บทที่ 3
ระเบียบและวิธีการศึกษา

ประเภทงานวิจัย : การวิจัยเชิงทดลอง (experimental research)

ลักษณะตัวอย่างที่ต้องการ (Inclusion criteria)

ชิ้นเซอร์โคเนียเซรามิกส์โรโบแคม (Robocam, Warszawa, Germany) จากห้องปฏิบัติการทางทันตกรรม ขนาด 15x15x2 มม. จำนวน120 ชิ้น แต่ละชิ้นงานจะยึดแท่งเรซินคอมโพสิต (resin composite) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 มม. สูง 2 มม. 2 จุด ด้วยเรซินซีเมนต์ 2 ชนิด (พานาเวียเอฟ สองจุดศูนย์, รีไลเอ็กซ์ยูร้อย) ร่วมกับการใช้เมทัลแอดฮีซีฟไพรเมอร์ เรียงตามแนวเส้นทแยงมุมห่างกัน 3 มม. ดังรูปที่ 8 จะได้จำนวนชิ้นงานทดสอบ 240 ชิ้นงาน (n=240)

รูป 8 ลักษณะการยึดติดของเรซินซีเมนต์กับเซรามิกส์

ขั้นตอนการศึกษา

ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงาน

1. นำชิ้นเซรามิกส์ขนาด15x15x2 มม.ที่ได้จากห้องปฏิบัติการทางทันตกรรม ฝังในกระบอกโลหะ (aluminium ring) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 20 มม. สูง 10 มม. ยึดด้วยอะคริลิกชนิดบ่มตัวด้วยตัวเอง (self-curing acrylic resin)

2. เมื่ออะคริลิกแข็งตัวเต็มที่ (24 ชั่วโมง) ขัดผิวให้ได้ระนาบด้วยกระดาษทรายน้ำเบอร์ 200 400 และ 600 ตามลำดับ ด้วยเครื่องขัดดังรูปที่ 9 โดยควบคุมระยะเวลาในการขัดกระดาษทรายน้ำแต่ละเบอร์ให้เท่ากันทุกชิ้นงาน จากนั้นนำชิ้นงานไปเป่าทรายด้วยผงอลูมินัมออกไซด์ (Al_2O_3) ขนาด 50 ไมโครเมตร เป็นเวลา 20 วินาที ที่ระยะ 10 มม.ภายใต้ความดัน 3.8 บาร์ (Bar)[19] นำไปทำความสะอาดพื้นผิวในเครื่องอัลตร้าโซนิก (ultrasonic) เป็นเวลา 10 นาที ได้ชิ้นตัวอย่างเซอร์โคเนียเซรามิกส์ทั้งหมด 120 ชิ้น นำไปตรวจสอบพื้นผิวด้วยกล้องสเตอริโอไมโครสโคป เพื่อให้ได้ตำแหน่งติดแท่งเรซินคอมโพสิตที่มีความเรียบใกล้เคียงกัน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

รูป 9 เครื่องขัดกระดาษทราย

3. สร้างแท่งเรซินคอมโพสิตทรงกระบอกจำนวน 240 ชิ้น ด้วยเรซินคอมโพสิตชนิดฟิลเทกซ์แซดสองห้าศูนย์ (Filtek™ Z250, 3M ESPE, Germany) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 มม. สูง 2 มม. โดยใช้แบบหล่อโลหะไร้สนิม (stainless steel mold) ฐานเป็นแผ่นเรียบเป็นตัวช่วยในการสร้างชิ้นงานดังรูปที่ 10 โดยกดอัดเรซินคอมโพสิตลงไปในแบบหล่อให้แน่น ฉายแสงทีละชั้น ชั้นละ 1 มม. ด้านบนใช้กระจกอัดปิดให้หน้าตัดเรียบก่อนฉายแสง คัดแท่งเรซินคอมโพสิตที่หน้าตัดมีฟองอากาศออก

รูป 10 แบบหล่อโลหะไร้สนิม

4. แบ่งกลุ่มการทดลองชิ้นเซรามิกส์ออกตามการเตรียมพื้นผิวเป็น 3 กลุ่ม กลุ่มละ 40 ชิ้นดังนี้

กลุ่มที่ 1 กลุ่มควบคุม (control) ไม่มีการเตรียมพื้นผิวใดๆ(NT)

กลุ่มที่ 2 เตรียมพื้นผิวด้วยการทาเมทัลแอคฮีซีฟไพรเมอร์ชนิดอัลลอยด์ไพรเมอร์(AP)

กลุ่มที่ 3 เตรียมพื้นผิวด้วยการทาเมทัลแอคฮีซีฟไพรเมอร์ชนิดเมทัลเซอร์โคเนียไพรเมอร์(MZ)

ส่วนประกอบของเมทัลแอคฮีซีฟไพรเมอร์และเรซินซีเมนต์ที่ใช้มีรายละเอียดอยู่ดังตารางที่ 2 และวิธีการใช้เมทัลแอคฮีซีฟไพรเมอร์เพื่อเตรียมพื้นผิวเซรามิกส์มีขั้นตอนดังแสดงในตารางที่ 3

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตาราง 2 แสดงชื่อทางการค้า ส่วนประกอบ และบริษัทผู้ผลิตของเมทัลแอดฮีซีฟไพรเมอร์และเรซินซีเมนต์

Brand name	Composition	Batch numbers	Manufacturer
ALLOY PRIMER®	6-(4-vinylbenzyl-n-propyl)amino-1,3,5-triazine-2,4-dithiol-dithione tautomer (VTD) and 10-methacryloxydecyl dihygrogen phosphate (MDP) in acetone	00494A	Kuraray Medical, Inc.,Osaka, Japan
Metal/Zirconia Primer®	Mixture of dimethacrylate, solvents, phosphonic acid acrylate, initiator and stabilizer	L23821	Ivoclar Vivadent, Liechtenstein
Panavia F® 2.0	10- methacryloxydecyl dihygrogen phosphate (MDP) **Paste A**: BPEDMA/MDP/DMA **Paste B**: Al-Ba-B-Si glass/silica containing composite	51317	Kuraray Medical, Inc.,Osaka, Japan
Rely X™ U 100	**Base paste (white):** Methacrylate monomers containing phosphoric acid groups Methacrylate monomers Silanated fillers Initiator components Stabilizers	343485	3M ESPE, St. Paul, USA

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตาราง 2 (ต่อ) แสดงชื่อทางการค้า ส่วนประกอบ และบริษัทผู้ผลิตของเมทัลแอดฮีซีฟไพรเมอร์และเรซินซีเมนต์

Brand name	Composition	Batch numbers	Manufacturer
Rely X™ U 100	**Catalyst paste (yellow):** Methacrylate monomers Alkaline (basic) fillers Silanated fillers Initiator components Stabilizers Pigments	343485	3M ESPE, St. Paul, USA

ตาราง 3 แสดงขั้นตอนการเตรียมพื้นผิวเซอร์โคเนียเซรามิกส์ด้วยเมทัลแอดฮีซีฟไพรเมอร์ตามที่บริษัทแนะนำ

ALLOY PRIMER®
- Apply in thin coat. - Dry with gentle air flow. - Allow to react for 5 seconds.
Metal/Zirconia Primer®
- Apply a single layer. - Dry with gentle air flow. - Allow to react for 180 seconds.

5. แต่ละกลุ่มแบ่งออกเป็นกลุ่มย่อยอีก 2 กลุ่ม กลุ่มละ 20 ชิ้นตามชนิดของเรซินซีเมนต์ที่ใช้ยึดแท่งเรซินคอมโพสิต ได้แก่ รีไลเอกซ์ยูร้อยซึ่งเป็นเรซินซีเมนต์ระบบเซลฟ์แอดฮีซีฟเรซินซีเมนต์และพานาเวียเอฟสองจุดศูนย์ ซึ่งเป็นเรซินซีเมนต์ระบบเซลฟ์เอชโดยมีส่วนประกอบของซีเมนต์ดังแสดงในตารางที่ 2

ขั้นตอนการยึดชิ้นงานด้วยเรซินซีเมนต์

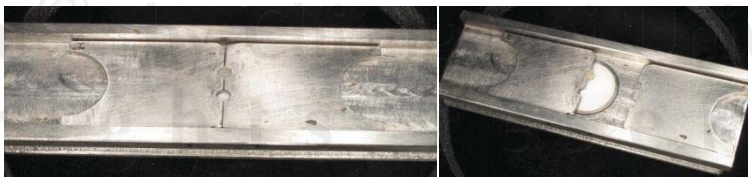
1. นำแท่งคอมโพสิตที่เตรียมไว้ยึดติดบนแผ่นเซรามิกส์ด้วยเรซินซีเมนต์ตามกลุ่มที่แบ่งไว้ โดยยึดแท่งคอมโพสิต 2 ชิ้นต่อเซรามิกส์ 1 แผ่น โดยวางเรียงตามแนวเส้นทะแยงมุมของแผ่นเซรามิกส์ที่ได้ วางแผ่นพลาสติกสุญญากาศที่ทำการเจาะรูขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3.0 มม. 2 รู ห่างกัน 3 มม. ลงบนเซรามิกส์เพื่อป้องกันเรซินซีเมนต์ไหลออกไปทางด้านข้างและมีแบบหล่อโลหะเป็นแนว

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ในการวางแท่งเรซินคอมโพสิตให้ได้ตั้งฉากกับพื้นผิวเซอร์โคเนียเซรามิกส์ดังรูปที่ 11 ก. และ ข. ผสมซีเมนต์ตามคำแนะนำของบริษัทดังตารางที่ 4 และใช้ไดแคลแคริเออร์ (dycal carrier) นำซีเมนต์ที่ผสมได้ทาบนแท่งเรซินคอมโพสิต แล้วนำไปวางเชื่อมยึดบนแผ่นเซรามิกส์ตามตำแหน่งที่เตรียมไว้ โดยมีน้ำหนักกดที่แท่งเรซินคอมโพสิตโดยใช้เครื่องเซอร์เวย์ (surveyor, Nayler, USA) ที่มีตุ้มน้ำหนัก 50 นิวตัน (N) ด้านบน ดังรูปที่ 12 ก. เพื่อควบคุมให้ความหนาของเรซินซีเมนต์แต่ละชิ้นเท่ากัน ได้ชิ้นทดสอบที่ยึดติดด้วยเรซินซีเมนต์ทั้งหมด 240 ชิ้นบนชิ้นเซรามิกส์ 120 ชิ้น แยกเป็นทั้งหมด 6 กลุ่ม กลุ่มละ 40 ชิ้นทดสอบ

ตารางที่ 4 แสดงขั้นตอนการผสมเรซินซีเมนต์ตามที่บริษัทแนะนำ

Panavia F® 2.0
- Mix equal amounts of base and catalyst (1 turn from reference line) for 20 seconds, apply the cement on the specimen . - Light-cure the cement for 20 seconds from each direction. (Bluephase® LED curing light) - Apply polyethyleneglycol/glycerin gel around the margins of the cement-zirconia ceramics interface to prevent oxygen inhibition (Oxyguard II, Kuraray Medical Inc., Osaka, Japan) - Further light-polymerized for another 20 seconds. - After three minutes, the glycerin gel was rinsed off thoroughly.
Rely X™ U100
- Mix equal amount of paste A and B (1 click), apply the cement on the specimen. - Light-cure the cement for 20 seconds from each direction. (Bluephase® LED curing light)



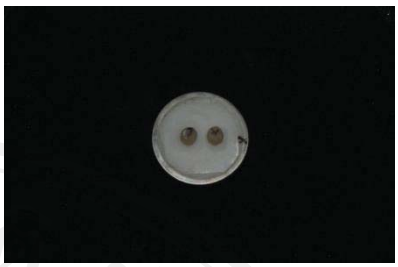
11 ก. 11 ข.

รูป 11 ลักษณะแบบหล่อโลหะที่เป็นแนวนำการวางแท่งเรซินคอมโพสิต

ก. แสดงแบบหล่อโลหะและแท่งเรซินคอมโพสิต

ข. แสดงลักษณะแท่งเรซินคอมโพสิตที่วางตามแนวนำของแบบหล่อโลหะ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



12 ก. 12 ข.

รูป 12 การเตรียมชิ้นงานเซรามิกส์ในสเตนเลสสตีลโมลเพื่อยึดกับเรซินซีเมนต์
ก. แสดงลักษณะการมีน้ำหนักกดที่แท่งเรซินคอมโพสิตขณะยึดติดด้วยเรซินซีเมนต์
ข. แสดงลักษณะชิ้นงานที่ยึดแท่งเรซินคอมโพสิตด้วยเรซินซีเมนต์เรียบร้อยแล้ว

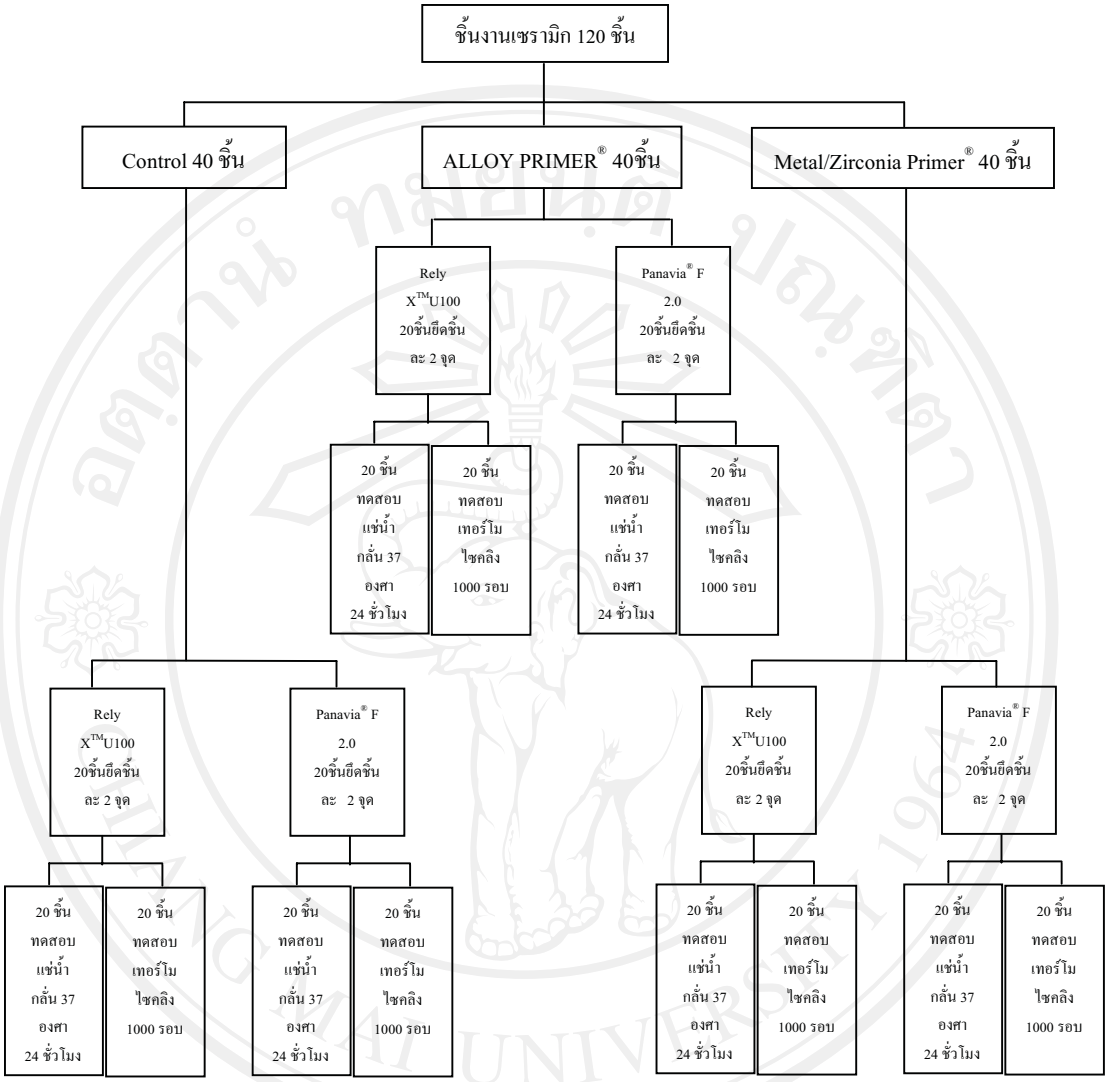
2. ยึดแท่งเรซินคอมโพสิตด้วยเรซินซีเมนต์แต่ละชิ้นแล้วฉายแสงด้วยเครื่องฉายแสงบลูเฟส (Bluephase, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein) ด้านละ 20 วินาที ได้ลักษณะของชิ้นงานที่จะนำไปทดสอบค่ากำลังแรงยึดเฉือน ดังรูปที่ 12 ข.

3. แบ่งชิ้นงานเซรามิกส์ทั้ง 6 กลุ่มแต่ละกลุ่มออกเป็น 2 กลุ่มย่อย กลุ่มละ 10 ชิ้นงาน (20 ชิ้นทดสอบ) กลุ่มแรกนำไปแช่ในน้ำกลั่นอุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมงก่อนนำไปทดสอบค่ากำลังแรงยึดเฉือนดังรูปที่ 13 ก. กลุ่มที่ 2 นำไปเข้าเครื่องเทอร์โมไซคลิงจำนวน 1000 รอบที่น้ำอุณหภูมิ 5 และ 55 องศาเซลเซียสดังรูปที่ 13 ข. ดังนั้นมีกลุ่มทดสอบทั้งหมด 12 กลุ่ม ดังแผนภาพรูปที่ 14 โดยแต่ละกลุ่มมีจำนวนชิ้นทดสอบที่ยึดติดด้วยเรซินซีเมนต์กลุ่มละ 20 ชิ้นทดสอบ (n=20)

13 ก. 13 ข.

รูป 13 ก. ตู้อบอุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส
13 ข. เครื่องเทอร์โมไซคลิง

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

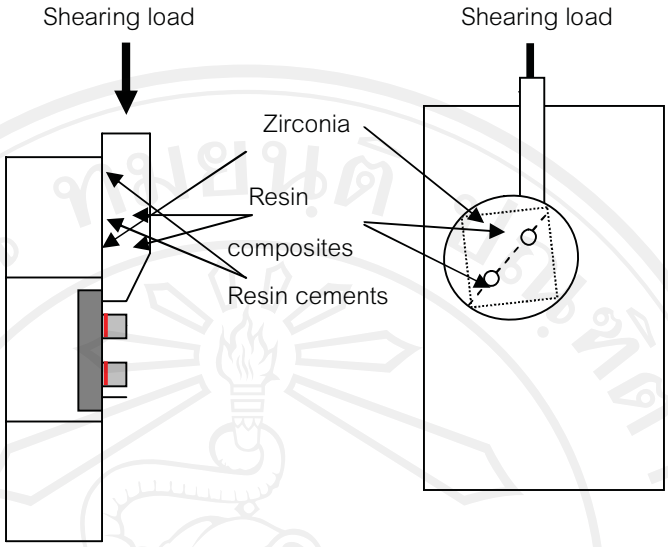


รูป 14 แผนผังการแบ่งกลุ่มชิ้นงานเซรามิกส์ตามชนิดการเตรียมพื้นผิวและชนิดเรซินซีเมนต์

ขั้นตอนการทดสอบค่ากำลังแรงยึดเฉือน

1. นำชิ้นงานไปทดสอบค่ากำลังแรงยึดเฉือนด้วยเครื่องทดสอบสากลชนิดอินสตรอน (Instron® Universal Testing Machine, Instron 5560 Series,U.S.A) หัวกดด้วยแรง 50 นิวตัน โดยความเร็วของหัวกดเท่ากับ 0.5 มม./นาที โดยวางชิ้นงานให้หัวกดชิ้นทดสอบทีละชิ้นในตำแหน่งดังรูปที่ 15 บันทึกค่ากำลังแรงยึดเฉือนที่ทำให้เรซินซีเมนต์หลุดออกจากเซรามิกส์เป็นหน่วยเมกกะปาสคาล (Newton/mm^2 = MPa)

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูป 15 การทดสอบแรงเฉือนโดยใช้เครื่องทดสอบสากล

นอกจากการทดสอบค่ากำลังแรงยึดเฉือนของเรซินซีเมนต์แต่ละชนิด นำชิ้นทดสอบที่ผ่านการกดแรงเฉือนไปส่องด้วยกล้องสเตอริโอไมโครสโคป (stereomicroscope, Olympus, UK) เพื่อตรวจดูลักษณะการหลุดของเรซินซีเมนต์กับพื้นผิวเซอร์โคเนียเซรามิกส์ ว่าเป็นแบบแอดฮีซีฟ (adhesive failure) โคฮีซีฟ(cohesive failure) หรือรวมกันทั้งสองแบบ (mixed failure) และทำการศึกษาลักษณะพื้นผิวของเซอร์โคเนียเซรามิกส์ที่เตรียมพื้นผิวแบบต่างๆ หลังจากเรซินซีเมนต์หลุดออกจากเซรามิกส์ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็คตรอนแบบส่องกราด (Scaning Electron Microscope:SEM)

<u>ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานเพื่อตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศ์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด</u>

1. สุ่มเลือกตัวอย่างชิ้นงานจากแต่ละกลุ่มหลังการทดสอบกำลังแรงยึดเฉือนมากลุ่มละ 1 ชิ้น ชิ้นงานเซอร์โคเนียเซรามิกส์ที่ไม่ได้เตรียมพื้นผิวใด ๆ 1 ชิ้นและชิ้นงานเซอร์โคเนียเซรามิกส์ที่ขัดกระดาษทรายเบอร์ 600 และเป่าทราย 1 ชิ้น

2. นำไปเคลือบทอง (gold sputter coated) ด้วยเครื่องเคลือบทอง (SPI-Module™ Sputter coater, SPI Supplies, USA) ที่ความดัน $1x10^{-2}$ ATM ดังรูปที่ 16

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

รูป 16 เครื่องเคลือบทอง

3. จากนั้นนำเข้าเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (JEOL JSM-5910LV SEM, Tokyo, Japan) ดังรูปที่ 17 บันทึกภาพบนพื้นผิวเซอร์โคเนียเซรามิกส์ที่นำมาตรวจสอบรวม 14 ชิ้น

รูป 17 เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

การวัดและประเมินผล

นำค่ากำลังแรงยึดเฉือนที่ได้มาวิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติ ด้วยการจำแนกความแปรปรวนแบบสามทาง(Three-Way ANOVA) ที่ระดับความเชื่อมั่น 99 % ($P<0.01$) เพื่อเปรียบเทียบค่ากำลังแรงยึดเฉือนระหว่างเรซินซีเมนต์ระบบเซลฟ์แอดฮีซีฟเรซินซีเมนต์และเรซินซีเมนต์ที่ใช้ร่วมกับสารยึดติดระบบเซลฟ์เอชกับเซอร์โคเนียเซรามิกส์ที่ปรับสภาพพื้นผิวโดยใช้เมทัลแอดฮีซีฟไพรเมอร์ที่แตกต่างกัน 2 ชนิด หลังแช่น้ำ 24 ชั่วโมงและหลังขบวนการเทอร์โมไซคลิงว่ามีความแตกต่างกันหรือไม่ เปรียบเทียบความแตกต่างของค่าเฉลี่ยระหว่างกลุ่ม (Multiple comparisons) ด้วยการเปรียบเทียบเชิงซ้อนชนิดทูกี้ (Tukey Multiple Comparison Test)

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved