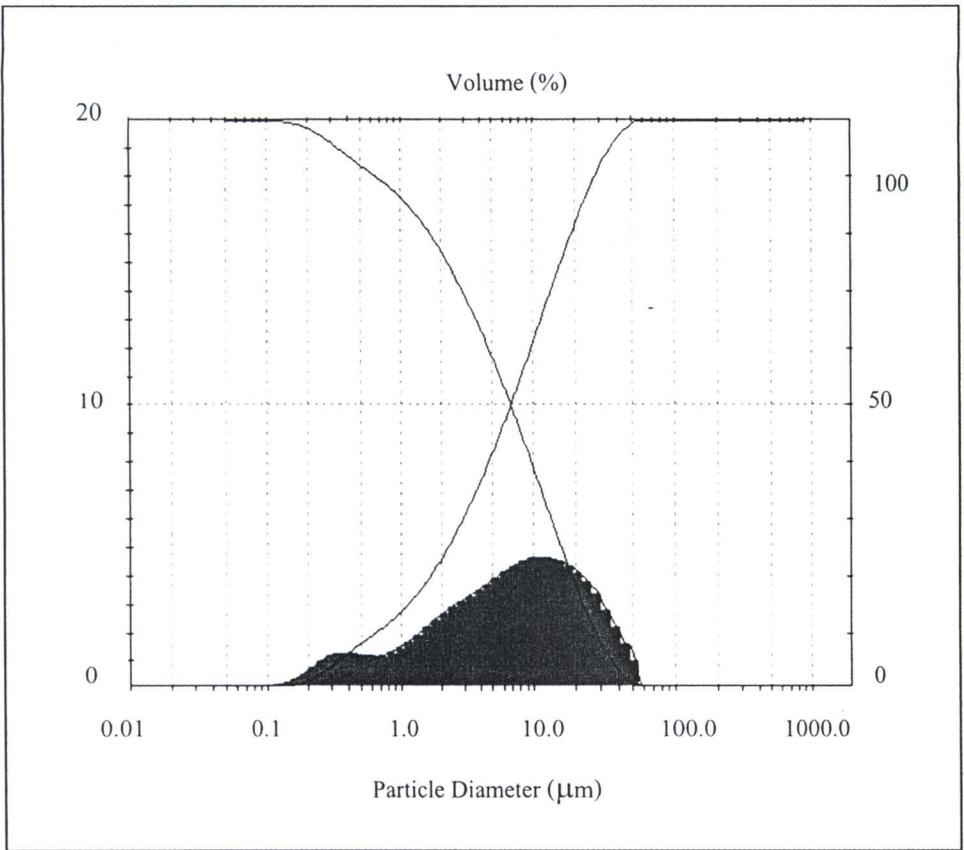
รูปไมโครกราฟจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) แสดงในรูปที่ 4.2 พบว่าผงไฮดรอกซีแอพาไทต์มีรูปร่างไม่สม่ำเสมอ (Irregular shape) มีอนุภาคนาขนาดใหญ่ปะปนอยู่กับอนุภาคนาขนาดเล็ก มีขนาดอนุภาคค่อนข้างละเอียดอยู่ในช่วงประมาณ 0.1 ถึง 0.5 ไมครอน



รูปที่ 4.2 รูปไมโครกราฟของผงไฮดรอกซีแอปาทิตจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

4.1.1.3 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงไฮดรอกซีแอปาทิต

รูปแบบการกระจายขนาดอนุภาคของไฮดรอกซีแอปาทิตจากการศึกษาด้วยเครื่องมือวัดขนาดอนุภาค โดยอาศัยการกระเจิงและเลี้ยวเบนของลำแสงเลเซอร์แสดงในรูปที่ 4.3 พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่ปริมาณสะสมร้อยละ 50 มีค่าเท่ากับ 7.11 ไมครอน



รูปที่ 4.3 แสดงการกระจายขนาดอนุภาคของไฮดรอกซีแอพาไทต์

4.1.2 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา

ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา แสดงในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ลักษณะเฉพาะของผงอะลูมินา

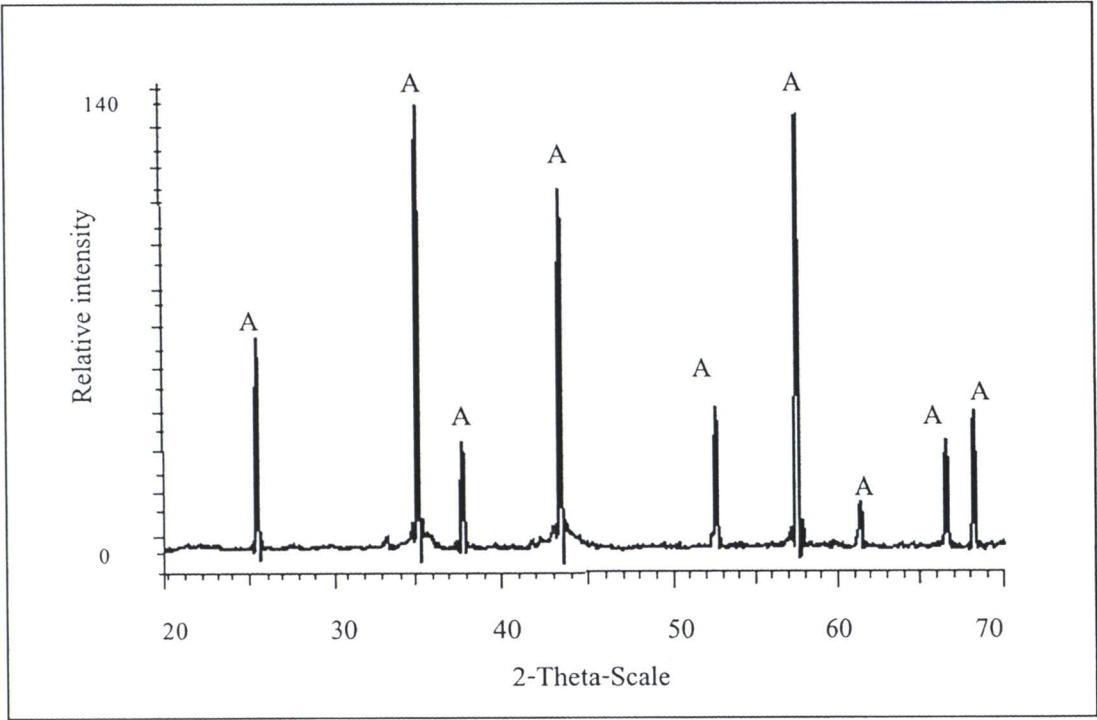
ลักษณะเฉพาะ	ค่าที่วัดได้
ความถ่วงจำเพาะ	3.69
การกระจายขนาดอนุภาค (ไมครอน)	
- ขนาดที่เล็กกว่า 0.39	ร้อยละ 10
- ขนาดที่เล็กกว่า 5.45	ร้อยละ 50
- ขนาดที่เล็กกว่า 13.30	ร้อยละ 90
องค์ประกอบทางเคมี (ร้อยละโดยน้ำหนัก) *	
Al ₂ O ₃	95.0
Na ₂ O	0.3
SiO ₂	0.2
CaO	0.1
Fe ₂ O ₃	0.02
อื่น ๆ	4.38
วัฏภาค	α- Al ₂ O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

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

จากการศึกษาอะลูมินาที่มีความบริสุทธิ์สูง (ร้อยละ 99.5 โดยน้ำหนัก) จะมีสมบัติเชิงกลสูงด้วย แต่การวิจัยครั้งนี้ใช้อะลูมินาที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 95 โดยน้ำหนัก เนื่องจากเป็นวัตถุดิบที่มีอยู่แล้วและลดต้นทุนในการผลิต

4.1.2.1 การวิเคราะห์ทางวิทยาของผงอะลูมินา

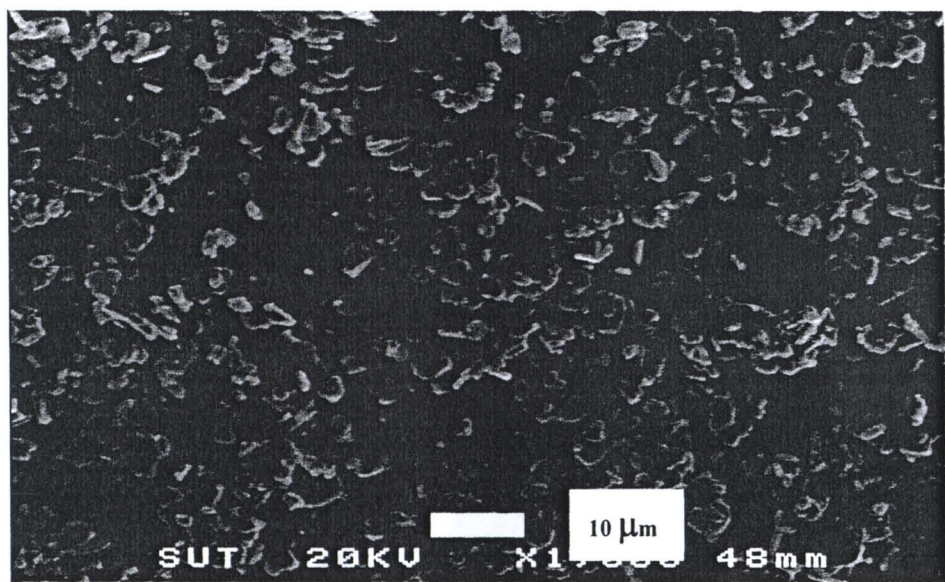
การวิเคราะห์ทางวิทยา ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) แพทเทิร์น (Peak) ที่แสดงในรูปที่ 4.4 พบว่า พิกที่มีความเข้ม (Intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 35.13 องศา พิกที่มีความเข้มขึ้นรองลงมาอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 57.51 และ 43.36 องศา ตามลำดับ มีวิทยาอยู่ในรูปแอลฟา- อะลูมินา (α - Al_2O_3) (Card number 00-010-0173) เพียงวิทยาเดียว



