



# ผลของกรดฟอสฟอริกต่อความแข็งแรงดึงระดับจุลภาคระหว่างเดือยฟันไดเมทาคริลิตเสริมเส้นใยกับวัสดุก่อแกนฟันเรซินคอมโพสิต

ศรียา เศรษฐะ ท.บ.,<sup>1</sup>

วัชรศักดิ์ ตุมราศวิน ท.บ., ปร.ด.<sup>2</sup>

ศิริพร อรุณประดิษฐ์กุล ท.บ., วท.ม.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>นิสิตบัณฑิตศึกษา ภาควิชาทันตกรรมประดิษฐ์ คณะทันตแพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

<sup>2</sup>ภาควิชาทันตกรรมประดิษฐ์ คณะทันตแพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## บทคัดย่อ

**วัตถุประสงค์** เพื่อประเมินค่าความแข็งแรงดึงระดับจุลภาคระหว่างเดือยฟันไดเมทาคริลิตเสริมเส้นใยกับวัสดุก่อแกนฟันเรซินคอมโพสิต หลังจากปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยกรดฟอสฟอริกตามด้วยการทำไซเลนและ/หรือสารบอนด์ติด

**วัสดุและวิธีการ** เดือยฟันซี่ห่อเอพาร์ซี โพลีเอทิลีน พลาสติก จำนวน 30 แท่ง แบ่งออกเป็น 6 กลุ่ม โดยทำพื้นผิวเดือยฟันด้วย กลุ่มที่ 1 ไซเลน กลุ่มที่ 2 สารบอนด์ติด และกลุ่มที่ 3 ไซเลนและสารบอนด์ติด ส่วนกลุ่มที่ 4-6 ปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยกรดฟอสฟอริกความเข้มข้นร้อยละ 37 นาน 1 นาที แล้วทำพื้นผิวเดือยฟันด้วยไซเลน (กลุ่มที่ 4) สารบอนด์ติด (กลุ่มที่ 5) ไซเลนและสารบอนด์ติด (กลุ่มที่ 6) วางเดือยฟันที่ปรับสภาพผิวแล้วกลางท่อพลาสติกใส แล้วฉีดมัดดีคอปรีโพล์เข้าไปในท่อพลาสติกและฉายแสง นำชิ้นเดือยฟัน-แกนฟันมาตัดเป็นชิ้นทดสอบรูปแท่งจำนวน 20 ชิ้นต่อกลุ่ม เพื่อทดสอบค่าความแข็งแรงดึงระดับจุลภาค จำแนกความล้มเหลวของชิ้นทดสอบด้วยกล้องสเตอริโอไมโครสโคป (40 เท่า) วิเคราะห์ผลด้วยสถิติความแปรปรวนสองทางและวิเคราะห์ความแตกต่างระหว่างกลุ่มด้วยสถิติ ดันเนท ทีสาม ที่ระดับนัยสำคัญทางสถิติ 0.05 ( $p < 0.05$ )

**ผลการศึกษา** การปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยกรดฟอสฟอริกตามด้วยการทำไซเลนและสารบอนด์ติดให้ค่าความแข็งแรงดึงระดับจุลภาคสูงสุดอย่างมีนัยสำคัญ ส่วนการทำไซเลนโดยไม่ปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยกรดฟอสฟอริกให้ค่าความแข็งแรงดึงระดับจุลภาคต่ำสุดอย่างมีนัยสำคัญและเกิดความล้มเหลวชนิดยึดไม่อยู่ ในขณะที่ชิ้นทดสอบส่วนใหญ่ในกลุ่มอื่น ๆ เกิดความล้มเหลวชนิดเชื่อมแน่นล้มเหลวในเดือยฟัน

**สรุป** การปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยกรดฟอสฟอริกความเข้มข้นร้อยละ 37 นาน 1 นาที ตามด้วยการทำไซเลนและ/หรือสารบอนด์ติด สามารถเพิ่มความแข็งแรงดึงระดับจุลภาคระหว่างเดือยฟันไดเมทาคริลิตเสริมเส้นใยกับวัสดุก่อแกนฟันเรซินคอมโพสิต

(วทันต จุฬาฯ 2558;38:155-164)

**คำสำคัญ:** กรดฟอสฟอริก; ความแข็งแรงดึงระดับจุลภาค; ไซเลน; เดือยฟันเสริมเส้นใย; ไดเมทาคริลิต; สารบอนด์ติด

ผู้รับผิดชอบบทความ ศิริพร อรุณประดิษฐ์กุล siriporr@hotmail.com

## บทนำ

ปัจจุบันเดือยฟันสำเร็จรูปชนิดคอมโพสิตเสริมเส้นใย (prefabricated fiber reinforce composite post) ถูกนำมาใช้อย่างกว้างขวางในการบูรณะฟันที่ผ่านการรักษาคคลองรากฟันแทนการใช้เดือยฟันโลหะเหวี่ยง เนื่องจากเดือยฟันชนิดนี้มีมอดุลัสของสภาพยืดหยุ่น (modulus of elasticity) ใกล้เคียงกับเนื้อฟัน ทำให้มีการกระจายแรงสู่รากฟันได้ดีกว่าเดือยฟันโลหะเหวี่ยง<sup>1-3</sup> และลดโอกาสที่จะเกิดการแตกของรากฟัน แต่ปัญหาที่พบบ่อยในการใช้เดือยฟันคอมโพสิตเสริมเส้นใย คือ การหลุดของเดือยฟัน<sup>4,5</sup> เนื่องจากเดือยฟันมีผิวเรียบและมีการเชื่อมต่อนเป็นโครงร่างตาข่ายสูง (highly cross-linked) จึงได้มีผู้ทดลองปรับสภาพผิวเดือยฟันคอมโพสิตเสริมเส้นใยหลายวิธี<sup>6</sup> ได้แก่ การทาซิลเลน (silane) การทาสารบอนด์ดิ้ง (bonding agent) การเป่าผิวเดือยฟันด้วยอนุภาคขนาดเล็ก (sandblasting) การแช่เดือยฟันในสารเคมีต่าง ๆ เป็นต้น เพื่อให้เกิดการยึดติดเชิงกลและเคมีกับวัสดุคูก่อแกนฟันเรซินคอมโพสิต

ซิลเลนถูกนำมาใช้ในการปรับสภาพผิวเดือยฟัน เนื่องจากโครงสร้างโมเลกุลของซิลเลนมีหมู่ทำหน้าที่สองหมู่ โดยปลายด้านหนึ่งจะมีหมู่ซึ่งสามารถทำปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์ (polymerization) กับสารอินทรีย์ เช่น เมทาคริเลตหรือไดเมทาคริเลตในวัสดุคูก่อแกนฟันเรซินคอมโพสิต ส่วนปลายอีกด้านหนึ่งจะมีหมู่อัลคอกซี (alkoxy) ซึ่งเกิดพันธะโควาเลนต์กับสารอินทรีย์ที่มีหมู่ไฮดรอกซิลอยู่ในโมเลกุล เช่น เส้นใยแก้ว เส้นใยควอตซ์<sup>7</sup> นอกจากนี้ซิลเลนเป็นสารที่มีความหนืดต่ำ จึงเพิ่มความสามารถในการเปียกของผิวเดือยฟันได้ ทำให้เรซินซีเมนต์หรือวัสดุคูก่อแกนฟันเรซินคอมโพสิตไหลแผ่ไปตามผิวเดือยฟันได้ดีขึ้น จึงเกิดความแนบสนิทระหว่างผิวสัมผัส ทำให้ความแข็งแรงพันธะ (bond strength) ระหว่างเดือยฟันอีพอกซีหรือไดเมทาคริเลตกับเรซินซีเมนต์หรือวัสดุคูก่อแกนฟันเรซินคอมโพสิตสูงขึ้นอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ<sup>8,9</sup> อย่างไรก็ตามบางการศึกษา<sup>10,11</sup> พบว่าการปรับสภาพผิวเดือยฟันอีพอกซีหรือไดเมทาคริเลตด้วยการทาซิลเลนเพียงอย่างเดียวไม่ช่วยเพิ่มความแข็งแรงพันธะเดือยฟันกับเรซินซีเมนต์ เนื่องจากซิลเลนไม่เกิดพันธะเคมีกับเส้นใยแก้วหรือควอตซ์ในเดือยฟัน เพราะเส้นใยเหล่านี้ถูกปกคลุมด้วยเรซินเมทริกซ์ ดังนั้นจึงจำเป็นต้องใช้สารเคมีกัดผิวเดือยฟันก่อนทาซิลเลน เพื่อเผยพื้นผิวของเส้นใยที่จะทำปฏิกิริยากับซิลเลนได้ นอกจากนี้พบว่าการใช้สารบอนด์ดิ้งหรือซิลเลนร่วมกับสารบอนด์ดิ้งในการปรับสภาพผิวเดือยฟันสามารถเพิ่มความ

แข็งแรงถึงระดับจุลภาคระหว่างเดือยฟันอีพอกซีกับวัสดุคูก่อแกนฟันเรซินคอมโพสิต<sup>12</sup> แต่บางการศึกษา<sup>13</sup> พบว่าสารบอนด์ดิ้งไม่ได้ช่วยเพิ่มความแข็งแรงยึดระหว่างเดือยฟันไดเมทาคริเลตกับวัสดุคูก่อแกนฟันเรซินคอมโพสิต

สารเคมีหลายชนิดถูกนำมาใช้ในการปรับสภาพผิวเดือยฟัน เพื่อทำให้ผิวเดือยฟันขรุขระและเผยพื้นผิวของเส้นใยให้ทำปฏิกิริยากับซิลเลนได้ ทำให้เพิ่มความแข็งแรงยึดระหว่างเดือยฟันและแกนฟันเรซินคอมโพสิต เช่น กรดไฮโดรฟลูออริก<sup>14</sup> สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์<sup>15</sup> กรดฟอสฟอริก<sup>16</sup> เป็นต้น อย่างไรก็ตามสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 24 และ 10 ซึ่งช่วยเพิ่มค่าการยึดติดกับเรซินคอมโพสิต<sup>14,15</sup> ต้องเตรียมสารละลายขึ้นเอง เนื่องจากความเข้มข้นดังกล่าวไม่มีขายตามท้องตลาด และกรดไฮโดรฟลูออริกทำให้เกิดรอยร้าวหรือการแตกหักของเส้นใยได้<sup>14</sup> ในขณะที่กรดฟอสฟอริกเป็นสารเคมีที่ใช้ในการกัดผิวฟันหรือผนังคลองรากฟันซึ่งมีใช้ในคลินิกทั่วไป แต่ผลของกรดฟอสฟอริกต่อการยึดติดระหว่างเดือยฟันและวัสดุคูก่อแกนฟันเรซินคอมโพสิตยังไม่แน่ชัด เนื่องจากบางการศึกษา<sup>17</sup> พบว่ากรดฟอสฟอริกไม่สามารถเพิ่มการยึดติดระหว่างเดือยฟันและวัสดุคูก่อแกนฟันเรซินคอมโพสิต และไม่มีผลต่อผิวเดือยฟันอีพอกซี ในขณะที่การศึกษาของ Majeti และคณะ<sup>18</sup> พบว่ากรดฟอสฟอริกสามารถละลายอีพอกซีเรซินเมทริกซ์ได้

นอกจากนี้จากการศึกษาที่ผ่านมายังไม่สามารถสรุปได้ว่าการทาซิลเลนและ/หรือการทาสารบอนด์ดิ้ง และการปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยกรดฟอสฟอริกสามารถเพิ่มความแข็งแรงพันธะระหว่างเดือยฟันไดเมทาคริเลตเสริมเส้นใยและวัสดุคูก่อแกนฟันเรซินคอมโพสิต เนื่องจากส่วนใหญ่จะทำการศึกษาในเดือยฟันอีพอกซี ดังนั้นการศึกษานี้จึงต้องการศึกษาผลของการปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยกรดฟอสฟอริกตามด้วยการทาซิลเลนและ/หรือสารบอนด์ดิ้ง เพื่อเป็นแนวทางในการเลือกใช้วิธีการปรับสภาพผิวเดือยฟันไดเมทาคริเลตเสริมเส้นใยให้เหมาะสม

## วัสดุและวิธีการ

นำเดือยฟันไดเมทาคริเลตเสริมเส้นใย (FRC Postec Plus®, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) เบอร์ 3 ซึ่งมีเส้นผ่านศูนย์กลางส่วนที่ขานานซึ่งเป็นบริเวณที่นำมาศึกษา 2 มิลลิเมตร จำนวน 30 แท่ง ทำความสะอาดผิวเดือยฟันด้วยเครื่องอัลตราโซนิก (ultrasonic cleaner, Branson 5210,

