



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ทุนวิจัย

กองทุนรัชดาภิเษกสมโภช

รายงานผลการวิจัย

เรื่อง

การสังเคราะห์สารพอร์ซเลนเฟลสปาร์

เพื่อใช้ในงานทันตกรรม

สถาบันวิทยบริการ

โดย

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สุทิน คุณาเรืองรอง

617.695
ส779ก

เมษายน ๒๕๔๔

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ทุนวิจัย

กองทุนรัชดาภิเษกสมโภช

รายงานผลการวิจัย

การสังเคราะห์สารพอร์ซเลนเฟลสปาร์เพื่อใช้ในการทันตกรรม

(Synthesis of feldspathic porcelain for dental restoration)

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
โดย

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สุนัน คุหาเรืองรอง

9 เมษายน 2544

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยที่ให้เงินทุนวิจัย กองทุนรัชดาภิเษกสมโภช เพื่อสนับสนุน
ในการทำงานวิจัยครั้งนี้

ขอขอบคุณบริษัทต่อไปนี้ที่ช่วยเหลือทางด้านวัสดุและให้ข้อมูลของวัสดุ

- 1). Compound Clay Co. Ltd.
- 2). MRD-ECC Co. Ltd.
- 3). Ferro Co. Ltd.
- 4). Cerdec (Thailand) Co. Ltd.

ขอขอบคุณบุคคลต่อไปนี้ที่มีส่วนในการช่วยเหลืองานต่าง ๆ ที่เกี่ยวข้องกับโครงการวิจัยนี้

- 1). คุณธนาวดี เตชะคุปต์
- 2). คุณมวินทร สุทัศน์ ณ อยุธยา
- 3). คุณธนาพรณ จิระทรัพย์อนันต์
- 4). คุณไพรวลัย แต่งพัฒน์
- 5). คุณธนากร วาสนาเพียรพงศ์
- 6). คุณนิตยา แก้วแพรง
- 7). คุณวิจิต ประกายพรรณ
- 8). คุณโมเชิต อิศรจินดา
- 9). คุณปรเมศวร์ ดิษโสภา

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ชื่อโครงการวิจัย การสังเคราะห์สารพอร์ซเลนเฟลสปาร์เพื่อใช้ในงานทันตกรรม
 ชื่อผู้วิจัย ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สุทิน คุณาเรืองรอง
 เดือนและปีที่ทำวิจัยเสร็จ ธันวาคม 2543

บทคัดย่อ

ปัจจุบันสารพอร์ซเลนเฟลสปาร์ที่ใช้ในงานทันตกรรมต้องสั่งนำเข้าจากต่างประเทศเป็นจำนวนมาก ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์สารพอร์ซเลนเฟลสปาร์ขึ้นเอง โดยแบ่งการทดลองออกเป็น 2 ส่วน ส่วนแรกเป็นการศึกษาสมบัติของวัตถุดิบหลักที่ใช้ในการสังเคราะห์สารพอร์ซเลนเฟลสปาร์จากแหล่งต่าง ๆ ซึ่งได้แก่ โปแตสเฟลสปาร์ ดิน ควอर्थ และฟริต โดยดูองค์ประกอบทางเคมี เฟส และสมบัติหลังเผา เช่น สี การหลอมตัว และการขยายตัวเมื่อได้รับความร้อน ส่วนที่สองเป็นการสังเคราะห์สารพอร์ซเลนเฟลสปาร์โดยนำวัตถุดิบที่คัดเลือกจากผลการทดลองของส่วนแรกมาใช้ในการสังเคราะห์ สารพอร์ซเลนเฟลสปาร์ถูกสังเคราะห์ขึ้นโดยการปรับเปลี่ยนสัดส่วนผสมของวัตถุดิบที่ใช้และสภาวะในการเผาเพื่อให้ได้เฟสลูไซต์เช่นเดียวกับเฟสที่มีใน VMK95 ซึ่งเป็นสารพอร์ซเลนเฟลสปาร์จากต่างประเทศที่ใช้อยู่ในปัจจุบัน นอกจากนี้ได้ทำการเปรียบเทียบสมบัติต่าง ๆ ของสารที่สังเคราะห์ขึ้นกับของ VMK95 เช่น สมบัติการขยายตัว ความทนทานทางเคมีโดยใช้น้ำส้มสายชู และความทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน

ผลการทดลองในส่วนของวัตถุดิบพบว่า Nepheline Syenite และ เฟลสปาร์ KM85 มีปริมาณของโปแตสเฟลสปาร์สูงและมีการหลอมตัวที่ดี ส่วนฟริตที่ทำการทดสอบซึ่งได้แก่ FP606, FP660 และ 502000 ซึ่งเป็นฟริตที่อุณหภูมิตำ่มีการหลอมตัวที่ใกล้เคียงกันในช่วงอุณหภูมิ 1150 - 1200 °C วัตถุดิบเหล่านี้ได้ถูกคัดเลือกไว้สำหรับสังเคราะห์สารพอร์ซเลนเฟลสปาร์

ผลการทดลองในการสังเคราะห์สารพอร์ซเลนเฟลสปาร์โดยดูเฟสของลูไซต์ที่เกิดขึ้นในการสังเคราะห์เป็นหลัก พบว่าส่วนผสมที่ให้เฟสของลูไซต์เหมือนกับของ VMK95 ได้จาก Nepheline Syenite 84%, ควอर्थ 6%, ดินขาวระนอง 5% และ FP606 5% โดยทำการเผาอยู่ในช่วง 1185-1210 °C และทำให้เย็นตัวอย่างช้า ๆ ในช่วงอุณหภูมิที่เผาจนถึงอุณหภูมิ 1000 °C ก่อนทำการเย็นตัวอย่างรวดเร็วจนพ้นอุณหภูมิของการเปลี่ยนเฟสของควอर्थ แล้วจึงให้เย็นตัวอย่างช้า ๆ ในช่วงอุณหภูมิ 500-270 °C เพื่อให้ลูไซต์ที่มีโครงสร้างคิวบิกเปลี่ยนไปเป็นเตตระโกนอล สำหรับผลของการละลายในน้ำส้มสายชูของสารที่สังเคราะห์ขึ้นมีค่าน้อยกว่า 0.1% เมื่อเทียบกับการละลายของ VMK95 ซึ่งมีเพียง 0.006% สำหรับความทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยการทำให้เย็นตัวอย่างฉับพลันจากอุณหภูมิ 200 °C ลงมาที่อุณหภูมิของน้ำที่มีน้ำแข็งลอยอยู่ พบว่ามีรอยแตกที่ผิวชิ้นงานทั่วไปทั้งของสารพอร์ซเลนที่สังเคราะห์ขึ้นและ VMK95

Project Title Synthesis of feldspathic porcelain for dental restoration
Investigator Sutin Kuharuangrong, PhD
Year 2000

Abstract

Currently, feldspathic porcelain for dental restoration has been imported and its demand has increased every year. In this research, the dental porcelain was attempted to synthesize. Two parts of experiment were provided for this study. The first section concentrated on selecting the raw materials and their sources. The main materials such as potash feldspar, clay, quartz and frit were investigated on their chemical components, phase and firing properties, i.e. color, fusion and thermal expansion. The second part was to synthesize the feldspathic porcelain from the selected raw materials by changing the compositions and firing schedule to achieve Leucite phase as obtained from the commercial VMK95 dental porcelain. In addition, the coefficient of thermal expansion, the chemical solubility in vinegar and thermal shock resistance of synthesized porcelain and VMK95 were compared.

The results showed that Nepheline Syenite, potash feldspar KM85, Ranong china clay, Frit FP606, FP660 and 502000 were used to synthesize the feldspathic porcelain. This selection was based on %K₂O, %total flux and its fusion.

In this research, synthesized Leucite determined from XRD could be obtained from the composition of 84%Nepheline Syenite, 6%quartz, 5%Ranong china clay and 5%FP606. The optimum firing schedule was 1185-1210 °C and then slowly cooled to 1000 °C before quenched down to below the temperature of quartz inversion. To achieve the transformation of cubic to tetragonal Leucite, slow cooling was required from 500-270 °C.

The solubility of synthesized feldspathic porcelain in 5% distilled vinegar was less than 0.1% as compared to that of VMK95, only 0.006%. For the thermal shock resistance by quenching from 200 °C to ice water, the microcracks appeared in both of synthesized feldspathic porcelain and VMK95.

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	i
บทคัดย่อภาษาไทย	ii
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	iii
สารบัญ	iv
รายการตารางประกอบ	v
รายการรูปภาพประกอบ	vi
บทที่ 1. บทนำ	1
บทที่ 2. การศึกษาวัตถุประสงค์ของแต่ละชนิด	3
วิธีการวิจัย	3
ผลการทดลองและอภิปรายผล	6
สรุปผลการทดลอง	14
บทที่ 3. การสังเคราะห์สารพอร์ซเลนเฟลสปาร์	15
งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	15
วิธีการวิจัย	16
ผลการทดลองและอภิปรายผล	17
สรุปผลการทดลอง	23
บทที่ 4. ข้อเสนอแนะ	27
เอกสารอ้างอิง	28
ภาคผนวก	29

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รายการตารางประกอบ

ตารางที่		หน้า
2.1	ข้อมูลองค์ประกอบเคมีเป็นเปอร์เซ็นต์ของเฟลสปาร์จากแหล่งต่าง ๆ ที่เลือกนำมาทดสอบ (จาก Suppliers แต่ละแหล่ง)	4
2.2	ข้อมูลของดินขาวระนอง B85 จากหัดสั้มแป้น (MRD-ECC Co., Ltd)	5
2.3	ข้อมูลของฟริตต่าง ๆ ที่นำมาทดสอบ (ได้จาก Ferro Co., Ltd)	5
2.4	เปรียบเทียบ Chemical Analysis ของ NS และ Super KG เป็นเปอร์เซ็นต์ออกไซด์ของธาตุซึ่งได้จากการตรวจสอบด้วยXRF กับที่ได้รับข้อมูลจากตัวแทนจำหน่าย	6
2.5	เปรียบเทียบ Chemical Analysis ของ FP606, FP660 และ VMK95 เป็นเปอร์เซ็นต์ออกไซด์ของธาตุซึ่งได้จากการตรวจสอบด้วย XRF	7
2.6	ผลการหลอมตัวของเฟลสปาร์จากแหล่งต่าง ๆ กันที่เผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน	10
2.7	ผลการหลอมตัวของดินขาวระนอง B85, ฟริต FP606 และ FP660 ที่เผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน	10
3.1	ผล Chemical analysis เป็นเปอร์เซ็นต์ที่ได้จากการตรวจสอบด้วย XRF ของสูตรที่เตรียมขึ้น 2 ครั้งและ VMK95ที่ซื้อมา lot ใหม่	21
3.2	อุณหภูมิการเผาของส่วนผสมที่ใช้ frit ใน % ที่ต่างกันโดยเปรียบเทียบ กับขนาดเฉลี่ยหลังเผา	21
3.3	สัมประสิทธิ์การขยายตัวของ VMK95, สูตร 2 (NS), FP660, 502000 และสารผสม	22
3.4	ผลการละลายที่มีต่อน้ำส้มสายชูของสารพอร์ซเลนเฟลสปาร์ที่เตรียมขึ้นจากส่วนผสมต่าง ๆ	23

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รายการรูปภาพประกอบ

รูปที่		หน้า
1.1	เฟลไดอะแกรมของ $K_2O-Al_2O_3-SiO_2$ และส่วนประกอบหลักของสารพอร์ซเลนเฟลสปาร์	2
2.1	ผล XRD ของโปแตสเฟลสปาร์ KM85	8
2.2	ผล XRD ของ Nepheline Syenite	8
2.3	ผล XRD ของดินขาวระนอง B85	9
2.4	ผล XRD ของควอทซ์	9
2.5	ผล XRD ของฟริต FP660	11
2.6	การหลอมตัวและสีหลังเผาของ Nepheline Syenite ที่อุณหภูมิ 1200, 1250 และ 1280 °C	11
2.7	การหลอมตัวและสีหลังเผาของ KM85 ที่อุณหภูมิ 1200, 1250 และ 1280 °C	12
2.8	การหลอมตัวและสีหลังเผาของดินขาวระนอง B85 ที่อุณหภูมิ 1200, 1250 และ 1280 °C	12
2.9	การหลอมตัวและสีหลังเผาของ FP660 ที่อุณหภูมิ 1200, 1250 และ 1280 °C	13
2.10	การหลอมตัวและสีหลังเผาของ FP606 ที่อุณหภูมิ 1200, 1250 และ 1280 °C	13
2.11	ผลการขยายตัวเมื่อได้รับความร้อนของ FP660 และ 502000	14
3.1	ผล XRD ของส่วนผสมที่มี KM85 เป็นหลัก (สูตรที่ 1) ที่อุณหภูมิการเผาต่าง ๆ กัน	19
3.2	ผล XRD ของส่วนผสมที่มี NS เป็นหลัก (สูตรที่ 1) ที่อุณหภูมิการเผาต่าง ๆ กัน	20
3.3	ผล XRD ของ VMK95 และสูตรที่ 2 หลังจากการทำ sintering	20
3.4	ผล Thermal Shock resistance ของ VMK95 (Magnification 40X)	24
3.5	ผล Thermal Shock resistance ของ สูตรที่ 2 ผสมกับ FP660 ในสัดส่วน 60:40	24
3.6	ผล Thermal Shock resistance ของ สูตรที่ 2 ผสมกับ 502000 ในสัดส่วน 80:20	25
3.7	ผล Thermal Shock resistance ของ สูตรที่ 2 ผสมกับ 502000 ในสัดส่วน 70:30	25
3.8	ผล Thermal Shock resistance ของ สูตรที่ 2 ผสมกับ 502000 ในสัดส่วน 60:40	26

บทที่ 1

บทนำ



พอร์ซเลนถูกนำมาใช้งานทางด้านทันตกรรมโดยนำมาทำเป็นฟันปลอม (artificial denture teeth) หรือนำพอร์ซเลนมาซ่อมส่วนที่เป็นโครงสร้างของฟัน โดยปกติวัสดุที่นำมาทำฟันพอร์ซเลนมักประกอบด้วย [1,2]

73-85% โปแตสเซิลเฟลสปาร์ ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$)

13-25% ควอทซ์ (SiO_2)

0-4% ดินขาวที่เผาแล้ว ($Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$)