รูปที่ 4.4 XRD แพทเทิร์นของผงอะลูมินา โดย A แสดงวิทยาแอลฟา- อะลูมินา

4.1.2.1 การวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างของผงอะลูมินา

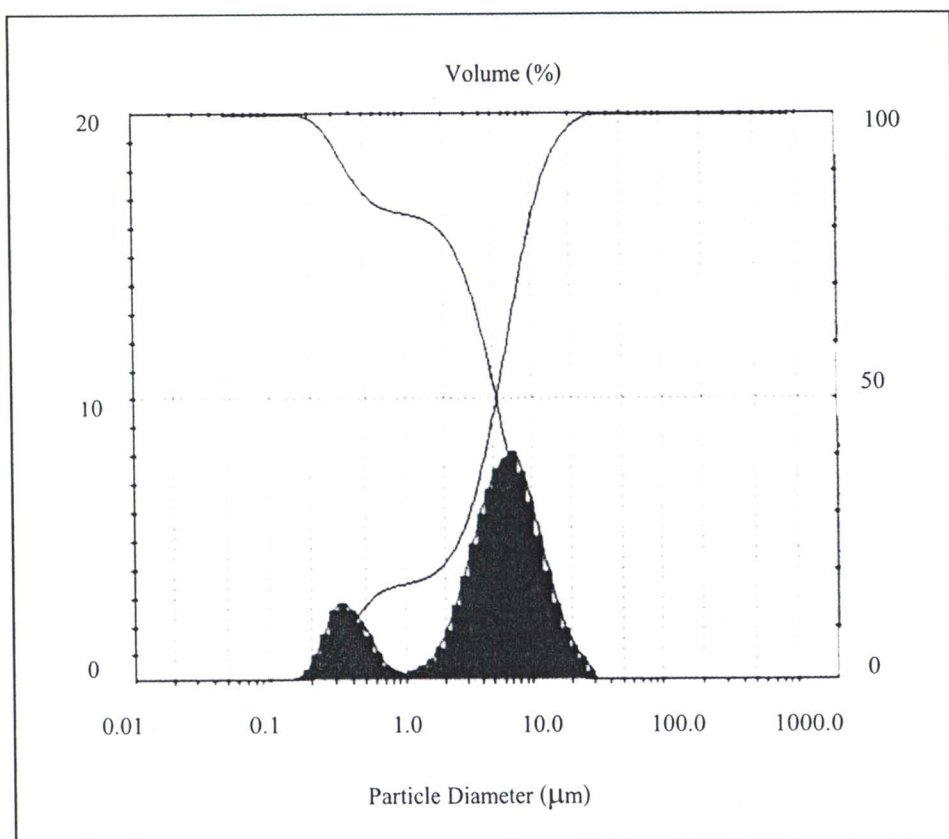
รูปไมโครกราฟจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) แสดงในรูปที่ 4.5 พบว่าผงอะลูมินามีรูปร่างไม่สม่ำเสมอ (Irregular shape) มีอนุภาคนาขนาดใหญ่ปะปนอยู่กับอนุภาคนาขนาดเล็ก มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วงประมาณ 1 ถึง 10 ไมครอน



รูปที่ 4.5 รูปไมโครกราฟของผงอะลูมินาจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

4.1.2.3 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงอะลูมินา

รูปแบบการกระจายขนาดอนุภาคของอะลูมินา จากการศึกษาคู่ด้วยเครื่องมือวัดขนาดอนุภาค โดยอาศัยการกระเจิงและเลี้ยวเบนของลำแสงเลเซอร์แสดงในรูปที่ 4.6 พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่ปริมาณสะสมร้อยละ 50 มีค่าเท่ากับ 5.45 ไมครอน



รูปที่ 4.6 การกระจายขนาดอนุภาคของอะลูมินา

4.1.3 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงเซอร์โคเนีย

ผลการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของผงเซอร์โคเนีย แสดงในตารางที่ 4.3

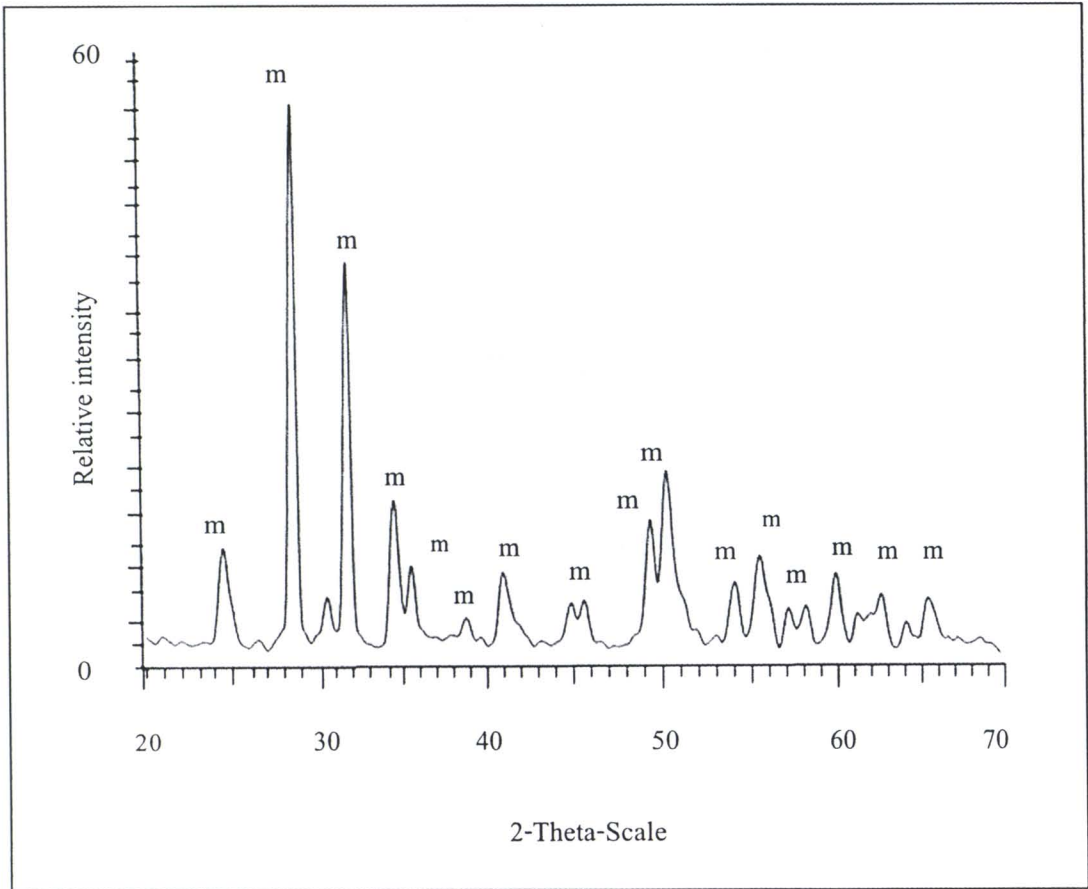
ตารางที่ 4.3 ลักษณะเฉพาะของผงเซอร์โคเนีย

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

หมายเหตุ:* ข้อมูลจาก บริษัท รีเดอร์ เดอ ฮัท จำกัด

4.1.3.1 การวิเคราะห์ทางวัฏภาคของผงเซอร์โคเนีย

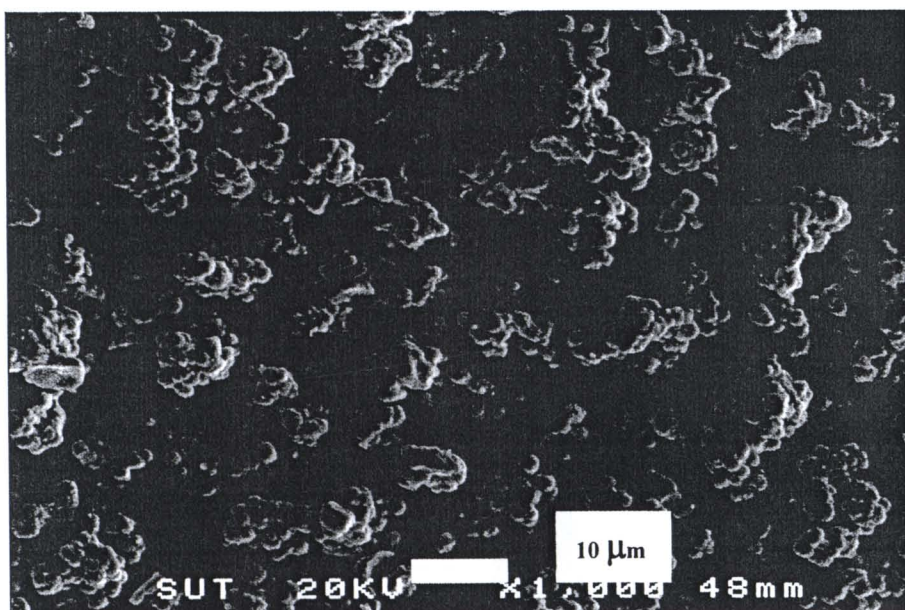
การวิเคราะห์วัฏภาค ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) แพทเทิร์น (Peak) ที่แสดงในรูปที่ 4.7 พบว่า พิกที่มีความเข้ม (Intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 28.17 องศา พิกที่มีความเข้มขึ้นรองลงมาอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 31.46 และ 50.11 องศา ตามลำดับ มีวัฏภาคอยู่ในรูปโมโนคลินิก-เซอร์โคเนีย (m-ZrO₂) (Card number 00-037-1484) เพียงวัฏภาคเดียว



รูปที่ 4.7 XRD แพทเทิร์นของผงเซอร์โคเนีย โดย m แสดงวัฏภาค
โมโนคลินิก- เซอร์โคเนีย (m-ZrO₂)

4.1.3.2 การวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างของผงเซอร์โคเนีย

