

การศึกษามัธยมศึกษาแห่งแรกของวัสดุที่ทำจากกระดูกสัตว์

โดยวิธอินเคนเทชั่น



นางสาว ศุภสรโรช พลอินทร์

ศูนย์วิทยทรัพยากร

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

ภาควิชาฟิสิกส์

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ. 2530


ISBN 974-567-378-1

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

012488

๑ 10298897

STUDY OF STRENGTH PROPERTIES OF CATTLE BONE
MATERIAL USING INDENTATION METHOD



Miss Supasarote Ponin

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science

Department of Physics

Graduate School

Chulalongkorn University

1987

ISBN 974-567-378-1

Thesis Title Study of Strength Properties of Cattle Bone
Material Using Indentation Method
By Miss Supasarote Ponin
Department Physics
Thesis Advisor Assistant Professor Prapaipan Chantikul, Ph.D.
Thesis Coadvisor Assistant Professor Charussri Lorprayoon, Ph.D.



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

Tavorn Vajrabhaya
.....Dean of Graduate School
(Professor Tavorn Vajrabhaya, Ph.D.)

Thesis Committee

Bhiyayo Panyarjun
.....Chairman
(Associate Professor Bhiyayo Panyarjun, Ph.D.)

Prapaipan Chantikul
.....Thesis Advisor
(Assistant Professor Prapaipan Chantikul, Ph.D.)

Charussri Lorprayoon
.....Thesis Coadvisor
(Assistant Professor Charussri Lorprayoon, Ph.D.)

Wijit Senghaphan
.....Member
(Assistant Professor Wijit Senghaphan, Ph.D.)

Anuntasin Tachagumphuch
.....Member
(Associate Professor Anuntasin Tachagumphuch, Ph.D.)

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การศึกษาสมบัติความแข็งแรงของวัสดุที่ทำจากกระดูกสัตว์โดยวิธี
อินเคนเทชั่น

ชื่อนิสิต นางสาวศุภสรโรช พลอินทร์

อาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ประไพพรรณ ฉันทิกุล

อาจารย์ที่ปรึกษารวม ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. จรัสศรี ลอประยูร

ภาควิชา ฟิสิกส์

ปีการศึกษา 2529



บทคัดย่อ

มีการนำวิธีอินเคนเทชั่น มาศึกษาสมบัติความแข็งแรงของวัสดุที่ทำจากกระดูกสัตว์ โดยแบ่งเนื้อหาการศึกษาออกเป็น 3 ส่วนใหญ่ ๆ ส่วนแรก เกี่ยวกับการเตรียมและการศึกษา ลักษณะเฉพาะตัวของวัสดุที่ทำจากกระดูกสัตว์ ซึ่งพบว่ามีการสร้างเป็นไฮดรอกซีอะปาทิตล้วน เมื่อขึ้นเตอรที่อุณหภูมิ 1100 ถึง 1345 °C เม็ดวัสดุมีขนาดเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิหรือ/และ เวลาที่ใช้ในการขึ้นเตอริ่งเพิ่มขึ้น เมื่ออุณหภูมิขึ้นเตอริ่ง เท่ากับ 1250 °C ขนาดของเม็ดวัสดุ จะเล็กลงเท่ากับ 0.6 ไมโครเมตร และเมื่ออุณหภูมิขึ้นเตอริ่งเท่ากับ 1345 °C ขนาดของ เม็ดวัสดุจะใหญ่ที่สุด เท่ากับ 6.0 ไมโครเมตร ในระยะแรกของการขึ้นเตอริ่งที่อุณหภูมิ คงที่ค่าหนึ่ง ความหนาแน่นของวัสดุมีค่าเพิ่มขึ้นตามเวลา แล้วมีค่าเข้าหาค่าคงที่ค่าหนึ่ง เมื่อเวลาในการขึ้นเตอริ่ง นานขึ้น ในทางตรงกันข้าม ความพรุนตัวของวัสดุมีค่าลดลง เมื่ออุณหภูมิ หรือ/และ เวลาเพิ่มขึ้น ส่วนที่สอง เป็นการศึกษาเกี่ยวกับรอยแตกบนผิวหน้า ของวัสดุที่ทำจากกระดูกสัตว์ ที่เกิดจากเครื่องกดแบบวิกเกอร์ พบว่า ตรงศูนย์กลางของ รอยรุมซึ่งเป็นรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัส มีรอยแตกเกิดขึ้นพร้อมกัน 2 แบบ คือ รอยแตกตา แนวรัศมี และรอยแตกตามแนวทันท้อง รอยแตกแบบแรกมีความลึกกว่าแบบที่สอง และจัดเป็นแหล่ง กำเนิดการแตกหักของวัสดุ นอกจากนั้นยังพบว่า วัสดุที่ทำจากกระดูกสัตว์มีการตอบสนองต่อ ความชื้นสูง ซึ่งจะเห็นได้จากการที่รอยแตกขยายใหญ่อ่างช้า ๆ หลังจากที่ถูกกดด้วยเครื่อง กดแบบวิกเกอร์แล้ว

