

ผลของเส้นใยโคโตนานต่อสมบัติของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่สังเคราะห์
โดยกระบวนการโซลเจล



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
ปีการศึกษา 2564

EFFECTS OF CHITOSAN FIBERS ON PROPERTIES OF SOL-GEL
SYNTHESIZED GLASS IONOMER CEMENT



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the
Master of Engineering in Materials Engineering
Suranaree University of Technology
Academic Year 2021

ผลของเส้นใยโคโตนต่อสมบัติของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่สังเคราะห์โดย
กระบวนการโซลเจล

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี อนุมัติให้นักวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์



(ผศ. ดร. ดุจฤทัย พงษ์เก่า คະขີມາ)

ประธานกรรมการ



(รศ. ดร. ศิริรัตน์ ทับสูงเนิน รัตนจันทร์)

กรรมการ (อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์)



(ผศ. ดร. นิธินาถ ศุภกาญจน์)

กรรมการ

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี



(รศ. ดร. ฉัตรชัย โชติษฐียงกูร)

รองอธิการบดีฝ่ายวิชาการและประกันคุณภาพ



(รศ. ดร. พรศิริ จงกล)

คณบดีสำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

รวี ดั่งวิริยะกุล: ผลของเส้นใยไคโตซานต่อสมบัติของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่สังเคราะห์ โดยกระบวนการโซล-เจล (EFFECTS OF CHITOSAN FIBERS ON PROPERTIES OF SOL-GEL SYNTHESIZED GLASS IONOMER CEMENT) อาจารย์ที่ปรึกษา: รองศาสตราจารย์ ดร.ศิริรัตน์ ทับสูงเนิน รัตนจันทร์, 94 หน้า.

คำสำคัญ: กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์/โซล-เจล/เส้นใยที่ผ่านการดัดแปร/เส้นใยไคโตซาน/การเสริมแรง

กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์เป็นวัสดุบูรณะฟัน มีข้อดีคือสามารถปลดปล่อยฟลูออไรด์ป้องกันการเกิดโรคฟันพุ่ซ้ำซ้อนได้ ในงานวิจัยนี้ผงกลาสไอโอโนเมอร์ถูกสังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจล มีข้อดีคือสามารถช่วยควบคุมองค์ประกอบทางเคมีของผงกลาสไอโอโนเมอร์และใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ต่ำ ในงานวิจัยนี้เลือกใช้ผงกลาสไอโอโนเมอร์ที่มีองค์ประกอบ $4.5\text{SiO}_2-4\text{Al}_2\text{O}_3-0.45\text{P}_2\text{O}_3-2\text{CaO}-2\text{F}_2$ ได้มาจากกระบวนการโซล-เจล ซึ่งใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ $700\text{ }^\circ\text{C}$ และผงกลาสไอโอโนเมอร์ที่ได้จะนำมาเสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานซึ่งผ่านดัดแปรด้วยกรดอะซิติกความเข้มข้น 0.1, 0.3, 0.5 และ 0.7 M โดยเส้นใยไคโตซานที่ใช้ในงานวิจัยนี้มีความยาว 1, 2 และ 3 มิลลิเมตรตามลำดับ

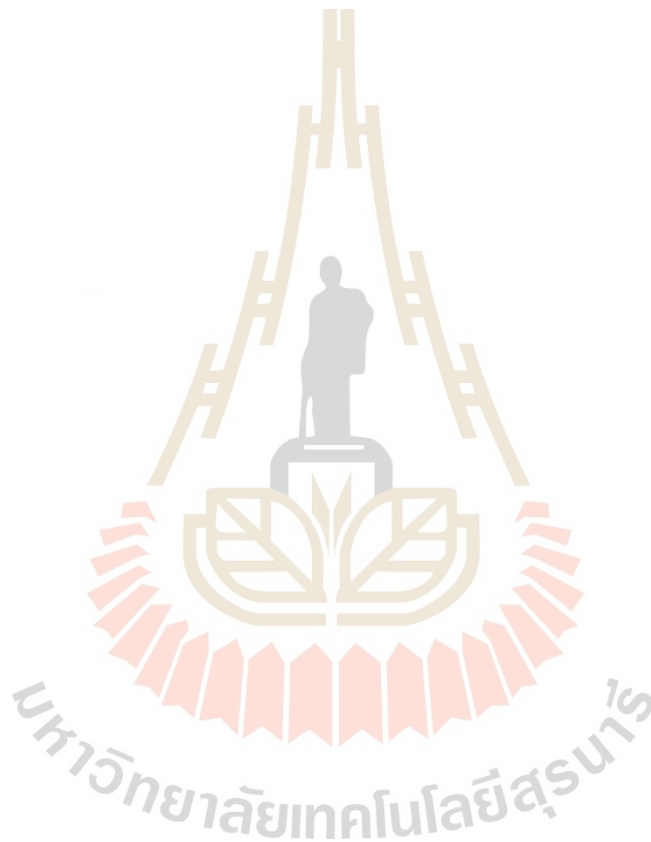
ผลการตรวจสอบความยาวเส้นใยไคโตซานด้วยเทคนิค Image analysis (ImageJ) พบว่าเส้นใยไคโตซานมีความยาวเฉลี่ย 1.202, 2.111 และ 3.129 มม. ตามลำดับ จากการตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีด้วย FTIR พบหมู่ฟังก์ชันของคาร์บอกซิล (-COOH) ปรากฏบนเส้นใยไคโตซาน และลักษณะพื้นผิวของเส้นใยไคโตซานที่ตรวจสอบด้วย SEM ปรากฏว่าเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการดัดแปรด้วยกรดอะซิติก แสดงให้เห็นลักษณะพื้นผิวที่เรียบและไม่มีสิ่งเจือปนเมื่อเปรียบเทียบกับเส้นใยไคโตซานที่ไม่ผ่านการดัดแปร

การทดสอบหาระยะเวลาก่อตัว ความต้านทานแรงกดอัด และลักษณะพื้นผิวรอยแตกของซีเมนต์ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซาน ผลที่ได้พบว่า กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการดัดแปรด้วยกรดอะซิติกความเข้มข้น 0.5 M ที่ปริมาณ 0.1 wt.% สามารถเพิ่มความแข็งแรงได้อย่างมีนัยยะสำคัญเมื่อเปรียบเทียบกับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ไม่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซาน และระยะเวลาก่อตัวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์มีแนวโน้มที่จะลดลงเมื่อปริมาณของเส้นใยไคโตซานสูงขึ้น

ผลการศึกษาวิธีการผสมกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ระหว่างวิธีการผสมด้วยมือและเครื่องปั้นอะมัลกัม พบว่าการผสมกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ด้วยเครื่องปั้นอะมัลกัมจะส่งผลให้ระยะเวลาก่อตัวและความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ลดลง

จากการศึกษาความเป็นพิษของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์โดยเทคนิค Alamar blue assay พบว่าการเสริมแรงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ด้วยเส้นใยโคโตซานที่ปริมาณ 1 wt.% สามารถช่วยลดความเป็นพิษของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้

ในการศึกษานี้ประสบความสำเร็จในการเพิ่มความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจล โดยการใช้เส้นใยโคโตซานที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.5 M ปริมาณ 0.1 wt.% ในการเสริมแรง



สาขาวิชา วิศวกรรมเซรามิก
ปีการศึกษา 2564

ลายมือชื่อนักศึกษา ว. ตรีวิเศษ
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา อ. วิมล

RAWEE DANGWIRIYAKUL: EFFECTS OF CHITOSAN FIBERS ON PROPERTIES OF SOL-GEL SYNTHESIZED GLASS IONOMER CEMENT. THESIS ADVISOR: ASSOC. PROF. SIRIRAT TUBSUNGNOEN RATTANACHAN, Ph.D., 94 PP.

Keyword: GLASS IONOMER CEMENT, SOL-GEL, TREATMENT FIBER, CHITOSAN FIBER, REINFORCEMENT

Glass ionomer cement (GIC) is commonly used for a restorative dental material has the advantage of releasing fluoride to prevent secondary caries. GI powder was synthesized by the sol-gel method with low temperature and controlling glass composition. In this study, the glass ionomer for $4.5\text{SiO}_2\text{-}4\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.45\text{P}_2\text{O}_3\text{-}2\text{CaO-}2\text{F}_2$ composition was synthesized by the sol-gel method which used 700°C for synthesis and the treated chitosan fibers were added to reinforce the mechanical properties of the sol-gel GIC. The chitosan fibers were cut randomly with the average length of 1, 2, 3 mm was analyzed by ImageJ and treated by acetic acid at concentrations 0.1, 0.3 M, 0.5 and 0.7 M. After treatment, chemical analysis of chitosan fibers was characterized, and the morphology of chitosan fiber was observed. The sol-gel GIC reinforced with untreated and treated chitosan fibers at the different amount of 0.1, 0.5 and 1 wt.% were investigated the setting time, compressive strength, and fracture surface.

The compressive strength of GIC with 0.1 wt.% treated chitosan fiber in 0.5 M acetic acid was significantly improved as compared to the GIC without reinforcement. The setting time of GIC was slightly decrease when increasing the fibers.

The hand mixing technique and the amalgam blender were compared to examine the GIC mixing method. The results revealed that using an amalgam blender to mix the GIC reduced the setting times and compressive strength of the glass ionomer cement.

The Alamar blue assay technique was used to investigate the cytotoxicity of GIC. It was discovered that reinforcing GIC with chitosan fibers at 1% wt. might help minimize the cytotoxicity of GIC.

This study successfully improved the compressive strength of sol-gel GIC by reinforcing with 0.1 wt.% chitosan fiber treated in acetic acid 0.5 M.



School of Ceramic Engineering
Academic Year 2021

Student's Signature _____

Advisor's Signature _____




กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี เนื่องจากได้รับความช่วยเหลืออย่างยิ่ง ทั้งทางด้านวิชาการ และด้านการดำเนินงานวิจัย จากบุคคลทุกท่าน ดังต่อไปนี้

รศ. ดร. ศิริรัตน์ ทับสูงเนิน รัตนจันทร์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ให้โอกาสทางการศึกษา ให้คำแนะนำและคำปรึกษาในการดำเนินงานวิจัย รวมทั้งช่วยตรวจทานและแก้ไขวิทยานิพนธ์ เล่มนี้จนเสร็จสมบูรณ์ ตลอดจนผลงานวิจัยที่ได้รับการเผยแพร่

คณาจารย์ทุกท่านในสาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ที่ให้ความรู้ ความเมตตาแก่ผู้วิจัยมาโดยตลอด

ผศ. ดร. ดุจฤทัย พงษ์เก่า คะชีมา และ ผศ. ดร. นิธินาถ ศุภกาญจน์ คณะกรรมการสอบ วิทยานิพนธ์ ที่ให้คำแนะนำในการดำเนินงานวิจัยเมื่อครั้งที่สอบโครงร่างวิทยานิพนธ์ รวมทั้งช่วย ตรวจสอบ และให้คำแนะนำดี ๆ ในการปรับปรุงเล่มวิทยานิพนธ์

นายสงคราม ยาวะประภาช และ นางหนึ่งฤทัย ประเสริฐ เจ้าหน้าที่ปฏิบัติการสาขา วิศวกรรมเซรามิก ที่ช่วยเหลือในการดำเนินงานวิจัย ให้คำแนะนำในการใช้อุปกรณ์เครื่องมือสำหรับ ดำเนินงานวิจัย รวมทั้ง เจ้าหน้าที่ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยี สุรนารีที่ให้คำแนะนำและช่วยเหลือด้านเครื่องมือวิจัย

ดร. สาวิตรี ศรีสุวรรณ คุณอรณิช ทองศรี และคุณปาริทัสน์ ไทยทะเล ที่คอยให้คำแนะนำ คำปรึกษา และคอยให้ความช่วยเหลือในการดำเนินงานวิจัย

คุณพันทิพา นำสว่างรุ่งเรือง ที่ได้ให้ความช่วยเหลือ ประสานงานทางด้านเอกสารตลอด ระยะเวลาที่ศึกษา

ขอขอบคุณมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ที่สนับสนุนทางด้านทุนการศึกษา และเปิดโอกาส ในการเข้าศึกษาและดำเนินงานวิจัยในครั้งนี้

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา ที่ให้โอกาสทางการศึกษา จนกระทั่งวิทยานิพนธ์ ฉบับนี้สำเร็จ ผู้วิจัยรู้สึกซาบซึ้งเป็นอย่างยิ่ง จึงขอขอบพระคุณทุกท่านเป็นอย่างสูงไว้ ณ โอกาสนี้ด้วย

รวี ตั้งวิริยะกุล

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ (ภาษาไทย)	ก
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ)	ค
กิตติกรรมประกาศ	จ
สารบัญ	ฉ
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูปภาพ	ฉ
บทที่	
1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมา ความสำคัญของปัญหา และทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง.....	1
1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย.....	4
1.3 สมมติฐานการวิจัย.....	4
1.4 ขอบเขตการวิจัย.....	5
2 ปรัชญาวรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	6
2.1 กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์.....	6
2.2 กระบวนการสังเคราะห์กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ด้วยกระบวนการโซล-เจล	7
2.3 การเสริมแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์	8
2.4 ชนิดของวัสดุเสริมแรง.....	11
2.4.1 เส้นใยแก้ว (Glass fiber).....	11
2.4.2 อนุภาคนาโน (Nano particle)	12
2.4.3 เส้นใยจากเซลลูโลส (Cellulose fiber).....	13
2.4.4 เส้นใยไหม (silk fiber).....	14
2.4.5 ไคโตซาน (Chitosan)	15

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.5	การดัดแปรเส้นใยไคโตซาน.....	22
2.5.1	การดัดแปรไคโตซานด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์.....	22
2.5.2	การดัดแปรไคโตซานด้วยกรดอะซิติก.....	22
2.6	การออกแบบการทดลอง (Design of experimental, DOE).....	23
2.6.1	การวิเคราะห์ข้อมูลเชิงสถิติโดยการทดสอบความแปรปรวน ANOVA.....	23
2.7	การทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์ (Cytotoxicity).....	24
2.7.1	อะลามาร์บูล (Alamar blue).....	24
3	วิธีดำเนินการวิจัย.....	26
3.1	สารเคมีที่ใช้สำหรับงานวิจัย.....	23
3.2	การเตรียมผงกลาสไอโอโนเมอร์ด้วยกระบวนการโซล-เจล.....	27
3.3	การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของผงกลาสไอโอเมอร์ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการ โซล-เจล.....	29
3.3.1	การวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของผงกลาสไอโอโนเมอร์.....	29
3.3.2	การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของผงกลาสไอโอโนเมอร์.....	29
3.4	การเตรียมเส้นใยไคโตซานและสภาวะการดัดแปรเส้นใย.....	30
3.4.1	กระบวนการเตรียมเส้นใยสั้น.....	30
3.4.2	การดัดแปรเส้นใยด้วยกรดอะซิติก.....	31
3.5	การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของเส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการดัดแปร.....	31
3.5.1	การตรวจสอบความยาวของเส้นใยไคโตซานแบบสั้น.....	31
3.5.2	การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีและจุลโครงสร้างของ เส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการดัดแปร.....	32
3.5.3	การดูซึม้ำของเส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการดัดแปร.....	32
3.6	การเตรียมกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซาน.....	33
3.6.1	การเตรียมกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วย	

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

	เส้นใยโคโตนานัดแปรด้วยการผสมด้วยมือ.....	34
3.6.2	การเตรียมกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วย เส้นใยโคโตนานัดแปรด้วยการผสมด้วยเครื่องปั่นอะมัลกัม	35
3.7	การทดสอบคุณสมบัติของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตนานัดแปร	36
3.7.1	ระยะเวลาทำงานและระยะเวลาก่อตัวของ กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ (setting time).....	36
3.7.2	การทดสอบความต้านทานแรงกดอัดของ กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ (compressive strength).....	37
3.7.3	การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตนานัดแปร	38
3.8	การทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ (Cytotoxicity) ..	39
3.8.1	การละลายเซลล์ที่ถูกแช่แข็ง (Thawing frozen cell).....	39
3.8.2	การเพิ่มจำนวนเซลล์ (Cell proliferation).....	40
3.8.3	การเตรียมกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์สำหรับนำไปทดสอบ ความเป็นพิษต่อเซลล์.....	40
3.8.4	การวัดการเพิ่มจำนวนของเซลล์ไฟโบบลาสต์ด้วยเทคนิค (Alamarblue cell proliferation assay)	41
4	ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง.....	43
4.1	ผลการศึกษากลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจล.....	43
4.1.1	ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์	43
4.1.2	ผลวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์	44
4.1.3	ผลวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของผงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์	44
4.2	ผลการศึกษาสมบัติของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่อัตราส่วน	

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

ของผงกลาสไอโอโนเมอร์และของเหลวผสมแตกต่างกัน.....	45
4.2.1 ผลระยะเวลาก่อตัวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ ไม่ได้เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตซาน.....	45
4.2.2 ผลความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์.....	46
4.3 ผลการศึกษาสมบัติของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ อัตราส่วนของผงกลาสไอโอโนเมอร์และของเหลวผสมแตกต่างกัน.....	48
4.3.1 ความยาวเฉลี่ยของเส้นใยโคโตซานแบบสั้น.....	48
4.3.2 องค์ประกอบทางเคมีของเส้นใยโคโตซานที่ผ่านการดัดแปร ด้วยกรดอะซิติก.....	49
4.3.3 ลักษณะพื้นผิวของเส้นใยหลังผ่านการดัดแปร.....	50
4.3.4 การดูดซึมน้ำของเส้นใยโคโตซานที่ผ่านกระบวนการ ดัดแปรด้วยกรดอะซิติก (water absorption).....	51
4.4 ผลการเสริมความแข็งแรงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ ด้วยเส้นใยโคโตซานที่ผ่านกระบวนการดัดแปรด้วยกรดอะซิติก.....	52
4.4.1 อิทธิพลของปริมาณเส้นใยโคโตซานที่ส่งผลต่อ การเสริมแรงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ไม่ผ่านการดัดแปร.....	52
4.4.2 อิทธิพลของความเข้มข้นในการดัดแปรเส้นใยโคโตซาน ที่ส่งผลต่อการเสริมแรงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์.....	55
4.4.3 อิทธิพลของความยาวเส้นใยโคโตซานที่ส่งผลต่อ การเสริมแรงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์.....	58
4.4.4 ผลวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุบนพื้นผิวเส้นใยโคโตซาน ที่เสริมแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์.....	63
4.4.5 ผลการวิเคราะห์ข้อมูลเชิงสถิติของค่าความต้านทานแรงกดอัด ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์.....	64

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.5	อิทธิพลของวิธีการผสมกลาสไอโอเมอร์ซีเมนต์ระหว่างวิธีการผสมด้วยมือและเครื่องปั้นอมัลกัม.....	67
4.5.1	ระยะเวลาก่อตัวกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตะซาน	67
4.5.2	ความต้านทานแรงกดอัดของซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตะซาน	69
4.5.3	สัณฐานวิทยาของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่มีวิธีการผสมแตกต่างกัน	70
4.6	การวัดการเพิ่มจำนวนของเซลล์ไฟโบบลาสด้วยเทคนิค Alarmblue assay.....	73
5	สรุปผลการทดลอง.....	75
5.1	สรุปงานวิจัย.....	75
5.2	ข้อเสนอแนะ.....	76
	รายการอ้างอิง.....	77
	ภาคผนวก ก	87
	การคำนวณสารเคมีสำหรับสังเคราะห์กลาสไอโอโนเมอร์ด้วยกระบวนการโซล-เจล	88
	ภาคผนวก ข	90
	บทความทางวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่ในระหว่างศึกษา.....	91
	ประวัติผู้เขียน	92

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
1.1	ข้อดี-ข้อเสียของวัสดุอุดฟันแต่ละชนิด	2
2.1	วัสดุเสริมแรงที่ใช้ในกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์.....	19
3.1	สารเคมีที่ใช้สำหรับงานวิจัย.....	26
3.2	สารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์ผงกลาสไอโอโนเมอร์สูตร $4.5\text{SiO}_2-4\text{Al}_2\text{O}_3-0.45\text{P}_2\text{O}_5-2\text{CaO}-2\text{F}_2$	29
3.3	ปัจจัยที่กำหนดด้วยเทคนิค DOE.....	34
3.4	แสดงลักษณะการวางชิ้นงานทดสอบกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์บน 24 well plate เพื่อที่จะทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์	41
4.1	ระยะเวลาก่อตัวและค่าความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์	47
4.2	ระยะเวลาก่อตัวของกลาสไอโอโนเมอร์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตนาน	62
4.3	% atomic บนพื้นผิวของเส้นใยโคโตนานที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS.....	64
4.4	ผลการวิเคราะห์ค่าความต้านทานแรงกดอัดด้วยเทคนิค ANOVA	67
4.5	setting time และ compressive strength ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ ที่เปรียบเทียบวิธีการผสมระหว่างการผสมด้วยมือและเครื่องปั่นอะมัลกัม	70
4.6	ขนาดรูพรุนเฉลี่ยของกลาสไอโอเมอร์ซีเมนต์ที่ผสมด้วยมือและเครื่องปั่นอะมัลกัม	71

สารบัญรูปภาพ

รูปที่	หน้า
2.1	(ก)ภาพจำลองการทำปฏิกิริยาระหว่างแก้วและ poly(alkenoic acid) (ข) ภาพจำลองของแก้วเมื่อปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์ 7
2.2	แผนผังกระบวนการโซลเจล..... 8
2.3	แผนผังวิธีการเสริมแรงของวัสดุคอมโพสิต..... 9
2.4	(ก) ลักษณะของเส้นใยที่กระจายตัวในวัสดุคอมโพสิต และ (ข) การป้องกันรอยแตกขยายตัว..... 9
2.5	ลักษณะการรับแรงของเส้นใย (ก) ช่องว่างที่เกิดจากการหลุดออกของเส้นใย (ข)การขาดของเส้นใย (ค) การแยกกันระหว่างเส้นใยกับเมทริก 10
2.6	โครงสร้างทางเคมีของไคติน (chitin) และไคโตซาน (chitosan)..... 15
2.7	รูปทรงโมเลกุลของหน่วยซ้ำของเซลลูโลส 17
2.8	ลักษณะสายโซ่เปปไทด์ของเส้นใยไหม..... 18
3.1	แผนภาพกระบวนการเตรียมกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ด้วยวิธีโซลเจล 28
3.2	แผนภาพการตัดเส้นใยไคโตซาน..... 30
3.3	แผนภาพการตัดแปรเส้นใยไคโตซาน..... 31
3.4	แผนภาพวิธีการวัดการดูดซึมน้ำของเส้นใยไคโตซาน 32
3.5	การเตรียมกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ด้วยวิธีการผสมด้วยมือ..... 35
3.6	เครื่องปั่นอะมัลกัมรุ่น Softly amalgamator โดยบริษัท Aceteon..... 35
3.7	การทดสอบระยะเวลาก่อตัวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ โดยใช้เครื่อง Gilmore apparatus..... 37
3.8	ขนาดของชิ้นงานที่ใช้ในการทดสอบความต้านทานต่อแรงกดอัด 37
3.9	แผนภาพกระบวนการเตรียมชิ้นงานสำหรับศึกษา morphology และ microstructure ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ 38
3.10	แผนภาพกระบวนการละลายเซลล์ไฟโบรบลาสต์ที่ถูกแช่แข็ง..... 39

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.11	แผนภาพกระบวนการเพิ่มจำนวนเซลล์ 40
4.1	ความสัมพันธ์ของเปอเซ็นต์ความถี่ในการพบนุภาคและการกระจายตัวของอนุภาค และขนาดอนุภาคที่วัดได้จากเครื่อง Particle Size Analysis 43
4.2	ผลการวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบทางเฟสของผงกลาสไอโอโนเมอร์ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจล ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer; XRD)..... 44
4.3	ผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการโซล-เจล ด้วยเทคนิค FT-IR..... 45
4.4	ระยะเวลาทำงาน (working time) และระยะเวลาก่อตัวสุทธิ (Net setting time) ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ผสมด้วยเครื่องและผสมด้วยมือ โดย Net setting time คำนวณได้จาก ระยะเวลาก่อตัวเริ่มต้น – ระยะเวลาก่อตัวสุดท้าย..... 45
4.5	กราฟค่าความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่อัตราส่วนของผงกลาสไอโอโนเมอร์และของเหลวผสมแตกต่างกัน..... 46
4.6	พื้นผิวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่อัตราส่วน P:L 1:1 ที่กำลังขยาย ก) 200 เท่า และ ข) 500 เท่า, พื้นผิวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่อัตราส่วน P:L 1.5:1 ที่กำลังขยาย ค) 200 เท่า และ ง) 500 เท่า พื้นผิวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่อัตราส่วน P:L 2:1 ที่กำลังขยาย จ) 200 เท่า และ ฉ) 500 เท่า..... 47
4.7	ลักษณะการกระจายตัวของความยาวเส้นใยโคโตนานที่ผ่านกระบวนการตัด ก) เส้นใยโคโตนาน 1 มม., ข) เส้นใยโคโตนาน 2 มม. และ ค) เส้นใยโคโตนาน 3 มม. 48
4.8	กราฟ FT-IR สเปกตรัมของเส้นใยโคโตนานที่ไม่ผ่านกระบวนการตัดแปรและผ่านกระบวนการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกเข้มข้น 0.1, 0.3, 0.5 และ 0.7 M 49
4.9	ภาพถ่าย SEM ของเส้นใยโคโตนาน (ก) ไม่ผ่านการตัดแปร, (ข) ตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.1 M, (ค) ตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.3 M, (ง) ตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.5 M และ (จ) ตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.7 M 50

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.10 การดูดซึมน้ำของเส้นใยไคโตซานที่ไม่ผ่านการตัดแปรและผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกความเข้มข้น 0.1, 0.3 และ 0.5 M.....	52
4.11 ระยะเวลาทำงาน (Working time) และ ระยะเวลาก่อตัวสุทธิ (Net setting time) ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานปริมาณแตกต่างกัน.....	53
4.12 กราฟค่าความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ไม่ผ่านการตัดแปรปริมาณแตกต่างกัน.....	54
4.13 ภาพถ่ายรอยแตกที่กำลังขยาย 500 เท่า ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ไม่ผ่านการตัดแปรที่ปริมาณ (ก) 0.1 wt.%, (ข) 0.5 wt.% และ (ค) 1 wt.%	54
4.14 ระยะเวลาทำงาน (Working time) และ ระยะเวลาก่อตัวสุทธิ (Net setting time) ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดแปรที่ปริมาณเส้นใยที่แตกต่างกัน	55
4.15 กราฟค่าความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกที่ปริมาณเส้นใยที่แตกต่างกัน	56
4.16 ภาพถ่ายรอยแตกที่กำลังขยาย 500 เท่า ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ (ก) ไม่ผ่านการตัดแปรและ ที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกที่ความเข้มข้น (ข) 0.3 M และ (ค) 0.5 M.....	57
4.17 ระยะเวลาทำงาน (Working time) และ ระยะเวลาก่อตัวสุทธิ (Net setting time) ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานความยาว (ก) 1 มม., (ข) 2 มม. และ (ค) 3 มม.....	58
4.18 กราฟค่าความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกที่ปริมาณเส้นใยที่แตกต่างกัน	60

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.19	ภาพถ่ายรอยแตกที่กำลังขยาย 500 เท่า ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกความเข้มข้น 0.5 M ที่ความยาว (ก) 1 มิลลิเมตร, (ข) 2 มิลลิเมตร และ (ค) 3 มิลลิเมตร..... 61
4.20	ภาพถ่ายรอยแตกที่กำลังขยาย 500 และ 1500 เท่า (ก) กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ไม่ผ่านการตัดแปร ที่กำลังขยาย (ข) กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซาน ที่ผ่านตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.3 M (ค) กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานยาวที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.5 M 63
4.21	กราฟ (ก) Main effect และกราฟ (ข) Interaction สำหรับผลความต้านทานแรงกดอัด ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดแปร ด้วยกรดอะซิติก 0.3 และ 0.5 M ความยาว 1, 2 และ 3 มิลลิเมตร ที่ปริมาณ 0.1, 0.5 และ 1 wt.% 65
4.22	ระยะเวลา ก) ระยะเวลาทำงาน (working time) และ ข) ระยะเวลาก่อตัวสุทธิ (Net setting time) ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ผสมด้วยเครื่องและผสมด้วยมือ โดย Net setting time คำนวณได้จาก ระยะเวลาก่อตัวเริ่มต้น – ระยะเวลาก่อตัวสุดท้าย..... 68
4.23	แสดงผลความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ ที่ผสมด้วยมือและเครื่อง 69
4.24	ผลของวิธีการผสมระหว่างการผสมด้วยมือ (hand mixing) และผสมด้วย เครื่องปั่นอมัลกัม (capsule mixing) ที่มีผลต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุน..... 70
4.25	ภาพถ่ายพื้นผิวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่อัตราส่วน (ก) P:L ratio 2-1 ผสมด้วยมือ (ข) P:L ratio 1.5-1 ผสมด้วยมือ (ค) P:L ratio 1.5-1 ผสมด้วยเครื่องปั่นอมัลกัม (ง) P:L ratio 1-1 ผสมด้วยมือ (จ) P:L ratio 1-1 ผสมด้วยเครื่องปั่นอมัลกัม..... 71

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.26	กราฟแสดงการเพิ่มจำนวนของเซลล์ไฟโบรบลาสต์ที่อยู่บนพื้นผิวของ กลาสไฮโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ระยะเวลา 1, 7 และ 14 วัน 73



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมา ความสำคัญของปัญหา และทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

ปัญหาสุขภาพทางช่องปากเป็นปัญหาที่มักจะได้พบได้ทั่วไปในบุคคลทุกเพศทุกวัย โดยเฉพาะในกลุ่มเด็กอายุ 12 ถึง 15 ปี เนื่องจากในเด็กในวัยนี้ส่วนใหญ่มีพฤติกรรมชอบดื่มน้ำอัดลม, น้ำหวาน, กินลูกอมและขนมหวาน ซึ่งเป็นสาเหตุของการเกิดโรคฟันผุในเด็ก โดยเฉพาะในกลุ่มเด็กอายุ 15 ปี ที่มีพฤติกรรมแปรงฟันที่ลดลง จากผลสำรวจสภาวะทันตสุขภาพแห่งชาติ ครั้งที่ 8 พ.ศ. 2560 พบว่ากลุ่มเด็กอายุ 15 ปี มีปัญหาเกี่ยวกับโรคฟันผุสูงถึงร้อยละ 62.7 และอีกกลุ่มที่พบว่ามีปัญหาด้านสุขภาพช่องปากเป็นจำนวนมาก คือ กลุ่มผู้สูงอายุที่มีอายุ 60 ปีขึ้นไป ที่การทำงานของอวัยวะต่าง ๆ มีการถดถอยลง รวมถึงอวัยวะภายในช่องปาก หากไม่ได้รับการดูแลที่เหมาะสมอาจจะส่งผลให้เกิดการติดเชื้อหรือสูญเสียฟันได้ จากผลสำรวจสภาวะทันตสุขภาพแห่งชาติ ครั้งที่ 8 พ.ศ. 2560 พบว่ามีในกลุ่มผู้สูงอายุ 60 – 74 ปี มีปัญหาโรคฟันผุที่ยังไม่ได้รับการรักษาถึงสูงถึงร้อยละ 52.6

โรคฟันผุ เป็นโรคที่เกิดขึ้นภายในช่องปาก ซึ่งมีสาเหตุมาจากการที่เนื้อฟันเกิดการสลายตัวของชั้นเคลือบฟันอันเนื่องมาจาก การสะสมเชื้อแบคทีเรียในคราบจุลินทรีย์ที่ติดอยู่บนผิวเนื้อฟัน ย่อยแป้งหรือน้ำตาลให้กลายเป็นกรด และกัดกร่อนผิวฟัน ส่งผลให้เนื้อฟันและแร่ธาตุในฟันนั้นสูญหายไป เป็นผลให้เกิดเป็นปัญหาฟันผุ ซึ่งโรคฟันผุเป็นโรคเรื้อรัง ที่ถึงแม้จะไม่ได้เป็นโรคที่มีความอันตรายร้ายแรง แต่ก็ส่งผลต่อการดำเนินชีวิตประจำวันของผู้ป่วย เช่น ทำให้เกิดการเสียวฟันและเป็นสาเหตุของการปวดฟัน

วัสดุอุดฟัน (dental restorative) เป็นวัสดุที่ใช้ในการรักษาโรคฟันผุ โดยที่ทันตแพทย์จะใช้วัสดุอุดฟันซ่อมแซมเนื้อฟันในส่วนที่ผุไปของผู้ป่วย ซึ่งวัสดุอุดฟันที่ทันตแพทย์ใช้ในการรักษาผู้ป่วยนั้นมีหลากหลายชนิด ดังที่แสดงตารางที่ 1.1 โดยวัสดุแต่ละชนิดนั้นจะมีคุณสมบัติและข้อดีข้อเสียที่แตกต่างกันไป โดยวัสดุอุดฟันที่นิยมนำมาใช้ในกลุ่มเด็กและผู้สูงอายุ คือ วัสดุอุดฟันประเภทกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ ที่มีข้อดีคือ ใช้งานได้ง่าย สามารถเซตตัวได้ดีในสภาวะที่มีน้ำ และนอกจากนี้ยังมีความสามารถในการปลดปล่อยฟลูออไรด์ ซึ่งฟลูออไรด์ที่ปลดปล่อยออกมานั้นจะไปเคลือบบนชั้นเนื้อฟันเพื่อป้องกันไม่ให้เกิดปัญหาฟันผุซ้ำซ้อนได้

ในปัจจุบันวัสดุอุดฟันชนิดกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ในประเทศไทยถูกนำเข้าจากต่างประเทศ โดยข้อมูลจากกรมศุลกากรย้อนหลัง 5 ปี พบว่ามีค่าใช้จ่ายในการนำเข้าสูงกว่า 30 ล้านบาทต่อปี ฉะนั้นการผลิตวัสดุชนิดนี้ภายในประเทศจึงเป็นงานที่น่าสนใจ โดยการสังเคราะห์ผงกลาสไอโอโน

เมอร์สามารถทำได้ด้วยกระบวนการ หลอมแก้วที่อุณหภูมิสูง (melt quench) ใช้อุณหภูมิที่สูงถึง 1300 - 1500 °C ซึ่งการใช้อุณหภูมิที่สูงนั้นจะส่งผลเกิดการสูญเสียของฟลูออไรด์ (Brauer, Mneimne, & Hill, 2011) ส่งผลให้ไม่สามารถควบคุมปริมาณของฟลูออไรด์ในโครงสร้างได้ ดังนั้น ในงานวิจัยนี้จึงพัฒนากระบวนการผลิตกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่สามารถควบคุมองค์ประกอบทางเคมีได้ดี คือ กระบวนการโซล-เจล (sol-gel) ซึ่งเป็นกระบวนการที่เกิดโดยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis) และ ปฏิกิริยาการควบแน่น (condensation) ซึ่งมีข้อดีคือใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ต่ำกว่าวิธี melt quench โดยใช้อุณหภูมิในช่วง 600 ถึง 800 °C ซึ่งจะสามารถช่วยลดต้นทุนการผลิตได้ อีกทั้ง ผงกลาสไอโอโนเมอร์ที่ได้มีความบริสุทธิ์สูง และ ยังสามารถควบคุมองค์ประกอบของผงกลาสไอโอโนเมอร์ได้เป็นอย่างดี (Kajihara, 2013) โดยการทดลองเบื้องต้นสำหรับการผลิตผงกลาสไอโอโนเมอร์ด้วยกระบวนการโซล-เจล ได้เลือกใช้สูตรกลาสไอโอโนเมอร์จากงานวิจัยของ (Thongsri et al., 2021) ผลที่ได้พบว่ากลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่สังเคราะห์ได้ยังคงมีปัญหาด้านความแข็งแรงที่ค่าความต้านทานแรงกดอัดอยู่ที่ประมาณ 70 MPa ซึ่งต่ำกว่ามาตรฐาน ISO 9917-1 ที่กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์จะต้องมีค่าความต้านทานแรงกดอัดสูงกว่าหรือเท่ากับ 100 MPa ดังนั้น ผู้วิจัยจึงสนใจที่จะปรับปรุงคุณสมบัติเชิงกลของกลาสไอโอโนเมอร์ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจลให้มีความแข็งแรงตามมาตรฐาน สำหรับใช้เป็นวัสดุอุดฟันทางทันตกรรม

ตารางที่ 1.1 ข้อดี-ข้อเสียของวัสดุอุดฟันแต่ละชนิด

ชนิดของวัสดุอุดฟัน	ข้อดี	ข้อเสีย	Compressive strength (MPa)	อ้างอิง
Amalgam	<ul style="list-style-type: none"> - อายุการใช้งานยาวนาน - ทนทานต่อการขัดสี - การหดตัวหลังขึ้นรูปต่ำ - ความเสี่ยงต่อการรั่วต่ำ - ราคาถูก 	<ul style="list-style-type: none"> - สีเทา, ซึ่งไม่เข้ากับเนื้อฟัน - ว่องไวต่อความร้อนและความเย็นเนื่องจากเป็นโลหะ - มีความเป็นพิษจากโลหะหนัก 	292 - 332	(Torabinejad, Hong, McDonald, & Ford, 1995)

ตารางที่ 1.1 ข้อดี-ข้อเสียของวัสดุอุดฟันแต่ละชนิด (ต่อ)

ชนิดของวัสดุอุดฟัน	ข้อดี	ข้อเสีย	Compressive strength (MPa)	อ้างอิง
Composite-resin	<ul style="list-style-type: none"> - แข็งแรง และทนทาน - สีเหมือนเนื้อฟัน - ทนทานต่อการแตกหัก 	<ul style="list-style-type: none"> - มีการหดตัวหลังจากแข็งตัว - ว่องไวต่อความชื้น - ราคาแพง - อาจเป็นตัวกระตุ้นให้เกิดเซลล์มะเร็ง 	225 - 250	(Cho, Kaneko, Donovan, & White, 1999)
Glass ionomer cement	<ul style="list-style-type: none"> - สีเหมือนเนื้อฟัน - ใช้งานง่าย - สามารถยึดเกาะกับเนื้อฟันได้ - สามารถปลดปล่อยฟลูออไรด์ได้ ซึ่งจะ - สามารถป้องกันฟันผุได้ 	<ul style="list-style-type: none"> - ไม่เหมาะที่จะใช้ในบริเวณฟันที่มีการขบเคี้ยว - ไม่ทนต่อการขัดสี - ราคาแพง(ใกล้เคียงกับ composite resin) 	109 – 196	(Lohbauer, 2009)
Resin-ionomer cement	<ul style="list-style-type: none"> - สีเหมือนเนื้อฟัน - ใช้งานง่าย - สามารถยึดเกาะกับเนื้อฟันได้ - สามารถปลดปล่อยฟลูออไรด์ได้ ซึ่งจะ - สามารถป้องกันฟันผุได้ 	<ul style="list-style-type: none"> - ราคาแพง(ใกล้เคียงกับ composite-resin) - ไม่ทนต่อการขัดสี - ไม่เหมาะจะใช้ในฟันผู้ใหญ่ (บริเวณที่ได้รับแรงขบเคี้ยว) - ว่องไวต่อความชื้น 	150 – 166	(Xu & Burgess, 2003)