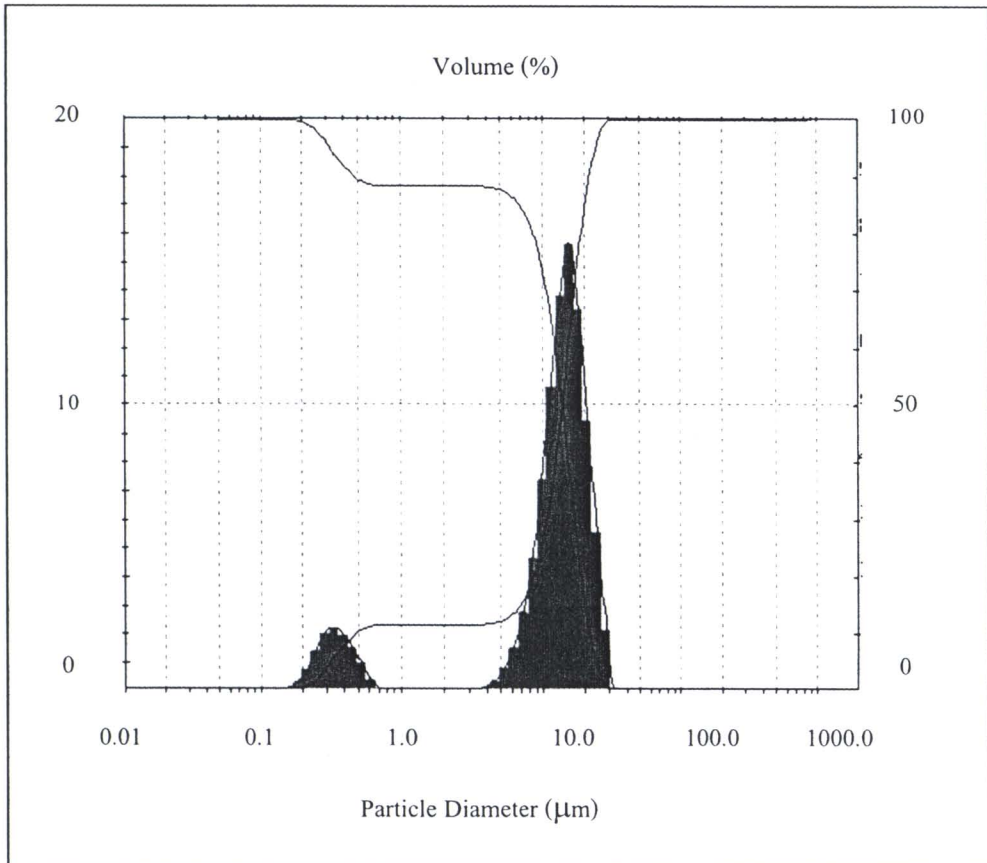
รูปไมโครกราฟจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) แสดงในรูปที่ 4.8 พบว่าผงเซอร์โคเนียมีรูปร่างไม่สม่ำเสมอ (Irregular shape) มีการกระจายตัวที่แคบและจับตัวกันเป็นก้อน มีขนาดอนุภาคค่อนข้างใหญ่อยู่ในช่วงประมาณ 1 ถึง 20 ไมครอน



รูปที่ 4.8 รูปไมโครกราฟของผงเซอร์โคเนียจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

4.1.3.3 การวิเคราะห์การกระจายขนาดของผงเซอร์โคเนีย

รูปแบบการกระจายขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนีย จากการศึกษาคู่ด้วยเครื่องมือวัดขนาดอนุภาค โดยอาศัยการกระเจิงและเลี้ยวเบนของลำแสงเลเซอร์แสดงใน รูปที่ 4.9 พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่ปริมาณสะสมร้อยละ 50 มีค่าเท่ากับ 13.67 ไมครอน

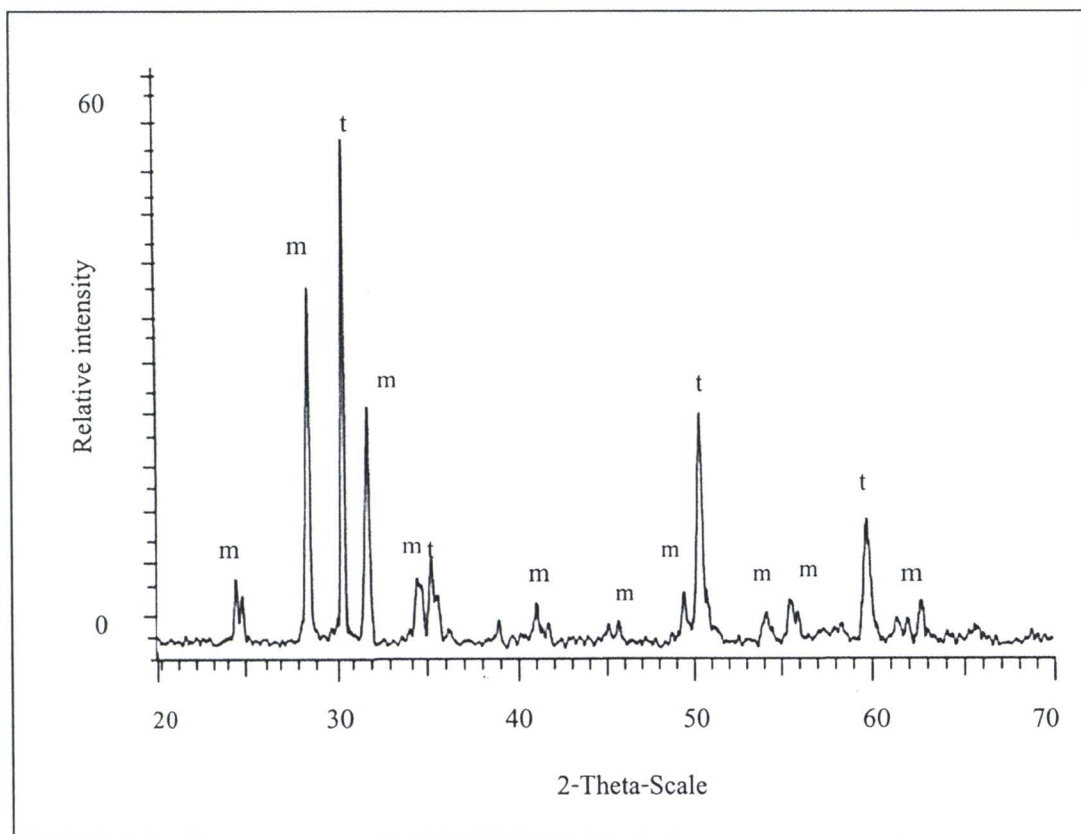


รูปที่ 4.9 แสดงการกระจายขนาดอนุภาคของเซอร์โคเนีย

4.1.4 การศึกษาลักษณะเฉพาะของผงเซอร์โคเนียที่ผ่านการทำให้เสถียรโดยใช้ 4% โมล อิตเทียมออกไซด์ (4Y)

4.1.4.1 การวิเคราะห์ทางวิทยาของผงเซอร์โคเนียที่ผ่านการทำให้เสถียรโดยใช้ 4% โมลอิตเทียมออกไซด์ (4Y)

การวิเคราะห์ห้วภาค ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (XRD) แพทเทิร์น (Peak) ที่แสดงในรูปที่ 4.10 พบว่า มีพีคของเตตระโกนอลเซอร์โคเนียเกิดขึ้น ซึ่งพีคเตตระโกนอลเซอร์โคเนียที่มีความเข้ม (Intensity) สูงสุดอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 30.14 องศา พีคที่มีความเข้มขึ้นรองลงมาอยู่ที่มุม 2θ เท่ากับ 50.23 และ 59.76 องศา ตามลำดับ (Card number 01-070-4430)



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

4.2

ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อลักษณะเฉพาะและสมบัติเชิงกลของวัสดุ

เชิงประกอบไฮดรอกซีแอลาไทต์-อะลูมินา/เซอร์โคเนีย หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิแตกต่างกันเป็นเวลา 120 นาที

4.2.1

ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อความหนาแน่น

ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารเติมแต่งต่อความหนาแน่นของแต่ละตัวอย่างแสดงไว้ในตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4

แสดงค่าความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบแต่ละตัวอย่าง

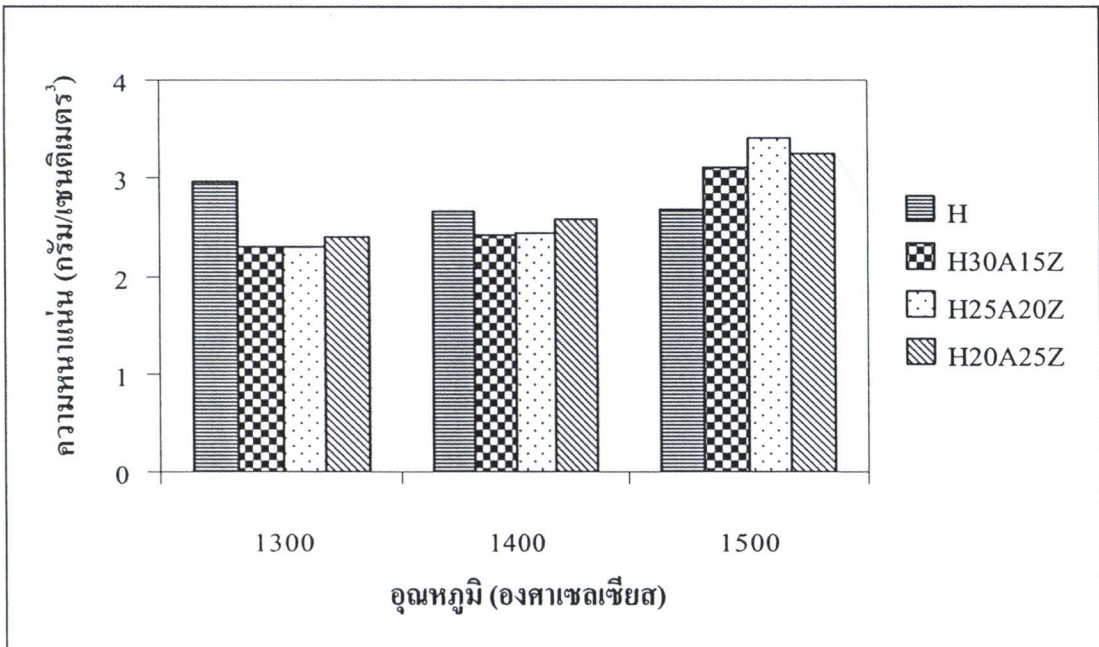
อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	รหัสตัวอย่าง	ความหนาแน่น (Bulk Density) (กรัม/เซนติเมตร ³)
1300	H	2.96
	H30A15Z	2.32
	H25A20Z	2.99
	H20A25Z	2.40
1400	H	2.86
	H30A15Z	2.42
	H25A20Z	2.43
	H20A25Z	2.57
1500	H	2.68
	H30A15Z	3.11
	H25A20Z	3.41
	H20A25Z	3.24

