

คุณสมบัติทางเคมีและทางกายภาพของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วสำหรับงานสร้าง
เนื้อเยื่อใหม่ทางวิทยาเอ็นโดคอนต์



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิทยาเอ็นโดคอนต์ ภาควิชาทันตกรรมหัตถการ

คณะทันตแพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2563

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CHEMICAL AND PHYSICAL PROPERTIES OF FAST SETTING TRICALCIUM SILICATE
CEMENT FOR REGENERATIVE ENDODONTICS



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science in Endodontics

Department of Operative Dentistry

FACULTY OF DENTISTRY

Chulalongkorn University

Academic Year 2020

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	คุณสมบัติทางเคมีและทางกายภาพของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วสำหรับงานสร้างเนื้อเยื่อใหม่ทางวิทยาเอ็นโดคอนต์
โดย	นายคงธรรม วิมลสุทธิกุล
สาขาวิชา	วิทยาเอ็นโดคอนต์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	รองศาสตราจารย์ ทันทแพทย์ ดร.ไพโรจน์ หลินศวนนท์

คณะทันตแพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

.....	คณบดีคณะทันตแพทยศาสตร์
(รองศาสตราจารย์ ทันทแพทย์ ดร.พรชัย จันศิษย์ยานนท์)	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	ประธานกรรมการ
.....	
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ทันทแพทย์หญิง ดร.ชุตินา ระติสุนทร)	
.....	อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(รองศาสตราจารย์ ทันทแพทย์ ดร.ไพโรจน์ หลินศวนนท์)	
.....	กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ทันทแพทย์หญิง ดร.ธนิดา ศรีสุวรรณ)	

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

6075803732 : MAJOR ENDODONTICS

KEYWORD: TRICALCIUM SILICATE, BIODENTINE, DENTAL MATERIAL, PHYSICAL
PROPERTY, ENDODONTIC

Kongthum Wimonsutthikul : CHEMICAL AND PHYSICAL PROPERTIES OF FAST
SETTING TRICALCIUM SILICATE CEMENT FOR REGENERATIVE ENDODONTICS.

Advisor: Assoc. Prof. PAIROJ LINSUWANONT, D.D.S., M.D.Sc., Ph.D.

This study aimed to investigate chemical compositions and physical properties of laboratory-synthesized fast setting tricalcium silicate cement for regenerative endodontics. The laboratory-synthesized tricalcium silicate powder was prepared by sintering silica (SiO_2) and calcium carbonate (CaCO_3) at $1450\text{ }^\circ\text{C}$ for 2 hours. The chemical composition of the tricalcium silicate powder was analyzed by X-ray diffraction analysis (XRD). In order to develop fast setting tricalcium silicate cement, zircon (ZrSiO_4) at the amount of 10%, 20% and 30% was added to tricalcium silicate as a radiopacifier. Calcium chloride (CaCl_2) at the concentration of 20% was used as an accelerator. Physical properties of the prepared materials were investigated accordingly to ISO 6876 (2012) and 9917-1 (2007) including initial and final setting time, compressive strength, radiopacity and pH. XRD showed that tricalcium silicate was the main component of the TCS powder and Biodentine. Tricalcium silicate cement with higher concentration of zircon exhibited higher setting time. At the concentration of 20% zircon, the setting time of tricalcium silicate cement was not significantly different to Biodentine. Adding zircon at the concentration of more than 10% resulted in higher compressive strength similar to Biodentine. Varying the amount of zircon to tricalcium silicate did not affect pH values. At the duration of 3 hours to 3 weeks, tricalcium silicate cement showed higher pH values in comparison to Biodentine (in the range of 12.1 to 12.8). Tricalcium silicate with 20% and 30% zircon showed higher radiopacity than Biodentine (5.64 and 6.47 mm. of aluminium). In comparison to Biodentine, the local-made laboratory-synthesized tricalcium silicate cement with 20% zircon showed suitable physical properties for dental application.

Field of Study: Endodontics

Student's Signature

Academic Year: 2020

Advisor's Signature

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบพระคุณสถาบันและผู้มีส่วนร่วมให้วิทยานิพนธ์นี้เสร็จสมบูรณ์ ดังรายนามต่อไปนี้
 รศ.ทพ.ดร.ไพโรจน์ หลินศุวนนท์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ให้คำปรึกษา และช่วยเหลือข้าพเจ้ามา
 โดยตลอด หากไม่มีอาจารย์เป็นกำลังใจและแรงผลักดัน วิทยานิพนธ์ฉบับนี้คงไม่เสร็จสมบูรณ์

ผศ.ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์ และ ดร.เฉลิมขวัญ มกรพันธุ์ ที่เป็นกำลังสำคัญในการสังเคราะห์ไตร
 แคลเซียมซิติเลต การพัฒนาวัสดุ และให้คำปรึกษาในแง่วัสดุศาสตร์เสมอมา

คณะกรรมการสอบโครงร่างวิทยานิพนธ์ และสอบป้องกันวิทยานิพนธ์ทุกท่าน ที่ให้คำแนะนำ ชี้แนะ
 ข้อบกพร่อง และแนวทางปรับปรุงแก้ไขวิทยานิพนธ์

อาจารย์สาขาวิชาเอ็นโดคอนต์ ภาควิชาทันตกรรมหัตถการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยทุกท่าน ที่
 ถ่ายทอดความรู้ ความใฝ่รู้ ตลอดจนจริยธรรมให้แก่ข้าพเจ้า

ทุนวิจัยจากโครงการพัฒนาวิชาการ จุฬาฯ สร้างเสริมพลังจุฬาฯ ก้าวสู่ศตวรรษที่ ๒
 (Chulalongkorn Academic Advancement into Its Second Century Project)

เจ้าหน้าที่ศูนย์วิจัยทันตวัสดุศาสตร์ คณะทันตแพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยทุกท่านที่ให้
 คำแนะนำในการใช้เครื่องมือวิจัย

คณะทันตแพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่เป็นสถานที่ให้ความรู้ อบรมจริยธรรม และปลูก
 จิตสำนึกที่ดีแก่ข้าพเจ้า

บิดา มารดา และครอบครัว ที่อบรมสั่งสอนและเลี้ยงดูข้าพเจ้ามาตั้งแต่กำเนิด

เพื่อน พี่ น้อง ทั้งในและนอกทันตแพทย์คณะทันตแพทยศาสตร์ ที่ให้ความช่วยเหลือและเป็นกำลังใจมา
 โดยตลอด

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
 CHULALONGKORN UNIVERSITY

คงธรรม วิมลสุทธิกุล

สารบัญ

	หน้า
.....ค	ค
บทคัดย่อภาษาไทย	ค
.....ง	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ง
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ	ฉ
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญรูปภาพ	ฎ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	2
สมมติฐานการวิจัย.....	2
ขอบเขตของการวิจัย	2
ข้อตกลงเบื้องต้น.....	2
ข้อจำกัดของการวิจัย.....	2
คำจำกัดความที่ใช้ในงานวิจัย	2
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
แนวคิดและทฤษฎี.....	4
เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
วัสดุไบโอเซรามิกที่ใช้ในการรักษาคลองรากฟัน	4
คุณสมบัติที่เหมาะสมของวัสดุไบโอเซรามิกในงานรักษาคลองรากฟัน.....	5

การนำไบโอเซรามิกมาใช้ในการรักษาคลองรากฟัน.....	5
พัฒนาการของวัสดุไบโอเซรามิก.....	6
มินอรัลไดรอกอกไซด์แอกกริเกต.....	6
ที่มาและความสำคัญของไตรแคลเซียมซิลิเกต.....	7
ไบโอเดนทีน.....	9
การปรับปรุงคุณสมบัติทางกายภาพของวัสดุไบโอเซรามิก.....	11
การปรับปรุงเวลาแข็งตัว.....	11
การปรับปรุงความทนแรงอัด.....	12
การปรับปรุงความทึบรังสี.....	12
มาตรฐานการทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพของวัสดุ.....	15
แนวทางการปรับปรุงคุณสมบัติของวัสดุไบโอเซรามิก.....	16
การปรับปรุงคุณสมบัติของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์.....	16
การสังเคราะห์ไตรแคลเซียมซิลิเกต.....	17
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	19
ประชากร.....	19
เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย.....	19
วัสดุที่ใช้ในงานวิจัย.....	19
อุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย.....	19
การดำเนินการวิจัยและการเก็บรวบรวมข้อมูล.....	21
ตอนที่ 1 : การสังเคราะห์ไตรแคลเซียมซิลิเกต.....	21
ตอนที่ 2 : การทดสอบขนาดอนุภาคและองค์ประกอบทางเคมีของไตรแคลเซียมซิลิเกตและไบโอเดนทีน และการหาสัดส่วนสารเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมสำหรับไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็ว.....	25
การแบ่งกลุ่มการทดลอง.....	25

การทดสอบขนาดอนุภาค	25
การทดสอบองค์ประกอบทางเคมี	26
การหาอัตราส่วนสารเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสม	26
ตอนที่ 3 : การทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพของวัสดุ	26
การผสมสารตัวอย่างเพื่อการทดสอบ	26
เวลาแข็งตัวขึ้นต้นและเวลาแข็งตัวสมบูรณ์	27
ความทนแรงอัด	28
ความที่บร้งสี.....	30
ความเป็นกรด-ด่าง.....	32
การคำนวณทางสถิติ	33
บทที่ 4 ผลการวิเคราะห์ข้อมูล	34
ผลการศึกษาเปรียบเทียบและผลการวิเคราะห์	34
1. การศึกษาส่วนประกอบทางเคมีและขนาดอนุภาค	34
2. การศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพ	36
2.1 เวลาแข็งตัว	36
2.2 ความทนแรงอัด	37
2.3 ความที่บร้งสี.....	38
2.4 ความเป็นกรด-ด่าง.....	39
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ	41
อภิปรายผลการวิจัย	41
ข้อเสนอแนะ	48
สรุปผลการวิจัย.....	48
บรรณานุกรม	49

ภาคผนวก.....62

ประวัติผู้เขียน..... 103



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 1 ส่วนประกอบทางเคมีเชิงปริมาณจากเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนส์ สเปกโทรมิเตอร์ของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์	36
ตารางที่ 2 เวลาแข็งตัวเริ่มต้นและเวลาแข็งตัวสมบูรณ์ของซีเมนต์แต่ละกลุ่ม	37
ตารางที่ 3 ค่าความทนแรงอัดของซีเมนต์ชนิดต่างๆ	38
ตารางที่ 4 ค่าความที่บ่งชี้ของซีเมนต์ชนิดต่างๆ เปรียบเทียบกับความหนาของอะลูมินัมในหน่วยมิลลิเมตร	38



สารบัญรูปภาพ

	หน้า
ภาพที่ 1 เครื่องบดแบบลูกบอลเซอร์โคเนีย (zirconia planetary ball mill)	21
ภาพที่ 2 เครื่องกลั่นระเหยแบบหมุนภายใต้สุญญากาศ (rotary evaporator)	22
ภาพที่ 3 เครื่องกดไฮดรอลิก (hydraulic pressing machine)	23
ภาพที่ 4 ชิ้นงานส่วนผสมของสารตั้งต้น	23
ภาพที่ 5 เตาหลอมอุณหภูมิสูง (high temperature furnace).....	24
ภาพที่ 6 เบ้าหลอมอะลูมินาที่นำออกจากเตาเพื่อลดอุณหภูมิ.....	24
ภาพที่ 7 โถแก้วควบคุมความชื้น	25
ภาพที่ 8 ขนาดของแม่พิมพ์สำหรับทดสอบเวลาแข็งตัว (141).....	27
ภาพที่ 9 ตู้ควบคุมอุณหภูมิและความชื้นสำหรับทดสอบเวลาแข็งตัว	28
ภาพที่ 10 เครื่องวัดการแข็งตัว	28
ภาพที่ 11 แม่พิมพ์เหล็กไร้สนิมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4 มิลลิเมตร สูง 6 มิลลิเมตร	29
ภาพที่ 12 เครื่องทดสอบความทนแรงอัด (Universal Testing Machine)	29
ภาพที่ 13 การทดสอบชิ้นงานในเรื่องทดสอบความทนแรงอัด	30
ภาพที่ 14 แม่พิมพ์เหล็กไร้สนิมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 15 มิลลิเมตร หนา 1 มิลลิเมตร ..	31
ภาพที่ 15 อะลูมิเนียมสเต็ปเวดจ์.....	31
ภาพที่ 16 เครื่องถ่ายภาพรังสี.....	31
ภาพที่ 17 เครื่องอ่านฟิล์ม	32
ภาพที่ 18 แม่พิมพ์ซิลิโคนขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4 มิลลิเมตร หนา 2 มิลลิเมตร	33
ภาพที่ 19 วัดค่าความเป็นกรด-ด่าง	33
ภาพที่ 20 ผงไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์จากการสังเคราะห์.....	34

ภาพที่ 21 ส่วนประกอบทางเคมีเชิงคุณภาพจากการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ ของไตรแคลเซียมซิลิเกต ซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วที่มีเซอร์คอนร้อยละ 20 และไบโอเดนทิน..... 35

ภาพที่ 22 แสดงเวลาแข็งตัวขั้นต้นและเวลาแข็งตัวสมบูรณ์ในหน่วยนาทียของซีเมนต์แต่ละกลุ่ม . 37

ภาพที่ 23 แสดงความทนแรงอัดของซีเมนต์ชนิดต่างๆ ในหน่วยเมกะปาสคาล..... 38

ภาพที่ 24 แสดงความทึบรังสีของซีเมนต์ชนิดต่างๆ เปรียบเทียบกับความหนาของอะลูมิเนียมในหน่วยมิลลิเมตร..... 39

ภาพที่ 25 ค่าความเป็นกรด-ด่างของซีเมนต์ชนิดต่างๆ ที่ระยะเวลา 3 ชั่วโมงถึง 8 สัปดาห์..... 40

ภาพที่ 26 วัฏภาคของไตรแคลเซียมซิลิเกต (Ca_3SiO_5) และไดแคลเซียมซิลิเกต (Ca_2SiO_4) โดยมีซิลิกา (SiO_2) และแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) เป็นสารตั้งต้นที่อุณหภูมิต่างๆ 42



บทที่ 1

บทนำ

ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

วิธีการสร้างเนื้อเยื่อใหม่ทางวิทยาเอ็นโดดอนต์ (regenerative endodontics) ถือเป็นแนวทางการรักษาทางที่ได้รับความสนใจและมีการศึกษาเพื่อพัฒนามากที่สุดในยุคปัจจุบัน โดยสมาคมเอ็นโดดอนทิสต์แห่งอเมริกา (American Association of Endodontists) ให้คำจำกัดความของการสร้างเนื้อเยื่อใหม่ทางวิทยาเอ็นโดดอนต์ว่า เป็นกระบวนการบนพื้นฐานทางชีวภาพ เพื่อทดแทนส่วนประกอบของฟันที่สูญเสียไป อันได้แก่รากฟัน เนื้อฟัน และเนื้อเยื่อใน (1) ไบโอเซรามิก คือวัสดุชีวภาพ (biomaterial) ที่มีแคลเซียมและฟอสเฟตเป็นส่วนประกอบหลัก เป็นวัสดุที่ถูกใช้ในทางการแพทย์เพื่อซ่อมแซมหรือทดแทนเนื้อเยื่อของร่างกาย เช่น กระดูก ข้อต่อ และลิ้นหัวใจ ในทางทันตกรรมนั้น ไบโอเซรามิกถือเป็นวัสดุที่เหมาะสมในงานสร้างเนื้อเยื่อใหม่ทางวิทยาเอ็นโดดอนต์ เนื่องจากมีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ (biocompatibility) ที่ดี มีคุณสมบัติชักนำกระดูก (osteinduction) ที่สำคัญต่อกระบวนการหายของกระดูก เกิดการปิดผนึกได้ดีจากการเกิดแรงยึดเหนี่ยวทางเคมีกับเนื้อฟัน มีคุณสมบัติทางกายภาพที่เหมาะสม และมีคุณสมบัติต้านทานจุลชีพ (2) โดยวัสดุมินเนอรัลไตรออกไซด์แอกกรีเกต หรือเอ็มทีเอ (Mineral trioxide aggregate, MTA) เป็นผลิตภัณฑ์ไบโอเซรามิกตัวแรกๆ ที่ได้รับความนิยมใช้อย่างกว้างขวาง ทั้งในการอุดย่นปลายรากฟัน การซ่อมรอยทะลุที่รากฟัน การรักษาแบบคงความมีชีวิตของเนื้อเยื่อใน และการสร้างเนื้อเยื่อใหม่ทางวิทยาเอ็นโดดอนต์ (3) เอ็มทีเอมีคุณสมบัติที่ดีหลายประการ เช่น มีความเป็นกรด-ด่างที่สูง มีความเข้ากันได้ทางชีวภาพที่ดี มีฤทธิ์ต้านจุลชีพ ต้านทานการรั่วซึม และเหนียวนำไปเกิดการสร้างเนื้อเยื่อแข็งได้ (4) แต่มีข้อจำกัดคือราคาสูง ระยะเวลาแข็งตัวนาน (5) มีโลหะหนักเจือปน (6) ทำให้ฟันสีคล้ำ (7)

ผลิตภัณฑ์ไบโอเซรามิกได้รับการพัฒนาเรื่อยมา ในปี ค.ศ. 2009 ไบโอเดนทีน (Biodentine, Septodont, France) ถูกผลิตขึ้นโดยใช้สารตั้งต้นหลักคือ ไตรแคลเซียมซิลิเกตจากการสังเคราะห์ เกิดเป็นไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ โดยปรับปรุงข้อจำกัดของเอ็มทีเอ ทำให้มีระยะเวลาแข็งตัวที่เร็วขึ้น ไม่ทำให้ฟันเปลี่ยนสี (7) แต่มีความทึบรังสีที่น้อยกว่าเอ็มทีเอ (8) ไบโอเดนทีนได้รับความนิยมอย่างแพร่หลายเช่นกัน เนื่องจากมีคุณสมบัติทางเคมี ทางกายภาพ และทางชีวภาพที่ดีเทียบเท่าเอ็มทีเอ (9) แต่อย่างไรก็ตาม ไบโอเดนทีนมีข้อจำกัดที่สำคัญคือมีราคาสูงกว่าเอ็มทีเอ หากสามารถแก้ไขปัญหานี้ได้ โดยผลิตไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วที่ราคาไม่สูง อาจนำมาใช้แทนผลิตภัณฑ์จากต่างประเทศที่มีราคาสูงได้ จะเป็นประโยชน์อย่างมากต่อผู้ป่วยที่จะได้รับการรักษาแบบสร้างเนื้อเยื่อใหม่ทางวิทยาเอ็นโดดอนต์ในอนาคต

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อสังเคราะห์ไตรแคลเซียมซิลิเกต สำหรับเป็นสารตั้งต้นในการผลิตไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์
2. ศึกษาองค์ประกอบทางเคมี และขนาดอนุภาคระหว่างไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วกับไบโอเดนทิน
3. ศึกษาและเปรียบเทียบคุณสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ เวลาแข็งตัว ความทนแรงอัด ความที่บร้งสี และค่าความเป็นกรด-ด่าง ระหว่างไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วกับไบโอเดนทิน

สมมติฐานการวิจัย

สมมติฐานว่าง (H_0) : ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็ว มีคุณสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ เวลาแข็งตัว ความทนแรงอัด ความที่บร้งสี และค่าความเป็นกรด-ด่าง ไม่แตกต่างจากไบโอเดนทิน (ที่ระดับนัยสำคัญ 0.05)

สมมติฐานแย้ง (H_1) : ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็ว มีคุณสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ เวลาแข็งตัว ความทนแรงอัด ความที่บร้งสี และค่าความเป็นกรด-ด่าง แตกต่างจากไบโอเดนทิน (ที่ระดับนัยสำคัญ 0.05)

ขอบเขตของการวิจัย

เป็นการทดลองเปรียบเทียบองค์ประกอบทางเคมี และคุณสมบัติทางกายภาพ ระหว่างไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็ว และไบโอเดนทินในห้องปฏิบัติการ

ข้อตกลงเบื้องต้น

1. เก็บวัสดุที่ยังไม่ใช้ในสภาวะสุญญากาศที่มีการดูดความชื้นก่อนทำการทดสอบ
2. ในแต่ละขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานหรือดำเนินงานวิจัย จะใช้ผู้ทดลองคนเดียว

ข้อจำกัดของการวิจัย

เป็นการศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพ องค์ประกอบทางเคมี และความเข้ากันได้ทางชีวภาพซึ่งเป็นการทดสอบในห้องปฏิบัติการ (in vitro) เพื่อเป็นพื้นฐานในการพัฒนาวัสดุสำหรับงานสร้างเนื้อเยื่อใหม่ทางวิทยาเอ็นโดดอนต์ ซึ่งควรได้รับการทดสอบในสิ่งมีชีวิต (in vivo) ต่อไปในอนาคตก่อนนำไปใช้งานจริงทางคลินิก

คำจำกัดความที่ใช้ในงานวิจัย

ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็ว (Fast setting tricalcium silicate cement) : ซีเมนต์ที่มีไตรแคลเซียมซิลิเกตเป็นส่วนประกอบหลัก มีเวลาแข็งตัวน้อยกว่าไตรแคลเซียมซิลิเกตที่ผสมกับน้ำ

อัตราส่วนของของเหลวต่อผงซีเมนต์ (Liquid/powder ratio) : น้ำหนักของของเหลวหารน้ำหนักของผงซีเมนต์

เวลาแข็งตัว (Setting time) : ระยะเวลาตั้งแต่หลังผสมวัสดุเสร็จจนเข็มกดของเครื่องมือทดสอบไม่ทำให้เกิดรอยกดของเข็มกดครบรอบวงบนผิวของวัสดุ

เวลาแข็งตัวขั้นต้น (Initial setting time) : เวลาแข็งตัวเมื่อทดสอบด้วยหัวกดขนาด 2 มิลลิเมตร หน้า 100 กรัม

เวลาแข็งตัวสมบูรณ์ (Final setting time) : เวลาแข็งตัวเมื่อทดสอบด้วยหัวกดขนาด 1 มิลลิเมตร หน้า 400 กรัม

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

สามารถสังเคราะห์ไตรแคลเซียมซิลิเกต เพื่อผลิตไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วที่มีองค์ประกอบทางเคมีและคุณสมบัติทางกายภาพที่เหมาะสม นำไปใช้ในการรักษาแบบสร้างเนื้อเยื่อใหม่ทางวิทยาเอ็นโดดอนต์ได้ เป็นผลิตภัณฑ์ที่ผลิตในประเทศ มีราคาไม่สูง ส่งเสริมให้ผู้ป่วยเข้าถึงการรักษาดังกล่าวได้มากยิ่งขึ้น

วิธีดำเนินการวิจัย

วิจัยเชิงทดลอง



บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

แนวคิดและทฤษฎี

เนื่องจากวัสดุสำหรับงานสร้างเนื้อเยื่อใหม่ทางวิทยาเอ็นโดดอนต์นั้นมักสัมผัสกับเนื้อเยื่อโดยตรง วัสดุควรมีคุณสมบัติทางชีวภาพที่ดี ไม่เป็นพิษต่อเนื้อเยื่อ สามารถต่อต้านการอักเสบของเนื้อเยื่อ ซ้ำเชื้อได้ดี และสามารถกระตุ้นให้เกิดการหายของเนื้อเยื่อได้ โดยเฉพาะเนื้อเยื่อแข็ง อีกทั้งยังควรมีคุณสมบัติทางกายภาพที่เหมาะสมเพื่อที่จะทดแทนเนื้อฟันที่สูญเสียไปและเหมาะสมต่อการใช้งานทางคลินิก ไบโอเดนทินเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีคุณสมบัติเหมาะสมสำหรับงานสร้างเนื้อเยื่อใหม่ทางวิทยาเอ็นโดดอนต์ มีข้อดีคือเวลาแข็งตัวเร็ว สามารถทำการบูรณะฟันถาวรต่อไปได้ภายในการนัดหมายครั้งเดียว แต่มีข้อเสียคือความที่บร้งสีไม่แตกต่างจากเนื้อฟันมากนักทำให้แยกออกได้ไม่ชัดเจนในภาพรังสี และมีราคาแพง ทำให้ผู้ป่วยบางส่วนไม่สามารถเข้าถึงการรักษาโดยใช้วัสดุดังกล่าวได้ ส่งผลให้ต้องเลือกรักษาโดยการถอนฟันแทนการเก็บรักษาฟันเอาไว้ ดังนั้นการพัฒนาวัสดุสำหรับงานสร้างเนื้อเยื่อใหม่ทางวิทยาเอ็นโดดอนต์ที่มีคุณสมบัติเหมาะสมดังเช่นไบโอเดนทิน ปรับปรุงให้มีความที่บร้งสีมากขึ้น และผลิตโดยใช้สารตั้งต้นราคาถูกที่หาได้ในประเทศไทย เพื่อให้เพิ่มโอกาสการเข้าถึงการรักษาของประชาชนทั่วไป และลดการนำเข้าผลิตภัณฑ์ที่มีราคาแพงจากต่างประเทศ

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

วัสดุไบโอเซรามิกที่ใช้ในการรักษาคลองรากฟัน

ไบโอเซรามิกคือวัสดุในกลุ่มเซรามิกที่ผลิตขึ้นเพื่อใช้ในการทางการแพทย์เพื่อใช้ซ่อมแซม ทดแทนหรือเป็นโครงร่างสำหรับการสร้างเนื้อเยื่อแข็ง โดยวัสดุสัมผัสกับเนื้อเยื่อของร่างกายโดยตรง ในทางทันตกรรม วัสดุไบโอเซรามิกที่ทำจากวัสดุต่างๆ เช่น แก้ว อะลูมินา (alumina) เซอร์โคเนีย (zirconia) แคลเซียมฟอสเฟต (calcium phosphate) คอมโพสิต (composite) และไฮดรอกซีอะพาไทท์ (hydroxyapatite) ไบโอเซรามิกแบ่งออกเป็นสามประเภทดังนี้ (10-12)

1. ไบโออินเนอร์ท (bioinert) คือวัสดุที่ไม่เกิดปฏิกิริยาใดๆ ในทางชีวภาพ เช่น เซอร์โคเนีย (zirconia) และอะลูมินา (Alumina)
2. ไบโอแอกทีฟ (bioactive) คือวัสดุที่ทนต่อเนื้อเยื่อและเกิดปฏิกิริยาต่อเนื้อเยื่อบนพื้นผิวของวัสดุ เช่น แคลเซียมซิลิเกต (calcium silicate)
3. ไบโอดีเกรเดเบิล (biodegradable) คือวัสดุที่ละลายหรือถูกดูดซึมได้ แล้วมีเนื้อเยื่อสร้างแทนที่หรือเกิดรวมกันกับวัสดุ เช่น แคลเซียมฟอสเฟต (calcium phosphate)

ในทางวิทยาเอ็นโดดอนต์ ไบโอเซรามิกในกลุ่มไบโอแอกทีฟที่มีส่วนประกอบเป็นแคลเซียมซิลิเกต (calcium silicate) วัสดุกลุ่มนี้เมื่อสัมผัสกับของเหลวจากเนื้อเยื่อที่มีแคลเซียมและฟอสเฟต จะส่งผลให้เกิดการ

สร้างไฮดรอกซีอะพาไทท์ (hydroxy apatite) บนพื้นผิวได้ และมีคุณสมบัติเข้ากันได้ทางชีวภาพ กระตุ้นให้เกิดการสร้างกระดูก และมีการปิดผนึกที่ดี วัสดุกลุ่มแคลเซียมซิลิเกตนี้จึงได้รับความสนใจและมีการศึกษาอย่างมากในปัจจุบัน (13)

คุณสมบัติที่เหมาะสมของวัสดุไบโอเซรามิกในงานรักษาคลองรากฟัน

คุณสมบัติในอุดมคติของไบโอเซรามิกสำหรับการรักษาคลองรากฟัน มีดังนี้ (9, 14, 15)

1. เข้ากันได้ทางชีวภาพ (Biocompatibility)
2. ส่งเสริมให้เกิดการหาย (Promote healing)
3. ไม่เป็นพิษ (non-toxicity)
4. ต้านทานเชื้อจุลชีพ (antibacterial activity)
5. ไม่ไวต่อความชื้น (moisture sensitivity)
6. มีเสถียรภาพทางมิติ (dimensional stability)
7. ยึดติดกับโครงสร้างฟันได้ดี (adhere to tooth structure)
8. ทึบรังสี (radiopaque)
9. มีคุณสมบัติทางกายภาพที่เหมาะสม (physical property)
10. เวลาแข็งตัวเหมาะสม (setting time)
11. ใช้งานง่าย (easy manipulation)
12. ราคาไม่แพง (inexpensive)

ไบโอเซรามิกมีคุณสมบัติที่ดีด้านการปิดผนึก ต้านจุลชีพ และเข้ากันได้ทางชีวภาพ ซึ่งเหมาะกับการใช้ในงานรักษาคลองรากฟันทั่วไป นอกจากนี้ไบโอเซรามิกยังมีคุณสมบัติเข้ากับความชื้นได้ดี ส่งเสริมการสร้างเนื้อเยื่อใหม่เพื่อให้เนื้อเยื่อเกิดการหายดี และสามารถต้านทานเชื้อจุลชีพได้ ไบโอเซรามิกจึงเหมาะกับการรักษาคลองรากฟันบางประเภทที่ต้องสัมผัสกับความชื้น เลือด และเนื้อเยื่อของร่างกาย (5, 16, 17) แม้ว่าไบโอเซรามิกมีคุณสมบัติที่เหมาะสมหลายประการสำหรับการรักษาคลองรากฟัน แต่ในปัจจุบันยังไม่มีผลิตภัณฑ์ไบโอเซรามิกใดที่มีคุณสมบัติในอุดมคติครบทั้งหมด (18)

การนำไบโอเซรามิกมาใช้ในการรักษาคลองรากฟัน

ไบโอเซรามิกถูกนำมาใช้ในการรักษาคลองรากฟันได้หลากหลายดังนี้ (19)

1. อุดย้อนปลายรากฟัน (retrograde root canal filling)
2. อุดคลองรากฟัน (orthograde root canal filling)
3. ปิดทับเนื้อเยื่อใน (pulp capping)
4. ซ่อมรอยทะลุของรากฟัน (perforation repair)

5. ภาวะการละลายของรากฟันชนิด internal root resorption และ invasive cervical resorption
6. กระตุ้นให้เกิดการปิดของปลายรากฟัน (apexification)
7. กระตุ้นให้เกิดการสร้างเนื้อเยื่อใหม่ (revitalization/regeneration)

พัฒนาการของวัสดุไบโอเซรามิก

มินอรัลไตรออกไซด์แอกกริเกต

มินอรัลไตรออกไซด์แอกกริเกต หรือเอ็มทีเอ เป็นผลิตภัณฑ์ไบโอเซรามิกสำหรับการรักษาคลองรากฟันชนิดแรก ถูกคิดค้นโดย Torabinejad ในปี ค.ศ. 1993 ที่มหาวิทยาลัยโลมาลินดา ประเทศสหรัฐอเมริกา เพื่อเป็นวัสดุอุดย้อนปลายราก (retrograde filling) ได้รับการรับรองจากสหพันธรัฐอเมริกา (Federal Drug Administration, FDA) ในปี ค.ศ. 1998 (14) ผลิตภัณฑ์เอ็มทีเออยู่ในรูปแบบผงละเอียด นำมาผสมน้ำเพื่อใช้งาน ผงเอ็มทีเอประกอบด้วยพอร์ทแลนด์ซีเมนต์ (Portland cement) ร้อยละ 80 เป็นส่วนประกอบหลัก และบิสมัทออกไซด์ (Bismuth oxide) ร้อยละ 20 เป็นสารทึบรังสี (20, 21)

จากการศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพของเอ็มทีเอ พบว่าเอ็มทีเอมีค่าความเป็นกรด-ด่าง 10.2 หลังการผสม และเพิ่มขึ้นเป็น 12.5 และคงที่ตั้งแต่ระยะเวลา 3 ชั่วโมงเป็นต้นไป มีความทึบรังสีเท่ากับ 7.17 มิลลิเมตรของอะลูมิเนียม มีเวลาแข็งตัว 2 ชั่วโมง 45 นาที มีค่าความทนแรงกด 40 เมกะปาสคาลใน 24 ชั่วโมงหลังผสม และเพิ่มขึ้นเป็น 67.3 เมกะปาสคาลในระยะเวลา 21 วัน (5)

เอ็มทีเอสามารถต้านทานการรั่วซึมของเชื้อจุลินทรีย์ได้ดีกว่าอะมัลกัม (amalgam) ซุปเปอร์อีบีเอ (Super EBA) และ ไออาร์เอ็ม (IRM) (22) เมื่อเปรียบเทียบกับไออาร์เอ็มและอะมัลกัม พบว่าเอ็มทีเอส่งผลให้เกิดการตอบสนองของเซลล์ออสทีโอเบลาสต์ (osteoblasts) ที่ดีกว่า (23) เอ็มทีเอจึงเหมาะสมต่อการเป็นวัสดุอุดย้อนปลายราก (24) นอกจากนี้เอ็มทีเอยังมีคุณสมบัติที่เหมาะสมอีกหลายประการ เอ็มทีเอมีการปิดผนึกหรือความแนบสนิทของวัสดุที่ดี (25-27) สามารถต่อต้านการเจริญเติบโตของเชื้อจุลินทรีย์ (16) มีความเข้ากันได้ทางชีวภาพกับเซลล์พีดีแอล (PDL) ไฟโบรบลาสต์ (Fibroblast) ออสทีโอเบลาสต์ (Osteoblast) และซีเมนต์โอบลาสต์ (Cementoblast) (28) อีกทั้งยังมีความเข้ากันได้กับเนื้อเยื่อของสัตว์ทดลอง และเกิดการตอบสนองของเนื้อเยื่อต่อวัสดุที่ดี สามารถเหนี่ยวนำให้เกิดการสร้างเนื้อเยื่อแข็งได้ (29) ด้วยเหตุนี้ เอ็มทีเอจึงถูกนำมาใช้ในการรักษาคลองรากฟันอื่นๆ เช่น ใช้เป็นวัสดุปิดทับเนื้อเยื่อในโดยตรง (30) ทำพัลพ์โพโทมี (Pulpotomy) (31) ปิดรูทะลุบริเวณรากฟัน (32) และเหนี่ยวนำให้ปลายรากปิด (Apexification) (33, 34) อย่างไรก็ตามเอ็มทีเอมีข้อด้อยบางประการ คือ ระยะเวลาแข็งตัวนานประมาณ 165 นาที จึงไม่สามารถใส่วัสดุบูรณะถาวรปิดทับในการรักษาครั้งเดียว (5) ทำให้ฟันสีคล้ำเนื่องจากมีบิสมัทออกไซด์เป็นสารทึบรังสี จึงมีผลต่อความสวยงามโดยเฉพาะในบริเวณที่มองเห็น (7, 35) ใช้งานได้ยากโดยเฉพาะเมื่อมีความชื้นมากเกินไป (36) และมีโลหะหนักเจือปน อาจเป็นพิษต่อเนื้อเยื่อได้ (37)

ที่มาและความสำคัญของไตรแคลเซียมซิลิเกต

พอร์ซเลนซีเมนต์ที่ใช้เป็นส่วนประกอบหลักของเอนท์เอนั้น มีส่วนประกอบหลักคือไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ร้อยละ 68 (38) ส่วนผสมอื่นๆประกอบด้วย ไตรแคลเซียมซิลิเกต (Dicalcium silicate) ไตรแคลเซียมอะลูมิเนต (Tricalcium aluminate) ไตรแคลเซียมอะลูมิโนเฟอร์ไรท์ (Tricalcium aluminoferrite) แคลเซียมซัลเฟต (calcium sulfate) และยิปซัม (Gypsum) (20, 21) จากการศึกษาส่วนประกอบทางเคมีของเอนท์เอนี้เปรียบเทียบกับพอร์ซเลนซีเมนต์ที่พบว่าสารทั้งสองกลุ่มมีส่วนประกอบทางเคมีที่คล้ายคลึงกัน แตกต่างกันเฉพาะบิสฟีนอกไซด์ที่พบในเอนท์เอนี้แต่ไม่พบในพอร์ซเลนซีเมนต์ (39) การศึกษาคูณสมบัติทางกายภาพของพอร์ซเลนซีเมนต์เปรียบเทียบกับเอนท์เอนี้ พบว่าพอร์ซเลนซีเมนต์มีระยะเวลาแข็งตัว การละลาย การเปลี่ยนแปลงมิติ (dimensional change) ใกล้เคียงกับเอนท์เอนี้ (40-70 นาทีสำหรับเวลาแข็งตัวขั้นต้น และ 135-170 นาทีสำหรับเวลาแข็งตัวสมบูรณ์) พอร์ซเลนซีเมนต์มีค่าความเป็นกรด-ด่างสูงกว่าเอนท์เอนี้ และมีค่าความทนแรงอัดน้อยกว่าเอนท์เอนี้ที่ระยะเวลา 28 วัน (40) การศึกษาความเข้ากันได้ชีวภาพต่อเซลล์และในสัตว์ทดลองของเอนท์เอนี้เปรียบเทียบกับพอร์ซเลนซีเมนต์พบว่าเซลล์มีการตอบสนองเมื่อสัมผัสกับวัสดุไม่แตกต่างกัน มีการหายของกระดูก และเกิดการอักเสบเล็กน้อยไม่แตกต่างกันในชากรรไกของกินีพิก (Guinea pig) (41) วัสดุทั้งสองชนิดส่งเสริมให้เกิดการสร้างเดนตินบริดจ์ (dentin bridge) ในการปิดทับเนื้อเยื่อในของฟันสุนัข (42) นอกจากนี้เอนท์เอนี้และพอร์ซเลนซีเมนต์ยังมีคุณสมบัติต้านทานเชื้อจุลินทรีย์ที่ไม่ต่างกัน (43) ดังนั้นนอกจากพอร์ซเลนซีเมนต์กับเอนท์เอนี้มีส่วนประกอบทางเคมีที่คล้ายคลึงกันแล้ว ยังมีความเข้ากันได้ทางชีวภาพที่ดี และส่งเสริมให้เกิดการหายที่ใกล้เคียงกันด้วย จึงอาจใช้พอร์ซเลนซีเมนต์ทดแทนเอนท์เอนี้ได้ เนื่องจากพอร์ซเลนซีเมนต์มีราคาต่ำกว่าเอนท์เอนี้มาก (41)

พอร์ซเลนซีเมนต์เป็นผลผลิตจากอุตสาหกรรมคอนกรีตซึ่งใช้สารตั้งต้นเป็นวัตถุดิบจากธรรมชาติ ทำให้การผลิตแต่ละครั้งอาจมีส่วนประกอบที่แตกต่างกัน มีสิ่งเจือปนจำพวกโลหะหรือออกไซด์ของโลหะจากความไม่บริสุทธิ์ของสารตั้งต้นและเชื้อเพลิงจากการเผาสารตั้งต้นในกระบวนการผลิต ส่งผลให้วัสดุมีคุณสมบัติที่แตกต่างกันได้ (44) และพบโลหะหนักเจือปน เช่น สารหนู (Arsenic) โครเมียม (Chromium) และตะกั่ว (Lead) อาจเป็นพิษต่อเนื้อเยื่อ (26, 37) การศึกษาการปลดปล่อยสารหนูของพอร์ซเลนซีเมนต์จากสามแหล่งที่มาเปรียบเทียบกับเอนท์เอนี้ พบว่าสารทุกชนิดปลดปล่อยสารหนู 0.0002 ถึง 0.0007 ส่วนในล้านส่วน ในระยะเวลา 3 ถึง 168 ชั่วโมงหลังผสม (45) ทั้งนี้ค่าการปลดปล่อยสารหนูจากพอร์ซเลนซีเมนต์นั้นต่ำกว่าค่ามาตรฐานที่กำหนดโดยไอเอสโอ ISO 9917-1 (2007) (46) ที่กำหนดให้วัสดุทางทันตกรรมควรมีสารหนูไม่เกิน 2 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมและมีตะกั่วไม่เกิน 100 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม นอกจากความเป็นพิษของสิ่งเจือปนในพอร์ซเลนซีเมนต์ออกไซด์ของโลหะหนักและปฏิกิริยาออกซิเดชันของเหล็กจากการมีแคลเซียมอะลูมิโนเฟอร์ไรท์เป็นส่วนประกอบในพอร์ซเลนซีเมนต์อาจส่งผลต่อคุณสมบัติทางกายภาพและความเข้ากันได้ทางชีวภาพของวัสดุ และอาจเป็น

สาเหตุที่ทำให้วัสดุมีสีเข้มขึ้นได้ (45) นอกจากนี้อะลูมิเนียมจากพอร์ซเลนดซีเมนต์เป็นพิษต่อระบบประสาท ซึ่งอาจทำให้เกิดโรคพาร์กินสัน (Parkinson's disease) และอัลไซเมอร์ (Alzheimer's disease) (47)

ด้วยข้อด้อยด้านสิ่งเจือปนของพอร์ซเลนดซีเมนต์ จึงมีการนำเสนอให้ใช้ไตรแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์จากสารตั้งต้นที่บริสุทธิ์เพื่อทดแทนพอร์ซเลนดซีเมนต์ในเอ็มทีเอ (38) ไตรแคลเซียมซิลิเกตเป็นส่วนประกอบหลักของพอร์ซเลนดซีเมนต์ที่มีคุณสมบัติทำให้ซีเมนต์แข็งตัวเร็ว ทำให้เกิดความแข็งแรงทางกายภาพในช่วงแรก และเกิดปฏิกิริยาเร็วกว่าสารประกอบแคลเซียมซิลิเกตอื่นๆ (48) ไตรแคลเซียมซิลิเกตถูกใช้ในทางทันตกรรมเป็นซีเมนต์กระดูก (Bone cement) (38, 49, 50) เป็นวัสดุบูรณะฟันหลัง (38, 51) และถูกพัฒนาเพื่อเป็นวัสดุอุดรากฟัน (Root filling) (52, 53)

จากการศึกษาคุณสมบัติความเข้ากันได้ทางชีวภาพของไตรแคลเซียมซิลิเกต พบว่าเมื่อแช่ไตรแคลเซียมซิลิเกตผสมน้ำที่ก่อตัวแล้วในสารละลายเอสบีเอฟ (SBF, simulated body fluid) เกิดไฮดรอกซีอะพาไทต์ (hydroxyapatite) แข็งตัวขึ้นบนพื้นผิวของวัสดุ และพบว่าสารละลายจากการสกัดของไตรแคลเซียมซิลิเกตส่งผลให้เซลล์ไฟโบรบลาสต์ (fibroblast) แบ่งตัวมากกว่ากลุ่มควบคุมเมื่อมีความเข้มข้นของไตรแคลเซียมซิลิเกตในสารละลาย 1 ถึง 25 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร (54) การศึกษาผลของไตรแคลเซียมซิลิเกตต่อเซลล์เนื้อเยื่อในของมนุษย์เปรียบเทียบกับแคลเซียมไฮดรอกไซด์ (calcium hydroxide) พบว่าเซลล์เนื้อเยื่อในของมนุษย์แบ่งตัวมากกว่า ทำให้เกิดการแสดงออกของยีนที่เกี่ยวข้องกับการสร้างกระดูกมากกว่า กระตุ้นให้เซลล์เปลี่ยนแปลงไปเป็นเซลล์สร้างกระดูก เกิดการสะสมแร่ธาตุเกิดขึ้น (55) ซึ่งสอดคล้องกับการศึกษาที่พบว่าไตรแคลเซียมซิลิเกตส่งผลให้เซลล์เนื้อเยื่อในของมนุษย์แบ่งตัวมากขึ้นและเกิดการสะสมของแร่ธาตุ (56)

ไตรแคลเซียมซิลิเกตในสภาวะที่มีความชื้น จะเกิดปฏิกิริยาก่อตัวแบบไฮเดรชัน (hydration) โดยไตรแคลเซียมซิลิเกตทำปฏิกิริยากับน้ำเกิดเป็นแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรท (calcium silicate hydrate) และแคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Calcium hydroxide) ดังสมการ



โดยแคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่เป็นผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาไฮเดรชัน ทำให้เกิดความเป็นกรด-ด่างสูง ค่าความเป็นกรด-ด่างที่สูงนี้ส่งผลให้เกิดฤทธิ์ต้านจุลชีพ และกระตุ้นให้เกิดการสร้างเนื้อเยื่อแข็ง (57) จากการศึกษาเปรียบเทียบไตรแคลเซียมซิลิเกตที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99 และพอร์ซเลนดซีเมนต์ พบว่าเมื่อผสมกับน้ำเกิดผลิตภัณฑ์คือแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรทและแคลเซียมไฮดรอกไซด์เหมือนกัน เกิดค่าความเป็นกรด-ด่าง 11.5 และ 12.1 เมื่อแช่ในน้ำและสารละลายเฮซบีเอสเอส (HBSS) เป็นเวลา 28 วันตามลำดับ ซึ่งใกล้เคียงกับพอร์ซเลนดซีเมนต์ (38) จากคุณสมบัติดังกล่าวทำให้ไตรแคลเซียมซิลิเกตสามารถใช้ทดแทนพอร์ซเลนดซีเมนต์ในวัสดุไบโอเซรามิกได้

ไบโอเดนติน

ไบโอเดนตินเป็นผลิตภัณฑ์ไบโอเซรามิกที่ถูกผลิตขึ้นในปี ค.ศ.2011 ประกอบด้วยส่วนผงกับส่วนของเหลว ส่วนผงของไบโอเดนตินมีส่วนประกอบหลักคือไตรแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ขึ้นประมาณร้อยละ 70 มีเซอร์โคเนียออกไซด์ประมาณร้อยละ 5 เป็นสารที่รังสีแทนบิสมาท์ออกไซด์จึงไม่ทำให้ฟันเปลี่ยนสี (7) นอกจากนี้ยังมีแคลเซียมคาร์บอเนต (calcium carbonate) ประมาณร้อยละ 10 ไตรแคลเซียมซิลิเกตต่ำกว่าร้อยละ 15 และไอออนออกไซด์ร้อยละ 1 ในส่วนของเหลวของไบโอเดนตินมีน้ำเป็นส่วนประกอบหลัก มีสารเร่งการแข็งตัวคือแคลเซียมคลอไรด์ (calcium chloride) และโพลิเมอร์ละลายน้ำได้ (hydrosoluble polymer) ที่เป็นสารจำพวกโพลีคาร์บอกซีเลท (polycarboxylate) (58)

ไบโอเดนตินมีเวลาแข็งตัวขั้นต้นประมาณ 9-12 นาทีตามคำแนะนำของบริษัท (59) และมีเวลาแข็งตัวสมบูรณ์ประมาณ 15-45 นาทีเมื่อทดสอบตามมาตรฐานไอเอสโอ 9917 (2007) (60, 61) ไบโอเดนตินมีความทนแรงอัดประมาณ 61.35, 67 และ 80 MPa ที่เวลา 1, 28 และ 30 วันตามลำดับ (60, 62) เมื่อแช่ในสารละลายเฮกซีเอส (HBSS) ไบโอเดนตินทำให้มีค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 11.4 ภายใน 1 วัน และค่าความเป็นกรด-ด่างไม่เปลี่ยนแปลงจนถึง 28 วัน (63) เมื่อเปรียบเทียบค่าความแข็งแรงพันธะผลัดออก (push-out bond strength) ของไบโอเดนตินต่อเอ็มทีเอพบว่า ไบโอเดนตินมีความแข็งแรงพันธะผลัดออกมากกว่าเอ็มทีเอ และเมื่อแช่ในสารละลายโซเดียมไฮโปคลอไรด์ (sodium hypochlorite) คลอเฮกซิดีน (chlorhexidine) และน้ำเกลือ ค่าความแข็งแรงพันธะผลัดออกของไบโอเดนตินไม่แตกต่างกัน (64)

ความที่รังสีของไบโอเดนตินในทางคลินิกใกล้เคียงกับเนื้อฟัน และที่บรังสีน้อยกว่าเอ็มทีเอ (8) การศึกษาในห้องปฏิบัติการไม่มีข้อสรุปที่แน่ชัดสำหรับความที่รังสีของไบโอเดนตินเมื่อเทียบกับความที่รังสีมาตรฐานสำหรับวัสดุทันตกรรมที่กำหนดไอเอสโอ 6876 (2012) (65) บางการศึกษาพบว่าไบโอเดนตินมีความที่รังสีน้อยกว่ามาตรฐาน (66-68) และบางการศึกษาพบว่าไบโอเดนตินมีความที่รังสีเกินค่ามาตรฐานดังกล่าว (44, 61) ดังนั้นจึงมีการศึกษาที่ปรับปรุงความที่รังสีของไบโอเดนตินโดยผสมสารที่รังสีในส่วนผงของไบโอเดนติน พบว่าสารประกอบเซอร์โคเนียที่ผสมในสัดส่วนร้อยละ 15 ในส่วนผงไบโอเดนติน ทำให้มีความที่รังสีที่มากขึ้น โดยไม่ส่งผลกระทบต่อคุณสมบัติทางกายภาพและชีวภาพ (69)

จากการศึกษาความเข้ากันได้ทางชีวภาพของไบโอเดนตินต่อเซลล์ชนิดต่างๆ พบว่าเซลล์ไฟโบบลาสต์ของเหงือกมนุษย์ (human gingival fibroblasts) มีความอยู่รอดของเซลล์ (cell viability) สูงมากกว่ากลาสไอออนเมอร์ (glass ionomer) และไม่แตกต่างจากเอ็มทีเอ เซลล์ยึดเกาะกับไบโอเดนตินที่แพร่กระจายไปทั่วพื้นผิววัสดุและเพิ่มจำนวนเซลล์มากขึ้นที่ระยะเวลา 1 3 และ 7 วัน ซึ่งไม่แตกต่างจากเอ็มทีเอ (70) จากการศึกษาผลของไบโอเดนตินต่อการเปลี่ยนแปลงของเซลล์เนื้อเยื่อในของมนุษย์พบว่า ไบโอเดนตินกระตุ้นให้เซลล์เนื้อเยื่อในของมนุษย์เกิดการเปลี่ยนแปลงแบบโอดอนโทบลาสติก (odontoblastic differentiation) และเกิดกระบวนการสร้างเนื้อเยื่อแข็งเช่นเดียวกับเอ็มทีเอ (71) สำหรับผลของไบโอเดนตินต่อมีเซนไคมอลสเต็มเซลล์

(mesenchymal stem cell) พบว่าไบโอเดนทีนกระตุ้นให้เกิดการเปลี่ยนแปลงไปเป็นเซลล์สร้างกระดูก (72) การศึกษาในหนูพบว่า การปิดทับเนื้อเยื่อในด้วยไบโอเดนทีนและเอ็มทีเอ ส่งผลให้เกิดการหายของเนื้อเยื่อใน และเกิดเดนทีนบริดจ์ที่มีความเป็นเนื้อเดียวกันที่ระยะเวลา 14 วัน (73) ซึ่งสอดคล้องกับการศึกษาในหนูที่พบ การสร้างเนื้อเยื่อแข็งของเนื้อเยื่อในเมื่อทำฟัลโพลโตมิโดยใช้ไบโอเดนทีนและเอ็มทีเอ (74) จากคุณสมบัติ เหมาะสมดังกล่าว ทำให้ไบโอเดนทีนได้รับการเสนอให้ใช้เป็นทางเลือกสำหรับเอ็มทีเอในการรักษาคลองรากฟัน ได้

ไบโอเดนทีนจึงถูกใช้ในการรักษาคลองรากฟันต่างๆ ได้เช่นเดียวกับเอ็มทีเอ จากการศึกษาทางคลินิก โดยใช้ไบโอเดนทีนเป็นวัสดุบูรณะฟันหลังที่รู้สึกเปรียบเทียบกับเรซินคอมโพสิตในระยะเวลา 1 ปี พบว่า ไบโอเดนทีนมีคุณสมบัติที่เหมาะสมต่อการเป็นวัสดุบูรณะฟันหลังได้จนถึงระยะเวลา 6 เดือน เมื่อพิจารณาถึง ปัจจัยด้านการควบคุมวัสดุ (handling) การจำลองลักษณะทางกายวิภาคของฟัน (anatomical form) ความ ขรุขระของพื้นผิว (surface roughness) ความแนบของวัสดุตามขอบ (marginal adaptation) การเปลี่ยนสีตาม ขอบ (marginal discoloration) จุดสัมผัสต่อฟันข้างเคียง (interproximal contact) และอาการปวดหลังการ รักษา การศึกษานี้แนะนำว่าสามารถใช้ไบโอเดนทีนเป็นวัสดุทดแทนเนื้อฟันได้ และควรปิดทับไบโอเดนทีนด้วย วัสดุเรซินคอมโพสิต (75) จากการรายงานกรณีฟัลโพลโตมิในฟันที่ยังสร้างรากฟันไม่สมบูรณ์ พบว่าเกิด เดนทีนบริดจ์ได้ต่อวัสดุในภาพถ่ายรังสีในระยะเวลา 3 เดือน ฟันสร้างรากต่อจนสมบูรณ์ และไม่มีอาการใดๆ (76) การใช้ไบโอเดนทีนอุดย่นปลายรากฟันร่วมกับการคัดลอกแบบตัดปลายรากในฟันที่มีรอยโรครอบปลายราก ฟันขนาดใหญ่ พบว่าเกิดการหายของเนื้อเยื่อรอบปลายรากภายใน 18 เดือน (53) ไบโอเดนทีนถูกใช้เป็นวัสดุ ซ่อมรอยทะลุของรากฟัน จากการรายงานพบว่าให้ผลที่ดี เกิดการหาย และผู้ป่วยไม่มีอาการ (77) การรายงาน กรณีใช้ไบโอเดนทีนเป็นวัสดุปิดคลองรากฟันที่สร้างไม่สมบูรณ์ พบว่าไบโอเดนทีนสามารถใช้ได้เช่นเดียวกับ เอ็มทีเอ ส่งผลให้เกิดการหายที่ดี และพบการสร้างเนื้อเยื่อแข็งปิดปลายรากจากภาพถ่ายรังสี (78, 79) สำหรับ กรณีมีการละลายของรากฟันภายใน มีรายงานการใช้ไบโอเดนทีนเพื่อเติมเต็มการละลายของรากฟันภายใน เพื่อ เสริมความแข็งแรงของรากฟัน และอุดคลองรากฟันส่วนที่เหลือด้วยกัทตาเปอร์ชา (Gutta percha) (80) การศึกษาทางคลินิกแบบสุ่ม (randomized clinical study) เพื่อเปรียบเทียบผลการสร้างเนื้อเยื่อใหม่ในฟันไม่มี ชีวิตที่สร้างรากไม่สมบูรณ์โดยใช้ไบโอเดนทีนและเอ็มทีเอ พบว่าความสำเร็จจากการรักษาด้วยไบโอเดนทีนและ เอ็มทีเอไม่แตกต่างกันในแง่อาการปวด การโยกของฟัน การหายของตุ่มหนอง การยุบบวม และความยาวรากฟัน ที่เพิ่มขึ้น แต่กลุ่มที่ใช้เอ็มทีเอส่งผลให้ฟันเปลี่ยนสีมากกว่าอย่างมีนัยสำคัญ (81) จากการศึกษาและรายงานเคส ต่างๆ ไบโอเดนทีนถูกนำมาใช้เช่นเดียวกับเอ็มทีเอ และให้ผลการรักษาที่ดีเมื่อเปรียบเทียบกับเอ็มทีเอ การ ใช้ไบโอเดนทีนมีข้อแตกต่างในการรักษาที่สำคัญ ด้วยเวลาแข็งตัวของไบโอเดนทีนที่สั้น ภายหลังจากการแข็งตัว ของไบโอเดนทีนจึงสามารถใส่วัสดุปิดทับไบโอเดนทีนได้ในการรักษาครั้งเดียวกัน (53, 76-81)

การปรับปรุงคุณสมบัติทางกายภาพของวัสดุไบโอเซรามิก

แม้ว่าผลิตภัณฑ์ไบโอเซรามิกที่นิยมใช้อย่างแพร่หลายทั้งเอ็มทีเอ (พอร์ซเลนดีซีเมนต์) และไบโอเดนทิน (ไตรแคลเซียมซิลิเกต) จะมีข้อดีหลายประการ เช่น การปิดผนึก และความเป็นกรด-ด่าง แต่ยังมีคุณสมบัติบางด้านที่สามารถปรับปรุงให้ดียิ่งขึ้นได้ ในปัจจุบันมีการศึกษาวิจัยเพื่อพัฒนาวัสดุไบโอเซรามิกสำหรับการรักษาคลองรากฟันมากมาย (44, 61, 63, 82-85) โดยการปรับสารตั้งต้นที่ใช้เป็นส่วนประกอบหลัก และใช้สารเติมแต่งต่างๆ โดยมุ่งหวังให้เกิดผลิตภัณฑ์ที่เหมาะสมต่อการใช้งานในคลินิกมากยิ่งขึ้น

การปรับปรุงเวลาแข็งตัว

เวลาแข็งตัวของไบโอเซรามิกส่งผลโดยตรงต่อระยะเวลาของการรักษาคลองรากฟัน หากมีเวลาแข็งตัวที่สั้นพอที่จะบูรณะฟันต่อได้ในการรักษาครั้งเดียวกัน จะสามารถลดจำนวนครั้งของการรักษาลงได้ (63) ซึ่งเป็นประโยชน์ต่อทุกฝ่าย และยังช่วยลดโอกาสการปนเปื้อนของเชื้อจุลินทรีย์จากการรักษาหลายครั้ง ในกระบวนการผลิตพอร์ซเลนดีซีเมนต์ มีการผสมยิปซัมเพื่อเพิ่มระยะเวลาแข็งตัวเพื่อประโยชน์ในอุตสาหกรรมก่อสร้าง (86) การใช้พอร์ซเลนดีซีเมนต์ที่ไม่มีส่วนผสมของยิปซัมเป็นส่วนประกอบหลักของเอ็มทีเอมีเวลาแข็งตัวสั้นกว่าเอ็มทีเอปกติ (87) ดังนั้นไบโอเซรามิกที่ใช้พอร์ซเลนดีซีเมนต์เป็นส่วนประกอบหลักสามารถลดเวลาแข็งตัวได้โดยกำจัดยิปซัม

การใช้ไตรแคลเซียมซิลิเกตทดแทนพอร์ซเลนดีซีเมนต์ ส่งผลให้เวลาแข็งตัวเร็วขึ้นได้ (82) เนื่องจากไตรแคลเซียมซิลิเกตเป็นส่วนประกอบหลักของพอร์ซเลนดีซีเมนต์ที่เกิดปฏิกิริยาไฮเดรชันเร็วกว่าส่วนประกอบแคลเซียมซิลิเกตอื่นๆ (48) ดังนั้นการใช้ไตรแคลเซียมซิลิเกตทดแทนพอร์ซเลนดีซีเมนต์ช่วยให้เวลาแข็งตัวลดลงได้

การลดเวลาแข็งตัวสามารถทำได้ด้วยการเร่งปฏิกิริยาไฮเดรชัน ซึ่งสามารถทำได้โดยอาศัยตัวเร่งปฏิกิริยาจำพวกสารประกอบของแคลเซียมที่มีคุณสมบัติการเป็นอิเล็กโทรไลต์สูง (electrolyte) เช่น แคลเซียมคลอไรด์ แคลเซียมไนเตรท (calcium nitrate) และแคลเซียมฟอร์มเมท (calcium formate) ซึ่งสามารถลดเวลาก่อนตัวของของเอ็มทีเอ (34,35) แคลเซียมคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่นิยมใช้กับพอร์ซเลนดีซีเมนต์ (87) มีผลเร่งการตกผลึก และเพิ่มอัตราการเกิดแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรทจากปฏิกิริยาไฮเดรชัน ซึ่งอาจเป็นผลมาจากความเป็นไอออนิกที่สูงของคลอไรด์ ส่งผลให้เวลาแข็งตัวลดลง (88) การศึกษาความเข้ากันได้ทางชีวภาพของพอร์ซเลนดีซีเมนต์ที่ผสมแคลเซียมคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เปรียบเทียบกับพอร์ซเลนดีซีเมนต์และเอ็มทีเอพบว่าเกิดการตอบสนองของเซลล์และส่งเสริมให้เกิดการหายของกระดูกที่ไม่แตกต่างกัน (89) จากการศึกษาการก่อตัวของไตรแคลเซียมซิลิเกตกับสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ พบว่าเกิดการรวมตัวกันของแคลเซียมคลอไรด์กับแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรท ซึ่งมีคุณสมบัติไบโอแอคทีฟและเข้ากันได้ทางชีวภาพ โดยพบการก่อตัวของอะพาไทต์ที่มีโครงสร้างคล้ายกระดูกอยู่บนพื้นผิว ยังนอกจากนี้แคลเซียมคลอไรด์ส่งผลให้โครงสร้างของซีเมนต์หลังการก่อตัว โดยพบว่าไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์มีรูพรุนลดลง ซึ่งส่งผลให้มีค่าความทนแรงอัด

มากขึ้น (84) นอกจากนี้การศึกษาคณสมบัติทางกายภาพของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่มีสัดส่วนแคลเซียมคลอไรด์ต่างๆ พบว่าเมื่อมีสัดส่วนแคลเซียมคลอไรด์มากขึ้น ทำให้ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์มีเวลาแข็งตัวขึ้นต้นและเวลาแข็งตัวสมบูรณ์ลดลง มีความทนแรงอัดเพิ่มขึ้น แต่มีความเป็นกรด-ด่างลดลง (90) ดังนั้นแคลเซียมคลอไรด์จึงถือเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมของไตรแคลเซียมซิลิเกตและพอร์ซเลนซีเมนต์ ในแง่ของการลดเวลาแข็งตัว ความเข้ากันได้ทางชีวภาพ และความทนแรงอัด

การปรับปรุงความทนแรงอัด

ความทนแรงอัดคือแรงที่มากกระทำในลักษณะกดอัดและมีแนวของแรงตั้งฉากกับพื้นที่หน้าตัดของวัสดุ ทำให้วัสดุออกแรงต้านทานเพื่อไม่ให้เกิดการแตกหัก ความทนแรงอัดเป็นหนึ่งในคุณสมบัติทางกายภาพของวัสดุไบโอเซรามิกสำหรับงานรักษาคลองรากฟันที่สำคัญ โดยเฉพาะการปิดทับเนื้อเยื่อในที่วัสดุได้รับผลกระทบจากแรงบิดเคี้ยว (89) ความทนแรงอัดของวัสดุยังมีความสำคัญต่อการซ่อมรอยทะลุของรากฟัน (5) การอุดย่นปลายรากฟัน (91) โดยช่วยป้องกันการเสีรูปร่างหรือการหดตัวของวัสดุ (5) มาตรฐานไอเอสไอ 9917-1 (2007) กำหนดให้วัสดุทางทันตกรรมสำหรับใช้รองฟันมีค่าความทนแรงอัดอย่างน้อย 50 เมกะพาสคาล (92)

จากการศึกษาความทนแรงอัดของพอร์ซเลนซีเมนต์และไตรแคลเซียมซิลิเกตพบว่ามีความทนแรงอัด 51.4 ถึง 87.57 เมกะพาสคาลและ 59.31 ถึง 62.00 เมกะพาสคาลตามลำดับ เมื่อแช่ในน้ำกลั่นและเฮกซ์ไอเอสเอส (HBSS) ซึ่งผ่านเกณฑ์มาตรฐานไอเอสไอ บิสมัทออกไซด์ที่ใช้เป็นสารที่บ่งสีในเอ็มทีเอสส่งผลทำให้พอร์ซเลนซีเมนต์และไตรแคลเซียมซิลิเกตมีความทนแรงอัดที่ลดลง เนื่องจากส่งผลต่อปฏิกิริยาไฮเดรชัน (82, 93, 94) ดังนั้นจึงควรใช้สารที่บ่งสีอื่นๆที่เฉื่อยต่อการเกิดปฏิกิริยาทดแทนบิสมัทออกไซด์ ซึ่งจะกล่าวในหัวข้อถัดไป

สารเติมแต่งต่างๆ อาจส่งผลต่อความทนแรงอัดของไบโอเซรามิกได้ แคลเซียมคลอไรด์ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาส่งผลเพิ่มค่าความทนแรงอัดของไตรแคลเซียมซิลิเกตได้ โดยมีการศึกษาพบว่าสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ที่ความเข้มข้นร้อยละ 5 ถึง 15 ทำให้ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์มีค่าความทนแรงอัดมากกว่าไตรแคลเซียมซิลิเกตผสมน้ำกลั่น (84, 90)

การปรับปรุงความทึบรังสี

ความทึบรังสีที่มากพอของวัสดุที่ใช้ในการรักษาคลองรากฟันมีความสำคัญคือช่วยให้สามารถแยกแยะความทึบรังสีของวัสดุออกจากความทึบรังสีของเนื้อฟัน และประเมินคุณภาพของวัสดุได้ในภาพรังสีได้ ความทึบรังสีที่เหมาะสมทางทันตกรรมถูกกำหนดโดยมาตรฐานไอเอสไอ 6876 (2012) เมื่อเปรียบเทียบความทึบรังสีของวัสดุกับความหนาของอะลูมิเนียม วัสดุที่ใช้เป็นรูทคาแนลซีลเลอร์ (root canal sealer) ควรมีค่าความทึบรังสีเทียบเท่าหรือมากกว่าความทึบรังสีของอะลูมิเนียมความหนา 3 มิลลิเมตร (65) สำหรับมาตรฐานเอเอ็นเอสไอ/เอ็ดไอ No.57 กำหนดให้วัสดุที่ใช้ในงานรักษาคลองรากฟันมีความทึบรังสีมากกว่าหรือเท่ากับอะลูมิเนียมความหนา

2 มิลลิเมตร (95) พอร์ธแลนด์ซีเมนต์และไตรแคลเซียมซิลิเกตมีความที่บรังสีเทียบเท่าอะลูมิเนียม 1-2 มิลลิเมตร (82, 89, 96) ดังนั้นจึงควรใส่สารที่บรังสีเพิ่มเติมเพื่อให้มีความที่บรังสีตามที่มาตรฐานกำหนดไว้

บิสมัธออกไซด์เป็นสารที่บรังสีที่ใช้ในเอ็มทีเอ มีการศึกษาพบว่าบิสมัธออกไซด์ส่งต่อคุณสมบัติทางกายภาพของพอร์ธแลนด์ซีเมนต์และไตรแคลเซียมซิลิเกต ทำให้เกิดรูพรุนมากขึ้น ซึ่งอาจทำให้เกิดรอยร้าวของวัสดุ และเกิดการละลายของวัสดุได้ง่ายขึ้น (94) ทำให้ความทนแรงอัดลดลง (82, 87, 94) ทำให้เวลาก่อตัวนานขึ้น (82, 87, 97)

นอกจากนี้ บิสมัธออกไซด์มีข้อเสียหนึ่งที่สำคัญคือทำให้เอ็มทีเอที่ใช้ทางคลินิกมีสีเข้มขึ้น ส่งผลให้ฟันสีเข้มขึ้นด้วย โดยมีการรายงานกรณีที่ฟันสีเข้มขึ้นหลังจากใช้เอ็มทีเอเป็นวัสดุปิดคลองรากฟันที่ปลายรากเปิด (98) อุดการละลายภายในของรากฟัน (99) อุดคลองรากฟัน (100) ปิดทับเนื้อเยื่อใน (101, 102) ปิดรากฟันที่หัก (103) และในการรักษาเพื่อกระตุ้นให้สร้างเนื้อเยื่อใหม่ (104) ในบางกรณีทำให้ต้องได้รับการแก้ไขสีฟันโดยการรีเอเอ็มทีเอออกและฟอกสีฟัน (101) ดังนั้นการใช้เอ็มทีเอจึงทำให้เกิดปัญหาด้านความสวยงามของสีฟันได้

มีการศึกษามากมายเกี่ยวกับปัจจัยที่เกี่ยวข้องต่อการเปลี่ยนสีของบิสมัธออกไซด์หรือเอ็มทีเอ การศึกษาเปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงสีของเอ็มทีเอเทียบกับวัสดุไบโอเซรามิกอื่นๆ ที่ไม่มีบิสมัธออกไซด์เป็นสารที่บรังสีได้แก่ ไบโอเดนทิน และไบโอแอกกรีเกต (Bioaggregate) พบว่าภายหลังการแช่วัสดุในสารละลายโซเดียมไฮโปคลอไรท์ (sodium hypochlorite) ร้อยละ 5 เอ็มทีเอมีสีเข้มขึ้นมากกว่าไบโอเดนทินและไบโอแอกกรีเกตอย่างมีนัยสำคัญ จึงแนะนำให้ใช้วัสดุที่ไม่มีบิสมัธออกไซด์เป็นส่วนประกอบสำหรับบริเวณที่ต้องการความสวยงาม (105) ซึ่งสอดคล้องกับการศึกษาการเปลี่ยนสีของเอ็มทีเอ พอร์ธแลนด์ซีเมนต์ และบิสมัธออกไซด์ เมื่อแช่ในน้ำ โซเดียมไฮโปคลอไรด์ และไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์ (hydrogen peroxide) พบว่าเอ็มทีเอและบิสมัธออกไซด์เปลี่ยนสีเป็นสีน้ำตาลเข้มหลังจากแช่ในโซเดียมไฮโปคลอไรด์ ในขณะที่พอร์ธแลนด์ซีเมนต์ไม่เปลี่ยนสี (106) การศึกษาผลกระทบของคอลลาเจนต่อการเปลี่ยนสีของสารที่บรังสีได้แก่บิสมัธออกไซด์ เซอร์โคเนียมออกไซด์ และแคลเซียมทั้งสเตท โดยใส่ผงของสารที่บรังสีดังกล่าวในน้ำกลั่นที่ผสมคอลลาเจน พบว่าบิสมัธออกไซด์มีสีเข้มเมื่อสัมผัสกับคอลลาเจนซึ่งเป็นส่วนประกอบหลักในของเนื้อฟัน ในขณะที่สารที่บรังสีอื่นๆ ไม่เปลี่ยนสี (107) นอกจากนี้การศึกษากายรังสี (irradiation) เอ็มทีเอในสภาวะไม่มีออกซิเจนพบว่าเอ็มทีเอสีเข้มขึ้นเมื่อได้รับแสงจากหลอดฟลูออเรสเซนต์และเครื่องฉายแสงสำหรับบ่มวัสดุเรซินคอมโพสิต แต่การฉายแสงในสภาวะที่มีออกซิเจนสีของเอ็มทีเอไม่เปลี่ยนแปลง (108) จากนั้นมีการศึกษารูปแบบเดียวกันเพื่อเปรียบเทียบการเปลี่ยนสีในสภาวะแสงและออกซิเจนที่แตกต่างกันของวัสดุไบโอเซรามิกหลายชนิด ได้แก่เอ็มทีเอ พอร์ธแลนด์ซีเมนต์ พอร์ธแลนด์ซีเมนต์ผสมบิสมัธออกไซด์ร้อยละ 20 และไบโอเดนทิน พบว่าวัสดุกลุ่มที่มีบิสมัธออกไซด์เป็นส่วนประกอบมีสีเข้มขึ้นเมื่ออยู่ในสภาวะที่มีแสงและไม่มีออกซิเจน ส่วนวัสดุที่ไม่มีบิสมัธออกไซด์เป็นส่วนประกอบไม่พบว่าเกิดการเปลี่ยนสี (109) สำหรับการศึกษาในฟันถอนของมนุษย์ที่ผ่านการล้างด้วยโซเดียมไฮโปคลอไรท์ แล้วใส่วัสดุไบโอเซรามิกอยู่บนพื้นโพรงประสาทฟัน (floor of

pulp chamber) หนา 3 มิลลิเมตรแล้วปิดทับด้วยวัสดุกลาสไอโอโนเมอร์ (glass ionomer) และเรซินคอมโพสิต พบว่าเอ็มทีเอทำให้ฟันสีเข้มขึ้นมากกว่าไบโอเดนทินและเอนโดซีควินซ์ (Endosequence) ซึ่งไม่มีบิสมัทออกไซด์เป็นส่วนประกอบ (110) สำหรับศึกษาการเปลี่ยนสีของวัสดุที่ปนเปื้อนเลือด หลายการศึกษาพบว่าวัสดุที่มีบิสมัทออกไซด์เป็นส่วนประกอบมีสีเข้มขึ้นหากปกปิดเลือด (111-113) แต่การศึกษาในฟันถอนของมนุษย์ ทดลองโดยล้างโพรงฟันด้วยไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์ตามด้วยอีดีทีเอ (EDTA) จากนั้นใส่วัสดุไบโอเซรามิกในโพรงฟันแล้วปิดทับด้วยวัสดุชั่วคราว วัสดุที่ศึกษาประกอบด้วยเอ็มทีเอ ไบโอเดนทิน และอีอีอาร์เอ็ม (EERM) ซึ่งมีเซอร์โคเนียมออกไซด์ (zirconium oxide) และแทนทาลัมออกไซด์ (tantalum oxide) เป็นสารที่บ่งชี้ พบว่าฟันที่มีการปนเปื้อนของเลือดในคลองรากฟันทุกกลุ่มวัสดุทำให้ฟันเข้มขึ้นไม่แตกต่างกัน ส่วนฟันที่ไม่มีการปนเปื้อนของเลือดในคลองรากฟันนั้น ฟันที่มีเอ็มทีเอมีสีเข้มกว่าวัสดุกลุ่มอื่นอย่างมีนัยสำคัญ (114) การที่วัสดุไบโอเซรามิกทุกกลุ่มมีสีเข้มขึ้นเมื่อปนเปื้อนเลือดอาจเป็นเพราะรูพรุนที่มีในวัสดุไบโอเซรามิก หลังก่อตัวอาจดูดซับสารประกอบจากเลือด ส่งผลให้มีสีเข้มขึ้น (113)

สาเหตุที่บิสมัทออกไซด์ทำให้ฟันเปลี่ยนสีนั้นมีหลายทฤษฎี ได้แก่ การเปลี่ยนแปลงจากบิสมัทออกไซด์เป็นบิสมัท ซึ่งเป็นโลหะที่มีสีดำ (106) หรือบิสมัทออกไซด์เกิดออกซิเดชัน (oxidation) เกิดสารที่ไม่เสถียรแล้วเกิดปฏิกิริยากับคาร์บอนไดออกไซด์ (carbon dioxide) ในอากาศเกิดเป็นบิสมัทคาร์บอเนต (bismuth carbonate) ที่มีสีเข้ม (108) หรือเกิดจาก ปฏิกิริยาของบิสมัทออกไซด์ต่อคอลลาเจนในเนื้อฟัน ทำให้เกิดการเปลี่ยนสีของเนื้อฟัน (107)

จากการศึกษาสามารถสรุปได้ว่าบิสมัทออกไซด์ทำให้ฟันสีเข้มขึ้นได้ เมื่อสัมผัสกับไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์ คอลลาเจนของเนื้อฟัน มีการปนเปื้อนของเลือด และสัมผัสกับแสงในสภาวะไม่มีออกซิเจน วัสดุไบโอเซรามิกที่ใช้ในการรักษาคลองรากฟันจะได้รับผลกระทบจากปัจจัยเหล่านี้ เนื่องจากไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์เป็นน้ำยาที่มักใช้เป็นส่วนหนึ่งของการรักษา วัสดุที่ใช้อยู่สัมผัสกับคอลลาเจนจากเนื้อฟัน มีการปนเปื้อนเลือด และวัสดุอาจได้สัมผัสกับแสงจากเครื่องฉายแสงโดยอ้อมหากวัสดุอยู่ใต้ต่อวัสดุที่ก่อตัวด้วยแสง จากการทบทวนวรรณกรรมอย่างเป็นระบบเรื่องการเปลี่ยนสีของวัสดุไบโอเซรามิกต่างๆ สรุปได้ว่าวัสดุไบโอเซรามิกที่มีบิสมัทออกไซด์เป็นส่วนประกอบทำให้สีเข้มขึ้นมากกว่าวัสดุอื่นๆ ที่มีบิสมัทออกไซด์เป็นส่วนประกอบ (115) ดังนั้นจึงควรใช้สารที่บ่งชี้อื่นๆ ทดแทนบิสมัทออกไซด์สำหรับวัสดุไบโอเซรามิกในงานรักษาคลองรากฟัน เพื่อป้องกันไม่ให้ฟันสีเข้มขึ้นภายหลังการรักษา นอกจากบิสมัทออกไซด์ที่เป็นปัจจัยสำคัญต่อการเปลี่ยนสีของวัสดุ ยังมีปัจจัยอื่นที่อาจส่งผลให้วัสดุมีสีเข้มขึ้นได้ เช่น ออกไซด์ของโลหะหนักอื่นๆ การเกิดออกซิเดชันของเหล็กจากการมีแคลเซียมอะลูมิเนียมเฟอโรไรต์เป็นส่วนประกอบในวัสดุเกิดผลิตภัณฑ์ที่มีสีเข้ม (114)

สารที่บ่งชี้ที่ถูกลำบากกับวัสดุไบโอเซรามิกเพื่อทดแทนบิสมัทออกไซด์เป็นสารที่มีเลขอะตอมที่สูง เชื่อว่าต่อการเกิดปฏิกิริยา ปราศจากการปนเปื้อน ไม่เป็นพิษ และใช้ในปริมาณน้อย (116) ได้แก่ ผงทอง ซิลเวอร์/ทินอัลลอย (silver/tin alloy) (116) แบเรียมซัลเฟต (barium sulfate) (96, 116, 117) ไอโอดิฟอร์ม (iodoform)

(117) เซอร์โคเนียมออกไซด์ (zirconium oxide) ซิงค์ออกไซด์ (zinc oxide) (96, 116) ลีดออกไซด์ (lead oxide) บิสมัทซึบไนเตรท (bismuth subnitrate) บิสมัทคาร์บอเนต (bismuth carbonate) และแคลเซียมทังสเตท (calcium tungstate) (96, 118) และแทนทาลัมออกไซด์ (tantalum oxide) การศึกษาพบว่า ซิลเวอร์/ทินอัลลอย ส่งผลให้วัสดุมีคุณสมบัติทางกายภาพที่เหมาะสม แต่ทำให้วัสดุมีสีเข้ม และพบว่าดินุกประมาณสูงละลายออกมาจากวัสดุเนื่องจากไม่เสถียรที่สภาวะเป็นด่าง (116) แบเรียมซัลเฟตและซิงค์ออกไซด์ทำให้ความทึบรังสีของวัสดุน้อยกว่าเอ็มทีเอ (119) แบเรียมซัลเฟตแม้จะใช้เป็นสารทึบรังสีสำหรับภาพรังสีทางเดินอาหารและเป็นสารทึบรังสีที่ใช้ในวัสดุอุดคลองรากฟัน แต่พบว่าส่งผลให้ความทนแรงอัดและความแข็งผิวลดลง (120) ทองแม้ว่าจะเฉื่อยต่อการเกิดปฏิกิริยาแต่มีราคาสูงและทำให้วัสดุมีสีเหลือง (116) แคลเซียมทังสเตทเป็นสารทึบรังสีที่ใช้ในผลิตภัณฑ์เอเฮพลัส (AH plus) ไม่ส่งผลต่อคุณสมบัติทางกายภาพเมื่อใช้เป็นสารทึบรังสีให้กับสารไบโอเซรามิกต่างๆ ได้แก่ พอร์ธแลนดีซีเมนต์ (96) ซิลเลอรที่มีส่วนผสมหลักเป็นพอร์ธแลนดีซีเมนต์ (121) แคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่ได้จากการสังเคราะห์ (118) และไบโอเดนทิน (69) เมื่อใช้เป็นสารทึบรังสีในปริมาณที่เท่ากันมีความทึบรังสีที่น้อยกว่าเซอร์โคเนียมออกไซด์เล็กน้อย (96, 118) แทนทาลัมออกไซด์ถูกใช้เป็นสารทึบรังสีของผลิตภัณฑ์ไบโอแอกกรีเกต (Bioaggregate) และเอ็นโดซีควนซ์บีซีซีลเลอร์ (Endosequence BC Sealer) ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีส่วนผสมหลักทางเคมีเหมือนกับเอ็มทีเอ แต่ใช้แทนทาลัมออกไซด์เป็นสารทึบรังสีแทนที่บิสมัทออกไซด์ แทนทาลัมออกไซด์มีความเฉื่อยต่อปฏิกิริยาและไม่ละลายออกเมื่อแช่วัสดุในสารละลาย (122, 123) เซอร์โคเนียมออกไซด์มีความเฉื่อยต่อการเกิดปฏิกิริยา เซอร์โคเนียมไม่ละลายออกจากวัสดุ และไม่ส่งผลต่อการเกิดปฏิกิริยาไฮเดรชัน สารประกอบเซอร์โคเนียมจึงเป็นสารทึบรังสีที่เหมาะสมสำหรับวัสดุไบโอเซรามิก ที่ถูกใช้ในผลิตภัณฑ์ไบโอเซรามิกหลายชนิด เช่น ไบโอเดนทิน ไบโอรูทอาร์ชีเอส (Bioroot RCS) ไอรูทเอสพี (Iroot SP) และเอ็นโดซีควนซ์บีซีซีลเลอร์ (Endosequence BC Sealer) (124) และยังเป็นที่ยอมรับนำมาเป็นสารทึบรังสีของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ในการทดลอง (44, 61, 63)

มาตรฐานการทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพของวัสดุ

การใช้งานวัสดุทางทันตกรรมแต่ละชนิดย่อมต้องการคุณสมบัติทางกายภาพของวัสดุที่แตกต่างกัน หน่วยงานต่างๆ จึงกำหนดมาตรฐานการทดสอบของคุณสมบัติทางกายภาพของวัสดุสำหรับการใช้งานเฉพาะด้าน มาตรฐานสากลที่ได้รับการยอมรับและนิยมอ้างอิงถึงในการทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพของวัสดุทางทันตกรรมมาจากสามหน่วยงานเป็นหลัก ได้แก่ ไอเอสโอ (ISO) เอเอสทีเอ็ม (ASTM) และเอดีเอ/เอเอ็นเอสไอ (ADA/ANSI)

ไอเอสโอ (ISO) คือ International Organization for Standardization เป็นองค์การระหว่างประเทศที่เกี่ยวข้องกับการออกมาตรฐานต่างๆ ทั้งด้านวัสดุ การบริการ และการจัดการสิ่งแวดล้อมของธุรกิจและอุตสาหกรรม สำหรับใช้เป็นมาตรฐานระหว่างประเทศ โดยไอเอสโอมีสมาชิกจากประเทศต่างๆ ทั่วโลก สำหรับมาตรฐานของวัสดุทางทันตกรรม มาตรฐานของวัสดุทันตกรรมของไอเอสโอแบ่งเป็นหัวข้อย่อยตามชนิดของวัสดุ

เช่น วัสดุกลุ่มโพลีเมอร์ กลุ่มเซรามิก กลุ่มวัสดุพิมพ์ฟัน เป็นต้น นอกจากนี้บางหัวข้อแบ่งตามการทดสอบคุณสมบัติบางอย่าง เช่น การทดสอบการสึก การหดตัวจากกระบวนการเกิดโพลีเมอร์ การวัดสี เป็นต้น สำหรับวัสดุไบโอเซรามิกนั้นไอเอสไอไม่ได้มีการแบ่งออกเป็นกลุ่มชัดเจน การศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพต่างๆ ของวัสดุไบโอเซรามิกจึงประยุกต์ใช้โดยอ้างอิงจากมาตรฐานหัวข้อที่ใกล้เคียงกัน ได้แก่ หัวข้อ Dentistry-Endodontic Sealing Material (ISO 6876) และ Dentistry- Water-based cements (ISO 9917) (125)

เอเอสทีเอ็ม (ASTM) ย่อมาจาก American Society for testing and Materials เป็นสมาคมที่เกี่ยวข้องกับเทคโนโลยีและวิทยาศาสตร์ จัดตั้งขึ้นในสหรัฐอเมริกา เพื่อพัฒนามาตรฐานของวัสดุ ผลิตภัณฑ์ รวมถึงการบริการของอุตสาหกรรม และหน่วยงานต่างๆ มาตรฐานเอเอสทีเอ็มถูกกำหนดขึ้นโดยมติของกรมการวิชาการเฉพาะด้าน มาตรฐานเอเอสทีเอ็มแบ่งหัวข้อตามการทดสอบคุณสมบัติต่างๆ เป็นหลัก โดยหัวข้อที่เกี่ยวข้องกับวัสดุไบโอเซรามิกสำหรับการรักษาคลองรากฟันคือ Standard Test Method for Time of Setting of Hydraulic-Cement Paste by Gillmore Needles (ASTM C266-03) ซึ่งมีเนื้อหาคล้ายคลึงกับ ISO 6876 (126)

เอดีเอ/เอเอ็นเอสไอ (ADA/ANSI) คือมาตรฐานที่กำหนดโดยเอดีเอ (ADA, American Dental Association) โดยเอดีเอคือสถาบันมาตรฐานทันตกรรมของอเมริกาที่ได้รับการรับรองโดยสถาบันเอเอ็นเอสไอ (ANSI, American National Standards Institution) ซึ่งเป็นสมาชิกชาวอเมริกันของคณะกรรมการไอเอสไอ มาตรฐานเอดีเอ/เอเอ็นเอสไอของวัสดุทันตกรรมแบ่งประเภทตามชนิดของวัสดุเป็นหลัก นอกจากนี้ยังกำหนดมาตรฐานเกี่ยวกับเก้าอี้ทันตกรรม เครื่องถ่ายภาพรังสี และระบบการฆ่าเชื้อเครื่องมือทันตกรรม สำหรับวัสดุไบโอเซรามิกสำหรับการรักษาคลองรากฟันไม่มีการแบ่งประเภท จึงใช้การอ้างอิงจากมาตรฐานหัวข้อ ANSI/ADA Standard No.57-Endodontic Sealing Material ซึ่งมาตรฐานหัวข้อนี้ดัดแปลงมาจากมาตรฐาน ISO 6876 จึงมีเนื้อหาที่คล้ายคลึงกัน (127)

นอกจากนี้ยังมีมาตรฐานอื่นๆ ของแต่ละประเทศ เช่น British Standard Institution ของประเทศอังกฤษ เป็นต้น การศึกษาต่างๆ อาจเลือกอ้างอิงมาตรฐานของประเทศหรือภูมิภาคเป็นหลัก อย่างไรก็ตาม มาตรฐานไอเอสไอเป็นที่ยอมรับและอ้างอิงถึงอย่างกว้างขวางเนื่องจากเป็นมาตรฐานสากลที่ใช้ระหว่างประเทศทั่วโลก

แนวทางการปรับปรุงคุณสมบัติของวัสดุไบโอเซรามิก

การปรับปรุงคุณสมบัติของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์

เนื่องจากยังไม่มีผลิตภัณฑ์ใดที่มีคุณสมบัติตรงตามอุดมคติทั้งหมด จึงมีการศึกษาเพื่อปรับปรุงคุณสมบัติของไบโอเซรามิกอยู่เสมอ ในยุคแรกส่วนประกอบหลักมักเป็นพอร์ทแลนด์-ซีเมนต์ซึ่งเป็นวัสดุดิบจากธรรมชาติ ส่งผลให้มีสิ่งเจือปนอยู่ด้วย สิ่งเจือปนเหล่านี้อาจส่งผลต่อเสถียรคุณสมบัติของวัสดุ ดังนั้นในยุคต่อมาจึงใช้สารตั้งต้นที่บริสุทธิ์ โดยในปัจจุบันใช้ไตรแคลเซียมซิลิเกตเป็นหลัก (61, 85, 128-130) ไตรแคลเซียม

ซิลิเกตซีเมนต์มีคุณสมบัติที่เหมาะสมคือมีคุณสมบัติทางเคมีและทางกายภาพที่ดี (38) มีสภาพเข้ากันได้ทางชีวภาพ (55)

ไตรแคลเซียมซิลิเกตหากไม่ใส่สารเร่งปฏิกิริยาจะมีเวลาแข็งตัวประมาณ 290 นาที (61) เมื่อใส่แคลเซียมคลอไรด์ในส่วนน้ำของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ จะช่วยลดเวลาแข็งตัวลงเนื่องจากทำให้กระบวนการเกิดผลึกเกิดเร็วขึ้น (131) นอกจากนี้ยังช่วยให้มีคุณสมบัติทางกายภาพอื่นๆ ดีขึ้นด้วย (84, 90)

ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์มีความทึบรังสีน้อยกว่าที่มาตรฐานไอเอสโอกำหนดไว้ (65) จึงต้องใส่สารทึบรังสีในส่วนผสม การศึกษาส่วนมากนิยมใช้สารประกอบเซอร์โคเนียมหรือเซอร์โคเนียมออกไซด์เป็นสารทึบรังสีกับไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ ผลการศึกษาพบว่าเซอร์โคเนียมออกไซด์ร้อยละ 20 ทำให้ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์มีความทึบรังสีมากกว่าไบโอเดนทิน (61) สามารถผสมเซอร์โคเนียมออกไซด์ได้ในปริมาณตั้งแต่ร้อยละ 10 ถึงร้อยละ 50 โดยไม่ส่งผลกระทบต่อคุณสมบัติทางกายภาพ ช่วยให้สภาพเข้าได้กับเนื้อเยื่อมากขึ้น (132)

เซอร์โคเนียมซิลิเกตหรือเซอร์คอน เป็นสารประกอบเซอร์โคเนียมชนิดหนึ่งที่สามารถใช้เป็นสารทึบรังสีแก่ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ได้ เซอร์คอนเป็นส่วนประกอบหลักของเซอร์คอนทรายหรือทรายพทาย เซอร์คอนทรายเป็นแร่ธาตุจากธรรมชาติที่พบได้ในปริมาณมาก มีสีขาว ราคาต่ำ ง่ายต่อการเกิดปฏิกิริยา มักถูกนำมาใช้ใช้ในอุตสาหกรรมผลิตภัณฑ์เซอร์โคเนียม (133) จึงมีคุณสมบัติที่เหมาะสมสำหรับเป็นสารทึบรังสีสำหรับไบโอเซรามิกซีเมนต์ที่มีไตรแคลเซียมซิลิเกตเป็นส่วนประกอบหลัก

โดยสรุปแล้ว แนวทางการปรับปรุงคุณสมบัติของวัสดุไบโอเซรามิกสามารถทำได้โดยใช้ไตรแคลเซียมซิลิเกตเป็นส่วนประกอบหลัก ใช้สารเติมแต่งคือแคลเซียมคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อลดเวลาแข็งตัว และเซอร์คอนเป็นสารทึบรังสี

การสังเคราะห์ไตรแคลเซียมซิลิเกต

ไตรแคลเซียมซิลิเกตสามารถสังเคราะห์ได้ด้วยสารตั้งต้นที่มีธาตุแคลเซียมและซิลิกอนเป็นองค์ประกอบ วิธีการสังเคราะห์ทำได้หลายวิธี เช่น การเผาผนึกแบบโซลิดสเตท (solid-state sintering) (134) การเผาผนึกด้วยไมโครเวฟ (microwave sintering) (135) วิธีโซล-เจล (sol-gel method) (136) การตกตะกอนแบบสองขั้นตอน (two-step precipitation preparation) (137) วิธีเปชินี (Pechini method) (138) และการสังเคราะห์แบบเวทเคมีคอล (wet chemical synthesis) (139) โดยวิธีการสังเคราะห์ไตรแคลเซียมซิลิเกตที่นิยมใช้สำหรับวัสดุทันตกรรมคือวิธีแบบโซลิดสเตทและโซล-เจล

ปฏิกิริยาโซล-เจล (Sol-gel reaction) ใช้สารตั้งต้นที่มีองค์ประกอบของแคลเซียมออกไซด์และซิลิกอนออกไซด์รวมกับตัวทำละลาย ผสมให้เข้ากัน นำสารละลาย (โซล) ไปอบเพื่อกำจัดตัวทำละลายให้อยู่ในรูปเจล จากนั้นใช้ความร้อนให้เกิดปฏิกิริยา วิธีนี้มีข้อดีคือทำให้ได้สารอนุภาคเล็กและมีขนาดใกล้เคียงกันมากกว่า ส่งผลให้ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่ได้จากปฏิกิริยานี้มีเวลาแข็งตัวเร็วกว่า มีความเป็นกรด-ด่างที่สูงกว่า แต่ขั้นตอนการทำค่อนข้างยุ่งยาก และใช้เวลานาน (38, 134, 140)

ปฏิกิริยาโซลิดสเตท (solid state reaction) ใช้ซิลิกาและแคลเซียมคาร์บอเนตเป็นสารตั้งต้นที่เป็นของแข็ง บดผสมให้เข้ากัน และใช้ความร้อนให้เกิดปฏิกิริยา วิธีนี้มีข้อดีคือ ใช้สารตั้งต้นราคาถูกกว่า และวิธีการไม่ซับซ้อน (134)

การวิจัยนี้ ใช้ไตรแคลเซียมซิลิเกตเป็นส่วนประกอบหลักของไบโอเซรามิกซีเมนต์ โดยสังเคราะห์ไตรแคลเซียมซิลิเกตจากห้องปฏิบัติการด้วยวิธีโซลิดสเตท ปรับปรุงคุณสมบัติของไตรแคลเซียมซิลิเกตให้ก่อตัวเร็วขึ้นโดยใช้สารละลายแคลเซียมคลอไรด์ร้อยละ 20 เพิ่มความทึบรังสีโดยใช้เซอร์คอนหรือเซอร์โคเนียมซิลิเกตในปริมาณร้อยละ 0 10 15 และ 20 จากนั้นทดสอบองค์ประกอบทางเคมี ขนาดอนุภาค และคุณสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ เวลาก่อตัว ความทนแรงอัด ความทึบรังสี และความเป็นกรด-ด่าง เพื่อเปรียบเทียบระหว่างไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่มีเซอร์คอนปริมาณต่างๆ และไบโอเดนทิน



บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

ประชากร

ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็ว และไบโอเดนทีน

เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

วัสดุที่ใช้ในงานวิจัย

1. ผลิตภัณฑ์ไบโอเดนทีน (Septodont, Saint Maur des Fosses, France)
2. แคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3 , 99.5%, Ajax Finechem, New Zealand)
3. ซิลิกอนไดออกไซด์หรือซิลิกา (SiO_2 , 99.8%, Ajax Finechem, New Zealand)
4. เซอร์คอนทราย (Zircon sand)
5. น้ำกลั่น
6. สารละลายอะซิติกร้อยละ 5 โดยมวล (5wt% acetic acid solution)
7. กระดาษฟอยล์
8. อะซิโตน (Acetone)
9. สารละลายเอทานอล (Ethanol)
10. เม็ดดูดความชื้น
11. แคลเซียมคลอไรด์

อุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

1. เครื่องบดแบบลูกบอลเซอริโคเนีย (Zirconia planetary ball mill, Fritsch, Pulverisette 6)
2. เครื่องกลั่นระเหยแบบหมุนภายใต้สุญญากาศ (rotary evaporator, Laborota 4000, Heidolph, Germany)
3. ตะแกรงร่อนความถี่ 30 mesh (30 ช่องต่อ 1 นิ้ว หรือ 595 ไมครอน)
4. เครื่องกดไฮดรอลิก (hydraulic pressing machine, Desktop Newton Press NT-100H, Japan)
5. เตาหลอมอะลูมินา (alumina crucible)
6. เตาหลอมอุณหภูมิสูง (high temperature furnace, k1700, Heraeus, Germany)
7. พัดลม

8. โกร่งอะลูมินา (alumina mortar)
9. โถแก้วดูดความชื้น
10. เครื่องผสมสาร BIODENTINE Capsule Mixer (Septodont, France)
11. แคปซูลผสมสารของ Biodentine
12. เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของอนุภาคด้วยลำแสงเลเซอร์ (Laser particle size distribution analyzer, Malvern instrument Ltd. Malvern, UK)
13. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer, Bruker AXS Model D8 Discover, Kralsruhe, Germany)
14. เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนส์ สเปกโทรมิเตอร์ (X-ray fluorescence spectrometer, EDS: ISIS300-6647, Oxford Instrument, Wycombe Bucks, UK.)
15. เครื่องวัดการดูดกลืนแสงแบบอะตอมมิก แอ็บซอร์ปชัน (Atomic Absorption Spectrophotometer Varian AA280Fs, Varian Inc., USA)
16. ตู้ควบคุมอุณหภูมิและความชื้นสัมพัทธ์ (Temperature and humidity controlled chamber)
17. เครื่องวัดการแข็งตัว
18. ตู้ควบคุมอุณหภูมิและความชื้น
19. นาฬิกาจับเวลา
20. เครื่องทดสอบความทนแรงอัด (Universal Testing Machine, LLOYD, Ametek, USA)
21. แผ่นรับรังสีขนาดเบอร์ 2 (CS 7600 imaging plate No.2, Carestream, USA)
22. เครื่องถ่ายภาพรังสีภายในช่องปาก (X-MIND DC, Seletec Acteon, UK)
23. เครื่องอ่านฟิล์ม (Digital Imaging Plate System, CS 7600, Carestream, USA)
24. เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH meter) รุ่น 402A (Orion, Boston, USA)
25. แม่พิมพ์โลหะไร้สนิมขนาดกว้าง 8 มิลลิเมตร ยาว 10 มิลลิเมตร สูง 5 มิลลิเมตร ตามที่ระบุในมาตรฐาน ISO 6876 (2012)
26. แม่พิมพ์โลหะไร้สนิมแบบแยกส่วนได้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4.0 มิลลิเมตร สูง 6.0 มิลลิเมตร ตามมาตรฐานไอเอสไอ 9917-1 (2007)
27. แม่พิมพ์โลหะไร้สนิมแบบแยกส่วนได้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร สูง 1 มิลลิเมตร ตามมาตรฐานไอเอสไอ 6876 (2012)
28. แม่พิมพ์ซิลิโคนขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4 มิลลิเมตร สูง 2 มิลลิเมตร
29. อลูมิเนียมสเตปเวดจ์ (Aluminium stepwedge) ความหนาชั้นละ 0.5 มิลลิเมตร ตามมาตรฐานไอเอสไอ 6876 (2012)
30. ตูมน้ำหนักมาตรฐาน 100.0 ± 1.0 กรัม

31. ต้มน้ำหนักมาตรฐาน 400.0 ± 1.0 กรัม
32. กาลังสูญญากาศ
33. ขวดแก้วปากกว้าง
34. เครื่องชั่งสารทศนิยม 5 ตำแหน่ง
35. นาฬิกาจับเวลาเป็นวินาที
36. แผ่นแก้วผสมสาร
37. ช้อนตวงสาร
38. หลอดหยดสาร

การดำเนินการวิจัยและการเก็บรวบรวมข้อมูล

ตอนที่ 1 : การสังเคราะห์ไตรแคลเซียมซิลิเกต

ดำเนินการศึกษาเพื่อสังเคราะห์ไตรแคลเซียมซิลิเกตจากสารตั้งต้นคือคาร์บอเนต (CaCO_3) และซิลิกอนไดออกไซด์หรือซิลิกา (SiO_2) มีขั้นตอนการเตรียมสารตั้งต้นและการสังเคราะห์ไตรแคลเซียมซิลิเกตด้วยวิธีโซลิดสเตท ดังนี้

1. ผสมสารตั้งต้นคือแคลเซียมคาร์บอเนต และซิลิกอนไดออกไซด์หรือซิลิกา (ตามสัดส่วนสารตั้งต้นที่เกิดปฏิกิริยาได้ผลิตภัณฑ์ที่สมบูรณ์ หรือ stoichiometric ratio) ด้วยเครื่องบดแบบลูกบอลเซอร์โคเนีย (zirconia planetary ball mill, Fritsch, Pulverisette 6) ดังภาพที่ 1 โดยใช้ลูกบอลเซอร์โคเนียขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร บดด้วยอัตรา 500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที โดยมีน้ำกลั่นเป็นตัวกลาง

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY



ภาพที่ 1 เครื่องบดแบบลูกบอลเซอร์โคเนีย (zirconia planetary ball mill)

2. ระเหยน้ำกลั่นออกจากส่วนผสมด้วยเครื่องกลั่นระเหยแบบหมุนภายใต้สุญญากาศ (rotary evaporator, Laborota 4000, Heidolph, Germany) ที่อุณหภูมิ 60-80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที ดังภาพที่ 2



ภาพที่ 2 เครื่องกลั่นระเหยแบบหมุนภายใต้สุญญากาศ (rotary evaporator)

3. กรองส่วนผสมผ่านตะแกรงความถี่ 30 mesh (30 ช่องต่อ 1 นิ้ว หรือ 595 ไมครอน)
4. อัดขึ้นรูปชิ้นงานด้วยการอัดแบบแห้ง (dry pressing) ด้วยเครื่องกดไฮดรอลิก (hydraulic pressing machine, Desktop Newton Press NT-100H, Japan) ดังภาพที่ 3 ด้วยแรงกด 10 เมกะปาสคาล ให้ชิ้นงานมีรูปทรงกระบอกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 35 มิลลิเมตร สูง 10 มิลลิเมตร ดังภาพที่ 4



ภาพที่ 3 เครื่องกดไฮดรอลิก (hydraulic pressing machine)



ภาพที่ 4 ชิ้นงานส่วนผสมของสารตั้งต้น

5. วางชิ้นงานที่ขึ้นรูปแล้วในเบ้าหลอมอะลูมินา (alumina crucible) ที่มีกระดาษฟอยล์รองที่ก้นเบ้าหลอมเพื่อไม่ให้ชิ้นงานสัมผัสกับเบ้าหลอมโดยตรง นำไปเผาในเตาหลอมอุณหภูมิสูง (high temperature furnace, k1700, Heraeus, Germany) ดังภาพที่ 5 ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส โดยให้อัตราความร้อน (heating rate) 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ไว้เป็นเวลา 2 ชั่วโมงเพื่อให้ชิ้นงานที่เป็นส่วนผสมของสารตั้งต้นเกิดปฏิกิริยาเป็นไตรแคลเซียมซิลิเกต



ภาพที่ 5 เตาหลอมอุณหภูมิสูง (high temperature furnace)

6. นำเบ้าหลอมอะลูมินาออกจากเตาแล้วทำให้อุณหภูมิลดลงอย่างรวดเร็วด้วยอากาศ (Air quenching) ด้วยพัคลม ดังภาพที่ 6



ภาพที่ 6 เบ้าหลอมอะลูมินาที่นำออกจากเตาเพื่อลดอุณหภูมิ

7. บดชิ้นไตรแคลเซียมซิลิเกตให้เป็นผงด้วยโกร่งอะลูมินา (alumina mortar) แล้วกรองด้วยตะแกรงความถี่ 30 mesh
8. นำเซอร์คอนทราย (Zircon sand) ซึ่งเป็นแร่เซอร์โคเนียมซิลิเกตหรือเซอร์คอนมาเผาเพื่อไล่น้ำ ก๊าซ และอินทรีย์วัตถุต่างๆ ออกที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นผสมเซอร์คอนทรายที่ผ่านการสะตุกับผงไตรแคลเซียมซิลิเกตเพื่อเป็นสารที่บ่งชี้ โดยให้มีความเข้มข้นของเซอร์คอนร้อยละ 10, 20 และ 30 โดยมวล ผสมและบดให้ละเอียดเพื่อให้เป็นส่วนผงของไตรแคลเซียมซิลิเกต

- ซีเมนต์ด้วยเครื่องบดแบบลูกบอลเซอร์โคเนีย (zirconia planetary ball mill) โดยใช้ลูกบอลขนาด 1 เซนติเมตร ที่อัตรา 500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 60 นาที โดยใส่อะซิโตนเป็นตัวกลางในการบด
9. อบสารหลังการบดด้วยเตาอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อกำจัดอะซิโตนออกจากผงไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์
 10. เก็บผงไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ในโถแก้วควบคุมความชื้น ดังภาพที่ 7



ภาพที่ 7 โถแก้วควบคุมความชื้น

ตอนที่ 2 : การทดสอบขนาดอนุภาคและองค์ประกอบทางเคมีของไตรแคลเซียมซิลิเกตและไบโอเดนทีน และการหาสัดส่วนสารเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมสำหรับไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็ว

การแบ่งกลุ่มการทดลอง

แบ่งกลุ่มการทดลองเป็น กลุ่ม ดังนี้

กลุ่มที่ 1 ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วผสมเซอร์คอนร้อยละ 10 (TCS 10% Zircon)

กลุ่มที่ 2 ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วผสมเซอร์คอนร้อยละ 20 (TCS 20% Zircon)

กลุ่มที่ 3 ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วผสมเซอร์คอนร้อยละ 30 (TCS 30% Zircon)

กลุ่มที่ 4 ไบโอเดนทีน (Biodentine) เป็นกลุ่มควบคุม

การทดสอบขนาดอนุภาค

นำส่วนผงของไบโอเดนทีน และผงไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่มีเซอร์คอนร้อยละ 10, 20 และ 30 มาทำการแขวนลอยในสารละลายเอทานอล จากนั้นนำไปวิเคราะห์หาขนาดอนุภาคด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของอนุภาคด้วยลำแสงเลเซอร์ (Laser particle size distribution analyzer, Malven

instrument Ltd. Malvern, UK) ทำการทดสอบหนึ่งตัวอย่างต่อกลุ่มการทดลอง โดยแสดงผลในรูปแบบการกระจายของขนาดอนุภาค D50 ซึ่งหมายถึงขนาดอนุภาคที่มีอนุภาคร้อยละ 50 มีขนาดใหญ่กว่าหรือเล็กกว่า โดยทำการทดสอบ 1 ตัวอย่างในทุกกลุ่มการทดลอง

การทดสอบองค์ประกอบทางเคมี

นำส่วนผงของไบโอเดนทีน และผงไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่มีเซอร์คอนร้อยละ 20 ไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีเชิงคุณภาพในรูปสารประกอบด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer, Bruker AXS Model D8 Discover, Kralstube, Germany) และวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมีเชิงปริมาณในรูปธาตุเครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนส์ สเปกโตรมิเตอร์ (X-ray fluorescence spectrometer, EDS: ISIS300-6647, Oxford Instrument, Wycombe Bucks, UK.) โดยทำการทดสอบ 1 ตัวอย่างในทุกกลุ่มการทดลอง

นำส่วนของเหลวของไบโอเดนทีนไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีในรูปธาตุของโลหะด้วยเครื่องวัดการดูดกลืนแสงแบบอะตอมมิกแอบซอร์ปชัน (Atomic Absorption Spectrophotometer, Varian AA280Fs, Varian Inc., USA)

การหาอัตราส่วนสารเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสม

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของส่วนของเหลวของไบโอเดนทีน นำอัตราส่วนของปริมาณธาตุแคลเซียมที่ได้มาคำนวณหาอัตราส่วนของปริมาณสารประกอบแคลเซียมคลอไรด์ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เพื่อผสมสารละลายแคลเซียมคลอไรด์เป็นส่วนหนึ่งของเหลวของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อดำเร็วให้มีสัดส่วนแคลเซียมคลอไรด์เท่ากับส่วนของเหลวของไบโอเดนทีน

ตอนที่ 3 : การทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพของวัสดุ

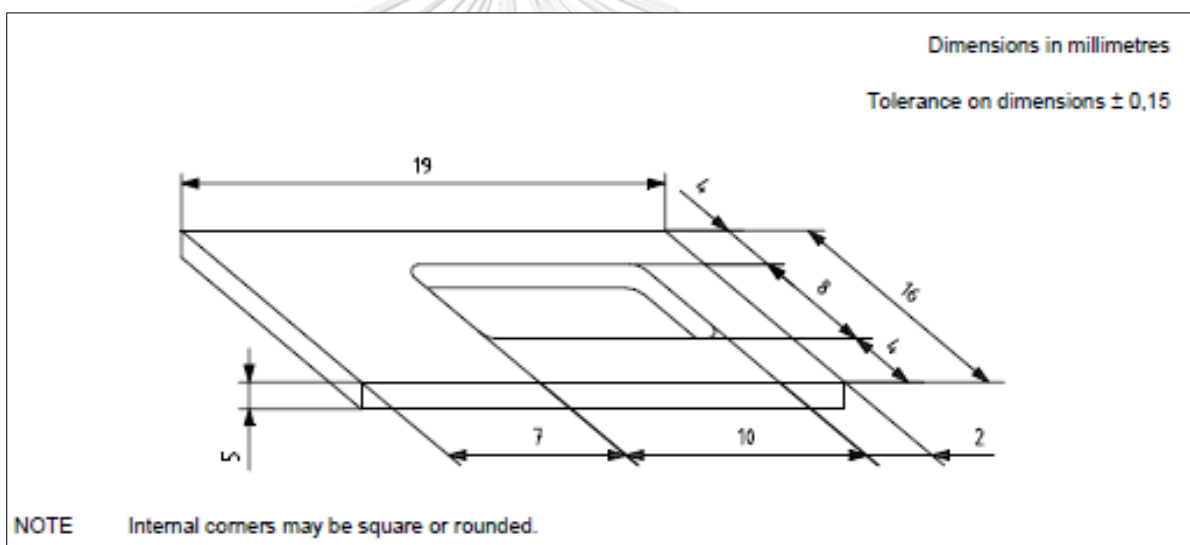
การผสมสารตัวอย่างเพื่อการทดสอบ

เตรียมไบโอเดนทีนโดยผสมส่วนผงและส่วนของเหลวของไบโอเดนทีนโดยเปิดฝาแคปซูลของส่วนผงหยดส่วนของเหลวใส่ในแคปซูลจำนวน 5 หยดแล้วปิดฝา จากนั้นนำแคปซูลไปปั่นด้วยเครื่องผสมสาร Biodentine Capsule Mixer (Septodont, France) ด้วยอัตรา 4,000 – 4,200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 วินาที ตามคำแนะนำของบริษัท

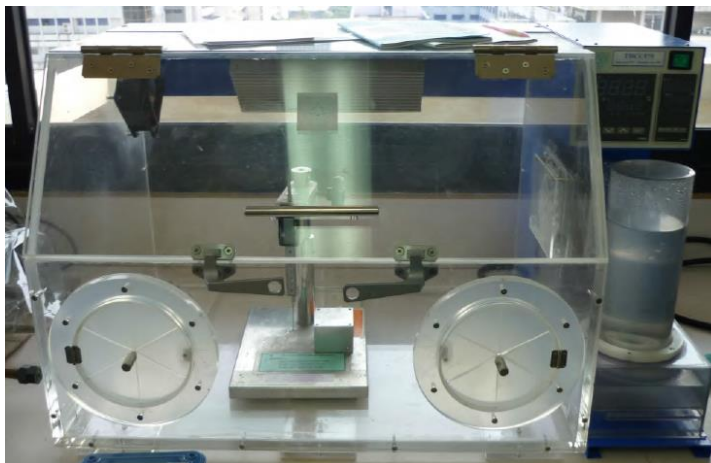
เตรียมไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อดำเร็วโดยผสมส่วนผงและส่วนของเหลวของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อดำเร็วด้วยวิธีเช่นเดียวกันกับไบโอเดนทีน โดยนำแคปซูลผสมสารของ Biodentine มาใช้ใส่ส่วนผลของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ใส่ส่วนของเหลวอัตราส่วนของของเหลวต่อผงซีเมนต์ 0.33 โดยน้ำหนัก จากนั้นนำแคปซูลไปปั่นด้วยเครื่องผสมสาร Biodentine Capsule Mixer เป็นเวลา 30 วินาที

เวลาแข็งตัวขั้นต้นและเวลาแข็งตัวสมบูรณ์

ดำเนินการทดสอบตามมาตรฐานไอเอสโอ 6876 (2012) (65) และ 9917-1 (2007) (141) โดยเตรียมวัสดุและอุปกรณ์ในอุณหภูมิ 25 ± 1 องศาเซลเซียส ใช้แม่พิมพ์โลหะไร้สนิมขนาดดังภาพที่ 8 วางบนแผ่นแก้วหนา 1 มิลลิเมตร ผสมสารใส่ในแม่พิมพ์ ใช้แผ่นแก้วปิดผิววัสดุให้เรียบ ทดสอบในตู้ควบคุมอุณหภูมิและความชื้นดังภาพที่ 9 ที่สภาวะอุณหภูมิ 37 ± 1 องศาเซลเซียสและความชื้นสัมพัทธ์ไม่น้อยกว่าร้อยละ 95 ทดสอบโดยใช้เครื่องวัดการแข็งตัวดังภาพที่ 10 วางเข็มกดผิววัสดุนาน 5 วินาที ให้แนวเข็มกดตั้งฉากกับพื้นผิวของวัสดุ หากเกิดรอยกด ยกเข็มกดขึ้น เช็ดปลายเข็มกดให้สะอาด แล้วทำซ้ำในตำแหน่งที่ไม่มีรอยกดในเวลา 30 วินาทีถัดมา บันทึกเวลาที่ไมเกิดรอยกดครบเส้นรอบวงบนผิววัสดุ ทดสอบซ้ำกลุ่มละ 3 ตัวอย่างตามข้อแนะนำของมาตรฐานดังกล่าว ใช้ค่าเฉลี่ยเป็นเวลาแข็งตัว โดยการทดสอบเวลาแข็งตัวขั้นต้นใช้เข็มกดที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเข็มกด 2.0 ± 0.1 มิลลิเมตร น้ำหนัก 100.0 ± 0.5 กรัม สำหรับการทดสอบเวลาแข็งตัวสมบูรณ์ใช้เข็มกดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.0 ± 0.1 มิลลิเมตร น้ำหนัก 400 ± 5 กรัม



ภาพที่ 8 ขนาดของแม่พิมพ์สำหรับทดสอบเวลาแข็งตัว (141)



ภาพที่ 9 ตู้ควบคุมอุณหภูมิและความชื้นสำหรับทดสอบเวลาแข็งตัว



ภาพที่ 10 เครื่องวัดการแข็งตัว

ความทนแรงอัด

ดำเนินการทดสอบตามมาตรฐานไอเอสโอ 9917-1 (2007) (141) โดยเตรียมวัสดุและอุปกรณ์ในอุณหภูมิ 25 ± 1 องศาเซลเซียส วางแม่พิมพ์โลหะไว้สัณนิษขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4.0 ± 0.1 มิลลิเมตร สูง 6.0 ± 0.1 มิลลิเมตรดังภาพที่ 11 บนแผ่นแก้ว ผสมสารใส่แม่พิมพ์และวางแผ่นแก้วปิดผิวด้านบนให้เรียบ เก็บไว้ที่อุณหภูมิ 37 ± 1 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ไม่น้อยกว่าร้อยละ 95 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำตัวอย่างออกจากแม่พิมพ์ เลือกลงตัวอย่างที่สมบูรณ์ไม่มีรอยแตกหักหรือรูพรุน ทดสอบความทนแรงอัดด้วยเครื่องทดสอบความทน (Universal Testing Machine, LLOYD, Ametek, USA) ดังภาพที่ 12 โดยวางด้านเรียบของวัสดุบนฐานของเครื่องเพื่อให้แรงกดไปตามแนวแกนของวัสดุ ปรับหัวกดให้มีอัตราเร็ว 0.75 มิลลิเมตรต่อนาที

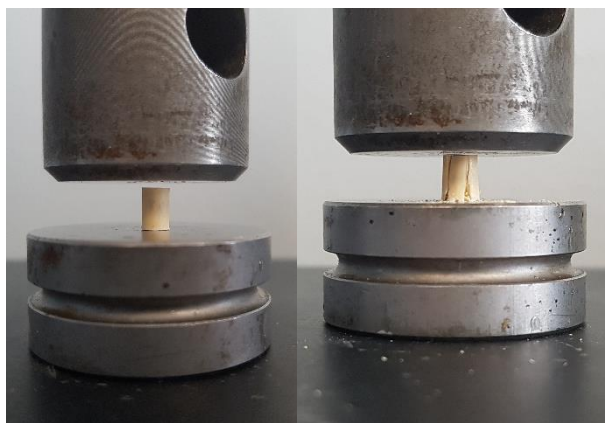
หรือเทียบเท่ากับอัตราให้แรง 50 นิวตันต่อนาที่ บันทึกค่าแรงมากที่สุดที่ทำให้ชิ้นงานแตกหักในหน่วย
เมกะปาสคาล ทำการทดสอบ 15 ตัวอย่างต่อกลุ่ม ดังภาพที่ 13



ภาพที่ 11 แม่พิมพ์เหล็กไร้สนิมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4 มิลลิเมตร สูง 6 มิลลิเมตร



ภาพที่ 12 เครื่องทดสอบความทนแรงอัด (Universal Testing Machine)

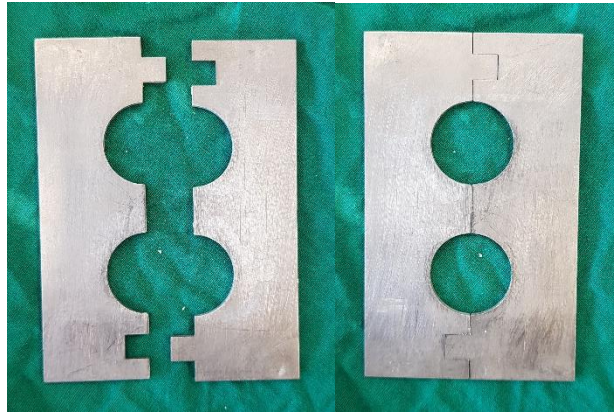


ภาพที่13 การทดสอบชิ้นงานในเรื่องทดสอบความทนแรงอัด

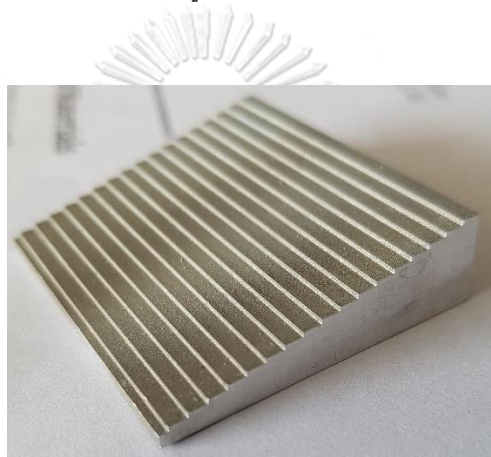
ความทึบรังสี

ดำเนินการทดสอบตามมาตรฐานไอเอสโอ 6876 (2012) (65) และ 9917-1 (2007) (141) โดยเตรียมวัสดุและอุปกรณ์ในอุณหภูมิ 25 ± 1 องศาเซลเซียส ใช้แม่พิมพ์โลหะไร้สนิมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15.0 ± 0.1 มิลลิเมตร สูง 1.0 ± 0.1 มิลลิเมตรดังภาพที่ 14 วางแม่พิมพ์บนแผ่นแก้ว ผสมสารใส่ในแม่พิมพ์ ปิดส่วนบนของแม่พิมพ์ด้วยแผ่นแก้ว เก็บไว้ที่อุณหภูมิ 37 ± 1 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ไม่น้อยกว่าร้อยละ 95 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำตัวอย่างออกจากแม่พิมพ์ บันทึกความหนาของตัวอย่างไว้ วางตัวอย่างและอลูมิเนียมสเต็ปเวดจ์ (aluminium stepwedge) บนแผ่นรับรังสีขนาดเบอร์ 2 (CS 7600 imaging plate No.2, Carestream, USA) โดยอะลูมิเนียมสเต็ปเวดจ์มีลักษณะเป็นขั้นบันได มีความหนาตั้งแต่ 0.5 ถึง 5 ± 0.01 มิลลิเมตร โดยแต่ละขั้นมีความหนาต่างกัน 0.5 ± 0.01 มิลลิเมตร ดังภาพที่ 15 ถ่ายรังสีด้วยเครื่องถ่ายภาพรังสี (X-MIND DC, Seletec Acteon, UK) ดังภาพที่ 16 โดยตั้งค่าการถ่ายภาพรังสีที่ 65 กิโลโวลต์ (kV) กระแสไฟฟ้า 10 มิลลิแอมแปร์ (mA) ระยะเวลาสัมผัสรังสี (exposure time) 0.3 วินาที ระยะเวลาการบอกรังสีถึงฟิล์ม 300 มิลลิเมตร สแกนฟิล์มด้วยเครื่องอ่านฟิล์ม (CS 7600 Digital Imaging System, Carestream, USA) ดังภาพที่ 17 และวัดความทึบรังสีเป็นค่าเกรย์สเกล (grey scale value) เฉลี่ยในพื้นที่ที่เลือกด้วยโปรแกรม CS 7600 Imaging software

คำนวณความทึบรังสีโดยเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยนเกรย์สเกลของตัวอย่างแต่ละชิ้นกับค่าเฉลี่ยเกรย์สเกลของอะลูมิเนียมสเต็ปเวดจ์ระดับขั้นที่มีค่าใกล้เคียงกันมากที่สุด จากนั้นใช้ค่าเฉลี่ยเกรย์สเกลและความหนาของตัวอย่างและอะลูมิเนียมสเต็ปเวดจ์เพื่อคำนวณเปรียบเทียบว่าความทึบรังสีของตัวอย่างที่หนา 1 มิลลิเมตรมีค่าเท่ากับความทึบรังสีของอะลูมิเนียมที่มีความหนามีลิเมตร ใช้จำนวนตัวอย่าง 3 ชิ้นต่อกลุ่มการทดลอง



ภาพที่ 14 แม่พิมพ์เหล็กไร้สนิมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 15 มิลลิเมตร หน้า 1 มิลลิเมตร



ภาพที่ 15 อะลูมิเนียมสเต็ปเวดจ์



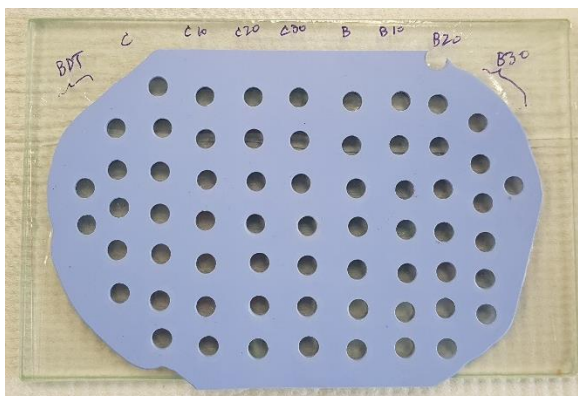
ภาพที่16 เครื่องถ่ายภาพรังสี



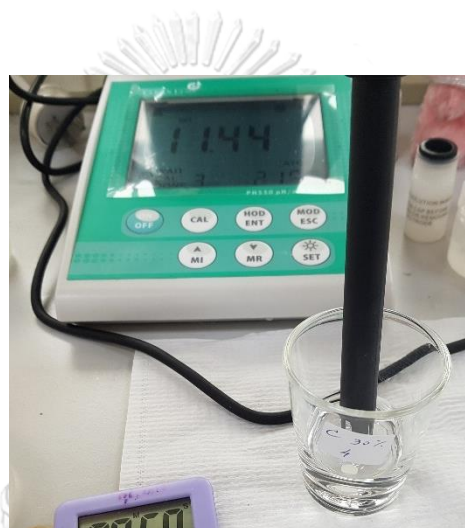
ภาพที่ 17 เครื่องอ่านฟิล์ม

ความเป็นกรด-ด่าง

ดำเนินการทดสอบตามการศึกษาของ Camilleri ในปี ค.ศ. 2008 (87) และ ค.ศ. 2011 (124) เตรียมวัสดุและอุปกรณ์ในอุณหภูมิ 25 ± 1 องศาเซลเซียส ผสมสารใสในใช้แม่พิมพ์ซิลิโคนขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4.0 ± 0.1 มิลลิเมตร สูง 2.0 ± 0.1 มิลลิเมตรดังภาพที่ 18 เก็บไว้ที่อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ไม่น้อยกว่าร้อยละ 95 เป็นเวลา 1 ชั่วโมงเพื่อให้วัสดุแข็งตัว จากนั้นนำตัวอย่างใสในถ้วยแก้วที่มีน้ำกลั่น 10 มิลลิลิตร จำนวน 1 ตัวอย่างต่อ 1 ถ้วย ปิดปากถ้วยแก้วด้วยแผ่นพลาสติกใสเพื่อไม่ให้น้ำระเหย วัดความเป็นกรด-ด่างที่เวลาหลังผสม 3 ชั่วโมง 6 ชั่วโมง 24 ชั่วโมง 48 ชั่วโมง 1 สัปดาห์ 2 สัปดาห์ 4 สัปดาห์ 6 สัปดาห์ และ 8 สัปดาห์ตามลำดับ โดยใช้เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH meter) รุ่น 402A (Orion, Boston, USA) ดังภาพที่ 19 โดยปรับเทียบเครื่องวัดความเป็นกรด-ด่างก่อนการวัดในทุกช่วงเวลาด้วยสารมาตรฐานที่มีค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 4.01, 7.00, 10.01 ตามคำแนะนำของบริษัท เปิดแผ่นพลาสติกใสก่อนการวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง จากนั้นเปิดแผ่นพลาสติกใสกลับคืนเมื่อวัดเสร็จ ล้างหัววัดด้วยน้ำกลั่นและเช็ดให้แห้งหลังการวัดแต่ละตัวอย่าง ใช้ตัวอย่าง 7 ชิ้นต่อหนึ่งกลุ่มการทดลอง



ภาพที่ 18 แม่พิมพ์ซิลิโคนขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4 มิลลิเมตร ทหนา 2 มิลลิเมตร



ภาพที่ 19 วัดค่าความเป็นกรด-ด่าง

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การคำนวณทางสถิติ

CHULALONGKORN UNIVERSITY

แสดงค่าระยะเวลาการก่อตัว ความทนแรงอัด ความที่บั้งสี และความเป็นกรด-ด่างด้วยสถิติเชิงพรรณนา (descriptive analysis)

ทดสอบการกระจายของข้อมูลด้วยการทดสอบ Kolmogorov-Smirnov

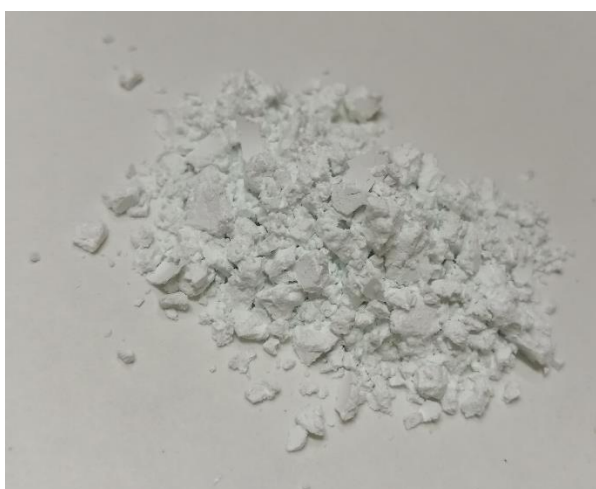
ทดสอบความแตกต่างของเวลาแข็งตัว ความทนแรงอัด และความเป็นกรด-ด่างระหว่างกลุ่มตัวอย่าง ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วกับกลุ่มไปโอเดนทีนด้วยการทดสอบความแปรปรวนทางเดียว (one way ANOVA) เปรียบเทียบความแตกต่างระหว่างกลุ่มด้วยการทดสอบบอนเฟอโรนี (Bonferroni) ที่ระดับนัยสำคัญ 0.05 การทดสอบทางสถิติใช้โปรแกรม IBM SPSS Statistics version 22 วิเคราะห์ข้อมูล

บทที่ 4

ผลการวิเคราะห์ข้อมูล

ผลการศึกษาเปรียบเทียบและผลการวิเคราะห์

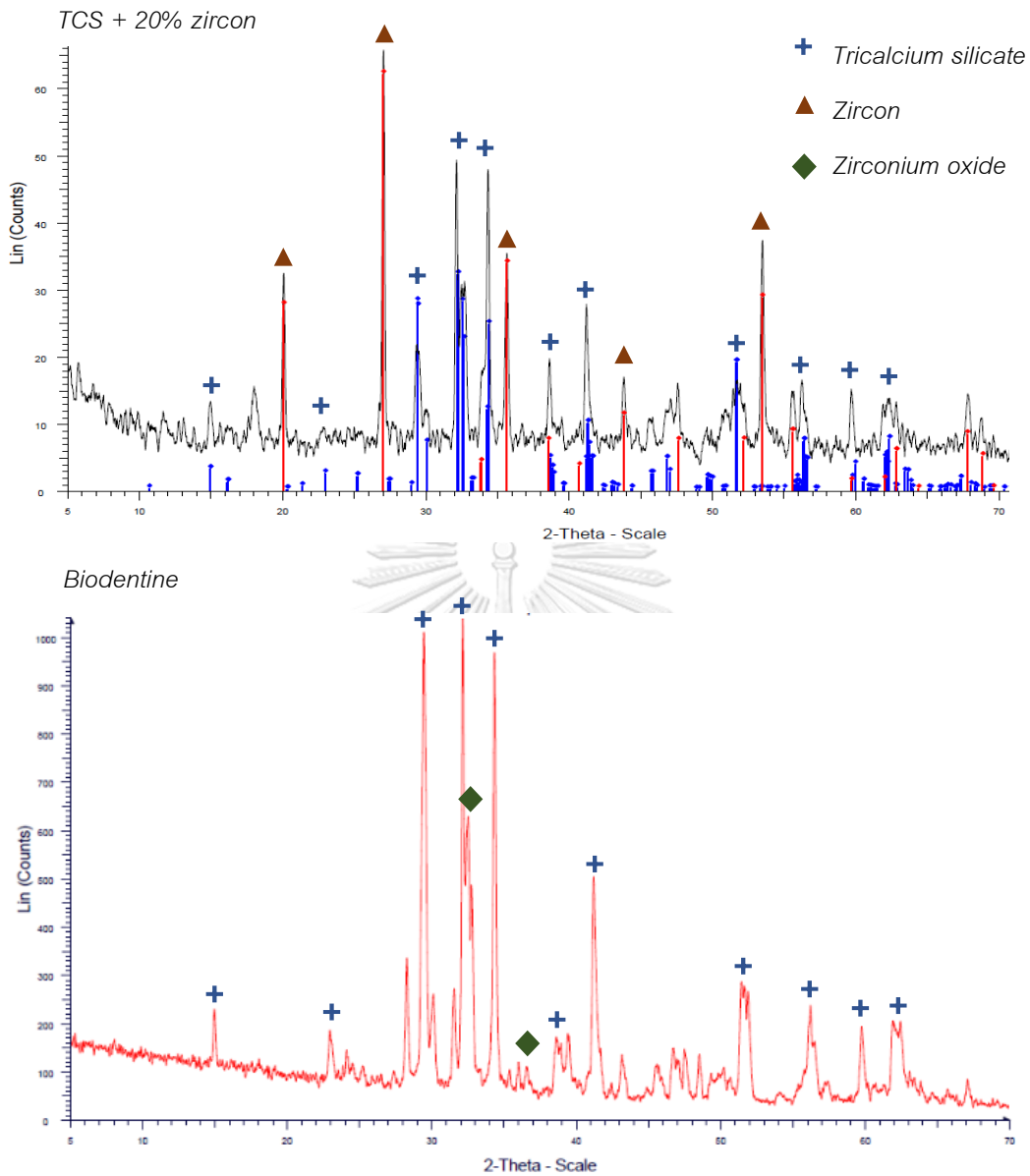
การสังเคราะห์ไตรแคลเซียมซิลิเกตด้วยวิธีโซลิดสเตทและผสมเซอร์คอนเกิดเป็นผงไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่ได้มีสีขาว ดังภาพที่ 20 นำผงซีเมนต์ที่ได้ไปทดสอบองค์ประกอบทางเคมีและคุณสมบัติทางกายภาพต่อไป



ภาพที่ 20 ผงไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์จากการสังเคราะห์

1. การศึกษาส่วนประกอบทางเคมีและขนาดอนุภาค

ผลการทดสอบส่วนประกอบทางเคมีเชิงคุณภาพจากการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ พบว่าส่วนผงของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่มีเซอร์คอนในสัดส่วนร้อยละ 20 และไบโอเดนทินมีไตรแคลเซียมซิลิเกตเป็นส่วนประกอบหลักเหมือนกัน พบเซอร์โคเนียออกไซด์ในไบโอเดนทิน และพบเซอร์คอนในกลุ่มไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็ว ดังภาพที่ 21



ภาพที่ 21 ส่วนประกอบทางเคมีเชิงคุณภาพจากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วที่มีเซอร์คอนร้อยละ 20 และไบโอเดนติน

ผลการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมีเชิงปริมาณจากเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนส์ สเปกโทรมิเตอร์ พบว่า ส่วนผงของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่มีเซอร์คอนในสัดส่วนร้อยละ 20 และไบโอเดนตินที่มีปริมาณธาตุแคลเซียมมากที่สุด ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์พบเซอร์โคเนียม ซิลิกอน และโซเดียมในสัดส่วนรองลงมาตามลำดับ และพบแอสเฟเนียม อะลูมิเนียม สตรอนเทียม ซัลเฟอร์ และอิตเทรียมในปริมาณน้อย ส่วนไบโอเดนตินมีซิลิกอนและเซอร์โคเนียมในสัดส่วนรองลงมาถัดมาตามลำดับ นอกจากนั้นมีแมกนีเซียม แอสเฟเนียม ไอรอน และสตรอนเทียมในปริมาณน้อย ดังแสดงในตารางที่ 1

ตารางที่ 1 ส่วนประกอบทางเคมีเชิงปริมาณจากเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนส์ สเปกโทรมิเตอร์ของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์

TCS +20% zircon

Ca	Zr	Si	Na	Hf	Al	Sr	S	Y
43.0 %	12.2 %	10.5 %	0.181 %	0.136 %	0.120 %	478 PPM	461 PPM	248 PPM

Biodentine

Ca	Si	Zr	Mg	Hf	Fe	Sr
50.5 %	9.43 %	4.08 %	927 PPM	675 PPM	658 PPM	96.9 PPM

ผลการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมีในรูปแบบของธาตุโลหะจากส่วนของเหลวของไบโอเดนทินพบว่าปริมาณธาตุแคลเซียม 93.00 กรัมต่อลิตร เมื่อนำมาคำนวณเป็นความเข้มข้นของแคลเซียมคลอไรด์ได้เท่ากับร้อยละ 20 โดยมวลต่อปริมาตร จึงใช้สารละลายแคลเซียมคลอไรด์ร้อยละ 20 เป็นส่วนของเหลวของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อดัวเร็ว

ผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของซีเมนต์พบว่าการกระจายของอนุภาค D50 ของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อดัวเร็วที่ผสมเซอรัคคอนร้อยละ 10, 20 และ 30 มีค่าเป็น 3.26, 4.25 และ 3.15 ไมโครเมตรตามลำดับ ในส่วนของไบโอเดนทินมีขนาดอนุภาคเท่ากับ 6.26 ไมโครเมตร

2. การศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพ

ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อดัวเร็วที่มีเซอรัคคอนในสัดส่วนต่างๆ ที่นำมาทดสอบ เตรียมได้จากการนำส่วนผสมกับสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ร้อยละ 20 เพื่อเปรียบเทียบกับไบโอเดนทิน

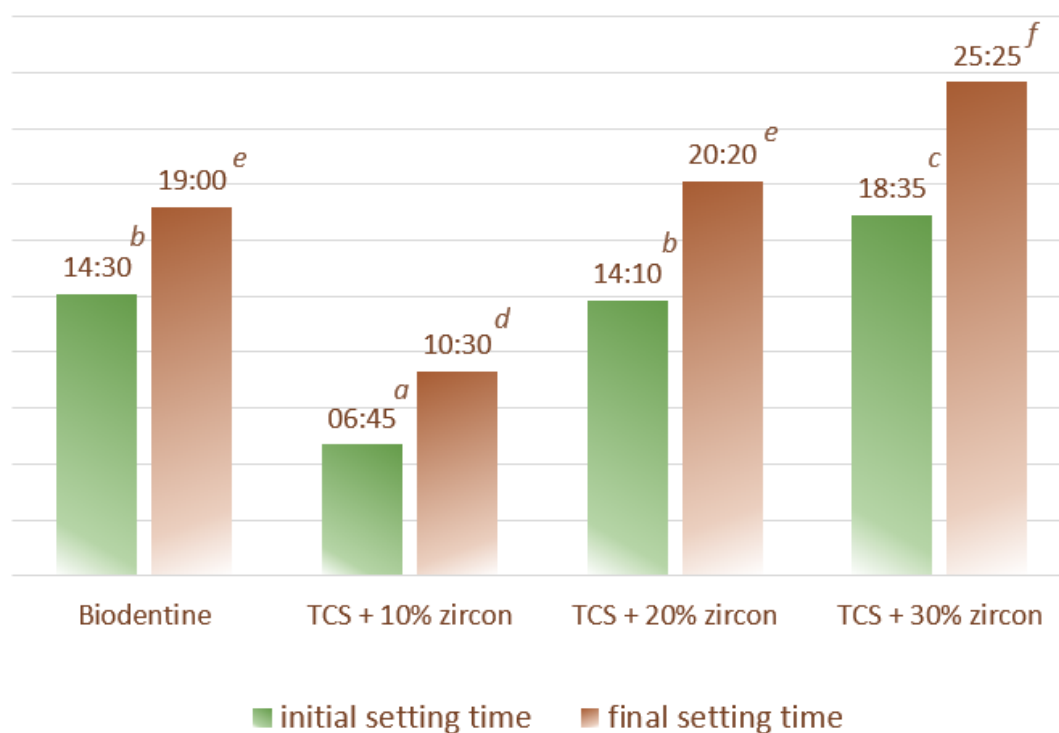
2.1 เวลาแข็งตัว

เวลาแข็งตัวขั้นต้นและเวลาแข็งตัวสมบูรณ์ของซีเมนต์ชนิดต่างๆ แสดงในตารางที่ 2 และภาพที่ พบว่าไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อดัวเร็วเมื่อมีการผสมเซอรัคคอนในสัดส่วนมากขึ้นจะมีเวลาแข็งตัวขั้นต้นและเวลาแข็งตัวสมบูรณ์มากขึ้นตามไปด้วย โดยไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อดัวเร็วที่มีส่วนผสมของเซอรัคคอนร้อยละ 20 มีเวลาแข็งตัวขั้นต้นและเวลาแข็งตัวสมบูรณ์ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติเมื่อเปรียบเทียบกับไบโอเดนทิน ในขณะที่ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อดัวเร็วที่มีส่วนผสมของเซอรัคคอนร้อยละ 10 และ 30 มีเวลา ก่อดัวขั้นต้นและเวลา ก่อดัวสมบูรณ์น้อยกว่าและมากกว่าไบโอเดนทินอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติตามลำดับ

ตารางที่ 2 เวลาแข็งตัวขั้นต้นและเวลาแข็งตัวสมบูรณ์ของซีเมนต์แต่ละกลุ่ม

วัสดุ	เวลาแข็งตัวขั้นต้น (นาที)			เวลาแข็งตัวสมบูรณ์ (นาที)		
	mean	SD	p	mean	SD	p
Biodentine	14:30 ^b	0:42	0.022	19:00 ^e	1:24	0.017
TCS 10% zircon	06:45 ^a	1:45		10:30 ^d	2:49	
TCS 20% zircon	14:10 ^b	0:14		20:20 ^e	0:28	
TCS 30% zircon	18:35 ^c	0:35		25:25 ^f	1:18	

ตัวอักษรยกที่ต่างกันแสดงความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ



ภาพที่ 22 แสดงเวลาแข็งตัวขั้นต้นและเวลาแข็งตัวสมบูรณ์ในหน่วยนาฬิกาของซีเมนต์แต่ละกลุ่ม

ตัวอักษรยกที่ต่างกันแสดงความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ

2.2 ความทนแรงอัด

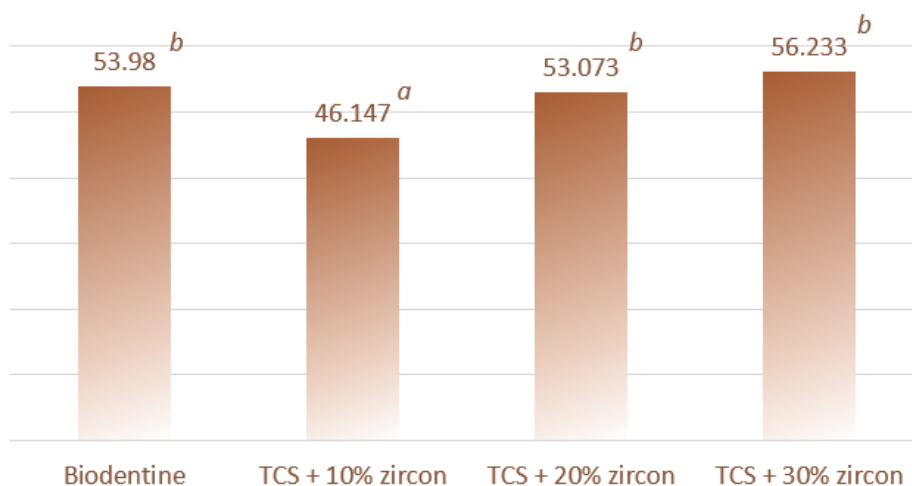
ค่าความทนแรงอัดของซีเมนต์ชนิดต่างๆ แสดงในตารางที่ 3 และภาพที่ 23 พบว่าไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วเมื่อมีส่วนผสมของเซอร์คอนในสัดส่วนที่เพิ่มขึ้นจะมีค่าความทนแรงอัดเพิ่มขึ้นด้วย ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วที่มีเซอร์คอนร้อยละ 10 มีค่าความทนแรงอัดน้อยกว่าไปโอเดนทีนอย่าง

มีนัยสำคัญทางสถิติ สำหรับไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อดัวเร็วที่มีเซอร์คอนร้อยละ 20 และ 30 มีค่าความทนแรงอัดที่ไม่แตกต่างกัน และไม่แตกต่างจากไบโอเดนทินอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ

ตารางที่ 3 ค่าความทนแรงอัดของซีเมนต์ชนิดต่างๆ

กลุ่ม	Mean (MPa)	SD	p
Biodentine	53.98 ^b	5.80	<0.000
TCS 10% zircon	46.15 ^a	3.84	
TCS 20% zircon	53.07 ^b	3.97	
TCS 30% zircon	56.23 ^b	5.32	

ตัวอักษรยกที่ต่างกันแสดงความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ



ภาพที่ 23 แสดงความทนแรงอัดของซีเมนต์ชนิดต่างๆ ในหน่วยเมกะปาสคาล

ตัวอักษรยกที่ต่างกันแสดงความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ

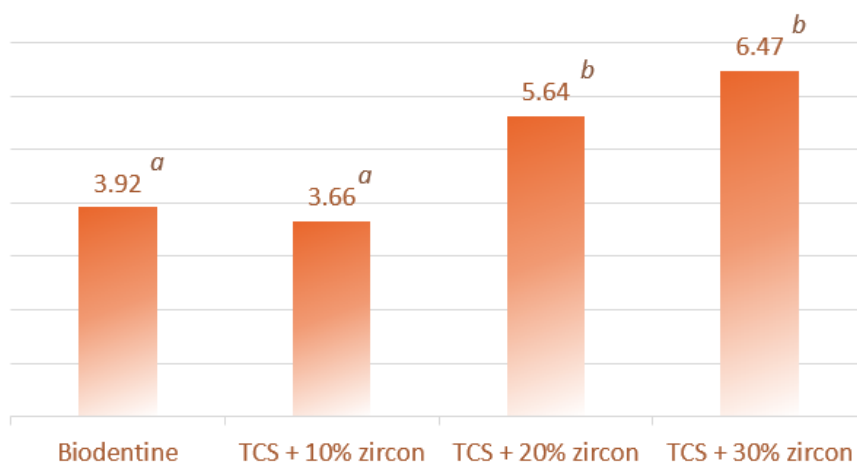
2.3 ความทึบรังสี

ความทึบรังสีของซีเมนต์ชนิดต่างๆ เปรียบเทียบกับความหนาของอะลูมิเนียมในหน่วยมิลลิเมตรแสดงในตารางที่ 4 และภาพที่ 24 ค่าความทึบรังสีของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อดัวเร็วจะมีค่ามากขึ้นเมื่อมีส่วนผสมของเซอร์คอนในสัดส่วนที่เพิ่มขึ้น โดยไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อดัวเร็วที่มีเซอร์คอนร้อยละ 10 มีค่าความทึบรังสีไม่ต่างจากไบโอเดนทินอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ในขณะที่ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อดัวเร็วที่มีเซอร์คอนร้อยละ 20 และ 30 มีค่าความทึบรังสีที่ไม่ต่างกัน และมากกว่าไบโอเดนทินอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ

ตารางที่ 4 ค่าความทึบรังสีของซีเมนต์ชนิดต่างๆ เปรียบเทียบกับความหนาของอะลูมิเนียมในหน่วยมิลลิเมตร

กลุ่ม	Mean (mm AI)	SD	p
Biodentine	3.92 ^a	0.52	<0.000
TCS 10% zircon	3.66 ^a	0.30	
TCS 20% zircon	5.64 ^b	0.15	
TCS 30% zircon	6.47 ^b	0.11	

ตัวอักษรยกที่ต่างกันแสดงความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ



ภาพที่ 24 แสดงความถี่รังสีของซีเมนต์ชนิดต่างๆ เปรียบเทียบกับความหนาของอะลูมินัมในหน่วยมิลลิเมตร

ตัวอักษรยกที่ต่างกันแสดงความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

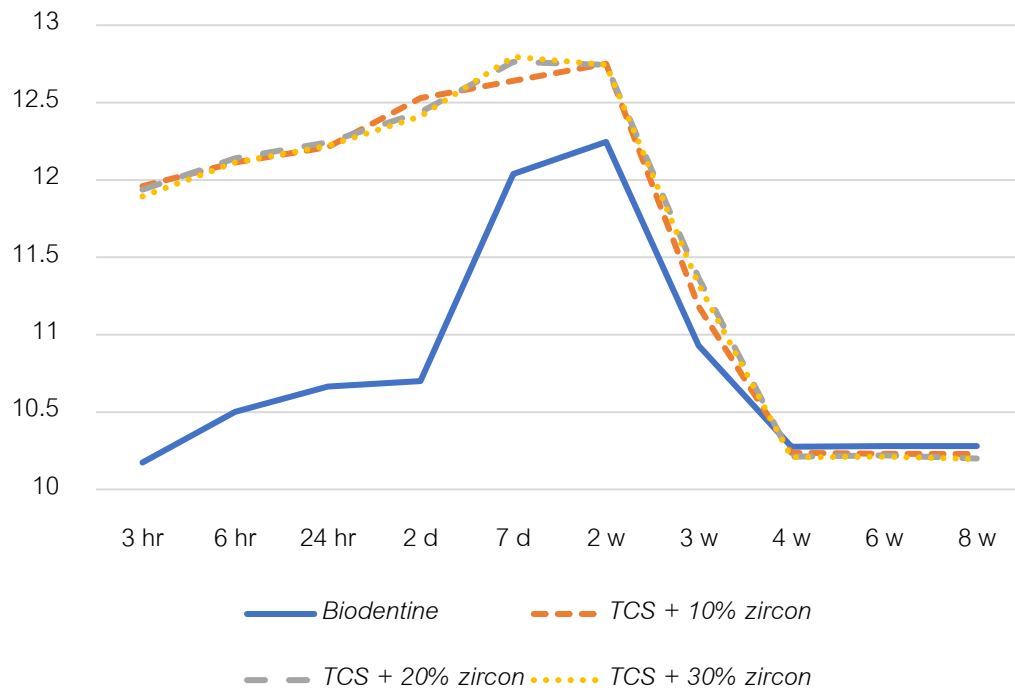
CHULALONGKORN UNIVERSITY

2.4 ความเป็นกรด-ด่าง

ค่าความเป็นกรด-ด่างของซีเมนต์ชนิดต่างๆ ที่ระยะเวลา 3 ชั่วโมงถึง 8 สัปดาห์แสดงในภาพที่ 22 พบว่าไตรแคลเซียมซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วเมื่อผสมเซอร์คอนในสัดส่วนต่างๆ ไม่ส่งผลต่อค่าความเป็นกรด-ด่างใน ทุกช่วงเวลา ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วทุกกลุ่มมีค่าความเป็นกรด-ด่างมากกว่าไบโอเดนทินอย่าง มีนัยสำคัญทางสถิติตั้งแต่เวลา 3 ชั่วโมงถึง 3 สัปดาห์ จากนั้นในระยะเวลา 4 ถึง 8 สัปดาห์ค่าความเป็นกรด- ด่างของทุกกลุ่มไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ

ที่เวลา 3 ชั่วโมงไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วมีค่าความเป็นกรด-ด่าง 11.9 ถึง 12.0 ในขณะที่ไบโอเดนทินมีค่าความเป็นกรด-ด่าง 10.2 จากนั้นซีเมนต์ทุกกลุ่มมีค่าความเป็นกรด-ด่างเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ จนมีค่าสูงสุดที่ระยะเวลา 2 สัปดาห์ โดยค่าความเป็นกรด-ด่างสูงสุดของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัว เร็วมีค่า 12.7 ถึง 12.8 ในขณะที่ค่าความเป็นกรด-ด่างสูงสุดของไบโอเดนทินคือ 12.2 ภายหลังจาก 2 สัปดาห์

เป็นต้นไปค่าความเป็นกรด-ด่างของทุกกลุ่มมีค่าลดลง ในที่สุดค่าความเป็นกรด-ด่างของซีเมนต์ทุกกลุ่มมีค่าคงที่ประมาณ 10.2 ตั้งแต่เวลา 4 สัปดาห์เป็นต้นไปจนถึง 8 สัปดาห์



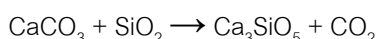
ภาพที่ 25 ค่าความเป็นกรด-ด่างของซีเมนต์ชนิดต่างๆ ที่ระยะเวลา 3 ชั่วโมงถึง 8 สัปดาห์

บทที่ 5

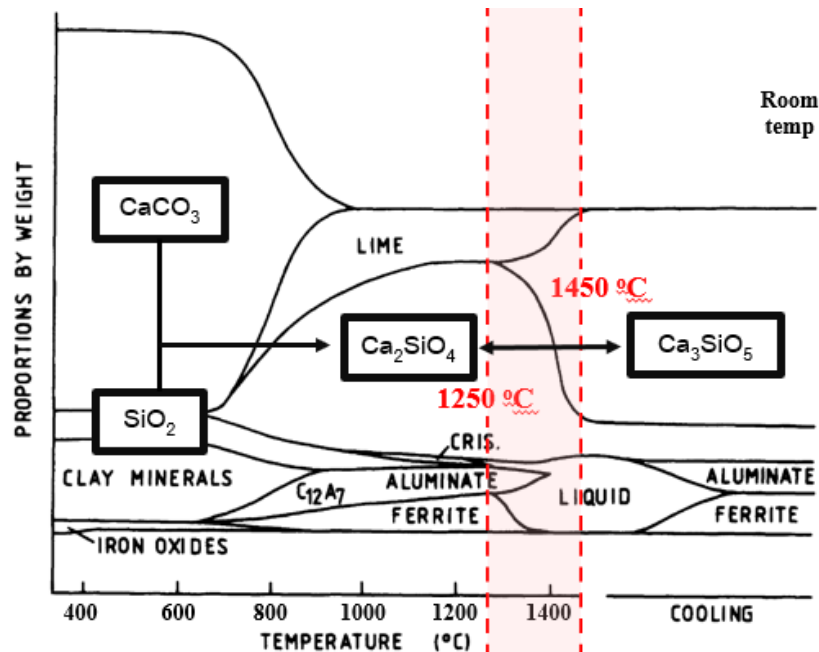
สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ

อภิปรายผลการวิจัย

ไตรแคลเซียมซิลิเกตสามารถสังเคราะห์ได้ในห้องปฏิบัติการด้วยวิธีโซลิดสเตท โดยเผาส่วนผสมของสารตั้งต้นที่เป็นสถานะของแข็งที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส ใช้สารตั้งต้นคือซิลิกาและแคลเซียมคาร์บอเนต ซึ่งปฏิกิริยาการเกิดไตรแคลเซียมซิลิเกตจากสารตั้งต้นดังกล่าวเป็นดังสมการ



ผลผลิตจากปฏิกิริยานี้เกิดเป็นไตรแคลเซียมซิลิเกต และคาร์บอนไดออกไซด์ โดยคาร์บอนไดออกไซด์ที่มีสถานะเป็นก๊าซจะระเหยออก เหลือเพียงไตรแคลเซียมซิลิเกตที่มีสถานะเป็นของแข็ง ในปฏิกิริยานี้ไตรแคลเซียมซิลิเกตจะเกิดขึ้นเมื่อเผาให้ความร้อนจนได้อุณหภูมิ 1250 ถึง 1450 องศาเซลเซียส (38) การลดอุณหภูมิอย่างรวดเร็วด้วยลม (air quenching) หลังการเผาเป็นสิ่งสำคัญ เนื่องจากหากอุณหภูมิของระบบค่อยๆ ลดลงจาก 1450 จนต่ำกว่า 1250 องศาเซลเซียส ไตรแคลเซียมซิลิเกตจะเปลี่ยนวิภาค (phase) ไปเป็นไดแคลเซียมซิลิเกต ดังนั้นเมื่อไตรแคลเซียมซิลิเกตที่เกิดขึ้นจากการเผาส่วนผสมของสารตั้งต้นที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส ต้องทำให้อุณหภูมิลดลงต่ำกว่า 1250 องศาอย่างรวดเร็วเพื่อคงสภาพวิภาคไตรแคลเซียมซิลิเกตไว้ได้ หากอุณหภูมิลดลงไม่เร็วเพียงพอ ไตรแคลเซียมซิลิเกตบางส่วนอาจเปลี่ยนสภาพเป็นไดแคลเซียมซิลิเกต ดังที่แสดงในภาพที่ 23 ซึ่งอาจส่งผลกระทบต่อคุณสมบัติทางกายภาพของวัสดุได้



ภาพที่ 26 วัฏภาคของไตรแคลเซียมซิลิเกต (Ca_3SiO_5) และไดแคลเซียมซิลิเกต (Ca_2SiO_4) โดยมีซิลิกา (SiO_2) และแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) เป็นสารตั้งต้นที่อุณหภูมิต่างๆ

เซอร์คอนทวายเมื่อนำมาเผาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส จะได้เป็นเซอร์โคเนียมซิลิเกตหรือเซอร์คอน นำมาผสมกับไตรแคลเซียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้เพื่อเพิ่มความที่บร้งสี เซอร์คอนเป็นสารที่ใช้กันแพร่หลาย แต่ยังไม่มีการศึกษาใดที่ใช้เซอร์คอนเป็นสารที่บร้งสีให้กับไบโอเซรามิกซีเมนต์ในงานรักษาคอลงรากฟัน

ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วมีกระบวนการผลิตที่ไม่ซับซ้อน สามารถทำได้ในห้องปฏิบัติการ สารตั้งต้นที่ใช้ได้แก่ซิลิกา แคลเซียมคาร์บอเนต เซอร์คอน และแคลเซียมคลอไรด์ ล้วนแต่เป็นสารเคมีบริสุทธิ์ที่หาได้ทั่วไปและมีราคาไม่สูง ดังนั้นการผลิตไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วนี้จึงมีต้นทุนต่ำกว่าการซื้อผลิตภัณฑ์จากต่างประเทศ อย่างไรก็ตาม เพื่อให้เกิดผลิตภัณฑ์เป็นไตรแคลเซียมซิลิเกตที่บริสุทธิ์มากที่สุดหรือเกิดการปนเปื้อนน้อยที่สุด กระบวนการผลิตจะต้องควบคุมปัจจัยต่างๆ อย่างระมัดระวัง ดังนี้

1. ใช้กระดาษฟอยล์รองกันเบ้าหลอมอะลูมินา เพื่อป้องกันไม่ให้ชิ้นงานส่วนผสมของสารตั้งต้นสัมผัสกับเบ้าหลอมโดยตรง เพราะพื้นผิวของชิ้นงานที่สัมผัสเบ้าหลอมจะเกิดการปนเปื้อนของอะลูมิเนียมขณะเผาได้

2. ควบคุมอุณหภูมิและระยะเวลาการเผาให้คงที่ที่ 1450 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง และหลังจากเผาครบกำหนดเวลา ต้องนำเข้าหลอมออกจากเตาหลอมแล้วลดอุณหภูมิอย่างรวดเร็วทันที เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดไดแคลเซียมซิลิเกตเจือปน
3. ขั้นตอนที่ใช้ตัวกลางร่วมกับการบดด้วยเครื่องบด จะต้องระเหยตัวกลางให้หมดทุกครั้งเพื่อป้องกันการปนเปื้อนของตัวกลาง เช่น เอทานอล และอะซิโตน
4. รมัดระวังไม่ให้ไตรแคลเซียมซิลิเกตได้รับความชื้น เนื่องจากจะเกิดปฏิกิริยาก่อตัวได้ โดยเฉพาะหลังจากบดละเอียดเป็นผงซีเมนต์ในขั้นตอนสุดท้าย ไตรแคลเซียมซิลิเกตที่มีขนาดอนุภาคเล็กกลง จะไวต่อความชื้นมากขึ้น จำเป็นต้องเก็บผงไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ในภาชนะสุญญากาศที่บรรจุด้วยเม็ดดูดความชื้นเสมอ

ผลการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมีด้วยการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์และเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์ พบว่า ส่วนประกอบหลักทางเคมีของส่วนผงของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่มีเซอร์คอนในสัดส่วนร้อยละ 20 ใกล้เคียงกับส่วนผงของไบโอเดนทิน คือมีไตรแคลเซียมซิลิเกตเป็นส่วนประกอบหลัก พบสารที่บ่งชี้คือเซอร์คอน ในไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็ว และพบเซอร์โคเนียมออกไซด์ในไบโอเดนทิน นอกจากนี้ยังพบธาตุอื่นๆ เจือปนอยู่ในปริมาณเล็กน้อย โดยไม่พบสิ่งแปลกปลอมจำพวกโลหะหนักที่เป็นอันตรายได้แก่ ดีบุก (Sn) สังกะสี (Zn) ทองแดง (Cu) สารหนู (As) ปรอท (Hg) ตะกั่ว (Pb) และแคดเมียม (Cd) ในส่วนของแร่ธาตุเจือปนอื่นๆ ที่พบในส่วนผงของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ได้แก่ โซเดียม (Na) แฮฟเนียม (Hf) อะลูมิเนียม (Al) สตรอนเทียม (Sr) ซัลเฟอร์ (S) และอิตเทรียม (Y) สิ่งเจือปนที่พบในไบโอเดนทินได้แก่ แมกนีเซียม (Mg) แฮฟเนียม (Hf) ไอรอน (Fe) และสตรอนเทียม (Sr) เมื่อเปรียบเทียบกับผลการศึกษาในอดีต การศึกษาของ Camilleri และคณะในปี 2013 วิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมีของไตรแคลเซียมซิลิเกตและส่วนผงของไบโอเดนทินด้วยการเลี้ยวเบนของเอ็กซ์เรย์และเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์ พบว่าไตรแคลเซียมซิลิเกตไม่มีสิ่งเจือปนใดๆ ในขณะที่ไบโอเดนทินพบส่วนประกอบหลักเป็นไตรแคลเซียมซิลิเกตและเซอร์โคเนียมออกไซด์ พบสิ่งเจือปนเป็นอะลูมิเนียมและแมกนีเซียม (44) การศึกษาของ Grech และคณะในปี 2013 ศึกษาส่วนประกอบทางเคมีของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่มีเซอร์โคเนียมออกไซด์ร้อยละ 20 เป็นสารที่บ่งชี้และไบโอเดนทิน ด้วยวิธีการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์และสเปกโตรสโคปีแบบเอฟทีไออาร์ (FT-IR, Fourier transform infrared spectroscopy) พบว่าไบโอเดนทินและไตรแคลเซียมซิลิเกตที่มีสารที่บ่งชีมีส่วนประกอบหลักเป็นไตรแคลเซียมซิลิเกตและเซอร์โคเนียมออกไซด์ โดยไม่ได้รายงานสารเจือปนอื่นๆ ที่พบ (63) การศึกษาของ Camilleri ในปี ค.ศ. 2011 วิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมีของไตรแคลเซียมซิลิเกตที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีโซล-เจล (sol-gel method) ด้วยวิธีการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ เอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์ และเอ็ดไอเอ็กซ์ (EDX, X-ray energy dispersive analysis) พบว่าไตรแคลเซียมซิลิเกตที่ได้จากการสังเคราะห์มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99 พบไตรแคลเซียมซิลิเกตเจือปนร้อยละ 1 และพบฟอสเฟต 0.1 ส่วนในล้านส่วนเมื่อแช่ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ในสารละลายเฮซปีเอสเอส (HBSS) เป็นเวลา 28 วัน (38) การศึกษาของ Grech และคณะในปี 2012 สิ่งเจือปนที่พบใน

ไบโอเดนทินที่แตกต่างจากการศึกษาอื่นๆ อาจเป็นเพราะไบโอเดนทินที่ใช้ในการทดสอบเป็นผลิตภัณฑ์จากต่างรอบการผลิต ส่งผลให้มีสิ่งเจือปนที่ต่างกันออกไป สำหรับสิ่งเจือปนที่พบในไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ในการศึกษานี้พบจำนวนชนิดธาตุมากกว่าไบโอเดนทิน อาจเป็นผลมาจากการปนเปื้อนในระหว่างกระบวนการสังเคราะห์ หรือจากสารตั้งต้นที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.5 จึงมีโอกาสพบสิ่งเจือปนได้บ้าง ทั้งนี้สิ่งเจือปนที่พบมีปริมาณน้อยมาก อาจไม่ส่งผลต่อคุณสมบัติของซีเมนต์ อย่างไรก็ตามควรควบคุมกระบวนการสังเคราะห์เพื่อป้องกันการปนเปื้อนให้ได้มากที่สุด

การทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพของวัสดุเป็นสิ่งสำคัญ โดยมีมาตรฐานการทดสอบและกำหนดค่ามาตรฐานสำหรับวัสดุทางทันตกรรมจากองค์กรต่างๆ การวิจัยนี้ทำการทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพได้แก่ เวลาแข็งตัว ความทนแรงอัด ความที่บ่งสี และความเป็นกรด-ด่างโดยอ้างอิงจากมาตรฐาน ISO 6876 (2012) และ 9917-1 (2007) ซึ่งเป็นมาตรฐานที่เป็นสากลที่มีการศึกษาอ้างอิงมากมาย (38, 44, 61, 82)

เวลาแข็งตัวถือเป็นหนึ่งในปัจจัยที่มีความสำคัญที่สุดทางคลินิกของวัสดุทางทันตกรรม เวลาแข็งตัวควรมีความเหมาะสมต่อการใช้งาน หากวัสดุมีระยะเวลาแข็งตัวที่นาน วัสดุอาจไม่สามารถคงรูปอยู่หรือคงคุณสมบัติทางกายภาพไว้ได้ และส่งผลให้ไม่สามารถรักษาให้เสร็จในครั้งเดียวเนื่องจากต้องรอเวลาให้วัสดุแข็งตัว นอกจากนี้เวลาแข็งตัวที่นานจะส่งผลให้การควบคุมวัสดุ (handling characteristic) ทำได้ยากยิ่งขึ้น (122) หากวัสดุที่แข็งตัวช้าอยู่ในบริเวณที่มีความชื้นมักถูกละลายได้ง่าย ส่งผลเสียต่อความแนบสนิทของวัสดุได้ การศึกษาเวลาแข็งตัวของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อก้อนเร็วที่มีเซอร์คอนในสัดส่วนต่างๆ ในการศึกษานี้ทดสอบเวลาแข็งตัวโดยอ้างอิงจากมาตรฐาน ISO 6876 (2012) พบว่าเมื่อมีสัดส่วนของเซอร์คอนเพิ่มมากขึ้น ส่งผลให้มีระยะเวลาก่อก้อนขึ้นต้นและเวลา ก่อก้อนสมบูรณ์เพิ่มขึ้นด้วย เนื่องจากสัดส่วนเซอร์คอนที่เพิ่มขึ้นทำให้สัดส่วนของไตรแคลเซียมซิลิเกตลดลง ไตรแคลเซียมซิลิเกตที่ผสมกับน้ำจะเกิดปฏิกิริยาไฮเดรชันเกิดเป็นแคลเซียมซิลิเกตไฮเดรทเจลเพิ่มมากขึ้นเรื่อยๆ โดยแคลเซียมคลอไรด์จะเร่งอัตราการเกิดปฏิกิริยาดังกล่าว (84) ดังนั้นหากสัดส่วนเซอร์คอนมากขึ้น สัดส่วนของไตรแคลเซียมซิลิเกตในซีเมนต์ลดลง ทำให้สัดส่วนของไตรแคลเซียมซิลิเกตต่อน้ำลดลงด้วยเช่นกัน ส่งผลให้มีระยะเวลาแข็งตัวของซีเมนต์ที่นานขึ้นด้วยเช่นกัน ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่มีเซอร์คอนร้อยละ 20 มีเวลาแข็งตัวขึ้นต้นและเวลาแข็งตัวสมบูรณ์เท่ากับ 14:10 นาทีและ 20:20 นาทีตามลำดับ ไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติกับไบโอเดนทินที่มีเวลาแข็งตัวขึ้นต้นและเวลาแข็งตัวสมบูรณ์ 14:30 นาทีและ 19:00 นาทีตามลำดับ เวลาแข็งตัวนี้สามารถทำให้การรักษาคลองรากฟันเสร็จสมบูรณ์ได้ภายในครั้งเดียว

เวลาแข็งตัวของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อก้อนเร็วในการศึกษานี้ต่างจากการศึกษาอื่นๆ การศึกษาของ Wang และคณะในปี ค.ศ. 2008 ทดสอบเวลาแข็งตัวของไตรแคลเซียมซิลิเกตที่มีแคลเซียมคลอไรด์ร้อยละ 20 ผสมกับน้ำปราศจากไอออน (deionized water) โดยใช้แรงกด 280 กรัมและ 350 กรัม สำหรับทดสอบเวลาแข็งตัวขึ้นต้นกับเวลาแข็งตัวสมบูรณ์ตามลำดับ พบว่ามีเวลาแข็งตัวขึ้นต้น 85 นาที และ

เวลาแข็งตัวสมบูรณ์ 130 นาที (124) ผลการศึกษาที่ต่างกันมาจากน้ำหนักถ่วงเครื่องทดสอบการแข็งตัวต่างจากที่มาตรฐานไอเอสโอกำหนดไว้ การศึกษาของ Grech และคณะในปี ค.ศ. 2013 พบว่าไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่มีเซอร์โคเนียมออกไซด์เป็นสารที่บ่งสีร้อยละ 20 เมื่อทดสอบตามมาตรฐานไอเอสโอ 9917-1 (2007) โดยทดสอบทุกๆ ช่วงเวลา 15 นาที พบว่าเวลาแข็งตัวสมบูรณ์เท่ากับ 290 นาที (61) การศึกษาของ Maecela และคณะในปี ค.ศ. 2021 พบว่าไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่มีเซอร์โคเนียมออกไซด์ร้อยละ 30 และไบโอซิลิเกต (Biosilicate, $P_2O_5-Na_2O-CaO-SiO_2$) ร้อยละ 10 และ 20 มีเวลาก่อตัวขั้นต้น 37 และ 35 นาทีตามลำดับเมื่อทดสอบตามมาตรฐานไอเอสโอ 6876 (2012) (68) เมื่อเปรียบเทียบกับการศึกษาที่พบว่ามีเวลาแข็งตัวมากกว่า ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วที่มีเซอร์คอนในสัดส่วนร้อยละ 20 และ 30 เนื่องจากใส่สารเร่งปฏิกิริยาทำให้มีเวลาก่อตัวเร็วขึ้น

ความทนแรงอัดของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วพบว่าเปลี่ยนแปลงไปตามสัดส่วนของเซอร์คอนในซีเมนต์ที่ใช้เป็นสารที่บ่งสี การศึกษานี้ทดสอบความทนแรงกดตามมาตรฐาน ISO 6876 (2012) เมื่อมีเซอร์คอนในสัดส่วนที่มากขึ้นส่งผลให้ค่าความทนแรงกดของซีเมนต์สูงขึ้นด้วย เนื่องจากเซอร์คอนเป็นสารประกอบที่เสถียรและมีความทนแรงอัดที่สูง ถูกใช้เป็นสารเติมแต่งให้กับวัสดุต่างๆ เพื่อเพิ่มความทนแรงกด (142) จึงส่งผลให้ซีเมนต์ที่มีสัดส่วนเซอร์คอนมากขึ้นมีค่าความทนแรงอัดที่สูงขึ้นด้วย มาตรฐาน ISO 9917-1 (2007) กำหนดให้ความทนแรงอัดของซีเมนต์ทางทันตกรรมที่ใช้เป็นวัสดุรองพื้นมีค่าขั้นต่ำ 50 เมกะปาสคาล การวิจัยนี้พบว่าไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วที่มีเซอร์คอนร้อยละ 20 ถึง 30 มีค่าความทนแรงอัด 53.07 และ 56.23 เมกะปาสคาล ซึ่งสูงกว่าค่ามาตรฐานที่ไอเอสโอกำหนดไว้

เมื่อเปรียบเทียบค่าความทนแรงอัดกับการศึกษาอื่นๆ ที่ทดสอบตามมาตรฐานไอเอสโอ 9917-1 (2007) พบว่าการศึกษานี้มีค่าสูงกว่า โดยการศึกษาของ Fromosa และคณะในปี ค.ศ. 2012 พบว่าไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่มีบิสมัธออกไซด์ร้อยละ 20 มีค่าความทนแรงอัด 27.16 เมกะปาสคาล (82) ซึ่งน้อยกว่าผลจากการศึกษานี้เพราะใช้สารที่บ่งสีที่ต่างกัน โดยบิสมัธออกไซด์ส่งผลให้ความทนแรงอัดของซีเมนต์มีค่าต่ำลง (82) การศึกษาของ Grech และคณะในปี ค.ศ. 2013 พบว่าไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่มีเซอร์โคเนียมออกไซด์ร้อยละ 20 มีค่าความทนแรงอัด 23.55 เมกะปาสคาล การศึกษานี้เก็บตัวอย่างไว้ในสารละลายเฮกซ์ไฮดรอกซีเอทิลเซลลูโลสที่ผสมเจลาติน (gelatinized HBSS) (61) จึงอาจส่งผลให้มีค่าความทนแรงอัดแตกต่างจากตัวอย่างที่เก็บในความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 90 ของการศึกษานี้ นอกจากนี้สาเหตุที่ความทนแรงอัดของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วในการศึกษานี้มีค่าสูงกว่าการศึกษานี้อาจเป็นเพราะมีแคลเซียมคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งมีการศึกษาพบว่าแคลเซียมคลอไรด์ส่งผลให้ซีเมนต์มีค่าความทนแรงอัดมากขึ้น (84, 90)

ความที่บ่งสีเป็นสิ่งสำคัญที่ช่วยให้สามารถแยกแยะวัสดุจากเนื้อฟันได้ในภาพถ่ายรังสี มาตรฐาน ISO 6876 (2012) กำหนดให้ความที่บ่งสีของซีเมนต์ทางทันตกรรมมีค่าเทียบเท่ากับ 3 มิลลิเมตรของอะลูมิเนียม

หรือมากกว่า การศึกษาในอดีตมักใช้เซอร์โคเนียออกไซด์ (44, 61) และบิสมัธออกไซด์ (82) เป็นสารที่บ่งชี้สำหรับไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ บิสมัธออกไซด์ไม่เป็นที่นิยมในปัจจุบันเนื่องจากพบว่าทำให้พื้นเปลี่ยนเป็นสีเข้ม (107) และส่งผลให้ค่าความทนแรงอัดลดลง (94, 143) สาเหตุที่เลือกใช้เซอร์คอนเป็นสารที่บ่งชี้ในการวิจัยนี้เนื่องจากเซอร์คอนเป็นแร่ที่พบได้มากในธรรมชาติ มีสีขาว มีราคาไม่สูง มีความที่บ่งชี้สูง เชื่อยต่อปฏิกิริยา มีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ และมีคุณสมบัติทางกายภาพอื่นๆ ที่เหมาะสม (144) ในปัจจุบัน ยังไม่พบว่ามีการศึกษาใดที่ใช้เซอร์คอนเป็นสารที่บ่งชี้ให้กับไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ การวิจัยนี้พบว่าเมื่อผสมเซอร์คอนกับไตรแคลเซียมซิลิเกตสัดส่วนเท่ากับหรือมากกว่าร้อยละ 10 ส่งผลให้ซีเมนต์มีความที่บ่งชี้มากกว่า 3 มิลลิเมตรของอะลูมิเนียมซึ่งเป็นข้อกำหนดขั้นต่ำของมาตรฐาน ISO 6876 (2012) เมื่อไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วมีส่วนเซอร์คอนร้อยละ 20 และ 30 มีความที่บ่งชี้เท่ากับ 5.6 และ 6.4 มิลลิเมตรของอะลูมิเนียม ซึ่งมากกว่าไบโอเดนทินอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ

ความที่บ่งชี้ของของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วที่มีเซอร์คอนร้อยละ 20 และไบโอเดนทินจากการศึกษานี้ มีค่าสอดคล้องกับการศึกษาของ Grech และคณะในปี ค.ศ. 2013 และการศึกษาของ Camilleri และคณะในปี 2013 โดยทั้งสองการศึกษาทดสอบว่าความที่บ่งชี้ของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่มีเซอร์โคเนียออกไซด์เป็นสารที่บ่งชี้ร้อยละ 20 เมื่อทดสอบตามมาตรฐานไอเอสโอ 6876 (2001) ที่ระยะเวลา 1 วันและ 28 วันเหมือนกัน ทั้งสองการศึกษาพบว่าความที่บ่งชี้ของทุกกลุ่มการทดลองมีค่าลดลงเมื่อเวลาผ่านไปแต่ไม่มีนัยสำคัญทางสถิติ (44, 61) การศึกษาความที่บ่งชี้ในอนาคตควรพิจารณาทดสอบที่ระยะเวลาต่างๆ ด้วยเพื่อยืนยันผลดังกล่าว

ความที่บ่งชี้ของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วในการศึกษานี้ต่างจากการศึกษาอื่นๆ โดยการศึกษานี้ของ Maecela และคณะในปี ค.ศ. 2021 หาความที่บ่งชี้ของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่มีเซอร์โคเนียออกไซด์ร้อยละ 30 และไบโอซิลิเกต (Biosilicate, $P_2O_5-Na_2O-CaO-SiO_2$) ร้อยละ 10 และ 20 ได้เท่ากับ 3.93 และ 4.02 มิลลิเมตรของอะลูมิเนียมตามลำดับ (68) ซึ่งมีค่าน้อยกว่าความที่บ่งชี้ของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วที่มีเซอร์คอนร้อยละ 30 ในการศึกษานี้ ผลการศึกษาที่ต่างกันอาจเป็นเพราะการศึกษาดังกล่าวไม่ได้ใช้การถ่ายภาพรังสีแบบดิจิตอลและไม่ได้ระบุว่าจะใช้อะลูมิเนียมสแต็บเวจในการเปรียบเทียบความที่บ่งชี้ตามที่มาตรฐานไอเอสโอกำหนด สำหรับการศึกษานี้ของ Formosa และคณะในปี 2012 พบว่าความที่บ่งชี้ของไตรแคลเซียมซิลิเกตที่มีบิสมัธออกไซด์ร้อยละ 20 มีความที่บ่งชี้ประมาณ 8 มิลลิเมตรของอะลูมิเนียมเมื่อทดสอบตามมาตรฐานไอเอสโอ 6786 (2012) (82) ซึ่งมีค่ามากกว่าการศึกษานี้ที่ใช้เซอร์คอนเป็นสารที่บ่งชี้ เนื่องจากบิสมัธออกไซด์มีความที่บ่งชี้มากกว่าสารประกอบจำพวกเซอร์โคเนียเมื่อใช้เป็นสารที่บ่งชี้ในสัดส่วนเท่ากัน (96)

จากการศึกษาความเป็นกรด-ด่างของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็ว พบว่ามีค่ามากกว่าไบโอเดนทินอย่างมีนัยสำคัญในช่วงเวลา 3 ชั่วโมงถึง 3 สัปดาห์ ตั้งแต่สัปดาห์ที่ 4 เป็นต้นไป พบว่าความเป็น

กรด-ต่างของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วทุกกลุ่มและไบโอเดนทินมีค่าคงที่ที่ประมาณ 10.2 ความเป็นต่างที่เพิ่มมากขึ้นหลังการผสมซีเมนต์เป็นผลมาจากการเกิดแคลเซียมไฮดรอกไซด์จากปฏิกิริยาไฮเดรชันของไตรแคลเซียมซิลิเกต แคลเซียมไฮดรอกไซด์แตกตัวได้ไฮดรอกไซด์ไอออนซึ่งเป็นต่าง และแคลเซียมไอออนที่เมื่อสัมผัสกับฟอสเฟตไอออนจากของเหลวจากเนื้อเยื่อทำให้เกิดไฮดรอกซีอะพาไทต์บนพื้นผิวซีเมนต์ (38) ปฏิกิริยาไฮเดรชันเมื่อเกิดมากขึ้น มีแคลเซียมไฮดรอกไซด์มากขึ้น จึงส่งผลให้ซีเมนต์มีความเป็นกรด-ต่างที่เพิ่มขึ้นด้วย จากนั้นเมื่อถึงเวลาที่ไตรแคลเซียมซิลิเกตเกิดปฏิกิริยาไฮเดรชันจนหมด ไม่เกิดแคลเซียมไฮดรอกไซด์เพิ่มขึ้นอีก ส่งผลให้ความเป็นกรด-ต่างของซีเมนต์มีค่าคงที่ ค่าความเป็นกรด-ต่างที่สูงมีผลสำคัญต่อประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อจุลินทรีย์ กระตุ้นให้เนื้อเยื่อเกิดการอักเสบระดับต่ำนำไปสู่กระบวนการหายของเนื้อเยื่อ และกระตุ้นให้เกิดการสะสมแร่ธาตุคืนกลับ (remineralization) (145) ที่ค่าความเป็นกรด-ต่างเท่ากับ 8.6 ถึง 10.3 เอนไซม์อัลคาไลน์ฟอสฟาเทส (alkaline phosphatase) จะถูกกระตุ้นให้ทำหน้าที่สะสมแร่ธาตุ (146) เชื้อจุลินทรีย์ที่พบได้บ่อยในคลองรากฟันที่ติดเชื้อรวมถึงเชื้อ *E. faecalis* สามารถถูกกำจัดได้ที่สภาวะความเป็นกรด-ต่างเท่ากับ 12.5 (147) จากการวิจัยนี้พบว่าค่าความเป็นกรด-ต่างสูงสุดของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วทุกกลุ่มเพิ่มขึ้นจนเท่ากับ 12.7 ถึง 12.8 ที่ระยะเวลา 2 สัปดาห์ จากนั้นค่อยๆลดลงจนมีค่าประมาณ 10.2 ดังนั้นไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วที่มีเซอร์โคเนียในสัดส่วนร้อยละ 10 ถึง 30 อาจมีคุณสมบัติสามารถต้านทานเชื้อจุลินทรีย์ที่พบในคลองรากฟัน กระตุ้นให้เกิดการหาย และส่งเสริมให้เกิดเนื้อเยื่อแข็ง ซึ่งเป็นคุณสมบัติที่เหมาะสมต่อการรักษาคลองรากฟันโดยเฉพาะงานสร้างเนื้อเยื่อใหม่ อย่างไรก็ตามควรมีการศึกษาเพิ่มเติมเพื่อยืนยันผลดังกล่าว

ค่าความเป็นกรด-ต่างของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ในการศึกษาอื่นๆ มีความแตกต่างกัน การศึกษาของ Wang และคณะในปี ค.ศ. 2008 พบว่าไตรแคลเซียมซิลิเกตผสมกับแคลเซียมคลอไรด์ในสัดส่วนต่างๆแล้วผสมด้วยน้ำปราศจากไอออน (deionized water) ความเป็นกรด-ต่างเมื่อแช่ตัวอย่างในสารละลายเอสบีเอฟ (SBF) พบว่าไตรแคลเซียมซิลิเกตที่มีแคลเซียมคลอไรด์ร้อยละ 0 ถึง 15 มีค่าประมาณ 10.3 ถึง 11.9 ในช่วงเวลา 1 ถึง 48 ชั่วโมง (84) การศึกษาของ Camilleri ในปี 2011 พบว่าไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ผสมกับน้ำกลั่นโดยไม่มีสารเติมแต่งใดๆ มีค่าความเป็นกรด-ต่างเท่ากับ 11.5 หลังจากแช่ในน้ำเป็นเวลา 28 วัน (38) การศึกษาของ Grech และคณะในปี ค.ศ. 2012 พบว่าไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่มีเซอร์โคเนียซิลิเกตเป็นสารที่บ่งชี้ในสัดส่วนร้อยละ 20 มีค่าความเป็นกรด-ต่าง 12.0 ที่เวลา 1 วัน และเพิ่มจนมีค่าสูงสุดเท่ากับ 12.5 ที่เวลา 21 วัน และลดลงเป็น 12.4 ที่เวลา 28 วัน ซึ่งมากกว่าไบโอเดนทินประมาณ 0.1 ถึง 0.3 ในทุกช่วงเวลา (63) การศึกษาของ Yamamoto และคณะในปี 2017 พบว่าไตรแคลเซียมซิลิเกตที่มีสารเติมแต่งในส่วนผงคือเซอร์โคเนียไฮดรอกไซด์และแคลเซียมซัลเฟต มีสารเติมแต่งในส่วนของเหลวคือเมทิลเซลลูโลส โดยไม่แสดงสัดส่วนของสารเติมแต่ง มีค่าความเป็นกรด-ต่างเท่ากับ 12.29, 10.70, 10.88 และ 10.38 เมื่อแช่ตัวอย่างในน้ำกลั่นเป็นเวลา 0 ถึง 5 ชั่วโมง, 6 ถึง 24 ชั่วโมง, 25 ถึง 48 ชั่วโมง และ 144 ถึง 168 ชั่วโมง (6-7 วัน) ตามลำดับ (85) การศึกษานี้พบว่า

ซีเมนต์ทุกกลุ่มมีค่าความเป็นกรด-ด่างสูงสุดมากกว่าการศึกษาอื่น และมีค่าความเป็นกรด-ด่างคงที่ที่เวลา 4 สัปดาห์เป็นต้นไปต่ำกว่าการศึกษาอื่นที่ระยะเวลาเดียวกัน ผลที่สอดคล้องกับการศึกษาอื่นคือความเป็นกรด-ด่างของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วมีค่ามากกว่าไบโอเดนทิน ผลการศึกษาที่แตกต่างกันอาจเป็นเพราะไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่ใช้ทดสอบมีส่วนประกอบของสารเติมแต่งต่างกัน นอกจากนี้ ความเป็นกรด-ด่างของวัสดุทางทันตกรรมไม่มีการกำหนดมาตรฐานการทดสอบไว้ การศึกษาต่างๆ จึงมีวิธีการทดสอบที่แตกต่างกัน เช่น ขนาดของชิ้นตัวอย่าง ชนิดและปริมาณของสารละลายที่แช่ตัวอย่าง ซึ่งส่งผลให้ค่าความเป็นกรด-ด่างของแต่ละการศึกษาต่างกันได้

ข้อเสนอแนะ

การวิจัยนี้ศึกษาส่วนประกอบทางเคมีและคุณสมบัติทางกายภาพเบื้องต้นของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็ว เพื่อเป็นแนวทางในการพัฒนาวัสดุต่อไปเพื่อให้เกิดคุณสมบัติที่เหมาะสมและสะดวกต่อการในการรักษาแบบสร้างเนื้อเยื่อใหม่ รวมทั้งการรักษาคลองรากฟันรูปแบบอื่นๆต่อไป ในขั้นตอนการสังเคราะห์ไตรแคลเซียมซิลิเกตควรปรับปรุงขั้นตอนต่างๆ เพื่อควบคุมปัจจัยแวดล้อมที่จะส่งผลต่อความไม่บริสุทธิ์ของผลิตภัณฑ์ให้ได้มากที่สุด ควรทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพอื่นๆ เช่น การละลาย การปลดปล่อยแคลเซียมและการไหลผ่าน เป็นต้น นอกจากนี้ยังจำเป็นต้องทดสอบความเข้ากันได้ทางชีวภาพในห้องปฏิบัติการ (in vitro) และในสิ่งมีชีวิต (in vivo) ต่อไปก่อนนำไปใช้จริงกับมนุษย์

สรุปผลการวิจัย

ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วผลิตได้จากไตรแคลเซียมซิลิเกตที่ได้จากการสังเคราะห์ในห้องปฏิบัติการ ผสมกับเซอร์คอนเป็นสารที่รับรังสี และสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ร้อยละ 20 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เมื่อเปรียบเทียบกับไบโอเดนทินพบว่ามีส่วนประกอบหลักทางเคมีที่ใกล้เคียงกัน ไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่มีเซอร์คอนในสัดส่วนร้อยละ 20 มีระยะเวลาแข็งตัว และค่าความทนแรงอัดไม่แตกต่างจากไบโอเดนทิน โดยมีค่าความที่รับรังสีและค่าความเป็นกรด-ด่างมากกว่าไบโอเดนทิน คุณสมบัติโดยรวมของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ชนิดก่อตัวเร็วที่มีเซอร์คอนร้อยละ 20 มีความเหมาะสมและมีความเป็นไปได้ที่จะพัฒนาเพื่อนำมาใช้ในการรักษาคลองรากฟันในอนาคต

บรรณานุกรม

1. Scope of Endodontics: Regenerative Endodontics. AAE Position Statement. 2013.
2. Prati C, Gandolfi MG. Calcium silicate bioactive cements: Biological perspectives and clinical applications. Dent Mater. 2015;31(4):351-70.
3. Srinidhi Surya Raghavendra GRJ, Kinjal Mahesh Gathani, Pratik Kotadia. Bioceramics in endodontics – a review. J Istanbul Univ Fac Dent. 2017;51:128-37.
4. Roberts HW, Toth JM, Berzins DW, Charlton DG. Mineral trioxide aggregate material use in endodontic treatment: a review of the literature. Dent Mater. 2008;24(2):149-64.
5. Torabinejad M, Hong CU, McDonald F, Pitt Ford TR. Physical and chemical properties of a new root-end filling material. J Endod. 1995;21(7):349-53.
6. Schembri M, Peplow G, Camilleri J. Analyses of heavy metals in mineral trioxide aggregate and Portland cement. Journal of endodontics. 2010;36(7):1210-5.
7. Valles M, Roig M, Duran-Sindreu F, Martinez S, Mercade M. Color Stability of Teeth Restored with Biodentine: A 6-month In Vitro Study. J Endod. 2015;41(7):1157-60.
8. Caron G AJ, Faure MO, Machtou P, Boucher Y. Use of a new retrograde filling material (Biodentine) for endodontic surgery: two case reports. Int J Oral Sci. 2014;6(4):250–53.
9. Malkondu O, Karapinar Kazandag M, Kazazoglu E. A review on biodentine, a contemporary dentine replacement and repair material. Biomed Res Int. 2014;2014:160951.
10. L H. Bioceramics: from concept to clinic. J Amer Ceram Soc 1991;74:1487–510.
11. Best SM PA, Thian ES, Huang J. Bioceramics: past, present and for the future. J Eur Ceram Soc 2008;28:1319–27.
12. Jefferies SR. Bioactive and biomimetic restorative materials: a comprehensive review. Part I. J Esthet Restor Dent. 2014;26(1):14-26.
13. Kohli MR. Bioceramic Usage in Endodontics: AAE; 2019 [Available from: <https://www.aae.org/specialty/2019/07/08/bioceramic-usage-in-endodontics/>].

14. Torabinejad M, Watson TF, Pitt Ford TR. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material. *J Endod.* 1993;19(12):591-5.
15. Gartner AH, Dorn SO. Advances in endodontic surgery. *Dent Clin North Am.* 1992;36(2):357-78.
16. Namazikhah MS, Nekoofar MH, Sheykhrezae MS, Salariyeh S, Hayes SJ, Bryant ST, et al. The effect of pH on surface hardness and microstructure of mineral trioxide aggregate. *Int Endod J.* 2008;41(2):108-16.
17. Caronna V, Himel V, Yu Q, Zhang JF, Sabey K. Comparison of the surface hardness among 3 materials used in an experimental apexification model under moist and dry environments. *J Endod.* 2014;40(7):986-9.
18. Raghavendra SSJ, G.R.; Gathani, K.M.; Kotadia. Bioceramics in endodontics—A review. *J Istanbul Univ Fac Dent.* 2017;51(s137).
19. M. Haapasalo MP, X. Huang. Clinical use of bioceramic materials. *Endod Topics.* 2015;32:97-117.
20. I. Islam HKC, A.U.J. Yap. United States patent 5,415,547 USPTO Patent full text and image database 1995.
21. I. Islam HKC, A.U.J. Yap. United States patent 5,769,638 USPTO Patent full text and image database. 1998.
22. Torabinejad M, Rastegar AF, Kettering JD, Pitt Ford TR. Bacterial leakage of mineral trioxide aggregate as a root-end filling material. *J Endod.* 1995;21(3):109-12.
23. Zhu Q, Haglund R, Safavi KE, Spangberg LS. Adhesion of human osteoblasts on root-end filling materials. *J Endod.* 2000;26(7):404-6.
24. Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--Part III: Clinical applications, drawbacks, and mechanism of action. *J Endod.* 2010;36(3):400-13.
25. Shahi S, Rahimi S, Hasan M, Shiezadeh V, Abdolrahimi M. Sealing ability of mineral trioxide aggregate and Portland cement for furcal perforation repair: a protein leakage study. *J Oral Sci.* 2009;51(4):601-6.
26. Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature

- review--Part I: chemical, physical, and antibacterial properties. *J Endod.* 2010;36(1):16-27.
27. Fayazi S, Ostad SN, Razmi H. Effect of ProRoot MTA, Portland cement, and amalgam on the expression of fibronectin, collagen I, and TGFbeta by human periodontal ligament fibroblasts in vitro. *Indian J Dent Res.* 2011;22(2):190-4.
28. Torabinejad M, Parirokh M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--part II: leakage and biocompatibility investigations. *J Endod.* 2010;36(2):190-202.
29. Sarkar NK, Caicedo R, Ritwik P, Moiseyeva R, Kawashima I. Physicochemical basis of the biologic properties of mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2005;31(2):97-100.
30. Parirokh M, Asgary S, Eghbal MJ, Stowe S, Eslami B, Eskandarizade A, et al. A comparative study of white and grey mineral trioxide aggregate as pulp capping agents in dog's teeth. *Dent Traumatol.* 2005;21(3):150-4.
31. Linsuwanont P, Wimonstuthikul K, Pothimoke U, Santiwong B. Treatment Outcomes of Mineral Trioxide Aggregate Pulpotomy in Vital Permanent Teeth with Carious Pulp Exposure: The Retrospective Study. *J Endod.* 2017;43(2):225-30.
32. Lee SJ, Monsef M, Torabinejad M. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations. *J Endod.* 1993;19(11):541-4.
33. Rudagi KB, Rudagi B. One-step apexification in immature tooth using grey mineral trioxide aggregate as an apical barrier and autologous platelet rich fibrin membrane as an internal matrix. *J Conserv Dent.* 2012;15(2):196-9.
34. Witherspoon DE, Ham K. One-visit apexification: technique for inducing root-end barrier formation in apical closures. *Pract Proced Aesthet Dent.* 2001;13(6):455-60; quiz 62.
35. Accorinte ML, Loguercio AD, Reis A, Carneiro E, Grande RH, Murata SS, et al. Response of human dental pulp capped with MTA and calcium hydroxide powder. *Oper Dent.* 2008;33(5):488-95.
36. Mooney GC NS. The current opinions and use of MTA for apical barrierformation of non-vital immature permanent incisors by consultants in paediatricdentistry in the UK. *Dent Traumatol* 2008;24(1):65–69.
37. Asgary S, Parirokh M, Eghbal MJ, Stowe S, Brink F. A qualitative X-ray analysis of

- white and grey mineral trioxide aggregate using compositional imaging. *J Mater Sci Mater Med*. 2006;17(2):187-91.
38. Camilleri J. Characterization and hydration kinetics of tricalcium silicate cement for use as a dental biomaterial. *Dent Mater*. 2011;27(8):836-44.
39. Funteas UR, Wallace JA, Fochtman EW. A comparative analysis of Mineral Trioxide Aggregate and Portland cement. *Aust Endod J*. 2003;29(1):43-4.
40. Abdullah D, Ford TR, Papaioannou S, Nicholson J, McDonald F. An evaluation of accelerated Portland cement as a restorative material. *Biomaterials*. 2002;23(19):4001-10.
41. Saidon J, He J, Zhu Q, Safavi K, Spangberg LS. Cell and tissue reactions to mineral trioxide aggregate and Portland cement. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2003;95(4):483-9.
42. Holland R, de Souza V, Murata SS, Nery MJ, Bernabe PF, Otoboni Filho JA, et al. Healing process of dog dental pulp after pulpotomy and pulp covering with mineral trioxide aggregate or Portland cement. *Braz Dent J*. 2001;12(2):109-13.
43. Estrela C, Bammann LL, Estrela CR, Silva RS, Pecora JD. Antimicrobial and chemical study of MTA, Portland cement, calcium hydroxide paste, Sealapex and Dycal. *Braz Dent J*. 2000;11(1):3-9.
44. Camilleri J, Sorrentino F, Damidot D. Investigation of the hydration and bioactivity of radiopacified tricalcium silicate cement, Biodentine and MTA Angelus. *Dent Mater*. 2013;29(5):580-93.
45. Duarte MA, De Oliveira Demarchi AC, Yamashita JC, Kuga MC, De Campos Fraga S. Arsenic release provided by MTA and Portland cement. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2005;99(5):648-50.
46. Dentistry—Water based cements. Part 1: Powder/Liquid acid-base cements (2003).
47. Yokel RA. The toxicology of aluminum in the brain: a review. *Neurotoxicology*. 2000;21(5):813-28.
48. CD L. Physicochemical and mechanical properties of Portland cements. In: Hewlett PC, editor. *LEA's chemistry of cement and concrete*. 4th ed. Woburn (MA): Butterworth &

Heinemann; 1998. 343–420 p.

49. Xu C, Ma B, Peng J, Gao L, Xu Y, Huan Z, et al. Tricalcium silicate/graphene oxide bone cement with photothermal properties for tumor ablation. *J Mater Chem B*. 2019;7(17):2808-18.
50. Morejon-Alonso L, Ferreira OJ, Carrodeguas RG, dos Santos LA. Bioactive composite bone cement based on alpha-tricalcium phosphate/tricalcium silicate. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2012;100(1):94-102.
51. Hayes M, da Mata C, Tada S, Cole M, McKenna G, Burke FM, et al. Evaluation of Biodentine in the Restoration of Root Caries: A Randomized Controlled Trial. *JDR Clin Trans Res*. 2016;1(1):51-8.
52. Caron G, Azerad J, Faure MO, Machtou P, Boucher Y. Use of a new retrograde filling material (Biodentine) for endodontic surgery: two case reports. *Int J Oral Sci*. 2014;6(4):250-3.
53. Pawar AM, Kokate SR, Shah RA. Management of a large periapical lesion using Biodentine() as retrograde restoration with eighteen months evident follow up. *J Conserv Dent*. 2013;16(6):573-5.
54. Zhao W, Wang J, Zhai W, Wang Z, Chang J. The self-setting properties and in vitro bioactivity of tricalcium silicate. *Biomaterials*. 2005;26(31):6113-21.
55. Peng W, Liu W, Zhai W, Jiang L, Li L, Chang J, et al. Effect of tricalcium silicate on the proliferation and odontogenic differentiation of human dental pulp cells. *J Endod*. 2011;37(9):1240-6.
56. Du R, Wu T, Liu W, Li L, Jiang L, Peng W, et al. Role of the extracellular signal-regulated kinase 1/2 pathway in driving tricalcium silicate-induced proliferation and biomineralization of human dental pulp cells in vitro. *J Endod*. 2013;39(8):1023-9.
57. Hiremath GS, Kulkarni RD, Naik BD. Evaluation of minimal inhibitory concentration of two new materials using tube dilution method: An in vitro study. *J Conserv Dent*. 2015;18(2):159-62.
58. Kaup M, Schafer E, Dammaschke T. An in vitro study of different material properties of Biodentine compared to ProRoot MTA. *Head Face Med*. 2015;11:16.

59. Biodentine Active Biosilicate Technology Scientific File, Septodont, Paris, France.
60. Jang YE, Lee BN, Koh JT, Park YJ, Joo NE, Chang HS, et al. Cytotoxicity and physical properties of tricalcium silicate-based endodontic materials. *Restor Dent Endod*. 2014;39(2):89-94.
61. Grech L, Mallia B, Camilleri J. Investigation of the physical properties of tricalcium silicate cement-based root-end filling materials. *Dent Mater*. 2013;29(2):e20-8.
62. Kayahan MB, Nekoofar MH, McCann A, Sunay H, Kaptan RF, Meraji N, et al. Effect of acid etching procedures on the compressive strength of 4 calcium silicate-based endodontic cements. *J Endod*. 2013;39(12):1646-8.
63. Grech L, Mallia B, Camilleri J. Characterization of set Intermediate Restorative Material, Biodentine, Bioaggregate and a prototype calcium silicate cement for use as root-end filling materials. *Int Endod J*. 2013;46(7):632-41.
64. Guneser MB, Akbulut MB, Eldeniz AU. Effect of various endodontic irrigants on the push-out bond strength of biodentine and conventional root perforation repair materials. *J Endod*. 2013;39(3):380-4.
65. International Organization for Standardization. Dental Root Canal Sealing Materials. International Standard; ISO 6876, 2nd ed. Geneva: ISO; 2007. BS EN ISO 6876.
66. Tanalp J, Karapinar-Kazandag M, Dolekoglu S, Kayahan MB. Comparison of the radiopacities of different root-end filling and repair materials. *ScientificWorldJournal*. 2013;2013:594950.
67. Lucas CP, Viapiana R, Bosso-Martelo R, Guerreiro-Tanomaru JM, Camilleri J, Tanomaru-Filho M. Physicochemical Properties and Dentin Bond Strength of a Tricalcium Silicate-Based Retrograde Material. *Braz Dent J*. 2017;28(1):51-6.
68. Queiroz MB, Torres FFE, Rodrigues EM, Viola KS, Bosso-Martelo R, Chavez-Andrade GM, et al. Development and evaluation of reparative tricalcium silicate-ZrO₂ - Biosilicate composites. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2021;109(4):468-76.
69. Ochoa-Rodriguez VM, Tanomaru-Filho M, Rodrigues EM, Guerreiro-Tanomaru JM, Spin-Neto R, Faria G. Addition of zirconium oxide to Biodentine increases radiopacity and

does not alter its physicochemical and biological properties. *J Appl Oral Sci.* 2019;27:e20180429.

70. Zhou HM, Shen Y, Wang ZJ, Li L, Zheng YF, Hakkinen L, et al. In vitro cytotoxicity evaluation of a novel root repair material. *J Endod.* 2013;39(4):478-83.

71. Jung JY, Woo SM, Lee BN, Koh JT, Nor JE, Hwang YC. Effect of Biodentine and Bioaggregate on odontoblastic differentiation via mitogen-activated protein kinase pathway in human dental pulp cells. *Int Endod J.* 2015;48(2):177-84.

72. Lee BN, Lee KN, Koh JT, Min KS, Chang HS, Hwang IN, et al. Effects of 3 endodontic bioactive cements on osteogenic differentiation in mesenchymal stem cells. *J Endod.* 2014;40(8):1217-22.

73. Tran XV, Gorin C, Willig C, Baroukh B, Pellat B, Decup F, et al. Effect of a calcium-silicate-based restorative cement on pulp repair. *J Dent Res.* 2012;91(12):1166-71.

74. Tziafa C, Koliniotou-Koumpia E, Papadimitriou S, Tzifas D. Dentinogenic responses after direct pulp capping of miniature swine teeth with Biodentine. *J Endod.* 2014;40(12):1967-71.

75. Koubi G, Colon P, Franquin JC, Hartmann A, Richard G, Faure MO, et al. Clinical evaluation of the performance and safety of a new dentine substitute, Biodentine, in the restoration of posterior teeth - a prospective study. *Clin Oral Investig.* 2013;17(1):243-9.

76. Villat C, Grosogeat B, Seux D, Farge P. Conservative approach of a symptomatic carious immature permanent tooth using a tricalcium silicate cement (Biodentine): a case report. *Restor Dent Endod.* 2013;38(4):258-62.

77. Cardoso M, Dos Anjos Pires M, Correló V, Reis R, Paulo M, Viegas C. Biodentine for Furcation Perforation Repair: An Animal Study with Histological, Radiographic and Micro-Computed Tomographic Assessment. *Iran Endod J.* 2018;13(3):323-30.

78. Nayak G, Hasan MF. Biodentine-a novel dentinal substitute for single visit apexification. *Restor Dent Endod.* 2014;39(2):120-5.

79. Khetarpal A, Chaudhary S, Talwar S, Verma M. Endodontic management of open apex using Biodentine as a novel apical matrix. *Indian J Dent Res.* 2014;25(4):513-6.

80. Umashetty G, Hoshing U, Patil S, Ajgaonkar N. Management of Inflammatory

Internal Root Resorption with Biodentine and Thermoplasticised Gutta-Percha. Case Rep Dent. 2015;2015:452609.

81. Aly MM, Taha SEE, El Sayed MA, Youssef R, Omar HM. Clinical and radiographic evaluation of Biodentine and Mineral Trioxide Aggregate in revascularization of non-vital immature permanent anterior teeth (randomized clinical study). Int J Paediatr Dent. 2019;29(4):464-73.

82. Formosa LM, Mallia B, Camilleri J. The effect of curing conditions on the physical properties of tricalcium silicate cement for use as a dental biomaterial. Int Endod J. 2012;45(4):326-36.

83. Camilleri J, Laurent P, About I. Hydration of Biodentine, Theracal LC, and a prototype tricalcium silicate-based dentin replacement material after pulp capping in entire tooth cultures. J Endod. 2014;40(11):1846-54.

84. Wang X, Sun H, Chang J. Characterization of Ca₃SiO₅/CaCl₂ composite cement for dental application. Dent Mater. 2008;24(1):74-82.

85. Yamamoto S, Han L, Noiri Y, Okiji T. Evaluation of the Ca ion release, pH and surface apatite formation of a prototype tricalcium silicate cement. Int Endod J. 2017;50 Suppl 2:e73-e82.

86. AM N. Properties of Concrete. 3 ed. London: Longman Scientific and Technical; 1981.

87. Camilleri J. The physical properties of accelerated Portland cement for endodontic use. Int Endod J. 2008;41(2):151-7.

88. AM R. Study of the mechanism through which calcium chloride accelerates the set of Portland cement. J Am Concrete Inst. 1964;61:1261-9.

89. Islam I, Chng HK, Yap AU. Comparison of the physical and mechanical properties of MTA and portland cement. J Endod. 2006;32(3):193-7.

90. Radwan MM, Nagi SM, Abd El-Hamid HK. Physico-mechanical characteristics of tri-calcium silicate pastes as dentin substitute and interface analysis in class II cavities: effect of CaCl₂ and SBF solutions. Heliyon. 2019;5(6):e01975.

91. Johnson BR. Considerations in the selection of a root-end filling material. Oral Surg

Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod. 1999;87(4):398-404.

92. Standardization IOF. Dentistry — Water-based cements — Part 1: Powder/liquid acid-base cements. ISO 9917-1:2007/2007.

93. Camilleri J. Characterization of hydration products of mineral trioxide aggregate. Int Endod J. 2008;41(5):408-17.

94. Coomaraswamy KS, Lumley PJ, Hofmann MP. Effect of bismuth oxide radiopacifier content on the material properties of an endodontic Portland cement-based (MTA-like) system. J Endod. 2007;33(3):295-8.

95. Association AD. Specification No. 57 for endodontic filling materials. 1984.

96. Hungaro Duarte MA, de Oliveira El Kadre GD, Vivan RR, Guerreiro Tanomaru JM, Tanomaru Filho M, de Moraes IG. Radiopacity of portland cement associated with different radiopacifying agents. J Endod. 2009;35(5):737-40.

97. Grazziotin-Soares R, Nekoofar MH, Davies TE, Bafail A, Alhaddar E, Hubler R, et al. Effect of bismuth oxide on white mineral trioxide aggregate: chemical characterization and physical properties. Int Endod J. 2014;47(6):520-33.

98. Jacobovitz M, de Pontes Lima RK. The use of calcium hydroxide and mineral trioxide aggregate on apexification of a replanted tooth: a case report. Dent Traumatol. 2009;25(3):e32-6.

99. Jacobovitz M, de Lima RK. Treatment of inflammatory internal root resorption with mineral trioxide aggregate: a case report. Int Endod J. 2008;41(10):905-12.

100. Boutsoukis C, Noula G, Lambrianidis T. Ex vivo study of the efficiency of two techniques for the removal of mineral trioxide aggregate used as a root canal filling material. J Endod. 2008;34(10):1239-42.

101. Belobrov I, Parashos P. Treatment of tooth discoloration after the use of white mineral trioxide aggregate. J Endod. 2011;37(7):1017-20.

102. Maroto M, Barberia E, Planells P, Garcia Godoy F. Dentin bridge formation after mineral trioxide aggregate (MTA) pulpotomies in primary teeth. Am J Dent. 2005;18(3):151-4.

103. Erdem AP, Ozdas DO, Dincol E, Sepet E, Aren G. Case Series: root healing with

MTA after horizontal fracture. *Eur Arch Paediatr Dent.* 2009;10(2):110-3.

104. Dabbagh B, Alvaro E, Vu DD, Rizkallah J, Schwartz S. Clinical complications in the revascularization of immature necrotic permanent teeth. *Pediatr Dent.* 2012;34(5):414-7.

105. Keskin C, Demiryurek EO, Ozyurek T. Color stabilities of calcium silicate-based materials in contact with different irrigation solutions. *J Endod.* 2015;41(3):409-11.

106. Camilleri J. Color stability of white mineral trioxide aggregate in contact with hypochlorite solution. *J Endod.* 2014;40(3):436-40.

107. Marciano MA, Costa RM, Camilleri J, Mondelli RF, Guimaraes BM, Duarte MA. Assessment of color stability of white mineral trioxide aggregate angelus and bismuth oxide in contact with tooth structure. *J Endod.* 2014;40(8):1235-40.

108. Valles M, Mercade M, Duran-Sindreu F, Bourdelande JL, Roig M. Color stability of white mineral trioxide aggregate. *Clin Oral Investig.* 2013;17(4):1155-9.

109. Valles M, Mercade M, Duran-Sindreu F, Bourdelande JL, Roig M. Influence of light and oxygen on the color stability of five calcium silicate-based materials. *J Endod.* 2013;39(4):525-8.

110. Marconyak LJ, Jr., Kirkpatrick TC, Roberts HW, Roberts MD, Aparicio A, Himel VT, et al. A Comparison of Coronal Tooth Discoloration Elicited by Various Endodontic Reparative Materials. *J Endod.* 2016;42(3):470-3.

111. Guimaraes BM, Tartari T, Marciano MA, Vivian RR, Mondeli RF, Camilleri J, et al. Color stability, radiopacity, and chemical characteristics of white mineral trioxide aggregate associated with 2 different vehicles in contact with blood. *J Endod.* 2015;41(6):947-52.

112. Felman D, Parashos P. Coronal tooth discoloration and white mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2013;39(4):484-7.

113. Lenherr P, Allgayer N, Weiger R, Filippi A, Attin T, Krastl G. Tooth discoloration induced by endodontic materials: a laboratory study. *Int Endod J.* 2012;45(10):942-9.

114. Shokouhinejad N, Nekoofar MH, Pirmoazen S, Shamshiri AR, Dummer PM. Evaluation and Comparison of Occurrence of Tooth Discoloration after the Application of Various Calcium Silicate-based Cements: An Ex Vivo Study. *J Endod.* 2016;42(1):140-4.

115. Mozyńska J, Metlerski M, Lipski M, Nowicka A. Tooth Discoloration Induced by Different Calcium Silicate-based Cements: A Systematic Review of In Vitro Studies. *J Endod.* 2017;43(10):1593-601.
116. Camilleri J, Gandolfi MG. Evaluation of the radiopacity of calcium silicate cements containing different radiopacifiers. *Int Endod J.* 2010;43(1):21-30.
117. Bortoluzzi EA, Guerreiro-Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M, Duarte MA. Radiographic effect of different radiopacifiers on a potential retrograde filling material. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2009;108(4):628-32.
118. Balbinot GS, Leitune VCB, Nunes JS, Visioli F, Collares FM. Synthesis of sol-gel derived calcium silicate particles and development of a bioactive endodontic cement. *Dent Mater.* 2020;36(1):135-44.
119. Camilleri J. Hydration characteristics of calcium silicate cements with alternative radiopacifiers used as root-end filling materials. *J Endod.* 2010;36(3):502-8.
120. Prentice LH, Tyas MJ, Burrow MF. The effect of ytterbium fluoride and barium sulphate nanoparticles on the reactivity and strength of a glass-ionomer cement. *Dent Mater.* 2006;22(8):746-51.
121. Marciano MA, Duarte MA, Camilleri J. Calcium silicate-based sealers: Assessment of physicochemical properties, porosity and hydration. *Dent Mater.* 2016;32(2):e30-40.
122. Camilleri J, Sorrentino F, Damidot D. Characterization of un-hydrated and hydrated BioAggregate and MTA Angelus. *Clin Oral Investig.* 2015;19(3):689-98.
123. Park JW, Hong SH, Kim JH, Lee SJ, Shin SJ. X-Ray diffraction analysis of white ProRoot MTA and Diadent BioAggregate. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2010;109(1):155-8.
124. Camilleri J, Cutajar A, Mallia B. Hydration characteristics of zirconium oxide replaced Portland cement for use as a root-end filling material. *Dent Mater.* 2011;27(8):845-54.
125. Standardization IOo. Geneva, Switzerland.2021 [Available from: <https://www.iso.org>.
126. Materials ASfTa. West Conshohocken, USA.2021 [Available from:

<https://www.astm.org>.

127. Association AD. Chicago , USA.2021 [Available from: <https://www.ada.org>.
128. Bosso-Martelo R, Guerreiro-Tanomaru JM, Viapiana R, Berbert FL, Duarte MA, Tanomaru-Filho M. Physicochemical properties of calcium silicate cements associated with microparticulate and nanoparticulate radiopacifiers. *Clin Oral Investig*. 2016;20(1):83-90.
129. Dubey N, Rajan SS, Bello YD, Min KS, Rosa V. Graphene Nanosheets to Improve Physico-Mechanical Properties of Bioactive Calcium Silicate Cements. *Materials (Basel)*. 2017;10(6).
130. Karlinsey RL, Hara AT, Yi K, Duhn CW. Bioactivity of novel self-assembled crystalline Nb₂O₅ microstructures in simulated and human salivas. *Biomed Mater*. 2006;1(1):16-23.
131. Ramachandran VS. Concrete admixtures handbook: properties, science and technology: William Andrew; 1996.
132. Li X, Yoshihara K, De Munck J, Cokic S, Pongprueksa P, Putzeys E, et al. Modified tricalcium silicate cement formulations with added zirconium oxide. *Clin Oral Investig*. 2017;21(3):895-905.
133. Nesse WD. Introduction to mineralogy. New York: Oxford University Press; 2000.
134. H. K. Abd El-Hamid* HHA-A, M. M. Radwan. Synthesis, characterization and antimicrobial activity of nano-crystalline tricalcium silicate bio-cement. *Journal of Applied Pharmaceutical Science*. 2017;7.
135. H. Li DKA, J. Cheng, M.R. Silsbee. Formation and hydration of C3S prepared by microwave and conventional sintering. *Cem Concr Res*. 1999;29:1611-7.
136. W.Y. Zhao JC. Sol-gel synthesis and in vitro bioactivity of tricalcium silicate powders. *Mater Lett*. 2004;58:2350-3.
137. W.Y. Zhao JC. Two-step precipitation preparation and self-setting properties of tricalcium silicate. *Mater Sci Eng*. 2008;28:289-93.
138. Sorrentino F. Upscaling the synthesis of tricalcium silicate and alite. *Cem Wapno beton*. 2008;8(4):177-83.
139. M. Wu TW, Y. Wang, F. Li, M. Zhou, X. Wu. A novel and facile route for synthesis of

fine tricalcium silicate powders. *Mater Lett.* 2018;227:187-90.

140. Chen CC, Ho CC, David Chen CH, Ding SJ. Physicochemical properties of calcium silicate cements for endodontic treatment. *J Endod.* 2009;35(9):1288-91.

141. International Organization for Standardization. *Dentistry: Water-based Cements. International Standard; ISO 9917-1, 2nd ed.* Geneva: ISO; 2007.

142. M.F. Zawraha RSF, M.H. Kohail. Improvement of physical and mechanical properties of geopolymer through addition of zircon. *Materials Chemistry and Physics.* 217;217:90-7.

143. Camilleri J. The chemical composition of mineral trioxide aggregate. *J Conserv Dent.* 2008;11(4):141-3.

144. Piconi C MG. Zirconia as a ceramic biomaterial *Biomaterials* 1999;20(1):1-25.

145. Siqueira JF, Jr., Lopes HP. Mechanisms of antimicrobial activity of calcium hydroxide: a critical review. *Int Endod J.* 1999;32(5):361-9.

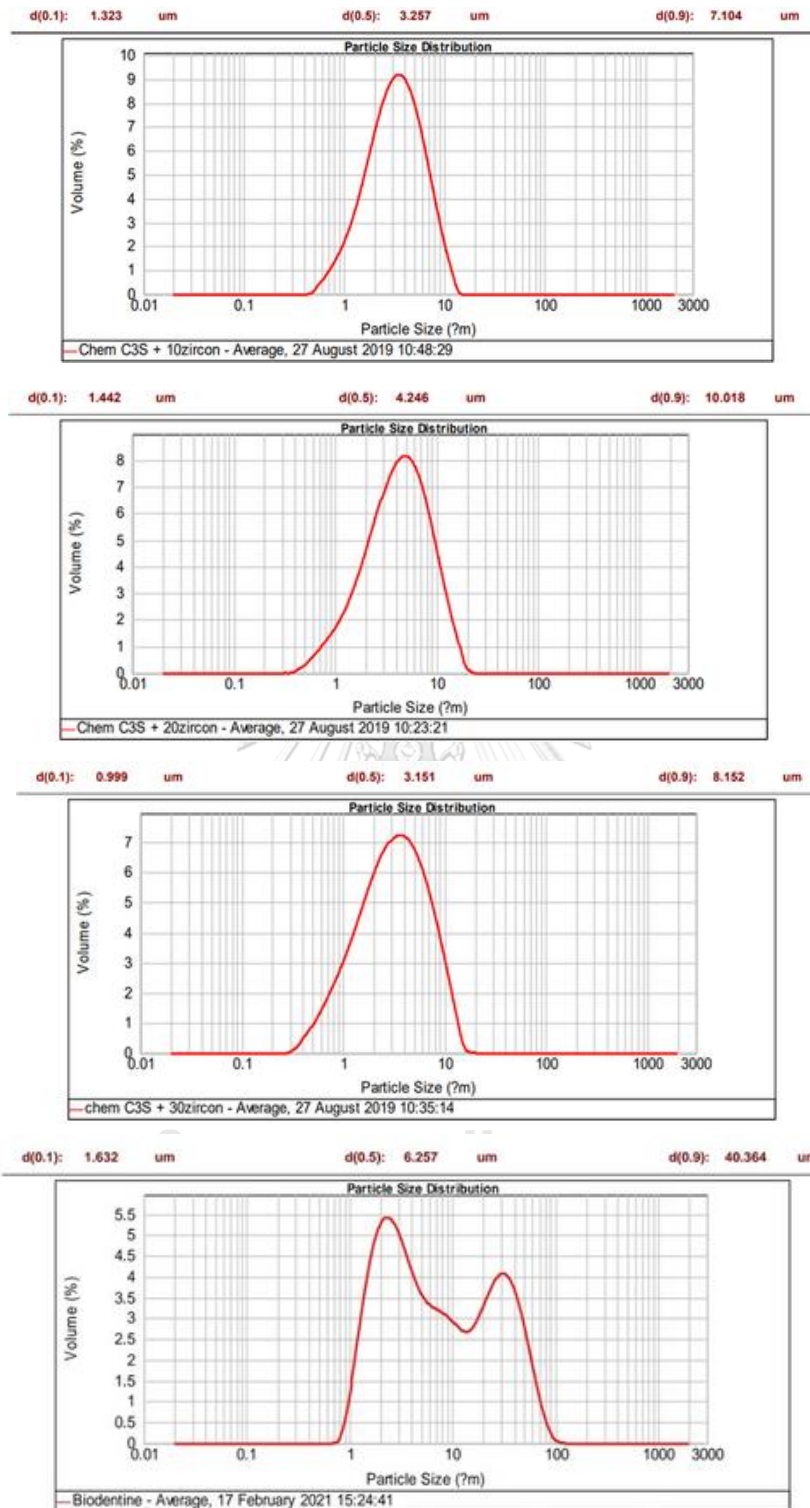
146. Thompson H. *Selected histochemical and histopathological methods.* 1st ed. Florida: C. C. Thomas; 1966.

147. Bystrom A, Claesson R, Sundqvist G. The antibacterial effect of camphorated paramonochlorophenol, camphorated phenol and calcium hydroxide in the treatment of infected root canals. *Endod Dent Traumatol.* 1985;1(5):170-5.

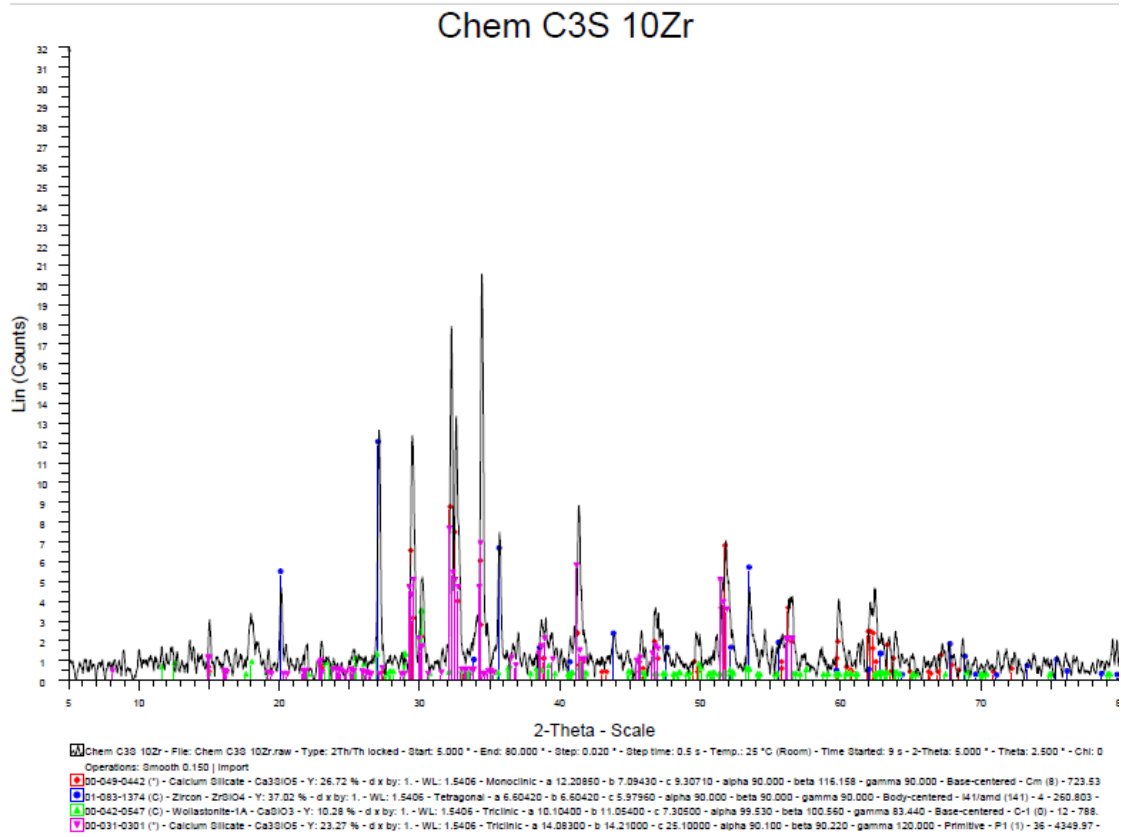


ภาคผนวก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

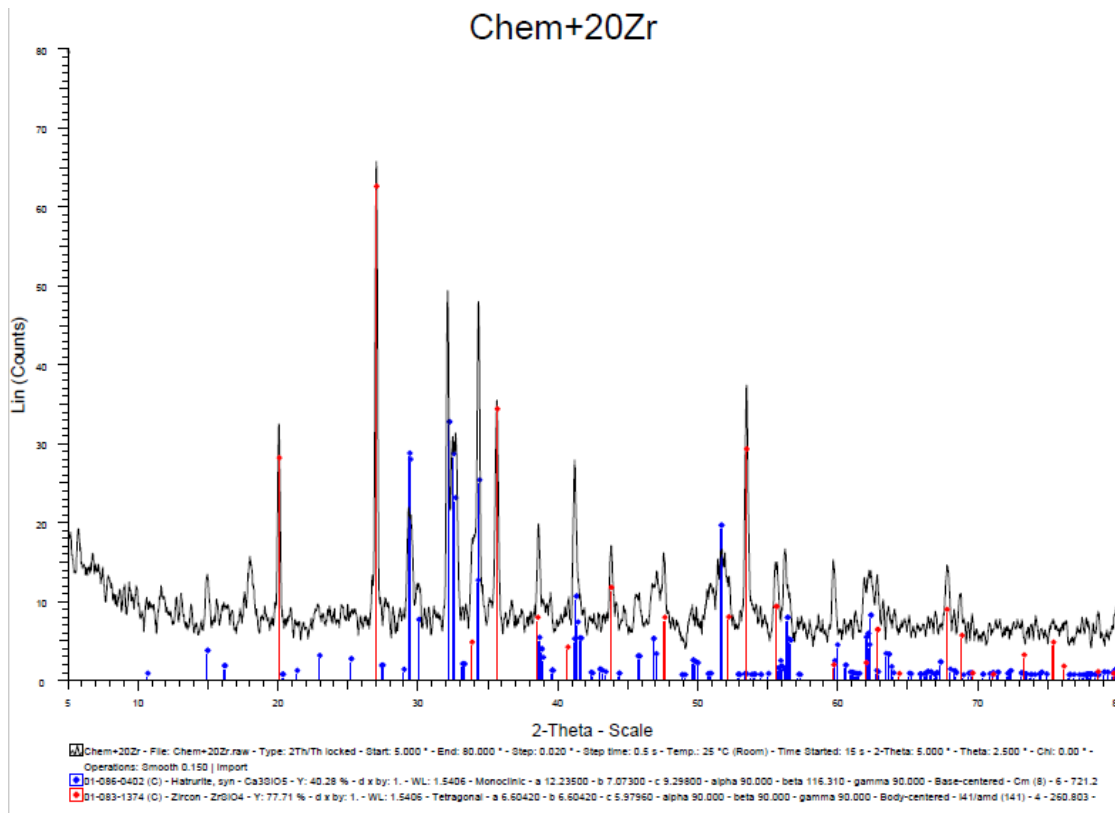


ผลการทดสอบขนาดอนุภาคของส่วนผงของไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่ผสมเซอร์คอนในสัดส่วนต่างๆ และ
ไบโอเดนทิน

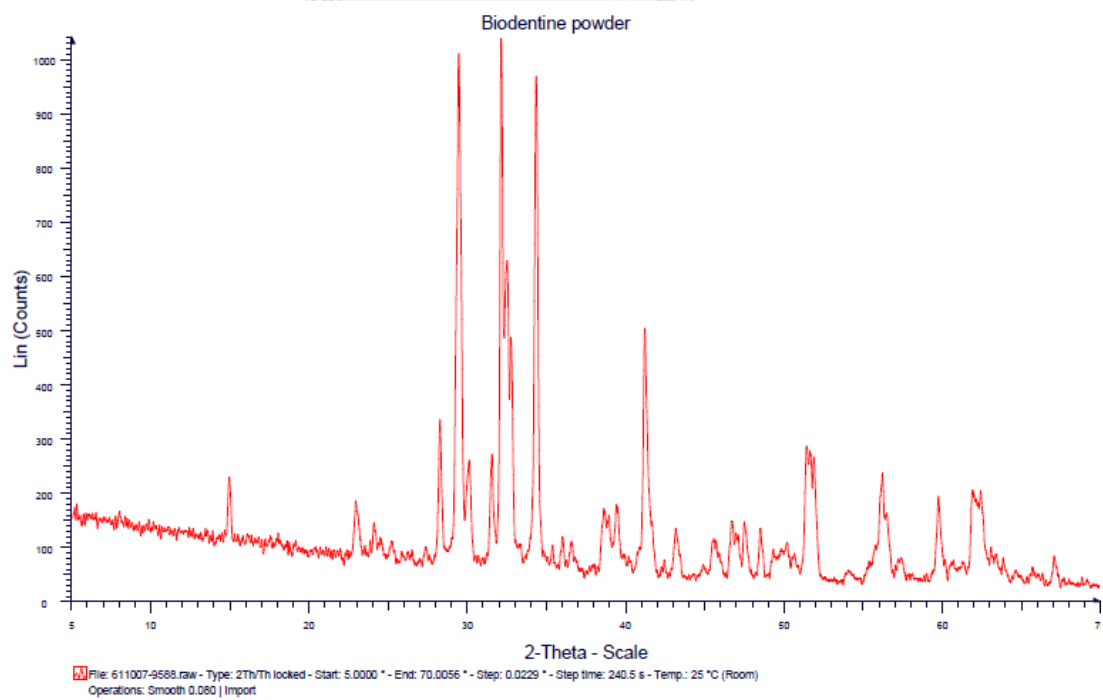


ผล XRD ของผงไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่มีเซอร์คอนร้อยละ 10





ผล XRD ของผงไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่มีเซอร์คอนร้อยละ 20



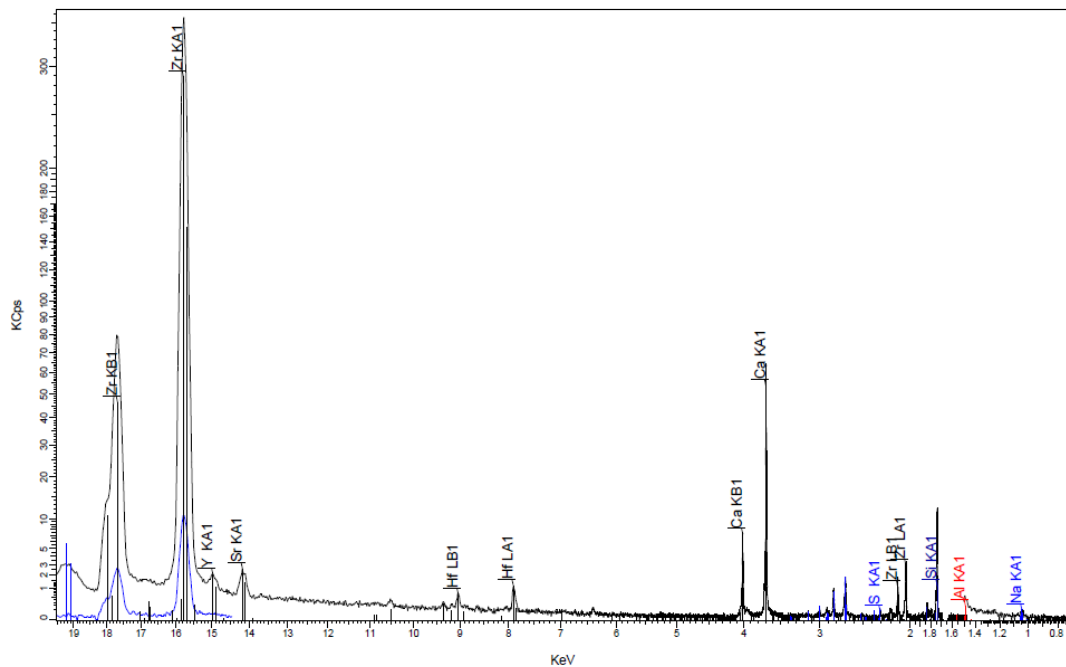
ผล XRD ของผงไบโอเดนทีน

Eval2 V2.5.500 Admin 7/12/2020 10:00:28 AM
 Sample: 630907-2244-chem+20Zr
 Measured on 7/10/2020 3:10:54 PM
 Sample measured by Admin
 Measurement method: Best Detection-Vac8mm

CaO	SiO2	ZrO2	Na2O	Al2O3	HfO2	SO3	SrO	Y2O3	MgO	ZnO
64.3 KCps	12.2 KCps	347.6 KCps	0.1 KCps	0.1 KCps	0.5 KCps	0.1 KCps	1.6 KCps	1.3 KCps	0.1 KCps	0.1 KCps
60.2 %	22.5 %	16.5 %	0.244 %	0.227 %	0.160 %	0.115 %	566 PPM	316 PPM	0.0 PPM	0.0 PPM

Eval2 V2.5.500 Admin 7/12/2020 10:00:39 AM
 Sample: 630907-2244-chem+20Zr
 Measured on 7/10/2020 3:10:54 PM
 Sample measured by Admin
 Measurement method: Best Detection-Vac8mm

Ca	Zr	Si	Na	Hf	Al	Sr	S	Y	Intensity Scal
43.0 %	12.2 %	10.5 %	0.181 %	0.136 %	0.120 %	478 PPM	461 PPM	248 PPM	0.9264



ผล XRF ของผงไตรแคลเซียมซิลิเกตซีเมนต์ที่มีเซอร์คอนร้อยละ 20

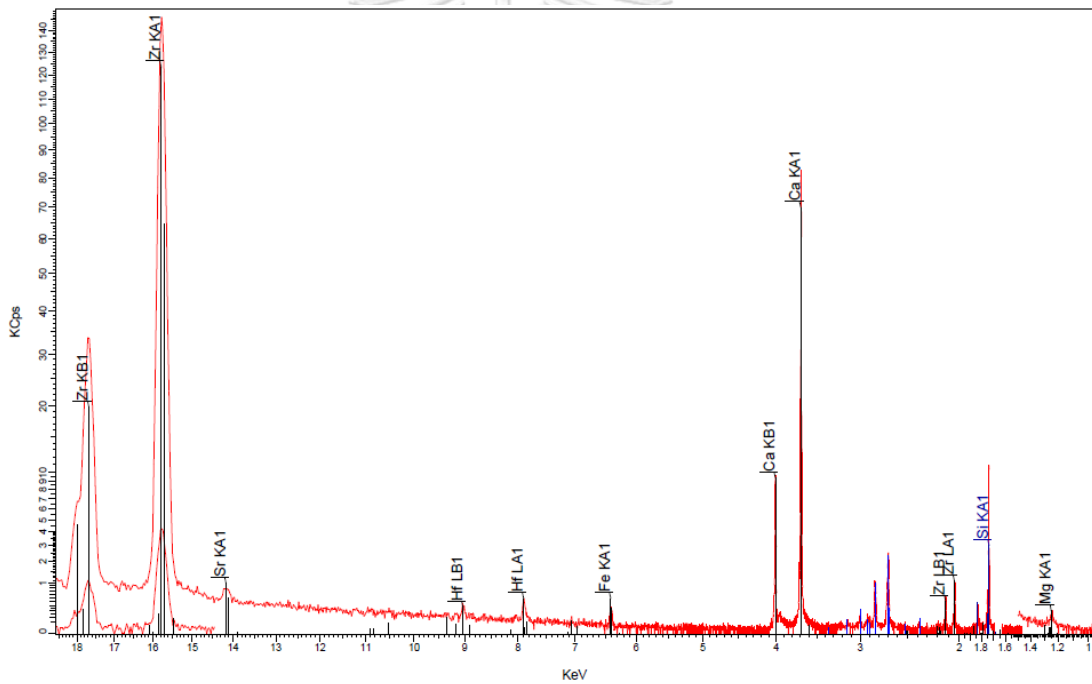
Eval2 V2.5.500 Admin 7/26/2018 8:34:34 AM
 Sample: 611007-5063-Biodentine
 Measured on 7/26/2018 8:30:17 AM
 Sample measured by Admin
 Measurement method: Best Detection-Vac8mm

CaO	SiO2	ZrO2	MgO	Fe2O3	HfO2	SrO	Al2O3	MoO3	Rh	La2O3
82.6 KCps	10.8 KCps	143.3 KCps	0.1 KCps	0.2 KCps	0.4 KCps	0.3 KCps	0.0 KCps	6.1 KCps	4.1 KCps	0.0 KCps
70.6 %	20.2 %	5.51 %	0.154 %	940 PPM	796 PPM	115 PPM	0.0 PPM	0.0 PPM	0.0 PPM	0.0 PPM

Sum	Compton
97 %	45 %

Eval2 V2.5.500 Admin 7/26/2018 8:35:18 AM
 Sample: 611007-5063-Biodentine
 Measured on 7/26/2018 8:30:17 AM
 Sample measured by Admin
 Measurement method: Best Detection-Vac8mm

Ca	Si	Zr	Mg	Hf	Fe	Sr	Sum
50.5 %	9.43 %	4.08 %	927 PPM	675 PPM	658 PPM	96.9 PPM	64 %



ผล XRF ของผงไบโอเดนทิน

รายงานสรุปผลการวิเคราะห์

ตัวอย่าง	Liquid Biodentine
รหัสใบส่งตัวอย่าง	620802-2975
รหัสเจ้าของตัวอย่าง	CTM611323180
เจ้าของตัวอย่าง	คุณ คงธรรม วิมลสุทธิกุล คณะทันตแพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
วัตถุประสงค์	เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณธาตุแคลเซียม (Ca)
วิธีวิเคราะห์	Air-C ₂ H ₂ Flame Atomic Absorption Spectrometry
เครื่องมือวิเคราะห์	Atomic Absorption Spectrophotometer, Varian Model AA280FS
วันที่ทำการวิเคราะห์	15 กุมภาพันธ์ 2562
ข้อมูลการวิเคราะห์	Ca-Kongthum-620802-2975

ผลการวิเคราะห์

ชื่อสารละลายตัวอย่าง	ปริมาณธาตุ Ca (กรัมต่อลิตร)
Biodentine liquid	93.00



เวลาแข็งตัวขั้นต้นและเวลาแข็งตัวสมบูรณ์ (วินาที)

	Biodentine	TCS 10%	TCS 20%	TCS 30%
Initial set				
1	900	330	860	1090
2	950	420	880	1200
3	840	480	840	1140
average	870	405	850	1115
final set				
1	1080	510	1240	1470
2	1130	680	1230	1650
3	1200	750	1200	1580
average	1140	630	1220	1525

Descriptives

		group	Statistic	Std. Error	
Initial setting time	TCS 10%Zr	Mean	410.0000	43.58899	
		95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	222.4517	
			Upper Bound	597.5483	
		5% Trimmed Mean	.		
		Median	420.0000		
		Variance	5700.000		
		Std. Deviation	75.49834		
		Minimum	330.00		
		Maximum	480.00		
		Range	150.00		
		Interquartile Range	.		
		Skewness	-.586	1.225	
		Kurtosis	.	.	
	TCS 20%Zr	Mean	860.0000	11.54701	
		95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	810.3172	
			Upper Bound	909.6828	
5% Trimmed Mean	.				

	Median		860.0000	
	Variance		400.000	
	Std. Deviation		20.00000	
	Minimum		840.00	
	Maximum		880.00	
	Range		40.00	
	Interquartile Range		.	
	Skewness		.000	1.225
	Kurtosis		.	.
TCS 30%Zr	Mean		1143.3333	31.79797
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound Upper Bound	1006.5177 1280.1490	
	5% Trimmed Mean		.	
	Median		1140.0000	
	Variance		3033.333	
	Std. Deviation		55.07571	
	Minimum		1090.00	
	Maximum		1200.00	
	Range		110.00	
	Interquartile Range		.	
	Skewness		.271	1.225
	Kurtosis		.	.
Biodentine	Mean		896.6667	31.79797
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound Upper Bound	759.8510 1033.4823	
	5% Trimmed Mean		.	
	Median		900.0000	
	Variance		3033.333	
	Std. Deviation		55.07571	
	Minimum		840.00	
	Maximum		950.00	
	Range		110.00	
	Interquartile Range		.	
	Skewness		-.271	1.225
	Kurtosis		.	.
Final setting time	TCS 10%Zr	Mean	646.6667	71.25853

	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	340.0660	
		Upper Bound	953.2674	
	5% Trimmed Mean		.	
	Median		680.0000	
	Variance		15233.333	
	Std. Deviation		123.42339	
	Minimum		510.00	
	Maximum		750.00	
	Range		240.00	
	Interquartile Range		.	
	Skewness		-1.127	1.225
	Kurtosis		.	.
TCS 20%Zr	Mean		1223.3333	12.01850
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	1171.6219	
		Upper Bound	1275.0448	
	5% Trimmed Mean		.	
	Median		1230.0000	
	Variance		433.333	
	Std. Deviation		20.81666	
	Minimum		1200.00	
	Maximum		1240.00	
	Range		40.00	
	Interquartile Range		.	
	Skewness		-1.293	1.225
	Kurtosis		.	.
TCS 30%Zr	Mean		1566.6667	52.38745
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	1341.2617	
		Upper Bound	1792.0717	
	5% Trimmed Mean		.	
	Median		1580.0000	
	Variance		8233.333	
	Std. Deviation		90.73772	
	Minimum		1470.00	
	Maximum		1650.00	
	Range		180.00	
	Interquartile Range		.	

	Skewness		-.647	1.225
	Kurtosis		.	.
Biodentine	Mean		1136.6667	34.80102
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	986.9300	
		Upper Bound	1286.4034	
	5% Trimmed Mean		.	
	Median		1130.0000	
	Variance		3633.333	
	Std. Deviation		60.27714	
	Minimum		1080.00	
	Maximum		1200.00	
	Range		120.00	
	Interquartile Range		.	
	Skewness		.492	1.225
	Kurtosis		.	.

ANOVA

Initial setting time

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	839691.667	3	279897.222	92.021	.000
Within Groups	24333.333	8	3041.667		
Total	864025.000	11			

Multiple Comparisons

Dependent Variable: Initial setting time

Bonferroni

(I) group	(J) group	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
TCS 10%Zr	TCS 20%Zr	-450.00000*	45.03085	.000	-606.6569	-293.3431
	TCS 30%Zr	-733.33333*	45.03085	.000	-889.9902	-576.6764
	Biodentine	-486.66667*	45.03085	.000	-643.3236	-330.0098
TCS 20%Zr	TCS 10%Zr	450.00000*	45.03085	.000	293.3431	606.6569
	TCS 30%Zr	-283.33333*	45.03085	.001	-439.9902	-126.6764
	Biodentine	-36.66667	45.03085	1.000	-193.3236	119.9902
TCS 30%Zr	TCS 10%Zr	733.33333*	45.03085	.000	576.6764	889.9902
	TCS 20%Zr	283.33333*	45.03085	.001	126.6764	439.9902
	Biodentine	246.66667*	45.03085	.004	90.0098	403.3236
Biodentine	TCS 10%Zr	486.66667*	45.03085	.000	330.0098	643.3236
	TCS 20%Zr	36.66667	45.03085	1.000	-119.9902	193.3236
	TCS 30%Zr	-246.66667*	45.03085	.004	-403.3236	-90.0098

*. The mean difference is significant at the 0.05 level.



ความทนแรงกด (เมกะปาสคาล)

	Biodentine	TCS 10%	TCS 20%	TCS 30%
1	45.6	44	50.2	50.2
2	45.9	39.4	46.1	55.4
3	46.2	40.5	48.2	56
4	49.7	44.8	53.4	51.9
5	50	48.1	57.4	60.3
6	52.4	43.3	48.8	49.2
7	53.1	52.5	56.4	65.5
8	54.2	51.8	55.1	62.4
9	54.5	43.5	49.4	49.7
10	55.3	45.9	49.5	54.2
11	57.3	47.5	57.2	56
12	60	45.4	53.7	52.5
13	60.4	48.4	56.8	61.2
14	62.1	46.1	56.8	54.8
15	63	51	57.1	64.2
average	53.98	46.147	53.073	56.233

Descriptives

	Group	Statistic	Std. Error
Compressive strength	TCS 10%Zr	Mean	46.1467
		95% Confidence Interval for Mean	
		Lower Bound	44.0216
		Upper Bound	48.2717
		5% Trimmed Mean	46.1685
		Median	45.9000
		Variance	14.726
		Std. Deviation	3.83739
		Minimum	39.40
		Maximum	52.50
		Range	13.10
Interquartile Range	4.90		

	Skewness		.046	.580
	Kurtosis		-.487	1.121
TCS 20%Zr	Mean		53.0733	1.02486
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	50.8752	
		Upper Bound	55.2714	
	5% Trimmed Mean		53.2204	
	Median		53.7000	
	Variance		15.755	
	Std. Deviation		3.96925	
	Minimum		46.10	
	Maximum		57.40	
	Range		11.30	
	Interquartile Range		7.40	
	Skewness		-.377	.580
	Kurtosis		-1.510	1.121
TCS 30%Zr	Mean		56.2333	1.37466
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	53.2850	
		Upper Bound	59.1817	
	5% Trimmed Mean		56.1093	
	Median		55.4000	
	Variance		28.345	
	Std. Deviation		5.32402	
	Minimum		49.20	
	Maximum		65.50	
	Range		16.30	
	Interquartile Range		9.30	
	Skewness		.401	.580
	Kurtosis		-1.048	1.121
Biodentine	Mean		53.9800	1.49810
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	50.7669	
		Upper Bound	57.1931	
	5% Trimmed Mean		53.9444	
	Median		54.2000	
	Variance		33.665	
	Std. Deviation		5.80212	
	Minimum		45.60	

Maximum	63.00	
Range	17.40	
Interquartile Range	10.30	
Skewness	.025	.580
Kurtosis	-1.097	1.121

ANOVA

Compressive strength

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	851.122	3	283.707	12.270	.000
Within Groups	1294.864	56	23.123		
Total	2145.986	59			

Multiple Comparisons

Dependent Variable: Compressive strength

Bonferroni

(I) Group	(J) Group	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
TCS 10%Zr	TCS 20%Zr	-6.92667*	1.75585	.001	-11.7293	-2.1240
	TCS 30%Zr	-10.08667*	1.75585	.000	-14.8893	-5.2840
	Biodentine	-7.83333*	1.75585	.000	-12.6360	-3.0307
TCS 20%Zr	TCS 10%Zr	6.92667*	1.75585	.001	2.1240	11.7293
	TCS 30%Zr	-3.16000	1.75585	.464	-7.9626	1.6426
	Biodentine	-.90667	1.75585	1.000	-5.7093	3.8960
TCS 30%Zr	TCS 10%Zr	10.08667*	1.75585	.000	5.2840	14.8893
	TCS 20%Zr	3.16000	1.75585	.464	-1.6426	7.9626
	Biodentine	2.25333	1.75585	1.000	-2.5493	7.0560
Biodentine	TCS 10%Zr	7.83333*	1.75585	.000	3.0307	12.6360
	TCS 20%Zr	.90667	1.75585	1.000	-3.8960	5.7093
	TCS 30%Zr	-2.25333	1.75585	1.000	-7.0560	2.5493

*. The mean difference is significant at the 0.05 level.

ความทึบรังสี (มิลลิเมตรของอลูมิเนียม)

	Biodentine	TCS 10%	TCS 20%	TCS 30%
1	4.52	4.0033	5.7949	6.4503
2	3.5767	3.4989	5.4971	6.5888
3	3.6528	3.4638	5.613	6.3821
average	3.92	3.66	5.64	6.47

Descriptives

		Group	Statistic	Std. Error	
Radiopacity	TCS 10%Zr	Mean	3.6553	.17428	
		95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound 2.9055		
			Upper Bound 4.4052		
		5% Trimmed Mean	.		
		Median	3.4989		
		Variance	.091		
		Std. Deviation	.30186		
		Minimum	3.46		
		Maximum	4.00		
		Range	.54		
		Interquartile Range	.		
		Skewness	1.706	1.225	
		Kurtosis	.	.	
		TCS 20%Zr	Mean	5.6350	.08667
			95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound 5.2621	
	Upper Bound 6.0079				
5% Trimmed Mean	.				
Median	5.6130				
Variance	.023				
Std. Deviation	.15011				
Minimum	5.50				
Maximum	5.79				
Range	.30				
Interquartile Range	.				

	Skewness		.645	1.225
	Kurtosis		.	.
TCS 30%Zr	Mean		6.4737	.06081
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	6.2121	
		Upper Bound	6.7354	
	5% Trimmed Mean		.	
	Median		6.4503	
	Variance		.011	
	Std. Deviation		.10532	
	Minimum		6.38	
	Maximum		6.59	
	Range		.21	
	Interquartile Range		.	
	Skewness		.952	1.225
	Kurtosis		.	.
Biodentine	Mean		3.9165	.30255
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	2.6147	
		Upper Bound	5.2183	
	5% Trimmed Mean		.	
	Median		3.6528	
	Variance		.275	
	Std. Deviation		.52403	
	Minimum		3.58	
	Maximum		4.52	
	Range		.94	
	Interquartile Range		.	
	Skewness		1.691	1.225
	Kurtosis		.	.

ANOVA

Radiopacity

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	16.595	3	5.532	55.407	.000
Within Groups	.799	8	.100		
Total	17.394	11			

Multiple Comparisons

Dependent Variable: Radiopacity

Bonferroni

(I) Group	(J) Group	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
TCS 10%Zr	TCS 20%Zr	-1.97967*	.25799	.000	-2.8772	-1.0822
	TCS 30%Zr	-2.81840*	.25799	.000	-3.7159	-1.9209
	Biodentine	-.26117	.25799	1.000	-1.1587	.6363
TCS 20%Zr	TCS 10%Zr	1.97967*	.25799	.000	1.0822	2.8772
	TCS 30%Zr	-.83873	.25799	.070	-1.7362	.0588
	Biodentine	1.71850*	.25799	.001	.8210	2.6160
TCS 30%Zr	TCS 10%Zr	2.81840*	.25799	.000	1.9209	3.7159
	TCS 20%Zr	.83873	.25799	.070	-.0588	1.7362
	Biodentine	2.55723*	.25799	.000	1.6597	3.4547
Biodentine	TCS 10%Zr	.26117	.25799	1.000	-.6363	1.1587
	TCS 20%Zr	-1.71850*	.25799	.001	-2.6160	-.8210
	TCS 30%Zr	-2.55723*	.25799	.000	-3.4547	-1.6597

*. The mean difference is significant at the 0.05 level.



ค่าความเป็นกรด-ด่าง

group	No.	3 hr	mean	6 hr	mean	24 hr	mean	2 d	mean	7 d	mean
Biodentine	1	10.25	10.174	10.44	10.50143	10.51	10.664	10.59	10.701	11.88	12.0386
	2	9.97		10.14		10.5		10.56		11.95	
	3	10.12		10.29		10.62		10.87		12.03	
	4	10.05		10.47		10.84		10.4		12.07	
	5	10.14		10.67		10.98		10.66		12.1	
	6	10.33		10.85		11.14		10.89		12.1	
	7	10.36		10.65		10.06		10.94		12.14	
TCS 10%	1	12.17	12.113	12.22	12.21286	12.51	12.529	11.76	11.717	12.71	12.6414
	2	12.13		12.23		12.54		11.56		12.7	
	3	12.12		12.21		12.54		11.75		12.73	
	4	12.07		12.13		12.46		11.66		11.82	
	5	12.06		12.21		12.49		11.7		12.85	
	6	12.12		12.24		12.57		11.78		12.79	
	7	12.12		12.25		12.59		11.81		12.89	
TCS 20%	1	12.16	12.139	12.24	12.24429	12.5	12.438	11.72	11.744	12.51	12.7629
	2	12.11		12.2		12.44		11.7		12.69	
	3	12.15		12.26		12.56		11.78		12.7	
	4	12.12		12.25		12.55		11.79		12.85	
	5	12.15		12.23		12.14		11.62		12.82	
	6	12.09		12.2		12.5		11.73		12.79	
	7	12.19		12.33		12.65		11.87		12.98	
TCS 30%	1	12.17	12.113	12.3	12.22143	12.59	12.411	11.8	11.67	12.89	12.7957
	2	12.16		12.28		12.57		11.78		12.89	
	3	12.11		12.26		11.9		11.59		12.8	
	4	12.11		12.29		12.57		11.8		12.94	
	5	12.07		12.16		12.34		11.43		12.77	
	6	12.11		12.14		12.49		11.68		12.56	
	7	12.06		12.12		12.42		11.61		12.72	

group	No.	2 w	mean	3 w	mean	4 w	mean	6 w	mean	8 w	mean
Biodentine	1	12.26	12.2457	10.88	10.929	10.17	10.27714	10.24	10.28143	10.23	10.28
	2	12.28		10.59		10.04		10.23		10.24	
	3	12.04		10.98		10.24		10.52		10.5	
	4	12.01		10.95		9.99		10.34		10.35	
	5	12.36		11.15		10.72		10.27		10.26	
	6	12.39		11.13		10.41		10.25		10.27	
	7	12.38		10.82		10.37		10.12		10.11	
TCS 10%	1	12.73	12.7514	11.04	11.183	9.96	10.23571	10.32	10.23143	10.34	10.229
	2	12.95		11.33		10.15		9.69		9.67	
	3	12.64		10.55		10.36		9.86		9.88	
	4	12.68		11.2		10.27		10.65		10.6	
	5	12.94		11.38		10		9.76		9.79	
	6	12.87		11.55		10.4		10.8		10.78	
	7	12.45		11.23		10.51		10.54		10.54	
TCS 20%	1	12.52	12.7429	10.13	11.367	10.24	10.21286	10.28	10.22	10.3	10.27
	2	12.68		11.53		10.12		10.25		10.21	
	3	12.67		11.68		10.25		10.28		10.27	
	4	12.85		11.69		10.36		10.35		10.34	
	5	12.84		11.66		10.24		9.83		9.92	
	6	12.96		11.39		9.83		10.2		10.12	
	7	12.68		11.49		10.45		10.35		10.24	
TCS 30%	1	12.74	12.7429	11.39	11.324	10.26	10.20714	10.78	10.21286	10.76	10.197
	2	12.56		11.09		9.81		9.78		9.76	
	3	12.79		11.18		10.12		9.84		9.85	
	4	12.85		11.78		10.25		9.5		9.48	
	5	12.8		11.17		10.25		10.12		10.1	
	6	12.84		11.21		10.12		10.65		10.67	
	7	12.62		11.45		10.64		10.82		10.76	

Descriptives

		Group	Statistic	Std. Error			
pH in 3 hr	TCS 10%Zr	Mean	12.1129	.01409			
		95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound Upper Bound	12.0784 12.1473			
		5% Trimmed Mean		12.1126			
		Median		12.1200			
		Variance		.001			
		Std. Deviation		.03729			
		Minimum		12.06			
		Maximum		12.17			
		Range		.11			
		Interquartile Range		.06			
		Skewness		-.152	.794		
		Kurtosis		-.105	1.587		
			TCS 20%Zr	Mean	12.1386	.01280	
				95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound Upper Bound	12.1072 12.1699	
				5% Trimmed Mean		12.1384	
Median				12.1500			
Variance				.001			
Std. Deviation				.03388			
Minimum				12.09			
Maximum				12.19			
Range				.10			
Interquartile Range				.05			
Skewness				.027	.794		
Kurtosis				-.584	1.587		
	TCS 30%Zr			Mean	12.1129	.01554	
				95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound Upper Bound	12.0748 12.1509	
				5% Trimmed Mean		12.1126	
		Median		12.1100			
		Variance		.002			
		Std. Deviation		.04112			
		Minimum		12.06			

		Maximum	12.17	
		Range	.11	
		Interquartile Range	.09	
		Skewness	.218	.794
		Kurtosis	-1.027	1.587
	Biodentine	Mean	10.1743	.05472
		95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound 10.0404 Upper Bound 10.3082	
		5% Trimmed Mean	10.1753	
		Median	10.1400	
		Variance	.021	
		Std. Deviation	.14478	
		Minimum	9.97	
		Maximum	10.36	
		Range	.39	
		Interquartile Range	.28	
		Skewness	-.002	.794
		Kurtosis	-1.364	1.587
pH in 6 hr	TCS 10%Zr	Mean	12.2129	.01491
		95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound 12.1764 Upper Bound 12.2494	
		5% Trimmed Mean	12.2154	
		Median	12.2200	
		Variance	.002	
		Std. Deviation	.03946	
		Minimum	12.13	
		Maximum	12.25	
		Range	.12	
		Interquartile Range	.03	
		Skewness	-1.869	.794
		Kurtosis	4.159	1.587
	TCS 20%Zr	Mean	12.2443	.01674
		95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound 12.2033 Upper Bound 12.2853	
		5% Trimmed Mean	12.2420	
		Median	12.2400	
		Variance	.002	

		Std. Deviation	.04429	
		Minimum	12.20	
		Maximum	12.33	
		Range	.13	
		Interquartile Range	.06	
		Skewness	1.227	.794
		Kurtosis	2.090	1.587
	TCS 30%Zr	Mean	12.2214	.02947
		95% Confidence Interval for Lower Bound	12.1493	
		Mean Upper Bound	12.2935	
		5% Trimmed Mean	12.2227	
		Median	12.2600	
		Variance	.006	
		Std. Deviation	.07798	
		Minimum	12.12	
		Maximum	12.30	
		Range	.18	
		Interquartile Range	.15	
		Skewness	-.369	.794
		Kurtosis	-2.393	1.587
	Biodentine	Mean	10.5014	.09156
		95% Confidence Interval for Lower Bound	10.2774	
		Mean Upper Bound	10.7255	
		5% Trimmed Mean	10.5021	
		Median	10.4700	
		Variance	.059	
		Std. Deviation	.24224	
		Minimum	10.14	
		Maximum	10.85	
		Range	.71	
		Interquartile Range	.38	
		Skewness	-.107	.794
		Kurtosis	-.638	1.587
pH in 1 d	TCS 10%Zr	Mean	12.5286	.01710
		95% Confidence Interval for Lower Bound	12.4867	
		Mean Upper Bound	12.5704	
		5% Trimmed Mean	12.5290	
		Median	12.5400	

	Variance		.002	
	Std. Deviation		.04525	
	Minimum		12.46	
	Maximum		12.59	
	Range		.13	
	Interquartile Range		.08	
	Skewness		-.202	.794
	Kurtosis		-.763	1.587
TCS 20%Zr	Mean		12.4714	.06663
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	12.3084	
		Upper Bound	12.6345	
	5% Trimmed Mean		12.4821	
	Median		12.5000	
	Variance		.031	
	Std. Deviation		.17630	
	Minimum		12.10	
	Maximum		12.65	
	Range		.55	
	Interquartile Range		.12	
	Skewness		-1.889	.794
	Kurtosis		4.335	1.587
TCS 30%Zr	Mean		12.4114	.09195
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	12.1864	
		Upper Bound	12.6364	
	5% Trimmed Mean		12.4299	
	Median		12.4900	
	Variance		.059	
	Std. Deviation		.24327	
	Minimum		11.90	
	Maximum		12.59	
	Range		.69	
	Interquartile Range		.23	
	Skewness		-1.945	.794
	Kurtosis		4.028	1.587
Biodentine	Mean		10.6643	.13582
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	10.3319	
		Upper Bound	10.9966	
	5% Trimmed Mean		10.6714	

		Median	10.6200	
		Variance	.129	
		Std. Deviation	.35934	
		Minimum	10.06	
		Maximum	11.14	
		Range	1.08	
		Interquartile Range	.48	
		Skewness	-.424	.794
		Kurtosis	.106	1.587
pH in 3 d	TCS 10%Zr	Mean	12.6371	.03198
		95% Confidence Interval for Lower Bound	12.5589	
		Mean Upper Bound	12.7154	
		5% Trimmed Mean	12.6357	
		Median	12.6400	
		Variance	.007	
		Std. Deviation	.08460	
		Minimum	12.54	
		Maximum	12.76	
		Range	.22	
		Interquartile Range	.16	
		Skewness	.301	.794
		Kurtosis	-1.565	1.587
	TCS 20%Zr	Mean	12.6014	.07611
		95% Confidence Interval for Lower Bound	12.4152	
		Mean Upper Bound	12.7877	
		5% Trimmed Mean	12.6110	
		Median	12.6800	
		Variance	.041	
		Std. Deviation	.20136	
		Minimum	12.21	
		Maximum	12.82	
		Range	.61	
		Interquartile Range	.22	
		Skewness	-1.368	.794
		Kurtosis	2.045	1.587
	TCS 30%Zr	Mean	12.5914	.03582
		95% Confidence Interval for Lower Bound	12.5038	
		Mean Upper Bound	12.6791	

		5% Trimmed Mean	12.5888	
		Median	12.5700	
		Variance	.009	
		Std. Deviation	.09477	
		Minimum	12.49	
		Maximum	12.74	
		Range	.25	
		Interquartile Range	.20	
		Skewness	.578	.794
		Kurtosis	-.803	1.587
	Biodentine	Mean	11.4971	.11860
		95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound Upper Bound	11.2069 11.7873
		5% Trimmed Mean	11.4940	
		Median	11.4000	
		Variance	.098	
		Std. Deviation	.31378	
		Minimum	11.06	
		Maximum	11.99	
		Range	.93	
		Interquartile Range	.44	
		Skewness	.326	.794
		Kurtosis	-.484	1.587
pH in 1 wk	TCS 10%Zr	Mean	12.6414	.13956
		95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound Upper Bound	12.2999 12.9829
		5% Trimmed Mean	12.6733	
		Median	12.7300	
		Variance	.136	
		Std. Deviation	.36925	
		Minimum	11.82	
		Maximum	12.89	
		Range	1.07	
		Interquartile Range	.15	
		Skewness	-2.435	.794
		Kurtosis	6.187	1.587
	TCS 20%Zr	Mean	12.7629	.05605
		95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	12.6257

	Mean	Upper Bound	12.9000	
	5% Trimmed Mean		12.7648	
	Median		12.7900	
	Variance		.022	
	Std. Deviation		.14829	
	Minimum		12.51	
	Maximum		12.98	
	Range		.47	
	Interquartile Range		.16	
	Skewness		-.407	.794
	Kurtosis		.799	1.587
TCS 30%Zr	Mean		12.7957	.04893
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	12.6760	
		Upper Bound	12.9155	
	5% Trimmed Mean		12.8008	
	Median		12.8000	
	Variance		.017	
	Std. Deviation		.12947	
	Minimum		12.56	
	Maximum		12.94	
	Range		.38	
	Interquartile Range		.17	
	Skewness		-.953	.794
	Kurtosis		.765	1.587
Biodentine	Mean		12.0386	.03515
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	11.9526	
		Upper Bound	12.1246	
	5% Trimmed Mean		12.0417	
	Median		12.0700	
	Variance		.009	
	Std. Deviation		.09299	
	Minimum		11.88	
	Maximum		12.14	
	Range		.26	
	Interquartile Range		.15	
	Skewness		-.912	.794
	Kurtosis		-.226	1.587
pH in 2 wk	TCS 10%Zr	Mean	12.7514	.06864

	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	12.5835	
		Upper Bound	12.9194	
	5% Trimmed Mean		12.7571	
	Median		12.7300	
	Variance		.033	
	Std. Deviation		.18161	
	Minimum		12.45	
	Maximum		12.95	
	Range		.50	
	Interquartile Range		.30	
	Skewness		-.504	.794
	Kurtosis		-.487	1.587
TCS 20%Zr	Mean		12.7429	.05584
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	12.6062	
		Upper Bound	12.8795	
	5% Trimmed Mean		12.7432	
	Median		12.6800	
	Variance		.022	
	Std. Deviation		.14773	
	Minimum		12.52	
	Maximum		12.96	
	Range		.44	
	Interquartile Range		.18	
	Skewness		.031	.794
	Kurtosis		-.530	1.587
TCS 30%Zr	Mean		12.7429	.04224
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	12.6395	
		Upper Bound	12.8462	
	5% Trimmed Mean		12.7471	
	Median		12.7900	
	Variance		.012	
	Std. Deviation		.11176	
	Minimum		12.56	
	Maximum		12.85	
	Range		.29	
	Interquartile Range		.22	
	Skewness		-.924	.794
	Kurtosis		-.667	1.587

Biodentine	Mean		12.2457	.05999
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	12.0989	
		Upper Bound	12.3925	
	5% Trimmed Mean		12.2508	
	Median		12.2800	
	Variance		.025	
	Std. Deviation		.15873	
	Minimum		12.01	
	Maximum		12.39	
	Range		.38	
	Interquartile Range		.34	
	Skewness		-.866	.794
	Kurtosis		-1.130	1.587
	pH in 3 wk TCS 10%Zr	Mean		11.1829
95% Confidence Interval for Mean		Lower Bound	10.8859	
		Upper Bound	11.4799	
5% Trimmed Mean			11.1976	
Median			11.2300	
Variance			.103	
Std. Deviation			.32113	
Minimum			10.55	
Maximum			11.55	
Range			1.00	
Interquartile Range			.34	
Skewness			-1.381	.794
Kurtosis			2.542	1.587
TCS 20%Zr		Mean		11.3671
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	10.8521	
		Upper Bound	11.8822	
	5% Trimmed Mean		11.4179	
	Median		11.5300	
	Variance		.310	
	Std. Deviation		.55686	
	Minimum		10.13	
	Maximum		11.69	
	Range		1.56	
	Interquartile Range		.29	
	Skewness		-2.429	.794

		Kurtosis	6.108	1.587	
TCS 30%Zr		Mean	11.3243	.09002	
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	11.1040		
		Upper Bound	11.5446		
		5% Trimmed Mean	11.3120		
		Median	11.2100		
		Variance	.057		
		Std. Deviation	.23818		
		Minimum	11.09		
		Maximum	11.78		
		Range	.69		
		Interquartile Range	.28		
		Skewness	1.310	.794	
		Kurtosis	1.500	1.587	
	Biodentine		Mean	10.9286	.07262
95% Confidence Interval for Mean		Lower Bound	10.7509		
		Upper Bound	11.1063		
		5% Trimmed Mean	10.9351		
		Median	10.9500		
		Variance	.037		
		Std. Deviation	.19213		
		Minimum	10.59		
		Maximum	11.15		
		Range	.56		
		Interquartile Range	.31		
		Skewness	-.692	.794	
		Kurtosis	.539	1.587	
pH in 4 wk		TCS 10%Zr	Mean	10.2357	.07834
	95% Confidence Interval for Mean		Lower Bound	10.0440	
			Upper Bound	10.4274	
			5% Trimmed Mean	10.2358	
			Median	10.2700	
			Variance	.043	
			Std. Deviation	.20727	
			Minimum	9.96	
			Maximum	10.51	
			Range	.55	
			Interquartile Range	.40	

	Skewness		-.201	.794
	Kurtosis		-1.469	1.587
TCS 20%Zr	Mean		10.2129	.07495
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	10.0295	
		Upper Bound	10.3963	
	5% Trimmed Mean		10.2210	
	Median		10.2400	
	Variance		.039	
	Std. Deviation		.19830	
	Minimum		9.83	
	Maximum		10.45	
	Range		.62	
	Interquartile Range		.24	
	Skewness		-1.206	.794
	Kurtosis		2.203	1.587
TCS 30%Zr	Mean		10.2071	.09345
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	9.9785	
		Upper Bound	10.4358	
	5% Trimmed Mean		10.2052	
	Median		10.2500	
	Variance		.061	
	Std. Deviation		.24723	
	Minimum		9.81	
	Maximum		10.64	
	Range		.83	
	Interquartile Range		.14	
	Skewness		.269	.794
	Kurtosis		2.108	1.587
Biodentine	Mean		10.2771	.09436
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	10.0463	
		Upper Bound	10.5080	
	5% Trimmed Mean		10.2685	
	Median		10.2400	
	Variance		.062	
	Std. Deviation		.24965	
	Minimum		9.99	
	Maximum		10.72	
	Range		.73	

		Interquartile Range		.37			
		Skewness		.775	.794		
		Kurtosis		.480	1.587		
pH in 6 wk	TCS 10%Zr	Mean		10.2314	.17285		
		95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	9.8085			
			Upper Bound	10.6544			
		5% Trimmed Mean		10.2299			
		Median		10.3200			
		Variance		.209			
		Std. Deviation		.45733			
		Minimum		9.69			
		Maximum		10.80			
		Range		1.11			
		Interquartile Range		.89			
		Skewness		-.067	.794		
		Kurtosis		-2.213	1.587		
			TCS 20%Zr	Mean		10.2200	.06803
				95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	10.0535	
			Upper Bound	10.3865			
		5% Trimmed Mean		10.2344			
		Median		10.2800			
		Variance		.032			
		Std. Deviation		.18000			
		Minimum		9.83			
		Maximum		10.35			
		Range		.52			
		Interquartile Range		.15			
		Skewness		-2.179	.794		
		Kurtosis		5.150	1.587		
	TCS 30%Zr	Mean		10.2129	.20263		
		95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	9.7170			
			Upper Bound	10.7087			
		5% Trimmed Mean		10.2187			
		Median		10.1200			
		Variance		.287			
		Std. Deviation		.53612			
		Minimum		9.50			
		Maximum		10.82			

		Range	1.32	
		Interquartile Range	1.00	
		Skewness	-.009	.794
		Kurtosis	-2.075	1.587
	Biodentine	Mean	10.2814	.04677
		95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound 10.1670 Upper Bound 10.3959	
		5% Trimmed Mean	10.2771	
		Median	10.2500	
		Variance	.015	
		Std. Deviation	.12375	
		Minimum	10.12	
		Maximum	10.52	
		Range	.40	
		Interquartile Range	.11	
		Skewness	1.149	.794
		Kurtosis	2.442	1.587
pHin 8 wk	TCS 10%Zr	Mean	10.2286	.16742
		95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound 9.8189 Upper Bound 10.6382	
		5% Trimmed Mean	10.2290	
		Median	10.3400	
		Variance	.196	
		Std. Deviation	.44296	
		Minimum	9.67	
		Maximum	10.78	
		Range	1.11	
		Interquartile Range	.81	
		Skewness	-.136	.794
		Kurtosis	-2.125	1.587
	TCS 20%Zr	Mean	10.2000	.05367
		95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound 10.0687 Upper Bound 10.3313	
		5% Trimmed Mean	10.2078	
		Median	10.2400	
		Variance	.020	
		Std. Deviation	.14201	

	Minimum		9.92	
	Maximum		10.34	
	Range		.42	
	Interquartile Range		.18	
	Skewness		-1.492	.794
	Kurtosis		2.286	1.587
TCS 30%Zr	Mean		10.1971	.20075
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	9.7059	
		Upper Bound	10.6883	
	5% Trimmed Mean		10.2057	
	Median		10.1000	
	Variance		.282	
	Std. Deviation		.53112	
	Minimum		9.48	
	Maximum		10.76	
	Range		1.28	
	Interquartile Range		1.00	
	Skewness		-.051	.794
	Kurtosis		-2.079	1.587
Biodentine	Mean		10.2800	.04546
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	10.1688	
		Upper Bound	10.3912	
	5% Trimmed Mean		10.2772	
	Median		10.2600	
	Variance		.014	
	Std. Deviation		.12028	
	Minimum		10.11	
	Maximum		10.50	
	Range		.39	
	Interquartile Range		.12	
	Skewness		.788	.794
	Kurtosis		1.759	1.587

ANOVA

		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
pH in 3 hr	Between Groups	19.908	3	6.636	1053.719	.000
	Within Groups	.151	24	.006		
	Total	20.059	27			
pH in 6 hr	Between Groups	15.621	3	5.207	305.042	.000
	Within Groups	.410	24	.017		
	Total	16.031	27			
pH in 1 d	Between Groups	17.175	3	5.725	103.416	.000
	Within Groups	1.329	24	.055		
	Total	18.504	27			
pH in 3 d	Between Groups	6.510	3	2.170	55.948	.000
	Within Groups	.931	24	.039		
	Total	7.441	27			
pH in 1 wk	Between Groups	2.627	3	.876	19.060	.000
	Within Groups	1.102	24	.046		
	Total	3.729	27			
pH in 2 wk	Between Groups	1.313	3	.438	18.926	.000
	Within Groups	.555	24	.023		
	Total	1.868	27			
pH in 3 wk	Between Groups	.821	3	.274	2.161	.119
	Within Groups	3.041	24	.127		
	Total	3.863	27			
pH in 4 wk	Between Groups	.021	3	.007	.137	.937
	Within Groups	1.234	24	.051		
	Total	1.256	27			
pH in 6 wk	Between Groups	.020	3	.007	.049	.985
	Within Groups	3.266	24	.136		
	Total	3.286	27			
pH in 8 wk	Between Groups	.031	3	.010	.081	.970
	Within Groups	3.078	24	.128		
	Total	3.109	27			

Multiple Comparisons

Bonferroni

Dependent	(I) Group	(J) Group	Mean	Std.	Sig.	95% Confidence Interval
-----------	-----------	-----------	------	------	------	-------------------------

Variable			Difference (I-J)	Error		Lower Bound	Upper Bound
pH in 3 hr	TCS 10%Zr	TCS 20%Zr	-.02571	.04242	1.000	-.1477	.0962
		TCS 30%Zr	.00000	.04242	1.000	-.1220	.1220
		Biodentine	1.93857*	.04242	.000	1.8166	2.0605
	TCS 20%Zr	TCS 10%Zr	.02571	.04242	1.000	-.0962	.1477
		TCS 30%Zr	.02571	.04242	1.000	-.0962	.1477
		Biodentine	1.96429*	.04242	.000	1.8423	2.0862
	TCS 30%Zr	TCS 10%Zr	.00000	.04242	1.000	-.1220	.1220
		TCS 20%Zr	-.02571	.04242	1.000	-.1477	.0962
		Biodentine	1.93857*	.04242	.000	1.8166	2.0605
		TCS 10%Zr	-1.93857*	.04242	.000	-2.0605	-1.8166
		TCS 20%Zr	-1.96429*	.04242	.000	-2.0862	-1.8423
		TCS 30%Zr	-1.93857*	.04242	.000	-2.0605	-1.8166
pH in 6 hr	TCS 10%Zr	TCS 20%Zr	-.03143	.06984	1.000	-.2322	.1694
		TCS 30%Zr	-.00857	.06984	1.000	-.2094	.1922
		Biodentine	1.71143*	.06984	.000	1.5106	1.9122
	TCS 20%Zr	TCS 10%Zr	.03143	.06984	1.000	-.1694	.2322
		TCS 30%Zr	.02286	.06984	1.000	-.1779	.2236
		Biodentine	1.74286*	.06984	.000	1.5421	1.9436
	TCS 30%Zr	TCS 10%Zr	.00857	.06984	1.000	-.1922	.2094
		TCS 20%Zr	-.02286	.06984	1.000	-.2236	.1779
		Biodentine	1.72000*	.06984	.000	1.5192	1.9208

	Bidentine	TCS	-1.71143*	.06984	.000	-1.9122	-1.5106
		10%Zr					
		TCS	-1.74286*	.06984	.000	-1.9436	-1.5421
		20%Zr					
		TCS	-1.72000*	.06984	.000	-1.9208	-1.5192
		30%Zr					
pH in 1 d	TCS	TCS	.05714	.12577	1.000	-.3044	.4187
	10%Zr	20%Zr					
		TCS	.11714	.12577	1.000	-.2444	.4787
		30%Zr					
		Bidentine	1.86429*	.12577	.000	1.5027	2.2259
	TCS	TCS	-.05714	.12577	1.000	-.4187	.3044
	20%Zr	10%Zr					
		TCS	.06000	.12577	1.000	-.3016	.4216
		30%Zr					
		Bidentine	1.80714*	.12577	.000	1.4456	2.1687
	TCS	TCS	-.11714	.12577	1.000	-.4787	.2444
	30%Zr	10%Zr					
	TCS	-.06000	.12577	1.000	-.4216	.3016	
	20%Zr						
	Bidentine	1.74714*	.12577	.000	1.3856	2.1087	
	TCS	TCS	-1.86429*	.12577	.000	-2.2259	-1.5027
	10%Zr	20%Zr					
	TCS	TCS	-1.80714*	.12577	.000	-2.1687	-1.4456
	20%Zr	30%Zr					
	TCS	TCS	-1.74714*	.12577	.000	-2.1087	-1.3856
	30%Zr	10%Zr					
pH in 3 d	TCS	TCS	.03571	.10527	1.000	-.2669	.3384
	10%Zr	20%Zr					
		TCS	.04571	.10527	1.000	-.2569	.3484
		30%Zr					
		Bidentine	1.14000*	.10527	.000	.8373	1.4427
	TCS	TCS	-.03571	.10527	1.000	-.3384	.2669
	20%Zr	10%Zr					
		TCS	.01000	.10527	1.000	-.2927	.3127
		30%Zr					
	Bidentine	1.10429*	.10527	.000	.8016	1.4069	
TCS	TCS	-.04571	.10527	1.000	-.3484	.2569	
30%Zr	10%Zr						

	TCS 20%Zr		-.01000	.10527	1.000	-.3127	.2927	
	Biodentine		1.09429*	.10527	.000	.7916	1.3969	
	Biodentine TCS 10%Zr		-1.14000*	.10527	.000	-1.4427	-.8373	
	TCS 20%Zr		-1.10429*	.10527	.000	-1.4069	-.8016	
	TCS 30%Zr		-1.09429*	.10527	.000	-1.3969	-.7916	
pH in 1 wk	TCS 10%Zr	TCS 20%Zr	-.12143	.11456	1.000	-.4508	.2080	
		TCS 30%Zr	-.15429	.11456	1.000	-.4837	.1751	
		Biodentine	.60286*	.11456	.000	.2735	.9322	
	TCS 20%Zr	TCS 10%Zr	.12143	.11456	1.000	-.2080	.4508	
		TCS 30%Zr	-.03286	.11456	1.000	-.3622	.2965	
		Biodentine	.72429*	.11456	.000	.3949	1.0537	
	TCS 30%Zr	TCS 10%Zr	.15429	.11456	1.000	-.1751	.4837	
		TCS 20%Zr	.03286	.11456	1.000	-.2965	.3622	
		Biodentine	.75714*	.11456	.000	.4278	1.0865	
		Biodentine TCS 10%Zr		-.60286*	.11456	.000	-.9322	-.2735
		TCS 20%Zr		-.72429*	.11456	.000	-1.0537	-.3949
		TCS 30%Zr		-.75714*	.11456	.000	-1.0865	-.4278
pH in 2 wk	TCS 10%Zr	TCS 20%Zr	.00857	.08128	1.000	-.2251	.2423	
		TCS 30%Zr	.00857	.08128	1.000	-.2251	.2423	
		Biodentine	.50571*	.08128	.000	.2720	.7394	
	TCS 20%Zr	TCS 10%Zr	-.00857	.08128	1.000	-.2423	.2251	
		TCS 30%Zr	.00000	.08128	1.000	-.2337	.2337	

		Biodentine	.49714*	.08128	.000	.2635	.7308
TCS 30%Zr	TCS 10%Zr		-.00857	.08128	1.000	-.2423	.2251
	TCS 20%Zr		.00000	.08128	1.000	-.2337	.2337
	Biodentine		.49714*	.08128	.000	.2635	.7308
	Biodentine TCS 10%Zr		-.50571*	.08128	.000	-.7394	-.2720
	TCS 20%Zr		-.49714*	.08128	.000	-.7308	-.2635
	TCS 30%Zr		-.49714*	.08128	.000	-.7308	-.2635
pH in 3 wk	TCS 10%Zr	TCS 20%Zr	-.18429	.19027	1.000	-.7313	.3628
		TCS 30%Zr	-.14143	.19027	1.000	-.6885	.4056
		Biodentine	.25429	.19027	1.000	-.2928	.8013
	TCS 20%Zr	TCS 10%Zr	.18429	.19027	1.000	-.3628	.7313
		TCS 30%Zr	.04286	.19027	1.000	-.5042	.5899
		Biodentine	.43857	.19027	.181	-.1085	.9856
	TCS 30%Zr	TCS 10%Zr	.14143	.19027	1.000	-.4056	.6885
		TCS 20%Zr	-.04286	.19027	1.000	-.5899	.5042
		Biodentine	.39571	.19027	.290	-.1513	.9428
	Biodentine TCS 10%Zr		-.25429	.19027	1.000	-.8013	.2928
	TCS 20%Zr		-.43857	.19027	.181	-.9856	.1085
	TCS 30%Zr		-.39571	.19027	.290	-.9428	.1513
pH in 4 wk	TCS 10%Zr	TCS 20%Zr	.02286	.12122	1.000	-.3257	.3714
		TCS 30%Zr	.02857	.12122	1.000	-.3200	.3771
		Biodentine	-.04143	.12122	1.000	-.3900	.3071

	TCS 20%Zr	TCS 10%Zr	-.02286	.12122	1.000	-.3714	.3257
		TCS 30%Zr	.00571	.12122	1.000	-.3428	.3542
		Biodentine	-.06429	.12122	1.000	-.4128	.2842
	TCS 30%Zr	TCS 10%Zr	-.02857	.12122	1.000	-.3771	.3200
		TCS 20%Zr	-.00571	.12122	1.000	-.3542	.3428
		Biodentine	-.07000	.12122	1.000	-.4185	.2785
	Biodentine	TCS 10%Zr	.04143	.12122	1.000	-.3071	.3900
		TCS 20%Zr	.06429	.12122	1.000	-.2842	.4128
		TCS 30%Zr	.07000	.12122	1.000	-.2785	.4185
pH in 6 wk	TCS 10%Zr	TCS 20%Zr	.01143	.19717	1.000	-.5555	.5783
		TCS 30%Zr	.01857	.19717	1.000	-.5483	.5855
		Biodentine	-.05000	.19717	1.000	-.6169	.5169
	TCS 20%Zr	TCS 10%Zr	-.01143	.19717	1.000	-.5783	.5555
		TCS 30%Zr	.00714	.19717	1.000	-.5598	.5740
		Biodentine	-.06143	.19717	1.000	-.6283	.5055
	TCS 30%Zr	TCS 10%Zr	-.01857	.19717	1.000	-.5855	.5483
		TCS 20%Zr	-.00714	.19717	1.000	-.5740	.5598
		Biodentine	-.06857	.19717	1.000	-.6355	.4983
	Biodentine	TCS 10%Zr	.05000	.19717	1.000	-.5169	.6169
		TCS 20%Zr	.06143	.19717	1.000	-.5055	.6283
		TCS 30%Zr	.06857	.19717	1.000	-.4983	.6355
pH in 8 wk	TCS 10%Zr	TCS 20%Zr	.02857	.19141	1.000	-.5218	.5789

	TCS 30%Zr		.03143	.19141	1.000	-.5189	.5818
	Biodentine		-.05143	.19141	1.000	-.6018	.4989
TCS 20%Zr	TCS 10%Zr		-.02857	.19141	1.000	-.5789	.5218
	TCS 30%Zr		.00286	.19141	1.000	-.5475	.5532
	Biodentine		-.08000	.19141	1.000	-.6303	.4703
TCS 30%Zr	TCS 10%Zr		-.03143	.19141	1.000	-.5818	.5189
	TCS 20%Zr		-.00286	.19141	1.000	-.5532	.5475
	Biodentine		-.08286	.19141	1.000	-.6332	.4675
Biodentine	TCS 10%Zr		.05143	.19141	1.000	-.4989	.6018
	TCS 20%Zr		.08000	.19141	1.000	-.4703	.6303
	TCS 30%Zr		.08286	.19141	1.000	-.4675	.6332

*. The mean difference is significant at the 0.05 level.



ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	คงธรรม วิมลสุทธิกุล
วัน เดือน ปี เกิด	8 มกราคม พ.ศ.2534
สถานที่เกิด	กรุงเทพมหานคร ประเทศไทย
วุฒิการศึกษา	ทันตแพทยศาสตรบัณฑิต คณะทันตแพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ที่อยู่ปัจจุบัน	กรุงเทพมหานคร ประเทศไทย



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY