



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ

อิทธิพลของการเติมเซอร์โคเนียต่อโครงสร้างจุลภาค
และสมบัติเชิงกลของพอร์ซเลนเซรามิกนาโนคอมโพสิต

โดย

ผศ.ทพ.ดร.อรรถวิทย์ พิสิฐอนุสรณ์

กุมภาพันธ์ 2554

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ

อิทธิพลของการเติมเซอร์โคเนียต่อโครงสร้างจุลภาค
และสมบัติเชิงกลของพอร์ซเลนเซรามิกนาโนคอมโพสิต

ผศ.ทพ.ดร.อรรณวิทย์ พิสิฐอนุสรณ์
มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

สนับสนุนโดยสำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา และสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกอ. และ สกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้สำเร็จได้ด้วยดีเนื่องจากการสนับสนุนทุนวิจัยจากสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.) และสำนักงานคณะกรรมการอุดมศึกษา (สกอ.) ขอขอบคุณภาควิชาทันตกรรมประดิษฐ์ คณะทันตแพทยศาสตร์ และภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ที่อำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือและสถานที่

ขอขอบคุณบริษัท Sibelco Thailand ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการสืบค้นฐานข้อมูลเกี่ยวกับแหล่งแร่ดินในประเทศไทยและสนับสนุนวัตถุดิบชนิดต่างๆที่ใช้ในการผลิตเซรามิก ภาควิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องมือในการหลอมเซรามิกทันตกรรม ศูนย์บริการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเพื่อวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานทดสอบ บริษัทเอ็กซาซีแลมจำกัดที่ได้สนับสนุนวัสดุอุปกรณ์ และเครื่องมือต่างๆที่ใช้ในการวิจัยนี้ เจ้าหน้าที่ปฏิบัติการในห้องปฏิบัติการทันตวัสดุศาสตร์ คณะทันตแพทยศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ทุกท่านที่ให้ความอนุเคราะห์ช่วยเตรียมชิ้นงานทดสอบ และทำการทดสอบความแข็งแรงของชิ้นงานทดสอบเซรามิก

ขอขอบคุณรองศาสตราจารย์ ดร. สุพล อนันตา และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. รัตติกร ยิ้มนิรัญ เป็นอย่างยิ่งที่รับเป็นที่ปรึกษาโครงการวิจัยนี้และให้คำแนะนำที่ดีตลอดมา

ขอขอบคุณคุณพ่อ คุณแม่ และทุกคนในครอบครัวที่เป็นกำลังใจให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

สุดท้ายนี้ผู้วิจัยหวังว่าผลการศึกษาวิจัยนี้จะมีประโยชน์สำหรับหน่วยงานที่เกี่ยวข้อง ตลอดจนผู้ที่สนใจที่จะศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับอิทธิพลของการเสริมแรงเซรามิกทันตกรรมด้วยเซอร์โคเนียที่ใช้ในทางทันตกรรมต่อไป

ผศ.ทพ.ดร.อรรณวิทย์ พิสิฐอนุสรณ์
หัวหน้าโครงการวิจัย

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ข
สารบัญตาราง	ง
สารบัญรูปภาพ	จ
บทคัดย่อภาษาไทย	1
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ (Abstract)	2
1 สรุปโครงการ (Executive Summary)	3
2 วัตถุประสงค์ของโครงการ	5
3 วิธีการทดลอง	6
3.1 ระเบียบวิธีวิจัย	6
3.2 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้	10
3.3 กระบวนการเตรียมผงพอร์ซเลนทันตกรรมจากวัตถุดิบภายในประเทศ	12
3.4 กระบวนการเตรียมชิ้นงานพอร์ซเลนทันตกรรมที่มีเซอร์โคเนียเป็นส่วนผสม	15
3.5 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)	19
3.6 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของเซรามิก	20
3.7 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก	21
3.8 การทดสอบสมบัติเชิงกลของชิ้นงาน	23
3.8.1 การทดสอบความแข็ง	23
3.8.2 การทดสอบความทนแรงดัด (flexural strength)	24
4 ผลการทดลอง	27
4.1 การสร้างเซรามิกทันตกรรมจากวัตถุดิบภายในประเทศ	27
4.2 ผลการศึกษาอิทธิพลของระดับอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกและอิทธิพลของระยะเวลาที่ใช้ในการเผาอบของเซรามิกที่เสริมแรงด้วยเซอร์โคเนีย	30
5 สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง	46
6 ข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยในอนาคต	47
7. เอกสารอ้างอิง	48
8 ภาคผนวก	49

สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
3.1 องค์ประกอบและอัตราส่วนของวัตถุดิบที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมเซรามิก ทันตกรรม	12
4.1 ค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของสมบัติเชิงกลของเซรามิกทันตกรรมตั้งต้นที่ ใช้วัตถุดิบภายในประเทศ	29
4.2 ค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของสมบัติเชิงกลของเซรามิกทันตกรรมตั้งต้น และวัสดุผสม	41
4.3 การวิเคราะห์ Weibull regression	41
4.4 รูปแบบของการเผาผนึกและการเผาอบของวัสดุผสม	42

สารบัญรูปภาพ

รูป	หน้า
3.1 เครื่องชั่งสาร	13
3.2 เตาเผาก๊าซ	13
3.3 การเทแก้วหลอมลงในถังที่มีน้ำเย็น	13
3.4 เตาอบ	14
3.5 เครื่องบดผสมแบบลูกบด	14
3.6 แม่แบบขึ้นรูปชิ้นงานเมื่อแยกส่วนต่างๆออกจากกัน	15
3.7 แม่แบบขึ้นรูปชิ้นงานเมื่อประกอบกันพร้อมใช้งาน	15
3.8 ส่วนผสมผงเซอโรโคเนียเข้ากับเซรามิกทนความร้อนและโพลีไวนิลแอลกอฮอล์	16
3.9 การตัดส่วนผสมผงแก้วใส่ในแม่แบบ	16
3.10 การใช้กระดาษทิชชูซับน้ำส่วนเกินออก	16
3.11 การใช้แผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมอัดและปาดบนผิวหน้า	16
3.12 ผงแก้วภายหลังการอัดและปาดส่วนเกินออกจนเรียบขนานกับขอบของแม่แบบ	17
3.13 การแยกชิ้นส่วนของแม่แบบออก	17
3.14 ชิ้นงานดิบก่อนเผาด้วยวิธีเผาสุญญากาศ	17
3.15 เตาเผาระบบสุญญากาศ	18
3.16 เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ SIEMENS	19
3.17 หลักการตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิค XRD และตัวอย่างรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	20
3.18 เครื่องตัดชิ้นงาน	21
3.19 เครื่องหล่อเรซินด้วยความร้อน	21
3.20 ชิ้นงานที่ได้รับการหล่อด้วยเรซินและขัดเรียบเรียบร้อยแล้ว	22
3.21 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแบบ Low vacuum	22
3.22 เครื่องวัดความแข็งแบบนูน	23
3.23 การวางชิ้นงาน เพื่อทดสอบความแข็งแบบนูน	23
3.24 ส่วนต่างๆของเครื่องทดสอบแรงดัดแบบสามจุด ส่วนบนคือแผ่นกดที่ใช้กดลงมาบนแท่งกดที่มีปลายเป็นทรงกลม แผ่นโค้งสองแผ่นด้านข้างเป็นตัวรองรับชิ้นงานที่แยกออกมาจากร่องโค้งของฐาน	24
3.25 ส่วนปลายของหัวกดซึ่งอยู่ระหว่างกลางตัวรองรับชิ้นงานที่ใส่ลงไว้ในร่องโค้งของฐาน เพื่อให้ปรับระดับได้	25
3.26 เครื่องทดสอบยูนิเวอร์แซล	25
3.27 การติดตั้งเครื่องมือทดสอบแรงดัดแบบ 3 จุดที่หัวจับเครื่องทดสอบยูนิเวอร์แซล	25

3.28	ตำแหน่งการวางหัวกดที่จุดกึ่งกลางของชิ้นงานระหว่างตัวรองรับชิ้นงาน	26
4.1	โครงสร้างจุลภาคของเซรามิกทันตกรรม (a) ซึ่งประกอบด้วยเฟสหลักของแก้วควอตซ์ และมัลไลต์ที่กระจายแทรกอยู่ในเนื้อของเฟสแก้ว (b)	28
4.2	แผนภาพการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของเซรามิกทันตกรรมที่ผ่านการเผาผิวกในระดับอุณหภูมิที่แตกต่างกัน	30
4.3	แผนภาพการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของเซรามิกทันตกรรมที่ผ่านการเผาอบ (tempering firing) ในระยะเวลาที่นานแตกต่างกันตั้งแต่ 0 (g) ถึง 90 นาที (j)	31
4.4	แผนภาพการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ในช่วง $2\theta = 24-30$ องศาของเซรามิกทันตกรรมที่ผ่านการเผาอบ (tempering firing) ในระยะเวลาตั้งแต่ 0 (a), 30 (b), 60 (c) และ 90 นาที (d)	32
4.5	โครงสร้างจุลภาคของเม็ดเซอร์โคเนียที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการเสริมแรงเซรามิกทันตกรรม (a) และโครงสร้างจุลภาคที่เปลี่ยนแปลงของลูไซต์บนผิวของอนุภาคเซอร์โคเนียที่ได้รับการเผาผิวกในระดับอุณหภูมิและระยะเวลาที่แตกต่างกัน (b-f)	34
4.6	โครงสร้างจุลภาคของเซรามิกทันตกรรม (a) และโครงสร้างจุลภาคที่เปลี่ยนแปลงของลูไซต์บนพื้นผิวของอนุภาคเซอร์โคเนียที่ได้รับการเผาอบในระดับอุณหภูมิเดียวกันแต่มีระยะเวลาที่แตกต่างกัน (b-f)	35
4.7	โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานทดสอบเซรามิกที่ผ่านการเผาผิวกที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส 40 นาที (a), ภาพ EDS spot ที่ทำการวิเคราะห์เฟสลูไซต์ (b) และเฟสแก้ว (c) ที่แสดงให้เห็นถึงระดับความแตกต่างของปริมาณซิลิกอนและโพแทสเซียมที่มีอยู่ในเฟสทั้งสอง	37
4.8	โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานทดสอบเซรามิกที่ผ่านการเผาอบที่อุณหภูมิ 1040 องศาเซลเซียส (a), ภาพ EDS spot ที่ทำการวิเคราะห์เฟสของแก้ว (1), เฟสลูไซต์ (2) และเฟสเซอร์โคเนีย (3) ที่แสดงให้เห็นถึงระดับความแตกต่างของปริมาณซิลิกอน (b,c) และเซอร์คอน (d)	38
4.9	Weibull plots ของค่าความทนแรงดัดของเซรามิกทันตกรรมตั้งต้นและวัสดุผสมทั้งห้าชนิด โดยค่า Weibull moduli ที่สูง (เส้นกราฟที่มีความชันมากกว่า) จะหมายถึงการมีเนื้อของวัสดุที่มีความเป็นเนื้อเดียวกันมากกว่า (a) และค่า cumulative Weibull plots จะแสดงถึงค่าความแข็งแรงของวัสดุ (b)	43
4.10	ภาพบริเวณผิวของวัสดุผสมที่ได้รับการกดแบบวิกเกอร์ส (Vickers indenter impression) แสดงรอยแตกที่ขยายไปตามเนื้อของเฟสแก้วและมีลักษณะเป็นแนวคดเคี้ยว (a), อนุภาคของเซอร์โคเนียและแผ่นลูไซต์ที่ฝังอยู่ในเนื้อของเฟสแก้ว (b) โดยมีรูปแบบของรอยแตกในลักษณะ bridging of intergranular crack (①), transgranular crack (②) และ microcracks (③) ซึ่งมักพบรอยแตกเหล่านี้บริเวณรอยต่อระหว่างอนุภาคของเฟสผลึกและเฟสแก้ว	44

บทคัดย่อ

รหัสโครงการ : MRG5180028

ชื่อโครงการ : อิทธิพลของการเติมเซอร์โคเนียต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกลของพอร์ซเลนเซรามิกนาโนคอมโพสิต

ชื่อนักวิจัย : ผศ.ทพ.ดร.อรรณวิทย์ พิสิฐอนุสรณ์
ภาควิชาทันตกรรมประดิษฐ์ คณะทันตแพทยศาสตร์
มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ อำเภอเมือง จังหวัดเชียงใหม่

E-mail Address : attavitp@gmail.com

ระยะเวลาโครงการ : 2 ปี (15 พฤษภาคม 2551 – 14 พฤษภาคม 2553)

บทคัดย่อ :

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาอิทธิพลของการเสริมแรงเซรามิกทันตกรรมด้วยเซอร์โคเนียที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลและและพฤติกรรมการเกิดผลึกของลูไซต์ (leucite; KAlSi_2O_6) ด้วยกระบวนการเผาผนึกและ/หรือการเผาอบเพียงขั้นตอนเดียว ชิ้นงานทดสอบของวัสดุผสมเซรามิกทันตกรรมที่ผสมกับเซอร์โคเนียในปริมาณ 20 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักถูกเตรียมโดยการเผาผนึกแบบความดันต่ำที่อุณหภูมิ 1060-1140 องศาเซลเซียสเป็นเวลานาน 25-40 นาทีและ/หรือร่วมกับการเผาอบที่อุณหภูมิ 1040 องศาเซลเซียสเป็นเวลานาน 0-90 นาที จากการศึกษาโครงสร้างจุลภาคและการตรวจสอบเฟสโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์พบว่าเฟสโมโนคลินิกเซอร์โคเนียมีบทบาทสำคัญในการกระตุ้นการเกิดเฟสใหม่ของลูไซต์ที่มีโครงสร้างนาโนคอมโพสิตที่มีส่วนช่วยในการเสริมแรงให้แก่เซรามิกทันตกรรม โดยผลึกลูไซต์สามารถที่จะเจริญเติบโตได้บนผิวของอนุภาคเซอร์โคเนียและเชื่อมอนุภาคของเซอร์โคเนียต่างๆเข้าด้วยกัน ค่าความทนแรงดัดและค่าความเหนียวเฉลี่ยที่ได้ของวัสดุผสมมีค่า 154.6-192.8 MPa และ $2.03\text{-}2.50 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ตามลำดับ ซึ่งมีค่าสูงกว่าเซรามิกทันตกรรม (83.4 MPa, $1.01 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) ตั้งต้นอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p < 0.001$) โดยเป็นผลมาจากการเลือกใช้สภาวะของการเผาผนึกและ/หรือการเผาอบที่เหมาะสมที่ส่งผลให้เกิดโครงสร้างนาโนคอมโพสิตที่มีผลต่อการเพิ่มความแข็งแรงของวัสดุผสม

คำหลัก : เซอร์โคเนีย; เซรามิกทันตกรรม; การเผาผนึก; นาโนคอมโพสิต; สมบัติเชิงกล

Abstract

Project Code : MRG5180028

Project Title : Influence of Zirconia Addition on Microstructure and Mechanical Properties of Porcelain Ceramic-Nanocomposites

Investigator : Dr. Attavit Pisitanusorn
Department of Prosthodontics, Faculty of Dentistry
Chiang Mai University Maung Chiangmai

E-mail Address : attavitp@gmail.com

Project Period : 2 years (15 May 2008 – 14 May 2010)

Abstract:

The effects of ZrO₂-reinforced on the mechanical properties and crystallization behavior of leucite (KAlSi₂O₆) in dental ceramic with the short time - one step sintering and/or tempering firing procedure were investigated. Dense dental ceramic/20 wt.% ZrO₂ composites were prepared by sintering pressurelessly at 1060-1140 °C for 25-40 min and/or tempering at 1040 °C for 0-90 min. Microscope investigation and X-ray diffraction revealed the important role played by the m-ZrO₂ phase and the formation of nanocomposite structures of dental ceramic reinforced with crystalline leucite phase. Leucite crystals were initiated and grown up from the surface of ZrO₂ particles and acted as the bridge between them. Mean flexural strength and toughness of the materials can reach values of 154.6-192.8 MPa and 2.03-2.50 MPa·m^{1/2}, respectively, which are higher than the dental ceramic (83.4 MPa, 1.01 MPa·m^{1/2}) alone, with the significant statistical difference ($p < 0.001$). The optimum sintering and/or tempering condition could be better conciliated with the nanocomposite structures formation and can improve the strength of the composite at high temperatures and suitable dwell times.

Keywords : Zirconia; Dental ceramic; Sintering; Nanocomposites; Mechanical properties

1. สรุปโครงการ (Executive Summary)

ปัญหาเรื่องสุขภาพเหงือกและฟันของคนไทยนั้น ถือว่าเป็นเรื่องสำคัญที่มีมานาน โดยเฉพาะกลุ่มประชากรในเขตชุมชนชนบทที่ปัญหาดังกล่าวอยู่ในสภาวะที่รุนแรง อันเนื่องมาจากการขาดความรู้และความเข้าใจในการดูแลรักษาสุขภาพเหงือกและฟันที่ถูกต้อง และการใช้ฟันปลอมก็มักจะกลายเป็นทางเลือกสุดท้ายสำหรับผู้ป่วยหลายๆรายในกลุ่มนี้ จากการสำรวจข้อมูลที่เกี่ยวข้องพบว่า ความต้องการของผู้ป่วยในการรักษาด้วยการใส่ฟันปลอมยังคงมีอยู่เป็นจำนวนมาก และเป็นมาอย่างต่อเนื่องยาวนาน อันจะเห็นได้จากตัวอย่างข้อมูลทางสถิติของการบันทึกการขอเข้ารับบริการการบูรณะด้วยการใส่ฟันปลอมที่ภาควิชาทันตกรรมบูรณะและภาควิชาทันตกรรมประดิษฐ์ คณะทันตแพทยศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ที่มีความต้องการสูงเฉลี่ยประมาณ 30 รายต่อวัน ซึ่งรูปแบบหนึ่งของการบูรณะโดยการใส่ฟันปลอม ก็คือ การใส่ฟันปลอมติดแน่น โดยฟันปลอมชนิดนี้จะมีค่าใช้จ่ายที่ค่อนข้างสูงมาก (สนนราคาประมาณ 2,500 ถึง 5,000 บาท) สำหรับประชาชนทั่วไปในชนบทและผู้ป่วยเหล่านี้ที่ยังต้องประสบกับปัญหาความล่าช้าในการเข้ารับบริการ เนื่องจากจะต้องรอเข้าคิวเพื่อรับการรักษาที่อาจจะต้องมียะเวลานานตั้งแต่ 6-12 เดือนขึ้นไป ทั้งนี้สาเหตุหลักก็เนื่องมาจากการที่จะต้องสั่งวัสดุและอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องส่วนใหญ่ โดยเฉพาะอย่างยิ่ง วัสดุที่ใช้ในการสร้างฟันปลอมที่มาจากต่างประเทศ จึงทำให้เกิดความล่าช้าและต้องสูญเสียค่าใช้จ่ายไปในการดำเนินการต่างๆที่สูงมาก ส่งผลให้ประเทศไทยต้องเสียดุลการค้าในเรื่องเหล่านี้ให้กับต่างประเทศในแต่ละปีเป็นจำนวนมากอย่างต่อเนื่องอีกด้วย ด้วยเหตุนี้ความล่าช้าและค่าใช้จ่ายของการให้บริการการใส่ฟันปลอมที่สูงจึงกลายเป็นอุปสรรคสำคัญที่มีความรุนแรงและเป็นหนึ่งในปัญหาสำคัญของประเทศที่ยังคงรอ

คอยการแก้ไขอย่างเร่งด่วนอยู่ในขณะนี้

จากการสำรวจข้อมูลเพิ่มเติมยังพบอีกว่าฟันปลอมเซรามิกทางการค้าส่วนใหญ่ที่ผลิตจากวัสดุในกลุ่มพอร์ซเลน (porcelains) ที่มีส่วนประกอบหลัก คือ แร่ฟันม้า (feldspar) แร่เขี้ยวหนูมาน (quartz) ดินขาว (kaolinite) และสารช่วยหลอมชนิดต่างๆ ซึ่งวัตถุดิบที่กล่าวมานี้ก็มีอยู่ทั่วไปในที่ต่างๆของประเทศไทย โดยเฉพาะอย่างยิ่ง ในเขตจังหวัดภาคเหนือตอนบน เช่น เชียงใหม่ เชียงราย และลำปาง เป็นต้น โดยในช่วงที่ผ่านมาทางผู้วิจัยได้ทำการศึกษาวิจัยถึงความเป็นไปได้ในการทำต้นแบบฟันปลอมเซรามิกจากวัตถุดิบที่มีอยู่แล้วในประเทศไทย และได้ผลเป็นที่น่าพอใจ อย่างไรก็ตาม ในงานวิจัยที่ผ่านมาทางผู้วิจัยพบว่ายังมีปัญหาที่สำคัญอย่างหนึ่งที่เกิดขึ้นกับต้นแบบฟันปลอมเซรามิกที่ผลิตขึ้นในเบื้องต้น คือสมบัติทางกลที่ยังไม่ดีพอสำหรับการนำไปใช้งานจริง ดังนั้น ผู้วิจัยจึงมีความสนใจที่จะทำการศึกษาวิจัยถึงกลไกการแน่นตัวของผลิตภัณฑ์ให้สามารถแสดงสมบัติทางกลที่ดีขึ้นผ่านทางเทคนิควิศวกรรมโครงสร้างจุลภาค เป็นหลัก โดยในโครงการวิจัยนี้จะเน้นการศึกษาถึงอิทธิพลของการเติมอนุภาคเซอร์โคเนียที่มีต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติทางกลของพอร์ซเลนเซรามิก โดยการใช่วัตถุดิบภายในประเทศไทยเป็นหลัก เนื่องจากเซอร์โคเนียสามารถ

นำมาใช้เป็นวัสดุเสริมแรงในเซรามิกได้ดี โดยการควบคุมกระบวนการเผา เลือกใช้ชนิด (เฟส) ขนาดอนุภาค หรือรูปแบบ (สัณฐาน) ของผลึกเซอร์โคเนียที่เหมาะสมในการเสริมแรง ร่วมกับการใช้เทคโนโลยีนาโนคอมโพสิตเข้ามาประยุกต์เพื่อพัฒนาสมบัติเชิงกลของเซรามิกทางทันตกรรมให้ดียิ่งขึ้น

2. วัตถุประสงค์ของโครงการ

1. เพื่อสร้างเซรามิกทันตกรรมจากวัตถุดิบที่มีภายในประเทศ
2. เพื่อศึกษาอิทธิพลของการเสริมแรงด้วยเซอร์โคเนียที่มีผลต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติทางกลของพอร์ซเลนเซรามิก
3. ปรับปรุงสมบัติทางกลของพอร์ซเลนเซรามิกสำหรับงานทันตกรรม โดยอาศัยเทคโนโลยีนาโนคอมโพสิต
4. เพื่อตีพิมพ์เผยแพร่ผลการวิจัยลงในวารสารวิชาการระดับนานาชาติ รวมทั้งการนำเสนอในที่ประชุมวิชาการทั้งในและต่างประเทศ

3. วิธีการทดลอง

3.1 ระเบียบวิธีวิจัย

โครงการวิจัยนี้ประกอบด้วยระเบียบวิธีวิจัยสองส่วนหลัก โดยในส่วนแรกจะเป็นการศึกษาและสร้างสูตรและต้นแบบพอร์ซเลนเซรามิกจากวัตถุดิบภายในประเทศไทยและศึกษาอิทธิพลของการเผาผนึกที่มีผลต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกลของเซรามิกทันตกรรมนาโนคอมโพสิตที่เสริมแรงด้วยเซอร์โคเนีย และส่วนที่สองจะเป็นการศึกษาอิทธิพลของปริมาณองค์ประกอบที่เติมขนาดของเกรน และชนิดของเฟสเซอร์โคเนียที่มีผลต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติเชิงกลของเซรามิกทันตกรรมนาโนคอมโพสิตที่เสริมแรงด้วยเซอร์โคเนีย โดยมีรายละเอียดทั้งหมดพอสังเขปดังนี้

1. ศึกษาค้นคว้าและรวบรวมข้อมูลจากเอกสารทางวิชาการที่เกี่ยวข้อง
2. จัดซื้อวัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง
3. คัดเลือกวัตถุดิบทั้งแร่เขี้ยวหนูมาน แร่ฟันม้า และดินขาว จากแหล่งดินต่าง ๆ ภายในประเทศ พร้อมทั้งทำการตรวจสอบความบริสุทธิ์ของเนื้อวัตถุดิบ เพื่อเลือกใช้วัตถุดิบที่มีความเหมาะสมสูงสุด
4. หาส่วนผสมและเงื่อนไขที่เหมาะสมในการผลิตผงพอร์ซเลนทันตกรรมสูตรที่มีคุณภาพสูง
5. ทำการตรวจสอบเฟสที่เกิดขึ้นและลักษณะฐานวิทย์ของผงเซรามิกทันตกรรมที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)
6. นำผงเซรามิกทันตกรรมที่ได้มาขึ้นรูปเป็นแท่งตามมาตรฐาน ISO 6872 (Dental ceramic) [1] ด้วยแปะโลหะ โดยเทคนิคการหล่อ (Casting) ตามมาตรฐานการผลิตของภาคอุตสาหกรรม
7. นำชิ้นงานที่ขึ้นรูปได้มาเผาผนึกแบบธรรมดาเพื่อใช้เป็นเซรามิกชุดควบคุม พร้อมทั้งศึกษาอิทธิพลของตัวแปรหลักในกระบวนการเผาผนึก (sintering) ที่มีต่อพฤติกรรมการเกิดเฟส ลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างจุลภาค และสมบัติเชิงกล โดยจะต้องมีค่าความแข็งแรงไม่น้อยกว่ามาตรฐาน ISO 6872
8. นำผงเซรามิกข้างต้นมาผสมกับเซอร์โคเนียรูปแบบต่าง ๆ และในอัตราส่วนต่าง ๆ ด้วยเทคนิคการผสมแบบสั่น (vibromilling mixing technique) เพื่อสร้างเป็นสูตรต้นแบบที่ครอบคลุมการศึกษาถึงอิทธิพลต่าง ๆ ที่ต้องการศึกษา
9. นำผงที่ได้จากการผสมมาขึ้นรูปเป็นแท่งตามมาตรฐาน ISO 6872 ด้วยแปะโลหะ โดยเทคนิคการหล่อตามมาตรฐานการผลิตของภาคอุตสาหกรรม
10. เผาผนึกชิ้นงานที่ขึ้นรูปแบบธรรมดา ในลักษณะการเผาแบบรวดเร็วและครั้งเดียว

11. ศึกษาส่วนประกอบและเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาผนึก เพื่อให้ได้ชิ้นงานเซรามิก ทันตกรรมที่มีเซอร์โคเนียเป็นตัวเสริมแรง และอยู่ในลักษณะของโครงสร้างนาโน คอมโพสิต
12. ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคและสมบัติที่เกี่ยวข้องของชิ้นงานที่เตรียมได้ ทั้งสมบัติทางกายภาพ (ความหนาแน่น รูพรุน ปริมาณการหดตัว เป็นต้น) และสมบัติทางกล (ความแข็ง ความทนแรงดัด ความเหนียว เป็นต้น)
13. อภิปรายผลการศึกษาและสรุปผลการวิจัยและพัฒนาในส่วนที่ 1 เพื่อเตรียมผลงาน สำหรับการตีพิมพ์
14. เลือกชนิด (เฟส) และขนาดของเซอร์โคเนียที่เหมาะสมสำหรับนำมาใช้เสริมแรง เซรามิก
15. ผสมเซอร์โคเนียเข้ากับเซรามิก ในลักษณะต่างๆตามลักษณะของหัวข้อวิจัยที่สนใจ เช่น ชนิดของเฟส อัตราส่วนผสม และขนาดเกรน ด้วยเทคนิคการผสมแบบสั่น เพื่อให้ส่วนผสมทั้งสองเข้าเป็นเนื้อเดียวกันได้ดี
16. ศึกษาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาผนึก เพื่อให้ได้ชิ้นงานเซรามิกอยู่ในลักษณะของ โครงสร้างนาโนคอมโพสิตและมีปริมาณความพรุนที่ต่ำ
17. หาส่วนประกอบและเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาผนึกเซรามิกด้วยเตาเผาสุญญากาศ
18. นำผงเซรามิกทันตกรรมที่ได้มาขึ้นรูปเป็นแท่งตามมาตรฐาน ISO 6872 ด้วยปั๊มโลหะ โดยเทคนิคการหล่อตามมาตรฐานการผลิตของภาคอุตสาหกรรม
19. เผาผนึกชิ้นงานโดยใช้เทคนิคแบบรวดเร็วและเพียงครั้งเดียว
20. ตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ ทั้งความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน
21. ตรวจสอบเฟส สัณฐาน โครงสร้างจุลภาค และสมบัติเชิงกลของชิ้นงานทดสอบ
22. ศึกษาอิทธิพลของการเผาผนึกที่มีต่อพฤติกรรมการเกิดเฟส โครงสร้างจุลภาค และสมบัติทางกลของชิ้นงานเซรามิก
23. วิเคราะห์เปรียบเทียบผลการทดลองที่ได้ระหว่างชิ้นงานเซรามิกที่ไม่เสริมแรงและ ชิ้นงานที่มีการเสริมแรง รวมทั้งนำเสนอกลไกสำหรับใช้อธิบายลักษณะเฉพาะที่เกิดขึ้น พร้อมทั้งวิเคราะห์ถึงความเป็นไปได้และขีดจำกัดของการใช้เทคนิคการเผาผนึกแบบ รวดเร็วและเพียงครั้งเดียว
24. อภิปรายผลการศึกษาและสรุปผลการวิจัยและพัฒนาในส่วนที่สอง เพื่อเขียนรายงาน และเตรียมผลงานเพื่อการตีพิมพ์เพิ่มเติม
25. นำความรู้ที่ได้จากงานวิจัยเผยแพร่ให้เอกชนที่สนใจและเสนอผลงานแก่นักวิชาการทั้ง ในและต่างประเทศ พร้อมนำเสนอผลการวิจัยที่ได้ไปตีพิมพ์ในวารสารวิชาการระดับ นานาชาติ

ตารางแผนงานวิจัย

แผนดำเนินงาน	ปีที่ 1 (เดือน)					
	1-2	3-4	5-6	7-8	9-10	11-12
1. ศึกษาและค้นคว้ารวบรวมข้อมูล						
2. จัดซื้อวัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง						
3. คัดเลือกวัตถุดิบจากแหล่งต่างๆ ภายในประเทศ พร้อมทั้งตรวจสอบความ บริสุทธิ์ของเนื้อวัตถุดิบ						
4. หาส่วนผสมและเงื่อนไขที่เหมาะสมใน การผลิตผงพอร์ซเลนที่มีคุณภาพสูง						
5. ตรวจสอบเฟสและสัณฐานของผงเซรามิก ด้วยเทคนิค XRD และ SEM						
6. ขึ้นรูปชิ้นงานเซรามิกตามมาตรฐาน ISO 6872						
7. ศึกษาอิทธิพลของการเผาผนึกและการเผา อบที่มีต่อพฤติกรรมการเกิดเฟส โครงสร้าง จุลภาค และสมบัติเชิงกลของชิ้นงานเซรามิก						
8. ผสมผงเซรามิกกับเซอร์โคเนียจาก ต่างประเทศ ด้วยเทคนิคการผสมแบบสั้น						
9. ขึ้นรูปชิ้นงานโดยใช้เทคนิคการขึ้นรูปแบบ หล่อตามมาตรฐานการผลิตของภาค อุตสาหกรรม						
10. เผาผนึกชิ้นงานโดยใช้เทคนิคแบบรวดเร็ว และเพียงครั้งเดียว						
11. ศึกษาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาผนึก เพื่อให้ได้ชิ้นงานเซรามิกอยู่ในลักษณะของ โครงสร้างนาโนคอมโพสิต						
12. ตรวจสอบสมบัติที่เกี่ยวข้องทั้งสมบัติทาง กายภาพและสมบัติเชิงกล						
13. อภิปรายผลการศึกษาและสรุปผลการวิจัย และพัฒนาในส่วนที่ 1 เพื่อเตรียมผลงาน สำหรับการตีพิมพ์						

ตารางแผนงานวิจัย (ต่อ)

แผนดำเนินงาน	ปีที่ 2 (เดือน)					
	1-2	3-4	5-6	7-8	9-10	11-12
14. เลือกชนิด (เฟส) และขนาดของเซอร์โคเนียที่เหมาะสมสำหรับนำมาใช้เสริมแรงเซรามิก						
15. ผสมเซอร์โคเนียเข้ากับเซรามิก ในลักษณะต่างๆตามชนิดของเฟส อัตราส่วนผสม และขนาดของเกรน ด้วยเทคนิคการผสมแบบสั่น						
16. ศึกษาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาผนึก เพื่อให้ได้ชิ้นงานเซรามิกอยู่ในลักษณะของโครงสร้างนาโนคอมโพสิต						
17. หาส่วนประกอบและเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาผนึกเซรามิก						
18. ขึ้นรูปชิ้นงานเซรามิก โดยใช้เทคนิคการขึ้นรูปแบบหล่อตามมาตรฐานการผลิตของภาคอุตสาหกรรม						
19. เผาผนึกชิ้นงานโดยใช้เทคนิคแบบรวดเร็วและเพียงครั้งเดียว						
20. ตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ ทั้งความหนาแน่นและปริมาตรรูพรุน						
21. ตรวจสอบเฟส สัณฐาน โครงสร้างจุลภาค และสมบัติเชิงกลของชิ้นงานทดสอบ						
22. ศึกษาอิทธิพลของการเผาผนึกที่มีต่อพฤติกรรมการเกิดเฟส โครงสร้างจุลภาค และสมบัติเชิงกลของชิ้นงานเซรามิก						
23. วิเคราะห์เปรียบเทียบผลการทดลองที่ได้ระหว่างชิ้นงานเซรามิกที่ไม่เสริมแรงและชิ้นงานที่มีการเสริมแรง						
24. อภิปรายผลการศึกษาและสรุปผลการวิจัยและพัฒนาในส่วนที่ 2 เพื่อเขียนรายงานและเตรียมผลงานเพื่อการตีพิมพ์เพิ่มเติม						

3.2 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้

1. แร่เขี้ยวหนุमान (quartz) จากแหล่งดินต่างๆภายในประเทศ และจากบริษัท Sibelco Thailand ความบริสุทธิ์ > 99.0
2. แร่ฟันม้า (feldspar) จากแหล่งดินต่างๆภายในประเทศ และจากบริษัท Sibelco Thailand ความบริสุทธิ์ > 99.0
3. ดินขาว (kaolinite) จากแหล่งดินต่างๆภายในประเทศ และจากบริษัท Sibelco Thailand ความบริสุทธิ์ > 99.0
4. ถ้วยอลูมินาขนาด 1 กิโลกรัม
5. เตาเผาก๊าซ
6. ก๊าซหุงต้มขนาด 48 กิโลกรัม
7. ตะขอสำหรับคีบถ้วยอลูมินาออกจากเตา
8. ชุดหนึ่งกันความร้อนพร้อมหน้ากาก
9. ถังน้ำใบใหญ่
10. เตาอบ รุ่น Elektro Therm ผลิตโดยบริษัท Linn ประเทศเยอรมนี
11. ตะแกรงร่อนขนาด 150 เมช (mesh)
12. ช้อนตักสาร
13. ครกบดสาร (agate)
14. เครื่องบดย่อยผสมสารแบบ ball-milling/vibromilling ผลิตโดยบริษัท Micronising mill, McCrone Scientific Ltd., ประเทศอังกฤษ
15. ลูกบด YTZ (Yttrium Stabilized Zirconia Grinding Media)
16. แอลกอฮอล์เอทิล (ethyl alcohol) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.5 ผลิตโดยบริษัท Merck ประเทศเยอรมนี
17. บีกเกอร์ขนาด 125 250 และ 500 มิลลิลิตร
18. เตาแผ่นให้ความร้อน (hot plate)
19. โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
20. แม่พิมพ์โลหะสำหรับขึ้นรูปชิ้นงาน (casting mold) ขนาด 30x2x6 มิลลิเมตร
21. แม่พิมพ์โลหะสำหรับขึ้นรูปชิ้นงานทรงกลม (round casting mold)
22. เตาเผาไฟฟ้าสุญญากาศ รุ่น Multimat Touch & Press ผลิตโดยบริษัท Dentsply DeTray Detech GmbH ประเทศเยอรมนี
23. แท่นรองเผาชิ้นงานในเตาสุญญากาศ
24. กล้องจุลทรรศน์แสง (optical microscope)
25. เซอร์โคเนียออกไซด์ (Zirconium oxide: ZrO_2) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
26. เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม ผลิตโดยบริษัท AND รุ่น HM-300

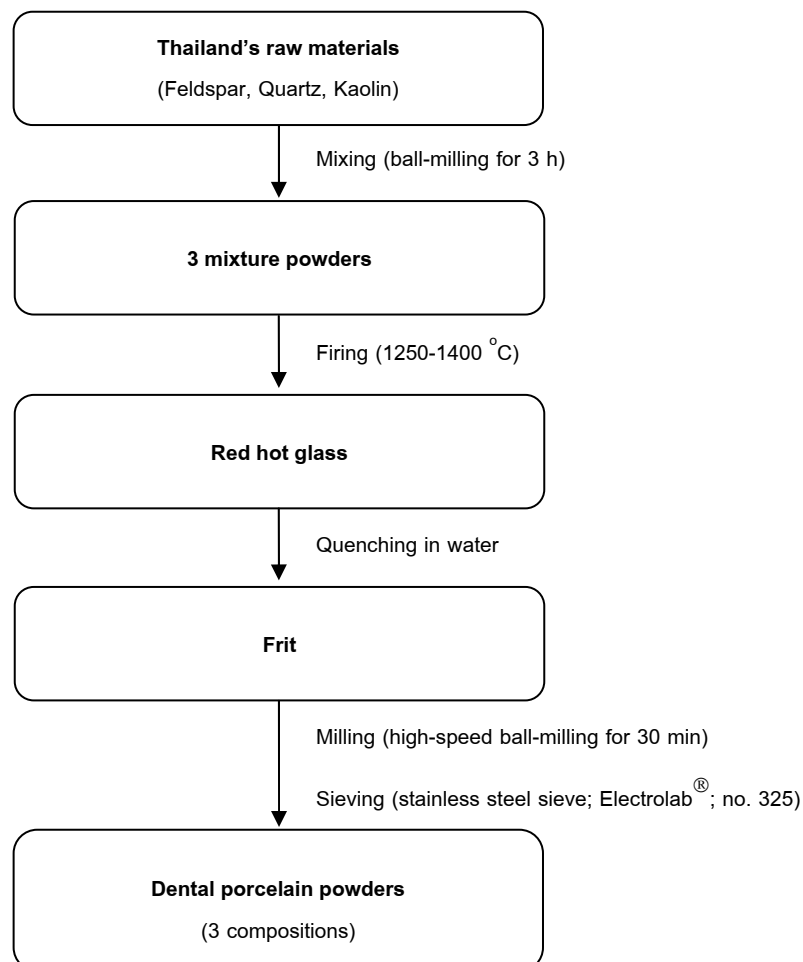
27. กระดาษฟอยล์ (foil)
28. กระป๋องพลาสติกพร้อมฝาปิด
29. เทปกาวยพลาสติก
30. กระดาษทรายเบอร์ 400, 600, 800, 1000 และ 1200
31. งานหมุนสำหรับขัดสาร ผลิตโดยบริษัท Struers A/S ประเทศเดนมาร์ก
32. ผงขัดอลูมินาขนาดอนุภาค 1 ไมโครเมตร
33. น้ำกลั่น
34. เครื่องมือตรวจวิเคราะห์ทางความร้อน Thermogravimetric Analysis (TGA) และ Differential Thermal Analysis (DTA)
35. เครื่องมือในการตรวจวิเคราะห์เฟสของชิ้นงาน ได้แก่ X-ray diffractometer (XRD) รุ่น JDX-8030 ผลิตโดยบริษัท SIEMENS ประเทศเยอรมนี
36. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope: SEM) และ Energy Dispersive X-ray Analysis (EDX) ผลิตโดยบริษัท JOEL รุ่น JSM 840A ประเทศญี่ปุ่น
37. Universal testing machine รุ่น Tira test 2420 ผลิตโดยบริษัท Tira Maschinenbau GmbH, Rauenstein ประเทศเยอรมนี
38. 3-point bending holder
39. Microhardness tester รุ่น Fischerscope H 100 ผลิตโดยบริษัท Helmut Fischer GmbH +Co, Sindelfingen ประเทศเยอรมนี
40. เครื่องวัดความแข็งแบบหนูป (Knoop) Digital Microhardness Tester รุ่น MXT-CX ผลิตโดยบริษัท Matsuzawa Seika ประเทศญี่ปุ่น

3.3 กระบวนการเตรียมผงพอร์ซเลนทันตกรรมจากวัตถุดิบภายในประเทศ

1. คัดเลือกวัตถุดิบทั้งแร่เขียวหุนมาน แร่ฟันม้า และดินขาว จากแหล่งดินต่างๆภายในประเทศ พร้อมทั้งทำการตรวจสอบความบริสุทธิ์ของเนื้อวัตถุดิบ เพื่อเลือกใช้วัตถุดิบที่มีปริมาณสิ่งเจือปนน้อย และจากบริษัท Sibelco Thailand ความบริสุทธิ์ > 99.0 โดยทำการผสมในอัตราส่วนต่างๆแสดงดังตาราง 3.1 และมีขั้นตอนการเตรียมแสดงดังแผนภาพ 3.1 ดังนี้

ตาราง 3.1 องค์ประกอบและอัตราส่วนของวัตถุดิบที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมเซรามิกทันตกรรม

Group	Compositions (wt%)		
	Feldspar	Quartz	Kaolinite
1 (D1-D4)	80	17	3
2 (D5-D8)	75	19	6
3 (D9-D12)	70	21	9



แผนภาพ 3.1 ขั้นตอนการเตรียมผงเซรามิกทันตกรรม

2. ชั่งสารและผสมวัตถุดิบให้เข้ากัน (รูป 3.1)



รูป 3.1 เครื่องชั่งสาร

3. เทส่วนผสมลงในถ้วยอลูมินา และหลอมในเตาเผาก๊าซ (รูป 3.2) โดยการควบคุมอัตราการเพิ่มอุณหภูมิของเตาให้อยู่ในช่วง 3-5 องศาเซลเซียสต่อนาที และเผาที่อุณหภูมิ 1250 ± 30 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง



รูป 3.2 เตาเผาก๊าซ

4. เทแก้วหลอมลงในถังที่มีน้ำเย็นบรรจุอยู่เต็ม (รูป 3.3)



รูป 3.3 การเทแก้วหลอมลงในถังที่มีน้ำเย็น

5. นำแก้วที่ได้เข้าเตาอบ (รูป 3.4) จนกระทั่งแห้งสนิท



รูป 3.4 เตาอบ

6. บดแก้วเบื้องต้นด้วยครกบดสาร และบดละเอียดด้วยเครื่องบดผสมแบบลูกบด (รูป 3.5) ให้มีความละเอียด 50-100 ไมครอน โดยการร่อนผงแก้วผ่านตะแกรงที่มีขนาด 150 เมช



รูป 3.5 เครื่องบดผสมแบบลูกบด

7. หาส่วนประกอบและเงื่อนไขที่เหมาะสมในการผก เพื่อให้ได้ผงเซรามิกทันตกรรมที่มีปริมาณรูพรุนน้อยที่สุด
8. ทำการตรวจสอบเฟสที่เกิดขึ้นและลักษณะสัณฐานวิทยาของผงเซรามิกทันตกรรมที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

9. นำผงเซรามิกทันตกรรมที่ได้มาขึ้นรูปเป็นแท่งตามมาตรฐาน ISO 6872 (Dental ceramic) ด้วยแป้โลหะ โดยเทคนิคการหล่อ (Casting) ตามมาตรฐานการผลิตของภาคอุตสาหกรรม
10. นำชิ้นงานเซรามิกทันตกรรมมาเผาผนึกแบบธรรมดาเพื่อใช้เป็นเซรามิกชุดควบคุม พร้อมทั้งศึกษาอิทธิพลของตัวแปรหลักในกระบวนการเผาผนึกที่มีต่อพฤติกรรมการเกิดเฟส ลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างจุลภาค และสมบัติเชิงกล โดยจะต้องมีค่าความแข็งแรงไม่น้อยกว่ามาตรฐาน ISO 6872

3.4 กระบวนการเตรียมชิ้นงานพอร์ซเลนทันตกรรมที่มีเซอร์โคเนียเป็นส่วนผสม

1. นำผงเซรามิกทันตกรรมข้างต้นมาผสมกับเซอร์โคเนียรูปแบบต่างๆจากต่างประเทศในอัตราส่วนต่างๆ ด้วยเทคนิคการผสมแบบสั่น (vibromilling mixing technique) เพื่อสร้างเป็นสูตรต้นแบบที่ครอบคลุมการศึกษาถึงอิทธิพลต่างๆที่ต้องการศึกษา
2. ผงเซรามิกทันตกรรมที่ได้จากการผสมกับเซอร์โคเนียมาขึ้นรูปเป็นแท่งตามมาตรฐาน ISO 6872 (Dental ceramic) ด้วยแป้โลหะ (รูป 3.6-3.7) โดยเทคนิคการหล่อตามมาตรฐานการผลิตของภาคอุตสาหกรรม (รูป 3.8-3.14)



รูป 3.6 แม่แบบขึ้นรูปชิ้นงานเมื่อแยกส่วนต่างๆออกจากกัน



รูป 3.7 แม่แบบขึ้นรูปชิ้นงานเมื่อประกอบกันพร้อมใช้งาน



รูป 3.8 ส่วนผสมผงเซอร์โคเนียเข้ากับเซรามิกทนความร้อนและโพลีไวนิลแอลกอฮอล์



รูป 3.9 การตักส่วนผสมแก้วใส่ในแม่แบบ



รูป 3.10 การใช้กระดาดที่ชุบน้ำส่วนเกินออก



รูป 3.11 การใช้แผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมอัดและปาดบนผิวหน้า



รูป 3.12 ผงแก้วภายหลังการอัดและปาดส่วนเกินออกจนเรียบขนานกับขอบของแม่แบบ



รูป 3.13 การแยกชิ้นส่วนของแม่แบบออก



รูป 3.14 ชิ้นงานดิบก่อนเผาด้วยวิธีเผาสุญญากาศ

3. นำชิ้นงานเซรามิกที่ทนความร้อนมาเผาผืนึกแบบธรรมดาในเตาเผาแบบสุญญากาศ (รูป 3.15) ในลักษณะการเผาแบบรวดเร็วและครั้งเดียว



รูป 3.15 เตาเผาแบบสุญญากาศ

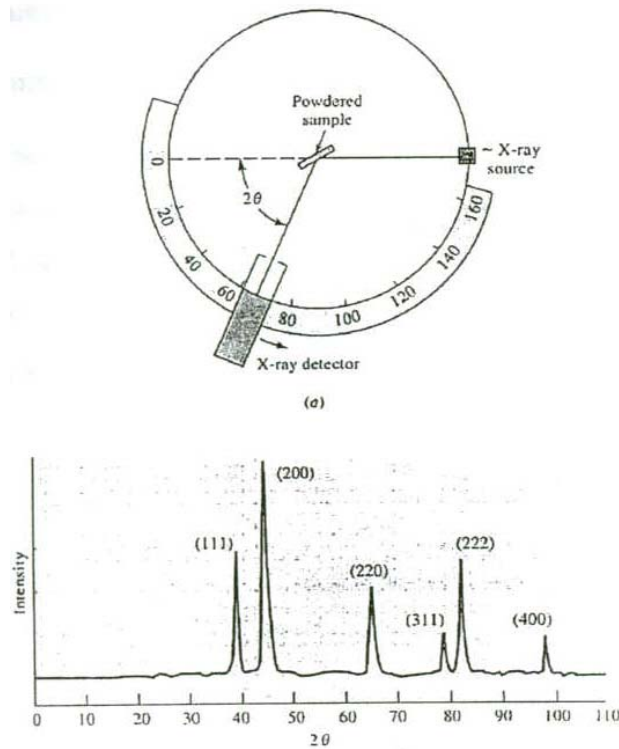
4. ศึกษาส่วนประกอบและเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเผาผืนึก เพื่อให้ได้ชิ้นงานเซรามิกที่ทนความร้อนที่มีเซอร์โคเนียเป็นตัวเสริมแรง และอยู่ในลักษณะของโครงสร้างนาโนคอมโพสิต
5. ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคและสมบัติที่เกี่ยวข้องของชิ้นงานที่เตรียมได้ ทั้งสมบัติทางกายภาพ (ความหนาแน่น รูพรุน ปริมาณการหดตัว เป็นต้น) และสมบัติทางกล (ความแข็ง ความทนแรงดัด ความเหนียว เป็นต้น)

3.5 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

ในงานวิจัยนี้ได้ใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction technique) ในการตรวจสอบหาชนิดและปริมาณของเฟสที่เกิดขึ้นโดยอาศัยหลักการตกกระทบของรังสีเอ็กซ์ลงบนผิววัสดุแล้วเกิดการกระเจิง (scattering) และเลี้ยวเบนโดยมีมุมในการเลี้ยวเบนแตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับโครงสร้างผลึกและระนาบ (hkl) ที่รังสีตกกระทบภายในวัสดุ โดยที่รูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของวัสดุแต่ละชนิดนั้นก็จะมีเฉพาะเจาะจงสำหรับวัสดุนั้นๆ ดังนั้นเมื่อนำเครื่องมือสำหรับตรวจวัด (detector) มารองรับรังสีเอ็กซ์ที่กระเจิงออกมาจากวัสดุในตำแหน่งต่างๆก็จะสามารถตรวจสอบได้ว่าวัสดุนั้นเป็นวัสดุหรือสารชนิดใด โดยพิจารณาจากข้อมูลของความสัมพันธ์ระหว่างค่ามุมของแบรกก์ (Bragg's angle) และความเข้มของพีครังสีเอ็กซ์ของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ ซึ่งสารแต่ละชนิดจะมีรูปแบบของการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันไปจึงสามารถนำรูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตรวจสอบได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลของสารชนิดต่างๆ ที่มีอยู่ในฐานข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS files) เพื่อตรวจสอบชนิดของเฟสที่เกิดขึ้นได้ โดยเริ่มจากการนำผงและชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้มาบรรจุใส่ใน holder จากนั้นนำไปวางที่บริเวณช่องสำหรับวางชิ้นงานในเครื่อง X-ray diffractometer (รูป 3.16) แล้วจึงเดินเครื่องโดยใช้เป้าทองแดง ($\text{CuK}\alpha$) ที่ให้รังสีเอ็กซ์ค่าความยาวคลื่นประมาณ $1.54 \text{ \AA}$ ออกมาด้วย step ประมาณ 5 องศาต่อนาที จากค่ามุม 2θ ที่ 20 องศา ไปจนถึงที่ค่ามุม 2θ ที่ 60 องศา (รูป 3.17)



รูป 3.16 เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ SIEMENS



รูป 3.17 หลักการตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิค XRD และตัวอย่างรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

3.6 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของเซรามิก

ทำการหาค่าความหนาแน่นของชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้ โดยอาศัยหลักแทนที่น้ำของอาร์คิมิดีส (Archimedes) เริ่มจากนำเซรามิกที่ต้องการทราบค่ามาต้มในน้ำกลั่นเป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นในอากาศ จากนั้นจึงนำมาชั่งในน้ำ (W_3) ชั่งขณะเปียก (W_2) และนำไปอบในเตาอบให้แห้งเพื่อนำมาชั่งขณะแห้ง (W_1) แล้วจึงนำค่าที่ได้มาคำนวณหาความหนาแน่นตามสมการ 3.1 ดังนี้

$$\rho_C = \left(\frac{W_1}{W_2 - W_3} \right) \times \rho_{H_2O} \quad (3.1)$$

เมื่อ ρ_C และ ρ_{H_2O} คือ ความหนาแน่นของเซรามิกและของน้ำที่อุณหภูมิขณะทำการทดลอง
 W_1 , W_2 และ W_3 คือ น้ำหนักของเซรามิกที่ชั่งในอากาศขณะแห้ง ขณะเปียก และในน้ำตามลำดับ

3.7 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเซรามิก

นำชิ้นงานเซรามิกมาทำการตรวจสอบลักษณะของโครงสร้างจุลภาคด้วยการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เพื่อศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกที่เตรียมได้ โดยมีขั้นตอนการเตรียมและทดสอบดังนี้

1. นำชิ้นงานมาตัดด้วยเครื่องตัด (รูป 3.18) เพื่อแยกชิ้นงานออกเป็น 4 ชั้น โดยสองชั้นแรกสำหรับศึกษาบริเวณพื้นผิว และสองชั้นที่เหลือสำหรับศึกษาบริเวณภาคตัดขวาง



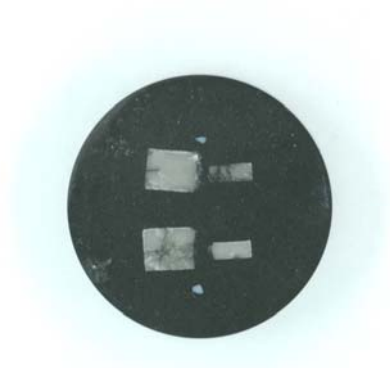
รูป 3.18 เครื่องตัดชิ้นงาน

2. นำชิ้นงานทั้งสี่ชิ้นมายึดเข้ากับเรซินด้วยเครื่องหล่อเรซินด้วยความร้อน (รูป 3.19)



รูป 3.19 เครื่องหล่อเรซินด้วยความร้อน

3. ทำเช่นนี้กับชิ้นงาน จนกระทั่งครบทุกอัตราส่วนต่างๆ
4. นำชิ้นงานที่ได้รับการหล่อด้วยเรซินแล้วมาขัดด้วยกระดาษทรายเบอร์ 220, 400, 1000 และ 1200 ตามลำดับ และขัดละเอียดด้วยผงขัดอลูมินาขนาด 0.1 ไมโครเมตร บนผ้ากำมะหยี่ (รูป 3.20)



รูป 3.20 ชิ้นงานที่ได้รับการหล่อด้วยเรซินและขัดเรียบเรียบร้อยแล้ว

5. นำมาเคลือบด้วยทอง
6. ตรวจสอบด้วยเครื่อง SEM (รูป 3.21)



รูป 3.21 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแบบ Low vacuum

7. ถ่ายภาพด้วยเทคนิค BSE-SEM
8. วิเคราะห์ทุกกลุ่มชิ้นงานเพื่อหาปริมาณรูพรุนผิวและการกระจายตัวของเส้นใยนาโนในแก้วอย่างละ 4 ครั้งแบบสุ่ม
9. หลังจากนั้นนำภาพที่ได้ไปนับจำนวนรูพรุนผิว เพื่อหาปริมาณรูพรุนผิวและการกระจายตัวของเส้นใยนาโนในแก้วด้วยเทคนิคเศษส่วนปริมาตร (volume fraction) แบบเศษส่วนจุดตัด (point fraction) ที่จำนวนจุดตัดทั้งหมด 300 จุด และคำนวณหาปริมาณร้อยละความพรุนผิวและการกระจายตัวของเส้นใยนาโนในแก้วที่ได้ เพื่อหาค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน

3.8 การทดสอบสมบัติเชิงกลของชิ้นงาน

3.8.1 การทดสอบความแข็ง

1. วางชิ้นงานที่ขัดผิวหน้าเรียบร้อยแล้วบนเครื่องวัดความแข็ง (รูป 3.22-3.23)
2. ตั้งค่าเครื่องวัดความแข็ง
3. กดชิ้นงานเพื่อวัดความแข็งและทดสอบซ้ำ 10 จุดต่อ 1 ชิ้นงาน เพื่อหาค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของทุกกลุ่มชิ้นงาน



รูป 3.22 เครื่องวัดความแข็งแบบนูน



3.23 การวางชิ้นงาน เพื่อทดสอบความแข็งแบบนูน

3.8.2 การทดสอบความทนแรงดัด (flexural strength)

1. เตรียมชิ้นงานที่ขัดแต่งผิวหน้าเรียบร้อยแล้ว
2. ชุดอุปกรณ์ทดสอบแรงดัดแบบสามจุด (three - point bending) โดยการสร้างเครื่องมือตามข้อกำหนดของ ISO 6872 [1] และ ASTM C 1327-99 [2] และ ASTM C 1259-01 [3] สำหรับเครื่องมือทดสอบสร้างจากเหล็กกล้าไร้สนิมให้มีตัวรองรับชิ้นงาน (specimen support) 2 ตำแหน่ง ห่างกัน 12 มิลลิเมตร ส่วนปลายขอบที่ใช้วางชิ้นงาน (bending edge) ของตัวรองรับชิ้นงานมีความโค้งรัศมี 0.8 มิลลิเมตร ในการทดลองนี้ได้ทำการประยุกต์ตัวรองรับชิ้นงานให้มีความสามารถในการปรับระดับได้ โดยทำให้ตัวรองรับชิ้นงานมีรูปร่างเป็นแผ่นโค้ง แสดงดังรูป 3.24 ที่มีความหนา 1.6 มิลลิเมตร (ส่วนปลายขอบที่ใช้วางชิ้นงานมีรัศมี 0.8 มิลลิเมตร) วางไว้ในร่องที่มีความโค้งเหมาะสมกัน ทำให้แผ่นตัวรองรับชิ้นงานสามารถเลื่อนปรับระดับได้ในกรณีที่ผิวของชิ้นงานไม่ขนานกันหรือมีลักษณะเป็นรูปลิ้นส่วนของหัวกดจะอยู่ในตำแหน่งกึ่งกลางระหว่างตัวรองรับชิ้นงาน โดยที่ส่วนปลายของหัวกดมีความหนา 1.6 มิลลิเมตร ซึ่งจะทำให้ขอบบริเวณที่ใช้กดมีรัศมี 0.8 มิลลิเมตรเช่นเดียวกับรัศมีของส่วนปลายขอบที่ใช้วางชิ้นงาน ส่วนปลายอีกด้านหนึ่งของแท่งหัวกดออกแบบให้มีลักษณะปลายเป็นทรงกลม แสดงดังรูป 3.25 เพื่อลดแรงที่อาจจะออกนอกทิศทางของแนวแรงกด ขณะที่แผ่นกดด้านบนกดลงมา



รูป 3.24 ส่วนต่างๆของเครื่องทดสอบแรงดัดแบบสามจุด ส่วนบนคือแผ่นกดที่ใช้กดลงมาบนแท่งกดที่มีปลายเป็นทรงกลม แผ่นโค้งสองแผ่นด้านข้างเป็นตัวรองรับชิ้นงานที่แยกออกมาจากร่องโค้งของฐาน



รูป 3.25 ส่วนปลายของหัวกดซึ่งอยู่ระหว่างกลางตัวรองรับชิ้นงานที่ใส่ลงไว้ในร่องโค้งของฐาน เพื่อให้ปรับระดับได้

3. นำเครื่องมือทดสอบแรงดัดแบบสามจุดมาประกอบเข้ากับหัวจับของเครื่องทดสอบยูนิเวอร์แซล (รูป 3.26-3.27)

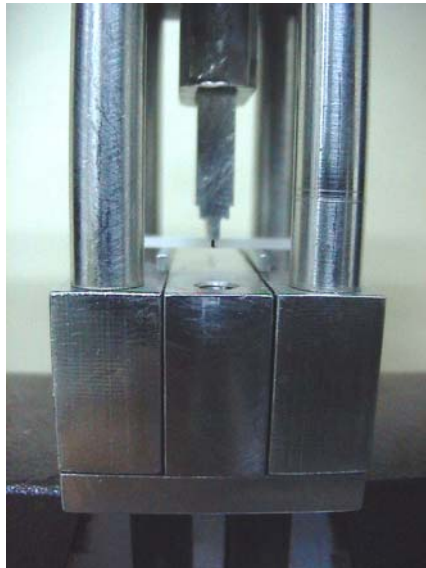


รูป 3.26 เครื่องทดสอบยูนิเวอร์แซล



รูป 3.27 การติดตั้งเครื่องมือทดสอบแรงดัดแบบ 3 จุดที่หัวจับเครื่องทดสอบยูนิเวอร์แซล

4. นำชิ้นงานมาทำเครื่องหมาย โดยวัดความกว้าง ความหนา ที่จุดกึ่งกลางของชิ้นงานไว้ก่อน เพื่อใช้เป็นข้อมูลในการคำนวณของเครื่อง
5. นำชิ้นงานมาวางไว้ตรงกลางของตัวรองรับชิ้นงานที่ห่างกัน 12 มิลลิเมตรตามที่กำหนดไว้ ปรับระดับตัวรองรับชิ้นงานให้แนบกับชิ้นงาน จากนั้นวางหัวกดบนชิ้นงานตรงตำแหน่งกึ่งกลาง (รูป 3.28)



รูป 3.28 ตำแหน่งการวางหัวกดที่จุดกึ่งกลางของชิ้นงานระหว่างตัวรองรับชิ้นงาน

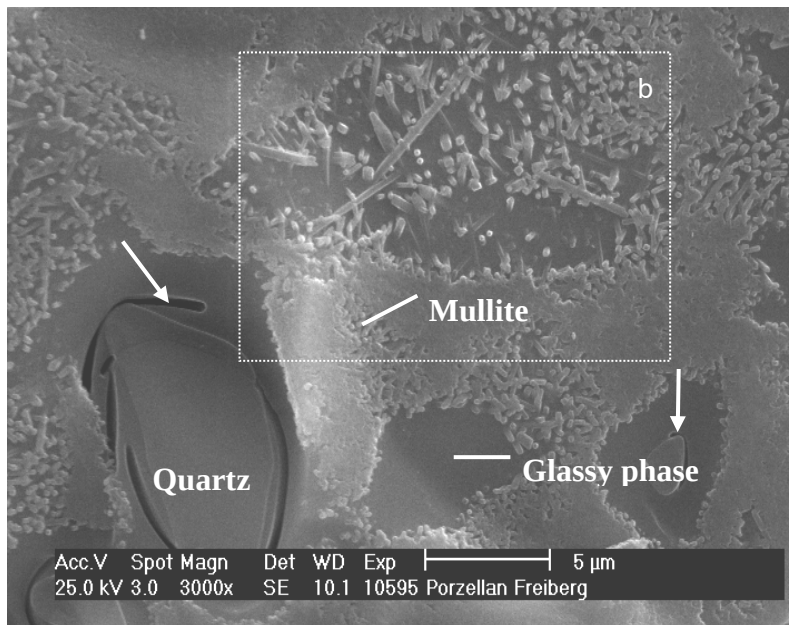
6. ทำการเคลื่อนหัวจับของเครื่องทดสอบยูนิเวอร์แซลที่มีแผ่นกดติดตั้งไว้ จนแผ่นกดสัมผัสกับปลายทรงกลมของแท่งกดของเครื่องทดสอบยูนิเวอร์แซล
7. ตรวจสอบว่าชิ้นงานและอุปกรณ์ทดสอบอยู่ในตำแหน่งที่ถูกต้อง
8. ทำการทดสอบโดยให้ระยะห่างระหว่างหัวจับ 12-15 มิลลิเมตร และหัวกดเคลื่อนที่ลงด้วยความเร็ว 1 มิลลิเมตรต่อนาทีจนกว่าชิ้นงานจะแตกหัก เพื่อวัดค่าความต้านแรงตัดของชิ้นงาน
9. ทำการทดสอบซ้ำ 10 ครั้ง (1 ครั้งต่อ 1 ชิ้นงาน) เพื่อหาค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของทุกกลุ่มชิ้นงาน

4. ผลการทดลอง

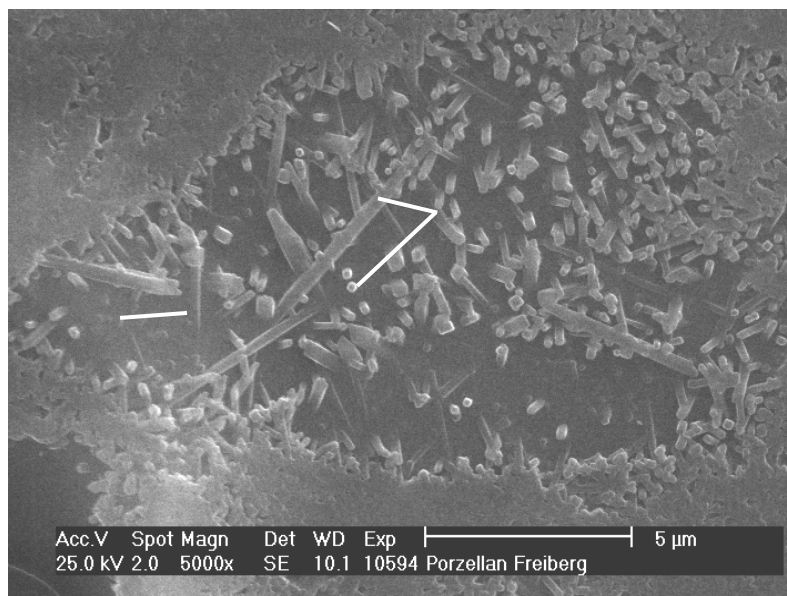
4.1 การสร้างเซรามิกทนความร้อนจากวัตถุดิบภายในประเทศ

การศึกษานี้ได้ทำการสร้างเซรามิกทนความร้อนจากวัตถุดิบภายในประเทศ ร่วมกับศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิและระยะเวลาที่ใช้ในการเผาผนึกที่มีผลต่อสมบัติที่เกี่ยวข้อง ทั้งในแง่ขององค์ประกอบ โครงสร้างจุลภาค และสมบัติเชิงกล จากการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกทนความร้อนตั้งต้นที่ผ่านการเผาผนึกแล้วพบว่าโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกทนความร้อนตั้งต้นนั้นประกอบด้วยเฟสหลักของแก้ว (รูป 4.1a) แสดงดังพื้นที่เรียบสีเทา โดยมีผลึกของมัลไลต์ (mullite crystals) ลักษณะแท่งขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 50-200 นาโนเมตร (รูป 4.1b) แทรกกระจายอยู่ในเนื้อของเฟสแก้ว จากภาพถ่ายจะเห็นรอยแตก (ลูกศรชี้) รอบๆขอบเกรนของ quartz ซึ่งรอยแตกขนาดเล็กเหล่านี้เกิดจากการลดความเครียดภายในเนื้อวัสดุขณะเย็นตัวภายหลังการเผาผนึก โดยมีสาเหตุมาจากความแตกต่างของค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน (thermal expansion coefficient) ระหว่างผลึกของ quartz ($\alpha \approx 23 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) และเฟสของแก้ว ($\alpha \approx 3 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) โดยเฉพาะในช่วงอุณหภูมิตั้งแต่ 20-750 องศาเซลเซียส ซึ่งการศึกษาในครั้งนี้ได้ผลสอดคล้องกับการศึกษาวิจัยที่ผ่านมาก่อนหน้านี้ [4-6]

สมบัติทางกายภาพ (ค่าความหนาแน่นและปริมาณรูพรุน) และสมบัติเชิงกล (ความทนแรงดัด ความแข็ง และความเหนียว) แสดงดังตาราง 4.1 จากการศึกษาพบว่าระดับของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึก อัตราการให้ความร้อน (heating rate)/อัตราการเย็นตัว (cooling rate) ที่เหมาะสมในการเผาขึ้นรูปชิ้นงานที่ให้สมบัติเชิงกลสูงที่สุดนั้นคือ 3 นาทีและ 50 องศาเซลเซียสต่อนาทีตามลำดับค่าที่ได้จากการทดสอบสมบัติเชิงกลทั้งความทนแรงดัด ความเหนียว และความแข็ง มีค่าอยู่ในช่วง 57-83 MPa, 0.92-1.24 GPa และ 3.03-3.21 MPa.m^{0.5} ตามลำดับ ค่าความทนแรงดัดและความแข็งสูงที่สุดมีค่า 83.4 MPa and 1.01 GPa ซึ่งพบในสูตรการทดลอง D11 ในขณะที่สูตร D3 นั้นให้ค่าความเหนียวสูงที่สุดที่ 1.24 MPa.m^{0.5} ค่าของสมบัติเชิงกลที่ได้แสดงให้เห็นถึงอิทธิพลของควอตซ์ที่แทรกอยู่ในเนื้อของแก้วที่มีส่วนในการเพิ่มค่าความแข็งและความแข็งแรงให้แก้วได้ดี ในขณะที่การมีเฟสแก้วเฟลสป่า (feldspar) ในปริมาณที่สูงกว่าจะมีผลของค่าความเหนียวของวัสดุที่สูงกว่า [7] ผลการศึกษานี้ชี้ให้เห็นถึงอิทธิพลของเนื้อวัสดุที่มีความแตกต่างกันที่จะส่งผลถึงสมบัติเชิงกลของวัสดุนั้นๆ นอกจากนี้จะเห็นได้ว่าค่าความทนแรงดัดของวัสดุที่ทำการทดสอบมีค่าสูงกว่าเล็กน้อยเมื่อเทียบกับค่าตามมาตรฐาน ISO 6872 [1] เหตุผลของค่าที่สูงกว่ามาตรฐานเหล่านี้ยังไม่สามารถที่จะชี้แจงในรายละเอียดได้ในการศึกษาวิจัยนี้ ซึ่งควรจะต้องทำการศึกษาวัตถุดิบที่แตกต่างกันในแต่ละชนิดในเชิงลึก รวมถึงกลไกที่เป็นสาเหตุของค่าความแข็งแรงที่เพิ่มขึ้นต่อไป



(a)



(b)

รูป 4.1 โครงสร้างจุลภาคของเซรามิกทันตกรรม (a) ซึ่งประกอบด้วยเฟสหลักของแก้ว ควอตซ์ และมัลไลต์ที่กระจายแทรกอยู่ในเนื้อของเฟสแก้ว (b)

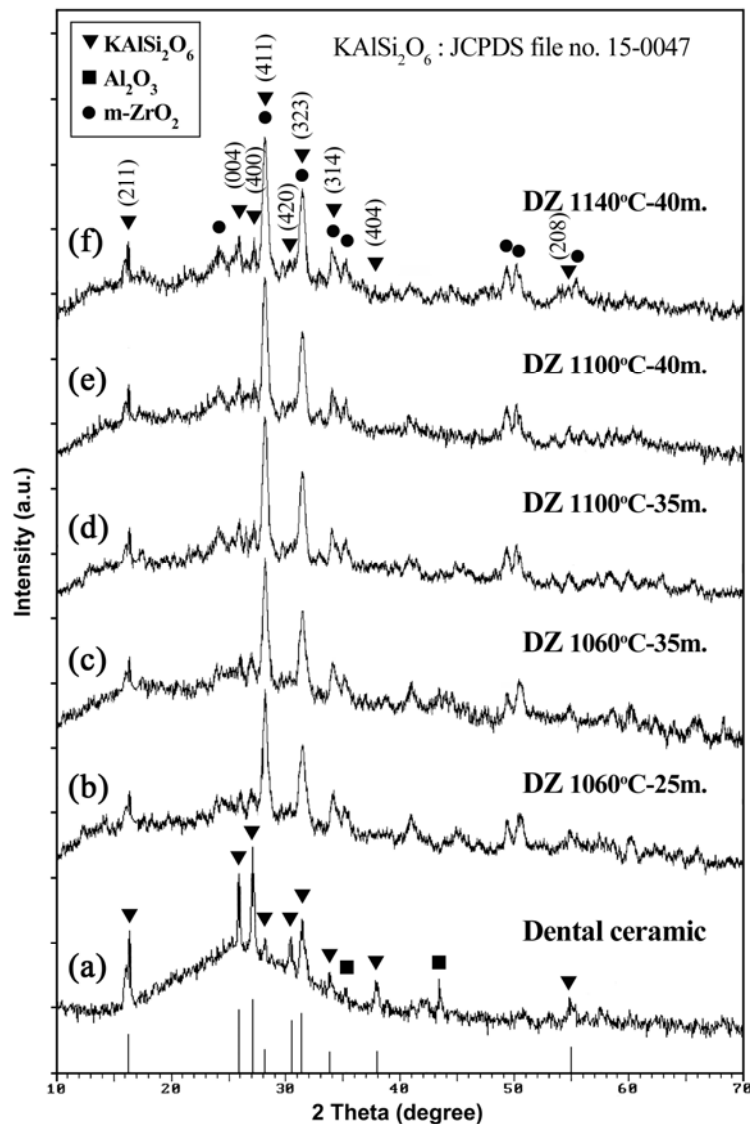
ตาราง 4.1 ค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของสมบัติเชิงกลของเซรามิกทันตกรรมตั้งต้นที่ใช้วัตถุดิบภายในประเทศ

Sample code	Physical properties		Mechanical properties*		
	Bulk density	Total porosity (%)	Flexural strength	Fracture toughness	Hardness
	(g/cm ³)		(MPa)	(MPa.m ^{0.5})	(GPa)
D1	2.512 (0.239)	6.65 (0.96)	58.4 (6.8)	1.11 (0.17)	3.03 (0.24)
D2	2.564 (0.251)	6.48 (0.87)	62.2 (6.6)	1.16 (0.15)	3.05 (0.26)
D3	2.589 (0.267)	6.42 (0.95)	65.9 (5.9)	1.24 (0.10)	3.08 (0.19)
D4	2.521 (0.248)	6.74 (1.01)	57.2 (6.7)	1.15 (0.11)	3.04 (0.25)
D5	2.458 (0.225)	6.89 (1.05)	67.1 (7.8)	1.02 (0.08)	3.10 (0.30)
D6	2.486 (0.231)	6.39 (1.15)	73.3 (8.2)	1.03 (0.08)	3.12 (0.21)
D7	2.498 (0.245)	6.24 (0.94)	78.3 (7.4)	1.06 (0.13)	3.13 (0.27)
D8	2.487 (0.226)	6.97 (0.87)	64.6 (5.9)	1.01 (0.11)	3.12 (0.28)
D9	2.305 (0.218)	6.81 (1.02)	77.1 (7.4)	0.92 (0.09)	3.15 (0.24)
D10	2.317 (0.236)	6.68 (1.08)	82.1 (7.5)	0.94 (0.07)	3.16 (0.22)
D11	2.318 (0.033)	6.53 (1.34)	83.4 (8.3)	1.01 (0.10)	3.21 (0.19)
D12	2.304 (0.298)	6.84 (1.13)	74.6 (8.1)	0.96 (0.10)	3.15 (0.21)

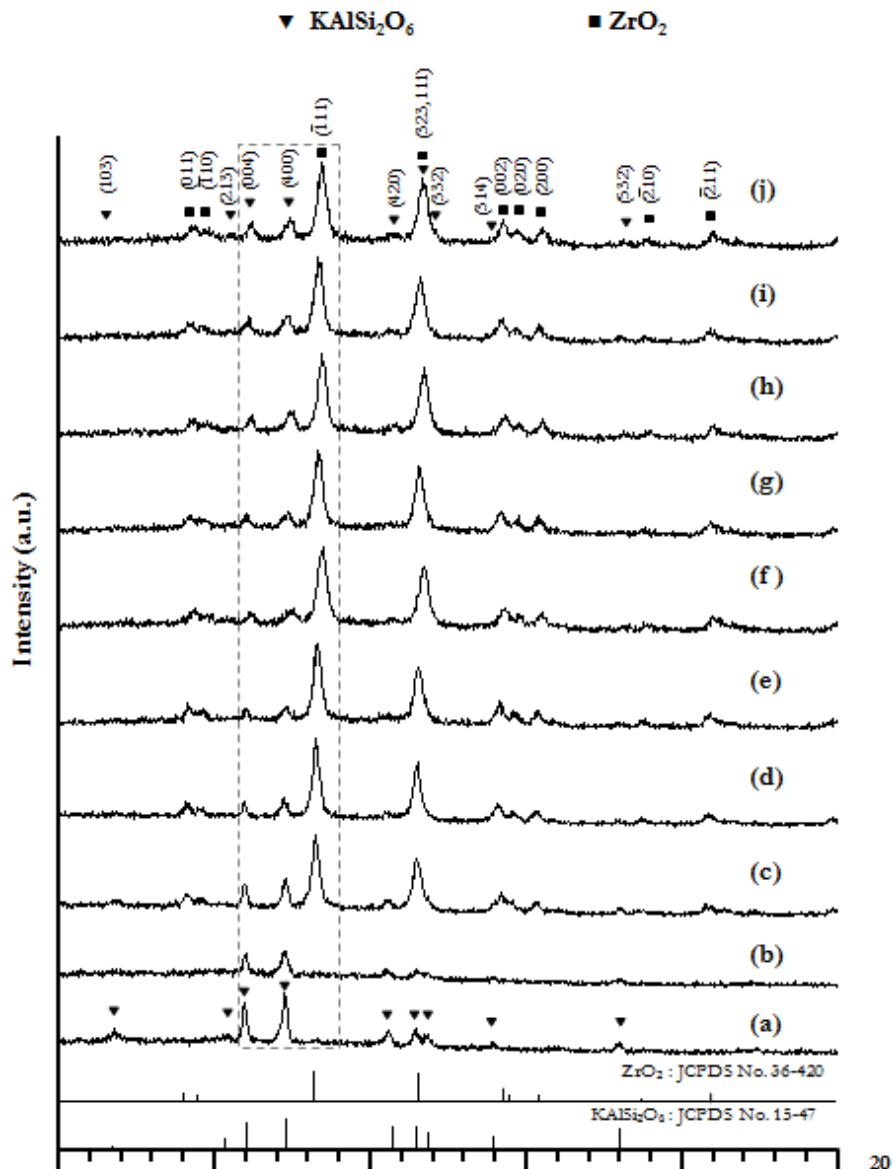
* The estimated precision of these values is $\pm 3 \%$

4.2 ผลการศึกษาอิทธิพลของระดับอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกและอิทธิพลของระยะเวลาที่ใช้ในการเผาอบของเซรามิกที่เสริมแรงด้วยเซอร์โคเนีย

ผลการตรวจสอบเฟสที่เกิดขึ้นของเซรามิกทันตกรรมที่เสริมแรงด้วยเซอร์โคเนียที่ผ่านการเผาผนึกที่ระดับอุณหภูมิที่แตกต่างกัน (รูป 4.2) และระยะเวลาการเผาอบที่แตกต่างกัน (รูป 4.3) แสดงด้วยแผนภาพ XRD



รูป 4.2 แผนภาพการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของเซรามิกทันตกรรมที่ผ่านการเผาผนึกใน ระดับอุณหภูมิที่แตกต่างกัน



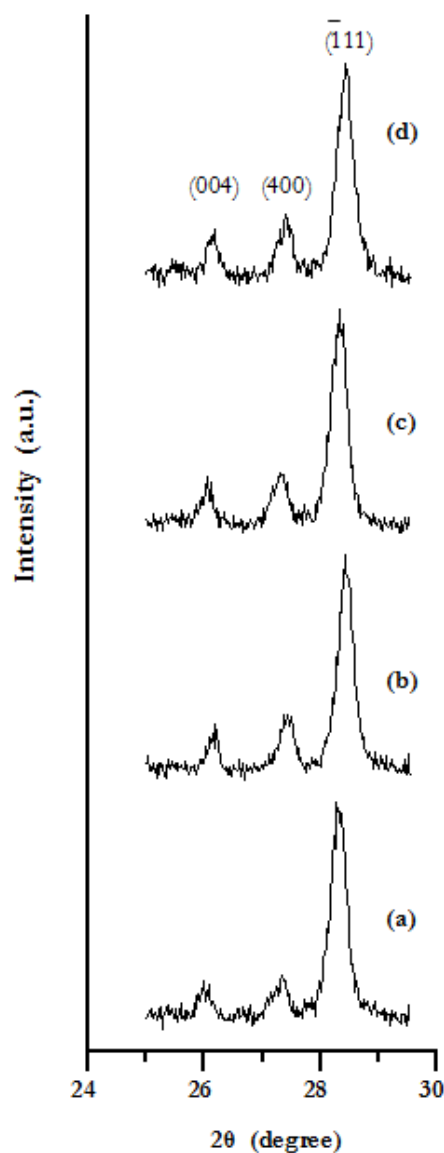
รูป 4.3 แผนภาพการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของเซรามิกทันตกรรมที่ผ่านการเผาอบ (tempering firing) ในระยะเวลาที่นานแตกต่างกันตั้งแต่ 0 (g) ถึง 90 นาที (j)

เซรามิกทันตกรรม (dental ceramic) ตั้งต้นที่ผ่านการเผาผนึกแล้วนั้นจะแสดงเฟสของแก้ว (glassy phase) เป็นส่วนใหญ่ ซึ่งมีลักษณะในรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ไม่แน่นอน (broaden pattern) รวมทั้งพบเฟสของเตตราโกนอลลูไซต์ (tetragonal leucite) (▼) ร่วมด้วย (รูป 4.2a และ 4.3a)

จากการศึกษาเซรามิกทันตกรรมที่ผ่านการเผาผนึกที่ระดับอุณหภูมิที่แตกต่างกันตั้งแต่ อุณหภูมิ 1060 ถึง 1140 องศาเซลเซียสนั้นจะพบฟีดหลักของ m-ZrO₂ phase (●) ที่ใช้ในการ เสริมแรงเซรามิกทันตกรรม โดยมีเซลล์พารามิเตอร์ $a = 514.4 \text{ pm}$, $b = 520.9 \text{ pm}$ และ $c = 531.1$

pm (JCPDS file number 86-1449) [8] และพบพีคของเตตราโกนอลลูไซต์ที่มีเซลล์พารามิเตอร์ $a = 1306$ pm and $c = 1375.1$ pm (JCPDS file number 15-0047) [9] โดยมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเล็กน้อยจากอุณหภูมิ 1060 องศาเซลเซียสไปจนถึงอุณหภูมิ 1140 องศาเซลเซียสตามลำดับ (รูป 4.2b-f)

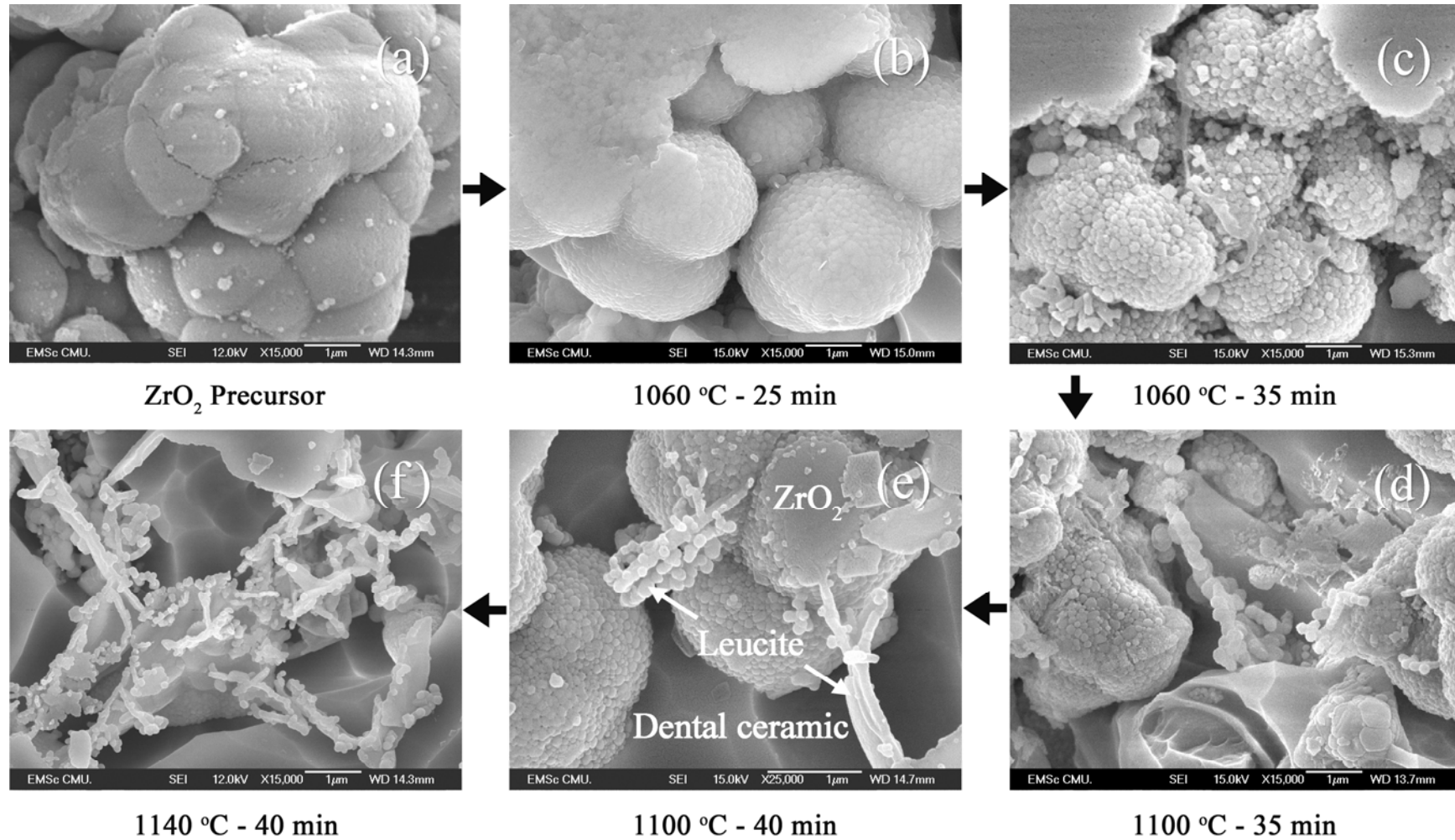
ในขณะที่การศึกษาเซรามิกทนความร้อนเสริมแรงด้วยเซอร์โคเนียที่ผ่านการเผาอบที่ระยะเวลาที่นานแตกต่างกันตั้งแต่ 0-90 นาทีนั้นจะพบพีคหลักของเฟส $m\text{-ZrO}_2$ (■) ที่ใช้ในการเสริมแรงเซรามิกทนความร้อนที่ค่า 111 reflections และพบพีคของเตตราโกนอลลูไซต์ที่ค่า 004 and 400 reflections โดยเตตราโกนอลลูไซต์มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นจากการเผาอบที่ความนานขึ้นตั้งแต่ 0-90 นาทีตามลำดับ (รูป 4.3-4.4)



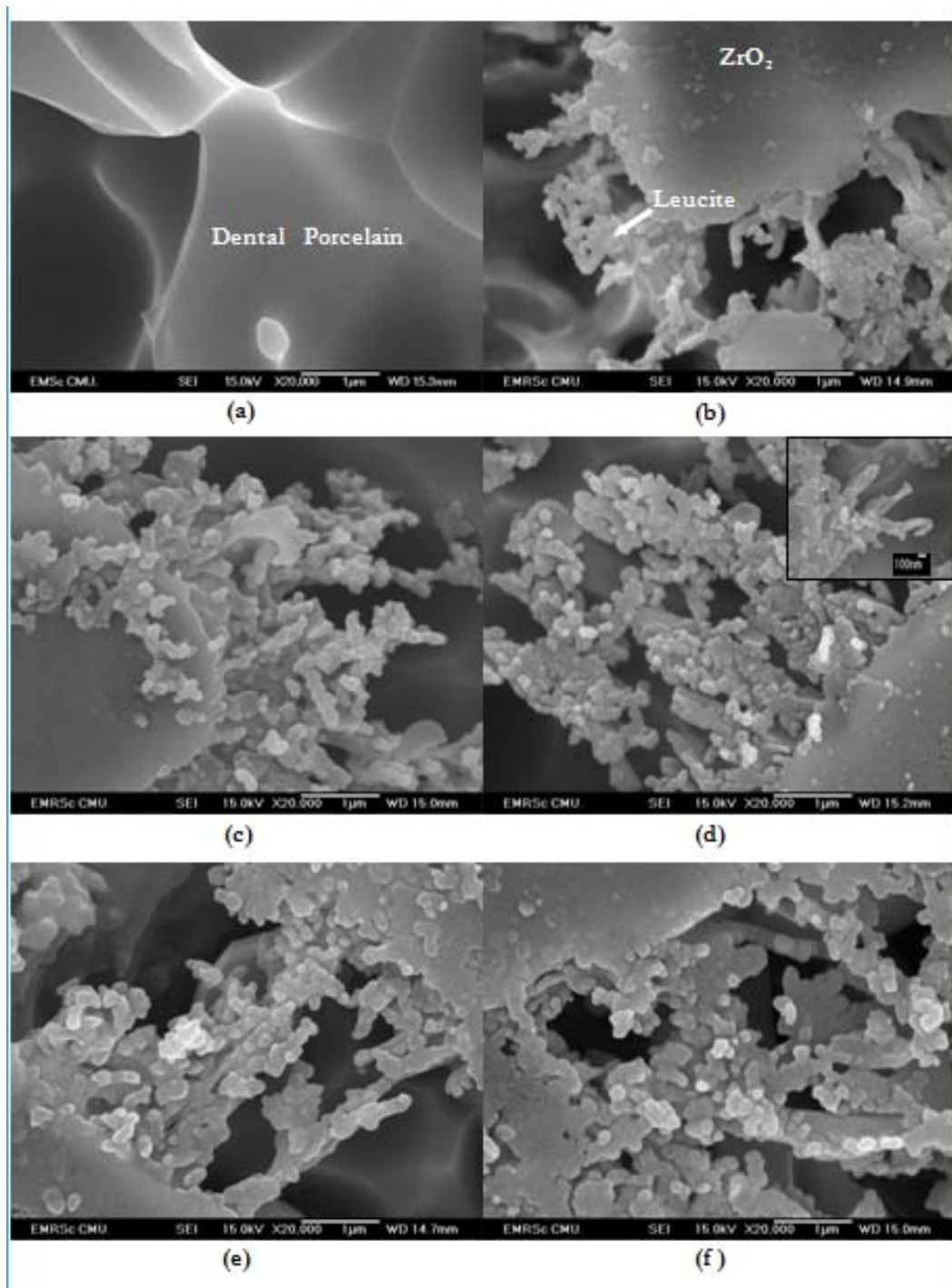
รูป 4.4 แผนภาพการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ในช่วง $2\theta = 24\text{-}30$ องศาของเซรามิกทนความร้อนที่ผ่านการเผาอบ (tempering firing) ในระยะเวลาตั้งแต่ 0 (a), 30 (b), 60 (c) และ 90 นาที (d)

จากการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกทันตกรรมตั้งต้นและเซรามิกทันตกรรมที่เสริมแรงด้วยเซอร์โคเนียที่ผ่านการเผาผนึกที่ระดับอุณหภูมิที่แตกต่างกันตั้งแต่อุณหภูมิ 1060-1140 องศาเซลเซียสนั้น พบว่าโครงสร้างจุลภาคของเซรามิกทันตกรรมตั้งต้นนั้นประกอบด้วยเฟสหลักของแก้วและเฟสรองของเซอร์โคเนียที่แทรกอยู่ภายในเนื้อแก้ว (รูปที่ 4.5e และ 4.6a) ในขณะที่เซรามิกทันตกรรมที่เสริมแรงด้วยเซอร์โคเนียจะประกอบด้วยโครงสร้างของเฟสที่แตกต่างกันสามชนิด ได้แก่ เฟสหลักของแก้ว เฟสรองของ $m\text{-ZrO}_2$ ที่ใช้ในการเสริมแรง และเตตราโกนอลลูไซต์ที่กระจายอยู่ในเนื้อเฟสของแก้ว จะเห็นได้ว่าเซอร์โคเนียออกไซด์ที่ใช้ในการเสริมแรงเซรามิกทันตกรรมนั้นมีการกระจายตัวอยู่ในเนื้อเฟสของแก้วและมีรูปร่างที่ไม่เปลี่ยนแปลงในทุกะดับของการเผาผนึก (รูปที่ 4.5b-d) แต่จะเกิดการเปลี่ยนแปลงที่บริเวณผิวของเซอร์โคเนีย โดยมีการเจริญเติบโตของเตตราโกนอลลูไซต์จากลักษณะเป็นตุ่มอย่างชัดเจนที่ระดับอุณหภูมิของการเผาผนึก 1060 องศาเซลเซียสนาน 35 นาที (รูปที่ 4.5c) และมีการเจริญเติบโตขยายตัวออกจากผิวของเซอร์โคเนียเพิ่มมากขึ้นตามระดับของอุณหภูมิการเผาผนึก ลักษณะทางโครงสร้างจุลภาคของเตตราโกนอลลูไซต์จะมีขนาดอยู่ในเรื่อนนาโน (ประมาณ 50-100 นาโนเมตร) และมีลักษณะเป็นแผ่นบางที่กระจายตัวออกไปรอบ ๆ อนุภาคเซอร์โคเนีย จากการศึกษเปรียบเทียบที่ระดับของอุณหภูมิการเผาผนึกเดียวกันที่ 1060 และ 1100 องศาเซลเซียส จะพบว่าปริมาณการเจริญเติบโตของลูไซต์เพิ่มขึ้นตามระยะเวลาของการเผาผนึกที่นานขึ้น และหากเปรียบเทียบที่ระยะเวลาการเผาผนึกเดียวกันที่ 35 และ 40 นาที จะพบว่าปริมาณการเจริญเติบโตของลูไซต์ไม่ได้เพิ่มขึ้นตามระดับของอุณหภูมิการเผาผนึกที่สูงขึ้น แต่จะมีการขยายตัวในลักษณะแผ่นบางออกไปรอบ ๆ ผิวของเซอร์โคเนียมากขึ้น ดังนั้นจะเห็นได้ว่าระดับอุณหภูมิและระยะเวลาในการเผาผนึกมีอิทธิพลต่อการเจริญเติบโตของลูไซต์บนผิวของเซอร์โคเนีย

ในขณะที่การศึกษาโครงสร้างจุลภาคในการเผาอบที่ระยะเวลาที่นานแตกต่างกันตั้งแต่ 0-90 นาทีนั้นพบว่าปริมาณของเตตราโกนอลลูไซต์ที่เจริญเติบโตบนผิวของเซอร์โคเนียมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นจากลักษณะที่เป็นตุ่มเมื่อทำการเผาผนึกและมีการเจริญเติบโตขยายตัวในลักษณะที่เป็นแผ่นออกจากผิวของเซอร์โคเนียเพิ่มมากขึ้นตามระยะเวลาการเผาอบที่นานขึ้น (รูปที่ 4.6b-e) โดยมีขนาดความหนาของแผ่นลูไซต์ในเรื่อนนาโน (≤ 100 นาโนเมตร) ที่การเผาอบนาน 30 นาที และมีแนวโน้มที่จะมีขนาดที่หนาขึ้น (100-300 นาโนเมตร) เกินขนาดในเรื่อนนาโนเมื่อทำการเผาอบที่เวลานาน 60 และ 90 นาที โดยจะขยายตัวจนมาเชื่อมเป็นเนื้อเดียวกันกับลูไซต์ที่งอกออกมาจากจากพื้นผิวของอนุภาคเซอร์โคเนียที่อยู่ใกล้เคียงกันและรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน ซึ่งการรวมตัวกันนี้จะเป็นตัวเชื่อมอนุภาคของอนุภาคเซอร์โคเนียต่าง ๆ เข้าด้วยกัน จากภาพโครงสร้างจุลภาคในทุกะยะของการเผาอบ ไม่พบการเกิดรอยร้าวระหว่างผิวของลูไซต์และเฟสของแก้ว ซึ่งมักจะพบได้เสมอในขณะที่เซรามิกทันตกรรมเย็นตัวภายหลังการเผา โดยสรุปแล้วจะเห็นได้ว่าระดับอุณหภูมิและระยะเวลาในการเผาอบมีอิทธิพลต่อการเจริญเติบโตของลูไซต์บนพื้นผิวของอนุภาคเซอร์โคเนีย

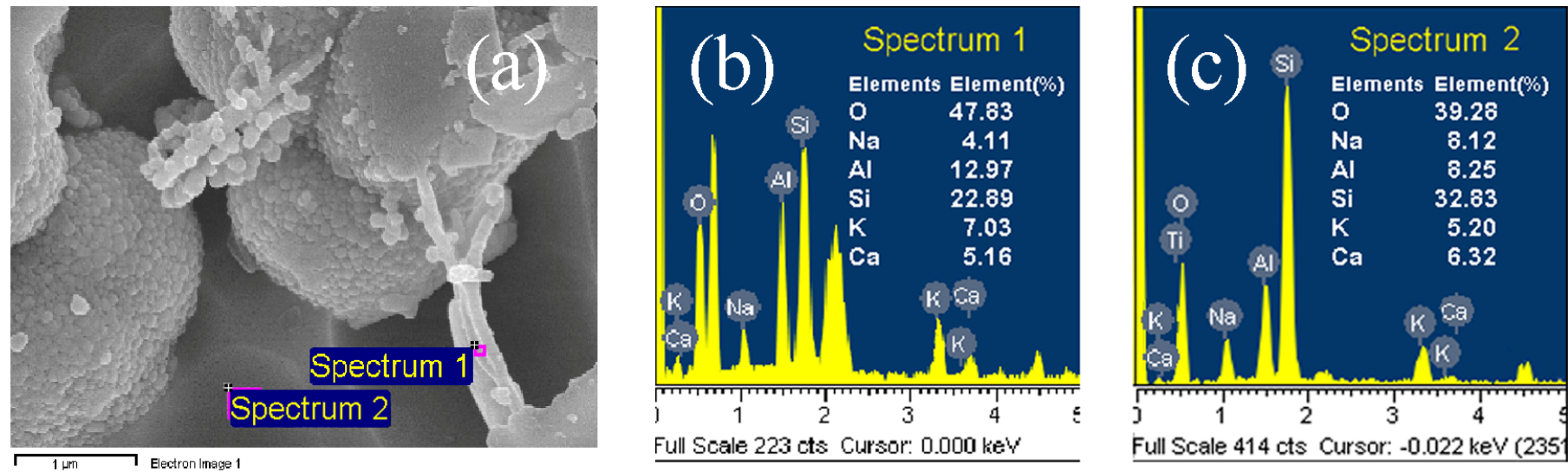


รูป 4.5 โครงสร้างจุลภาคของเม็ดเซอร์โคเนียที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการเสริมแรงเซรามิกทันตกรรม (a) และโครงสร้างจุลภาคที่เปลี่ยนแปลงของลูไซต์บนผิวของอนุภาคเซอร์โคเนียที่ได้รับการเผาผนึกในระดับอุณหภูมิและระยะเวลาที่แตกต่างกัน (b-f)

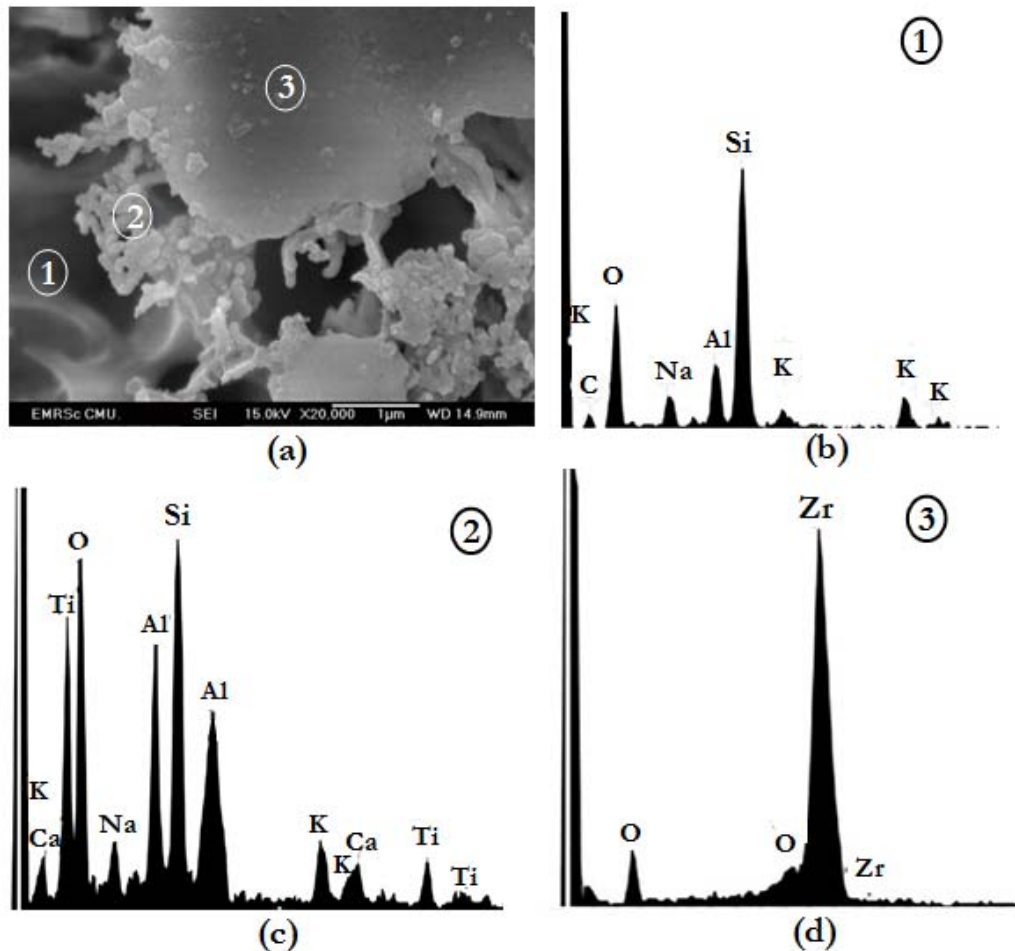


รูป 4.6 โครงสร้างจุลภาคของเซรามิกทันตกรรม (a) และโครงสร้างจุลภาคที่เปลี่ยนแปลงของลูไซต์บนพื้นผิวของอนุภาคเซอร์โคเนียที่ได้รับการเผาอบในระดับอุณหภูมิเดียวกันแต่มีระยะเวลาที่แตกต่างกัน (b-f)

การตรวจสอบองค์ประกอบของเนื้อเฟสชนิดต่างๆทั้งเฟสแก้ว ลูไซต์ และเซอร์โคเนีย โดยใช้เทคนิค Energy dispersive X-ray analysis (EDX) ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เพื่อศึกษาความแตกต่างในปริมาณของธาตุองค์ประกอบที่มีอยู่ในเนื้อเฟสเหล่านั้น (รูป 4.7 และ 4.8) พบว่ามีการเปลี่ยนแปลงปริมาณของซิลิกอนและโพแทสเซียมในเนื้อของเฟสแก้ว โดยเฉพาะโพแทสเซียมที่มีปริมาณลดลง ซึ่งโพแทสเซียมที่มีการเปลี่ยนแปลงนี้จะเป็นปัจจัยสำคัญที่จะช่วยให้เกิดการสร้างเฟสใหม่ของลูไซต์ ซึ่งจากการศึกษาทดลองในครั้งนี้จะเห็นได้อย่างชัดเจนว่าสามารถทำการควบคุมกระบวนการเกิดผลึก (crystallization) ของเตตราโกนอลลูไซต์ได้โดยการเผาผนึกและ/หรือร่วมกับการเผาอบ [10] การเกิดผลึกของลูไซต์นั้นเกิดจากการสร้างเฟสของลูไซต์จากองค์ประกอบหลักที่มีในเนื้อเซรามิกทันตกรรม โดยเฉพาะการเพิ่มปริมาณของโพแทสเซียมออกไซด์ (K_2O) ในเนื้อเซรามิกทันตกรรม [10] หรือเกิดจากการที่มีสารก่ออนุภาคใหม่ (nucleating agent) ที่เหมาะสมเช่นเซอร์โคเนียที่ใช้ในการศึกษาวิจัยนี้ การแยกเฟสเพื่อเกิดเป็นเฟสใหม่ของเตตราโกนอลลูไซต์ในสภาพแวดล้อมของการเผาผนึกหรือการเผาอบที่เหมาะสมในเนื้อแก้วนั้นเกิดจากการสร้างตัว (formation) ขึ้นมาของเฟสใหม่ในลักษณะที่เรียกว่า “nucleation” ในบริเวณที่มีการเกิดการแพร่ผ่าน (diffusion) โดยการดึงองค์ประกอบที่ต้องการมาจากองค์ประกอบหลักที่มีอยู่ในเนื้อแก้ว [11] การเพิ่มระดับพลังงานเข้าไป (พลังงานความร้อนที่ใช้ในการเผาผนึกหรือเผาอบ) จะช่วยให้การเกิดกระบวนการแพร่ผ่านเป็นไปได้มากยิ่งขึ้น โดยเฉพาะการส่งเสริมให้เกิดเฟสใหม่ที่มีเนื้อที่มีความละเอียด จากหลายๆการศึกษาที่ผ่านมา [12] พบว่าสารก่ออนุภาคใหม่ เช่น TiO_2 มีบทบาทสำคัญในการเกิดเฟสในวัสดุที่มีแก้วเป็นองค์ประกอบหลัก โดยเฉพาะที่มีผลต่อการเกิดการก่อตัวของลูไซต์ [13] โดยพบว่าผลึกลูไซต์สามารถเจริญเติบโตได้บนผิวของ TiO_2 ที่มีอยู่ในแก้วประเภทอัลคาไลน์อะลูมิโนซิลิเกต (alkali aluminosilicate) [14] เฟสของแก้วมีโอกาที่จะเกิดการแยกตัวเพื่อสร้างเป็นเฟสใหม่ของลูไซต์ โดยเฉพาะในกรณีที่มีออกไซด์ของโลหะที่มี valence transition สูงรวมอยู่ด้วยเช่นเซอร์โคเนียออกไซด์ เป็นต้น โดยมักทำให้เกิดการแยกตัวของธาตุบางชนิดออกจากโครงข่ายอะลูมิโนซิลิเกตเพื่อสร้างเป็นเฟสใหม่ที่มี divalent cation ซึ่งปรากฏการณ์นี้ได้รับการศึกษาและอธิบายโดย Beall และ Duke [15] การเกิดเฟสใหม่ของเตตราโกนอลลูไซต์ที่มีการขยายตัวออกไปในเนื้อแก้วจะมีประโยชน์ในแง่ของการเพิ่มค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัว (expansion coefficient) ให้แก่เนื้อแก้ว ค่าความแตกต่างของการขยายตัวทางความร้อนระหว่างผลึกเตตราโกนอลลูไซต์และเฟสของแก้ว ($8.6 \times 10^{-6}/^{\circ}C$) จะมีส่วนในการเพิ่มค่าความทนแรงอัดที่อยู่รอบๆผลึกของลูไซต์ ซึ่งจะส่งผลดีในแง่ความแข็งแรงให้แก่เนื้อเซรามิกทันตกรรมได้ [16]



รูป 4.7 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานทดสอบเซรามิกที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสนาน 40 นาที (a), ภาพ EDS spot ที่ทำการวิเคราะห์เฟสลูไซต์ (b) และเฟสแก้ว (c) ที่แสดงให้เห็นถึงระดับความแตกต่างของปริมาณซิลิกอนและโพแทสเซียมที่มีอยู่ในเฟสทั้งสอง



รูป 4.8 โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานทดสอบเซรามิกที่ผ่านการเผาอบที่อุณหภูมิ 1040 องศาเซลเซียส (a), ภาพ EDS spot ที่ทำการวิเคราะห์เฟสของแก้ว (1), เฟสซิลิเกต (2) และเฟสเซอร์โคเนีย (3) ที่แสดงให้เห็นถึงระดับความแตกต่างของปริมาณซิลิกอน (b,c) และเซอร์คอน (d)

สมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของของเซรามิกทันตกรรมตั้งต้นและเซรามิกทันตกรรมที่เสริมแรงด้วยเซอร์โคเนียแสดงดัง [ตารางที่ 4.2](#) เป็นค่าที่ได้จากการวัดค่าและการทดสอบ โดยทำการวิเคราะห์ค่าที่ได้ทางสถิติโดยวิธี one-way ANOVA analysis และ Scheffé post hoc test ทั้งค่าความพรุน (porosity) ความทนแรงดัด (flexural strength) และความเหนียว (toughness) ของวัสดุทดสอบ ผลที่ได้พบว่าค่าความพรุนของวัสดุทดสอบเกือบทุกตัวมีค่าไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ ($p \geq 0.403$) เมื่อเทียบกับเซรามิกทันตกรรมตั้งต้น ยกเว้นเฉพาะตัวอย่างทดสอบ D-Z ($1100^{\circ}\text{C}/40\text{m}$) และ D-Z ($1140^{\circ}\text{C}/40\text{m}$) เท่านั้นที่มีค่าแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ ($p \leq 0.014$) เมื่อเทียบกับเซรามิกทันตกรรมตั้งต้น โดยมีค่าปริมาณพรุนในเนื้อวัสดุที่ต่ำกว่า ปริมาณของค่าความพรุนที่ต่ำกว่าร่วมกับการหดตัวที่สูงกว่านี้เป็นผลมาจากการใช้อุณหภูมิและเวลาในการเผาฟีนิกที่สูงกว่า ค่า

ความทนแรงดัดและค่าความเหนียวของวัสดุผสมทุกตัวมีค่าสูงกว่าเซรามิกทนดัดกรรมตั้งต้นที่ไม่ได้เสริมแรงด้วยเซอร์โคเนีย (D) อย่างมีนัยสำคัญ ($p < 0.001$) ซึ่งมีค่าความแข็งแรงที่เพิ่มขึ้นตั้งแต่ 85.3 ถึง 131.1 เปอร์เซ็นต์ โดยพบว่าวัสดุผสมทดสอบ D-Z ($1060^{\circ}\text{C}/25\text{m}$) มีค่าความแข็งแรงต่ำที่สุดในขณะที่วัสดุผสมทดสอบ D-Z ($1140^{\circ}\text{C}/40\text{m}$) มีค่าความแข็งแรงสูงที่สุด การใช้อุณหภูมิร่วมกับระยะเวลาในการเผาผนึกที่สูงมีแนวโน้มที่จะส่งผลให้มีค่าความแข็งแรงที่เพิ่มขึ้น แม้ว่าการใช้เซอร์โคเนียเป็นตัวเสริมแรงของวัสดุ แต่พบว่าเซอร์โคเนียที่มีจุดหลอมตัวสูงจะเป็นตัวกีดขวางกระบวนการเผาผนึกที่ทำให้เกิดได้ยากขึ้น อย่างไรก็ตามการที่เซอร์โคเนียเป็นตัวกระตุ้นให้เกิดการเจริญเติบโตของลูไซต์ได้ ซึ่งปริมาณของลูไซต์ที่เกิดขึ้นจะมีส่วนช่วยให้วัสดุผสมมีความแข็งแรงที่เพิ่มขึ้น การหดตัวของวัสดุที่เกิดจากกระบวนการเผาผนึกมีความสัมพันธ์กับระดับของอุณหภูมิและระยะเวลาที่ใช้ในการเผาผนึก โดยมีค่าที่เพิ่มขึ้นตามระดับของอุณหภูมิและระยะเวลาของการเผาผนึกที่สูงขึ้น นอกจากนี้ยังพบอีกว่าการใช้อัตราการให้ความร้อนและอัตราการเย็นตัวภายหลังการเผาวัสดุในอัตราที่สูง ซึ่งอ้างอิงตามลักษณะของการเผาผนึกในภาคอุตสาหกรรมนั้นจะส่งผลให้เกิดการกักของฟองอากาศภายในเนื้อวัสดุได้ง่าย แต่ก็สามารถแก้ปัญหาได้โดยการเผาวัสดุทดสอบในเตาเผาแบบสูญญากาศเพื่อช่วยลดการกักเก็บของฟองอากาศภายหลังการเผาในเนื้อของวัสดุ การใช้อัตราการให้ความร้อนที่ค่า 35 องศาเซลเซียสต่อนาที่สำหรับการเผาผนึกวัสดุผสมมีแนวโน้มที่จะมีปริมาณของฟองอากาศตกค้างภายในเนื้อของวัสดุผสมที่น้อยกว่าเซรามิกตั้งต้นที่ใช้อัตราการให้ความร้อนในการเผาผนึกที่ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที่ นอกจากนี้แม้ว่าการใช้เซอร์โคเนียเป็นตัวเสริมแรงซึ่งจะเป็นตัวกีดขวางในกระบวนการเผาผนึกที่จะทำได้ยากขึ้นและส่งผลให้มีรูพรุนตกค้างในเนื้อวัสดุ ในกรณีนี้สามารถชดเชยได้โดยการเพิ่มระดับของอุณหภูมิประมาณ 180 องศาเซลเซียสและ/หรือระยะเวลาในการเผาผนึกที่นานขึ้นเมื่อเทียบกับการเผาผนึกเซรามิกตั้งต้นที่ไม่เสริมแรง การเสริมแรงด้วยเซอร์โคเนียมีแนวโน้มที่จะทำให้เกิดการตกค้างของรูพรุนภายในเนื้อวัสดุภายหลังการเผาผนึกขึ้น แต่ก็พบว่าการปรับระดับของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาที่สูงขึ้นทำให้มีรูพรุนตกค้างในเนื้อของวัสดุผสมเพียง 4.11 ถึง 5.62 เปอร์เซ็นต์เมื่อเทียบกับเซรามิกตั้งต้น (6.53 เปอร์เซ็นต์) ปรากฏการณ์เหล่านี้เป็นผลมาจากการใช้ใช้อัตราการให้ความร้อนที่ต่ำกว่า การใช้ระดับอุณหภูมิที่สูงกว่า และการใช้ระยะเวลาการเผาที่นานกว่า ซึ่งจะช่วยให้การปรับสมดุลของการเผาผนึกให้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น ค่าความแข็งแรงของวัสดุผสมทั้งหมดที่เพิ่มขึ้นเป็นผลมาจากอิทธิพลของการใช้เฟสผลึก (เซอร์โคเนียและลูไซต์) เป็นตัวเสริมแรง ซึ่งจะมีผลต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุผสมที่มีแก้วเป็นโครงสร้างหลัก โดยเฉพาะเมื่อการเผาผนึกมีความเหมาะสมที่มีรูพรุนในเนื้อวัสดุผสมที่ต่ำและวัสดุผสมมีความหนาแน่นที่สูง ส่วนปัจจัยอื่นๆที่อาจเกี่ยวข้องได้แก่ผลของการขยายตัวของลูไซต์ขณะเกิดผลึก ซึ่งไม่ได้ศึกษาในรายละเอียดในการทดลองนี้ โดยภาพรวมแล้วสามารถประเมินได้ว่าค่าความแข็งแรงที่เพิ่มขึ้นของวัสดุผสมทั้งหมดมีสาเหตุมาจากอิทธิพลของการเสริมแรงด้วยเซอร์โคเนียร่วมกับการเกิดเฟสใหม่ของลูไซต์ที่มีต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุผสม ร่วมกับการมีปริมาณรูพรุนภายในเนื้อของวัสดุผสมที่ต่ำกว่าเซรามิกตั้งต้นที่ไม่มีการเสริมแรง

การวิเคราะห์ค่าความทนแรงดัดโดยวิธี weibull analysis แสดงดังตารางที่ 4.3 และโดยวิธี Weibull plots แสดงดังรูป 4.9 พบว่าวัสดุผสมที่ทำการทดสอบเกือบทั้งหมดมีค่า critical correlation coefficient (r) ถึง 90 เปอร์เซนต์ ซึ่งค่า Weibull modulus ที่สูงแสดงให้เห็นถึงความเป็นเนื้อเดียวกันของวัสดุทดสอบและจะส่งผลถึงค่าความแข็งแรงที่สูงตามไปด้วย ยกเว้นเฉพาะวัสดุทดสอบ D-Z ($1100^{\circ}\text{C}/35\text{m}$) และ D-Z ($1140^{\circ}\text{C}/40\text{m}$) เท่านั้นที่มีค่าความแข็งแรงในช่วงที่กว้างร่วมกับมีค่า Weibull modulus (m value) ที่ต่ำ ค่าการกระจายตัวของ Weibull ที่แคบพบได้ในวัสดุผสม D-Z ($1100^{\circ}\text{C}/40\text{m}$) และ D-Z ($1060^{\circ}\text{C}/35\text{m}$) ซึ่งจะมีความสัมพันธ์กับค่าความหยาบผิว (surface roughness) ขนาดของรอยร้าวเริ่มต้น และการกระจายตัวของอนุภาคที่ใช้ในการเสริมแรง โดยจะมีผลต่อค่าความแข็งแรงของวัสดุ

แม้ว่าจะมีปัจจัยหลายประการที่มีความสัมพันธ์กับการก่อตัวของรูไชต์ [17] แต่ก็พบว่าปัจจัยที่สำคัญที่ควรพิจารณาได้แก่การกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอของรูไชต์ภายในเนื้อของวัสดุผสม ซึ่งมีผลต่อการลดขนาดของการเกิดรอยร้าวเริ่มต้นที่อาจเกิดขึ้น ค่าความแตกต่างของสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน (thermal expansion coefficient; TEC) ระหว่างเตตราโกนอลรูไชต์ ($20\text{-}25 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) และเฟสของแก้ว ($8\text{-}13 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) ที่มีค่าไม่สูงมากนักจะส่งผลดีในแง่ของการเพิ่มความสามารถในการทนต่อความเค้นอัด (compressive stress) ที่เพิ่มขึ้นของวัสดุผสม ยิ่งมีปริมาณการเกิดของรูไชต์ที่เพิ่มขึ้นจะทำให้ปริมาณของโพแทสเซียมในเนื้อแก้วยังมีปริมาณที่ลดลง ซึ่งจะช่วยลดความแตกต่างของค่า TEC ลงได้ และจะส่งผลให้รูไชต์ที่เกิดขึ้นสามารถเพิ่มค่าความทนแรงอัดและความทนแรงเค้น (tensile strength) ได้ดีขึ้น

การทดสอบความแข็งแรงของวัสดุโดยการกดบนผิวของวัสดุผสมจนเกิดรอยแตก (รูป 4.10) พบว่าโดยส่วนใหญ่แล้วรอยแตกมักจะเกิดขึ้นภายในเนื้อของเฟสแก้ว ซึ่งมีความแข็งแรงหรือค่าความทนต่อการเกิดรอยแตกที่ต่ำเมื่อเทียบกับบริเวณที่เป็นที่อยู่ของเฟสผลึก (crystalline phase) ของเซอร์โคเนียและรูไชต์ที่ใช้ในการเสริมแรงในการทดลองนี้ ค่าความแข็งแรงของวัสดุผสมที่มีค่าสูงขึ้นนี้เป็นผลมาจากการมีปริมาณรูพรุนที่ตกค้างภายในเนื้อของวัสดุที่ต่ำ ซึ่งจะสัมพันธ์กับค่าความหนาแน่นที่มีแนวโน้มสูงขึ้นตามระดับของอุณหภูมิและระยะเวลาในการเผาไหม้ นอกจากนี้การมีเนื้อเฟสเซอร์โคเนียและเฟसरูไชต์ที่มีความแข็งแรงสูงเป็นส่วนผสมในเนื้อของเฟสแก้วจะช่วยให้อายุมีค่าความแข็งแรงที่เพิ่มขึ้น ซึ่งจะแปรผันตามปริมาณของรูไชต์ที่เพิ่มขึ้นด้วย (รูไชต์มีค่าความแข็งแรงสูงกว่าแก้ว) การรวมตัวของเซอร์โคเนียและรูไชต์เป็นกลุ่มก้อน (โดยเฉพาะการที่รูไชต์สามารถเชื่อมเม็ดเซอร์โคเนียเข้าด้วยกัน) จะช่วยต้านการเกิดรอยแตกของวัสดุเมื่อมีแรงมากระทำได้

ตาราง 4.2 ค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของสมบัติเชิงกลของเซรามิกทันตกรรมตั้งต้นและวัสดุผสม

Material (condition)	Shrinkage (%)	Total porosity (%)	Flexural strength (MPa)	Fracture toughness (MPa·m ^{1/2})	Elastic modulus (GPa)	Hardness (GPa)
D ¹	15.75 (0.50)	6.53 (1.34) ^a	83.4 (8.3) ^a	1.01 (0.10) ^a	58.8 (6.6)	3.21 (0.19)
D-Z (1060°C/25m)	11.81 (0.78)	5.62 (1.11) ^{a,b}	154.6 (15.5) ^b	2.03 (0.21) ^b	150.5 (14.6)	7.20 (1.01)
D-Z (1060°C/35m)	11.07 (0.54)	4.93 (0.83) ^{a,b}	169.2 (16.7) ^{b,c}	2.18 (0.19) ^{b,c}	159.6 (12.8)	7.83 (0.70)
D-Z (1100°C/35m)	12.91 (0.54)	4.86 (0.71) ^{a,b}	175.3 (18.9) ^c	2.26 (0.23) ^{b,c,d}	164.1 (13.9)	7.98 (0.43)
D-Z (1100°C/40m)	12.85 (0.60)	4.11 (0.78) ^b	185.7 (15.5) ^{c,d}	2.40 (0.22) ^{c,d}	169.9 (17.9)	7.33 (0.64)
D-Z (1140°C/40m)	13.31 (0.82)	4.31 (0.65) ^b	192.8 (19.8) ^d	2.50 (0.26) ^d	180.0 (15.7)	8.58 (0.75)

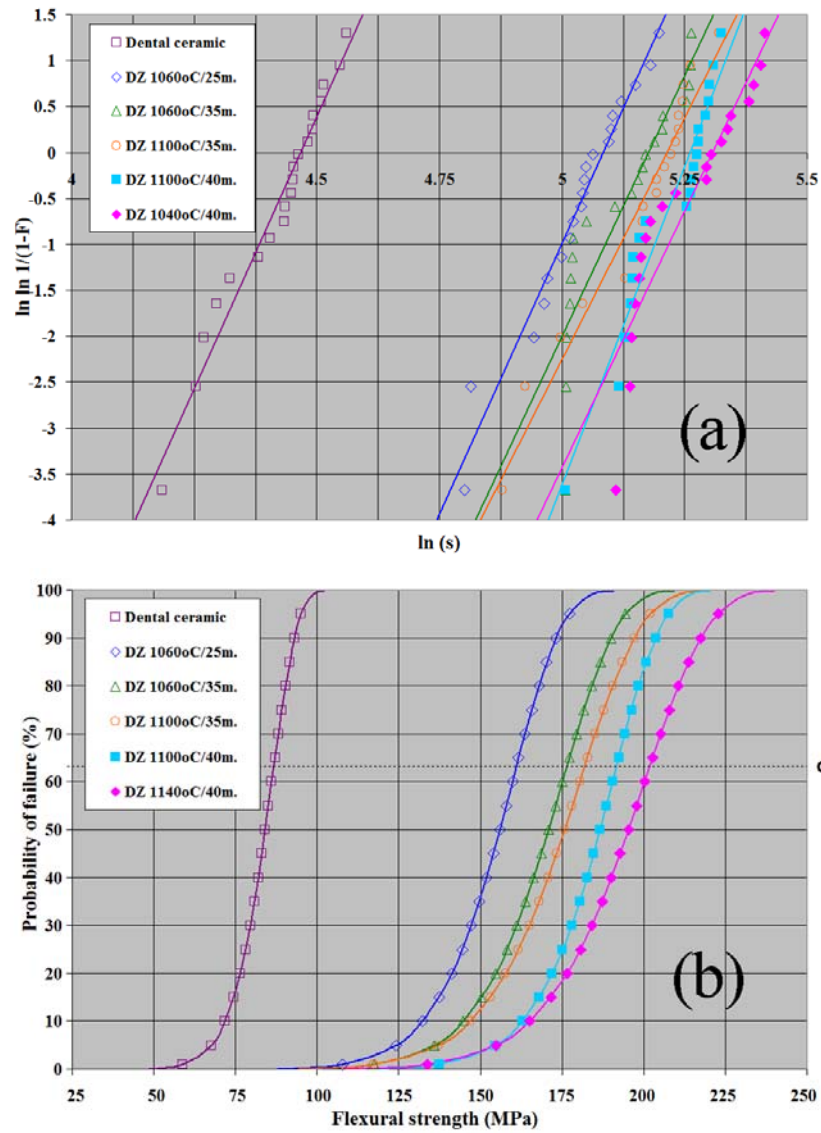
ตาราง 4.3 การวิเคราะห์ Weibull regression

Material (condition)	<i>m</i> Value	σ 0.01 (MPa)	σ 0.05 (MPa)	σ 0.10 (MPa)	r^2	σ_0	C.I. (95%) for σ_0
D ¹	11.84	58.8	67.4	71.7	0.9712	86.7 ^a	82.8 - 90.6
D-Z (1060°C/25m)	11.44	107.7	124.2	132.2	0.9118	161.0 ^b	153.7 - 168.2
D-Z (1060°C/35m)	11.33	117.6	135.8	144.7	0.8116	176.5 ^b	168.7 - 184.3
D-Z (1100°C/35m)	10.49	117.3	137.1	146.8	0.9485	181.9 ^{b,c}	173.1 - 190.8
D-Z (1100°C/40m)	13.82	137.4	154.6	162.9	0.9269	191.6 ^c	184.4 - 198.9
D-Z (1140°C/40m)	10.17	133.7	154.7	165.0	0.8499	201.8 ^c	192.6 - 211.1

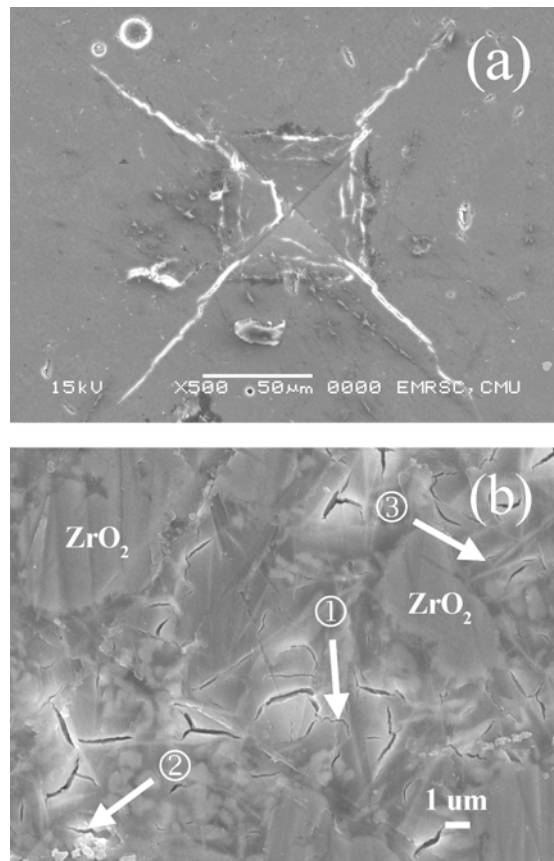
¹ วัสดุที่อ้างถึงการศึกษาวิจัยก่อนหน้านี้ [18]. D: เซรามิกทันตกรรม, Z: เซอร์โคเนีย; * ไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญของค่าทางสถิติ Weibull ($p > 0.05$) ระหว่างวัสดุที่มีสัญลักษณ์ของอักษรตัวยกเดียวกัน

ตาราง 4.4 รูปแบบของการเผาผนึกและการเผาอบของวัสดุผสม

Materials	Firing condition			Density (g/dm ³)	Leucite particle size range (nm)
	Temp. /Dwell time (°C/min)	Temp./ Dwell time (°C/min)	Quenched		
Dental porcelain	980/5	-	-	2.43	200-500 ± 60
CG	1040/5	-	-	2.73	80-220 ± 40
G1	1040/0	-	√	2.72	30-93 ± 10
G2	1040/1	-	√	2.71	37-110 ± 10
G3	1040/3	-	√	2.73	40-130 ± 20
G4	1040/5	-	√	2.72	60-130 ± 20
G5	1040/5	940/0	√	2.73	60-170 ± 30
G6	1040/5	940/30	√	2.76	60-170 ± 20
G7	1040/5	940/60	√	2.71	70-180 ± 30
G8	1040/5	940/90	√	2.71	70-190 ± 30



รูป 4.9 Weibull plots ของค่าความทนแรงดัดของเซรามิกทันตกรรมตั้งต้นและวัสดุผสมทั้งห้าชนิด โดยค่า Weibull moduli ที่สูง (เส้นกราฟที่มีความชันมากกว่า) จะหมายถึงการมีเนื้อของวัสดุที่มีความเป็นเนื้อเดียวกันมากกว่า (a) และค่า cumulative Weibull plots จะแสดงถึงค่าความแข็งแรงของวัสดุ (b)



รูป 4.10 ภาพบริเวณผิวของวัสดุผสมที่ได้รับการกดแบบวิกเกอร์ส (Vickers indenter impression) แสดงรอยแตกที่ขยายไปตามเนื้อของเฟสแก้วและมีลักษณะเป็นแนวคดเคี้ยว (a), อนุภาคของเซอร์โคเนียและแผ่นลูไซต์ที่ฝังอยู่ในเนื้อของเฟสแก้ว (b) โดยมีรูปแบบของรอยแตกในลักษณะ bridging of intergranular crack (①), transgranular crack (②) และ microcracks (③) ซึ่งมักพบรอยแตกเหล่านี้บริเวณรอยต่อระหว่างอนุภาคของเฟสผลึกและเฟสแก้ว

ความเหนียวของวัสดุผสมมีค่าสูงขึ้นมากกว่าสองเท่าอย่างมีนัยสำคัญเมื่อเทียบกับเซรามิกตั้งต้นที่มีการเสริมแรง ค่า K_{IC} มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นสัมพันธ์กับระดับของอุณหภูมิและระยะเวลาในการเผาผนึกหรือเผาอบที่เพิ่มขึ้น ค่าความเหนียวของวัสดุที่สูงขึ้นมักพบในวัสดุเฟสผสมมากกว่าวัสดุเฟสเดี่ยว โดยเฉพาะเฟสที่เสริมเข้าไปนั้นมีความสามารถในการต้านต่อการขยายตัวของรอยแตกตัวของวัสดุได้ ซึ่งการขยายตัวของรอยแตกจะต้องใช้พลังงานที่มากขึ้น [19,20] รอยแตกจะขยายตัวออกไปรอบๆ เฟสวัสดุที่ใช้ในการเสริมแรงดังแสดงดังรูป 4.10b ซึ่งสอดคล้องกับการศึกษาวิจัยก่อนหน้านี้ [19] การเกาะรวมกันเป็นกลุ่มก้อนของเฟสเซอร์โคเนียที่ใช้เสริมแรง และโดยเฉพาะร่วมกับการเกิดเฟสลูไซต์ที่มีโครงสร้างจุลภาคในเรซินนาโนจะทำให้การเกิดรอยแตกช้าลงเมื่อมีแรงมากระทำ เป็นไปได้ยากขึ้นและส่งผลให้วัสดุผสมเหล่านี้มีค่าความเหนียวที่สูงขึ้นร่วมด้วย ในการศึกษาวิจัยนี้พบว่าผลของการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซอร์โคเนีย (รูป 4.1-4.3) ยืนยันถึงการไม่เกิดการเปลี่ยนเฟสของเซอร์โคเนียในสภาวะของการเผาผนึกหรือเผาอบที่ใช้ในการทดลองนี้ โดยยังอยู่ใน

สภาพของโมนอกลิติกเซอร์โคเนีย ($m\text{-ZrO}_2$) ซึ่งโดยปกติแล้วการเปลี่ยนเฟสของเซอร์โคเนียจากเตตระโกนอลไปเป็นโมนอกลิติกจะสามารถเสริมค่าความเหนียวของวัสดุได้เมื่อมีแรงมากระทำ โดยเฉพาะเมื่อนาอดอนุภาคของเซอร์โคเนียมีค่าเล็กกว่าขนาดวิกฤติ (critical size) [20] ซึ่งอนุภาคของเซอร์โคเนียที่ใช้ในการทดลองนี้มีขนาดใหญ่มากกว่า 1 ไมโครเมตร (รูปที่ 4.5a) ซึ่งใหญ่กว่าขนาดวิกฤติ

ภาพโครงสร้างจุลภาพของวัสดุผสมที่มีเซอร์โคเนียและลูไซต์เป็นวัสดุเสริมแรงที่มีผลต่อค่าความทนแรงดัดและค่าความเหนียวของวัสดุที่ดีขึ้นในการศึกษาวิจัยนี้มีความสอดคล้องกับการศึกษาวิจัยก่อนหน้านี้ [21] ซึ่งกลไกในแง่ความแข็งแรงของวัสดุเกิดจากการกระจายตัวที่สม่ำเสมอของอนุภาคเซอร์โคเนียในเนื้อของวัสดุผสม ร่วมกับการเกิดรอยร้าวขนาดเล็ก (ที่เป็นผลมาจากความแตกต่างของค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนระหว่างเฟสของแก้วและอนุภาคเซอร์โคเนีย) ที่เกิดขึ้นในปริมาณที่ไม่มากนัก (รูปที่ 4.10a) ความเครียดเฉพาะที่ที่ตกค้างในเนื้อของวัสดุผสมที่เกิดขึ้นขณะวัสดุเย็นตัวภายหลังการเผาจะมีบทบาทสำคัญในการเกิดรอยร้าวขนาดเล็ก (microcrack) ขึ้นภายในเนื้อของวัสดุผสม ซึ่งเป็นสิ่งที่ไม่ต้องการและส่งผลกระทบต่อความแข็งแรงของวัสดุผสม ซึ่งสามารถอธิบายได้ว่ารอยร้าวขนาดเล็กที่เกิดขึ้นจะเป็นจุดเริ่มต้นในการแตกร้าวของวัสดุเมื่อมีแรงมากระทำ [19] ซึ่งถ้ามีรอยร้าวเริ่มต้นนี้เกิดขึ้นน้อยจะช่วยให้วัสดุผสมมีความแข็งแรงและความเหนียวเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามถ้าวัสดุที่ใช้เสริมแรงเกาะรวมกันเป็นก้อน รอยร้าวเริ่มต้นนี้มีแนวโน้มที่จะเกิดได้ง่ายขึ้น โดยเกิดขึ้นรอบๆ เฟสที่ใช้ในการเสริมแรงนั้น (รอบๆ อนุภาคของเซอร์โคเนีย) และส่งผลให้ค่าความแข็งแรงและความเหนียวของวัสดุผสมมีค่าลดลงในที่สุด [22] ความเหนียวของวัสดุมักเกิดขึ้นเมื่อนาอดของวัสดุที่ใช้ในการเสริมแรงมีขนาดเล็ก ซึ่งการเกิดเฟสลูไซต์ในเรซินนาโนเมตรมีส่วนสำคัญในการเพิ่มค่าความเหนียวให้แก่วัสดุผสมในการทดลองนี้ การเกิดโครงสร้างจุลภาพของวัสดุในเรซินนาโนถูกพิจารณาว่าเป็นเหตุผลสำคัญในการเพิ่มทั้งค่าความทนแรงดัด ค่าความแข็งแรง และค่าความเหนียวของวัสดุ แม้ว่าจะพบรูพรุนตกค้างอยู่ในเนื้อวัสดุผสม โดยเฉพาะเมื่อทำการเผาผืนอย่างรวดเร็วและเพียงชั้นตอนเดียวที่ใช้ในการทดลองนี้ ซึ่งจากการศึกษาของ Shareef และคณะ [23] ก็พบเช่นกันว่าวัสดุเสริมแรง (เฟสผลึก) ที่มีขนาดเล็ก เมื่อนำมาใช้ในการเสริมแรงให้แก่เฟสของแก้วจะพบว่ามีกาเกิดรอยร้าวขนาดเล็กภายหลังการเผาในจำนวนที่น้อยกว่าการใช้วัสดุเสริมแรงที่มีขนาดอนุภาคที่ใหญ่ และการเกิดปริมาณของรอยร้าวขนาดเล็กที่ไม่มากจะสามารถช่วยเสริมสมบัติเชิงกลของวัสดุผสมให้ดีขึ้น

5. สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

จากการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการเผาผนึกและระยะเวลาที่ใช้ในการเผาอบที่มีต่อพฤติกรรมการเกิดเฟส ความหนาแน่น โครงสร้างจุลภาค และสมบัติเชิงกลของเซรามิกทันตกรรมที่เสริมแรงด้วยเซอร์โคเนีย สามารถสรุปผลการวิจัยได้ว่า

- 5.1 สามารถเตรียมเซรามิกทันตกรรมจากวัตถุดิบภายในประเทศที่มีค่าความทนแรงดัดอยู่ในเกณฑ์มาตรฐาน ISO 6872 และสามารถนำมาขึ้นรูปตามกระบวนการเผาขึ้นรูปเซรามิกทันตกรรมตามรูปแบบปกติที่ใช้ในภาคอุตสาหกรรมได้
- 5.2 สามารถเตรียมวัสดุผสมเซรามิกทันตกรรม-เซอร์โคเนียที่มีเฟสลูไซต์ขนาดเล็กกว่า 100 นาโนเมตรเป็นวัสดุเสริมแรงร่วม โดยมีค่าความทนแรงดัดสูงกว่ามาตรฐาน ISO 6872 ถึงสองเท่าได้
- 5.3 ทราบถึงกลไก ปัจจัยที่เกี่ยวข้อง รวมทั้งสามารถควบคุมกระบวนการเกิดผลึกของลูไซต์ที่มีขนาดในเรือนนาโนในขั้นตอนการเผาผนึกและการเผาอบ ซึ่งกระจายแทรกอยู่ภายในเนื้อของวัสดุผสม
- 5.4 การใช้อนุภาคของ $m\text{-ZrO}_2$ เป็นตัวเสริมแรงเซรามิกทันตกรรมนั้น พบว่าสามารถกระตุ้นให้เกิดเฟสใหม่ของลูไซต์ที่มีขนาดในเรือนนาโนกระจายแทรกอยู่ในเนื้อของเซรามิกทันตกรรมได้ ซึ่งปริมาณของลูไซต์ที่เกิดขึ้นนั้นจะขึ้นอยู่กับระดับของอุณหภูมิในการเผาผนึกและระยะเวลามารการเผาอบ โดยพบว่าที่ระดับอุณหภูมิการเผาผนึกที่ 1100 องศาเซลเซียสนาน 40 นาทีจะมีปริมาณการเกิดของลูไซต์มากที่สุดที่ยังมีบางส่วนที่มีขนาดอยู่ในเรือนนาโน ขณะที่ทุกระยะเวลาของการเผาอบจะมีปริมาณการเกิดของลูไซต์ที่เพิ่มขึ้น แต่มีแนวโน้มที่จะมีขนาดที่ใหญ่ขึ้น (เกิน 100 นาโนเมตร) เมื่อระยะเวลาของการเผาอบที่นานขึ้น
- 5.5 ค่าความแข็งแรงและความเหนียวของวัสดุมีค่าเพิ่มสูงขึ้นเมื่อเทียบกับเซรามิกดั้งเดิม โดยมีความสัมพันธ์เซอร์โคเนียและการเกิดเฟสใหม่ของลูไซต์ โดยเฉพาะเมื่อลูไซต์ที่เกิดขึ้นสามารถเชื่อมเม็ดเซอร์โคเนียที่ใช้ในการเสริมแรงเข้าด้วยกัน
- 5.6 ปัจจัยอื่นๆที่สำคัญที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุผสมได้แก่ สภาวะการเผาเซรามิก ความเป็นเนื้อเดียวกัน (การกระจายตัวของอนุภาคที่เสริมแรง) ของวัสดุผสม การเกิดรอยร้าวเริ่มต้นภายในเนื้อวัสดุผสม และสมบัติทางกายภาพ เช่น ปริมาณของรูพรุนที่ตกค้างอยู่ในเนื้อของเซรามิก เป็นต้น

6. ข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยในอนาคต

การศึกษาวิจัยในครั้งนี่ยังไม่สามารถตอบคำถามในบางประเด็นได้ โดยเฉพาะกลไกของการเกิดเฟสวัสดุใหม่ โดยเฉพาะกรณีที่มีเซอร์โคเนียออกไซด์เป็นตัวกระตุ้นให้เกิดเฟสใหม่ของลูไซต์ ความสัมพันธ์ระหว่างสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลที่มีความเกี่ยวข้องกับกระบวนการเผาขึ้นรูปเซรามิกหรือวัสดุผสม เป็นต้น ดังนั้นจึงควรทำการศึกษาเพิ่มเติมดังนี้

- 6.1 ควรทำการศึกษาผลของการเสริมแรงด้วยเซอร์โคเนียในปริมาณที่แตกต่างกัน โดยเฉพาะการมีผลต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุผสม
- 6.2 ควรทำการเปลี่ยนแปลงตัวแปรในระหว่างกระบวนการเผาเผานี้ให้มีความหลากหลายมากยิ่งขึ้น เพื่อให้ได้ผลการทดลองที่ละเอียดมากยิ่งขึ้น เช่น เวลาที่ใช้ในการเผาเผานี้ การเผาอบ และอัตราขึ้น/ลงของอุณหภูมิในการเผา บรรยากาศในการเผา เป็นต้น
- 6.3 ควรมีการศึกษาแบบจำลองเชิงเทอร์โมไดนามิกส์เพิ่มเติมมากยิ่งขึ้น เพื่อให้สามารถเข้าใจกลไกที่เกิดขึ้นภายในระหว่างกระบวนการเผาขึ้นรูปชิ้นงานเซรามิกเพิ่มขึ้น โดยเฉพาะอิทธิพลของเซอร์โคเนียที่เป็นตัวกระตุ้นในการเกิดเฟสใหม่ของลูไซต์ภายในเนื้อของวัสดุผสม
- 6.4 นำวัสดุผสมที่ได้จากการทดลองนี้ไปขึ้นรูปในลักษณะของซีฟี่นปลอมทางทันตกรรม และตรวจสอบทั้งสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลที่เกี่ยวข้อง
- 6.5 นำวัสดุผสมที่ได้จากการทดลองนี้ไปทดสอบทางชีววิทยา เพื่อศึกษาความเข้ากันได้กับเนื้อเยื่อ (biocompatibility)

7. เอกสารอ้างอิง

- [1] ISO 6872: 1995(E). International Organization for standardization, 2nd ed. Geneva, Switzerland 1995.
- [2] ASTM C 1327-99. Annual Book of ASTM Standards 15.01, Philadelphia, ASTM 1999.
- [3] ASTM C 1259-01. Annual Book of ASTM Standards 15.01, Philadelphia, ASTM 2001.
- [4] S.M. Johnson, J.A. Pask, Am. Ceram. Soc. Bull. 61 (1982) 838-842.
- [5] F.J. Klug, S. Prochazka, R.H. Doremus, J. Am. Ceram. Soc. 70 (1987) 750-759.
- [6] P. Rado, Trans. Br. Ceram. Soc. 71 (1971) 131-139
- [7] R. Harada, N. Sugiyama, H. Ishida, Ceram. Eng. Sci. Proc. 17 (1996) 88-98.
- [8] Powder Diffraction File No. 86-1449. International Centre for Diffraction Data, Newton Square, PA, 2000.
- [9] Powder Diffraction File No. 15-0047. International Centre for Diffraction Data, Newton Square, PA, 2000.
- [10] M.J. Cattell, T.C. Chadwick, J.C. Knowles, R.L. Clarke, Dent. Mater. 21 (2005) 811-822.
- [11] M. Tomozawa, Phys. Chem. Glasses. 13 (1972) 161-166.
- [12] W.H. Höland, M. Frank, V. Rheinberger, J. Non-Cryst. Solids. 180 (1995) 292-307.
- [13] L Hermansson, R. Carlsson, Trans. J. Br. Ceram. Soc. 77 (1978) 32-35.
- [14] M.A. Rouf, L Hermansson, R. Carlsson, Trans. J. Br. Ceram. Soc. 77 (1978) 36-39.
- [15] G.H. Beall, D.A. Duke, J. Mater. Sci. 4 (1969) 340-352.
- [16] I.L. Denry, J.R. Mackert, J.A. Holloway, S.F. Rosenstiel, J. Dent. Res. 75 (1996) 1928-1935.
- [17] S. Assmann, M. Ermrigh, K. Kunzmann, J. Mater. Sci. 12 (2000) 833-835.
- [18] A. Pisitanusorn, W. Schulle, S. Thiansem, S. Ananta, Interceram. 55 (2006) 250-253.
- [19] M. Guazzato, M. Albakry, S.P. Ringer, M.V. Swain, Dent. Mater. 20 (2004) 441-448.
- [20] M. Nogami, M. Tomozawa, J. Am. Ceram. Soc. 69 (1985) 99-102.
- [21] R. Morena, P.E. Lockwood, A.L. Evans, C.W. Fairhurst, J. Am. Ceram. Soc. 69 (1986) C75-77.
- [22] M. Guazzato, M. Albakry, S.P. Ringer, M.V. Swain, Dent. Mater. 20 (2004) 449-456.
- [23] M.Y. Shareef, N.R. Van, P.F. Messer, V. Piddock, J. Mater. Sci: Mater. Med. 5 (1994) 113-118.

8. ภาคผนวก

ผลงานการศึกษาวิจัยที่ได้รับการสนับสนุนจาก สกว. ที่ผ่านมาที่มีความเกี่ยวข้องกับการศึกษาวิจัยในครั้งนี้และได้รับการเผยแพร่ ประกอบด้วย

8.1 การสัมมนาระดับชาติ

- Fabrication and Characterization of Dental Porcelain Nanocomposite from Thailand's Raw Materials "*The 30th Congress on Science and Technology of Thailand, Bangkok (2004)*" **A. Pisitanusorn**, S. Ananta, R. Yimnirun, S. Thiansem
- The Influence of Crystalline Phase Additions on the Mechanical Properties of Dental Ceramic Materials "*Ceramic, Glass and Building Material Conference, Germany, (2006)*" **A. Pisitanusorn**, S. Ananta, R. Yimnirun, S. Thiansem
- Effects of Sintering Condition on Microstructure and Mechanical Properties of Zirconia-reinforced Dental Ceramic Nanocomposites "*The first Thailand National Nanotechnology Conference on Nanomaterials, Pharmaceuticals, Devices and Applications, (2007)*" **A. Pisitanusorn**, R. Yimnirun, S. Ananta

8.1 การสัมมนาระดับนานาชาติ

- Fabrication and Characterization of High Strength Dental Porcelain Nanocomposite from Thailand's Raw Materials "*The International Conference on Smart Materials (SmartMat-'04) Thailand (2004)*" **A. Pisitanusorn**, S. Ananta, R. Yimnirun, S. Thiansem
- Titania and Titania-Metal Oxide Based Nanocomposite Materials Reinforced Dental Ceramics "*The 5th International Conference on Materials Processing for Properties and Performance (5th MP³), Singapore (2006)*" **A. Pisitanusorn**, R. Yimnirun, S. Ananta, W. Schulle
- Mechanical Properties of Alumina-Based Dental Ceramic Nanocomposites "*SIAM Physics Congress 2007, Thailand (2007)*" **A. Pisitanusorn**, W. Schulle, S. Ananta

8.3 การเผยแพร่ตีพิมพ์ระดับชาติ

- **A. Pisitanusorn**, S. Ananta, R. Yimnirun, S. Thiansem “Fabrication and Characterization of High Strength Dental Porcelain Nanocomposite from Thailand’s Raw Materials” *Chiang Mai Journal of Science* 32 (2005) 549-553

8.4 การเผยแพร่ตีพิมพ์ระดับนานาชาติ

- **A. Pisitanusorn**, W. Schulle, S. Thiansem, S. Ananta. “The Influence of Phase Additions on the Mechanical Properties of Dental Ceramic Materials, Part 1.1: Ceramic Materials Reinforced with Alumina-Based Nanocomposites” *Interceram.* 55 (2006) 250-253.
- **A. Pisitanusorn**, W. Schulle, S. Thiansem, S. Ananta. “The Influence of Phase Additions on the Mechanical Properties of Dental Ceramic Materials, Part 1.2: Ceramic Materials Reinforced with Alumina-Based Nanocomposites” *Interceram.* 55 (2006) 328-333.
- **A. Pisitanusorn**, W. Schulle, R. Yimnirun, S. Ananta. “The Influence of Phase Additions on the Mechanical Properties of Dental Ceramic Materials, Part 2.1: Ceramic Materials Reinforced with Alumina-Metal Oxide Based Nanocomposites” *Interceram.* 55 (2006) 423-425.
- **A. Pisitanusorn**, W. Schulle, R. Yimnirun, S. Ananta. “The Influence of Phase Additions on the Mechanical Properties of Dental Ceramic Materials, Part 2.2: Ceramic Materials Reinforced with Alumina-Metal Oxide Based Nanocomposites” *Interceram.* 56 (2007) 4-8.
- **A. Pisitanusorn**, R. Yimnirun, S. Ananta. ‘Fabrication and Characterization of Titania-Reinforced Dental Ceramic Nanocomposites’ Submitted to Journal of Dental Materials.
- **A. Pisitanusorn**, R. Yimnirun, S. Ananta. ‘Fabrication and Characterization of $\text{TiO}_2\text{-Fe}_2\text{O}_3$ Reinforced Dental Ceramic Nanocomposites’ Submitted to Journal of Alloys and Compounds.

8.5 การเผยแพร่ตีพิมพ์ในหนังสือพิมพ์

- อรรถวิทย์ พิสิฐอนุสรณ์, สุพล อนันตา, รัตติกร ยัมนิรัฐ. “มช. เจ๋งนำเซรามิกทำพื้นปลอมสำเร็จ”, หนังสือพิมพ์บ้านเมือง, ฉบับที่ 1223, ปีที่ 4 (35), หน้า 13, 2550.
- อรรถวิทย์ พิสิฐอนุสรณ์, สุพล อนันตา, รัตติกร ยัมนิรัฐ. “ทีมวิจัย มช.เจ๋งนำเซรามิกผลิตพื้นปลอม เน้นคุณภาพสูง-ราคาถูกเพื่อประชาชนทุกระดับ”, หนังสือพิมพ์เดลินิวส์, ฉบับที่ 21018, หน้า 34, 2550.
- อรรถวิทย์ พิสิฐอนุสรณ์, สุพล อนันตา, รัตติกร ยัมนิรัฐ. “นักวิจัย มช. ทำสำเร็จนำภูมิปัญญาเซรามิกผลิตพื้นปลอมคุณภาพ”, หนังสือพิมพ์ไทยนิวส์, ฉบับที่ 13335, ปีที่ 37, หน้า 5, 2550.

8.6 การเผยแพร่ตีพิมพ์ในวารสาร

- อรรถวิทย์ พิสิฐอนุสรณ์, สุพล อนันตา, รัตติกร ยัมนิรัฐ. “พื้นปลอมเพื่อประชาชน”, Chiang Mai University News, ฉบับที่ 13, ปีที่ 2, Chiang Mai University, หน้า 1, 2550.