

ผลของการเตรียมพื้นผิวต่อความแข็งแรงยึดเหนี่ยวระดับจุลภาค ของเรซินซีเมนต์กับไฮดรอกซีอะพาไทต์เซรามิก เจือด้วยแคลเซียมเซอร์โคเนต

Effect of Surface Treatments on Micro-shear Bond Strength of Resin Cement to Hydroxyapatite Ceramic Doped with Calcium Zirconate

ธารินทร์ เพียงสุข¹, อีระพงษ์ ม้ามณี¹, ศิริพงษ์ ศิริมงคลวัฒน์¹, นพวงศ์ ลือวิฑูรเวชกิจ¹
¹ภาควิชาทันตกรรมบูรณะและปริทันตวิทยา คณะทันตแพทยศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Tarin Piangsuk¹, Teerapong Mamanee¹, Siripong Sirimongkolwattana¹, Nopawong Luewitunwetchakit¹
¹Department of Restorative Dentistry and Periodontology, Faculty of Dentistry, Chiang Mai University

ชม. ทันตสาร 2561; 39(3) : 71-80
CM Dent J 2018; 39(3) : 71-80

Received : March 2, 2018
Revised : June 1, 2018
Accepted : June 18, 2018

บทคัดย่อ

วัตถุประสงค์เพื่อศึกษาค่าความแข็งแรงยึดเหนี่ยวระดับจุลภาคของเรซินซีเมนต์ชนิดมัลติลิงค์เอ็น และไฮดรอกซีอะพาไทต์เซรามิกเจือด้วยแคลเซียมเซอร์โคเนต หลังการเตรียมพื้นผิวด้วยวิธีต่าง ๆ สร้างชิ้นงานเซรามิก รูปร่างทรงกระบอกจำนวน 32 ชิ้น ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร สูง 4 มิลลิเมตร นำไปฝังในท่อโลหะและขัดเรียบ แบ่งชิ้นงานเป็น 8 กลุ่มโดยการสุ่ม ตามการเตรียมพื้นผิวที่แตกต่างกัน ยึดเรซินซีเมนต์ชนิดมัลติลิงค์เอ็นกับชิ้นงาน โดยฉีดเข้าไปในท่อพอลิเอทิลีนเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.8 มิลลิเมตร และสูง 0.5 มิลลิเมตร จำนวน 4 แห่งต่อ 1 ชิ้น

Abstract

The purpose of this study was to evaluate the micro-shear bond strength between Multilink[®] N resin cement and hydroxyapatite doped with calcium zirconate ceramic after different methods of surface treatment. Thirty-two cylindrical shaped ceramic specimens, 10 millimeters in diameter and 4 millimeters in height, were embedded into metal mold and polished. The specimens were randomly divided into eight groups and received different surface treatment methods. Multilink[®] N resin cement was

Corresponding Author:

อีระพงษ์ ม้ามณี

อาจารย์ ทันตแพทย์ ดร. ภาควิชาทันตกรรมบูรณะและปริทันตวิทยา
คณะทันตแพทยศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Teerapong Mamanee

Lecturer Dr., Department of Restorative Dentistry
and Periodontology, Faculty of Dentistry, Chiang Mai University,
Chiang Mai, 50200, Thailand
E-mail: teerapong.m@cmu.ac.th

งานรวมมีแท่งเรซินซีเมนต์ 16 แท่งต่อ 1 กลุ่ม (n=16) แข็งขึ้นทดสอบในน้ำกลั่นอุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นทดสอบค่าความแข็งแรงยึดเหนี่ยวระดับจุลภาค และดูลักษณะการแตกหักด้วย กล้องจุลทรรศน์ใช้แสงแบบสเตอริโอ ผลการศึกษาพบว่า ค่าความแข็งแรงยึดเหนี่ยวระดับจุลภาคของกลุ่มที่เตรียม พื้นผิวด้วยกรดฟอสฟอริกความเข้มข้นร้อยละ 37 ร่วมกับ ซีสดีเอ็นโอเพคไพร์เมอร์ (17.78±2.42 MPa) และกรด ฟอสฟอริกความเข้มข้นร้อยละ 37 (17.52±1.16 MPa) ให้ค่าความแข็งแรงยึดติดสูงสุด การใช้โคเจ็ทร่วมกับไฮเลน (15.21±3.33 MPa) การเป่าทรายร่วมกับซีสดีเอ็นโอเพค ไพร์เมอร์ (14.29±2.22 MPa) การเป่าทราย (6.85±1.12 MPa) และการใช้ซีสดีเอ็นโอเพคไพร์เมอร์ (5.71±2.00 MPa) ให้ค่าความแข็งแรงยึดติดมากกว่ากลุ่มที่ไม่ได้เตรียม พื้นผิวอย่างมีนัยสำคัญ ($p<0.05$) การเตรียมพื้นผิวด้วยกรด ไฮโดรฟลูออริกร้อยละ 5 (4.97±0.84 MPa) ให้ค่า ความแข็งแรงยึดติดไม่ต่างจากกลุ่มที่ไม่ได้เตรียมพื้นผิว (0.39±0.15 MPa)

คำสำคัญ: ไฮดรอกซีอะพาไทต์ชนิดเจือด้วยแคลเซียม เซอร์โคเนต การเตรียมพื้นผิว ความแข็งแรงยึดเหนี่ยวระดับ จุลภาค

then cemented on to each specimen by injecting the cement into polyethylene tubes that were 0.8 millimeter in diameter and 0.5 millimeter in height. There were four resin cements fixed on each specimen and each group had 16 specimens (n=16). All specimens were stored in distilled water at 37°C for 24 hours. The micro-shear bond strength test was performed. The mode of failure was inspected under stereomicroscope. The results showed that the highest micro-shear bond strength was found in 37% phosphoric acid etching then conditioning with Cesead N Opaque primer group (17.78±2.42 MPa) and 37% phosphoric acid etching group (17.52±1.16 MPa). Cojet™ with silane application (15.21±3.33 MPa), sandblasting with Cesead N Opaque Primer conditioning (14.29±2.22 MPa), sandblasting (6.85±1.12 MPa), and Cesead N Opaque Primer conditioning (5.71±2.00 MPa) significantly improved bond strength compared to no treatment group ($p<0.05$). However, surface treatment with 5% hydrofluoric acid showed similar bond strength (4.97±0.84 MPa) to no treatment group (0.39±0.15 MPa)

Keywords: hydroxyapatite doped with calcium zirconate, surface treatment, micro-shear bond strength

บทนำ

การบูรณะฟันด้วยชิ้นงานเซรามิกล้วน (all-ceramic restorations) เป็นทางเลือกหนึ่งในการบูรณะฟันที่สูญเสีย โครงสร้างปริมาณมาก เนื่องจากมีความสวยงามและเข้ากับ เนื้อเยื่อได้ดี (good biocompatibility) มีข้อด้อยคือ แตก หรือบิ่นง่าย จึงมีการพัฒนาคุณสมบัติเชิงกลของเซรามิกทาง ทันตกรรม (dental ceramics) ให้ดีขึ้น เซรามิกหลายชนิด

ถูกพัฒนาขึ้น⁽¹⁾ เช่น เซอร์โคเนีย (zirconia) ลิเทียมไดซิลิเกต (lithium disilicate) และ ไฮดรอกซีอะพาไทต์เซรามิก (hydroxyapatite ceramic)⁽²⁾

ไฮดรอกซีอะพาไทต์เซรามิกถูกสังเคราะห์ใช้ในการ แพทย์และทันตกรรม เนื่องจากมีส่วนประกอบหลัก คล้ายกับกระดูกและฟัน มีคุณสมบัติส่งเสริมให้กระดูก เชื่อมประสาน (osseointegration) ชักนำให้เกิดการสร้างกระดูก

(osteoconduction)⁽³⁻⁵⁾ และมีความแข็งผิวใกล้เคียงกับเคลือบฟัน นิยมใช้เคลือบผิวรากเทียม⁽⁶⁾ ปลุกกระดูก (bone graft)⁽⁷⁾ แต่ไม่นิยมใช้บูรณะฟันโดยตรง ในอดีตมีการผลิตวัสดุครอบฟันจากไฮดรอกซีอะพาไทต์เซรามิกชื่อ เซราเพิร์ล (Ceraparl, Kyocera, Japan) แต่มีข้อด้อยคือ ค่ากำลังตัดขวางต่ำ แรกหักง่าย⁽⁸⁾ จึงมีการพัฒนาปรับปรุงคุณสมบัติวัสดุด้วยการเจือ (doping) คือการผสมโมเลกุลของวัสดุ 2 ชนิด เช่น พอลิเมอร์ (polymer) ชีวโมเลกุล (biomolecule) โลหะ^(9,10) และเซรามิก⁽¹¹⁾ เข้าด้วยกัน เพื่อเพิ่มความแข็งแรงของวัสดุให้ดีขึ้น หรือช่วยคงสภาพผลึกของวัสดุ ตัวอย่างที่พบการใช้การเจือในทางทันตกรรมคือ เซอร์โคเนียที่ถูกเจือด้วยอิตเทรียมออกไซด์ (yttrium oxide)⁽¹²⁾ การเจือสามารถทำได้หลายลักษณะเช่นการรีดิวซ์ (reduce) โมเลกุลโลหะไอออนบวก (cation) โดยมีโมเลกุลของสารเจืออยู่ในเมื่อโลหะตกตะกอนโดยกักโมเลกุลของสารเจือไว้ในผลึก (entrapment)⁽⁹⁾ หรือวิธีผสมผงของวัสดุเข้าด้วยกันแล้วนำไปเผาผนึก (sinter) ให้สารเจืออยู่ตามขอบเกรน (grain boundary)⁽¹³⁾

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติร่วมกับภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ และภาควิชาทันตกรรมบูรณะและปริทันตวิทยา คณะทันตแพทยศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ได้มีการพัฒนาและสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์เซรามิกชนิดพัฒนาขึ้นใหม่ให้มีความแข็งแรงขึ้น โดยนำผงไฮดรอกซีอะพาไทต์รูปร่างขนาด 20x50 นาโนเมตรผสมกับผงแคลเซียมเซอร์โคเนต (calcium zirconate: CaZrO₃) รูปร่างทรงกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอนุภาค 120-150 นาโนเมตร ร้อยละ 0.2 โดยโมล เจือลงในเนื้อไฮดรอกซีอะพาไทต์ นำมาขึ้นรูปก่อนเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1,300 องศาเซลเซียส พบว่าเซรามิก ชนิดนี้มีค่ากำลังตัดขวาง (flexural strength) 78.55 เมกะปาสคาล (megapascal; MPa) และมีค่าความแข็งของ วิคเกอร์ (Vicker's hardness) ที่ 2.3±0.09 กิกะปาสคาล (gigapascal; GPa) ใกล้เคียงกับฟันกรามของมนุษย์⁽¹³⁾

ขั้นตอนสำคัญในการบูรณะฟันด้วยงานฟันเทียมติดแน่นคือการยึดชิ้นงานบูรณะเซรามิกกับฟัน นิยมใช้เรซินซีเมนต์เนื่องจากมีกลสมบัติดี และให้การยึดติดดีในระยะยาว⁽¹⁴⁾ ก่อนการยึดชิ้นงานบูรณะจำเป็นต้องเตรียมพื้นผิวเซรามิก

เพื่อเพิ่มแรงยึดติดเชิงกลและเชิงเคมี การเตรียมพื้นผิวเชิงกลเป็นการเพิ่มความขรุขระบนพื้นผิวเพื่อให้มีพื้นที่การยึดติดเพิ่มขึ้น เช่น การใช้กรดไฮโดรฟลูออริก (hydrofluoric acid) กัดผิวเซรามิกชนิดลิเทียมไดซิลิเกต (lithium disilicate)⁽¹⁵⁾ การเป่าทราย (sandblast) บนผิวเซอร์โคเนีย (zirconia) และการเตรียมพื้นผิวเชิงเคมี ร่วมกับการทามอนอเมอร์ทำงาน (functional monomer) เท็นเอ็มดีพี (10-MDP) ก่อนการยึดติดด้วยเรซินซีเมนต์⁽¹⁶⁾ เป็นต้น การเตรียมพื้นผิวเชิงกลของไฮดรอกซีอะพาไทต์ ด้วยกรดฟอสฟอริกความเข้มข้นร้อยละ 37 พบว่าการใช้มอนอเมอร์ทำงานเท็นเอ็มดีพี (10-MDP; 10-methacryloyloxydecyl-dihydrogenphosphate) ที่พบในไพรเมอร์ชนิดซีสดีเอ็นโอเพคไพรเมอร์ (Cesad N Opaque Primer, Kuraray Noritake Dental, Japan) และอัลลอยไพรเมอร์ (Alloy Primer, Kuraray Noritake Dental, Japan) สามารถเกิดการยึดติดทางเคมี (chemical bond) กับไฮดรอกซีอะพาไทต์ได้ อย่างไรก็ตามการเจือไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยแคลเซียมเซอร์โคเนต อาจทำให้คุณสมบัติเปลี่ยนและมีผลต่อการเตรียมพื้นผิว ซึ่งยังไม่มีการศึกษาในไฮดรอกซีอะพาไทต์ชนิดนี้ เป็นที่มาของงานวิจัยนี้ที่ต้องการทดสอบค่าความแข็งแรงยึดเหนี่ยวระดับจุลภาคของไฮดรอกซีอะพาไทต์เซรามิกเจือด้วยแคลเซียมเซอร์โคเนตกับเรซินซีเมนต์ชนิดมัลติลิงค์เอ็น (Multilink[®] N, Ivoclar Vivadent, Lichtenstein) หลังการเตรียมพื้นผิวด้วยวิธีการต่าง ๆ โดยมีสมมติฐานงานวิจัยว่าการเตรียมพื้นผิวด้วยวิธีการต่าง ๆ ไม่มีผลต่อค่ากำลังยึดเหนี่ยวระดับจุลภากระหว่างชิ้นงานไฮดรอกซีอะพาไทต์เซรามิกเจือด้วยแคลเซียมเซอร์โคเนตกับเรซินซีเมนต์ชนิดมัลติลิงค์เอ็น

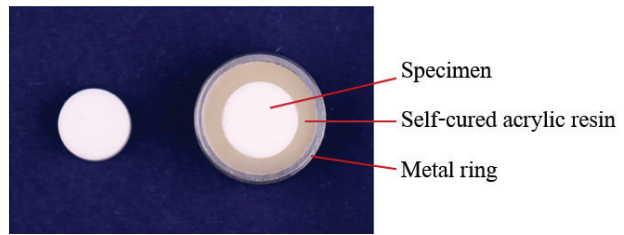
วัสดุอุปกรณ์และวิธีการ

1. ขั้นตอนเตรียมชิ้นงานไฮดรอกซีอะพาไทต์เซรามิกเจือด้วยแคลเซียมเซอร์โคเนต

ขึ้นทดสอบไฮดรอกซีอะพาไทต์เซรามิกเจือด้วยแคลเซียมเซอร์โคเนต ร้อยละ 0.2 โดยโมล ขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดแกนเดียวไฮดรอลิกก่อนเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1,300 องศาเซลเซียส เป็นรูปทรงกระบอกเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร สูง 4 มิลลิเมตร จำนวน 32 ชิ้น (รูปที่ 1)

2. ขั้นตอนการเตรียมพื้นผิวชิ้นงานเซรามิก

นำแท่งเซรามิกไปฝังบริเวณศูนย์กลางท่อโลหะขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 20 มิลลิเมตร สูง 10 มิลลิเมตร ยึดชิ้นงานด้วยอะคริลิกเรซินบ่มเองชนิดเทมพรอน (Tempron, GC, Japan) จากนั้นขัดชิ้นงานให้เรียบและมีระนาบเดียวกับอะคริลิกเรซินด้วยกระดาษทรายความละเอียด 800 1200 1500 และ 2000 กริต (grit) ร่วมกับน้ำนาน 1 นาที ทำความสะอาดชิ้นงานด้วยเครื่องทำความสะอาดอัลตราโซนิค (ultrasonic cleaner) ร่วมกับน้ำกลั่น นาน 10 นาที และเป่าแห้ง แบ่งชิ้นงานด้วยการสุ่มเป็น 8 กลุ่ม กลุ่มละ 4 ชิ้น ตามวัสดุที่ใช้ (ตารางที่ 1) และวิธีการเตรียมพื้นผิวเซรามิก 8 วิธี (ตารางที่ 2)



รูปที่ 1 แสดงลักษณะของชิ้นทดสอบก่อนการเตรียมพื้นผิว

Figure 1 Specimen for surface treatment

ตารางที่ 1 แสดงชื่อทางการค้า บริษัทผู้ผลิต ส่วนประกอบ ของวัสดุที่ใช้ในงานวิจัย

Table 1 Trade names, manufacturers, compositions and application techniques of resin cements and adhesive agents.

Product names and manufacturers	Compositions	Lot number
Hydroxyapatite doped with 0.2 % mol calcium zirconate	Pure hydroxyapatite and calcium zirconate	-
Multilink [®] N (Ivoclar Vivadent, Lichtenstein)	Base: Dimethacrylate and HEMA, filler, tertiary amine Catalyst: Dimethacrylate and HEMA, filler, dibenzoyl peroxide	W03646
N-etch (Ivoclar Vivadent, Lichtenstein)	37% phosphoric acid	V16463
IPS ceramic etching gel (Ivoclar Vivadent, Lichtenstein)	5.0 % hydrofluoric acid	V31521
Cesead N Opaque Primer (Kuraray noritake, Japan)	10-MDP, initiator, solvent	1P0026
Cojet [™] sand (3M ESPE, USA)	Aluminum trioxide particles coated with silica, particles size 30 micrometer	656716
Monobond N (Ivoclar vivadent, Lichtenstein)	Ethanol, silane methacrylate, phosphoric methacrylate, sulphide methacrylate	V20475

HEMA = 2-hydroxyethyl methacrylate

10-MDP = 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate

กลุ่มที่ 1 กลุ่มควบคุม ไม่เตรียมพื้นผิว กลุ่มที่ 2 เตรียมพื้นผิวด้วยกรดฟอสฟอริกร้อยละ 37 ชนิดเอ็นเอตซ์ (N-etch, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein) เป็นเวลา 20 วินาที ล้างน้ำ 20 วินาที เป่าแห้ง กลุ่มที่ 3 เตรียมพื้นผิวเซรามิกด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกความเข้มข้นร้อยละ 5 ชนิดไอพีเอส เซรามิกเอตซ์ซิงเจล (IPS Ceramic Etching Gel, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein) เป็นเวลา 20 วินาที ล้างน้ำ 60 วินาที เป่าแห้ง กลุ่มที่ 4 เตรียมพื้นผิวด้วยเครื่องเป่าทราย (Sandstorm expert micro-abrasive sandblaster,

Vaniman Manufacturing Co., USA) โดยใช้อนุภาค อะลูมินาขนาด 50 ไมโครเมตร ความดัน 2.5 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร ระยะห่างในแนวตั้งฉากกับพื้นผิวเซรามิก 10 มิลลิเมตร นาน 15 วินาที ทำความสะอาดด้วยเครื่องทำความสะอาดและน้ำกลั่นนาน 10 นาที เป่าแห้ง กลุ่มที่ 5 เตรียมพื้นผิวด้วยการทาสารปรับสภาพพื้นผิวด้วย ซีสต์เอ็นโอเพคไพโรเมอร์ ทิ้งไว้ 30 วินาที เป่าแห้ง กลุ่มที่ 6 เตรียมพื้นผิวด้วยกรดฟอสฟอริกร้อยละ 37 ชนิดเอ็นเอตซ์ ความเข้มข้นร้อยละ 37 เป็นเวลา 20 วินาที ล้างน้ำ 20 วินาที เป่าแห้ง จากนั้นทาสารปรับสภาพพื้นผิวซีสต์เอ็นโอเพคไพโรเมอร์ทิ้งไว้ 30 วินาที เป่าแห้ง กลุ่มที่ 7 เตรียมพื้นผิววิธีเดียวกับกลุ่มที่ 4 จากนั้นทาสารปรับสภาพพื้นผิวซีสต์เอ็นโอเพคไพโรเมอร์ทิ้งไว้ 30 วินาที เป่าแห้ง กลุ่มที่ 8 เป่าพื้นผิวโดยใช้อนุภาคอะลูมินาออกไซด์ที่ผ่านการเคลือบผิวด้วยซิลิกาออกไซด์ ขนาด 30 ไมโครเมตร ความดัน 2.5 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร เป็นเวลา 15 วินาทีด้วยเครื่อง โคเจ็ต (Cojet™ Sand, 3M ESPE, USA) เป่าผงส่วนเกินออกก่อนทาสารคู่ควบไซเลนชนิดมอนอบอนด์เอ็นทิ้งไว้ 60 วินาที เป่าแห้ง

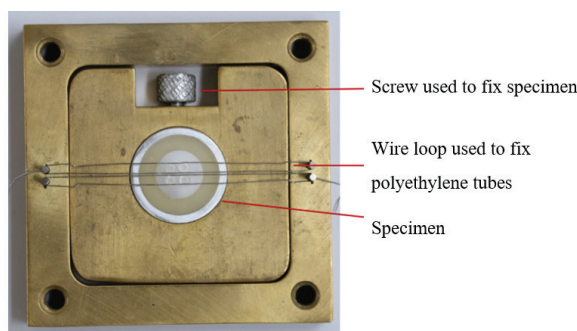
ตารางที่ 2 การเตรียมพื้นผิวชิ้นทดสอบก่อนการยึดติดด้วยเรซินซีเมนต์

Table 2 Surface treatments for each specimen before cementation

Group	Surface treatment
1	None
2	37% Phosphoric acid 20 sec
3	5% Hydrofluoric acid 20 sec
4	Sandblast 15 sec
5	Cesead N Opaque Primer 30 sec
6	37% Phosphoric acid 20 sec + Cesead N Opaque Primer 30 sec
7	Sandblast 15 sec + Cesead N Opaque Primer 30 sec
8	Cojet™ 15 sec + Monobond N 60 sec

3. ขั้นตอนการยึดติดเรซินซีเมนต์บนพื้นผิวเซรามิกหลังเตรียมพื้นผิว

วางแบบหล่อท่อพอลิเอทิลีนขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.8 มิลลิเมตร สูง 0.5 มิลลิเมตร บนพื้นผิวเซรามิกที่เตรียมพื้นผิวแล้ว จำนวน 4 แห่งต่อ 1 ชิ้นทดสอบ กดแบบหล่อให้แนบกับชิ้นทดสอบโดยใช้อุปกรณ์กำหนดตำแหน่งชิ้นทดสอบและท่อพอลิเอทิลีน ดังรูปที่ 2



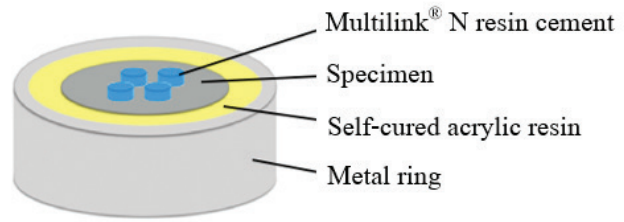
รูปที่ 2 แสดงอุปกรณ์ช่วยยึดแบบหล่อพอลิเอทิลีนก่อนฉีดด้วยเรซินซีเมนต์

Figure 2 An instrument used for polyethylene tube fixation prior to resin cement injection

ฉีดเรซินซีเมนต์ชนิดมัลติลิงค์เอ็นในแบบหล่อให้เต็มด้วยปลายหัวฉีดแบบยาว (extended tip) ฉายแสงเรซินซีเมนต์ด้วยเครื่องฉายแสงชนิดบลูเฟสแอลอีดี (Bluephase® LED curing light, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein) รูปแบบความเข้มแสงต่ำไปสูง (soft start mode) ความเข้มแสง 1200 มิลลิวัตต์ต่อตารางเซนติเมตร (mW/cm^2) เป็นเวลา 20 วินาที วางปลายท่อ นำแสงตั้งฉากและห่างจากผิวเซรามิก 1 มิลลิเมตร เมื่อเรซินซีเมนต์แข็งตัวถอดแบบหล่อออกโดยใช้ใบมีดกรีดท่อพอลิเอทิลีนให้ขาดออกจากกันในแนวตั้ง แกะออกอย่างระมัดระวัง ตรวจสอบแต่งเรซินซีเมนต์ด้วยกล้องจุลทรรศน์ใช้แสงแบบสเตอริโอ แต่งเรซินซีเมนต์ที่เหลือออกนอกท่อพอลิเอทิลีน (flash) จะถูกคัดออกได้แต่งเรซินซีเมนต์ 4 แห่ง ยึดติดบนไฮดรอกซีอะพาไทต์เซรามิกชนิดใหม่ที่ฝังอยู่ในท่อโลหะรูปทรงกระบอก (รูปที่ 3) นำขึ้นทดสอบไปแช่น้ำกลั่นในตู้ควบคุมอุณหภูมิ (Incubator; Memmert BE-200, Memmert GmbH, Germany) ที่อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

การทดสอบความแข็งแรงยึดเหนี่ยวระดับจุลภาค

นำขึ้นทดสอบมาทดสอบค่าความแข็งแรงยึดเหนี่ยวระดับจุลภาค ด้วยเครื่องทดสอบอินสตรอน (Instron® 5566 testing machine, Instron Engineering Corporation, USA) ด้วยความเร็ว 1 มิลลิเมตรต่อนาที (mm/min) โดยใช้ลวดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.2 มิลลิเมตร คล้องรอบแกนแต่งเรซินซีเมนต์ที่เตรียมไว้และสัมผัสบริเวณรอยต่อระหว่างเรซินซีเมนต์กับเซรามิก โดยลวดจะต้องตั้งและแนบกับบริเวณรอยต่อก่อนเริ่มทดสอบ (รูปที่ 4) บันทึกค่าความแข็งแรงยึดเหนี่ยวระดับจุลภาคสูงสุดที่ทำให้แต่งเรซินซีเมนต์หลุดออกจากแผ่นเซรามิก วิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติด้วยการจำแนกความแปรปรวนแบบทางเดียว (one-way ANOVA) และเปรียบเทียบเชิงซ้อนชนิดทูกีย์ (Tukey’s test) ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ($p<0.05$) และตรวจสอบลักษณะความล้มเหลวบริเวณแตกหักด้วยกล้องจุลทรรศน์ใช้แสงแบบสเตอริโอ



รูปที่ 3 ลักษณะชิ้นงานที่จะนำไปทดสอบ

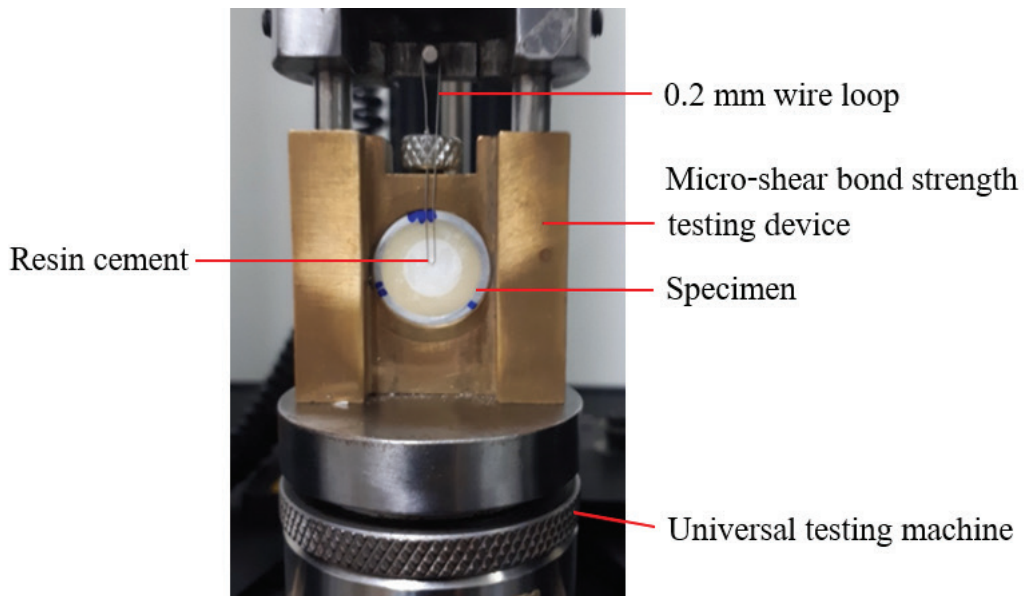
Figure 3 Specimen for testing

ผลการศึกษา

ค่าเฉลี่ยความแข็งแรงยึดเหนี่ยวระดับจุลภาคของกลุ่มทดสอบและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานดังแสดงในตารางที่ 3 พบว่าการเตรียมพื้นผิวด้วยการกรดไฮโดรฟลูออริกความเข้มข้นร้อยละ 5 (4.97 ± 0.84 MPa) ให้ค่าเฉลี่ยความแข็งแรงยึดเหนี่ยวระดับจุลภาคไม่แตกต่างจากกลุ่มควบคุม (0.39 ± 0.15 MPa) ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ($p<0.05$) การทำซีสிடเอ็นโอเพคไพโรเมอร์ (5.71 ± 2.00 MPa) การเตรียมพื้นผิวด้วยการเป่าทราย (6.85 ± 1.12 MPa) การเป่าทรายร่วมกับการทำสารปรับสภาพพื้นผิวซีสிடเอ็นโอเพคไพโรเมอร์ (14.29 ± 2.22 MPa) การเป่าทรายและเคลือบผิวด้วยซิลิกา ก่อนทาด้วยไซเลน (15.21 ± 3.33 MPa) ให้ค่าการยึดติดมากกว่ากลุ่มควบคุมอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p<0.05$) และกลุ่มที่มีค่าเฉลี่ยความแข็งแรงยึดเหนี่ยวระดับจุลภาคมากที่สุดคือกลุ่มทดสอบที่ผ่านการเตรียมพื้นผิวด้วยกรดฟอสฟอริกความเข้มข้นร้อยละ 37 (17.52 ± 1.16 MPa) และกลุ่มที่เตรียมพื้นผิวด้วยกรดฟอสฟอริกความเข้มข้นร้อยละ 37 ก่อนทาด้วยสารปรับสภาพพื้นผิวซีสிடเอ็นโอเพคไพโรเมอร์ (17.78 ± 2.42 MPa)

ผลการศึกษาลักษณะความล้มเหลวบริเวณแตกหัก

การศึกษานี้พบลักษณะความล้มเหลวบริเวณแตกหัก 3 แบบ คือ การแตกหักบริเวณรอยต่อระหว่างเซรามิกกับเรซินซีเมนต์ (adhesive failure) การแตกหักแบบผสม (mixed failure) และการแตกหักในเนื้อเซรามิก (cohesive failure in ceramic) ร้อยละของลักษณะความล้มเหลวบริเวณแตกหักของทุกกลุ่มการทดลองแสดงดังตารางที่ 4



รูปที่ 4 ทดสอบความแข็งแรงยึดเหนี่ยวระดับจุลภาค

Figure 4 Micro-shear bond strength test

ตารางที่ 3 ค่าเฉลี่ยความแข็งแรงยึดเหนี่ยวระดับจุลภาคและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของทุกกลุ่มการทดลอง

Table 3 Means and standard deviations of micro-shear bond strength from all experimental groups

Surface treatments	Mean and standard deviation of micro-shear bond strength (MPa)
No treatment (control)	0.39±0.15 ^A
37% Phosphoric acid	17.52±1.16 ^D
5% Hydrofluoric acid	4.97±0.84 ^A
Sandblast	6.85±1.12 ^B
Cesead N Opaque Primer	5.71±2.00 ^B
Phosphoric acid and Cesead N Opaque Primer	17.78±2.42 ^D
Sandblast and Cesead N Opaque Primer	14.29±2.22 ^C
Cojet™ and Monobond N	15.21±3.33 ^C

Means with the same upper case superscript letters are not significantly different ($p>0.05$)

ตารางที่ 4 ลักษณะความล้มเหลวที่เกิดขึ้นในแต่ละกลุ่มทดลอง

Table 4 Modes of failure of each experimental group

Group	Adhesive failure (%)	Mixed failure (%)	Cohesive failure in ceramic (%)
1	100.00	0	0
2	0	25.00	75.00
3	93.75	6.25	0
4	93.75	6.25	0
5	93.75	6.25	0
6	56.25	25.00	18.75
7	43.75	6.25	50.00
8	0	18.75	81.25

อภิปรายผลการศึกษา

ผลการศึกษาปฏิเสศสมมติฐานงานวิจัย การเตรียมพื้นผิวด้วยวิธีการต่าง ๆ ไม่มีผลต่อค่าเฉลี่ยกำลังยึดเหนี่ยวระดับจุลภาคระหว่างไฮดรอกซีอะพาไทต์เชื่อมด้วยแคลเซียมเซอร์โคเนตกับเรซินซีเมนต์ชนิดมัลติลิงค์เอ็น อย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95

จากผลการศึกษาพบว่ากลุ่มที่ใช้กรดไฮโดรฟลูออริกให้ค่าเฉลี่ยความแข็งแรงยึดเหนี่ยวระดับจุลภาคไม่แตกต่างจากกลุ่มควบคุม เนื่องจากกรดไฮโดรฟลูออริกความเข้มข้นร้อยละ 5 มีความเป็นกรดต่างเท่ากับสอง ไม่จัดอยู่ในกลุ่มของกรดแก่⁽¹⁷⁾ อาจไม่เพียงพอต่อการกัดพื้นผิวของไฮดรอกซีอะพาไทต์เชื่อมด้วยแคลเซียมเซอร์โคเนตที่มีองค์ประกอบหลักเป็นแคลเซียมและฟอสเฟต ให้เกิดลักษณะรูพรุนเพื่อเพิ่มการยึดติดทางจุลกลศาสตร์ได้ (micromechanical retention) สอดคล้องกับการศึกษาของ Szep และคณะ ซึ่งพบว่าการทากรดไฮโดรฟลูออริกความเข้มข้นร้อยละ 9.5 ที่เนื้อฟันที่มีองค์ประกอบคือไฮดรอกซีอะพาไทต์ ทำให้เกิดลักษณะคล้ายรอยร้าวบนเนื้อฟันเป็นรูปดาว (star like defect) และไม่สามารถกำจัดชั้นเสมียร์ (smear layer) ได้⁽¹⁸⁾ และการทากรดไฮโดรฟลูออริกทำให้เกิดเกลือแคลเซียมฟลูออไรด์ขัดขวางการไหลผ่านของแอดฮีซีฟและเรซินซีเมนต์⁽¹⁹⁾ จึงไม่มีผลต่อการเพิ่มค่าความแข็งแรงยึดเหนี่ยวระดับจุลภาคได้

การใช้สารปรับสภาพพื้นผิวซีลิสต์เอ็นโอเพคไพโรเมอร์โดยอาศัยการยึดติดทางเคมีจากมอนอเมอร์ทำงาน ชนิดเห็น-

เ็มดีพีในการยึดติดกับไฮดรอกซีอะพาไทต์เซรามิก⁽²⁰⁾ ให้ค่าความแข็งแรงยึดเหนี่ยวระดับจุลภาคมากกว่ากลุ่มควบคุมอย่างมีนัยสำคัญ ($p < 0.05$) เนื่องจากเห็นเ็มดีพีสามารถเกิดพันธะไอออนิกกับแคลเซียมไอออนของไฮดรอกซีอะพาไทต์ได้^(20,21) และพบว่าการยึดติดกับเนื้อฟันมีความคงทนมากกว่ามอนอเมอร์ทำงานชนิดโพรมีทา (4-META) และชนิดฟีนิลพี (Phenyl-P)⁽²⁰⁾ เนื่องจากเกิดเกลือที่ไม่ละลายน้ำทำให้เกิดการยึดติดที่คงทน⁽²²⁾

เมื่อพิจารณาการเตรียมพื้นผิวด้วยการเป่าทราย พบว่าค่าความแข็งแรงยึดเหนี่ยวระดับจุลภาคเพิ่มขึ้นจากกลุ่มควบคุมอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p < 0.05$) สอดคล้องกับการศึกษาของ Ellis และคณะในปี ค.ศ. 1999 ที่พบว่าการเป่าทรายมีพื้นที่ผิวยึดติดเพิ่มขึ้น⁽²³⁾ การศึกษานี้พบว่าการเป่าทรายให้ค่าความแข็งแรงยึดเหนี่ยวระดับจุลภาคต่ำกว่าการใช้กรดฟอสฟอริกกัดอย่างมีนัยสำคัญ ($p < 0.05$) เนื่องจากการเป่าทรายทำให้พื้นผิวขรุขระน้อยกว่าการใช้กรดฟอสฟอริกกัดทำให้มีพื้นที่ผิวของการยึดติดน้อยกว่า^(24,25) และพบว่าการเป่าทรายร่วมกับการใช้สารปรับสภาพพื้นผิวซีลิสต์เอ็นโอเพคไพโรเมอร์ทำให้ค่าการยึดติดระหว่างไฮดรอกซีอะพาไทต์เชื่อมด้วยแคลเซียมเซอร์โคเนตกับเรซินซีเมนต์เพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญเนื่องจากการเป่าทรายช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวในการยึดติดของเรซินซีเมนต์และเพิ่มพื้นที่ให้เกิดการยึดติดทางเคมีจากเห็นเ็มดีพีได้มากขึ้น⁽²⁶⁾

การใช้โคเจท์ทำให้ค่าความแข็งแรงยึดเหนี่ยวระดับจุลภาคของเรซินซีเมนต์กับไฮดรอกซีอะพาไทต์เซรามิกเพิ่มขึ้นมากกว่ากลุ่มควบคุม กลุ่มเป่าทรายและกลุ่มที่ทำด้วยซีลิสต์เอ็นโอเพคไพโรเมอร์เพียงอย่างเดียว โดยกลไกการทำงานของโคเจท์คือการทำพื้นผิวของเซรามิกเกิดความขรุขระเพิ่มขึ้นเพื่อเพิ่มการยึดติดทางกลพร้อมเคลือบซิลิกา ลงบนพื้นผิวเซรามิก จากนั้นทาไฮเลนเพื่อช่วยเพิ่มการยึดติดทางเคมี⁽²⁷⁾ จากการศึกษาพบว่าโคเจท์เป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพในการซ่อมแซมเรซินคอมโพสิต⁽²⁸⁾ และเมื่อใช้เตรียมพื้นผิวเซอร์โคเนตก่อนยึดกับเรซินซีเมนต์ทำให้ค่าการยึดติดสูงขึ้น⁽²⁹⁾ ความแข็งแรงยึดเหนี่ยวระดับจุลภาคของกลุ่มทดลองนี้น้อยกว่าการเตรียมพื้นผิวขึ้นทดสอบด้วยกรดฟอสฟอริกอย่างมีนัยสำคัญ ($p < 0.05$) อาจเนื่องจากเกิดความขรุขระที่พื้นผิวน้อยกว่า สอดคล้องกับการศึกษาของ Hannig และ

คณะในปี ค.ศ. 2003 ที่เปรียบเทียบค่าความแข็งแรงยึดติดของเคลือบฟันที่ผ่านการเตรียมพื้นผิวด้วยไฮเลน และโคเจท์ร่วมกับไฮเลนก่อนการยึดติดด้วยสารยึดติด พบว่าการใช้โคเจท์ร่วมกับไฮเลนมีผลให้ค่าการยึดติดต่ำกว่าการใช้กรดฟอสฟอริก ความเข้มข้นร้อยละ 37⁽³⁰⁾

จากการศึกษาพบว่ากลุ่มที่ให้ค่าความแข็งแรงยึดติดเหนือระดับจุลภาคสูงที่สุดในการเตรียมพื้นผิวไฮดรอกซีอะพาไทต์เซรามิกเจือด้วยแคลเซียมเซอร์โคเนต คือ กลุ่มที่เตรียมพื้นผิวด้วยกรดฟอสฟอริกความเข้มข้นร้อยละ 37 ร่วมกับการทำสารเตรียมพื้นผิวซีดีเอ็นโอเพคไพโรเมอร์ โดยการเตรียมพื้นผิวด้วยกรดฟอสฟอริกเป็นการเตรียมพื้นผิวแบบเชิงกล ทำให้พื้นผิวมีความขรุขระสามารถเพิ่มพื้นที่ผิวในการยึดติดได้⁽³¹⁾ ผลการศึกษาสอดคล้องกับการศึกษาที่ผ่านมาซึ่งพบว่าการใช้กรดฟอสฟอริกเตรียมพื้นผิวไฮดรอกซีอะพาไทต์จะให้ค่าความแข็งแรงยึดติดสูงกว่าการเตรียมพื้นผิวด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกและการเป่าทราย^(18,24-26) และการใช้สารเตรียมพื้นผิวซีดีเอ็นโอเพคไพโรเมอร์เป็นการเตรียมพื้นผิวเชิงเคมีโดยอาศัยมอนอเมอร์ทำงานที่เอ็นเอ็มดีพียึดติดกับไฮดรอกซีอะพาไทต์เซรามิก⁽²⁰⁾ อย่างไรก็ตามพบว่าการเตรียมพื้นผิวด้วยวิธีดังกล่าว กกับการเตรียมพื้นผิวด้วยกรดฟอสฟอริกความเข้มข้นร้อยละ 37 เพียงอย่างเดียวให้ค่าความแข็งแรงยึดติดเหนือระดับจุลภาคไม่แตกต่างกัน จากการศึกษาของ Yoshida และคณะ พบว่าเอ็นเอ็มดีพีเกิดการยึดติดทางเคมีกับแคลเซียมไอออน⁽²⁰⁾ แต่การใช้กรดฟอสฟอริกทำให้เกิดการละลายแคลเซียมในไฮดรอกซีอะพาไทต์ไปกับน้ำ^(31,32) จึงมีผลให้ค่าความแข็งแรงยึดติดเหนือระดับจุลภาคของเรซินซีเมนต์และไฮดรอกซีอะพาไทต์เซรามิกเจือด้วยแคลเซียมเซอร์โคเนตไม่เพิ่มขึ้น⁽³³⁾ อย่างไรก็ตามควรมีการศึกษาถึงความเสถียรของการยึดติดร่วมด้วยและควรมีการศึกษาเปรียบเทียบคุณสมบัติเชิงกลระหว่างเซรามิกชนิดนี้กับเซรามิกชนิดอื่น ๆ ในการศึกษาต่อไป

บทสรุป

จากผลการศึกษาพบว่าการเตรียมพื้นผิวไฮดรอกซีอะพาไทต์เจือด้วยแคลเซียมเซอร์โคเนตร้อยละ 0.2 โดยโมลด้วยกรดฟอสฟอริกความเข้มข้นร้อยละ 37 เป็นวิธีการเตรียมพื้นผิวเซรามิกชนิดนี้ได้ดีที่สุดในก่อนการยึดติดด้วยเรซินซีเมนต์

เอกสารอ้างอิง

1. Denry I, Holloway JA. Ceramics for Dental Applications: A review. *Materials* 2010; 3(1): 351-368.
2. Eliaz N, Metoki N. Calcium Phosphate Bioceramics: A review of their history, structure, properties, coating technologies and biomedical applications. *Materials* 2017; 10(4), 334: 1-104.
3. Baltag I, Watanabe K, Kusakari H, et al. Long-term changes of hydroxyapatite-coated dental implants. *J Biomed Mater Res* 2000; 53(1): 76-85.
4. Hagi TT, Enggist L, Michel D, Ferguson SJ, Liu Y, Hunziker EB. Mechanical insertion properties of calcium-phosphate implant coatings. *Clin Oral Implants Res* 2010; 21: 1214-1222.
5. Oshida Y, Hashem A, Nishihara T, Yapchulay MV. Fractal dimension analysis of mandibular bones: toward a morphological compatibility of implants. *Biomed Mater Eng* 1994; 4: 397-407.
6. Xuereb M, Camilleri J, Attard NJ. Systematic review of current dental implant coating materials and novel coating techniques. *Int J Prosthodont* 2015; 28: 51-59.
7. Piecuch JF. Augmentation of the atrophic edentulous ridge with porous replamineform hydroxyapatite (Interpore-200). *Dent Clin North Am* 1986; 30: 291-305.
8. Saint-Jean SJ. *Chapter 12 - Dental Glasses and Glass-ceramics Advanced Ceramics for Dentistry*. Oxford: Butterworth-Heinemann; 2014. p. 255-277.
9. Avnir D. Molecularly Doped Metals. *Acc Chem Res* 2014; 47: 579-592.
10. Avnir D. Recent Progress in the Study of Molecularly Doped Metals. *Adv Mater* 2018, 12: 1-6.
11. Zhang L, Verweij H. Homogeneous doping of ceramics by infiltration-gelation. *J Eur Ceram Soc* 2010; 30: 3035-3039.
12. Basu B. Toughening of yttria-stabilised tetragonal zirconia ceramics. *Int Mater Rev* 2005; 50: 239-256.

13. Sukhum E, Krit S, Wilaiwan L, Teerapong M. *Fabrication of advanced ceramics for dental applications (progressive report)*. National Research Council of Thailand; 2017.
14. Edelhoff D, Özcan M. To what extent does the longevity of fixed dental prostheses depend on the function of the cement? Working Group 4 materials: cementation. *Clin Oral Implants Res* 2007; 3: 193-204.
15. Tian T, Tsoi JK, Matinlinna JP, Burrow MF. Aspects of bonding between resin luting cements and glass ceramic materials. *Dent Mater* 2014; 30: e147-162.
16. Özcan M, Bernasconi M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis. *J Adhes Dent* 2015; 17: 7-26.
17. Agustín-Panadero R, Roman-Rodriguez JL, Ferreiroa A, Sola-Ruiz MF, Fons-Font A. Zirconia in fixed prosthesis. A literature review. *J Clin Exp Dent* 2014; 6: e66-73.
18. Szep S, Gerhardt T, Gockel HW, Ruppel M, Metzeltin D, Heidemann D. In vitro dentinal surface reaction of 9.5% buffered hydrofluoric acid in repair of ceramic restorations: a scanning electron microscopic investigation. *J Prosthet Dent* 2000; 83: 668-674.
19. Loomans BA, Mine A, Roeters FJ, Opdam NJ, De Munck J, Huysmans MC, et al. Hydrofluoric acid on dentin should be avoided. *Dent Mater* 2010; 26: 643-649.
20. Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, et al. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res* 2004; 83: 454-458.
21. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater* 2011; 27: 17-28.
22. Ferracane JL, Stansbury JW, Burke FJ. Self-adhesive resin cements - chemistry, properties and clinical considerations. *J Oral Rehabil* 2011; 38: 295-314.
23. Ellis RW, Latta MA, Westerman GH. Effect of air abrasion and acid etching on sealant retention: an in vitro study. *Pediatr Dent* 1999; 21: 316-319.
24. Olsen ME, Bishara SE, Damon P, Jakobsen JR. Comparison of shear bond strength and surface structure between conventional acid etching and air-abrasion of human enamel. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1997; 112: 502-506.
25. Roeder LB, Berry EA, 3rd, You C, Powers JM. Bond strength of composite to air-abraded enamel and dentin. *Oper Dent* 1995; 20: 186-190.
26. Hannig M, Femerling T. Influence of air-abrasion treatment on the interfacial bond between composite and dentin. *Oper Dent* 1998; 23: 258-265.
27. Matinlinna JP, Lassila LV, Vallittu PK. Evaluation of five dental silanes on bonding a luting cement onto silica-coated titanium. *J Dent* 2006; 34: 721-726.
28. Baena E, Vignolo V, Fuentes MV, Ceballos L. Influence of repair procedure on composite-to-composite microtensile bond strength. *Am J Dent* 2015; 28: 255-260.
29. Tzanakakis EG, Tzoutzas IG, Koidis PT. Is there a potential for durable adhesion to zirconia restorations? A systematic review. *J Prosthet Dent* 2016; 115: 9-19.
30. Hannig C, Hahn P, Thiele PP, Attin T. Influence of different repair procedures on bond strength of adhesive filling materials to etched enamel in vitro. *Oper Dent* 2003; 28: 800-807.
31. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, et al. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent* 2003; 28: 215-235.
32. Yoshida Y, Van Meerbeek B, Nakayama Y, et al. Adhesion to and decalcification of hydroxyapatite by carboxylic acids. *J Dent Res* 2001; 80: 1565-1569.
33. Torres CR, Zanatta RF, Silva TJ, Huhtala MF, Borges AB. Influence of previous acid etching on bond strength of universal adhesives to enamel and dentin. *Gen Dent* 2017; 65: e17-e21.