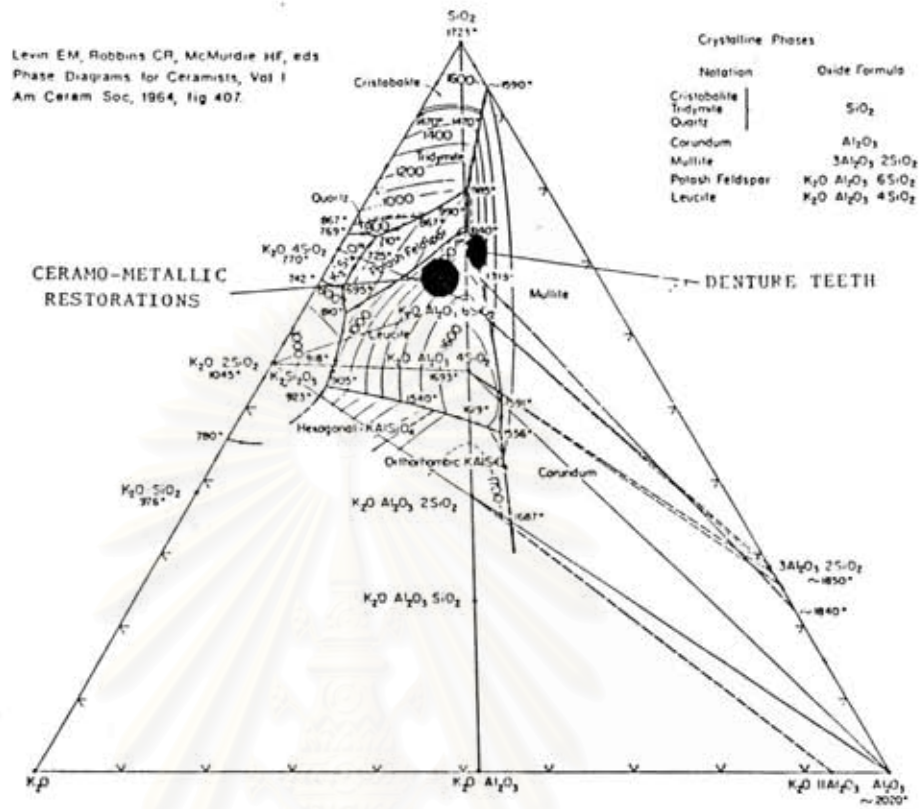
<5% สีและสารเรืองแสง (stain and fluorescing agent)

ส่วนประกอบของเนื้อผลิตภัณฑ์ที่ใช้ทำฟันได้จากระบบของเฟลสปาร์-ควอทซ์-ดิน ซึ่งวัสดุทั้งสามมีองค์ประกอบหลักในเฟสไดอะแกรมเป็น $K_2O-Al_2O_3-SiO_2$ ดังแสดงในรูปที่ 1.1 โดยมีส่วนประกอบหลักที่สำคัญเป็นลูไซต์ (Leucite, $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4SiO_2$) และส่วนประกอบรองลงมา คือ มัลไลต์ (Mullite, $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$) อย่างไรก็ตามการใช้พอร์ซเลนสำหรับฟันมักใช้ร่วมกับโลหะซึ่งต้องมีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวที่ใกล้เคียงกัน โลหะมีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวอยู่ในช่วง $14-16 \times 10^{-6}/^{\circ}C$ แต่เนื้อพอร์ซเลนส่วนใหญ่มีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวที่ต่ำกว่า คือ อยู่ในช่วง $7.5-9.5 \times 10^{-6}/^{\circ}C$ นอกจากนี้อุณหภูมิในการเผา (Sintering) ยังสูงถึง $1200-1400^{\circ}C$ ซึ่งสูงเกินกว่าที่จะใช้ร่วมกับโลหะได้

พอร์ซเลนที่ใช้หลอมร่วมกับโลหะ (Porcelain-Fuse-to-Metal, PFM) ได้ถูกศึกษาและพัฒนาขึ้นเพื่อให้สามารถใช้ได้ดีขึ้นจนสามารถผลิตขึ้นในทางการค้า ในขณะที่ทำงานวิจัยเรื่องนี้ประเทศไทยยังต้องซื้อสารพอร์ซเลนเฟลสปาร์จากต่างประเทศในราคาที่สูงถึง 1,540 บาทต่อ 50 กรัม สำหรับ VMK95 (from VITA Zahnfabrik H. Rauter GmbH & Co. KG., Germany) จากตัวแทนจำหน่ายของบริษัท พี ที เตินทิล ซัพพลายส์ จำกัด เนื่องจากปริมาณการใช้ภายในประเทศมีเป็นจำนวนมาก และประเทศไทยเองมีแหล่งวัสดุโดยเฉพาะเฟลสปาร์ ดินขาว และควอทซ์อยู่เป็นจำนวนมาก อีกทั้งง่ายและราคาถูก การศึกษารุ่นนี้จึงมุ่งเน้นไปที่การสังเคราะห์สารพอร์ซเลนเฟลสปาร์เพื่อใช้ในงานทันตกรรมโดยนำวัสดุที่สามารถหาได้ในประเทศ และ/หรือจากตัวแทนจำหน่ายในประเทศมาใช้เพื่อเพิ่มมูลค่าให้กับวัสดุเหล่านี้ และยังคงอาจเป็นการทดแทนสารพอร์ซเลนเฟลสปาร์นำเข้าจากต่างประเทศอีกด้วย

ในงานวิจัยนี้ได้จัดแบ่งการทดลองออกเป็น 2 ส่วนใหญ่ ๆ คือ

1. ศึกษาวัสดุที่สามารถหาได้ในประเทศไทย ซึ่งอาจเป็นวัสดุจากภายในประเทศเองหรือที่ได้จากตัวแทนจำหน่ายโดยเน้นที่สมบัติหลักของวัสดุแต่ละชนิด
2. ศึกษาการสังเคราะห์สารพอร์ซเลนเฟลสปาร์จากแหล่งวัสดุที่ทำการศึกษาในข้อ 1 โดยเปรียบเทียบกับสมบัติต่าง ๆ กับสารพอร์ซเลนเฟลสปาร์ของต่างประเทศที่ใช้ในปัจจุบัน ในงานวิจัยนี้ใช้ VMK95



รูปที่ 1.1 เฟสไดอะแกรมของ $K_2O-Al_2O_3-SiO_2$ และส่วนประกอบหลักของสารพอร์ซเลนเฟลสปาร์ [1]

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



บทที่ 2

การศึกษาสมบัติของวัตถุดิบแต่ละชนิด

วัตถุดิบหลักของสารพอร์ซเลนเฟลสปาร์ที่ใช้ในงานทางด้านทันตกรรม ได้แก่ เฟลสปาร์ ควอทซ์ และดิน

1. เฟลสปาร์ (Feldspar) ช่วยในการหลอมตัว อุณหภูมิในการหลอมตัวมีช่วงกว้างตั้งแต่ประมาณ 1100-1350 °C ขึ้นกับองค์ประกอบทางเคมีที่มีในเฟลสปาร์โดยเฉพาะ K_2O , Na_2O , Al_2O_3 และ SiO_2 เป็นต้น โดยปกติหลังเผาแล้วจะมีสีขาว ครึ้มไปจนถึงเหลืองอ่อน สีที่ต่างไปจากนี้ เช่น เหลืองเข้ม เทา และอาจมีจุดดำปนอยู่มักเกิดจากสิ่งเจือปนที่มีอยู่ ชนิดและปริมาณของสิ่งเจือปน สำหรับสารพอร์ซเลนเฟลสปาร์ที่ใช้ทางด้านทันตกรรมควรเป็นโปแตสเฟลสปาร์ ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$) โดยมีปริมาณของ K_2O มากกว่า Na_2O และควรมีความบริสุทธิ์ที่สูงพอ ความขาวจึงเป็นสิ่งสำคัญ นอกจากนี้อาจใช้ Nepheline Syenite แทนได้ซึ่งจะให้อุณหภูมิในการหลอมตัวที่ต่ำกว่าเฟลสปาร์เนื่องจากมีปริมาณของ flux ที่มากกว่า

2. ควอทซ์ (Quartz) เป็นวัตถุดิบที่ให้ SiO_2 โดยทำหน้าที่ช่วยควบคุมการหดตัวและสามารถรักษารูปร่างเดิมไว้ โดยปกติปริมาณของควอทซ์ที่ใช้ในสารพอร์ซเลนเฟลสปาร์จะมีไม่มาก ทั้งนี้เพราะ SiO_2 ได้จากวัตถุดิบชนิดอื่นที่มีในส่วนผสมอยู่แล้ว เช่น เฟลสปาร์ และดิน

3. ดิน (Kaolin, $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$) ช่วยในการขึ้นรูปและการยึดเกาะ อีกทั้งเป็นตัวที่ทำให้ทึบแสง เป็นแหล่งที่ให้ Al_2O_3 และ SiO_2 แต่ใช้ในปริมาณที่ไม่มากนัก

นอกจากนี้ยังมีสารที่เป็นตัวให้สี (Coloring agents) เพื่อช่วยให้สารพอร์ซเลนเฟลสปาร์ที่สังเคราะห์ขึ้นมีสีใกล้เคียงกับฟันแท้ของมนุษย์มากที่สุด โดยมากมักเป็นออกไซด์ของโลหะ เช่น ออกไซด์ของเซอร์โคเนียม โทพานีเยม และวานาเดียม เป็นต้น วัตถุดิบอีกชนิดหนึ่งที่เป็นส่วนสำคัญในการผลิตสารพอร์ซเลนเฟลสปาร์ คือ ฟริต (Frit) ช่วยในการหลอมตัว (ประมาณ 950 °C ขึ้นไป) ทั้งนี้ฟริตซึ่งเป็นสารประกอบหลักของสารพอร์ซเลนเฟลสปาร์มีอุณหภูมิในการซินเทอร์ 1100 °C ขึ้นไป นอกจากฟริตช่วยในการหลอมตัวแล้วยังทำให้สารพอร์ซเลนเฟลสปาร์ทนทานต่อสารเคมีได้ดีอีกด้วย

วิธีการวิจัย

นำวัตถุดิบต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 2.1 ที่ซื้อหรือได้มาจากตัวแทนจำหน่ายภายในประเทศรวมไปถึง VMK95 (VITA, Germany) ซึ่งเป็นสารพอร์ซเลนเฟลสปาร์ที่ใช้ในคณะทันตแพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย มาทำการตรวจสอบสมบัติที่จำเป็นในการสังเคราะห์สารพอร์ซเลนเฟลสปาร์

1. ตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีของ Nepheline Syenite (NS), Super KG, FP606, FP660 และ VMK95 ด้วย X-ray Fluorescence (ARL9400, Switzerland) โดยการตรวจสอบจะทำการทดสอบ 3 ครั้งแล้วหาผลค่าเฉลี่ยของทั้ง 3 ครั้ง สำหรับการตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีของ NS และ Super KG เพื่อเปรียบเทียบผลที่ได้กับ Specification ที่ได้รับจากตัวแทนจำหน่าย ส่วนฟริต FP606 และ FP660 ตรวจสอบเพื่อใช้เป็นข้อมูลในการคำนวณสูตรผสมของสารพอร์ซเลนเฟลสปาร์ที่จะทำการสังเคราะห์ขึ้นในส่วนที่ 2 ของรายงานฉบับนี้ สำหรับการตรวจสอบส่วนผลผสมของ VMK95 ทำการทดสอบทุกชนิดที่ชื่อมาโดยการทดสอบชุดแรกได้ทำการเทียบผลจาก 2 แห่ง คือ จากบริษัท

สยามวิจัยและพัฒนา (กรุงเทพฯ) และจากบริษัท คอมพาวด์เคลย์ จำกัด หลังจากนั้นการตรวจสอบได้ทำที่บริษัท คอมพาวด์เคลย์ จำกัดเท่านั้น สำหรับวัตถุประสงค์ของการตรวจสอบของ VMK95 เพื่อให้เป็นข้อมูลขององค์ประกอบของสารพอร์ซเลนเฟลสปาร์มาตรฐานที่งานวิจัยนี้พยายามเตรียมขึ้นเอง

ตารางที่ 2.1 ข้อมูลองค์ประกอบเคมีเป็นเปอร์เซ็นต์ของเฟลสปาร์จากแหล่งต่าง ๆ ที่เลือกนำมาทดสอบ (จาก Suppliers ของแต่ละแหล่ง)

Raw Material	KM85	Nepheline Syenite	Super-KG	Super-Spar
Source	Australia	North Cape	MRD-ECC Co. Ltd	Clay Min. Co. Ltd.
SiO ₂	69.7	55.6	67.8	67.54
Al ₂ O ₃	19.2	23.9	17.3	17.52
Fe ₂ O ₃	0.13	0.10	0.14	0.13
MgO	0.05	<0.1	0.04	0.08
Na ₂ O	4.23	7.9	3.08	2.81
K ₂ O	10.1	8.8	9.8	10.8
TiO ₂	<0.01		0.01	0.1
BaO		0.30		
SrO		0.40		
CaO	0.09	1.4		
LOI	0.64	0.9	0.8	0.3

- ตรวจสอบเฟสของเฟลสปาร์ KM85, NS, ดินขาวระนอง B85, quartz และฟริต FP660 ด้วย X-ray Diffractometer (Jeol, JDX3530) โดยใช้กำลังไฟ 30 kV, กระแสไฟ 30 mA, step angle 0.02 ° และ count time 1 วินาที
- ตรวจสอบการหลอมตัว สีหลังเผา และลักษณะที่ปรากฏหลังเผาโดยทำการทดสอบที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน แล้วดูความสูงของโคนที่วัดดูดิบที่ทำการตรวจสอบถูกขึ้นรูปลดลงไปหลังเผา และทำการเปรียบเทียบกับความสูงก่อนเผาเพื่อหาเปอร์เซ็นต์การหลอมตัว ทำการทดสอบ 2 ชิ้นงานแล้วหาค่าเฉลี่ย

ตารางที่ 2.2 ข้อมูลของดินขาวระนอง B85 จากหัดล้บแบ่น (MRD-ECC Co., Ltd)

Component	Weight%
SiO ₂	46.60
Al ₂ O ₃	38.33
Fe ₂ O ₃	0.60
MgO	0.01
Na ₂ O	0.03
K ₂ O	0.88
TiO ₂	0.02
LOI	13.8
Kaolinite	87
Quartz	4
Micaceous	5
Gibbsite	4
Particle size distribution	<10 μm 56%
	<1 μm 8%

ตารางที่ 2.3 ข้อมูลของพริตต่าง ๆ ที่นำมาทดสอบ (ได้จาก Ferro Co., Ltd)

Code	FP606	FP660	FP817
Description	Transparent Leadless	Transparent Leadless	Opaque Leadless
Firing Temperature, °C	1010-1040	980-1020	960-1060
Firing Cycle, hrs	32-45	12-48	24-30

