# การเตรียมสารเคตระแคลเซียมฟอสเฟตจากกระดูกวัวหรือควาย

นางสาว ศิริรัตน์ รัตนจันทร์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์
บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2540

ISBN 974-637-225-4

# PREPARATION OF TETRACALCIUM PHOSPHATE FROM CATTLE BONE

Miss Sirirat Rattanachan

A Thesis Sumitted in Partial Fulfillment of the Requirments
for the Degree of Master of Science in Technology Ceramics
Department of Material Science
Graduate School
Chulalongkorn University
Academic Year 1997

ISBN 974-637-225-4

| | |
|---|---|
| Thesis Title | Preparation of Tetracalcium Phosphate from Cattle Bone |
| By | Sirirat Rattanachan |
| Department | Material Science |
| Thesis Advisor | Associate Professor Supatra Jinawath, Ph.D. |

.....

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

..... Dean of Graduate School

(Professor Supawat Chutivongse, M.D.)

Thesis Commitee

..... Chairman

(Assistant Professor Khemchai Hemachandra, Ph.D.)

..... Thesis Advisor

(Associate Professor Supatra Jinawath, Ph.D.)

..... Member

(Sutin Kuharuangrong, Ph.D.)

..... Member

(Associate Professor Charussri Lorprayoon, Ph.D.)

พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสีเขียวนี้เพียงแผ่นเดียว

ศิริรัตน์ รัตนจันทร์ : การเตรียมสารเตตระแคลเซียมฟอสเฟตจากกระดูกวัวหรือควาย (PREPARATION OF TETRACALCIUM PHOSPHATE FROM CATTLE BONE) อ.ที่ปรึกษา : รศ. ดร. สุพัตรา จินาวัฒน์; 136 หน้า. ISBN 974-637-225-4.

สารเตตระแคลเซียมฟอสเฟต (TTCP) ได้ถูกเตรียมจากกระดูกวัวหรือควาย โดยวิธีซินเตอริ่ง(เผาผนึก) ส่วนผสมของสารไดแคลเซียมฟอสเฟต ไดไฮเดรต (DCPD) กับแคลเซียมคาร์บอเนตที่มีอัตราส่วนจำนวนโมลเท่ากัน และการซินเตอริ่งส่วนผสมตามสัดส่วนทางเคมีของแกมม่าแคลเซียม ไพโรฟอสเฟต ($\gamma$-$Ca_2P_2O_7$) กับแคลเซียมคาร์บอเนตที่อุณหภูมิ 1350 และ 1400°C แล้วทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็วในอากาศ ทั้ง 2 วิธี สามารถให้เฟสเดี่ยวของสารเตตระแคลเซียมฟอสเฟต แต่พบว่าวิธีหลังสามารถให้สารเตตระแคลเซียมฟอสเฟตได้ดีกว่าเนื่องจากบรรยากาศในเตาเผามีความชื้นน้อยกว่า

ซีเมนต์แคลเซียมฟอสเฟตชนิดเซ็ตตัวได้เองถูกเตรียมจาก ส่วนผสมของ DCPD และ TTCP และศึกษาผลของปัจจัยที่มีผลต่อความต้านทานแรงกด และเวลาในการเซ็ตตัว ได้แก่ พื้นที่ผิวของสารเตตระแคลเซียมฟอสเฟต การใช้ไฮดรอกซีอะพาไทต์เป็นตัวเร่ง (seed) อัตราส่วนของผงซีเมนต์ต่อของเหลว (P/L) เวลาในการบ่ม พบว่าค่าความต้านทานต่อแรงกดจะเพิ่มขึ้นด้วยการเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะของเตตระแคลเซียมฟอสเฟต แต่ลดลงเมื่อความเป็นผลึก (crystallinity)ของตัวเร่งไฮดรอกซีอะพาไทต์เพิ่มขึ้น ชิ้นงานที่ผ่านการอัดเตรียมจากส่วนผสมของเตตระแคลเซียมฟอสเฟตที่อุณหภูมิ 1350°C (มีพื้นที่ผิวจำเพาะ $1.06\pm0.01$ $m^2/g$) กับไดแคลเซียมฟอสเฟต ไดไฮเดรต ด้วยการเติมไฮดรอกซีอะพาไทต์ 35 wt% (มีพื้นที่ผิวจำเพาะ $140.15\pm4.20$ $m^2/g$) อัตราส่วน P/L 2.4 g/ml จะให้ค่าความต้านทานต่อแรงกดสูงสุดหลังจากบ่ม 1 วันคือ $16.2\pm3.0$ MPa เวลาในการเซ็ตตัวของซีเมนต์ลดลงด้วยการเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาณของตัวเร่ง

ภาควิชา วัสดุศาสตร์ ลายมือชื่อนิสิต .....

สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา .....

ปีการศึกษา 2540 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม .....

## C826311 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY
KEY WORD: TETRACALCIUM PHOSPHATE / CALCIUM PHOSPHATE CEMENT / SELF-SETTING CEMENT
SIRIRAT RATTANACHAN : PREPARATION OF TETRACALCIUM PHOSPHATE FROM CATTLE BONE.
THESIS ADVISOR : ASSOC. PROF. SUPATRA JINAWATH, Ph.D. 136 pp. ISBN 974-637-225-4

Tetracalcium phosphate (TTCP) was synthesized from cattle bone by sintering the equimolar mixture of dicalcium phosphate dihydrate with calcium carbonate and by sintering the stoichiometric mixture of gamma calcium pyrophosphate with calcium carbonate at 1350-1400°C and following with quenching in air. Both methods could produce single phase TTCP but the second method gave a better reproducibility due to the lesser moisture in the furnace atmosphere.

Self-setting calcium phosphate cements were prepared from an equimolar mixture of DCPD and TTCP, and the effects of the following factors on the compressive strength and setting time of cements were investigated : specific surface area of TTCP, seeding with hydroxyapatite (HA), powder /liquid ratio (P/L) and curing time. It was found that the compressive strength increased with the specific surface area of TTCP but decreased with the increase of the crystallinity of the HA seed. The highest 1 day compressive strength achieved with the pressed specimens (TTCP,1350°C, specific surface area of TTCP = 1.06±0.01 $m^2/g$) with 35wt% HA (70°C, specific surface area 140.15±4.20 $m^2/g$), P/L ratio = 2.4 g/ml, was 16.2±3.0 MPa. The setting time of the cement decreased with the increase of specific surface area and content of HA seed.

ภาควิชา วัสดุศาสตร์ ลายมือชื่อนิสิต ศิริรัตน์ รัตนชาญ

สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา

ปีการศึกษา 2540 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม -

# Acknowledgements.

I gratefully thank my advisor, Associate Professor Dr. Supatra Jinawath and Associate Professor Dr. Charussri Lorprayoon for their help, advices and guidance throughout the couse of this task. I also wish to thank National Science and Tecnology Development Agency (NSTDA) for the graduate scholarship and to the Graduate School of Chulalongkorn University, National Metal and Materials Technology Center (MTEC) and Metalurgy and Materials Science Research Institute, Chulalongkorn University (MMSRI) for the research facilities. My thanks are also extended to the Department of Inventive Dentistry, Chulalongkorn University for availability of the setting time equipment.

My sincere appreciations go to Mr. Sukasem Kangwantrakoul, Miss Sawalee Senapitak and Mr. Parinya Puangnak, Mr. Prasert Kheopimpa, Miss Achana Pongsapan and Miss Karuna Chaiyasorn for their assistances in testing and material preparation.

Finally, I would like to thank my parents for their encouragement, my friends, Miss SamerJai Kuanchertchoo, Mr. Vichit Prakaypun and Miss Naraporn Suwanprasart, my brother and sister for their mindfulness.

# Content

Page

Chapter

**Page**

Chapter

# List of Tables

**Table** **Page**

**Table** **Page**

# List of Figures

**Figure** **Page**

**Figure** **Page**

**Figure** **Page**

**Figure** **Page**

**Figure** **Page**