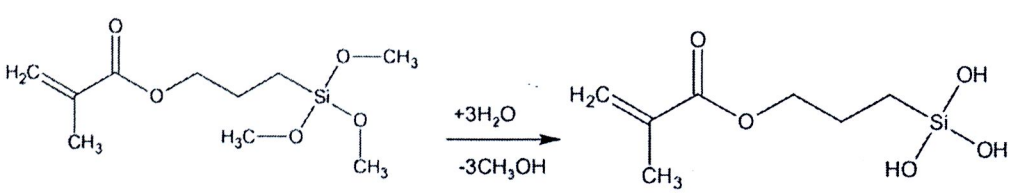
วิจารณ์ผลการทดลอง

จากผลการทดลองพบว่าแรงดึงเฉือนของเดือยกลุ่มที่ทาไซเลนมีค่าสูงสุด (19.59 เมกะปาสคาล) แต่ไม่ต่างจากกลุ่มควบคุม (19.10 เมกะปาสคาล) อย่างมีนัยสำคัญ ซึ่งแตกต่างจากการศึกษาของ Goracci และคณะ (2005) ที่พบว่าสารไซเลนช่วยให้แรงยึดระหว่างเดือยกับคอมโพสิตแกนฟันดีขึ้น แต่แรงยึดติดไม่ได้เกิดจากการที่สารไซเลนทำปฏิกริยากับผิวเดือยฟัน เนื่องจากพอลิเมอร์ส่วนผิวของเดือยนั้นเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์สมบูรณ์แล้ว จึงไม่มีหมู่ฟังก์ชันนอลที่จะทำปฏิกิริยากับหมู่ไซเลนนอลของสารไซเลน การที่แรงยึดเพิ่มขึ้นอาจเนื่องมาจากสารไซเลนที่เคลือบผิวทำให้การเปียกน้ำของพื้นผิวดีขึ้น เป็นผลทำให้การไหลแผ่ของคอมโพสิตแกนฟันดียิ่งขึ้น อย่างไรก็ตามการที่จะเกิดปฏิกิริยาเคมีระหว่างเดือยกับคอมโพสิตแกนฟันจะต้องมีเส้นใยแก้วโผล่มาที่ผิวของเดือยแล้วทำปฏิกริยากับสารไซเลน (Aksornmuang *et al.*, 2004; Goracci *et al.*, 2005) ซึ่งในการทดลองนี้จากการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเลกตรอนชนิดส่องกราด พบว่าเส้นใยแก้วบางส่วนมีการโผล่มาที่ผิวของเดือย (รูปที่ 12a) และสามารถทำปฏิกริยากับสารไซเลนได้ โดยส่วนประกอบหลักในสารไซเลนที่ใช้ในการทดลองนี้ได้แก่ 3-methacryloloxypropyltrimethoxysilane ซึ่งส่วน methoxy groups (-Si-OCH_3) จะเปลี่ยนเป็น reactive silanol groups (≡Si-OH) ด้วยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis) ในขณะที่มีการกระตุ้นสารนี้ระหว่างการเตรียมที่ระดับ pH 4-5 (รูปที่ 14) (Mantinlinna *et al.*, 2006) และหมู่ไซเลนนอลนี้จะทำปฏิกิริยากับออกไซด์ของซิลิกาในเส้นใยแก้ว ในขณะที่ organofunctional group ของสารไซเลนทำปฏิกิริยากับหมู่ฟังก์ชันนอลของมอนอเมอร์ในคอมโพสิตแกนฟัน (-COO^-, -CH_3) เกิดพันธะทางเคมีขึ้น และผลจากการศึกษาด้วย FTIR ของเดือยที่ได้รับการทาสารไซเลนพบว่ามีหมู่ฟังก์ชันนอลคาร์บอนิล (C=O) เพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับกลุ่มควบคุม (รูปที่ 6) ซึ่งหมู่ดังกล่าวเป็นส่วนหนึ่งของ organofunctional groups ของสารไซเลน



รูปที่ 14 แสดงปฏิกิริยาของสารไซเลนระหว่างถูกกระตุ้นในสารละลายของน้ำและเอทานอลที่ประกอบด้วย acetic acid ที่ pH 4 โดย methoxy groups ถูกเปลี่ยนเป็น reactive silanol groups

(ที่มา, Mantinlinna *et al.*, 2006)

จากการศึกษาผิวของเดือยที่ทาด้วยสารไซเลนภายหลังจากดึงคอมโพสิตแกนฟันออก พบว่า ความล้มเหลวของการยึดติดเป็นชนิดโคฮีซีพ (cohesive failure) (รูปที่ 13b) คือมีบางส่วนของพอลิเมอร์บริเวณผิวเดือยและบางส่วนของเส้นใยแก้วของเดือยที่หลุดออกไปพร้อมคอมโพสิตแกนฟัน แม้ว่าจะไม่มีการเกิดพันธะเคมีระหว่างพอลิเมอร์กับสารไซเลนแต่ความขรุขระของผิวพอลิเมอร์ทำให้เกิดการยึดติดเชิงกลระหว่างพอลิเมอร์กับคอมโพสิตแกนฟันได้ และเมื่อเทียบปริมาณเส้นใยแก้วที่หลุดภายหลังดึงคอมโพสิตแกนฟันออกระหว่างเดือยที่ผ่านการทาไซเลนกับกลุ่มควบคุม (รูปที่ 13b กับ 13a) พบว่า เดือยที่มีการทาไซเลนมีการหลุดของเส้นใยแก้วที่มากกว่า ซึ่งเป็นไปได้ว่าสารไซเลนทำปฏิกิริยากับเส้นใยแก้วดังที่กล่าวมาข้างต้น อย่างไรก็ดีแรงดึงเฉือนก็ไม่ได้เพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ อาจเนื่องจากปริมาณเส้นใยแก้วที่โผล่มาที่ผิวของเดือยไม่มาก หรืออาจเกิดจากไม่สามารถควบคุมความหนาของสารไซเลนที่ทาให้หนาเพียงชั้นเดียวได้ เมื่อใดก็ตามที่สารไซเลนมีความหนา จะทำให้ประสิทธิภาพการยึดติดลดลงเนื่องจากจำนวนเมทาคริเลตอิสระมีการลดลงจึงเกิดความล้มเหลวชนิดโคฮีซีพในสารไซเลน (Debnath *et al.*, 2003)

สำหรับกลุ่มที่ปรับสภาพด้วยเจ็ทพลาสมาอาร์กอนนั้น วัตถุประสงค์เพื่อให้พลาสมาทำความสะอาดพื้นผิว และปรับปรุงคุณสมบัติเกี่ยวกับการยึดติดของพอลิเมอร์ ซึ่งการใช้เจ็ทพลาสมาของแก๊สชนิดนี้เป็นที่นิยมในขบวนการ sputtering สารกึ่งตัวนำในวงการอุตสาหกรรม เนื่องจากพลาสมาของแก๊สเฉื่อยสามารถทำหน้าที่คล้ายตัวทำละลาย (diluent) หรือ ทำให้เกิดการไขว้สายพอลิเมอร์ได้ (Castro Vidaurre *et al.*, 2001) แต่ผลการทดลองนี้กลับพบว่ากลุ่มที่ผ่านการปรับสภาพด้วยเจ็ทพลาสมาอาร์กอนมีค่าแรงยึดเฉือนต่ำที่สุด (16.05 เมกะปาสคาล) แต่ไม่ได้แตกต่างจากกลุ่มควบคุมอย่างมีนัยสำคัญ อาจเนื่องมาจากการที่อาร์กอนเป็นแก๊สที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง เมื่อไอออนในพลาสมาชนิดนี้ระดมยิง (bombard) ที่ผิวพอลิเมอร์ คาดว่าจะเกิดการตัดสายของพอลิเมอร์ได้ดี แต่ในกรณีที่การปรับสภาพนานเกินไป อาจเกิดการกัดกร่อนผิวที่มีความขรุขระออกไป หรือเส้นใยแก้วถูกทำลายขาดความแข็งแรง ดังแสดงรูปที่ 12c เป็นผลให้การยึดติดเชิงกลลดลง สังเกตได้จากผิวของเดือยภายหลังจากที่คอมโพสิตแกนฟันถูกดึงออกพบว่าเส้นใยแก้วที่กัดกร่อนถูกดึงออกไปพร้อมกับคอมโพสิตแกนฟันเหลือเฉพาะเส้นใยแก้วที่เรียบ (รูปที่ 13c) ซึ่งผลของการศึกษานี้สอดคล้องกับการทดลองของ Rusu และคณะ (2007) ที่ใช้พลาสมาของแก๊สอาร์กอนปรับสภาพ polyetheleneterephthalate และพบว่า การปรับสภาพผิวพอลิเมอร์ด้วยพลาสมาที่พลังงานระดับต่ำ (mild plasma treatment) ทั้งในแง่ กำลังคลื่นวิทยุ ความดันแก๊ส และระยะเวลาในการปรับสภาพ ทำให้เกิดการอ๊อกซิเดชัน (oxidation) ที่ผิวอย่างเหมาะสม แต่เมื่อเวลานานขึ้นจะทำให้เกิดผลตรงกันข้ามของการอ๊อกซิเดชัน เนื่องจากมีการกัดกร่อนบริเวณผิวที่มากเกินไปจากการระดมยิงของไอออนที่มีพลังงาน (energetic ion) ในพลาสมา แม้ว่าเจ็ทพลาสมาอาร์กอนสามารถเหนี่ยวนำให้เกิดกลุ่ม

ฟังก์ชันนอลที่ผิวพอลิเมอร์ ซึ่งในการทดลองนี้คือฟังก์ชันนอลคาร์บอนิล (รูปที่ 7) โดยอาจเกิดจากการทำลายแขนคาร์บอน (-c-c-) ของพอลิเมอร์จากนั้นเกิดอันตรกริยากับออกซิเจนในอากาศ แต่แรงยึดระหว่างพันธะของหมู่ฟังก์ชันนอลนี้กับมอนอเมอร์ของคอมโพสิตแกนฟัน อาจไม่มากพอเมื่อเทียบกับการยึดติดเชิงกล จึงทำให้แรงยึดเฉือนมีค่าน้อยกว่ากลุ่มอื่นๆ

สำหรับกลุ่มที่ปรับสภาพด้วยเจ็ทฮีเลียมผสมกับอากาศนั้น ในเบื้องต้นแล้วการทดลองนี้ต้องการใช้อากาศเพียงอย่างเดียวในการผลิตพลาสมา ด้วยเหตุผลที่ว่าเจ็ทของอากาศช่วยเหนี่ยวนำให้เกิด reactive oxygen atom และลดค่าใช้จ่ายเมื่อเทียบกับการใช้แก๊สฮีเลียมหรืออาร์กอน (Hong and Uhm, 2007) นอกจากนี้เจ็ทพลาสมาอากาศสามารถเหนี่ยวนำให้เกิดกลุ่มแรดิคอลบนผิวพอลิเมอร์โดยการตัดสายพอลิเมอร์หรือจากการดึงไฮโดรเจนออกไป (hydrogen abstraction) (Riccardi *et al.*, 2002) แต่เนื่องจากเครื่องผลิตเจ็ทที่ใช้ในการทดลองครั้งนี้เป็นเครื่องที่มีแรงดันไฟฟ้าต่ำจึงไม่มีพลังงานเพียงพอที่ทำให้อากาศแตกตัวเป็นพลาสมาได้ จึงต้องใช้ฮีเลียมเป็นแก๊สป้อน (feed gas) และให้อากาศเป็นแก๊สทำปฏิกิริยา อย่างไรก็ตามผลของแรงดึงเฉือนที่ได้ก็ไม่ได้แตกต่างไปจากกลุ่มที่ปรับสภาพด้วยเจ็ทอาร์กอนทั้งๆที่ตรวจพบว่าเดือยที่ปรับสภาพด้วยเจ็ทชนิดนี้มีหมู่ฟังก์ชันนอลคาร์บอนิลเพิ่มขึ้น (รูปที่ 8) สอดคล้องกับการศึกษาของ Boeing (1982) ที่พบว่าพลาสมาของแก๊สเฉื่อยโดยเฉพาะฮีเลียมมักก่อให้เกิดแรดิคอลอิสระจากการระดมยิงของไอออน และจะทำปฏิกริยากับออกซิเจนในอากาศทันที อย่างไรก็ตามหมู่ฟังก์ชันนอลคาร์บอนิล ที่พบมีน้อยเมื่อเทียบกับกลุ่มที่เดือยทาด้วยสารไซเลน แสดงให้เห็นว่าผลของพันธะระหว่างหมู่ฟังก์ชันนอลคาร์บอนิลกับหมู่ฟังก์ชันนอลในมอนอเมอร์ของคอมโพสิตแกนฟันมีผลน้อยมากในการเพิ่มแรงยึดติดระหว่างเดือยกับคอมโพสิตแกนฟัน อาจเนื่องจากเวลาในการการปรับสภาพนานเกินไป พลังงานที่ให้ต่อเนื่องสู่ระบบก่อให้เกิดการตัดสายพอลิเมอร์ (chain scission) เพิ่มขึ้น และสารที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำก็แพร่กระจายมาสู่ผิวมากขึ้น โดยปกติสายพอลิเมอร์ที่เป็นเสมือนแกนปฐมภูมิ (primary nucleus) สำหรับให้มีการเกาะเกี่ยวระหว่างมอนอเมอร์ ต้องสามารถหลอมละลาย (redissolve) แล้วสร้างกลับมาใหม่ได้ (reform) แต่ในกรณีที่สายพอลิเมอร์ถูกตัดให้สั้นเกินไป จะเกิดเฉพาะการหลอมละลายอย่างเดียว (Rusu *et al.*, 2007) ประกอบกับมีการแพร่กระจายของแรดิคอลอิสระที่อยู่บริเวณผิวไปสู่ด้านในของพอลิเมอร์ ปรากฏการณ์เหล่านี้น่าจะเป็นสาเหตุให้การสร้างพันธะระหว่างกลุ่มฟังก์ชันนอลของเดือย กับ เรซินคอมโพสิตแกนฟันลดลง สังเกตได้จากการที่ยังมีส่วนของพอลิเมอร์ติดที่ผิวของเดือยภายหลังจากดึงคอมโพสิตแกนฟันออก (รูปที่ 13d) ซึ่งมีปริมาณมากกว่าในกลุ่มควบคุม (รูปที่ 13a)

