

陶瓷牙材裂縫修補最佳製程與抑菌檢測

賴峯民* 巫佩軒

大葉大學醫學工程學系

515006 彰化縣大村鄉學府路 168 號

*fengmin@mail.dyu.edu.tw

摘要

本文主要發展高強度奈米醫用樹脂、裂縫修補假牙的強度檢測方法、Ansys 分析及氫氧基磷灰石(簡稱 HA)薄膜之真空鍍膜技術,可以解決醫師因臨床研究時發現假牙品質不佳之問題。而本實驗導入田口品質工程方法,設定 $L_9(3^3)$ 的直交表,尋找拉伸檢測之最大破壞強度及楊氏係數的最佳因子與水準。其醫用樹脂修補試片利用萬能試驗機進行抗壓檢測及硬度試驗機進行附著力檢測,由檢測數據制定最佳配方參數。最後利用真空鍍膜技術在試片及假牙的表面 HA 薄膜鍍層,可以增加其抑菌能力。經本實驗各項研究成果,可以歸納出其結論,在田口方法中的拉伸檢測結果其最佳參數為添加 SiO_2 粉末,百分比為 3%,烘烤溫度 100°C ,而抗壓檢測結果最佳參數為添加 SiO_2 粉末,比例為 2%,烘烤溫度 100°C 。在抑菌檢測上,其假牙真空鍍膜 HA 薄膜有良好抑菌效果(比未鍍層提高 3-4 倍)。

關鍵字: 裂縫修補, 醫用樹脂, 拉伸檢測, 田口方法, 抗壓檢測, 真空鍍膜, HA 薄膜, Ansys 分析, 抑菌

On Antibacterial Procedures for Ceramic Tooth Crack-Repairing

FENG-MING LAI* and PEI-XUAN WU

Department of Medical Engineering, Da-Yeh University

No. 168, University Rd., Dacun, Changhua 515006, Taiwan, R.O.C.

*fengmin@mail.dyu.edu.tw

ABSTRACT

This paper highlights the importance of high-strength nano-medical resin, crack repair denture strength testing method, Ansys analysis and vacuum coating technology of hydroxyl apatite (HA) thin film, which can solve the problem of dentures caused by poor quality during clinical research. In this experiment, Taguchi's quality engineering method is introduced, and the orthogonal table of $L_9(3^3)$ is set to find the optimum factors and levels of the maximum destructive strength and Young's modulus of tensile testing. Next, the universal testing machine is used to carry out the compression test of the medical resin piece in repairing tooth cracks; that is, to test the adhesion of the medical resin coated

test piece according to the specifications, and formulate the test procedure and the best formula parameters based on the experimental data. Finally, the vacuum coating technology is used to coat the surface of the test piece and denture with HA film, which can increase its antibacterial effect. Through various research results of this experiment, this paper concludes that the best parameters for the tensile test results in the Taguchi method are the addition of 3% SiO₂ powder, and the baking temperature is 100°C, while the best parameters for the compressive test results are Add SiO₂ powder in a proportion of 2%, and the baking temperature is 100°C. In terms of antibacterial detection, the vacuum-coated HA film on dentures demonstrates a good antibacterial effect (3-4 times higher than that without coating).

Key Words: crack repair, medical resin, tensile test, Taguchi method, compression test, vacuum coating, HA film, Ansys analysis, antibacterial

一、前言

(一) 背景與動機

很多器官在我們人身上都是不可或缺的，牙齒就是其中一個，若少了它會讓我們在日常生活中變得很不便。例如沒有牙齒就無法吃到好吃的食物也無法支撐我們的上下顎。而現今的許多高齡者們就常牙齒的問題或有植牙的病患們回到家吃東西才發現牙齒表面裂紋及抑菌效果不佳等狀況，造成他們的困擾，因此本實驗讓不同比例的粉末(Al₂O₃及SiO₂)添加在醫用樹脂，調配成奈米醫用樹脂，可將其加入陶瓷假牙孔洞裡，檢測出哪種粉末和比例有最好的機械特性。

為了增加表面機械性質，此實驗展現調配醫用樹脂及塗抹在牙齒的裂縫上，再由真空鍍膜生成的氫氧基磷灰石(Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂，簡稱HA)薄膜產生良好的緻密性，可應用於填補空隙和表面鍍膜功用，使牙冠有更好的機械性質、HA附著力及抑菌。

(二) 目的

為了要增加表面機械性質，本實驗調配奈米醫用樹脂及塗抹在陶瓷假牙的裂縫上，再利用真空鍍膜技術生成的氫氧基磷灰石(Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂，簡稱HA)薄膜，HA靶材具高結晶性磷灰石結構，內有Ca、P、O元素，可使假牙產生良好的緻密性，上述內容可應用於填補空隙和表面鍍膜功用，使牙冠有更好的機械性質、HA薄膜附著力及抑菌效果。為了達成假牙不再容易斷裂及產生裂縫，因此本實驗將以奈米醫用樹脂和奈米粉末(Al₂O₃和SiO₂)為材料，進行分散技術且完成奈米醫用樹脂試片。完成陶瓷裂紋檢查、最佳奈米醫用樹脂的調配、奈米醫用樹脂的修補工作、醫用樹脂表面的檢測方式，且成功開發奈米醫用樹脂具良好的附著性，將完成開發的技術可給產業界參考。本實驗採用Al₂O₃奈米材料主要是製作陶瓷的主要材料，粒徑為400 nm~850 nm，廠

商將回收陶瓷再應用於本實驗。而SiO₂奈米材料主要是半導體製程的石英甘鍋回收，製作成SiO₂奈米粉末，粒徑為120 nm~580 nm，廠商將回收SiO₂應用於本實驗。

本實驗主要將樹脂添加奈米粉末，利用高速攪拌機進行調配，探討陶瓷裂縫在修補後試片經過真空鍍膜(具生醫薄膜)，有效提高牙齒表面的抑菌效果及細胞無毒性。在試片上放置經消毒後，依不同生醫薄膜試片放入轉糖鏈球菌培養液試管中，觀察經過24小時後的變化之抑菌效果，觀察24小時後的有鍍膜HA薄膜假牙之抑菌功效，證明其抑菌效果。

二、文獻探討

本實驗針對有關牙齒裂縫、硬度(RC & Shore A)、鍍膜檢測及各項檢測的相關文章，進行蒐集及歸納，其國內外學者的研究文章及相關文獻如下說明：

(一) 牙齒裂縫原因

文獻指出 [1]裂齒症候群又稱為裂牙症或裂齒症，指的是牙齒已經出現裂縫但還未完全裂開的狀態。成因很多，除了遭受外力撞擊所導致的牙裂通常也和生活習慣有關。喜歡啃骨頭、用牙嗑螃蟹、咬冰塊或總是容易不自覺咬緊牙關、夜夜磨牙，這些都會增加牙齒負擔，提高牙齒裂開的發生率。

(二) RC 硬度檢測

文獻說明 [3]在洛氏硬度檢測(Rockwell 硬度檢測)中採用不同的壓頭和不同的試驗力，會產生不同的組合，對應於洛氏硬度不同的標尺，本實驗採用 Rockwell 硬度(RC)檢測。

(三) Shore A 硬度檢測

文獻說明 [5]邵氏壓痕硬度計的工作原理是將規定形狀的壓針在標準的彈簧壓力下，並在嚴格的規定時間內，把壓針壓入試樣的深度轉換為硬度值，表示該試樣材料的硬度等

級，直接從硬度計的指示表上讀取。指示表為 100 個分度，每一個分度即為一個邵氏硬度值。邵氏硬度計分為 A 型、C 型和 D 型三種刻度，而本實驗使用 A 型，邵氏 A 型適用於軟質塑料和橡膠。

(四) 表面鍍膜技術

通過非反應射頻濺射沉積 TiN 薄膜，Chena 及 Muhammad 等人 [7, 8] 發現選用不同材料作為鍍層表面，進而可以改變基材的表面耐磨耗性、強度等機械性質和耐腐蝕等化學性質。Baklanova 及 Qadir 等人使用磁控濺射在碳纖維上沉積 SiC 膜時，功率應該在 250-300 W 的範圍內提高碳化矽鍍層碳纖維的平均強度 [6, 9]。

(五) 3D 陶瓷假牙試片表面 HA 鍍膜試片之機械性質檢測

在陶瓷假牙試片表面進行 HA 鍍膜後，須進行微觀及各項機械性質檢測，找出最佳之鍍膜參數後，才可在表面做附著力試驗，以及初步的抑菌檢測，試驗過程皆須符合抑菌效果要求。莊惟程 [4] 在論文中採用 FUTURE-TECH FM-700 維克氏硬度計進行鍍膜硬度量測，加壓荷重 10 g/持壓 10 秒，每樣本各取 10 點的量測硬度。其量測結果可觀察個別最佳的機械與磨耗性質，分別為硬度達 HV4200、 L_{13} 摩擦係數 0.13、磨耗率最佳為 $5.34 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ ，但壓痕等級僅 HF2。李政旻及 Santos 等 [2, 10] 研究 Ti-Mn 合金以及 Ti6Al4V 金屬的機械性質測試與細胞相容性測試，由此可以得知拉伸與伸長率的變化，以及重要的抑菌效果。

三、研究方法

本實驗開始前，針對牙齒裂縫和孔洞的問題進行研發及討論，透過醫師模擬應用於手術中，由其提供修改的意見及評價。接下來，其製作不同比例及粉末的奈米醫用樹脂試片進行拉伸檢測，配合田口方法尋找最佳製程參數。再將牙齒的裂縫表面進行奈米醫用樹脂塗佈及表面鍍層。在進行抗壓檢測、Ansys 分析、抑菌。之後進行的各項機械檢測，如果達到標準以便找出最佳製程參數。本實驗分為二部分，第一部份先擬定奈米醫用樹脂試片及裂縫的修補構想，再進行陶瓷孔洞裂縫的修補工作。首先需完成不同比例及粉末的奈米醫用樹脂試片在進行拉伸檢測，並在陶瓷修補試片表面進行附著力檢測及 OM 微觀觀察尋找最佳修補製程的實驗參數。第二部分同時完成進行機械性質的檢測（抗壓檢測、Ansys 分析及 OM 附著力觀察檢測）。最後部分在陶瓷假牙表面進行真空鍍膜的薄膜及抑菌檢測，以增加抑菌效果。

本實驗主要進行牙齒的裂縫和孔洞修補，再找出此各項機械測試之最佳製程參數。首先製作不同比例粉末的醫用樹脂試片，並將完成之試片進行拉伸檢測。之後在將醫用樹脂填補於牙齒孔洞中，進行抗壓檢測、附著力檢測等機械檢測。

(一) 不同比例粉末之奈米醫用樹脂試片進行拉伸檢測

添加不同比例粉末 (Al_2O_3 或 SiO_2) 的奈米醫用樹脂試片，放入熱壓式烤箱烘烤 1 小時 (100°C)，再冷卻 1 小時左右，即可把試片取出，如圖 1 (a) 所示。將試片剪成長 12 公分和寬 2 公分，並進行拉伸檢測，拉伸速率為 $2 \text{ mm}/\text{min}$ ，最後取出所有數據裡最優的值，如圖 1 (b) 所示。

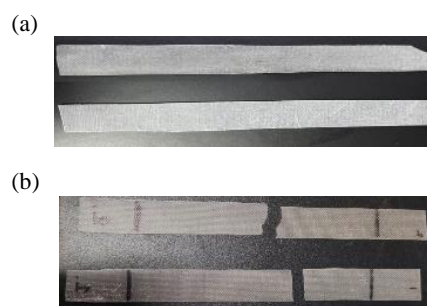


圖 1. (a) 奈米醫用樹脂試片未拉伸檢測前
(b) 奈米醫用樹脂試片拉伸檢測後

(二) 田口方法

本實驗為了得到奈米醫用樹脂的最佳製程參數，將主要的控制參數設定為添加奈米粉末種類、添加粉末的重量百分比、烘烤溫度等 3 因子，如表 1，並利用田口品質工程分別代入因子與水準建立 L_9 直交表，以符合最大破壞強度、楊氏係數的效果為目標函數，經過實際實驗量測的數據，探討各因子與水準對強度效果之影響，利用田口方法的計算技巧，找出最佳製程參數，將其製成 $L_9 (3^3)$ 直交表，如表 2。