หมายเหตุ: ตัวอย่าง H มีส่วนผสมของ ไฮดรอกซีแอลาไทต์ร้อยละ 100 โดยปริมาตร

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

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

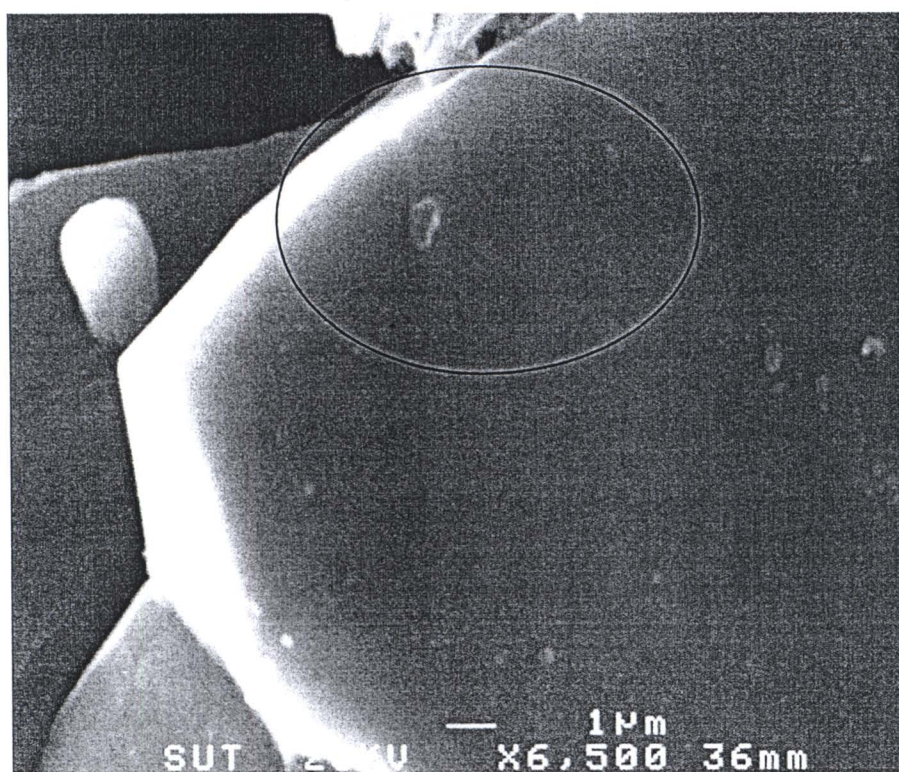
H20A25Z มีส่วนผสมของ ไฮดรอกซีแอลาไทต์+อะลูมินา+เซอร์โคเนียร้อยละ 55+20+25 โดยปริมาตร ตามลำดับ



รูปที่ 4.11 ค่าความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่าง ๆ

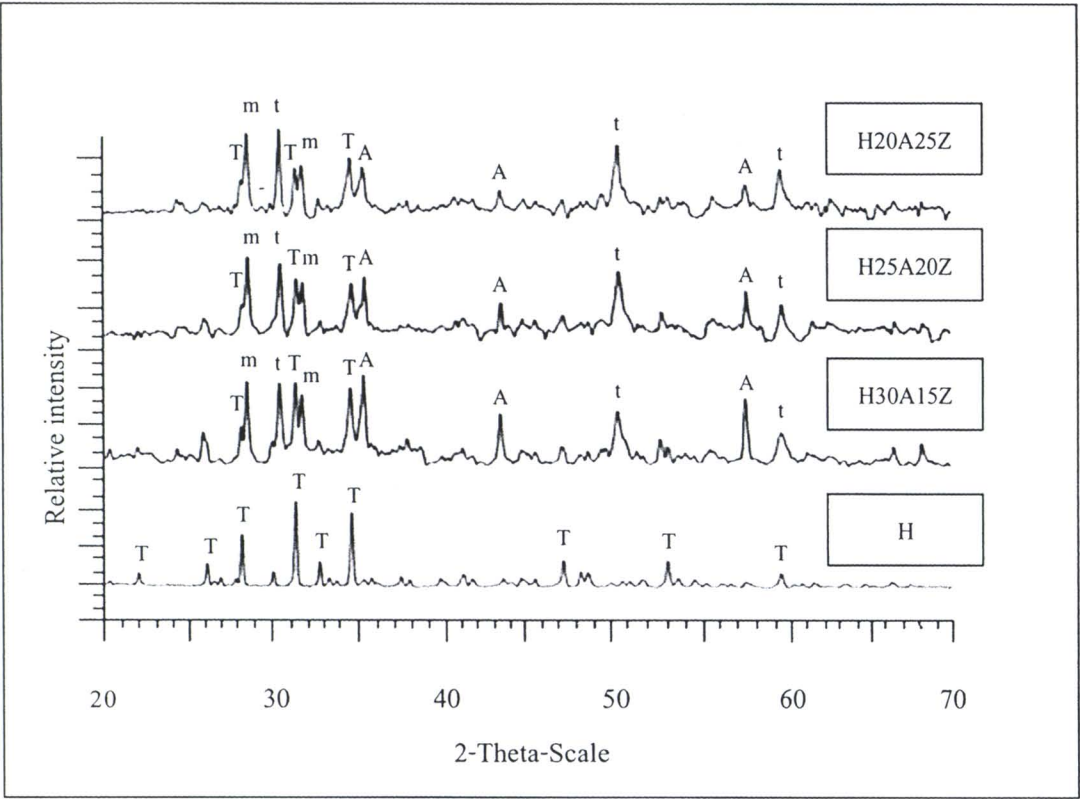
เมื่อเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นของแต่ละตัวอย่าง พบว่าเมื่ออุณหภูมิการเผาผนึกสูงขึ้นจะทำให้ความหนาแน่นของไฮดรอกซีแอปาทิตลดลง เนื่องจากการเผาผนึกในอุณหภูมิที่สูงขึ้นจะทำให้ไฮดรอกซีแอปาทิตสุกตัวมากเกินไป มีผลให้เกิด Thermal stress ขึ้นภายในชิ้นงาน เนื่องมาจากเกรนจะเกิดการขยายตัวอย่างมาก ทำให้เกิดการดันกันระหว่างเกรนมากขึ้น ส่งผลทำให้เกิดรอยร้าวขึ้นภายในชิ้นงาน ซึ่งแสดงในรูปที่ 4.21 ดังนั้นจึงทำให้ค่าความหนาแน่นของไฮดรอกซีแอปาทิตจึงมีค่าลดลง อย่างไรก็ตามการเติมเซอร์โคเนียลงในไฮดรอกซีแอปาทิต-อะลูมินาในปริมาณที่แตกต่างกัน พบว่าความหนาแน่นจะไม่แตกต่างกันมากนัก แต่การเผาผนึกที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะทำให้ความหนาแน่นของวัสดุเชิงประกอบสูงขึ้น เนื่องจากชิ้นตัวอย่างมีการสุกตัวมากขึ้น เกิดการเชื่อมต่อกันของเกรนมากขึ้น

ของ SEM von HA microcracks. ✓

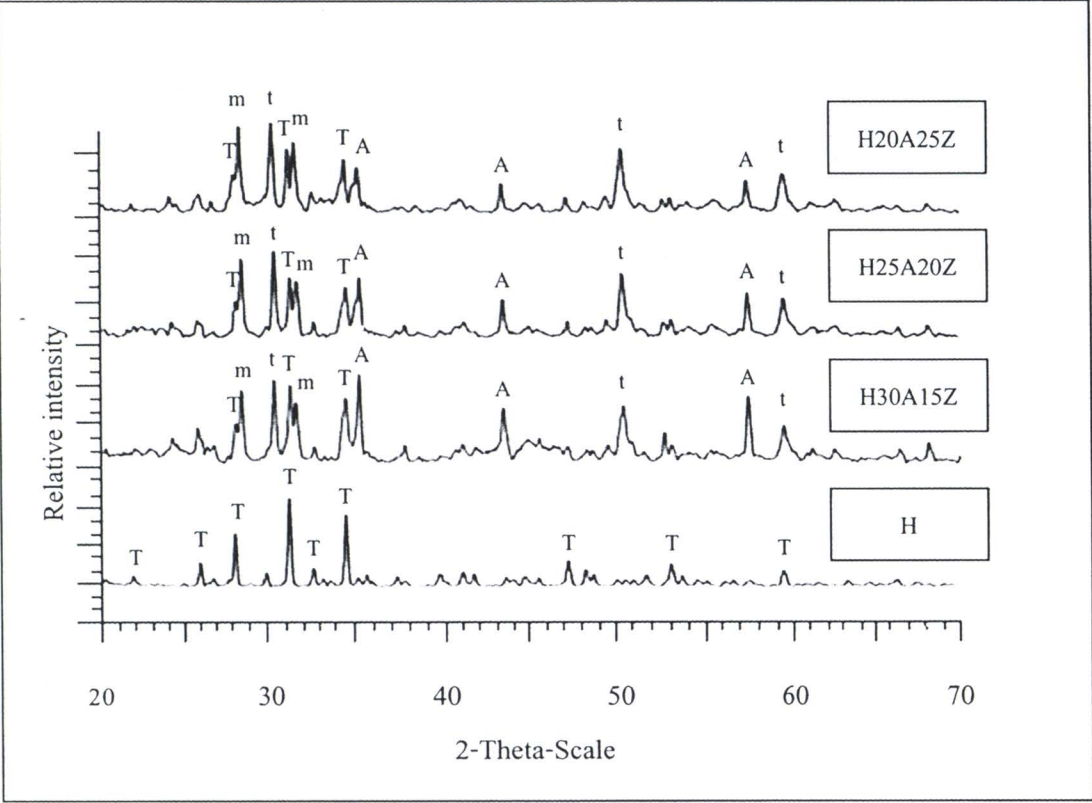


รูปที่ 4.12 ภาพโครงสร้างจุลภาคแสดงรอยร้าวที่เกิดขึ้นในไฮดรอกซีแอปาทิตที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500°C

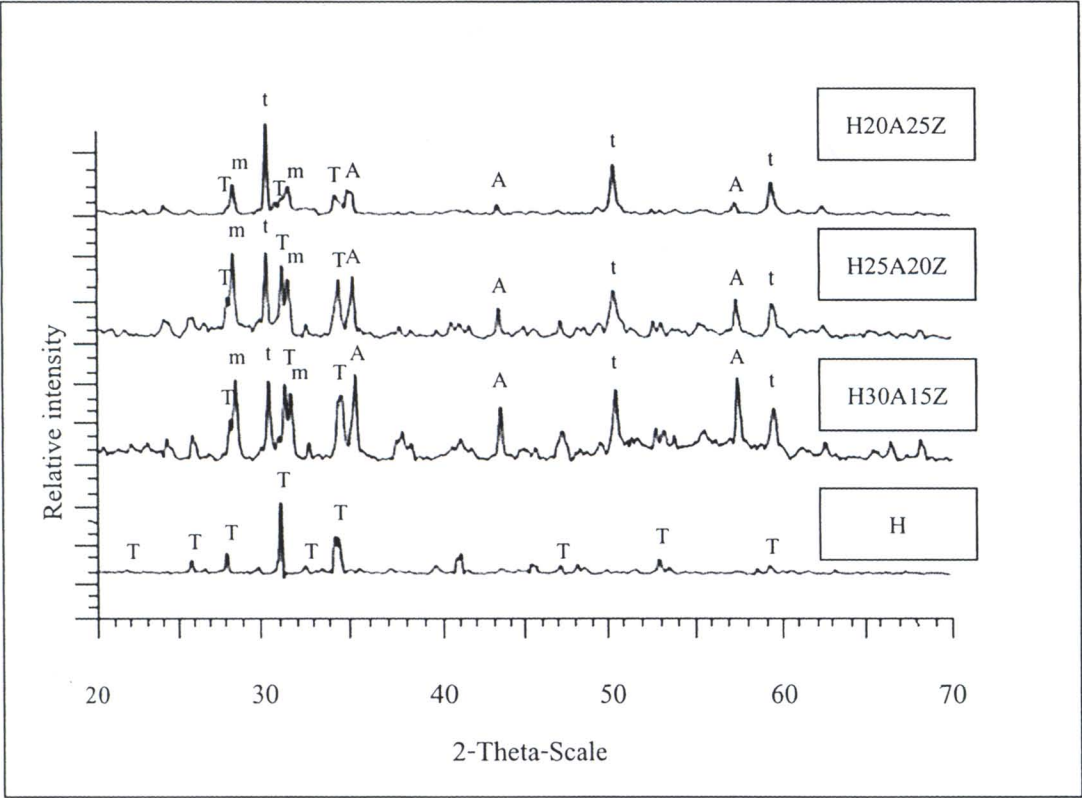
4.2.2 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อการเปลี่ยนแปลงวัฏภาค