ในทางตรงกันข้ามแรงดึงเฉือนในกลุ่มที่เดือยถูกปรับสภาพด้วยเจ็ทพลาสมาของอาร์กอนผสมอากาศกลับมีค่ามากกว่ากลุ่มที่ปรับสภาพด้วยเจ็ทพลาสมาที่กล่าวมาทั้ง 2 กลุ่มแต่ก็ไม่ต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ทั้งๆที่หมู่ฟังก์ชันนอลคาร์บอนิลไม่ได้เพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับกลุ่มควบคุม (รูปที่ 9) เมื่อเทียบกับทุกกลุ่มปรากฏว่าหมู่ฟังก์ชันนอลคาร์บอนิลมีน้อยที่สุด (รูปที่ 10) และเมื่อเทียบกับกลุ่มที่ปรับสภาพด้วยเจ็ทพลาสมาทั้ง 2 กลุ่มก็พบว่ากลุ่มเจ็ทพลาสมาของอาร์กอนผสมอากาศมีหมู่ฟังก์ชันนอลคาร์บอนิลน้อยที่สุด (รูปที่ 11) ทำให้ยืนยันได้ว่าพันธะระหว่างหมู่ฟังก์ชันนอลคาร์บอนิลกับหมู่ฟังก์ชันนอลในมอนอเมอร์ของคอมโพสิตแกนฟันไม่มีผลต่อแรงยึดเฉือนที่เกิดขึ้น และเมื่อศึกษาผิวของเดือยภายหลังดึงคอมโพสิตแกนฟันออก พบว่าพอลิเมอร์ที่ผิวเดือยถูกดึงออกไปเกือบทั้งหมด (รูปที่ 13e) เมื่อเทียบกับเดือยที่ถูกปรับสภาพด้วยเจ็ทพลาสมาชนิดนี้(รูปที่ 12e) อย่างไรก็ดีความขรุขระของเดือยทุกกลุ่มก็ไม่ได้ต่างกันมากนัก ถ้าแรงยึดเฉือนเกิดจากการยึดติดเชิงกลเป็นหลัก แรงยึดเฉือนของทุกกลุ่มก็ไม่ควรแตกต่างกัน แต่กลับพบว่ากลุ่มที่ถูกปรับสภาพด้วยสารไซเลนกับกลุ่มที่ปรับสภาพด้วยเจ็ทพลาสมาของอาร์กอนกลับแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ข้อสันนิษฐานประการแรกก็คือ การเปลี่ยนแปลงที่เกิดจากพลาสมานั้นเกิดเฉพาะผิวนอกสุดหนาเพียง 1-10 นาโนเมตร (Inagaki, 2007) ซึ่งการวัดการเชิงสัณฐาน (morphology) ของเครื่องโพรฟิโลมิเตอร์ และ กล้องจุลทรรศน์อิเลกตรอนชนิดส่องกราดอาจไม่สามารถเผยให้เห็นการเปลี่ยนแปลงได้ สอดคล้องกับการศึกษาของ Riccardi และคณะ (2003) ที่กล่าวว่ากล้องจุลทรรศน์อิเลกตรอนชนิดส่องกราดไม่สามารถบอกความแตกต่างระหว่างผิวที่ได้รับการปรับสภาพและไม่ได้รับการปรับสภาพด้วยพลาสมา เนื่องจากกล้องจุลทรรศน์อิเลกตรอนชนิดส่องกราดมีข้อจำกัดเรื่องความลึกของมิติ (depth resolution) จึงทำให้ไม่สามารถตรวจจับสัณฐานที่แตกต่างกันน้อยกว่าหน่วยไมโครเมตรได้ นั่นหมายความว่า แม้ความขรุขระที่วัดได้จะไม่ต่างกันแต่สัณฐานอาจต่างกันได้ ซึ่งมีผลต่อการยึดติดเชิงกลได้ และ Riccardi ได้แนะนำว่า เครื่องมือที่เหมาะสมคือ atomic force microscopy ข้อสันนิษฐานประการที่ 2 คือ ผลของการทดสอบหมู่ฟังก์ชั่นนอลที่ผิวของพอลิเมอร์ด้วยการใช้ FTIR อาจเป็นผลที่ได้จากชั้นที่อยู่ลึกกว่าชั้นที่มีการเปลี่ยนแปลงโดยการปรับสภาพด้วยพลาสมา (Loyaga-Rendon *et al.*, 2007) บริเวณที่ตรวจได้ด้วย FTIR อาจเป็นชั้นที่รวมกันระหว่างชั้นที่ได้รับการปรับสภาพด้วยพลาสมาและชั้นที่ลึกกว่า (Cheng *et al.*, 2006) ทำให้การแปลผลเรื่องหมู่ฟังก์ชั่นนอลที่ตรวจพบผิดพลาดได้ ข้อสันนิษฐานประการที่ 3 ที่ว่าทำไมพลาสมาไม่สามารถเพิ่มการยึดติดได้ดีขึ้น อาจเนื่องจากการกลับคืนคุณสมบัติของผิวไปสู่สภาพเดิมผ่านกระบวนการกลับมารวมกันใหม่ (reorganization) ของสายพอลิเมอร์จึงเกิดการลดลงของการดึงระหว่างผิว (interfacial tension) ของพอลิเมอร์กับสารที่นำมายึดติดได้ (Riccardi *et al.*,2003) และข้อสันนิษฐานประการสุดท้ายคือ แรงยึดติดระหว่างเดือยกับคอมโพสิตแกนฟันส่วนใหญ่เกิดจากการ

ยึดเชิงกลระหว่างพอลิเมอร์ที่ผิวเดือยกับคอมโพสิตแกนฟัน ซึ่งสนับสนุนจากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเลกตรอนชนิดส่องกราดของผิวเดือยภายหลังจากดึงคอมโพสิตแกนฟันออก (รูปที่ 13) ที่พบความล้มเหลวของการยึดติดเป็นชนิดโคฮีซีพเป็นส่วนใหญ่ โดยพอลิเมอร์ของผิวเดือยจะติดออกไปกับคอมโพสิตแกนฟัน อย่างไรก็ดีถ้าแรงยึดติดระหว่างพอลิเมอร์ที่ห่อหุ้มเดือยกับเส้นใยแก้วมีค่าไม่สูงมาก ไม่ว่าจะปรับสภาพด้วยวิธีการใดค่าแรงดึงเฉือนที่ได้ก็ไม่แตกต่างกัน ซึ่งสอดคล้องกับการทดลองในครั้งนี้ที่ค่าแรงดึงเฉือนแต่ละกลุ่มไม่ต่างจากกลุ่มควบคุมอย่างมีนัยสำคัญ ดังนั้นถ้าต้องการเพิ่มแรงยึดติดระหว่างเดือยคอมโพสิตเสริมเส้นใยกับคอมโพสิตแกนฟันต้องเริ่มจากการเพิ่มแรงยึดติดระหว่างเส้นใยแก้วกับพอลิเมอร์ที่ห่อหุ้มเส้นใยแก้ว โดยทั่วไปการยึดระหว่างเส้นใยแก้วกับพอลิเมอร์มักได้จากการทาสารไซเลนที่เส้นใยแก้วก่อนการฉีดพอลิเมอร์เข้าไปห่อหุ้ม ในการศึกษาครั้งต่อไปจึงควรศึกษาว่าการปรับสภาพเส้นใยแก้วด้วยเจ็ทพลาสมาจากไอระเหยอื่นที่ให้หมู่ไซเลนนอลจะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการยึดติดกับพอลิเมอร์หรือไม่เมื่อเทียบกับการทาสารไซเลน จากผลการทดลองในครั้งนี้จึงยอมรับสมมุติฐานว่างของงานวิจัยคือการปรับสภาพด้วยเจ็ทพลาสมาอาร์กอนและอากาศไม่เพิ่มประสิทธิภาพการยึดติดของเดือยคอมโพสิตเสริมเส้นใยกับคอมโพสิตแกนฟัน