

การเกิดแคลเซียมฟอสเฟตบนพื้นผิวคอมเมอร์เชียลซีลล์เพียวไทเทเนียมที่ผ่านการอะโนไดซ์
ในสารละลายสิมูเลตเตด บอดีฟลูอิด



นางสาว บุศรินทร์ ล็อกตระกูล

ศูนย์วิทยทรัพยากร จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาทันตกรรมประดิษฐ์ ภาควิชาทันตกรรมประดิษฐ์

คณะทันตแพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2553

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CALCIUM PHOSPHATE FORMATION ON MICROARC OXIDIZED COMMERCIALY
PURE TITANIUM IN SIMULATED BODY FLUID SOLUTION



Miss Butsarin Loktrakul

ศูนย์วิทยุทันตวิทยา
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
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 2010

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์

การเกิดแคลเซียมฟอสเฟตบนพื้นผิวคอมเมอร์เชียลลิเพียว
ไทเทเนียมที่ผ่านการอะโนไดซ์ในสารละลายซิลูเลตเต็ด
บอดีฟลูอิด

โดย

นางสาวบุศรินทร์ ลีอกตระกูล

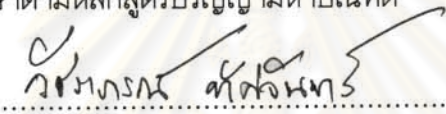
สาขาวิชา

ทันตกรรมประดิษฐ์


อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

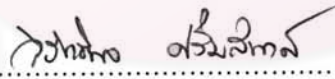
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ทันตแพทย์ ดร. วิวิทธิพล ศรีมณีพงศ์

คณะทันตแพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัย
เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาโท



..... คณบดีคณะทันตแพทยศาสตร์
(รองศาสตราจารย์ ทันตแพทย์หญิง วิชราภรณ์ ทศจันทร์)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์


..... ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ทันตแพทย์หญิง ดร.มรกต เปี่ยมใจ)


..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ทันตแพทย์ ดร. วิวิทธิพล ศรีมณีพงศ์)


..... กรรมการ
(อาจารย์ ทันตแพทย์ ดร.วิชรศักดิ์ ตุมราศวิน)


..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ดร.เอกรัตน์ ไวยนิตย์)

บุศรินทร์ ล็อกตระกูล : การเกิดแคลเซียมฟอสเฟตบนพื้นผิวคอมเมอร์เชียลตีเทียมไทเทเนียมที่ผ่านการอะโนไดซ์ในสารละลายซิมีเลตเต็ด บอดีฟลูอิด (CALCIUM PHOSPHATE FORMATION ON MICROARC OXIDIZED COMMERCIAL PURE TITANIUM IN SIMULATED BODY FLUID SOLUTION) อ. ที่ปรึกษา
 วิทยานิพนธ์หลัก: ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ทันตแพทย์ ดร. วิวิธพิล ศรีมณีพงศ์, 47 หน้า

งานวิจัยนี้ศึกษาในโลหะคอมเมอร์เชียลตีเทียมไททาเนียมเกรด 2 ที่ไม่ผ่านและผ่านกระบวนการอะโนไดเซชันในสารละลาย 2 ชนิด คือ กรดฟอสฟอริก และโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ความต่างศักย์ 200 และ 20 โวลต์ตามลำดับ เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำชิ้นงานทั้งหมดไปแช่ในสารละลายซิมีเลตเต็ด บอดีฟลูอิด เป็นเวลา 7 14 และ 28 วัน ตามลำดับ ทำการศึกษาลักษณะและโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์และวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบ ด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ทดสอบชนิดส่วประกอบบนผิวโลหะ ก่อนและหลังแช่ในสารละลายซิมีเลตเต็ด บอดีฟลูอิด ผลการศึกษาพบว่าหลังจากทำการอะโนไดเซชันในกรดฟอสฟอริก พื้นผิวที่เกิดขึ้นมีลักษณะเป็นรูพรุนสม่ำเสมอทั่วพื้นผิวและมีโครงสร้างผลึกเป็นชนิด อะนาเทส ในขณะที่พื้นผิวที่อะโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์มีลักษณะเป็นพื้นผิวนูนสลับกับผิวเรียบและมีโครงสร้างผลึกเป็นชนิดรูไทล์ หลังแช่ชิ้นงานในสารละลายซิมีเลตเต็ด บอดีฟลูอิด พบว่ามีเพียงไทเทเนียมที่ผ่านการอะโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์แล้วแช่ในสารละลายเป็นเวลา 28 วันเท่านั้น ที่มีการสร้างแคลเซียมฟอสเฟตขึ้นบนพื้นผิว โครงสร้างผลึกบนพื้นผิวไทเทเนียมอาจจะมีผลกับการเกิดผลึกแคลเซียมฟอสเฟต ในสารละลาย ซิมีเลตเต็ด บอดีฟลูอิด

ศูนย์วิทยทรัพยากร
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา ทันตกรรมประดิษฐ์.....
 สาขาวิชา ทันตกรรมประดิษฐ์.....
 ปีการศึกษา 2553.....

ลายมือชื่อนิสิต บุศรินทร์ ล็อกตระกูล.....
 ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์.....

5176114032 : MAJOR PROSTHODONTICS

KEYWORDS : ANODIZATION / TITANIUM / SIMULATED BODY FLUID

BUTSARIN LOKTRAKUL: CALCIUM PHOSPHATE FORMATION ON

MICROARC OXIDIZED COMMERCIALY PURE TITANIUM IN SIMULATED

BODY FLUID SOLUTION. THESIS ADVISOR: ASST.PROF.VIRITPON

SRIMANEEPONG, Ph.D., THESIS.47 pp.

Objective: To investigate the surface characteristics of microarc oxidized commercially pure titanium plates prepared in different electrolyte solutions and the relationship between their surface properties and calcium phosphate formation when immersed in simulated body fluid (SBF). Materials and Methods: Cp Titanium plates were anodized in H_3PO_4 or NaOH solution. Potentiostatic anodization was performed with a potential of 200 V or 20 V in H_3PO_4 or NaOH electrolyte solutions, respectively, for 30 minutes at room temperature. All anodized titanium specimens were immersed in SBF for 7, 14, and 28 days at 36.5°C, pH 7.4. Analysis by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscope, and EDS were used to investigate the surface characteristics of the anodized titanium before and after immersion in SBF. Results: After anodic oxidation, an anatase crystalline structure was found on titanium anodized in H_3PO_4 , but a rutile crystalline structure was observed on titanium anodized in NaOH. After immersion in SBF, only titanium prepared in NaOH and soaked in SBF for 28 days showed calcium phosphate formation. However, no calcium phosphate formation was observed in any groups of titanium specimens anodized in H_3PO_4 . Conclusion: The crystalline structure of a titanium surface can influence the ability of calcium phosphate formation in simulated body fluid.

Department : Prosthodontics.....

Student's Signature บุษรินทร์ ล้อมาตรกุล

Field of Study : Prosthodontics.....

Advisor's Signature วิรัตน์ ธรรมสาร

Academic Year : 2010.....

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้จะไม่สามารถสำเร็จลุล่วงไปได้เลย หากปราศจากการดูแลเอาใจใส่ และให้คำแนะนำเป็นอย่างดีจาก ผศ.ทพ.ดร.วิวิทธิพล ศรีมณีพงศ์ ผู้เป็นอาจารย์ที่ปรึกษา วิทยานิพนธ์ ผู้เขียนขอกราบขอบพระคุณอาจารย์เป็นอย่างยิ่งที่ได้กรุณาใช้เวลาอันมีค่าในการให้ คำปรึกษาอันมีประโยชน์อย่างยิ่งต่องานวิจัย ตลอดจนกรุณาตรวจแก้ไขวิทยานิพนธ์ฉบับนี้จน สำเร็จลุล่วงด้วยดี

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ศูนย์วิจัยทันตวัสดุศาสตร์และศูนย์วิจัยชีววิทยาช่องปาก คณะทันต แพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ ศูนย์เครื่องมือวิจัย วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ที่ให้ความอนุเคราะห์และอำนวยความสะดวกด้านต่างๆ เป็นอย่างดี ตลอดระยะเวลาการทำวิจัย



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญภาพ.....	ฎ
บทที่ 1	
บทนำ.....	1
วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	3
ขอบเขตของการวิจัย.....	3
คำถามของการวิจัย.....	3
สมมติฐานการวิจัย.....	4
ข้อตกลงเบื้องต้น.....	4
ข้อจำกัดของการวิจัย.....	4
คำจำกัดความที่ใช้ในการวิจัย.....	5
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	5
วิธีดำเนินการวิจัย.....	5
ลำดับขั้นตอนในการเสนอผลการวิจัย.....	5
บทที่ 2	
เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	6
ไทเทเนี่ยมบริสุทธิ์.....	6
ความเข้ากันได้ทางชีวภาพ.....	7
การปรับพื้นผิวที่องค์ประกอบทางเคมี.....	8
การปรับสภาพพื้นผิวที่ความขรุขระของรากเทียม.....	9
กระบวนการแอนโนไดเซชัน.....	11
การเกิดผลึกออกไซด์.....	14

สารละลายสีมูเลตเต็บบอดีฟลูอิด.....	15
การเคลือบผิวไทเทเนียมด้วยสารที่ประกอบด้วยแคลเซียมและฟอสเฟต.....	16

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย.....	18
เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย.....	18
วัสดุที่ใช้ในงานวิจัย.....	18
อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย.....	18
วิธีการวิจัย.....	19
วิธีการเตรียมชิ้นงานไทเทเนียม.....	19
การทำแอนโนไดเซชัน.....	20
การวิเคราะห์รูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน.....	23
การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคและธาตุองค์ประกอบบนพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	23
การแช่ในสารเอสปีเอฟ.....	24
การเก็บรวบรวมข้อมูลและวิเคราะห์ข้อมูล.....	26

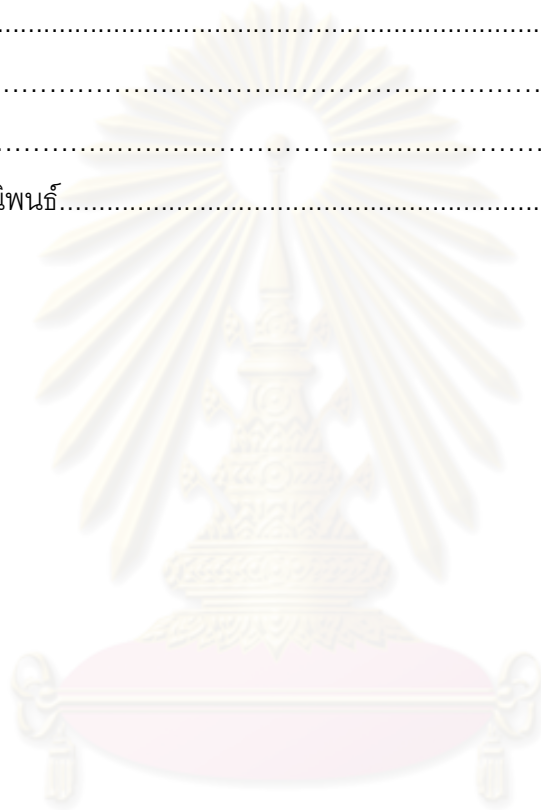
บทที่ 4

ผลการวิเคราะห์ข้อมูล.....	27
ผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิว.....	27
ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคบนพื้นผิว.....	28
ผลการวิเคราะห์รูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน.....	29
ผลการวิเคราะห์พื้นผิวหลังแช่ในสารละลายสีมูเลตเต็บบอดีฟลูอิด.....	30
ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคและธาตุองค์ประกอบบนพื้นผิว.....	31

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ.....	33
สรุปผลการวิจัย.....	33
อภิปรายผลการวิจัย.....	33

อภิปรายความสัมพันธ์ระหว่างสารละลายที่ใช้ในกระบวนการแอนโดเซชันกับลักษณะพื้นผิวและองค์ประกอบบนพื้นผิว.....	35
อภิปรายความสัมพันธ์ระหว่างสารละลายที่ใช้ในกระบวนการแอนโดเซชันกับลักษณะและรูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์.....	36
อภิปรายความสามารถในการเกิดแคลเซียมฟอสเฟตบนพื้นผิวไทเทเนียม.....	37
สรุปผลการวิจัย.....	39
ข้อเสนอแนะ.....	39
รายการอ้างอิง.....	40
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....	47



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
1	แสดงความเข้มข้นของไอออนในสารละลายซิลูเลตเต็ด บอดีฟลูอิด เทียบกับ ไอออนในน้ำเลือด.....	14
2	แสดงลำดับของสารองค์ประกอบ ปริมาณ ภาชนะบรรจุ ความบริสุทธิ์ของสาร และน้ำหนักสูตร.....	25
3	ปริมาณแคลเซียมและฟอสเฟตบนพื้นผิวไทเทเนียมที่แช่ในสารละลายซิลูเลต เต็ด บอดีฟลูอิด เป็นเวลา 7, 14 และ 28 วัน.....	31

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญภาพ

	หน้า
รูปที่ 1 ภาพจำลองการทำแอนโนไดเซชัน.....	14
รูปที่ 2 เครื่องขัดผิววัสดุ (DPS 3200, IMPTECH, แอฟริกาใต้).....	19
รูปที่ 3 การทำความสะอาดด้วยเครื่องอัลตราโซนิกในสารละลายอะซีโตน 5 นาที.....	20
รูปที่ 4 แสดงการต่อเครื่องกำเนิดไฟฟ้าและเครื่องหล่อเย็นเข้ากับชิ้นงานในการทำแอนโนไดเซชัน.....	21
รูปที่ 5 แสดงการแอนโนไดเซชัน.....	21
รูปที่ 6 เครื่องกำเนิดไฟฟ้ากระแสตรง (DC power supply).....	22
รูปที่ 7 เครื่องหล่อเย็น (Water coolant system).....	22
รูปที่ 8 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (D8 Discover, BRUKER-axs, เยอรมัน).....	24
รูปที่ 9 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ขยาย 1,000 เท่าที่ 15 KV (JSM-6480LV, JEOL, Eching b. München, เยอรมัน).....	24
รูปที่ 10 แสดงการแช่ชิ้นงานไทเทเนียมในสารละลายลิมูเลตเตด บอดีฟลูอิด	25
รูปที่ 11 แสดงตู้ควบคุมอุณหภูมิ.....	26

รูปที่ 12	แสดงลักษณะพื้นผิวไทเทเนียมที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน และผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริก และโซเดียมไฮดรอกไซด์.....	27
รูปที่ 13	ภาพ SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวชั้นทดสอบโลหะไททาเนียม.....	28
รูปที่ 14	XRD pattern ของชั้นทดสอบที่ผ่านแอนโนไดเซชันในสารละลาย กรดฟอสฟอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์.....	29
รูปที่ 15	ลักษณะพื้นผิวไทเทเนียมหลังแช่ในสารสีมูเลตเตด บอดีฟลูอิดเป็นเวลา 28 วัน..	30
รูปที่ 16	ภาพ SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวชั้นทดสอบโลหะไททาเนียมหลัง แช่ในสารละลายสีมูเลตเตด บอดีฟลูอิด เป็นเวลา 7,14 และ 28 วัน ตามลำดับ.....	32

บทที่ 1

บทนำ

ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ไทเทเนียมเป็นวัสดุที่ถูกนำมาใช้กันอย่างแพร่หลายในทางทันตกรรมและทางการแพทย์ ศัลยกรรมกระดูก (orthopedics) เนื่องจากไทเทเนียมมีคุณสมบัติที่เป็นชีววัสดุ (biomaterial) ที่ดีหลายประการ มีความแข็งแรงต่อน้ำหนัก (strength to weight ratio) สูง, มีน้ำหนักเบา, มีความต้านทานการกัดกร่อน (corrosion resistance) สูง ทั้งในบรรยากาศทั่วไปและในสารเคมีบางชนิด, มีความแข็ง (hardness) สูง, มีจุดหลอมเหลว (melting point) สูง และที่สำคัญอย่างยิ่งคือความเข้ากันได้ทางชีวภาพ (biocompatibility) ที่ดี ในทางทันตกรรมไทเทเนียมจึงถูกนำมาใช้เป็นวัสดุทำรากเทียมเพื่อทดแทนฟันที่สูญเสียไป เมื่อฝังรากเทียมไปในร่างกายแล้ว จะมีการตอบสนองของร่างกายต่อวัสดุที่ใส่ทดแทนเข้าไปโดยร่างกายจะมีการตอบสนอง การยึดระหว่างกระดูกกับรากเทียม (direct bone contact) โดยตรงโดยปราศจากการขัดขวางของชั้นเนื้อเยื่ออ่อน หรือที่เรียกว่า การสร้างกระดูกเชื่อมประสาน (osseointegration)⁽¹⁾ คุณสมบัติของรากเทียม โดยเฉพาะพื้นผิวมีความสำคัญที่จะส่งเสริมให้เกิดการสร้างกระดูกเชื่อมประสานบนผิวรากเทียมอย่างมีประสิทธิภาพในระยะเวลานานสั้นลงและไม่เกิดผลข้างเคียงต่อร่างกาย ได้แก่ การเพิ่มพื้นที่ผิวและความขรุขระของผิวสัมผัส ตลอดจนการปรับปรุงองค์ประกอบทางพื้นผิว (surface composition) ในปัจจุบันมีการปรับสภาพผิว (surface modification) เพื่อให้เกิดความขรุขระที่ผิวและเพิ่มการเกิดการสร้างกระดูกเชื่อมประสาน ในรากเทียม ซึ่งมีหลายวิธี ได้แก่ เทคนิคพลาสมาสเปรย์ (plasma-spraying) การพ่นผิวด้วยเซรามิค (blasting) การใช้กรดกัด (acid etching) และหนึ่งในวิธีนั้นได้แก่วิธีแอนโนไดเซชัน (anodization) เป็นวิธีการทางเคมีไฟฟ้าที่ใช้ปรับสภาพผิวรากเทียมไทเทเนียมให้เกิดเป็นชั้นของไทเทเนียมออกไซด์ชั้นบนผิว โดยการทำปฏิกิริยาในสารละลายและกระแสไฟฟ้าที่ต่างกันเพื่อให้เกิดลักษณะรูปแบบการเรียงตัวของผลึกที่แตกต่างกันในระดับนาโนเมตรเช่น รูปแบบอสัณฐาน อะนาเทสและรูไทล์ เป็นต้น ซึ่งเชื่อว่าลักษณะโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมออกไซด์ที่ต่างกันน่าจะมีผลต่อการตอบสนองของเซลล์ที่บริเวณผิวแตกต่างกัน

มีหลายการศึกษาพบว่าสารประกอบไฮดรอกซีอะพาไทต์มีโครงสร้างคล้ายกับกระดูกในร่างกาย มีคุณสมบัติที่สำคัญคือสามารถเป็นตัวยึดกับกระดูก (bone bonding) ได้ จึงมีการนำเอาสารประกอบ ไฮดรอกซีอะพาไทต์มาเคลือบผิวรากเทียมเพื่อหวังผลให้เกิดการยึดกับกระดูก