ส่วนสุดท้าย เป็นการหาความสัมพันธ์ของความแข็งแรงของวัสดุที่ทำจากกระดูกสัตว์ 2 กลุ่มที่มีขนาดเม็ดวัสดุ 0.6 และ 6.0 ไมโครเมตร กับแรงกดอินเคนเทชั่น เมื่อแรงกด

อินเคนเทชน้อยลง ความแข็งแรงของสารตัวอย่างมีค่าเพิ่มขึ้นอย่างสม่ำเสมอในตอนแรก แต่ต่อมามีค่าคงที่ในแนวราบเมื่อขนาดของการกมมีค่าเข้าใกล้ขนาดของเม็ดวัสดุ การเปลี่ยนแปลงพฤติกรรมแบบที่ควบคุมโดยอินเคนเทชน (แรงกดอินเคนเทชนสูง) ไปเป็นแบบที่ควบคุมโดยจุลโครงสร้าง (แรงกดอินเคนเทชนต่ำ) นี้ จะเกิดกับวัสดุที่ทำจากกระดูกสัตว์ขนาดเม็ดเม็ดวัสดุ 6.0 ไมโครเมตร อย่างเด่นชัดมากกว่าที่เกิดกับวัสดุที่ทำจากกระดูกสัตว์ขนาดเม็ดเม็ดวัสดุ 0.6 ไมโครเมตร ค่าแรงกดอินเคนเทชนต่ำสุดที่จุลโครงสร้าง เริ่มมีอิทธิพลต่อความแข็งแรง มีค่า 2 นิวตัน และ 8 นิวตัน สำหรับวัสดุทำจากกระดูกสัตว์ขนาดเม็ดเม็ดวัสดุ 0.6 ไมโครเมตร และ 6.0 ไมโครเมตร ตามลำดับ ดังนั้นข้อมูลความแข็งแรงที่ควบคุมโดยอินเคนเทชน ที่รวบรวมในการศึกษานี้ แสดงให้เห็นว่าอิทธิพลของจุลโครงสร้างต่อความแข็งแรง เพิ่มขึ้นเมื่อขนาดเม็ดวัสดุเพิ่มขึ้น ค่าความแข็งแรงในบริเวณที่ควบคุมโดยอินเคนเทชน เมื่ออาศัยทฤษฎีกลศาสตร์การแตกหักแบบอินเคนเทชน จะให้ค่าความเหนียวมหภาคของวัสดุที่ทำจากกระดูกสัตว์ ขนาดเม็ดวัสดุ 0.6 และ 6.0 ไมโครเมตร เท่ากับ 0.20 และ 0.18 เมกกะปาสกาล·เมตร^{1/2} ตามลำดับ ค่าความเหนียวมหภาคและค่าแรงกดอินเคนเทชนต่ำสุด ที่ได้จากข้อมูลความแข็งแรงที่ควบคุมโดยอินเคนเทชนนี้ สามารถบ่งบอกความแข็งแรงของวัสดุที่ทำจากกระดูกสัตว์ขนาดเม็ดวัสดุ 6.0 และ 0.6 ไมโครเมตร เมื่ออยู่ในระหว่างการใช้งานได้อย่างสมบูรณ์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Thesis Title Study of Strength Properties of Cattle Bone
Material Using Indentation Method

Name Miss Supasarote Ponin

Thesis Advisor Assistant Professor Prapaipan Chantikul, Ph.D.

Thesis Coadvisor Assistant Professor Charussri Lorprayoon, Ph.D.

Department Physics

Academic Year 1986



ABSTRACT

A study has been made of strength properties of cattle bone materials using the indentation method. This work consists of three main parts. In the first part, the preparation and characterization of cattle bone material is found to be a single - phase hydroxyapatite when cattle bone powders are sintered in the temperature range 1100 to 1345° C. Their grain sizes are found to increase as the sintering temperature or / and time increases. The minimum grain size of 0.6 μm is obtained at sintering temperature of 1250° C and the maximum grain size of 6.0 μm is obtained at sintering temperature of 1345° C. At the beginning of applying a constant temperature, their densities increase as a function of time and tend to approach a constant value for prolonged heating. In contrast, their porosities decrease with increasing temperature or / and time. In the second part, the damage pattern produced on cattle bone material surfaces by a Vickers indenter is studied. It is found to consist of square deformation zone accompanying by two crack systems, the median / radial crack and the lateral crack. The median / radial crack is more penetrative than the lateral crack and is thus more likely source of premature

breakdown in the indented cattle bone material. In addition, it is found that the cattle bone material is highly susceptible to moisture enhanced slow crack growth. This is manifest in the observation of tremendous Vickers - produced crack extension after the indentation event.

In the last part, strengths of two sets of cattle bone materials with $0.6 \mu\text{m}$ grain size and with $6.0 \mu\text{m}$ grain size have been determined as a function of indentation load. On progressively diminishing the indentation load, the strengths of both sets of specimens first show a steady increase but subsequently tend to a plateau as the contact size begins to approach the dimension of grain size. This transition from indentation - controlled behaviour (high indentation load) to microstructure - controlled behaviour (low indentation load) is more pronounced in cattle bone materials with $6.0 \mu\text{m}$ grain size than those of $0.6 \mu\text{m}$ grain size. The threshold indentation load P^* in which the microstructural effects start to influence the strengths are found to be 2 N and 8 N for cattle bone materials with $0.6 \mu\text{m}$ and with $6.0 \mu\text{m}$ grain size, respectively. Therefore, the indentation - controlled strength data accumulated in this study demonstrate that the microstructural influence on strength of cattle bone material does increase as the grain size increases. The strength data in the indentation - controlled region via the indentation fracture mechanics theory give the macroscopic toughness K_C^∞ for 0.6 and $6.0 \mu\text{m}$ grain cattle bone materials as 0.20 and 0.18 $\text{MPa m}^{1/2}$, respectively. These quantities K_C^∞ and P^* obtained from the indentation - controlled strength data are sufficient to specify strengths of cattle bone materials with $0.6 \mu\text{m}$ and $6.0 \mu\text{m}$ grain sizes completely under a given stress-bearing application.



ACKNOWLEDGEMENTS

I gratefully acknowledge my advisor, Assistant Professor Dr. P. Chantikul, who gives numerous suggestions during experimental work, stimulating discussions, and vital help with corrections of this manuscript .

I am also grateful to Assistant Professor Dr. C. Lorprayoon, for her invaluable contributions and discussions throughout the research programme.

Special thanks are due to Mr. S. Tongvila for assistance in specimen preparation, and Mr. S. Nakaviwat for obtaining some data for analysis. I am also indebted to the following bureaus of Chulalongkorn University : Department of Metallurgical Engineering ; Scientific Instrument Development and Service Centre, Faculty of Science ; The Scientific and Technological Research Equipment Centre, for providing facilities and equipments.

ศูนย์วิทยุทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



CONTENTS

	page
ABSTRACT (THAI).....	IV
ABSTRACT (ENGLISH).....	VI
ACKNOWLEDGEMENTS.....	VIII
LIST OF FIGURES.....	XI
CHAPTER I INTRODUCTION.....	1
1.1 Hydroxyapatite as Bone and Tooth Implants.....	1
1.2 Strength Evaluation of Ceramic Materials.....	4
1.2.1 Conventional Strength Approach.	4
1.2.2 Controlled - Strength Approach.	5
1.3 Objectives and Scope of This Study....	7
CHAPTER II MATERIAL PREPARATION AND CHARACTERIZATION..	11
2.1 Material and Methods.....	11
2.2 Results.....	14
2.3 Discussion.....	25
CHAPTER III VICKERS - PRODUCED DEFORMATION / FRACTURE PATTERNS.....	28
3.1 Background Theory of Indentation Fracture Mechanics.....	28
3.1.1 Theoretical Framework of Brittle Fracture.....	26

	page
3.1.2 Survey of Response of Various Materials to Vickers Indentation	31
3.1.3 Mechanics of Vickers - Produced Cracks.....	40
3.2 Experimental Procedure.....	44
3.3 Results and Discussion.....	45
3.3.1 Damage Morphology	45
3.3.2 Indentation Load Dependence of Impression Half - Diagonal and Radial Crack Length.....	50
3.3.3 Post - Indentation Slow Crack Growth.....	55
IV STRENGTH PROPERTIES.....	58
4.1 Theory of Failure from Radial Crack...	58
4.2 Basic Experimental Techniques.....	65
4.3 Experiment.....	69
4.3.1 Exploratory Tests.....	69
4.3.2 Procedure and Results.....	74
4.4 Discussion.....	76
V CONCLUSION.....	82
REFERENCES.....	85
APPENDIX.....	90
VITA.....	96

LIST OF FIGURES

FIGURE	Page
1. Macrostructure of a bone.....	12
2. X-ray diffraction peaks from calcined bone....	15
3. Electron micrograph from powders in filter cake of calcined bone.....	16
4. X-ray diffraction peaks of hydroxyapatite fired at 1350° c for 0.5 hr.....	18
5. X-ray diffraction peaks of hydroxyapatite fired at 1360° for 0.5 hr.....	18
6. Electron micrographs of hydroxyapatite fired for 0.5 hr at various temperature.....	19
7. Election micrograph of hydroxyapatite fired at 1250° c for 3 hrs.....	20
8. Effect of temperature on density.....	21
9. Effect of temperature on porosity.....	22
10. Effect of time on density.....	23
11. Effect of time on porosity.....	24
12. Illustration of a piece of calcined bone, the bars	25
13. Crack - tip fields.....	25

FIGURE	Page
14. Well-defined Vickers - produced crack (a) on the surface of glass.....	32
15. Half-side view a half-schematic of median / radial crack system in soda-lime glass.....	33
16. Side view of deformation / fracture pattern...	34
17. Schematic of subsurface geometry of the Palmqvist cracks.....	35
18. Profile view of conelike indentation crack....	36
19. Median / radial crack system, showing (a) elastic / plastic configuration.....	37
20. Vickers - produced cracks on surface of the cattle bone material.....	45
21. Surface chippings caused by the lateral crack on the cattle bone material.....	47
22. The subsurface crack profile in the cattle bone material.....	48
23. Impression half - diagonal as a function of indentation load.....	49
24. Radial crack length as a function of indentation load.....	50

	Page
FIGURE	
25. Plot of Pa^{-2} over working range of load P.....	52
26. Plot of $Pc^{-3/2}$ over working range of load P...	53
27. Variation of radial crack length, c'_0 with time	55
28. Schematic of indentation/strength sequence...	58
29. Plot of function $\sigma_a(c)$	61
30. Normalized plots of strength vs indentation load.	63
31. Illustrate of the components of the four - point bending fixture.....	65
32. Schematic of bend fixture.....	66
33. Failure stress as a function of crosshead speed	68
34. Equilibrium failure stress related with type of surface finishing process.....	71
35. Equilibrium failure stress as a function of indentation load for the polished specimens...	74

ศูนย์วิจัยทรัพย์สิน
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย