



Original Article  
บทความวิชาการ

# อิทธิพลความเป็นกรด-ด่างต่อลักษณะเฉพาะ บนพื้นผิวคอมเมอร์เชียลลีย์เพียวไททาเนียม ที่เตรียมโดยวิธีแอโนไดเซชัน

วรรณกาญจน์ กาญจนมา ท.บ.<sup>1</sup>

วิริทธิ์พล ศรีมณีพงศ์ ท.บ., วท.ม., ปร.ด.<sup>2</sup>

ดุจฤทัย พงษ์เก๋า คະซีมา วท.บ. (เคมี), วท.ม. (เทคโนโลยีเซรามิก), วท.ด. (วัสดุศาสตร์)<sup>3</sup>

<sup>1</sup>นิสิตบัณฑิตศึกษา ภาควิชาทันตกรรมประดิษฐ์ คณะทันตแพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

<sup>2</sup>ภาควิชาทันตกรรมประดิษฐ์ คณะทันตแพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

<sup>3</sup>ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## บทคัดย่อ

**วัตถุประสงค์** เพื่อเปรียบเทียบลักษณะและโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์บนผิวคอมเมอร์เชียลลีย์เพียวไททาเนียม ทั้งก่อนและหลังการปรับสภาพผิวด้วยวิธีแอโนไดเซชัน เมื่อใช้สารละลายที่มีความเป็นกรด-ด่างต่างกัน

**วัสดุและวิธีการ** งานวิจัยนี้ศึกษาในโลหะคอมเมอร์เชียลลีย์เพียวไททาเนียมเกรด 2 ที่ไม่ผ่านและผ่านกระบวนการแอโนไดเซชัน ที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เป็นเวลา 15 นาที ในสารละลาย 3 ชนิด คือ กรดฟอสฟอริก โซเดียมฟลูออไรด์ และโซเดียมไฮดรอกไซด์ แทนสภาวะกรด กลาง และด่างตามลำดับ งานวิจัยนี้ศึกษาลักษณะและโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์โดยใช้โปรไฟล์มิเตอร์ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน และค่ามุมสัมผัสด วิเคราะห์ความแตกต่างของความขรุขระพื้นผิวและค่ามุมสัมผัสดระหว่างกลุ่มทางสถิติด้วยการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางเดียวที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์และเปรียบเทียบเชิงซ้อนแบบแทมเฮน และบอนเฟอร์โรเน

**ผลการศึกษา** พบว่ากระบวนการแอโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมฟลูออไรด์จะให้ความขรุขระพื้นผิว ( $0.078 \pm 0.014$  ไมโครเมตร) และค่ามุมสัมผัสด ( $16.75 \pm 3.24$  องศา) น้อยกว่าโซเดียมไฮดรอกไซด์ กรดฟอสฟอริก และกลุ่มที่ไม่ผ่านกระบวนการแอโนไดเซชันอย่างมีนัยสำคัญ ( $p < 0.05$ )

**สรุป** โลหะไททาเนียมที่ผ่านกระบวนการแอโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมฟลูออไรด์ให้สมบัติความขรุขระพื้นผิวน้อยที่สุดแต่ให้ค่าความชอบน้ำสูงสุด

(ว ทันต จุฬาฯ 2553;33:67-76)

**คำสำคัญ:** ความขรุขระพื้นผิว; ค่ามุมสัมผัสด; แอโนไดเซชัน

## บทนำ

ไททาเนียมเป็นหนึ่งในโลหะที่สามารถสร้างชั้นออกไซด์ที่เสถียรขึ้นมาคลุมพื้นผิวได้เองเมื่อสัมผัสกับออกซิเจน โดยชั้นออกไซด์นี้มีความหนาประมาณ 2-5 นาโนเมตร และเป็นสิ่งที่ทำให้ไททาเนียมมีความต้านทานต่อการสึกกร่อน (Corrosion resistance) ที่ดี ส่งผลให้มีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ (Biocompatibility) ที่ดีด้วย<sup>1,2</sup> สมบัติที่ยอดเยี่ยมดังกล่าวจึงทำให้มีการนำไททาเนียมมาใช้กันอย่างแพร่หลายในงานทันตกรรมรากเทียมและงานทางการแพทย์ที่มีการฝังอุปกรณ์เทียมในกระดูก (Orthopedic implant) นอกเหนือจากสมบัติที่สามารถสร้างชั้นออกไซด์แล้วยังมีปัจจัยอื่นๆ ที่ส่งผลต่อความสำเร็จของการใช้งานไททาเนียมที่ฝังในกระดูก เช่น ลักษณะของพื้นผิวออกไซด์ ความชอบน้ำของชั้นออกไซด์ (Hydrophilic) สิ่งเหล่านี้นำไปสู่การพัฒนาและศึกษาถึงการปรับสภาพผิวของโลหะไททาเนียมเพื่อเพิ่มสมบัติของโลหะไททาเนียมให้ดียิ่งขึ้น

ปัจจุบันการปรับสภาพผิว (Surface modification) ของโลหะไททาเนียมให้ดีขึ้นมีหลายวิธี เช่น การใช้กรดปรับสภาพผิว (Acid etching) พลาสมาสเปร์ยเทคนิค (Plasma spray technique) การเป่าด้วยอนุภาคเซรามิค (Grit-blasting) แอโนไดเซชัน (Anodization) และอื่นๆ อย่างไรก็ตามบางวิธียังพบว่ามีข้อบกพร่อง เช่น พลาสมาสเปร์ยเทคนิคมีจุดบกพร่องที่อาจมีการหลุดของวัสดุที่นำมาใช้ เช่น ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (Hydroxyapatite) หรือผลึกไททาเนียม<sup>3-6</sup> วิธีการใช้กรดหรือสารเคมีปรับสภาพผิวอาจลดสมบัติทางกลของไททาเนียมหรือทำให้เกิดรอยแตกที่ผิวซึ่งอาจมีผลต่อความต้านทานต่อความล้า (Fatigue resistance) ของรากเทียมได้ในภายหลัง<sup>3</sup> ด้วยเหตุผลหลายประการทำให้มีการคิดพัฒนาวิธีการปรับสภาพพื้นผิววิธีอื่นๆ อีกมากมายหนึ่งในนั้นได้แก่ วิธีแอโนไดเซชัน ซึ่งเป็นกระบวนการทางเคมีไฟฟ้าซึ่งมีจุดเด่นกว่าการปรับสภาพพื้นผิวด้วยวิธีอื่นๆ คือเป็นกระบวนการพาสซีเวชัน (Passivation) สามารถสร้างให้เกิดชั้นไททาเนียมออกไซด์มาปกคลุมผิวและสามารถปรับสภาพของชั้นออกไซด์นั้นให้เป็นที่ต้องการโดยการปรับปัจจัยต่างๆ เช่น ปริมาณความต่างศักย์ ปริมาณกระแสไฟฟ้า ชนิดและความเข้มข้นของสารละลาย ระยะเวลา และอุณหภูมิ อาจกล่าวได้ว่าการทำแอโนไดเซชันเป็นการปรับสภาพของชั้นออกไซด์ทั้งในด้านความหนา ความขรุขระ

