

อิทธิพลของความเป็นกรด - ต่างต่อลักษณะเฉพาะบนพื้นผิวคอมเมอร์เชียลลิย์เพียว
ไททานเนียมที่เตรียมโดยวิธีแอโนไดเซชัน



นางสาว วรณกาญจน์ กาญจนมา

สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาทันตกรรมประดิษฐ์ ภาควิชาทันตกรรมประดิษฐ์

คณะทันตแพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2551

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

AN INFLUENCE OF pH ON SURFACE CHARACTERISTICS OF COMMERCIALY PURE
TITANIUM USING ANODIZATION



Miss Wannakan Kanjanama

สถาบันวิทยบริการ

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

Department of Prosthodontics

Faculty of Dentistry

Chulalongkorn University

Academic Year 2008

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์

อิทธิพลของความเป็นกรด-ด่างต่อลักษณะเฉพาะบน
พื้นผิวคอมเมอเซียลลีย์เพียวโททาเนียมที่เตรียมโดยวิธีแอส
โนไดเซชัน

โดย

นางสาว วรรณกาญจน์ กาญจนมา

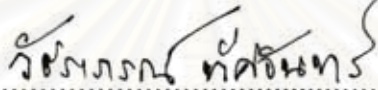
สาขาวิชา

ทันตกรรมประดิษฐ์

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

อาจารย์ ทันตแพทย์ ดร. วิวิธึพล ศรีมณีพงศ์

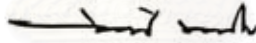
คณะทันตแพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยรับนี้เป็นส่วน
หนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาโททันตแพทย์



.....คณบดีคณะทันตแพทยศาสตร์

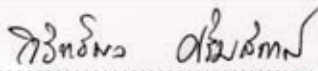
(รองศาสตราจารย์ ทันตแพทย์หญิง วิชราภรณ์ ทัดจันทร์)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์



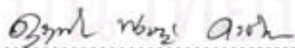
.....ประธานกรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ทันตแพทย์ สรรพชัย นามะโน)



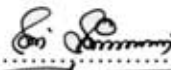
.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

(อาจารย์ ทันตแพทย์ ดร. วิวิธึพล ศรีมณีพงศ์)



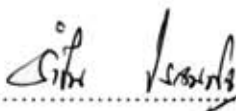
.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

(อาจารย์ ดร. ดุจฤทัย พงษ์เก่า คະซีมา)



.....กรรมการ

(อาจารย์ ทันตแพทย์ ดร. ณรงค์ ลุมพิกานนท์)



.....กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย

(รองศาสตราจารย์ ทันตแพทย์หญิง รำไพ โรจนกิจ)

วรรณกาญจน์ กาญจนมา : อิทธิพลของความเป็นกรด - ต่างต่อลักษณะเฉพาะบนพื้นผิว
คอมเมอร์เชียลลิย์เพียวไททาเนียมที่เตรียมโดยวิธีแอนโนไดเซชัน. (AN INFLUENCE OF
pH ON SURFACE CHARACTERISTICS OF COMMERCIALY PURE TITANIUM
USING ANODIZATION) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : อ.ทพ.ดร. วิวิธพิล ศรีมณีพงศ์,
45 หน้า

การศึกษานี้มีวัตถุประสงค์เพื่อเปรียบเทียบสภาพและโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์บน
โลหะไททาเนียมที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับสภาพพื้นผิวด้วยวิธีแอนโนไดเซชัน เมื่อใช้ชนิดของ
สารละลายที่มีความเป็นกรด - ต่างต่างกัน โดยศึกษาสภาพพื้นผิวของโลหะคอมเมอร์เชียลลิย์เพียว
ไททาเนียมเกรด 2 ทั้งกลุ่มที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับสภาพพื้นผิวด้วยกระบวนการแอนโนไดเซชันที่
ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เป็นเวลา 15 นาที ในสารละลายที่มีความเป็นกรด - ต่างต่างกัน 3 ชนิด
คือกรดฟอสฟอริก โซเดียมฟลูออไรด์ และโซเดียมไฮดรอกไซด์ เป็นตัวแทนสภาวะกรด กลาง และ
ต่างตามลำดับ หลังจากนั้นวัดความขรุขระพื้นผิวด้วยโปรไฟโลมิเตอร์ วัดค่ามุมสัมผัสด้วยคอนแทก
แองเกิลมิเตอร์ วิเคราะห์รูปแบบโครงสร้างผลึกชั้นออกไซด์ด้วยเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน และวิเคราะห์
โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด นำข้อมูลความขรุขระพื้นผิวและค่า
มุมสัมผัสมาหาความแตกต่างทางสถิติด้วยการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางเดียว โดยเปรียบเทียบ
เชิงซ้อนแบบแทมเฮนสำหรับค่าความขรุขระพื้นผิว และแบบบอนเฟอร์โรเนสำหรับค่ามุมสัมผัส
ผลการศึกษาพบว่ากลุ่มที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมฟลูออไรด์จะให้
ความขรุขระพื้นผิว (R_a , 0.078 ± 0.014 ไมโครเมตร) และค่ามุมสัมผัส (16.75 ± 3.24 องศา) น้อย
กว่ากรดฟอสฟอริก โซเดียมไฮดรอกไซด์ และกลุ่มที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันอย่างมี
นัยสำคัญทางสถิติ ($p < 0.05$)

ผลการศึกษานี้ชี้ให้เห็นว่าโลหะไททาเนียมที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลาย
โซเดียมฟลูออไรด์ให้คุณสมบัติความขรุขระพื้นผิวน้อยที่สุดแต่ให้ค่าความเข้ากันได้กับของเหลว
สูงสุดเมื่อเปรียบเทียบกับโลหะไททาเนียมที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายกรด
ฟอสฟอริก โซเดียมไฮดรอกไซด์ และกลุ่มที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน

ภาควิชา ทัศนกรรมประดิษฐ์.....ลายมือชื่อ.....
สาขาวิชา ทัศนกรรมประดิษฐ์.....ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก.....
ปีการศึกษา 2551

4976118032 : MAJOR PROSTHODONTICS

KEYWORD : ANODIZATION/ SURFACE ROUGHNESS/ CONTACT ANGLE

WANNAKAN KANJANAMA : AN INFLUENCE OF pH ON SURFACE CHARACTERISTICS OF COMMERCIALLY PURE TITANIUM USING ANODIZATION. ADVISOR: VIRITPON SRIMANEEPONG, Dr. 45 pp.

The purpose of this study was to investigate the surface characteristics and crystal structure of titanium oxide before and after anodization using different pH electrolytes. Commercially pure titanium grade 2 plates were used in this study. Anodic oxidation was carried out in three different electrolytes, H₃PO₄, NaF and NaOH, to represent acidic, neutral, and alkaline conditions, respectively. The anodization was performed at 20V for 15 minutes. Then, surface roughness was measured with a surface profilometer, contact angle measurement was done with a contact angle meter, crystal structure of titanium oxide was observed with XRD and SEM. The data was statistically analyzed with one-way ANOVA, Tamhane multiple comparison for surface roughness and Bonferroni multiple comparison for contact angle. As a result, it was found that titanium specimens that were anodized using NaF electrolyte showed the lowest surface roughness (RA, 0.078 ± 0.014 μm). It is significantly different from titanium specimens that were anodized using either H₃PO₄ or NaOH and unanodized specimens. Moreover, NaF group also showed the lowest contact angle (16.75 ± 3.24 degree) with significant difference (p < 0.05).

This indicated that among groups in experimentalist anodized titanium using NaF electrolyte displayed the lowest surface roughness and highest hydrophilicity.

Department : Prosthodontics..... Student's Signature.....
Field of Study : Prosthodontics..... Advisor's Signature
Academic Year : 2008.....

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้จะไม่สามารถสำเร็จลุล่วงไปได้เลย หากปราศจากการดูแลเอาใจใส่ และให้คำแนะนำเป็นอย่างดีจาก อ.ทพ.ดร.วิวิธพิพล ศรีมณีพงศ์ ผู้เป็นอาจารย์ที่ปรึกษา วิทยานิพนธ์ และ อ.ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก๋า คະชิมา ผู้เป็นอาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ผู้เขียน ขอกราบขอบพระคุณอาจารย์เป็นอย่างยิ่งที่ได้กรุณาสละเวลาอันมีค่าในการให้คำปรึกษาอันมี ประโยชน์อย่างยิ่งต่องานวิจัย ตลอดจนกรุณาตรวจแก้ไขวิทยานิพนธ์ฉบับนี้จนสำเร็จลุล่วงด้วยดี

ขอกราบขอบพระคุณอาจารย์ ไพพรรณ พิทยานนท์ ที่ได้ให้ความรู้ และคำปรึกษาทางด้าน สถิติในการวิจัยมาโดยตลอด

ขอขอบคุณบริษัท นาโนซีลด์ จำกัด ที่ได้อนุเคราะห์คอมพิวเตอร์เซิร์ฟเวอร์เพียวไททาเนียม เกรด 2 ที่ใช้ในการดำเนินการวิจัย

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ศูนย์วิจัยทันตวัสดุศาสตร์และศูนย์วิจัยชีววิทยาช่องปาก คณะทันต แพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ ศูนย์เครื่องมือวิจัย วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี และคณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ความอนุเคราะห์ และอำนวยความสะดวกด้านต่างๆ เป็นอย่างดีตลอดระยะเวลาการทำวิจัย

สุดท้ายขอกราบขอบพระคุณคณะกรรมการทุกท่าน ที่กรุณาให้คำแนะนำ และแก้ไขให้ วิทยานิพนธ์เล่มนี้มีความสมบูรณ์ยิ่งขึ้น และสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญภาพ.....	ฎ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	3
ข้อตกลงเบื้องต้น.....	3
ข้อจำกัดของการวิจัย.....	3
คำสำคัญ.....	4
การออกแบบการวิจัย.....	4
สมมติฐานการวิจัย.....	4
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	4
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	5
ความเข้ากันได้ทางชีวภาพและการเกิดกระดูกเชื่อมประสาน.....	5
ปัจจัยที่ส่งผลต่อการเกิดกระดูกเชื่อมประสาน.....	6
การปรับสภาพผิวและความขรุขระของพื้นผิว.....	7
กระบวนการแอนโตนไคเซชัน.....	9
ความเข้ากันได้กับของเหลวและชนิดโครงสร้างของผลึกออกไซด์.....	13

บทที่ 3	วิธีดำเนินการวิจัย.....	18
	เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย.....	18
	วัสดุที่ใช้ในการวิจัย.....	18
	อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย.....	18
	วิธีการวิจัย.....	18
	วิธีการเตรียมชิ้นตัวอย่าง.....	18
	กระบวนการแอนโดเซชันและการวัดความขรุขระพื้นผิว.....	20
	การวิเคราะห์ความเข้ากันได้กับของเหลวของชั้นออกไซด์ด้วยการวัด ค่ามุมสัมผัส.....	21
	การวิเคราะห์รูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ ดิฟแฟรกชัน.....	22
	การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด.....	23
	การเก็บรวบรวมและวิเคราะห์ข้อมูล.....	23
บทที่ 4	ผลการวิเคราะห์ข้อมูล.....	24
	ผลค่าความขรุขระพื้นผิว.....	24
	ผลการวิเคราะห์ความเข้ากันได้กับของเหลวของชั้นออกไซด์ด้วยการวัด ค่ามุมสัมผัส.....	26
	ผลการวิเคราะห์รูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ ดิฟแฟรกชัน.....	27
	ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด.....	29
บทที่ 5	อภิปรายผล สรุปผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ.....	30
	อภิปรายวิธีการทดลอง.....	30
	อภิปรายผลการวิจัย.....	30
	สรุปผลการวิจัย.....	34

ข้อเสนอแนะ.....	34
รายการอ้างอิง.....	35
ภาคผนวก.....	40
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....	45

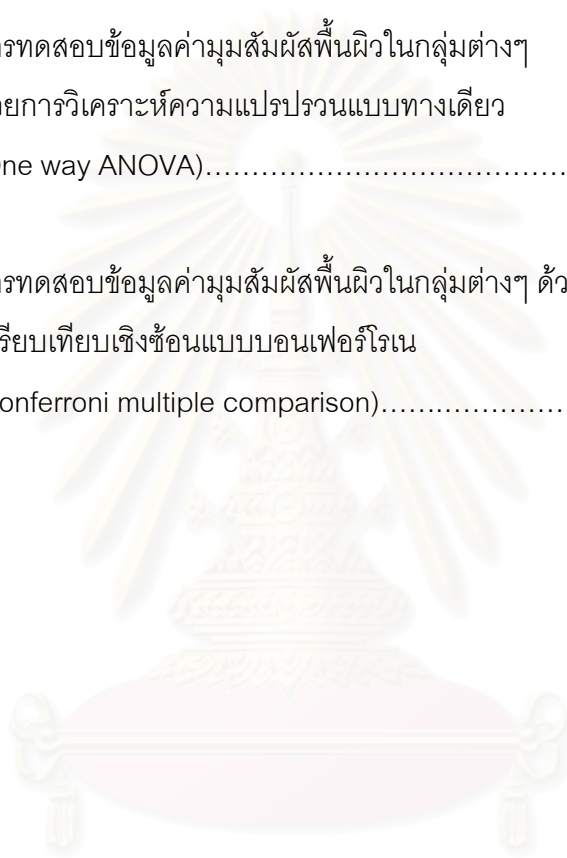


สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
ตารางที่ 1	24
ค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของความขรุขระพื้นผิว ของโลหะไททาเนียมที่ไม่ผ่านและผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน ในสารละลายกรดฟอสฟอริก โซเดียมฟลูออไรด์ และ โซเดียมไฮดรอกไซด์.....	24
ตารางที่ 2	26
ค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่ามุมสัมผัส ของโลหะไททาเนียมที่ไม่ผ่านและผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน ในสารละลายกรดฟอสฟอริก โซเดียมฟลูออไรด์ และ โซเดียมไฮดรอกไซด์.....	26
ตารางที่ 3	41
ค่าความขรุขระของชั้นทดสอบพื้นผิวที่ไม่ผ่านและผ่านกระบวนการ แอนโนไดเซชัน ในสารละลายกรดฟอสฟอริก โซเดียมฟลูออไรด์ และโซเดียมไฮดรอกไซด์.....	41
ตารางที่ 4	41
การวิเคราะห์ความเหมือนของความแปรปรวนของข้อมูล ค่าความขรุขระพื้นผิวในกลุ่มต่างๆ.....	41
ตารางที่ 5	42
การทดสอบข้อมูลค่าความขรุขระพื้นผิวในกลุ่มต่างๆ ด้วย การวิเคราะห์ความแปรปรวนแบบทางเดียว (One way ANOVA).....	42
ตารางที่ 6	42
การทดสอบข้อมูลค่าความขรุขระพื้นผิวในกลุ่มต่างๆ ด้วยการ เปรียบเทียบเชิงซ้อนแบบแทมเฮน (Tamhane multiple comparison).....	42
ตารางที่ 7	43
ค่ามุมสัมผัสพื้นผิวของชั้นทดสอบที่ไม่ผ่านและผ่านกระบวนการ แอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริก โซเดียมฟลูออไรด์ และโซเดียมไฮดรอกไซด์.....	43

ตารางที่ 8	การวิเคราะห์ความเหมือนของความแปรปรวนของข้อมูล ค่ามุมสัมผัสพื้นผิวในกลุ่มต่างๆ.....	43
ตารางที่ 9	การทดสอบข้อมูลค่ามุมสัมผัสพื้นผิวในกลุ่มต่างๆ ด้วยการวิเคราะห์ความแปรปรวนแบบทางเดียว (One way ANOVA).....	43
ตารางที่ 10	การทดสอบข้อมูลค่ามุมสัมผัสพื้นผิวในกลุ่มต่างๆ ด้วยการ เปรียบเทียบเชิงซ้อนแบบบอนเฟอโรเน (Bonferroni multiple comparison).....	44



สารบัญภาพ

ภาพประกอบ	หน้า
รูปที่ 1	กระบวนการแอนโนไดเซชัน.....11
รูปที่ 2	ภาพแสดงความสัมพันธ์ของการเข้ากันได้กับของเหลว.....14
รูปที่ 3	แผนผังแสดงการแบ่งกลุ่มชั้นทดสอบ.....19
รูปที่ 4	เครื่องขัดผิววัสดุ.....20
รูปที่ 5	การทำความสะอาดด้วยเครื่องอัลตราโซนิก ในสารละลายอะซีโตน 5 นาที.....20
รูปที่ 6	การปรับสภาพพื้นผิวด้วยวิธีแอนโนไดเซชันในสารละลาย ที่แตกต่างกัน 3 ชนิด.....21
รูปที่ 7	ภาพแสดงการหาความขรุขระพื้นผิว.....21
รูปที่ 8	ภาพแสดงการหาค่ามุมสัมผัส.....22
รูปที่ 9	เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน.....22
รูปที่ 10	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....23
รูปที่ 11	รูปแสดงลักษณะหยดน้ำกลั่นในการวัดค่ามุมสัมผัส.....27
รูปที่ 12	XRD pattern ของชั้นทดสอบที่ผ่านแอนโนไดเซชันในสารละลาย ไซเดียมฟลูออไรด์.....28

ภาพประกอบ

หน้า

รูปที่ 13	XRD pattern ของชั้นทดสอบที่ผ่านแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริก.....	28
รูปที่ 14	XRD pattern ของชั้นทดสอบที่ผ่านแอนโนไดเซชันในสารละลายไฮเดียมไฮดรอกไซด์.....	28
รูปที่ 15	ภาพ SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวชั้นทดสอบโลหะไททาเนียม	29



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 1

บทนำ

ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ไททาเนียมเป็นโลหะที่มีประโยชน์นำมาใช้ในหลายวงการ ด้วยคุณสมบัติที่ดีหลายประการของมัน อาทิเช่น ความแข็งแรงสูง (high strength) ความสามารถในการทนทานต่อความร้อน (high heat resistance) จึงเป็นที่ต้องการในงานด้านวิศวกรรมศาสตร์ และอวกาศยาน นอกจากนั้นแล้วไททาเนียมยังเป็นหนึ่งในโลหะที่สามารถสร้างชั้นออกไซด์ที่เสถียรขึ้นมาคลุมพื้นผิวได้เองเมื่อสัมผัสกับออกซิเจนและชั้นบรรยากาศ โดยชั้นออกไซด์นี้มีความหนาประมาณ 2 - 5 นาโนเมตร และเป็นสิ่งที่ทำให้โลหะไททาเนียมมีความต้านทานต่อการสึกกร่อน (corrosion resistance) ที่ดี ส่งผลให้มีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ (biocompatibility) ที่ดีด้วย^{1,2} คุณสมบัติดังกล่าวจึงทำให้ไททาเนียมถูกนำมาใช้กันอย่างแพร่หลายในงานทันตกรรมรากเทียม และงานทางการแพทย์ที่มีการฝังอุปกรณ์เทียมในกระดูก (orthopedic implant materials) อย่างไรก็ตาม ปัจจัยที่มีผลต่อความสำเร็จของการใช้งานไททาเนียมในฐานะอุปกรณ์เทียมที่ฝังในกระดูก นอกจากคุณสมบัติที่สามารถสร้างชั้นออกไซด์ได้เองแล้วยังมีปัจจัยอื่นที่มีผล อาทิเช่น ลักษณะของพื้นผิวออกไซด์ ความเข้ากันได้ของผิวออกไซด์กับของเหลว (hydrophilicity) เป็นต้น สิ่งเหล่านี้จึงนำไปสู่การพัฒนาและศึกษาถึงการปรับสภาพผิวของโลหะไททาเนียมเพื่อเพิ่มคุณสมบัติชีวภาพของโลหะไททาเนียมให้ดียิ่งขึ้น

ในทางการแพทย์และทันตกรรมนั้น การปรับสภาพผิวของไททาเนียมมักมีวัตถุประสงค์เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของการยึดติดระหว่างกระดูกกับโลหะไททาเนียมโดยไม่เกิดผลข้างเคียงต่อร่างกาย ในปัจจุบันการปรับสภาพผิว (surface modification) ของโลหะไททาเนียมให้ดีขึ้นมีหลายวิธี อาทิเช่น การใช้กรดปรับสภาพผิว (acid etching) เทคนิคพลาสมาสเปรย์ (plasma spray technique) การเป่าพ่นด้วยอนุภาคเซรามิค (grit-blasting) แอนโนไดเซชัน (anodization) และอื่นๆ อย่างไรก็ตาม การปรับสภาพผิวบางวิธีก็ยังมีข้อบกพร่อง เช่น เทคนิคพลาสมาสเปรย์ มีจุดบกพร่องที่อาจมีการหลุดของวัสดุที่นำมาใช้ เช่น ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (hydroxyapatite) หรือลึกลงไปคือไททาเนียม³⁻⁶ ดังนั้นจึงมีการคิดพัฒนาวิธีการปรับสภาพพื้นผิวหลายวิธี หนึ่งในนั้น ได้แก่ กระบวนการแอนโนไดเซชัน เป็นกระบวนการทางเคมีไฟฟ้ามีลักษณะเด่นกว่าการปรับสภาพพื้นผิวด้วยวิธีอื่น เนื่องจากเป็นวิธีหนึ่งที่ทำให้เกิดพาสซีเวชัน (passivation) พาสซีเวชันเป็นการเพิ่มของชั้นออกไซด์ซึ่งจะป้องกันการปล่อยไอออนของโลหะไททาเนียม ซึ่งจะทำให้ความเข้ากันได้ทางชีวภาพของไททาเนียมดีขึ้น⁷

กระบวนการแอนโนไดเซชันสามารถสร้างชั้นไททาเนียมออกไซด์มาปกคลุมผิวและสามารถปรับสภาพของชั้นออกไซด์นั้นให้เป็นไปตามที่ต้องการโดยการปรับปัจจัยต่างๆในกระบวนการนั้น เช่น ระดับความต่างศักย์ กระแสไฟฟ้า ชนิดและความเข้มข้นของสารละลาย ระยะเวลา และอุณหภูมิ อาจกล่าวได้ว่าการทำแอนโนไดเซชันเป็นการปรับสภาพของชั้นออกไซด์ทั้งในด้านความหนา ความขรุขระ ส่วนประกอบ โครงสร้างผลึกและลักษณะพื้นผิว^{1,8,9}

ความเข้ากันได้กับของเหลวเป็นสมบัติที่สำคัญในการดูดซับโปรตีนและการยึดเกาะของเซลล์กับชั้นออกไซด์ที่ปกคลุมบนไททาเนียมที่ผ่านการปรับสภาพพื้นผิวแล้ว พิจารณาได้จากค่ามุมสัมผัส (contact angle) โดยวัสดุที่มีค่ามุมสัมผัสต่ำ จะทำให้วัสดุนั้นมีคุณสมบัติเข้ากับของเหลวได้ดี คุณสมบัติความเข้ากันได้ระหว่างชั้นออกไซด์บนผิวไททาเนียมกับของเหลวนั้นอาจขึ้นกับรูปแบบของโครงสร้างผลึกออกไซด์ด้วย เป็นที่ทราบกันดีแล้วว่า ชนิดของออกไซด์ที่เสถียรที่สุดคือไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ซึ่งแบ่งออกได้เป็น 3 ชนิดตามลักษณะของโครงสร้างผลึก ได้แก่ เททราโกนอลอะนาเทส (tetragonal anatase) ออโธโรมบิกบรูไคท์ (orthorhombic brookite) และเททราโกนอลรูไทล์ (tetragonal rutile) มีการวิจัยที่ศึกษาถึงชนิดและโครงสร้างของผลึกออกไซด์ที่เกิดขึ้นภายหลังผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน โดยในปี 2005 Sul และคณะ รายงานว่าการพบ crystalline phase ในชั้นออกไซด์ เช่น อะนาเทส ผสมกับรูไทล์ จะให้การยึดติดกับกระดูกที่แข็งแรงกว่า amorphous phase โดยทดสอบด้วยค่า RTVs (removal torque values)⁹ นอกจากนี้ความเข้ากันได้กับของเหลวยังขึ้นอยู่กับรูปแบบของโครงสร้างผลึกออกไซด์ด้วย มีรายงานที่กล่าวอ้างว่าโครงสร้างผลึกที่มีเฉพาะรูไทล์จะมีคุณสมบัติในการเข้ากันได้กับของเหลวที่ไม่ดี (hydrophobicity)^{2,10} ขณะที่เมื่อโครงสร้างผลึกเป็นส่วนผสมของรูไทล์กับอะนาเทสแล้วจะมีคุณสมบัติเข้ากันได้กับของเหลว^{9,10} การศึกษาเหล่านี้จึงสอดคล้องกับการศึกษาในปี 1997 โดย Wang รายงานว่าอะนาเทสเป็นตัวที่มีบทบาทสำคัญที่ทำให้เกิดการเข้ากันได้กับของเหลว¹¹ อย่างไรก็ตามจนถึงปัจจุบันก็ยังไม่มีความแน่ชัดในประเด็นนี้

งานวิจัยในอดีตที่ปรับสภาพผิวไททาเนียมด้วยกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่แตกต่างกันซึ่งให้ผลที่แตกต่างกันออกไป มีงานวิจัยที่กล่าวอ้างว่าสามารถเพิ่มความต้านทานต่อการสึกกร่อนได้เมื่อไททาเนียมผ่านการปรับสภาพผิวด้วยการทำแอนโนไดเซชันในสารละลายต่างเข้มข้น⁸ และมีงานวิจัยที่แสดงให้เห็นว่าการแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดต่างๆสามารถสร้างความขรุขระที่ส่งผลดีต่อการยึดติดกับเซลล์¹² แต่อย่างไรก็ตามก็ยังไม่พบงานวิจัยที่เปรียบเทียบระหว่างสารละลายที่ใช้ในกระบวนการแอนโนไดเซชันที่มีค่าความเป็นกรด - ด่างที่แตกต่างกันนั้น

ส่งผลต่อคุณสมบัติของชั้นออกไซด์ในแง่ของความขรุขระของพื้นผิว ความเข้ากันได้กับของเหลว และรูปแบบของโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์แตกต่างกันอย่างไร

ฉะนั้นในการศึกษานี้จึงทำเพื่อเปรียบเทียบความขรุขระของพื้นผิว ความเข้ากันได้กับของเหลว และรูปแบบของโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวโลหะไททาเนียมที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับสภาพพื้นผิวด้วยวิธีแอนโนไดเซชันเมื่อใช้ชนิดของสารละลายที่มีความเป็นกรด - ต่างต่างกัน 3 ชนิด

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อเปรียบเทียบค่าความขรุขระของผิวไททาเนียมที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับสภาพผิวด้วยวิธีแอนโนไดเซชันในสารละลายที่มีความเป็นกรด - ต่างต่างกัน
2. เพื่อเปรียบเทียบค่ามุมสัมผัสของผิวไททาเนียมที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับสภาพผิวด้วยวิธีแอนโนไดเซชันในสารละลายที่มีความเป็นกรด - ต่างต่างกัน
3. เพื่อเปรียบเทียบรูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนผิวไททาเนียมภายหลังจากผ่านการปรับสภาพผิวด้วยวิธีแอนโนไดเซชันในสารละลายที่มีความเป็นกรด - ต่างต่างกัน
4. ใช้เป็นแนวทางการศึกษาวิจัยทางด้านการปรับสภาพผิวไททาเนียมด้วยวิธีแอนโนไดเซชันต่อไป

ข้อตกลงเบื้องต้น

กระบวนการทดลอง การเก็บข้อมูล และการแปลผล ดำเนินการโดยผู้ทำวิจัยเพียงคนเดียว และใช้อุปกรณ์ชุดเดียวกันตลอดการทดลอง

ข้อจำกัดของการวิจัย

การวิจัยนี้เป็นการทดลองในห้องปฏิบัติการ การวัดความขรุขระของพื้นผิวด้วยเครื่องโปรไฟโลมิเตอร์ต้องควบคุมไม่ให้มีการสั่นสะเทือนในบริเวณที่ตั้งเครื่อง และต้องคุมอุณหภูมิให้เท่ากัน ในทุกครั้งที่วัดที่อุณหภูมิประมาณ 25 องศาเซลเซียส เครื่องโปรไฟโลมิเตอร์ที่ใช้ในการทดลองนี้อยู่ที่ศูนย์วิจัยทันตวัสดุศาสตร์ คณะทันตแพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ซึ่งมีคนใช้ร่วมกันหลายคน งานวิจัยนี้ได้ลดโอกาสคลาดเคลื่อนของปัจจัยดังกล่าว โดยใช้งานเครื่องโปรไฟโลมิเตอร์ในเวลาประมาณ 24.00 น. ทำให้ควบคุมไม่ให้มีการสั่นสะเทือนและควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ในระดับที่ต้องการได้

คำสำคัญ

Anodization คือ วิธีในการปรับสภาพพื้นผิว (Surface modification) โดยกระบวนการทางเคมีไฟฟ้า ซึ่งทำให้เกิดพื้นผิวที่คลุมด้วยชั้นออกไซด์

Surface roughness คือ ความขรุขระพื้นผิวของชั้นออกไซด์

Contact angle คือ ค่ามุมสัมผัสระหว่างหยดน้ำกลั่นกับพื้นผิวชั้นออกไซด์

การออกแบบการวิจัย

การวิจัยเชิงทดลองในห้องปฏิบัติการ (Laboratory experimental research)

สมมติฐานการวิจัย

สมมติฐานว่าง (1): กลุ่มขึ้นทดสอบที่ไม่ผ่านและผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่มีความเป็นกรด - ต่างต่างกัน 3 ชนิด จะมีความขรุขระที่พื้นผิวไม่แตกต่างกัน

สมมติฐานแย้ง (1): กลุ่มขึ้นทดสอบที่ไม่ผ่านและผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่มีความเป็นกรด - ต่างต่างกัน 3 ชนิด จะมีความขรุขระที่พื้นผิวแตกต่างกัน

สมมติฐานว่าง (2): กลุ่มขึ้นทดสอบที่ไม่ผ่านและผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่มีความเป็นกรด - ต่างต่างกัน 3 ชนิด จะมามีค่ามุมสัมผัสไม่แตกต่างกัน

สมมติฐานแย้ง (2): กลุ่มขึ้นทดสอบที่ไม่ผ่านและผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่มีความเป็นกรด - ต่างต่างกัน 3 ชนิด จะมามีค่ามุมสัมผัสแตกต่างกัน

สมมติฐานว่าง (3): กลุ่มขึ้นทดสอบที่ไม่ผ่านและผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่มีความเป็นกรด - ต่างต่างกัน 3 ชนิด จะมีรูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์ไม่แตกต่างกัน

สมมติฐานแย้ง (3): กลุ่มขึ้นทดสอบที่ไม่ผ่านและผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่มีความเป็นกรด - ต่างต่างกัน 3 ชนิด จะมีรูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์แตกต่างกัน

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. เปรียบเทียบความขรุขระพื้นผิว ค่ามุมสัมผัส และรูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวโลหะไททาเนียมที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับสภาพพื้นผิวด้วยกระบวนการแอนโนไดเซชันเมื่อใช้สารละลายที่มีความเป็นกรด - ต่างต่างกัน
2. เพื่อเป็นแนวทางในการศึกษาวิจัยด้านการปรับสภาพผิวไททาเนียมด้วยวิธีแอนโนไดเซชันต่อไป

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ความเข้ากันได้ทางชีวภาพและการเกิดกระดูกเชื่อมประสาน (Biocompatibility and Osseointegration)

The Glossary of prosthodontic terms ให้คำจำกัดความหมายของ Biocompatible ไว้ว่า “capable of existing in harmony with the surrounding biologic environment” ซึ่งหมายถึงคุณสมบัติของวัสดุที่เมื่อใช้กับร่างกายแล้วให้การตอบสนองของร่างกาย (biological response) ที่เหมาะสม การที่วัสดุจะมีความเข้ากันได้ทางชีวภาพหรือไม่ขึ้นอยู่กับหน้าที่การทำงานของวัสดุ (physical function) และการตอบสนองทางร่างกาย (biological response) ต่อวัสดุ ประการสำคัญที่พึงระลึก คือ วัสดุชนิดหนึ่งอาจจะมีการยอมรับทางชีวภาพ (biological acceptable) แตกต่างกันไปตามลักษณะของการนำไปใช้งาน เช่น โลหะโคบอลต์ - โครเมียม เป็นที่ยอมรับในการนำไปใช้ในโครงโลหะฟันปลอมถอดได้ (metal removable partial denture) แต่ไม่เหมาะสมหากจะนำไปใช้ในงานรากฟัน เมื่อมีการพัฒนาวัสดุที่ใช้กับร่างกายจำเป็นต้องคำนึงถึงคุณสมบัติทางกายภาพ คุณสมบัติทางกล ความสวยงาม ขอบเขตหน้าที่การทำงาน และความเข้ากันได้ทางชีวภาพ

ปัจจัยที่นำมาพิจารณาคุณสมบัติความเข้ากันได้ทางชีวภาพของวัสดุ มี 2 ข้อ คือ

1. การสึกกร่อนของวัสดุ (Metal corrosion / Material degradation) หมายถึง สิ่งที่ปล่อยออกมาจากวัสดุอะไรก็ได้ในทุกรูปแบบจากหลายสาเหตุ โดยความเข้ากันได้ทางชีวภาพของวัสดุโลหะในร่างกายจะมีความสัมพันธ์ใกล้ชิดกับพฤติกรรมการสึกกร่อนของวัสดุนั้นๆ การตอบสนองของร่างกายต่อสารที่สึกกร่อน (corrosion product) ออกมา ขึ้นกับปริมาณ ส่วนประกอบรูปแบบของสารที่ปล่อยออกมา และตำแหน่งของเนื้อเยื่อ การเพิ่มไอออนของโลหะสู่ร่างกายนั้นนอกจากมาจากการสึกกร่อนแล้วยังรวมถึงการละลายของแผ่นฟิล์มที่คลุมที่พื้นผิว (surface film dissolution) ด้วย

ในร่างกายมนุษย์ปกติมีระดับของไททาเนียมที่ 50 ppm แต่ในบริเวณที่มีการฝังไททาเนียมนั้นระดับของไททาเนียมอาจสูงถึง 300 ppm แต่ร่างกายสามารถทนต่อปริมาณไททาเนียมระดับนี้ได้โดยไม่เป็นอันตราย ในทางกลับกันเมื่อพิจารณาในส่วนของอนุภาคไฮดรอกซีอะพาไทต์แล้วอนุภาคที่ละลายหลุดออกมาจะมีความเป็นพิษต่อเซลล์ไฟโบรบลาสต์ โดยเฉพาะอย่างยิ่งเมื่อเป็นอนุภาคที่มีขนาดเล็กกว่า 5 ไมโครเมตร⁷ ดังนั้นจึงต้องให้ความสำคัญกับชนิดและปริมาณของสารที่สึกกร่อนออกมาสู่ร่างกาย

2. ลักษณะพื้นผิวของวัสดุ เนื่องจากร่างกายจะรับรู้วัสดุได้จากพื้นผิวของวัสดุนั้นๆ จึงต้องระวังในส่วนประกอบประกอบของวัสดุ (composition) ความขรุขระ (roughness) คุณสมบัติทางกล (mechanical properties) และ คุณสมบัติทางเคมี (chemical properties) ของพื้นผิวของวัสดุด้วย ลักษณะพิเศษของพื้นผิวของวัสดุอาจส่งผลต่อการเกิดการสึกกร่อน หรือส่งผลในรูปแบบอื่นต่อความเข้ากันได้ทางชีวภาพของวัสดุได้