Branson, USA) นาน 2 นาที เป่าให้แห้งนาน 30 วินาที แบ่งเดือยฟันตามวิธีการปรับสภาพผิวออกเป็น 6 กลุ่ม กลุ่มละ 5 แห่ง ดังนี้

**กลุ่ม 1** ทาไซเลน (Monobond-S<sup>®</sup>, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) ทาชั้นเดียว ทิ้งไว้ 60 วินาที และเป่าให้แห้งนาน 30 วินาที

**กลุ่ม 2** ทาสารบอนด์ดิง (Excite<sup>®</sup> F DSC, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) ทาชั้นเดียว ทิ้งไว้ 10 วินาที จากนั้นเป่าลมเบาๆ นาน 5 วินาที และฉายแสงด้วยเครื่องฉายแสงชนิดแอลอีดี (LED curing light, Elipar<sup>™</sup> S10, 3M ESPE, USA) นาน 20 วินาที

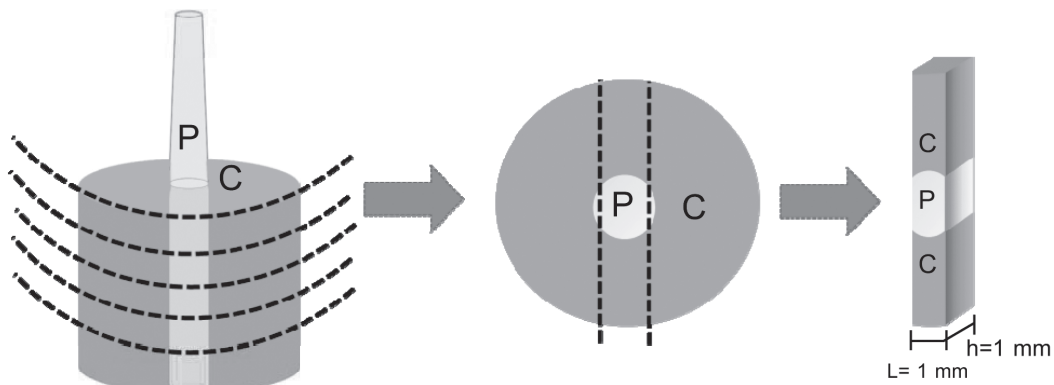
**กลุ่ม 3** ทาไซเลนและสารบอนด์ดิง ทาผิวเดือยฟันด้วยไซเลนและตามด้วยสารบอนด์ดิง ตามวิธีการข้อ 1 และ 2

**กลุ่มที่ 4, 5, 6** ปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยกรดฟอสฟอริกความเข้มข้นร้อยละ 37 (Eco-Etch<sup>®</sup>, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) นาน 1 นาที ล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนนาน 2 นาที และเป่าให้แห้งนาน 30 วินาที ตามด้วยการทาไซเลน หรือทาสารบอนด์ดิง หรือทาไซเลนและสารบอนด์ดิง ตามลำดับ

ก่อนแกนฟันเรซินคอมโพสิตรอบเดือยฟันตามวิธีของ Goracci และคณะ<sup>9</sup> โดยใช้เครื่องสำรวจความขนานช่วยตั้งแท่งเดือยฟันส่วนขนานวางตั้งฉากกับแผ่นแก้ว (glass slide) ซึ่งมีความหนา 1 มิลลิเมตร ยึดเดือยฟันกับแผ่นแก้วด้วยกาวไซยาโนอะครีเลต นำท่อพลาสติกใสขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง

10 มิลลิเมตร ความสูง 10 มิลลิเมตร วางล้อมแท่งเดือยฟัน โดยจัดให้เดือยฟันอยู่กึ่งกลางท่อพลาสติกใส แล้วยึดท่อพลาสติกใสกับแผ่นแก้วด้วยกาวไซยาโนอะครีเลต ฉีดวัสดุก่อนแกนฟันเรซินคอมโพสิต (Multicore<sup>®</sup> Flow, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) ลงในท่อพลาสติกใสจนเต็ม ฉายแสงด้วยเครื่องฉายแสงที่หน้าตัดของเดือยฟันและด้านข้างของท่อพลาสติกทั้ง 4 ด้าน และด้านที่สัมผัสกับแผ่นแก้วโดยฉายแสงผ่านแผ่นแก้วตำแหน่งละ 40 วินาที เก็บชิ้นเดือยฟัน-แกนฟันในที่แห้ง นาน 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส ก่อนนำมาตัดด้วยเครื่องตัดฟัน (Isomet<sup>®</sup> 1000, Buehler, Illinois, USA) โดยตัดชิ้นเดือยฟัน-แกนฟันในแนวตั้งฉากกับเดือยฟัน ให้ได้ความหนาชิ้นละ 1 ± 0.1 มิลลิเมตร จากนั้นนำแผ่นชิ้นงานมาตัดเป็นแท่งขนาดความกว้าง 1 ± 0.1 มิลลิเมตร โดยให้เดือยฟันอยู่กึ่งกลางแท่ง ซึ่งจะได้ชิ้นทดสอบจำนวน 6 ชิ้นต่อเดือยฟัน 1 แท่ง (รูปที่ 1) วัดขนาดชิ้นทดสอบด้วยเครื่องวัดขนาดแบบดิจิตอล ชนิดความละเอียด 0.01 มิลลิเมตร (Mitutoyo, Tokyo, Japan)

ตรวจดูบริเวณผิวรอยต่อระหว่างเดือยฟันและวัสดุก่อนแกนฟันเรซินคอมโพสิตด้วยกล้องสเตอริโอไมโครสโคป (SZ61TR, Olympus, Tokyo, Japan) ที่กำลังขยาย 40 เท่า เลือกชิ้นทดสอบที่ไม่มีรอยแตกร้าว ฟองอากาศหรือรูพรุนระหว่างเดือยฟันและวัสดุก่อนแกนฟันเรซินคอมโพสิต จำนวน 20 ชิ้นต่อกลุ่ม (n=20) ซึ่งเป็นจำนวนกลุ่มตัวอย่างที่คำนวณได้จากผลการศึกษานำร่อง นำชิ้นทดสอบมาทดสอบความแข็งแรงดึงระดับจุลภาคด้วยเครื่องทดสอบสากล



**รูปที่ 1** แสดงแนวการตัดชิ้นเดือยฟัน-แกนฟันเพื่อให้ได้ชิ้นทดสอบรูปแท่งสำหรับทดสอบความแข็งแรงดึงระดับจุลภาค (P: เดือยฟัน, C: แกนฟัน, L: ความกว้าง, h: ความหนา)

**Fig. 1** Illustration of the cutting line to prepare stick-shaped specimen for microtensile bond strength test (P: post, C: core L: width, h: thickness)

(universal testing machine, EZ-S, Shimadzu, Kyoto, Japan) โดยให้แรงดึงที่ความเร็ว 0.5 มิลลิเมตรต่อนาที จนเกิดความล้มเหลวของชิ้นทดสอบ นำค่าแรงที่ได้มาคำนวณค่าแรงดึงระดับจุลภาค จากสมการ  $\mu\text{TBS (MPa)} = F (\text{N}) / A (\text{mm}^2)$  เนื่องจากพื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างเดือยฟันกับวัสดุ ก่อแกนฟันเรซินคอมโพสิตมีลักษณะเป็นพื้นผิวโค้ง จึงคำนวณพื้นที่ผิวสัมผัสได้จากสมการ  $A = 2r \arcsin (L/2r) h$  เมื่อ  $r$  คือ รัศมีของเดือยฟัน (มิลลิเมตร)  $L$  คือ ความกว้าง (มิลลิเมตร) และ  $h$  คือ ความหนาของชิ้นทดสอบ (มิลลิเมตร)<sup>17</sup> (รูปที่ 1) วิเคราะห์ค่าความแข็งแรงดึงระดับจุลภาคของแต่ละกลุ่มโดยใช้โปรแกรม SPSS (SPSS Inc. Released 2008. SPSS for windows. Version 17.0. Chicago, Illinois, USA) ทดสอบการกระจายของข้อมูลด้วยสถิติโคโลมโโกรอฟ – สเมอร์โนฟ (Kolmogorov-Smirnov) และทดสอบความแปรปรวนของข้อมูลด้วยสถิติทดสอบของเลวิน (Levene's test) ในกรณีที่มีข้อมูลมีการกระจายแบบปกติ วิเคราะห์ด้วยสถิติความแปรปรวนสองทาง (two-way analysis of variance) เมื่อค่าความแปรปรวนไม่แตกต่างกัน วิเคราะห์หาความแตกต่างระหว่างกลุ่มด้วยสถิติทูกีย์ (Tukey's test) ส่วนกรณีที่มีค่าความแปรปรวนแตกต่างกัน วิเคราะห์ความแตกต่างระหว่างกลุ่มด้วยสถิติ ดันเนท ทีสาม (Dunnett's T3) ในกรณีที่มีข้อมูลมีการกระจายแบบไม่ปกติ ใช้สถิติครัสคัล วอลลิส (Kruskal Wallis) ที่ระดับนัยสำคัญทางสถิติ 0.05 ( $p < 0.05$ )

ตรวจดูลักษณะความล้มเหลวของชิ้นทดสอบด้วยกล้องสเตอริโอไมโครสโคปที่กำลังขยาย 40 เท่า เพื่อจำแนกความล้มเหลวของชิ้นทดสอบเป็น 3 ชนิด ได้แก่ (1) การยึดไม่อยู่ (adhesive failure) คือ ชิ้นทดสอบแตกที่รอยต่อระหว่างพื้นผิวเดือยฟันและวัสดุ ก่อแกนฟันเรซินคอมโพสิตมากกว่าร้อยละ 75 ของพื้นที่ผิวสัมผัส (2) การเชื่อมแน่นล้มเหลว (cohesive failure) คือ แตกภายในวัสดุ ก่อแกนฟันเรซินคอมโพสิตหรือในเดือยฟันมากกว่าร้อยละ 75 ของพื้นที่ผิวสัมผัส (3) ความล้มเหลวชนิดผสม (mixed failure) คือ แตกผสมระหว่างการยึดไม่อยู่และการเชื่อมแน่นล้มเหลว

ศึกษาสภาพพื้นผิวเดือยฟันด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด โดยนำเดือยฟันที่ไม่ได้รับการปรับสภาพผิวและปรับสภาพผิวด้วยกรดฟอสฟอริกความเข้มข้นร้อยละ 37 นาน 1 นาที อย่างละ 1 แท่ง มาล้างด้วยเครื่องอัลตราโซนิค และน้ำที่ปราศจากไอออนนาน 5 นาที เป่าให้แห้งนาน 30 วินาที ยึดกับแท่นโลหะและนำเข้าเครื่องดูความชื้นเป็นเวลา

48 ชั่วโมง แล้วจึงนำมาเคลือบผิวด้วยทองและนำไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (scanning electron microscope, JSM-5410LV, JEOL, Tokyo, Japan) ที่กำลังขยาย 500 เท่า

## ผลการศึกษา

ค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่าความแข็งแรงดึงระดับจุลภาคระหว่างเดือยฟันกับแกนฟันเรซินคอมโพสิตแต่ละกลุ่มแสดงในตารางที่ 1 ผลการวิเคราะห์ทางสถิติพบว่า ค่าเฉลี่ยความแข็งแรงดึงระดับจุลภาคมีการแจกแจงแบบปกติ แต่ความแปรปรวนของชุดข้อมูลไม่เท่ากัน จึงวิเคราะห์ด้วยสถิติความแปรปรวนสองทาง พบว่าการปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยกรดฟอสฟอริก และการทาสารยึดติดมีผลต่อค่าความแข็งแรงดึงระดับจุลภาคระหว่างเดือยฟันไดเมทาคริลิตเสริมเส้นใยกับแกนฟันเรซินคอมโพสิตอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ โดยการใช้ฟอสฟอริก และการทาสารยึดติดมีปฏิสัมพันธ์ต่อกัน จึงวิเคราะห์ความแตกต่างระหว่างกลุ่มด้วยสถิติ ดันเนท ทีสาม พบว่าการปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยกรดฟอสฟอริก ความเข้มข้นร้อยละ 37 นาน 1 นาที ตามด้วยการทาไฮเลน และสารบอนด์ดึงให้ค่าความแข็งแรงดึงระดับจุลภาคมากที่สุด และมากกว่ากลุ่มอื่น ๆ อย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ยกเว้นการปรับสภาพผิวด้วยกรดฟอสฟอริกตามด้วยการทาสารบอนด์ดึง เมื่อปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยการทาสารบอนด์ดึง การทาไฮเลนตามด้วยสารบอนด์ดึงและการใช้กรดฟอสฟอริกตามด้วยการทาไฮเลนหรือสารบอนด์ดึง ให้ค่าความแข็งแรงดึงระดับจุลภาคระหว่างเดือยฟันกับวัสดุ ก่อแกนฟันเรซินคอมโพสิตไม่แตกต่างกันแต่มากกว่าการทาไฮเลนอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ โดยการทาไฮเลนให้ค่าความแข็งแรงดึงระดับจุลภาคต่ำที่สุด

เมื่อวิเคราะห์ความล้มเหลวของชิ้นทดสอบ (ตารางที่ 2) พบว่าชิ้นทดสอบในกลุ่มทาไฮเลนทั้งหมดเกิดการยึดไม่อยู่แต่ชิ้นทดสอบในกลุ่มทาสารบอนด์ดึงและกลุ่มทาไฮเลนตามด้วยสารบอนด์ดึงทั้งหมดเกิดการเชื่อมแน่นล้มเหลวในเดือยฟัน เมื่อปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยกรดฟอสฟอริกตามด้วยการทาไฮเลนหรือสารบอนด์ดึงจะพบการแตกหักทั้ง 3 ลักษณะส่วนมากเป็นการเชื่อมแน่นล้มเหลวในเดือยฟัน แต่เมื่อปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยกรดฟอสฟอริกตามด้วยการทาไฮเลนตามด้วยสารบอนด์ดึงจะพบการเชื่อมแน่นล้มเหลวในเดือยฟันและความล้มเหลวชนิดผสมเท่านั้น

**ตารางที่ 1** แสดงค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่าความแข็งแรงดึงระดับจุลภาคระหว่างเดือยฟันกับวัสดุอุดแกนฟันเรซินคอมโพสิต หน่วยเป็นเมกะปาสคาล

**Table 1** Mean microtensile bond strengths and standard deviation of fiber post and resin composite core material (Mean ± SD, MPa)

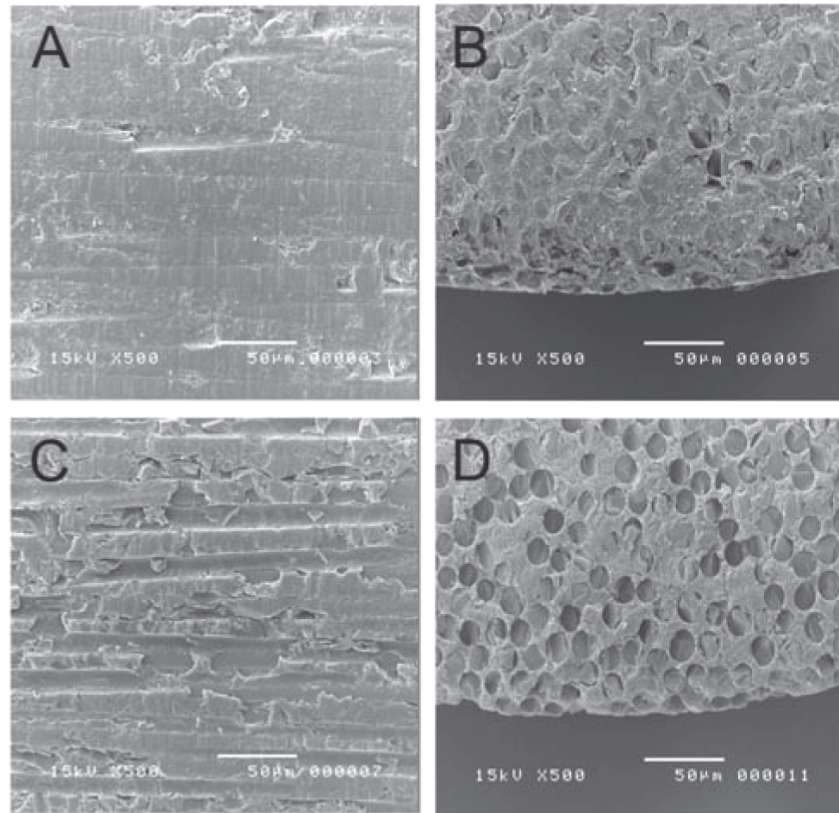
Group	Microtensile bond strength
Silane	24.19 ± 4.11 <sup>a</sup>
Bonding agent	31.11 ± 4.07 <sup>b</sup>
Silane + bonding agent	32.53 ± 4.71 <sup>b</sup>
37% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 1 min + silane	33.17 ± 3.38 <sup>b</sup>
37% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 1 min + bonding agent	35.12 ± 5.59 <sup>b,c</sup>
37% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 1 min + silane + bonding agent	36.95 ± 3.90 <sup>c</sup>

\*Groups with same superscript letters were not significantly different ( $p > 0.05$ ).

**ตารางที่ 2** แสดงความล้มเหลวของแต่ละกลุ่ม

**Table 2** Failure modes of each group

Group	Failure modes		
	Adhesive	Cohesive	Mixed
Silane	20	-	-
Bonding agent	-	20	-
Silane + bonding agent	-	20	-
37% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 1 min + silane	5	12	3
37% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 1 min + bonding agent	2	13	5
37% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 1 min + silane + bonding agent	-	15	5



**รูปที่ 2** ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดที่กำลังขยาย 500 เท่าของพื้นผิวเดือยฟันที่ไม่ได้ปรับสภาพผิวในแนวยาว (A) และแนวตัดขวาง (B) แสดงผิวเดือยฟันเรียบและไม่เผยผิวด้านใน ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดของพื้นผิวเดือยฟันที่ปรับสภาพผิวด้วยกรดฟอสฟอริกความเข้มข้นร้อยละ 37 นาน 1 นาที ในแนวยาว (C) และแนวตัดขวาง (D) แสดงเรซินเมทริกซ์ถูกละลาย มีผลให้ผิวเดือยฟันขรุขระและเผยผิวด้านใน

**Fig. 2** SEM images (500x) of non-treated post surface in longitudinal (A) and cross-section (B) showed that post surface was smooth and no exposed fibers. SEM images of treated post surface with 37% phosphoric acid for 1 minute in longitudinal (C) and cross-section (D) showed the dissolution of resin matrix that resulted in rough and exposed fiber surface.

ผลจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดพบว่าพื้นผิวของเดือยฟันที่ไม่ได้รับการปรับสภาพผิว ด้วยกรดฟอสฟอริก มีผิวเรียบและไม่พบการเผยผิวด้านใน แต่เมื่อปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยกรดฟอสฟอริกพบว่าการละลายของเรซินเมทริกซ์ ทำให้พื้นผิวเดือยฟันขรุขระมากขึ้นและเผยผิวด้านใน โดยไม่ทำลายผิวเส้นใย (รูปที่ 2)

## วิจารณ์

การศึกษานี้ทดสอบความแข็งแรงยึดระหว่างเดือยฟันและวัสดุค่อแกนฟันเรซินคอมโพสิตด้วยวิธีทดสอบความแข็งแรงยึดแบบดึงระดับจุดภาค เนื่องจากวิธีนี้จะได้พื้นที่ระหว่าง

2 พื้นผิวที่แคบ จึงได้การกระจายแรงยึดระหว่างเดือยฟันและแกนฟันแต่ละบริเวณของชั้นทดสอบที่สม่ำเสมอ<sup>19</sup> และสามารถพิจารณาลักษณะความล้มเหลวของชั้นทดสอบได้ชัดเจน แต่วิธีนี้มีข้อเสีย คือ การเตรียมชั้นทดสอบทำได้ยาก ใช้เวลานาน และอาจเกิดการแตกหักของชั้นทดสอบก่อนการทดสอบ<sup>20</sup> จากการศึกษาข้างต้นพบว่าเดือยฟันที่ไม่ปรับสภาพผิวและไม่ได้ทำไซเลนหรือสารบอนด์จึงจะเกิดการแตกหักขณะตัดเพื่อเตรียมชั้นทดสอบ แสดงถึงค่าความแข็งแรงยึดระหว่างเดือยฟันและวัสดุค่อแกนฟันเรซินคอมโพสิตที่น้อยมาก ซึ่งอาจเป็นผลมาจากเดือยฟันเสริมเส้นใยมีเรซินเมทริกซ์เป็นโตนีเมทาคริเลตซึ่งมีความหนาแน่นของโครงร่างตาข่ายสูงและมีปริมาณการเกิดพอลิเมอร์ของเรซินเมทริกซ์สูง

ทำให้ลดโอกาสเกิดปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์ระหว่างเรซินคอมโพสิตกับเดือยฟัน แต่เมื่อมีการปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยการทำไซเลนหรือสารบอนด์ดีง ไม่พบการแตกหักของชั้นทดสอบก่อนการทดสอบ

ผลจากการศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดและทดสอบค่าความแข็งแรงดึงระดับจุลภาค แสดงให้เห็นว่าการปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยกรดฟอสฟอริกความเข้มข้นร้อยละ 37 นาน 1 นาที ทำให้ผิวเดือยฟันขรุขระมากขึ้นและค่าเฉลี่ยความแข็งแรงดึงระดับจุลภาคสูงกว่าการไม่ปรับสภาพผิวอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ เนื่องจากการกรดฟอสฟอริกสามารถละลายเรซินเมทริกซ์ของเดือยฟัน จึงเพิ่มการยึดติดเชิงกลระดับจุลภาคกับวัสดุอุดแกนฟันเรซินคอมโพสิต และทำให้เกิดการแผ่ผิวงั้นใยแก้ว ส่งผลให้เกิดการยึดติดเชิงเคมีกับไซเลนได้ นอกจากนี้กรดฟอสฟอริกช่วยทำความสะอาดและกำจัดสิ่งแปลกปลอมบนพื้นผิว เช่น สิ่งสกปรก น้ำมัน ความชื้น และชั้นออกไซด์ที่อ่อนแอ (weak oxide layer) ทำให้เกิดพันธะการยึดติดที่ดีขึ้น ซึ่งหากไม่กำจัดสิ่งแปลกปลอมเหล่านี้ จะทำให้สารยึดติดเกิดพันธะกับชั้นผิวออกไซด์ที่อ่อนแอแทนที่จะเกิดพันธะกับผิวเดือยฟัน ดังนั้นการปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยกรดฟอสฟอริกความเข้มข้นร้อยละ 37 นาน 1 นาที ก่อนการทำไซเลนและ/หรือสารบอนด์ดีง สามารถเพิ่มการยึดติดระหว่างเดือยฟันโตนีมาทริกซ์เลตกับวัสดุอุดแกนฟันเรซินคอมโพสิต ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับหลายการศึกษา<sup>16,21,22</sup>

การปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยกรดฟอสฟอริกเพื่อให้แผ่ผิวงั้นใยแก้ว ทำให้ไซเลนสามารถเกิดปฏิกิริยาเคมีกับเส้นใยได้ จึงให้ค่าความแข็งแรงดึงระดับจุลภาคสูงกว่าการทำไซเลนเพียงอย่างเดียว<sup>16,21</sup> นอกจากนี้ไซเลนเป็นสารที่มีความหนืดต่ำ จึงสามารถเพิ่มความสามารถในการเปียกของผิวเดือยฟัน ทำให้วัสดุอุดแกนฟันเรซินคอมโพสิตสามารถไหลแผ่ไปตามผิวเดือยฟันได้ดีขึ้น เกิดความแนบสนิทระหว่างผิวสัมผัสและเกิดแรงแวนเดอร์วาลส์ (van der waals' forces) ระหว่างโมเลกุลที่อยู่ใกล้กัน<sup>23</sup> ทำให้การปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยการทำไซเลนให้ค่าความแข็งแรงดึงระดับจุลภาคมากกว่าการไม่ทำไซเลนหรือไม่ปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยวิธีใด ๆ

สารบอนด์ดีงมีความหนืดต่ำจึงไหลแผ่ไปบนผิวเดือยฟันได้ดีและเพิ่มความสามารถในการเปียกของผิวเดือยฟันได้

เช่นเดียวกับการทำไซเลน ทำให้วัสดุอุดแกนฟันเรซินคอมโพสิตไหลแผ่ไปบนผิวเดือยฟันได้ดีขึ้น<sup>24</sup> และยังเกิดพันธะเคมีระหว่างสารบอนด์ดีงกับหมู่ทำหน้าที่ที่เหลืออยู่ของเรซินเมทริกซ์ของเดือยฟัน<sup>25</sup> ทำให้การทาสารบอนด์ดีงให้ค่าความแข็งแรงดึงระดับจุลภาคระหว่างเดือยฟันและวัสดุอุดแกนฟันเรซินคอมโพสิตสูงกว่าการทำไซเลน ดังนั้นสารบอนด์ดีงที่ใช้ในการยึดวัสดุอุดแกนฟันเรซินคอมโพสิตกับเนื้อฟันจึงอาจนำมาใช้ในการปรับสภาพผิวเดือยฟันชนิดนี้แทนการใช้ไซเลนได้ และเมื่อปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยกรดฟอสฟอริกตามด้วยการทาสารบอนด์ดีงจะได้ค่าแรงมากกว่าการทาสารบอนด์ดีงอย่างเดียว อาจเนื่องจากการแทรกซึมของสารบอนด์ดีงเข้าไปยังพื้นผิวที่ขรุขระของเดือยฟันและเกิดการยึดติดเชิงกลระดับจุลภาค ร่วมกับพันธะเคมีจากสารบอนด์ดีงกับหมู่เมทาคริลเลตของไซเลนที่เคลือบเส้นใย แต่อย่างไรก็ตามไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ

เมื่อทำไซเลนตามด้วยสารบอนด์ดีงพบว่าให้ค่าความแข็งแรงดึงระดับจุลภาคสูงกว่าการทำไซเลนอย่างเดียว แต่ไม่แตกต่างจากการทาสารบอนด์ดีงอย่างเดียวอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ เนื่องจากผิวเดือยฟันไม่มีเส้นใยแผ่ผิวงั้น ทำให้ไซเลนไม่สามารถเกิดพันธะเคมีกับเส้นใยได้<sup>10,11</sup> แต่เมื่อมีการปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยกรดฟอสฟอริกตามด้วยการทำไซเลนและสารบอนด์ดีงให้ค่าความแข็งแรงดึงระดับจุลภาคสูงกว่าการปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยการทำไซเลนและสารบอนด์ดีงอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ แต่ไม่แตกต่างกับการปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยกรดฟอสฟอริกตามด้วยการทาสารบอนด์ดีง ซึ่งน่าจะเป็นผลจากการเกิดการยึดติดทั้งเชิงเคมีและเชิงกลกับเดือยฟัน

ความล้นเหลวระหว่างเดือยฟันที่ปรับสภาพผิวด้วยไซเลนกับวัสดุอุดแกนฟันเรซินคอมโพสิต ทั้งหมดเป็นความล้นเหลวชนิดยึดไม่อยู่ ในขณะที่กลุ่มอื่น ๆ ส่วนใหญ่เกิดการเชื่อมแน่นล้นเหลวในเดือยฟัน หรือความล้นเหลวชนิดผสมระหว่างชนิดยึดไม่อยู่ร่วมกับการเชื่อมแน่นล้นเหลวในเดือยฟัน สอดคล้องกับค่าความแข็งแรงดึงระดับจุลภาค ซึ่งพบว่าค่าแรงมากขึ้นจะเกิดความล้นเหลวชนิดผสมและการเชื่อมแน่นล้นเหลวในเดือยฟันมากขึ้นตามลำดับ แสดงว่าความแข็งแรงยึดที่ผิวสัมผัสระหว่างเดือยฟันกับวัสดุอุดแกนฟันเรซินคอมโพสิตมีค่ามากกว่าความแข็งแรงยึดในเดือยฟัน ซึ่งเป็นการยึดระหว่างเส้นใยกับเรซินเมทริกซ์

## สรุป

การปรับสภาพผิวเดือยฟันไดเมทาคริเลตเสริมเส้นใย ด้วยกรดฟอสฟอริกความเข้มข้นร้อยละ 37 นาน 1 นาที ตามด้วยการทาไซเลนและสารบอนด์ดีดิง ให้ค่าความแข็งแรงดึงระดับจุลภาคระหว่างเดือยฟันกับวัสดุท่อแกนฟันเรซินคอมโพสิตสูงกว่าการไม่ใช้กรดฟอสฟอริกปรับสภาพก่อนทาไซเลนและ/หรือสารบอนด์ดีดิง และสูงกว่าใช้กรดกัดตามด้วยไซเลน ในขณะที่การทาไซเลนอย่างเดียวให้ค่าความแข็งแรงดึงระดับจุลภาคต่ำที่สุด ดังนั้นควรมีการปรับสภาพผิวเดือยฟันด้วยกรดฟอสฟอริกความเข้มข้นร้อยละ 37 นาน 1 นาที ตามด้วยการทาไซเลนและ/หรือสารบอนด์ดีดิงหรืออย่างน้อยควรทาสารบอนด์ดีดิงเพื่อเพิ่มแรงยึดติดระหว่างวัสดุท่อแกนฟันเรซินคอมโพสิตและเดือยฟัน

## กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบคุณบริษัทยูนิตี้ เด็นทัล จำกัด ที่ลดราคาทันตวัสดุที่ใช้ในการวิจัย และขอขอบพระคุณคณะทันตแพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่เอื้อเฟื้อสถานที่วิจัย

## เอกสารอ้างอิง

- Plotino G, Grande NM, Bedini R, Pameijer CH, Somma F. Flexural properties of endodontic posts and human root dentin. *Dent Mater.* 2007;23:1129-35.
- Goto Y, Nicholls JI, Phillips KM, Junge T. Fatigue resistance of endodontically treated teeth restored with three dowel-and-core systems. *J Prosthet Dent.* 2005;93:45-50.
- Mannocci F, Ferrari M, Watson TF. Intermittent loading of teeth restored using quartz fiber, carbon-quartz fiber, and zirconium dioxide ceramic root canal posts. *J Adhes Dent.* 1999;1:153-8.
- Cagidiaco MC, Goracci C, Garcia-Godoy F, Ferrari M. Clinical studies of fiber posts: a literature review. *Int J Prosthodont.* 2008;21:328-36.
- Ferrari M, Vichi A, Garcia-Godoy F. Clinical evaluation of fiber-reinforced epoxy resin posts and cast post and cores. *Am J Dent.* 2000;13:15B-8B.
- Monticelli F, Osorio R, Sadek FT, Radovic I, Toledano M, Ferrari M. Surface treatments for improving bond strength to prefabricated fiber posts: a literature review. *Oper Dent.* 2008;33:346-55.
- Matinlinna JP, Lassila LV, Ozcan M, Yli-Urpo A, Vallittu PK. An introduction to silanes and their clinical applications in dentistry. *Int J Prosthodont.* 2004;17:155-64.
- Aksornmuang J, Foxton RM, Nakajima M, Tagami J. Microtensile bond strength of a dual-cure resin core material to glass and quartz fibre posts. *J Dent.* 2004;32:443-50.
- Goracci C, Raffaelli O, Monticelli F, Balleri B, Bertelli E, Ferrari M. The adhesion between prefabricated FRC posts and composite resin cores: microtensile bond strength with and without post-silanization. *Dent Mater.* 2005;21:437-44.
- Bitter K, Noetzel J, Neumann K, Kielbassa AM. Effect of silanization on bond strengths of fiber posts to various resin cements. *Quintessence Int.* 2007;38:121-8.
- Perdigao J, Gomes G, Lee IK. The effect of silane on the bond strengths of fiber posts. *Dent Mater.* 2006;22:752-8.
- Ferrari M, Monticelli F, Cury A, Papacchini F, Chieffi N, Goracci C. Efficacy of a combined silica/methacrylate coupling on the fiber post bonding to composite cores. *Int Dent SA.* 2006;8:58-65.
- Ferrari M, Goracci C, Sadek FT, Monticelli F, Tay FR. An investigation of the interfacial strengths of methacrylate resin-based glass fiber post-core buildups. *J Adhes Dent.* 2006;8:239-45.
- Vano M, Goracci C, Monticelli F, Tognini F, Gabriele M, Tay FR, et al. The adhesion between fibre posts and composite resin cores: the evaluation of microtensile bond strength following various surface chemical treatments to posts. *Int Endod J.* 2006;39:31-9.
- Monticelli F, Toledano M, Tay FR, Sadek FT,



- Goracci C, Ferrari M. A simple etching technique for improving the retention of fiber posts to resin composites. *J Endod.* 2006;32:44-7.
16. Sumitha M, Kothandaraman R, Sekar M. Evaluation of post-surface conditioning to improve interfacial adhesion in post-core restorations. *J Conserv Dent.* 2011;14:28-31.
  17. Valandro LF, Yoshiga S, de Melo RM, Galhano GA, Mallmann A, Marinho CP, et al. Microtensile bond strength between a quartz fiber post and a resin cement: effect of post surface conditioning. *J Adhes Dent.* 2006;8:105-11.
  18. Majeti C, Veeramachaneni C, Morisetty PK, Rao SA, Tummala M. A simplified etching technique to improve the adhesion of fiber post. *J Adv Prosthodont.* 2014;6:295-301.
  19. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciocchi B, Carvalho R, et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater.* 1994;10:236-40.
  20. Sadek FT, Monticelli F, Goracci C, Tay FR, Cardoso PE, Ferrari M. Bond strength performance of different resin composites used as core materials around fiber posts. *Dent Mater.* 2007;23:95-9.
  21. Shori D, Pandey S, Kubde R, Rathod Y, Atara R, Rathi S. To evaluate and compare the effect of different post surface treatments on the tensile bond strength between fiber posts and composite resin. *J Int Oral Health.* 2013;5:27-32.
  22. Guler AU, Kurt M, Duran I, Uludamar A, Inan O. Effects of different acids and etching times on the bond strength of glass fiber-reinforced composite root canal posts to composite core material. *Quintessence Int.* 2012;43:e1-8.
  23. Marshall SJ, Bayne SC, Baier R, Tomsia AP, Marshall GW. A review of adhesion science. *Dent Mater.* 2010;26:e11-6.
  24. Mount GJ. The wettability of bonding resins used in the composite resin/glass ionomer 'sandwich technique'. *Aust Dent J.* 1989;34:32-5.
  25. Brosh T, Pilo R, Bichacho N, Blutstein R. Effect of combinations of surface treatments and bonding agents on the bond strength of repaired composites. *J Prosthet Dent.* 1997;77:122-6.

# Effect of phosphoric acid on microtensile bond strength between dimethacrylate-based fiber post and resin composite core material

Sariya Saoraya D.D.S.,<sup>1</sup>

Wacharasak Tumrasvin D.D.S., Ph.D.<sup>2</sup>

Siriporn Arunpraditkul D.D.S., M.Sc.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Graduate student, Department of Prosthodontics, Faculty of Dentistry, Chulalongkorn University

<sup>2</sup>Department of Prosthodontics, Faculty of Dentistry, Chulalongkorn University

---

## Abstract

**Objective** To evaluate microtensile bond strength between dimethacrylate-based fiber post and resin composite core material after post surface treatment with phosphoric acid followed by silane and/or bonding agent.

**Materials and methods** Thirty FRC Postec Plus<sup>®</sup> were divided into 6 groups by application of post surface with group 1 silane, group 2 bonding agent, group 3 silane and bonding agent. Group 4-6: post surface were etched with 37% phosphoric acid for 1 minute and followed by application of silane (group 4), bonding agent (group 5), and silane and bonding agent (group 6). The surface-treated post was placed at the center of a cylindrical plastic matrix. Multicore<sup>®</sup> Flow was injected into the matrix band and light-activated. The post-core units were cut into twenty stick-shaped specimens per group for microtensile bond strength test. Modes of failure were classified by stereomicroscope (40x). Data were analyzed with two-way analysis of variances and Dunnett's T3 at a significance level 0.05 ( $p < 0.05$ ).

**Results** Post surface treatment with phosphoric acid followed by silane and bonding agent showed the significantly highest microtensile bond strength. Whereas silanization without phosphoric acid etching showed the significantly lowest microtensile bond strength and adhesive failure. The most of specimens in other groups demonstrated cohesive failure in fiber posts.

**Conclusion** Post surface treatment with 37% phosphoric acid for 1 minute followed by silane and/or bonding agent can increase microtensile bond strength between dimethacrylate-based fiber post and resin composite core material.

(CU Dent J. 2015;38:155-164)

**Key words:** bonding agent; dimethacrylate; fiber post; microtensile bond strength; phosphoric acid; silane

---

**Correspondence** to Siriporn Arunpraditkul, siriporr@hotmail.com