ส่วนประกอบ โครงสร้างผลึกและลักษณะพื้นผิว<sup>1,7,8</sup>

ความชอบน้ำของชั้นออกไซด์เป็นสมบัติที่สำคัญในการดูดซับโปรตีนและการยึดเกาะของเซลล์กับชั้นออกไซด์ที่ปกคลุมบนไททาเนียมที่ผ่านการปรับสภาพพื้นผิวแล้วพิจารณาได้จากค่ามุมสัมผัส (Contact angle) และค่าพลังงานพื้นผิว (Surface energy) ของวัสดุ โดยวัสดุที่มีค่าพลังงานพื้นผิวสูงจะมีค่ามุมสัมผัสต่ำ ทำให้พื้นผิววัสดุนั้นมีความชอบน้ำ สมบัติความชอบน้ำของชั้นออกไซด์บนผิวไททาเนียมนั้นอาจขึ้นกับชนิดของโครงสร้างผลึกออกไซด์ด้วย เป็นที่ทราบกันดีแล้วว่าชนิดของออกไซด์ที่เสถียรที่สุด คือ ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO<sub>2</sub>) แบ่งออกได้เป็น 3 ชนิดตามลักษณะของโครงสร้างผลึก ได้แก่ เทตระโกนอลอะนาเทส (tetragonal anatase) ออโรโธมบิกบรูไคต์ (orthorhombic brookite) และ เทตระโกนอลรูไทล์ (tetragonal rutile) มีการศึกษาที่รายงานผลแตกต่างกันไป เช่น มีรายงานกล่าวอ้างว่าโครงสร้างผลึกที่มีเฉพาะไททาเนียมไดออกไซด์ชนิดรูไทล์จะมีสมบัติไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic)<sup>2,9</sup> ขณะที่เมื่อโครงสร้างผลึกเป็นส่วนผสมของไททาเนียมไดออกไซด์ชนิดรูไทล์และอะนาเทสแล้วจะมีความชอบน้ำ<sup>7,9</sup> นอกจากนี้ยังมีรายงานว่าไททาเนียมไดออกไซด์ชนิดอะนาเทสเป็นตัวที่มีบทบาทสำคัญที่ทำให้เกิดความชอบน้ำของชั้นออกไซด์<sup>10</sup> ซึ่งอย่างไรก็ตามจนถึงปัจจุบันก็ยังไม่มีความแน่ชัดในประเด็นนี้

ในอดีตมีรายงานการปรับสภาพผิวไททาเนียมด้วยวิธีแอโนไดเซชันในสารละลายที่แตกต่างกันซึ่งให้ผลที่แตกต่างกันออกไป มีทั้งที่กล่าวว่าสามารถเพิ่มความต้านทานต่อการสึกกร่อนได้เมื่อไททาเนียมผ่านการปรับสภาพผิวด้วยการทำแอโนไดเซชันในสารละลายต่างเข้มข้น<sup>8</sup> และมีที่แสดงให้เห็นว่าการแอโนไดเซชันในสารละลายกรดต่างๆ จะสร้างความขรุขระที่ส่งผลต่อการยึดติดกับเซลล์<sup>11</sup> แต่อย่างไรก็ตามก็ยังไม่พบรายงานข้อเปรียบเทียบระหว่างสารละลายที่มีความเป็นกรด-ด่างที่แตกต่างกันจะส่งผลต่อสมบัติของชั้นออกไซด์ในแง่ของความขรุขระของพื้นผิว ชนิดของโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์ และความชอบน้ำของพื้นผิววัสดุหรือไม่

ฉะนั้นในการศึกษานี้จึงทำเพื่อเปรียบเทียบลักษณะและโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์บนไททาเนียมก่อนและหลังผ่านการปรับสภาพพื้นผิวด้วยวิธีแอโนไดเซชัน เมื่อใช้ชนิดของสารละลายที่มีความเป็นกรด-ด่างต่างกัน

## วัสดุและวิธีการ

### วิธีการเตรียมชิ้นตัวอย่าง

ชิ้นทดสอบขนาด 10 x 15 x 1.5 มม.<sup>3</sup> เตรียมจากโลหะคอมเมอร์เชียลลิย์เพียวไททาเนียมเกรด 2 (บริษัทนาโนซีลด์, ประเทศไทย) จำนวน 30 ชิ้น หลังจากตัดชิ้นทดสอบให้ได้ขนาดที่ต้องการแล้วจึงขัดด้วยเครื่องขัดผิววัสดุ (DPS 3200, IMPTECH, South Africa) โดยใช้กระดาษทรายน้ำตั้งแต่เบอร์ 600 ถึง 2000 และสิ้นสุดด้วยการขัดด้วยผงขัดเพชร (Diamond paste) ขนาด 6 3 และ 1 ไมครอนตามลำดับ แล้วทำความสะอาดด้วยเครื่องอัลตราโซนิกในสารละลายอะซิโตน 5 นาที และล้างด้วยน้ำกลั่น ชิ้นทดสอบทั้งหมดจะถูกนำไปแช่ในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก 1 เปอร์เซ็นต์ (Hydrofluoric acid 1%) นาน 1 นาที เลือกไททาเนียมแบบสุ่มจำนวน 10 ชิ้นไปวัดและบันทึกความขรุขระพื้นผิวก่อนทำแอนโนไดเซชันด้วยเครื่องโปรไฟโลมิเตอร์ (Talyscan 150, England) ใช้เทคนิคหัวเข็ม ระยะวัด 7 มม. ตัวกรองเกาส์เซียน (Gaussian Filter) 0.25 มม. รายงานผลเป็นค่า Ra (Arithmetical mean roughness) และใช้เป็นค่าความขรุขระพื้นผิว (Surface roughness) ของกลุ่มที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน จากนั้นทำการเลือกแบบสุ่มจำนวน 5 ชิ้นจากจำนวน 10 นี้ มาวัดค่ามุมสัมผัสด้วยคอนแทกแองเกิลมิเตอร์ (CA-A, Face, Kyowa Interface Science CO., LTD, Japan) โดยใช้ น้ำกลั่น จากนั้นนำชิ้นทดสอบทั้งหมดมารวมกันอีกครั้งแล้วแบ่งชิ้นทดสอบทั้ง 30 ชิ้นแบบสุ่มเป็น 3 กลุ่มสารละลาย กลุ่มละ 10 ชิ้น เพื่อเป็นตัวแทนการทำแอนโนไดเซชันในสารละลายที่เป็นกรด กลาง และด่าง

### กระบวนการแอนโนไดเซชันและการวิเคราะห์มุมสัมผัส

ชิ้นทดสอบทั้ง 3 กลุ่ม กลุ่มละ 10 ชิ้น จะเข้าสู่กระบวนการแอนโนไดเซชันโดยวิธีโพเทนทีโอสแตติก (Potentiostatic) ใช้ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เป็นเวลา 15 นาที ในสารละลายที่มีความเป็นกรด-ด่างต่างกัน 3 ชนิด ได้แก่ สารละลายกรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid,  $H_3PO_4$ ) ค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 0.4 สารละลายโซเดียมฟลูออไรด์ (Sodium fluoride solution, NaF) ค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 8 และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide solution, NaOH) ค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 13 สารละลายทั้ง 3 ชนิดมีความเข้มข้น 1 โมลาร์ จากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่น

แล้วเป่าแห้งที่อุณหภูมิห้อง และนำมาวัดค่าความขรุขระพื้นผิวหลังทำแอนโนไดเซชันด้วยเครื่องโปรไฟโลมิเตอร์ นำตัวแทนชิ้นทดสอบที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันที่ทำการเลือกแบบสุ่ม กลุ่มละ 5 ชิ้นจาก 10 ชิ้นของแต่ละกลุ่มสารละลายมาวัดค่ามุมสัมผัส นำความขรุขระพื้นผิวและค่ามุมสัมผัสของชิ้นทดสอบทั้งที่ไม่ผ่านและผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันมาวิเคราะห์ทางสถิติด้วยการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางเดียวที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์ และเปรียบเทียบเชิงซ้อนแบบแทมเฮนสำหรับความขรุขระพื้นผิว และแบบบอนเฟอร์โรนสำหรับค่ามุมสัมผัส

### การวิเคราะห์ลักษณะของไททาเนียมออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM)

นำตัวแทนชิ้นทดสอบที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันและที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่มีความเป็นกรด-ด่างต่างกันทั้ง 3 ชนิด กลุ่มละ 1 ชิ้น มาวิเคราะห์ลักษณะของไททาเนียมออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (JSM-6480LV, JEOL, Eching b. München, Germany) ขยาย 30,000 เท่า ที่ 20 กิโลโวลต์

### การวิเคราะห์เฟสของไททาเนียมออกไซด์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X-Ray Diffraction, XRD)

นำตัวแทนชิ้นทดสอบที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่มีความเป็นกรด-ด่างต่างกันทั้ง 3 ชนิด กลุ่มละ 1 ชิ้น มาวิเคราะห์เฟสของชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (D8 Discover, BRUKER-axs, Germany) ด้วยเทคนิคเกรซิงก์อินซิเดนซ์ดิฟแฟรกชัน (Grazing incidence diffraction, GID) ที่มุมคงที่ 3 องศา

## ผลการศึกษา

### ค่าความขรุขระพื้นผิว

เมื่อวัดค่าความขรุขระพื้นผิวชิ้นทดสอบทั้งที่ไม่ผ่านและผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันด้วยเครื่องโปรไฟโลมิเตอร์ และรายงานผลเป็นค่า Ra พบว่ากลุ่มโลหะไททาเนียมที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมฟลูออไรด์มีความขรุขระพื้นผิวต่ำที่สุด ขณะที่สารละลายกรดฟอสฟอริก

โซเดียมไฮดรอกไซด์ และกลุ่มที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน จะทำให้ความขรุขระพื้นผิวมากขึ้นตามลำดับ (ตารางที่ 1)

เมื่อเปรียบเทียบระหว่างกลุ่มด้วยการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางเดียวที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์และเปรียบเทียบเชิงซ้อนแบบแทมเฮน พบว่าความขรุขระพื้นผิวหลังผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในกลุ่มที่ใช้โซเดียมฟลูออไรด์เป็นสารละลายจะมีค่าน้อยกว่ากลุ่มที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน กลุ่มที่ใช้กรดฟอสฟอริก และกลุ่มที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นสารละลายในกระบวนการแอนโนไดเซชันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ( $p < 0.05$ ) ขณะที่กลุ่มที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน กลุ่มที่ใช้กรดฟอสฟอริก และกลุ่มที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นสารละลายในกระบวนการแอนโนไดเซชันนั้น มีความแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติ

### การวิเคราะห์มุมสัมผัส

เมื่อนำตัวแทนชั้นทดสอบทุกกลุ่มมาวัดค่ามุมสัมผัส พบว่าโลหะไททาเนียมที่ผ่านแอนโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมฟลูออไรด์มีค่ามุมสัมผัสต่ำที่สุด รองลงมาคือโลหะไททาเนียมที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน โลหะไททาเนียมที่ผ่านแอนโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และโลหะไททาเนียมที่ผ่านแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริกให้ค่ามุมสัมผัสสูงสุด (ตารางที่ 2)

**ตารางที่ 1** ค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของความขรุขระพื้นผิวของโลหะไททาเนียมก่อนและหลังผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่ต่างกัน 3 ชนิด (กรดฟอสฟอริก โซเดียมฟลูออไรด์ และโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1 โมลาร์) ที่ 20 โวลต์ นาน 15 นาที

Table 1 Surface roughness (Mean  $\pm$  Standard deviation) of titanium before and after anodization in three different electrolytes (1M H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, 1M NaF and 1M NaOH) at 20 V for 15 minutes

	Surface roughness ( $\mu\text{m}$ )
<b>Before anodization</b>	0.103 $\pm$ 0.005
<b>H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub></b>	0.100 $\pm$ 0.013
<b>NaF</b>	0.078 $\pm$ 0.014*
<b>NaOH</b>	0.101 $\pm$ 0.014

\*ความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญเมื่อเปรียบเทียบเชิงซ้อนแบบแทมเฮน ( $p < 0.05$ )

\*Statistically significant difference with Tamhane multiple comparisons ( $p < 0.05$ )

เมื่อเปรียบเทียบระหว่างกลุ่มด้วยการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางเดียวที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์ และเปรียบเทียบเชิงซ้อนแบบอนเพอร์โรเน พบว่าค่ามุมสัมผัสหลังผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในกลุ่มที่ใช้โซเดียมฟลูออไรด์เป็นสารละลายจะมีค่าน้อยกว่ากลุ่มที่ใช้สารละลายเป็นโซเดียมไฮดรอกไซด์ กรดฟอสฟอริก และกลุ่มที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ( $p < 0.05$ ) ในขณะที่กลุ่มที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นสารละลายจะให้ค่ามุมสัมผัสที่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติกับกลุ่มที่ใช้สารละลายกรดฟอสฟอริกและกลุ่มที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน และพบความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติระหว่างกลุ่มที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันและกลุ่มที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริก ( $p < 0.05$ )

### การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวไททาเนียมด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

เมื่อนำกลุ่มชั้นทดสอบที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน และกลุ่มที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่แตกต่างกัน 3 ชนิด มาวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จากรูปที่ 1 จะเห็นได้ว่าสภาพของพื้นผิวของโลหะไททาเนียมที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันจะเกิดลักษณะผลึกไททาเนียมออกไซด์เกาะหนาแน่นมากกว่ากลุ่มที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน

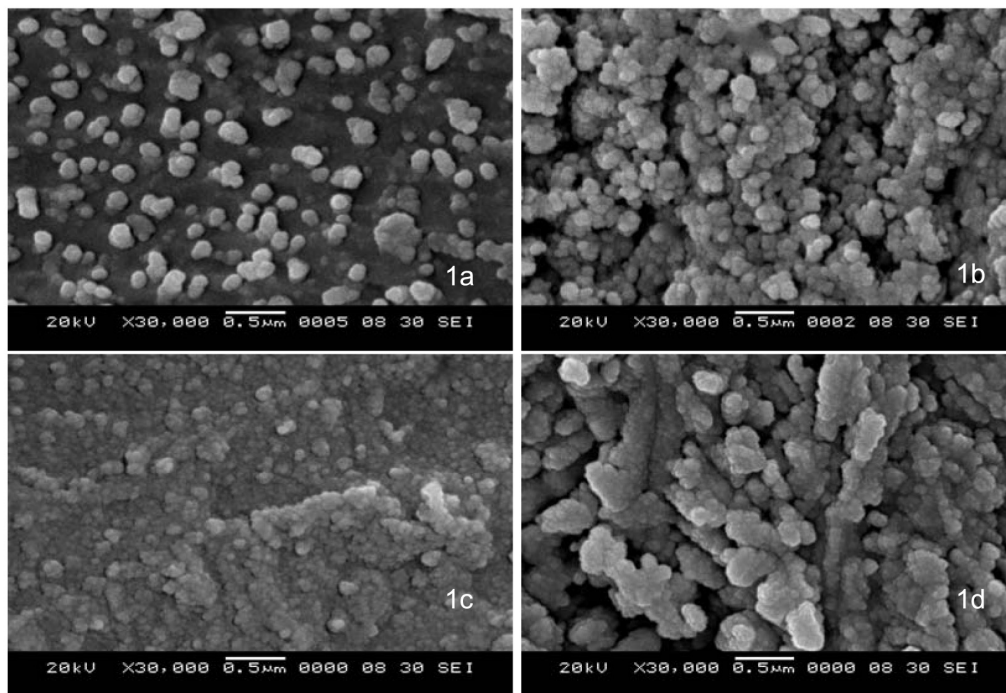
**ตารางที่ 2** ค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่ามุมสัมผัสของโลหะไททาเนียมก่อนและหลังผ่านกระบวนการแอโนไดเซชันในสารละลายที่ต่างกัน 3 ชนิด (กรดฟอสฟอริก โซเดียมฟลูออไรด์ และโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1 โมลาร์) ที่ 20 โวลต์ นาน 15 นาที

**Table 2** Contact angle (Mean ± Standard deviation) of titanium before and after anodization in three different electrolytes (1M H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, 1M NaF and 1M NaOH) at 20 V for 15 minutes

Contact angle (degree)	
<b>Before anodization</b>	60.3 ± 2.83
NaF	*16.75 ± 3.24
NaOH	66.8 ± 4.71
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	74.35 ± 4.88

\*ความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญเมื่อเปรียบเทียบเชิงซ้อนแบบบอนเฟอโรเน ( $p < 0.05$ )

\*Statistically significant difference with Bonferoni multiple comparisons ( $p < 0.05$ )



**รูปที่ 1** ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงลักษณะพื้นผิวของคอมเมอร์เชียลทิตานียม **1a** ก่อนผ่านกระบวนการแอโนไดเซชัน **1b, 1c, 1d** ผ่านกระบวนการแอโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมฟลูออไรด์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ และกรดฟอสฟอริก ตามลำดับ

**Fig. 1** SEM shows surface characteristic of Cp Ti **1a** before anodization **1b, 1c, 1d** anodized titanium in NaF, NaOH and H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> solutions, respectively.

## การวิเคราะห์เฟสของไททาเนียมออกไซด์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน

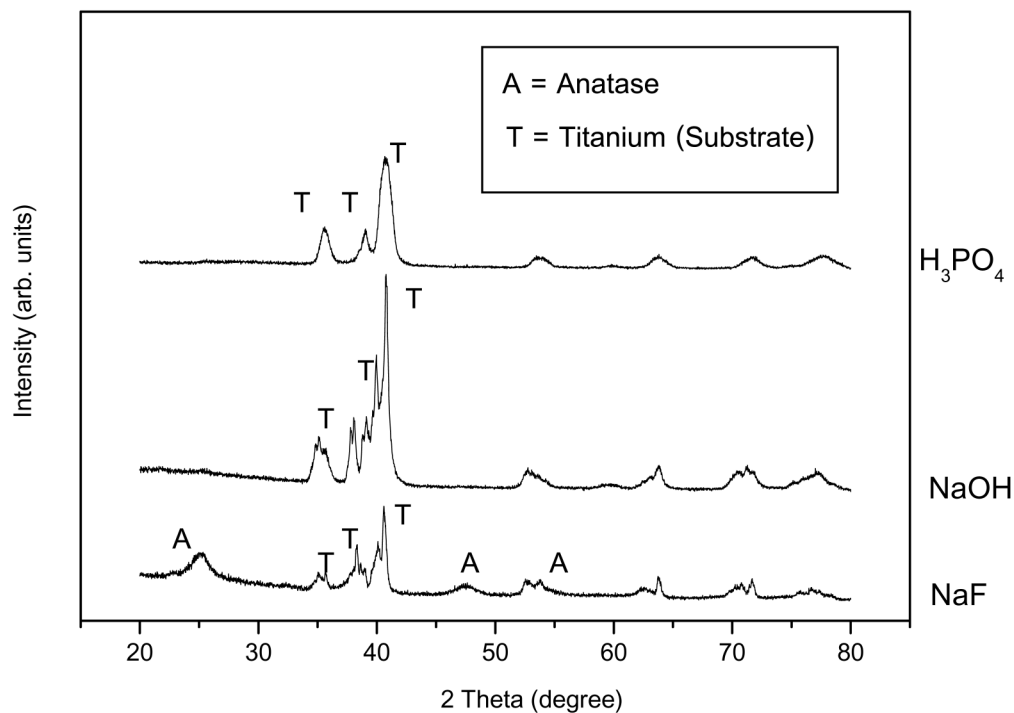
เมื่อนำชิ้นทดสอบที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันแล้ว มาวิเคราะห์เฟสของชั้นออกไซด์ พบว่ามีเพียงกลุ่มที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมฟลูออไรด์ เท่านั้นที่เกิดชั้นออกไซด์ที่โครงสร้างผลึกเป็นไททาเนียมไดออกไซด์ชนิดอะนาทาส ในขณะที่กลุ่มที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ และกรดฟอสฟอริกเป็นสารละลายนั้นไม่สามารถตรวจพบลักษณะโครงสร้างผลึกเป็นไททาเนียมไดออกไซด์ชนิดอะนาทาสได้ (รูปที่ 2)

### วิจารณ์

งานทันตกรรมรากเทียมจะประสบผลสำเร็จได้ขึ้นกับปัจจัยหลายอย่าง การเลือกใช้วัสดุที่เหมาะสมก็มีส่วนทำให้เกิดกระดูกเชื่อมประสาน (Osseointegration) ได้ ไททาเนียมเป็นวัสดุที่ได้รับความนิยมมากทางทันตกรรมรากเทียมเนื่องจากมีความเข้ากันได้ทางชีวภาพที่ยอดเยี่ยม การปรับ

สภาพพื้นผิวไททาเนียมด้วยวิธีแอนโนไดเซชันสามารถเพิ่มสมบัติความเข้ากันได้ทางชีวภาพของไททาเนียมให้ดียิ่งขึ้นอีกจากการเกิดกระบวนการพาสซีเวชัน<sup>1,3,4,9,12-14</sup> ในงานทันตกรรมรากเทียม การเกิดกระดูกเชื่อมประสานได้รับอิทธิพลอย่างมากจากความขรุขระและความชอบน้ำของพื้นผิว เมื่อปรับปัจจัยในกระบวนการแอนโนไดเซชัน เช่น ความต่างศักย์ไฟฟ้า/กระแสไฟฟ้า ชนิดของสารละลาย ระยะเวลา และอุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการแอนโนไดเซชัน จะส่งผลต่อสภาพพื้นผิว<sup>1</sup> ทำให้ได้ชั้นออกไซด์ที่มีคุณสมบัติต่างกันไปจึงสามารถพัฒนาคุณสมบัติอื่นของชั้นออกไซด์นั้นไปพร้อมกันด้วย ซึ่งเทคนิคการปรับสภาพผิวโลหะไททาเนียมด้วยวิธีแอนโนไดเซชันได้มีการนำมาใช้ในอุตสาหกรรมรากเทียมในปัจจุบันแล้ว

ในการวิจัยนี้ให้ความสนใจที่ชนิดของสารละลายที่มีความเป็นกรด-ด่างต่างกันที่ใช้ในกระบวนการแอนโนไดเซชันว่าจะส่งผลต่อความขรุขระพื้นผิว ชนิดและลักษณะของโครงสร้างผลึกออกไซด์และความชอบน้ำของพื้นผิวไททาเนียมแตกต่างกันเช่นไร สารละลายที่ใช้ในงานวิจัยนี้มี 3 ชนิด คือ กรดฟอสฟอริก โซเดียมฟลูออไรด์ และโซเดียมไฮดรอกไซด์



รูปที่ 2 แบบแผน XRD ชั้นออกไซด์ของไททาเนียมที่ผ่านแอนโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมฟลูออไรด์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ และกรดฟอสฟอริก

Fig. 2 XRD pattern of anodic oxide film of titanium in NaF, NaOH and H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> solutions

เป็นตัวแทนสารละลายที่มีความเป็นกรด กลาง และด่างตามลำดับ ปัจจุบันไม่พบงานที่ศึกษาเปรียบเทียบระหว่างสารละลายที่เป็นกลางกับสารละลายที่เป็นกรดและด่าง ขณะที่มีการทดลองที่เปรียบเทียบความขรุขระพื้นผิวเมื่อทำแอโนไดเซชันในสารละลายกรดและด่าง โดยในปี ค.ศ. 2005 Boon และคณะได้กล่าวอ้างว่า การทำแอโนไดเซชันในสารละลายด่างจะทำให้เกิดความขรุขระพื้นผิวมากกว่าการใช้สารละลายกรด<sup>15</sup> แต่ในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยพบว่าการทำแอโนไดเซชันในสารละลายกรดหรือด่างให้ความขรุขระพื้นผิวแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติ สาเหตุอาจมาจากการใช้ปัจจัยต่าง ๆ ในขั้นตอนแอโนไดเซชันที่แตกต่างกัน เช่น ความเข้มข้นของสารละลาย ปริมาณความต่างศักย์ และระยะเวลา