โดยการเคลือบระหว่างไฮดรอกซีอะปาไทต์กับไทเทเนียมในระยะแรกใช้วิธีการพลาสมา สเปรย์^(2, 3) ในวิธีนี้จะใช้ผงไฮดรอกซีอะปาไทต์ห่อหุ้มที่อุณหภูมิสูงกว่า 1,000 องศาเซลเซียส จะมีบางส่วนของไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่จะเสียสภาพไปจากความร้อนสูง สารประกอบไฮดรอกซีอะปาไทต์สามารถกระตุ้นให้เกิดการสร้างกระดูกเชื่อมประสานได้ดีในช่วงแรก พบว่าภายหลังจากการฝังไปในร่างกายในช่วงแรก ไฮดรอกซีอะปาไทต์ช่วยส่งเสริมการเกิดกระดูกเชื่อมประสานเป็นอย่างดี แต่พบปัญหาการหลุดลอกของชั้นไฮดรอกซีอะปาไทต์ออกจากพื้นผิวไทเทเนียมในภายหลัง ทำให้การรักษาด้วยรากเทียมล้มเหลว^(4, 5) นอกจากนั้นการเคลือบด้วยวิธีพลาสมาสเปรย์จะควบคุมพื้นผิวไฮดรอกซีอะปาไทต์ที่ไม่สม่ำเสมอและเคลือบได้ยากในรากเทียมที่มีรูปร่างซับซ้อน⁽⁶⁾ จึงได้มีการพยายามคิดค้นวิธีเคลือบพื้นผิววิธีใหม่ เลียนแบบกระบวนการเกิด Biomineralization ซึ่งเรียกว่า Biomimetic วิธีนี้จะทำให้เกิดการตกตะกอนของผลึกแคลเซียมฟอสเฟตจากสารละลาย เอสบีเอฟ (simulated body fluid : SBF) เคลือบบนผิวของไทเทเนียม ที่อุณหภูมิห้อง โดยทำการปรับปรุงผิวไทเทเนียมเพื่อเพิ่มชั้นออกไซด์ที่เสถียร มีความหนา และ รูปร่างลักษณะที่เหมาะสมกับการยึดติดของเซลล์ได้ดี ด้วยวิธี แอนโนไดเซชัน(anodization) แล้วนำมาแช่ในสารละลาย เอสบีเอฟ ที่มีความเข้มข้นของไอออนใกล้เคียงกับค่าของไอออนในของเหลวเลือด (blood plasma) เพื่อให้เกิดการตกตะกอนของแคลเซียมฟอสเฟตบนผิวรากเทียม ซึ่งจะมีโครงสร้างที่ใกล้เคียงกับกระดูก ดังนั้นมีผลให้เซลล์ออสติโอบลาสมาเกาะบริเวณพื้นผิวได้ดีขึ้น เพิ่มจำนวนและเปลี่ยนแปลงรูปร่าง⁽⁷⁾ เพื่อสร้างคอลลาเจนและอะปาไทต์บนพื้นผิวรากเทียม ส่งเสริมให้กระดูกเข้ามาสร้างที่บริเวณชั้นของอะปาไทต์ได้โดยตรง และเมื่อเกิดการสร้างขึ้นแล้วจะทำให้เกิดพันธะเคมีที่แน่นหนา ระหว่างชั้นของกระดูกและพื้นผิวอะปาไทต์ เพื่อลดพลังงานที่รอยต่อประสานระหว่างชั้น^(4, 8)

จากการศึกษาในอดีตมีรายงานการปรับสภาพผิวไทเทเนียมด้วยวิธีแอนโนไดเซชันในสารละลายที่ต่างกันไปซึ่งให้ผลที่ต่างกันไป มีทั้งที่กล่าวว่าสามารถเพิ่มความต้านทานการกัดกร่อนได้เมื่อไทเทเนียมผ่านการปรับสภาพผิวในสารละลายต่างเข้มข้น⁽⁹⁾ มีการศึกษาโดยการปรับสภาพผิวโดยการแช่ในสารละลายไฮดรอกซีอะปาไทต์เข้มข้นแล้วนำไปแช่ในสารละลาย เอสบีเอฟ พบว่ามีการเหนี่ยวนำให้เกิดแคลเซียมฟอสเฟตชั้นบนบริเวณพื้นผิวได้⁽¹⁰⁻¹³⁾ และมีที่แสดงให้เห็นว่าการแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดต่าง ๆ เช่นกรดอะซิติก กรดซัลฟิวริก และกรดฟอสฟอริก เป็นต้น และหลังจากแช่ในสารละลาย เอสบีเอฟ พบว่ามีผลการเหนี่ยวนำให้เกิดแคลเซียมฟอสเฟตบนผิวที่ต่างกันไป^(14, 15) แต่อย่างไรก็ตามก็ยังไม่พบรายงานที่ทำการปรับสภาพผิวด้วยวิธีการแอนโนไดเซชันในสารละลายไฮดรอกซีอะปาไทต์แล้วนำไปแช่ในสารละลาย เอสบีเอฟ และไม่พบการศึกษาเปรียบเทียบระหว่างการแอนโนไดเซชันในสารละลายไฮดรอกซีอะปาไทต์ และ

สารละลายกรดฟอสฟอริกว่าจะส่งผลต่อสมบัติของชั้นออกไซด์ในแง่ของชนิดโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์ และความสามารถในการเหนี่ยวนำให้เกิดแคลเซียมฟอสเฟตของพื้นผิววัสดุหรือไม่

ดังนั้นการศึกษาค้นคว้านี้ทำเพื่อเปรียบเทียบลักษณะพื้นผิว โครงสร้างผลึกและความสามารถในการเหนี่ยวนำให้เกิดแคลเซียมฟอสเฟตของชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนผิวโลหะไทเทเนียมที่ผ่านการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่ต่างกัน 2 ชนิด

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึก และลักษณะพื้นผิวของผิวไทเทเนียมที่ผ่านการปรับสภาพผิวด้วยวิธีแอนโนไดเซชันในสารละลายที่ต่างกัน 2 ชนิด ได้แก่ สารละลายกรดฟอสฟอริกและสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์
2. เพื่อศึกษาความสามารถในการเหนี่ยวนำให้เกิดแคลเซียมฟอสเฟตในสารละลายเอสบีเอฟ บนพื้นผิวของผิวไทเทเนียมที่ผ่านการปรับสภาพผิวด้วยวิธีแอนโนไดเซชันในสารละลายที่ต่างกัน 2 ชนิด ได้แก่ สารละลายกรดฟอสฟอริกและสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์
3. ใช้เป็นแนวทางการศึกษาวิจัยทางด้านการปรับสภาพผิวไทเทเนียมด้วยวิธีแอนโนไดเซชันต่อไป

ขอบเขตของการวิจัย

เป็นการวิจัยเชิงทดลอง (Experimental research) ศึกษาในห้องปฏิบัติการ กลุ่มตัวอย่างที่ใช้ในการทดลองคือโลหะไทเทเนียมนำมาผ่านการทำแอนโนไดเซชันในสารละลายที่ต่างกัน 2 ชนิด ได้แก่ โซเดียมไฮดรอกไซด์ กับ กรดฟอสฟอริก และนำมาศึกษาพื้นผิวและโครงสร้างผลึกที่เกิดขึ้นด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แล้วนำไปแช่ในสารที่มีความเข้มข้นไอออนใกล้เคียงกับน้ำเลือดเป็นเวลา 7, 14 และ 28 วัน แล้วนำมาวิเคราะห์สภาพผิวอีกครั้งด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแล้วทำการเปรียบเทียบ

คำถามของการวิจัย

1. ไทเทเนียมที่ผ่านการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่แตกต่างกัน 2 ชนิด คือ สารละลายกรดฟอสฟอริกและสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ภายใต้สภาวะที่แตกต่างกัน จะมีลักษณะของพื้นผิวและโครงสร้างผลึกแตกต่างกันหรือไม่
2. ไทเทเนียมที่ผ่านการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่แตกต่างกัน 2 ชนิด คือ สารละลายกรดฟอสฟอริกและสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ภายใต้สภาวะที่แตกต่างกัน จะมีความสามารถในการเหนี่ยวนำให้เกิดแคลเซียมฟอสเฟตในสารละลายเอสบีเอฟบนพื้นผิวที่แตกต่างกันหรือไม่

สมมติฐานการวิจัย

สมมติฐานที่ 1

H_0 : โทเทเนียมที่ผ่านการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่แตกต่างกัน 2 ชนิด คือ สารละลายกรดฟอสฟอริกและสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ภายใต้สภาวะที่แตกต่างกัน จะมีลักษณะของพื้นผิวและโครงสร้างผลึกไม่แตกต่างกัน

H_1 : โทเทเนียมที่ผ่านการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่แตกต่างกัน 2 ชนิด คือ สารละลายกรดฟอสฟอริกและสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ภายใต้สภาวะที่แตกต่างกัน จะมีลักษณะของพื้นผิวและโครงสร้างผลึกแตกต่างกัน

สมมติฐานที่ 2

H_0 : โทเทเนียมที่ผ่านการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่แตกต่างกัน 2 ชนิด คือ สารละลายกรดฟอสฟอริกและสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ภายใต้สภาวะที่แตกต่างกัน จะมีความสามารถในการเหนี่ยวนำให้เกิดแคลเซียมฟอสเฟตในสารละลายเอสบีเอฟบนพื้นผิวไม่แตกต่างกัน

H_1 : โทเทเนียมที่ผ่านการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่แตกต่างกัน 2 ชนิด คือ สารละลายกรดฟอสฟอริกและสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ภายใต้สภาวะที่แตกต่างกัน จะมีความสามารถในการเหนี่ยวนำให้เกิดแคลเซียมฟอสเฟตในสารละลายเอสบีเอฟบนพื้นผิวที่แตกต่างกัน

ข้อตกลงเบื้องต้น

กระบวนการทดลอง การเก็บข้อมูล และการแปลผล ดำเนินการโดยผู้ทำวิจัยเพียงคนเดียว และใช้อุปกรณ์ชุดเดียวกันตลอดการทดลอง

ข้อจำกัดของการวิจัย

การวิจัยในครั้งนี้เป็นการทดลองในห้องปฏิบัติการ จึงอาจจะจำลองปัจจัยบางอย่างได้ไม่เหมือนกับในร่างกายจริงๆ ซึ่งอาจก่อให้เกิดความคลาดเคลื่อนของงานวิจัยได้ ดังนั้นการทดลองในครั้งนี้เป็นเพียงการนำผลการทดลองในห้องปฏิบัติการมาอ้างอิงถึงผลที่จะเกิดขึ้นจริงในสิ่งมีชีวิตเท่านั้น

คำจำกัดความที่ใช้ในการวิจัย

Anodization คือ วิธีการในการปรับสภาพพื้นผิว (surface modification) ซึ่งจะก่อให้เกิดผิวที่คลุมด้วย ชั้นออกไซด์

Calciumphosphate formation คือ การเกิดขึ้นของแคลเซียมฟอสเฟตชั้นบนพื้นผิว

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. เปรียบเทียบการใช้สารละลายที่ต่างชนิดกันในกระบวนการแอนโนไดเซชันว่าส่งผลต่อชนิด และโครงสร้างของผลึกไทเทเนียมออกไซด์ที่เกิดขึ้นอย่างไร
2. เปรียบเทียบการใช้สารละลายที่ต่างชนิดกันในกระบวนการแอนโนไดเซชันว่าส่งผลต่อแคลเซียมฟอสเฟตบนพื้นผิวไทเทเนียมที่ผ่านการแอนโนไดเซชันหลังแช่ในสารละลายเอสปีเอฟอย่างไร
3. นำผลวิจัยที่ได้มาเป็นแนวทางในการศึกษาวิจัยด้านการปรับสภาพผิวไทเทเนียมด้วยวิธีแอนโนไดเซชันต่อไป

วิธีดำเนินการวิจัย

การวิจัยเชิงทดลองในห้องปฏิบัติการ (Laboratory experimental research)

ลำดับขั้นตอนในการเสนอผลการวิจัย

1. ผลของการทำแอนโนไดเซชันต่อลักษณะพื้นผิวและโครงสร้างผิวของโลหะไทเทเนียม
2. ผลของการแช่ไทเทเนียมที่ผ่านการแอนโนไดเซชันในสารเอสปีเอฟ เป็นเวลา 7, 14 และ 28 วัน

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ไทเทเนียมบริสุทธิ์

ไทเทเนียมบริสุทธิ์ (commercially pure titanium : Cp-Ti) สกัดมาจากสินแร่ไทเทเนียม โดยกระบวนการของโครล (Kroll Process) โดย Dr. Wilhelm Kroll เป็นผู้ค้นพบ⁽¹⁶⁾ โดยการเผาสินแร่ไทเทเนียม ซึ่งได้แก่ ฐไทล์ หรือ อิลเมนไนต์ร่วมกับธาตุคาร์บอน(C) และ คลอรีน (Cl) จนได้เป็นเตตระคลอไรด์ ($TiCl_4$) หลังจากนั้นทำการรีดิวซ์ไทเทเนียมเตตระคลอไรด์ด้วยโซเดียม (Na)หรือแมกนีเซียม(Mg) ทำให้เกิดเป็นฟองไทเทเนียม (Titanium sponge) แล้วจึงรวมฟองไทเทเนียมเข้าด้วยกันเป็นแท่งโลหะไทเทเนียม(Ti ingots) ภายใต้สุญญากาศหรือก๊าซอาร์กอน (argon atmosphere)

โครงสร้างผลึกของไทเทเนียมมี 2 รูปแบบ ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ โดยที่อุณหภูมิห้องโครงสร้างผลึกจะเป็น hcp (hexagonal closed packed) ซึ่งอยู่ในรูปแบบแอลฟา (alpha form) เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเพิ่มขึ้นถึง 882 องศาเซลเซียส จะเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกไปเป็นbcc (body center cubic) จะอยู่ในรูปแบบเบต้า (beta form) โดยโครงสร้างผลึกแบบbcc จะคงอยู่จนถึงจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิประมาณ 1,700 องศาเซลเซียส⁽¹⁷⁾

คุณสมบัติที่สำคัญของไทเทเนียมบริสุทธิ์

การเกิดออกไซด์ (oxide coating) โลหะไทเทเนียมบริสุทธิ์สามารถเกิดออกไซด์ได้บนผิวโลหะเมื่อโลหะสัมผัสกับอากาศ น้ำ หรืออิเล็กโทรไลต์(electrolyte) ทำให้เกิดเป็นออกไซด์ได้หลายชนิด เช่น ไทเทเนียมไดออกไซด์(TiO_2) ,ไทเทเนียมออกไซด์(TiO)และ(Ti_2O_3) ขึ้นอยู่กับชนิดโลหะและสภาพแวดล้อม พบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์(TiO_2) เป็นออกไซด์ที่มีความเสถียรและถูกนำมาใช้ประโยชน์มากที่สุด⁽¹⁸⁾ สามารถคงตัวอยู่ที่อุณหภูมิและความเป็นกรด-ด่าง ได้ในช่วงกว้าง ทำให้สามารถทนต่อสภาวะการรีดิวซ์ อย่างอ่อน สภาวะเป็นกลาง สภาวะออกซิไดซ์ที่รุนแรง รวมทั้งอุณหภูมิสูงได้^(19, 20) ภายในเวลาเศษหนึ่งส่วนพันวินาที(millisecond) ชั้นของออกไซด์จะเกิดขึ้นมีความหนาประมาณ 10 อังสตรอม (A°)ที่ผิวของโลหะไทเทเนียมบริสุทธิ์ และภายในเวลา 1 นาที ชั้นของออกไซด์จะมีความหนาเป็น 50-100 อังสตรอม(A°) ชั้นของออกไซด์ที่เกิดขึ้นตามธรรมชาติจะมีลักษณะเป็นชั้นบางๆ (อยู่ในช่วงประมาณ 3-10 นาโนเมตร), มีรูปร่างอสัณฐาน(amorphous) และ stoichiometrically defective ออกไซด์ที่เกิดขึ้นส่วนใหญ่จะอยู่ในรูปของ TiO_2 สามารถเกาะติดกับไทเทเนียมที่เป็นต้นกำเนิดของออกไซด์ได้ดี เมื่อชั้นของ

ออกไซด์เกิดขึ้นจะป้องกันไม่ให้ออกซิเจนผ่านเข้าไปถึงโลหะข้างในได้ทำให้ไทเทเนียมมีคุณสมบัติเฉื่อยต่อการเกิดปฏิกิริยาและต้านทานการกัดกร่อนได้ดี อัตราการละลายตัวของไทเทเนียมไดออกไซด์มีค่าน้อยมากและมีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยที่ผิวของโลหะเมื่อเวลาผ่านไป ชั้นของออกไซด์จะเกิดขึ้นเพื่อซ่อมแซมตัวเองทันทีที่ถูกทำลายและไม่แตกสลายเมื่ออยู่ในสภาวะที่อยู่ในร่างกาย^{(19) (20)}

ความเข้ากันได้ทางชีวภาพ (Biocompatibility)

จาก The Glossary of Prosthodontic Terms (GPT) seventh edition ปี 1999 ให้คำนิยามของBiocompatibilityไว้ว่า “capable of existing in harmony with the surrounding biologic environment” ซึ่งหมายถึง วัสดุที่เมื่อใช้กับร่างกายแล้วให้การตอบสนองของร่างกาย (biological response) ที่เหมาะสม เมื่อเข้าไปอยู่ในเนื้อเยื่อของร่างกายแล้วเกิดปฏิกิริยากันน้อยที่สุด โดยที่วัสดุนั้นไม่ทำอันตรายต่อเนื้อเยื่อและวัสดุก็ไม่ได้ถูกทำลายด้วยเนื้อเยื่อด้วยเช่นกัน

การเชื่อมกันระหว่างกระดูกกับรากเทียมให้เป็นหนึ่งเดียวกันโดยไม่มีเกิดเนื้อเยื่อไฟบรินมาวางกลาง เรียกว่า การเกิดกระดูกเชื่อมประสาน (Osseointegration) ซึ่งจะทำให้เกิดรอยต่อระหว่างกระดูก - รากฟันเทียมที่เสถียรและแข็งแรงพอที่จะรองรับส่วนของฟันปลอมและถ่ายทอดแรงโดยไม่ทำให้เกิดความเครียด(stress) ที่รอยต่อระหว่างกระดูกกับรากฟันเทียม⁽²¹⁾ โดยการเกิดกระดูกเชื่อมประสานระหว่างวัสดุรากฟันเทียมกับกระดูกนั้นจะทำให้รอยต่อระหว่างกระดูก-รากฟันเทียมที่เสถียรและแข็งแรงพอที่จะรองรับส่วนของฟันปลอมและถ่ายทอดแรงโดยไม่ทำให้เกิดความเครียดที่รอยต่อระหว่างกระดูก-รากฟันเทียม นอกจากนี้แล้วกระดูกต้องยังคงความมีชีวิต ระยะระหว่างกระดูกกับรากเทียมต้องน้อยกว่า 10 นาโนเมตรและไม่เกิด เนื้อเยื่อไฟบริน⁽²¹⁾ รูปทรง(geometry) และ ลักษณะพื้นผิว (surface topography) ของรากเทียมเป็นสิ่งสำคัญที่จะทำให้เกิดความสำเร็จในการรักษาระยะสั้นหรือยาวได้ เมื่อฝังรากเทียมไปในร่างกายแล้ว จะมีการตอบสนองของร่างกายต่อวัสดุที่ใส่ทดแทนเข้าไปโดยร่างกายจะเกิดการหายของแผลรอบรากเทียมใกล้เคียงกับการการหายของแผลในกระดูก เมื่อเปรียบเทียบขบวนการเกิดกระดูกเชื่อมประสานของการฝังรากเทียม กับขบวนการเกิดการเชื่อมของกระดูกโดยตรงหลังจากกระดูกหักแล้วพบว่าแตกต่างกันเล็กน้อย ในแง่ของการหายของรากเทียมเป็นการเชื่อมระหว่างกระดูกกับวัสดุในร่างกาย⁽²²⁾ โดยกระบวนการแรกที่เกิดขึ้นทันทีหลังจากการปักรากเทียมลงไป ในปากกระดูก จะมีการดูดซับของโปรตีนและเลือดซึ่งเป็นเนื้อเยื่อที่มาสัมผัสผิวรากเทียมเป็นลำดับแรก การยึดกันระหว่างไอออน,ไขมัน และ adhesive macro molecules ได้แก่ albumin, fibrin และ fibronectin การดูดซับโปรตีนเหล่านี้ได้รับการพิจารณาว่าเป็นระยะแรกๆ ของการเกิดกระดูกเชื่อมประสานและเป็นการเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วตามมาด้วยการเกิดการมาเกาะของเกล็ดเลือด บนผิวของราก