Chemical Composition & Physical Properties

Code	FP606	FP660	FP817
High Level (>10%)	SiO ₂ , Al ₂ O ₃	SiO ₂ , B ₂ O ₃	SiO ₂ , B ₂ O ₃
Medium Level (2-10%)	B ₂ O ₃ , Na ₂ O, K ₂ O, CaO, ZnO	Al ₂ O ₃ , BaO, CaO, Na ₂ O	Al ₂ O ₃ , Na ₂ O, CaO, ZrO ₂
Low Level (<2%)	MgO	K ₂ O, ZnO	K ₂ O, ZnO
Thermal expansion (100-300 °C)	210 x 10E-7	170 x 10E-7	155 x 10E-7
Softening point, °C	650	630	640
Transformation point, °C	590	575	580

ผลการทดลองและอภิปรายผล

ผลขององค์ประกอบทางเคมีของ NS และ Super KG แสดงในตารางที่ 2.4 และจากตารางแสดงให้เห็นว่า ข้อมูลที่ได้รับจากตัวแทนจำหน่ายมีความแตกต่างกันมากเมื่อเทียบผลที่ได้โดยการตรวจสอบด้วย XRF โดยเฉพาะปริมาณของ flux ซึ่งได้แก่ Na_2O และ K_2O ซึ่งช่วยต่อการหลอมตัว และ K_2O ยังเป็นองค์ประกอบสำคัญของลูไซต์ (Leucite, $\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2$) ที่มีในสารพอร์ซเลนเฟลสปาร์ จากข้อมูลที่ได้รับจากตัวแทนจำหน่ายเห็นว่าผลรวมของ Na_2O และ K_2O ที่มีใน Nepheline Syenite (NS) เท่ากับ 16.7% และที่มีใน Super KG 12.9% แสดงว่าการหลอมตัวของ NS ควรจะดีกว่าของ Super KG และปริมาณ Al_2O_3 ของ NS ที่มากกว่าจะช่วยควบคุมการไหลตัวของ NS ที่หลอมไม่ให้มันมาก เมื่อเปรียบเทียบผลที่ได้จาก XRF ปริมาณของ $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ ของ NS เท่ากับ 25.8% และของ Super KG เท่ากับ 9.4% ผลที่ได้จาก XRF สันนิษฐานว่า การหลอมตัวของ NS น่าจะดีกว่า Super KG มาก ๆ เนื่องจากปริมาณของ flux มีมากกว่ามากเมื่อเทียบกับค่าที่ได้จากตัวแทนจำหน่าย ส่วนพวกออกไซด์ของ alkaline earth อื่น ๆ เช่น MgO , BaO , SrO และ CaO จัดอยู่ในพวก flux เช่นเดียวกัน แต่ Na_2O และ K_2O เป็น flux ที่ดีกว่าพวกออกไซด์ของ alkaline earth สำหรับ Na_2O จะเป็น flux ที่ทำให้หลอมได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่า K_2O แต่ทำให้ firing range ของผลิตภัณฑ์แคบลง จากผลที่ได้นี้ NS จะเป็นวัตถุดิบที่ถูกลำเอียงมาใช้และ KM85 ถูกเลือกเพราะมี K_2O ที่สูง

ตารางที่ 2.4 เปรียบเทียบ Chemical Analysis ของ NS และ Super KG เป็นเปอร์เซ็นต์ออกไซด์ของธาตุซึ่งได้จากการตรวจสอบด้วย XRF กับที่ได้รับข้อมูลจากตัวแทนจำหน่าย

Results from	XRF		Suppliers	
	NS	Super KG	NS	Super KG
Raw Material				
SiO_2	45.5	73.2	55.6	67.8
Al_2O_3	26.7	15.3	23.9	17.3
Fe_2O_3	0.10	0.16	0.10	0.14
MgO	<0.1	0.01	<0.1	0.04
Na_2O	14.9	5.10	7.9	3.08
K_2O	10.9	4.34	8.8	9.8
TiO_2	0.87	0.03		0.01
BaO			0.30	
SrO			0.40	
CaO	1.4	0.44	1.4	
LOI	NR	1.0	0.9	0.8

NR = No report

ตารางที่ 2.5 แสดงผลขององค์ประกอบทางเคมีของ FP606, FP660 และ VMK95 ที่ได้จากการตรวจสอบด้วย XRF จะเห็นได้ว่าปริมาณของ $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ ของ VMK95 ที่เป็นสารพอร์ซเลนเฟลสปาร์ที่ซื้อมาจากต่าง

ประเทศมีเท่ากับ 16.4% โดยที่มีปริมาณของ K_2O มากกว่า เมื่อเปรียบเทียบองค์ประกอบหลักของวัตถุดิบทั้ง 3 ชนิดพบว่า FP606 จะใกล้เคียงกับ VMK95 โดยที่มีปริมาณของ SiO_2 , Al_2O_3 , Na_2O และ K_2O ที่ใกล้เคียงกัน FP606 จึงถูกเลือกนำมาใช้ในการเตรียมเฟสของลูไซต์ซึ่งเป็นเฟสหลักของ VMK95

ผลของการตรวจสอบเฟสของเฟลสปาร์ KM85, NS, ดินขาวระนอง B85 และ quartz ด้วย XRD แสดงในรูปที่ 2.1 - 2.4 จากผล XRD รูปที่ 2.1-2.2 เมื่อเทียบกับ JCPDS พบว่าเป็นเฟสของ Potassium Aluminum Silicate ($KAlSi_3O_8$) โดยอาจเป็นเฟสใดเฟสหนึ่งต่อไปนี้ Nepheline, Microcline (intermediate), Potassium Aluminum Silicate Oxide และ Adularia อย่างไรก็ตามพบเฟสอื่นปรากฏอยู่ด้วยแต่มีปริมาณไม่มาก สำหรับการตรวจสอบเฟสของดินขาวระนอง B85 (รูปที่ 2.3) เป็น Kaolinite (JCPDS 14-0164 ดูได้จากภาคผนวก) โดยที่มี quartz ปนอยู่เล็กน้อยเนื่องจากปรากฏ peak ที่ 2θ ประมาณ 26.6° ซึ่งเป็น peak ที่สูงสุดของ quartz อยู่ด้วย และผลการตรวจสอบเฟสของควอทซ์ (รูปที่ 2.4) เช่นเดียวกันตรงกับเฟสของ quartz (JCPDS 46-1045 ดูได้จากภาคผนวก) โดยที่มีเฟสอื่นเจือปนเพียงเล็กน้อยทั้งนี้เนื่องจากปรากฏ peak เล็ก ๆ ขึ้นในช่วง 2θ ประมาณ $27-36^\circ$

ผลของการตรวจสอบเฟสของวัตถุดิบหลักทั้ง 4 ชนิดสรุปได้ว่าทั้ง 4 ชนิดมีเฟสหลักเป็นของวัตถุดิบชนิดนั้น ๆ แต่ทั้งหมดจะมีสิ่งเจือปนอื่น ๆ ปนอยู่ซึ่งโดยทั่วไปขึ้นอยู่กับแหล่งของวัตถุดิบและกรรมวิธีในการผลิต

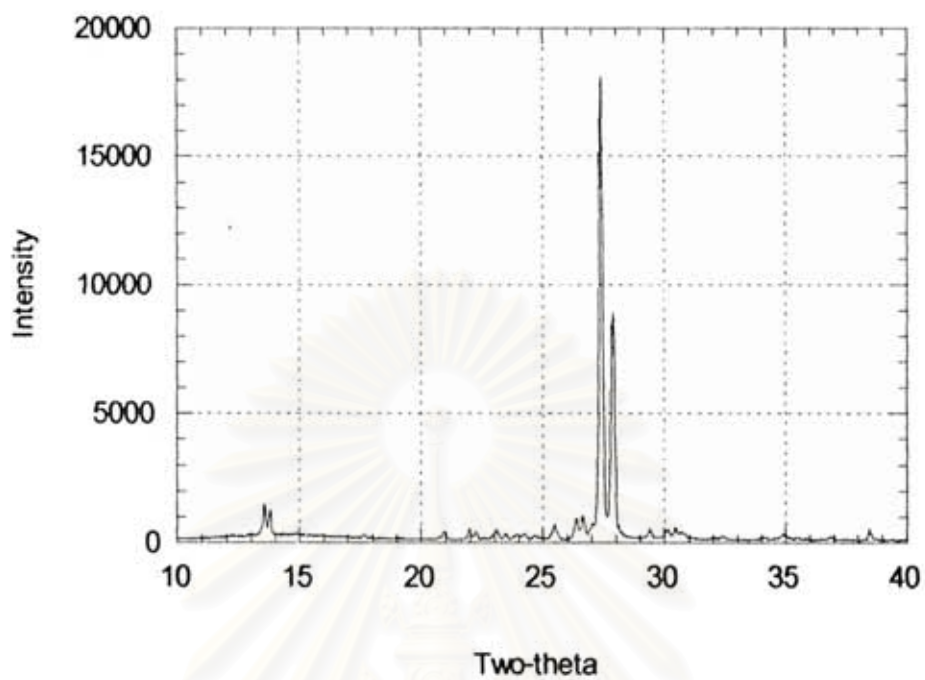
สำหรับฟrit FP660 จะแสดงผลของ XRD เป็นลักษณะ amorphous (รูปที่ 2.5) ซึ่งเป็นลักษณะทั่วไปของ glassy phase และฟritที่ทำการทดสอบรวมไปถึง FP606 ก็ได้ออกมาในลักษณะเดียวกัน

ตารางที่ 2.5 เปรียบเทียบ Chemical Analysis ของ FP606, FP660 และ VMK95 เป็นเปอร์เซ็นต์ออกไซด์ของธาตุซึ่งได้จากการตรวจสอบด้วย XRF

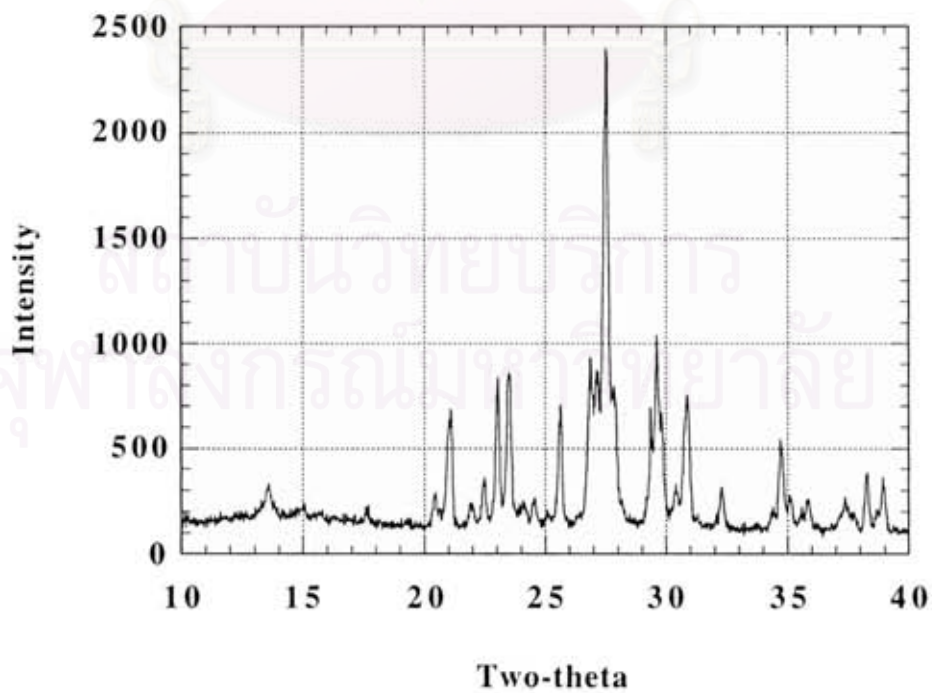
Raw Material	FP606	FP660	VMK95* +
SiO_2	61.2	76.3	62.0 ^{62.19}
Al_2O_3	13.2	8.1	16.6 ^{16.47}
Fe_2O_3	0.16	0.12	0.11 ^{NR}
MgO	0.22	0.01	0.43 ^{NR}
Na_2O	4.10	6.80	6.10 ^{6.81}
K_2O	4.31	2.12	10.30 ^{9.41}
TiO_2	0.03	0.07	0.09 ^{0.12}
BaO	0.16	1.09	1.06 ^{0.83}
CaO	11.60	3.75	1.42 ^{1.62}
ZnO	4.70	1.09	0.02 ^{0.04}
ZrO_2	0.01	0.07	1.07 ^{NR}
LOI	0.2	0.2	0.2 ^{0.46}

* ผลวิเคราะห์จากบริษัท คอมพาวด์เคลย์ จำกัด

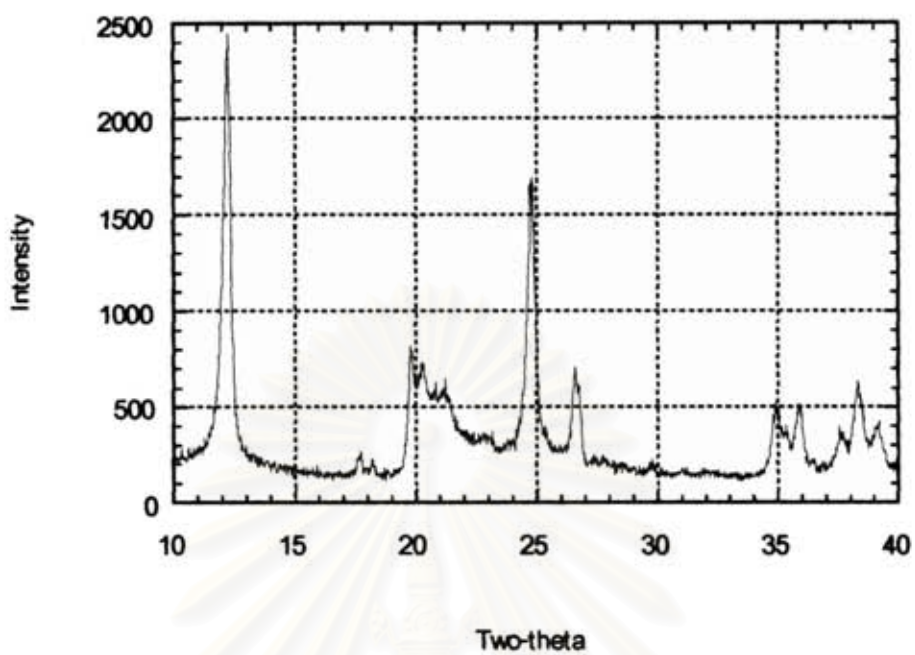
+ ผลวิเคราะห์จากบริษัท สยามวิจัยและพัฒนา (กรุงเทพฯ) จำกัด