1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย

1.2.1 ศึกษาปัจจัยในการปรับปรุงคุณสมบัติเชิงกลของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เตรียมโดยวิธีการ โซลเจล ด้วยการเติมเส้นใยธรรมชาติเป็นวัสดุเสริมแรง

1.2.2 ศึกษากลไกและปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจากการเติมวัสดุเสริมแรงลงในกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เตรียมด้วยวิธีการ โซลเจล ให้มีความเหมาะสมต่อการนำไปใช้งานทางด้านทันตกรรม

1.3 สมมติฐานการวิจัย

วัสดุอุดฟันชนิดกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์เป็นวัสดุอุดฟันที่มีสมบัติตามมาตรฐาน ISO 9917-1 ซึ่งมีคุณสมบัติประกอบด้วย ต้องมีระยะเวลาก่อตัว (Net setting time) ภายใน 6 นาที และมีค่าความต้านทานแรงกดอัดสูงกว่าหรือเท่ากับ 100 MPa ผลิตภัณฑ์ทางการค้า ได้แก่ ผลิตภัณฑ์จากบริษัท GC fuji และ บริษัท 3M ประกอบด้วยผงแก้วที่มีซิลิกาและอะลูมิเนียมเป็นองค์ประกอบหลักผลิตโดยกระบวนการนำส่วนผสมออกไซด์มาหลอมรวมกันเป็นแก้วที่อุณหภูมิสูงในช่วง 1300 – 1500 °C ซึ่งเป็นกระบวนการที่ต้องใช้ความร้อนสูง ส่งผลต่อการสลายตัวของฟลูออไรด์ และการควบคุมองค์ประกอบของแก้ว

ดังนั้นในงานวิจัยนี้ได้พัฒนาการสังเคราะห์แก้วกลาสไอโอโนเมอร์ โดยกระบวนการทางเคมีที่ใช้อุณหภูมิต่ำ ที่เรียกว่า กระบวนการโซล-เจล (sol-gel) ซึ่งเป็นกระบวนการที่เกิดโดยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis) และ ปฏิกิริยาการควบแน่น (condensation) โดยมีข้อดีคือใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ต่ำประมาณ 700 °C ทำให้ไม่เกิดการสลายตัวของฟลูออไรด์ และสามารถควบคุมองค์ประกอบของแก้วได้ดี

ในการทดลองเบื้องต้นได้ทำการสังเคราะห์กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ด้วยกระบวนการโซล-เจลโดยใช้สูตรแก้วจากงานวิจัยของ (Thongsri et al., 2021) ผลที่ได้พบว่ากลาสไอโอโนเมอร์ที่สังเคราะห์ได้นั้นมีค่าความต้านทานแรงกดอัดอยู่ที่ประมาณ 70 MPa ซึ่งถือเป็นค่าความต้านทานแรงกดอัดที่ต่ำกว่ามาตรฐาน ISO 9917-1 ที่ 100 MPa ดังนั้น ในงานวิจัยนี้จึงต้องการที่จะเสริมความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ โดยการเสริมความแข็งแรงด้วยเส้นใยไคโตซาน เนื่องจากลักษณะของเส้นใยที่เป็นเส้นยาวจะทำให้เมื่อเกิดรอยแตกขึ้นรอยแตกจะเคลื่อนที่ไปตามแนวเส้นใย ซึ่งจะเป็นการชะลอการขยายตัวของรอยแตก อีกทั้งเส้นใยจะทำหน้าที่เป็นตัวช่วยรับแรงและกระจายแรงอีกด้วย (William, 2001) โดยชนิดของเส้นใยที่จะนำมาใช้เสริมแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์คือ เส้นใยไคโตซาน เนื่องจากเส้นใยไคโตซานเป็นเส้นใยที่มีคุณสมบัติเข้ากันได้ดีกับร่างกายไม่เป็นพิษ (Rodrigues, 2012) โครงของเส้นใยไคโตซานนั้นประกอบด้วยหมู่เอไมด์ (-NH₂) ซึ่งเป็นหมู่ฟังก์ชันที่สามารถดัดแปรให้มีความเหมาะสมกับการใช้งานในกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้ ในงานวิจัยนี้จึงสนใจที่จะดัดแปรให้เส้นใยไคโตซานสามารถสร้างพันธะกับกลาสไอโอโนเมอร์ได้ เพื่อที่จะเพิ่มความแข็งแรง

ในการยึดเกาะระหว่างเส้นใยและซีเมนต์ โดยการเพิ่มหมู่ฟังก์ชันของคาร์บอกซิล (-COOH) บนพื้นผิวของเส้นใยไคโตซาน ซึ่งหมู่คาร์บอกซิลนั้นสามารถที่จะสร้างพันธะกับไอออนของโลหะ Ca^{2+} และ Al^{3+} ที่ถูกปลดปล่อยออกมาจากกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้ การที่เส้นใยไคโตซานและกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์สามารถยึดเกาะกันได้ดีคาดว่าจะเป็นส่วนช่วยในการเพิ่มความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้

1.4 ขอบเขตการวิจัย

1.1.1 ศึกษาการเตรียมผงกลาสไอโอโนเมอร์ โดยกระบวนการโซล-เจล

1.1.2 พัฒนาปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เตรียมโดยกระบวนการโซลเจลด้วยเส้นใยธรรมชาติ เพื่อให้มีค่าความต้านแรงกดสูงกว่าหรือเท่ากับ 100 MPa (ค่ามาตรฐาน ISO 9917-1)

1.1.3 วิเคราะห์กลไกการเกิดปฏิกิริยาของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อมีการผสมเส้นใยธรรมชาติ



บทที่ 2

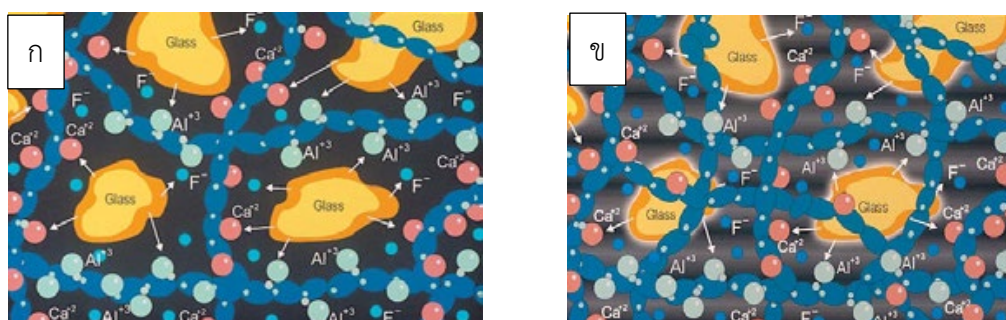
ปริทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์

กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ (Glass ionomer cement) เป็นวัสดุที่ใช้ในงานในด้านทันตกรรม ซึ่งเกิดจากปฏิกิริยากรด-เบส โดยส่วนที่เป็นกรดจะอยู่ในรูปของของเหลวที่ประกอบด้วยสารจำพวกกรด เช่น กรดพอลิคาร์บอกซิลิก (polycarboxylic acid) กรดมาเลอิก (maleic acid) กรดพอลิอัลคีนอิก (polyalkenoic acid) และในส่วนที่เป็นผงกลาสไอโอโนเมอร์จะมีความเป็นเบส ซึ่งมีองค์ประกอบหลักเป็นอะลูมิเนียมและซิลิกา เมื่อทั้งสองส่วนผสมกันแล้วนั้นจะทำปฏิกิริยากรด - เบส แล้วกลายเป็นซีเมนต์ที่มีส่วนของแก้วที่ทำปฏิกิริยาเป็นตัวช่วยประสานระหว่างอนุภาคของแก้วที่ไม่ได้ทำปฏิกิริยากับส่วนที่เป็นเมทริกซ์ของซีเมนต์ (Sidhu & Nicholson, 2016)

กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ ถูกพัฒนาขึ้นโดย Wilson และ Kent ในช่วงปลายปี 1960s ที่ Laboratory of the Government Chemist (LGC) ในลอนดอน เพื่อนำมาใช้แทน dental silicate cement เนื่องจากวัสดุชนิดนี้มีความเปราะ ไม่สามารถทนต่อการกัดกร่อนของกรดและไม่สามารถยึดเกาะกับเนื้อฟันได้ (Baig & Fleming, 2015) โดย Wilson และ Kent ได้พบว่าสารละลาย polyacrylic acid นั้นสามารถเปลี่ยนรูปไปเป็นซีเมนต์ได้เมื่อผสมกับ ผง alumino-silicate glasses ที่มีองค์ประกอบพิเศษ (Wilson & Kent, 1971)

ปฏิกิริยาการเซตตัวของกลาสไอโอโนเมอร์ (setting reaction of glass ionomer cement) นั้นจะเริ่มเมื่อของเหลวกรดพอลิอัลคีนอิก สัมผัสกับผิวของอนุภาคแก้ว โดยที่เมื่อกรดทำปฏิกิริยากับอนุภาคแก้วแล้ว แก้วจะปลดปล่อยไอออนของโลหะออกมา ได้แก่ Al^{3+} และ Ca^{2+} หลังจากนั้น ไอออนที่มีประจุบวกนี้จะไปสร้างพันธะกับหมู่คาร์บอกซิลิก ($-COOH$) ของของเหลวที่ตั้งแสดงในรูปที่ 2.1 (ก) ซึ่งการสร้างพันธะนี้จะส่งผลทำให้ซีเมนต์นั้นแข็งตัว และปฏิกิริยาจะเสร็จสมบูรณ์เมื่อเวลาผ่านไป 24 ชั่วโมง (Lohbauer, 2009) โดยลักษณะของโครงสร้างซีเมนต์จะมีลักษณะดังแสดงในดังแสดงในรูปที่ 2.1 (ข)

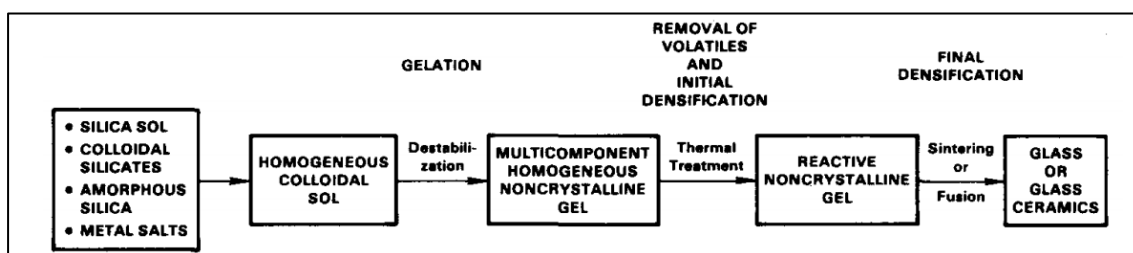


รูปที่ 2.1 (ก) ภาพจำลองการทำปฏิกิริยาระหว่างแก้วและ poly(alkenoic acid) (ข) ภาพจำลองของแก้วเมื่อปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์ (Mount, 2001)

2.2 กระบวนการสังเคราะห์กระจกไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ด้วยกระบวนการโซล-เจล

การเตรียมผงกระจกไอโอโนเมอร์ในแบบดั้งเดิมนั้นจะเตรียมด้วยวิธีการหลอมแก้วที่อุณหภูมิสูง (melt quench) ซึ่งจะเป็นการหลอมรวมผงออกไซด์ทั้งหมดเข้าด้วยกัน โดยการใช้อุณหภูมิสูงในช่วง $1200 - 1600 \text{ }^{\circ}\text{C}$ แล้วจึงปล่อยให้เย็นตัวอย่างรวดเร็ว แต่อย่างไรก็ตาม มีกระบวนการสังเคราะห์ผงกระจกไอโอโนเมอร์อีกวิธีที่น่าสนใจคือ การเตรียมด้วยกระบวนการโซล-เจล (sol-gel) ซึ่งใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่ต่ำกว่า melt quench อีกทั้งการสังเคราะห์ด้วยวิธีการโซลเจลนั้นยังให้สารที่มีความเป็นเนื้อเดียวกันและมีความบริสุทธิ์สูง (Hench & West, 1990)

กระบวนการโซลเจล เป็นการสังเคราะห์อนุภาคขนาดเล็กไปเป็นขนาดใหญ่ (bottom-up) โดยกระบวนการเริ่มจากการผสมสารตั้งต้น (precursor) เข้าด้วยกันโดยอาศัยตัวกลางที่เป็นน้ำหรือแอลกอฮอล์ หลังจากทีสารตั้งต้นละลายในตัวกลางแล้วนั้นจะได้สารละลายที่มีอนุภาคแขวนลอยอยู่ ซึ่งเรียกส่วนนี้ว่า โซล หลังจากนั้นเมื่อค่า pH มีการเปลี่ยนแปลง จะเกิดการควบแน่นของอนุภาคภายในโซลทำให้เกิดเป็นส่วนของเจล หลังจากนั้นจะนำเจลไปเผาเพื่อให้ได้สารตามที่ต้องการ (Schubert, 2015) โดยในรูปที่ 2 จะแสดงแผนผังกระบวนการสังเคราะห์ด้วยวิธีการโซลเจล

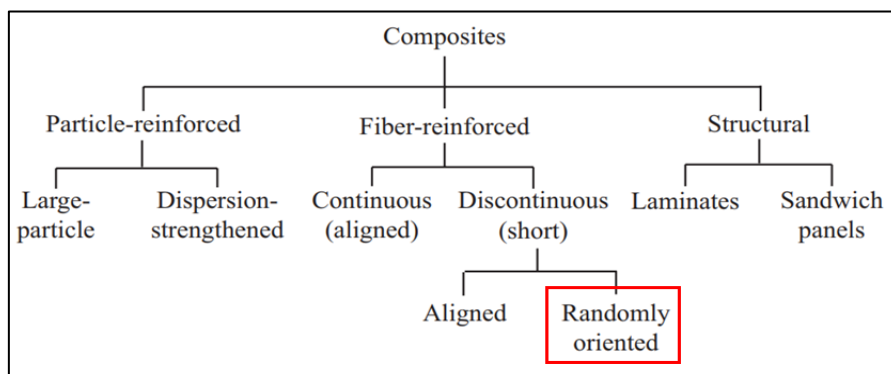


รูปที่ 2.2 แผนผังกระบวนการโซลเจล (Mukherjee, 1980)

ข้อดีของการสังเคราะห์ผงกลาสไอโอโนเมอร์ด้วยวิธีการโซล-เจล เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการ Melt-quench นอกจากจะใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่ต่ำกว่าแล้ว การสังเคราะห์ด้วยวิธีโซล-เจล ยังช่วยควบคุมองค์ประกอบของสารสังเคราะห์ โดยช่วยลดการสูญเสียของฟลูออไรด์ เนื่องจากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการ Melt quench เป็นการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงส่งผลให้เกิดการสูญเสียของฟลูออไรด์ แต่การสังเคราะห์ด้วยวิธีการโซล-เจลใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ต่ำทำให้สามารถช่วยควบคุมการสูญเสียของฟลูออไรด์ได้ (Wood & Hill, 1991) อีกทั้งการสังเคราะห์ด้วยวิธีการโซล-เจล ยังเป็นวิธีที่ทำให้ได้สารที่มีความบริสุทธิ์สูงและสารมีความเป็นเนื้อเดียวกัน แต่ปัญหาของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจลในงานวิจัยนี้ ยังมีความแข็งแรงที่ไม่สูงนักจึงต้องการที่จะนำด้วยวัสดุชนิดอื่นมาช่วยเสริมความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์

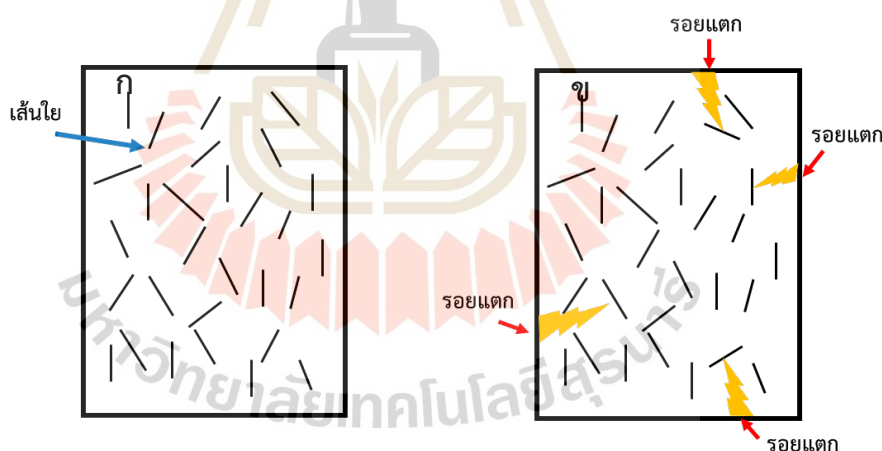
2.3 การเสริมแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์

ในการเสริมความแข็งแรงให้กับวัสดุจำพวกคอมโพสิตมีวิธีการที่นิยมอยู่ 3 วิธีคือ 1) การเติมอนุภาค 2) การเติมเส้นใย 3) การปรับปรุงโครงสร้าง ดังที่แสดงในรูปที่ 2.3 ที่จะเห็นว่าแต่ละวิธีจะมีวิธีการแบ่งย่อยลงไปอีก โดยที่ในงานวิจัยนี้สนใจที่จะใช้วิธีการเติมเส้นใยเข้าไปในกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ ซึ่งการเสริมแรงด้วยเส้นใยนั้นมีข้อดีที่แตกต่างจากการใช้ออนุภาคในการเสริมแรงคือ เส้นใยที่มีลักษณะเป็นเส้นยาวกว่าอนุภาคนั้นจะช่วยป้องกันหรือชะลอการขยายตัวของรอยแตกที่เกิดขึ้นได้ดีกว่าอนุภาคที่มีขนาดเล็ก เนื่องจากลักษณะของเส้นใยที่เป็นเส้นยาวทำให้รอยแตกเคลื่อนที่ไปตามเส้นใยได้ซึ่งจะเป็นการชะลอการขยายตัวของรอยแตก โดยเส้นใยที่ใช้จะเป็นเส้นใยที่ไม่ต่อเนื่องหรือก็คือเป็นเส้นใยที่มีขนาดสั้นและเลือกใช้การเติมเส้นใยในลักษณะที่เป็นแบบสุ่ม (William, 2001)



รูปที่ 2.3 แผนผังวิธีการเสริมแรงของวัสดุคอมโพสิต (William, 2001)

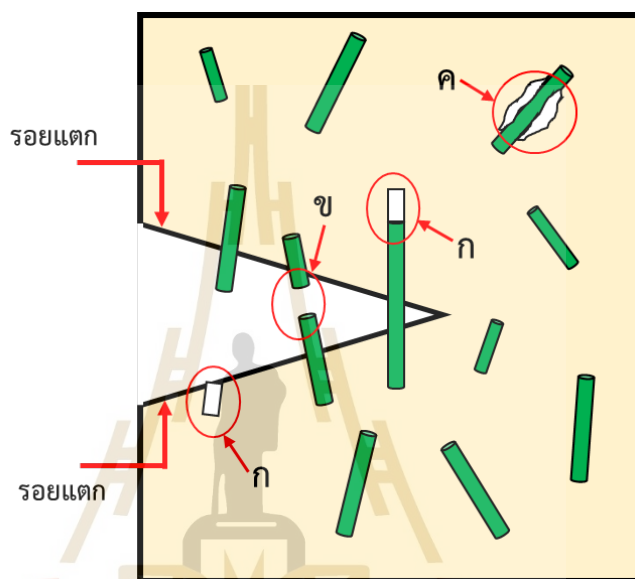
การเสริมความแข็งแรงให้กับวัสดุคอมโพสิตโดยการเติมเส้นใยแบบสุ่มนั้นจะมีข้อดีคือ เส้นใยจะกระจายอยู่ทั่วเมทริกทำให้สามารถรับแรงได้จากหลากหลายทิศทางซึ่งจะเหมาะในการรับแรงแบบกดอัด โดยลักษณะของเส้นใยที่กระจายอยู่ในเมทริกจะมีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 2.4 (ก) ซึ่งเส้นใยแต่ละเส้นจะทำหน้าคอยรับแรงและป้องกันรอยแตกไม่ให้รอยแตกขยายตัว โดยในรูปที่ 2.4 (ข) จะแสดงลักษณะของการป้องกันการรอยแตกในหลายทิศทาง (Goh, 2017)



รูปที่ 2.4 (ก) ลักษณะของเส้นใยที่กระจายตัวในวัสดุคอมโพสิต และ (ข) การป้องกันการรอยแตกขยายตัว

การเสริมความแข็งแรงโดยการใช้เส้นใยนั้น เป็นวิธีที่มีการใช้อย่างแพร่หลาย เนื่องจากว่าปกติแล้วเส้นใยที่นำมาใช้จะมีความแข็งแรงที่สูงและมีเหนียวซึ่งคุณสมบัตินี้เมื่อนำมาใช้เสริมความแข็งแรงให้กับวัสดุที่มีความเปราะแล้วจะสามารถช่วยเพิ่มความแข็งแรงให้กับวัสดุได้ โดยกลไกการเสริมความแข็งแรงของเส้นใย คือการที่เส้นใยจะป้องกันรอยแตกไม่ให้รอยแตกนั้นขยายตัว ซึ่ง

ความสามารถในการป้องกันรอยแตกนั้นจะขึ้นอยู่กับความแข็งแรง ความเหนียวของเส้นใย และการ
 ความสามารถในการยึดเกาะของเส้นใยกับเมทริก โดยที่เมื่อวัสดุคอมโพสิตได้รับแรงและเกิดการ
 แตกหักแล้วนั้นเส้นใยจะเกิดความเสียหายขึ้นในรูปแบบต่าง ๆ ดังที่แสดงในรูปที่ 2.5 คือ (ก) เมทริก
 อาจเกิดช่องว่างขึ้นจากการที่เส้นใยถูกดึงออก (ข) การที่เส้นใยจะฉีกขาดเมื่อรอยแตกวิ่งผ่าน และ
 (ค) การที่เส้นใยและเมทริกแยกออกจากกัน (Mallick, 2007)



รูปที่ 2.5 ลักษณะการรับแรงของเส้นใย (ก) ช่องว่างที่เกิดจากการหลุดออกของเส้นใย (ข) การขาด
 ของเส้นใย (ค) การแยกกันระหว่างเส้นใยกับเมทริก

การเสริมความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์โดยใช้วัสดุเสริมแรง นั้นมีการใช้วัสดุ
 หลากหลายชนิด ซึ่งวัสดุแต่ละชนิดมีค่าความแข็งแรงและคุณสมบัติแตกต่างกัน อีกทั้งวัสดุเหล่านี้มี
 องค์ประกอบทางเคมีที่แตกต่างกัน ผู้วิจัยได้ศึกษาเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้องดังนี้

2.4 ชนิดของวัสดุเสริมแรง

2.4.1 เส้นใยแก้ว (Glass fiber)

เส้นใยแก้วเป็นเส้นใยเป็นเส้นใยที่มีความเข้ากันได้ดีกับร่างกาย และมีความแข็งแรงสูงโดยมีค่าความทนต่อแรงดึง (Tensile strength) อยู่ที่ประมาณ 1000 – 2000 MPa จึงเป็นเหตุผลให้มีงานวิจัยมากมายนำเส้นใยแก้วมาใช้ในการเสริมความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์

จากงานวิจัยของ (Lohbauer et al., 2003) ได้ทำการสังเคราะห์เส้นใยแก้วรีแอกทีฟ (reactive glass) และนำไปผสมกับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ทางการค้า ซึ่งผลของการผสมเส้นใยแก้วรีแอกทีฟกับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ทางการค้า ซึ่งเส้นใยแก้วรีแอกทีฟสามารถเพิ่มค่าความแข็งแรงทางแรงกดให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ทางการค้าได้อย่างมีนัยยะสำคัญโดยที่ ปริมาณเส้นใยแก้ว 20% สามารถเพิ่มค่าความแข็งแรงทางแรงกดให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้ถึง 134 MPa จากเดิมที่มีความแข็งแรงทางแรงกดอยู่ที่ 112 MPa เป็นผลมาจากการที่เส้นใยแก้วรีแอกทีฟสามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนกับเนื้อกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้ ส่งผลให้ความแข็งแรงของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์สูงขึ้น

จากงานวิจัยของ (Hammouda, 2009) ได้นำเส้นใยแก้วที่มีความยาว 1 มิลลิเมตร และมีความหนา 10 ไมโครเมตร มาผสมกับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ทางการค้าที่ปริมาณ 3 wt.% และ 5 wt.% พบว่าการเติมเส้นใยแก้วสามารถช่วยเพิ่มความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้โดยที่การเติมเส้นใยแก้ว 5 wt.% จะสามารถช่วยเพิ่มความแข็งแรงต่อการดัดงอได้ถึง 28.76 MPa โดยที่จากเดิมกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ทางการค้ามีค่าความแข็งแรงต่อการดัดงออยู่ที่ 15.02 MPa ทั้งนี้เป็นผลมาจากการที่เส้นใยแก้วจะทำหน้าที่รับแรงและช่วยป้องกันรอยแตกไม่ให้รอยแตกขยายตัว

จากงานวิจัยของ (S. Garoushi, Vallittu, & Lassila, 2017) ได้ทำการเตรียมเส้นใยแก้วเพื่อนำมาผสมกับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ทางการค้า ซึ่งเส้นใยแก้วที่เตรียมนั้นมี 2 ชนิด คือ เส้นใยแก้วแบบกลวงและแบบตัน โดยการเติมเส้นใยแก้วชนิดกลวงลงในกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ทางการค้าจะทำให้ค่าความแข็งแรงต่อการกดอัดนั้นลดลง แต่ในเส้นใยแก้วชนิดตันจะสามารถเพิ่มความแข็งแรงทางแรงกดได้ เนื่องจากเส้นใยแก้วจะเข้าไปช่วยชะลอการขยายตัวของรอยแตกส่งผลให้ความแข็งแรงของซีเมนต์สูงขึ้น โดยที่ปริมาณเส้นใยแก้วชนิดตัน 10% จะสามารถเพิ่มค่าความแข็งแรงทางแรงกดได้ถึง 103 MPa เมื่อเปรียบเทียบกับค่าความแข็งแรงทางแรงกดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่มีเส้นใยที่ค่า 98 MPa แต่การยึดเกาะระหว่างเส้นใยแก้วและซีเมนต์นั้นยังมีการยึดเกาะที่ไม่ค่อยดีนักจึงทำให้ค่าความแข็งแรงทางแรงกดไม่ได้เพิ่มขึ้นมาก

จากงานวิจัยของ (S. K. Garoushi, He, Vallittu, & Lassila, 2018) ได้นำเส้นใยแก้วที่มีความยาวอยู่ในช่วง 200 -300 μm เติมลงในกลาสไอโอโนเมอร์ทางการค้า โดยผลที่ได้พบว่าการเติมเส้นใยแก้วจะสามารถเพิ่มความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ทางการค้าได้ โดยการ

ที่เติมเส้นใยแก้วจะส่งผลให้ลักษณะการแตกหักของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์มีลักษณะที่เปลี่ยนแปลงไปจากเดิมที่กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์มีการแตกแบบเปราะ แต่เมื่อเติมเส้นใยแก้วลงไปกราฟจะเปลี่ยนแปลงเป็นการแตกแบบเหนียว เป็นผลจากการที่เส้นใยแก้วเข้าไปแทรกในช่องว่างของกลาสไอโอโนเมอร์และช่วยรับแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ ซึ่งเป็นเหตุผลที่การเติมเส้นใยแก้วสามารถเพิ่มความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ทางการค้าได้

2.4.2 อนุภาคนาโน (Nano particle)

อนุภาคนาโนถูกนำมาใช้เสริมความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์อย่างแพร่หลายเนื่องจากอนุภาคนาโนสามารถทำให้เกิดการเปลี่ยนของคุณสมบัติทางเคมีและทางกายภาพของวัสดุได้ โดยที่อนุภาคนาโนคือ อนุภาคที่มีขนาดอยู่ในช่วง 1 – 100 nm โดยอนุภาคนาโนที่นำมาเสริมแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์จะช่วยเพิ่มความแข็งแรงโดยการที่อนุภาคนาโนจะเข้าไปแทรกในบริเวณที่เป็นช่องว่างภายในเนื้อกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ และการนำอนุภาคนาโนนอกจากจะช่วยเพิ่มคุณสมบัติทางกายภาพแล้วยังสามารถช่วยเพิ่มการปลดปล่อยฟลูออไรด์ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์

จากงานวิจัยของ (Khademolhosseini et al., 2012) ได้นำอนุภาคนาโนของ TiO_2 และอนุภาคนาโนของ Al_2O_3 มาเสริมแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ทางการค้า โดยการผสมอนุภาคของ TiO_2 และ SiO_2 เข้ากับผงกลาสไอโอโนเมอร์ ซึ่งการเติม TiO_2 และ Al_2O_3 ที่ปริมาณ 5 wt.% สามารถเพิ่มความแข็งแรงต่อแรงกดอัดได้อย่างมีนัยยะสำคัญ ซึ่งเป็นผลมาจากการที่เมื่อเติมอนุภาคนาโนของ TiO_2 หรือ Al_2O_3 เข้าไปแล้วนั้นจะทำให้อนุภาคเข้าไปแทรกบริเวณช่องว่างทำให้ความหนาแน่นของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์สูงขึ้น จึงส่งผลให้กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์มีความแข็งแรงสูงขึ้น แต่เมื่อเติม TiO_2 ที่ปริมาณมากกว่า 5 wt.% จะส่งผลให้ความแข็งแรงต่อแรงกดอัดมีแนวโน้มที่จะลดลง

จากงานวิจัยของ (Fareed & Stamboulis, 2014) ได้นำนาโนมอนต์มอริลโลไนต์ (nano-montmorillonite) เกรตพอลิเมอร์มาเสริมแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ โดยการกระจายอนุภาคลงในของเหลวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ ซึ่งที่ปริมาณนาโนมอนต์มอริลโลไนต์ 1 wt.% สามารถเพิ่มความแข็งแรงต่อแรงกดอัดและความแข็งแรงต่อการโค้งงอ (flexural strength) ได้อย่างมีนัยยะสำคัญ ซึ่งเป็นผลมาจากการที่อนุภาคมอริลโลไนต์สร้างพันธะกับเนื้อพอลิเมอร์ของกลาสไอโอเมอร์ซีเมนต์ทำให้ซีเมนต์มีความแข็งแรงสูงขึ้น อีกทั้งการเติมนาโนมอนต์มอริลโลไนต์ไม่ส่งผลต่อระยะเวลาการก่อตัวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์

2.4.3 เส้นใยจากเซลลูโลส (Cellulose fiber)

เส้นใยพืชเป็นเส้นใยที่ได้จากธรรมชาติ ซึ่งเป็นเส้นใยที่ความเหนียวโดยมีค่าความทนต่อแรงดึงอยู่ที่ประมาณ 600 – 1020 MPa และเส้นใยพืชยังเป็นเส้นใยที่มีต้นทุนในการผลิตที่ต่ำ, มีความหนาแน่นน้อย, มีคุณสมบัติในการต้านแรงกดอัด, ไม่เป็นพิษ และยังสามารถนำมาดัดแปรด้วยวิธีการเคมีได้ง่าย (Vila, Romero, Francisco, Garrote, & Parajó, 2011) จึงเหตุให้มีงานวิจัยที่นำเส้นใยเซลลูโลสมาเสริมแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ แต่เส้นใยเซลลูโลส

จากงานวิจัยของ (Silva et al., 2016) ได้ทำการเตรียมเส้นใยเซลลูโลสไมโครไฟเบอร์และเส้นใยเซลลูโลสนาโนคริสตัล และนำไปผสมกับของเหลวเพื่อช่วยเสริมความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ทางการค้า โดยการเติมเส้นใยเซลลูโลสไมโครไฟเบอร์ที่ปริมาณมากกว่า 3.5%wt จะสามารถช่วยเพิ่มความแข็งแรงทางแรงกดให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้อย่างมีนัยยะสำคัญ และการเติมเส้นใยเซลลูโลสนาโนคริสตัลที่มากกว่า 0.4%wt จะส่งผลให้แนวโน้มความแข็งแรงต่อแรงกดลดลง โดยที่เส้นใยทั้งสองชนิดจะทำหน้าที่เป็นเสมือนตัวช่วยกระจายแรงและรับแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์และเส้นใยทั้งสองมีการยึดเกาะกับเนื้อซีเมนต์ที่ดีด้วยพันธะไฮโดรเจน ทำให้เส้นใยทั้งสองชนิดนี้สามารถเพิ่มความแข็งแรงต่อการกดอัดให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้

จากงานวิจัยของ (Neel & Young, 2017) ได้ทำการเตรียมเส้นใยลินินเพื่อนำมาเสริมแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ทางการค้า ซึ่งผลจากการเติมเส้นใยลินิน นั้นสามารถช่วยเพิ่มความแข็งแรงต่อแรงกดให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้อย่างมากเนื่องจากเส้นใยลินิน ทำหน้าที่เป็นตัวป้องกันรอยแตกและยังทำหน้าที่ยึดรอยแตกให้กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ แต่ไม่พบว่าเส้นใยลินินจะสามารถสร้างพันธะกับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้ โดยที่ปริมาณเส้นใยลินิน 25%wt ในกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์จะสามารถเพิ่มความแข็งแรงทางแรงกดได้อย่างมาก โดยมีค่าความแข็งแรงทางแรงกดที่ 250 MPa เมื่อเปรียบเทียบกับค่าความแข็งแรงทางแรงกดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ไม่ได้เสริมแรงด้วยเส้นใยลินินที่มีค่า 148 MPa

จากงานวิจัยของ (Menezes-Silva et al., 2019) ได้ทำการเตรียมเส้นใยเซลลูโลสนาโนคริสตัล จากเยื่อไม้ของต้นยูคาลิปตัส เพื่อนำมาใช้เป็นวัสดุเสริมแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ทางการค้า โดยการผสมเส้นใยเซลลูโลสนาโนคริสตัล ลงไปในของเหลว ผลที่ได้พบว่าการเติมเส้นใยที่ปริมาณ 0.2%wt สามารถช่วยเพิ่มความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้โดยสามารถเพิ่มความแข็งแรงต่อการกดอัดให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้สูงสุดถึง 49.43% เนื่องจากเส้นใยเซลลูโลสสามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนกับอนุภาคของแก้วและของเหลวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้ และการเติมเซลลูโลสนาโนคริสตัลยังสามารถช่วยเพิ่มคุณสมบัติในการปลดปล่อยฟลูออไรด์ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้อีกด้วย

จากงานวิจัยของ (S. Garoushi et al., 2020) ได้ศึกษาผลของการเสริมแรงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ทางการค้า(GIC Fuji IX) โดยใช้เส้นใยเยื่อไม้ที่มีความยาวเฉลี่ย 500 μm (\varnothing 10 μm) ผลที่ได้พบว่าที่การเติมเส้นใยสามารถเพิ่มความต้านการแตกหักมีค่าสูงขึ้นเมื่อปริมาณเส้นใยมากขึ้น ซึ่งเป็นผลมาจากการที่เส้นใยช่วยยับยั้งและเป็นตัวช่วยประสานเนื้อซีเมนต์หลังจากที่เกิดรอยแตกขึ้น แต่ความแข็งแรงต่อแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์เมื่อเสริมแรงด้วยเส้นใยเซลลูลูโลสมีแนวโน้มที่จะลดลงเมื่อปริมาณเส้นใยมากขึ้น ซึ่งเป็นผลมาจากการที่ เมื่อปริมาณเส้นใยมากเกินไป 1 wt.% จะส่งผลให้เส้นใยไปขัดขวางปฏิกิริยาการก่อตัวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ โดยที่เส้นใยไปลดปริมาณไอออนของ Al^{3+} ที่อยู่ในระบบ ส่งผลให้ไอออนของ Al^{3+} ทำปฏิกิริยากับกรดพอลิอะคริลิกได้น้อยลง

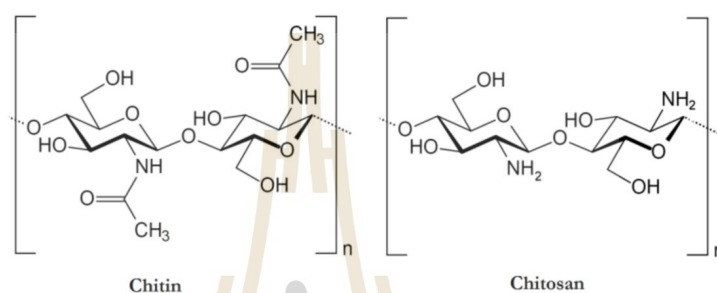
2.4.4 เส้นใยไหม (silk fiber)

เส้นใยไหมเป็นเส้นใยที่ได้มาจากไหมของหนอนไหมหรือใยของแมงมุม โดยเส้นใยไหมมีจุดเด่นที่มีความแข็งแรง มีความเข้ากันได้กับร่างกาย และมีความยืดหยุ่น ทำให้เส้นใยไหมถูกนำไปใช้สำหรับวัสดุทางชีวภาพอย่างกว้างขวาง และในปี 2016 โดย Mina Bahrami-Abadi และคณะได้นำเส้นใยไหมมาล้างขาว (Degummed) เพื่อแยกไฟโบรอิน (Fibroin) และเซรีซิน (sericin) ส่วนที่เป็นกาออกจากกัน แล้วนำไปตัดให้เป็นเส้นสั้นความยาวประมาณ 1 มม. เพื่อนำมาเป็นวัสดุเสริมแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์โดยการเติมเส้นใยลงไปในของเหลวกรดพอลิอะคริลิกพบว่าการเติมเส้นใยไหมที่ 3 wt.% สามารถเพิ่มความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ทางการค้าได้ โดยสามารถเพิ่มความแข็งแรงต่อแรงกดอัดได้ถึง 44 % โดยเส้นใยไหมจะเข้าไปแทรกตามช่องว่างของซีเมนต์และเส้นใยไหมจะทำหน้าที่ป้องกันไม่ให้รอยแตกขยายตัว จึงทำให้ค่าความแข็งแรงของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ นั้นสูงขึ้น (Bahrami-Abadi, Khaghani, Monshi, Doostmohammadi, & Alizadeh, 2016)