因子水準設計部分，首先，根據文獻將 A 因子設定為樹脂添加奈米粉末種類，如未添加、添加 Al_2O_3 、 SiO_2 ；B 因子會選擇添加粉末的重量百分比，並控制在 2%~4% 之間；C 因子是為了配合烘烤溫度，因此將溫度控制在 90°C ~ 110°C 之間；後續如表 2 的直交表中的條件，烘烤醫用奈米樹脂試片之製作 9 個試片。

表 1. 田口方法的 3 因子與 3 水準

因子 水準	A 添加粉末	B 添加百分比	C 烘烤溫度
1	未添加	2	80
2	Al_2O_3	3	90
3	SiO_2	4	100

表 2. L₉(3³)直交表

因子 組別	A	B	C
1	1	1	1
2	1	2	2
3	1	3	3
4	2	1	2
5	2	2	3
6	2	3	1
7	3	1	3
8	3	2	2
9	3	3	1

(三) 附著力測試

本實驗根據德國 VDI 3198 規範測試奈米醫用樹脂與試片之間的附著力，此實驗方式以洛氏硬度機（廠牌型號 Future-Tech FR-1AN）（圖 2）的鑽石圓錐施加 1471 N，在 Peek 的表面產生壓痕，並由圖 3 光學顯微鏡（Optical Microscope，OM/廠牌型號 Future-Tech FR-1AN）觀察壓痕周圍的表面形貌以辨別鍍膜與基材之間附著力的優劣勢。等級分為 HF1~HF6（如圖 4），HF1~HF4 周圍有些許的裂紋為最良好的附著力，HF5 與 HF6 周圍有著較大的剝落現象為最差的附著力。



圖 2. 洛氏硬度機

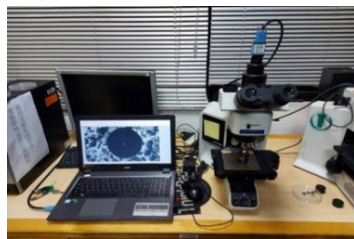


圖 3. 光學顯微鏡 (OM)

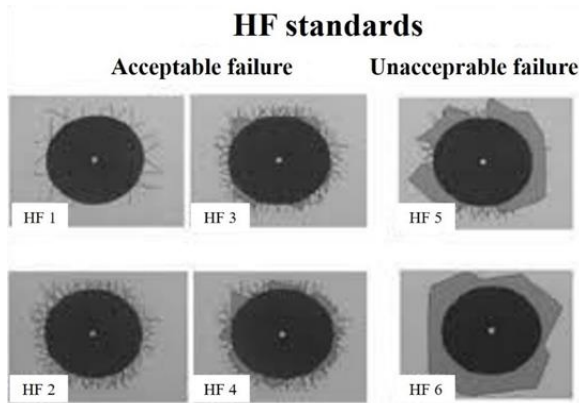


圖 4. 附著力檢測規範：德國 VDI 3198

(四) 樹脂填補於陶瓷孔洞中之抗壓檢測

將未添加粉末醫用樹脂及添加不同比例（2%、3%、4%）及粉末（Al₂O₃、SiO₂）的奈米醫用樹脂填補於陶瓷孔洞中，放入烤箱 60 分鐘（100°C）等他凝固即可。

將填補及修補完成的陶瓷修補試片（如圖 5（左））進行抗壓檢測（圖 6），其萬能試驗機的廠牌 SHIMADZU 型號 EZ-TEST，抗壓速率為 2 mm/min，之後取出所有抗壓數據裡並比較其最大抗壓強度，以利獲得最佳製成參數。

(五) 陶瓷牙齒試片之抗壓檢測

本實驗將不同的比例及奈米粉末之醫用樹脂及奈米醫用樹脂修補陶瓷假牙的試片（如圖 5（右））進行抗壓檢測，此抗壓速率為 2 mm/min，利用此檢測找出最佳配方及最大破碎數值，如圖 7 為牙齒進行抗壓檢測之測試圖。



圖 5. (左) 在陶瓷試片孔洞中添加奈米醫用樹脂示意圖 (右) 陶瓷假牙裂縫中添加奈米醫用樹脂示意圖



圖 6. 在陶瓷孔洞中添加奈米醫用樹脂進行抗壓檢測



圖 7. (左) 未添加醫用樹脂之陶瓷假牙抗壓檢測 (右) 修補陶瓷假牙之抗壓檢測

(六) Ansys 分析與實驗比對

本 Ansys 分析方法包含陶瓷修補試片（如圖 5 左邊）的 Ansys 力學分析的工作，及收集相關分析資料。並且討論有添加奈米粉末的陶瓷修補試片頂壓實驗之 Ansys 分析差異性，其陶瓷修補試片的陶瓷與 2% SiO₂ 奈米醫用樹脂的抗壓機械性質。

(七) 陶瓷假牙 HA 單層薄膜之抑菌檢測

本實驗之抑菌實驗將採用液體培養（生物膜染劑抑菌檢測（Biofilm staining assay））、分光光度計量測等實驗方法，以觀察人工牙冠參數的 HA 單層薄膜，是利用物理氣相沉積 PVD 將 HA 濺鍍在試片表面，讓試片 HA 薄膜有抑菌效果。本實驗抑菌實驗之配置所需液態培養基，並且使用滅菌釜將其滅菌備用，將實驗所需轉醅鏈球菌（Streptococcus mutans）進行活化，使其達到穩定值，本實驗採用液體培養方法進行生物膜染劑、OD 劑等抑菌實驗檢測探討。

1. 鏈球菌培養基

- (1) 配置各 250 ml BHI 培養基溶液分別為有加 agar 及無加 agar，之後拿去滅菌。
- (2) 滅菌完，將有加 agar 的培養基放置 60 °C 保溫箱 24 hrs。
- (3) 將有加 agar 的培養基倒入培養皿，等待冷卻。

2. 鏈球菌培養

- (1) 將轉醅鏈球菌用接種環塗於培養基裡，放於培養箱裡 24 hrs。
- (2) 將 50 ml 的離心管裡加入 10 ml 的未加 agar 培養基。
- (3) 利用 1000 μl 的 pipette 沾菌至離心管裡，放置 48 hrs（因為菌濃度 $2.5 \times 10^5 \sim 1.0 \times 10^6$ cells/ml）。

3. 牙齒塗佈鏈球菌:

- (1) 將牙齒 2 面先用酒精棉片擦拭，再利用紫光燈消毒 15 分鐘，即可丟入牙齒到離心管裡。
- (2) 放置 24 hrs，（牙齒表面皆有鏈球菌）。

4. 生物膜染劑 與 OD 率測定:

- (1) 配置 30 ml 結晶紫（CV）液態溶液。
- (2) 用 ddH₂O 洗牙齒 2 次（夾著搖）。
- (3) 將牙齒丟入配置好的 CV 溶液浸泡 15 分鐘。
- (4) 在用 ddH₂O 洗泡在 CV 溶液的牙齒 5 次（輕晃），並觀察生物膜染劑附著程度（判別其抑菌效果）。
- (5) 用 95% 的酒精將牙齒浸泡 15 分鐘，最後用浸泡於牙齒的酒精測 OD 值。

(八) 液體培養方法

預備材料試片，將人工牙冠參數的 HA 單層薄膜過後，配置 500 ml 腦心輸液（Brain heart infusion, 簡稱 BHI）培養基溶液置入滅菌釜進行滅菌，使培養基達到無菌狀態。再利用 1000 μl 的 pipette 沾菌接入到配置好且滅菌的無菌培養液當中，將試片投入接菌的培養液中（過程需在無菌操作檯中進行），等待培養時間 15 分鐘後觀察，最後測 OD 值。另外，採用生物膜染劑抑菌檢測，本實驗的溶劑為 CV，將洗好 2 次的牙齒丟入 CV 溶液浸泡 15 分鐘，之後再用 ddH₂O 洗 5 次，丟入酒精浸泡 15 分鐘，最後用浸泡牙齒的酒精溶液測 OD 值，如圖 8 所示。

(九) 分光光度計

使用分光光度計（廠牌型號 Metertech SP-830 Plus）採用 OD595 進行檢測，其原理乃是利用可見光及紫外光之燈管（Lamp）做為光源，通過濾光鏡調整色調後，經聚焦後通過單色光分光稜鏡，再經過狹縫選擇波長，使成單一且特定波長之光線，而後射入樣品管中之水樣中，最後射入光電管中將光能轉換為電器訊號，藉由樣本及空白水樣間所吸收之光能量差，與標準液之能量吸收值相比較，便可律定樣本中之待測物濃度。如圖 9 所示。將轉醅鏈球菌液以及鍍膜後的樣品進行細菌培養後，經過 15 分鐘，使用定量滴管（Pipette）取適當的量至石英管中進行吸光值量測，並記錄比較。

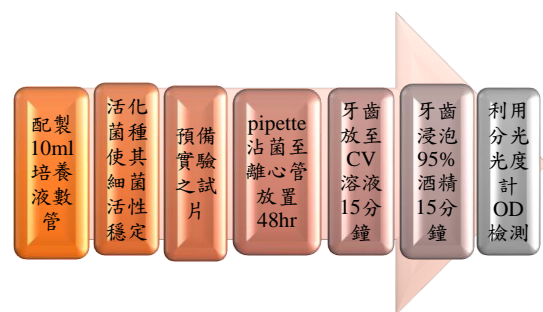


圖 8. 液態培養流程圖



圖 9. 測量菌液之 OD 值與分光光度計

四、結果與討論

(一) 田口方法尋找最佳製程參數

本實驗依據表 3 直交表製作 9 組試片，試片規格如圖 10-圖 12 所示，每組試片各做 3 根後使用拉伸試驗以速率 3 mm/min 進行拉伸檢測。其最高楊氏係數平均為試片編號 8 的試片，最大破壞強度平均數最大的同樣為編號 8 的試片，具有最高楊氏係數 767.88 MPa、最大破壞強度平均為 16.1 MPa，結果如表 3 所示；而編號 8 的試片參數為添加粉末 SiO₂，添加百分比 3%，烘烤溫度 100 °C，如表 3 所示。

表 3. 田口方法 L₉(3³)整合表

因子組	A	B	C	楊氏係數 (MPa)	破壞強度 (MPa)	楊氏係數 SN 比	破壞強度 SN 比
1	未添加	2	90	138.23	7.61	42.81	17.63
2	未添加	3	100	141.03	8.01	42.99	18.07
3	未添加	4	110	140.98	8.11	42.98	18.18
4	添加 Al ₂ O ₃	2	100	343.85	15.72	50.73	23.93
5	添加 Al ₂ O ₃	3	110	314.45	12.72	49.95	22.09
6	添加 Al ₂ O ₃	4	90	214.45	12.08	46.63	21.64
7	添加 SiO ₂	2	110	590.49	10.2	55.42	20.17
8	添加 SiO ₂	3	100	767.88	16.1	57.71	24.14
9	添加 SiO ₂	4	90	497.34	15.67	53.93	23.90

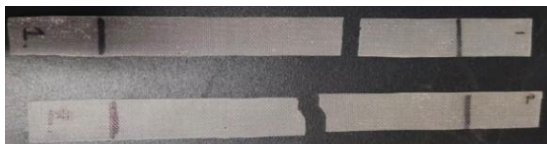


圖 10. 未添加 0%之醫用樹脂試片



圖 11. 添加 Al₂O₃-2%之奈米醫用樹脂試片



圖 12. 添加 SiO₂-2%之奈米醫用樹脂試片

由表 4 及圖 13 得到楊氏係數最佳參數 A3B2C2，表示添加粉末 SiO₂，添加百分比 3%，烘烤溫度 100 °C，其最大貢獻度為 A 因子：添加粉末。

由表 5 及圖 14 得到破壞強度的最佳參數 A3B2C2，表示添加粉末 SiO₂，添加百分比 3%，烘烤溫度 100 °C，其最大貢獻度為 A 因子：添加粉末。

表 4. 楊氏係數回應表

因子組	A 添加粉末	B 添加百分比	C 烘烤溫度
1	42.92714	49.65456	47.79054
2	49.10164	50.21438	50.47316
3	55.68773	47.84758	49.45281
差異值	12.76059	2.366797	2.682614

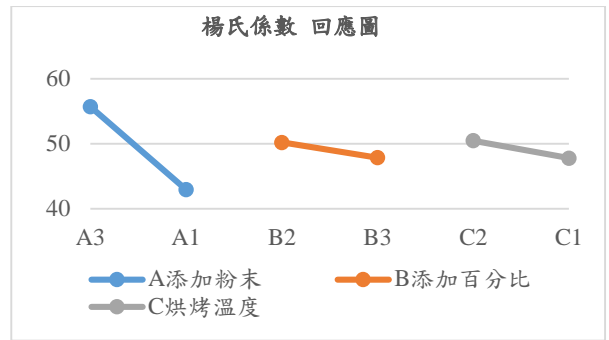


圖 13. 楊氏係數回應圖

表 5. 破壞強度回應表

因子組	A 添加粉末	B 添加百分比	C 烘烤溫度
1	17.96025	20.57625	21.0568
2	22.55338	21.43297	22.04607
3	22.73663	21.24105	20.14739
差異值	4.77638	0.856721	1.898685

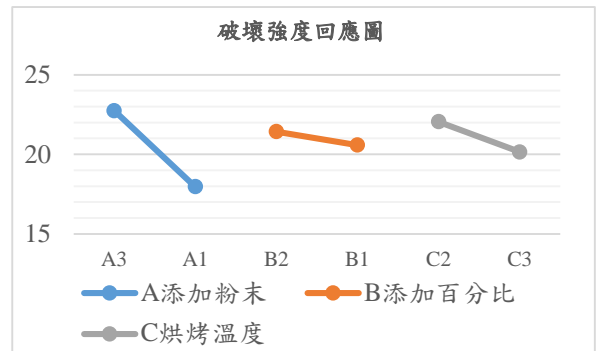


圖 14. 破壞強度回應圖

(二) 添加不同奈米材料比例的奈米樹脂試片之機械性質

本實驗依研究方法依序完成奈米醫用樹脂、以熱烘式烤箱製作試片、拉伸檢測、抗壓檢測、硬度檢測和附著力檢測，並利用實驗數據進行比對，尋找出最佳奈米粉末的比例，以利後續進行陶瓷裂縫修補工作。以下分別說明各項實驗的初步結果與討論。

表 6 為添加奈米粉末 Al_2O_3 (2%、3%、4%) 的奈米醫用樹脂試片，由表 6 的數據可得到拉伸檢測後量測的結果，其中添加 2% 的 Al_2O_3 數據較其他比例試片所拉伸檢測的數據好。而表 6 比較得知添加 Al_2O_3 試片其楊氏係數比未添加的楊氏係數大 1.5-3.5 倍。其中比剛性的公式=楊氏係數/密度。

然而再討論以添加不同奈米粉末 SiO_2 之奈米醫用樹脂試片，並進行拉伸檢測及比較其硬度、楊氏係數和比剛性。表 6 為添加奈米粉末 SiO_2 (2%、3%、4%) 的奈米醫用樹脂試片，由表 6 數據可得到拉伸檢測後之量測的結果為添加 3% 的 SiO_2 數據較其他比例試片所拉伸出的數據好。

(三) 拉伸試片斷裂面檢測

將拉伸試驗完的試片，在拉伸斷裂處剪下一小部分，進行斷裂面的觀察與檢測，看是否有無氣泡的產生。而從圖 15 可由影像看出，試片斷面為平滑且無氣泡的產生。

(四) 附著力檢測

圖 16 為未添加奈米粉末之醫用樹脂塗佈在試片的表層上形成附著力檢測試片，以進行附著力檢測。透過硬度機進行 RC 硬度之壓痕檢測，壓痕後的試片經 OM 機器觀察後，如圖 16 在紅色圈起來的部分為硬度計頂壓試片時而產生的孔洞，也可看出孔洞周圍沒有裂開，經與規範比對後列為 HF1-HF2 等級，其代表附著力良好。

圖 17 為添加 Al_2O_3 -2% 之奈米樹脂塗佈在 PEEK 的表層上形成附著力檢測試片，以進行附著力檢測。透過硬度機進行 RC 硬度之壓痕檢測，壓痕後的試片經 OM 機器觀察後，

表 6. 添加不同粉末及比例的試片之平均數據表

參數	Al_2O_3			SiO_2		
	2%	3%	4%	2%	3%	4%
密度 (g/cm^3)	0.8± 0.08	0.8± 0.09	0.92± 0.10	0.85± 0.10	0.9± 0.11	0.85± 0.09
硬度 (Shore A)	92± 3.1	92.7± 3.0	92.3± 2.3	88.6± 2.7	91± 2.7	90.6± 2.1
楊氏 係數 (MPa)	343.8 ±12.5	314.4 ±15.8	214.5 ±23.1	590.5 ±13.2	767.8 ±15.8	497.3 ±22.8
比剛性	429.8 ±12.5	393.0 ±15.8	233.1 ±23.1	540.1 ±13.2	984.4 ±15.8	585.1 ±22.8

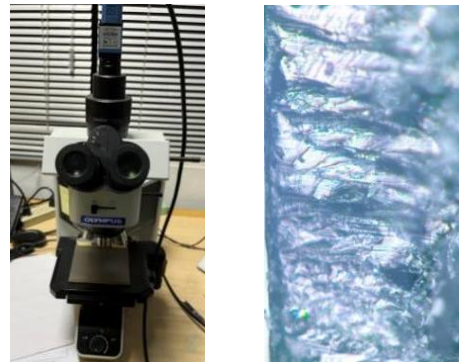


圖 15. (左) 光學顯微鏡 (OM) 儀器

(右) Al_2O_3 -2% 斷裂試片之 OM 圖

如圖 17 在紅色圈起來的部分為硬度計頂壓試片時而產生的孔洞，也可看出孔洞周圍沒有裂開，經與規範比對後列為 HF1-HF2 等級，其代表附著力良好。

圖 18 為添加 SiO_2 -2% 之奈米醫用樹脂塗佈在試片的表層上形成附著力檢測試片，以進行附著力檢測。透過硬度機進行 RC 硬度之壓痕檢測，壓痕後的試片經 OM 機器觀察後，如圖 18 在紅色圈起來的部分為硬度計頂壓試片時而產生的孔洞，也可看出孔洞周圍沒有裂開，經與規範比對後列為 HF1-HF2 等級，其代表附著力良好。

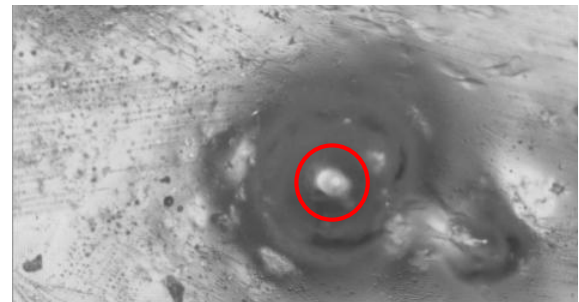


圖 16. 塗佈未添加粉末的醫用樹脂試片之 OM 觀察



圖 17. 塗佈 Al_2O_3 -2% 奈米醫用樹脂試片的 OM 觀察

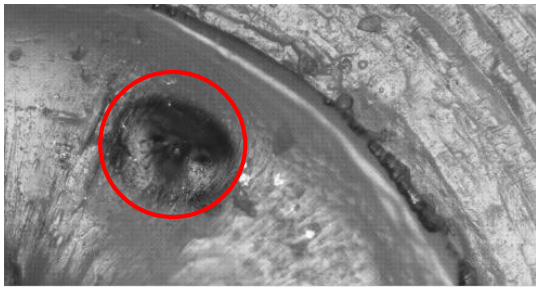


圖 18. 塗佈 SiO₂-2 %奈米醫用樹脂試片的 OM 觀察

(五) 奈米醫用樹脂填充於陶瓷的抗壓實驗

本節主要將調配好的奈米樹脂填充於陶瓷孔洞裡，陶瓷修補試片如圖 5（左）所示，而陶瓷修補試片利於抗壓檢測（如圖 6）。其抗壓的楊氏係數、最大荷重及壓縮量。表 7 為在陶瓷孔洞裡添加 Al₂O₃-2 %、Al₂O₃-3 %、SiO₂-2 %、SiO₂-3 % 的奈米樹脂之抗壓檢測數據表。

表 7 為不同的奈米材料及比例之奈米樹脂填入陶瓷裂縫上，其所有陶瓷修補試片之抗壓檢測的總數據表。由表 7 可得到在 SiO₂ 中添加 2 % 比添加 3 % 比例的試片之抗壓數值較好。而在 Al₂O₃ 和 SiO₂ 這 2 種材料做比較，添加 2 % 之 SiO₂ 奈米材料有較好的機械性質（楊氏係數 262.72 MPa）。

(六) 陶瓷牙齒試片之抗壓檢測

將不同的比例及奈米粉末的奈米醫用樹脂填入假牙孔洞之試片分別進行抗壓檢測，圖 19 為裂縫塗佈奈米醫用樹脂之陶瓷假牙的試驗機（廠牌 SHIMADZU 的 EZ-TEST）進行抗壓檢測，而由表 8 的總折線圖表及圖 20 假牙抗壓曲線可得到添加 SiO₂ 粉末為最佳的抗壓檢測之材料。

(七) 表面真空鍍膜與表面觀察

本實驗利用真空鍍膜機進行陶瓷假牙的 HA 薄膜之濺鍍，圖 21 為試片濺鍍 HA 之表面及斷面的 SEM 圖，由影像可以看出分成 2 層，1 層為修補層，1 層為鍍膜層，而第 1 層的高度為 200 nm，而它的鍍膜參數為溫度 500 °C、濺鍍時程 1 小時、工作距離 110 mm、工作瓦數 100 W、氬氣流量 15 sccm、濺鍍壓力 1*10⁻² torr、10 萬倍 5 kV。

表 7. 不同的奈米材料及比例之陶瓷修補試片的抗壓檢測

參數	楊氏係數 (MPa)	最大荷重 (N)	壓縮量 (%)
0%	112.2±16.8	1844.76±37.2	10.56±0.8
Al ₂ O ₃ -2%	225.26±22.5	828.86±32.8	9.07±1.3
Al ₂ O ₃ -3%	201.56±23.6	799.33±33.7	9.87±1.5
SiO ₂ -2%	262.72±27.8	1505.96±32.6	6.49±1.2
SiO ₂ -3%	216.21±28.1	1406.86±38.1	6.93±1.4

將陶瓷假牙鍍層 HA 單層薄膜試片透過掃描式電子顯微鏡(廠牌型號 Jeol JSM-7401F)了解經基磷灰石鍍膜厚度；而鍍膜厚度利用橫截面來量測。



圖 19. 修補奈米醫用樹脂陶瓷假牙之試片進行抗壓檢測

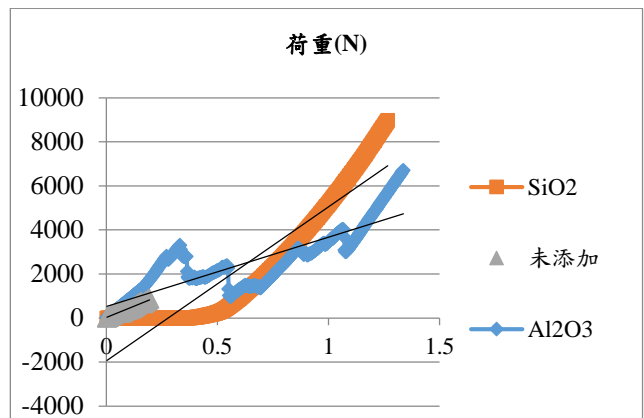


圖 20. 修補不同的奈米醫用樹脂之假牙抗壓曲線圖

表 8. 不同比例之抗壓檢測之斜率和破壞荷重

試片	破壞荷重 (N)	斜率 (N/mm)
未添加	4147.5±32.5	916.7±15.5
SiO ₂	6996.6±51.8	8984.6±12.4
Al ₂ O ₃	3154.7±42.5	3619.7±13.5

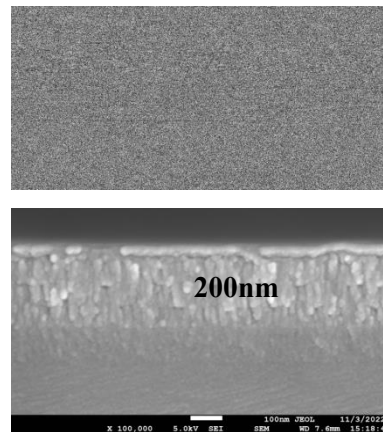


圖 21. (上) 牙齒表面之 SEM 圖、(下) 牙齒根部之 SEM 圖

(八) HA 鍍層

羥基磷灰石 (HA) 晶粒越細，生物活性越高，利用真空鍍膜機台 PVD (廠商型號:世欣科技股份有限公司 COMBO-300)將羥基磷灰石濺鍍在試片表面可增加融合率，在試片表面進行羥基磷灰石真空鍍膜，設定鍍膜製程參數並透過檢測探討其表面特性，尋找最佳鍍膜參數。圖 22 牙齒最原始之模樣，圖 23 為假牙鍍膜完後之示意圖

(九) 生物膜染劑抑菌檢測

圖 22-23 為最初拿到牙齒的模樣，將它們區分成有鍍膜以及未鍍膜 2 種，便於之後實驗容易分辨此數據的準確度及是否正確。而圖 24 為 2 種參數的假牙浸泡於結晶紫 (CV) 液態溶液 15 分鐘 (室溫)。

圖 25 及圖 26 為染劑後假牙用 ddH₂O 清洗 5 次之後的模樣，由此 2 張圖可用肉眼清楚看出，有 HA 鍍膜的牙齒雖然表面還殘留 CV 溶液，但與未鍍膜的牙齒相比，可看出表面殘留的 CV 溶液相較多於 HA 鍍膜的，由此可知，有 HA 鍍膜的牙齒較能保護表面不易殘留較多的髒東西，表示有 HA 鍍膜具有良好的抑菌效果。

圖 27 為將 2 種參數的假牙放入 95 % 的酒精 15 分鐘 (室溫) 之後，再利用蒸溜水用超音波盪機清洗，再取這 4 種溶液測其 OD 值，如表 9 所示，由表的數值得知，有 HA 鍍膜的假牙 (單顆) 具有最好的抑菌效果，而無鍍膜的假牙 (雙顆) 對抑菌效果為最差。



圖 22. 牙齒最原始模樣



圖 23. 假牙鍍膜完後示意圖



圖 24. (左) 沒鍍膜的牙根浸泡 CV 溶液 15 分鐘
(右) 有鍍膜牙根浸泡 CV 溶液 15 分鐘



圖 25. 有 HA 鍍膜牙根用 ddH₂O 清洗 5 次



圖 26. 無鍍膜牙根用 ddH₂O 清洗 5 次

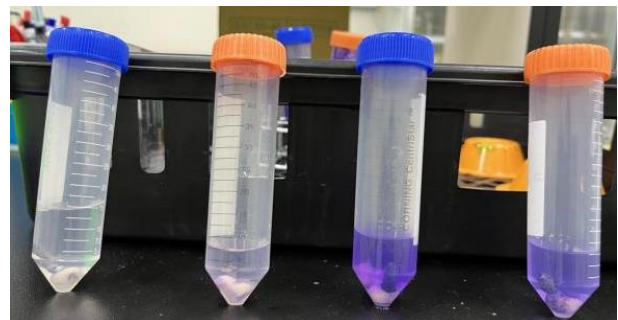


圖 27. (左 2 根) 有 HA 鍍膜假牙、
(右 2 根) 無鍍膜假牙分別浸泡於酒精 15 分鐘

表 9. 兩種參數經酒精菌液的假牙之 OD 值

材料/鍍膜參數	OD 值 Mean \pm SD
單顆未鍍膜	0.448 \pm 0.015
雙顆未鍍膜	0.854 \pm 0.016 (最差)
單顆 HA 鍍層 (100 W 60 mins)	0.132 \pm 0.012 (最好)
雙顆 HA 鍍層 (100 W 60 mins)	0.260 \pm 0.013

(十) Ansys 分析

本節的陶瓷修補試片 Ansys 力學分析是針對奈米醫用樹脂(本節討論添加 2% SiO₂ 奈米粉末)的陶瓷修補試片的力學行為分析,藉由 Ansys 分析為了確保試驗的準確性。本實驗透過 Ansys 分析進行數位建模如圖 28。本次進行數據分析,對比陶瓷修補試片抗壓試驗的位移量,並計算其差異值([實驗平均-Ansys 分析位移量]/實驗平均*100%),本次 Ansys 分析模型主要測試是否與抗壓試驗吻合。

本文 Ansys 分析的陶瓷修補試片(如圖 5 左邊)的規格,其直徑 14 mm,高度 12 mm,中空直徑 12.5 mm(奈米樹脂填滿部位),其陶瓷材料及奈米醫用樹脂的材料性質如表 10 所示。依據此規格進行 Workbench 建模(圖 28),並將施力設定為 5 N,網格密度 0.5 mm 收斂性較佳,所以本文統一使用 0.5 mm。

本節陶瓷修補試片承受 5 N 力量(實驗如圖 6)的 Ansys 分析位移的結果如圖 29。比較此陶瓷修補試片的抗壓實驗的實驗位移與分析位移之差異值,如表 11 所示,其差異值為 9.48%,成功完成 Ansys 分析的正确建模。而此分析位移數據與實際的抗壓位移有落差的原因可能是抗壓檢測為將待測物放於整個平台上進行抗壓,而 Ansys 分析是進行整面積施壓 5 N,所以才導致落差有點差異。

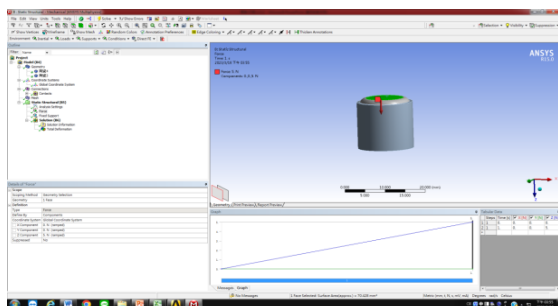


圖 28. 進行 Ansys 分析之 Workbench 建模

表 10. 陶瓷與 2% SiO₂ 奈米醫用樹脂的抗壓材料性質

機械性質 材質	密度 (g/cm ³)	楊氏係數 (MPa)	浦益松比
表面陶瓷材料	2.1 \pm 0.27	767.88 \pm 28.2	0.30
中間修補奈米 醫用樹脂	0.98 \pm 0.15	262.72 \pm 23.5	0.28

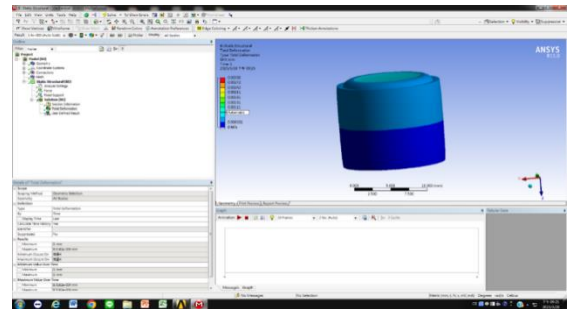


圖 29. 陶瓷修補試片進行 Ansys 分析位移的結果

表 11. 陶瓷修補試片抗壓實驗之實驗位移與分析位移之差異值

數值 材質	實驗位移 數值(mm)	Ansys 分析位 移數值(mm)	差異值 (a-b)*100%/a
陶瓷修補 試片 (2% SiO ₂ 奈米 樹脂)	0.003336 \pm 0.00045(a)	0.00302(b)	9.48

四、結論

本實驗完成田口方法尋找最佳奈米醫用樹脂配方、裂縫修補工作、拉伸與抗壓檢測、附著力檢測、HA 真空鍍層、假牙修補試片抗壓檢測、Ansys 分析及抑菌檢測。

從一開始的以不同比例調配奈米醫用樹脂,並製作成奈米樹脂試片,到最後用假牙修補試片進行抗壓和抑菌檢測,經過各種的機械性質檢測得出以下結論:

1. 本實驗成功導入田口品質工程方法,並尋找出拉伸檢測時的最佳因子與水準,其田口方法可落實於醫用樹脂材料配方之研發。
2. 在拉伸檢測中發現添加 SiO₂-3% 粉末之醫用樹脂的試片之機械特性及破壞強度最好。
3. 在抗壓檢測數據表中能發現添加 SiO₂ 和 Al₂O₃ 這 2 種粉末相比,其添加 SiO₂ 粉末的數值優於添加 Al₂O₃ 粉末。另外抗壓檢測中,添加 SiO₂ 的重量百分比 2% 比 3% 的最大荷重高。
4. 拉伸檢測中採用 SiO₂-3% 為最佳奈米樹脂配方,而抗壓檢測中為 SiO₂-2%,但添加 3% 之最大荷重差異不大。
5. 在附著力檢測中,依規範檢測落於 HF1-HF2 之間,表示醫用樹脂塗佈在試片上都沒有裂縫的產生,代表本實驗開發奈米樹脂塗佈在陶瓷上的附著力佳。

6. 陶瓷假牙在抑菌檢測中，有 HA 鍍膜的牙齒（單顆）具有最好的抑菌效果，而無鍍膜的牙齒（雙顆）對抑菌效果為最差，表示陶瓷進行 HA 鍍層時具有良好的抑菌效果。
7. Ansys 分析方面，本實驗成功完成陶瓷修補試片的抗壓實驗的 Ansys 分析的正確建模模型，比較陶瓷修補試片的抗壓實驗的實驗位移與分析位移之差異值，其差異值為 9.82 %。

參考文獻

1. 朱安捷醫師（106 年 12 月 1 日），再這樣做，小心牙齒裂給你看，112 年 6 月 8 日，取自 <https://www.smile-dental.tw/knowledgebase/id=419>。
2. 李政旻（民 102），銦基金屬玻璃薄膜應用於 Ti6Al4V 合金與 316L 不鏽鋼疲勞性質提升機制之研究，國立臺灣科技大學應用科技研究所博士論文。
3. 維基百科（111 年 8 月 31 日），洛氏硬度試驗，112 年 6 月 8 日，取自 <https://zh.wikipedia.org/zh-tw/洛氏硬度試驗>。
4. 莊惟程（民 98），利用非平衡磁控濺鍍 Ti/TiN/TiCN/Ti-C 薄膜機械性質之研究，國立高雄第一科技大學機械與自動化工程系碩士論文。
5. 雄宇事業有限公司（108年10月1日），邵氏硬度計，112 年 6 月 8 日，取自 https://www.hsiung-yu.com/quality_detail_88.htm
6. Baklanova, N. I., B. N. Zaitsev and A. T. Titov (2018) The chemistry, morphology, topography of titanium carbide modified carbon fibers, *Carbon*, 46, 261–271.
7. Chena, S. C., Y. Changa, Y. P. Changa, Y. C. Chen and C. Y. Tseng (2009) Effect of cavity surface coating on mold temperature variation and the quality of injection molded parts, *International Communications in Heat and Mass Transfer*, 36(10), 1036–1045.
8. Mossman, B. T., M. Joanne and M. S. Landesman (1983) Importance of oxygen free radicals in asbestos-induced injury to airway epithelial cells, *Chest Journal*, 83(5), 50S–51S.
9. Qadir, M., Y. Li and C. Wen (2019) Ion-Substituted calcium phosphate coating by physical vapor deposition manetrong sputtering for biomedical applications: A review, *Acta Biomaterialia*, 89, 14-32.
10. Santos, P. F., M. Niinomi, K. Cho, H. Liu, M. Nakai, N. Ohtsu, M. Hirano, M. Ikeda and T. Narushima (2015) Mechanical properties and cytotoxicity of low cost beta Ti–Mn alloys for biomedical applications, *Microstructures*, 26, 366-376.

收件：112.07.12 修正：112.08.08 接受：112.09.06