รูปที่ 4.13 XRD แพทเทิร์น ของตัวอย่างที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1300°C โดย A T m และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของอะลูมินา ไตรแคลเซียมฟอสเฟต m-ZrO₂ และ t-ZrO₂ ตามลำดับ



รูปที่ 4.14 XRD แพทเทิร์น ของตัวอย่างที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1400°C โดย A T m และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของอะลูมินา ไตรแคลเซียมฟอสเฟต m-ZrO₂ และ t-ZrO₂ ตามลำดับ



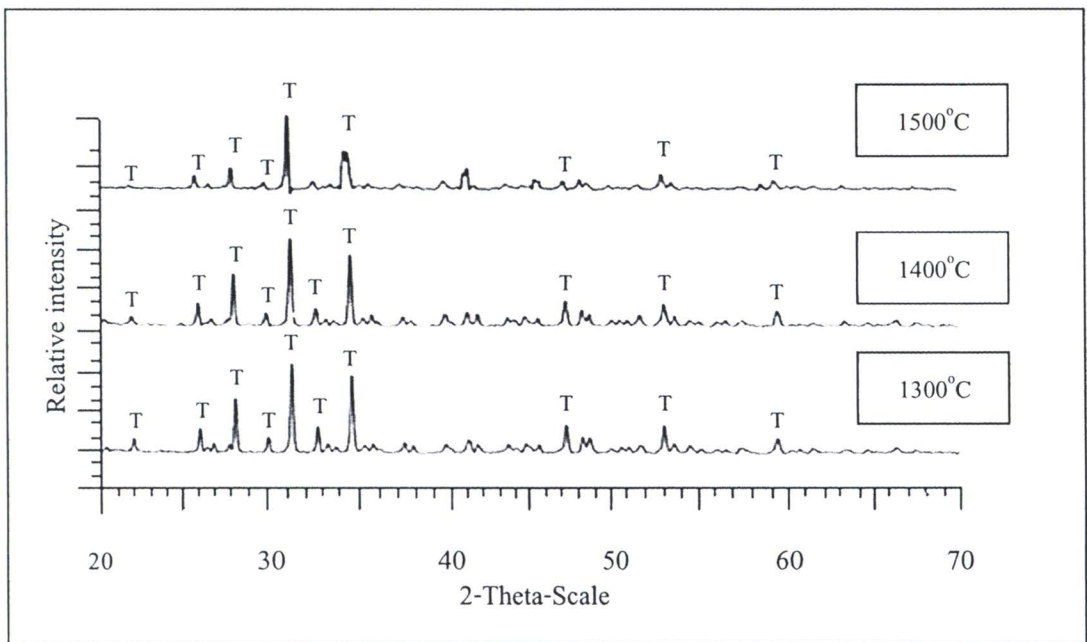
รูปที่ 4.15 XRD แพทเทิร์น ของตัวอย่างที่ส่วนผสมต่าง ๆ ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1500°C โดย A T m และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของอะลูมินา ไตรแคลเซียมฟอสเฟต m-ZrO₂ และ t-ZrO₂ ตามลำดับ

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

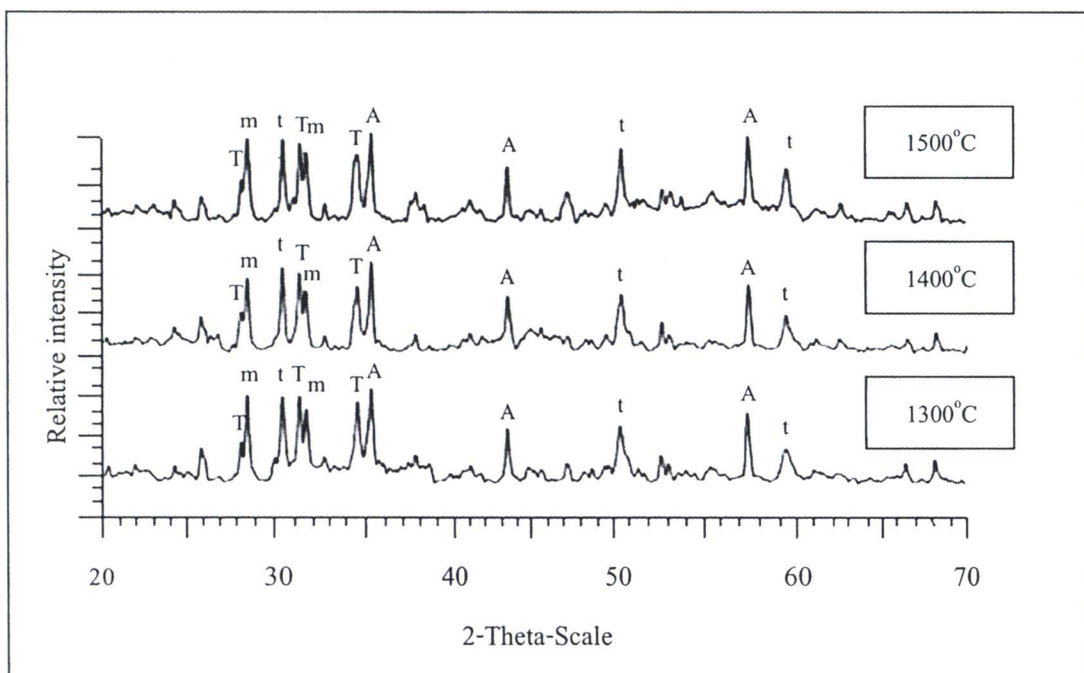


และเมื่อเติมอะลูมินาในปริมาณร้อยละ 20 25 และ 30 โดยปริมาตรเข้าไปในตัวอย่างก็จะปรากฏวัฏภาคของอัลฟาอะลูมินา (Card number 00-010-0173)ซึ่งจะมีปริมาณฟิคเพิ่มขึ้นตามปริมาณของอะลูมินาที่เติมเข้าไป และเมื่อเติม 4Yเซอร์โคเนีย ในปริมาณร้อยละ 15

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

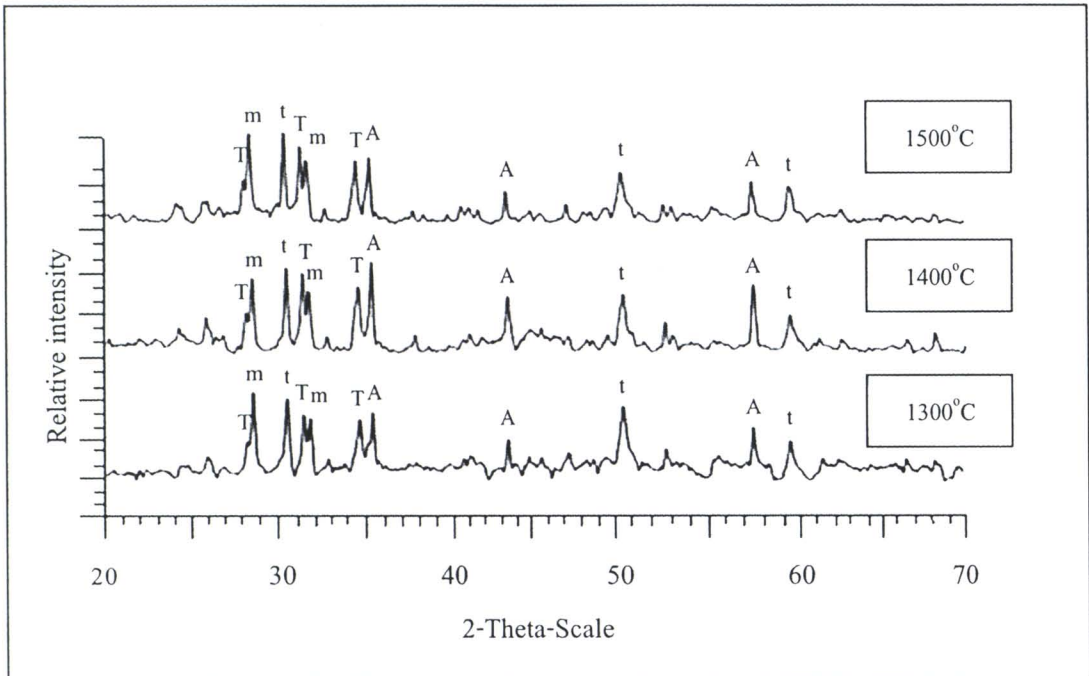


รูปที่ 4.16 แพทเทิร์น ของชิ้นงานซึ่งประกอบด้วย 4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 0 โดยปริมาตร หลังผ่านการเผาฟีกที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน โดย A T m และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของอะลูมินา ไตรแคลเซียมฟอสเฟต $m\text{-ZrO}_2$ และ $t\text{-ZrO}_2$ ตามลำดับ

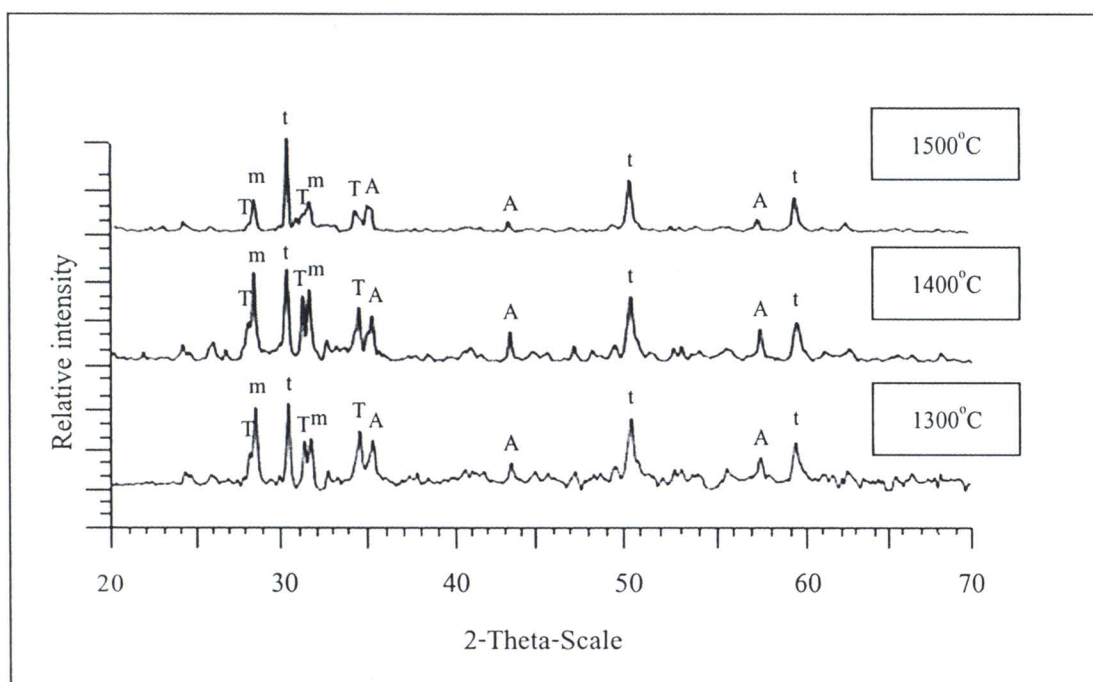


รูปที่ 4.17 XRD แพทเทิร์น ของชิ้นงานซึ่งประกอบด้วย 4Yเซอร์โคเนียร้อยละ 15 โดยปริมาตร
 หลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน โดย A T m และ t
 เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของอะลูมินา ไตรแคลเซียมฟอสเฟต
 m-ZrO₂ และ t-ZrO₂ ตามลำดับ





รูปที่ 4.18 XRD แพทเทิร์น ของชิ้นงานซึ่งประกอบด้วย 4Yเซอร์โคเนียร้อยละ 20 โดยปริมาตร หลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน โดย A T m และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของอะลูมินา ไตรแคลเซียมฟอสเฟต m-ZrO₂ และ t-ZrO₂ ตามลำดับ

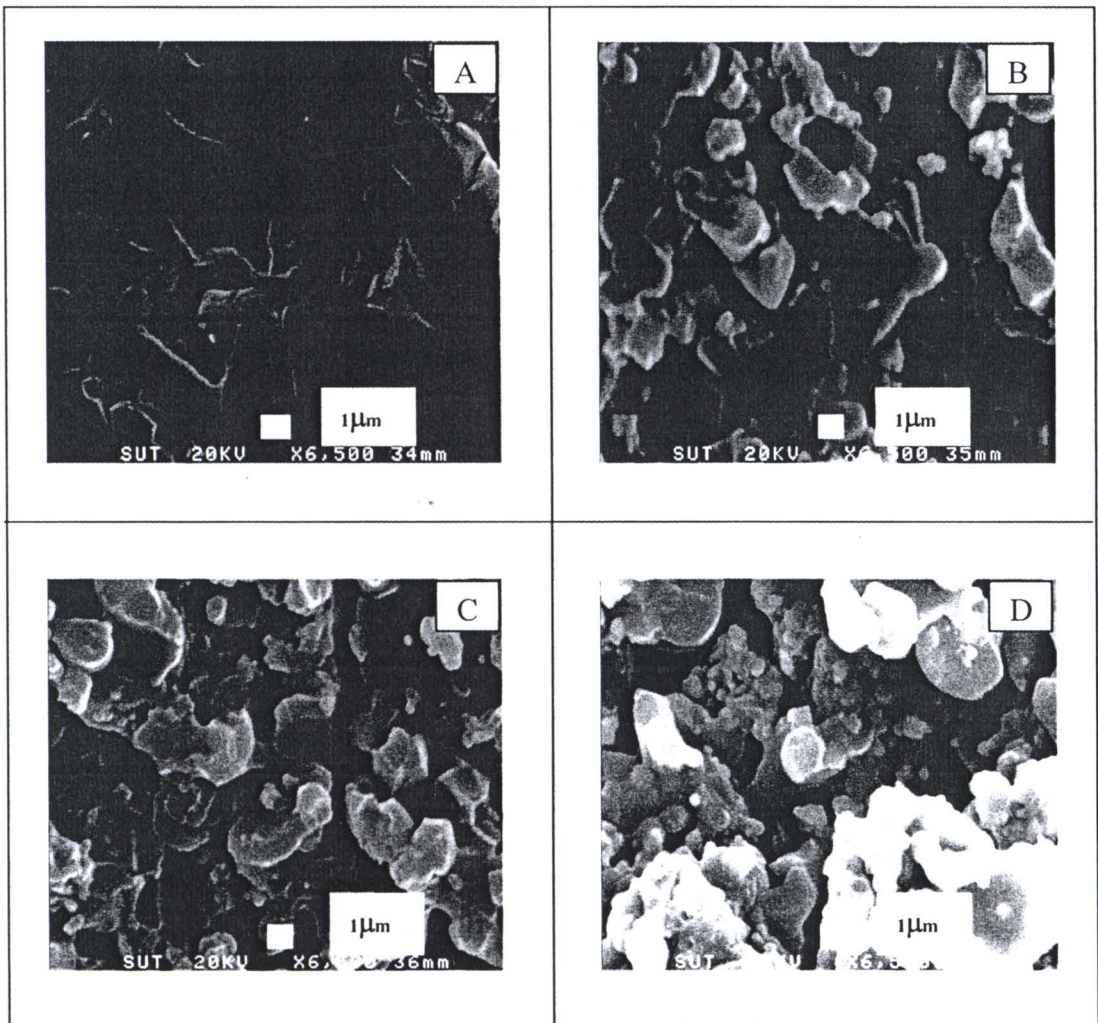


รูปที่ 4.19 XRD แพทเทิร์น ของชิ้นงานซึ่งประกอบด้วย 4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 25 โดยปริมาตร หลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน โดย A T m และ t เป็นสัญลักษณ์แทนวัฏภาคของอะลูมินา ไตรแคลเซียมฟอสเฟต $m\text{-ZrO}_2$ และ $t\text{-ZrO}_2$ ตามลำดับ

4.2.3 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อโครงสร้างจุลภาค

4.2.3.1 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อโครงสร้างจุลภาคของวัสดุชีวภาพเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300°C

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

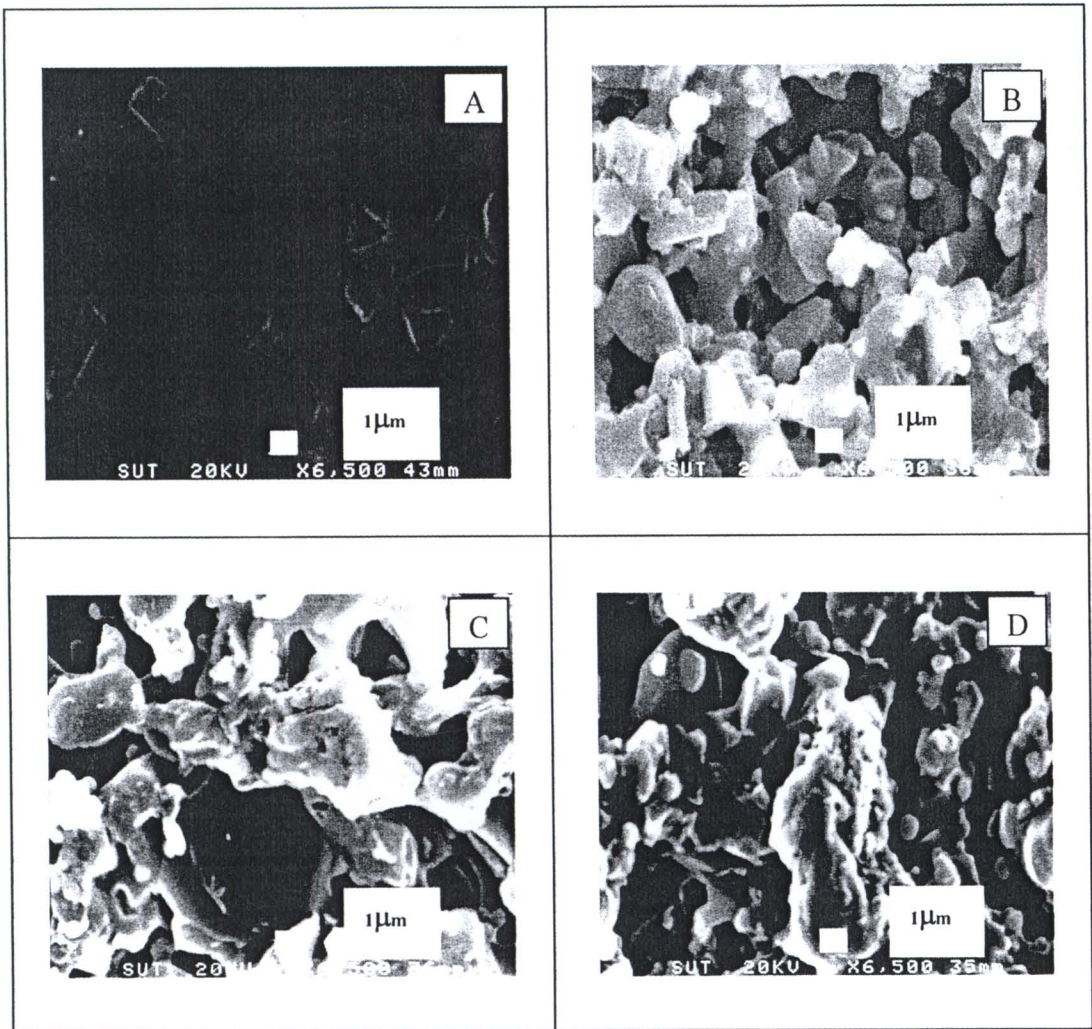


รูปที่ 4.20 โครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300°C

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 ซึ่งเป็นผลมาจากชั้นงานไม่เกิดการสุกตัว

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

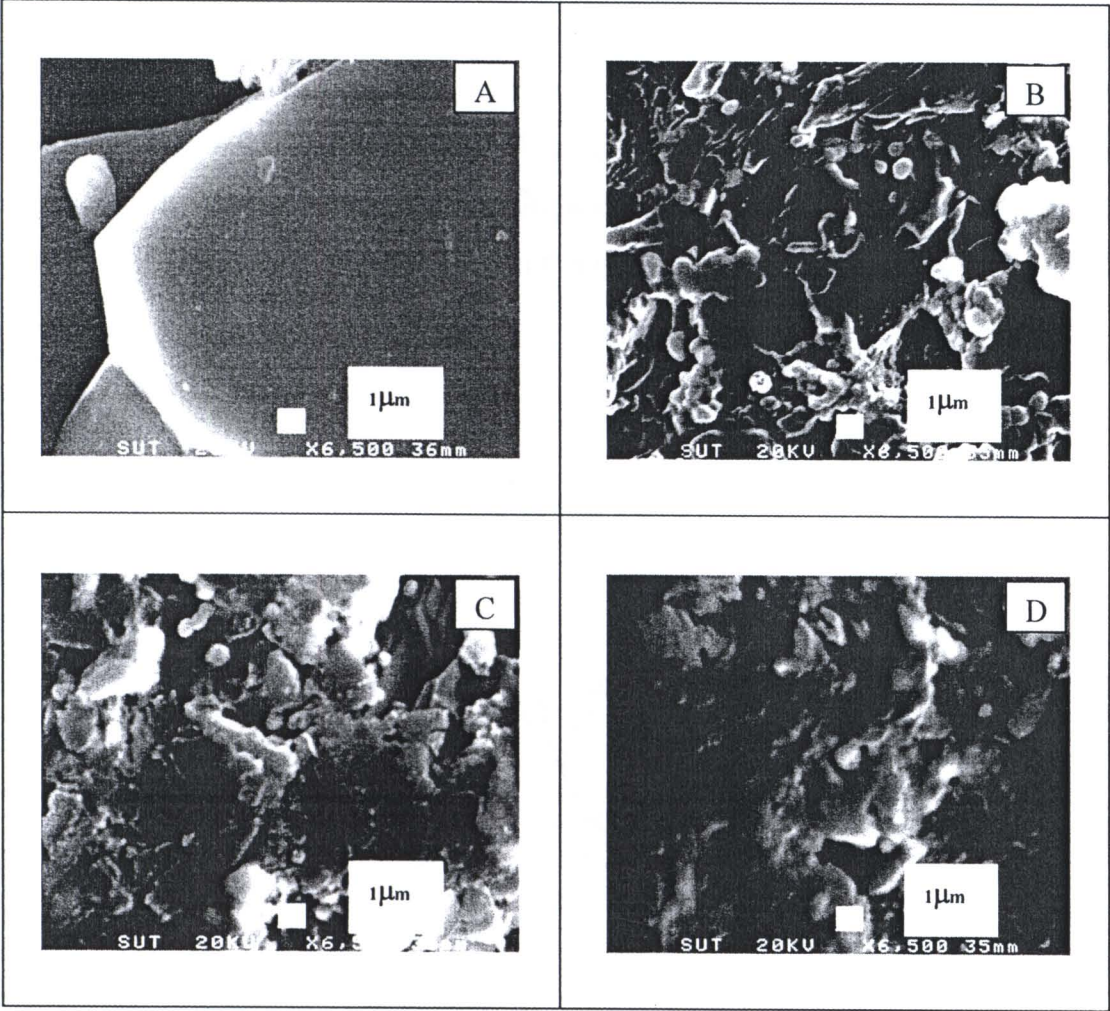


รูปที่ 4.21 โครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1400°C

จากรูปที่ 4.21 A-D พบว่าตัวอย่างที่เป็นไฮดรอกซีแอปพาไทต์ร้อยละ 100 โดยปริมาตร จะมีลักษณะพื้นผิวที่เชื่อมต่อกันเป็นแผ่นมากขึ้น ซึ่งจะมีรูพรุนลดลงเพียงเล็กน้อยดังรูป 4.21 A เมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1300°C ดังรูป 4.20 A และเมื่อเติมอะลูมินา และ 4Y เซอร์โคเนียลงในไฮดรอกซีแอปพาไทต์ พบว่าจะเกิดเกรนของไฮดรอกซีแอปพาไทต์เชื่อมต่อกันโดยจะสังเกตเห็นเพียงเล็กน้อย ดังรูปที่ 4.20 B-D ซึ่งจะมีอนุภาคของอะลูมินาและ 4Y เซอร์โคเนียกระจายอยู่เป็นเนื้อเดียวกัน โดยที่ไม่เกิดการเชื่อมติดกันเป็นเกรน และมีปริมาณรูพรุนที่เกิดขึ้นจำนวนมาก ซึ่งเป็นผลมาจากชิ้นงานไม่เกิดการสุกตัว

4.2.3.3 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อโครงสร้างจุลภาคของวัสดุชีวภาพเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500°C

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

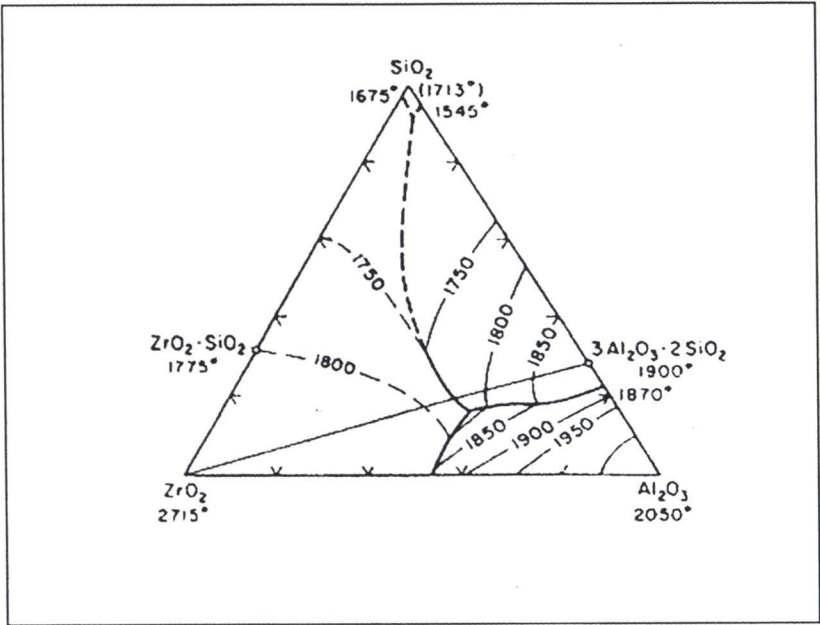


รูปที่ 4.22 โครงสร้างจุลภาคของแต่ละตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500°C

จากรูปที่ 4.22 A-D พบว่า ตัวอย่างที่เป็นไฮดรอกซีแอลาไทด์ร้อยละ 100 โดยปริมาตร จะมีลักษณะพื้นผิวที่เชื่อมต่อกันเป็นเกรน และจะสังเกตเห็นรอยร้าวที่เกิดขึ้นในเกรน ซึ่งเป็นมาจากการที่ไฮดรอกซีแอลาไทด์สลายตัวมากเกินไป ทำให้เกิด Thermal stress ขึ้นภายใน

ชิ้นงาน เนื่องมาจากเกรนจะเกิดการขยายโตอย่างมาก ทำให้เกิดการดันกันระหว่างเกรนมากขึ้น จึงส่งผลทำให้เกิดรอยร้าวขึ้นภายในชิ้นงาน ดังแสดงในรูปที่ 4.22 A แต่เมื่อเติม อะลูมินา และ 4Y เซอร์โคเนียลงในไฮดรอกซีแอปาทิต พบว่าจะเกิดเกรนของไฮดรอกซีแอปาทิตเชื่อมต่อกัน โดยจะสังเกตเห็นเพียงเล็กน้อย ดังรูปที่ 4.22 B-D ซึ่งจะมีอนุภาคของอะลูมินาและเซอร์โคเนียกระจายอยู่เป็นเนื้อเดียวกัน โดยที่เกิดการหลอมเชื่อมติดกันระหว่างมากขึ้น เมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1300°C และ 1400°C ดังรูป 4.20 B-D และ 4.21 B-D

จากรูปที่ 4.20-4.22 ตัวอย่าง B-D ซึ่งเติมอะลูมินา และ 4Y เซอร์โคเนียลงในไฮดรอกซีแอปาทิต จะมีลักษณะที่เป็นอนุภาคของอะลูมินาและเซอร์โคเนียกระจายอยู่เป็นเนื้อเดียวกัน โดยที่ไม่เกิดการเชื่อมต่อกันเป็นเกรน เนื่องมาจากทั้งอะลูมินาและเซอร์โคเนียเป็นวัสดุที่มีจุดสุกตัวที่อุณหภูมิสูง ดังแสดงในแผนภูมิวัฏภาครูปที่ 4.23 ซึ่งอะลูมินามีจุดสุกตัวที่อุณหภูมิ ประมาณ 2050°C และเซอร์โคเนียมีจุดสุกตัวที่อุณหภูมิ ประมาณ 2715°C (Cemail Akxel, 2003) ดังนั้น จึงทำให้ตัวอย่างมีความหนาแน่นต่ำ แต่อย่างไรก็ตามเมื่ออุณหภูมิในการเผาผนึกเพิ่มขึ้น จะพบว่าอนุภาคจะเกิดการเชื่อมติดกันมากขึ้น ซึ่งจะสอดคล้องกับ ค่าความหนาแน่นดังตารางที่ 4.4 และรูปที่ 4.11 ที่มีค่าเพิ่มขึ้น



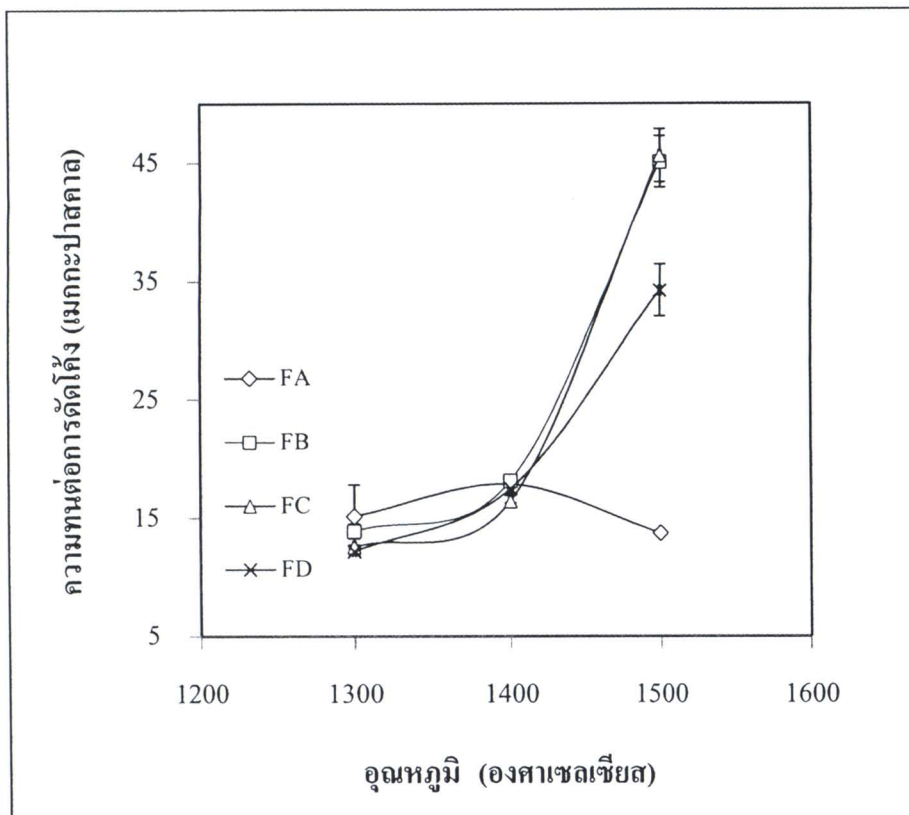
รูปที่ 4.23 แสดงแผนภูมิวัฏภาคของระบบอะลูมินา ซิลิกา และเซอร์โคเนีย (Cemail Akxel, 2003)

4.2.4 ผลของปริมาณสารเติมแต่งต่อความทนต่อการดัดโค้ง ความเหนียวและ ความแข็ง

ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารเติมแต่งต่อความทนต่อการดัดโค้ง ความเหนียวและ ความแข็งของตัวอย่างที่ได้จากงานวิจัยแสดงไว้ในตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 แสดงค่าความทนต่อการดัดโค้ง ความแข็งและความเหนียว ของวัสดุเชิงประกอบ ของแต่ละตัวอย่าง ที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน เป็นเวลา 120 นาที

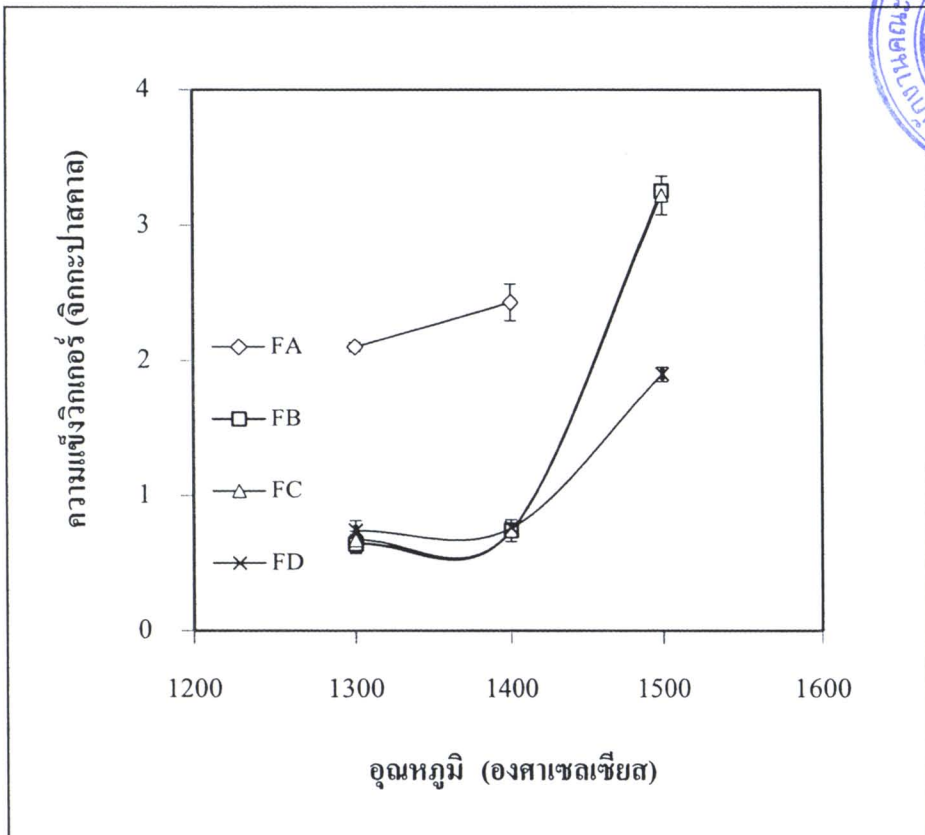
อุณหภูมิ (องศา เซลเซียส)	สูตร	ความทนต่อการดัดโค้ง (เมกกะปาสคาล)	ความแข็งวิกเกอร์ (จิกกะปาสคาล)	ความเหนียว (เมกกะปาสคาล× เมตร ^{0.5})
1300	H	15.17±2.67	2.10±0.03	0.63±0.08
	H30A15Z	13.90±0.63	0.48±0.07	0.49±0.04
	H25A20Z	12.58±0.16	0.38±0.07	0.42±0.02
	H20A25Z	12.17±0.26	0.40±0.08	0.46±0.03
1400	H	17.88±0.16	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 เซอร์โคเนียลงในไฮดรอกซีแอปาทาइट เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิต่ำ (1300 และ 1400°C) พบว่ามีผลต่อความทนต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบที่เปลี่ยนแปลงน้อยมาก เนื่องมาจากที่อุณหภูมิดังกล่าววัสดุเชิงประกอบไม่เกิดการสุกตัว จึงทำให้การเผาที่อุณหภูมิต่ำนี้ไม่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงของความทนต่อการตัดโค้ง แต่เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้น (1500°C) จะทำให้ความทนทานต่อการตัดโค้งของวัสดุเชิงประกอบมีค่าสูงขึ้น เนื่องจากการเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะทำให้วัสดุเชิงประกอบเกิดการสุกตัวมากขึ้นเป็นผลให้ความหนาแน่นสูงขึ้นด้วย ดังเหตุผลที่อธิบายไว้ในหัวข้อ 4.2.1 ส่วนการเติมอะลูมินาในปริมาณที่ลดลง ในขณะที่ปริมาณ 4Y เซอร์โคเนียเพิ่มขึ้นจะทำให้ความทนทานต่อการตัดโค้งลดลง เนื่องมาจาก 4Y เซอร์โคเนียมีผลให้อุณหภูมิการเผาที่สูงขึ้น ดังนั้นการเติมปริมาณเซอร์โคเนียซึ่งเป็นวัสดุที่มีจุดตัวที่อุณหภูมิสูง (ประมาณ 2715°C) (Cemail Aksel, 2003) เพิ่มขึ้นจะทำให้ความหนาแน่นนั้นลดลงดังเหตุผลที่อธิบายไว้ในหัวข้อ 4.2.1 โดยที่การเติมอะลูมินาปริมาณร้อยละ 30+4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 15 โดยปริมาตร และอะลูมินาปริมาณร้อยละ 25+4Y เซอร์โคเนีย

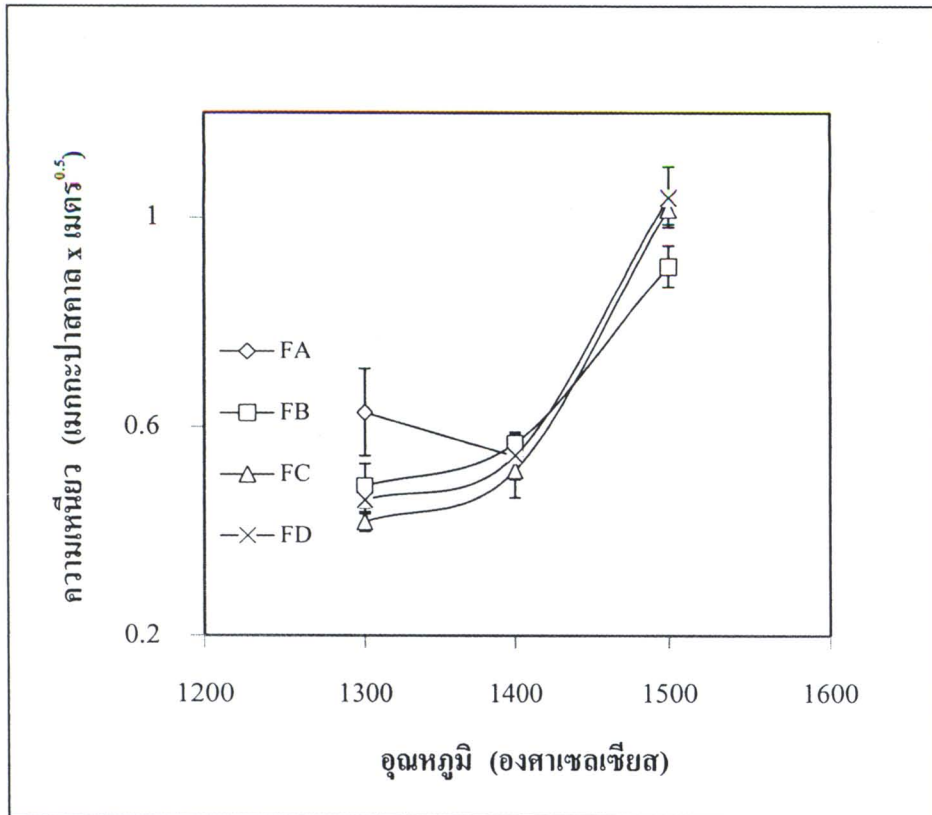
ร้อยละ 20 โดยปริมาตร ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500 °C มีค่าความทนต่อการดัดโค้งสูงสุดคือประมาณ 45 MPa ซึ่งมากกว่าไฮดรอกซีแอปพาไทต์ในปริมาณร้อยละ 100 โดยปริมาตร (ประมาณ 13-17 MPa)



รูปที่ 4.25 แสดงค่าความแข็งแรงของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่าง ๆ

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

ตัวอย่างเช่น เติมน้ำที่ 20 →
25% ความแข็งแรง ความเหนียวลดลง



รูปที่ 4.26 แสดงค่าความเหนียวของวัสดุเชิงประกอบที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ

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

เป็นสาเหตุทำให้วัสดุที่เติม 4Y เซอร์โคเนียมีค่าความเหนียวที่สูงขึ้น และเมื่ออุณหภูมิในการเผาผนึกสูงขึ้นค่าความเหนียวของวัสดุจะมีแนวโน้มสูงขึ้น โดยที่การเติมอะลูมินาปริมาณร้อยละ 20+4Y เซอร์โคเนียร้อยละ 25 โดยปริมาตร ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1500 °C มีค่าความเหนียวสูงที่สุดคือเท่ากับ $1.04 \pm 0.06 \text{ MPa.m}^{0.5}$