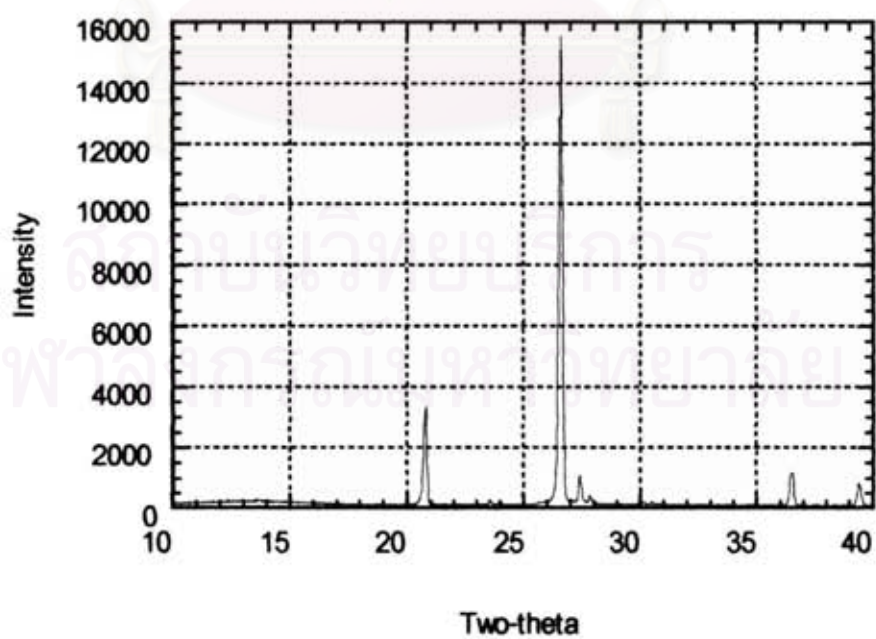
รูปที่ 2.1 ผล XRD ของโปแตสเซิลด์สปาร์ KM85



รูปที่ 2.2 ผล XRD ของ Nepheline Syenite



รูปที่ 2.3 ผล XRD ของดินขาวระนอง B85



รูปที่ 2.4 ผล XRD ของควอทซ์

ผลการตรวจสอบการหลอมตัวของหินปูนชนิดต่าง ๆ ของ NS, KM85 และ Super KG แสดงในตารางที่ 2.6

ตารางที่ 2.6 ผลการหลอมตัวของเฟลสปาร์จากแหล่งต่าง ๆ กันที่เผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน

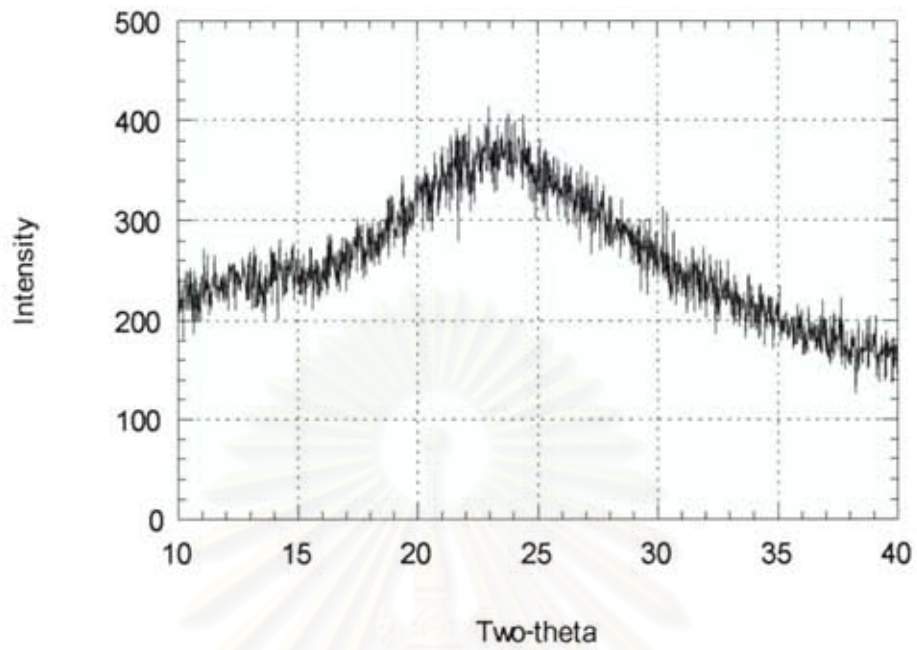
Firing Temperature (°C)	%fusion		
	NS	KM85	Super KG
1150	16.2	3.57	8.3
1200	22.8	12.8	18.5
1250	39.7	16.7	22.8
1280	76.4	28.9	30.6
สีหลังเผา	ขาว	ขาวเทา	เทาเข้ม
ลักษณะที่ปรากฏ	ใสคล้ายแก้ว	จุดกระจายทั่วไป	สีสม่ำเสมอ

จากลักษณะที่ปรากฏให้เห็นหลังเผาดังแสดงในรูปที่ 2.6-2.7 พบว่าการหลอมตัวเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิการเผาสูงขึ้น NS จะมีการหลอมตัวที่ดีที่สุดเมื่อเทียบกับ KM85 และ Super KG (ตารางที่ 2.6) แสดงให้เห็นว่าปริมาณของ flux ที่มีใน NS ควรจะมีมากกว่าใน Super KG ซึ่งสอดคล้องกับผลวิเคราะห์ทางองค์ประกอบเคมีของ NS และ Super KG ด้วย XRF (ตารางที่ 2.4) สำหรับลักษณะสีเทาและมีจุดกระจายที่ปรากฏใน KM85 อาจเกิดมาจาก Fe_2O_3 ที่มีปนเข้ามา

ตารางที่ 2.7 ผลการหลอมตัวของดินขาวระนอง B85, ฟริต FP606 และ FP660 ที่เผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน

Firing Temperature (°C)	%fusion		
	Ranong B85	FP606	FP660
900	-	60.0	67.7
1150	7.2	73.0	75.6
1200	7.8	89.7	84.3
1250	8.5	93.7	87.8
1280	9.1	98.5	90.1

สำหรับการหลอมตัวของดินขาวระนอง B85 จะมีน้อยมากแสดงในรูป 2.8 ตัวเลขที่วัดได้ที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน เป็นการหดตัวของดินขาว B85 เท่านั้น ลักษณะหลังเผาจะมีสีขาวครีม ส่วนการหลอมตัวของฟริตจะพบว่าที่อุณหภูมิในช่วงต่ำกว่า 1200 °C FP660 หลอมได้ดีกว่า FP606 โดยดูจาก %fusion ที่อุณหภูมิ 900 และ 1150 °C FP660 หลอมได้ดีกว่า FP606 ประมาณ 7% และ 3% ตามลำดับ ที่อุณหภูมิสูงจาก 1150 °C ขึ้นไปการหลอมตัวของ FP606 จะมีมากกว่า FP660 ทั้งนี้อาจเป็นเพราะปริมาณของ Na_2O ที่มีใน FP660 มีมากกว่า ทำให้หลอมได้ดีที่อุณหภูมิต่ำ แต่ปริมาณของ K_2O ที่มีมากกว่าใน FP606 ช่วยยืดช่วงการหลอมตัวได้ที่อุณหภูมิกว้างกว่า



รูปที่ 2.5 ผล XRD ของฟริต FP660



รูปที่ 2.6 การหลอมตัวและสีหลังเผาของ Nepheline Syenite ที่อุณหภูมิ 1200, 1250 และ 1280 °C



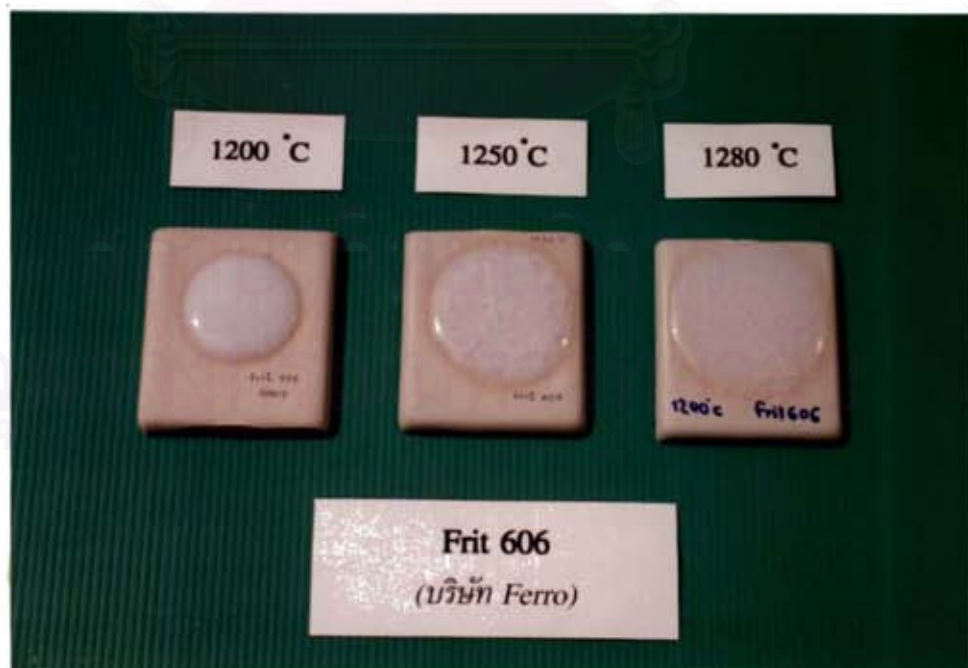
รูปที่ 2.7 การหลอมตัวและสีหลังเผาของ KM85 ที่อุณหภูมิ 1200, 1250 และ 1280 °C



รูปที่ 2.8 การหลอมตัวและสีหลังเผาของดินขาวระนอง B85 ที่อุณหภูมิ 1200, 1250 และ 1280 °C



รูปที่ 2.9 การหลอมตัวและสีหลังเผาของ FP660 ที่อุณหภูมิ 1200, 1250 และ 1280 °C

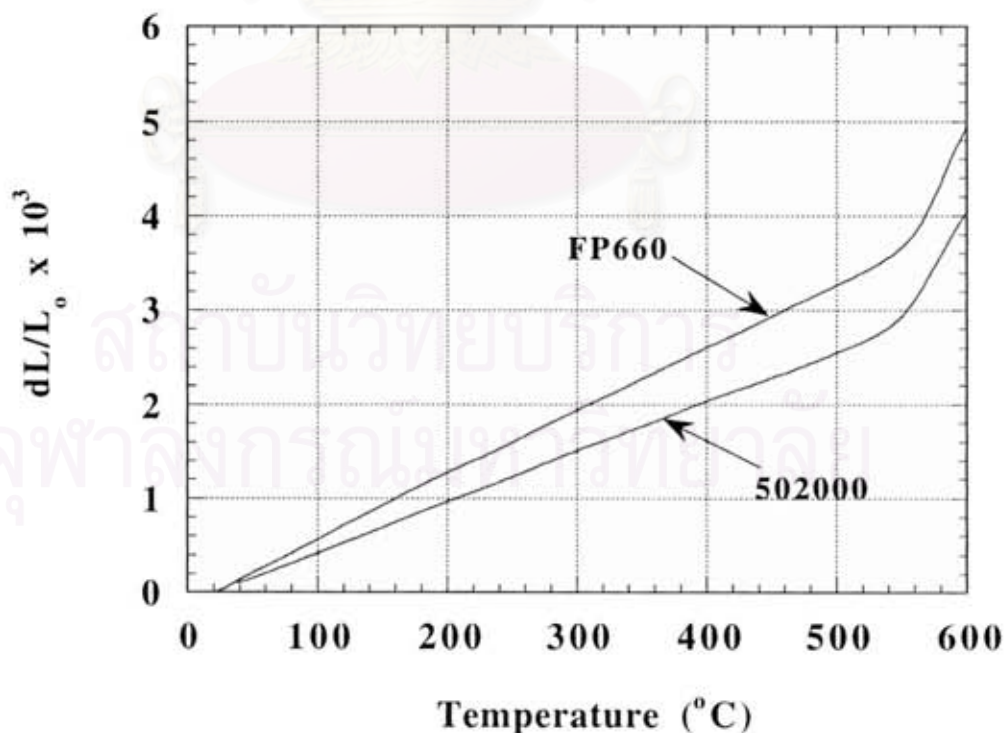


รูปที่ 2.10 การหลอมตัวและสีหลังเผาของ FP606 ที่อุณหภูมิ 1200, 1250 และ 1280 °C

นอกจากนี้การทดสอบฟริตที่ได้จากแหล่งอื่น ๆ เช่น FP817 จากบริษัท Ferro, Frit CRU103 จากบริษัท R-US และ Frit 502000 จาก Cerdec (Thailand) นำมาทดสอบ เมื่อเปรียบเทียบการหลอมตัวเป็นหลักแล้ว Frit 502000 จะหลอมได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่า FP817 และ CRU103 และเมื่อเทียบกับ FP660 อุณหภูมิการหลอมของ Frit 502000 จะต่ำกว่าเล็กน้อย การทดสอบค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเมื่อได้รับความร้อน (Coefficient of thermal expansion, COE) ระหว่างฟริตทั้งสองด้วยเครื่อง Dilatometer (Netzsch, DIL402C) จึงทำที่อุณหภูมิต่ำกว่า 650 °C เพื่อป้องกันการหลอมติดกับ push rod ของเครื่อง Dilatometer ผลการทดลองแสดงในรูปที่ 2.11 จะเห็นได้ว่าค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวของ FP660 มีค่าที่สูงกว่าของ 502000 ซึ่งเป็นสิ่งที่ต้องการใน dental porcelain เพราะต้องใช้ร่วมกับโลหะซึ่งมีค่า COE ที่สูง อย่างไรก็ตาม Frit 502000 ถูกเลือกไปใช้ทดลองผสมในบางสูตรของการทดลองในส่วนที่ 2 เพื่อดูผลอื่น ๆ ประกอบต่อไป

สรุปผลการทดลอง

จากผลการทดลองวัดคุณสมบัติจากแหล่งต่าง ๆ โดยดู Chemical Analysis, ตรวจสอบเฟสและการหลอมตัวเป็นหลัก ได้ทำการคัดเลือกวัตถุดิบต่อไปนี้ ได้แก่ Nepheline Syenite, feldspar KM85, ดินขาวระนอง, quartz และ frit ทั้ง FP606, FP660 และ 502000 ถูกเลือกไปเป็นวัตถุดิบตั้งต้นของการสังเคราะห์สารพอร์ซเลนเฟลสปาร์ที่ใช้สำหรับงานวิจัยในส่วนที่ 2 ต่อไป