2.4.5 ไคโตซาน (Chitosan)

ไคโตซานเป็นสารพอลิเมอร์ธรรมชาติ ที่จัดอยู่ในกลุ่มโพลีแซคคาไรด์ (polysaccharide) โดยไคโตซานเป็นสารที่ได้รับมาจากไคตินที่ ซึ่งไคตินเป็นสารที่พบได้ในเปลือกนอกของสิ่งมีชีวิตหลายชนิด เช่น เปลือกหอย ปู กุ้ง ปลาหมึก เปลือกของแมลง และพบได้ในผนังเซลล์ของเห็ด รา และเมื่อไคตินผ่านกระบวนการ การกำจัดหมู่อะซิติก (Acetyl group) หรือที่เรียกว่า Deacetylation ทำให้โครงสร้างของไคตินที่เป็น N-acetyl glucosamine กลายเป็น glucosamine จะทำให้ไคตินถูกเปลี่ยนเป็นไคโตซาน โดยสิ่งที่แตกต่างระหว่างไคตินและไคโตซาน คือ ไคตินจะมีหมู่อะซิเตไมด์ (acetamide) ส่วนไคโตซานจะมีหมู่เอไมด์ (amide) โดยไคตินจะถูกนับว่าเป็นไคโตซานเมื่อมี % Deacetylation > 50 % ซึ่งไคโตซานเป็นสารพอลิเมอร์ที่มีคุณสมบัติสามารถเข้ากันได้กับร่างกายและไม่เป็นพิษ อีกทั้งไคโตซานเป็นสารที่สามารถดัดแปรด้วยวิธีการทางเคมีได้ โดยกับ

ปรับปรุงที่หมู่ฟังก์ชันของ -OH และ -NH₂ ที่อยู่ในโครงสร้างของไคโตซาน โดยการตัดแปรร่างเคมีนี้ไม่แค่ช่วยปรับปรุงคุณสมบัติทางกายภาพและคุณสมบัติทางเคมี ยังช่วยเพิ่มคุณสมบัติเฉพาะตัวให้กับไคโตซานได้อีกด้วยเช่น เพิ่มความสามารถความเข้ากันได้ทางชีวภาพ (biocompatibility), การออกฤทธิ์ทางชีวภาพ (bioactivity) , ความสามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ (biodegradability), คุณสมบัติในการยับยั้งแบคทีเรีย (antibacterial) และการเพิ่มคุณสมบัติในการดักจับไอออนของโลหะ (Lizardi-Mendoza, Monal, & Valencia, 2016)



รูปที่ 2.6 โครงสร้างทางเคมีของไคติน (chitin) และไคโตซาน (chitosan) (Younes & Rinaudo, 2015)

จากงานวิจัยของ (Petri, Donegá, Benassi, & Bocangel, 2007) ได้ทำการเตรียมเส้นใยไคโตซานเพื่อนำไปผสมในกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ปริมาณ 0.0044, 0.012, 0.025 และ 0.045% โดยน้ำหนัก และผสมสารละลายไคโตซานที่เตรียมจากการละลายในกรดอะซิติกความเข้มข้น 0.1 โมล ลงในของเหลวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ปริมาณ 10 – 100% โดยพบว่าผลของเติมเส้นใยไคโตซานลงในกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ 0.0044% และเติมสารละลายไคโตซานในของเหลว 10% สามารถเพิ่มความแข็งแรงต่อการโค้งงอให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้ เนื่องจากเส้นใยไคโตซานสามารถกระจายตัวอยู่ในเมทริกของซีเมนต์ได้ดี ทำให้เส้นใยไคโตซานสามารถช่วยในการรับแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้ จึงเป็นเหตุผลที่ความแข็งแรงของกลาสไอโอโนเมอร์สูงที่สุด

จากงานวิจัยของ (Senthil Kumar et al., 2017) ได้ทำการเตรียมไคโตซานที่มีอนุภาคขนาดนาโนเพื่อนำไปปรับปรุงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ทางการค้า โดยขนาดอนุภาคของไคโตซานที่เตรียมได้มีขนาดอยู่ในช่วง 110 -235 นาโนเมตร ผลของการผสมไคโตซานพบว่า การเติมไคโตซานขนาดนาโนลงไปผสมในผงกลาสไอโอโนเมอร์ทางการค้าสามารถเพิ่มค่าความแข็งแรงทางแรงกดได้ โดยกลไกในการเสริมแรงของอนุภาคไคโตซานมาจากการที่นาโนไคโตซานมีพื้นที่ผิวสัมผัสมากและนาโนไคโตซานจะมีประจุบวกอยู่ที่ผิว จึงสามารถเกิดพันธะกับของเหลวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้

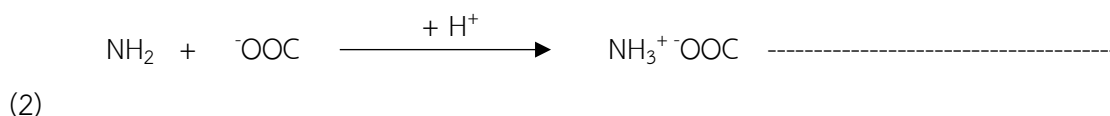
ส่งผลให้กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์แข็งแรงขึ้น อีกทั้งยังช่วยเพิ่มความสามารถในการปลดปล่อยฟลูออไรด์ของกลาสไอโอโนเมอร์อีกด้วย

โดยจากงานวิจัยที่ได้สืบค้นมาพบว่ามีการนำโคโตซานมาเสริมแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์แล้ว แต่โคโตซานไม่ได้อยู่ในรูปของเส้นใย ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงสนใจที่จะนำโคโตซานที่อยู่ในรูปของเส้นใยมาเสริมแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการโซล-เจล ซึ่งการเติมเส้นใยธรรมชาติเป็นวัสดุเสริมแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ คาดว่าจะสามารถช่วยเสริมแรงให้กับแก้วเนื่องจากเส้นใยธรรมชาติที่กระจายตัวอยู่ในกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์จะช่วยรับแรงและกระจายแรง ทำให้สามารถช่วยป้องกันการแตกหักให้กับซีเมนต์ได้ ซึ่งเส้นใยธรรมชาตินั้นมีหลากหลายชนิดให้เลือกใช้ แต่ในการทดลองเบื้องต้นนั้นได้เลือกใช้ เส้นใยโคโตซาน เนื่องจากการเติมเส้นใยโคโตซานลงในกลาสไอโอโนเมอร์แล้วนั้นจะสร้างพันธะกับไอออนของโลหะที่ปลดปล่อยออกมาจากกลาสไอโอโนเมอร์และหมู่คาร์บอกซิลิก (-COOH) ของของเหลว เกิดเป็นโครงสร้างร่างแหที่เพิ่มความแข็งแรงให้กับซีเมนต์ได้ โดยอ้างอิงจาก (Guo, Liu, Hong, & Li, 2010) ที่ทำการทดลองเพื่อดูปฏิกิริยาระหว่างโคโตซานกับกรดพอลิอะคริลิก โดยใช้ FT-IR เป็นเครื่องมือในการวิเคราะห์ปฏิกิริยาของโคโตซาน ซึ่งผล FT-IR ของโคโตซานที่วิเคราะห์ได้พบว่าโคโตซานเกิดปฏิกิริยาระหว่างหมู่เอไมด์(-NH₂) ของโคโตซานและหมู่คาร์บอกซิลิก (-COOH) ของ polyacrylic acid(PAA) (Guo et al., 2010)

การเกิดปฏิกิริยาระหว่างกรดพอลิอะคริลิกและโคโตซานโดยที่จะเกิดเป็นปฏิกิริยาที่เรียกว่าโพลีอิเล็กโทรไลต์คอมเพล็กซ์ (polyelectrolyte complex) ซึ่งลักษณะการเกิดปฏิกิริยาจะเกิดได้ 2 ลักษณะขึ้นกับค่า pH ของเมทริก โดยที่ปฏิกิริยาในสมการที่ 1 จะเกิดขึ้นเมื่อค่า pH ของของเหลวอยู่ในช่วง 3 – 5 โดยที่หมู่เอไมด์ของโคโตซานจะอยู่ในรูปของ NH₃⁺ ส่วนหมู่คาร์บอกซิลของพอลิอะคริลิกจะอยู่ในรูปของ COOH (Chavasit, Kienzle-Sterzer, & Torres, 1988)

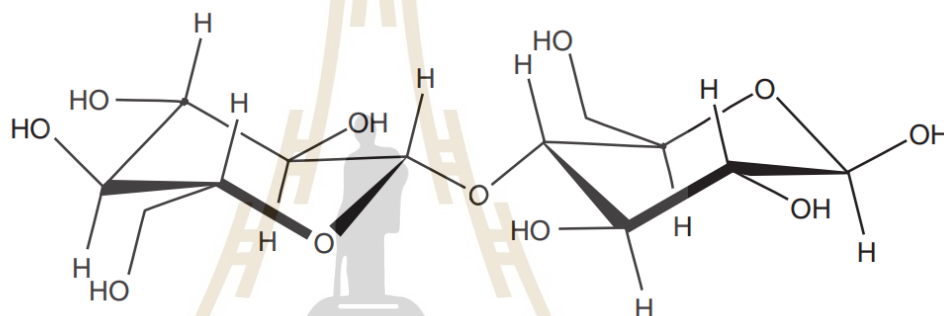


ส่วนปฏิกิริยาในสมการที่ 2 จะเกิดเมื่อของเหลวมีค่า pH 6 โดยหมู่เอไมด์ของโคโตซานจะอยู่ในรูปของ NH₂ และหมู่คาร์บอกซิลจะอยู่ในรูปของ COO⁻ ซึ่งไอออนของ H⁺ ที่หลุดมาจากหมู่คาร์บอกซิลจะไปทำปฏิกิริยากับหมู่เอไมด์ (Chavasit et al., 1988)



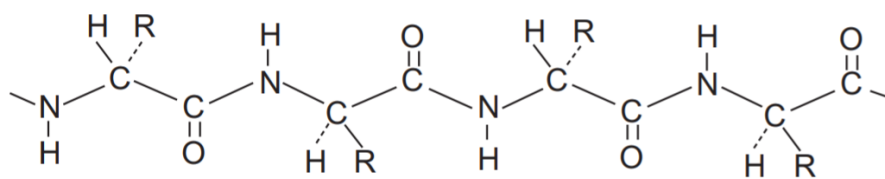
จากสมการทั้งสองจะเห็นว่าหมู่เอไมด์ของโคโตซานจะสามารถทำปฏิกิริยากับหมู่คาร์บอกซิลของกรดพอลิอะคลิกที่เป็นของเหลวที่ใช้ในกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้

ซึ่งในกรณีของการเติมเส้นใยธรรมชาติชนิดอื่นที่มีหมู่ฟังก์ชันที่แตกต่างกัน คาดว่าจะสามารถทำปฏิกิริยากับกลาสไอโอโนเมอร์ได้ เช่น เส้นใยธรรมชาติที่มาจากพืชผักจะมีสายโซ่ (chemical chain) ดังรูปที่ 2.7 จะเห็นว่าสายโซ่ของเส้นใยจะมีหมู่ฟังก์ชันของไฮดรอกซิล (-OH) ซึ่งคาดว่าจะสามารถสร้างพันธะไฮโดรเจนกับกลาสไอโอโนเมอร์ได้ ดังในการทดลองของ (Menezes-Silva et al., 2019) ที่มีการเติมเส้นใยเซลลูโลสลงในกลาสไอโอโนเมอร์แล้วสามารถสร้างพันธะไฮโดรเจนกับเมทริกซ์และอนุภาคแก้วของกลาสไอโอโนเมอร์ได้ ส่งผลให้ค่าความแข็งแรงของกลาสไอโอโนเมอร์สูงขึ้น



รูปที่ 2.7 รูปทรงโมเลกุลของหน่วยซ้ำของเซลลูโลส (Hodzic & Shanks, 2014)

เส้นใยธรรมชาติอีกชนิดที่มาจากสัตว์และมีการใช้เป็นวัสดุเสริมแรงคือ เส้นใยไหม ซึ่งจากงานวิจัยของ (Bahrami-Abadi et al., 2016) พบว่าการเติมเส้นใยไหมลงในกลาสไอโอโนเมอร์สามารถช่วยเพิ่มความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้โดยเส้นใยไหมจะทำหน้าเป็นตัวป้องกันการร่อนแตกให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ ซึ่งการที่สายโซ่ของเส้นใยไหมมีลักษณะเป็นพอลิเปปไทด์ที่หมู่ R ที่อยู่ในสายโซ่ ดังรูปที่ 1.2 โดยที่หมู่สามารถเป็นหมู่ฟังก์ชันที่ไม่มีขั้วหรือมีขั้วก็ได้ โดยหมู่ฟังก์ชันที่ไม่มีขั้วคือหมู่ฟังก์ชันประเภทไฮโดรคาร์บอน และในส่วนของหมู่ฟังก์ชันที่มีขั้วได้แก่ หมู่คาร์บอกซิล (-COOH) หรือจะเป็นหมู่ เอไมด์ (-NH₂) (Babu, 2019) ซึ่งหมู่ฟังก์ชันทั้งสองนั้นมีความเป็นไปได้ที่จะทำปฏิกิริยากับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์



รูปที่ 2.8 แสดงลักษณะสายโซ่เปปไทด์ของเส้นใยไหม (Babu, 2019)



ตารางที่ 2.1 วัสดุเสริมแรงที่ใช้ในกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์

วัสดุเสริมแรง	ผู้วิจัย	ผลที่ได้
เส้นใยแก้ว	(Lohbauer et al., 2003)	เส้นใยแก้วรีแอกทีฟสามารถสร้างพันธะไฮโดรเจนกับเนื้อกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้และทำหน้าที่ช่วยรับแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ ส่งผลให้ค่าความแข็งแรงสูงขึ้น
	(Hammouda, 2009)	การเติมเส้นใยแก้วที่ปริมาณ 3 และ 5 wt.% ส่งผลให้ค่าความแข็งแรงของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์สูงขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ เนื่องจากเส้นใยแก้วทำหน้าที่รับแรงและช่วยป้องกันไม่ให้รอยแตกขยายตัว
	(S. Garoushi et al., 2017)	การเติมเส้นใยแก้วในลักษณะที่เป็นเส้นใยแบบตัน สามารถช่วยเพิ่มความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้ แต่เนื่องจากในงานวิจัยนี้ไม่ได้มีการเตรียมพื้นผิวสำหรับเส้นใยแก้วทำให้ การยึดเกาะระหว่างแก้วไม่ดีนัก ส่งผลให้เพิ่มความแข็งแรงเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย
	(S. K. Garoushi et al., 2018)	การเติมเส้นใยเข้าไปแทรกในช่องว่างของเนื้อกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์และช่วยทำหน้าที่รับแรง ส่งผลให้ลักษณะการแตกหักของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์เปลี่ยนแปลงไปจากเดิมที่เป็นการแตกหักแบบเปราะ เปลี่ยนไปเป็นการแตกหักแบบเหนียว
อนุภาคนาโน	(Khademolhosseini et al., 2012)	อนุภาคนาโนของ TiO_2 และ Al_2O_3 ที่ปริมาณ 5 wt.% สามารถเพิ่มความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้อย่างมีนัยยะสำคัญ ซึ่งเป็นผลมาจากการที่ อนุภาคของ TiO_2 และ Al_2O_3 เข้าไปแทรกภายในช่องว่างของเนื้อกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ ส่งผลให้ค่าความแข็งแรงสูงขึ้น

ตารางที่ 2.1 วัสดุเสริมแรงที่ใช้ในกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ (ต่อ)

วัสดุเสริมแรง	ผู้วิจัย	ผลที่ได้
อนุภาคนาโน	(Fareed & Stamboulis, 2014)	อนุภาคนาโนมอนต์มอริลโลไนต์ที่ 1.wt.% สามารถเพิ่มความแข็งแรงได้อย่างมีนัยยะสำคัญ ซึ่งเป็นผลมาจากการที่อนุภาคนาโนมอนต์มอริลโลไนต์เข้าไปแทรกในช่องว่างและสร้างพันธะกับเนื้อกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์
เส้นใยเซลลูโลส	(Silva et al., 2016)	เส้นเซลลูโลสไมโครไฟเบอร์และเส้นใยเซลลูโลสนาโนคริสตัล ถูกนำไปผสมกับของเหลวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ ซึ่งส่งผลให้ความแข็งแรงต่อแรงกดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์สูงขึ้นที่ปริมาณเส้นใย 3.5 wt.% โดยเป็นผลมาจากการที่เส้นใยสามารถสร้างพันธะไฮโดรเจนกับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์และทำหน้าที่เป็นเสมือนตัวช่วยกระจายแรงและรับแรงให้กับซีเมนต์ส่งผลให้ความแข็งแรงของซีเมนต์นั้นสูงขึ้น
	(Neel & Young, 2017)	การเติมเส้นใยลินินปริมาณ 25 wt.% สามารถช่วยเพิ่มความแข็งแรงต่อแรงกดได้อย่างมีนัยยะสำคัญ โดยที่เส้นใยช่วยทำหน้าที่ป้องกันรอยแตกและทำหน้าที่ยึดรอยแตกให้กับซีเมนต์ อีกทั้งยังทำให้ลักษณะการแตกหักของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์เปลี่ยนไปจากการแตกหักแบบเปราะเป็นการแตกหักแบบเหนียว
	(Menezes-Silva et al., 2019)	เส้นใยเซลลูโลสนาโนคริสตัลที่ได้จากต้นยูคาลิปตัสสามารถช่วยเพิ่มความแข็งแรงต่อแรงกดอัดได้อย่างมีนัยยะสำคัญที่การเติมเส้นใย 0.2 wt.% ลงในของเหลว ซึ่งเป็นผลมาจากการที่เส้นใยสร้างพันธะไฮโดรเจนกับซีเมนต์และทำหน้าที่ช่วยรับแรงให้กับซีเมนต์ อีกทั้งการเติมเส้นใยเซลลูโลสนาโนคริสตัลยังช่วยเพิ่มคุณสมบัติการปลดปล่อยฟลูออไรด์ได้อีกด้วย

ตารางที่ 2.1 วัสดุเสริมแรงที่ใช้ในกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ (ต่อ)

วัสดุเสริมแรง	ผู้วิจัย	ผลที่ได้
เส้นใยเซลลูโลส	(S. Garoushi et al., 2020)	การเติมเส้นใยจากเยื่อไม้ที่ปริมาณต่ำกว่า 1 wt.% สามารถเพิ่มความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้อย่างมีนัยยะสำคัญ แต่เมื่อปริมาณของเส้นใยมากกว่า 1 wt.% ความแข็งแรงของซีเมนต์มีแนวโน้มที่จะลดลง อันเนื่องมาจากเส้นใยจะไปขัดขวางการเกิดปฏิกิริยาของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์
เส้นใยไหม	(Bahrami-Abadi et al., 2016)	การเติมเส้นใยไหมลงในของเหลวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ปริมาณ 3 wt.% สามารถเพิ่มความแข็งแรงต่อแรงกดอัดได้อย่างมีนัยยะสำคัญ เนื่องมาจากเส้นใยไหมจะเข้าไปแทรกในช่องว่างของซีเมนต์ ทำหน้าเป็นตัวรับแรงและช่วยป้องกันรอยแตกร้าว
โคโตซาน	(Petri et al., 2007)	การเติมโคโตซานลงในของเหลวของกลาสไอโอโนเมอร์สามารถช่วยเพิ่มความแข็งแรงต่อแรงโค้งงอให้กับซีเมนต์ได้ อันเป็นผลมาจากการที่โคโตซานที่แทรกอยู่ในเนื้อซีเมนต์สามารถสร้างพันธะไฮโดรเจนกับเนื้อซีเมนต์ ซึ่งทำหน้าที่ช่วยรับแรงให้กับซีเมนต์ส่งผลให้ความแข็งแรงของซีเมนต์สูงขึ้น
	(Senthil Kumar et al., 2017)	นาโนโคโตซานที่ถูกสังเคราะห์ขึ้น โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ 110 – 235 nm ถูกเติมลงในผงกลาสไอโอโนเมอร์ ที่ปริมาณ 10 wt.% สามารถเพิ่มความแข็งแรงต่อแรงกดอัดได้อย่างมีนัยยะสำคัญ ซึ่งเป็นผลมาจากการอนุภาคนาโนโคโตซานสามารถเกิดพันธะกับเนื้อกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้ อีกทั้งยังช่วยเพิ่มคุณสมบัติการปลดปล่อยฟลูออไรด์ให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้อีกด้วย

2.5 การดัดแปรเส้นใยไคโตซาน

เส้นใยที่ใช้นำมาใช้เป็นวัสดุเสริมแรงบางชนิดมีองค์ประกอบหรือสิ่งเจือปน (impurity) อยู่บนผิวของเส้นใย ซึ่งอาจจะส่งผลต่อการยึดเกาะระหว่างเนื้อวัสดุกับเส้นใยได้ หากการยึดเกาะระหว่างเส้นใยและเนื้อวัสดุไม่ดีนั้นอาจจะส่งผลให้การเสริมแรงด้วยเส้นใยมีประสิทธิภาพที่ลดลง ดังนั้นการดัดแปรเส้นใยจึงเป็นอีกตัวเลือกเพื่อที่จะช่วยให้เส้นใยและเนื้อวัสดุสามารถยึดเกาะกันได้ดียิ่งขึ้น โดยที่การดัดแปรเส้นใยสามารถดัดแปรได้ทั้งในเชิงกายภาพและเชิงเคมี ซึ่งการดัดแปรในเชิงกายภาพ คือ การปรับปรุงที่พื้นผิวของเส้นใย เช่น ทำให้พื้นผิวของเส้นใยมีลักษณะที่ขรุขระมากขึ้นเพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัส และการดัดแปรเชิงเคมีคือการปรับปรุงเส้นใยในเชิงเคมี เช่น การเพิ่มหมู่ฟังก์ชันลงไปบนพื้นผิวของเส้นใย เนื่องจากในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยสนใจที่จะใช้เส้นใยไคโตซานจึงได้หาวิธีในการดัดแปรเส้นใยไคโตซาน โดยเส้นใยไคโตซานที่ไม่ผ่านการดัดแปร

2.5.1 การดัดแปรไคโตซานด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

การดัดแปรเส้นใยด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์นั้นเป็นที่นิยมในการดัดแปรเส้นใยต่าง ๆ เช่น เส้นใยเซลลูโลส เนื่องจากการดัดแปรเส้นใยเซลลูโลสด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์สามารถกำจัดส่วนที่เป็นลิกนิน (lignin) ส่วนเป็นไข (wax) และส่วนที่เป็นน้ำมัน (oil) ที่ครอบคลุมอยู่บนพื้นผิวของเส้นใย โดยการดัดแปรเส้นใยด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์จะทำโดยการแช่เส้นใยลงในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้นต่าง ๆ เป็นเวลาตั้งแต่ 2 จนถึง 72 ชั่วโมง และอาจจะมี การให้ความร้อนระหว่างการดัดแปรด้วย ซึ่งการดัดแปรเส้นใยด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ จะส่งผลให้พื้นผิวของเส้นใยมีความขรุขระมากขึ้นซึ่งจะช่วยเพิ่มความสามารถในการยึดเกาะ (Li, Tabil, & Panigrahi, 2007) และในส่วนของ การดัดแปรไคโตซานด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์นั้นไม่ได้รับความนิยมซึ่งมีงานวิจัยที่นำไคโตซานฟิล์มมาดัดแปรด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยผลที่ได้คือ ไคโตซานฟิล์มมีความหนาแน่นมากขึ้น ซึ่งเป็นผลมาจากการที่โซเดียมไฮดรอกไซด์ช่วยลดจำนวนหมู่อะซิดิลของไคโตซานและช่วยเพิ่มการสร้างพันธะไฮโดรเจนภายในเนื้อฟิล์มส่งผลให้ฟิล์มมีความหนาแน่นมากขึ้นและมีความแข็งแรงที่สูงขึ้น (Takara, Marchese, & Ochoa, 2015)

2.5.2 การดัดแปรไคโตซานด้วยกรดอะซิติก

การดัดแปรด้วยกรดอะซิติก มีจุดประสงค์เพื่อเพิ่มหมู่ฟังก์ชันของคาร์บอกซิล (-COOH) บนพื้นผิวของเส้นใยไคโตซานเพื่อให้เส้นใยไคโตซานสามารถยึดเกาะกับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้ดียิ่งขึ้น เนื่องจากกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์เมื่อผสมกับกรดจะปลดปล่อยไอออนของโลหะออกมา ซึ่งไอออนของโลหะที่ปลดปล่อยออกมาจะจับกับหมู่ฟังก์ชันของคาร์บอกซิลส่งผลให้การยึดเกาะมีความแข็งแรงสูงขึ้น ซึ่งโดยทั่วไปแล้วเส้นใยไคโตซานจะละลายเมื่ออยู่ในสารละลายที่มีค่า pH ต่ำกว่า 6.5 แต่ในงานวิจัยของ (Qin et al., 2006) ได้แสดงให้เห็นถึงวิธีการในการดัดแปรเส้นใยไคโตซานด้วยกรดอะซิติกโดยการเตรียมสารละลายกรดอะซิติกในไอโซโพรพานอล (isopropanol) ซึ่งจะ

ช่วยให้เส้นใยโคโตนานไม่ละลายและสามารถทำให้เส้นใยโคโตนานมีหมู่ฟังก์ชันของคาร์บอกซิลบนพื้นผิวเส้นใยซึ่งเป็นหมู่ฟังก์ชันที่เหมาะสมกับการนำมาเสริมแรงให้กับกลาสไฟเบอร์ซีเมนต์ เนื่องจากหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิลสามารถจับกับโลหะที่ปลดปล่อยออกมาจากกลาสไฟเบอร์ซีเมนต์ได้และสามารถสร้างพันธะระหว่างกลาสไฟเบอร์ซีเมนต์และเส้นใยโคโตนานได้ดี ซึ่งจะส่งผลทำให้การยึดเกาะเส้นใยโคโตนานในเนื้อซีเมนต์ดียิ่งขึ้น

2.6 การออกแบบการทดลอง (Design of experimental, DOE)

การออกแบบการทดลอง (Design of experimental) คือ การทดสอบที่มีการวางแผน และมีการควบคุมการดำเนินงานที่เป็นระบบ โดยในการทดสอบจะมีการเปลี่ยนแปลงค่าตัวแปรนำเข้า (Input Variables) ในระบบหรือกระบวนการที่ทำการทดสอบ เพื่อที่จะสามารถสังเกตและเห็นถึงการเปลี่ยนแปลงของผลลัพธ์ที่ได้ (Output) ของกระบวนการนั้น ๆ ได้ ซึ่งจะสามารถนำข้อมูลที่ได้มาทำการวิเคราะห์ด้วยวิธีการทางสถิติ โดยที่จะพิจารณาจากปัจจัยหรืออิทธิพลร่วมระหว่างปัจจัย (Interaction) ที่ใช้มีความสัมพันธ์ต่อผลลัพธ์ที่ได้จากกระบวนการอย่างมีนัยสำคัญหรือไม่ ซึ่งการออกแบบการทดลองถือเป็นเครื่องมือที่ช่วยให้การทดลองสามารถทำได้อย่างมีประสิทธิภาพและรวดเร็ว (Tanco, Viles, Ilzarbe, & Álvarez, 2007).

การออกแบบการทดลองแฟกทอเรียล (Factorial design) คือ การทดลองที่ทำการปรับเปลี่ยนระดับของปัจจัยที่ต้องการจะศึกษาทั้งหมดไปพร้อม ๆ กัน ทำให้สามารถศึกษาการเปลี่ยนแปลงของทุกปัจจัยที่เป็นปัจจัยหลักได้ (Main effect) และนอกจากนี้ยังสามารถแสดงผลของอิทธิพลร่วมระหว่างปัจจัยแต่ละปัจจัยที่ศึกษาได้อีกด้วย (Interaction) ซึ่งจำนวนวิธีปฏิบัติที่เป็นได้จากการออกแบบการทดลองด้วยวิธีการแฟกทอเรียล มีค่าเท่ากับ a^k โดยที่ a = จำนวนระดับของปัจจัยที่ต้องการศึกษา และ k = จำนวนปัจจัย เช่น ในกรณีที่ศึกษาปัจจัยที่ 3 ปัจจัย และแต่ละปัจจัยศึกษาที่ 3 ระดับ จำนวนของวิธีปฏิบัติจะมีทั้งหมด 3^3 ซึ่งจะเรียกแผนการทดลองนี้ว่าเป็น 3^3 แฟกทอเรียลเต็มรูปแบบ (3^3 Full factorial experimental) แต่อย่างไรก็ตามวิธีการออกแบบการทดลองเช่นนี้มีข้อเสียที่ ใช้เวลาและทรัพยากรมาก เนื่องจากจะมีจำนวนการทดลองที่ค่อนข้างเยอะ ผลการทดลองที่ได้จากการทดลองจะถูกนำมาวิเคราะห์ข้อมูลเชิงสถิติโดยใช้เทคนิค ANOVA

2.6.1 การวิเคราะห์ข้อมูลเชิงสถิติโดยการทดสอบความแปรปรวน ANOVA

เป็นการวิเคราะห์ข้อมูลที่ใช้ทดสอบสมมติฐานทางสถิติเพื่อทดสอบความแตกต่างของกลุ่มตัวอย่างที่มีจำนวนมากกว่า 2 กลุ่มขึ้นไป ซึ่งจะวิเคราะห์ให้เห็นถึงผลกระทบของปัจจัยแต่ละปัจจัยและผลกระทบของปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อกันได้ โดยแบ่งออกเป็น 2 ประเภท คือ การวิเคราะห์ความแปรปรวนทางเดียว (One-way ANOVA) และวิเคราะห์ความแปรปรวนสองทาง (Two-way ANOVA)

1. การวิเคราะห์ความแปรปรวนทางเดียว เป็นการทดสอบความแตกต่างระหว่างค่าเฉลี่ยตัวแปรอิสระที่มีเพียงตัวเดียวหรือมีเพียงปัจจัยเดียว และตัวแปรตามมีเพียงตัวแปรเดียว
2. การวิเคราะห์ความแปรปรวนสองทาง เป็นการศึกษาค่าผลของตัวแปรอิสระที่มีต่อตัวแปรตาม เป็นการวิเคราะห์ข้อมูลที่มีตัวแปรอิสระ 2 ตัว ส่วนตัวแปรตามมีเพียงตัวเดียว

จากการวิเคราะห์ข้อมูลเชิงสถิติ ค่า P-value จะถูกนำมาใช้เพื่อบอกความน่าจะเป็นของชุดข้อมูลนั้น โดยค่า P-value หรือค่าความน่าจะเป็น (probability value) คือ ผลของการทดสอบสมมติฐานมีโอกาสเกิดความผิดพลาดจากตัวแปรที่ไม่สามารถควบคุมได้ เช่น สภาพอากาศเกิดขึ้นอยู่ที่เท่าใด โดยการวัดเป็นเปอร์เซ็นต์ ซึ่งในทางสถิติความผิดพลาดนั้นควรจะน้อยกว่า 0.05 หรือมีโอกาสเกิดข้อผิดพลาดต่ำกว่า 5% นั่นเอง ซึ่งหมายความว่าผลการทดสอบนั้น “มีนัยสำคัญทางสถิติ” (Statistical Significant) (Box, Hunter, & Hunter, 1978)

2.7 การทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์ (Cytotoxicity)

การทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์เป็นสิ่งที่สำคัญสำหรับวัสดุที่มีการใช้ในร่างกาย เนื่องจากว่าวัสดุเหล่านี้จะเข้าสู่ร่างกายของมนุษย์ จึงต้องมีการทดสอบเพื่อความปลอดภัยกับร่างกายก่อนที่จะมีการนำไปใช้ในร่างกายจริง การทดสอบวัสดุกับเซลล์ที่เพาะเลี้ยงขึ้นมา ถูกใช้เพื่อตรวจสอบความเป็นพิษต่อเซลล์ของวัสดุเบื้องต้น และสามารถตรวจสอบจำนวนเซลล์ที่ยังมีชีวิตได้ด้วยเทคนิคอะลามาร์บูล

2.7.1 อะลามาร์บูล (Alamar blue)

อะลามาร์บูลเป็นสารที่ใช้ในการทดสอบการมีชีวิตอยู่ของเซลล์ (cell viability) เป็นสารที่ไม่เป็นพิษต่อเซลล์ ประกอบด้วยสารย้อมที่ไม่เป็นพิษต่อเซลล์ และมีลักษณะเรืองแสงอ่อนสีน้ำเงิน (weakly fluorescent blue) ทำหน้าที่เป็นตัวบ่งชี้ (indicator) เรียกว่า ริซาซูริน (Resazurin) โดยที่สารอะลามาร์บูลนิยมที่จะใช้วัดปริมาณการเจริญเติบโตของเซลล์ ซึ่งสามารถวัดได้ทั้งเซลล์มนุษย์, เซลล์สัตว์และแบคทีเรีย

การทำงานของสารอะลามาร์บูล สารริซาซูรินที่อยู่ในอะลามาร์บูลจะทำหน้าที่เป็นตัวบ่งชี้ มีการเปลี่ยนแปลงของความเข้มสีเมื่อเกิดออกซิเดชันระหว่างการหายใจของเซลล์ หรือมีการเผาผลาญของเซลล์ (Metabolism) โดยที่ความเข้มของสีจะขึ้นกับจำนวนเซลล์ที่มีชีวิตและมีการหายใจ ผลที่ได้จะบ่งบอกถึงสุขภาพของเซลล์ สีที่เปลี่ยนแปลงไปของสารอะลามาร์บูลจะถูกวิเคราะห์การดูดกลืนแสง (absorbance) ในช่วงความยาวคลื่น 570 nm และ 600 nm เพื่อนำมา

คำนวณถึงการหายใจของเซลล์ (cell respiration) ซึ่งจะสามารถนำข้อมูลที่ได้มาวิเคราะห์เป็นการเจริญเติบโตของเซลล์ได้



บทที่ 3

วิธีการดำเนินการวิจัย

การดำเนินการวิจัยประกอบไปด้วย รายชื่อสารเคมีที่ใช้สำหรับงานวิจัย ขั้นตอนการเตรียมผงกลาสไอโอโนเมอร์ด้วยกระบวนการบวมการโซล-เจล การเตรียมของเหลวสำหรับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ ขั้นตอนการผสมผงกลาสไอโอโนเมอร์และเส้นใย และวิธีการวิเคราะห์คุณสมบัติต่าง ๆ ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ โดยที่สารเคมีที่ใช้สำหรับงานวิจัยแสดงในตารางที่ 3.1

3.1 สารเคมีที่ใช้สำหรับงานวิจัย

ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้สำหรับงานวิจัย

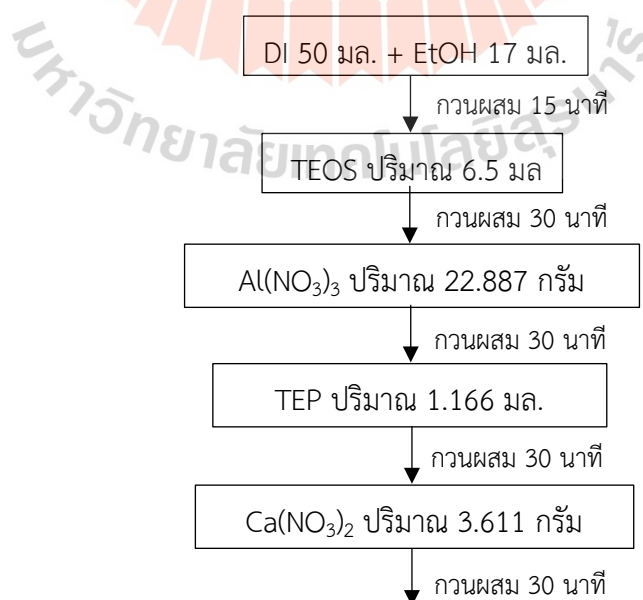
ชื่อทางเคมี	ชื่อย่อ	สูตรทางเคมี	ความเข้มข้น (%)/ ความหนาแน่น (g/ml)	บริษัท
Tetraethyl orthosilicate	TEOS	$\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$	98/0.94	Across
Aluminium nitrate	$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$	$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	-	Kemaus
Calcium nitrate	$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$	$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	-	Kemaus
Triethyl phosphate	TEP	$\text{C}_6\text{H}_{13}\text{O}_4\text{P}$	99/1.07	Acros
Fluorosilicic acid	H_2SiF_6	H_2SiF_6	25/1.27	Acros
100% Acetic acid	AA	CH_3COOH	100/1.04	Merck
35% Polyacrylic acid (Mw=100k)	PAA	$(\text{C}_3\text{H}_4\text{O}_2)_n$	35/1.14	Aldrich
30% Polyacrylic acid-co- maleic (Mw=3000)	PAA-co- MA	$\text{C}_7\text{H}_8\text{O}_6$	50/1.23	Aldrich

ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้สำหรับงานวิจัย (ต่อ)

ชื่อทางเคมี	ชื่อย่อ	สูตรทางเคมี	ความเข้มข้น (%) /ความหนาแน่น (g/ml)	บริษัท
Tartaric acid	-	$C_4H_6O_6$	-	Carlo erba
Isopropanol	IPA	C_3H_8O	-	Carlo erba
Orthophosphoric acid	-	H_3PO_4	85/1.63	Univar
Acetone	-	C_3H_6O	-	Carlo erba
Ethanol absolute	EtOH	C_2H_5OH	-	Carlo erba
Deionize water	DI	H_2O	-	-

3.2 การเตรียมผงกลาสไอโอโนเมอร์ด้วยกระบวนการโซล-เจล

ผงกลาสไอโอโนเมอร์สูตร $4.5SiO_2-4Al_2O_3-0.45P_2O_5-2CaO-2F_2$ เป็นสูตรที่พัฒนาต่อยอดมาจากงานวิจัย (Thongsri et al., 2021) ซึ่งเป็นสูตรกลาสไอโอโนเมอร์ที่มีระยะเวลาก่อตัวและความแข็งแรงเหมาะกับการนำมาเสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตนาน โดยผงกลาสไอโอโนเมอร์สำหรับงานวิจัยนี้เตรียมด้วยกระบวนการโซล-เจล ดังแสดงในรูปที่ 3.1





รูปที่ 3.1 แผนภาพกระบวนการเตรียมกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ด้วยวิธีโซลเจล

การเตรียมผงกลาสไอโอโนเมอร์สูตร $4.5\text{SiO}_2-4\text{Al}_2\text{O}_3-0.45\text{P}_2\text{O}_5-2\text{CaO}-2\text{F}_2$ ปริมาณ 50 ml สามารถเตรียมได้ดังนี้

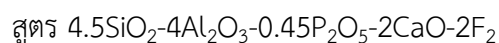
1) เตรียมสารละลายในบีกเกอร์พลาสติก โดยการผสมระหว่างน้ำ DI และเอทานอลเข้าด้วยกันโดยใช้อัตราส่วน $\text{H}_2\text{O} : \text{EtOH} = 50:17$ และปั่นให้สารละลายเข้ากันโดยใช้เครื่องกวนสาร (magnetic stirrer) เป็นเวลา 15 นาที

2) จากนั้นเติม TEOS 6.5 มล., $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 22.887 กรัม, TEP 1.166 มล., $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 3.611 กรัม, และ H_2SiF_6 0.604 มล. ตามลำดับ วิธีการคำนวณแสดงในภาคผนวก ก. โดยการเติมสารแต่ละชนิดห่างกันชนิดละ 30 นาที ในระหว่างนั้นมีการกวนผสมอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้สารที่เติมลงไปนั้นละลายได้อย่างสมบูรณ์

3) ปิดบีกเกอร์ที่มีสารละลายด้วยอลูมิเนียมฟอยล์ แล้วจึงนำไปอบที่อุณหภูมิ 85 °C เป็นเวลา 15 ชั่วโมง จากนั้นนำสารที่ได้ใส่ลงในครุชีเบิลอะลูมินา (crucible alumina) ไปเผาที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราความร้อน 2 °C/นาที

4) นำผงกลาสไอโอโนเมอร์ที่ผ่านกระบวนการเผาไปบดหยาบด้วยโกร่ง แล้วจึงนำไปบดด้วยเครื่อง Planetary mills บริษัท Nanjing Chishun Science & technology รุ่น QM2L โดยใช้อัตราส่วนระหว่างผงกลาสไอโอโนเมอร์ 1 กรัมต่อลูกบด(เซอร์โคเนียขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 ซม.) ที่จำนวน 1 ลูก

ตารางที่ 3.2 สารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์ผงกลาสไอโอโนเมอร์



สารเคมี	ปริมาณที่ใช้
น้ำ DI	50 มิลลิลิตร
Ethanol (EtOH)	17 มิลลิลิตร
Tetraethyl orthosilicate (TEOS)	6.5 มิลลิลิตร
Aluminium nitrate ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3$)	22.887 กรัม
Triethyl phosphate (TEP)	1.166 มิลลิลิตร
Calcium nitrate ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$)	3.611 กรัม
Fluorosilicic acid (H_2SiF_6)	0.6 มิลลิลิตร

3.3 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของผงกลาสไอโอโนเมอร์ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจล

3.3.1 การวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของผงกลาสไอโอโนเมอร์

ผงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เตรียมได้จากหัวข้อ 3.2 ที่ผ่านกระบวนการบดแล้วจะถูกนำไปวิเคราะห์ขนาดอนุภาค ด้วยเครื่อง Particle Size Analysis (Horiba, LA-950) โดยหลักการการเลี้ยวเบนของแสง (Laser Diffraction Technique) การเตรียมตัวอย่างสำหรับวัดขนาดอนุภาคทำโดย นำผงกลาสไอโอโนเมอร์ประมาณ 0.3 g มากระจายตัวในไอโซโพรพานอลประมาณ 20 ml นำไปเขย่าด้วยเครื่องอัลตราโซนิคนาน 10 นาที จากนั้นใส่ตัวอย่างในเครื่องวัดและป้อนข้อมูลของดัชนีหักเหแสง (Refractive index) ของผงกลาสไอโอโนเมอร์และไอโซโพรพานอลเท่ากับ 1.510 และ 1.378 ตามลำดับ

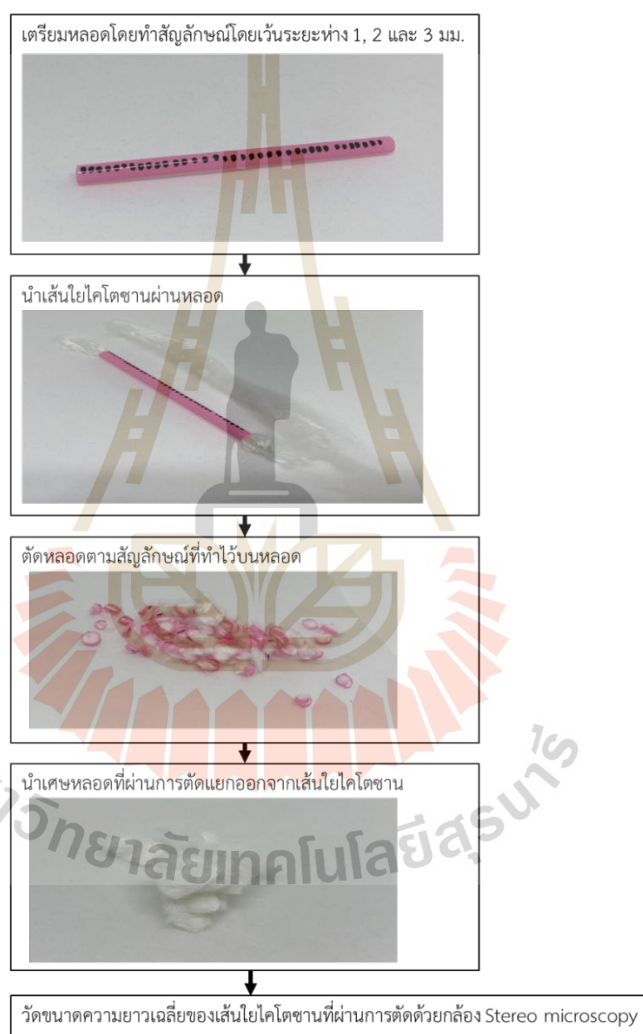
3.3.2 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของผงกลาสไอโอโนเมอร์

การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของผงกลาสไอโอโนเมอร์ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจล โดยใช้เทคนิคการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ X-Ray Diffractometer, XRD/Bruker, D2 Phaser) ในการวิเคราะห์กำหนดมุม 2Theta 10 - 60° ความละเอียดในการสแกน (scan speed) 0.02° ต่อวินาที ด้วยรังสีเอ็กซ์ที่มีความยาวคลื่น 1.5418 Å

3.4 การเตรียมเส้นใยไคโตซานและสภาวะการตัดแปรรูปเส้นใย

เนื่องจากเส้นใยไคโตซาน G. T. C. UNION GROUP (HK) ที่นำมาใช้ในงานวิจัยนี้มีลักษณะที่เป็นม้วนเส้นใยที่มีความยาวจึงต้องทำการตัดเส้นใยให้สั้นลง และเพื่อให้เส้นใยไคโตซานสามารถสร้างพันธะกับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้ งานวิจัยนี้จึงได้ทำการตัดแปรรูปเส้นใยไคโตซานด้วยกรดอะซิติค

3.4.1 กระบวนการเตรียมเส้นใยสั้น



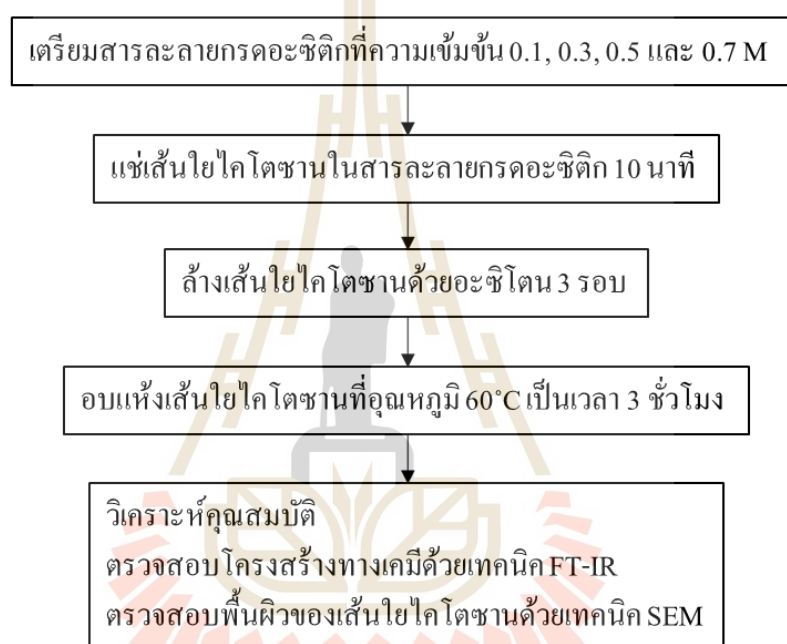
รูปที่ 3.2 แผนภาพการตัดเส้นใยไคโตซาน

เส้นใยไคโตซานที่ซื้อมาจาก G. T. C. UNION GROUP (HK) มีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ที่ประมาณ $10\ \mu\text{m}$ แต่เนื่องจากเส้นใยไคโตซานที่ซื้อมาเป็นเส้นใยม้วนยาว ดังนั้นจึงทำการตัดให้สั้นลง โดยกระบวนการตัดเริ่มจากการทำสัญลักษณ์บนหลอดที่ระยะห่าง 1, 2 และ 3 มิลลิเมตร

เพื่อที่จะสามารถตัดเส้นใยให้ได้ความยาว 1, 2 และ 3 มิลลิเมตร จากนั้นจึงร้อยเส้นใยไคโตซานผ่านหลอด แล้วจึงตัดหลอดตามรอยสัญลักษณ์ที่ทำไว้ แล้วจึงนำเศษหลอดที่ผ่านการตัดแยกออกจากเส้นใยไคโตซาน

3.4.2 การตัดแปรเส้นใยด้วยกรดอะซิติก

วิธีการตัดแปรเส้นใยไคโตซานที่ใช้ในงานวิจัยนี้ทำโดยการใช้กรดอะซิติก เพื่อให้มีหมู่ฟังก์ชันของคาร์บอกซิลบนพื้นผิวของเส้นใยไคโตซาน โดยมีขั้นตอนการตัดแปรดังแสดงในรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 แผนภาพการตัดแปรเส้นใยไคโตซาน

ในการตัดแปรเส้นใยไคโตซานด้วยกรดอะซิติกเริ่มโดยการเตรียมสารละลายกรดอะซิติกในของเหลวไอโซโพรพานอลที่ความเข้มข้น 0.1, 0.3, 0.5 และ 0.7 M จากนั้นจึงนำเส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการตัดมาแช่ในสารละลายเป็นเวลา 10 นาที แล้วจึงล้างด้วยอะซิโตน 3 รอบ เพื่อล้างสารละลายกรดอะซิติกออกจากเส้นใยไคโตซาน จากนั้นจึงนำเส้นใยไปอบที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

3.5 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของเส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการตัดแปร

3.5.1 การตรวจสอบความยาวของเส้นใยไคโตซานแบบสั้น

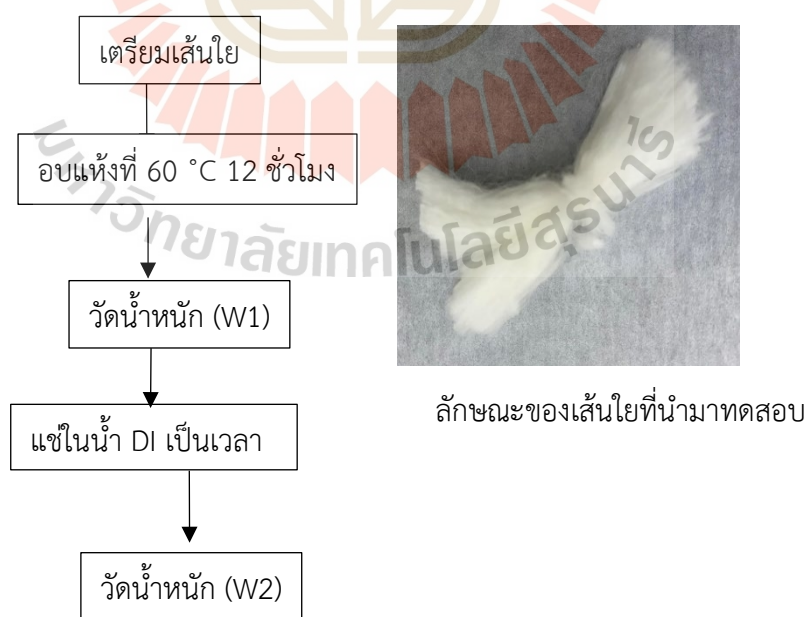
เส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการตัดถูกนำมาตรวจสอบวัดความยาว โดยใช้กล้อง Stereo microscopy (Nikon, SMZ745T) ถ่ายภาพเส้นใยไคโตซานแล้วนำภาพถ่ายที่ได้มาวัดความยาวของเส้นใยไคโตซาน ด้วยโปรแกรม ImageJ โดยใช้จำนวนตัวอย่าง 300 เส้น เพื่อนำมาวิเคราะห์หาค่าความยาวเฉลี่ยและการกระจายตัวของความยาวเส้นใย ซึ่งเส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการตัดความยาว 1, 2 และ 3 มม.

3.5.2 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีและจุดโครงสร้างของเส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการตัดแปรรูป

ตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีของเส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการตัดแปรรูปด้วยกรดอะซิติกนำมาตรวจสอบ โดยใช้เทคนิคฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดไมโครสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared microspectrometer โทมิต Attenuated total reflect (ATR) ของบริษัท German Bruker รุ่น Tensor27 – Hyperion เก็บข้อมูลในช่วงเลขคลื่น 4000 – 400 จุดต่อเซนติเมตร และใช้ความละเอียดในการสแกนข้อมูลคือ 4 จุดต่อเซนติเมตร

3.5.3 การดูดซึมน้ำของเส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการตัดแปรรูป

เส้นใยไคโตซานถูกนำมาตรวจสอบคุณสมบัติการดูดซึมน้ำโดยมีขั้นตอน แสดงดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 แผนภาพวิธีการวัดการดูดซึมน้ำของเส้นใยไคโตซาน

การวัดค่าการดูดซึมน้ำของเส้นใยไคโตซาน ทำโดยการเตรียมตัวอย่างดังแสดงในรูปที่ 3.4 อบตัวอย่างเส้นใยที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง แล้วจึงชั่งน้ำหนักเส้นใยแห้ง W1 หลังจากนั้นนำตัวอย่างเส้นใยไคโตซานไปแช่ในน้ำ DI เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วจึงกรองเส้นใยออกจากน้ำ แล้วจึงนำเส้นใยไปชั่งน้ำหนักเปียก W2 นำน้ำหนักที่ได้มาคำนวณค่าการดูดซึมน้ำโดยใช้สูตรการคำนวณต่อไปนี้

$$\text{Water absorption (\%)} = \frac{W2 - W1}{W1} \times 100$$

เมื่อ W1 คือ น้ำหนักของไคโตซานเมื่อแห้ง

W2 คือ น้ำหนักของไคโตซานเมื่อเปียกน้ำ

3.6 การเตรียมกระจกไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซาน

การเติมเส้นใยไคโตซานลงในผงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ทำโดยการชั่งน้ำหนักของเส้นใยไคโตซานและผงกลาสไอโอโนเมอร์ในอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 3.2 ลงในขวดผสมขนาด 35 มล. และเติมลูกบดเซอร์โคเนียเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 ซม. จำนวน 16 ลูก ลงในขวดผสม จากนั้นนำไปผสมด้วยรางบดขนาดเล็ก (Nitto, ANZ-10D) ที่ความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยเขย่าขวดผสมทุก ๆ 15 นาที จากนั้นจึงแยกลูกบดออกจากผงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์แล้วจึงเก็บผงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ด้วยถุงซิปปิดเพื่อนำไปใช้งานต่อไป

การออกแบบสูตรกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานโดยใช้เทคนิค Design of experimental, DOE ดังแสดงในตารางที่ 3.3 เพื่อศึกษาความแข็งแรงต่อแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานโดยปัจจัยที่ต้องการศึกษา คือ ปริมาณของเส้นใยไคโตซาน ความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่ใช้ในการตัดแปรเส้นใยไคโตซาน และความยาวของเส้นใยไคโตซาน สำหรับการใช้นิเทศน์ DOE จะทำการกำหนดปัจจัยเริ่มต้นด้วยกำหนดให้ปริมาณของเส้นใยไคโตซาน คือ 0.1, 0.5 และ 1 wt.% ความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่ใช้ในการตัดแปรเส้นใยไคโตซาน กำหนดเป็น 0, 0.3 และ 0.5 M ความยาวของเส้นใยไคโตซานเป็น 1, 2 และ 3 มม. จากการประมวลผลปัจจัยที่กำหนดด้วยเทคนิค DOE และคำนวณด้วยโปรแกรม Minitab 16 สามารถออกแบบการทดลองทั้งหมด 36 การทดลองและทำซ้ำ 6 รอบ ทำให้มีการทดลองทั้งหมด 216 การทดลอง จากนั้นผลความต้านทานแรงกดอัดที่ได้จากการทดลองจะถูกนำมาวิเคราะห์เชิงสถิติด้วย

เทคนิค Two-way ANOVA เพื่อตรวจสอบว่าปัจจัยใดบ้างที่ส่งผลต่อความต้านทานแรงกดอัดของ
 กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์อย่างมีนัยยะสำคัญ

ตารางที่ 3.3 ปัจจัยที่กำหนดด้วยเทคนิค DOE

ปัจจัย	ปัจจัยที่ต้องการศึกษา	Level	Level Values		
A	ความยาวของเส้นใยโคโตซาน (มม.)	3	1	2	3
B	ความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่ใช้ในการ ดัดแปรเส้นใย (M)	3	0	0.3	0.5
C	ปริมาณเส้นใยโคโตซาน (wt.%)	3	0.1	0.5	1

3.6.1 การเตรียมกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตซานดัดแปรด้วย การผสมด้วยมือ

การเตรียมกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์นอกจากผงกลาสไอโอโนเมอร์แล้ว อีกสิ่งหนึ่งที่ต้องใช้ก็คือ สารละลายผสมสำหรับผสมกับผงกลาสไอโอโนเมอร์ให้ได้เป็นกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ โดยสารละลายผสมสำหรับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ประกอบด้วย สารเคมี PAA, PAA-MA, orthophosphoric acid และ tartaric acid โดยใช้อัตราส่วนระหว่าง PAA ต่อ PAA-co-MA เป็น 30 : 70 wt.% จากนั้นเติม tartaric acid 10 wt.% และ orthophosphoric acid 1 wt.% ของสารละลายผสมระหว่าง PAA และ PAA-co-MA จากนั้นปั่นผสมสารละลายด้วยเครื่องกวนสารเป็นเวลา 30 นาที

การขึ้นรูปกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ด้วยมือจะใช้ไม้พายช่วยในการผสม โดยมีวิธีการผสม คือ เทผงกลาสไอโอโนเมอร์ลงบนแผ่นกระจกจากนั้นหยดของสารละลายผสมในอัตราส่วนต่าง ๆ จากนั้นผสมผงกลาสไอโอโนเมอร์และสารละลายผสมให้เข้ากันโดยระยะเวลาผสมจะอยู่ที่ประมาณ 2 นาที โดยลักษณะของซีเมนต์หลังผสมจะมีลักษณะดังรูปที่ 3.5 จากนั้นจึงนำไปขึ้นรูปเพื่อนำไปทดสอบต่อไป โดยอัตราส่วนของผงกลาสไอโอโนเมอร์และสารละลายผสม ได้ทำการทดสอบเพื่อหาอัตราส่วนที่เหมาะสมกับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์สูตรนี้ ซึ่งทดสอบที่อัตราส่วนผงกลาสไอโอโนเมอร์ต่อสารละลายผสมที่อัตราส่วน 1:1, 1.5:1 และ 2:1 กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ขึ้นรูปได้จะถูกนำไปทดสอบระยะเวลาก่อตัว ความต้านทานต่อแรงกดอัดและวิเคราะห์ลักษณะจุลโครงสร้างของพื้นผิวกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์



รูปที่ 3.5 การเตรียมกระจกไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ด้วยวิธีการผสมด้วยมือ

3.6.2 การเตรียมกระจกไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตนตัดแปรรูปด้วยการผสมด้วยเครื่องปั่นอะมัลกัม

ในการเตรียมผงกระจกสำหรับนำไปผสมด้วยเครื่องปั่นอะมัลกัม ผงกระจกไอโอโนเมอร์จะถูกเตรียมในหลอดเซนติฟิล 2 ml หลังจากนั้นจะหยดของเหลว PAA ลงไปก่อนที่จะนำหลอดเซนติฟิลไปเขย่าด้วยเครื่องปั่นอะมัลกัมรุ่น Softly amalgamator โดยบริษัท Acteon มีความเร็วรอบในการผสมอยู่ที่ 4,000 รอบ/นาที และใช้เวลาในการผสมเป็นเวลา 3 วินาที จากนั้นขึ้นรูปชิ้นงานเพื่อวัดระยะเวลาก่อตัวและนำไปทดสอบความแข็งแรงต่อแรงกดอัด

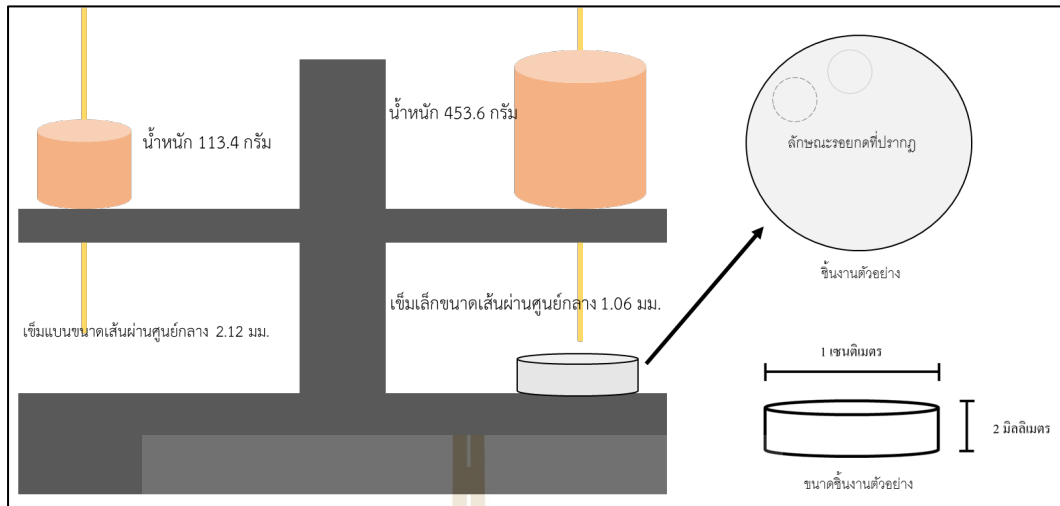


รูปที่ 3.6 เครื่องปั่นอะมัลกัมรุ่น Softly amalgamator โดยบริษัท Acteon

3.7 การทดสอบคุณสมบัติของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคงโคซานดัดแปร

3.7.1 ระยะเวลาทำงานและระยะเวลาก่อตัวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ (setting time)

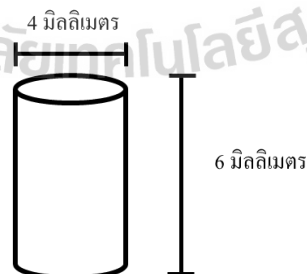
การหาค่าระยะเวลาทำงาน (working time) ทำโดยการจับเวลาตั้งแต่ผงกลาสและของเหลวเมื่อสัมผัสกันจนถึงเวลาที่ซีเมนต์ไม่สามารถขึ้นรูปได้ การวัดระยะเวลาก่อตัวเริ่มต้นและระยะเวลาก่อตัวสุดท้ายของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ ทำโดยการใช้ Gilmore Apparatus (Humboldt, H-3150F) ทดสอบตามมาตรฐาน ISO 9917-1 ตัวอย่างกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์เตรียมโดยการผสมผงกลาสไอโอเมอร์และของเหลวผสมที่เตรียมไว้ในอัตราส่วน 2:1, 1.5 และ 1:1 ทำการผสมโดยใช้ไม้กวนผสมจนเป็นเนื้อเดียวกัน ซึ่งระยะเวลาการผสมต้องไม่เกิน 2 นาที จากนั้นนำของผสมไปขึ้นรูป โดยนำของผสมใส่ลงในแม่พิมพ์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 ซม. สูง 2 มม. ปาดผิวหน้าให้เรียบจากนั้นใช้เครื่อง Gilmore apparatus ซึ่งมีหัวกดเป็นเข็มแบนขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.12 มม. น้ำหนัก 113.4 กรัม กดลงบนผิวหน้าของชิ้นงานตัวอย่างเป็นเวลา 5 วินาที ถ้ายกปลายเข็มขึ้นมาแล้วผิวหน้าของตัวอย่างเป็นรอยหัวเข็มกดให้เปลี่ยนตำแหน่งกดบนผิวหน้าส่วนที่ผิวเรียบ จับเวลา 5 วินาที และทำซ้ำจนกว่าจะไม่ปรากฏรอยหัวกดบนผิวงานตัวอย่าง บันทึกเวลาตั้งแต่เริ่มการผสมจนถึงเวลาที่เข็มกดเครื่อง Gilmore apparatus ไม่ปรากฏรอยหัวเข็มเป็นระยะเวลาก่อตัวเริ่มต้น จากนั้นย้ายชิ้นงานไปกดด้วยหัวกดด้านที่เป็นเข็มเล็กขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.06 มม. น้ำหนัก 453.6 กรัม ของเครื่อง Gilmore apparatus จับเวลา 5 วินาที ยกหัวเข็มขึ้นทำซ้ำจนกว่าจะไม่ปรากฏรอยหัวเข็ม บันทึกเวลาตั้งแต่เริ่มทำการผสมจนถึงเวลาที่หัวเข็มเล็กขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.06 มม. น้ำหนัก 453.6 กรัม ไม่ปรากฏรอยบนชิ้นงานเป็นระยะเวลาก่อตัวสุดท้าย รูปแสดงลักษณะการทดสอบโดยใช้เครื่อง Gilmore apparatus แสดงในรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 การทดสอบระยะเวลาก่อตัวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์โดยใช้เครื่อง Gilmore apparatus

3.7.2 การทดสอบความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ (compressive strength)

ในการทดสอบความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ จะใช้วิธีการวัดตาม ISO 9917-1:2007 โดยใช้เครื่อง Universal testing machine(UTM) ที่แรงกด 10 – 100 kN และใช้ความเร็วในการกด 0.5 มม./นาที ชิ้นงานที่นำมาทดสอบจะถูกขึ้นรูปเป็นทรงกระบอกโดยจะมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 4 มม. และความสูง 6 มม. ดังแสดงในรูปที่ 3.8 หลังการทดสอบเก็บตัวอย่างเศษชิ้นส่วนของชิ้นงานที่แตกหัก เพื่อนำไปวิเคราะห์ลักษณะรอยแตกด้วยเทคนิค Scanning electron microscopy (SEM) ในขั้นตอนต่อไป

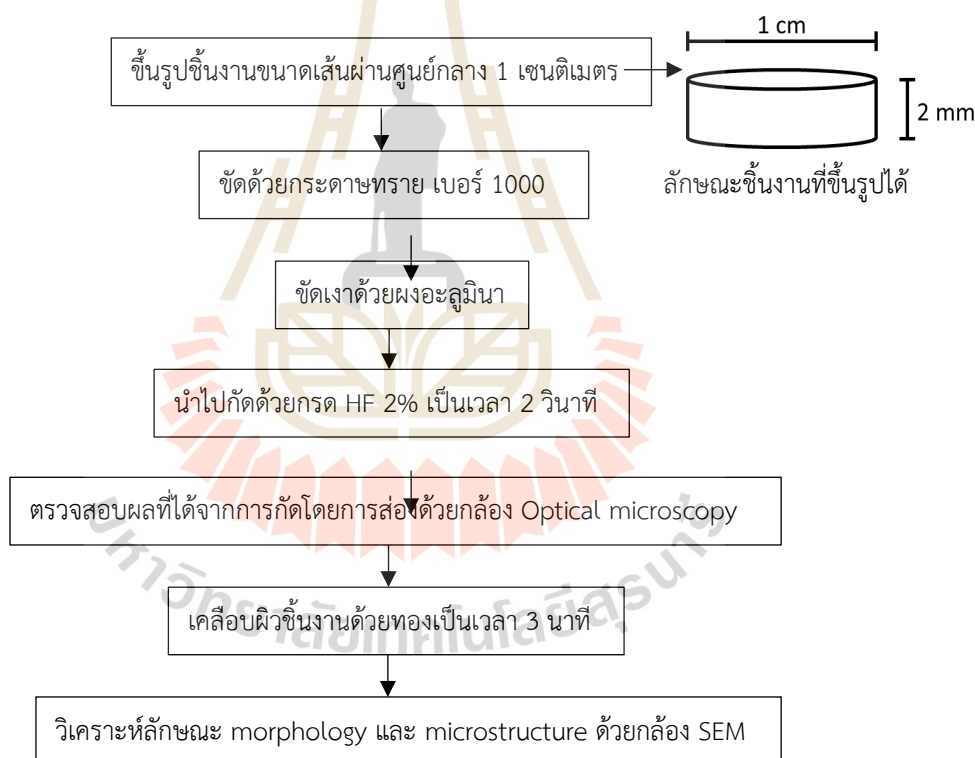


รูปที่ 3.8 ขนาดของชิ้นงานที่ใช้ในการทดสอบความต้านทานต่อแรงกดอัด

3.7.3 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตนตัดแปรร

ลักษณะพื้นผิวของเส้นใยโคโตนที่ผ่านกระบวนการตัดแปรร, ลักษณะรอยแตกของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ผ่านกระบวนการกดอัด ถูกนำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscope (SEM, JEOL-6010LV) ผิวของชิ้นงานตัวอย่างถูกเคลือบด้วยทองคำก่อนนำไปทดสอบ โดยที่ชิ้นงานก่อนที่จึ่งนำไปเครื่องด้วยทองจะต้องไม่มีความชื้น หลังจากนั้นจึ่งนำไปเคลือบผิวด้วยทองเป็นเวลา 3 นาที แล้วจึ่งจะสามารถนำไปเข้าเครื่อง SEM ได้

การเตรียมชิ้นงานกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์สำหรับนำไปวิเคราะห์ลักษณะจุลโครงสร้างของพื้นผิวกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ได้จากการทดลองปรับเปลี่ยนอัตราส่วนของผงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ต่อสารละลายผสม ซึ่งการเตรียมชิ้นงานสามารถเตรียมได้ดังในรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.9 แผนภาพกระบวนการเตรียมชิ้นงานสำหรับศึกษา morphology และ microstructure ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์

การเตรียมชิ้นงานสำหรับศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ เริ่มต้นโดยการขึ้นรูปชิ้นงานให้ได้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 มม. สูง 2 มม. จากนั้นขัดด้วยกระดาษ

ทรายเบอร์ 1000 หลังจากนั้นจึงนำไปขัดเงาด้วยผงอะลูมินา สุดท้ายจึงนำไปกัดด้วยกรด HF 2 % เป็นเวลา 2 วินาที และตรวจสอบลักษณะผิวของซีเมนต์ด้วยกล้อง Stereo microscopy แล้วจึงนำไปเคลือบผิวชิ้นงานด้วยทอง 3 นาที่ เพื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM

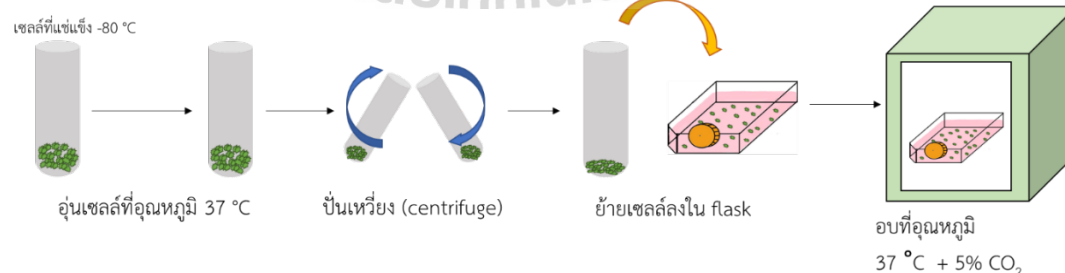
3.8 การทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ Cytotoxicity)

การทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ เป็นการทดสอบในสภาพแวดล้อมเทียม (in vitro) โดยเลือกใช้เซลล์ไฟโบรบลาสต์ เซลล์ไลน์ NIH/3T3 (fibroblast) ซึ่งเซลล์ไฟโบรบลาสต์เป็นเซลล์ที่สามารถพบได้ในช่องปากโดยจะอยู่บริเวณเหงือกหรือส่วนที่เป็นเนื้อเยื่อ จึงเป็นเหตุผลที่เลือกเซลล์ชนิดนี้มาทดสอบความเป็นพิษเบื้องต้น และเซลล์ไฟโบรบลาสต์ยังเป็นเซลล์ที่เพาะเลี้ยงง่าย มีความแข็งแรง และเป็นเซลล์ที่นิยมใช้ในการทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์ ตามมาตรฐาน ISO-10993 อีกด้วย และวิธีการในการตรวจสอบได้เลือกใช้วิธีการ อะลามาร์บูล เนื่องจากเป็นวิธีที่สามารถวัดการเพิ่มจำนวนของเซลล์ได้อย่างต่อเนื่อง จากการที่สารไม่เป็นพิษต่อเซลล์ ทำให้เซลล์ไม่ตายเมื่อทำการทดสอบด้วย อะลามาร์บูล

3.8.1 การละลายเซลล์ที่ถูกแช่แข็ง (Thawing frozen cell)

เซลล์ไฟโบรบลาสต์ที่นำมาใช้จะอยู่ในสภาพที่ถูกแช่แข็ง ซึ่งการจะนำมาใช้งานจะต้องทำการอุ่นเซลล์ก่อน โดยการอุ่นที่อุณหภูมิ 37 °C เพื่อให้น้ำแข็งละลาย จากนั้นทำให้เซลล์กระจายตัวโดยใช้ปิเปตต์ แล้วจึงย้ายเซลล์ปริมาณ 1 ml ใส่ลงในหลอดทดลอง (tube) ขนาด 15 ml ที่มีอาหารเลี้ยงเซลล์อยู่ 5 ml จากนั้นนำหลอดทดลองไปหมุนเหวี่ยง (centrifuge) เพื่อที่จะทำให้เซลล์ตกตะกอน หลังจากนั้นจึงเทอาหารเลี้ยงเซลล์ทิ้งและย้ายเซลล์ลงใน ขวดเพาะเลี้ยงเซลล์ (flask) ที่มีอาหารเลี้ยงเซลล์อยู่ 5 ml แล้วจึงเก็บขวดเพาะเลี้ยงเซลล์ในตู้บัพที่อุณหภูมิ 37 °C ที่มีแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์อยู่ 5 %

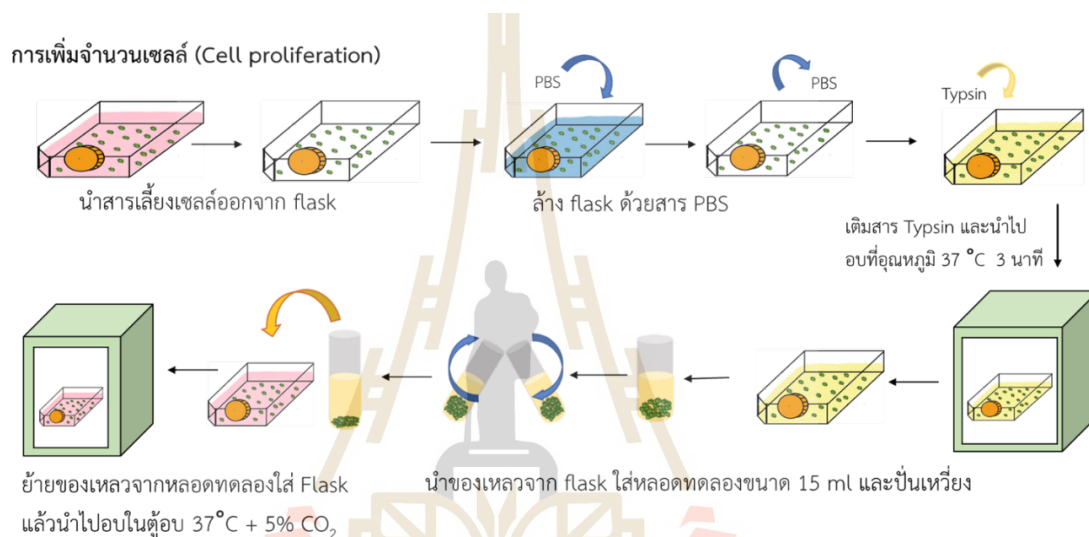
การละลายเซลล์ที่ถูกแช่แข็ง (Thawing frozen cell)



รูปที่ 3.10 แผนภาพกระบวนการละลายเซลล์ไฟโบรบลาสต์ที่ถูกแช่แข็ง

3.8.2 การเพิ่มจำนวนเซลล์ (Cell proliferation)

นำขวดเพาะเลี้ยงเซลล์ออกจากตู้บและทำการดูดอาหารเลี้ยงเซลล์เก่าที่อยู่ภายในขวดเลี้ยงเซลล์ทิ้ง จากนั้นล้างด้วย(Phosphate buffered saline, PBS) 5 ml 1 รอบ แล้วจึงเติมสารทริปซิน (Trypsin) 500 μ l ลงในขวดเลี้ยงเซลล์และนำอบในตู้อบอุณหภูมิ 37 °C เป็นเวลา 3 นาที เพื่อให้สารทริปซินทำงาน จากนั้นย้ายสารละลายจากขวดเลี้ยงเซลล์ไปยังหลอดทดลองขนาด 15 ml แล้วนำไปปั่นเหวี่ยง แล้วจึงนำสารในหลอดทดลองจำนวน 100 μ l เติมลงไปขวดเลี้ยงเซลล์ ที่มีอาหารเลี้ยงเซลล์อยู่ 5 ml แล้วนำไปเก็บในตู้อบอุณหภูมิ 37 °C ที่มีแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์อยู่ 5 %



รูปที่ 3.11 แผนภาพกระบวนการเพิ่มจำนวนเซลล์

3.8.3 การเตรียมกระจกไอโอโนเมอร์ซีเมนต์สำหรับนำไปทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์

ในการเตรียมชิ้นงานกระจกไอโอโนเมอร์ซีเมนต์สำหรับทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์ ผงกระจกไอโอโนเมอร์จะถูกนำไปอบฆ่าเชื้อในตู้อบที่อุณหภูมิ 121 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากนั้นจึงขึ้นรูปชิ้นงานขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร หนา 2 มิลลิเมตร และนำไปฆ่าเชื้อด้วยการใช้แสง UV ด้านละ 30 นาที จากนั้นนำชิ้นงานไปแช่ในสาร PBS เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วจึงไปแช่ในอาหารเลี้ยงเซลล์ที่อยู่ใน 24 well-plate เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วจึงนำไปทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์โดยการหยดเซลล์เซลล์ไฟโบรบลาสต์ลงไปบนพื้นผิวของชิ้นงานและทดสอบที่ระยะเวลา 1, 7 และ 14 วัน

ตารางที่ 3.4 แสดงลักษณะการวางชิ้นงานทดสอบกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ บน 24 well plate เพื่อที่จะทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์

	1	2	3	4	5	6
A	GIC-no fiber	GIC-no fiber	GIC-no fiber	GIC-0.1 % CH-0.5 M AA treated	GIC-0.1 % CH-0.5 M AA treated	GIC-0.1 % CH-0.5 M AA treated
B	GIC-0.1% CH-untreated	GIC-0.1% CH-untreated	GIC-0.1% CH-untreated	GIC-0.5 % CH-0.5 M AA treated	GIC-0.5 % CH-0.5 M AA treated	GIC-0.5 % CH-0.5 M AA treated
C	GIC-0.5% CH-untreated	GIC-0.5% CH-untreated	GIC-0.5% CH-untreated	GIC-1 % CH-0.5 M AA treated	GIC-1 % CH-0.5 M AA treated	GIC-1 % CH-0.5 M AA treated
D	GIC-1% CH-untreated	GIC-1% CH-untreated	GIC-1% CH-untreated			

*GIC-no fiber = กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ไม่มีเส้นใยโคโตซาน, GIC-CH-untreated = กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่มีเส้นใยโคโตซานที่ไม่ได้ผ่านการดัดแปร, GIC-CH-0.5 M AA treated = กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่มีเส้นใยโคโตซานที่ผ่านการดัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.5 M

3.8.4 การวัดการเพิ่มจำนวนของเซลล์ไฟโบบลาสด้วยเทคนิค (Alamarblue cell proliferation assay)

ย้ายชิ้นงานตัวอย่างไปที่ 24 well-plate ใหม่ที่มีสารละลาย Alamarblue อยู่ 500 μ l จากนั้น จากนั้นนำ 24 well-plate ไปอบที่อุณหภูมิ 37 °C ที่มีบรรยากาศเป็น 5 % CO₂ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำ Alamarblue ที่อยู่ในแต่ละ well-plate จำนวน 100 μ l เติมลงไป 96 well-plate และนำไปวิเคราะห์ผลด้วยเครื่อง fluorescence microplate reader ที่ความยาวคลื่น 570 nm และ 600 nm โดยคำนวณได้ดังสูตรที่ 2 (Teng et al., 2014)

$$\text{Reduction of Alamarblue (\%)} = \frac{[(O2 \times A1) - (O1 \times A2)]}{[(R1 \times N2) - (R2 \times N1)]} \times 100 \quad (2)$$

โดยที่ O1 คือ ค่าคงที่ของ molar extinction coefficient (E) ของสาร oxidized Alamarblue ที่ความยาวคลื่น 570 nm มีค่าเท่ากับ 80,536

O2 คือ ค่าคงที่ของ molar extinction coefficient (E) ของสาร oxidized Alamarblue ที่ความยาวคลื่น 600 nm มีค่าเท่ากับ 117,216

R1 คือ ค่าคงที่ของ molar extinction coefficient (E) ของสาร reduced Alamarblue ที่ความยาวคลื่น 570 nm มีค่าเท่ากับ 115,677

R2 คือ ค่าคงที่ของ molar extinction coefficient (E) ของสาร reduced Alamarblue ที่ความยาวคลื่น 570 nm มีค่าเท่ากับ 14,652

A1 คือ ค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 570 nm

A2 คือ ค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 600 nm

N1 คือ ค่าการดูดกลืนแสงของตัวควบคุมที่ความยาวคลื่น 570 nm

N2 คือ ค่าการดูดกลืนแสงของตัวควบคุมที่ความยาวคลื่น 600 nm



บทที่ 4

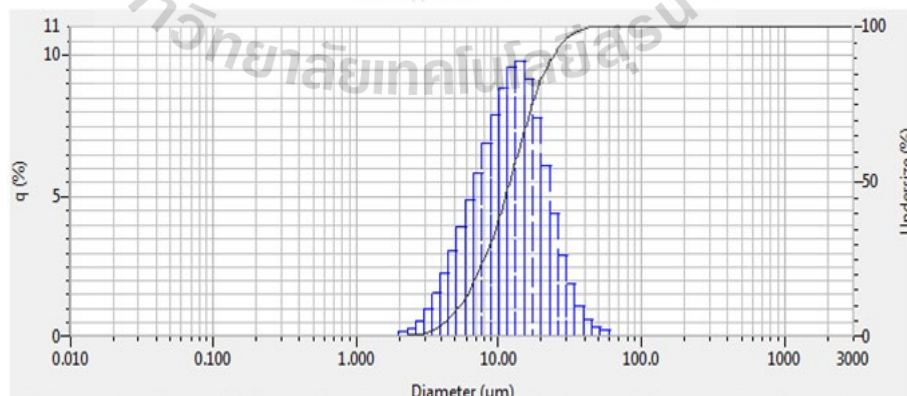
ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

บทนี้จะเป็นการนำเสนอผลของการสังเคราะห์กระจกใสไอโอโนเมอร์ระบบ $4.5\text{SiO}_2-4\text{Al}_2\text{O}_3-0.45\text{P}_2\text{O}_5-2\text{CaO}-2\text{F}_2$ ด้วยกระบวนการโซล-เจล และการตัดแปรเส้นใยโคโตนานด้วยกรดอะซิติกที่ความเข้มข้น 0.1, 0.3, 0.5 และ 0.7 M เพื่อนำมาใช้เสริมความแข็งแรงให้กับกระจกใสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ การวัดผลกระจกใสไอโอโนเมอร์ที่เสริมด้วยเส้นใยโคโตนาน จะทำโดยการวิเคราะห์ ค่าความต้านทานแรงกดอัด (compressive strength), ระยะเวลาทำงาน (working time), ระยะเวลาก่อตัวของซีเมนต์ (setting times), ลักษณะรอยแตกของกระจกใสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตนาน (fracture surface) และภายในบทนี้ได้ทำการศึกษาผลของวิธีการผสมกระจกใสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์โดยการเปรียบเทียบระหว่างวิธีการผสมด้วยมือและเครื่องปั่นอมัลกัม (Amalgam mixer)

4.1 ผลการศึกษากระจกใสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจล

4.1.1 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของกระจกใสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์

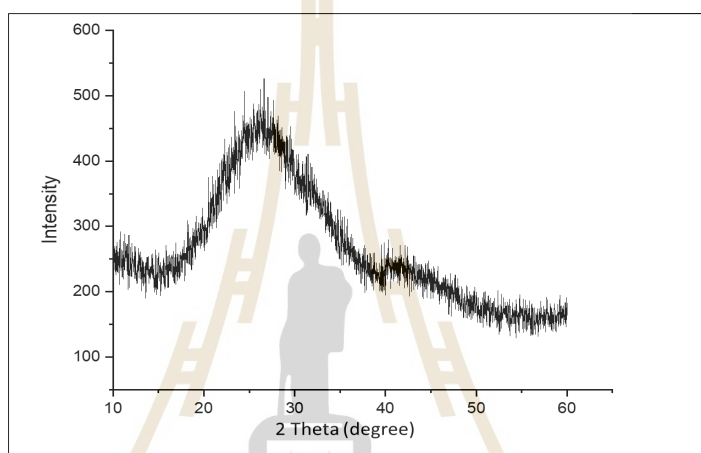
จากการวัดขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงกระจกใสไอโอโนเมอร์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการโซล-เจล โดยการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคด้วยเทคนิค laser particle size distribution พบว่าขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงกระจกใสไอโอโนเมอร์อยู่ที่ $13.62\ \mu\text{m}$ และมีลักษณะการกระจายตัวของอนุภาคแบบปกติ (normal distribution) ดังแสดงในรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 กราฟความสัมพันธ์ของเปอร์เซ็นต์ความถี่ในการพบอนุภาคและการกระจายตัวของอนุภาค และขนาดอนุภาคที่วัดได้จากเครื่อง Particle Size Analysis

4.1.2 ผลวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสของผงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์

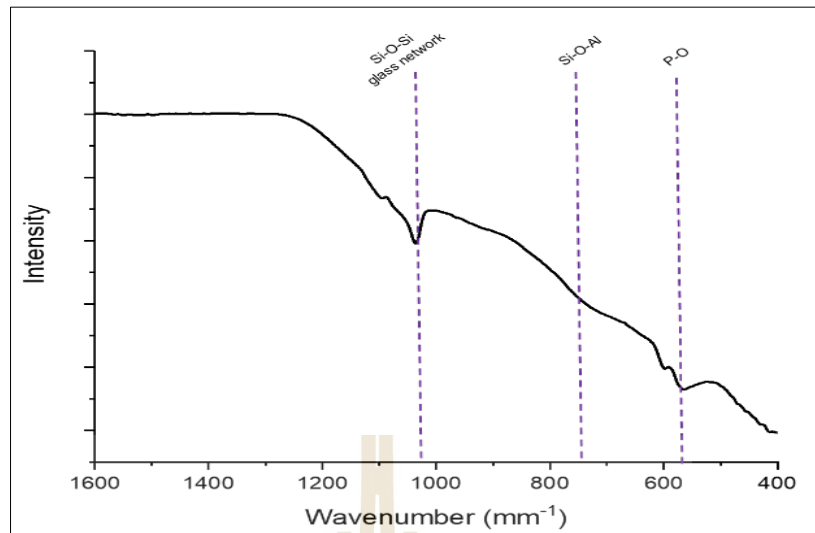
ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสของผงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจล ด้วยเทคนิค XRD ดังแสดงในรูปที่ 4.2 แสดงผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟสของผงกลาสไอโอโนเมอร์ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจล พบว่าไม่มีการปรากฏของพีคใด ๆ บนกราฟ XRD ซึ่งบ่งบอกถึงความเป็นโครงสร้างอสัณฐาน (Amorphous) คือ โครงสร้างที่ไม่มีความเป็นผลึกของผงกลาสไอโอโนเมอร์ เป็นโครงสร้างของกลาสไอโอโนเมอร์ที่สามารถแตกตัวและทำปฏิกิริยาได้ดีเมื่อผสมกับกรด (Cestari, 2016)



รูปที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟสของผงกลาสไอโอโนเมอร์ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจล ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer; XRD)

4.1.3 ผลวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของผงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์

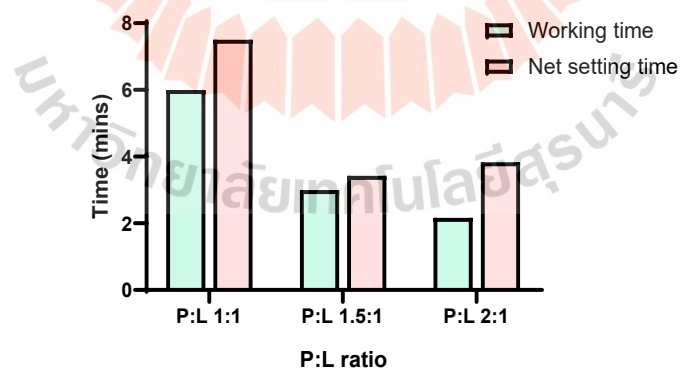
โครงสร้างทางเคมีของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ วิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR ซึ่งกราฟปรากฏพีคของโครงสร้างหลักของแก้ว Si-O-Si ที่ตำแหน่ง 1040 cm^{-1} และปรากฏพีคของโครงสร้าง Si-O-Al ซึ่งปรากฏที่ตำแหน่งประมาณ 600 -800 cm^{-1} โดยโครงสร้างเหล่านี้เป็นส่วนช่วยในการยึดยึดโครงสร้างของผงแก้วที่เป็นผงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่มีการสร้างพันธะของอะลูมิเนียมในโครงสร้างแก้ว และพีคของหมู่ P-O ที่ตำแหน่งประมาณ 570 cm^{-1} ที่เป็นองค์ประกอบของฟอสเฟตภายในเนื้อกลาสไอโอเมอร์ (Aronne, Esposito, & Pernice, 1997; Cestari, 2016)



รูปที่ 4.3 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการโซล-เจล ด้วยเทคนิค FT-IR

4.2 ผลการศึกษาสมบัติของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่อัตราส่วนของผงกลาสไอโอโนเมอร์และของเหลวผสมแตกต่างกัน

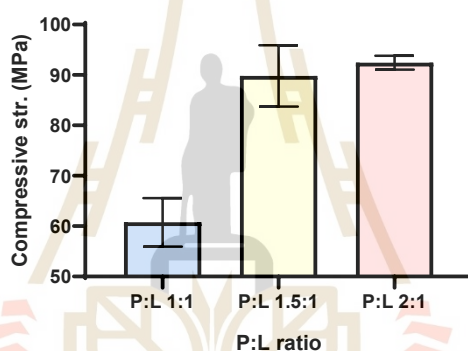
4.2.1 ผลระยะเวลาก่อตัวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ไม่ได้เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตน



รูปที่ 4.4 ระยะเวลาทำงาน (working time) และระยะเวลาก่อตัวสุทธิ (Net setting time) ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ผสมด้วยเครื่องและผสมด้วยมือ โดย Net setting time คำนวณได้จาก ระยะเวลาก่อตัวเริ่มต้น - ระยะเวลาก่อตัวสุดท้าย

การก่อตัวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์จะเกิดขึ้นเมื่อผงกลาสไอโอโนเมอร์และสารละลายผสม PAA ผสมกัน ผงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์จะปลดปล่อยไอออนของ Ca^{2+} และ Al^{3+} ออกมาเพื่อทำปฏิกิริยากับหมู่ฟังก์ชัน $-COOH$ ของของเหลว PAA ซึ่งปฏิกิริยานี้จะทำให้ซีเมนต์แข็งตัว ผลระยะเวลาก่อตัวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่อัตราส่วนของผงกลาสไอโอโนเมอร์ต่อสารละลายผสม (P:L) แตกต่างกันดังแสดงในรูปที่ 4.4 โดยกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่อัตราส่วน P:L 1:1, 1.5:1 และ 2:1 พบเมื่ออัตราส่วนของ P:L สูงขึ้น จะส่งผลให้ระยะเวลาทำงานและระยะเวลาก่อตัวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ลดลง เนื่องจากเมื่ออัตราส่วนของ P:L สูงขึ้น ความหนืดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์จะสูงขึ้น ส่งผลให้การผสมทำได้ยากขึ้นเป็นผลให้ระยะเวลาทำงานของซีเมนต์นั้นลดลง และทำให้ระยะเวลาก่อตัวของซีเมนต์ลดลง (Crisp, Lewis, & Wilson, 1976)

4.2.2 ผลความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์



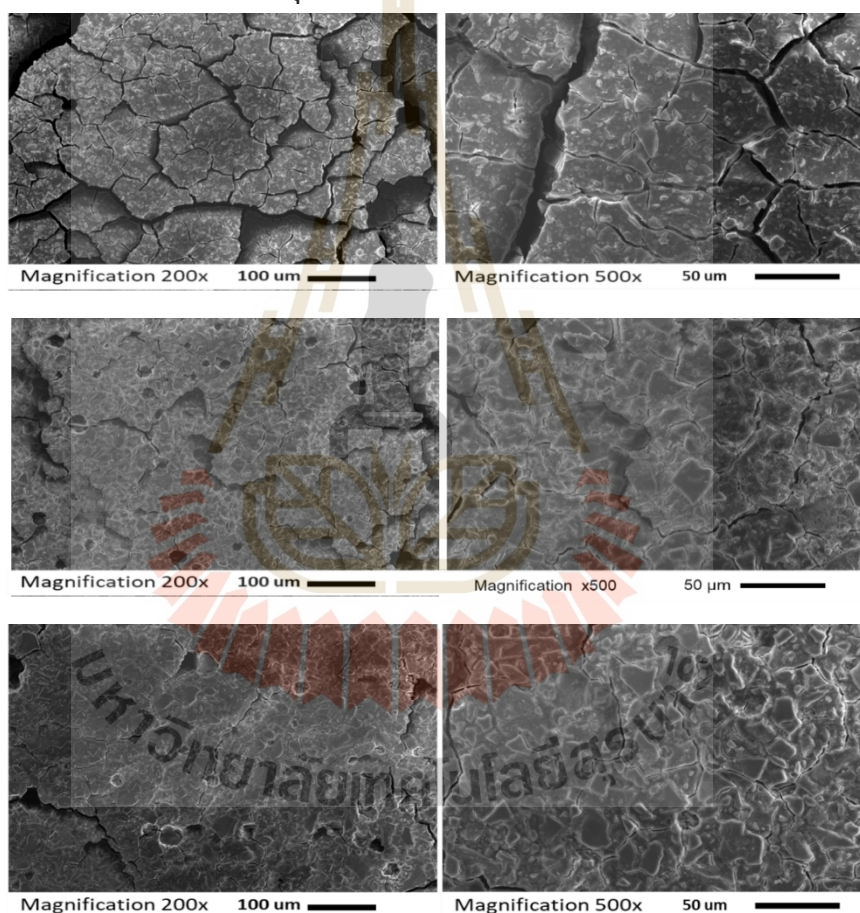
รูปที่ 4.5 กราฟค่าความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่อัตราส่วนของผงกลาสไอโอโนเมอร์และของเหลวผสมแตกต่างกัน

จากรูปที่ 4.5 แสดงค่าความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์จะสูงขึ้นเมื่ออัตราส่วนของ P:L สูงขึ้น ซึ่งเป็นผลมาจากการที่เมื่ออัตราส่วน P:L สูงขึ้นปริมาณของผงกลาสไอโอโนเมอร์ในเนื้อซีเมนต์จะมีปริมาณมากขึ้น โดยที่อนุภาคของกลาสไอโอโนเมอร์ที่อยู่ภายในเนื้อซีเมนต์ จะเป็นส่วนที่ช่วยในการเสริมความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ ในขณะที่กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่มีอัตราส่วน P:L ต่ำ จะมีความต้านทานแรงกดอัดที่ต่ำซึ่งเป็นผลมาจากการที่ภายในเนื้อซีเมนต์มีส่วนของพอลิเมอร์อยู่มากแต่มีส่วนของอนุภาคกลาสไอโอโนเมอร์อยู่น้อย จึงส่งผลให้เมื่อเกิดรอยแตกขึ้นภายในเนื้อซีเมนต์ รอยแตกจะเคลื่อนที่ผ่านเนื้อซีเมนต์ได้ง่ายเป็นผลให้ความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์นั้นลดลง (Prentice, Tyas, & Burrow, 2005)

ตารางที่ 4.1 ระยะเวลาก่อตัวและค่าความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์

อัตราส่วน P:L	ระยะเวลาก่อตัว (นาทีก)			ค่าความต้านทานแรงกดอัด (MPa)
	ระยะเวลา ทำงาน	ระยะเวลาก่อตัว เริ่มต้น	ระยะเวลาก่อตัว สุดท้าย	
1:1	6:00	9:30	13:30	60.75 ± 4.82
1.5:1	3:00	4:20	6:25	89.81 ± 3.01
2:1	2:10	4:10	6:00	92.43 ± 1.37

4.2.3 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์

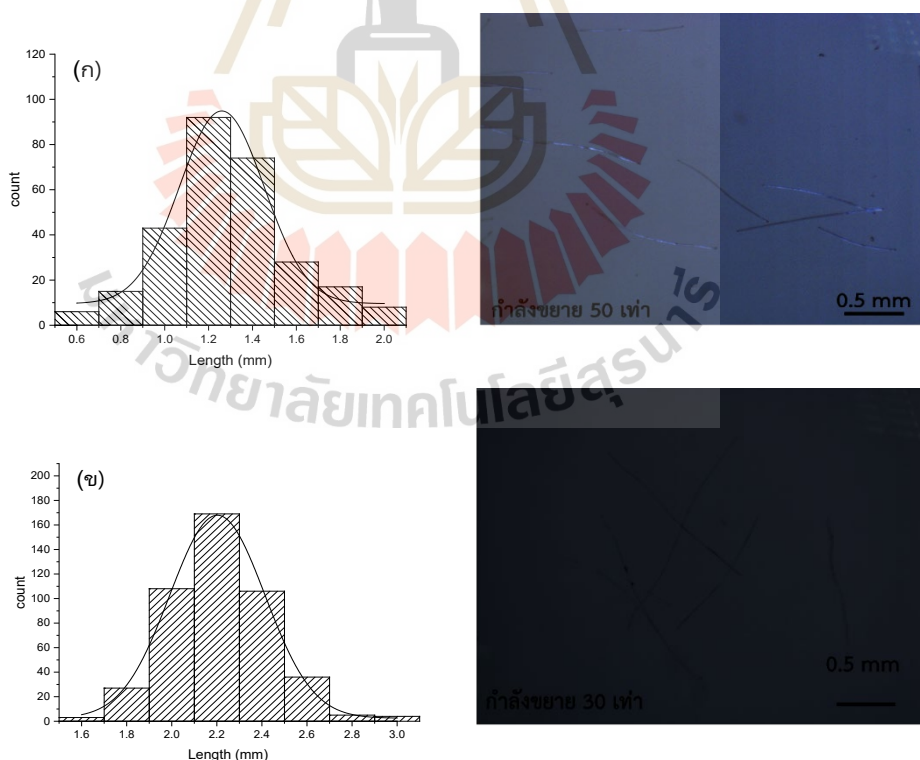


รูปที่ 4.6 พื้นผิวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่อัตราส่วน P:L 1:1 ที่กำลังขยาย ก) 200 เท่า และ ข) 500 เท่า, พื้นผิวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่อัตราส่วน P:L 1.5:1 ที่กำลังขยาย ค) 200 เท่า และ ง) 500 เท่า พื้นผิวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่อัตราส่วน P:L 2:1 ที่กำลังขยาย จ) 200 เท่า และ ฉ) 500 เท่า

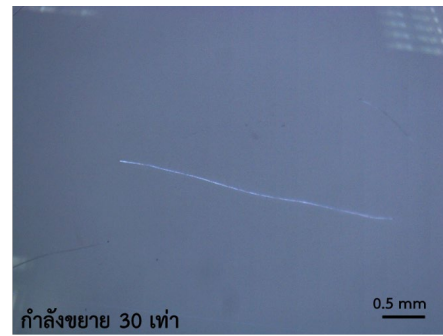
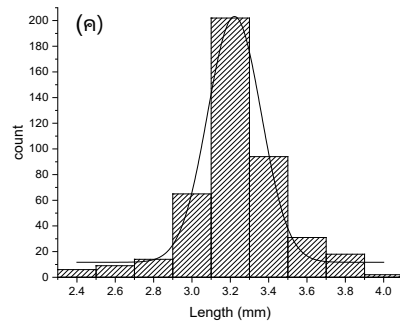
ผงกลาสไอโอโนเมอร์เมื่อผสมกับสารละลายผสมแล้วนั้นจะมีบางส่วนที่ละลายและกลายเป็นเนื้อซีเมนต์และมีบางส่วนที่ไม่ได้ทำปฏิกิริยากลายเป็นอนุภาคแก้วที่แทรกอยู่ในเนื้อซีเมนต์ ซึ่งเป็นส่วนช่วยในการเพิ่มความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ โดยลักษณะพื้นผิวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ผ่านกระบวนการกัดผิวด้วยกรด HF 2% แสดงในรูปที่ 4.6 โดยรูปที่ 4.6 (ก, ข) แสดงลักษณะพื้นผิวของซีเมนต์ที่มีอัตราส่วน P:L 1:1 พบว่าเนื้อซีเมนต์มีลักษณะที่เป็นเนื้อเดียวกัน มีอนุภาคของแก้วแทรกอยู่เล็กน้อยจึงทำให้เมื่อเกิดรอยแตก รอยแตกจะสามารถผ่านเนื้อซีเมนต์ได้ง่าย แต่เมื่อปริมาณของผงกลาสไอโอโนเมอร์มากขึ้นที่อัตราส่วน P:L 1.5:1 และ 2:1 พบว่าภายในเนื้อซีเมนต์มีอนุภาคของกลาสไอโอโนเมอร์แทรกอยู่ภายในเนื้อซีเมนต์จำนวนมาก ซึ่งอนุภาคแก้วที่แทรกอยู่ภายในเนื้อซีเมนต์นี้ จะเป็นส่วนช่วยในการป้องกันรอยแตกที่เกิดขึ้นภายในเนื้อซีเมนต์ ดังแสดงในรูปที่ 4.6 (ค, ง) และ รูปที่ 4.6 (จ, ฉ) จึงเป็นเหตุผลที่ความแข็งแรงของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ใช้อัตราส่วน P:L 1.5:1 และ 2:1 มีความแข็งแรงมากกว่ากลาสไอโอเมอร์ซีเมนต์ที่ใช้อัตราส่วน P:L 1:1

4.3 ผลการศึกษาเส้นใยไคโตซาน

4.3.1 ความยาวเฉลี่ยของเส้นใยไคโตซานแบบสั้น



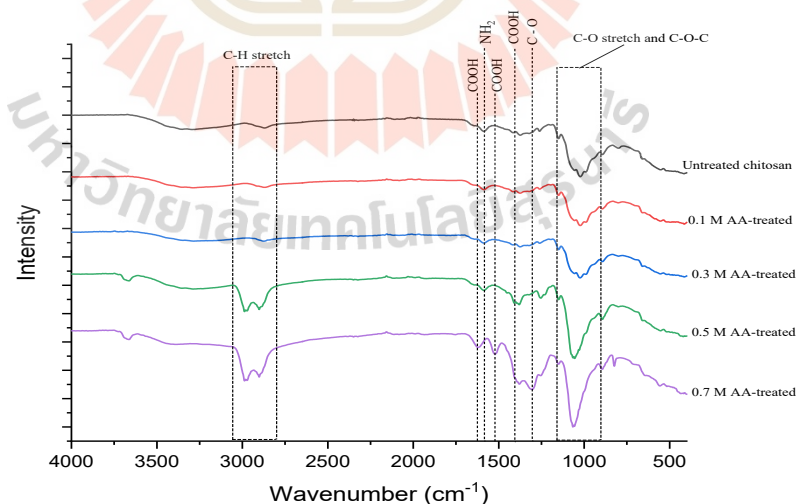
รูปที่ 4.7 ลักษณะการกระจายตัวของความยาวเส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการตัด ก) เส้นใยไคโตซาน 1 มม., ข) เส้นใยไคโตซาน 2 มม. และ ค) เส้นใยไคโตซาน 3 มม.



รูปที่ 4.7 แสดงลักษณะการกระจายตัวของความยาวเส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการตัด ก) เส้นใยไคโตซาน 1 มม., ข) เส้นใยไคโตซาน 2 มม. และ ค) เส้นใยไคโตซาน 3 มม. (ต่อ)

จากรูปที่ 4.7 ความยาวของเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดที่ความยาว 1, 2 และ 3 มม. โดยเส้นใยทั้งสามเมื่อผ่านกระบวนการตัดจะมีความยาวเฉลี่ยอยู่ที่ 1.202, 2.111 และ 3.129 มม. ตามลำดับ และจะเห็นว่า เส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการตัดที่ความยาว 1 มม. มีการกระจายตัวของความยาวเส้นใยอยู่ที่ 1.0 – 1.4 มม. ในส่วนของเส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการตัดที่ความยาว 2 มม. จะมีการกระจายตัวของความยาวเส้นใยอยู่ที่ 2.0 – 2.4 มม. และเส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการตัดที่ความยาว 3 มม. มีการกระจายตัวของความยาวเส้นใยอยู่ที่ 3.0 – 3.4 มม.

4.3.2 องค์ประกอบทางเคมีของเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติก



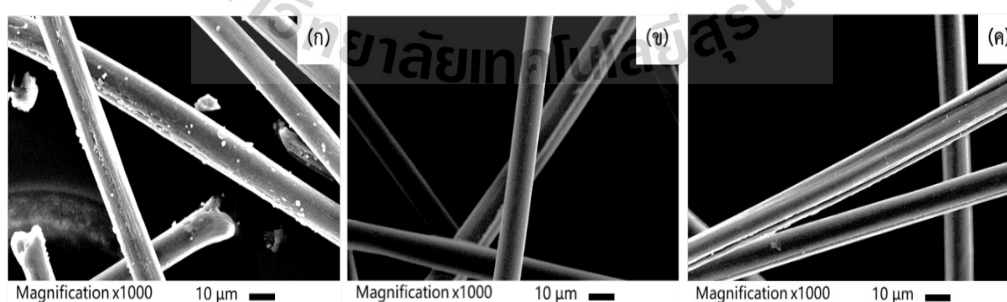
รูปที่ 4.8 กราฟ FT-IR สเปกตรัมของเส้นใยไคโตซานที่ไม่ผ่านกระบวนการตัดแปรและผ่านกระบวนการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกเข้มข้น 0.1, 0.3, 0.5 และ 0.7 M

*AA-treated เส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติก

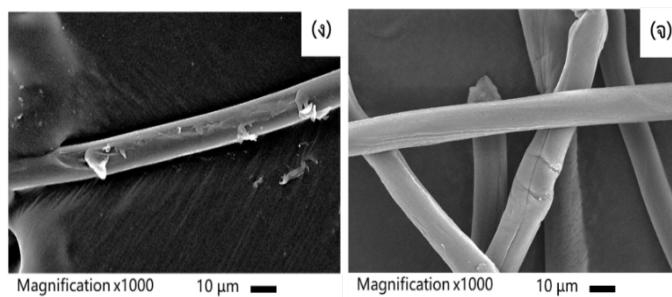
จากรูปที่ 4.8 แสดง FTIR สเปกตรัมของเส้นใยไคโตซาน โดยที่พีค 1660 และ 1585 cm^{-1} แสดงหมู่ฟังก์ชันของ C-O และ N-H ตามลำดับ (Kumar Singh Yadav & Shivakumar, 2012) ซึ่งเป็นหมู่ฟังก์ชันหลักของไคโตซาน และในช่วงสเปกตรัม 2923 – 2867 cm^{-1} แสดงถึงโครงสร้าง C-H และช่วงที่ 1122 – 860 cm^{-1} แสดงถึงโครงสร้าง C-O และ C-O-C (Mobarak & Abdullah, 2010) เมื่อเส้นใยไคโตซานผ่านกระบวนการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกแล้วนั้น หมู่ฟังก์ชันของคาร์บอกซิล (-COOH) ปรากฏที่พีค 1660 1550 และ 1422 cm^{-1} ซึ่งอาจจะทำให้เกิดการซ้อนทับกันกับพีคของหมู่เอมีน (-NH₂) และเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกที่ความเข้มข้น 0.5 และ 0.7 M จะปรากฏพีคในช่วง 2923 – 2867 cm^{-1} และพีคที่ 1122 – 860 cm^{-1} จะมีพีคที่สูงขึ้นเนื่องมาจากหมู่ฟังก์ชันของ C-H และ C-O ที่มาจากการเชื่อมโยง (cross-link) กันระหว่างกรดอะซิติกและเส้นใยไคโตซาน (Joshi & Sinha, 2006)

FTIR สเปกตรัมของเส้นใยไคโตซานแสดงให้เห็นว่า เมื่อความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่ใช้ในการตัดแปรเส้นใยไคโตซานสูงขึ้น จะส่งผลให้มีหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิลบนเส้นใยไคโตซานมากขึ้น ซึ่งหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิลนี้จะส่งผลต่อปฏิกิริยาการก่อตัวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ โดยที่หมู่คาร์บอกซิลบนเส้นใยไคโตซานจะสามารถเกิดการสร้างพันธะกับไอออนของโลหะที่ปลดปล่อยออกมาจากอนุภาคกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้ (Bao, Liu, & He, 2020) แต่อย่างไรก็ตามหากหมู่คาร์บอกซิลบนเส้นใยไคโตซานมากกว่า 40 % จะส่งผลให้เส้นใยไคโตซานมีคุณสมบัติในการละลายน้ำ (Qin et al., 2006) โดยจากผลการทดลอง เส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกความเข้มข้น 0.7 M เกิดการละลายในน้ำ จึงสันนิษฐานว่ามีหมู่คาร์บอกซิลบนเส้นใยไคโตซานมากกว่า 40% ดังนั้นเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.7 M จึงไม่ได้ถูกใช้ในการทดลองต่อไป

4.3.3 ลักษณะพื้นผิวของเส้นใยหลังผ่านการตัดแปร



รูปที่ 4.9 ภาพถ่าย SEM ของเส้นใยไคโตซาน (ก) ไม่ผ่านการตัดแปร, (ข) ตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.1 M, (ค) ตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.3 M, (ง) ตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.5 M และ (จ) ตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.7 M

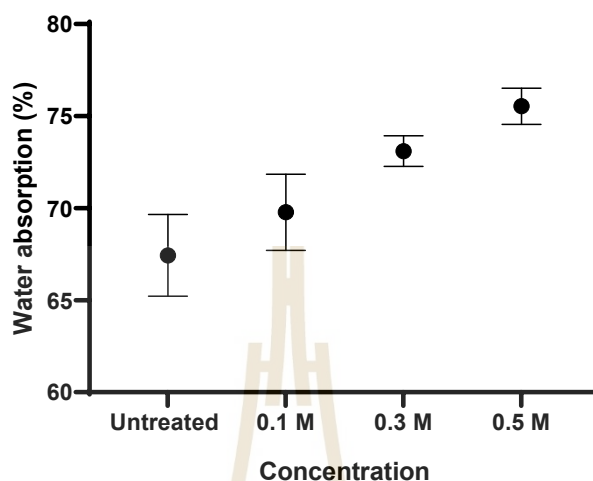


รูปที่ 4.9 ภาพถ่าย SEM ของเส้นใยไคโตซาน (ก) ไม่ผ่านการตัดแปร, (ข) ตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.1 M, (ค) ตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.3 M, (ง) ตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.5 M และ (จ) ตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.7 M (ต่อ)

จากรูปที่ 4.9 แสดงลักษณะพื้นผิวของเส้นใยไคโตซานที่ตัดแปรด้วยกรดอะซิติก ความเข้มข้นแตกต่างกันเปรียบเทียบกับเส้นใยไคโตซานที่ไม่ผ่านการตัดแปร โดยเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.1 และ 0.3 M แสดงให้เห็นลักษณะพื้นผิวที่เรียบและไม่มีสิ่งเจือปน เมื่อเปรียบเทียบกับเส้นใยไคโตซานที่ไม่ผ่านการตัดแปร ดังแสดงในรูปที่ 4.9 (ข) และ รูปที่ 4.9 (ค) ตามลำดับ ลักษณะพื้นผิวของเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.5 M แสดงในรูปที่ 4.9 (ง) ซึ่งปรากฏให้เห็นการลอกบริเวณพื้นผิวของเส้นใย และเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.7 M แสดงให้เห็นการแตกหักของเส้นใย ดังแสดงในรูปที่ 4.9 (จ)

เส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกความเข้มข้นต่ำ (0.1 – 0.3 M) จะสามารถช่วยกำจัดสิ่งเจือปนที่อยู่บนพื้นผิวเส้นใยไคโตซาน เช่น เศษโคตินที่หลงเหลือบนเส้นใย, โพรตีน และ พอลิแซ็กคาไรด์ ส่งผลให้เส้นใยไคโตซานมีลักษณะที่เรียบและสะอาด (Qian & Glanville, 2005). แต่อย่างไรก็ตาม เส้นใยไคโตซานอาจจะได้รับความเสียหายเมื่อถูกตัดแปรด้วยกรดอะซิติก ความเข้มข้นสูงกว่า 0.5 M เป็นผลให้เกิดการ ลอก, ฉีกขาด และการแตกหักของเส้นใย ซึ่งจากการผลการทดลองนี้จึงเลือกที่จะนำเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกความเข้มข้น 0.3 และ 0.5 M มาเสริมแรงให้กับกลาสไอออนเมอร์ซีเมนต์เนื่องจากเส้นใยไคโตซานที่ตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.3 M มีลักษณะที่เป็นผิวเรียบและไม่มีสิ่งเจือปน และที่ 0.5 M มีลักษณะที่เกิดการลอกของผิวเส้นใย เล็กน้อย จึงคาดว่าเส้นใยทั้งสองนี้จะสามารถยึดเกาะกับเนื้อซีเมนต์ได้เป็นอย่างดี

4.3.4 การดูดซึมน้ำของเส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการตัดแปรด้วยกรดอะซิติก (water absorption)



รูปที่ 4.10 แสดงการดูดซึมน้ำของเส้นใยไคโตซานที่ไม่ผ่านการตัดแปรและผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกความเข้มข้น 0.1, 0.3 และ 0.5 M

จากรูปที่ 4.10 แสดงผลของความเข้มข้นกรดอะซิติกที่ใช้ในการตัดแปรเส้นใยไคโตซานที่ส่งผลต่อการดูดซึมน้ำของเส้นใยไคโตซาน พบว่าเส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการตัดแปรมีแนวโน้มที่จะสามารถดูดซึมน้ำได้ดี โดยที่ยิ่งความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่ใช้ในการตัดแปรสูงขึ้นความสามารถในการดูดซึมน้ำของเส้นใยไคโตซานก็สูงขึ้นเช่นกันซึ่งการตัดแปรเส้นใยไคโตซานด้วยกรดอะซิติกทำให้เกิดหมู่คาร์บอกซิล บนพื้นผิวของเส้นใยไคโตซาน โดยหมู่คาร์บอกซิลบนพื้นผิวของเส้นใยไคโตซานจะช่วยเพิ่มความสามารถในการดูดซึมน้ำ (Qin et al., 2006).

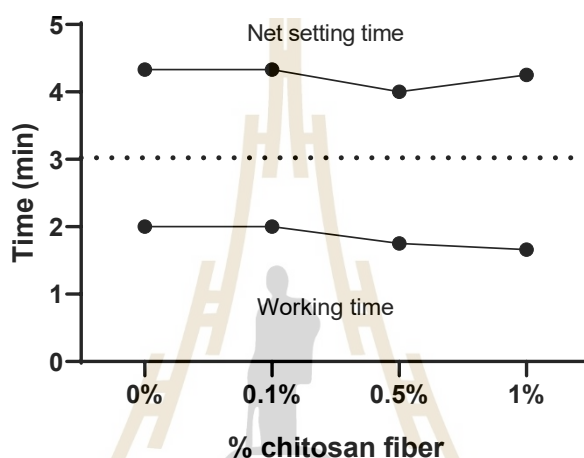
4.4 ผลการเสริมความแข็งแรงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ด้วยเส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการตัดแปรด้วยกรดอะซิติก

การเสริมความแข็งแรงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์โดยใช้เส้นใยไคโตซาน โดยมีปัจจัยในการเสริมความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ด้วยเส้นใยไคโตซานมี 3 ปัจจัย ได้แก่ ปริมาณของเส้นใยไคโตซาน ความเข้มข้นในการตัดแปรเส้นใยไคโตซาน และความยาวของเส้นใยไคโตซาน โดยกลาสไอโอเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานจะถูกวัดผลระยะเวลาก่อนตัว ความต้านทานแรงกดอัด และลักษณะพื้นผิวรอยแตกของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์หลังผ่านการกดอัด

4.4.1 อิทธิพลของปริมาณเส้นใยไคโตซานที่ส่งผลต่อการเสริมแรงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ไม่ผ่านการตัดแปรร

ในการศึกษาอิทธิพลของปริมาณเส้นใยไคโตซานที่ส่งผลต่อการเสริมแรงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ โดยในการทดลองนี้เส้นใยไคโตซานที่ไม่ผ่านกระบวนการตัดแปรรจะถูกนำมาเสริมแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ที่ปริมาณเส้นใย 0.1, 0.5 และ 1 wt.%

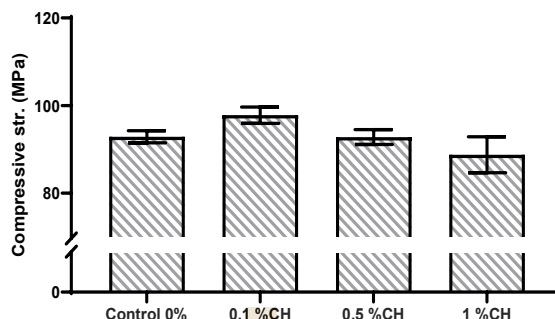
4.4.1.1 ระยะเวลาก่อตัวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์



รูปที่ 4.11 ระยะเวลาทำงาน (Working time) และ ระยะเวลาก่อตัวสุทธิ (Net setting time) ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ไม่ผ่านการตัดแปรรปริมาณแตกต่างกัน

จากรูปที่ 4.11 แสดงให้กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานพบว่าเมื่อปริมาณของเส้นใยมากขึ้นจะส่งผลให้ระยะเวลาทำงานของกลาสไอโอโนเมอร์มีระยะเวลาที่ลดลง เนื่องจากเส้นใยไคโตซานเป็นสารในกลุ่มพอลิแซ็กคาไรด์ที่มีคุณสมบัติชอบน้ำเนื่องจากมีหมู่ของไฮดรอกซิลอยู่ในโครงสร้างอยู่เป็นจำนวนมาก (Crini, 2005) ทำให้การเสริมแรงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ด้วยเส้นใยไคโตซาน ทำให้เส้นใยไคโตซานไปลดปริมาณน้ำในระบบของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ จึงส่งผลให้ระยะเวลาทำงานของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ลดลง โดยการที่ความหนืดของซีเมนต์สูงขึ้นเมื่อปริมาณเส้นใยไคโตซานมากขึ้น (Prentice et al., 2005) เป็นผลให้การผสมซีเมนต์ทำได้ยากขึ้นและมีระยะเวลาก่อตัวที่ลดลง

4.4.1.2 ความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตซานที่ไม่ผ่านการตัดแปร

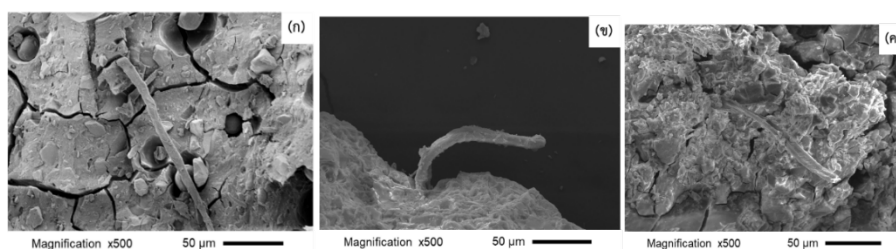


รูปที่ 4.12 กราฟค่าความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตซานที่ไม่ผ่านการตัดแปรปริมาณแตกต่างกัน

จากรูปที่ 4.12 แสดงกราฟค่าความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตซาน ซึ่งจากกราฟจะเห็นว่า การเสริมความแข็งแรงของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ด้วยเส้นใยโคโตซานที่ไม่ผ่านการตัดแปรที่ปริมาณ 0.1, 0.5 และ 1 wt.% พบว่าที่ปริมาณเส้นใย 0.1 wt.% ค่าความต้านทานแรงกดอัดมีแนวโน้มที่สูงขึ้นแต่ไม่ได้มีการเปลี่ยนแปลงอย่างมีนัยยะสำคัญ และเมื่อปริมาณของเส้นใยมากขึ้นค่าความต้านทานแรงกดอัดมีแนวโน้มที่จะลดลงซึ่งเป็นผลมาจากการที่เมื่อปริมาณเส้นใยมากขึ้นซีเมนต์จะผสมได้ยากขึ้น ส่งผลให้ซีเมนต์ไม่มีความเป็นเนื้อเดียวกันเป็นผลให้ความแข็งแรงลดลง

4.4.1.3 ลักษณะพื้นผิวรอยแตกของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตซานที่ไม่ผ่านการตัดแปร

กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตซานที่ไม่ผ่านการบดแปร ถูกนำมาวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวรอยแตกด้วยเทคนิค SEM โดยชิ้นงานที่ถูกเลือกมาทดสอบคือ กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตซานที่ไม่ผ่านการตัดแปร ปริมาณ 0.1, 0.5 และ 1 wt.%



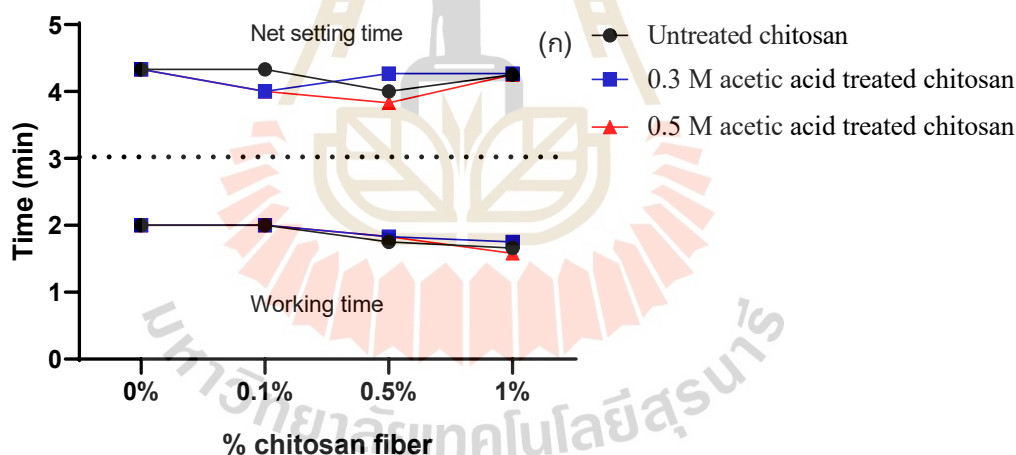
รูปที่ 4.13 ภาพถ่ายรอยแตกที่กำลังขยาย 500 เท่า ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตซานที่ไม่ผ่านการตัดแปรที่ปริมาณ (ก) 0.1 wt.%, (ข) 0.5 wt.% และ (ค) 1 wt.%

จากรูปที่ 4.13 แสดงให้เห็นลักษณะเส้นใยไคโตซานที่ไม่ผ่านกระบวนการตัดแปรที่อยู่บริเวณรอยแตกของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ ซึ่งจะเห็นได้ว่าลักษณะของเส้นใยเกิดการแยกออกจากเนื้อกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ โดยมีซีเมนต์เกาะอยู่เพียงเล็กน้อย ซึ่งเป็นผลมาจากการที่เส้นใยไคโตซานที่ไม่ผ่านกระบวนการตัดแปรมีสิ่งปนเปื้อนอยู่บนพื้นผิวของเส้นใย ซึ่งส่งผลให้การยึดเกาะระหว่างเส้นใยและซีเมนต์นั้นไม่แข็งแรง ทำให้เส้นใยเกิดการแยกออกจากเนื้อซีเมนต์เมื่อได้กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้รับแรงกดอัด

4.4.2 อิทธิพลของความเข้มข้นในการตัดแปรเส้นใยไคโตซานที่ส่งผลต่อการเสริมแรงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์

ในการศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นกรดอะซิติกที่ใช้ในการตัดแปรเส้นใยไคโตซานที่ส่งผลต่อการเสริมแรงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ โดยในการทดลองนี้เส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกความเข้มข้น 0.3 และ 0.5 M จะถูกนำมาเสริมแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ที่ปริมาณเส้นใย 0.1, 0.5 และ 1 wt.%

4.4.2.1 ระยะเวลาก่อตัวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์

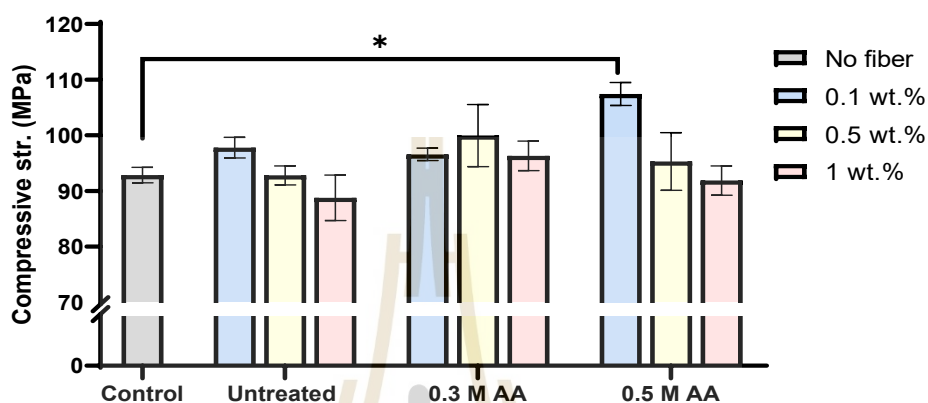


รูปที่ 4.14 ระยะเวลาทำงาน (Working time) และ ระยะเวลาก่อตัวสุทธิ (Net setting time) ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดแปรที่ปริมาณเส้นใยที่แตกต่างกัน

จากรูปที่ 4.14 แสดงให้กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดแปรพบว่าเมื่อปริมาณของเส้นใยมากขึ้นจะส่งผลให้ระยะเวลาทำงานของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์มีระยะเวลาที่ลดลง ทั้งในเส้นใยที่ผ่านการตัดแปรและไม่ผ่านการตัดแปร ซึ่งเป็นผลมาจากการที่

เส้นใยไคโตซานนั้นดูดซึมน้ำส่งผลให้ซีเมนต์มีความหนืดมากขึ้นเมื่อปริมาณของเส้นใยสูงขึ้น เป็นผลทำให้ระยะเวลาทำงานของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์มีแนวโน้มที่จะลดลงเมื่อปริมาณของเส้นใยสูงขึ้น

4.4.2.2 ความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซาน



รูปที่ 4.15 กราฟค่าความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกที่ปริมาณเส้นใยที่แตกต่างกัน

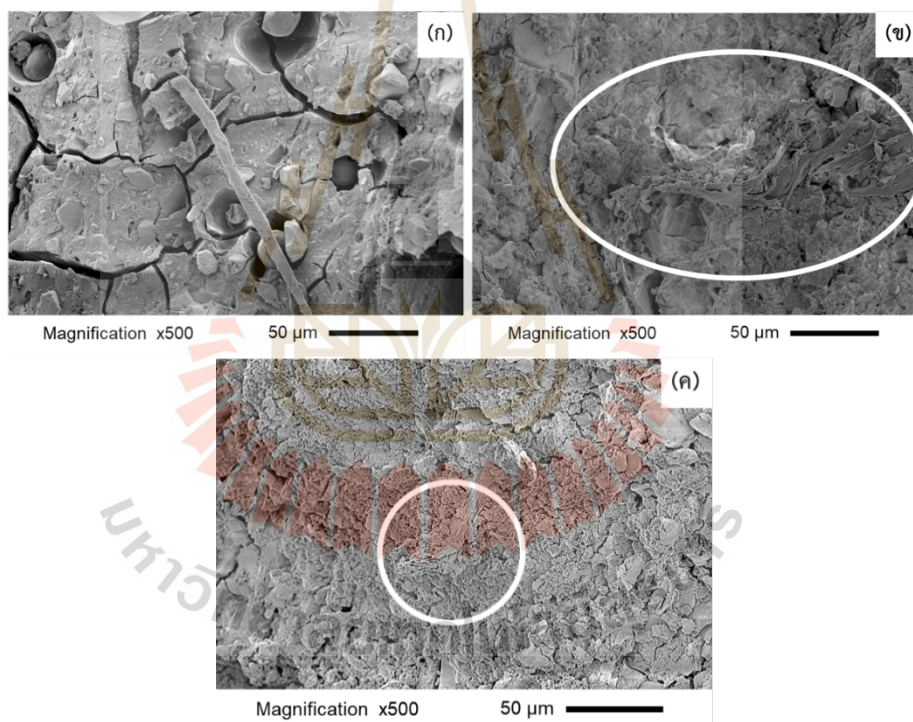
จากรูปที่ 4.15 แสดงกราฟค่าความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซาน ซึ่งจากกราฟจะเห็นว่า การเสริมความแข็งแรงของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ด้วยเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกที่ความเข้มข้น 0.3 และ 0.5 M ที่ปริมาณ 0.1, 0.5 และ 1 wt.% พบว่าที่การเสริมแรงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ด้วยเส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.5 M ปริมาณ 0.1 wt.% ค่าความต้านทานแรงกดอัดมีค่าที่สูงขึ้นอย่างมีนัยยะสำคัญ

ซึ่งเส้นใยไคโตซานที่ใช้ในการเสริมความแข็งแรงของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ใช้ในการทดลองนี้ถูกนำไปตัดแปรด้วยกรดอะซิติก เพื่อที่จะปรับปรุงพื้นผิวของเส้นใยไคโตซานให้สามารถเพิ่มความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้ผลค่าความแข็งแรงของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์โดยการปรับปรุงให้พื้นผิวเส้นใยให้มีลักษณะที่หยาบและมีหมู่ฟังก์ชันของคาร์บอกซิลอยู่บนพื้นผิวของเส้นใยไคโตซาน ซึ่งหมู่คาร์บอกซิลที่อยู่บนเส้นใยไคโตซานจะสามารถเกิดปฏิกิริยากับผงกลาสไอโอโนเมอร์และของเหลวพอลิอะคริลิกแอซิด(PAA) (Bao et al., 2020) ซึ่งการทำปฏิกิริยาระหว่างเส้นใยไคโตซานและกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์นี้ จะช่วยลดแรงตึงผิว (interfacial tension) ระหว่างองค์ประกอบแต่ละตัวและเส้นใยไคโตซานที่อยู่ภายในเนื้อซีเมนต์จะช่วยรับแรงและกระจายแรง

ภายในเนื้อซีเมนต์ป้องกันไม่ให้รอยแตกเกิดการขยายตัว ส่งผลความต้านทานแรงกดอัดสูงขึ้น (Petri et al., 2007) แต่ในกรณีของเส้นใยไคโตซานที่ไม่ผ่านกระบวนการตัดแปรที่ไม่สามารถเพิ่มความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้ อาจจะเป็นผลมาจากการที่เส้นใยมีสิ่งเจือปนอยู่บนพื้นผิว ซึ่งส่งผลต่อการเกิดพันธะระหว่างเส้นใยไคโตซานและกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์

4.4.2.3 ลักษณะพื้นผิวรอยแตกของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซาน

กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดแปร ถูกนำมาวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวรอยแตกด้วยเทคนิค SEM โดยชิ้นงานที่นำมาทดสอบ คือ กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานปริมาณ 0.1 wt.% เนื่องจากเป็นปริมาณที่สามารถเพิ่มความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้ดีที่สุดจากปริมาณเส้นใยทั้ง 3 ปริมาณ



รูปที่ 4.16 ภาพถ่ายรอยแตกที่กำลังขยาย 500 เท่า ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ (ก) ไม่ผ่านการตัดแปรและ ที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกที่ความเข้มข้น (ข) 0.3 M และ (ค) 0.5 M

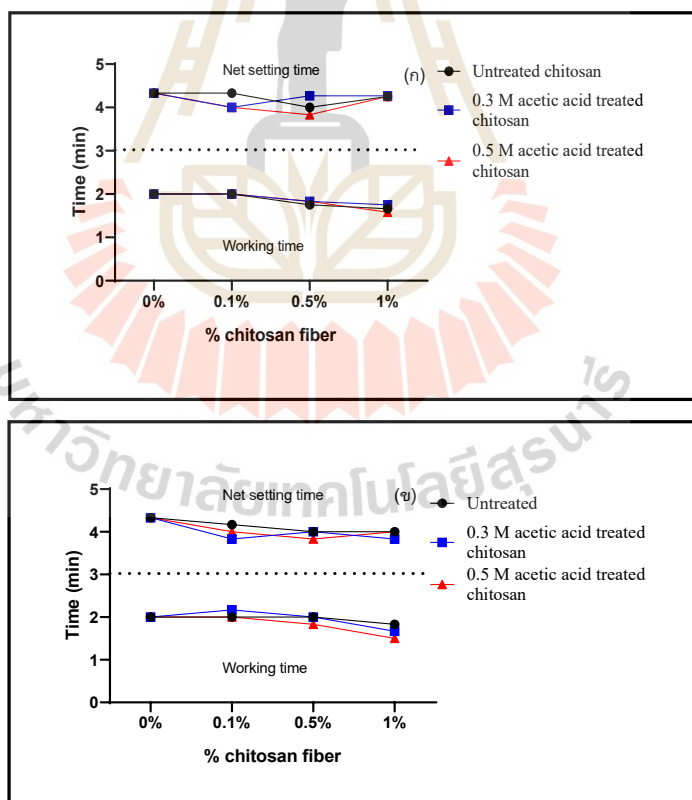
จากรูปที่ 4.16 แสดงลักษณะรอยแตกของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์บริเวณที่มีเส้นใยไคโตซานที่ใช้ในการเสริมแรงอยู่ ซึ่งจะเห็นได้ว่าเส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกจะมีการยึดเกาะกับเนื้อซีเมนต์ได้ดี ซึ่งเป็นผลจากการที่เมื่อเส้นใยผ่านการตัดแปรด้วย

กรดอะซิติกจะทำให้มีหมู่ฟังก์ชันของคาร์บอกซิลอยู่บนพื้นผิวของเส้นใย ซึ่งจะทำให้การยึดเกาะระหว่างเส้นใยและซีเมนต์แข็งแรงยิ่งขึ้น โดยเส้นใยไคโตซานที่ไม่ผ่านกระบวนการตัดแปรจะเกิดการแยกตัวระหว่างเนื้อซีเมนต์กับเส้นใย ดังแสดงในรูปที่ 4.16 (ก) แต่เส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกที่มีการยึดเกาะระหว่างเนื้อซีเมนต์และเส้นใยที่แข็งแรง ทำให้เมื่อซีเมนต์ได้รับแรงกดอัดเส้นใยไคโตซานจึงทำหน้าที่ช่วยกระจายแรงและป้องกันรอยแตก ทำให้เส้นใยจะเกิดการฉีกขาด ดังแสดงในรูปที่ 4.16 (ข) และ (ค)

4.4.3 อิทธิพลของความยาวเส้นใยไคโตซานที่ส่งผลต่อการเสริมแรงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์

ในการศึกษาอิทธิพลของความยาวเส้นใยไคโตซานที่ส่งผลต่อการเสริมแรงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ โดยในการทดลองนี้เส้นใยไคโตซานที่มีความยาว 1, 2 และ 3 มิลลิเมตร ที่ผ่านกระบวนการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกความเข้มข้น 0.3 และ 0.5 M จะถูกนำมาเสริมแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ที่ปริมาณเส้นใย 0.1, 0.5 และ 1 wt.%

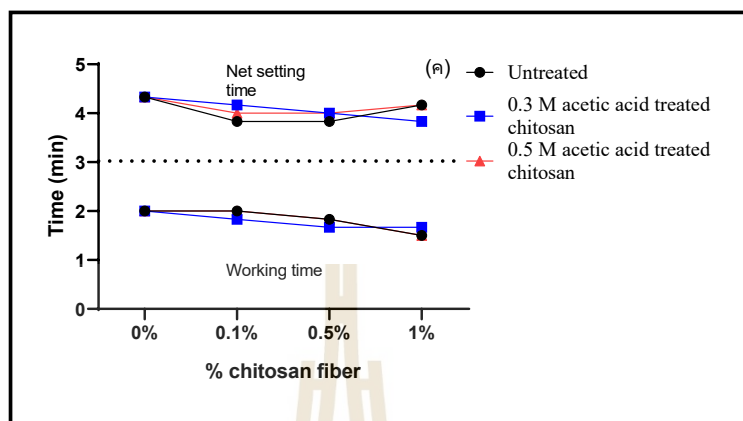
4.4.3.1 ระยะเวลาก่อตัวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์



รูปที่ 4.17 ระยะเวลาทำงาน (Working time) และ ระยะเวลาก่อตัวสุทธิ (Net setting time) ของ

กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานความยาว (ก) 1 มม., (ข) 2 มม. และ (ค) 3 มม.

*ระยะเวลาก่อตัวสุทธิ สามารถคำนวณได้จาก ระยะเวลาก่อตัวสุดท้าย - ระยะเวลาทำงาน

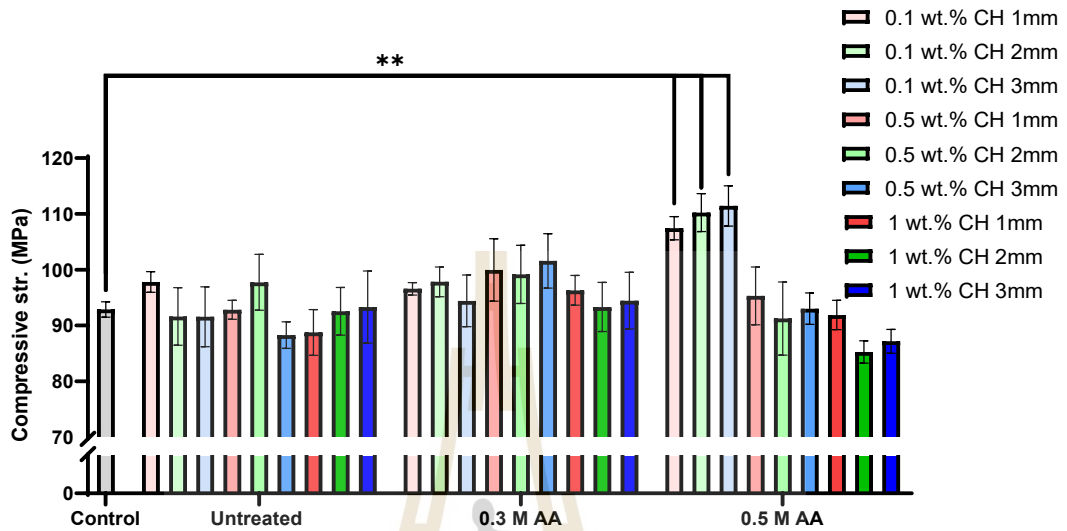


รูปที่ 4.17 แสดงระยะเวลาทำงาน (Working time) และ ระยะเวลาก่อตัวสุทธิ (Net setting time) ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานความยาว (ก) 1 มม., (ข) 2 มม. และ (ค) 3 มม. (ต่อ)

*ระยะเวลาก่อตัวสุทธิ สามารถคำนวณได้จาก ระยะเวลาก่อตัวสุดท้าย - ระยะเวลาทำงาน

จากรูปที่ 4.17 แสดงให้เห็นถึงการเปลี่ยนแปลงของระยะเวลาทำงานและระยะเวลาก่อตัวสุทธิของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซาน โดยพบว่าเส้นใยทั้ง 3 ความยาว ไม่มีความแตกต่างของระยะเวลาก่อตัวสุทธิ แต่ระยะเวลาก่อตัวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์มีแนวโน้มที่เหมือนกัน คือ เมื่อปริมาณของเส้นใยไคโตซานที่ใช้ในการเสริมแรงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์มีปริมาณที่มากขึ้น ระยะเวลาทำงานของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์นั้นลดลง ซึ่งเป็นผลมาจากการที่เส้นใยไคโตซานเป็นสารในกลุ่มพอลิแซ็กคาไรด์ที่มีคุณสมบัติชอบน้ำ ทำให้เมื่อปริมาณของเส้นใยไคโตซานมากขึ้น ความหนืดของซีเมนต์ก็จะมากขึ้น เนื่องจากเส้นใยไคโตซานดูดน้ำจากของเหลวที่ผสม ส่งผลให้การผสมซีเมนต์ทำได้ยากขึ้น เป็นผลให้ระยะเวลาทำงานของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ลดลงเมื่อปริมาณของเส้นใยไคโตซานนั้นสูงขึ้น

4.4.3.2 ความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตนาน

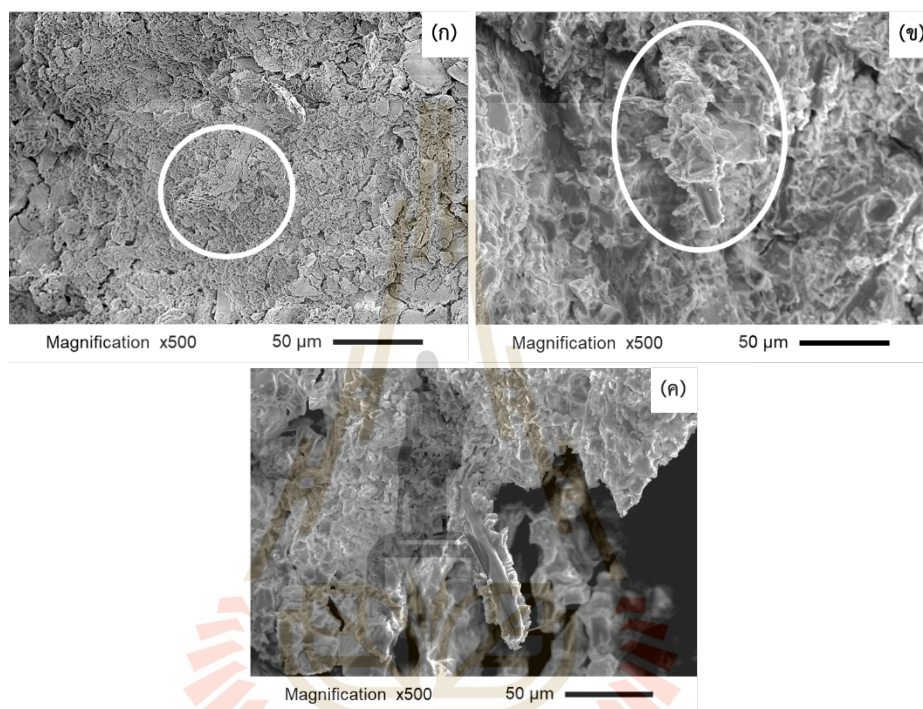


รูปที่ 4.18 กราฟค่าความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตนานที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกที่ปริมาณเส้นใยที่แตกต่างกัน

จากรูปที่ 4.18 แสดงกราฟค่าความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตนานที่ความยาว 1, 2 และ 3 มิลลิเมตร พบว่าการการเสริมความแข็งแรงของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ด้วยเส้นใยโคโตนานที่ความยาว 1, 2 และ 3 มิลลิเมตร ที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.5 M ที่ปริมาณ 0.1 wt.% สามารถเพิ่มความต้านทานแรงกดอัดให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้อย่างมีนัยยะสำคัญทั้ง 3 ความยาว แต่เมื่อเปรียบเทียบผลของความยาวของเส้นใยโคโตนานที่ส่งผลต่อความต้านทานแรงกดอัด ผลที่ได้พบว่าค่าความต้านทานแรงกดอัดไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยยะสำคัญ ซึ่งอาจจะเป็นผลมาจากการที่เส้นใยโคโตนานไม่ใช่เส้นใยที่มีความแข็งแรงสูง ทำให้เมื่อความยาวของเส้นใยสูงขึ้นความแข็งแรงจึงไม่ได้สูงขึ้น

4.4.3.3 ความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซาน

กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ความยาวแตกต่างกัน ถูกนำมาวิเคราะห์ลักษณะรอยแตกที่พื้นผิว โดยตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ คือ กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกความเข้มข้น 0.5 M ปริมาณ 0.1 wt.% เนื่องจากเป็นสภาวะการเสริมแรงที่ให้ค่าความต้านทานแรงกดอัดที่สูงที่สุด



รูปที่ 4.19 ภาพถ่ายรอยแตกที่กำลังขยาย 500 เท่า ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกความเข้มข้น 0.5 M ที่ความยาว (ก) 1 มิลลิเมตร, (ข) 2 มิลลิเมตร และ (ค) 3 มิลลิเมตร

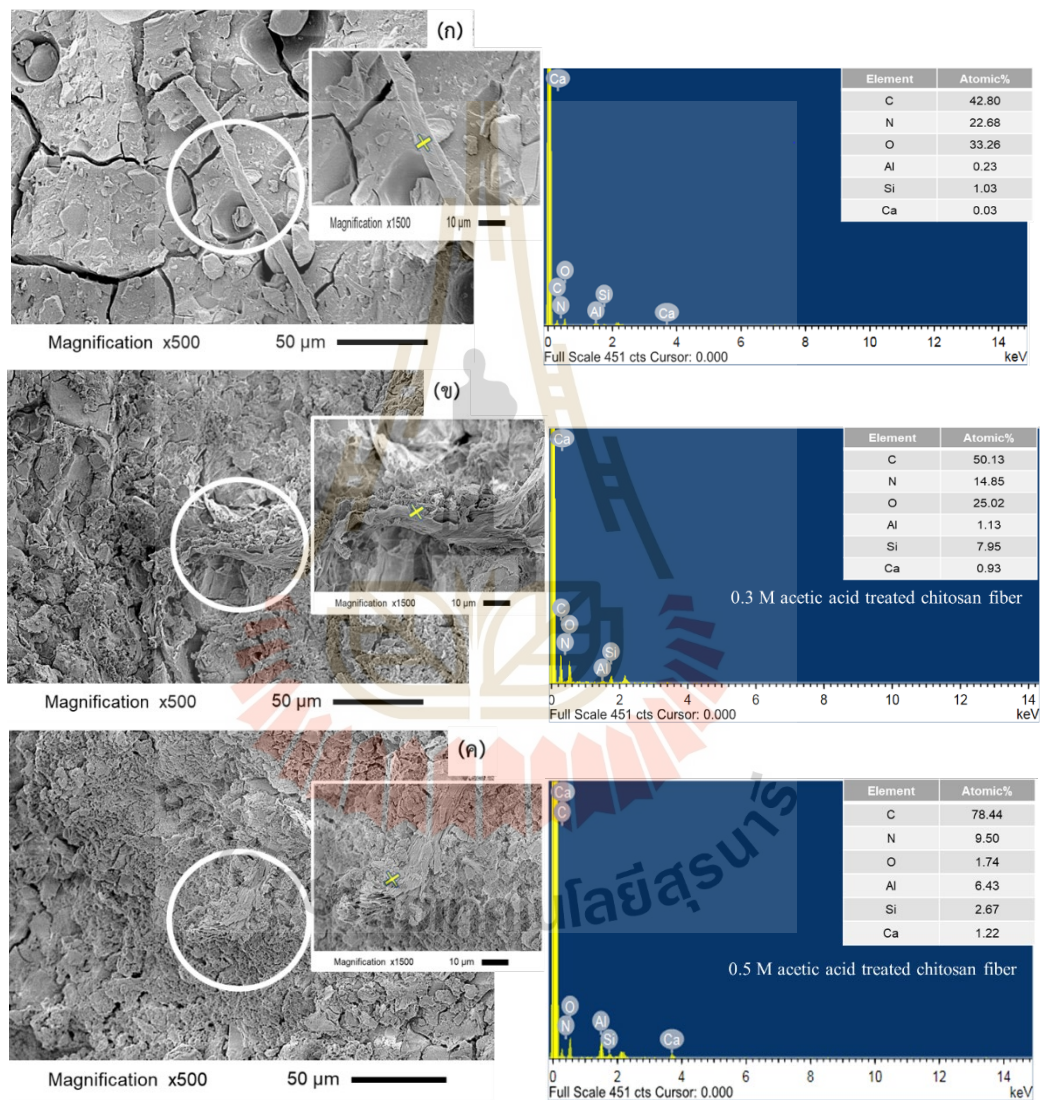
จากรูปที่ 4.19 แสดงให้เห็นบริเวณรอยแตกของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ใช้ความเข้มข้นในการตัดแปรและปริมาณเส้นใยเท่ากัน พบว่าเส้นใยไคโตซานทั้ง 3 ความยาวมีการยึดเกาะกับเนื้อซีเมนต์ได้ดีโดยดูได้จากที่พื้นผิวของเส้นใยนั้นมีซีเมนต์เกาะอยู่เป็นจำนวนมาก แต่เส้นใยไคโตซานที่ความยาว 1 มิลลิเมตร เส้นใยเกิดการฉีกขาดจนเสียรูปทรงดังแสดงในรูปที่ 4.19 (ก) และในเส้นใยไคโตซานที่ความ 2 และ 3 มิลลิเมตร พบว่าเส้นใยเกิดการฉีกขาดแต่ยังคงลักษณะของเส้นใยได้โดยสังเกตได้จากรูปที่ 4.19 (ข) และ (ค)

ตารางที่ 4.2 แสดงระยะเวลาก่อตัวของกลาสไอโอโนเมอร์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตน

ความยาวเส้นใย (mm)	ความเข้มข้น (M)	ปริมาณเส้นใย (%)	ระยะเวลาก่อตัว (นาที)			ความแข็งแรงต่อ แรงกดอัด (MPa)
			ระยะเวลา ทำงาน	ระยะเวลา ก่อตัว เริ่มต้น	ระยะเวลา ก่อตัวขึ้น สุดท้าย	
กลาสไอโอโนเมอร์โซล-เจลที่ไม่ได้เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตน			2:00	4:00	6:00	92.87 ± 1.39
1	ไม่ผ่านการตัด แปรร	0.1	2:00	4:00	6:10	97.79 ± 3.75
		0.5	1:50	3:50	5:50	92.79 ± 1.70
		1	1:40	3:30	5:50	88.76 ± 4.10
	0.3	0.1	2:00	3:50	6:00	96.57 ± 1.12
		0.5	1:50	3:40	5:50	99.95 ± 5.58
		1	1:50	3:40	5:30	96.30 ± 2.65
	0.5	0.1	2:00	4:00	6:00	107.43 ± 2.08
		0.5	2:00	3:50	6:00	95.30 ± 5.19
		1	1:50	3:40	5:50	91.87 ± 2.63
2	ไม่ผ่านการตัด แปรร	0.1	2:00	4:00	6:10	91.61 ± 5.16
		0.5	2:00	4:00	6:00	97.73 ± 5.00
		1	1:50	3:50	5:50	93.31 ± 4.40
	0.3	0.1	2:10	4:00	6:00	97.82 ± 2.66
		0.5	2:00	3:50	6:00	99.16 ± 5.21
		1	1:40	3:30	5:30	92.55 ± 4.27
	0.5	0.1	2:00	4:00	6:00	110.24 ± 3.41
		0.5	1:50	3:50	5:40	83.86 ± 6.54
		1	1:30	3:20	5:30	79.62 ± 2.00
3	ไม่ผ่านการตัด แปรร	0.1	2:00	4:00	5:50	91.56 ± 5.35
		0.5	1:50	3:50	5:40	88.28 ± 2.38
		1	1:30	3:30	5:40	93.31 ± 6.47
	0.3	0.1	1:50	3:40	6:00	94.41 ± 4.64
		0.5	1:40	3:40	5:40	101.57 ± 4.87
		1	1:40	3:30	5:30	94.44 ± 5.09
	0.5	0.1	2:00	4:00	6:00	111.43 ± 3.61
		0.5	1:50	4:00	5:50	93.01 ± 2.81
		1	1:30	3:40	5:40	87.17 ± 2.14

4.4.4 ผลวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุบนพื้นผิวเส้นใยไคโตซานที่เสริมแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์

กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ไม่ผ่านการดัดแปรและผ่านการดัดแปรด้วยกรดอะซิติกความเข้มข้น 0.3 และ 0.5 M ถูกนำมาวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุบนพื้นผิวของเส้นใย ด้วยเทคนิค SEM-EDS



รูปที่ 4.20 ภาพถ่ายรอยแตกที่กำลังขยาย 500 และ 1500 เท่า (ก) กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ไม่ผ่านการดัดแปร (ข) กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการดัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.3 M (ค) กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานยาวที่ผ่านการดัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.5 M

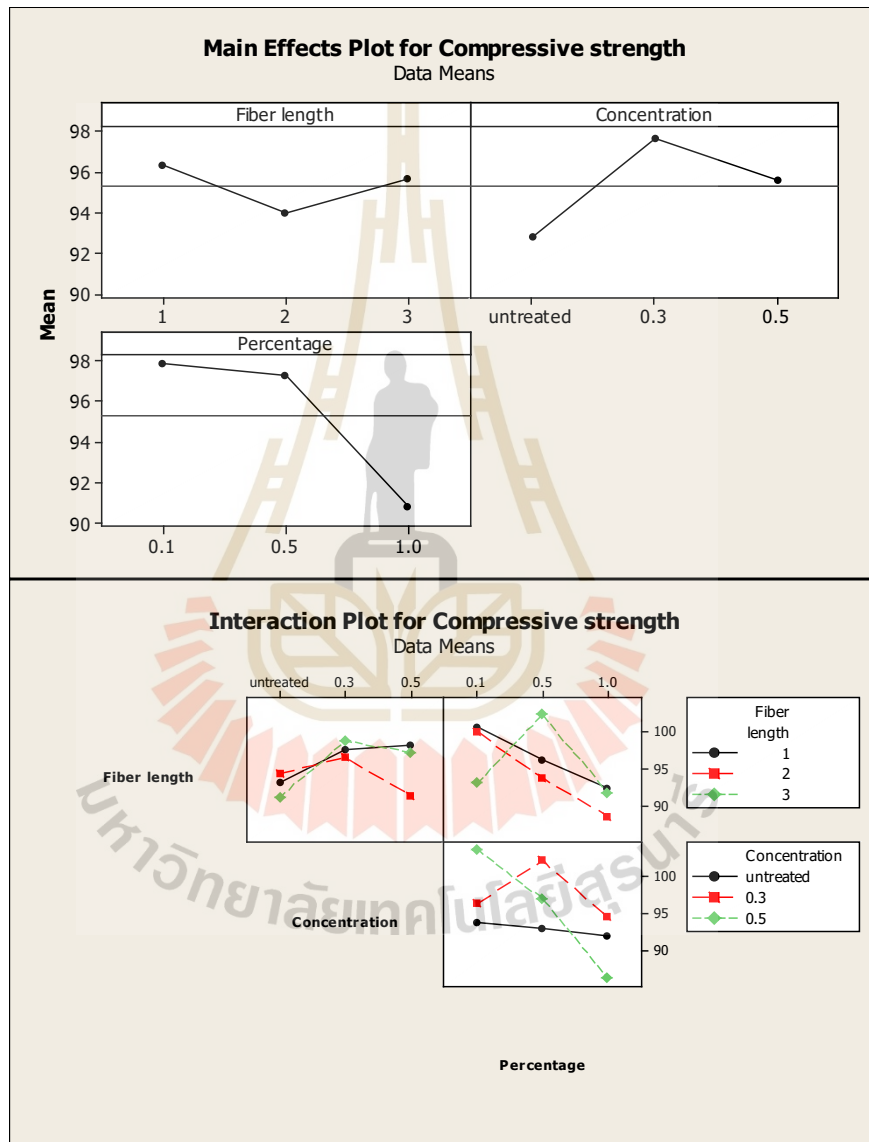
จากรูปที่ 4.20 แสดงให้เห็นว่า เส้นใยไคโตซานที่ผ่านกระบวนการดัดแปรด้วยกรดอะซิติก สามารถยึดเกาะเนื้อซีเมนต์ได้ดี โดยจะเห็นได้จากลักษณะของเส้นใยที่มีเนื้อซีเมนต์ติดอยู่บนเส้นใย และผล EDS ที่แสดงให้เห็นถึงธาตุองค์ประกอบของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์บนพื้นผิวของเส้นใยไคโตซาน ดังแสดงในรูปที่ 4.20(ค, จ) เมื่อเปรียบเทียบกับกรดยึดเกาะของเส้นใยไคโตซานที่ไม่ผ่านกระบวนการดัดแปร รูปที่ 4.20 (ก) และ เมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุบนพื้นผิวของเส้นใยไคโตซานด้วยเทคนิค EDS ดังแสดงในรูปที่ 4.20 (ข, ง, จ) และตารางที่ 4.3 แสดง %atomic ของธาตุแต่ละตัวที่อยู่บนพื้นผิวของเส้นใยไคโตซาน พบว่าไอออนของ Al^{3+} และ Ca^{2+} บนพื้นผิวของเส้นใยไคโตซานที่ไม่ผ่านการดัดแปร มีปริมาณที่น้อยมากเมื่อเทียบกับพื้นผิวของเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการดัดแปรด้วยกรดอะซิติก ซึ่งเป็นผลมาจากการที่เส้นใยไคโตซานที่ผ่านการดัดแปรด้วยกรดอะซิติกนั้นมีหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิลอยู่บนพื้นผิว โดยหมู่คาร์บอกซิลที่อยู่บนพื้นผิวของเส้นใยนั้นมีความสามารถในการจับกับไอออนของโลหะได้ (Muzzarelli et al., 1998) จึงเป็นเหตุผลที่เส้นใยไคโตซานที่ผ่านการดัดแปรด้วยกรดอะซิติกสามารถยึดเกาะกับเนื้อซีเมนต์ได้ดีกว่าเส้นใยไคโตซานที่ไม่ผ่านกระบวนการดัดแปร และผล EDS แสดงให้เห็นว่า เส้นใยไคโตซานที่ผ่านการดัดแปรด้วยกรดอะซิติกความเข้มข้น 0.5 M มีไอออนของ Al^{3+} และ Ca^{2+} อยู่ในปริมาณที่มากกว่าเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการดัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.3 M จึงสามารถกล่าวได้ว่าเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการดัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.5 M มีความสามารถในการจับกับไอออนของโลหะได้ดีกว่าเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการดัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.3 M

ตารางที่ 4.3 แสดง %atomic บนพื้นผิวของเส้นใยไคโตซานที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS

ธาตุ	เส้นใยไคโตซานที่ไม่ผ่านการดัดแปร	เส้นใยไคโตซานที่ผ่านการดัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.3 M	เส้นใยไคโตซานที่ผ่านการดัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.5 M
C	62.92	50.13	78.44
N	31.84	14.85	9.50
O	5.06	25.02	1.74
Al	0.10	1.13	6.43
Si	0.04	7.95	2.67
Ca	0.04	0.93	1.22

4.4.5 ผลการวิเคราะห์ข้อมูลเชิงสถิติของค่าความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์

ผลความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตนานที่สภาวะต่าง ๆ ถูกนำมาวิเคราะห์ข้อมูลเชิงสถิติโดยใช้เทคนิค ANOVA เพื่อหาว่าปัจจัยใดที่ส่งผลต่อความแข็งแรงของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้อย่างมีนัยยะสำคัญ



รูปที่ 4.21 กราฟ (ก) Main effect และกราฟ (ข) Interaction สำหรับผลความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตนานที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.3 และ 0.5 M ความยาว 1, 2 และ 3 มิลลิเมตร ที่ปริมาณ 0.1, 0.5 และ 1 wt.%

ผลความต้านทานแรงกดอัดที่ได้จากการทดลองจะถูกนำมาวิเคราะห์ด้วยโปรแกรม Minitab, 2016 โดยผล ANOVA แสดงในตารางที่ 4.4 แสดงให้เห็นถึงผลของปัจจัยความยาวเส้นใย, ปัจจัยความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่ใช้ในการตัดแปรเส้นใยโคโตซาน และปัจจัยปริมาณของเส้นใยโคโตซานที่ใช้ในการเสริมแรงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ ที่ส่งผลต่อความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ ซึ่งปัจจัยที่มีค่า p-value ต่ำกว่า 0.05 จะถือว่าเป็นปัจจัยที่มีผลอย่างมีนัยยะสำคัญโดยที่มีช่วงความเชื่อมั่น (confidence interval) อยู่ที่ 95 % ซึ่งปัจจัยที่มีผลอย่างมีนัยยะสำคัญในการทดลองนี้คือ ความเข้มข้นของกรดอะซิติกและปริมาณเส้นใยโคโตซานที่ใช้

จากรูปที่ 4.21 แสดงกราฟ main effect และกราฟ interaction plot โดยกราฟ main effect รูปที่ 4.21 (ก) จะแสดงความต้านทานแรงกดอัดของแต่ละปัจจัย โดยปัจจัยเรื่องความยาวเส้นใยโคโตซานนั้น ไม่ได้ส่งผลต่อความต้านทานแรงกดอัดอย่างมีนัยยะสำคัญ ในส่วนของปัจจัยเรื่องความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่ใช้ในการตัดแปรเส้นใยโคโตซาน พบว่าที่ความเข้มข้นกรดอะซิติก 0.3 M จะส่งผลให้ความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์สูงที่สุด และ ปัจจัยเรื่องปริมาณเส้นใยโคโตซานที่ใช้เสริมแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ พบว่าที่ปริมาณเส้นใยโคโตซาน 0.1 และ 0.5 wt.% จะเป็นช่วงที่ส่งผลต่อความต้านทานแรงกดอัดอย่างมีนัยยะสำคัญ และเมื่อพิจารณาจากกราฟ interaction plot รูปที่ 4.21 (ข) จะเห็นได้ว่ากลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตซานที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติก 0.5 M ที่ปริมาณ 0.1 wt.% จะมีค่าความแข็งแรงที่สูงที่สุดเมื่อเทียบกับสถานะอื่น ซึ่งจะสอดคล้องกับผลการทดลองต่อแรงกดอัดก่อนหน้านี้ โดยหากดูในกราฟ interaction พบว่าระหว่างความยาวเส้นใยและความเข้มข้นของกรดอะซิติกกราฟความต้านทานแรงกดอัดไม่ได้มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยยะสำคัญ แต่จะเห็นได้ว่าระหว่างความยาวเส้นใยและปริมาณเส้นใยโคโตซานมีความแตกต่างกัน โดยเส้นใยโคโตซานที่ความยาว 1 และ 2 มิลลิเมตรจะมีความแข็งแรงต่อแรงกดสูงสุดที่ปริมาณเส้นใย 0.1 wt.% ในขณะที่เส้นใยโคโตซานความยาว 3 มิลลิเมตรจะมีความต้านทานแรงกดอัดสูงสุดที่ 0.5 wt.%

ตารางที่ 4.4 แสดงผลการวิเคราะห์ค่าความต้านทานแรงกดอัดด้วยเทคนิค ANOVA

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Fiber length	2	127.88	127.88	63.94	3.02	0.053
Concentration	2	521.96	521.96	260.98	12.31	0.000
Percentage	2	1371.70	1371.70	685.85	32.34	0.000
Fiber length *Concentration	4	409.06	409.06	102.27	4.82	0.001
Fiber length*Percentage	4	1130.48	1130.48	282.62	13.33	0.000
Concentration*Percentage	4	1428.00	1428.00	357.00	16.84	0.000
Fiber length *Concentration*Percentage	8	2166.57	2166.57	270.82	12.77	0.000
Error	104	2205.38	2205.38	21.21		
Total	134	9386.47				

* DF = จำนวนตัวแปรอิสระ

** Seq SS = ผลรวมค่าเบี่ยงเบนยกกำลังสองที่ต่อเนื่องกัน (sequential sums of squares)

***Adj SS = ผลรวมค่าเบี่ยงเบนยกกำลังสองที่ปรับค่าแล้ว (adjust sums of squares)

****Adj MS = ค่าเฉลี่ยของค่าเบี่ยงเบนยกกำลังสองที่ปรับค่าแล้ว (adjust mean squares)

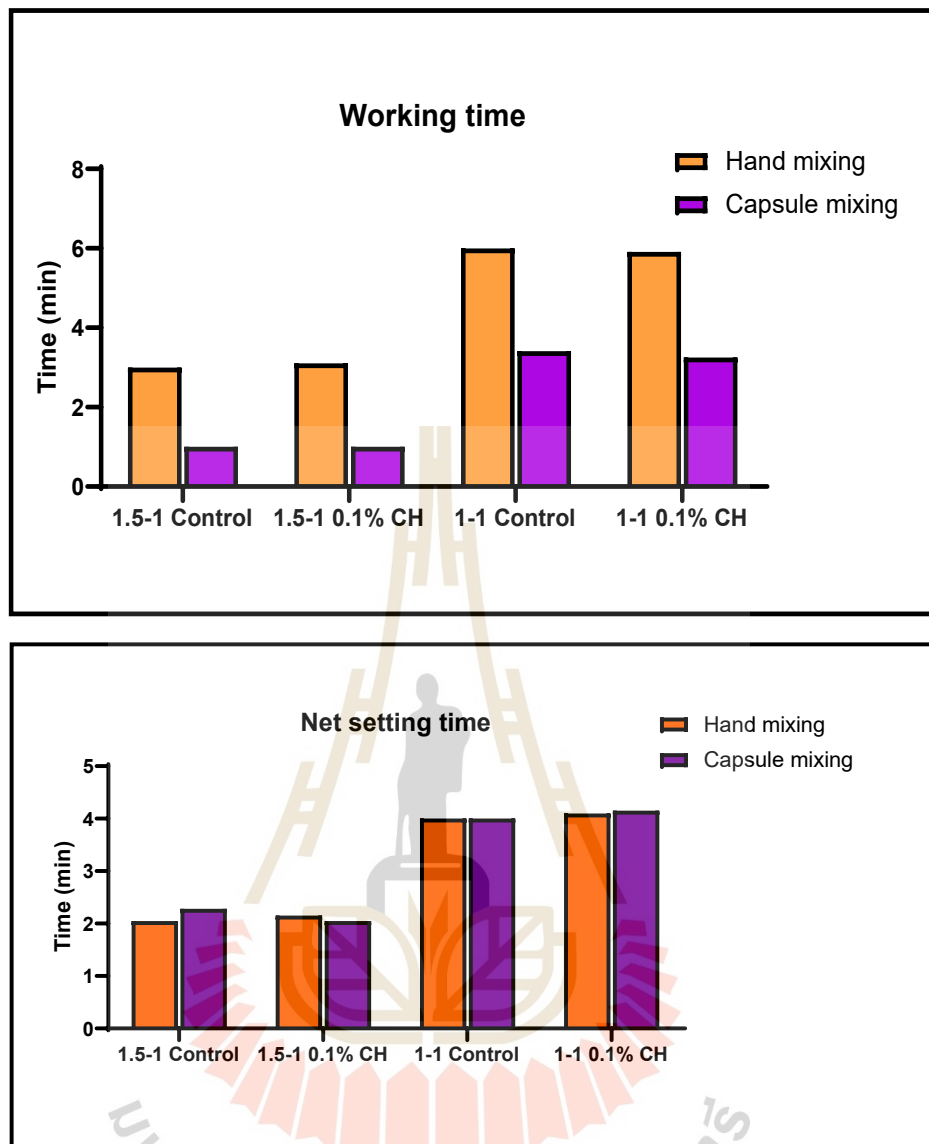
*****F = ค่าทางสถิติที่บ่งบอกถึงผลที่มีต่อผลลัพธ์ (response)

*****P = ค่าความน่าจะเป็นที่จะเกิดความผิดพลาดขึ้นกับทฤษฎีหลัก (null hypothesis)

4.5 อิทธิพลของวิธีการผสมกลาสไอโอเมอร์ซีเมนต์ระหว่างวิธีการผสมด้วยมือและเครื่องปั้นอัมลัม

การผสมกลาสไอโอเมอร์ซีเมนต์สามารถขึ้นได้ 2 วิธี คือการผสมด้วยมือและการผสมด้วยเครื่องเขย่า ซึ่งวิธีการผสมทั้งสองวิธีให้ผลลัพธ์ที่แตกต่างกัน ดังนั้นจึงได้ทำการทดสอบ ระยะเวลาก่อตัวและความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอเมอร์ซีเมนต์

4.5.1 ระยะเวลาก่อตัวกลาสไอโอเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตน

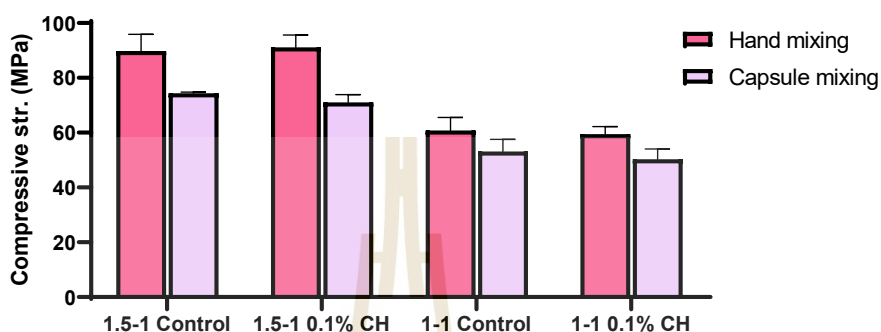


รูปที่ 4.22 ระยะเวลา ก) ระยะเวลาทำงาน (working time) และ ข) ระยะเวลาก่อตัวสุทธิ (Net setting time) ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ผสมด้วยเครื่องและผสมด้วยมือ โดย Net setting time คำนวณได้จาก ระยะเวลาก่อตัวเริ่มต้น - ระยะเวลาก่อตัวสุดท้าย

จากผลการทดลองพบว่ากลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ใช้อัตราส่วน P:L 2:1 เมื่อผสมด้วยเครื่องปั่นอะมัลกัมเป็นเวลา 3 วินาที ส่งผลให้กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์เกิดการเซตตัวอย่างรวดเร็ว ทำให้ไม่สามารถขึ้นรูปขึ้นงานได้ และกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ผสมด้วยเครื่องปั่นอะมัลกัมจะมีระยะเวลา Working time ที่น้อยกว่าการผสมด้วยมือ ดังแสดงในรูปที่ 4.22 ซึ่งการผสมด้วยเครื่องส่งผลให้เกิดความร้อนขึ้นระหว่างการผสมด้วยเครื่องปั่นอะมัลกัม เนื่องจากเครื่องปั่นอะมัลกัมมี

อัตราการเขย่าที่สูงมาก จึงส่งผลให้เกิดความร้อนขึ้นระหว่างการผสม โดยความร้อนที่เกิดขึ้นนั้นส่งผลทำให้ของเหลว PAA สามารถทำปฏิกิริยากับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้เร็วขึ้น จึงส่งผลให้ซีเมนต์มีการเซตตัวที่เร็วขึ้น (Woolford, 1994)

4.5.2 ความต้านทานแรงกดอัดของซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตซาน



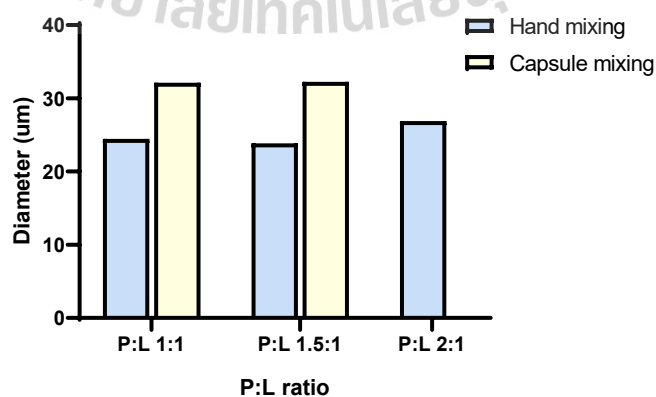
รูปที่ 4.23 ผลความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ผสมด้วยมือและเครื่อง

จากรูปที่ 4.23 ค่าความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ผสมด้วยมือและเครื่องปั่นอัมัลกัม พบว่ากลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ผสมด้วยมือจะมีค่าความแข็งแรงแรงกดอัดที่มากกว่ากลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ผสมด้วยเครื่องเขย่าอัมัลกัม และ เมื่ออัตราส่วนของ P:L ลดลง จะส่งผลให้ค่าความแรงต่อแรงกดอัดลดลง เช่นกัน ซึ่งจากงานวิจัยของ Nomoto และคณะพบว่าการผสมด้วยเครื่องทำให้มีฟองอากาศถูกกักไว้ภายในเนื้อซีเมนต์มากกว่าการผสมด้วยมือ ทำให้ค่าความต้านทานแรงกดอัดลดลงเมื่อใช้วิธีการผสมด้วยเครื่อง (Nomoto, Komoriyama, McCabe, & Hirano, 2004) และอีกหนึ่งเหตุผลที่เมื่ออัตราส่วน P:L ลดลง แล้วส่งผลให้ความต้านทานแรงกดอัดลดลง อันเป็นผลมาจากการที่ภายในซีเมนต์มีปริมาณของอนุภาคกลาสลดลงทำให้เมื่อซีเมนต์เกิดการแตกหัก รอยแตกจะสามารถเคลื่อนที่ผ่านเนื้อซีเมนต์ได้อย่างง่ายดาย เป็นผลให้ความแข็งแรงของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ลดลง เมื่อปริมาณ P:L ลดลง

ตารางที่ 4.5 แสดงผล setting time และ compressive strength ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เปรียบเทียบวิธีการผสมระหว่างการผสมด้วยมือและเครื่องปั่นอะมัลกัม (ต่อ)

อัตราส่วน P:L ratio	วิธีการ ผสม	ปริมาณ เส้นใยโค โตะซาน (%)	Setting time (min)			Compressive strength (MPa)
			Working time	Initial set.	Final set.	
2:1	มือ	Control	2:10	4:10	6:00	92.43 ± 1.37
		0.1	2:00	4:00	6:05	107.43 ± 2.08
	เครื่อง	Control	ไม่สามารถขึ้นรูปชิ้นงานได้			
		0.1				
1.5:1	มือ	Control	3:00	4:20	6:25	89.81 ± 6.08
		0.1	3:06	4:15	6:30	91.11 ± 4.48
	เครื่อง	Control	1:00	4:00	6:28	74.36 ± 0.47
		0.1	1:00	4:10	6:15	71.00 ± 2.90
1:1	มือ	Control	6:00	9:30	13:30	60.75 ± 4.82
		0.1	5:55	9:25	13:25	59.44 ± 2.73
	เครื่อง	Control	3:25	9:35	13:45	53.12 ± 4.42
		0.1	3:15	9:15	13:30	50.28 ± 3.75

4.5.3 ลักษณะวิทยาของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่มีวิธีการผสมแตกต่างกัน

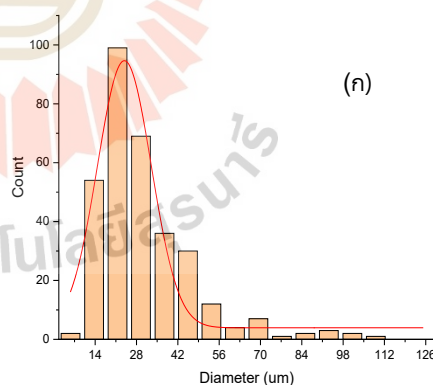


รูปที่ 4.24 ผลของวิธีการผสมระหว่างการผสมด้วยมือ (hand mixing) และผสมด้วยเครื่องปั่นอะมัลกัม (capsule mixing) ที่มีผลต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุน

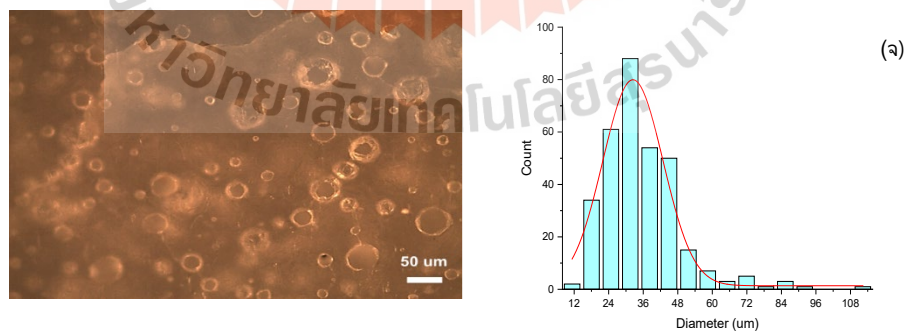
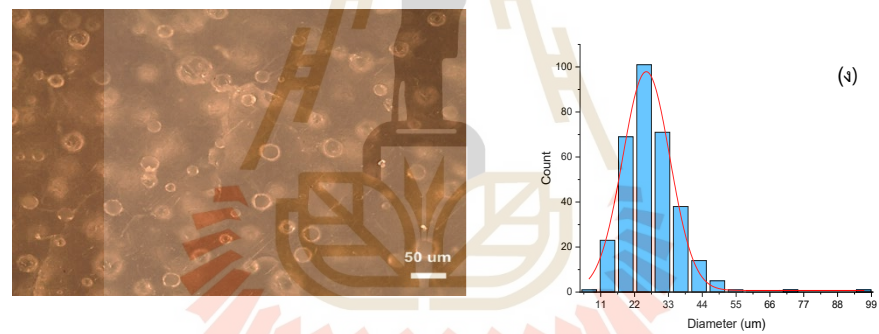
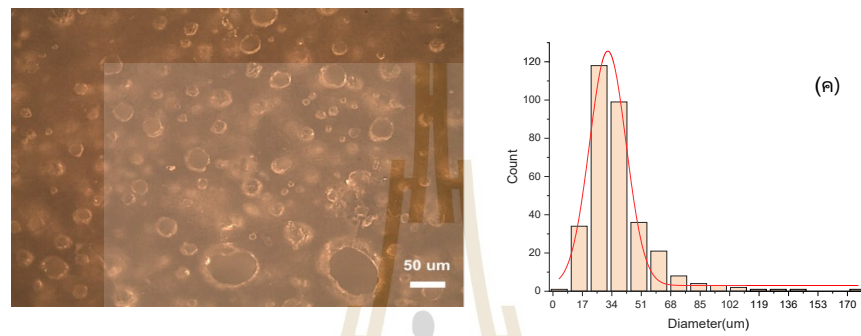
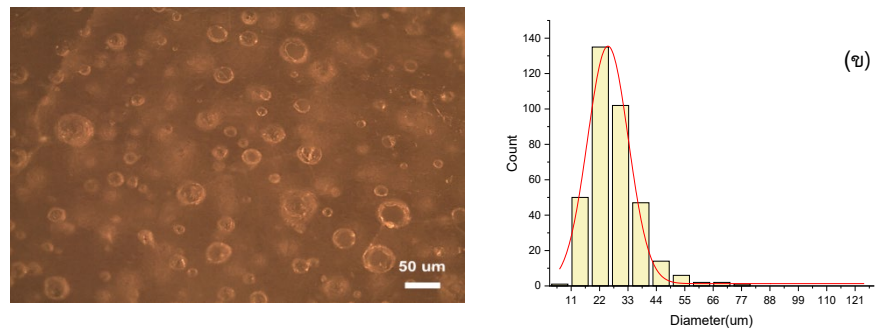
จากรูปที่ 4.24 จะเห็นว่าการผสมกลาสไอโอเมอร์ซีเมนต์ด้วยเครื่องเขย่าอิมัลกัมจะส่งผลให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนของกลาสไอโอเมอร์ซีเมนต์ มีขนาดที่ใหญ่กว่าการผสมด้วยมือ และรูปที่ 4.25 แสดงให้เห็นลักษณะรูพรุนและการกระจายตัวของขนาดรูพรุนที่อยู่ภายในกลาสไอโอเมอร์ซีเมนต์ ซึ่งกลาสไอโอเมอร์ซีเมนต์ที่ผสมด้วยเครื่องปั่นอิมัลกัม นั้นมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนที่ใหญ่กว่าการผสมด้วยมือ เนื่องจากการผสมด้วยเครื่องปั่นอิมัลกัมเป็นการเขย่าด้วยความเร็วสูงและทำให้กลาสไอโอเมอร์ซีเมนต์ก่อตัวอย่างรวดเร็ว ส่งผลให้อากาศที่อยู่ภายในเนื้อซีเมนต์นั้นหลุดออกมาได้ยาก จึงทำให้รูพรุนที่อยู่ภายในเนื้อซีเมนต์หลังการขึ้นรูปด้วยเครื่องปั่นอิมัลกัมมีขนาดใหญ่ (Nomoto et al., 2004)

ตารางที่ 4.6 แสดงค่าขนาดรูพรุนเฉลี่ยของกลาสไอโอเมอร์ซีเมนต์ที่ผสมด้วยมือและเครื่องปั่นอิมัลกัม

อัตราส่วน P:L ratio	วิธีการผสม	ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ย (มม.)
1:1	มือ	24.474
	เครื่องปั่นอิมัลกัม	32.133
1.5:1	มือ	23.856
	เครื่องปั่นอิมัลกัม	32.262
2:1	มือ	26.89
	เครื่องปั่นอิมัลกัม	-

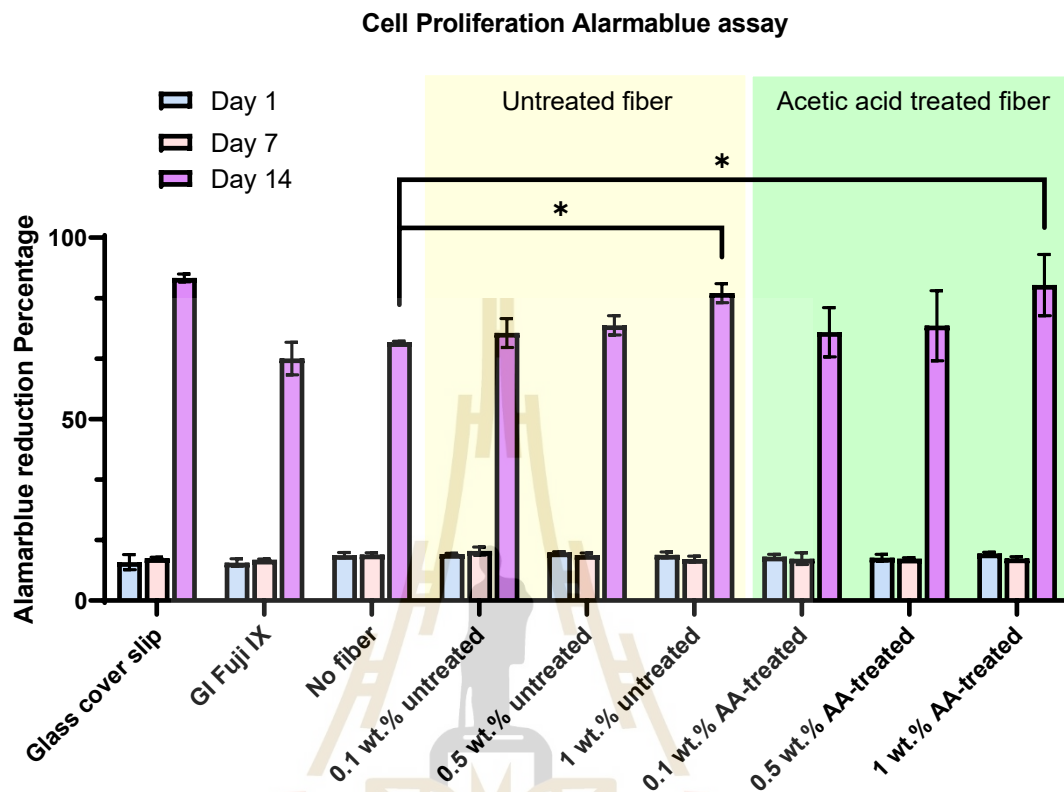


รูปที่ 4.25 ภาพถ่ายพื้นผิวของกลาสไอโอเมอร์ซีเมนต์ที่อัตราส่วน (ก) P:L ratio 2-1 ผสมด้วยมือ (ข) P:L ratio 1.5-1 ผสมด้วยมือ (ค) P:L ratio 1.5-1 ผสมด้วยเครื่องปั่นอิมัลกัม (ง) P:L ratio 1-1 ผสมด้วยมือ (จ) P:L ratio 1-1 ผสมด้วยเครื่องปั่นอิมัลกัม



รูปที่ 4.25 ภาพถ่ายพื้นผิวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่อัตราส่วน (ก) P:L ratio 2-1 ผสมด้วยมือ (ข) P:L ratio 1.5-1 ผสมด้วยมือ (ค) P:L ratio 1.5-1 ผสมด้วยเครื่องปั่นอมัลกัม (ง) P:L ratio 1-1 ผสมด้วยมือ (จ) P:L ratio 1-1 ผสมด้วยเครื่องปั่นอมัลกัม (ต่อ)

4.6 การวัดการเพิ่มจำนวนของเซลล์ไฟโบรบลาสต์ด้วยเทคนิค Alamarblue assay



รูปที่ 4.26 กราฟแสดงการเพิ่มจำนวนของเซลล์ไฟโบรบลาสต์ที่อยู่บนพื้นผิวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ระยะเวลา 1, 7 และ 14 วัน

จากรูปที่ 4.26 แสดงผลการทดลองทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์ของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการโซล-เจล และเสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตนที่ไม่ผ่านการดัดแปรและผ่านการดัดแปรด้วยกรดอะซิติกที่ความเข้มข้น 0.5 M โดยการเพาะเลี้ยงเซลล์ไฟโบรบลาสต์ลงไปในกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์และวัดการเพิ่มจำนวนของเซลล์เมื่อเวลาผ่านไป 1, 7 และ 14 วัน ผลที่ได้พบว่าการเพิ่มจำนวนของเซลล์ไฟโบรบลาสต์เมื่อเวลาผ่านไป 1 และ 7 วัน ไม่ได้มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยยะสำคัญ ซึ่งสาเหตุที่ใน 7 วันแรกการเพิ่มจำนวนของเซลล์ไฟโบรบลาสต์ต่ำ เป็นผลจากการที่ในช่วงแรกซีเมนต์มีการปลดปล่อยไอออนของโลหะของ Al^{3+} และ Ca^{2+} ไปสู่บริเวณเพาะเลี้ยงเซลล์ (cultured cell) ส่งผลให้เกิดความเป็นพิษกับเซลล์ไฟโบรบลาสต์จากภาวะออกซิไดซ์เกินสมดุล (oxidative stress) (de Souza Costa, 2003) ในวันที่ 14 พบว่าเซลล์ไฟโบรบลาสต์มีการเพิ่มจำนวนของเซลล์อย่างมีนัยยะสำคัญเมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณเซลล์วันที่ 1 และวันที่ 7 ซึ่งอาจจะเป็นผลจากการที่บริเวณเพาะเลี้ยงเซลล์กับสู่ภาวะสมดุลทำให้เซลล์สามารถเจริญเติบโตได้ดี และกลาสไอโอเมอร์

ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตซานที่ไม่ผ่านการตัดแปรและผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติก ปริมาณ 1 wt.% พบว่าเซลล์ไฟโบรบลาสมีการเพิ่มจำนวนของเซลล์ที่มากกว่ากลาสไอโอโนเมอร์ ซีเมนต์ที่ไม่ได้เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตซานในวันที่ 14 อย่างมีนัยยะสำคัญ

การที่กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่มีเส้นใยโคโตซานมีความเข้ากันได้กับเซลล์มากกว่ากลาส ไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ไม่มีเส้นใยโคโตซาน คาดว่าเป็นผลจากการที่เส้นใยโคโตซานจับกับไอออนของ Al^{3+} และ Ca^{2+} ที่ปลดปล่อยออกมาจากกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ความเป็นพิษของกลาสไอโอโนทำให้เป็นเหตุให้กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เสริมแรงด้วยเส้นใยโคโตซานมีการเจริญเติบโตของเซลล์ไฟโบรบลาสดีกว่ากลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ไม่มีเส้นใยโคโตซาน (Zhou et al., 2019) และโคโตซานสามารถปลดปล่อย N-acetyl- β -d-glucosamine ซึ่งเป็นส่วนช่วยให้เซลล์ไฟโบรบลาสขยายจำนวน (Miguel, Moreira, & Correia, 2019)



บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย

5.1 สรุปงานวิจัย

จากการศึกษาการเพิ่มความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจล ซึ่งกลาสไอโอโนเมอร์ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจลยังคงมีความต้านทานแรงกดอัดต่ำกว่ามาตรฐาน ISO 9917-1 ที่ 100 MPa แต่เมื่อนำเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการดัดแปรด้วยกรดอะซิติกมาเสริมแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์พบว่าความแข็งแรงสูงกว่า 100 MPa จากการทดลองจึงสามารถสรุปผลวิจัยได้ดังนี้

5.1.1 การสังเคราะห์ผงกลาสไอโอโนเมอร์ด้วยกระบวนการโซล-เจล สามารถทำได้ซึ่งกลาสไอโอโนเมอร์ที่สังเคราะห์ได้มีคุณสมบัติที่สามารถนำไปใช้ได้จริงสามารถทำปฏิกิริยากับสารละลายผสมแล้วได้เป็นกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ ซึ่งผงกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่เตรียมด้วยกระบวนการโซล-เจลนี้มีข้อดี คือ ใช้อุณหภูมิที่ต่ำมากที่ 700 °C เมื่อเทียบกับกระบวนการดั้งเดิมการหลอมแก้วที่ต้องใช้อุณหภูมิสูงกว่า 1000 °C

5.1.2 การปรับเปลี่ยนอัตราส่วนของผงกลาสไอโอโนเมอร์และสารละลายผสมสำหรับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่อัตราส่วน 1:1, 1.5:1 และ 2:1 ซึ่งอัตราส่วนของผงกลาสไอโอโนเมอร์ที่สูงขึ้นจะส่งผลให้ระยะเวลาก่อตัวและระยะเวลาทำงานของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์นั้นลดลง แต่ความต้านทานแรงกดอัดนั้นมีแนวโน้มที่จะสูงขึ้น เมื่อปริมาณของผงกลาสไอโอโนเมอร์นั้นสูงขึ้น ซึ่งเป็นผลมาจากเมื่อปริมาณผงกลาสไอโอโนเมอร์สูงขึ้นจะทำให้มีผงกลาสไอโอโนเมอร์บางส่วนที่ไม่ได้ทำปฏิกิริยาและกลายเป็นอนุภาคที่ช่วยเสริมความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์เป็นผลให้ความต้านทานแรงกดอัดสูงขึ้น

5.1.3 การดัดแปรเส้นใยไคโตซานด้วยกรดอะซิติก มีจุดประสงค์เพื่อให้บนพื้นผิวของเส้นใยไคโตซานมีหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิล ดังผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR ที่แสดงให้เห็นว่าเส้นใยไคโตซานเมื่อผ่านการดัดแปรด้วยกรดอะซิติกแล้วนั้นจะ ปรากฏพีคของหมู่คาร์บอกซิลบนพื้นผิวของไคโตซานเมื่อความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่ใช้มีความเข้มข้นสูงขึ้นจะส่งผลให้หมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิลสูงขึ้นเช่นกัน และเมื่อวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของเส้นใยไคโตซานด้วยเทคนิค SEM พบว่าการดัดแปรเส้นใยไคโตซานด้วยกรดอะซิติกส่งผลให้สิ่งเจือปนบนพื้นผิวของเส้นใยไคโตซานนั้นหายไป อีกทั้งพื้นผิวของเส้นใยไคโตซานยังมีการเปลี่ยนแปลงไปโดยที่เมื่อความเข้มข้นของกรดอะซิติกสูงขึ้นจะส่งผลให้พื้นผิวของเส้นใยถูกทำลาย ทำให้พื้นผิวของเส้นใยมีลักษณะฉีกขาดและมีพื้นผิวที่ขรุขระมากขึ้น

5.1.4 การศึกษานี้ประสบความสำเร็จในการปรับปรุงความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจล โดยการเสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติก โดยได้ใช้เทคนิค design of experimental, DOE ในการออกแบบการทดลองและใช้เทคนิค ANOVA ในการวิเคราะห์ความต้านทานแรงกดอัดที่ได้จากปัจจัยต่าง ๆ ซึ่งผลที่ได้พบว่าปัจจัยที่ส่งผลต่อความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์อย่างมีนัยยะสำคัญคือ ความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่ใช้ในการตัดแปร และ ปริมาณของเส้นใยไคโตซาน แต่อย่างไรก็ตาม การเพิ่มปริมาณของเส้นใยไคโตซานที่มากกว่า 0.5 wt.% จะส่งผลให้ความแข็งแรงต่อแรงกดอัดมีแนวโน้มลดลง แต่ในกรณีของเส้นใยไคโตซานที่ผ่านการตัดแปรด้วยกรดอะซิติกความเข้มข้น 0.3 M ความแข็งแรงจะเพิ่มขึ้นสูงสุดที่ 0.5 wt.%

5.1.5 การผสมกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ด้วยเครื่องปั่นอะมัลกัม ส่งผลให้ระยะเวลาทำงานของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์นั้นลดลง และมีค่าความต้านทานแรงกดอัดที่ต่ำกว่ากลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ขึ้นรูปด้วยมือ เนื่องจากกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ด้วยเครื่องปั่นมีขนาดรูพรุนเฉลี่ยที่พื้นผิวของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ขึ้นรูปด้วยเครื่องปั่นอะมัลกัมยังมีขนาดที่ใหญ่กว่ากลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ขึ้นรูปด้วยมือ จึงเป็นเหตุผลที่ค่าความต้านทานแรงกดอัดของกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ขึ้นรูปด้วยเครื่องปั่นอะมัลกัมต่ำกว่ากลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่ขึ้นรูปด้วยมือ

5.1.6 การเจริญเติบโตของเซลล์ไฟโบรบลาสต์บนพื้นผิวกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ มีแนวโน้มที่จะสูงขึ้นเมื่อกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์เสริมแรงด้วยเส้นใยไคโตซาน โดยที่ปริมาณเส้นใยไคโตซาน 1 wt.% จะสามารถช่วยเพิ่มการเจริญเติบโตของเซลล์ไฟโบรบลาสต์บนพื้นผิวได้อย่างมีนัยยะสำคัญ เมื่อเปรียบเทียบกับกลาสไอโอโนเมอร์ทางการค้า Fuji IX และกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่สังเคราะห์โซล-เจลที่ไม่มีเส้นใยไคโตซาน

5.2 ข้อเสนอแนะ

แนวทางการพัฒนาและปรับปรุงงานวิจัยสามารถทำได้ดังต่อไปนี้

5.2.1 ในงานวิจัยนี้เลือกใช้เส้นใยไคโตซานเนื่องจากเป็นเส้นใยที่มีความเข้ากันได้ดีกับร่างกายและมีความเป็นพิษต่ำ แต่เส้นใยไคโตซานยังมีจุดด้อยในด้านของความแข็งแรง หากเปลี่ยนชนิดของเส้นใยให้เป็นเส้นใยที่มีความแข็งแรงสูงชันและนำมาตัดแปรด้วยกรดอะซิติก คาดว่าจะสามารถเพิ่มความแข็งแรงให้กับกลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ได้สูงขึ้น

5.2.2 เนื่องจากในงานวิจัยนี้มีจุดมุ่งหมายที่จะพัฒนาให้กลาสไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจล มีคุณสมบัติตรงตามมาตรฐาน ISO-9917 ทำให้ยังคงขาดการวัดคุณสมบัติความแข็งแรงด้าน เช่น ความแข็งแรงต่อการดัดงอ (flexural strength) หรือ diameter tensile

รายการอ้างอิง

- Aronne, A., Esposito, S., & Pernice, P. (1997). FTIR and DTA study of lanthanum aluminosilicate glasses. *Materials chemistry and physics*, 51(2), 163-168.
- Bao, X., Liu, F., & He, J. (2020). Preparation and Characterization of Glass Ionomer Cements with Added Carboxymethyl Chitosan. *Journal of Macromolecular Science, Part B*, 59(6), 345-356.
- Cestari, A. (2016). Sol-gel methods for synthesis of aluminosilicates for dental applications. *Journal of dentistry*, 55, 105-113.
- Crini, G. (2005). Recent developments in polysaccharide-based materials used as adsorbents in wastewater treatment. *Progress in polymer science*, 30(1), 38-70.
- Crisp, S., Lewis, B., & Wilson, A. (1976). Characterization of glass-ionomer cements: 2. Effect of the powder: liquid ratio on the physical properties. *Journal of dentistry*, 4(6), 287-290.
- Howling, G. I., Dettmar, P. W., Goddard, P. A., Hampson, F. C., Dornish, M., & Wood, E. J. (2001). The effect of chitin and chitosan on the proliferation of human skin fibroblasts and keratinocytes in vitro. *Biomaterials*, 22(22), 2959-2966.
- Joshi, J. M., & Sinha, V. K. (2006). Synthesis and characterization of carboxymethyl chitosan grafted methacrylic acid initiated by ceric ammonium nitrate. *Journal of Polymer Research*, 13(5), 387-395.
- Kumar Singh Yadav, H., & Shivakumar, H. (2012). In vitro and in vivo evaluation of pH-sensitive hydrogels of carboxymethyl chitosan for intestinal delivery of theophylline. *Isrn Pharmaceutics*, 2012.
- Miguel, S. P., Moreira, A. F., & Correia, I. J. (2019). Chitosan based-asymmetric membranes for wound healing: A review. *International journal of biological macromolecules*, 127, 460-475.
- Mobarak, N. N., & Abdullah, M. P. (2010). Synthesis and characterization of several lauryl chitosan derivatives. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*, 14(2), 82-99.