เทียม จากนั้นเกล็ดเลือด จะปลดปล่อยสารชีวเคมีต่างๆออกมา รวมถึงปัจจัยในการเกิดการตั้งดูดทางเคมีสำหรับเซลล์สร้างกระดูก ซึ่งมีผลต่อการเกิดกระดูกเชื่อมประสานได้⁽²³⁾ เกิดการสร้างก้อนเลือดที่แข็งตัว (clot formation) โดย เกิดการหดตัวของหลอดเลือด(vasoconstriction) และการหดตัวของลิ่มเลือด(blood clot)ซึ่งมีบทบาทสำคัญในการหายของแผลรอบรากเทียม ตามมาด้วยการสร้างโครงร่างไฟบริน ไปยึดเกาะที่บริเวณผิวของรากเทียมและกระดูกที่ล้อมรอบ ตามมาด้วยการสร้างโครงร่างไฟบริน ไปยึดเกาะที่บริเวณผิวของรากเทียมและกระดูกที่ล้อมรอบ ตามมาด้วยการสร้างโครงร่างไฟบริน ไปยึดเกาะที่บริเวณผิวของรากเทียมและกระดูกที่ล้อมรอบ ตามมาด้วยการสร้างโครงร่างไฟบริน ไปยึดเกาะที่บริเวณผิวของรากเทียมและกระดูกที่ล้อมรอบ ตามมาด้วยการสร้างโครงร่างไฟบริน ไปยึดเกาะที่บริเวณผิวของรากเทียมและกระดูกที่ล้อมรอบ ตามมาด้วยการสร้างโครงร่างไฟบริน ไปยึดเกาะที่บริเวณผิวของรากเทียมและกระดูกที่ล้อมรอบ

ปัจจัยที่ส่งอิทธิพลต่อการเกิดการเกิดกระดูกเชื่อมประสาน ได้แก่

1. การออกแบบรากเทียม(implant design)
2. ชนิดของวัสดุ วัสดุควรเป็นวัสดุที่มี biocompatibility ที่ดี
3. คุณสมบัติของพื้นผิว (Surface properties) เป็นปัจจัยที่สำคัญต่อการเกิด Osseointegration คุณสมบัติของพื้นผิวจะส่งผลกระทบต่อตอบสนองของร่างกาย เช่น การดูดซับโปรตีน, การตอบสนองของพื้นผิวต่อเซลล์⁽²⁴⁾ คุณสมบัติของพื้นผิวที่ต้องคำนึงถึงได้แก่ ลักษณะของพื้นผิว(Surface topography), องค์ประกอบของพื้นผิว (Surface composition), ความหยาบผิว (Surface roughness) และความเปียกน้ำของพื้นผิว (Surface wettability)

จากที่กล่าวมานั้น จะเห็นได้ว่าพื้นผิวของรากเทียมมีความสำคัญอย่างมากต่อการเกิด กระดูกเชื่อมประสาน ส่งผลให้เกิดความสำเร็จในการรักษาทันตกรรมรากเทียม การปรับสภาพพื้นผิวของรากเทียมไทเทเนียมจึงมีความสำคัญด้วยเช่นกัน

นอกจากนั้น การปรับสภาพผิวไทเทเนียมมีความสำคัญอีกอย่าง คือ เพื่อให้พื้นผิวมีคุณสมบัติที่เหมาะสมต่อการใช้งานที่จะใช้ ทำให้เกิดการตอบสนองทางชีวภาพที่เหมาะสม⁽²⁵⁾ ในทางทันตกรรมรากเทียมการปรับสภาพพื้นผิวรากเทียมทำให้พื้นผิวรากเทียมคุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีที่ดีขึ้น⁽⁷⁾ การปรับสภาพพื้นผิวของรากเทียมแบ่งเป็น

การปรับพื้นผิวที่องค์ประกอบทางเคมี (Chemical composition) กล่าวคือ องค์ประกอบทางเคมี หรือประจุ ที่พื้นผิวของไทเทเนียมมีความแตกต่างกัน ขึ้นอยู่กับองค์ประกอบหลักของวัสดุและการปรับสภาพผิว องค์ประกอบทางเคมีและประจุมีความสำคัญต่อการดูดซับโปรตีนและการยึดเกาะของเซลล์นอกจากนั้นยังมีผลต่อคุณสมบัติความชอบน้ำของวัสดุอีกด้วย พื้นผิวที่มีความชอบน้ำมีแนวโน้มในการตอบสนองต่อเซลล์และเนื้อเยื่อได้ดีกว่าพื้นผิวที่ไม่ชอบน้ำ

(24)

การปรับสภาพพื้นผิวที่ความหยาบผิว(surface roughness) ของรากเทียม มีการรายงานว่พื้นผิวที่หยาบมีผลต่ออัตราการเกิดกระดูกเชื่อมประสาน และ biomechanical fixation⁽²⁶⁾ ความขรุขระของพื้นผิวของรากเทียมแบ่งเป็น 3 ระดับ คือ ระดับ ไมโคร , ไมโคร, และ นาโน

ความหยาบผิวระดับไมโคร ที่อยู่ในช่วง มิลลิเมตรจนถึงเป็น100ไมครอน ความขรุขระ จะช่วยเพิ่มการยึดกันเชิงกล(mechanical interlocking)ระหว่างพื้นผิวกับกระดูก แต่อย่างไรก็ตาม มีการรายงานว่พื้นผิวที่มีความหยาบสูง จะทำให้เกิดเนื้อเยื่อรอบลึงปลูกฟันอักเสบ (peri-implantitis) และยังมีกรรั่วซึมของไอออนออกมาอีกด้วย⁽¹⁾

ความหยาบผิวระดับไมโคร อยู่ในช่วง 1-10 ไมครอน ซึ่งความหยาบผิวในช่วงนี้ทำให้เกิดการยึดเชิงกลที่สูงที่สุด ระหว่างกระดูกกับพื้นผิว หลายการศึกษาวิจัยว่ความหยาบผิวในช่วงนี้ทำให้เกิดการยึดระหว่างกระดูกและพื้นผิวรากเทียมได้ดีกว่า และมีค่าความต้านทานต่อการดึงออก(removal torque)ที่สูงกว่า เมื่อเปรียบเทียบกับรากเทียมไทเทเนียมที่มีพื้นผิวที่เรียกว่า ความหยาบผิวที่อยู่ในช่วงนาโนเมตร มีบทบาทสำคัญในการดูดซับโปรตีน และ การยึดติดของ เซลล์ออสติโอเบลาสต์ จึงรวมทั้งอัตราการเกิดกระดูกเชื่อมประสานด้วย แต่อย่างไรก็ตามการทำพื้นผิวระดับนาโนเมตรด้วยการปรับสภาพผิวทางเคมีทำให้เกิดซ้ำได้ยาก นอกจากนั้นยังไม่ทราบแน่ชัดถึงพื้นผิวระดับนาโนเมตรที่เหมาะสมกับการเป็นตัวนำให้โปรตีนที่มีความจำเพาะกับการยึดเกาะของเซลล์ออสติโอเบลาสต์และการเกิดกระดูกที่รวดเร็วขึ้น

เทคนิคพลาสมาสเปย์ (Plasma-spraying)

เป็นวิธีที่ใช้กันบ่อยและใช้มานาน ถูกนำเสนอครั้งแรก โดย Hahn และ Palich ในปี 1970⁽²⁷⁾ ทำให้เกิดพื้นผิวแบบรูพรุนในระดับไมโครเมตร ซึ่งรายงานผลของการทำพลาสมาสเปย์ ว่าสามารถเพิ่มแรงที่ใช้ในการดึงรากเทียมออก (Removal torque) และ การยึดต่อระหว่างกระดูกกับรากเทียม (Bone-implant contact) อย่างมีนัยสำคัญ และผิวที่เพิ่มมานั้นต้องเป็น passive surface จึงใช้ร่วมกับสารที่มีความเข้ากันได้ดีกับเนื้อเยื่อ เช่น อนุภาคไทเทเนียมและ อนุภาคไฮดรอกซีอะปาทาइट (HA)

วิธีการทำพลาสมาสเปย์ในไทเทเนียม ทำโดยใช้ผงไทเทเนียมฉีดเข้าไปใน plasma torch ณ อุณหภูมิสูง จากนั้นอนุภาคไทเทเนียมจะไปฝังตัวที่พื้นผิวรากเทียม อนุภาคจะมีความแน่นขึ้นและรวมตัวเข้าด้วยกัน เกิดเป็นฟิล์มหนาประมาณ 30 ไมครอน ความหนาต้องหนาดัง 40-50 ไมครอน เพื่อที่จะเป็นเนื้อเดียวกัน ผลจากการเคลือบผิวด้วยวิธีพลาสมาสเปย์ ทำให้มีขรุขระโดยเฉลี่ย ประมาณ 7 ไมครอน จึงช่วยเพิ่มปริมาณพื้นผิวให้กับรากเทียม มีการรายงานว่ การเคลือบ

พื้นผิวในลักษณะสามมิตินี้ สามารถเพิ่มความต้านแรงดึง (tensile strength) ที่พื้นผิวระหว่างกระดูกและรากเทียม⁽²⁸⁾

เทคนิคพลาสมาสเปรย์มีปัญหาหลายประการ ได้แก่ ความไม่แน่นอนของความแข็งแรงของการยึดอยู่ (Bond strength) ระหว่างสารที่นำมาเคลือบ (coating material) กับผิวโลหะ (metallic substrate), ความหนาแน่นของสารที่เคลือบไม่เป็นหนึ่งเดียวกันอันเป็นผลจากขบวนการและพารามิเตอร์ต่างๆบนผิวเคลือบ⁽²⁹⁾ โดยเฉพาะในกรณีเคลือบพื้นผิวไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยเทคนิคพลาสมาสเปรย์ มักจะพบปัญหาในทางคลินิก ปัญหาหลัก คือ การหลุดลอกของชั้นที่เคลือบออกจากไทเทเนียม ทำให้เกิดการล้มเหลวบริเวณรอยต่อของรากเทียมกับพื้นผิวที่เคลือบอยู่ ทั้งที่ความเป็นจริงแล้วพื้นผิวที่เคลือบไปสามารถยึดเกาะกับกระดูกได้เป็นอย่างดี แต่การยึดระหว่างไฮดรอกซีอะพาไทต์กับพื้นผิวของรากเทียมไม่ดี เป็นผลให้การรักษาด้วยรากเทียมล้มเหลว ด้วยเหตุผลดังกล่าวการใช้รากเทียมที่เคลือบไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยเทคนิคพลาสมาสเปรย์ จึงมีข้อจำกัด^(2, 5)

เทคนิคกริต บลาสต์ (Grit-blasting)

เป็นการเคลือบผิวด้วยอนุภาคเซรามิกโดยใช้อากาศอัดอนุภาคเซรามิกผ่านท่อออกไปด้วยความเร็วสูง ขนาดของอนุภาคเซรามิกที่ต่างกันจะให้ความขรุขระที่ต่างกัน อนุภาคที่ใช้ต้องมีคุณสมบัติทางเคมีที่คงที่และมีความเข้ากันได้กับเนื้อเยื่อที่ดี และไม่ไปขัดขวางการเกิดกระดูกเชื่อมประสาน อนุภาคที่ใช้ทำเทคนิคนี้ ได้แก่ อลูมินา ไทเทเนียมออกไซด์ และ แคลเซียมฟอสเฟต โดยทั่วไปนิยมใช้อลูมินา (Al_2O_3) แต่มีข้อเสียคือมักจะมีอนุภาคของอลูมินา หลงเหลืออยู่หลังจากการทำความสะอาดด้วยเครื่องอัลตราโซนิก , acid passivation และการทำให้ไร้เชื้อ (sterilization) แล้วก็ตาม⁽³⁰⁾ อนุภาคเหล่านั้นอาจหลุดออกมาแล้วอยู่ในเนื้อเยื่อที่ล้อมรอบทำให้ไปขัดขวางการเกิด osseointegration ของรากเทียมได้ ไทเทเนียมออกไซด์เป็นอนุภาคที่นิยมใช้ทำเทคนิคนี้ เช่นกัน โดยจะใช้อนุภาคขนาด 25 ไมครอนโดยเฉลี่ย ทำให้เกิดเป็นพื้นผิวที่มีความขรุขระประมาณ 1-2 ไมครอนบนรากเทียม การใช้อนุภาคไทเทเนียมออกไซด์มีการรายงานว่าสามารถเพิ่มการยึดต่อระหว่างกระดูกกับรากเทียม ได้ดีกว่า เมื่อเทียบกับพื้นผิวแบบเรียบ⁽³¹⁾

เทคนิคการใช้กรดกัด (Acid-etching)

การใช้กรดกัดพื้นผิว โดยใช้กรดไฮโดรคลอริก (HCl) กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) กรดไนตริก (HNO_3) และกรดไฮโดรฟลูออริก (HF) เพื่อเพิ่มความขรุขระที่พื้นผิวให้กับรากเทียมไทเทเนียม การใช้กรดกัดจะทำให้เกิดเป็นหลุมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 0.5-2 ไมครอน บนผิวไทเทเนียม^(32, 33) พบว่าส่งเสริมให้เกิดกระดูกเชื่อมประสานอย่างรวดเร็ว ในการทดลอง ใช้กรดกัดในอุณหภูมิสูงทำให้เกิดเป็นพื้นผิวที่มีรูพรุนเล็กๆ ซึ่งมีค่าการยึดต่อระหว่างกระดูกกับรากเทียม (BIC) สูง เมื่อ

เทียบกับวิธีการพลาสมาสเปรย์⁽³⁴⁾ การใช้กรดกัดยังช่วยเพิ่มความชอบน้ำของพื้นผิว เพิ่มการเกาะของไฟไบริน ทำให้ออสตีโอเบลาสต์มาเกาะมากขึ้น เพิ่มค่าการยึดต่อระหว่างกระดูกกับรากเทียม (BIC) ได้ แต่อย่างไรก็ตาม การใช้สารเคมีมาปรับปรุงพื้นผิวอาจจะทำให้คุณสมบัติเชิงกลลดลงได้ อาจทำให้เกิดรอยร้าวเล็กๆบนพื้นผิวทำให้ความต้านทานต่อการล้าของรากเทียมมีค่าลดลง⁽³⁵⁾

เทคนิคแอโนไดเซชัน (Anodization)

เป็นวิธีที่เป็นที่ยอมรับในการสร้างฟิล์มของออกไซด์ชนิดต่างๆบนโลหะ การทำแอโนไดเซชันบนโลหะไทเทเนียมเพื่อปรับปรุงการยึดเกาะของพื้นผิว นอกจากนี้การทำแอโนไดเซชันนำมาใช้เพิ่มความหนาของชั้นออกไซด์ เพื่อปรับปรุง การป้องกันการกร่อน (corrosion protection) และลดการปล่อยไอออนออกมา นอกจากนี้ยังทำเพื่อเปลี่ยนสีของโลหะหรือทำให้เกิดชั้นเคลือบที่เป็นรูพรุน

โครงสร้างและคุณสมบัติทางเคมีของชั้นออกไซด์บนผิวไทเทเนียมสามารถทำให้เกิดได้ในหลายรูปแบบ การทำแอโนไดเซชันทำให้เกิดพื้นผิวเป็นรูพรุนในระดับนาโนเมตร หรือ ไมโครเมตร โดยการควบคุมที่ปัจจัยต่างๆ เช่น ความต่างศักย์และปริมาณกระแสไฟฟ้า , ส่วนประกอบของสารละลาย และอุณหภูมิ โดยทั่วไปกระบวนการแอโนไดเซชัน จะรวมถึงการทำความสะอาดด้วยสารละลายที่เป็นด่าง (alkaline cleaning) โดยการนำชิ้นงานไปล้างในสารละลายต่างอ่อนๆ หรือใช้วิธีการกระตุ้นด้วยสารละลายกรด (acid activation) และ การแอโนไดซ์ในอิเล็กโทรไลต์ (electrolyte anodizing) โดย การทำacid activation ทำโดยผสมกรดไนตริก กับกรด ไฮโดรฟลูออริก (HF) นำไปล้างบริเวณผิวไทเทเนียมก่อนทำการแอโนไดเซชัน เพื่อกำจัดออกไซด์ธรรมชาติของไทเทเนียมกับสารปนเปื้อนบนพื้นผิว จากนั้นทำขั้นตอนแอโนไดเซชันโดยปกติจะประกอบด้วยขั้วไฟฟ้า 3 ขั้ว ไทเทเนียมทำหน้าที่เป็นขั้วแอโนด , แพลตตินัมทำหน้าที่เป็นขั้วแคโทด และ Ag/AgCl ทำหน้าที่เป็นขั้วอ้างอิง หลังจากนั้นจึงทำการปล่อยกระแสไฟฟ้า ทำให้เกิดเป็นชั้นของออกไซด์ บนพื้นผิวด้านแอโนด⁽³⁶⁾ พื้นผิวที่เกิดจากการแอโนไดเซชัน จากการศึกษาของ Sul และคณะ⁽³⁷⁾ พบว่ามีผลทำให้เกิดการตอบสนองของกระดูกเป็นอย่างดี เห็นได้จากการเปรียบเทียบโดยการทดสอบทางbiomechanic และ histomorphometric ระหว่างพื้นผิวแอโนไดซ์ไทเทเนียมกับพื้นผิวเรียบ

คุณสมบัติของฟิล์มออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวไทเทเนียมขึ้นอยู่กับปัจจัยที่ใช้ในการทำแอโนไดเซชัน ซึ่งได้แก่

1. ชนิดและความเข้มข้นของสารละลาย

ไทเทเนียมสามารถทำแอโนไดเซชันได้ในสารละลายที่เป็นกรดและสารละลายที่ไม่เป็นกรด สารละลายที่มักจะใช้ในการทำแอโนไดเซชันโลหะไทเทเนียม ได้แก่ กรดต่างๆ

(กรดฟอสฟอริก: H_3PO_4 กรดซัลฟิวริก: H_2SO_4 กรดอะซิติก: CH_3COOH และอื่นๆ) กลือที่เป็นกลาง และสารละลายที่เป็นต่าง เมื่อไทเทเนียมทำหน้าที่เป็นขั้วแอโนดในสารละลาย และมีการปล่อยกระแสไฟฟ้าเข้ามาจะทำให้เกิดออกซิเจนที่ขั้วแอโนดแล้วรวมกับไทเทเนียมที่พร้อมจะเกิดปฏิกิริยาทำให้เกิดเป็นไทเทเนียมออกไซด์ ซึ่งความหนาของชั้นออกไซด์จะขึ้นอยู่กับปัจจัยต่างๆ ได้แก่ ความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ใช้, ระยะเวลาในการทำแอโนไดเซชัน และอุณหภูมิของสารละลาย⁽³⁸⁾

การทำแอโนไดเซชันในสารละลายที่เป็นต่าง จากการศึกษาของ Afshar ในปี 2003⁽⁹⁾ ได้ทำการแอโนไดเซชันของไทเทเนียมในสารละลายต่างเข้มข้นคือ โซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่มีความเข้มข้น 1 โมลาร์ พบว่าการปรับสภาพพื้นผิวด้วยวิธีแอโนไดเซชัน มีบทบาทสำคัญในการลดอัตราการร่อนของโลหะไทเทเนียม อาจเนื่องมาจากมีการสร้างของชั้นออกไซด์ความหนาสูงในสารละลายที่มีความเข้มข้นสูง นอกจากนั้น Sul et al⁽³⁹⁾ ได้ทำการศึกษาถึงการเกิดออกไซด์บนไทเทเนียมที่ผ่านกระบวนการแอโนไดเซชัน พบว่าโดยทั่วไปแล้วในบรรดาสารละลายกรดฟอสฟอริก กรดซัลฟิวริก กรดอะซิติก โซเดียมไฮดรอกไซด์ และแคลเซียมไฮดรอกไซด์ ความหนาของชั้นออกไซด์ในสารละลายกรดซัลฟิวริก มีความหนามากที่สุด และที่สำคัญพบว่าความสามารถในการสร้างออกไซด์ในสารละลายที่เป็นกรดจะสูงกว่าในสารละลายที่เป็นต่าง โดยปกติแล้วกรดฟอสฟอริกและกรดซัลฟิวริกจะทำให้เกิดชั้นออกไซด์ที่มีความหนาเป็นร้อยไมโครเมตร และเกิดเป็นชั้นออกไซด์ที่มีรูพรุนระดับไมโครเมตร เมื่อทำการแอโนไดเซชันในความต่างศักย์ไฟฟ้าที่สูงๆ แต่ในทางตรงกันข้าม ถ้าใช้ฟลูออไรด์เป็นสารละลาย พบว่าจะทำให้เกิดเป็นโครงสร้างแบบท่อ (biological-inspired nanotubular)

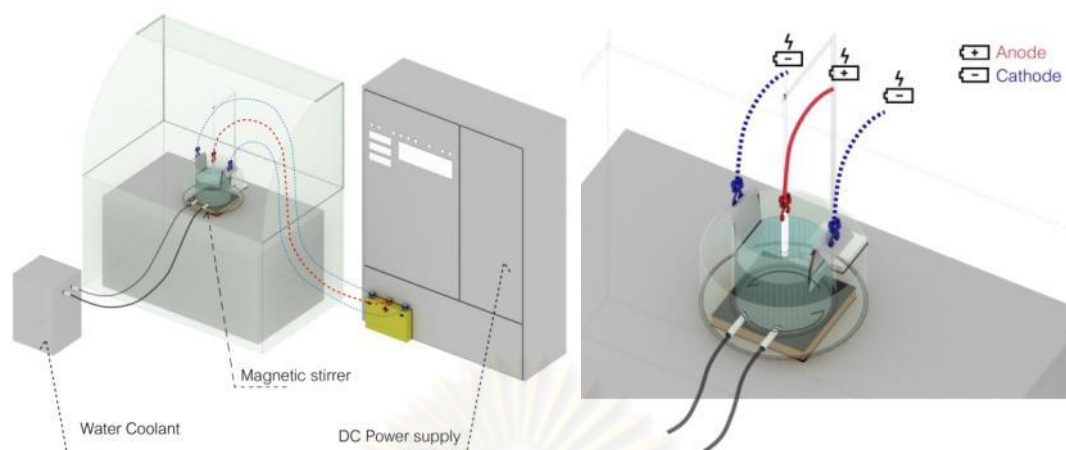
นอกจากนั้นแล้วยังมีการทำแอโนไดเซชันในสารละลายอื่นอีก เช่น สารละลายแคลเซียมฟอสเฟต เพื่อให้ได้ส่วนประกอบของชั้นออกไซด์ที่ประกอบด้วยแคลเซียมและฟอสเฟต จากการศึกษาของ Kim KH และคณะในปี 2006 ได้ใช้ β -glycerophosphate ร่วมกับ calcium acetate พบว่าเกิดแคลเซียมฟอสเฟตเคลือบอยู่บนผิวโลหะไทเทเนียม และมีผลทำให้การเกิดการเปลี่ยนแปลงรูปร่างของเซลล์ออสติโอเบลาสต์ โดยพบว่ามีโครงสร้างอัลคาไลน์ฟอสฟาเทส (alkaline phosphatase ; ALP) ในกลุ่มที่ผ่านการทำแอโนไดเซชันมากกว่ากลุ่มที่ไม่ได้แอโนไดเซชัน⁽⁷⁾

2. ปริมาณความต่างศักย์ไฟฟ้าและกระแสไฟฟ้า

กระบวนการทำแอโนไดเซชันสามารถทำได้โดยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้านั้น สามารถทำได้ 2 วิธี คือ Potentiostatic coulometry ที่จะควบคุมความต่างศักย์ของกระแสไฟฟ้าให้คงที่ และ Galvanostatic coulometry ที่จะควบคุมปริมาณกระแสไฟฟ้าให้คงที่ เกิดการขับเคลื่อนของ

ไอออนทำให้เกิดเป็นชั้นออกไซด์ บนพื้นผิวด้านแอโนดถ้าเราใช้ความต่างศักย์ที่สูงกว่าค่าจำกัดของการต้านทานกระแสไฟฟ้า(dielectric breakdown limit)ของออกไซด์ จะทำให้ออกไซด์ต้านทานต่อกระแสไฟฟ้าต่อไปไม่ได้ เกิดเป็นฟองก๊าซ(gas evolution) และเกิดประกายไฟ เป็นเทคนิคที่เรียกว่า anodic spark deposition (ASD) หรือ Micro-arc oxidation (MAO) เช่น ในการทดลองของ P Kern ในปี 2006 ⁽⁴⁰⁾มีการรายงานว่าค่าความต้านทานสูงสุดในกรดฟอสฟอริก และซัลฟิวริก มีค่าอยู่ที่ประมาณ 250,150 โวลต์ตามลำดับ

การทำแอโนไดเซชันที่ต่ำกว่าความต้านทานสูงสุด พบว่าองค์ประกอบของฟิล์มออกไซด์ที่เกิดขึ้นส่วนใหญ่เป็นไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) มีลักษณะเป็น micro-porous และมีบางส่วนที่มีโครงสร้างเป็นผลึก รูโพลีหรืออะนาเทส มีส่วนน้อยที่พบประเภทบรูไคท์ ออกไซด์ที่เกิดขึ้นในกรณีการแอโนไดเซชันที่เกิดประกายไฟ จะพบว่ามีลักษณะของพื้นผิวที่แตกต่างออกไป กล่าวคือ ที่ความต่างศักย์ 150-200 โวลต์ หรือสูงกว่านั้นพบว่าเกิดก๊าซและมีการเกิดประกายไฟขึ้น ในประเด็นของระดับกระแสไฟฟ้าและ ความต่างศักย์ไฟฟ้าที่จะให้สภาพของชั้นออกไซด์ที่เหมาะสม นั้น เมื่อให้กระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์สูงถึงระดับที่ชั้นออกไซด์ไม่สามารถต้านทานต่อการไหลของกระแสไฟฟ้าได้จะทำให้มีการเปลี่ยนแปลงของก๊าซ เกิดประกายไฟ และเกิดการสลายตัวของชั้นออกไซด์ (Dielectric breakdown) จากนั้นไทเทเนียมไอออน (Ti ion) จากพื้นผิวรากเทียมและไฮดรอกซิลไอออน (OH ion) จะมีการเคลื่อนที่มาในทิศทางตรงกันข้ามอย่างรวดเร็วก่อให้เกิดการสร้างชั้นไทเทเนียมไดออกไซด์อีกครั้ง เรียกเทคนิคนี้ว่า ไมโคร – อาร์ค ออกซิเดชัน(micro-Arc Oxidation, MAO)^(41, 42) ทำให้ความขรุขระผิวเพิ่มขึ้นมีรูปร่างเป็นรูเชื่อมต่อกันในสามมิติ นอกจากนี้ในรายละเอียดของพื้นผิวจะแตกต่างกันไปตามสารละลายที่ใช้หรือสภาวะในกระบวนการแอโนไดเซชัน การเกิดแอโนไดเซชันที่เกิดประกายไฟ ทำให้เกิดการยึดเกาะของฟิล์มออกไซด์ที่มีความหนาถึง 200 ไมครอน รูปร่างของผิวที่เกิดขึ้นมีความน่าสนใจคือ มีรูปร่างเป็นรูพรุนที่มีความขรุขระในตัว อีกทั้งยังไม่มีความมุมแหลมคม การที่มีรูพรุนเปิดแบบนี้ช่วยเพิ่มโอกาสที่จะใส่ยาเข้าไปในรูนั้นแล้วให้มันปล่อยยาออกมา หลังจากปักรากเทียมไปแล้วดังเช่นในการศึกษาของ Dunn DS ในปี 1993⁽⁴³⁾



รูปที่ 1 ภาพจำลองการทำแอนโนไดเซชัน

การเกิดผลึกของออกไซด์(Crystallinity)

การเกิดโครงสร้างผลึกของออกไซด์เป็นแบบอสัณฐาน(amorphous)หรือเกิดเป็นผลึก(crystalline) ขึ้นอยู่กับการจัดสภาวะในการทำแอนโนไดเซชัน ไทเทเนียมออกไซด์ที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติและในกรณีที่ใช้ความต่างศักย์ต่ำ ออกไซด์จะมีรูปร่างอสัณฐาน (amorphous) แต่ถ้าใช้ความต่างศักย์ที่สูงหรือใช้ความร้อนที่จำเพาะเจาะจง โครงสร้างของฟิล์มออกไซด์สามารถเปลี่ยนเป็นผลึกได้ โดยไทเทเนียมออกไซด์จะมีรูปแบบการเรียงตัวของผลึก (crystallographic form) ได้แก่ อะนาเทส(anatase) รูไทล์(rutile) และบรูไคท์(brookite) แบบรูไทล์และอะนาเทสมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเตตระโกนอล (tetragonal structure) บรูไคท์เป็นแบบออร์ทอโรมบิก (orthorhombic structure) แต่ละรูปแบบจะมีคุณสมบัติทางกายภาพที่แตกต่างกัน ผลึกอะนาเทสเกิดขึ้นในสภาวะที่ความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำแต่จะเกิดเป็นผลึกอะนาเทสร่วมกับรูไทล์เมื่อใช้ความต่างศักย์ที่สูงขึ้น โครงสร้างผลึกที่สำคัญคือ อะนาเทสและรูไทล์ เนื่องจากอะตอมของไทเทเนียมสามารถเชื่อมต่อกับอะตอมของออกซิเจนได้ 6 อะตอม ทำให้เกิดรูปแบบโครงสร้างที่หลากหลาย นอกจากนั้นแล้วในการปรับสภาพผิวโดยการใช้ไทเทเนียมเหนียวทำให้เกิดแคลเซียมฟอสเฟตบนพื้นผิวพบว่าการทำออกไซด์บนพื้นผิวช่วยส่งเสริมให้มีการเกิดอะพาไทต์บนพื้นผิวได้ดีขึ้น ในบรรดา รูปแบบโครงสร้างผลึกทั้งสาม (อะนาเทส รูไทล์และบรูไคท์) อะนาเทสมีการจัดเรียงตัวของอะตอมที่เหมาะสมกับการเกาะของอะพาไทต์⁽⁴⁴⁾ อีกทั้งยังมีการยึดติดกับกระดูกที่สูง หลังจากการสร้างอะพาไทต์อีกด้วย

สารละลายซีมูเลตเต้ดบอดีฟลูอิด(เอสบีเอฟ)

เป็นสารที่มีความเข้มข้นของไอออนใกล้เคียงกับความเข้มข้นในของเหลวเลือด ใช้ในการทำนายคุณสมบัติของการเป็นสารที่กระตุ้นให้เกิดกระดูก(bone bioactive) ในร่างกาย เนื่องจากในสารละลายเอสบีเอฟ มีค่าของความเข้มข้นของไอออนใกล้เคียงกับในของเหลวเลือด มาก ในปี 1970 Hench⁽⁴⁵⁾ และคณะได้พบว่าเมื่อฝังไบโอ กลาสเข้าไปในร่างกาย จะเกิดชั้นที่มี SiO_2 อยู่ปริมาณสูงและเกิดฟิล์มของแคลเซียมฟอสเฟตขึ้นบนผิวของไบโอกลาสเสมอ เป็นผลทำให้เกิดการยึดติดกับกระดูกเมื่อเข้าไปอยู่ในร่างกาย อีกทั้งพื้นผิวแคลเซียมฟอสเฟตสามารถทำให้เกิดได้ในห้องปฏิบัติการ โดยการแช่ในสารละลายเป็นบัฟเฟอร์ที่ประกอบด้วย Tris-hydroxymethyl-aminomethane และกรดไฮโดรคลอริก(Hydrochloric acid) หรือที่เรียกว่า Tris buffer solution ที่มีค่า pH เท่ากับ 7.4 ต่อมาในปี 1990 Kokubo ใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ตรวจพื้นผิว ทำให้ระบุได้ว่าชั้นแคลเซียมฟอสเฟตก็คือผลึกของอะพาไทต์ นอกจากนี้พบที่สามารถทำให้เกิดอะพาไทต์บนผิวของแก้วเซรามิก(glass-ceramic) ได้ ในสารเอสบีเอฟที่มีค่าความเข้มข้นของไอออนใกล้เคียงกับของเหลวเลือดของมนุษย์ (human blood plasma)

Nominal ion concentrations of SBF in comparison with those in human blood plasma

Ion	Ion concentrations (mm)	
	Blood plasma	SBF
Na^+	142.0	142.0
K^+	5.0	5.0
Mg^{2+}	1.5	1.5
Ca^{2+}	2.5	2.5
Cl^-	103.0	147.8
HCO_3^-	27.0	4.2
HPO_4^{2-}	1.0	1.0
SO_4^{2-}	0.5	0.5
pH	7.2-7.4	7.40

ตาราง 1 แสดงความเข้มข้นของไอออนในสารละลายเอสบีเอฟ เทียบกับไอออนในของเหลวเลือด

(46)

Kokubo และ Hench ต่างยืนยันว่ามีการเกิดอะพาไทต์บนพื้นผิวของไบโอกลาสชนิด 45S5 ในสารละลายเอสบีเอฟ มีหลายการศึกษายืนยันว่าไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่ผ่านการเผามาแล้วพบว่ามีเกิดอะพาไทต์ขึ้นบนผิวในสารละลายเอสบีเอฟ อีกทั้งยืนยันว่ามีการเชื่อมกับกระดูกผ่านชั้นอะพาไทต์ได้ในร่างกาย และแคลเซียมซัลเฟตเกิดอะพาไทต์ได้ในสารละลายเอสบีเอฟ และในร่างกาย จากที่กล่าวมาแล้วนั้นการพบอะพาไทต์บนพื้นผิวในสารละลายเอสบีเอฟ มีความสัมพันธ์กับการยึดติดของกระดูกในร่างกาย แต่มีการศึกษาเปลือกหอยทากในปี

1989 พบว่ามีการเกิดอะพาไทต์บนพื้นผิวในสารละลายเอสบีเอฟ แต่ไม่เกิดการยึดติดกับกระดูกในร่างกายน่าจะมีสาเหตุมาจากโปรตีนในเปลือกหอยกระตุ้นให้เกิดการตอบสนองของภูมิคุ้มกันของร่างกาย จึงสามารถสรุปได้ว่าวัสดุที่สามารถสร้างอะพาไทต์ได้บนพื้นผิวนั้นจะสามารถยึดติดกับกระดูกผ่านชั้นอะพาไทต์ได้ในร่างกาย ตราบใดที่วัสดุนั้นไม่ได้มีส่วนประกอบที่เป็นพิษต่อร่างกาย หรือไปกระตุ้นภูมิคุ้มกันของร่างกาย⁽⁴⁶⁾

การเคลือบผิวไทเทเนียมด้วยสารที่ประกอบด้วยแคลเซียมและฟอสเฟต (Calcium phosphate-based coating on titanium)

แคลเซียมฟอสเฟตเป็นสารเซรามิกชีวภาพที่นำมาใช้ในร่างกาย โดยในตระกูลของสารที่เป็นอะพาไทต์ที่มีความเข้ากันกับเนื้อเยื่อได้ ประกอบไปด้วยแคลเซียมฟอสเฟตในหลายๆเฟสด้วยกัน เฟสที่เป็นที่รู้จักกันดีได้แก่ ไฮดรอกซีอะพาไทต์ นอกจากนั้นยังมีสารตัวอื่นอีก ได้แก่ บรูไซต์ (Brushite: DCPD) ไตรแคลเซียมฟอสเฟต (tricalcium phosphate: TCP) ไฮดรอกซีอะพาไทต์ เป็นสารที่มีความเสถียรมากที่สุดในบรรดาแคลเซียมฟอสเฟตทั้งหมด เมื่ออยู่ในสภาวะความเป็นกรด-ด่าง ช่วง pH 7.2-7.6 ดังนั้นจึงเป็นสารได้รับความสนใจอย่างมากในด้านของชีววัสดุ และในแต่ละเฟสของแคลเซียมฟอสเฟตจะมีความแตกต่างกัน ดังนี้

บรูไซต์ (dicalcium phosphate dehydrate) เป็นสารที่มีความเสถียรเมื่ออยู่ภายใต้สภาวะที่เป็นกรด pH 4-6 เป็นสารตั้งต้นสำคัญของการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์

ไตรแคลเซียมฟอสเฟต (tricalcium phosphate: TCP) เป็นสารที่พบได้ในสองรูปแบบ จะอยู่ในรูปของ β -TCP ที่อุณหภูมิต่ำ และจะเปลี่ยนเป็น α -TCP เมื่ออยู่ที่อุณหภูมิสูง 1,125 องศาเซลเซียส เนื่องจาก β -TCP มีความไม่เสถียรเมื่ออยู่ในน้ำ จึงไม่สามารถเกิดการตกตะกอนได้ในของเหลวปกติ แต่จะสามารถทำให้เกิดได้โดยการให้ความร้อนกับ calcium-deficiency HA ที่อุณหภูมิมสูงกว่า 700 องศาเซลเซียส

ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (HA) เป็นสารที่มีการศึกษาวิจัยเป็นอย่างมากเนื่องจากมีองค์ประกอบใกล้เคียงกับกระดูกตามธรรมชาติ มีสูตรทางเคมี $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ และมีอัตราส่วนของแคลเซียมต่อฟอสเฟต เท่ากับ 1.67 แต่อย่างไรก็ตามการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ให้ได้ อัตราส่วน 1.67 ทำได้ค่อนข้างยาก ขึ้นอยู่กับวิธีการสังเคราะห์และการกำหนดสภาวะต่างๆในการสร้างไฮดรอกซีอะพาไทต์ จึงทำให้เกิดไฮดรอกซีอะพาไทต์ได้ในหลายๆเฟส ซึ่งอาจแบ่งได้เป็น calcium-deficiency hydroxyapatite Oxy-hydroxyapatite และ carbonated hydroxyapatite (CHA)⁽⁶⁾

ไฮดรอกซีอะพาไทต์มีความสามารถในการยึดติดกับกระดูกด้วยพันธะเคมี เป็นเหตุผลที่สำคัญในการนำเอาไฮดรอกซีอะพาไทต์มาเคลือบบริเวณพื้นผิวรากเทียม อีกทั้งการเคลือบด้วยไฮ

ดรอกซีอะปาไทต์ยังทำให้กระดูกสามารถสร้างเข้าไปในชั้นของไฮดรอกซีอะปาไทต์ได้โดยตรงและด้วยความลึกที่มากกว่าพื้นผิวที่ไม่ได้เคลือบ⁽⁴⁷⁾ การนำไทเทเนียมมาเคลือบด้วยไฮดรอกซีอะปาไทต์เนื่องจากใช้ต้องการข้อดีจากคุณสมบัติเชิงกลของไทเทเนียมและคุณสมบัติทางชีวเคมีที่ดีของสารชีวเซรามิก โดยวิธีการที่ใช้ในการเคลือบพื้นผิวด้วยแคลเซียมฟอสเฟตหรือไฮดรอกซีอะปาไทต์หลายวิธี ได้แก่ วิธีโซล-เจล พลาสมาสเปรย์ เลเซอร์ และหนึ่งในวิธีนั้น คือ การแช่ในสารละลายเอสปีเอฟ วิธีนี้จะทำให้เกิดการตกตะกอนของผลึกแคลเซียมฟอสเฟต จากสารละลายเอสปีเอฟเคลือบบนผิวของไทเทเนียม ที่อุณหภูมิห้อง ใช้หลักการเกิดการตกตะกอน ของแคลเซียมฟอสเฟตบนพื้นผิวไทเทเนียมโดยการแช่ในสารละลายเอสปีเอฟ ทำโดยปรับพื้นผิวไทเทเนียมในสารละลายต่างเพื่อให้เกิดกลุ่มไฮดรอกซิลบนไทเทเนียม นอกจากนั้นการที่มีออกไซด์อยู่บนพื้นผิว จะช่วยให้การเกิดอะปาไทต์บนพื้นผิวได้ดีขึ้น โดยเฉพาะออกไซด์ในรูปแบบอะนาเทส โครงสร้างผลึกมีการเรียงตัวของอะตอมที่เหมาะสมต่อการเหนี่ยวนำให้เกิดผลึกอะปาไทต์⁽¹⁴⁾ ทำหน้าที่เป็นจุดศูนย์กลางในการเริ่มต้นการเหนี่ยวนำให้เกิดแคลเซียมฟอสเฟต การยึดอยู่เชิงกลของพื้นผิวที่เคลือบด้วยแคลเซียมและฟอสฟอรัส ต้องการพื้นผิวไทเทเนียมที่มีความขรุขระและลักษณะทางกายภาพ เช่นอยู่ในรูปแบบออกตะแคลเซียมฟอสเฟต(octacalcium phosphate) หรือคาร์บอนเนตอะปาไทต์(carbonate apatite) ที่มีรูปร่างเหมือนกับกระดูกจะช่วยให้แคลเซียมและฟอสเฟตมาเกาะได้ดีขึ้น มีหลายการศึกษาในห้องปฏิบัติการพบว่าวิธีการเคลือบผิวโดยวิธี biomimetic calcium phosphate เกิดการยึดระหว่างกระดูกกับรากเทียมได้ดีกว่าพื้นผิวที่ไม่ได้เคลือบ⁽⁴⁸⁾ แต่อย่างไรก็ตามการเกิดกระดูกเชื่อมประสาน ของพื้นผิวรากเทียมด้วยวิธีนี้ ยังไม่มีการศึกษาเปรียบเทียบกับพื้นผิวชนิดอื่นก่อนนำไปใช้ในทางคลินิก

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

1. วัสดุที่ใช้ในงานวิจัย

- 1.1. คอมเมอร์เชียลลีย์เพียวไทเทเนียม เกรด 2
- 1.2. กระดาษทรายน้ำ (Silicon carbide abrasive paper) ความละเอียด 400, 600, 1000 และ 1,200
- 1.3. สารละลายอะซิโตน
- 1.4. สารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก 1%
- 1.5. กรดฟอสฟอริก ความเข้มข้น 0.5 โมลาร์
- 1.6. โซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1.0 โมลาร์
- 1.7. น้ำกลั่น
- 1.8. สารละลายสิมูเลตเต็ดบอดี้ฟลูอิด (simulated body fluid)

2. อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

- 2.1. เครื่องขัดผิววัสดุ (DPS 3200, IMPTECH, แอฟริกาใต้)
- 2.2. เครื่องอัลตราโซนิก
- 2.3. เครื่องกวนสารเคมีชนิดแท่งแม่เหล็ก (Magnetic stirrer)
- 2.4. เครื่องกำเนิดกระแสไฟฟ้า
- 2.5. เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน (D8 Discover, BRUKER-axs, เยอรมัน)
- 2.6. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (JSM-6480LV, JEOL, Eching b. München, เยอรมัน)
- 2.7. ตู้ควบคุมอุณหภูมิ (incubator, digital series, Contherm Scientific CO. Ltd., นิวซีแลนด์)

วิธีการวิจัย

วิธีการเตรียมชิ้นงานไทเทเนียม

ตัดแผ่นไทเทเนียมให้มีขนาด $10 \times 15 \times 0.5$ มิลลิเมตร ทำการขัดชิ้นงานด้วยกระดาษทรายน้ำ (Silicon carbide abrasive paper) ความละเอียด 400, 600, 1000 และ 1,200 ตามลำดับ โดยเครื่องขัดผิววัสดุอัตโนมัติ (DPS 3200, IMPTECH, แอฟริกาใต้) จากนั้นทำความสะอาดด้วยเครื่อง อัลตราโซนิกในสารละลายอะซีโตน 5 นาทีเพื่อกำจัดเศษส่วนตกค้างจากขั้นตอนการขัดชิ้นงาน และล้างด้วยน้ำกลั่น ชิ้นงานทั้งหมดจะถูกนำไปแช่ในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก 1% (hydrofluoric acid 1%) นาน 1 นาทีเพื่อกำจัดชั้นออกไซด์และสิ่งปนเปื้อนที่ตกค้างออก หลังจากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่นและสุ่มเลือกชิ้นทดสอบจำนวน 16 ชิ้นเพื่อเป็นตัวแทนของโลหะไทเทเนียมที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน จากนั้นนำชิ้นทดสอบทั้งหมดมารวมกันอีกครั้งแล้วแบ่งกลุ่มชิ้นทดสอบทั้ง 48 ชิ้น เป็น 3 กลุ่ม กลุ่มละ 16 ชิ้น เพื่อทำการปรับสภาพผิวด้วยกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลาย 2 ชนิด



รูปที่ 2 เครื่องขัดผิววัสดุ (DPS 3200, IMPTECH, แอฟริกาใต้)



รูปที่ 3 การทำความสะอาดด้วยเครื่องอัลตราโซนิคในสารละลายอะซีโตน 5 นาที

การทำแอนโนไดเซชัน (anodization)

นำชิ้นงานที่ได้มาทำการปรับสภาพผิวด้วยวิธีแอนโนไดเซชัน โดยใช้เทคนิคโพเทนทิโอสแตติก (potentiostatic) ในสารละลายที่ต่างกัน 3 ชนิด โดยแบ่งกลุ่มออกเป็น

กลุ่มที่ 1 (กลุ่มควบคุม) คือกลุ่มชิ้นงานไทเทเนียม ที่ผ่านการเตรียมชิ้นงานเรียบร้อยแล้ว ไม่ได้ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน จำนวน 16 ชิ้น

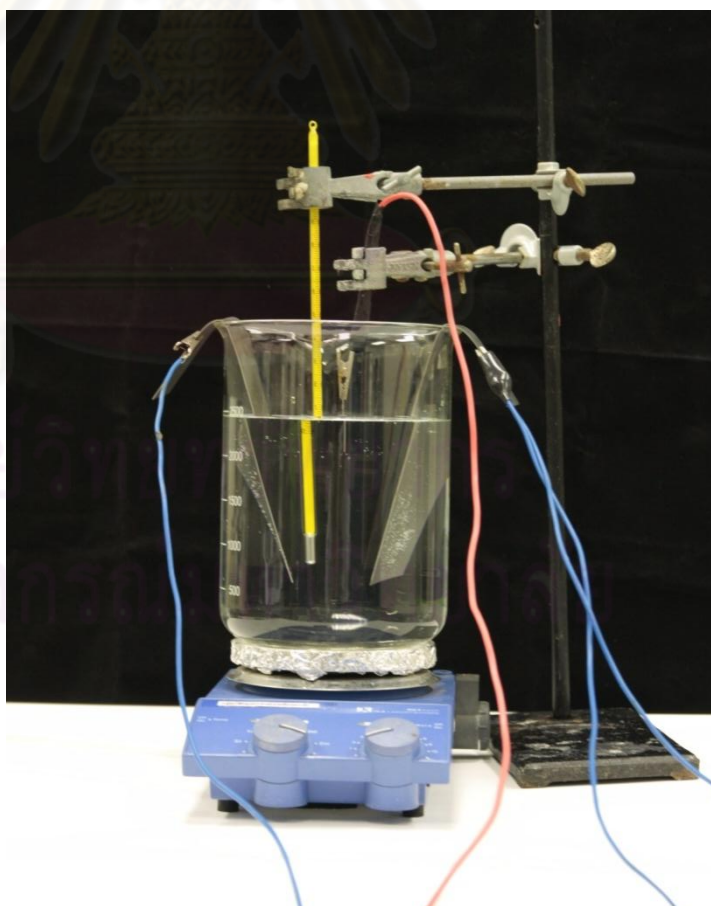
กลุ่มที่ 2 คือกลุ่มชิ้นงานไทเทเนียม ที่นำไปผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริก ที่มีความเข้มข้น 0.5 โมลาร์ ที่กระแสไฟฟ้าคงที่ 200 โวลต์ เป็นเวลา 30 นาที จำนวน 16 ชิ้น

กลุ่มที่ 3 คือกลุ่มชิ้นงานไทเทเนียม ที่นำไปผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่มีความเข้มข้น 1.0 โมลาร์ ที่กระแสไฟฟ้าคงที่ 20 โวลต์ เป็นเวลา 30 นาที จำนวน 16 ชิ้น

ในการศึกษานี้เลือกใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และสารละลายกรดฟอสฟอริก เนื่องจากการศึกษาต่อเนื่องจากงานวิจัยของวรรณภาญจน์ และคณะ⁽⁴⁹⁾ แต่ได้ทำการเปลี่ยนแปลงในค่าความต่างศักย์และระยะเวลาที่ใช้ ที่ได้มาจากการทำการศึกษานำร่อง (pilot study) จนพบค่าความต่างศักย์ และระยะเวลาที่เหมาะสมที่จะเกิดเป็นไทเทเนียมออกไซด์ที่มีโครงสร้างผลึกในรูปแบบของอะนาเทสและรูไทล์



รูปที่ 4 แสดงการต่อเครื่องกำเนิดไฟฟ้าและเครื่องหล่อเย็นเข้ากับชิ้นงานในการทำแอนโนไดเซชัน



รูปที่ 5 การติดตั้งขั้วแอโนด แคโทด สำหรับการทำแอนโนไดเซชัน



รูปที่ 6 เครื่องกำเนิดไฟฟ้ากระแสตรง (DC power supply)



รูปที่ 7 เครื่องหล่อเย็น (Water coolant system)

ในขั้นตอนการแอโนไดเซชันทำภายในตู้ดูดควันสารเคมี (Laboratory Chemical Fume Hood) ร่วมกับการใช้เครื่องกวนสารเคมี (Magnetic stirrer) เพื่อช่วยระบายความร้อนที่เกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าและทำให้สารเคมีมีความเป็นเนื้อเดียวกันอยู่ตลอดการทำปฏิกิริยารวมทั้งมีการควบคุมอุณหภูมิของสารละลายให้คงที่ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียสด้วยเครื่องหล่อเย็น (water coolant) จากนั้นนำชิ้นงานที่ผ่านการแอโนไดเซชัน มาล้างด้วยน้ำกลั่นเป็นเวลา 5 นาที และเป่าแห้ง

การวิเคราะห์รูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X-Ray Diffraction, XRD)

เป็นการศึกษาโครงสร้างและการเรียงตัวของผลึกโดยใช้หลักการของการยิงรังสีเอกซ์ที่ทราบความยาวคลื่น ไปกระทบชิ้นงานแล้วมีตัวรับข้อมูล (detector) คอยตรวจจับอยู่ ซึ่งสารประกอบหรือธาตุที่ต่างกันจะทำให้เกิดการเลี้ยวเบนที่มุมที่มีองศาต่างกัน ทำให้สามารถทราบถึงโครงสร้างผลึก ปริมาณความเป็นผลึก ของสารประกอบได้

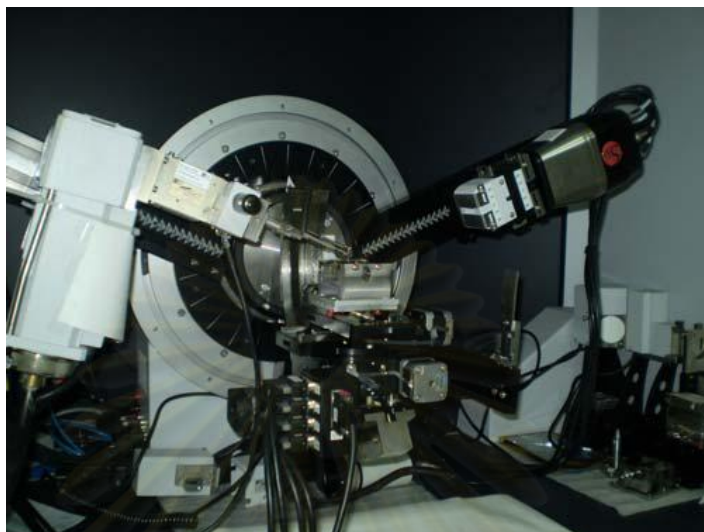
ซึ่งในการศึกษานี้ไม่ได้ทำการตรวจสอบชิ้นงานที่เป็นกลุ่มควบคุม เนื่องจากเป็นที่ทราบกันว่าชั้นออกไซด์ที่เป็นฟิล์มเสถียรบางๆปกคลุมบนไทเทเนียมที่สร้างขึ้นเอง เมื่อผิวไทเทเนียมสัมผัสกับออกซิเจนในอากาศ จะอยู่ในรูปแบบของออกไซด์ที่มีลักษณะอสัณฐาน(amorphous) ไม่ได้มีโครงสร้างผลึกแบบอะนาเทสหรือรูไทล์ จึงทำการทดสอบตัวแทนชิ้นทดสอบเฉพาะกลุ่มที่ผ่านกระบวนการแอโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริกและสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ กลุ่มละ 3 ชิ้น มาวิเคราะห์รูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (D8 Discover, BRUKER-axs, เยอรมัน) โดยมุม 2θ ที่ใช้วัดอยู่ในช่วง 20 - 80 องศา ที่ความยาวคลื่น(λ) = 1.54 Å ความเร็วในการสแกน 0.2 วินาที/ขั้น และ 0.02 องศา/ขั้น ดังรูปที่ 8

การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคและธาตุองค์ประกอบบนพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

(Scanning electron microscope and Energy Dispersive Spectrometer, SEM/EDS)

การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคและธาตุองค์ประกอบของพื้นผิวตัวแทนชิ้นทดสอบในกลุ่มควบคุมที่ไม่ผ่านกระบวนการแอโนไดเซชันหลังจากกำจัดออกไซด์และสิ่งสกปรกบนพื้นผิวด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก 1 % เป็นเวลา 1 นาทีเรียบร้อยแล้ว และกลุ่มที่ผ่านกระบวนการแอโนไดเซชันในสารละลายที่ต่างกัน 2 ชนิด และกลุ่มควบคุม กลุ่มละ 3 ชิ้น มาส่องตรวจดูลักษณะของพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ขยาย 1,000 เท่า ที่ 15 KV และตรวจธาตุบริเวณพื้นผิวของโลหะไทเทเนียมด้วยเทคนิคอีดีเอกซ์ (Energy Dispersive Spectrometer) ด้วยกล้อง

จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด-อีดีเอกซ์ ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า ที่ 15 KV เช่นกัน (SEM-EDX, JSM-6480LV, JEOL, Eching b. München, เยอรมัน) ดังรูปที่ 9



รูปที่ 8 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (D8 Discover, BRUKER-axs, เยอรมัน)



รูปที่ 9 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ขยาย 1,000 เท่าที่ 15 KV
การแช่ในสารเอสบีเอฟ

เตรียมสารละลายเอสบีเอฟ (simulated body fluid) ที่มีความเข้มข้นของไอออนใกล้เคียงกับของเหลวเลือดโดยการผสมสารตามส่วนประกอบดังตาราง 2⁽⁴⁶⁾ จากนั้นนำชิ้นงานจากกลุ่มที่ 1 ถึงกลุ่มที่ 3 กลุ่มละ 10 ชิ้นมาแช่ลงในสารละลายเอสบีเอฟเป็นเวลา 7 วัน 14 วัน และ 28 วัน ตามลำดับ โดยให้ทุกด้านของชิ้นงานแช่อยู่ในสารละลายและอยู่ภายใต้ภาวะที่บดแสง เก็บในตู้ควบคุมอุณหภูมิ (incubator, digital series, Contherm Scientific CO. Ltd., นิวซีแลนด์) ที่อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส จากนั้นนำชิ้นงานมาตรวจวิเคราะห์พื้นผิวที่เกิดขึ้นและธาตุ

องค์ประกอบบนพื้นผิวโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(JSM-6480LV, JEOL, Eching b. München, เยอรมัน) อีกครั้งภายหลังการแช่ในสารละลายเอสบีเอฟ

ตาราง 2 แสดงลำดับของสารองค์ประกอบ ปริมาณ ภาชนะบรรจุ ความบริสุทธิ์ของสาร และน้ำหนักสูตร⁽⁴⁶⁾

Order, amounts, weighing containers, purities and formula weights of reagents for preparing 1000ml of SBF

Order	Reagent	Amount	Container	Purity (%)	Formula weight
1	NaCl	8.035 g	Weighing paper	99.5	58.4430
2	NaHCO ₃	0.355 g	Weighing paper	99.5	84.0068
3	KCl	0.225 g	Weighing bottle	99.5	74.5515
4	K ₂ HPO ₄ · 3H ₂ O	0.231 g	Weighing bottle	99.0	228.2220
5	MgCl ₂ · 6H ₂ O	0.311 g	Weighing bottle	98.0	203.3034
6	1.0M-HCl	39 ml	Graduated cylinder	—	—
7	CaCl ₂	0.292 g	Weighing bottle	95.0	110.9848
8	Na ₂ SO ₄	0.072 g	Weighing bottle	99.0	142.0428
9	Tris	6.118 g	Weighing paper	99.0	121.1356
10	1.0M-HCl	0-5 ml	Syringe	—	—



รูปที่ 10 แสดงการแช่ชิ้นงานไทเทเนียมในสารละลายเอสบีเอฟ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 11 แสดงตู้ควบคุมอุณหภูมิ

การเก็บรวบรวมข้อมูลและวิเคราะห์ข้อมูล

สังเกตและเปรียบเทียบลักษณะของชั้นออกไซด์ โครงสร้างจุลภาค ธาตุที่เป็นองค์ประกอบบนพื้นผิวและรูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นจากผลการวิเคราะห์ของเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันและกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ในแต่ละกลุ่มทดลอง โดยนำภาพโครงสร้างทางจุลภาค ผลการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบ และผลเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันที่เกิดขึ้นบนผิวของชิ้นงานมาอภิปรายผลเชิงพรรณนา

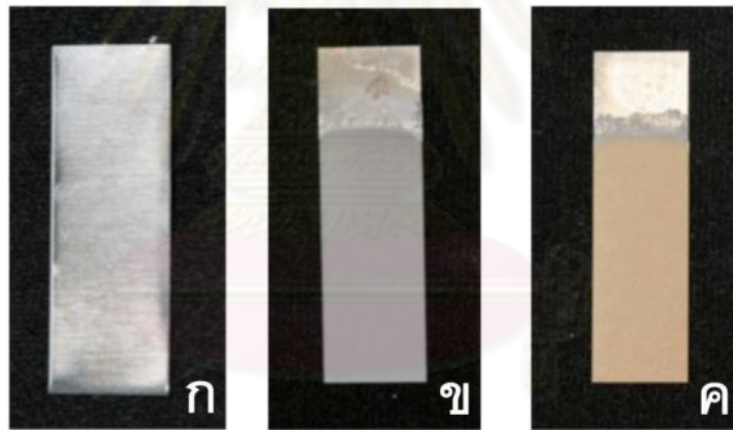
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 4

ผลการวิเคราะห์ข้อมูล

ผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิว

ในการสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่าในไทเทเนียมกลุ่มควบคุมที่ไม่ได้ผ่านการแอนโนไดเซชัน หลังจากทำการกำจัดออกไซด์บริเวณพื้นผิวด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก 1 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 1 นาทีเรียบร้อยแล้วไทเทเนียมมีลักษณะเป็นสีเงินเรียบสม่ำเสมอ เมื่อผ่านการแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริกมีลักษณะบนพื้นผิวเปลี่ยนไปกล่าวคือมีลักษณะปรากฏเป็นแผ่นฟิล์มสีเทาเคลือบบนพื้นผิวอย่างสม่ำเสมอ และในไทเทเนียมที่ผ่านการแอนโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์พบว่าพื้นผิวมีลักษณะเป็นแผ่นฟิล์มสีส้มอ่อนๆเคลือบอย่างสม่ำเสมอเช่นกัน ดังรูปที่ 12



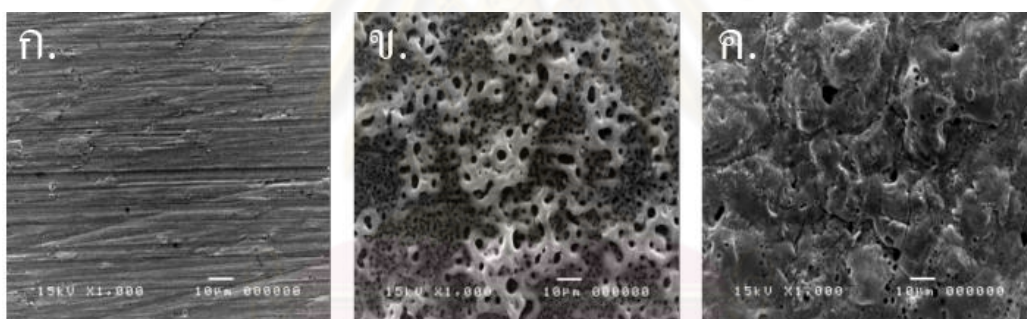
รูปที่ 12 รูปแสดงลักษณะพื้นผิวไทเทเนียม

ก. โลหะไทเทเนียมที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน
(หลังแช่ในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก 1% 1 นาที)

ข,ค. โลหะไทเทเนียมที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายกรด
ฟอสฟอริก และโซเดียมไฮดรอกไซด์ ตามลำดับ

ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคบนพื้นผิว

กลุ่มชิ้นทดสอบโลหะไทเทเนียมที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันและกลุ่มที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายทั้ง 2 ชนิด ถูกนำไปส่องตรวจลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จากรูปที่ 13 จะเห็นว่าสภาพของพื้นผิวของโลหะไทเทเนียมเมื่อผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันจะเกิดลักษณะของชั้นออกไซด์ที่มีลักษณะแตกต่างจากก่อนผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันที่มีลักษณะเป็นรอยทางตามยาว น่าเป็นลักษณะของผิวที่เกิดจากการขัดด้วยกระดาษทราย และพื้นผิวที่ผ่านการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่ต่างกันจะมีพื้นผิวที่มีลักษณะที่แตกต่างกันไปตามสารละลายที่ใช้ โดยพื้นผิวของไทเทเนียมที่ผ่านการแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริกพบว่ามีลักษณะเป็นรูพรุนในสามมิติทั่วพื้นผิว แต่ในพื้นผิวของไทเทเนียมที่ผ่านการแอนโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์มีลักษณะเป็นผิวที่มีความนูนขึ้นมาสลับกับพื้นผิวเรียบ และมีลักษณะเป็นหลุมกระจายอยู่ทั่วพื้นผิว



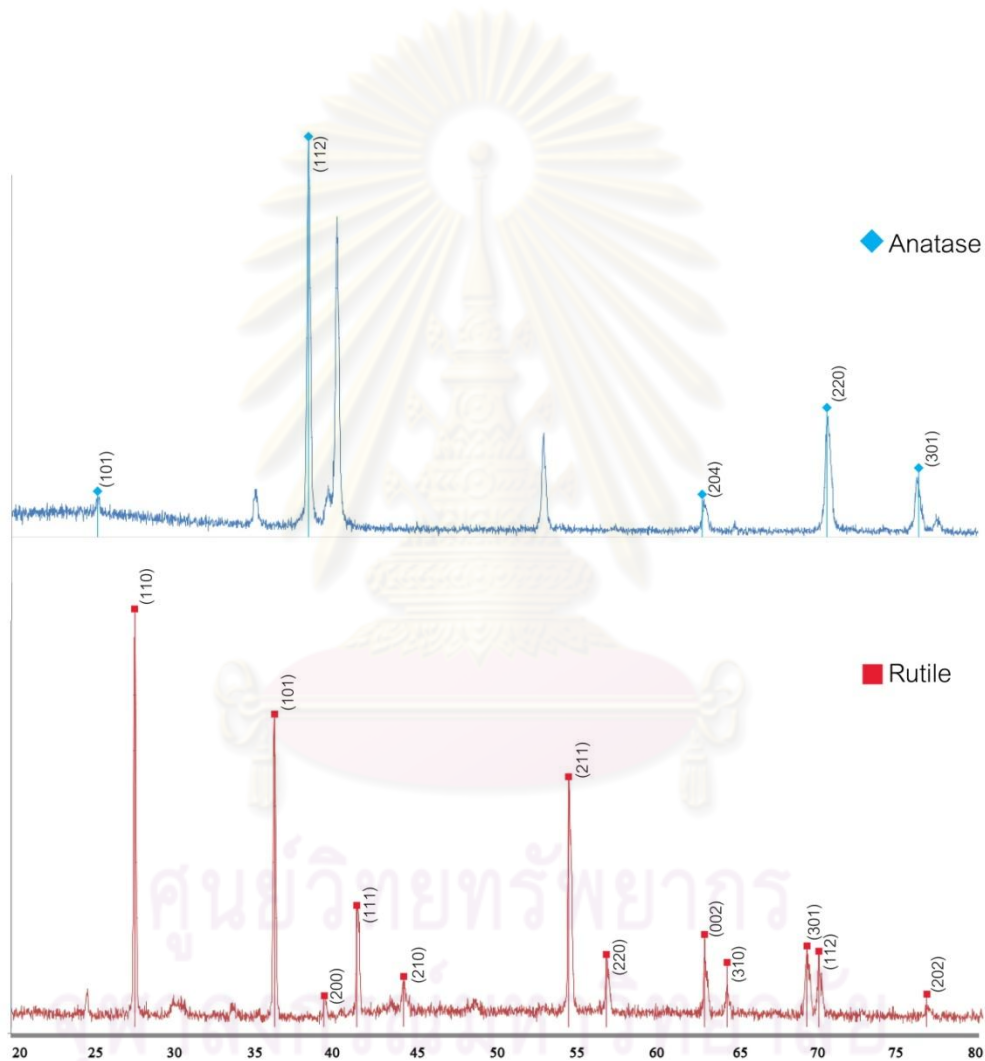
รูปที่ 13 ภาพ SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวชิ้นทดสอบโลหะไทเทเนียม

ก. ไม่ผ่านแอนโนไดเซชัน ข,ค ผ่านแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ ตามลำดับ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ผลการวิเคราะห์รูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน

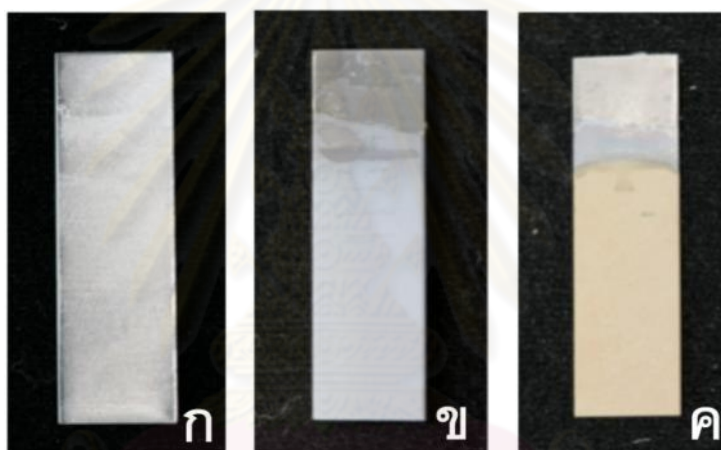
พบว่าชั้นทดสอบโลหะไทเทเนียมกลุ่มที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันที่ใช้สารละลายกรดฟอสฟอริกให้ผลเป็นสารประกอบของไทเทเนียมออกไซด์ มีโครงสร้างผลึกในรูปแบบอะนาทาส การเรียงตัวของผลึกแบบบอดีเซนเตอร์เตตระโกนอล (Body-centered tetragonal) ในขณะที่กลุ่มที่ใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ให้ชั้นออกไซด์ที่โครงสร้างผลึกไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบ รูไทล์ การเรียงตัวของผลึกแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) ดังรูปที่ 14



รูปที่ 14 XRD pattern ของชั้นทดสอบที่ผ่านแอนโนไดเซชันในสารละลาย สารละลายกรดฟอสฟอริก(อะนาทาส)และโซเดียมไฮดรอกไซด์(รูไทล์)

ผลการวิเคราะห์พื้นผิวหลังแช่ในสารละลายซิลูเลตเต็ด บอดีฟลูอิด

หลังการแช่ในสารละลายเอสปีเอฟเป็นเวลา 7, 14 และ 28 วัน เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่าบนพื้นผิวไทเทเนียมกลุ่มควบคุมพบว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลงเกิดขึ้นบนพื้นผิว ส่วนในกลุ่มที่ผ่านการแอนโนไดเซชันทั้งในสารละลายกรดฟอสฟอริกไม่พบการเปลี่ยนแปลงบนพื้นผิวเช่นกัน แต่ในกลุ่มที่ผ่านการแอนโนไดเซชันในสารละลายไฮเดียมไฮดรอกไซด์พบว่าการเปลี่ยนแปลงเกิดขึ้นเฉพาะกลุ่มที่ผ่านการแช่ในสารละลายเอสปีเอฟเป็นเวลา 28 วันเท่านั้น ซึ่งพบว่ามีลักษณะสีขาวบางๆเคลือบอยู่บริเวณพื้นผิว ดังรูปที่ 15 ส่วนกลุ่มที่แช่เป็นเวลา 7 และ 14 วัน ไม่พบการเปลี่ยนแปลง



รูปที่ 15 แสดงลักษณะพื้นผิวไทเทเนียมหลังแช่ในสารละลายเอสปีเอฟเป็นเวลา 28 วัน

- ก. โลหะไทเทเนียมที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน
- ข. โลหะไทเทเนียมที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริก
- ค. โลหะไทเทเนียมที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายไฮเดียมไฮดรอกไซด์

ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคและธาตุองค์ประกอบบนพื้นผิว

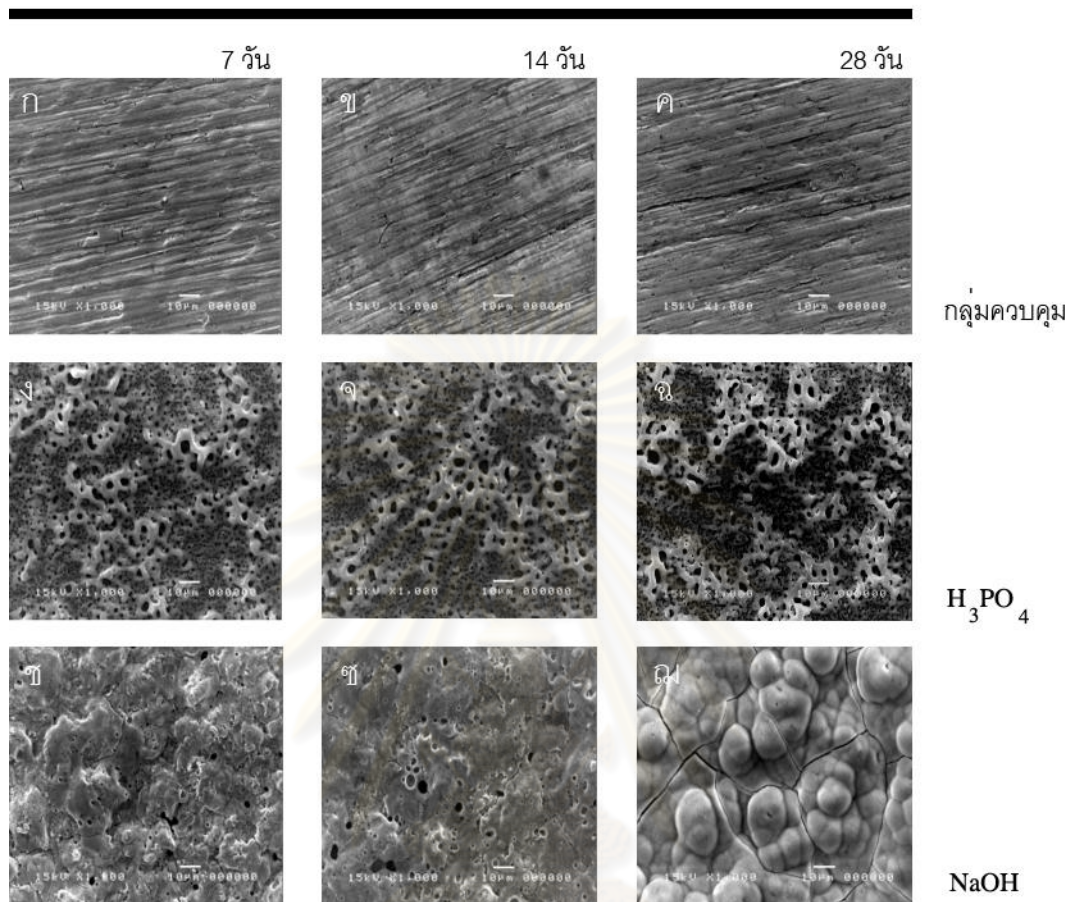
เมื่อทำการนำไปส่องตรวจลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จากรูปที่ 16 จะเห็นได้ว่าสภาพของพื้นผิวของโลหะไทเทเนียมที่ผ่านการแช่ในสารละลายเอสปีเอฟ กลุ่มฟอสฟอริกไม่พบการเปลี่ยนแปลงอย่างมีนัยสำคัญ ส่วนไทเทเนียมที่ผ่านการแอนโอดเซชันในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์พบว่าพื้นผิวค่อยๆเรียบมากขึ้นตามเวลาที่แช่และพบลักษณะของผลึกเกิดขึ้นปกคลุมบริเวณพื้นผิวเมื่อแช่เป็นเวลา 28 วัน ดังรูป 16

จากการตรวจสอบธาตุองค์ประกอบบนพื้นผิวด้วยเทคนิคอีดีเอกซ์ พบไม่พบทั้งแคลเซียมและฟอสเฟตบนพื้นผิวของชิ้นงานไทเทเนียมในกลุ่มควบคุม ส่วนกลุ่มไทเทเนียมที่ผ่านการแอนโอดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริกพบว่ามีฟอสเฟตอยู่บนพื้นผิวแต่มีปริมาณของฟอสเฟตที่เพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อระยะเวลาที่แช่เพิ่มขึ้น แต่ในไทเทเนียมที่ผ่านการแอนโอดเซชันในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์พบว่าการเปลี่ยนแปลงของธาตุองค์ประกอบโดยพบว่ามีปริมาณของแคลเซียมเพิ่มขึ้นเมื่อแช่ชิ้นงานไว้เป็นเวลานานขึ้น และเมื่อแช่ในสารละลายเอสปีเอฟเป็นเวลา 28 วันพบว่าบนพื้นผิวไทเทเนียมมีทั้งแคลเซียมและฟอสเฟตอยู่บนพื้นผิวและปริมาณแคลเซียมต่อฟอสเฟตมีค่าประมาณ 1.70 ดังตาราง 2 ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับอัตราส่วนของแคลเซียมต่อฟอสเฟตในไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีค่าเท่ากับ 1.67

	7 วัน			14 วัน			28 วัน		
	Ca	P	Ca : P	Ca	P	Ca : P	Ca	P	Ca : P
กลุ่มควบคุม (% element)	-	-	-	-	-	-	-	-	-
กลุ่ม H ₃ PO ₄ (% element)	-	6.42	-	-	6.72	-	-	6.95	-
กลุ่ม NaOH (% element)	3.61	-	-	10.27	-	-	21.36	12.60	1.70

ตาราง 2 แสดงปริมาณแคลเซียมและฟอสเฟตบนพื้นผิวไทเทเนียมที่แช่ในสารละลายเอสปีเอฟเป็นเวลา 7, 14 และ 28 วัน

ระยะเวลาการแช่ในสารSBF



รูปที่ 16 ภาพ SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวชั้นทดสอบโลหะไทเทเนียมหลังแช่ในสารละลายเอสบีเอฟเป็นเวลา 7,14 และ 28 วัน ตามลำดับ

ก,ข,ค. ไม่ผ่านแอนโนไดเซชัน ง,จ,ฉ. ผ่านแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริก ช,ซ,ฅ. ผ่านแอนโนไดเซชันในสารละลายไฮเดียมไฮดรอกไซด์

ศูนย์เภสัชวิทยา
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ

ไทเทเนียมที่ผ่านการแอโนไดเซชันจะเกิดลักษณะของออกไซด์ขึ้นบนพื้นผิว ซึ่งออกไซด์ที่เกิดขึ้นมีลักษณะและสีที่ต่างกันไป ขึ้นอยู่กับปัจจัยที่ใช้ในการทำแอโนไดเซชัน ได้แก่ ความเข้มข้นและชนิดของสารละลาย, กระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ของไฟฟ้าระบบ, ระยะเวลาของปฏิกิริยา เป็นต้น นอกจากนี้จะให้ลักษณะของพื้นผิวที่แตกต่างกันแล้วเมื่อวิเคราะห์ลักษณะของพื้นผิวทางจุลภาคแล้วพบว่าให้ลักษณะของพื้นผิวที่มีความแตกต่างกัน พื้นผิวของไทเทเนียมที่ผ่านการแอโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริกพบว่ามีลักษณะเป็นรูพรุนในสามมิติทั่วพื้นผิว แต่ในพื้นผิวของไทเทเนียมที่ผ่านการแอโนไดเซชันในสารละลายไฮดรอกไซด์มีลักษณะเป็นผิวที่มีความนูนขึ้นมาสลับกับพื้นผิวเรียบ และมีลักษณะเป็นหลุมกระจายอยู่ทั่วพื้นผิว โครงสร้างผลึกของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนผิวไทเทเนียมที่ผ่านการแอโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริกพบว่ามีโครงสร้างผลึกในรูปแบบอะนาเทส แตกต่างจากไทเทเนียมที่ผ่านการแอโนไดเซชันในสารละลายไฮดรอกไซด์พบว่ามีโครงสร้างผลึกในรูปลูกไทล์ หลังจากนำไปแช่ในสารละลายเอสปีเอฟเป็นเวลา 28 วัน พบว่ามีเพียงไทเทเนียมที่ผ่านการแอโนไดเซชันในสารละลายไฮดรอกไซด์เท่านั้นที่เกิดผลึกแคลเซียมฟอสเฟตขึ้นบนพื้นผิว

อภิปรายผลการวิจัย

พื้นผิวไทเทเนียมเป็นส่วนสำคัญในการเพิ่มประสิทธิภาพของการยึดติดระหว่างกระดูกกับโลหะไทเทเนียม โดยพื้นผิวของไทเทเนียมมีความสัมพันธ์กับอัตราเร็วและคุณภาพของกระดูกที่จะมาเกาะบนพื้นผิวรากฟันเทียม พื้นผิวที่มีองค์ประกอบทางเคมีและลักษณะพื้นผิวที่เหมาะสมสามารถเพิ่มประสิทธิภาพของการตอบสนองระหว่างกระดูกกับพื้นผิวได้ในเวลาอันสั้น⁽¹⁾ ในการศึกษานี้มีจุดประสงค์เพื่อศึกษาค่าคุณภาพในการเป็นวัสดุชีวภาพ(bioactive) ของโลหะไทเทเนียมที่ผ่านการแอโนไดเซชัน โดยดูจากความสามารถในการเกิดผลึกแคลเซียมฟอสเฟตบนพื้นผิวเมื่อแช่ในสารละลายเอสปีเอฟ วัสดุที่ทำให้เกิดแคลเซียมฟอสเฟตบนพื้นผิวได้ในสารละลายเอสปีเอฟ อัตราการเกิดแคลเซียมฟอสเฟตบนพื้นผิวสามารถบ่งบอกได้ถึงระดับของคุณสมบัติในการกระตุ้นให้เกิดกระดูกบนพื้นผิวไทเทเนียมในร่างกายได้และจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน, Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด, กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน แสดงให้เห็นว่าพื้นผิวของแคลเซียมฟอสเฟตที่เกิดขึ้นจากสารละลายเอสปีเอฟ มีองค์ประกอบและโครงสร้างที่ใกล้เคียงกับ

แร่ธาตุของกระดูก⁽⁵⁰⁾ การศึกษานี้มีวัตถุประสงค์ที่จะศึกษาความสามารถในการเหนียวนำไปเกิดแคลเซียมฟอสเฟตของไทเทเนียม เป็นการจำลองเพื่อศึกษาว่าการใช้พื้นผิวรากเทียมด้วยวิธีนี้เมื่อฝังรากเทียมไปในร่างกายแล้วจะสามารถเหนียวนำแคลเซียมฟอสเฟตให้เกิดบริเวณพื้นผิวได้หรือไม่ ทำให้การเกิดกระดูกเชื่อมประสานได้ในเวลาที่เร็วขึ้นและมีคุณภาพที่ดี ไม่ได้มีจุดประสงค์เพื่อทำการเคลือบผิวด้วยแคลเซียมฟอสเฟต ซึ่งถ้าสามารถเกิดการเหนียวนำได้เองภายในร่างกายโดยไม่ต้องทำการเคลือบพื้นผิวก่อนที่จะฝังลงไปในร่างกายอาจจะช่วยลดปัญหาการหลุดลอกของชั้นผิวที่เคลือบรากเทียมในขณะทำการฝังลงในกระดูก นอกจากนี้วิธีการแอนโนไดเซชันยังเป็นวิธีการทำได้ง่ายและค่าใช้จ่ายไม่สูงอีกด้วย⁽³⁸⁾

มีการศึกษาถึงพื้นผิวแคลเซียมฟอสเฟตว่ามีส่วนช่วยในการทำให้กระดูกมาเกาะที่พื้นผิวรากเทียมเร็วขึ้น แต่ยังมีความกังวลเกี่ยวกับวิธีการเคลือบแคลเซียมฟอสเฟตลงบนพื้นผิวรากเทียม การเคลือบอะปาไทต์โดยวิธีพลาสมาสเปรย์พบว่ามีปัญหาในกรณีที่รูปร่างของรากเทียมนี้อาจมีลักษณะที่ซับซ้อน ทำให้มีการหลุดลอกของชั้นอะปาไทต์ออกจากรากเทียมโดยเฉพาะเวลาที่ใส่รากเทียมไปในกระดูกที่มีความหนาแน่นมาก⁽¹⁾ แอนโนไดเซชันเป็นวิธีการปรับสภาพผิวที่สามารถทำให้เกิดอะปาไทต์ได้บนพื้นผิวโดยผ่านกระบวนการสองขั้นตอน ขั้นแรกคือนำไทเทเนียมไปทำการแอนโนไดเซชันเพื่อให้เกิดออกไซด์ชั้นบนพื้นผิวและเพื่อเปลี่ยนลักษณะของพื้นผิว จากนั้นนำไปแช่ในสารละลายเอสบีเอฟ พื้นผิวไทเทเนียมที่ผ่านการแอนโนไดเซชันจะสามารถกระตุ้นให้เกิดแคลเซียมฟอสเฟตบนพื้นผิวนั้นได้⁽⁵¹⁾

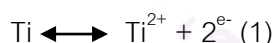
วิธีการแอนโนไดเซชันสามารถทำให้เกิดเป็นพื้นผิวที่มีความหยาบ เป็นรูพรุน และองค์ประกอบทางเคมีบนพื้นผิวที่แตกต่างกันออกไปได้ ขึ้นอยู่กับปัจจัยที่ใช้ในขั้นตอนการแอนโนไดเซชัน ซึ่งได้แก่ความต่างศักย์และกระแสไฟฟ้าของเครื่องให้กำเนิดไฟฟ้า ชนิดและความเข้มข้นของสารละลาย และอุณหภูมิของสารละลายที่ใช้ การทำแอนโนไดเซชันที่ความต่างศักย์ไฟฟ้าสูงกว่าจุดที่เรียกว่า "Breakdown limit" จะทำให้ออกไซด์บริเวณพื้นผิวเปลี่ยนจากลักษณะอสัณฐาน (amorphous) เป็นผลึกออกไซด์ (crystalline oxide) นอกจากนั้นการใช้ความต่างศักย์ที่สูงยังทำให้ขนาดของรูพรุนและความหยาบผิวเพิ่มขึ้นอีกด้วย⁽⁵²⁾ แต่จากงานวิจัยของ Afshar และ Vaezi⁽⁹⁾ ที่ใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์โดยใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำ และใช้เวลาสั้น เมื่อให้ความร้อนภายหลังกระบวนการแอนโนไดเซชัน ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง Afshar และ Vaezi พบว่าโครงสร้างผลึกออกไซด์เกิดทั้งรูไทล์ และอะนาเทส จะเห็นได้ว่ารูปแบบของโครงสร้างผลึกออกไซด์ขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายชนิดรวมทั้งปัจจัยอุณหภูมิด้วย และในการศึกษานี้พบว่าความต่างศักย์ที่เป็น Breakdown limit ในกรดฟอสฟอริก ความเข้มข้น 0.5 โมลาร์ มีค่า 178.1 โวลต์ ในขณะที่การศึกษาของ Choi และคณะ⁽⁴²⁾ พบว่าเกิดการไม่โคเร - อาร์ก ออกซิเดชันที่ค่าความต่าง

ศักย์ 200 โวลต์ ในการวิจัยนี้พบว่าไทเทเนียมจะมีเกิดไมโคร - อาร์ก ออกซิเดชันในกรดฟอสฟอริก ที่ความต่างศักย์ 200 โวลต์ และในส่วนของสารละลายต่างนั้นงานวิจัยนี้ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1 โมลาร์ เริ่มเกิดไมโคร - อาร์ก ออกซิเดชันที่ความต่างศักย์ 13 โวลต์ สารละลาย ซึ่งผลการทดลองพบว่าให้ชั้นแอโนไดซ์ออกไซด์ที่อัดแน่นซึ่งใกล้เคียงกับการศึกษาของ สาเหตุที่การเกิดไมโคร - อาร์ก ออกซิเดชัน ที่ความต่างศักย์ที่แตกต่างกัน อาจจะเนื่องมาจากปัจจัยต่างๆที่ใช้ ในการทำแอโนไดเซชันมีความแตกต่างกันในรายละเอียดเช่น อุณหภูมิที่ใช้ในการทดลอง การคน ผสมสารให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกันตลอดการทำปฏิกิริยาจะช่วยระบายความร้อนและลด ปริมาณควันไอของสารเคมีที่เกิดจากปฏิกิริยา อุณหภูมิที่สูงจะทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้เร็วขึ้น⁽³⁸⁾ และ จากการศึกษาของ Ho-jun song และคณะ⁽⁵³⁾ ได้ทำการแอโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริก ด้วยความเข้มข้นและความต่างศักย์เท่ากับการศึกษานี้ แต่พบว่ามีลักษณะของพื้นผิวที่ต่างไป มีความหนาแน่นของรูพรุนที่ต่างกัน เนื่องจากระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาต่างกัน การศึกษา ของ Ho-jun song ใช้เวลาเพียง 120 วินาที แต่การศึกษานี้ใช้ระยะเวลา 30 นาที เวลาในการทำ ปฏิกิริยาที่ต่างกันทำให้เกิดพื้นผิวในรูปแบบที่ต่างกัน

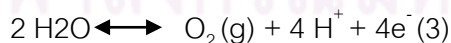
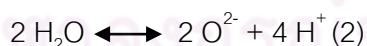
อภิปรายความสัมพันธ์ระหว่างสารละลายที่ใช้ในกระบวนการแอโนไดเซชันกับลักษณะพื้นผิว

ระหว่างกระบวนการแอโนไดเซชันนั้น เมื่อผ่านกระแสไฟฟ้าหรือความต่างศักย์เข้าไปใน สารละลายและมีการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน - รีดักชัน ทำให้มีการปล่อย ไอออนของโลหะซึ่งนำไปสู่การสร้างชั้นออกไซด์ที่พื้นผิวของขั้วบวก ปฏิกิริยาโดยรวมที่นำไปสู่การ เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่ขั้วบวก สามารถสรุปได้ตามสมการ (1) – (4)^(38, 41)

- ที่พื้นผิวที่อยู่ระหว่างไทเทเนียมและไทเทเนียมออกไซด์



- ที่พื้นผิวที่อยู่ระหว่างไทเทเนียมออกไซด์และสารละลาย



- ที่ทั้ง 2 พื้นผิว



ไอออนของไทเทเนียมออกไซด์สามารถละลายลงในสารละลายในรูปแบบของประจุ บวก และ ไทเทเนียมออกไซด์ตกตะกอนและก่อตัวขึ้นบนพื้นผิวที่มีลักษณะเป็นรูพรุน การวิเคราะห์

โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดบนพื้นผิวไทเทเนียมที่ผ่านการแอนโนไดเซชันใน สารละลายที่ต่างชนิดกันพบว่า มีลักษณะของพื้นผิวที่แตกต่างกัน กรดฟอสฟอริกทำให้เกิดลักษณะ พื้นผิวที่เป็นรูพรุนเชื่อมกันในสามมิติ เนื่องจากมีการเกิดการสปาร์คบนพื้นผิวระหว่างออกไซด์และ สารละลาย ในขณะที่สารละลายไฮเดียมไฮดรอกไซด์เกิดการสปาร์คเช่นกันแต่ทำให้เกิดพื้นผิวใน อีกรูปแบบมีลักษณะหนูนๆ สลับกับพื้นผิวเรียบ และมีหลุมเล็กๆ กระจายอยู่ทั่วพื้นผิว ความแตกต่าง ของพื้นผิวที่เกิดขึ้นเกิดจากการที่ใช้ปัจจัยในการทำแอนโนไดเซชันที่แตกต่างกันซึ่งได้แก่ กระแสไฟฟ้า ความเข้มข้นและชนิดสารละลายและ อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา⁽³⁸⁾

อภิปรายความสัมพันธ์ระหว่างสารละลายที่ใช้ในกระบวนการแอนโนไดเซชันกับลักษณะ และรูปแบบโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์

รูปแบบของชั้นออกไซด์ของไทเทเนียมที่มีความเสถียรที่สุด คือ ไทเทเนียมไดออกไซด์ มี 3 รูปแบบ คือ อะนาเทส รูไทท์ และรูไทล์ ซึ่งแต่ละรูปแบบก็มีลักษณะโครงสร้างผลึกและคุณสมบัติ ต่างกัน กระบวนการแอนโนไดเซชันสามารถสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ได้หลายรูปแบบ ขึ้นกับการที่ปรับเปลี่ยนปัจจัยต่างๆ⁽⁵⁴⁾

ในการวิจัยนี้พบว่าในกลุ่มที่ผ่านการแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริกพบพื้นผิวที่มี โครงสร้างผลึกเป็นมีโครงสร้างผลึกในรูปแบบอะนาเทส การเรียงตัวของผลึกแบบบอดีเซนเตอร์ เตตระโกนอล (Body-centered tetragonal) ซึ่งต่างจากการศึกษา Ho-jun song และคณะ⁽⁵³⁾ ซึ่ง ศึกษาการแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริกด้วยความเข้มข้นและความต่างศักย์เท่ากับ การศึกษานี้ แต่ไม่พบออกไซด์ที่มีโครงสร้างผลึกเกิดขึ้นบริเวณพื้นผิว เนื่องจากระยะเวลาที่ใช้ใน การทำปฏิกิริยาต่างกัน และยังพบว่า มี TiP_2O_7 เกิดขึ้น เช่นเดียวกับการศึกษาของ Z X Chen และ คณะ⁽⁵⁵⁾ ทำการแอนโนไดเซชันที่ความต่างศักย์ 200 โวลต์เท่ากับในการศึกษานี้แต่ความเข้มข้นของ กรดฟอสฟอริกมากกว่า คือ 1 โมลาร์ และใช้เวลาเพียง 3 นาที เมื่อตรวจด้วยเครื่องเอ็กซ์อาร์ดี แล้ว ไม่พบออกไซด์ที่มีโครงสร้างผลึกเกิดขึ้น การศึกษาเหล่านี้พบว่าไม่เกิดการสปาร์คขึ้นบน พื้นผิว ดังนั้นอาจกล่าวได้ว่าการเกิดลักษณะของโครงสร้างผลึกบนพื้นผิวของไทเทเนียมใน สารละลายกรดฟอสฟอริกอาจจะมีผลจากการเกิด dielectric breakdown ของชั้นออกไซด์ในขณะ เกิดปฏิกิริยา⁽⁵³⁾ นอกจากนั้นความไม่บริสุทธิ์ (impurities) ของสารละลายจะมีผลต่อการเกิด โครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์ที่ช้าลงเนื่องจากความไม่บริสุทธิ์มีความทนต่อโครงสร้างใน รูปแบบออสติวูด มากกว่าในรูปแบบที่มีโครงสร้างผลึก⁽⁵⁶⁾ แต่อย่างไรก็ตามอาจจะต้องมี การศึกษาเพิ่มเติมเนื่องจากการเกิดโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์ที่เกิดจากการแอนโนไดเซชันจะมี ความซับซ้อนมาก⁽⁵⁷⁾ ในขณะที่กลุ่มที่ใช้สารละลายไฮเดียมไฮดรอกไซด์ให้ชั้นออกไซด์ที่โครงสร้าง ผลึกไทเทเนียมไดออกไซด์รูไทล์ การเรียงตัวของผลึกแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) แต่ ในการศึกษาของวรรณกาญจน์ และคณะ และ Afshar และ Vaezi⁽⁹⁾ ที่ใช้สารละลายไฮเดียมไฮดร

ออกไซด์โดยใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำ เช่นเดียวกันกับการศึกษาที่พบว่าพื้นผิวที่เกิดขึ้นเป็นลักษณะอสัณฐาน ไม่ได้มีโครงสร้างผลึกเหมือนกับในการศึกษานี้ น่าจะเนื่องมาจากในการศึกษานี้ใช้ระยะเวลาในการแอนโนไดเซชันที่นานกว่า และเกิด dielectric breakdown ขณะทำปฏิกิริยา⁽³⁸⁾

อภิปรายความสามารถในการเกิดแคลเซียมฟอสเฟตบนพื้นผิวไทเทเนียม

จากการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและใช้เทคนิค Energy Dispersive Spectrometer หลังจากแช่ชิ้นงานไทเทเนียมในสารละลายเอสปีเอฟ เป็นเวลา 7, 14 และ 28 วัน พบว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลงอย่างมีนัยสำคัญบนพื้นผิวของกลุ่มควบคุมและกลุ่มกรดฟอสฟอริก โดยจากการวิเคราะห์ที่บริเวณพื้นผิวของชิ้นงานกลุ่มกรดฟอสฟอริกทั้งในกลุ่มที่แช่เป็นเวลา 7, 14 และ 28 วัน พบธาตุฟอสเฟตบนพื้นผิวเป็นปริมาณที่เกือบจะคงที่ตั้งแต่เริ่มทำการแช่ มีปริมาณของฟอสเฟตที่เพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อระยะเวลาที่แช่เพิ่มขึ้น

สอดคล้องกับการศึกษาของ Ho-jun song⁽⁵³⁾ และ Yang⁽¹⁴⁾ คือไม่พบการเปลี่ยนแปลงอย่างมีนัยสำคัญบนพื้นผิวไทเทเนียมหลังทำการแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริก Krupa และคณะ⁽⁵⁸⁾ รายงานว่าพื้นผิวที่มีฟอสเฟตไอออนบนพื้นผิวจะช่วยให้ความต้านทานต่อการกัดกร่อนสูงกว่าไทเทเนียมที่ไม่ได้ผ่านการปรับสภาพผิวแต่การกระจายตัวและความสามารถในการเจริญเติบโตของเซลล์ออสติโอเบลาสต์ไม่แตกต่างกัน ความหนาของชั้นออกไซด์ที่เหมาะสมมีความสำคัญต่อการเกิดอะพาไทต์บนพื้นผิวหรือคุณสมบัติความเป็นไบโอแอคทีฟ(Bioactive)ของวัสดุนั้นๆได้ ถึงแม้ว่าไทเทเนียมนั้นจะมีโครงสร้างผลึกเป็นรูปแบบอะนาเทกซ์ก็ตาม แต่ไม่เกิดอะพาไทต์ขึ้นบนพื้นผิวภายใต้สภาวะที่ไม่เกิดการสปาร์คบริเวณพื้นผิว อย่างไรก็ตามในการวิจัยนี้เกิดการสปาร์คบริเวณพื้นผิวในขณะที่ทำการแอนโนไดเซชัน แต่ไม่พบว่ามีแคลเซียมฟอสเฟตเกิดขึ้นบนพื้นผิวเลย ถึงแม้จะแช่ในสารละลายเอสปีเอฟ เป็นเวลา 28 วันก็ตาม สาเหตุที่ไม่เกิดแคลเซียมฟอสเฟตบนพื้นผิวอาจเนื่องมาจากความหนาที่ไม่เหมาะสมของชั้นออกไซด์ ทำให้มีปริมาณไทเทเนียมออกไซด์ไม่เพียงพอที่จะไปเหนี่ยวนำให้เกิดแคลเซียมฟอสเฟตได้ แต่ในการศึกษานี้ไม่ได้ทำการวัดความหนาของชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นจึงไม่สามารถเปรียบเทียบความหนาระหว่างชั้นออกไซด์จากการทำแอนโนไดเซชันในกรดฟอสฟอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ได้ ถึงแม้ว่าจะใช้ระยะเวลาในการทำแอนโนไดเซชันเป็นเวลา 30 นาทีเท่ากันก็ตาม

บนพื้นผิวไทเทเนียมที่ผ่านการทำแอนโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ แล้วแช่ในสารละลายเอสปีเอฟ เป็นเวลา 28 วัน พบว่าเป็นเพียงกลุ่มเดียวที่เกิดแคลเซียมฟอสเฟตขึ้นบนพื้นผิว โดยหลังจากแช่เป็นเวลา 7 วัน พบว่ามีแคลเซียมมาเกาะบริเวณพื้นผิว และมีปริมาณของแคลเซียมเพิ่มขึ้นเมื่อเวลาผ่านไป 14 วัน แคลเซียมฟอสเฟตที่เกิดขึ้นมีอัตราส่วนระหว่างแคลเซียมกับฟอสเฟตเท่ากับ 1.70 ซึ่งเป็นอัตราส่วนใกล้เคียงกับไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีค่าเท่ากับ 1.67

สอดคล้องกับการศึกษาในหลายๆการศึกษา^(56, 59-61) ที่ทำการศึกษาไทเทเนียมในสารละลาย
โซเดียม