รูปที่ 2.11 ผลการขยายตัวเมื่อได้รับความร้อนของ FP660 และ 502000

บทที่ 3

การสังเคราะห์สารพอร์ซเลนเฟลสปาร์

งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

พอร์ซเลนเฟลสปาร์ที่ใช้งานทางด้านทันตกรรมเป็นประเภทเซรามิกที่มีแก้วซึ่งเป็น glassy phase และรูทซึ่งเป็น crystalline phase จึงจัดเป็นวัสดุเชิงประกอบของแก้วและผลึก (glass-crystal composite) เพื่อให้มีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวที่เหมาะสมกับการใช้งานเมื่อได้รับความร้อน โดยปกติแล้วผลึกที่เป็นเซรามิกเตรียมมาจากสารที่มีองค์ประกอบของโลหะออกไซด์ต่าง ๆ แล้วทำการซินเทอริ่ง (sintering) สำหรับ glass ceramic จะเตรียมจากการตกผลึกของเฟลโดเฟลสหนึ่งหลังจากที่เผาผ่านชั้นการหลอมและทำให้เย็นตัว ผลึกของอนุภาคที่ละเอียดช่วยเพิ่ม fracture toughness และความแข็งแรงของเนื้อแก้ว [3,4]

นอกเหนือจากแก้วที่เป็นเฟลสปาร์พบใน dental porcelain แล้ว ลูโซท์ (leucite) เป็นผลึกที่มีองค์ประกอบหลักเป็นโปแตสเซียม-อลูมิเนียม-ซิลิเกต ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4SiO_2$) มีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวสูงเมื่อได้รับความร้อน ดังนั้นการเปลี่ยนรูปร่างและปริมาตรขึ้นกับอุณหภูมิ ลูโซท์ถูกเตรียมขึ้นโดยการหลอมตัวแบบ incongruent melting ของพวกโปแตสเซียมเฟลสปาร์ ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$) โดยที่การหลอมตัวแบบ incongruent melting เป็นการหลอมตัวที่ทำให้เกิดทั้ง liquid phase และ crystalline phase ที่ต่างกัน [5] การศึกษาพบว่าแก้วที่มี K_2O มากกว่า 11% ที่ได้มาจากการตกผลึกของลูโซท์ในเนื้อแก้วจะมีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวสูงโดยพบว่า 15-25% ของลูโซท์ทำให้ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวของแก้วเพิ่มขึ้นจาก $10.7 \times 10^{-6}/^{\circ}C$ เป็น $13-15 \times 10^{-6}/^{\circ}C$

ลูโซท์ที่เกิดใน dental porcelain อาจเกิดจากการเผาหลายขั้นตอน [6] มีการเผาให้ความร้อนที่อุณหภูมิต่าง ๆ เป็นระยะเวลาที่กำหนด [7] และการควบคุมการเย็นตัวให้เหมาะสม [8] โดยทั่วไปแล้วลูโซท์จะเกิดขึ้นใน dental porcelain ก็ต่อเมื่อช่วงอุณหภูมิในการตกผลึกเหมาะสมและเวลาที่ให้เกิดผลึกมีมากเพียงพอ ปริมาณที่เกิดขึ้นสามารถหาได้โดยวิธี X-ray diffraction [5] โดยการคำนวณเปรียบเทียบสัดส่วนของ peak ที่มี intensity สูงสุด (I_{100}) ของลูโซท์เทียบกับของสารมาตรฐานที่ใส่เข้าไปด้วย

การผลิต dental porcelain [9] อาจเตรียมได้จากการผสมพริต 2 ชนิดเข้าด้วยกันเพื่อให้เกิดการหลอมตัวที่อุณหภูมิต่ำและมีสมบัติที่เหมาะสมด้วย โดยที่พริตชนิดแรกเกิดจากการหลอมเพียงบางส่วนของเฟลสปาร์ชนิด potassium-aluminosilicate หรือลูโซท์ เพราะค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวของลูโซท์มีค่าใกล้เคียงหรือเทียบเท่ากับพันธระมวลของมนุษย์ สำหรับพริตชนิดที่สองเป็นเนื้อแก้วชนิด alkali-alkaline earth aluminosilicate ซึ่งใช้ผสมเพื่อควบคุมการหลอมตัวของส่วนผสม ส่วนผสมอื่น ๆ ที่เติมเข้าไปเพื่อทำให้เกิดสี ความทึบแสงและเรืองแสงเพื่อให้คล้ายคลึงกับพันธระมวลมากที่สุด ส่วนผสมจะถูกเผาที่อุณหภูมิประมาณ $1000^{\circ}C$ ภายใต้สุญญากาศเป็นเวลา 2-3 นาทีเพื่อผลิตเป็น final porcelain สำหรับฟัน

ส่วนผสมของวัสดุทำฟันที่เหมาะสมที่ใช้อุณหภูมิได้ในช่วง $660 \pm 30^{\circ}C$ นั้นจากเอกสาร US Patent [10] กำหนดองค์ประกอบทางเคมีไว้ดังนี้

60-65% SiO_2 , 8.5-11% Al_2O_3 , 8-12% K_2O , 10.5-12% Na_2O ,
0.7-2% CaO , 0.5-2.5% B_2O_3 , 0.1-0.6% Sb_2O_3 , 0-0.5% CeO_2 ,
1.0-3.8% TiO_2 , 0.8-1.4% Li_2O และ 0.6-2.4% F_2

เมื่อเทียบกับของ VMK95 องค์ประกอบทางเคมีของตัวหลักจะยังคงต่างกันมาก เช่น มี % Na₂O ที่สูงกว่า และมี % Al₂O₃ ที่ต่ำกว่าของ VMK95 อาจเป็นเพราะส่วนผสมนี้ใช้อุณหภูมิในการเผาที่ต่ำกว่าของ VMK95 (เผา VMK95 ที่คณะทันตแพทยศาสตร์ใช้ คือ 990 °C เผาแซ่ที่อุณหภูมินี้นาน 2 นาที)

วิธีการวิจัย

1. นำวัตถุดิบที่คัดเลือกจากผลการทดลองในส่วนที่ 1 มาใช้เป็นวัตถุดิบตั้งต้นในการเตรียมพอร์ซเลนเฟลสปาร์ วัตถุดิบที่คัดเลือกได้แก่ Nepheline Syenite (NS), feldspar KM85, ดินขาวระนอง B85, quartz, FP606, FP660 และ 502000
2. ทำการบดวัตถุดิบแต่ละชนิดแล้วทำการร่อนผ่านตะแกรง 200 mesh หรือ -75 micron
3. ผสมวัตถุดิบต่าง ๆ เพื่อให้ได้องค์ประกอบทางเคมีใกล้เคียงกับที่ตรวจสอบได้ใน VMK95 โดยใช้หลักเกณฑ์พิจารณาดังนี้
 - 3.1 ใช้ผลวิเคราะห์ทางเคมีที่ได้จากการทดลองในส่วนที่ 1 หรือที่ได้จากตัวแทนจำหน่าย มาคำนวณโดยใช้ Tech Program : Viscosity - Temperature and Glass Composition (Dr. Reinhard Conradt เป็นผู้เขียนโปรแกรม)
 - 3.2 กำหนดช่วงของวัตถุดิบหลักที่ใช้ซึ่งได้แก่ โปแตสเฟลสปาร์และฟริตเนื่องจากเป็นวัตถุดิบหลักที่ทำให้เกิดลูโซท์และ glassy phase แล้วปรับเปลี่ยน ไม่ให้เกินช่วงที่กำหนด
4. ทำการเผาเพื่อหาอุณหภูมิและเวลาในการเผาที่ทำให้เกิดลูโซท์และ glassy phase
5. ทำการตรวจสอบ phase ที่ได้โดยใช้ X-ray diffractometer (Jeol, JDX3530 หรือ Shimadzu, XD-610) โดยใช้กำลังไฟ 30 kV (หรือ 40 kV) ตรวจสอบในช่วง 2θ 10-40 ° Step angle 0.02 ° Count time 1 sec.
6. เลือกส่วนผสมที่อุณหภูมิและเวลาในการเผาที่ทำให้เกิดลูโซท์ไปทำ Chemical analysis ด้วย XRF
7. ทำการเตรียมส่วนผสมขึ้นใหม่และทุก batch ที่เตรียมขึ้นจะทำการตรวจสอบ phase โดยใช้วิธี XRD ตรวจสอบเพื่อให้แน่ใจว่าเกิดลูโซท์ก่อนนำมาทำการผสมกับฟริต FP660 หรือ 502000 ในสัดส่วนต่าง ๆ กัน
8. อัดขึ้นรูปแท่ง (bar) ขนาดความยาวประมาณ 32.5 mm.
9. เผาใน box furnace ที่ไม่ได้ควบคุมบรรยากาศหรือทำให้เป็นสูญญากาศเนื่องจากข้อจำกัดในการใช้เตาที่เป็นสูญญากาศมีมากทำให้การดำเนินงานล่าช้าเพราะในภาควิชาไม่มีเตาแบบนี้ และต้องไปขอใช้ที่คณะทันตแพทยศาสตร์ จึงถูกจำกัดในเรื่องช่วงเวลาและจำนวนครั้งที่ใช้ การทดลองในขั้นนี้จึงใช้เปรียบเทียบกับผลที่ได้จากของ VMK95 โดยใช้การเผาในสภาวะแบบเดียวกันควบคุมกับของที่ทดลอง
10. หาอุณหภูมิที่เหมาะสมโดยดูลักษณะของความหนาแน่นที่ผิวและการหดตัวของชิ้นงาน
11. ตรวจสอบสมบัติต่าง ๆ
 - 11.1 หาค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเมื่อได้รับความร้อนโดยใช้ Dilatometer (Netzsch, DIL402C) อัตราการเพิ่มความร้อน 4 °C/min ไปจนถึง 700 °C สำหรับ calibration ใช้ alumina standard เป็นตัวเปรียบเทียบ โดยทำการตรวจสอบ 2 ชิ้นงานแล้วหาค่าเฉลี่ย
 - 11.2 Chemical resistance โดยทำการอบชิ้นงานที่อุณหภูมิ 110 °C ไม่น้อยกว่า 12 ชั่วโมง ทำการชั่งน้ำหนักโดยใช้เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง ก่อนแช่ไว้ในน้ำส้มสายชู (5% Distilled Vinegar, อสร.) เป็น

เวลา 24 ชั่วโมง ล้างน้ำแล้วอบให้แห้งสนิทก่อนนำมาชั่งใหม่อีกครั้ง เพื่อตรวจสอบน้ำหนักที่หายไป สำหรับการตรวจสอบ Chemical resistance ได้ทำการทดสอบ 3 ชิ้นงานแล้วหาค่าเฉลี่ย

- 11.3 Thermal shock resistance โดยนำชิ้นงานไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 200 °C นาน 1 ชั่วโมง แล้วดึงชิ้นงานทั้งหมดออกจากเตา จุ่มลงในน้ำผสมน้ำแข็งทันที ทิ้งไว้ไม่น้อยกว่า 30 นาทีก่อนนำชิ้นงานไปแช่ไว้ในน้ำผสม methylene blue เพื่อตรวจสอบว่ามีรอย crack อยู่บนชิ้นงานหรือไม่ด้วย Stereo-microscope สำหรับการตรวจสอบทำ 2 ชิ้นงานของทุกสูตรและ VMK95

สาเหตุที่ต้องใช้อุณหภูมิสูงถึง 200 °C เนื่องจากระหว่างที่นำชิ้นงานออกจากเตา อุณหภูมิของชิ้นงานจะตกลงต่ำกว่า 200 °C ไปอีก คาดว่าชิ้นงานก่อนจุ่มลงในน้ำผสมน้ำแข็งมีอุณหภูมิอยู่ในช่วง 150-170 °C แต่ระหว่างการทดลองจะไม่ทำการวัดอุณหภูมิที่แท้จริงของชิ้นงานก่อนจุ่มลงในน้ำแข็ง

ผลการทดลองและอภิปรายผล

จากการทดลองในช่วง 6 เดือนแรกของงานวิจัยนี้โดยใช้ Teach Program ในการคำนวณองค์ประกอบทางเคมี ค่าที่ได้มีความแตกต่างจากผลวิเคราะห์ที่ได้จาก XRF ไม่มาก แต่อุณหภูมิของการหลอมตัวที่โปรแกรมคำนวณมีความแตกต่างพอสมควร ส่วนหนึ่งอาจเป็นผลมาจากการเลือกใช้วัตถุดิบซึ่งถึงแม้จะมีองค์ประกอบทางเคมีที่ใกล้เคียงกันแต่เฟสที่ได้จากองค์ประกอบทางเคมีอาจต่างกัน การเลือกใช้ผลวิเคราะห์ทางเคมีที่ได้จากการตรวจสอบวัตถุดิบในส่วนที่ 1 จึงได้สูตรส่วนผสมที่มีปริมาณของฟritที่สูงตั้งแต่ 20% ขึ้นไป ผลหลังการหลอมตัวและทำให้เย็นตัวอย่างช้า ๆ เพื่อให้เกิดผลึกของลูไซต์ขึ้นนั้นไม่สามารถทำได้ ผลของเฟสที่ได้จาก XRD เป็น glassy phase ทั้งหมด (ดูผลจากรายงานความก้าวหน้าโครงการวิจัย 6 เดือนแรก)

งานวิจัยที่ทำใน 6 เดือนหลังนี้จึงกำหนดส่วนผสมแต่หาอุณหภูมิของการเผาและ soaking time ที่เหมาะสมเพื่อให้ได้ลูไซต์ก่อนที่จะนำไปผสมกับฟritใน % ต่าง ๆ กัน

สูตรที่กำหนดขึ้นในการทดลอง

	สูตรที่ 1 (%)	สูตรที่ 2 (%)
KM85	84	-
NS	-	84
FP606	5	5
Quartz	6	6
B85	5	5

ในรูปที่ 3.1 แสดงผล XRD ของส่วนผสมที่มี KM85 เป็นหลัก (สูตรที่ 1) ที่อุณหภูมิการเผาสูงสุดที่ 1165, 1185, 1200, 1250 และ 1270 °C เห็นได้ว่าผล XRD ของการเผาส่วนผสมที่อุณหภูมิ 1165 และ 1185 °C ยังไม่ถึงจุดหลอมตัว ลักษณะของ peak ที่อุณหภูมิ 1185 °C เมื่อเทียบกับที่เผาที่อุณหภูมิ 1165 °C เริ่มเปลี่ยนไปสังเกตเห็นได้จาก Intensity ของ peak ที่ $2\theta \sim 26.6^\circ$ สูงขึ้นและมี Relative Intensity 100% ส่วน glassy phase เริ่มเกิดที่ 1185 °C และเริ่มชัดขึ้นที่อุณหภูมิ 1200 °C เนื่องจาก background ของผล XRD ที่ได้เริ่ม broad และชัดเจนขึ้นที่อุณหภูมิ 1250 °C มี peak หลักที่เหลืออยู่เพียง 4-5 peak เมื่ออุณหภูมิสูงถึง 1270 °C พบว่า phase ส่วนใหญ่เป็น glassy phase และมีผลึกเกิดปนอยู่ สันนิษฐานว่าอาจเป็นเฟสของ Microcline (KAlSi_3O_8) การยืนยันเฟสที่เกิดขึ้นนี้จำเป็นต้องตรวจสอบด้วยวิธีอื่นเพิ่มเติมซึ่งนอกเหนือจากงานวิจัยที่เสนอไปนี้ ทั้งนี้เนื่องจากเฟสที่

ต้องการคือ ลูไซต์ จึงไม่ทำการตรวจสอบต่อว่าเป็น Microcline จริงหรือไม่ สำหรับภาวะในการเผาของช่วง heating จะเป็นแบบเดียวกันทั้งหมด คือ เพิ่มอัตราการให้ความร้อน $6-7\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ไปจนถึงอุณหภูมิสูงสุดที่ต้องการใช้แล้วทำการ soak 20 นาทีก่อนทำให้เย็นตัวลง การปรับ cooling schedule ในช่วงแรกใช้ cooling rate อย่างช้า ๆ มีตั้งแต่ $1-3\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ เพื่อให้เกิดผลึกขึ้นในช่วงก่อนอุณหภูมิ $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ หลังจากนั้นทำให้เย็นตัวลงด้วย cooling rate $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ไปจนพ้นช่วง quartz inversion หรือประมาณ $573\text{ }^{\circ}\text{C}$ เพื่อให้แน่ใจว่าพ้นช่วงนี้ไปแล้วจะทำให้เย็นตัวลงไปถึง $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ ก่อนทำการเย็นตัวลงอย่างช้าด้วยอัตราการเย็นตัว $1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ จนอุณหภูมิต่ำกว่า $270\text{ }^{\circ}\text{C}$ จุดประสงค์ต้องการทำให้ลูไซต์ที่เกิดขึ้นในช่วง $1000-1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ เปลี่ยนจาก cubic ไปเป็น tetragonal ซึ่งมักเกิดในช่วง $300-500\text{ }^{\circ}\text{C}$ แล้วเขาออกจากเตาหรือปล่อยให้เย็นในเตาแล้วแต่ Schedule ของการเผา อย่างไรก็ตามเมื่ออุณหภูมิต่ำกว่า $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ แล้วเตาไม่สามารถเย็นได้เร็วตามที่กำหนด ($10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$) ผลของ XRD ปรากฏว่าไม่พบผลึกของลูไซต์เกิดขึ้น

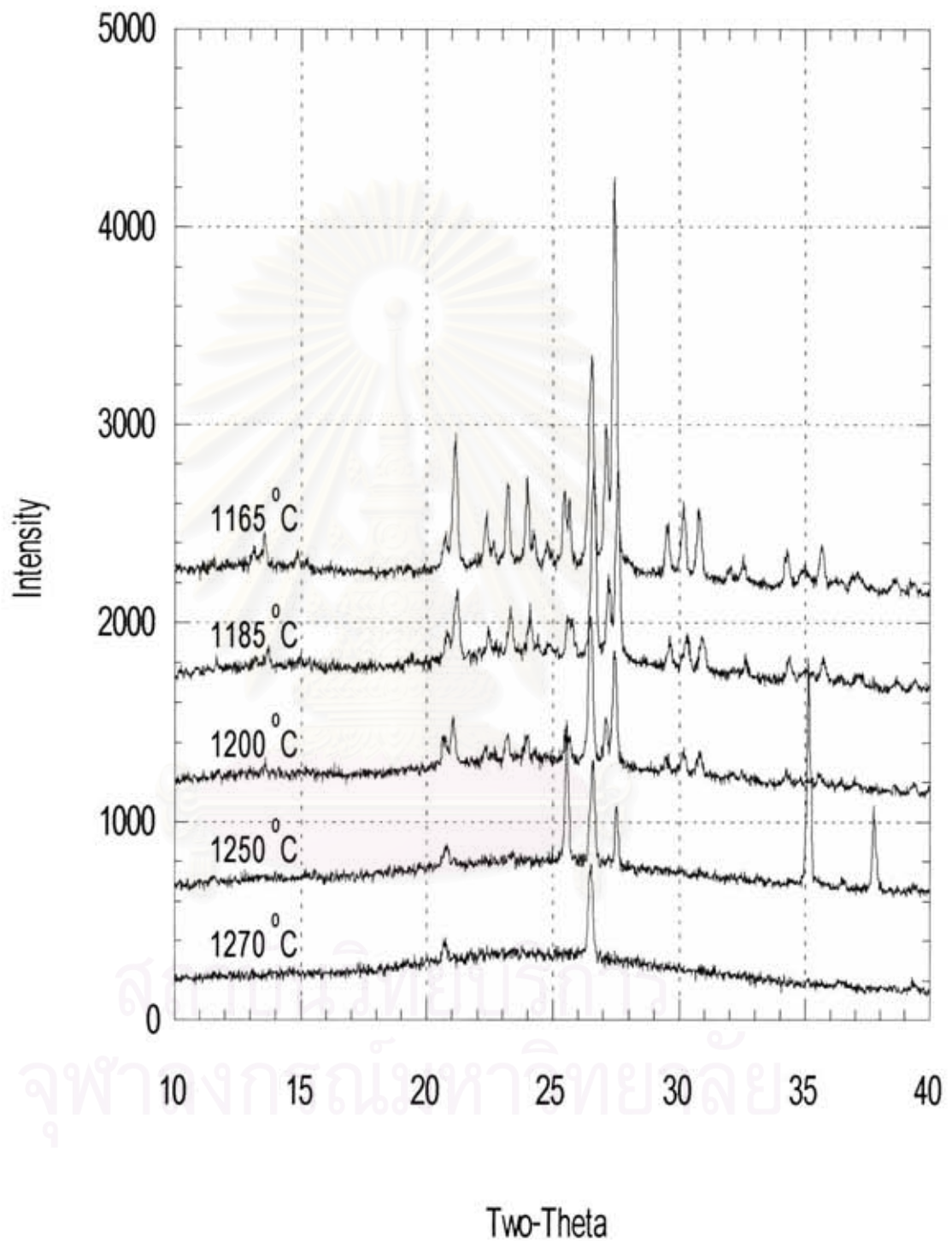
ในรูปที่ 3.2 แสดงผล XRD ของส่วนผสมที่มี NS เป็นหลัก (สูตรที่ 2) ที่อุณหภูมิการเผาสูงสุด $1210 - 1220\text{ }^{\circ}\text{C}$ พบว่าได้ผลึกของลูไซต์และมีลักษณะของ peak เกือบทั้งหมดใกล้เคียงกับของ VMK95 อย่างไรก็ตามอุณหภูมิสูงสุดที่ใช้ในการเผาส่วนผสมขึ้นอยู่กับเตาที่ใช้และอุณหภูมิที่แสดงของแต่ละเตาว่าผ่านการ calibration หรือไม่ ดังนั้นเมื่อ heating element ของเตาที่ใช้อยู่ชำรุดหรือหัก จึงจำเป็นต้องเปลี่ยนไปใช้เตาอื่นและต้องหาอุณหภูมิสูงสุดที่เหมาะสมใหม่ซึ่งจะอยู่ในช่วง $1180 - 1220\text{ }^{\circ}\text{C}$

ตารางที่ 3.1 ผลวิเคราะห์ XRF ของส่วนผสมที่เตรียมขึ้นซึ่งได้จากการตรวจสอบ 3 ครั้งและหาค่าเฉลี่ยได้ทำการตรวจสอบทั้ง 2 batch ที่เตรียมขึ้นในเวลาที่แตกต่างกัน จากตารางจะพบว่า % ของออกไซด์ต่าง ๆ เมื่อเทียบกันทั้ง 2 batch แล้วจะมีค่าใกล้เคียงกัน Al_2O_3 อยู่ในช่วง $19.8-20.0\%$, SiO_2 60.2% ซึ่งเท่ากับทั้ง 2 batch และมี K_2O $7.64-7.67\%$ หนึ่งค่าที่ได้รับของ Na_2O ค่าเกินที่คาดหมายไว้ อีกทั้ง % Na_2O ของ VMK95 ในขวดที่สั่งซื้อมาใหม่ก็มีค่าที่ต่ำมากเช่นกัน จึงไม่แน่ใจว่าการทำ calibration ของศูนย์ตรวจวิเคราะห์ได้ทำอย่างถูกต้องหรือไม่ อย่างไรก็ตามจะใช้ผลจาก XRD ยืนยันเฟสที่เกิดขึ้นแทนผลขององค์ประกอบทางเคมีที่ได้จาก XRF นี้

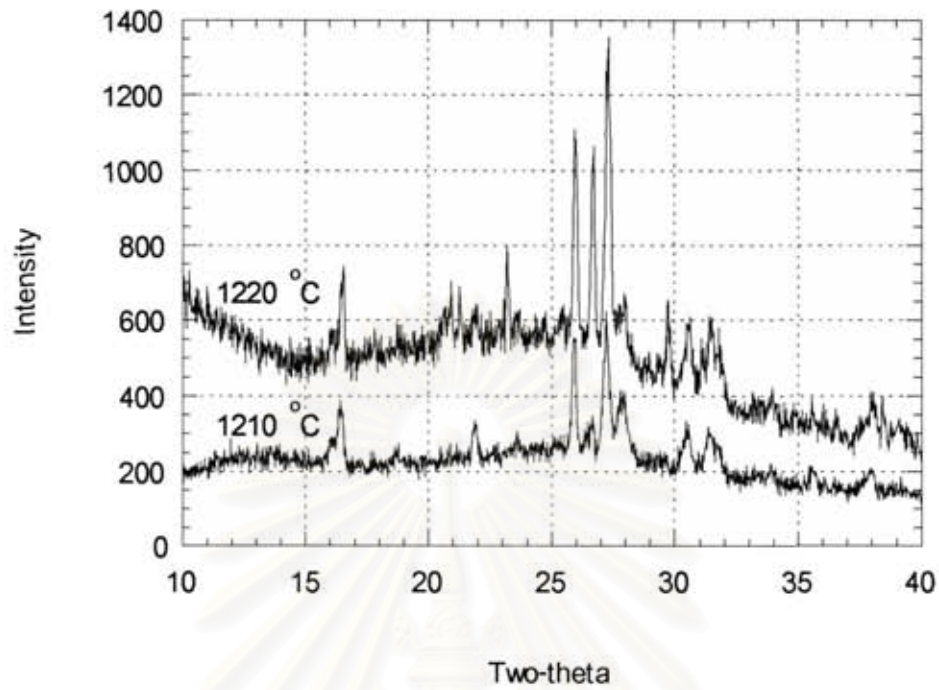
รูปที่ 3.3 แสดงผลเปรียบเทียบของ VMK95 และสูตรที่ 2 ที่เตรียมขึ้นโดยนำไปขึ้นรูปแท่ง (bar) แล้วทำการ sinter และนำ bar ที่ได้ไปตรวจสอบ XRD ผลที่ได้ยังมีลักษณะใกล้เคียงกัน แต่ผลของ VMK95 จะมีลักษณะของ glassy phase มากกว่า

ตารางที่ 3.2 แสดงถึงสัดส่วนต่าง ๆ ของ frit ที่ใช้ผสมในสูตรที่ 2 เพื่อกำหนดอุณหภูมิการเผาหลังขึ้นรูปเป็นแท่งโดยให้ขนาดของ bar หลังเผาใกล้เคียงกันของแต่ละสูตร ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าการใช้ฟritที่สูงจะทำให้อุณหภูมิในการเผาต่ำลงและ FP660 จะให้การหดตัวที่สูงกว่า

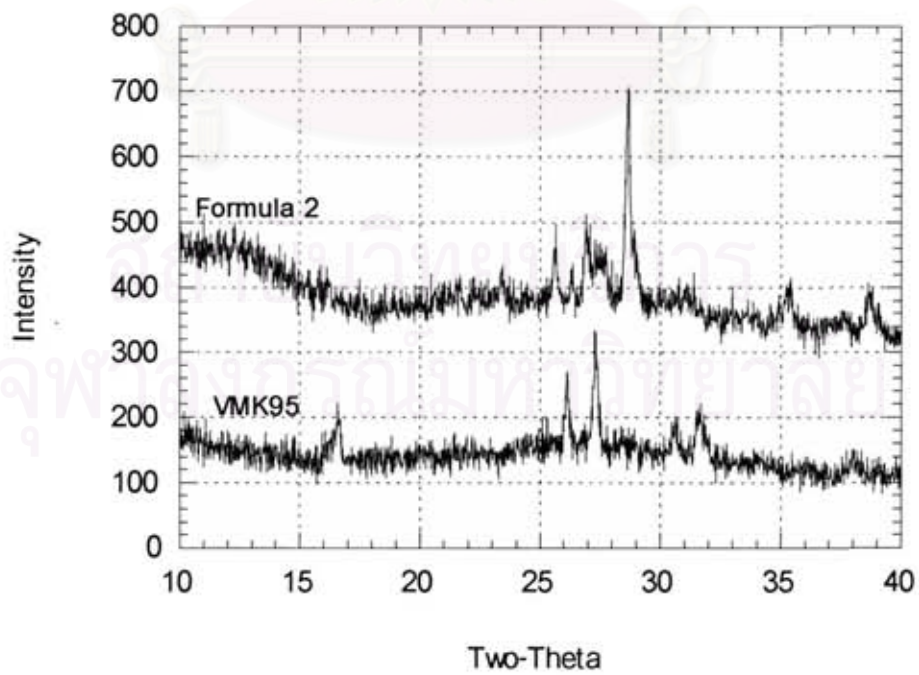
ตารางที่ 3.3 แสดงผลสัมประสิทธิ์การขยายตัวของส่วนผสมต่าง ๆ ที่นำมาทดลองใช้เป็นสารพอร์ซเลน เฟลสปาร์ พบว่าค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัว (COE) ของ VMK95 มีค่าสูงถึง $15.4 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ และค่อนข้างคงที่ตั้งแต่อุณหภูมิ 100 ไปจนถึง $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ และค่า COE ตกลงเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ สำหรับสูตรที่ 2 ที่เตรียมขึ้นจาก NS มีค่า COE ในช่วง $100-500\text{ }^{\circ}\text{C}$ เท่ากับ $10.9 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ ซึ่งต่ำกว่าของ VMK95 มากอาจเป็นเพราะปริมาณของลูไซต์ที่มีในสูตรที่เตรียมขึ้นมีน้อยกว่าใน VMK95 อย่างไรก็ตามอุณหภูมิที่สูงขึ้นค่า COE ของ VMK95 ตกลง ส่วนค่า COE ของสูตรที่ 2 ค่อนข้าง



รูปที่ 3.1 ผล XRD ของส่วนผสมที่มี KM85 เป็นหลัก (สูตรที่ 1) ที่อุณหภูมิการเผาต่าง ๆ กัน



รูปที่ 3.2 ผล XRD ของส่วนผสมที่มี NS เป็นหลัก (สูตรที่ 2) ที่อุณหภูมิการเผาต่าง ๆ กัน



รูปที่ 3.3 ผล XRD ของ VMK95 และสูตรที่ 2 หลังจากการทำ sintering

ส่วนค่า COE ในช่วง 100-700 °C ใกล้เคียงกัน โดยที่การขยายตัวจะมีสูงในช่วง 550-600 °C ซึ่งอาจเกิดจาก quartz inversion อุณหภูมิสูงกว่า 600 °C ค่า COE จะตกลง จากผลการทดลอง FP660 มีสมบัติที่ดีกว่า 502000 ทั้งนี้เพราะมีค่า COE ที่สูงกว่าซึ่งเป็นสิ่งที่ต้องการ

ตารางที่ 3.1 ผล Chemical analysis เป็นเปอร์เซ็นต์ที่ได้จากการตรวจสอบด้วย XRF ของสูตรที่เตรียมขึ้น 2 ครั้งและ VMK95 ที่ซื้อมา lot ใหม่

Material	สูตร 2		VMK95 (lot 2)
	1 st batch	2 nd batch	
SiO ₂	60.22±0.22	60.23±0.05	57.93±0.13
Al ₂ O ₃	19.99±0.06	19.83±0.08	16.14±0.06
Fe ₂ O ₃	0.09±0.003	0.09±0.002	a
MgO	0.22±0.018	0.21±0.13	0.04 ^b
Na ₂ O	1.27±0.26	1.38±0.12	0.37±0.26
K ₂ O	7.67±0.03	7.64±0.02	8.53±0.04
TiO ₂	0.15±0.003	0.15±0.004	1.17±0.02
CaO	1.35±0.02	1.35±0.003	1.40±0.02
P ₂ O ₅	0.03±0.01	0.04±0.02	0.19±0.02

*ค่าที่ได้เป็นค่าลบ

^bค่า SD มีค่าสูงถึง 0.1 เนื่องจากการตรวจสอบครั้งที่ 3 ได้ค่าเป็นลบ ในขณะที่ทำ 2 ครั้งแรกได้ค่าเป็นบวก

ตารางที่ 3.2 อุณหภูมิการเผาของส่วนผสมที่ใช้ frit ใน % ที่ต่างกันโดยเปรียบเทียบกับขนาดเฉลี่ยหลังเผา

สารตั้งต้น	สัดส่วนที่ใช้	อุณหภูมิในการเผา (°C)	ขนาดเฉลี่ยหลังเผา* (mm)
สูตรที่ 2 + FP660	60 : 40	1000	29.20±0.14
	50 : 50	1000	หลอมติด
สูตรที่ 2 + 502000	80 : 20	1050	29.20±0.04
	70 : 30	1025	29.25±0.05
	60 : 40	1005	29.30±0.10

* ขนาดเฉลี่ยหลังเผาจาก 5 ตัวอย่าง

ตารางที่ 3.3 สัมประสิทธิ์การขยายตัวของ VMK95, สูตร 2 (NS), FP660, 502000 และสารผสม

Composition	Wt%	Temperature range (°C)	COE (x 10 ⁻⁶ /°C)
VMK95	100	100-500	15.4
		100-700	13.6
Formula 2	100	100-500	10.9
		100-700	11.1
Frit FP660	100	100-500	6.7
Frit 502000	100	100-500	5.3
Formula 2 + FP660	80 : 20	100-500	10.1
		100-700	10.9
	70 : 30	100-500	9.5
		100-700	11.0
	60 : 40	100-500	9.1
		100-700	11.1

การนำฟrit มาผสมกับสูตรที่ 2 ที่เตรียมขึ้นเพื่อทำให้ส่วนผสมสามารถเผาให้มีความหนาแน่นสูงพอที่อุณหภูมิในการเผาที่ต่ำลง อย่างไรก็ตามการเตรียมสูตรที่ 2 ให้มีส่วนผสมของ glassy phase เป็นองค์ประกอบจะดีกว่าการนำฟrit มาผสมทีหลัง และฟrit ที่หาได้จากตัวแทนจำหน่ายก็ยังคงมีอุณหภูมิในการหลอมตัวที่สูงกว่าที่ต้องการ

ผลการตรวจสอบ Chemical resistance โดยใช้ น้ำส้มสายชู พบว่าส่วนผสมที่เตรียมขึ้นทั้งที่ผสมฟrit สัดส่วนต่าง ๆ กันหรือไม่ผสมก็ตามมีการละลายในน้ำส้มสายชูหลังจากแช่ทิ้งไว้ 24 ชั่วโมงมีค่าน้อยกว่า 0.1 % โดยที่ VMK95 มีการละลายน้อยที่สุด และที่ใส่ฟrit 502000 ผสม การละลายในน้ำส้มสายชูจะมากที่สุดซึ่งแสดงผลในตารางที่ 3.4 อย่างไรก็ตามการเปรียบเทียบผลการละลาย (Solubility) ระหว่างส่วนผสมต่าง ๆ กันยังอาจให้ผลที่คลาดเคลื่อนได้ เนื่องจากการเปรียบเทียบควรทำกับชิ้นงานซึ่งมีพื้นที่ผิว (Surface area) ที่เท่ากัน เนื่องจากการละลายจะขึ้นกับพื้นที่ผิวของชิ้นงานที่สัมผัสโดยตรงกับน้ำส้มสายชู ปริมาณการละลายของชิ้นงานหรือน้ำหนักที่หายไปจะมีมากถ้าพื้นที่ผิวของชิ้นงานถูกสัมผัสโดยตรงกับน้ำส้มสายชูมีมาก การเปรียบเทียบกับน้ำหนักเริ่มต้นโดยพิจารณาพื้นที่ผิวของชิ้นงานที่เท่ากันจึงน่าจะเป็นวิธีที่ดีกว่าซึ่งในการทดลองนี้ไม่ได้คำนึงถึงพื้นที่ผิวของชิ้นงาน นอกจากนี้ความพรุนตัวของชิ้นงานเป็นสิ่งสำคัญ ในการทดลองนี้ได้พยายามเลือกชิ้นงานที่มีความพรุนตัวใกล้เคียงกันมาทดสอบ

ตารางที่ 3.4 ผลการละลายที่มีต่อน้ำส้มสายชูของสารพอร์ซเลนเฟลสปาร์ที่เตรียมขึ้นจากส่วนผสมต่าง ๆ

Composition	Ratio	Solubility (%)
VMK95	100	0.006
Formula 2 + FP660	60 : 40	0.02
Formula 2 + 502000	80 : 20	0.05
	70 : 30	0.06

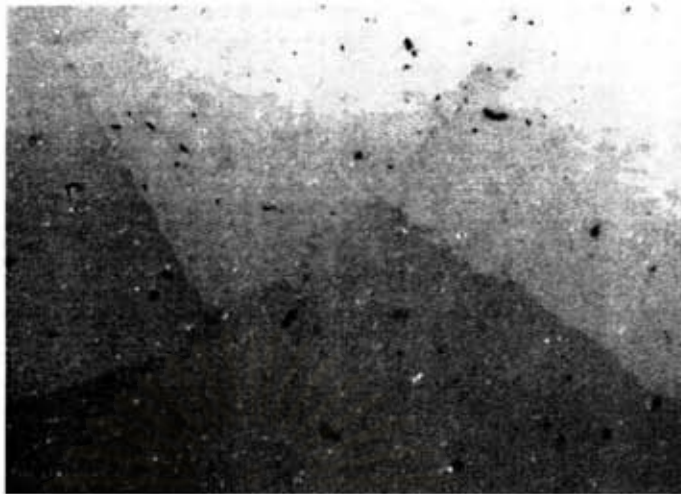
ผลของ Thermal Shock resistance พบว่าทุกชิ้นงานของทุกสูตรรวมทั้ง VMK95 ให้ผลที่เหมือนกัน คือมีรอยแตกให้เห็นทั่วชิ้นงานดังแสดงในรูปที่ 3.4 –3.8 อาจเป็นเพราะว่าอุณหภูมิที่ใช้ในการทดสอบสูงเกินไป

เนื่องการตรวจสอบ Thermal Shock resistance ไม่สามารถกำหนดเป็นตัวเลขหรือช่วง (range) ได้ ผลของ Thermal Shock resistance จะระบุว่าผ่านหรือไม่เท่านั้น เนื่องจากมีรอยแตกปรากฏอยู่ทั่วไปในทุกชิ้นงาน ถึงแม้มีรอยแตกจะถือว่าไม่ผ่าน ในการทดลองที่ทำนี้อุณหภูมิที่ใช้อาจสูงเกินไป

สรุปผลการทดลอง

การสังเคราะห์สารพอร์ซเลนเฟลสปาร์สำหรับใช้ในงานทันตกรรมสามารถเตรียมขึ้นได้จากวัตถุดิบที่มีตัวแทนจำหน่ายภายในประเทศ แต่การควบคุมคุณภาพของวัตถุดิบที่นำเข้ามาผสมต้องสม่ำเสมอหรือใกล้เคียงกันในแต่ละ lot นอกจากนี้ Firing Schedule เป็นสิ่งที่สำคัญที่ต้องควบคุม เพราะอุณหภูมิที่เผาอาจมีผลทำให้ลูโซท์และ glassy phase มีปริมาณที่ไม่เหมาะสมต่องานทางด้านทันตกรรมเพราะค่า COE ของลูโซท์จะสูงกว่า glassy phase มาก

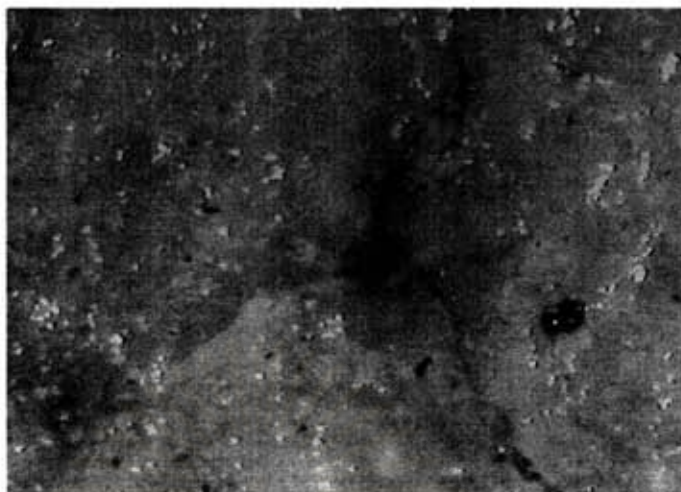
จากผลการวิจัยนี้ส่วนผสมที่เลือกนำมาใช้และให้ผลของเฟลลูโซท์ที่ใกล้เคียงกันกับของ VMK95 ที่ใช้ในขณะทันตแพทยศาสตร์ได้แก่ Nepheline Syenite (84%), Quartz (6%), Ranong China Clay (5%) และ Frit :P606 (5%) โดยเผาอยู่ในช่วง 1185-1210 °C และทำให้เย็นตัวอย่างช้า ๆ เพื่อให้เกิดลูโซท์ขึ้น และผลการตรวจพบค่า COE ยังคงมีค่าต่างจากของ VMK95 อยู่ประมาณ 20% ส่วนผลอื่น ๆ เช่น การละลายในกรดน้ำส้มสายชูและ Thermal Shock resistance ไม่แตกต่างกันมากนัก



รูปที่ 3.4 ผล Thermal Shock resistance ของ VMK95 (Magnification 40x)



รูปที่ 3.5 ผล Thermal Shock resistance ของสูตรที่ 2 ผสมกับ FP660 ในสัดส่วน 60:40 (Magnification 40x)



รูปที่ 3.6 ผล Thermal Shock resistance ของสูตรที่ 2 ผสมกับ 502000 ในสัดส่วน 80:20
(Magnification 40x)



รูปที่ 3.7 ผล Thermal Shock resistance ของสูตรที่ 2 ผสมกับ 502000 ในสัดส่วน 70:30
(Magnification 40x)



รูปที่ 3.8 ผล Thermal Shock resistance ของสูตรที่ 2 ผสมกับ 502000 ในสัดส่วน 60:40
(Magnification 40x)

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 4

ข้อเสนอแนะ

จากงานวิจัยนี้ มีงานทดลองที่น่าสนใจศึกษาและทำต่อเพื่อให้สามารถพัฒนาสารพอร์ซเลนเฟลสปาร์ที่
งเคราะห์ขึ้นเองมีสมบัติที่ดีขึ้นและเทียบเท่ากับของ VMK95 ดังนี้

1. เพิ่มปริมาณของฟritในส่วนผสมตั้งต้นแทนการผสมทีหลังเมื่อเตรียมสารพอร์ซเลนเฟลสปาร์
2. ควรตรวจสอบสมบัติเพิ่มเติมโดยเฉพาะ Hardness และ Toughness ซึ่งจำเป็นต้องใช้เตาสุญญากาศใน
การเตรียมชิ้นงาน เพื่อกำจัด pore ที่เกิดขึ้นในชิ้นงานถึงแม้ในงานวิจัยนี้ได้ทำการตรวจสอบ Vicker
Hardness และ Toughness ก็ตามแต่ไม่สามารถวัดขนาดของ Indenter และขนาดความยาวของ crack
ที่ปรากฏได้อย่างถูกต้องเพราะมุมของ diamond บินและชิ้นงานมี pore ปรากฏอยู่ทั่วไป
3. การตรวจสอบ Chemical resistance ควรทำกับกรดและต่างอื่น ๆ เพิ่มเติม เช่น Citric acid, เครื่องดื่ม
น้ำโซดา, น้ำเกลือ และอื่น ๆ เป็นต้น และการตรวจสอบควรกำหนดพื้นที่ผิวของชิ้นงานให้คงที่



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

เอกสารอ้างอิง

- 1]. M.M. Barreiro, O. Rlesgo and E.E. Vicente, "Phase identification in dental porcelain for ceramo-metallic restorations," *Dental Materials*, January 51-57 (1989).
- 2]. Jack L. Ferracane, *Materials in Dentistry: Principles and Applications* (1995).
- 3]. MacCulloch WT, *Advances in dental ceramics*, *Br. Dent. J.* 124 361-365 (1968).
- 4]. C. W. Fairhurst, *Dental Ceramics: The State of the Science*, *Adv. Dent. Res.* 6 78-81 No.9 (1992).
- 5]. J. L. Ong, D. W. Farley, B. K. Norling, "Quantification of Leucite concentration using X-ray diffraction," *Dental Materials* 16 20-25 (2000).
- 6]. J. R. Mackert Jr., A. L. Evans, "Quantitative X-ray diffraction determination of leucite thermal instability in dental porcelain," *J. Am. Ceram. Soc.* 74 450-453 (1991).
- 7]. J. R. Mackert Jr., S. W. Twiggs and A. L. Evans-Williams, "Isothermal anneal effect on leucite content in dental porcelain," *J. Dent. Res.* 74 1259-1265 (1995).
- 8]. J. R. Mackert Jr. and A. L. Evans-Williams, "Effect of cooling rate on leucite volume fraction in dental porcelains," *J. Dent. Res.* 70 137-139 (1991).
- 9]. Delbert Day, "Using Glass in the Body," *Am. Ceram. Soc. Bull.* 74 No. 12 64-68 (1995).
- 10]. Komma, Ottmar, Steidl, Juergen, "Dental ceramic material with a relatively low processing temperature," *US Patent & Trademark Office* (5,346,866) September 13, 1994.

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

KAlSi3O8

Potassium Aluminum Silicate

				2 θ	Int	h	k	l					2 θ	Int	h	k	l	
Rad.: λ : Filter: d-sp:				13.421*	7	1	1	0	73.735*	22	4	5	1					
Cut off: Int.: I/Icor.:				19.062*	15	2	0	0	75.459*	<1	2	2	2					
Ref: Yamada, H., Matsui, Y., Ito, E., Mineral. J., 12, 29 (1984)				27.048*	17	2	2	0	77.052*	8	3	6	1					
				30.294*	100	1	3	0	77.052*	8	1	3	2					
				34.318*	4	1	0	1	77.986*	6	3	7	0					
				38.576*	7	4	0	0										
				39.492*	16	2	1	1										
				41.030*	2	3	3	0										
				43.385*	19	4	2	0										
				44.187*	51	3	0	1										
				48.533*	5	3	2	1										
Sys.: Tetragonal S.G.: I4/m (87)				49.859*	14	1	5	0										
a: 9.3244(4) b: c: 2.7227(3) A: C: 0.2920				52.588*	22	1	4	1										
α : β : γ : Z: mp:				55.741*	3	4	4	0										
Ref: Ibid.				57.614*	4	3	5	0										
				59.456*	23	6	0	0										
				60.086*	3	5	0	1										
				63.003*	<1	2	6	0										
Dx: 3.905 Dm: SS/FOM: $F_2^2=33(.028, 30)$				63.653*	28	5	2	1										
				68.935*	6	0	0	2										
				70.426*	5	1	6	1										
				70.426*	5	1	1	2										
				71.490*	2	1	7	0										
				72.141*	<1	2	0	2										
				73.105*	<1	6	4	0										

Integrated intensities. Synthesized from amorphous K Al Si3 O8 at pressures 14-30 GPa and temperatures of 1200-1400 C, then quenched. Hollandite type. PSC: $U?$. To replace 20-848. Mwt: 278.33. Volume[CD]: 236.72.

©1996 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved.

14-0164

Wavelength= 1.5418

1

Al2Si2O5(OH)4

Aluminum Silicate Hydroxide

				2 θ	Int	h	k	l					2 θ	Int	h	k	l
Rad.: CuK α λ : 1.5418 Filter: Mono d-sp: 22.9				12.344*	100	0	0	1	42.731*	10	0	4	1				
Cut off: Int.: Estimation I/Icor.:				19.826*	35	0	2	0	43.224*	10	2	2	2				
Ref: Goodyear, Duffin, Mineral. Mag., 32, 902 (1961)				20.340*	60	1	1	0	43.508*	5	0	2	3				
				21.225*	45	1	1	1	43.863*	20	2	2	2				
				21.468*	35	1	1	1	45.415*	35	2	0	3				
				23.120*	40	0	2	1	45.657*	35	1	3	2				
				23.758*	25	0	2	1	45.975*	20	2	2	1				
				24.877*	80	0	0	2	46.523*	20	2	2	1				
				26.054*	5	1	1	1	46.853*	35	1	3	2				
				26.400*	35	1	1	1	47.319*	20	0	4	2				
				28.286*	20	1	1	2	47.715*	5	1	1	3				
Sys.: Triclinic S.G.: C1				28.732*	20	1	1	2	47.955*	25	1	3	3				
a: 5.155 b: 8.959 c: 7.407 A: 0.5754 C: 0.8268				32.511*	20	0	2	2	48.692*	20	0	4	2				
α : 91.68 β : 104.9 γ : 89.94 Z: 2 mp:				34.967*	35	2	0	1	49.396*	25	1	3	3				
Ref: Ibid.				35.151*	25	1	3	0	49.596*	35	2	2	3				
				35.408*	35	1	3	1	50.417*	20	2	2	3				
				35.641*	10	1	1	2	51.051*	25	0	0	4				
				35.995*	45	2	0	0	53.592*	25	2	2	2				
Dx: 2.595 Dm: 2.645 SS/FOM: $F_3^3=35(.022, 38)$				37.717*	25	0	0	3	54.313*	25	1	5	0				
				38.351*	40	2	0	2	54.593*	25	1	5	1				
				38.504*	40	1	3	1	55.019*	40	2	4	0				
$\epsilon\alpha$: 1.559(6) $\eta\omega\beta$: 1.564(5) $\epsilon\gamma$: 1.565(5) Sign: - 2V: 24-50°				39.078*	5	1	1	3	55.343*	40	2	4	0				
Ref: Deer, W., Howie, R., Zussman, J., Rock Forming Minerals, 3, 194				39.291*	35	1	3	1	55.488*	10	0	4	3				
				40.018*	20	1	3	2	55.744*	40	3	1	2				
				40.316*	5	0	4	0	56.338*	30	3	1	0				
Color: White				40.677*	10	2	2	1	56.831*	70	1	3	3				
Specimen from Scalby, Yorkshire, England, UK. Validated by				41.083*	20	1	3	2	57.333*	30	0	4	3				
Jculated pattern Borg and Smith, GSA Memoir, 122.				41.299*	20	2	0	1	57.845*	10	1	5	2				
Kaolinite-serpentine group, dioctahedral subgroup.m.C.D.				41.558*	5	2	2	0	58.165*	60	1	3	4				
Cell: a=5.166, b=7.407, c=5.155. α =104.90, β =119.87,				42.003*	10	0	4	1	58.733*	10	2	4	1				
γ =84.10. a/b=0.6974, c/b=0.6960. S.G.=P1(1). PSC: aP17. To				42.374*	20	0	2	3	59.523*	30	2	2	4				
replace 5-143 and 12-447. Mwt: 258.16. Volume[CD]: 165.22.																	

2 θ	Int	h	k	l
59.863*	40	1	1	4
60.207*	40	2	0	3
61.219*	5	3	1	1
61.624*	5	2	4	3
62.360*	90	3	3	1

©1996 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved.

SiO ₂	2θ	Int	h	k	l	2θ	Int	h	k	l
Silicon Oxide	20.860*	16	1	0	0	92.788*	<1	4	0	0
	26.640*	100	1	0	1	94.651*	1	1	0	5
	36.544*	9	1	1	0	95.119*	<1	4	0	1
Quartz, syn	39.465*	8	1	0	2	96.238*	1	2	1	4
Rad.: CuKα1 λ: 1.5405 Filter: Ge Mono ^o d-sp: Diffractometer	40.300*	4	1	1	1	98.751*	1	2	2	3
Cut off: Int.: Diffract. I/Icor.: 3.41	42.450*	6	2	0	0	102.231	<1	1	1	5
Ref: Kern, A., Eysel, W., Mineralogisch-Petrograph. Inst., Univ. Heidelberg, Germany, ICDD Grant-in-Aid, (1993)	45.793*	4	2	0	1	102.567	<1	3	1	3
	50.139*	13	1	1	2	103.877	<1	3	0	4
	50.622*	<1	0	0	3	104.203	<1	3	2	0
	54.875*	4	2	0	2	106.593	<1	3	2	1
	55.325*	2	1	0	3	112.114	<1	4	1	0
Sys.: Hexagonal S.G.: P3 ₂ 21 (154)	57.235*	<1	2	1	0	114.061	<1	3	2	2
a: 4.91344(4) b: c: 5.40524(8) A: C: 1.1001	59.960*	9	2	1	1	114.467	2	4	0	3
α: β: γ: Z: 3 mp:	64.036*	2	1	1	3	114.639	2	4	1	1
Ref: Ibid.	65.786*	<1	3	0	0	115.885	<1	2	2	4
	67.744*	6	2	1	2	117.537	<1	0	0	6
	68.144*	7	2	0	3	118.313	<1	2	1	5
	68.318*	5	3	0	1	120.124	1	3	1	4
Dx: 2.649 Dm: 2.660 SS/FOM: F ₃₀ =539(.0018, 31)	73.468*	2	1	0	4	121.853	<1	1	0	6
	75.660*	3	3	0	2	122.605	<1	4	1	2
εα: ηωβ: 1.544 εγ: 1.553 Sign: + 2V:	77.675*	1	2	2	0	127.251	<1	3	0	5
Ref: Swanson, Fuyat, Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, 3, 24 (1954)	79.884*	2	2	1	3	131.203	<1	1	1	6
	80.047*	<1	2	2	1	132.756	<1	5	0	1
	81.173*	2	1	1	4	134.293	<1	4	0	4
	81.491*	2	3	1	0	136.424	1	2	0	6
Color: White	83.840*	1	3	1	1	137.895	2	4	1	3
Integrated intensities. Pattern taken at 23(1) C. Low temperature	84.957	<1	2	0	4	140.318	<1	3	3	0
Quartz. θ determination based on profile fit method. O2 Si type.	87.439*	<1	3	0	3	143.251	3	5	0	2
Quartz group. Silicon used as an internal stand. PSC: hP9. To	90.831*	2	3	1	2	144.119	<1	3	3	1
replace 33-1161. Mwt: 60.08. Volume[CD]: 113.01.										

38-1423

Wavelength= 1.5405981

KAlSi ₂ O ₆	2θ	Int	h	k	l	2θ	Int	h	k	l
Potassium Aluminum Silicate	9.320*	3	1	0	1	48.453*	2	5	3	4
	13.537*	3	2	0	0	48.830*	4	5	4	3
	16.053*	7	1	1	2	49.542*	3	3	3	6
Leucite, syn	16.461*	37	2	1	1	50.341*	3	6	4	0
Rad.: CuKα1 λ: 1.5405 Filter: Graph Mono ^o d-sp: Diffractometer	18.715*	7	2	0	2	50.552*	2	4	2	6
Cut off: 17.7 Int.: Diffract. I/Icor.:	19.183*	<1	2	2	0	50.893*	4	6	3	3
Ref: Wong-Ng, W., McMurdie, H., Paretzkin, B., Hubbard, C., Dragoo, A., NBS (USA), ICDD Grant-in-Aid, (1987)	20.520*	2	1	0	3	51.163*	4	7	1	2
	24.663*	8	2	1	3	51.305*	3	7	2	1
	25.115*	9	3	1	2	51.575*	<1	6	2	4
	25.383*	13	3	2	1	52.944*	6	3	2	7
	25.892*	69	0	0	4	53.589*	1	5	1	6
Sys.: Tetragonal S.G.: I4 ₁ /a (88)	27.277*	100	4	0	0	54.902*	9	7	2	3
a: 13.0654(7) b: c: 13.7554(13) A: C: 1.0528	28.234*	5	3	0	3	55.150*	11	7	3	2
α: β: γ: Z: 16 mp:	28.890*	5	4	1	1	56.273*	4	8	0	0
Ref: Wong-Ng, W et al.(USA), Powder Diffraction, 2, 198 (1987)	29.321*	4	2	0	4	56.504*	5	4	4	6
	30.266*	8	4	0	2	57.190*	2	8	1	1
	30.569*	29	4	2	0	57.431*	3	6	4	4
	31.437*	44	3	2	3	58.185*	4	8	2	0
	31.810*	23	3	3	2	58.735*	2	5	0	7
Dx: 2.469 Dm: SS/FOM: F ₃₀ =137(.0061, 36)	33.273*	2	1	0	5	59.829*	<1	7	0	5
εα: ηωβ: 1.5095(1) εγ: Sign: 2V:	33.889*	12	3	1	4	60.237*	3	7	3	4
Ref: Deer, W., Howie, R., Zussman, J., Rock Forming Minerals, 4, 76 (1963)	34.376*	3	4	1	3	60.537*	3	8	1	3
	36.065*	3	2	1	5	61.759*	<1	3	3	8
	37.442*	3	5	1	2	62.568*	4	7	5	2
	37.616*	3	5	2	1	62.779*	5	2	1	9
Color: Colorless	37.964*	20	4	0	4	63.671*	<1	8	4	0
CAS #: 1302-34-7. Prepared at NBS, Gaithersburg, Maryland.	38.677*	4	3	0	5	64.503*	2	9	0	1
3A, by sol gel technique using i-propanol. Tetraethylorthosilicate	38.978*	5	4	4	0	64.700*	2	8	2	4
was partially prehydrolysed to compensate for slow hydrolysis;	39.238*	3	3	3	4	65.945*	1	5	4	7
mixed with stoichiometric amounts of aluminum isobutoxide and	39.670*	3	5	0	3	66.289*	1	3	2	9
potassium acetate; mixed under argon, stirred and heated overnight	41.170*	3	3	2	5	67.657*	2	9	0	3
at 102 C; hydrolysed with a N H ₄ O H i-propanol mixture, heated and	41.717*	5	2	0	6	67.967*	2	8	5	1
stirred overnight at 102 C. The amorphous gel was centrifuged,	42.092*	5	5	2	3	68.215*	3	7	3	6
washed and air dried, crystallized by heating at 1450 C for 15 hours.	42.378*	9	5	3	2	69.327*	2	9	2	3
A cubic high temperature modification was described by Hermansson	43.524*	3	4	1	5	69.843*	1	2	0	10
and Carlsson, 31-967 (1978). The structure was determined by Wyart	43.798*	11	6	2	0					
(1). The stability of Leucite was investigated by Seki and Kennedy (2).	44.867*	3	5	4	1					
The structure of this specimen was refined by neutron diffraction by	46.699*	3	1	0	7					
F. Beech and A. Santoro. Analcime group. Silicon, fluorophlogopite	47.069*	3	6	3	1					
used as an internal stands. PSC: tI160. To replace 15-47. Mwt:	47.379*	3	4	4	4					
218.25. Volume[CD]: 2348.11.										