Endosseous implants หมายถึง รากฟันเทียมที่ฝังลงไปโดยตรงในกระดูกขากรรไกร ซึ่งเป็นรากฟันเทียมรูปแบบที่ใช้กันมากที่สุดในปัจจุบัน ดังนั้นการเชื่อมกันระหว่างกระดูกกับรากฟันเทียมให้เป็นหนึ่งเดียวกันโดยไม่มีการเกิดเนื้อเยื่อไฟบรอสมาขวางกลาง เรียกว่า การเกิดกระดูกเชื่อมประสาน (Osseointegration) ซึ่งจะทำให้เกิดรอยต่อระหว่างกระดูก - รากฟันเทียมที่เสถียรและแข็งแรงพอที่จะรองรับส่วนของฟันปลอมและถ่ายทอดแรงโดยไม่ทำให้เกิดความเครียดที่รอยต่อระหว่างกระดูกกับรากฟันเทียม⁷ การเกิดกระดูกเชื่อมประสานจึงเป็นเป้าหมายหลักเพื่อให้เกิดความสำเร็จในการรักษาทางทันตกรรมรากฟันเทียม

ดังนั้นเพื่อให้เกิดการเกิดกระดูกเชื่อมประสานตามที่ต้องการ เราต้องเลือกวัสดุให้เหมาะสม โดยในงานทันตกรรมรากฟันเทียมนั้น วัสดุที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลาย คือ ไททาเนียม (คอมเมอร์เชียลดีย์) เพียงไททาเนียม หรือโลหะผสมไททาเนียม) ไททาเนียมมีคุณสมบัติที่ดีหลายประการ เช่น ความแข็งแรงสูง (high strength) ความทนทานต่อการสึกกร่อน (corrosion resistance) จากการที่ไททาเนียมสามารถสร้างชั้นออกไซด์ที่ไม่ทำปฏิกิริยามาคลุมที่ผิวได้เองเมื่อสัมผัสกับออกซิเจนโดยสามารถสร้างได้หนา 100 \AA ในเวลา 1 นาที ไททาเนียมบริสุทธิ์สามารถสร้างชั้นออกไซด์ได้หลายชนิด แต่ไททาเนียมไดออกไซด์เป็นชนิดที่เสถียรที่สุดและเป็นตัวเหนี่ยวนำให้เกิดการสร้างผลึกของแคลเซียมฟอสเฟต ซึ่งคุณสมบัติดังที่กล่าวมาจะทำให้ไททาเนียมมีความเข้ากันได้ทางชีวภาพที่ดีขึ้น⁷

ปัจจัยที่ส่งอิทธิพลต่อการเกิดกระดูกเชื่อมประสาน

(Factor influencing osseointegration)

มีหลายปัจจัยที่ส่งอิทธิพลต่อการเกิดกระดูกเชื่อมประสาน อาทิเช่น

1. ชนิดของวัสดุ: บ่งบอกถึงความเข้ากันได้ทางชีวภาพของวัสดุนั้นเนื่องจากสารที่ปล่อยออกมาจากการสึกกร่อน อาทิเช่น โลหะสแตนเลส โคบอลต์-โครเมียม ที่นำมาใช้ในงานรากฟันเทียมในขั้นตอนบูรณะนั้นก็ต้องคำนึงถึงการสึกกร่อนของพื้นผิวเมื่อมีการสัมผัสกันของผิวโลหะที่ต่างกันด้วย⁷

- คุณสมบัติของพื้นผิววัสดุ (surface properties): เป็นปัจจัยสำคัญต่อการเกิดกระดูกเชื่อมประสาน¹³ คุณสมบัติของพื้นผิววัสดุจะส่งผลต่อการตอบสนองของร่างกาย เช่น การดูดซับโปรตีน การทำปฏิกิริยาระหว่างเซลล์และพื้นผิวที่รอยต่อ คุณสมบัติของพื้นผิววัสดุที่สำคัญ ได้แก่ surface topography, surface chemistry, surface charge และ surface wettability¹⁴

การปรับสภาพผิวและความขรุขระของพื้นผิว (Surface modification and surface roughness)

ดังที่ได้กล่าวมาถึงความสำคัญของพื้นผิวของวัสดุส่งผลต่อการตอบสนองของร่างกายซึ่งส่งผลต่อความสำเร็จของการรักษาทางทันตกรรมรากเทียม จึงมีความพยายามที่จะปรับสภาพของผิวของไททาเนียมให้มีคุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีที่ดีขึ้น^{1,5,6,10,14} จุดประสงค์หนึ่งของการปรับสภาพผิว คือ การปรับปรุงคุณสมบัติทางกายภาพโดยการเพิ่มความขรุขระของผิว (surface roughness) ซึ่งเชื่อว่าจะเพิ่มการยึดติดทางกล (mechanical bonding) ระหว่างกระดูกกับวัสดุได้จากการที่ผิวที่มีความขรุขระ (rough surface) จะทำให้เกิดการยึดเกาะกับกระดูกและยึดติดกับเซลล์ออสติโอบลาสต์ได้ดีกว่าผิวที่มีความเรียบ (smooth surface) โดยหลักการแล้วมี 2 วิธีในการเพิ่มความขรุขระ คือ การสร้างให้เกิดผิวที่นูน (convex texture) และการสร้างให้เกิดผิวที่เว้า (concave texture)¹⁰ ซึ่งการสร้างให้เกิดผิวที่นูน เช่น ปรับสภาพผิวด้วยเทคนิคพลาสมาสเปร์ย์ด้วยอนุภาคไฮดรอกซีอะพาไทต์ หรือผลิตไททาเนียม ส่วนการสร้างให้เกิดผิวที่เว้า นั้น เช่น การปรับสภาพผิวด้วยวิธีทางเคมี (chemical treatment) ด้วยกรดและด่าง

ความขรุขระของพื้นผิวสามารถแบ่งออกได้เป็น 3 ระดับได้แก่ ระดับแมคโคร ไมโคร และนาโน โดยในระดับนาโนนั้นจะมีบทบาทสำคัญในแง่ของการดูดซับโปรตีน การยึดเกาะของเซลล์ออสติโอบลาสต์ และอัตราการเกิดกระดูกเชื่อมประสาน⁶ เนื่องจากกระดูกเป็นสารที่มีโครงสร้างระดับนาโนโดยคอลลาเจนชนิดที่ 1 (collagen type I) ซึ่งเป็นสารอินทรีย์ในกระดูกมีลักษณะเป็นเกลียว 3 สาย (triple helix) ที่ยาว 300 นาโนเมตร กว้าง 0.5 นาโนเมตร และเกิดเป็นช่วงอย่างสม่ำเสมอทุก 67 นาโนเมตร ขณะที่ไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เป็นสารอนินทรีย์ในกระดูกมีความยาวประมาณ 20 - 40 นาโนเมตร ดังนั้นจึงแสดงให้เห็นว่าเซลล์กระดูกควรจะสัมผัสกับสิ่งแวดล้อมในระดับของนาโน¹ แต่รูปแบบของความขรุขระระดับนาโนที่เหมาะสมนั้นยังไม่เป็นที่ทราบแน่ชัด เนื่องจากยังไม่มีมาตรฐานของพื้นผิวในระดับนาโน อีกทั้งยังมีข้อด้อยที่ความแข็งแรงของพื้นผิวระดับนาโนนั้นยังไม่สูงพอที่จะเป็นวัสดุเริ่มต้น (bulk material) ได้^{1,6} การวัดลักษณะพื้นผิวก็มีหลายวิธี หนึ่งในนั้น คือ การวัดความขรุขระของผิว (surface roughness) ซึ่งมีเครื่องมือที่ใช้ในการวัด

หลายชนิด เช่น Surftest SV-402 (Mitu-toyo Instruments Tokyo,Japan)⁵ , profilometer (Surtronic 3P,Taylor – Hobson, Leicester, England)¹⁰ , optical interferometer (MicroxamTM)⁹ , (Accura 2000[®])¹⁵ การใช้โปรไฟล์มิเตอร์ มี 2 ระบบให้เลือกใช้ในการวัดความขรุขระพื้นผิว คือ ระบบหัวเข็ม และระบบเลเซอร์

การปรับสภาพผิว มีหลายวิธี อาทิเช่น

1. การปรับสภาพผิวด้วยวิธีทางเคมีด้วยกรดและด่าง การใช้กรดปรับสภาพผิวไททาเนียมจะเพิ่มความขรุขระของพื้นผิวได้ โดยกรดที่ใช้เป็นกรดแก่ เช่น กรดไฮโดรคลอริก (HCl) กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) กรดไนตริก (HNO_3) กรดไฮโดรฟลูออริก (HF) เป็นต้น โดยจะทำให้เกิดหลุมเล็กๆบนผิวไททาเนียมที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางระหว่าง 0.5 - 2 ไมโครเมตร^{16,17} และกระตุ้นให้เกิดกระดูกเชื่อมประสานได้อย่างมาก¹⁸ แต่ข้อด้อย คืออาจลดคุณสมบัติทางกลของไททาเนียมทำให้เกิดรอยแตกที่ผิวซึ่งอาจมีผลต่อความต้านทานความล้า (fatigue resistance) ของรากเทียมได้ในภายหลัง⁶
2. เทคนิคพลาสมาสเปร์รี่ เป็นเทคนิคที่ใช้กันอย่างแพร่หลายเป็นเวลานาน เป็นการเพิ่มองค์ประกอบของพื้นผิว (surface texture) ให้กับผิววัสดุ การเพิ่มความเป็นรูพรุนของผิว (porous surface) ถูกนำเสนอครั้งแรกในปี 1970 โดย Hahn และ Palich รายงานผลของการทำเทคนิคพลาสมาสเปร์รี่ว่าสามารถเพิ่ม removal torque และ BIC (Bone-implant contact) อย่างมีนัยสำคัญ¹⁹ โดยเทคนิคพลาสมาสเปร์รี่นั้น ผิวที่เพิ่มมาต้องมีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ เช่น อนุภาคไททาเนียม อนุภาคไฮดรอกซีอะพาไทต์ แต่จุดอ่อนของเทคนิคนี้ คือ ความไม่แน่นอนของความแข็งแรงของการยึดอยู่ (bond strength) ระหว่างสารที่นำมาเคลือบ (coating material) กับผิวแกนโลหะ (metallic substrate) ความหนาแน่นของเนื้อสารที่เคลือบไม่เป็นหนึ่งเดียวกันอันเป็นผลจากกระบวนการและพบรอยแตกบนผิวเคลือบ³⁻⁶
3. การเป่าพ่นพื้นผิวด้วยอนุภาคเซรามิค เป็นการเพิ่มความขรุขระของผิวไททาเนียมด้วยการเป่าพ่นอนุภาคของแข็งเซรามิคด้วยความเร็วสูงโดยใช้ความดันลม ความขรุขระบนผิวไททาเนียมจะขึ้นกับขนาดอนุภาคของเซรามิคนั้น โดยต้องเลือกชนิดของเซรามิคที่มีความเข้ากันได้ทางชีวภาพต่อร่างกายและมีคุณสมบัติทางเคมีที่คงที่ เซรามิคที่ใช้ เช่น อะลูมินา (Al_2O_3) ไททาเนียมออกไซด์ อนุภาคแคลเซียมฟอสเฟต โดยตัวที่ใช้กันอย่างแพร่หลาย คือ อะลูมินา แต่ก็ยังมี

ข้อด้อยที่อะลูมินาจะตกค้างที่ผิวของไททาเนียมแม้หลังผ่านการทำความสะอาดด้วยเครื่องอัลตราโซนิกแล้ว และอาจหลุดออกมาสู่ร่างกายและขัดขวางการเกิดกระดูกเชื่อมประสานได้⁶

4. การเคลือบด้วยสารอินทรีย์ สารอินทรีย์ เช่น growth factor ถูกนำมาใช้อย่างแพร่หลายเพื่อเพิ่มคุณสมบัติความเข้ากันได้ทางชีวภาพและเพื่อกระตุ้นกระบวนการหายของกระดูก สารอินทรีย์ที่ให้ความสนใจกันมาก เช่น fibroblast growth factor-fibronectin (FGF-FN) ในปี 2006 Park และคณะ อธิบายว่าเซลล์กระดูกไม่ได้ยึดโดยตรงกับรากฟันเทียม แต่จะยึดกับไกลโคโปรตีนที่อยู่ผิวของรากฟันเทียม และพบว่ารากฟันเทียมกลุ่มที่มีการเคลือบด้วย FGF-FN จะกระตุ้นให้เกิดกระดูกเชื่อมประสานมากกว่ากลุ่มที่ไม่ได้เคลือบ ซึ่งก็สอดคล้องกับความรู้ที่ว่า growth factor ส่งผลต่อการสร้างกระดูก (bone formation) โดยการเพิ่ม osteoblastic proliferation และ bone matrix biosynthetic activity²⁰ ยังมีสารอินทรีย์ชนิดอื่นที่น่าสนใจ เช่น bone morphogenetic protein (BMPs), insulin – like growth factor (IGF-1 และ 2) อย่างไรก็ตามวิธีนี้ยังมีจุดที่อาจเป็นปัญหา คือ ความเสถียรของสารที่นำมาเคลือบ ซึ่งจำเป็นในช่วงของการเกิดการหายของกระดูก (bone healing) โดยต้องควบคุมให้การปล่อยของสารอินทรีย์นั้นเป็นไปอย่างต่อเนื่องโดยไม่ปล่อยออกมาอย่างมากในคราวเดียว⁶
5. กระบวนการแอนโนไดเซชัน ดังที่จะกล่าวโดยละเอียดในหัวข้อต่อไป

กระบวนการแอนโนไดเซชัน

แอนโนไดเซชันเป็นกระบวนการหนึ่งในการปรับสภาพพื้นผิว ลักษณะเด่นของกระบวนการแอนโนไดเซชัน คือ เป็นกระบวนการหนึ่งที่เกิดพาสซีเวชัน ทำให้เกิดชั้นออกไซด์มาคลุมที่พื้นผิวป้องกันไม่ให้เกิดการสลายของผิวและปล่อยไอออนโลหะออกมาและส่งผลให้โลหะนั้นมีคุณสมบัติความเข้ากันได้ทางชีวภาพที่ดีขึ้น เมื่อเปรียบเทียบระหว่างไททาเนียมที่ไม่ผ่านและผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันที่ฝังในร่างกายแล้ว กล่าวได้ว่าไททาเนียมที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันให้ผลคุณสมบัติความเข้ากันได้ทางชีวภาพสูงกว่าไททาเนียมที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน ดังเช่นการศึกษาในปี 1986 โดย Ohtsuka และคณะ รายงานว่ารากเทียมที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันและฝังในร่างกายหลายปีจะมีอัตราการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและมีส่วนประกอบไททาเนียมที่เนื้อเยื่อใกล้เคียงในปริมาณค่อนข้างสูงเมื่อเปรียบเทียบกับรากเทียมที่ผ่านการแอนโนไดเซชัน อาจอธิบายได้จากสารที่ชั้นแอนโนไดซ์ออกไซด์ที่ไททาเนียมสร้างขึ้นจะทำให้ไททาเนียมมีคุณสมบัติต้านทานต่อการ

สึกกร่อนมากขึ้น²¹ นอกจากนั้นในปี 2003 Afshar และ Vaezi ได้ศึกษาถึงการปรับสภาพผิวไททาเนียมด้วยวิธีแอโนไดเซชันในสารละลายไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 20 โมลาร์ ก่อนที่จะฝังในร่างกายสามารถลดอัตราการสึกกร่อนจากการที่มีชั้นออกไซด์ที่อัดแน่น (compactive layer) และเพิ่มอัตราการหายของกระดูกได้มากกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับไททาเนียมที่ไม่ผ่านการแอโนไดเซชัน⁸ สำหรับไททาเนียมนั้นสามารถสร้างชั้นออกไซด์ขึ้นได้เองเมื่อสัมผัสกับออกซิเจนและบรรยากาศ กระบวนการแอโนไดเซชันจะเป็นการปรับสภาพของชั้นออกไซด์ให้เหมาะสมยิ่งขึ้นในหลายด้านทั้งในด้านความหนาของชั้นออกไซด์ ความขรุขระพื้นผิวชั้นออกไซด์ ส่วนประกอบของชั้นออกไซด์ โครงสร้างผลึกและลักษณะพื้นผิวชั้นออกไซด์^{8,9} โดยปรับเปลี่ยนปัจจัยในขั้นตอนแอโนไดเซชัน อาทิ ความต่างศักย์ ปริมาณกระแสไฟฟ้า ชนิดและความเข้มข้นของสารละลาย ความเป็นกรด - ด่างของสารละลาย รวมทั้ง ระยะเวลา เป็นต้น¹

ปัจจัยที่มักได้รับความสนใจว่าสามารถส่งผลต่อกระบวนการแอโนไดเซชันอย่างไร ได้แก่ องค์ประกอบของสารละลาย (electrolyte) และ ปริมาณกระแสไฟฟ้า/ความต่างศักย์ไฟฟ้า

1. องค์ประกอบของสารละลาย

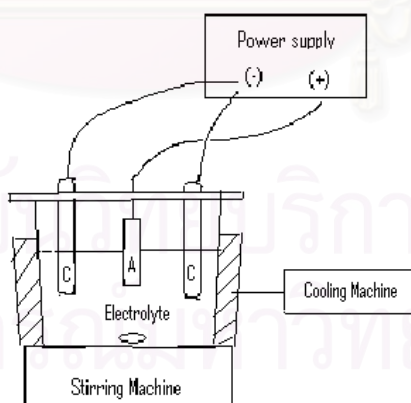
เนื่องจากสารละลายที่ใช้ในกระบวนการแอโนไดเซชันจะส่งผลต่อส่วนประกอบของชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้น ดังนั้นเมื่อเราเลือกใช้สารละลายที่มีส่วนประกอบที่เราต้องการจะทำให้เกิดชั้นออกไซด์ที่มีส่วนประกอบที่ต้องการด้วย เช่น ในปี 2006 Kim และคณะ⁵ ได้ศึกษาการใช้เบต้า-กลีเซอโรฟอสเฟต (β -glycerophosphate) ร่วมกับแคลเซียมอะซิเตต (calcium acetate) เป็นสารละลายในการทำแอโนไดเซชัน พบแคลเซียมฟอสเฟต (calcium phosphate) เคลือบอยู่บนผิวของไททาเนียมซึ่งมีส่วนกระตุ้นให้เกิด osteoblast differentiation และพบว่าความขรุขระของพื้นผิวของชั้นออกไซด์จะเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นของเบต้า-กลีเซอโรฟอสเฟตเพิ่มขึ้น นอกจากนี้มีการศึกษา²² ที่พบว่าชนิดของสารละลายที่ใช้ในกระบวนการแอโนไดเซชันสามารถเพิ่มคุณสมบัติต่อต้านแบคทีเรีย (antibacterial effect) ให้กับพื้นผิวของรากเทียมได้ เช่น เมื่อใช้ไฮดรอกไซด์คลอไรด์ (NaCl) เป็นสารละลายในกระบวนการแอโนไดเซชันแล้วแผ่นไททาเนียมจะกลายเป็นไททาเนียม-คลอไรด์ (Ti-Cl) ซึ่งมีความเป็นพิษต่อเซลล์ต่ำและไททาเนียมไตรคลอไรด์ ($TiCl_3$) ที่สร้างบนไททาเนียม-คลอไรด์นั้นจะกระตุ้นให้เกิด cell extension และ cell growth จากการที่มีการดูดซับของไฟโบรเนกตินมากกว่าเมื่อเทียบกับกับกลุ่มควบคุมที่เป็นไททาเนียมบริสุทธิ์

อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาถึงสภาพความเป็นกรด - ด่างของสารละลายแล้วพบว่าปฏิกิริยาแอโนไดเซชันสามารถเกิดขึ้นได้ทั้งในภาวะความเป็นกรดและด่าง โดยสามารถเลือกใช้สารละลายที่เป็นกรด (acid Anodization) หรือสารละลายที่เป็นด่าง (alkaline Anodization) ก็ได้ อย่างไรก็ตาม

การศึกษาการใช้สารละลายต่างในกระบวนการแอนโนไดเซชันพบได้น้อยเมื่อเทียบกับสารละลายกรดที่ใช้กันอย่างแพร่หลาย งานวิจัยหลายชิ้นได้ศึกษาถึงผลของการทำแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดต่างชนิดกัน^{1,6,12} อย่างไรก็ตามมีงานศึกษาที่รายงานว่าสามารถเพิ่มความต้านทานต่อการสึกกร่อนของไททาเนียมได้เมื่อใช้การปรับสภาพผิวด้วยวิธีแอนโนไดเซชันในสารละลายต่างโซเดียมไฮดรอกไซด์ ผู้วิจัยอธิบายว่าอาจมีสาเหตุมาจากการสร้างชั้นออกไซด์ได้หนาเมื่อผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายต่างที่มีความเข้มข้นสูง⁸ อย่างไรก็ตามยังไม่มีการศึกษาใดที่ให้ความกระจ่างในแง่การเปรียบเทียบผลของสารละลายที่ใช้ในกระบวนการแอนโนไดเซชันที่มีความเป็นกรด - ต่างต่างกันจะส่งผลแตกต่างกันอย่างไรต่อลักษณะและรูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์บนพื้นผิวโลหะไททาเนียม

2. ปริมาณกระแสไฟฟ้า / ความต่างศักย์ไฟฟ้า

กระบวนการแอนโนไดเซชันเป็นกระบวนการทางเคมีไฟฟ้า เมื่อต้องการทำการปรับสภาพพื้นผิวโลหะไททาเนียมด้วยกระบวนการแอนโนไดเซชัน จะมีขั้วบวก (anode) เป็นโลหะไททาเนียม และขั้วลบ (cathode) เป็นแพลตทินัมหรือโลหะอื่นที่มีความเสถียร เช่น สแตนเลส ไททาเนียม²³ โดยขั้วบวกและขั้วลบจะถูกนำไปแช่ในสารละลายที่มีกระแสไฟฟ้าหรือความต่างศักย์ไหลผ่าน ดังรูปที่ 1



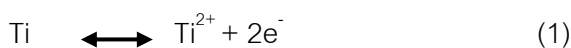
รูปที่ 1 กระบวนการแอนโนไดเซชัน

C: cathode A: anode

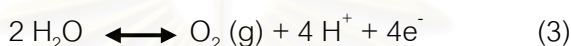
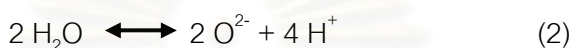
ระหว่างกระบวนการแอนโนไดเซชันนั้น เมื่อผ่านกระแสไฟฟ้าหรือความต่างศักย์เข้าไปในสารละลายและมีการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน - รีดักชัน ทำให้มีการปล่อย

ไอออนของโลหะซึ่งนำไปสู่การสร้างชั้นออกไซด์ที่พื้นผิวของขั้วบวก ปฏิกริยาโดยรวมที่นำไปสู่การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่ขั้วบวก สามารถสรุปได้ตามสมการ (1) – (4)^{1,24}

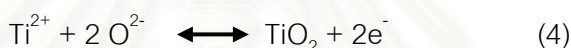
- ที่พื้นผิวที่อยู่ระหว่างไททาเนียมและไททาเนียมออกไซด์



- ที่พื้นผิวที่อยู่ระหว่างไททาเนียมออกไซด์และสารละลาย



- ที่ทั้ง 2 พื้นผิว



กระบวนการออกซิเดชันสามารถทำได้ 2 เทคนิค เทคนิคแรก คือ โปเทนทิโอสแตติก (potentiostatic process) เป็นเทคนิคที่ต้องคงความต่างศักย์ให้คงที่ขณะทำปฏิกิริยา อีกเทคนิคคือ กัลวานอสแตติก (galvanostatic process) ซึ่งต้องคงกระแสไฟฟ้าให้คงที่ขณะทำปฏิกิริยา²⁴ เมื่อผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันแล้วพบว่าชั้นออกไซด์จะมีพื้นผิวที่มีความขรุขระ ทำให้เซลล์ของเนื้อเยื่อมีการแทรกเข้าไปทำให้รากฟันเทียมนั้นและมีการยึดอยู่ที่ดีขึ้น

ในประเด็นของระดับกระแสไฟฟ้า / ความต่างศักย์ไฟฟ้าที่จะให้สภาพของชั้นออกไซด์ที่เหมาะสมนั้น เมื่อให้กระแสไฟฟ้า / ความต่างศักย์สูงถึงระดับที่ชั้นออกไซด์ไม่สามารถต้านทานต่อการไหลของกระแสไฟฟ้าได้จะทำให้มีการเปลี่ยนแปลงของก๊าซ เกิดประกายไฟ และเกิดการสลายตัวของชั้นออกไซด์ (dielectric breakdown) จากนั้นไททาเนียมไอออน (Ti ion) จากพื้นผิวรากเทียมและไฮดรอกซิลไอออน (OH ion) จะมีการเคลื่อนที่มาในทิศทางตรงกันข้ามอย่างรวดเร็ว ก่อให้เกิดการสร้างชั้นไททาเนียมไดออกไซด์อีกครั้ง เรียกเทคนิคนี้ว่า ไมโคร - อาร์ค ออกซิเดชัน (micro-Arc Oxidation, MAO)^{1,15} โดยมีงานศึกษาหลายงานที่กล่าวถึงผลตอบแทนทางชีวภาพที่ดีและอ้างว่าเทคนิคนี้เป็นหนึ่งในวิธีที่ดีที่สุดในการปรับสภาพพื้นผิ্বরากเทียม^{9,15,25} อาทิ เช่น การศึกษาของ Choi และคณะ ในปี 2006 ได้ศึกษาถึงระดับของความต่างศักย์ไฟฟ้าที่จะให้ไททาเนียมไดออกไซด์ที่เหมาะสมโดยได้ทำการทดลองโดยใช้ความต่างศักย์ที่ระดับ 300 – 550 โวลต์ เกิดปฏิกิริยาแบบไมโคร - อาร์ค ออกซิเดชัน เพื่อสร้างไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีความ

แตกต่างกัน พบว่าความหนา ขนาดของรูพรุน และความขรุขระของพื้นผิวชั้นออกไซด์จะแปรผันตามความต่างศักย์ที่ระดับ 300 - 500 โวลต์ แต่ความขรุขระของพื้นผิวจะลดลงเมื่อใช้ความต่างศักย์ 550 โวลต์ ซึ่งเขายังอ้างว่าเมื่อชั้นออกไซด์หนามากกว่า 3 ไมโครเมตร จะไม่ส่งผลต่อการตอบสนองของกระดูกที่สูงขึ้น และอาจทำให้คุณสมบัติทางกลลดลงจากการมีผลกระตุ้นกลุ่มเซลล์อักเสบจึงทำให้ในกลุ่มที่ใช้ 550 โวลต์ มีค่า removal torque ลดลง¹⁵ ในประเด็นเกี่ยวกับความหนาของชั้นออกไซด์ที่มีผลต่อการตอบสนองทางชีวภาพนั้น มีงานวิจัยที่เสนอผลต่างกันไป อาทิเช่น ในปี 2003 Sul เสนองานวิจัยว่าการตอบสนองของกระดูกจะแข็งแรงขึ้นเมื่อชั้นออกไซด์มีความหนามากกว่า 0.6 ไมโครเมตร²⁵ และในปี 2005 นักวิจัยกลุ่มเดิมเสนองานวิจัยที่ทดลองผ่านกระบวนการไมโคร - อาร์ค ออกซิเดชัน และสรุปว่าความหนาของชั้นออกไซด์ที่เหมาะสมอยู่ระหว่าง 1 - 5 ไมโครเมตร⁹

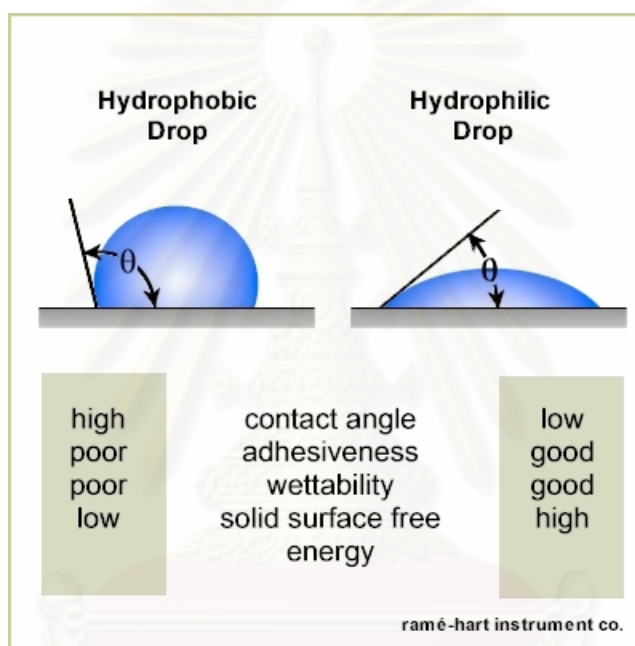
อย่างไรก็ตาม กระบวนการแอนโอดเซชันสามารถสร้างได้แม้ให้กระแสไฟฟ้า / ความต่างศักย์ต่ำกว่าที่ให้ในระดับไมโคร - อาร์ค ออกซิเดชัน^{1,12,26-29} อาทิเช่น ในปี 2007 Das และคณะ ได้ศึกษาการปรับปรุงสภาพผิวไททาเนียมด้วยแอนโอดเซชันในสารละลายกรดต่างชนิดกันที่ความต่างศักย์เพียง 20 โวลต์ พบว่าชั้นออกไซด์ที่ได้มีความหนาระหว่าง 0.2 - 0.4 ไมโครเมตร เป็นพื้นผิวที่ไม่มีรูพรุน (non-porous film) แต่ยังคงความขรุขระในรูปแบบที่ต่างกันตามชนิดของกรดที่ใช้ และลักษณะพื้นผิวของชั้นออกไซด์หลังผ่านกระบวนการแอนโอดเซชันยังให้การยึดติดกับเซลล์และการเพิ่มจำนวนของเซลล์ที่ดีด้วย¹² ดังนั้นเมื่อพิจารณาถึงอันตรายจากการใช้ความต่างศักย์ในระดับสูงและความยากในการเข้าถึงของเครื่องกำเนิดกระแสไฟฟ้าขนาดใหญ่แล้วจึงเป็นสาเหตุให้งานวิจัยนี้เลือกใช้ความต่างศักย์ที่ระดับ 20 โวลต์

ความเข้ากันได้กับของเหลวและรูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์

(Hydrophilicity and crystal structure of titanium oxide)

นอกจากคุณสมบัติทางกายภาพ อาทิเช่น ความขรุขระพื้นผิว พลังงานพื้นผิว และลักษณะของพื้นผิวของชั้นออกไซด์จะมีผลต่อการยึดติดกับเซลล์กระดูกในช่วงแรกของการฝังรากฟันเทียมแล้ว ยังมีอิทธิพลจากคุณสมบัติทางเคมีของพื้นผิวนั้นมาเกี่ยวข้องด้วย เซลล์จะเข้าถึงและยึดติดกับพื้นผิวของไททาเนียมที่มีความเข้ากันได้กับของเหลวดีกว่าพื้นผิวที่เข้ากันไม่ได้กับของเหลว^{6,30,31} ความเข้ากันได้กับของเหลวจะบอกถึงคุณสมบัติ wettability ของวัสดุ^{10,13} ซึ่งแสดงได้ด้วยค่ามุมสัมผัสของของเหลวบนพื้นผิวของแข็ง นอกจากนี้ยังนำค่ามุมสัมผัสไปใช้ประโยชน์ในการนำมาทำนายความเป็นพิษ (cytotoxicity) ของวัสดุได้ด้วย^{32,33}

คุณสมบัติ wettability ของวัสดุได้รับอิทธิพลอย่างมากจากความขรุขระพื้นผิว^{10,34} ซึ่งจะส่งผลต่อมุมมองที่สัมผัสกับสิ่งแวดล้อม โดยค่ามุมสัมผัสยิ่งต่ำก็จะมีคุณสมบัติ wettability ของวัสดุสูง ดังรูปที่ 2 และมีการศึกษาจำนวนมากกล่าวถึงผลของคุณสมบัติ wettability ของวัสดุต่อการเข้ายึดติดของเซลล์^{30,31,35-39} จากการศึกษาของ Yanagisawa และคณะในปี 1989 รายงานว่าเมื่อค่ามุมสัมผัสต่ำ (คุณสมบัติ wettability สูง) จะมีการยึดติดของเซลล์ที่สูงกว่าเมื่อมีค่ามุมสัมผัสสูง (คุณสมบัติ wettability ต่ำ)³⁸



รูปที่ 2 ภาพแสดงความสัมพันธ์ของการเข้ากันได้กับของเหลว

อีกปัจจัยหนึ่งที่ส่งผลต่อมุมสัมผัสของวัสดุ คือ รูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์บนพื้นผิวโลหะไททาเนียม พื้นผิวของโลหะไททาเนียมนั้นสามารถสร้างชั้นออกไซด์ได้ 7 รูปแบบ¹⁰ ได้แก่

1. amorphous oxide
2. cubic titanium oxide (TiO)
3. hexagonal titanium sesquioxide (Ti₂O₃)
4. tetragonal titanium dioxide (TiO₂, anatase)
5. orthorhombic titanium dioxide (TiO₂, brookite)
6. tetragonal titanium dioxide (TiO₂, rutile)
7. nonstoichiometric oxides (Ti_xO_y)

รูปแบบชั้นออกไซด์ของไททาเนียมที่มีความเสถียรที่สุด คือ ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ซึ่งมีอยู่ 3 ชนิดด้วยกัน ได้แก่ อะนาเทส บรูไคท์ และรูไทล์ ซึ่งแต่ละชนิดก็มีโครงสร้างผลึกต่างกัน มีงานวิจัยกล่าวถึงการพบรูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์เมื่อใช้วิธีปรับสภาพผิวไททาเนียมต่างๆกันไป ในปี 1995 Effah และคณะ อ้างว่าเมื่อผ่านกระบวนการพาสลิเวชันโดยแช่ไททาเนียมในสารละลายกรดไนตริก 40% จะสร้างให้เกิดชั้นออกไซด์ที่มีโครงสร้างผลึกออกไซด์หลักเป็นอะนาเทส และ รูไทล์⁴⁰

การปรับสภาพพื้นผิวดังวิธีแอโนไดเซชันสามารถสร้างชั้นออกไซด์ได้หลายรูปแบบเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงปัจจัยในกระบวนการ ดังเช่นที่ Zhu และคณะสรุปในปี 2002 ว่าในการปรับสภาพผิวไททาเนียมโดยกระบวนการแอโนไดเซชันนั้น ความขรุขระของผิว ความเป็นผลึกของชั้นออกไซด์ และส่วนประกอบของชั้นออกไซด์นั้นจะขึ้นกับความต่างศักย์ไฟฟ้า ปริมาณกระแสไฟฟ้า และความเข้มข้นของสารละลาย โดยคณะผู้วิจัยศึกษากระบวนการแอโนไดเซชันไททาเนียมในสารละลายที่เป็นส่วนผสมระหว่างเบต้า - กลีเซอโรฟอสเฟต และแคลเซียมอะซิเตต พบการสร้างโครงสร้างผลึกออกไซด์เป็นส่วนผสมระหว่าง amorphous อะนาเทส และ รูไทล์⁴¹

ในปี 2003 Afshar และ Vaezi ศึกษากระบวนการแอโนไดเซชันโลหะไททาเนียมในสารละลายต่างเข้มข้นพบว่าเมื่อเสร็จสิ้นกระบวนการ จะพบเพียงชั้นออกไซด์ที่แน่นและเป็นเนื้อเดียวกันแต่ไม่พบโครงสร้างผลึกออกไซด์ในรูปแบบไททาเนียมไดออกไซด์ แต่เมื่อให้ความร้อน (heat treatment) ที่ 600 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง พบว่าเกิดการสร้างผลึกออกไซด์เป็นส่วนผสมระหว่างอะนาเทส และ รูไทล์⁴²

นอกจากนี้ยังมีงานวิจัยหลายชิ้นที่กระบวนการแอโนไดเซชันสามารถสร้างชั้นออกไซด์ที่มีโครงสร้างผลึกที่แตกต่างกันไปด้วยการใช้สารละลายกรดหลายชนิด เช่น ในปี 1970 Yaholom และ Zahavi พบเฉพาะผลึกออกไซด์ชนิดอะนาเทสเมื่อผ่านขั้นตอนแอโนไดเซชันที่ใช้กรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ที่ 12.5 mA/cm^2 หรือใช้กรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ ที่ความต่างศักย์ 5 โวลต์⁴² ในปี 1974 Allen และ Alsalim พบเฉพาะผลึกออกไซด์ชนิดรูไทล์เมื่อผ่านขั้นตอนแอโนไดเซชันที่ใช้กรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 0.5 โมลาร์ ที่ 5 - 10 โวลต์⁴³ และในปี 1976 Matthews พบว่าสารละลายที่เป็นกลาง ต่าง และกรดอ่อน จะให้โครงสร้างผลึกอะนาเทส ขณะที่กรดแก่จะให้โครงสร้างผลึกรูไทล์⁴⁴

ปัจจัยอุณหภูมิก็ส่งผลต่อรูปแบบของผลึกออกไซด์ การเปลี่ยนอุณหภูมิจึงสามารถทำให้เกิดการเปลี่ยนของรูปแบบของโครงสร้างผลึกออกไซด์ได้ ในปี 2007 Gemelli และคณะ⁴⁵ รายงานผลการทดลองถึงอุณหภูมิที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนรูปแบบของโครงสร้างโดยชั้นออกไซด์จะอยู่ใน

รูปแบบอะนาเทสเมื่ออยู่ในอุณหภูมิ 276 – 457°C อยู่ในรูปแบบรูไทล์เมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 718°C และเป็นส่วนผสมของทั้งอะนาเทสและรูไทล์เมื่ออยู่ในอุณหภูมิ 457 - 718°C

เมื่อกล่าวถึงความสัมพันธ์ระหว่างคุณสมบัติ wettability ของวัสดุและชนิดของโครงสร้างผลึกแล้ว การศึกษาที่ผ่านมายังให้ข้อสรุปที่ไม่ชัดเจน โดยในปี 2001 การศึกษาของ Lim และคณะ¹⁰ ทำการปรับสภาพผิวหลายวิธีในคอมเมอร์เชียลลิย์เพียวไททาเนียม Ti-4Al-6 และ TiNi ผลการทดลองพบชั้นไททาเนียมไดออกไซด์ และเมื่อไม่คำนึงถึงชนิดของไททาเนียมและวิธีปรับสภาพผิว คณะผู้ศึกษาสรุปว่า เมื่อโครงสร้างผลึกออกไซด์เป็นรูปแบบรูไทล์เพียงอย่างเดียวจะทำให้พื้นผิวนั้นมีคุณสมบัติเข้ากันไม่ได้กับของเหลว ซึ่งตรงกับความเห็นของ Guillemot และคณะที่เสนอในปี 2002² ขณะที่ถ้าโครงสร้างผลึกออกไซด์เป็นส่วนผสมระหว่างรูไทล์ และอะนาเทสจะทำให้มีคุณสมบัติเข้ากันได้ดีกับของเหลว ซึ่งสอดคล้องกับความเห็นของ Sul และคณะในปี 2005⁹

อย่างไรก็ตามความพยายามที่จะพัฒนาคุณสมบัติความเข้ากันได้ดีกับของเหลวของพื้นผิววัสดุมีอยู่อย่างแพร่หลายไม่เฉพาะแต่ในแวดวงสาธารณสุขเท่านั้น ในปัจจุบันวงการอุตสาหกรรมก็มีความพยายามที่จะพัฒนาสภาพพื้นผิวให้มีความเข้ากันได้ดีกับของเหลว หรือไม่ให้เข้ากันได้ดีกับของเหลวด้วยเช่นกัน การใช้ประโยชน์จากผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์รูปแบบอะนาเทสเป็นตัวทำให้พื้นผิวเข้ากันกับของเหลวได้มากขึ้นโดยใช้แสงเป็นตัวกระตุ้น (photocatalytic hydrophilicity)^{2,11,30,31} คุณสมบัติเข้ากันได้ดีกับของเหลวของอะนาเทสนั้นถูกรายงานเป็นครั้งแรกโดย Wang และคณะในปี 1997 แสดงการเปลี่ยนแปลงของค่ามุมสัมผัสเป็น 0° หรือเรียกว่า super - hydrophilicity คือ พื้นผิวนั้นเข้ากันได้ดีกับของเหลวอย่างสมบูรณ์เมื่อพื้นผิวปกคลุมด้วยชั้นออกไซด์ที่เป็นผลึกอะนาเทส 100% แล้วให้พื้นผิวนั้นสัมผัสแสงอัลตราไวโอเล็ต แสงอัลตราไวโอเล็ตนั้นจะทำให้เกิดตำแหน่งว่างของออกซิเจนที่ผิวชั้นออกไซด์นั้น มีผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงจาก Ti⁴⁺ เป็น Ti³⁺ ซึ่งมีคุณสมบัติในการดูดซับน้ำได้ดีกว่า¹¹ และคุณสมบัติดังกล่าวนี้จะคงอยู่เป็นเวลานานแม้ว่าจะหยุดการให้พื้นผิวสัมผัสแสงอัลตราไวโอเล็ตแล้วก็ตาม³⁰ ซึ่งคุณสมบัติความเข้ากันได้ดีกับของเหลวที่คงอยู่เป็นเวลานานนี้จะส่งผลดีต่อการยึดติดระหว่างรากเทียมกับเซลล์

โดยสรุปแล้วกระบวนการแอนโนไดเซชันเป็นวิธีหนึ่งในการปรับสภาพพื้นผิวชั้นออกไซด์ของโลหะไททาเนียม สามารถสร้างชั้นออกไซด์ให้มีคุณสมบัติที่ต้องการได้จากการปรับเปลี่ยนปัจจัยที่ใช้ในกระบวนการ คุณสมบัติความเข้ากันได้ดีกับของเหลวของชั้นออกไซด์จะทำให้มีการดูดซับกับโปรตีนในร่างกายได้ดีและทำให้มีการสร้างกระดูกได้ดีด้วย ในปัจจุบันยังไม่พบงานศึกษาใดที่เสนอข้อเปรียบเทียบระหว่างสารละลายที่ใช้ในกระบวนการแอนโนไดเซชันที่มีค่าความเป็นกรด -

ต่างที่แตกต่างกันนั้นส่งผลต่อคุณสมบัติของชั้นออกไซด์ในแง่ของความขรุขระของพื้นผิว ความเข้ากันได้กับของเหลว และรูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์แตกต่างกันอย่างไร การศึกษานี้จึงทำเพื่อเปรียบเทียบความขรุขระของพื้นผิว ความเข้ากันได้กับของเหลว และรูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวโลหะไททาเนียมที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับสภาพพื้นผิวด้วยวิธีแอนโนไดเซชันเมื่อใช้ชนิดของสารละลายที่มีความเป็นกรด - ต่างต่างกัน 3 ชนิด



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

1. วัสดุที่ใช้ในการวิจัย

- 1.1. คอมเมอร์เชียลลีสึฟเพียวไททาเนียม เกรด 2 (Commercially pure titanium grade 2, บริษัทนาโนซีลด์, ประเทศไทย)
- 1.2. กระดาษทรายน้ำเบอร์ 600 ถึง 2000
- 1.3. ผงขัดเพชร (Diamond paste) ขนาด 6, 3 และ 1 ไมโครเมตร
- 1.4. สารละลายอะซิโตน
- 1.5. สารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก 1%
- 1.6. สารละลายโซเดียมฟลูออไรด์ ความเข้มข้น 1 โมลาร์ (1M NaF)
- 1.7. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1 โมลาร์ (1M NaOH)
- 1.8. สารละลายกรดฟอสฟอริก ความเข้มข้น 1 โมลาร์ (1M H₃PO₄)
- 1.9. น้ำกลั่น

2. อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

- 2.1. เครื่องขัดผิววัสดุ (DPS 3200, IMPTECH, แอฟริกาใต้)
- 2.2. เครื่องอัลตราโซนิก
- 2.3. เครื่องกำเนิดกระแสไฟฟ้า
- 2.4. เครื่องโปรไฟล์มิเตอร์ (Talyscan 150, อังกฤษ)
- 2.5. เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (D8 Discover, BRUKER-axs, เยอรมัน)
- 2.6. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (JSM-6480LV, JEOL, Eching b. München, เยอรมัน)
- 2.7. คอนแทกแองเกิลมิเตอร์ (CA-A , Face, Kyowa Interface Science CO.,LTD, ญี่ปุ่น)

วิธีการวิจัย

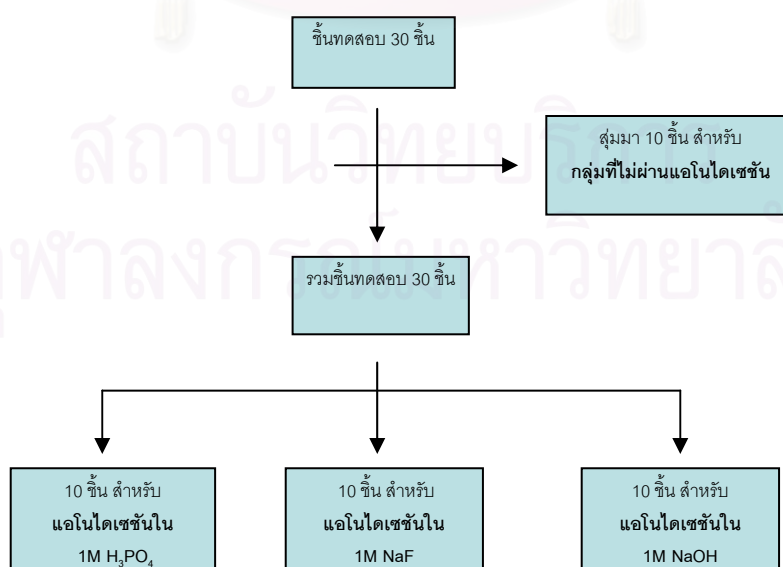
1. วิธีการเตรียมชิ้นตัวอย่าง

ชิ้นทดสอบขนาด 10 x 15 x 1.5 มม.³ เตรียมจากโลหะคอมเมอร์เชียลลีสึฟเพียวไททาเนียม เกรด 2 (บริษัทนาโนซีลด์, ประเทศไทย) จำนวนทั้งสิ้น 30 ชิ้น หลังจากเตรียมชิ้นทดสอบให้ได้ขนาด

ที่ต้องการแล้วจึงขัดด้วยเครื่องขัดผิววัสดุ (DPS 3200, IMPTECH, แอฟริกาใต้) โดยใช้กระดาษทรายน้ำตั้งแต่เบอร์ 600 ถึง 2000 และสิ้นสุดด้วยการขัดด้วยผงขัดเพชรขนาด 6, 3 และ 1 ไมโครเมตร ตามลำดับ (รูปที่ 4) แล้วทำความสะอาดด้วยเครื่องอัลตราโซนิกในสารละลายอะซิโตนเป็นเวลา 5 นาที (รูปที่ 5) และล้างด้วยน้ำกลั่น ชั้นทดสอบทั้งหมดจะถูกนำไปแช่ในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก 1% นาน 1 นาที เพื่อกำจัดชั้นออกไซด์และสิ่งปนเปื้อนที่ตกค้าง จากนั้นนำไปวัดค่าความขรุขระของพื้นผิวด้วยเครื่องโปรไฟล์มิเตอร์ (Talyscan 150, อังกฤษ) และสุ่มเลือกชั้นทดสอบจำนวน 10 ชั้นเพื่อเป็นตัวแทนของโลหะไททาเนียมที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน จากนั้นนำชั้นทดสอบทั้งหมดมารวมกันอีกครั้งแล้วแบ่งกลุ่มชั้นทดสอบทั้ง 30 ชั้น เป็น 3 กลุ่ม กลุ่มละ 10 ชั้น เพื่อทำการปรับสภาพผิวด้วยกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่มีความเป็นกรด - ต่างต่างกัน 3 ชนิด ดังนี้

- กลุ่มที่ 1 : สำหรับการปรับสภาพผิวด้วยกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริก ความเข้มข้น 1 โมลาร์ (pH 0.4) จำนวน 10 ชั้น
- กลุ่มที่ 2 : สำหรับการปรับสภาพผิวด้วยกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมฟลูออไรด์ ความเข้มข้น 1 โมลาร์ (pH 8) จำนวน 10 ชั้น
- กลุ่มที่ 3 : สำหรับการปรับสภาพผิวด้วยกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1 โมลาร์ (pH 13) จำนวน 10 ชั้น

สรุปกลุ่มของชั้นทดสอบทั้งหมด แสดงตามรูปที่ 3



รูปที่ 3 แผนผังแสดงการแบ่งกลุ่มชั้นทดสอบ



รูปที่ 4 เครื่องขัดผิววัสดุ (DPS 3200, IMPTECH, แอฟริกาใต้)

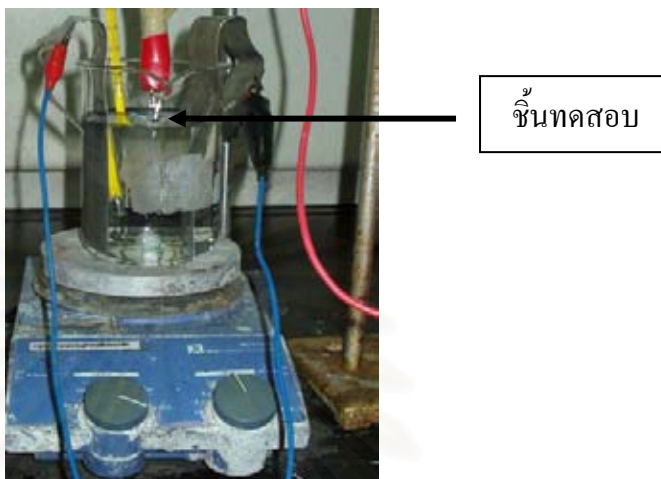


รูปที่ 5 การทำความสะอาดด้วยเครื่องอัลตราโซนิกในสารละลายอะซีโตน 5 นาที

2. กระบวนการแอนโนไดเซชันและการวัดความขรุขระพื้นผิว

ชิ้นทดสอบทั้ง 3 กลุ่ม กลุ่มละ 10 ชิ้นถูกนำไปผ่านการปรับสภาพพื้นผิวด้วยวิธีแอนโนไดเซชันในสารละลายที่แตกต่างกัน 3 ชนิด ได้แก่ สารละลายกรดฟอสฟอริก โซเดียมฟลูออไรด์ และโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1 โมลาร์ โดยใช้เทคนิคโพเทนทิโอสแตติก (potentiostatic) ความต่างศักย์คงที่ที่ระดับ 20 โวลต์ เป็นเวลา 15 นาที ดังรูปที่ 6 เมื่อเสร็จสิ้นขั้นตอน นำชิ้นทดสอบล้างด้วยน้ำกลั่นและเป่าให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำชิ้นทดสอบทุกกลุ่มมาวัดความขรุขระของพื้นผิวหลังผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันด้วยเครื่องโปรไฟล์มิเตอร์ (Talyscan 150,

อังกฤษ) โดยใช้เทคนิคหัวเข็ม ระยะในการวัด 7 มม. ใช้ Gaussian Filter 0.25 มม. ดังรูปที่ 7 (ก, ข) ค่าความขรุขระพื้นผิวที่วัดได้จะรายงานผลด้วยค่า Ra (average roughness)



รูปที่ 6 การปรับสภาพพื้นผิวด้วยวิธีแอโนไดเซชันในสารละลายที่แตกต่างกัน 3 ชนิด



รูปที่ 7 ภาพแสดงการหาค่าความขรุขระพื้นผิว

ก. เครื่องโปรไฟโลมิเตอร์ ข. วัดความขรุขระของพื้นผิวด้วยเทคนิคหัวเข็ม

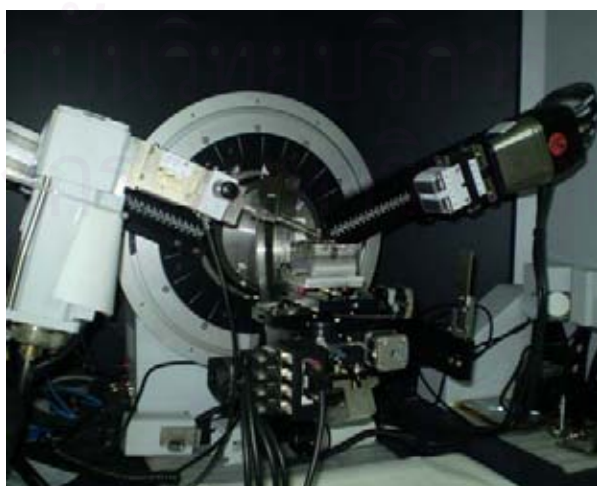
3. การวิเคราะห์ความเข้ากันได้กับของเหลวของชั้นออกไซด์ด้วยการวัดค่ามุมสัมผัส ตัวแทนชิ้นทดสอบทั้งที่ไม่ผ่านและผ่านกระบวนการแอโนไดเซชันในสารละลายที่แตกต่างกันทั้ง 3 ชนิด กลุ่มละ 5 ชิ้น ถูกนำมาวัดค่ามุมสัมผัสด้วยคอนแทกแองเกิลมิเตอร์ (CA-A, Face, Kyowa Interface Science CO., LTD, ญี่ปุ่น) โดยใช้น้ำกลั่น ชิ้นทดสอบละ 2 หยด ดังรูปที่ 8 (ก, ข)



รูปที่ 8 ภาพแสดงการหาค่ามุมสัมพัทธ์
ก. คอนแทกแองเกิลมิเตอร์ ข. วัดค่ามุมสัมพัทธ์โดยการใช้ น้ำกลั่น

4. การวิเคราะห์รูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X-Ray Diffraction, XRD)

ตัวแทนชั้นทดสอบที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่แตกต่างกันทั้ง 3 ชนิด กลุ่มละ 1 ชั้น มาวิเคราะห์รูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (D8 Discover, BRUKER-axs, เยอรมัน) ด้วยเทคนิคเกรซิงอินซิเดนซ์ดิฟแฟรกชัน (Grazing incidence diffraction, GID) ที่มุมคงที่ 3 องศา เพื่อให้มุมของรังสีเอกซ์กระทบพื้นผิวของชั้นออกไซด์ให้มากที่สุด ระยะตั้งแต่ 20 - 80 องศา ดังรูปที่ 9



รูปที่ 9 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (D8 Discover, BRUKER-axs, เยอรมัน)

5. การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

ตัวแทนชิ้นทดสอบที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน และกลุ่มที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่ต่างกันทั้ง 3 ชนิด กลุ่มละ 1 ชิ้น มาส่องตรวจดูลักษณะของพื้นผิวของโลหะไททาเนียมด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ขยาย 30,000 เท่า ที่ 20 KV (JSM-6480LV, JEOL, Eching b. München, เยอรมัน) ดังรูปที่ 10



รูปที่ 10 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ขยาย 30,000 เท่าที่ 20 KV (JSM-6480LV, JEOL, Eching b. München, เยอรมัน)

การเก็บรวบรวมและวิเคราะห์ข้อมูล

นำผลค่าความขรุขระพื้นผิวและค่ามุมสัมผัสของชิ้นทดสอบที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับสภาพพื้นผิวโดยกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่มีความเป็นกรด - ต่างต่างกัน 3 ชนิดมาเปรียบเทียบทางสถิติด้วยการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางเดียว (One-way ANOVA) โดยเปรียบเทียบเชิงซ้อนแบบแทมเฮน (Tamhane multiple comparison) สำหรับค่าความขรุขระพื้นผิว และแบบบอนเฟอโรน (Bonferroni multiple comparison) สำหรับค่ามุมสัมผัส ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ($\alpha = 0.05$) รวมทั้งสังเกตลักษณะของชั้นออกไซด์ และรูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นในแต่ละกลุ่มทดลอง

บทที่ 4

ผลการวิเคราะห์ข้อมูล

ผลค่าความขรุขระพื้นผิว

เมื่อวัดค่าความขรุขระพื้นผิวโลหะไททาเนียมก่อนและหลังการปรับสภาพพื้นผิวด้วยกระบวนการแอนโนไดเซชันด้วยเครื่องโปรไฟโลมิเตอร์ และรายงานผลเป็นค่า Ra ดังแสดงในตารางที่ 1 พบว่าความขรุขระพื้นผิวของโลหะไททาเนียมก่อนผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันของชั้นทดสอบทั้ง 3 กลุ่ม (30 ชั้น) มีความแตกต่างกันไม่มีนัยสำคัญทางสถิติ และเมื่อผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันแล้วพบว่ากลุ่มโลหะไททาเนียมที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมฟลูออไรด์มีความขรุขระพื้นผิวต่ำสุด รองลงมาคือ กรดฟอสฟอริก โซเดียมไฮดรอกไซด์ ขณะที่กลุ่มโลหะไททาเนียมที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันจะมีความขรุขระพื้นผิวมากที่สุด

ตารางที่ 1 ค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Mean \pm Standard deviation) ของความขรุขระพื้นผิวของโลหะไททาเนียมที่ไม่ผ่านและผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริก โซเดียมฟลูออไรด์ และโซเดียมไฮดรอกไซด์

ชั้นทดสอบ	ความขรุขระพื้นผิว (μm)
ไม่ผ่านแอนโนไดเซชัน (n = 10)	0.103 \pm 0.005
กรดฟอสฟอริก (n = 10)	0.100 \pm 0.013
โซเดียมฟลูออไรด์ (n = 10)	0.078 \pm 0.014 *
โซเดียมไฮดรอกไซด์ (n = 10)	0.101 \pm 0.014

* มีความแตกต่างทางสถิติอย่างมีนัยสำคัญ ($p < 0.05$)

เมื่อเปรียบเทียบความแตกต่างระหว่างกลุ่มด้วยการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางเดียว และเปรียบเทียบเชิงซ้อนแบบแทมเฮน พบว่าความขรุขระพื้นผิวของโลหะไททาเนียมหลังผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในกลุ่มที่ใช้โซเดียมฟลูออไรด์เป็นสารละลายจะมีค่าน้อยกว่ากลุ่มที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน กลุ่มที่ใช้กรดฟอสฟอริก และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นสารละลายในกระบวนการแอนโนไดเซชันอย่างมีนัยสำคัญ ($p < 0.05$) ขณะที่พบว่ากลุ่มที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน กลุ่มที่ใช้กรดฟอสฟอริก และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นสารละลายในกระบวนการแอนโนไดเซชันนั้นมีค่าความขรุขระพื้นผิวแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญ



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

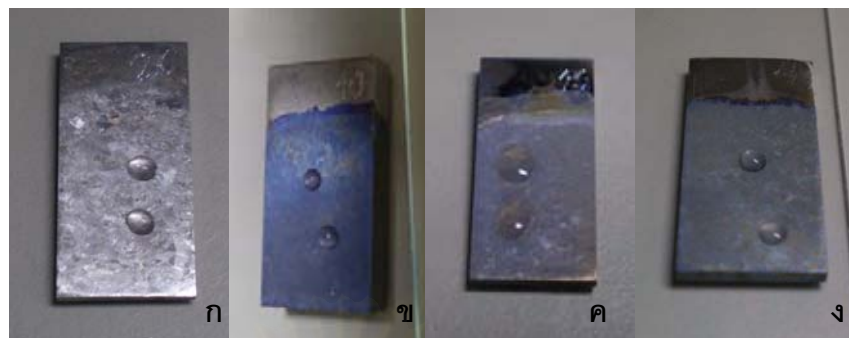
ผลการวิเคราะห์ความเข้ากันได้กับของเหลวของชั้นออกไซด์ด้วยการวัดค่ามูมสัมพัทธ์

ตัวแทนชั้นทดสอบทุกกลุ่มเมื่อถูกนำมาวัดค่ามูมสัมพัทธ์พบว่าโลหะไททาเนียมที่ผ่านแอนโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมฟลูออไรด์มีค่ามูมสัมพัทธ์ต่ำที่สุด รองลงมาคือ โลหะไททาเนียมที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน โลหะไททาเนียมที่ผ่านแอนโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และโลหะไททาเนียมที่ผ่านแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริกให้ค่ามูมสัมพัทธ์สูงสุด ดังตารางที่ 2 และรูป 11

ตารางที่ 2 ค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Mean \pm SD) ของค่ามูมสัมพัทธ์ของโลหะไททาเนียมที่ไม่ผ่านและผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริก โซเดียมฟลูออไรด์ และโซเดียมไฮดรอกไซด์

ชั้นทดสอบ	ค่ามูมสัมพัทธ์ (Mean \pm SD)
ไม่ผ่านแอนโนไดเซชัน (n = 5)	60.3 \pm 2.83
กรดฟอสฟอริก (n = 5)	74.35 \pm 4.88
โซเดียมฟลูออไรด์ (n = 5)	16.75 \pm 3.24 *
โซเดียมไฮดรอกไซด์ (n = 5)	66.8 \pm 4.71

* มีความแตกต่างทางสถิติอย่างมีนัยสำคัญ (p < 0.05)

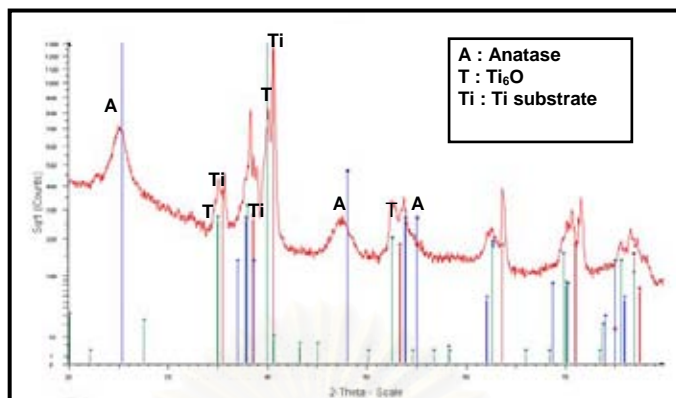


รูปที่ 11 **รูปแสดงลักษณะหยดน้ำกลั่นในการวัดค่ามอดุลัมสัมพัทธ์**
ก. โลหะไททาเนียมที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน
ข,ค,ง. โลหะไททาเนียมที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายกรด
ฟอสฟอริก โซเดียมฟลูออไรด์ และโซเดียมไฮดรอกไซด์ ตามลำดับ

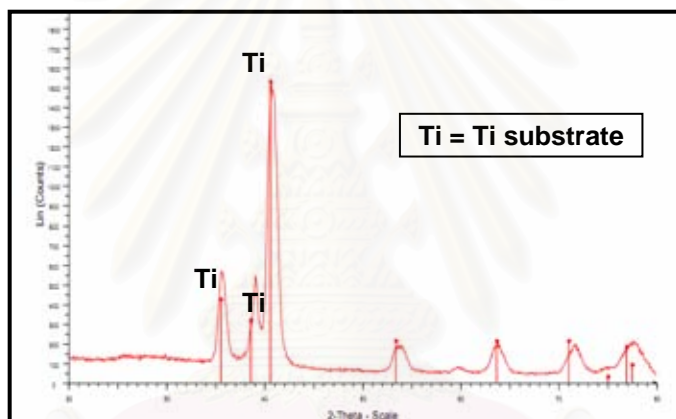
เมื่อเปรียบเทียบความแตกต่างระหว่างกลุ่มด้วยการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางเดียว และเปรียบเทียบเชิงซ้อนแบบอนเพอร์โรเน พบว่าค่ามอดุลัมสัมพัทธ์หลังผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน ในกลุ่มที่ใช้โซเดียมฟลูออไรด์เป็นสารละลายจะมีค่าน้อยกว่ากลุ่มที่ใช้สารละลายเป็นโซเดียมไฮดรอกไซด์ กรดฟอสฟอริก และกลุ่มที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันอย่างมีนัยสำคัญ ($p < 0.05$) กลุ่มที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นสารละลายจะให้ค่ามอดุลัมสัมพัทธ์แตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญกับ กลุ่มที่ใช้สารละลายกรดฟอสฟอริก และกลุ่มที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน ขณะที่พบความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญระหว่างกลุ่มที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันและกลุ่มที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริก ($p < 0.05$)

ผลการวิเคราะห์รูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน

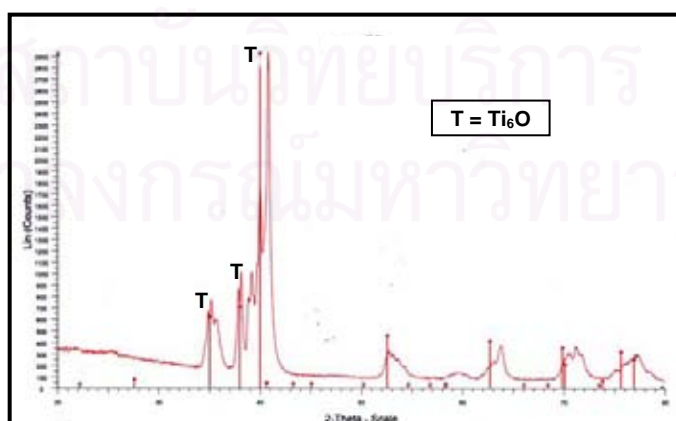
พบว่ามีเพียงชั้นทดสอบโลหะไททาเนียมกลุ่มที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันที่ใช้สารละลายโซเดียมฟลูออไรด์เท่านั้นที่ให้ชั้นออกไซด์ที่โครงสร้างผลึกไททาเนียมไดออกไซด์รูปแบบอะนาเทส (รูปที่ 12) ในขณะที่กลุ่มที่ใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และกรดฟอสฟอริกเป็นสารละลายในกระบวนการแอนโนไดเซชันไม่สามารถตรวจพบโครงสร้างผลึกออกไซด์เป็นไททาเนียมไดออกไซด์ไม่ว่ารูปแบบใดก็ตาม ดังรูปที่ 13, 14



รูปที่ 12 XRD pattern ของชั้นทดสอบที่ผ่านแอนโนไดเซชันในสารละลายไฮเดียมฟลูออไรด์ (JCPDS Card No.512673d-G03)



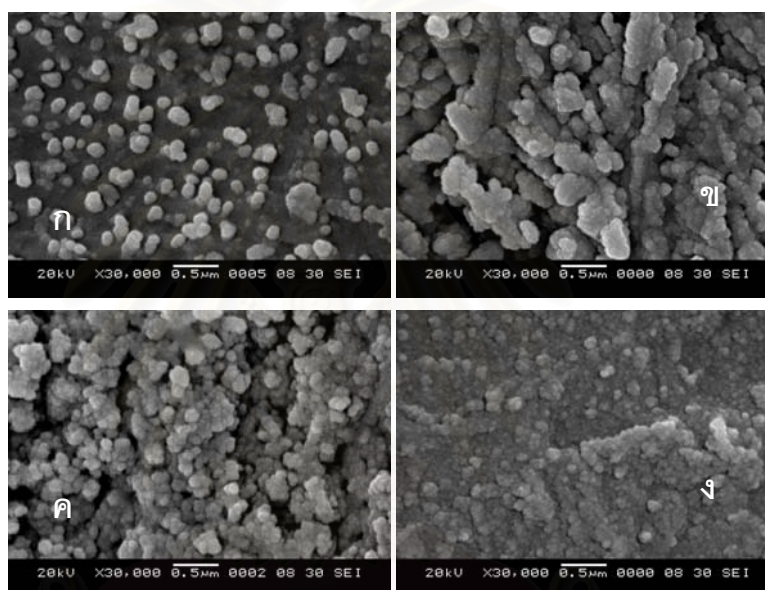
รูปที่ 13 XRD pattern ของชั้นทดสอบที่ผ่านแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริก (JCPDS Card No.513920-3)



รูปที่ 14 XRD pattern ของชั้นทดสอบที่ผ่านแอนโนไดเซชันในสารละลายไฮเดียมไฮดรอกไซด์ (JCPDS Card No.513021-1)

ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

กลุ่มชั้นทดสอบโลหะไททาเนียมที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันและกลุ่มที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่แตกต่างกัน 3 ชนิด ถูกนำไปส่องตรวจลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จากรูปที่ 15 จะเห็นได้ว่าสภาพของพื้นผิวของโลหะไททาเนียมเมื่อผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันจะเกิดลักษณะของชั้นออกไซด์เกาะหนาแน่นมากกว่าก่อนผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันซึ่งแตกต่างกันไปตามสารละลายที่ใช้



รูปที่ 15 ภาพ SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวชั้นทดสอบโลหะไททาเนียม ก. ไม่ผ่านแอนโนไดเซชัน ข,ค,ง. ผ่านแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริก โซเดียมฟลูออไรด์ และโซเดียมไฮดรอกไซด์ ตามลำดับ

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 5

อภิปรายผล สรุปผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ

อภิปรายวิธีการทดลอง

ตัวแปรควบคุมในทุกขั้นตอนของงานวิจัยนี้ ได้แก่ ขั้นตอนการเตรียมชิ้นทดสอบ ขั้นตอนการเตรียมความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้ในกระบวนการแอโนไดเซชันทั้ง 3 ชนิด ความต่างศักย์ และระยะเวลาที่ใช้ในกระบวนการแอโนไดเซชัน ขั้นตอนการวัดค่าความขรุขระพื้นผิว ขั้นตอนการวัดค่ามุมสัมผัส ขั้นตอนการวิเคราะห์รูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์ และขั้นตอนการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค ล้วนได้รับการควบคุมให้เหมือนกันในทุกกลุ่มทดลอง มีความพยายามที่จะลดความคลาดเคลื่อนให้มากที่สุด อาทิเช่น การวัดค่าความขรุขระพื้นผิวนั้นได้รับการวัดในเวลาประมาณ 24.00 น. เพื่อลดปัญหาการสั่นสะเทือนในบริเวณที่ใช้งานและเพื่อให้ความคมอุณหภูมิให้คงที่ได้ เป็นต้น ผลงานวิจัยรายงานให้เห็นถึงค่า Standard deviation ในระดับต่ำและใกล้เคียงกันในทุกกลุ่มทดลองแสดงให้เห็นถึงความน่าเชื่อถือของข้อมูล