- Mori, T., Okumura, M., Matsuura, M., Ueno, K., Tokura, S., Okamoto, Y., . . . Fujinaga, T. (1997). Effects of chitin and its derivatives on the proliferation and cytokine production of fibroblasts in vitro. *Biomaterials*, 18(13), 947-951.
- Muzzarelli, R. A., Ramos, V., Stanic, V., Dubini, B., Mattioli-Belmonte, M., Tosi, G., & Giardino, R. (1998). Osteogenesis promoted by calcium phosphate N, N-dicarboxymethyl chitosan. *Carbohydrate polymers*, 36(4), 267-276.
- Nomoto, R., Komoriyama, M., McCabe, J. F., & Hirano, S. (2004). Effect of mixing method on the porosity of encapsulated glass ionomer cement. *Dental Materials*, 20(10), 972-978.
- Petri, D. F., Donegá, J., Benassi, A. M., & Bocangel, J. A. (2007). Preliminary study on chitosan modified glass ionomer restoratives. *Dental Materials*, 23(8), 1004-1010.
- Prentice, L. H., Tyas, M. J., & Burrow, M. F. (2005). The effect of particle size distribution on an experimental glass-ionomer cement. *Dental Materials*, 21(6), 505-510.
- Qian, R. Q., & Glanville, R. W. (2005). Methods for purifying chitosan. In: Google Patents.
- Qin, Y., Hu, H., Luo, A., Wang, Y., Huang, X., & Song, P. (2006). Effect of carboxymethylation on the absorption and chelating properties of chitosan fibers. *Journal of applied polymer science*, 99(6), 3110-3115.
- Woolford, M. (1994). Effect of radiant heat on the surface hardness of glass polyalkenoate (ionomer) cement. *Journal of dentistry*, 22(6), 360-363.
- Qin, Y., Hu, H., Luo, A., Wang, Y., Huang, X., & Song, P. (2006). Effect of carboxymethylation on the absorption and chelating properties of chitosan fibers. *Journal of applied polymer science*, 99(6), 3110-3115.
- Teng, W., Long, T. J., Zhang, Q., Yao, K., Shen, T. T., & Ratner, B. D. (2014). A tough, precision-porous hydrogel scaffold: ophthalmologic applications. *Biomaterials*, 35(32), 8916-8926.
- Bahrami-Abadi, M., Khaghani, M., Monshi, A., Doostmohammadi, A., & Alizadeh, S. (2016). Reinforcement of glass ionomer cement: incorporating with silk fiber. *Journal of Advanced Materials and Processing*, 4(3), 14-21.

- Baig, M. S., & Fleming, G. J. (2015). Conventional glass-ionomer materials: a review of the developments in glass powder, polyacid liquid and the strategies of reinforcement. *Journal of Dentistry*, 43(8), 897-912.
- Fareed, M. A., & Stamboulis, A. (2014). Nanoclay addition to a conventional glass ionomer cements: Influence on physical properties. *European journal of dentistry*, 8(04), 456-463.
- Garoushi, S., He, J., Obradovic, J., Fardim, P., Vallittu, P. K., & Lassila, L. (2020). Incorporation of cellulose fiber in glass ionomer cement. *European journal of oral sciences*, 128(1), 81-88.
- Garoushi, S., Vallittu, P., & Lassila, L. (2017). Hollow glass fibers in reinforcing glass ionomer cements. *Dental Materials*, 33(2), e86-e93. doi:<https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.10.004>
- Garoushi, S. K., He, J., Vallittu, P. K., & Lassila, L. V. (2018). Effect of discontinuous glass fibers on mechanical properties of glass ionomer cement. *Acta biomaterialia odontologica Scandinavica*, 4(1), 72-80.
- Goh, K. L. (2017). *Discontinuous-Fibre Reinforced Composites* (1 ed.): Springer-Verlag London.
- Hammouda, I. M. (2009). Reinforcement of conventional glass-ionomer restorative material with short glass fibers. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 2(1), 73-81.
- Hench, L. L., & West, J. K. (1990). The sol-gel process. *Chemical reviews*, 90(1), 33-72.
- Khademolhosseini, M., Barounian, M., Eskandari, A., Aminzare, M., Zahedi, A., & Ghahremani, D. (2012). Development of new Al₂O₃/TiO₂ reinforced glass-ionomer cements (GICs) nano-composites. *J Basic Appl Sci Res*, 2, 7526-7529.
- Lizardi-Mendoza, J., Monal, W. M. A., & Valencia, F. M. G. (2016). Chemical characteristics and functional properties of chitosan. In *Chitosan in the preservation of agricultural commodities* (pp. 3-31): Elsevier.
- Lohbauer, U. (2009). Dental glass ionomer cements as permanent filling materials?—properties, limitations and future trends. *Materials*, 3(1), 76-96.

- Lohbauer, U., Walker, J., Nikolaenko, S., Werner, J., Clare, A., Petschelt, A., & Greil, P. (2003). Reactive fibre reinforced glass ionomer cements. *Biomaterials*, *24*(17), 2901-2907.
- Mallick, P. K. (2007). *Fiber-reinforced composites: materials, manufacturing, and design*: CRC press.
- Menezes-Silva, R., de Oliveira, B. M. B., Fernandes, P. H. M., Shimohara, L. Y., Pereira, F. V., Borges, A. F. S., . . . de Lima Navarro, M. F. (2019). Effects of the reinforced cellulose nanocrystals on glass-ionomer cements. *Dental Materials*, *35*(4), 564-573.
- Mount, G. J. (2001). *An atlas of glass-ionomer cements: a clinician's guide*: CRC Press.
- Mukherjee, S. (1980). Sol-gel processes in glass science and technology. *Journal of Non-Crystalline Solids*, *42*(1-3), 477-488.
- Neel, E. A. A., & Young, A. M. (2017). Setting kinetics and mechanical properties of flax fibre reinforced glass ionomer restorative materials. *Journal of biomedical research*, *31*(3), 264.
- Petri, D. F., Donegá, J., Benassi, A. M., & Bocangel, J. A. (2007). Preliminary study on chitosan modified glass ionomer restoratives. *Dental Materials*, *23*(8), 1004-1010.
- Schubert, U. (2015). Chemistry and fundamentals of the sol-gel process. *The Sol-Gel Handbook*, 1-28.
- Senthil Kumar, R., Ravikumar, N., Kavitha, S., Mahalaxmi, S., Jayasree, R., Sampath Kumar, T. S., & Haneesh, M. (2017). Nanochitosan modified glass ionomer cement with enhanced mechanical properties and fluoride release. *International Journal of Biological Macromolecules*, *104*, 1860-1865. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.05.120>
- Sidhu, S., & Nicholson, J. (2016). A review of glass-ionomer cements for clinical dentistry. *Journal of functional biomaterials*, *7*(3), 16.
- Silva, R. M., Pereira, F. V., Mota, F. A., Watanabe, E., Soares, S. M., & Santos, M. H. (2016). Dental glass ionomer cement reinforced by cellulose microfibers and cellulose nanocrystals. *Materials Science and Engineering: C*, *58*, 389-395.

- Vila, C., Romero, J., Francisco, J., Garrote, G., & Parajó, J. (2011). Extracting value from Eucalyptus wood before kraft pulping: Effects of hemicelluloses solubilization on pulp properties. *Bioresource Technology*, 102(8), 5251-5254.
- William, D. C. (2001). *Fundamentals of Materials Science and Engineering: An interactive*: John Wiley & Sons.
- Wilson, A. D., & Kent, B. (1971). The glass-ionomer cement, a new translucent dental filling material. *Journal of Applied Chemistry and Biotechnology*, 21(11), 313-313.
- Wood, D., & Hill, R. (1991). Glass ceramic approach to controlling the properties of a glass-ionomer bone cement. *Biomaterials*, 12(2), 164-170.
- Younes, I., & Rinaudo, M. (2015). Chitin and chitosan preparation from marine sources. Structure, properties and applications. *Marine drugs*, 13(3), 1133-1174.
- Aronne, A., Esposito, S., & Pernice, P. (1997). FTIR and DTA study of lanthanum aluminosilicate glasses. *Materials chemistry and physics*, 51(2), 163-168.
- Babu, K. M. (2019). 3 - Structural aspects of silk. In K. M. Babu (Ed.), *Silk (Second Edition)* (pp. 51-75): Woodhead Publishing.
- Bahrami-Abadi, M., Khaghani, M., Monshi, A., Doostmohammadi, A., & Alizadeh, S. (2016). Reinforcement of glass ionomer cement: Incorporating with silk fiber. *Journal of Advanced Materials and processing*, 4(3), 14-21.
- Baig, M. S., & Fleming, G. J. (2015). Conventional glass-ionomer materials: A review of the developments in glass powder, polyacid liquid and the strategies of reinforcement. *Journal of dentistry*, 43(8), 897-912.
- Bao, X., Liu, F., & He, J. (2020). Preparation and Characterization of Glass Ionomer Cements with Added Carboxymethyl Chitosan. *Journal of Macromolecular Science, Part B*, 59(6), 345-356.
- Box, G. E., Hunter, W. H., & Hunter, S. (1978). *Statistics for experimenters* (Vol. 664): John Wiley and sons New York.
- Brauer, D. S., Mneimne, M., & Hill, R. G. (2011). Fluoride-containing bioactive glasses: Fluoride loss during melting and ion release in tris buffer solution. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 357(18), 3328-3333.

- Cestari, A. (2016). Sol-gel methods for synthesis of aluminosilicates for dental applications. *Journal of dentistry*, 55, 105-113.
- Chavasit, V., Kienzle-Sterzer, C., & Torres, J. A. (1988). Formation and characterization of an insoluble polyelectrolyte complex: chitosan-polyacrylic acid. *Polymer Bulletin*, 19(3), 223-230.
- Cho, G. C., Kaneko, L. M., Donovan, T. E., & White, S. N. (1999). Diametral and compressive strength of dental core materials. *The Journal of prosthetic dentistry*, 82(3), 272-276.
- Crini, G. (2005). Recent developments in polysaccharide-based materials used as adsorbents in wastewater treatment. *Progress in polymer science*, 30(1), 38-70.
- Crisp, S., Lewis, B., & Wilson, A. (1976). Characterization of glass-ionomer cements: 2. Effect of the powder: liquid ratio on the physical properties. *Journal of dentistry*, 4(6), 287-290.
- Fareed, M. A., & Stamboulis, A. (2014). Nanoclay addition to a conventional glass ionomer cements: Influence on physical properties. *European journal of dentistry*, 8(04), 456-463.
- Garoushi, S., He, J., Obradovic, J., Fardim, P., Vallittu, P. K., & Lassila, L. (2020). Incorporation of cellulose fiber in glass ionomer cement. *European journal of oral sciences*, 128(1), 81-88.
- Garoushi, S., Vallittu, P., & Lassila, L. (2017). Hollow glass fibers in reinforcing glass ionomer cements. *Dental Materials*, 33(2), e86-e93. doi:<https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.10.004>
- Garoushi, S. K., He, J., Vallittu, P. K., & Lassila, L. V. (2018). Effect of discontinuous glass fibers on mechanical properties of glass ionomer cement. *Acta biomaterialia odontologica Scandinavica*, 4(1), 72-80.
- Goh, K. L. (2017). *Discontinuous-Fibre Reinforced Composites* (1 ed.): Springer-Verlag London.
- Guo, L., Liu, G., Hong, R.-Y., & Li, H.-Z. (2010). Preparation and characterization of chitosan poly (acrylic acid) magnetic microspheres. *Marine drugs*, 8(7), 2212-2222.

- Hammouda, I. M. (2009). Reinforcement of conventional glass-ionomer restorative material with short glass fibers. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 2(1), 73-81.
- Hench, L. L., & West, J. K. (1990). The sol-gel process. *Chemical reviews*, 90(1), 33-72.
- Hodzic, A., & Shanks, R. (2014). *Natural fibre composites: materials, processes and properties*: Woodhead Publishing.
- Joshi, J. M., & Sinha, V. K. (2006). Synthesis and characterization of carboxymethyl chitosan grafted methacrylic acid initiated by ceric ammonium nitrate. *Journal of Polymer Research*, 13(5), 387-395.
- Kajihara, K. (2013). Recent advances in sol-gel synthesis of monolithic silica and silica-based glasses. *Journal of Asian Ceramic Societies*, 1(2), 121-133.
- Khademolhosseini, M., Barounian, M., Eskandari, A., Aminzare, M., Zahedi, A., & Ghahremani, D. (2012). Development of new Al₂O₃/TiO₂ reinforced glass-ionomer cements (GICs) nano-composites. *J Basic Appl Sci Res*, 2, 7526-7529.
- Kumar Singh Yadav, H., & Shivakumar, H. (2012). In vitro and in vivo evaluation of pH-sensitive hydrogels of carboxymethyl chitosan for intestinal delivery of theophylline. *Isrn Pharmaceutics*, 2012.
- Li, X., Tabil, L. G., & Panigrahi, S. (2007). Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in Natural Fiber-Reinforced Composites: A Review. *Journal of Polymers and the Environment*, 15(1), 25-33. doi:10.1007/s10924-006-0042-3
- Lizardi-Mendoza, J., Monal, W. M. A., & Valencia, F. M. G. (2016). Chemical characteristics and functional properties of chitosan. In *Chitosan in the preservation of agricultural commodities* (pp. 3-31): Elsevier.
- Lohbauer, U. (2009). Dental glass ionomer cements as permanent filling materials?—properties, limitations and future trends. *Materials*, 3(1), 76-96.
- Lohbauer, U., Walker, J., Nikolaenko, S., Werner, J., Clare, A., Petschelt, A., & Greil, P. (2003). Reactive fibre reinforced glass ionomer cements. *Biomaterials*, 24(17), 2901-2907.
- Mallick, P. K. (2007). *Fiber-reinforced composites: materials, manufacturing, and design*: CRC press.

- Menezes-Silva, R., de Oliveira, B. M. B., Fernandes, P. H. M., Shimohara, L. Y., Pereira, F. V., Borges, A. F. S., . . . de Lima Navarro, M. F. (2019). Effects of the reinforced cellulose nanocrystals on glass-ionomer cements. *Dental Materials*, 35(4), 564-573.
- Miguel, S. P., Moreira, A. F., & Correia, I. J. (2019). Chitosan based-asymmetric membranes for wound healing: A review. *International journal of biological macromolecules*, 127, 460-475.
- Mobarak, N. N., & Abdullah, M. P. (2010). Synthesis and characterization of several lauryl chitosan derivatives. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*, 14(2), 82-99.
- Mount, G. J. (2001). *An atlas of glass-ionomer cements: a clinician's guide*: CRC Press.
- Mukherjee, S. (1980). Sol-gel processes in glass science and technology. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 42(1-3), 477-488.
- Muzzarelli, R. A., Ramos, V., Stanic, V., Dubini, B., Mattioli-Belmonte, M., Tosi, G., & Giardino, R. (1998). Osteogenesis promoted by calcium phosphate N, N-dicarboxymethyl chitosan. *Carbohydrate polymers*, 36(4), 267-276.
- Neel, E. A. A., & Young, A. M. (2017). Setting kinetics and mechanical properties of flax fibre reinforced glass ionomer restorative materials. *Journal of biomedical research*, 31(3), 264.
- Nomoto, R., Komoriyama, M., McCabe, J. F., & Hirano, S. (2004). Effect of mixing method on the porosity of encapsulated glass ionomer cement. *Dental Materials*, 20(10), 972-978.
- Petri, D. F., Donegá, J., Benassi, A. M., & Bocangel, J. A. (2007). Preliminary study on chitosan modified glass ionomer restoratives. *Dental Materials*, 23(8), 1004-1010.
- Prentice, L. H., Tyas, M. J., & Burrow, M. F. (2005). The effect of particle size distribution on an experimental glass-ionomer cement. *Dental Materials*, 21(6), 505-510.
- Qian, R. Q., & Glanville, R. W. (2005). Methods for purifying chitosan. In: Google Patents.
- Qin, Y., Hu, H., Luo, A., Wang, Y., Huang, X., & Song, P. (2006). Effect of carboxymethylation on the absorption and chelating properties of chitosan fibers. *Journal of applied polymer science*, 99(6), 3110-3115.

- Schubert, U. (2015). Chemistry and fundamentals of the sol-gel process. *The Sol-Gel Handbook*, 1-28.
- Senthil Kumar, R., Ravikumar, N., Kavitha, S., Mahalaxmi, S., Jayasree, R., Sampath Kumar, T. S., & Haneesh, M. (2017). Nanochitosan modified glass ionomer cement with enhanced mechanical properties and fluoride release. *International Journal of Biological Macromolecules*, 104, 1860-1865. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.05.120>
- Sidhu, S., & Nicholson, J. (2016). A review of glass-ionomer cements for clinical dentistry. *Journal of functional biomaterials*, 7(3), 16.
- Silva, R. M., Pereira, F. V., Mota, F. A., Watanabe, E., Soares, S. M., & Santos, M. H. (2016). Dental glass ionomer cement reinforced by cellulose microfibers and cellulose nanocrystals. *Materials Science and Engineering: C*, 58, 389-395.
- Takara, E. A., Marchese, J., & Ochoa, N. A. (2015). NaOH treatment of chitosan films: Impact on macromolecular structure and film properties. *Carbohydrate polymers*, 132, 25-30.
- Tanco, M., Viles, E., Ilzarbe, L., & Álvarez, M. J. (2007). *Manufacturing industries need Design of Experiments (DoE)*. Paper presented at the World Congress on Engineering.
- Teng, W., Long, T. J., Zhang, Q., Yao, K., Shen, T. T., & Ratner, B. D. (2014). A tough, precision-porous hydrogel scaffold: ophthalmologic applications. *Biomaterials*, 35(32), 8916-8926.
- Thongsri, O., Srisuwan, S., Thaitalay, P., Dangwiriyaikul, R., Aengchuan, P., Chanlek, N., . . . Rattanachan, S. T. (2021). Influence of Al₂O₃ and P₂O₅ contents in sol-gel ionomer glass system on the structure and their cement properties. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 98(3), 441-451.
- Torabinejad, M., Hong, C., McDonald, F., & Ford, T. P. (1995). Physical and chemical properties of a new root-end filling material. *Journal of endodontics*, 21(7), 349-353.
- Vila, C., Romero, J., Francisco, J., Garrote, G., & Parajó, J. (2011). Extracting value from Eucalyptus wood before kraft pulping: Effects of hemicelluloses solubilization on pulp properties. *Bioresource Technology*, 102(8), 5251-5254.

- William, D. C. (2001). *Fundamentals of Materials Science and Engineering: An interactive*: John Wiley & Sons.
- Wilson, A. D., & Kent, B. (1971). The glass-ionomer cement, a new translucent dental filling material. *Journal of Applied Chemistry and Biotechnology*, 21(11), 313-313.
- Wood, D., & Hill, R. (1991). Glass ceramic approach to controlling the properties of a glass-ionomer bone cement. *Biomaterials*, 12(2), 164-170.
- Woolford, M. (1994). Effect of radiant heat on the surface hardness of glass polyalkenoate (ionomer) cement. *Journal of dentistry*, 22(6), 360-363.
- Xu, X., & Burgess, J. O. (2003). Compressive strength, fluoride release and recharge of fluoride-releasing materials. *Biomaterials*, 24(14), 2451-2461.
- Younes, I., & Rinaudo, M. (2015). Chitin and chitosan preparation from marine sources. Structure, properties and applications. *Marine drugs*, 13(3), 1133-1174.
- Zhou, J., Xu, Q., Fan, C., Ren, H., Xu, S., Hu, F., . . . Ji, Q. (2019). Characteristics of chitosan-modified glass ionomer cement and their effects on the adhesion and proliferation of human gingival fibroblasts: an in vitro study. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 30(3), 1-11.



ภาคผนวก ก

การคำนวณสารเคมีสำหรับสังเคราะห์กลาสไอโอโนเมอร์ด้วยกระบวนการโซล-เจล

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ตัวอย่างการคำนวณ การสังเคราะห์กระจกใสไอโอโนเมอร์ด้วยกระบวนการโซล-เจล สูตร $4.5\text{SiO}_2-4\text{Al}_2\text{O}_3-0.45\text{P}_2\text{O}_5-2\text{CaO}-2\text{F}_2$ ที่มีอัตราส่วน น้ำ DI: EtOH: TEOS เป็น 50: 17: 6.5

หลังจากสังเคราะห์แล้วจะได้ผงกระจกใสไอโอโนเมอร์ประมาณ 6 กรัม

จากสูตรกระจกใสไอโอโนเมอร์ $4.5\text{SiO}_2-4\text{Al}_2\text{O}_3-0.45\text{P}_2\text{O}_5-2\text{CaO}-2\text{F}_2$

- การคำนวณหาปริมาณ Si และ F ที่ใช้ในสูตรแก้ว $4.5\text{SiO}_2-4\text{Al}_2\text{O}_3-0.45\text{P}_2\text{O}_5-2\text{CaO}-2\text{F}_2$ จาก Fluorosilicic acid (H_2SiF_6) ซึ่งมีความหนาแน่นเท่ากับ 1.22 g/cm^3 และน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 144.9 g/mol

H_2SiF_6 1 mol ให้อะตอมของ Si 1 โมลอะตอม และ F 6 โมลอะตอม

จากสูตรแก้ว ต้องการ F 4 โมลอะตอม จะต้องใช้ H_2SiF_6 จำนวน $\frac{4}{6} = 0.667 \text{ mol}$ หรือเท่ากับ $144.9 \text{ g/mol} \times 0.667 \text{ mol} = 96.60 \text{ g}$

คำนวณปริมาณสารที่ใช้ในการสังเคราะห์กระจกใสไอโอโนเมอร์ปริมาณ 6 กรัม โดยนำปริมาณสารที่ใช้จริงของ TEOS คูณด้วยปริมาณสารที่ได้ของ H_2SiF_6 และหารด้วยปริมาณที่ได้ของ TEOS $\rightarrow \frac{6.09 \times 96.60}{798.60} = 0.74 \text{ g}$

เนื่องจาก H_2SiF_6 อยู่ในรูปของของเหลวดังนั้นจะต้องเปลี่ยนจากกรัมให้เป็นมิลลิลิตร โดยนำ น้ำหนักหารด้วยความหนาแน่น $\rightarrow \frac{0.74}{1.22} = 0.60 \text{ ml}$

- การคำนวณหาปริมาณ Si ที่ใช้ในสูตรแก้ว $4.5\text{SiO}_2-4\text{Al}_2\text{O}_3-0.45\text{P}_2\text{O}_5-2\text{CaO}-2\text{F}_2$ จาก TEOS ($\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$) ซึ่งมีความหนาแน่นเท่ากับ 0.937 g/cm^3 และน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 208.33 g/mol

สาร TEOS 1 mol ให้อะตอมของ Si 1 โมลอะตอม

เนื่องจาก H_2SiF_6 มีอะตอมของ Si อยู่ ดังนั้นจึงต้องนำโมลอะตอมของ Si มาลบโมลของ $\text{H}_2\text{SiF}_6 \rightarrow 4.5 \text{ mol} - 0.667 \text{ mol} = 3.833 \text{ mol}$

ดังนั้น TEOS 3.833 โมล คิดเป็นมวล = น้ำหนักโมเลกุล x โมล \rightarrow $208.33 \text{ g/mol} \times 3.833 \text{ mol}$
 $= 798.60 \text{ g}$ ดังนั้นจะต้องใช้ TEOS 3.833 mol คิดเป็นมวล = น้ำหนักโมเลกุล x โมล \rightarrow 208.33
 $\text{g/mol} \times 3.833 \text{ mol} = 798.60 \text{ g}$

คำนวณปริมาณสารที่ใช้ในการสังเคราะห์กระจกไอโอโนเมอร์ปริมาณ 6 กรัม โดยจะต้องใช้ TEOS 6.5 ml ซึ่งคิดเป็นน้ำหนัก = ความหนาแน่น x ปริมาณของเหลวที่ใช้ \rightarrow $0.937 \times 6.5 = 6.09 \text{ g}$

- การคำนวณหาปริมาณ Al ที่ใช้ในสูตรแก้ว $4.5\text{SiO}_2\text{-}4\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}2\text{CaO-}2\text{F}_2$ จาก Aluminium nitrate (AlNO_3) ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 375.13 g/mol

สาร AlNO_3 ให้อะตอมของ Al 1 โมลอะตอม

เนื่องจากในการเตรียมกระจกไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ต้องการ Al_2O_3 ดังนั้นจะต้องใช้สารเป็น 2 เท่า เพื่อจะได้ Al_2O_3 จากสาร AlNO_3 ดังนั้น จะต้องใช้ AlNO_3 ทั้งหมด $4 \times 2 = 8 \text{ mol}$

ดังนั้น AlNO_3 8 โมล คิดเป็นมวล = น้ำหนักโมเลกุล x โมล \rightarrow $375.13 \times 8 \text{ mol} = 3001.04 \text{ g}$

คำนวณปริมาณสารที่ใช้ในการสังเคราะห์กระจกไอโอโนเมอร์ปริมาณ 6 กรัม โดยนำปริมาณสารที่ใช้จริงของ TEOS คูณด้วยปริมาณสารที่ได้ของ AlNO_3 และหารด้วยปริมาณที่ได้ของ TEOS \rightarrow

$$\frac{6.09 \times 3001.04}{798.60} = 22.89 \text{ g}$$

- การคำนวณหาปริมาณ P ที่ใช้ในสูตรแก้ว $4.5\text{SiO}_2\text{-}4\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}2\text{CaO-}2\text{F}_2$ จาก Triethyl phosphate (TEP) มีสูตรเคมี $\text{C}_6\text{H}_{13}\text{O}_4\text{P}$ ซึ่งมีความหนาแน่นของสาร TEP เท่ากับ 1.072 g/cm^3 มีน้ำหนักโมเลกุล เท่ากับ 182.15 g/mol

สาร TEP ให้อะตอมของ P 1 อะตอม

เนื่องจากในการเตรียมกระจกไอโอโนเมอร์ซีเมนต์ต้องการ P_2O_5 ดังนั้นจะต้องใช้สารเป็น 2 เท่า เพื่อจะได้ P_2O_5 จากสาร TEP ดังนั้นจะต้องใช้ TEP ทั้งหมด $0.45 \times 2 = 0.9 \text{ mol}$

ดังนั้น TEP 0.9 โมล คิดเป็นมวล = น้ำหนักโมเลกุล x โมล \rightarrow $182.15 \text{ g/mol} \times 0.9 \text{ mol} = 163.94 \text{ g}$

คำนวณปริมาณสารที่ใช้ในการสังเคราะห์กระจกใสไอโอโนเมอร์ปริมาณ 6 กรัม โดยนำปริมาณสารที่ใช้จริงของ TEOS คูณด้วยปริมาณสารที่ได้ของ H_2SiF_6 และหารด้วยปริมาณที่ได้ของ TEOS \rightarrow

$$\frac{6.09 \times 163.94}{798.60} = 1.25 \text{ g}$$

เนื่องจาก TEP อยู่ในรูปของของเหลว ดังนั้นจะต้องเปลี่ยนจากกรัมให้เป็นมิลลิลิตร โดยนำน้ำหนักหารด้วยความหนาแน่น $\rightarrow \frac{1.25}{1.072} = 1.17 \text{ ml}$

- การคำนวณหาปริมาณ Ca ที่ใช้ในสูตรแก้ว $4.5\text{SiO}_2-4\text{Al}_2\text{O}_3-0.45\text{P}_2\text{O}_5-2\text{CaO}-2\text{F}_2$ จาก Calcium nitrate ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$) มีสูตรเคมี $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุล เท่ากับ 236.75 g/mol

สาร $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ให้อะตอมของ Ca 1 อะตอม

ดังนั้น $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 2 mol คิดเป็นมวล = น้ำหนักโมเลกุล \times โมล $\rightarrow 236.75 \text{ g/mol} \times 2 \text{ mol} = 473.50 \text{ g}$

คำนวณปริมาณสารที่ใช้ในการสังเคราะห์กระจกใสไอโอโนเมอร์ปริมาณ 6 กรัม โดยนำปริมาณสารที่ใช้จริงของ TEOS คูณด้วยปริมาณสารที่ได้ของ AlNO_3 และหารด้วยปริมาณที่ได้ของ TEOS \rightarrow

$$\frac{6.09 \times 473.50}{798.60} = 3.61 \text{ g}$$

ตารางที่ 1 ปริมาณสารที่ใช้สังเคราะห์กระจกใสไอโอโนเมอร์

สารเคมี	ออกไซด์	ความหนาแน่น (g/ml)	mol	M.w. (g/mol)	น้ำหนักที่ใช้ (กรัม)	ปริมาณที่ใช้ (มิลลิลิตร)
Fluorosilicic acid	F_2	1.22	0.667	144.9	0.74	0.60
TEOS	SiO_2	0.937	3.833	208.33	6.09	6.5
Aluminium nitrate (AlNO_3)	Al_2O_3	-	4	375.13	22.89	-
TEP	P_2O_5	1.07	0.45	182.15	1.25	1.17
Calcium nitrate	CaO	-	2	236.75	3.61	-



รายชื่อบทความวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่ในระหว่างศึกษา

Dangviriyakul, Rawee, et al. “Enhancing the mechanical properties of the sol-gel glass ionomer cement by treated chitosan fiber reinforcement”. Suranaree Journal of Science and Technology, (2021).



ENHANCING THE MECHANICAL PROPERTIES OF THE SOL-GEL GLASS IONOMER CEMENT BY TREATED CHITOSAN FIBER REINFORCEMENT

Rawee Dangviriyakul, Oranich Thongsri, Paritat Thaitalay, Sawitri Srisuwan, and Sirirat Tubsungnoen Rattanachan^{*}

Received: January 31, 2021; Revised: March 04, 2021; Accepted: March 05, 2021

Abstract

Glass ionomer cement (GIC) is commonly used for a restorative dental material which has good physical, biological and mainly anti-carries properties. The sol-gel method is a candidate method for low temperature and controlling glass composition. In this study, the glass ionomer for $4.5\text{SiO}_2\text{-}4\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.45\text{P}_2\text{O}_5\text{-}2\text{CaO-}2\text{F}_2$ composition was synthesized by the sol-gel method and the treated chitosan fibers were added to reinforce the mechanical properties of the sol-gel GIC. The chitosan fibers were cut randomly with the average length of 1 mm and treated by acetic acid at concentrations of 0.3 M and 0.5 M. After treatment, chemical analysis of chitosan fibers was characterized by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) and the morphology of chitosan fiber was observed by scanning electron microscope (SEM). The sol-gel GIC was reinforced with chitosan fibers at the different amount of 0.1, 0.5, and 1 wt%. The compressive strength of GIC reinforced with 0.1 wt% treated chitosan fiber in 0.5 M acetic acid was significantly improved as compared to the GIC without reinforcement. The setting time of GIC was slightly decrease when increasing the fibers. This study successfully improved the compressive strength of the sol-gel GIC by reinforcing with 0.1 wt% chitosan fiber treated in 0.5 M acetic acid.

Keywords: Glass ionomer cement, sol-gel, treatment fiber, chitosan fiber, reinforcement

Introduction

Glass ionomer cement (GIC) is frequently used in restorative dentistry because of several advantage properties such as biocompatibility, the ability to adhere to bone and teeth and antimicrobial (Sidhu and Schmalz, 2001; Sidhu and Nicholson, 2016). GIC material is formed by the acid-based reaction of weak polymeric acid in aqueous solution and an ion-leachable glass powder (Lohbauer, 2010). Conventional GIC is prepared by the melt quenching method at high temperatures ranging from 1,200 to 1,600°C. In this process, fluorine is lost from the melt by volatilization resulting in variable composition between batches. Nowadays, the alternative sol-gel method became more interesting for synthesis of ionomer glass due to obtaining high homogeneous particle, lower

School of Ceramic Engineering, Institute of Engineering, Suranaree University of Technology, 111 University Avenue, Muang, Nakhon Ratchasima 30000, Thailand. E-mail: sirirat.b@g.sut.ac.th

^{*} Corresponding author

ประวัติผู้เขียน

นายรวี ตั้งวิริยะกุล เกิดเมื่อวันที่ 8 เดือนพฤศจิกายน พ.ศ. 2538 ณ จังหวัดอุบลราชธานี สำเร็จ การศึกษาระดับมัธยมศึกษาจากโรงเรียนเบ็ญจะมะมหาราช อำเภอเมือง จังหวัดอุบลราชธานี ในปี การศึกษา 2557 และเข้ารับการเข้ารับการศึกษาระดับอุดมศึกษา ณ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี จังหวัดนครราชสีมา จนสำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรีจาก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ สาขา วิชา วิศวกรรมเซรามิก มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ในปีการศึกษา 2560 ในระหว่างจบการศึกษาระดับ ปริญญาตรีได้รับทุนการศึกษาในระดับปริญญาโท จึงทำให้เกิดแรงจูงใจที่จะศึกษาต่อในระดับที่สูงขึ้น เพื่อ พัฒนาความรู้ความสามารถของตนเองให้มากขึ้น ในสำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ในปีการศึกษา 2560 จากประสบการณ์ที่ได้รับการศึกษาทำให้ผู้วิจัยได้ ความรู้มากมายและสามารถพัฒนาความรู้ที่ได้รับมาประยุกต์ใช้กับงานวิจัยได้เป็นอย่างดี