งานศึกษาหลายฉบับอ้างถึงผลที่น่าพอใจเมื่อใช้สารละลายกรดในกระบวนการแอโนไดเซชัน<sup>1,3,11</sup> ในปี ค.ศ. 2007 Das และคณะ<sup>11</sup> อ้างว่าสามารถเพิ่มความขรุขระของพื้นผิวเมื่อใช้สารละลายกรดที่แตกต่างกัน 3 ชนิด ในกระบวนการแอโนไดเซชัน ได้แก่ กรดซัลฟิวริก กรดฟอสฟอริก และกรดไฮโดรฟลูออริก ซึ่งการทำแอโนไดเซชันในสารละลายกรดฟอสฟอริกแสดงให้เห็นว่ามีการยึดเกาะของเซลล์อสติโอโบลาสต์บนผิวโลหะไททาเนียมได้ดีจึงเป็นสาเหตุที่ทำให้งานวิจัยนี้เลือกกรดฟอสฟอริกเป็นตัวแทนของสารละลายกรดโดยใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ 20 โวลต์ แต่มีความแตกต่างกันที่ระยะเวลาที่ใช้ เนื่องจากในงานวิจัยนี้มีข้อจำกัดของอุปกรณ์กำเนิดไฟฟ้าจึงใช้เวลาในกระบวนการแอโนไดเซชันเพียง 15 นาที โครงสร้างชั้นออกไซด์ที่ได้จึงไม่พบไททาเนียมไดออกไซด์ แต่ Das และคณะใช้ระยะเวลา 1 ชั่วโมง และชั้นออกไซด์ที่พบเป็นไททาเนียมไดออกไซด์ปกคลุมทั่วทั้งชิ้นทดสอบ และ Das สรุปไว้ว่าจะเกิดเช่นนี้ได้เมื่อใช้เวลานานตั้งแต่ 1 ชั่วโมงขึ้นไป งานวิจัยนี้และงานของ Das และคณะต่างพบว่าชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นไม่มีรูพรุนเหมือนกัน ในส่วนของสารละลายด่างนั้นงานวิจัยนี้ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1 โมลาร์ เป็นสารละลาย ซึ่งผลการทดลองพบว่าให้ชั้นแอโนไดซ์ออกไซด์ที่อัดแน่น และมีความเป็นรูพรุนต่ำซึ่งใกล้เคียงกับงานวิจัยของ Afshar และ Vaezi<sup>8</sup> ที่ใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยใช้ศักย์ไฟฟ้าที่ต่ำ และใช้เวลาไม่นานเหมือนกันเมื่อไม่มีการใช้ความร้อนร่วมด้วย แต่เมื่อให้ความร้อนภายหลังกระบวนการแอโนไดเซชัน Afshar และ Vaezi พบว่าเกิดโครงสร้างผลึกไททาเนียมไดออกไซด์ทั้งชนิดรูทูลและอะนาเทส<sup>8</sup> จึงเห็นได้ว่าชนิดโครงสร้างผลึกออกไซด์ขึ้นอยู่กับปัจจัยต่าง ๆ ในกระบวนการแอโนไดเซชันรวมทั้งปัจจัยอุณหภูมิด้วย

มีงานวิจัยหลายชิ้นที่ศึกษาถึงอิทธิพลของความต่างศักย์ในการทำแอโนไดเซชัน สรุปผลไว้ว่าความต่างศักย์สูงจะทำให้เกิดความขรุขระพื้นผิวสูง โดยคณะผู้วิจัยก่อนหน้านี้ใช้ระดับความต่างศักย์ไฟฟ้าที่สูงจนทำให้เกิดปฏิกิริยาที่เรียกว่าไมโคร-อาร์คออกซิเดชัน (Micro-arc oxidation)<sup>16,17</sup> แต่ในการวิจัยนี้ต้องการศึกษาการทำแอโนไดเซชันที่ใช้ระดับความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำ คือ 20 โวลต์ ซึ่งในอดีตมีงานวิจัยหลายฉบับศึกษากระบวนการแอโนไดเซชันโดยใช้ความต่างศักย์ประมาณ 20 โวลต์ และสามารถเกิดพื้นผิวที่เป็นแอโนไดซ์เซอร์เฟสได้ โดยแต่ละงานวิจัยก็มีความแตกต่างกันในการปรับใช้ปัจจัยต่าง ๆ ในการทำแอโนไดเซชัน<sup>1,18,19</sup>

ในงานพันธุกรรมรากเทียม เซลล์อสติโอโบลาสต์ได้รับอิทธิพลอย่างมากจากความขรุขระของพื้นผิวและความชอบน้ำของพื้นผิวไททาเนียม โดยส่งผลต่อการดูดซับโปรตีนของชั้นออกไซด์บนพื้นผิวไททาเนียมในอดีตมีการศึกษาเพียงเล็กน้อยที่กล่าวถึงความสัมพันธ์ระหว่างความขรุขระพื้นผิวและความชอบน้ำของพื้นผิว อิทธิพลของความขรุขระพื้นผิวต่อการดูดซับโปรตีนนั้นมีการศึกษาพบว่าโลหะผสมไททาเนียมที่มีผิวขรุขระจะดูดซับไฟโบรเนกติน (Fibronectin) ในปริมาณที่สูงกว่าเมื่อเทียบกับโลหะผสมไททาเนียมที่มีผิวเรียบ<sup>20</sup> ในทางตรงข้าม มีการศึกษาที่พบว่าเมื่อเพิ่มความขรุขระของพื้นผิวไททาเนียมจะทำให้มีการดูดซับไฟโบรเนกตินลดลง<sup>21</sup> ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยนี้ที่ให้ผลการวิจัยว่าโลหะไททาเนียมที่มีความขรุขระพื้นผิวน้อยจะพบว่ามีค่ามุมสัมผัสผิวน้อยด้วย อย่างไรก็ตามยังไม่มีข้อสรุปชัดเจนในเรื่องนี้ โดยทั่วไปแล้วมีข้อสรุปหลักอยู่ประการหนึ่ง คือ ความขรุขระจะทำให้พื้นผิวที่มีความชอบน้ำอยู่แล้วชอบน้ำได้มากขึ้น และทำให้พื้นผิวที่ไม่ชอบน้ำอยู่แล้วไม่ชอบน้ำมากขึ้น<sup>2,22</sup>

ในการวิจัยนี้ เมื่อปรับสภาพพื้นผิวด้วยวิธีแอโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมฟลูออไรด์จะให้ความขรุขระพื้นผิวที่น้อยกว่าโซเดียมไฮดรอกไซด์ กรดฟอสฟอริก และกลุ่มที่ไม่ผ่านกระบวนการแอโนไดเซชันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ และมีความมุมสัมผัสต่ำกว่าอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติด้วย ซึ่งสมบัตินี้จะส่งผลให้โลหะไททาเนียมกลุ่มนี้มีความชอบน้ำดีขึ้น ซึ่งก็น่าจะมีผลต่อการดูดซับโปรตีนได้ดีขึ้นด้วย

ในประเด็นเรื่องโครงสร้างผลึกออกไซด์นั้น ในระยะหลังมีงานวิจัยหลายชิ้นที่ศึกษาความสำคัญของการพบไททาเนียมไดออกไซด์ชนิดอะนาเทส ในแง่ที่เป็นตัวที่ทำให้พื้นผิวชอบ

น้ำได้โดยใช้แสงเป็นตัวกระตุ้น (Photocatalytic hydrophilicity) โดยเมื่อสัมผัสแสงอัลตราไวโอเล็ตจะทำให้  $Ti^{4+}$  เปลี่ยนเป็น  $Ti^{3+}$  ซึ่งมีความชอบน้ำมากขึ้น<sup>2,23,24</sup> แต่งานวิจัยนี้ไม่ได้ศึกษาในสมบัติดังกล่าวอย่างไรก็ตามงานวิจัยนี้พบไททาเนียมไดออกไซด์ชนิดอะนาเทสเฉพาะในกลุ่มที่ใช้โซเดียมฟลูออไรด์เป็นสารละลายในกระบวนการแอนโนไดเซชันและไม่พบโครงสร้างผลึกออกไซด์ในรูปแบบอื่น เช่น ไททาเนียมไดออกไซด์ชนิดรูไทล์ เนื่องจากไม่ได้มีการใช้ความร้อนในการทดลองทำให้ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงจึงไม่สามารถเปรียบเทียบค่ามุมสัมผัสระหว่างไททาเนียมไดออกไซด์ชนิดอะนาเทสและไททาเนียมไดออกไซด์ชนิดอะนาเทสร่วมกับชนิดรูไทล์ได้จากงานวิจัยนี้จะเห็นได้ว่าสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางเคมีของพื้นผิวต่างส่งอิทธิพลต่อมุมสัมผัสได้ทั้งสิ้น จึงจำเป็นต้องพิจารณาร่วมกันทั้งสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางเคมีของพื้นผิวในการปรับสภาพพื้นผิวของไททาเนียมให้มีสภาพเหมาะสมต่อการตอบสนองทางชีวภาพ

ผู้วิจัยเห็นว่างานวิจัยนี้สามารถใช้เป็นแนวทางการพัฒนาเทคนิคแอนโนไดเซชันต่อไป เช่น การวัดความขรุขระพื้นผิวของชั้นออกไซด์ด้วยเครื่องโปรไฟโลมิเตอร์อาจเปลี่ยนไปใช้เทคนิคอื่น เช่น วัดความขรุขระพื้นผิวระดับนาโนเมตรด้วยเครื่องอะตอมมิกฟอร์ซไมโครสโคป (Atomic Force Microscope, AFM) เนื่องจากการใช้เทคนิคหัวเข็มของเครื่องโปรไฟโลมิเตอร์นั้น หัวเข็มที่อ่านค่าอาจมีขนาดใหญ่กว่าความขรุขระพื้นผิวที่เกิดขึ้นทำให้เกิดความคลาดเคลื่อนได้ ซึ่งอาจเป็นสาเหตุที่ทำให้ค่าความขรุขระพื้นผิวที่วัดได้ในงานวิจัยนี้ไม่ค่อยสอดคล้องกันกับภาพที่ได้จากเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และควรมีการศึกษาเพิ่มเติมโดยการทดลองปรับปัจจัยอื่นในกระบวนการแอนโนไดเซชัน เช่น ระดับความต่างศักย์ ระยะเวลา เพื่อเปรียบเทียบชั้นออกไซด์ที่เหมาะสมและควรศึกษาต่อในระดับเซลล์เพื่อที่จะนำไปประยุกต์ใช้กับร่างกายมนุษย์ต่อไป

## สรุป

งานวิจัยนี้ขึ้นทดสอบที่ผ่านการแอนโนไดเซชันในสารละลายที่มีความเป็นกรด-ด่างต่างกัน พบว่าโลหะไททาเนียมกลุ่มที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันในสารละลายโซเดียมฟลูออไรด์เท่านั้นที่เกิดโครงสร้างผลึกของชั้นออกไซด์เป็นไททาเนียมไดออกไซด์รูปแบบอะนาเทส และเป็นกลุ่มที่มีความขรุขระพื้นผิวน้อยกว่ากลุ่มที่ใช้สารละลายกรดฟอสฟอริก

โซเดียมไฮดรอกไซด์ และกลุ่มที่ไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ แต่ทำให้มีค่ามุมสัมผัสน้อยกว่ากลุ่มอื่นอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติด้วยซึ่งแสดงให้เห็นว่าเมื่อใช้โซเดียมฟลูออไรด์เป็นสารละลายในกระบวนการแอนโนไดเซชันจะทำให้พื้นผิวโลหะไททาเนียมมีความชอบน้ำมากกว่าการใช้สารละลายเป็นกรดฟอสฟอริก โซเดียมไฮดรอกไซด์และไม่ผ่านกระบวนการแอนโนไดเซชัน

## กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณ บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ซึ่งสนับสนุนทุนวิจัย และอาจารย์ไพพรรณ พิทยานนท์ ที่ให้ความรู้และคำปรึกษาทางด้านสถิติในการวิจัย ขอขอบคุณบริษัทนาโนซิลด์ เอื้อเฟื้อในการจัดหาชิ้นตัวอย่างไททาเนียมในงานวิจัยนี้ ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติเอื้อเฟื้อในการทดสอบกระบวนการแอนโนไดเซชัน ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีเอื้อเฟื้อในการทดสอบเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน และคณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยเอื้อเฟื้อในการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและการวิเคราะห์มุมสัมผัส

## เอกสารอ้างอิง

1. Jackson MJ, Armed W, editors. Surface engineered surgical tools and medical devices. Springer, 2007:21-47.
2. Guillemot F, Porté MC, Labrugère C, Baquey Ch.  $Ti^{4+}$  to  $Ti^{3+}$  conversion of  $TiO_2$  uppermost layer by low-temperature vacuum annealing: interest for titanium biomedical applications. J Colloid Interface Sci. 2002;255:75-8.
3. Le Guehennec L, Soueidan A, Layrolle P, Amouriq Y. Surface treatments of titanium dental implants for rapid osseointegration. Dent mater. 2007;23:844-54.
4. Kim KH, Kwan TY, Kim SY, Kang IK, Kim S, Yang Y, et al. Preparation and characterization of anodized titanium surfaces and their effect on osteoblast response. J Oral Implantol. 2006;32:8-13.
5. Browne M, Gregson PJ. Effect of mechanical surface pretreatment on metal ion release. Biomaterials. 2000;21:385-92.



6. Martini D, Fini M, Franchi M, De Pasquale V, Bacchelli B, Gamberini M, et al. Detachment of titanium and fluorohydroxyapatite particles in unloaded endosseous implants. *Biomaterials*. 2003;24:1309-16.
7. Sul YT, Johansson C, Wennerberg A, Cho LR, Chang BS, 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;20:349-59.
8. Afshar A, Vaezi MR. Anodizing of titanium in NaOH solution and its corrosion resistance in PBS physiologic solution. *Scientia Iranica*. 2003;10:361-6.
9. Lim YJ, Oshida Y, Andres CJ, Barco MT. Surface characterizations of variously treated titanium materials. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 2001;16:333-42.
10. Wang R, Hashimoto K, Fujishima A, Chikuni M, Kojima E, Kitamura A, et al. Light-induced amphiphilic surfaces. *Nature*. 1997;388:431-2.
11. Das K, Bose S, Bandyopadhyay A. Surface modifications and cell-materials interactions with anodized Ti. *Acta Biomater*. 2007;3:573-85.
12. Ohtsuka T, Guo J, Sato N. Raman spectra of the anodic oxide film on Titanium in acidic sulfate and neutral phosphate solutions. *J Electrochem Soc*. 1986;133:2473-6.
13. Anusavice KJ. *Phillips-Science of Dental Materials*. Philadelphia: W.B. Sauder Company; 2003:768-70.
14. Buser D, Broggini N, Wieland M, Schenk RK, Denzer AJ, Cochran DL, et al. Enhanced bone apposition to a chemically modified SLA titanium surface. *J Dent Res*. 2004;83:529-33.
15. Ng BS, Annergren I, Soutar AM, Khor KA, Jarfors AEW. Characterisation of a duplex TiO<sub>2</sub>/CaP coating on Ti 6Al 4V for hard tissue replacement. *Biomaterials*. 2005;26:1087-95.
16. Park KH, Heo SJ, Koak JY, Kim SK, Lee JB, Kim SH, et al. Osseointegration of anodized titanium implants under different current voltages: a rabbit study. *J Oral Rehabil*. 2007;34:517-27.
17. Choi JW, Heo SJ, Koak JY, Kim SK, Lim YJ, Kim SH, et al. Biological responses of anodized titanium implants under different current voltages. *J Oral Rehabil*. 2006;33:889-97.
18. Narayanan R, Ha JY, Kwon TY, Kim KH. Structure and properties of self-organized TiO<sub>2</sub> nanotubes from stirred baths. *Metallurgical and materials transactions B*. 2008;39B:493-9.
19. Macak JM, Sirotna K, Schmuki P. Self-organized porous titanium oxide prepared in Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/NaF electrolytes. *Electrochim Acta*. 2005;50:3679-84.
20. Deligianni DD, Katsala N, Ladas S, Sotiropoulou D, Amedee J, Missirlis YF. Effect of surface roughness of the titanium alloy Ti-6Al-4V on human bone marrow cell response and on protein adsorption. *Biomaterials*. 2001;22:1241-51.
21. François P, Vaudaux P, Tadorelli M, Tonetti M, Lew DP, Descouts P. Influence of surface treatments 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*. 1997;8:217-25.
22. Rupp F, Scheideler L, Rehbein D, Axmann D, Geis-Gerstorfer J. Roughness induced dynamic changes of wettability of acid etched titanium implant modifications. *Biomaterials*. 2004;25:1429-38.
23. Sawase T, Jimbo R, Wennerberg A, Suketa N, Tanaka Y, Atsuta M. A novel characteristic of porous titanium oxide implants. *Clin Oral Implants Res*. 2007;18:680-5.
24. Jimbo R, Sawase T, Baba K, Kurogi T, Shibata Y, Atsuta M. Enhanced initial cell responses to chemically modified anodized titanium. *Clin Implant Dent Relat Res*. 2008;10:55-61.

# An influence of pH on surface characteristics of commercially pure titanium using anodization

Wannakan Kanjanama D.D.S.<sup>1</sup>

Viritpon Srimaneepong D.D.S., M.D.Sc., PhD.<sup>2</sup>

Dujrentai Pongkao Kashima B.Sc. (Chemistry), M.Sc. (Ceramic technology),  
D.Eng. (Materials Science and Engineering)<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Graduate student, Department of Prosthodontics, Faculty of Dentistry, Chulalongkorn University

<sup>2</sup>Department of Prosthodontics, Faculty of Dentistry, Chulalongkorn University

<sup>3</sup>Department of Materials Science, Faculty of Science, Chulalongkorn University

---

## Abstracts

**Objective** To compare the surface characteristics and crystal structures of titanium oxide on commercially pure titanium before and after anodization using different pH electrolytes.

**Materials and methods** Commercially pure (Cp) titanium grade 2 plates were used in this study. Anodic oxidation was carried out in three different electrolytes, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, NaF and NaOH to represent acidic, neutral and alkaline conditions, respectively. The anodizations were performed at 20 voltage for 15 minutes. The surface characteristics and crystal structures of titanium oxide were observed with a profilometer, SEM, XRD and a contact angle meter. The data were statistically analyzed with one-way ANOVA ( $p < 0.05$ ) with Tamhane and Bonferroni multiple comparison.

**Results** Titanium specimens that were anodized using NaF electrolyte showed the least surface roughness (Ra;  $0.078 \pm 0.014 \mu\text{m}$ .) and contact angle ( $16.75 \pm 3.24$  degree). It is statistically significant ( $p < 0.05$ ) from titanium specimens that were anodized using either NaOH or H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> and unanodized specimens.

**Conclusion** Anodized titanium using NaF electrolyte displayed the least surface roughness but the most hydrophilic.

(CU Dent J. 2010;33:67-76)

**Key words:** anodization; contact angle; surface roughness

---