ไฮดรอกไซด์ โดยการศึกษาล้วนใหญ่จะทำการปรับสภาพผิวไทเทเนียมโดยการแช่ไทเทเนียมใน
สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น ซึ่งต่างจากการศึกษานี้ซึ่งทำการแอนโนไดเซชัน แต่
ผลการวิจัยส่วนใหญ่สอดคล้องไปในทางเดียวกันคือหลังจากปรับสภาพผิวในสารละลาย
โซเดียมไฮดรอกไซด์แล้วนำไปแช่ในสารละลายเอสปีเอฟ พื้นผิวนั้นๆสามารถเหนี่ยวนำให้เกิด
แคลเซียมฟอสเฟตขึ้นบนพื้นผิวได้ การปรับสภาพผิวไทเทเนียมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอก
ไซด์ หรือสารละลายที่ทำให้เกิดกลุ่มฟังก์ชัน (functional group) เช่น Si-OH Ti-OH Zr-OH Nb-OH
Ta-OH และ PO_4H_2 ที่มีการเรียงตัวอย่างจำเพาะขึ้นบนพื้นผิว โดยกลุ่มฟังก์ชันเหล่านี้สันนิษฐานได้
ว่ามีประจุเป็นลบ สามารถเหนี่ยวนำให้เกิดแคลเซียมฟอสเฟตขึ้นบนพื้นผิวได้⁽⁶¹⁾ โดยกลไกที่ทำให้
เกิดแคลเซียมฟอสเฟตในสารละลายเอสปีเอฟบนพื้นผิวที่ผ่านการปรับสภาพในสารละลายที่เป็น
ต่างได้มีการเสนอโดย Kokubo และคณะ^(4, 14) กล่าวคือ ในไทเทเนียมกลุ่ม Ti-OH บนพื้นผิวมี
ความสำคัญต่อการเกิดแคลเซียมฟอสเฟต ยังมีปริมาณของกลุ่ม Ti-OH มากทำให้มีความสามารถ
ในการเป็นตัวเหนี่ยวนำให้เกิดอะปาทิต กลุ่ม Ti-OH มีประจุเป็นประจุลบซึ่งจะไปจับกับแคลเซียม
ไอออน(Ca^{2+}) ซึ่งมีประจุบวก กลายเป็นแคลเซียมไททานต เนื่องจากมีการสะสมของแคลเซียม
ไอออนบนพื้นผิวเป็นปริมาณมากทำให้พื้นผิวมีความเป็นประจุบวกสูงมากจึงสามารถไปจับกับ
ฟอสเฟตซึ่งมีประจุลบเกิดเป็นสารประกอบแคลเซียมฟอสเฟตแล้วเปลี่ยนรูปเป็นแคลเซียม
ฟอสเฟตได้⁽¹⁵⁾ ซึ่งในการวิจัยนี้ไทเทเนียมที่ผ่านการแอนโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมไฮดรอก
ไซด์และแช่ในสารละลายเอสปีเอฟ โซเดียมไอออน(Na^+) ที่มีอยู่บริเวณพื้นผิวจับกับ H_3O^+ เกิดเป็น
กลุ่มTi-OH อยู่บนพื้นผิว ซึ่งน่าจะเป็นเหตุผลที่เกิดแคลเซียมฟอสเฟตขึ้นบนพื้นผิวที่ผ่านการแอน
โนไดเซชันในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์แต่ไม่เกิดในกรดฟอสฟอริก และการที่โครงสร้างผลึกที่
เกิดขึ้นต่างกันได้แก่รูไทล์และอะนาทาส ตามลำดับอาจจะมีผลกับองค์ประกอบทางเคมีบนพื้นผิว
ซึ่งอาจจะมีผลต่อการสร้างกระดูกในร่างกายได้ แต่อย่างไรก็ตามยังโครงสร้างผลึกที่ต่างกัน
ระหว่างอะนาทาสกับรูไทล์อาจจะไม่ได้มีผลโดยตรงกับการเกิดแคลเซียมฟอสเฟตในสารละลาย
เอสปีเอฟ น่าจะต้องทำการศึกษาต่อไปในอนาคต

กล่าวโดยสรุปการควบคุมปัจจัยต่างๆในการทำแอนโนไดเซชันเช่น ชนิดของสารละลาย,
กระแสไฟฟ้าที่ใช้จากเครื่องกำเนิดไฟฟ้าและระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา ทำให้เกิดลักษณะและ
โครงสร้างของผิวออกไซด์ที่แตกต่างกันได้ แคลเซียมฟอสเฟตสามารถเกิดได้บนพื้นผิวที่ผ่านการ
แอนโนไดเซชันแล้วแช่ในสารละลายเอสปีเอฟ เป็นเวลา 28 วันเท่านั้น

สรุปผลการวิจัย

การศึกษานี้สามารถปรับสภาพผิวได้ในสองรูปแบบโดยการใช้สารละลายที่ต่างกันสองชนิด และเมื่อศึกษาความสามารถในการเป็นพื้นผิวไบโอแอคทีฟ(Bioactive) ของผิวไทเทเนียมที่ได้ปรับสภาพด้วยวิธีการแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริกและสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่ามีเพียงชั้นงานที่แอนโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เท่านั้นที่สามารถแสดงคุณสมบัติไบโอแอคทีฟ โดยการเหนี่ยวนำให้เกิดแคลเซียมฟอสเฟตขึ้นบนพื้นผิวได้ เมื่อเวลาผ่านไป 28 วันหลังการแช่ในสารละลายเอสปีเอฟ อาจกล่าวได้ว่าไทเทเนียมที่ผ่านการแอนโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์อาจจะช่วยเร่งการเกิดการเชื่อมประสานของกระดูกในการฝังรากเทียมได้

ข้อเสนอแนะ

1. ควรมีการศึกษาเพิ่มเติมในการเปรียบเทียบผลของความหนาของชั้นออกไซด์ต่อการเกิดแคลเซียมฟอสเฟตในสารละลายเอสปีเอฟจะส่งผลแตกต่างกันอย่างไร
2. ควรมีการวิจัยต่อเนื่องในระดับเซลล์หรือสัตว์ทดลองเพื่อศึกษาถึงการตอบสนองทางชีววิทยา

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รายการอ้างอิง

- (1) Guehennec, L., Soueidan, A., Layrolle, P., and Amouriq, Y. Surface treatments of titanium dental implants for rapid osseointegration. Dent Mater. 2007;23(7):844-54.
- (2) Gledhill, H. C., Turner, I. G., and Doyle, C. In vitro fatigue behaviour of vacuum plasma and detonation gun sprayed hydroxyapatite coatings. Biomaterials. 2001;22(11):1233-40.
- (3) Gledhill, H. C., Turner, I. G., and Doyle, C. In vitro dissolution behaviour of two morphologically different thermally sprayed hydroxyapatite coatings. Biomaterials. 2001;22(7):695-700.
- (4) Kokubo, T., Kim, H. M., Kawashita, M., and Nakamura, T. Bioactive metals: preparation and properties. J Mater Sci Mater Med. 2004;15(2):99-107.
- (5) Zhu, X., Son, D. W., Ong, J. L., and Kim, K. Characterization of hydrothermally treated anodic oxides containing Ca and P on titanium. J Mater Sci Mater Med. 2003;14(7):629-34.
- (6) Narayanan, R., Seshadri, S. K., Kwon, T. Y., and Kim, K. H. Calcium phosphate-based coatings on titanium and its alloys. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2008;85(1):279-99.
- (7) Kim, K. H., Kwon, T. Y., Kim, S. Y., Kang, I. K., Kim, S., Yang, Y., et al. Preparation and characterization of anodized titanium surfaces and their effect on osteoblast responses. J Oral Implantol. 2006;32(1):8-13.
- (8) Kitsugi, T., Yamamuro, T., Nakamura, T., Kakutani, Y., Hayashi, T., Ito, S., et al. Aging test and dynamic fatigue test of apatite-wollastonite-containing glass ceramics and dense hydroxyapatite. J Biomed Mater Res. 1987;21(4):467-84.
- (9) Vaezi, Afshar A and. Anodizing of Titanium in NaOH Solution and its Corrosion Resistance in PBS Physiologic Solution. Scientia Iranica 2003;10(3):361-6.

- (10) Salemi, H., Behnamghader, A., Afshar, A., Ardeshir, M., and Forati, T. Biomimetic synthesis of calcium phosphate materials on alkaline-treated titanium. Conf Proc IEEE Eng Med Biol Soc. 2007;2007:5854-7.
- (11) Yan, W. Q., Nakamura, T., Kawanabe, K., Nishigochi, S., Oka, M., and Kokubo, T. Apatite layer-coated titanium for use as bone bonding implants. Biomaterials. 1997;18(17):1185-90.
- (12) Pattanayak, D. K., Yamaguchi, S., Matsushita, T., and Kokubo, T. Effect of heat treatments on apatite-forming ability of NaOH- and HCl-treated titanium metal. J Mater Sci Mater Med.22(2):273-8.
- (13) Kim, H. M., Miyaji, F., Kokubo, T., and Nakamura, T. Bonding strength of bonelike apatite layer to Ti metal substrate. J Biomed Mater Res. 1997;38(2):121-7.
- (14) Yang, B., Uchida, M., Kim, H. M., Zhang, X., and Kokubo, T. Preparation of bioactive titanium metal via anodic oxidation treatment. Biomaterials. 2004;25(6):1003-10.
- (15) Cui, X., Kim, H. M., Kawashita, M., Wang, L., Xiong, T., Kokubo, T., et al. Effect of hot water and heat treatment on the apatite-forming ability of titania films formed on titanium metal via anodic oxidation in acetic acid solutions. J Mater Sci Mater Med. 2008;19(4):1767-73.
- (16) Renner, AM. The versatile use of titanium in implant prosthodontics. Quintessence Dent Technol. 2001:188-97.
- (17) Lautenschlager, E. P., and Monaghan, P. Titanium and titanium alloys as dental materials. Int Dent J. 1993;43(3):245-53.
- (18) Lemons, J., and Natiella, J. Biomaterials, biocompatibility, and peri-implant considerations. Dent Clin North Am. 1986;30(1):3-23.

- (19) Parr, G. R., Gardner, L. K., and Toth, R. W. Titanium: the mystery metal of implant dentistry. Dental materials aspects. J Prosthet Dent. 1985;54(3):410-4.
- (20) Wang RR, Fenton A. Titanium for prosthodontic applications: a review of the literature. Quintessence Int 1996;27(6):401-8.
- (21) Anusavice, Kenneth J., and Phillips, Ralph W. Phillips' science of dental materials. 11th ed. St. Louis, Mo.: Saunders, 2003.
- (22) Park, J. Y., and Davies, J. E. Red blood cell and platelet interactions with titanium implant surfaces. Clin Oral Implants Res. 2000;11(6):530-9.
- (23) Puleo, D. A., and Nanci, A. Understanding and controlling the bone-implant interface. Biomaterials. 1999;20(23-24):2311-21.
- (24) Buser, D., Brogini, N., Wieland, M., Schenk, R. K., Denzer, A. J., Cochran, D. L., et al. Enhanced bone apposition to a chemically modified SLA titanium surface. J Dent Res. 2004;83(7):529-33.
- (25) Brunette, D. M., Tengvall P., Textor M., Thomsen P Titanium in medicine : Material science, surface science, engineering, biological responses and medical application. 2001.
- (26) Cochran, D. L., Schenk, R. K., Lussi, A., Higginbottom, F. L., and Buser, D. Bone response to unloaded and loaded titanium implants with a sandblasted and acid-etched surface: a histometric study in the canine mandible. J Biomed Mater Res. 1998;40(1):1-11.
- (27) Hahn, H., and Palich, W. Preliminary evaluation of porous metal surfaced titanium for orthopedic implants. J Biomed Mater Res. 1970;4(4):571-7.
- (28) Buser, D., Schenk, R. K., Steinemann, S., Fiorellini, J. P., Fox, C. H., and Stich, H. Influence of surface characteristics on bone integration of titanium implants. A histomorphometric study in miniature pigs. J Biomed Mater Res. 1991;25(7):889-902.

- (29) Bender, S. A., Bumgardner, J. D., Roach, Bessho, K., and Ong, J. L. Effect of protein on the dissolution of HA coatings. Biomaterials. 2000;21(3):299-305.
- (30) Aparicio, C., Gil, F. J., Fonseca, C., Barbosa, M., and Planell, J. A. Corrosion behaviour of commercially pure titanium shot blasted with different materials and sizes of shot particles for dental implant applications. Biomaterials. 2003;24(2):263-73.
- (31) Wennerberg, A., Albrektsson, T., and Lausmaa, J. Torque and histomorphometric evaluation of c.p. titanium screws blasted with 25- and 75-microns-sized particles of Al₂O₃. J Biomed Mater Res. 1996;30(2):251-60.
- (32) Massaro, C., Rotolo, P., De Riccardis, F., Milella, E., Napoli, A., Wieland, M., et al. Comparative investigation of the surface properties of commercial titanium dental implants. Part I: chemical composition. J Mater Sci Mater Med. 2002;13(6):535-48.
- (33) Zinger, O., Anselme, K., Denzer, A., Habersetzer, P., Wieland, M., Jeanfils, J., et al. Time-dependent morphology and adhesion of osteoblastic cells on titanium model surfaces featuring scale-resolved topography. Biomaterials. 2004;25(14):2695-711.
- (34) Cho, S. A., and Park, K. T. The removal torque of titanium screw inserted in rabbit tibia treated by dual acid etching. Biomaterials. 2003;24(20):3611-7.
- (35) Yokoyama, K., Ichikawa, T., Murakami, H., Miyamoto, Y., and Asaoka, K. Fracture mechanisms of retrieved titanium screw thread in dental implant. Biomaterials. 2002;23(12):2459-65.
- (36) Jackson, Mark J., and Ahmed, Waqar. Surface engineered surgical tools and medical devices. New York: Springer, 2007.
- (37) Sul, Y. T., Johansson, C. B., Petronis, S., Krozer, A., Jeong, Y., Wennerberg, A., et al. Characteristics of the surface oxides on turned and electrochemically oxidized pure titanium implants up to dielectric breakdown: the oxide

thickness, micropore configurations, surface roughness, crystal structure and chemical composition. Biomaterials. 2002;23(2):491-501.

- (38) Kim, K. H., and Ramaswamy, N. Electrochemical surface modification of titanium in dentistry. Dent Mater J. 2009;28(1):20-36.
- (39) Sul, Y. T., Johansson, C., Wennerberg, A., Cho, L. R., Chang, B. S., and Albrektsson, T. Optimum surface properties of oxidized implants for reinforcement of osseointegration: surface chemistry, oxide thickness, porosity, roughness, and crystal structure. Int J Oral Maxillofac Implants. 2005;20(3):349-59.
- (40) Kern, P., and Zinger, O. Purified titanium oxide with novel morphologies upon spark anodization of Ti alloys in mixed H₂SO₄/H₃PO₄ electrolytes. J Biomed Mater Res A. 2007;80(2):283-96.
- (41) Surface engineered surgical tools and medical devices. New York: Springer, 2007.
- (42) Choi, J. W., Heo, S. J., Koak, J. Y., Kim, S. K., Lim, Y. J., Kim, S. H., et al. Biological responses of anodized titanium implants under different current voltages. J Oral Rehabil. 2006;33(12):889-97.
- (43) Dunn, D. S., Raghavan, S., and Volz, R. G. Gentamicin sulfate attachment and release from anodized Ti-6Al-4V orthopedic materials. J Biomed Mater Res. 1993;27(7):895-900.
- (44) Fujibayashi, S., Nakamura, T., Nishiguchi, S., Tamura, J., Uchida, M., Kim, H. M., et al. Bioactive titanium: effect of sodium removal on the bone-bonding ability of bioactive titanium prepared by alkali and heat treatment. J Biomed Mater Res. 2001;56(4):562-70.
- (45) Hench, L. L., and Paschall, H. A. Direct chemical bond of bioactive glass-ceramic materials to bone and muscle. J Biomed Mater Res. 1973;7(3):25-42.

- (46) Kokubo, T., and Takadama, H. How useful is SBF in predicting in vivo bone bioactivity? Biomaterials. 2006;27(15):2907-15.
- (47) Moroni, A., Caja, V. L., Egger, E. L., Trinchese, L., and Chao, E. Y. Histomorphometry of hydroxyapatite coated and uncoated porous titanium bone implants. Biomaterials. 1994;15(11):926-30.
- (48) Habibovic, P., Li, J., van der Valk, C. M., Meijer, G., Layrolle, P., van Blitterswijk, C. A., et al. Biological performance of uncoated and octacalcium phosphate-coated Ti6Al4V. Biomaterials. 2005;26(1):23-36.
- (49) Wannakan, K., Viritpon, S., and Dujreutai, P. An influence of pH on surface characteristics of commercially pure titanium using anodization. Chulalongkorn University Dental Journal. 2553;33(2):67-76.
- (50) Kokubo, T., Kushitani, H., Sakka, S., Kitsugi, T., and Yamamuro, T. Solutions able to reproduce in vivo surface-structure changes in bioactive glass-ceramic A-W. J Biomed Mater Res. 1990;24(6):721-34.
- (51) Sena LA, Andrade MC, Rossi AM, Soares GA. Hydroxyapatite deposition by electrophoresis on titanium sheets with different surface finishing. J Biomed Mater Res. 2002;60:1-7.
- (52) Park, J. M., Koak, J. Y., Jang, J. H., Han, C. H., Kim, S. K., and Heo, S. J. Osseointegration of anodized titanium implants coated with fibroblast growth factor-fibronectin (FGF-FN) fusion protein. Int J Oral Maxillofac Implants. 2006;21(6):859-66.
- (53) Song, Ho-Jun, Park, Seong-Hwan, Jeong, Sang-Hun, and Park, Yeong-Joon. Surface characteristics and bioactivity of oxide films formed by anodic spark oxidation on titanium in different electrolytes. Journal of Materials Processing Technology. 2009;209(2):864-70.

- (54) Han-Jun Oh, Jong-Ho Lee, Yongsoo Jeong. Microstructural characterization of biomedical titanium oxide film fabricated by electrochemical method. Surf Coat Technol. 2005(198):6.
- (55) Chen, Z. X., Takao, Y., Wang, W. X., Matsubara, T., and Ren, L. M. Surface characteristics and in vitro biocompatibility of titanium anodized in a phosphoric acid solution at different voltages. Biomed Mater. 2009;4(6):065003.
- (56) Leach, J S L, and Pearson, BR. Crystallization in anodic oxide films. Corros Sci. 1988;28(1):43-56.
- (57) Zhu, X., Kim, K. H., and Jeong, Y. Anodic oxide films containing Ca and P of titanium biomaterial. Biomaterials. 2001;22(16):2199-206.
- (58) Krupa, D., Baszkiewicz, J., Kozubowski, J. A., Barcz, A., Sobczak, J. W., Bilinski, A., et al. Effect of phosphorus-ion implantation on the corrosion resistance and biocompatibility of titanium. Biomaterials. 2002;23(16):3329-40.
- (59) Forsgren, J., Svahn, F., Jarmar, T., and Engqvist, H. Formation and adhesion of biomimetic hydroxyapatite deposited on titanium substrates. Acta Biomater. 2007;3(6):980-4.
- (60) Uchida, M., Kim, H. M., Kokubo, T., Fujibayashi, S., and Nakamura, T. Structural dependence of apatite formation on titania gels in a simulated body fluid. J Biomed Mater Res A. 2003;64(1):164-70.
- (61) Kokubo, T., Kim, H. M., and Kawashita, M. Novel bioactive materials with different mechanical properties. Biomaterials. 2003;24(13):2161-75.

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวบุศรินทร์ ลีอกตระกูล เกิดที่จังหวัดพิจิตร เมื่อวันที่ 26 พฤษภาคม พ.ศ.2524 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี ทันตแพทยศาสตรบัณฑิต จากคณะทันตแพทยศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล เมื่อปีพ.ศ. 2548 ปัจจุบันรับราชการในตำแหน่งทันตแพทย์ที่โรงพยาบาล ศรีรัษฎา จังหวัด นนทบุรี และได้ลาศึกษาต่อในหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาทันตกรรมประดิษฐ์ คณะทันตแพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย