



ผลของกรดแอสคอร์บิกต่อสมบัติบางประการ ของยิปซัมชนิดที่สี่ที่ดัดแปรด้วยพอลิอะคริลาไมด์

ชัยรัตน์ วิวัฒน์วรพันธ์ วท.บ., วท.ม.¹

ณัฐวดี เหลี่ยมเจริญ วท.บ., วท.ม.²

¹ภาควิชาทันตกรรมประดิษฐ์ คณะทันตแพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

²นิสิตบัณฑิตศึกษา ภาควิชาทันตกรรมประดิษฐ์ คณะทันตแพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทคัดย่อ

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาถึงผลของกรดแอสคอร์บิกที่มีต่อกำลังแรงอัด เวลาแข็งตัว และการขยายตัวเนื่องจากการแข็งตัวของยิปซัมชนิดที่สี่ที่ดัดแปรด้วยพอลิอะคริลาไมด์

วัสดุและวิธีการ ในการทดลองนี้ได้ใช้ยิปซัมชนิดที่สี่ในปริมาณร้อยละ 97.5 และอะคริลาไมด์ร้อยละ 2.5 และในการทดลองจะแบ่งออกเป็นกลุ่มควบคุมและกลุ่มการทดลอง 5 กลุ่มซึ่งใส่ไปแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตในปริมาณที่คงที่คือ 0.005 โมลาร์ และใส่ปริมาณของกรดแอสคอร์บิกที่แตกต่างกันคือ 0.005 0.013 0.026 0.052 และ 0.105 โมลาร์ตามลำดับ การทดสอบกำลังแรงอัด เตรียมขึ้นตัวอย่างรูปทรงกระบอกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร สูง 20 มิลลิเมตร กลุ่มละ 15 ชิ้นตัวอย่าง ทำการทดสอบค่ากำลังแรงอัด ด้วยเครื่องทดสอบสากลอินสตรอนรุ่น 8872 อัตราเร็วของการเคลื่อนที่ของหัวกด 1 มิลลิเมตรต่ออนาที ที่เวลา 1 ชั่วโมง 24 ชั่วโมงและ 48 ชั่วโมงภายหลังการผสม ทำการวิเคราะห์ทางสถิติโดยใช้การวิเคราะห์ความแปรปรวนทางเดียว และวิเคราะห์ความแตกต่างระหว่างกลุ่มตัวอย่างด้วยวิธีบอเนฟโรนนี่ ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 การทดสอบเวลาแข็งตัว ทำการทดสอบด้วยเครื่องทดสอบระยะเวลาการก่อตัวชนิดเข็มไวแคท กลุ่มละ 5 ชิ้นตัวอย่าง และวิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติโดยใช้สถิติไคสแควร์ ด้วยวิธีมอนติคาร์โล ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 การทดสอบการขยายตัวเนื่องจากการแข็งตัวใช้เครื่องเอ็กเทนโซมิเตอร์ อ่านค่าการขยายตัวที่เวลา 120 นาทีที่ภายหลังจากการผสมแล้วนำค่าที่ได้มาคำนวณเป็นค่าร้อยละของการขยายตัวเนื่องจากการแข็งตัว และวิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติด้วยวิธีอินดีเพนเด็นท์แซมเปิลทีเทส และวันแซมเปิลทีเทส ที่ระดับความเชื่อมั่นที่ร้อยละ 95

ผลการศึกษา จากผลการทดลองพบว่ากลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิก 0.026 โมลาร์ มีค่ากำลังแรงอัดมากที่สุดในทุกช่วงเวลา โดยที่เวลา 1 และ 24 ชั่วโมง มีค่ามากกว่ากลุ่มควบคุมอย่างมีนัยสำคัญ ($p < 0.05$) นอกจากนี้กลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิก 0.026 โมลาร์ มีระยะเวลาก่อตัวสั้นกว่ากลุ่มควบคุมอย่างมีนัยสำคัญ ($p < 0.05$) แม้ว่าจากผลการทดสอบการขยายตัวเนื่องจากการแข็งตัว จะไม่พบความแตกต่างระหว่างอย่างมีนัยสำคัญระหว่างกลุ่มนี้กับกลุ่มควบคุม แต่ค่าการขยายตัวเนื่องจากการแข็งตัวมีค่าน้อยที่สุดเมื่อเทียบกับกลุ่มอื่น ๆ

สรุป ในการปรับปรุงคุณภาพให้กับยิปซัมชนิดที่สี่ด้วยพอลิอะคริลาไมด์ ปริมาณกรดแอสคอร์บิกที่เหมาะสมที่สุดในการกระตุ้นการเกิดปฏิกิริยา คือ 0.026 โมลาร์

(ว ทนต จุฬาฯ 2553;33:197-206)

คำสำคัญ: การขยายตัวเนื่องจากการแข็งตัว; กำลังแรงอัด; ยิปซัมชนิดที่สี่; ระยะเวลาการก่อตัว; อะคริลาไมด์

บทนำ

ในปัจจุบัน ผลิตภัณฑ์ยิปซัม (gypsum product) เป็นวัสดุที่ได้รับความนิยมอย่างสูงในทางทันตกรรม ซึ่งมีการนำมาใช้ประโยชน์ในการทำแบบจำลองฟัน (model) แม่แบบ (die) และการติดตั้งชิ้นหล่อ (mount cast) เป็นต้น สมบัติที่สำคัญของผลิตภัณฑ์ยิปซัมที่ใช้ในทางทันตกรรมประดิษฐ์ที่จำเป็นต้องนำมาพิจารณา คือ ความถูกต้องแม่นยำของมิติ (dimension accuracy) กำลังแรงอัด (compressive strength) สมบัติในการลอกรายละเอียด (detail reproducibility) ความต้านทานต่อการขัดถู (abrasive resistance) ความแข็งผิว (surface hardness) กำลังแรงดึง (tensile strength) ความง่ายต่อการใช้งาน และความสามารถใช้งานร่วมกับวัสดุพิมพ์ปากได้เป็นอย่างดี¹ หน้าที่สำคัญของผลิตภัณฑ์ยิปซัมคือ เป็นวัสดุชนิดหนึ่งในขั้นตอนการสร้างชิ้นงานฟันปลอม ซึ่งต้องมีความเที่ยงตรงของมิติและมีความแข็งแรงที่มากพอในการผ่านขบวนการต่าง ๆ ของการสร้างชิ้นงานฟันปลอม^{2,3}

อย่างไรก็ตามวัสดุประเภทนี้ก็มีข้อด้อยเช่นกัน คือ เรื่องของความแข็งแรง ความต้านทานต่อการขัดถู และต้องรอเป็นระยะเวลาอันยาวนานกว่าจะเริ่มขบวนการทางห้องปฏิบัติการได้ ซึ่งอาจต้องใช้เวลาราว 24-48 ชั่วโมง เพื่อให้เนื้อที่เป็นส่วนเกินระเหยของออกจากแม่แบบ หรือแบบจำลองฟัน⁴ นอกจากนี้ยังมีนักวิจัยอีกหลายท่านที่ได้กล่าวถึงปัญหาที่พบของการใช้ยิปซัมคือ ในเรื่องของความเปราะของวัสดุ และมีโอกาสที่จะเกิดการแตกหักได้⁵⁻⁷ จึงได้มีนักวิจัยหลายกลุ่มที่ได้พยายามค้นคว้าทดลองในการหาสารต่าง ๆ เพื่อพัฒนาความแข็งแรงให้เพิ่มมากขึ้น แต่จากการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมา พบว่าการใช้สารเพิ่มความแข็งแรงกับยิปซัมอย่างมีประสิทธิภาพนั้นส่งผลกระทบต่อสมบัติอื่น ๆ ของยิปซัม

พอลิอะคริลาไมด์ (polyacrylamide) เป็นเรซินชนิดหนึ่งซึ่งมีสมบัติในการละลายน้ำได้ง่าย^{8,9} และในสายโซ่โมเลกุลมีส่วนประกอบที่เป็นกลุ่มเอมายด์ (amide group) ที่สามารถสร้างพันธะ (bond) กับสารประกอบของยิปซัมได้¹⁰ และด้วยสมบัติของปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์ของเรซินจะเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วและทำให้เกิดการหดตัวขึ้น¹¹ ดังนั้นในการปรับปรุงคุณภาพยิปซัมโดยใช้พอลิอะคริลาไมด์ร่วมด้วยจึงน่าจะเป็นไปได้ในการช่วยเพิ่มความแข็งแรงให้กับยิปซัม และช่วยลดระยะเวลาในการแข็งตัว (setting time) รวมทั้งยังช่วยลดการขยายตัวเนื่องจากการแข็งตัว (setting expansion) ของยิปซัมอีกด้วย

ในการศึกษาค้นคว้าครั้งนี้จึงได้พยายามปรับปรุงคุณภาพของยิปซัมที่สี่ โดยได้ศึกษาถึงปริมาณของกรดแอสคอร์บิกที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ของอะคริลาไมด์รวมทั้งศึกษาถึงผลกระทบต่อกำลังแรงอัด (compressive strength) เวลาแข็งตัว และการขยายตัวเนื่องจากการแข็งตัวด้วย

วัสดุและวิธีการ

ในการทดลองนี้ได้ใช้ยิปซัมชนิดที่สี่ (Atlast®, บริษัทลาฟาร์จเพรสเทีย จำกัด) ในปริมาณร้อยละ 97.5 โดยน้ำหนัก อะคริลาไมด์ (Acrylamide for synthesis, บริษัทเมอร์ค จำกัด) ร้อยละ 2.5 โดยน้ำหนัก และโปแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (Potassium Persulfate, Reagent grade, บริษัทเมอร์ค จำกัด) ความเข้มข้น 0.005 โมลาร์ ในทุกกลุ่มการทดลอง ซึ่งแต่ละกลุ่มใส่ปริมาณของกรดแอสคอร์บิก (L(+)-Ascorbic acid, Reagent grade, บริษัทซาลา จำกัด) ที่แตกต่างกัน คือ 0.005 0.013 0.026 0.052 และ 0.105 โมลาร์

การทดสอบกำลังแรงอัด

เตรียมชิ้นตัวอย่างรูปทรงกระบอกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มม. และยาว 20 มม.¹² กลุ่มละ 15 ชิ้นตัวอย่าง ทำการทดสอบค่าความทนแรงอัด ด้วยเครื่องทดสอบสากล (Universal testing machine, Instron รุ่น 8872; Instron, USA) อัตราเร็วของการเคลื่อนที่ของหัวกด 1 มม./นาที่ ที่เวลา 1 24 และ 48 ชั่วโมง ทำการวิเคราะห์ทางสถิติโดยใช้การวิเคราะห์ความแปรปรวนทางเดียว (One-way ANOVA) และวิเคราะห์ความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญระหว่างกลุ่มตัวอย่างโดยทำการทดสอบด้วยวิธีของบอนเฟอโรน (Bonferroni method) ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95

การทดสอบระยะเวลาก่อตัว

ทำการทดสอบตามวิธีการที่กำหนดในไอเอสโอ (ISO; International Organization for Standardization) 6873 ผลิตภัณฑ์ยิปซัมทางทันตกรรม ด้วยเครื่องทดสอบระยะเวลาก่อตัวชนิดเข็มไวแคท (Vicat needle apparatus; Soiltest, USA) กลุ่มละ 5 ชิ้นตัวอย่าง ทำการทดสอบทุก ๆ 15 วินาที และบันทึกเวลาที่เข็มไม่สามารถแทงลงไปเนื้อวัสดุได้ลึกเกินกว่า 2 มม. และวิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติโดยใช้สถิติไคสแควร์ ด้วยวิธีมอนติคาร์โลที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95

การทดสอบการขยายตัวเนื่องจากการแข็งตัว

ทำการทดสอบตามวิธีการที่กำหนดในไอเอสโอ 6873 ผลิตภัณฑ์ยิปซัมทางทันตกรรมด้วยเครื่องทดสอบการขยายตัว (Extensometer) กลุ่มละ 5 ซีนตัวอย่าง อ่านค่าการขยายตัวเนื่องจากการแข็งตัวที่เวลา 120 นาทีภายหลังจากทำการผสมแล้วนำค่าที่ได้มาคำนวณค่าการขยายขณะแข็งตัวโดยคิดเป็นร้อยละ และวิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติด้วยวิธีอินดิเพนเด็นท์แซมเปิลทีเทส และวันแซมเปิลทีเทสที่ระดับความเชื่อมั่นที่ร้อยละ 95

ผลการศึกษา

กำลังแรงอัด

ผลการทดสอบกำลังแรงอัดของชิ้นงานโดยใช้ปริมาณของกรดแอสคอร์บิกที่แตกต่างกัน คือ 0.005 0.013 0.026 0.052 และ 0.105 โมลาร์ โดยทำการเปรียบเทียบกับกลุ่มควบคุมที่เวลา 1 24 และ 48 ชั่วโมง ดังแสดงในตารางที่ 1

นำข้อมูลที่วัดได้มาทำการทดสอบการกระจายตัวของข้อมูลด้วยการทดสอบแบบวันแซมเปิลโครโมโกรอฟ-สเมอนอฟ (One-sample Kolmogorov-Smirnov test) พบว่าข้อมูลมีการแจกแจงแบบปกติ และทำการทดสอบความเหมือน

ของความแปรปรวน (Homogeneity of variances) ด้วยการทดสอบแบบเลอวีเน (Levene's test) พบว่าค่าความแปรปรวนของข้อมูลแต่ละกลุ่มไม่แตกต่างกันจากนั้นนำข้อมูลมาวิเคราะห์ความแปรปรวนแบบทางเดียวที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 โดยทั้ง 3 ช่วงเวลา คือ 1 24 และ 48 ชั่วโมง พบว่า $p < 0.05$ แสดงว่าค่าเฉลี่ยของค่ากำลังแรงอัดของยิปซัมชนิดที่สี่ ที่ใส่กรดแอสคอร์บิกปริมาณที่ต่าง ๆ กัน และกลุ่มควบคุม ในแต่ละช่วงเวลามีความแตกต่างกันอย่างน้อย 1 คู่ จากนั้นจึงทำการทดสอบเพื่อหาประชากรที่มีค่าเฉลี่ยไม่เท่ากัน (multiple comparisons) เพื่อวิเคราะห์หาข้อข้อมูลกลุ่มใดแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ โดยทำการทดสอบด้วยวิธีของบอนเฟอโรนี โดยแยกผลการวิเคราะห์ออกเป็นแต่ละช่วงระยะเวลา ดังนี้

ที่ระยะเวลา 1 ชั่วโมงพบว่ากลุ่มควบคุมมีค่ากำลังแรงอัดเท่ากับ 21.54 ± 1.60 เมกะปาสคาล ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับค่ากำลังแรงอัดของกลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิก 0.005 0.013 0.026 0.052 และ 0.105 โมลาร์ จะเห็นได้ว่าทุกกลุ่มมีค่ากำลังแรงอัดมากกว่ากลุ่มควบคุม แต่เมื่อทดสอบทางสถิติพบว่ามีเพียงกลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิก 0.026 โมลาร์ ที่มีค่ากำลังแรงอัดที่มากกว่ากลุ่มควบคุมอย่างมีนัยสำคัญ ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95

ตารางที่ 1 ค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่ากำลังแรงอัด ในกลุ่มที่ใส่ปริมาณของกรดแอสคอร์บิกที่แตกต่างกัน ที่ระยะเวลา 1 24 และ 48 ชั่วโมง

Table 1. Mean and standard deviation of compressive strength of experimental groups with various ascorbic acid concentrations at 1, 24 and 48 hours

Ascorbic acid (Molar)	Compressive strength (MPa)		
	1 h.	24 h.	48 h.
0 (control group)	21.54 ± 1.60	34.73 ± 1.82	39.19 ± 0.95
0.005	22.83 ± 1.14	26.69 ± 1.14	33.81 ± 1.80
0.013	21.83 ± 1.36	36.94 ± 1.61	39.87 ± 1.67
0.026	25.11 ± 0.93*	38.58 ± 0.97*	40.61 ± 1.09
0.052	21.64 ± 1.52	31.02 ± 1.74	36.98 ± 1.47
0.105	22.09 ± 1.70	30.23 ± 2.42	36.94 ± 0.78

*Significantly different from other groups at the same time testing ($p < 0.05$)

ที่ระยะเวลา 24 ชั่วโมง พบว่ากลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิก 0.013 และ 0.026 โมลาร์ มีค่ากำลังแรงอัดสูงกว่ากลุ่มควบคุม แต่ในกลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิก 0.005 0.052 และ 0.105 โมลาร์ มีค่ากำลังแรงอัดน้อยกว่ากลุ่มควบคุม และเมื่อทำการทดสอบทางสถิติพบว่ามีเพียงกลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิก 0.026 โมลาร์ มีค่ากำลังแรงอัดมากกว่ากลุ่มควบคุมอย่างมีนัยสำคัญ ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95

ที่ระยะเวลา 48 ชั่วโมง พบว่าในกลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิก 0.005 0.052 และ 0.105 โมลาร์ มีค่ากำลังแรงอัดน้อยกว่ากลุ่มควบคุม แต่กลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิก 0.013 และ 0.026 โมลาร์ มีค่ากำลังแรงอัดมากกว่ากลุ่มควบคุม แต่อย่างไรก็ตาม ไม่พบความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95

เวลาแข็งตัว

ผลการทดสอบเวลาแข็งตัวของชิ้นงานโดยใช้ปริมาณของกรดแอสคอร์บิกที่แตกต่างกัน คือ 0.005 0.013 0.026 0.052 และ 0.105 โมลาร์ โดยทำการเปรียบเทียบกับกลุ่มควบคุม ดังแสดงใน ตารางที่ 2

เนื่องจากการทดสอบทำทุก ๆ 15 วินาที เพื่อดูว่าเมื่อถึงระยะเวลานั้น ๆ ชิ้นงานได้ถึงเวลาแข็งตัวแล้ว ซึ่งค่าที่ได้ไม่ใช่ระยะเวลาก่อนตัวที่แท้จริง จึงไม่สามารถนำมาหาค่าเฉลี่ยได้ ดังนั้นในการทดสอบค่าทางสถิติจึงทำการทดสอบว่าปริมาณของกรดแอสคอร์บิกที่ใช้กับระยะเวลาก่อนตัวมีความสัมพันธ์กันหรือไม่ โดยทำการทดสอบสถิติไคสแควร์ (Chi-square test) ด้วยวิธีมอนติคาร์โล (Monte Carlo method) ซึ่งพบว่าค่า

ตารางที่ 2 จำนวนและร้อยละของชิ้นงานยิปซัมในแต่ละกลุ่มที่แข็งตัวในระยะเวลาต่าง ๆ ในกลุ่มที่ใส่ปริมาณของกรดแอสคอร์บิกที่แตกต่างกัน และกลุ่มควบคุม

Table 2. Numbers and percentages of gypsum specimens in each group that had various setting time

Ascorbic acid (Molar)	Setting time (minutes)								
	10.45	11.10	11.15	11.30	11.45	12.00	12.15	12.30	12.45
0 (control group)							1 (20%)	4 (80%)	
0.005*	1 (20%)	4 (80%)							
0.013*		3 (60%)	1 (20%)		1 (20%)				
0.026*				1 (20%)	3 (60%)	1 (20%)			
0.052							3 (60%)	2 (40%)	
0.105							1 (20%)	3 (60%)	1 (20%)

*Significantly different from other groups ($p < 0.05$)

$p < 0.05$ แสดงว่าปริมาณของกรดแอสคอร์บิกที่ต่างกันกับระยะเวลาก่อตัวมีความสัมพันธ์กัน ซึ่งเมื่อทำการทดสอบแต่ละกลุ่มเทียบกับกลุ่มควบคุมโดยทำการทดสอบสถิติโคสแควร์จะพบว่ากลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิก 0.005 0.013 และ 0.026 โมลาร์ มีเวลาแข็งตัวน้อยกว่ากลุ่มควบคุมอย่างมีนัยสำคัญ

การขยายตัวเนื่องจากการแข็งตัว

ผลการทดสอบการขยายตัวเนื่องจากการแข็งตัวของชิ้นงานโดยใช้ปริมาณของกรดแอสคอร์บิกที่ต่างกัน คือ 0.005 0.013 0.026 0.052 และ 0.105 โมลาร์ โดยทำการเปรียบเทียบกับกลุ่มควบคุม ซึ่งคำนวณค่าการขยายตัวเนื่องจากการแข็งตัวโดยคิดเป็นร้อยละ ดังแสดงในตารางที่ 3

จากข้อมูลที่ได้พบว่ากลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิกมีค่าเฉลี่ยของร้อยละการขยายตัวเนื่องจากการแข็งตัวน้อยกว่ากลุ่มควบคุม แต่เมื่อนำมาวิเคราะห์ผลทางสถิติ ซึ่งเมื่อพิจารณาแล้วจะพบว่า มี 4 กลุ่มด้วยกันที่ไม่มีค่าความแปรปรวน เพราะฉะนั้นแสดงว่าเป็นค่าคงที่¹³ คือ กลุ่มควบคุม มีค่าเท่ากับร้อยละ 0.127 และ กลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิก 0.013 0.026 และ 0.052 โมลาร์ มีค่าเท่ากับร้อยละ 0.076 ดังนั้นจึงไม่สามารถคำนวณค่าสถิติโดยตรงได้ จึงทำการเทียบกลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิก 0.005 โมลาร์ และกลุ่ม 0.105 โมลาร์ ด้วยวิธีอินดีเพนเดนทแฮมเปิลทีเทส (Independent-Samples T test) เพื่อทดสอบ

ว่าค่าเฉลี่ยของ ทั้ง 2 กลุ่มมีความแตกต่างกันหรือไม่^{13,14} จากการคำนวณทางสถิติพบว่า $p > 0.05$ แสดงว่ากลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิก 0.005 โมลาร์ และกลุ่ม 0.105 โมลาร์ มีความแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95

ทำการทดสอบค่าทางสถิติระหว่างกลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิก 0.005 โมลาร์ กับค่าคงที่ของกลุ่มควบคุม (ร้อยละ 0.127) และกลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิก 0.013 0.026 และ 0.052 โมลาร์ (ร้อยละ 0.76) ด้วยวิธีวันแซมเปิลทีเทส (One Sample T test)^{13,14} พบว่ากลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิก 0.005 โมลาร์ มีค่าการขยายตัวเนื่องจากการแข็งตัวน้อยกว่ากลุ่มควบคุมอย่างมีนัยสำคัญ แต่ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญกับกลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิก 0.013 0.026 และ 0.052 โมลาร์ และทำการทดสอบเช่นเดียวกันกับกลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิก 0.105 โมลาร์ ดังวิธีการทดสอบข้างต้น พบว่ากลุ่ม 0.105 โมลาร์ มีค่าการขยายตัวน้อยกว่ากลุ่มควบคุมอย่างมีนัยสำคัญ และมีค่าการขยายตัวมากกว่ากลุ่ม 0.013 0.026 และ 0.052 โมลาร์ อย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95

เนื่องจากไม่สามารถเปรียบเทียบทางสถิติระหว่างกลุ่มควบคุมกับกลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิก 0.013 0.026 และ 0.052 โมลาร์ได้ แต่เมื่อเปรียบเทียบโดยทางตรรกะแล้ว กลุ่มควบคุมน่าจะมีความแตกต่างกันกับกลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิก 0.013 0.026 และ 0.052 โมลาร์

ตารางที่ 3 ค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่าการขยายเนื่องจากการแข็งตัวในกลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิกปริมาณที่ต่างกัน

Table 3. Mean and standard deviation of setting expansion of experimental groups with various ascorbic acid concentrations.

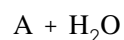
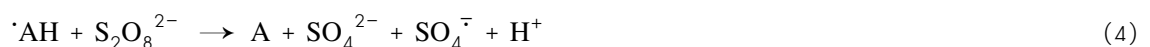
Ascorbic acid (Molar)	Setting expansion (%)
0 (control group)	0.127 ^{*C}
0.005	0.091 ± 0.014 ^{*AB}
0.013	0.076 ^{*A}
0.026	0.076 ^{*A}
0.052	0.076 ^{*A}
0.105	0.094 ± 0.011 ^{*B}

*The same alphabet letter is not significantly different ($p > 0.05$).

วิจารณ์

ในการศึกษานี้เลือกใช้อะครีลาไมด์ ซึ่งเป็นมอนอเมอร์ชนิดหนึ่งโดยมีโปแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตเป็นสารเริ่มปฏิกิริยา (initiator) และใช้กรดแอสคอร์บิกทำหน้าที่เป็นสารกระตุ้นปฏิกิริยา (activator) โดยอ้างอิงจากการศึกษาของ Stav และคณะ¹¹ ซึ่งได้ใช้อะครีลาไมด์ ในการปรับปรุงคุณภาพเช่นกัน โดยได้ทำการทดสอบเฉพาะคุณสมบัติของกำลังแรงอัด การทดลองของ Stav และคณะ¹⁰ ได้ใช้โปแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตเป็นสารเริ่มปฏิกิริยา และใช้โซเดียมไบซัลไฟต์ (sodium bisulfite) เป็นสารกระตุ้นปฏิกิริยา แต่ในการศึกษานี้ได้เปลี่ยนสารกระตุ้นปฏิกิริยา เป็นกรดแอสคอร์บิกแทน เนื่องจากละลายน้ำ สามารถหาได้ง่าย และมีราคาถูกกว่า ดังนั้นในการทดลองนี้จึงได้ทำการศึกษาดังปริมาณของกรดแอสคอร์บิกที่แตกต่างกันที่มีผลต่อกำลังแรงอัด เวลาแข็งตัว และการขยายขณะแข็งตัวของยิปซัม

กลไกการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ของอะครีลาไมด์มีดังนี้ การเริ่มต้นของปฏิกิริยาจะเกิดจากสารเริ่มปฏิกิริยา (โปแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต) ทำปฏิกิริยากับสารกระตุ้นปฏิกิริยา (กรดแอสคอร์บิก) จะได้เป็นอนุมูลอิสระ (free radical) ดังสมการที่ (1)-(3) ในรูปที่ 1 ซึ่งอนุมูลอิสระที่เกิดขึ้นนั้นจะประกอบไปด้วยซัลเฟตเรดิคัลไอออน (sulfate radical ion; $\text{SO}_4^{\cdot-}$) ไฮดรอกซิลเรดิคัล (hydroxyl radical; OH^{\cdot}) และแอสคอเบตเรดิคัล (ascorbate; AH^{\cdot}) ตามลำดับ และอนุมูลอิสระจะทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์ (อะครีลาไมด์) กลายเป็นมอนอเมอร์ที่มีอนุมูลอิสระ ซึ่งจะไปทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์ตัวอื่นไปเรื่อย ๆ กลายเป็นสายโซ่โมเลกุลที่มีความยาวมากขึ้น และการสิ้นสุดของปฏิกิริยาอาจเกิดขึ้นได้ทั้งในลักษณะของการสิ้นสุดปฏิกิริยาแบบรวมตัวหรือจับคู่ (combination or coupling) หรือการสิ้นสุดปฏิกิริยาแบบดิสมพรอพอร์ชันเนชัน (disproportionation)^{9,10} จากผลการศึกษาพบว่า ที่ระยะเวลา



Termination : Combination/Coupling

: Disproportionation

ภาพที่ 1 กลไกการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์โดยมีโปแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตเป็นตัวเริ่มต้นปฏิกิริยา และกรดแอสคอร์บิกเป็นสารกระตุ้นการเกิดปฏิกิริยา

Fig. 1 The mechanism of polymerization reaction using potassium persulfate as an initiator and ascorbic acid as an activator.

1 24 และ 48 ชั่วโมง ในกลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิก 0.026 โมลาร์ จะให้ค่ากำลังแรงอัดกับชิ้นงานมากที่สุด โดยที่ระยะเวลา 1 และ 24 ชั่วโมง จะให้ค่ากำลังแรงอัดมากกว่ากลุ่มควบคุมอย่างมีนัยสำคัญ แสดงให้เห็นว่ากรดแอสคอร์บิก 0.026 โมลาร์ เป็นปริมาณที่เหมาะสมที่สุดในการกระตุ้นการเกิดปฏิกิริยากับโปแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต เพื่อให้ได้อนุมูลอิสระที่พอเหมาะต่อการเกิดปฏิกิริยากับมอนอเมอร์ของอะคริลาไมด์ ซึ่งคิดเป็นอัตราส่วนโมลาร์ดังนี้คือ อะคริลาไมด์ : โปแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต : กรดแอสคอร์บิก เท่ากับ 1.675 : 0.005 : 0.026 กรณีที่ใช้กรดแอสคอร์บิกหรือสารเริ่มปฏิกิริยาที่น้อยกว่า 0.026 โมลาร์ ให้ค่ากำลังแรงอัดที่น้อยกว่า หรือไม่แตกต่างกับกลุ่มควบคุมในช่วงเวลา 24 และ 48 ชั่วโมง อาจเนื่องมาจากปริมาณของสารเริ่มปฏิกิริยามีน้อยเกินไป จึงส่งผลให้เกิดอนุมูลอิสระในปริมาณที่น้อยเกินกว่าที่จะทำปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์ที่เหมาะสมได้ และอาจมีปริมาณของโปแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตและอะคริลาไมด์หลงเหลืออยู่จำนวนมาก ซึ่งอาจเป็นตัวขัดขวางต่อการเชื่อมยึดกันของผลึกยิปซัมได้ หรือในกรณีที่ใช้ปริมาณกรดแอสคอร์บิกที่มากกว่า 0.026 โมลาร์ จะให้ค่ากำลังแรงอัดน้อยกว่าหรือไม่แตกต่างจากกลุ่มควบคุม อาจเนื่องมาจากการที่มีกรดแอสคอร์บิกที่เหลือจากการเกิดปฏิกิริยากับโปแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต และอาจทำให้เกิดปฏิกิริยาย้อนกลับในการเกิดอนุมูลอิสระที่จะไปทำปฏิกิริยากับอะคริลาไมด์ จึงส่งผลให้มีสารตกค้างที่ไม่เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ ซึ่งอาจเป็นตัวขัดขวางการเชื่อมยึดของผลึกยิปซัมได้เช่นกัน จากรูปที่ 1 แสดงกลไกการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์โดยมีโปแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตเป็นสารเริ่มปฏิกิริยา และกรดแอสคอร์บิกเป็นสารกระตุ้นปฏิกิริยา จากสมการที่ (1)-(3) จะแสดงให้เห็นถึงขั้นตอนของการเกิดอนุมูลอิสระ ซึ่งถ้าใช้ปริมาณความเข้มข้นของกรดแอสคอร์บิกที่มากเกินไปจะทำให้เกิดการสร้างซัลเฟตไอออนเพิ่มมากขึ้นดังเห็นได้จากสมการที่ (4) ซึ่งเมื่อกรดแอสคอร์บิกทำปฏิกิริยากับน้ำจะได้แอสคอบเทเรดิกัล (AH^{\cdot}) ซึ่งสามารถทำปฏิกิริยากับเปอร์ซัลเฟต ไอออน ($S_2O_8^-$) จึงทำให้เกิดอนุมูลอิสระจำนวนลดลง ซึ่งก็คือจะได้อนุมูลอิสระเพียง 1 ตัว แต่ถ้ากรดแอสคอร์บิกเกิดปฏิกิริยาร่วมกับเปอร์ซัลเฟต ($S_2O_8^-$) ดังสมการที่ (1)-(3) จะได้อนุมูลอิสระ 3 ตัว ดังนั้นจะเห็นได้ว่าหากใช้ปริมาณความเข้มข้นของกรดแอสคอร์บิกที่มากเกินไปจะทำให้เกิดอนุมูลอิสระลดลงซึ่งส่งผลให้การเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ลดลงตามไปด้วย^{11,15,16} ดังนั้นเมื่อประเมินจากค่ากำลังแรงอัดที่ระยะเวลาต่าง ๆ ในกลุ่มที่ใส่กรดแอสคอร์บิก 0.026 โมลาร์ น่าจะเป็นปริมาณที่เหมาะสม

ในการเกิดปฏิกิริยามากที่สุดในการช่วยเพิ่มกำลังแรงอัดให้กับชิ้นงานยิปซัมได้

การทำหน้าที่ของพอลิอะคริลาไมด์ในการเพิ่มประสิทธิภาพของชิ้นงานยิปซมนำจะเกิดจากอะคริลาไมด์มีกลุ่มของเอมาйдที่มีความเป็นขั้ว (polarity) โดยส่วนของไนโตรเจนจะมีอิเล็กตรอนวงนอกที่เหลืออยู่ (coordinating site) ซึ่งสามารถใช้อิเล็กตรอนเหล่านี้ร่วมกับแคลเซียมที่เป็นธาตุโลหะได้ จึงทำให้เกิดการเชื่อมโมเลกุลเข้ากับผลึกยิปซัม⁸ และขณะที่ยิปซามีการแข็งตัวจะมีน้ำหลงเหลืออยู่ระหว่างผลึกยิปซัมแล้วค่อย ๆ ระบายไปกลายเป็นช่องว่างจำนวนมากภายในชิ้นงานยิปซัม ในการใช้อะคริลาไมด์เป็นส่วนผสม ซึ่งอะคริลาไมด์มีสมบัติในการละลายน้ำได้ง่ายก็น่าจะไปแทรกอยู่ระหว่างผลึกยิปซัม ซึ่งเมื่อเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์สมบูรณ์แล้ว จะเป็นตัวช่วยแทรกในช่องว่างเหล่านั้นแทนในลักษณะการสะสมของวัฏภาคของสเมียร์ (smear phase) นอกจากนี้ ส่วนของพอลิเมอร์ที่อยู่รอบผลึกยิปซัมจะช่วยให้การเสริมแรงบริเวณรอยต่อของผลึกจึงส่งผลให้ยิปซามีกำลังแรงอัดเพิ่มมากขึ้น¹⁰

การศึกษาในแง่ของเวลาการแข็งตัว พบว่าในกลุ่มการทดลองโดยมากจะใช้เวลาการแข็งตัวที่สั้นลง ซึ่งอาจเป็นผลเนื่องมาจากปฏิกิริยาพอลิเมอร์ของอะคริลาไมด์ ทำให้มีความร้อนเกิดขึ้น จึงเร่งการแข็งตัวของผลึกยิปซัมได้รวดเร็วขึ้น

การศึกษาในแง่ของการขยายตัวเนื่องจากการแข็งตัว โดยปกติแล้วระหว่างการแข็งตัวของยิปซัมจะพบว่ามี การขยายตัวเนื่องจากการแข็งตัวเกิดขึ้นอันเนื่องมาจากปฏิกิริยาขณะที่มีการเปลี่ยนแปลง จากสารประกอบเฮมิไฮเดรตไปเป็นสารประกอบไดไฮเดรต ซึ่งปรากฏการณ์นี้จะเกิดจากกระบวนการการเกิดผลึก โดยเมื่อผลึกของสารประกอบไดไฮเดรตมีการขยายตัวขึ้น และขัดขวางกันเองกับผลึกใกล้เคียงทำให้เกิดแรงผลักดันกัน และเกิดการขยายตัวของมวลทั้งหมดขึ้น จากการศึกษาในครั้งนี้พบว่าในทุกกลุ่มการทดลองจะให้ค่าการขยายตัวเนื่องจากการแข็งตัวน้อยกว่าในกลุ่มควบคุม ซึ่งอาจเป็นผลเนื่องมาจากปฏิกิริยาพอลิเมอร์ของอะคริลาไมด์ จะทำให้เกิดการหดตัว^{8,9} ส่งผลต่อการหดตัวโดยรวมของชิ้นงานยิปซัม จึงทำให้การขยายตัวเนื่องจากการแข็งตัวของยิปซมลดลง

สรุป

จากผลการทดลองเพื่อหาปริมาณกรดแอสคอร์บิกที่เหมาะสมในการเริ่มต้นการเกิดปฏิกิริยาของอะคริลาไมด์ พบ

ว่ากลุ่มการทดลองที่ใช้กรดแอสคอร์บิก 0.026 โมลาร์ มีกำลังแรงอัดมากที่สุด เมื่อเปรียบเทียบกับทุกกลุ่มทั้งช่วงระยะเวลา 1 24 และ 48 ชั่วโมง โดยกลุ่มที่ใช้กรดแอสคอร์บิก 0.026 โมลาร์ ทำให้ค่ากำลังแรงอัดมากกว่ากลุ่มควบคุมที่ช่วงเวลา 1 และ 24 ชั่วโมง อย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 และจากผลการทดสอบระยะเวลาการก่อตัวพบว่ากลุ่มที่ใช้กรดแอสคอร์บิก 0.026 โมลาร์ ใช้เวลาแข็งตัวสั้นกว่ากลุ่มควบคุม นอกจากนี้จากผลการทดสอบการขยายตัวเนื่องจากการแข็งตัวเมื่อเปรียบเทียบโดยทางตรงแล้วก็พบว่ากลุ่มที่ใช้กรดแอสคอร์บิก 0.026 โมลาร์ มีค่าการขยายตัวเนื่องจากการแข็งตัวน้อยกว่ากลุ่มควบคุม ดังนั้นจากการทดลองจึงสรุปได้ว่าปริมาณกรดแอสคอร์บิกที่เหมาะสมคือ 0.026 โมลาร์

กิตติกรรมประกาศ

การวิจัยนี้ได้รับเงินสนับสนุนจากบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ศูนย์วิจัยทันตวัสดุศาสตร์ คณะทันตแพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ช่วยเหลือในการทำวิจัย และขอขอบคุณ บริษัท ลาฟาร์จ-เพรสเทีย จำกัด ที่เอื้อเฟื้อผลิตภัณฑ์ยิปซัมเพื่อใช้ในการวิจัย

เอกสารอ้างอิง

- Ferracane JL. Materials in dentistry principles and applications: dental plaster and stone. 2nd ed. Pennsylvania: Lippincott Williams & Wilkins, 2001:203-21.
- Hashmati RH, Nagy WW, Wirth CG, Dhuru VB. Delayed linear expansion of improved dental stone. J Prosthet Dent. 2002;88:26-31.
- Harris PE, Hoyer S, Lindquist TJ, Stanford CM. Alterations of surface hardness with gypsum die hardeners. J Prosthet Dent. 2004;92:35-8.
- Hersek N, Canay S, Akca K, Ciftci Y. Tensile strength of type IV dental stones dried in a microwave oven. J Prosthet Dent. 2002;87:499-502.
- John F. Applied dental materials: gypsum products for dental casts. 8th ed. London: Butler & Tanner, 1998:29-36.
- Schwedhelm ER, Lepe X. Fracture strength of type IV and type V die stone as a function of time. J Prosthet Dent. 1997;78:554-9.
- Craig RG, Power JM, Wataha JC. Dental material properties and manipulation: model and die material. 8th ed. St. Louis: Mosby, 2004:198-220.
- Allcock HR, Lamp FW. Contemporary polymer chemistry. 2nd ed. Pennsylvania: Prentice-Hall, 1989:548.
- Odian G. Principles of polymerization. 3rd ed. New York: Wiley-Interscience publication, 1991:312-3.
- Stav E, Bentur A, Kohn DH. Polymerization of acrylamide in the presence of calcium sulphate hemihydrate. J Appl Polymer Sci. 1991;45:2079-89.
- Pediaditakis P. Polymerization of acrylamide [online]. Available from: http://www.engr.pitt.edu/chemical/lab_manuals/polymerization.pdf [2005 November 17] 2003.
- Prombonas A, Vlissidis D. Compressive strength and setting temperatures of mixes with various proportions of plaster to stone. J Prosthet Dent. 1994;72:95-100.
- Wanitbuncha K. Using SPSS for Windows in Data Analysis 1st ed. Bangkok: Thammasarn, 2003:231-53.
- Yaowapanee W. Statistical software package: SPSS for window 10.0.7 1st ed. Bangkok: Odian Store Publishing, 2002:319-29.
- Mehrotra US, Mushran SP. Kinetic and mechanism of the reduction of peroxydisulphate by ascorbic acid. J Ind Chem. 1970;47:41-5.
- Bajpai UDN, Jain A, Rai S. Grafting of polyacrylamide onto guar gum potassium persulfate/ascorbic acid redox initiating system. J Appl Polymer Sci. 1990;39:2187-204.

Effect of ascorbic acid on some properties of type IV modified gypsum by polyacrylamide

Chairat Wiwatwarrapan B.Sc., M.S.¹

Natthawadee Liamcharoen D.D.S., M.S.²

¹Department of Prosthodontics, Faculty of Dentistry, Chulalongkorn University

²Graduate Student, Department of Prosthodontics, Faculty of Dentistry, Chulalongkorn University

Abstracts

Objective To study the effect of ascorbic acid (AA) on compressive strength, setting time and setting expansion of an experimental polyacrylamide–modified type IV gypsum.

Materials and methods The experimental type IV gypsum powder was composed of 97.5% a commercial type IV gypsum and 2.5% acrylamide. There were a control group (commercial type IV gypsum) and 5 experimental groups which contained constant potassium persulfate initiator (0.005 M), and various amounts of AA activator, including 0.005, 0.013, 0.026, 0.052 and 0.105 M. Compressive strength test was performed by preparing 15 cylindrical specimens of each group with 10 mm in diameter, and 20 mm in height. The compressive strength of 5 specimens were measured by UTM (Instron 8872) at a crosshead speed of 1 mm/min at 1, 24, and 48 hours after mixing. The data were analyzed with One–way ANOVA and Bonferroni statistic method at the 95% confidence level. Setting time test was performed by using Vicat needle apparatus for 5 specimens per group, the data were analyzed with Chi–square with Monte Carlo approach at the 95% confidence level. The Extensometer was utilized for the setting expansion test for 5 specimens per group. The changes of the length were determined at 120 min after the start of mixing. The setting expansion was calculated in percentages of the original length, and then the data were analyzed with the Independent–Samples T test and One Sample T test at the 95% confidence level.

Results The 0.026 M AA group had the highest average compressive strength in each time interval of testing. However, this group exhibited significant higher compressive strength at 1 and 24 hours than the control group ($p < 0.05$). In addition, the 0.026 M AA group showed less setting time than the control group ($p < 0.05$). Although in the setting expansion testing, this group did not show significant difference from the control group, its mean expansion value was lowest among other groups.

Conclusion Within the limitations of this study to improve the quality of type IV gypsum material, adding 0.026 M AA is the most suitable method to activate the polymerization reaction.

(CU Dent J. 2010;33:197–206)

Key words: acrylamide; compressive strength; setting expansion; setting time; type IV gypsum