อย่างไรก็ตามงานวิจัยนี้ยังสามารถพัฒนาต่อได้ อาทิเช่น เมื่อคณะทันตแพทยศาสตร์มีเครื่องกำเนิดกระแสไฟฟ้าก็จะสามารถสร้างกระบวนการแอโนไดเซชันที่คณะได้เลย ซึ่งจะยิ่งช่วยลดความคลาดเคลื่อนของการทดลอง นอกจากนี้การวัดความขรุขระพื้นผิวของชั้นออกไซด์ด้วยเครื่องโปรไฟล์มิเตอร์อาจเปลี่ยนมาเป็นการวัดด้วยระบบเลเซอร์ ซึ่งลดการขูดขีดบนชั้นออกไซด์ได้ และทำการวิเคราะห์ความขรุขระพื้นผิวด้วยเครื่อง Atomic Force Microscopy (AFM) เพิ่มเติมเพื่อวัดความขรุขระพื้นผิวที่มีความละเอียดในระดับนาโนเมตร

อภิปรายผลการวิจัย

มีงานวิจัยที่ศึกษาถึงอิทธิพลของความต่างศักย์ในการทำแอโนไดเซชัน โดยให้ระดับความต่างศักย์ไฟฟ้าที่สูงจนทำให้เกิดปฏิกิริยาที่เรียกว่า ไมโคร - อาร์ค ออกซิเดชัน ผลการศึกษาพบว่าความต่างศักย์สูงจะทำให้เกิดความขรุขระพื้นผิวสูง^{15,46} แต่ในการวิจัยนี้เนื่องจากข้อจำกัดของอุปกรณ์จึงศึกษาการทำแอโนไดเซชันที่ใช้ระดับความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำ คือ 20 โวลต์ อย่างไรก็ตาม ดีในอดีตมีงานวิจัยที่ศึกษากระบวนการแอโนไดเซชันโดยใช้ความต่างศักย์ประมาณ 20 โวลต์ และสามารถเกิดพื้นผิวแอโนไดซ์ได้ ซึ่งงานวิจัยแต่ละชิ้นก็มีความแตกต่างกันในการปรับใช้ปัจจัยต่างๆ ในการทำแอโนไดเซชัน เช่น เวลา ชนิดสารละลาย^{12,26,27}

การวิจัยนี้มุ่งเน้นความสนใจที่ชนิดของสารละลายที่ใช้ในกระบวนการแอนโนไดเซชันที่มี
ความเป็นกรด - ต่างแตกต่างกันว่าจะส่งผลอย่างไรต่อความขรุขระของพื้นผิว ชนิดและลักษณะ
ของโครงสร้างผลึกออกไซด์ และความเข้ากันได้กับของเหลวของพื้นผิวโลหะไททาเนียม โดย
งานวิจัยนี้เลือกสารละลาย 3 ชนิด คือ กรดฟอสฟอริก โซเดียมฟลูออไรด์ และโซเดียมไฮดรอกไซด์
ซึ่งเป็นตัวแทนสารละลายที่เป็นกรด กลาง และด่างตามลำดับ

อภิปรายความสัมพันธ์ระหว่างความเป็นกรด - ด่างของสารละลายที่ใช้ใน กระบวนการแอนโนไดเซชันกับความขรุขระพื้นผิวของโลหะไททาเนียม

ในปัจจุบันไม่ค่อยพบงานที่ศึกษาเปรียบเทียบระหว่างการทำแอนโนไดเซชันในสารละลายที่
เป็นกลางกับสารละลายที่เป็นกรดและด่าง ส่วนการทดลองนี้พบว่าการทำแอนโนไดเซชันใน
สารละลายที่เป็นกรดและด่างจะทำให้เกิดความขรุขระของพื้นผิวของโลหะไททาเนียมมากกว่า
สารละลายที่เป็นกลางอย่างมีนัยสำคัญ ขณะที่มีการทดลองที่เปรียบเทียบความขรุขระพื้นผิวของ
โลหะไททาเนียมเมื่อผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดและด่าง โดยในปี 2005 Boon
และคณะได้กล่าวอ้างว่า การทำแอนโนไดเซชันในสารละลายด่างจะทำให้เกิดความขรุขระพื้นผิวมากกว่า
กรด⁴⁷ แต่ในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยพบว่าการทำแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดและด่างให้ความขรุขระ
พื้นผิวแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญ สาเหตุที่ผลการวิจัยออกมาแตกต่างกันอาจเนื่องมาจากการ
ใช้ปัจจัยต่างๆในขั้นตอนแอนโนไดเซชันที่แตกต่างกัน คือ ความเข้มข้นของสารละลาย ชนิดของ
สารละลาย ปริมาณความต่างศักย์ และ ระยะเวลา

อภิปรายความสัมพันธ์ระหว่างความเป็นกรด - ด่างของสารละลายที่ใช้ใน กระบวนการแอนโนไดเซชันกับลักษณะและรูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์

อย่างที่ได้อ้างไว้ตอนต้นแล้วว่ารูปแบบของชั้นออกไซด์ของไททาเนียมที่มีความเสถียรที่สุด
คือ ไททาเนียมไดออกไซด์ มี 3 รูปแบบ คือ อะนาเทส บรูไคท์ และรูไทล์ ซึ่งแต่ละรูปแบบก็มีลักษณะ
โครงสร้างผลึกและคุณสมบัติต่างกัน กระบวนการแอนโนไดเซชันสามารถสร้างผลึกของไททาเนียมได
ออกไซด์ได้หลายรูปแบบขึ้นกับการที่ปรับเปลี่ยนปัจจัยต่างๆ

งานศึกษาหลายชิ้นอ้างถึงผลที่น่าพอใจเมื่อใช้สารละลายกรดในกระบวนการแอนโนไดเซชัน^{1,6,12}
อาทิเช่น ในปี 2007 Das และคณะ¹² อ้างว่าสามารถเพิ่มความขรุขระของพื้นผิวเมื่อใช้สารละลาย
กรดที่แตกต่างกัน 3 ชนิดในกระบวนการแอนโนไดเซชัน ได้แก่ กรดซัลฟิวริก กรดฟอสฟอริก และ กรด
ไฮโดรฟลูออริก ซึ่งการทำแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริกได้แสดงให้เห็นถึงการยึดเกาะ
ของเซลล์ออสติโอเบลาสบนผิวโลหะไททาเนียมได้ดีจึงเป็นสาเหตุที่ทำให้งานวิจัยนี้เลือกกรด

ฟอสฟอริกเป็นตัวแทนของสารละลายกรดโดยใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าเท่ากันกับการศึกษาของ Das และคณะ คือ 20 โวลต์ แต่แตกต่างกันตรงระยะเวลาที่ใช้ งานวิจัยนี้เนื่องจากมีข้อจำกัดของอุปกรณ์กำเนิดไฟฟ้าจึงใช้เวลาในกระบวนการแอโนไดเซชันนาน 15 นาที สำหรับโครงสร้างชั้นออกไซด์ที่ได้จะพบไททาเนียมไดออกไซด์รูปแบบอะนาเทสในกลุ่มที่ใช้โซเดียมฟลูออไรด์เป็นสารละลายเท่านั้น ในขณะที่ Das และคณะใช้ระยะเวลา 1 ชั่วโมง และชั้นออกไซด์ที่ได้เป็นไททาเนียมไดออกไซด์รูปแบบอะนาเทสปกคลุมทั่วทั้งชั้นทดสอบทุกกลุ่ม Das และคณะสรุปไว้ว่าจะเกิดเช่นนี้ได้เมื่อให้เวลาในกระบวนการแอโนไดเซชันมากกว่า 1 ชั่วโมงขึ้นไป งานวิจัยนี้และงานของ Das และคณะต่างพบว่าชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นไม่มีรูพรุนเหมือนกัน

ในส่วนของสารละลายต่างนั้นงานวิจัยนี้ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นสารละลายในกระบวนการแอโนไดเซชัน ผลการทดลองพบว่าให้ชั้นแอโนไดซ์ออกไซด์ที่อัดแน่น (compact) และมีความเป็นรูพรุนต่ำ (low porosity) ซึ่งใกล้เคียงกับงานวิจัยของ Afshar และ Vaezi⁸ ที่ใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์โดยใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำ และใช้เวลาสั้นเหมือนกันเมื่อไม่มีการให้ความร้อนร่วมด้วย แต่เมื่อให้ความร้อนภายหลังกระบวนการแอโนไดเซชัน Afshar และ Vaezi พบว่าโครงสร้างผลึกออกไซด์เกิดทั้งรูไทล์ และอะนาเทส จะเห็นได้ว่ารูปแบบของโครงสร้างผลึกออกไซด์ขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายชนิดรวมทั้งปัจจัยอุณหภูมิด้วย^{8,12,41,45} อย่างไรก็ตามงานวิจัยนี้ไม่ได้มีการให้ความร้อนในการทดลองทำให้ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงรูปแบบผลึก จึงไม่สามารถเปรียบเทียบค่ามุมสัมผัสระหว่างอะนาเทส และอะนาเทสร่วมกับรูไทล์ได้

แม้ว่าม้งานวิจัยหลายชิ้นที่ศึกษาความสำคัญของไททาเนียมไดออกไซด์รูปแบบอะนาเทสในประเด็นที่เป็นตัวทำให้พื้นผิวเข้ากันกับของเหลวได้โดยใช้แสงเป็นตัวกระตุ้น (photocatalytic hydrophilicity) โดยเมื่อให้สัมผัสแสงอัลตราไวโอเล็ต จะทำให้ Ti^{4+} เปลี่ยนเป็น Ti^{3+} ซึ่งมีความเข้ากันได้กับของเหลวมากขึ้น^{2,11,30,31} แต่งานวิจัยนี้ไม่ได้ศึกษาในแง่ของคุณสมบัติดังกล่าว อย่างไรก็ตาม งานวิจัยนี้พบอะนาเทสเฉพาะในกลุ่มที่ใช้โซเดียมฟลูออไรด์เป็นสารละลายในกระบวนการแอโนไดเซชันและไม่พบโครงสร้างผลึกออกไซด์ในรูปแบบอื่น สาเหตุที่เป็นเช่นนี้นอกจากปัจจัยอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในกระบวนการแอโนไดเซชันดังที่ได้กล่าวแล้ว อาจอธิบายได้จากอิทธิพลของฟลูออไรด์ร่วมด้วย ดังที่ Jimbo และคณะ³¹ ได้ทำการศึกษาในปี 2008 และรายงานไว้ในกระบวนการแอโนไดเซชัน การมีฟลูออไรด์เป็นส่วนประกอบของสารละลายจะเพิ่มการสร้างผลึกอะนาเทส ยับยั้งการสร้างผลึกบรูไคท์ และป้องกันการเปลี่ยนเฟสจากอะนาเทสเป็นรูไทล์ ด้วยเหตุผลทั้งหมดนี้จึงเป็นสาเหตุที่งานวิจัยนี้พบเฉพาะโครงสร้างผลึกออกไซด์รูปแบบอะนาเทสในโลหะไททาเนียมที่ผ่านการแอโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมฟลูออไรด์เท่านั้น

อภิปรายปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อความเข้ากันได้กับของเหลวของชั้นออกไซด์

ในงานทันตกรรมรากเทียม ความเข้ากันได้กับของเหลวของชั้นออกไซด์บนพื้นผิวโลหะไททานเนียมจะส่งผลต่อการดูดซับโปรตีนของชั้นออกไซด์นั้นด้วย ความเข้ากันได้กับของเหลวสามารถพิจารณาได้จากค่ามุมสัมผัส โดยพื้นผิวที่มีค่ามุมสัมผัสต่ำจะเข้ากันกับของเหลวได้ดีกว่าพื้นผิวที่มีค่ามุมสัมผัสสูงและจะส่งผลให้ดูดซับโปรตีนได้ดีกว่าด้วย^{6,30,31,34} ในงานวิจัยนี้ ความขรุขระพื้นผิวเป็นปัจจัยหนึ่งส่งผลต่อค่ามุมสัมผัส มีการศึกษาเพียงไม่กี่งานเท่านั้นที่กล่าวถึงความสัมพันธ์ระหว่างความขรุขระพื้นผิวและความเข้ากันได้กับของเหลวในร่างกาย และให้ผลต่างกันในเรื่องอิทธิพลของความขรุขระพื้นผิวต่อการดูดซับโปรตีน มีงานศึกษาที่เสนอว่าความขรุขระพื้นผิวที่มากขึ้นจะส่งผลให้พื้นผิวมีค่ามุมสัมผัสลดลง¹⁰ และโลหะผสมไททานเนียมที่มีผิวขรุขระจะพบไฟโบรเนคติน (Fibronectin) ในปริมาณที่สูงกว่าเมื่อเทียบกับโลหะผสมไททานเนียมที่มีผิวเรียบกว่า⁴⁸ ในทางกลับกัน การศึกษาของ Francois และคณะในปี 1997 รายงานว่าเมื่อเพิ่มความขรุขระของพื้นผิวไททานเนียมจะทำให้มีการดูดซับไฟโบรเนคตินน้อยลง⁴⁹ ซึ่งก็สอดคล้องกับงานวิจัยนี้ที่ให้การวิจัยว่าโลหะไททานเนียมที่มีความขรุขระพื้นผิวน้อยและมีค่ามุมสัมผัสน้อยด้วย อย่างไรก็ตามยังไม่มีข้อสรุปชัดเจนในเรื่องนี้ โดยทั่วไปแล้วมีข้อสรุปหลักอยู่ประการหนึ่ง คือ ความขรุขระจะทำให้พื้นผิวที่มีความเข้ากันได้กับของเหลวอยู่แล้วมีความเข้ากันได้มากขึ้น และทำให้พื้นผิวที่มีความเข้ากันได้กับของเหลวเข้ากันไม่ได้มากขึ้น^{10,31} ชนิดโครงสร้างผลึกออกไซด์ เป็นอีกปัจจัยที่ส่งผลต่อความเข้ากันได้กับของเหลวดังที่การศึกษาในอดีตกล่าวอ้างไว้^{2,9-11} งานวิจัยนี้พบอะนาเทสเฉพาะในกลุ่มโลหะไททานเนียมที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายไฮเดียมฟลูออไรด์เท่านั้น และเป็นกลุ่มที่มีค่ามุมสัมผัสต่ำที่สุดด้วย สอดคล้องกับการศึกษาก่อนหน้านี้ที่กล่าวถึงบทบาทของอะนาเทสที่ส่งผลให้พื้นผิวมีคุณสมบัติความเข้ากันได้กับของเหลวที่ดี^{2,10} อย่างไรก็ตามในงานวิจัยชิ้นนี้ไม่ได้มีความตั้งใจที่จะสร้างผลึกออกไซด์ทุกชนิด และพบเฉพาะไททานเนียมไดออกไซด์ชนิดอะนาเทสเท่านั้นจึงไม่สามารถสรุปได้ว่าผลึกออกไซด์ชนิดใดส่งผลให้เกิดความเข้ากันได้กับของเหลวมากที่สุด

ในการวิจัยนี้ เมื่อโลหะไททานเนียมผ่านการปรับสภาพพื้นผิวด้วยกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายไฮเดียมฟลูออไรด์พบว่าเป็นกลุ่มเดียวที่ให้ผลึกชั้นออกไซด์รูปแบบอะนาเทส มีความขรุขระพื้นผิวน้อยกว่าการใช้ไฮเดียมไฮดรอกไซด์ กรดฟอสฟอริกเป็นสารละลายในกระบวนการแอนโนไดเซชัน และกลุ่มที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันอย่างมีนัยสำคัญ และมีค่ามุมสัมผัสต่ำกว่าอย่างมีนัยสำคัญด้วย คุณสมบัติดังกล่าวส่งผลให้โลหะไททานเนียมที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายไฮเดียมฟลูออไรด์นี้มี

**ความเข้ากันได้กับของเหลวดีขึ้น ซึ่งก็น่าจะมีผลต่อการดูดซับโปรตีนได้ดีขึ้นด้วย^{6,30,31,34}
อย่างไรก็ตามควรมีการศึกษาในระดับเซลล์หรือในสัตว์ทดลองต่อไป**

จากงานวิจัยนี้จะเห็นได้ว่าคุณสมบัติทางกายภาพและคุณสมบัติทางเคมีของพื้นผิวต่างส่งอิทธิพลต่อคุณสมบัติได้ทั้งสิ้น จึงจำเป็นต้องพิจารณาร่วมกันทั้งคุณสมบัติทางกายภาพและคุณสมบัติทางเคมีของพื้นผิวในการปรับสภาพพื้นผิวของไททาเนียมให้มีสภาพเหมาะสมต่อการตอบสนองทางชีววิทยา

สรุปผลการวิจัย

1. เมื่อผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่มีความเป็นกรด – ต่างต่างกัน พบว่ากระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมฟลูออไรด์ โลหะไททาเนียมจะมีความขรุขระพื้นผิวน้อยกว่ากลุ่มที่ใช้สารละลายกรดฟอสฟอริก โซเดียมไฮดรอกไซด์ และกลุ่มที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันอย่างมีนัยสำคัญ
2. โลหะไททาเนียมที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมฟลูออไรด์มีค่ามุมสัมผัสน้อยกว่ากลุ่มที่ใช้สารละลายกรดฟอสฟอริก โซเดียมไฮดรอกไซด์ และกลุ่มที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันอย่างมีนัยสำคัญ ซึ่งให้เห็นว่าเมื่อใช้โซเดียมฟลูออไรด์เป็นสารละลายจะทำให้โลหะไททาเนียมมีความเข้ากันได้กับของเหลวมากกว่าใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ กรดฟอสฟอริก เป็นสารละลาย หรือไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน
3. เมื่อตรวจหารูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน พบว่ามีเพียงกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมฟลูออไรด์เท่านั้นที่เกิดไททาเนียมไดออกไซด์รูปแบบอะนาเทส ส่วนกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายอื่นนั้นไม่สามารถตรวจพบไททาเนียมไดออกไซด์ได้

ข้อเสนอแนะ

1. ควรมีการศึกษาเพิ่มเติมในการเปรียบเทียบความเข้มข้นของสารละลายในระดับที่ต่างกันในกระบวนการแอนโนไดเซชันว่าจะส่งผลแตกต่างกันอย่างไร
2. ควรมีการวิจัยต่อเนื่องในระดับเซลล์หรือสัตว์ทดลองเพื่อศึกษาถึงการตอบสนองทางชีววิทยา
3. การวัดความขรุขระพื้นผิวของชั้นออกไซด์ด้วยเครื่องโปรไฟล์มิเตอร์ อาจเปลี่ยนจากระบบหัวเข็มมาเป็นการวัดด้วยระบบเลเซอร์ ซึ่งลดการขีดที่อาจเกิดบนชั้นออกไซด์ได้ และเพิ่มการวิเคราะห์ความขรุขระพื้นผิวด้วยเครื่อง Atomic Force Microscopy (AFM) เพื่อวัดความขรุขระพื้นผิวที่มีความละเอียดในระดับนาโนเมตร

รายการอ้างอิง

- (1) Jackson MJ and Ahmed W. 2007. Surface engineered surgical tools and medical devices. USA:Springer
- (2) Guillemont F , Porte MC, Labrugere C and Baquey Ch. 2002. Ti^{4+} to Ti^{3+} Conversion of TiO_2 Uppermost Layer by Low-Temperature Vacuum Annealing : Interest for Titanium Biomedical Applications. J Colloid Interface Sci 255: 75-78.
- (3) Martini D, Fini M, De Pasquale V, Bacchelli B, Gamberini M and Tiniti A. 2003. Detachment of titanium and fluorohydroxyapatite particles in unloaded endosseous implants. Biomaterials 24: 1309-1316.
- (4) Browne M and Gregson PJ. 2000. Effect of mechanical surface pretreatment on metal ions release. Biomaterials 21: 385-392.
- (5) Kim KH, Kwan TY, Kim SY, Kang IK, Kim S, Yang Y and Ong JL. 2006. Preparation and characterization of anodized titanium surfaces and their effect on osteoblast response. J Oral Implantol 32: 8-13.
- (6) Le Guehenec L, Soueidan A, Layrolle P and Amouriq Y. 2006. Surface treatments of titanium dental implants for rapid osseointegration. Dent mater 23: 844-854.
- (7) Anusavice KJ. 2003. Phillips' Science of Dental Materials. 11th ed., Philadelphia: WB Sauder
- (8) Afshar A and Vaezi MR. 2003. Anodizing of Titanium in NaOH Solution and its Corrosion Resistance in PBS Physiologic Solution. Scientia Iranica 10: 361-366.
- (9) Sul YT, Johansson C, Wennerberg A, Cho LR, Chang BS and Albrektsson T. 2005. Optimum surface properties of oxidized implants for reinforcement of osseointegration: Surface chemistry, oxide thickness, porosity, roughness, and crystal structure. Int J Oral Maxillofac Implants 20: 349-359.
- (10) Lim YJ, Oshida Y, Andres CJ and MT B. 2001. Surface characterizations of variously treated titanium materials. Int J Oral Maxillofac Implants 16: 333-342.
- (11) Wang R, Hashimoto K, Fujishima A, Chikuni M, Kojima E, Kitamura A, Shimohigoshi M and Watanabe T. 1997. Light-induced amphiphilic surfaces. Nature 388: 431-432.

- (12) Das K, Bose S and Bandyopadhyay A. 2007. Surface modifications and cell-materials interactions with anodized Ti. Acta Biomater 3: 573-585.
- (13) Van Kooten TG, Schakenraad JM, van der Mei HC and Busscher HJ. 1992. Influence of substratum wettability on the strength of adhesion of human fibroblasts. Biomaterials 13: 897-904.
- (14) Buser D, Broggini N, Wieland M, Schenk RK, Denzer AJ, Cochran DL, Hoffmann B, Lussi A and Steinemann SG. 2004. Enhanced bone apposition to a chemically modified SLA titanium surface. J Dent Res 83: 529-533.
- (15) Choi JW, Heo SJ, Koak JY, Kim SK, Lim YJ, Kim SH and Lee JB. 2006. Biological responses of anodized titanium implants under different current voltages. J Oral Rehabil 33: 889-897.
- (16) Massaro C, Rotolo P, De Riccardis F, Milella E, Napoli A and Wieland M. 2002. Compactive investigation of the surface of commercial titanium dental implants. Part 1 : Chemical composition. J mater Sci Mater Med 13: 535-548.
- (17) Zinger O, Anselme K, Denzer A, Habersetzer P, Wieland M, Jeanfils J, Hardouin P and Landolt D. 2004. Time-dependent morphology and adhesion of osteoblastic cells on titanium model surfaces featuring scale-resolved topography. Biomaterials 25: 2695-2711.
- (18) Wong M, Eulenberger J, Schenk R and Hunziker E. 1995. Effect of surface topology on the osseointegration of implant materials in trabecular bone. J Biomed Mater Res 29: 1567-1575.
- (19) Hahn H and Palich W. 1970. Preliminary evaluation of porous metal surfaced titanium for orthopedic implants. J Biomed Mater Res 4: 571-577.
- (20) Park JM, Koak JY, Jang JH, Han CH, Kim SK and Heo SJ. 2006. Osseointegration of anodized titanium implants coated with fibroblast growth factor-fibronectin (FGF-FN) fusion protein. Int J Oral Maxillofac Implants 21: 859-866.
- (21) Ohtsuka T, Guo J and Sato N. 1986. Raman spectra of the anodic oxide film on Ti in acidic sulfate and neutral phosphate solution. J Electrochem Soc 133: 2473-2476.

- (22) Shibata Y, Kawai H, Yamamoto H, Igarashi T and Miyazaki T. 2004. Antibacterial titanium plate anodized by being discharged in NaCl solution exhibits cell compatibility. J Dent Res 83: 115-119.
- (23) Cui X, Kim HM, Kawashita M, Wang L, Xiong T and Nakamura T. 2009. Preparation of bioactive titania films on titanium metal via anodic oxidation. Dent Mater 25: 80-86.
- (24) Kim KH and Narayanan R. 2009. Electrochemical surface modification of titanium in dentistry. Dent Mater 28: 20-36.
- (25) Sul YT. 2003. The significance of the surface properties of oxidized titanium to the bone response: special emphasis on potential biochemical bonding of oxidized titanium implant. Biomaterials 24: 3893-3907.
- (26) Macak JM, Sirotna K and Schmuki P. 2005. Self-organized porous titanium oxide prepared in Na₂SO₄/NaF electrolyte. Electrochim Acta 50: 3679-3684.
- (27) Narayanan R, Ha JY, Kwon TY and Kim KH. 2008. Structure and properties of self-organized TiO₂ nanotubes from stirred baths. Metallurgical and materials transactions B 39B: 493-499.
- (28) Fang D, Huang K, Liu S and Huang J. 2008. Fabrication and photoluminescent properties of titanium oxide nanotube arrays. J Braz Chem Soc 0: 1-6.
- (29) Kar A, Raja KS and Misra M. 2006. Electrodeposition of hydroxyapatite onto nanotubular TiO₂ for implant applications. Surface & Coating Technology 201: 3723-3731.
- (30) Sawase T, Jimbo R, Wennerberg A, Suketa N, Tanaka Y and Atsuta M. 2007. A novel characteristic of porous titanium oxide implants. Clin Oral Implants Res 18: 680-685.
- (31) Jimbo R, Sawase T, Baba K, Kurogi T, Shibata Y and Atsuta M. 2008. Enhanced initial cell responses to chemically modified anodized titanium. Clin Implant Dent Relat Res 10: 55-61.

- (32) Lampin M, Warocquier-Clérout R, Legris C, Degrange M and Sigot-Luizard MF. 1997. Correlation between substratum roughness and wettability, cell adhesion, and cell migration. J Biomed Mater Res 36: 99-108.
- (33) Mekayarajjananonth T and Winkler S. 1999. Contact angle measurement on dental implant biomaterials. J Oral Implantol 25: 230-236.
- (34) Rupp F, Scheideler L, Rehbein D, Axmann D and Geis-Gerstorfer J. 2004. Roughness induced dynamic changes of wettability of acid etched titanium implant modifications. Biomaterials 25: 1429-1438.
- (35) Grinnell F. 1978. Cellular adhesiveness and extracellular substrata. Int Rev Cytol 53: 65-144.
- (36) Schakenraad JM, Busscher HJ, Wildevuur CR and Arends J. 1986. The influence of substratum surface free energy on growth and spreading of human fibroblasts in the presence and absence of serum proteins. J Biomed Mater Res 20: 773-784.
- (37) Van der Valk P, van Pelt AW, Busscher HJ, de Jong HP, Wildevuur CR and Arends J. 1983. Interaction of fibroblasts and polymer surfaces: relationship between surface free energy and fibroblast spreading. J Biomed Mater Res 17: 807-817.
- (38) Yanagisawa I, Sakuma H, Shimura M, Wakamatsu Y, Yanagisawa S and Sairenji E. 1989. Effect of "wettability" of biomaterials on culture cells. J Oral Implantol 15: 168-177.
- (39) Imai Y, Watanabe A, Masuhara E and Imai Y. 1983. Structure-biocompatibility relationship of condensation polymers. J Biomed Mater Res 17: 905-912.
- (40) Effah EAB, Bianco PD and Ducheyne P. 1995. Crystal structure of the surface oxide layer on titanium and its changes arising from immersion. J Biomed Mater Res 29: 73-80.
- (41) Zhu X, Ong JL, Kim S and Kim K. 2002. Surface characteristics and structure of anodic oxide films containing Ca and P on a titanium implant material. J Biomed Mater Res 60: 333-338.
- (42) Yahalom J and Zahavi J. 1970. Electrolytic breakdown crystallization of anodic oxide film on Al, Ta and Ti. Electrochimica Acta 15: 1429-1435.

- (43) Allen KW and Alsalm HS. 1974. Titanium and alloy surfaces for adhesive bonding. J Adhesion 6: 229-237.
- (44) Matthews A. 1976. The crystallization of anatase and rutile from amorphous titanium dioxide under hydrothermal conditions. Amer Miner 61: 419-424.
- (45) Gemelli E, Scariot A and Camargo NHA. 2007. Thermal characterization of commercially pure titanium for dental applications. Materials Research 10: 241-246.
- (46) Park KH, Heo SJ, Koak JY, Kim SK, Lee JB, Kim SH and Lim YJ. 2007. Osseointegration of anodized titanium implants under different current voltages: a rabbit study. J Oral Rehabil 34: 517-527.
- (47) Ng BS, Annergren I, Soutar AM, Khor KA and Jarfors AEW. 2005. Characterization of a duplex TiO₂/CaP coating on Ti6Al4V for hard tissue replacement. Biomaterials 26: 1087-1095.
- (48) Deligianni DD, Katsala N, Ladas S, Sotiropoulou D, Amedee J and Missirlis YF. 2001. Effect of surface roughness of the titanium alloy Ti-6Al-4V on human bone marrow cell response and on protein adsorption. Biomaterials 22: 1241-1251.
- (49) Francois P, Vaudaux P, Taborelli M, Tonetti M, Lew DP and Descouts P. 1997. Influence of surface treatment developed for oral implants on the physical and biological properties of titanium. (II) Adsorption isotherms and biological activity of immobilized fibronectin. Clin Oral Implants Res 8: 217-225.



ภาคผนวก

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3 ค่าความขรุขระพื้นผิว (μm .) ของชั้นทดสอบที่ไม่ผ่านและผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริก โซเดียมฟลูออไรด์ และโซเดียมไฮดรอกไซด์

ชั้นทดสอบ	ไม่ผ่านแอนโนไดเซชัน	กรดฟอสฟอริก	โซเดียมฟลูออไรด์	โซเดียมไฮดรอกไซด์
1	0.102	0.100	0.071	0.099
2	0.110	0.092	0.083	0.096
3	0.100	0.105	0.100	0.084
4	0.098	0.109	0.075	0.117
5	0.097	0.110	0.098	0.091
6	0.100	0.091	0.085	0.094
7	0.110	0.082	0.077	0.086
8	0.097	0.119	0.059	0.113
9	0.108	0.083	0.076	0.113
10	0.106	0.113	0.058	0.122

ตารางที่ 4 การวิเคราะห์ความเหมือนของความแปรปรวน (Homogeneity of Variance) ด้วยการทดสอบแบบลีวี (Levene's Test) ของข้อมูลค่าความขรุขระพื้นผิวในกลุ่มต่างๆ

Test of Homogeneity of Variances

after

Levene Statistic	df1	df2	Sig.
2.923	3	36	.047

ตารางที่ 5 การทดสอบข้อมูลค่าความขรุขระพื้นผิวในกลุ่มต่างๆ ด้วยการวิเคราะห์ความแปรปรวนแบบทางเดียว (One way ANOVA)

ANOVA

after

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	4114.348	3	1371.449	9.585	.000
Within Groups	5150.781	36	143.077		
Total	9265.129	39			

ตารางที่ 6 การทดสอบข้อมูลค่าความขรุขระพื้นผิวในกลุ่มต่างๆ ด้วยการเปรียบเทียบเชิงซ้อนแบบแทมเฮน (Tamhane multiple comparison)

Multiple Comparisons

Dependent Variable: after

Tamhane

(I) Group	(J) Group	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
NaF	NaOH	-23.23100*	6.15264	.008	-41.3998	-5.0622
	H3PO4	-22.18300*	5.98641	.010	-39.8714	-4.4946
	control	-24.60000*	4.68455	.001	-39.4326	-9.7674
NaOH	NaF	23.23100*	6.15264	.008	5.0622	41.3998
	H3PO4	1.04800	5.94020	1.000	-16.4999	18.5959
	control	-1.36900	4.62534	1.000	-15.9963	13.2583
H3PO4	NaF	22.18300*	5.98641	.010	4.4946	39.8714
	NaOH	-1.04800	5.94020	1.000	-18.5959	16.4999
	control	-2.41700	4.40181	.995	-16.2687	11.4347
control	NaF	24.60000*	4.68455	.001	9.7674	39.4326
	NaOH	1.36900	4.62534	1.000	-13.2583	15.9963
	H3PO4	2.41700	4.40181	.995	-11.4347	16.2687

*. The mean difference is significant at the .05 level.

ตารางที่ 7 ค่ามุมสัมผัส (°) พื้นผิวของชิ้นทดสอบที่ไม่ผ่านและผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริก โซเดียมฟลูออไรด์ และโซเดียมไฮดรอกไซด์

ชิ้นทดสอบ	ไม่ผ่าน แอนโนไดเซชัน	กรดฟอสฟอริก	โซเดียม ฟลูออไรด์	โซเดียม ไฮดรอกไซด์
1	62.25	77.00	19.75	65.50
2	58.75	71.00	20.25	74.50
3	57.50	81.50	12.50	67.50
4	64.25	72.75	15.75	64.25
5	58.75	69.50	15.50	62.25

ตารางที่ 8 การวิเคราะห์ความเหมือนของความแปรปรวน (Homogeneity of Variance) ด้วยการทดสอบแบบลีวีเน่ (Levene's Test) ของข้อมูลค่ามุมสัมผัสพื้นผิวในกลุ่มต่างๆ

Test of Homogeneity of Variances

After

Levene Statistic	df1	df2	Sig.
.647	3	16	.596

ตาราง 9 การทดสอบข้อมูลค่ามุมสัมผัสพื้นผิวในกลุ่มต่างๆ ด้วยการวิเคราะห์ความแปรปรวนแบบทางเดียว (One way ANOVA)

ANOVA

After

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	10020.025	3	3340.008	207.092	.000
Within Groups	258.050	16	16.128		
Total	10278.075	19			

ตารางที่ 10 การทดสอบข้อมูลค่ามุมสัมผัสพื้นผิวในกลุ่มต่างๆ ด้วยการเปรียบเทียบเชิงซ้อนแบบ
บอนเฟร์โรเน (Bonferroni multiple comparison)

Multiple Comparisons

Dependent Variable: After
Bonferroni

(I) Group	(J) Group	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
NaF	NaOH	-50.05000*	2.53993	.000	-57.6910	-42.4090
	H3PO4	-57.60000*	2.53993	.000	-65.2410	-49.9590
	control	-43.55000*	2.53993	.000	-51.1910	-35.9090
NaOH	NaF	50.05000*	2.53993	.000	42.4090	57.6910
	H3PO4	-7.55000	2.53993	.054	-15.1910	.0910
	control	6.50000	2.53993	.126	-1.1410	14.1410
H3PO4	NaF	57.60000*	2.53993	.000	49.9590	65.2410
	NaOH	7.55000	2.53993	.054	-.0910	15.1910
	control	14.05000*	2.53993	.000	6.4090	21.6910
control	NaF	43.55000*	2.53993	.000	35.9090	51.1910
	NaOH	-6.50000	2.53993	.126	-14.1410	1.1410
	H3PO4	-14.05000*	2.53993	.000	-21.6910	-6.4090

*. The mean difference is significant at the .05 level.

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาววรรณกาญจน์ กาญจนมา เกิดที่กรุงเทพมหานคร เมื่อวันที่ 14 มกราคม พ.ศ. 2523 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี ทันตแพทยศาสตร์บัณฑิต จากคณะทันตแพทยศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ประสานมิตร เมื่อปีพ.ศ. 2546 และเข้าทำงานในตำแหน่ง ทันตแพทย์ที่โรงพยาบาลหนองสองห้อง จ.ขอนแก่น ระหว่าง พ.ศ. 2546 – 2548 และโรงพยาบาล กบินทร์บุรี จ.ปราจีนบุรี ระหว่าง พ.ศ. 2548-2549 ปัจจุบันกำลังศึกษาต่อในหลักสูตรปริญญา วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิชาทันตกรรมประดิษฐ์ คณะทันตแพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์ มหาวิทยาลัย



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย