

สมบัติความชอบนำของฟิล์มแอนโนไดซ์บนโลหะผสมไทเทเนียมที่กระตุ้นด้วยยูวี



นางสาวพนาวรรณ หวังดี

ศูนย์วิทยทรัพยากร

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2553

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



5 1 7 2 3 7 1 1 2 3

HYDROPHILIC PROPERTY OF ANODIZED FILM ON TITANIUM ALLOY ACTIVATED
BY UV



Miss Phanawan Whangdee

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

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

Department of Materials Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2010

Copyright of Chulalongkorn University

530560

หัวข้อวิทยานิพนธ์

สมบัติความชอบน้ำของฟิล์มแอนโนไดซ์บนโลหะผสม
ไทเทเนียมที่กระตุ้นด้วยยูวี

โดย

นางสาวพนาวรรณ หวังดี

สาขาวิชา

เทคโนโลยีเซรามิก


อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก่า คະซีมา

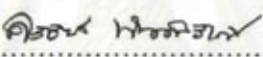
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

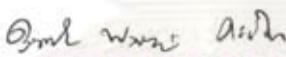
อาจารย์ ทันตแพทย์ ดร.วิวิธพัล ศรีมณีพงศ์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้ให้นักศึกษานี้เป็นส่วน
หนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาโทบัณฑิต


..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.สุพจน์ หารหนองบัว)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์


..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริพันธุ์ เจียมศิริเลิศ)


..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก่า คະซีมา)


..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(อาจารย์ ทันตแพทย์ ดร.วิวิธพัล ศรีมณีพงศ์)


..... กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.สุพัตรา จินาวัดน์)


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

พจนาวรรณ หัวข้อ : สมบัติความชอบน้ำของฟิล์มแอโนไดซ์บนโลหะผสมไทเทเนียมที่กระตุ้นด้วยยูวี. (HYDROPHILIC PROPERTY OF ANODIZED FILM ON TITANIUM ALLOY ACTIVATED BY UV) อ. ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ตุจตุย พงษ์เก่า คະชิมา, อ. ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม : อาจารย์ทันตแพทย์ ดร.วิวิทธิพล ศรีมณีพงศ์, 86 หน้า.

งานวิจัยนี้ศึกษาสมบัติความชอบน้ำของฟิล์มแอโนไดซ์บนโลหะผสมไทเทเนียม (Ti-6Al-4V) ที่กระตุ้นด้วยยูวี โดยเตรียมฟิล์มแอโนไดซ์ขึ้นจากวิธีกาโนสแตติกและโพเทนชิโอสแตติกที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่ำและความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำ ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ 2 ชนิดที่ต่างกันคือ กรดฟอสฟอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1 โมลาร์ หลังการปรับปรุงผิวโลหะผสมไทเทเนียมแล้ว พบว่าค่ามุมสัมผัสกับน้ำของฟิล์มแอโนไดซ์ลดลงอย่างมีนัยสำคัญและลักษณะพื้นผิวมีความขรุขระมากขึ้น โดยฟิล์มแอโนไดซ์ที่กระตุ้นบนโลหะผสมไทเทเนียมเมื่อใช้กรดฟอสฟอริกเป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ที่ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร เกิดเฟสของ Ti_2O_3 ร่วมอยู่กับ TiO_2 และ TiO และค่ามุมสัมผัสกับน้ำลดลงอย่างมีนัยสำคัญ ($p = 0.006$) หลังผ่านการกระตุ้นด้วยยูวีนาน 2 ชั่วโมง โดยเฟสองค์ประกอบและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มแอโนไดซ์ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง แต่ในกรณีของฟิล์มแอโนไดซ์ที่เตรียมจากสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1.75 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ไม่พบเฟสของ TiO ร่วมอยู่กับ Ti_2O_3 และ TiO_2 และหลังจากการกระตุ้นด้วยยูวีพบว่าค่ามุมสัมผัสกับน้ำลดลงแต่ไม่มีความแตกต่างกันทางสถิติ สำหรับฟิล์มแอโนไดซ์ที่เตรียมจากวิธีโพเทนชิโอสแตติก ในทั้งสองสารละลายอิเล็กโทรไลต์ พบว่าหลังจากกระตุ้นด้วยยูวีนาน 2 ชั่วโมง พบว่าค่ามุมสัมผัสกับน้ำลดลงแต่ไม่มีความแตกต่างกันทางสถิติ ($p > 0.05$) แสดงให้เห็นว่า ทั้งวิธีกาโนสแตติกและโพเทนชิโอสแตติกสามารถเพิ่มสมบัติความชอบน้ำได้ภายหลังการทำแอโนไดซ์ อย่างไรก็ตาม มีเพียงฟิล์มแอโนไดซ์ที่ประกอบด้วย TiO ที่ค่ามุมสัมผัสกับน้ำลดลงอย่างมีนัยสำคัญ ภายหลังการฉายยูวี คาดว่า TiO อาจจะมีส่วนช่วยเพิ่มสมบัติความชอบน้ำแก่ฟิล์มแอโนไดซ์ได้

ภาควิชา วัสดุศาสตร์
สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก
ปีการศึกษา 2553

ลายมือชื่อผู้ผลิต.....*นางสาวสุภาวดี น้อยสี*.....
ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก.....*Amul Nour Azim*
ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม.....*Dr. P. No. An S*

5172371123 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEYWORDS : Ti-6Al-4V / hydrophilicity / anodized / low current density / UV

PHANAWAN WHANGDEE : HYDROPHILIC PROPERTY OF ANODIZED FILM
ON TITANIUM ALLOY ACTIVATED BY UV. THESIS ADVISOR : ASST.
PROF.DUJREUTAI PONGKAO KASHIMA, D.Eng., THESIS CO-ADVISOR :
VIRITPON SRIMANEEPONG, Ph.D., 86 pp.

Hydrophilic property of anodized film on titanium alloy (Ti-6Al-4V) activated by UV was studied. Anodic oxide film was prepared by 2 methods at a low current density and low voltage in two kinds of electrolytes, 1M H₃PO₄ and 1M NaOH. The as-anodized film prepared from galvanostatic and potentiostatic method in both electrolytes showed a significantly decreasing contact angle before UV irradiation and an increasing surface roughness. Only the as-anodized film formed in 1M H₃PO₄ at 1A/cm² composed of Ti₂O₃, TiO₂ coexisted with TiO and the contact angle significantly decreased (p=0.006) after UV irradiation for 2h. The as-anodized film formed in 1M NaOH at 1.75 A/cm² composed of only Ti₂O₃ and TiO₂. Moreover, the contact angle was not changed after UV irradiation for 2h. All of the as-anodized films prepared from potentiostatic method in both electrolytes did not show a significant decreasing in contact angle after UV irradiation for 2h (p>0.05). It is indicated that only the as-anodized film which composed of TiO showed a significant decreasing in contact angle after UV irradiation. It is implied that the TiO phase formed in anodic oxide film imparts hydrophilicity to the film.

Department : Materials Science

Student's Signature Phanawan Whangdee

Field of Study : Ceramic Technology

Advisor's Signature Dujreutai Pongkao Kashima

Academic Year : 2010

Co-Advisor's Signature V. Sriratanapong

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ด้วยความช่วยเหลือทั้งในด้านวิชาการ และการดำเนินการวิจัย จากบุคคลและหน่วยงานต่างๆ ผู้เขียนขอขอบคุณทุกท่านมา ณ ที่นี้

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ตุจฤทัย พงษ์เก่า คະชิมา อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ และอาจารย์ ทันตแพทย์ ดร. วิวิทธิพล ศรีมณีพงศ์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม สำหรับคำแนะนำแนวทางการดำเนินงานวิจัย และคำปรึกษา

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริธันว์ เจียมศิริเลิศ หัวหน้าภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่านสำหรับการตรวจแก้ไขรูปเล่ม และคำแนะนำวิทยานิพนธ์ ทำให้วิทยานิพนธ์เล่มนี้มีความสมบูรณ์มากขึ้น

ขอขอบคุณ โครงการพัฒนาและส่งเสริมผู้มีความสามารถทางวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี (พสวท.) และ ศูนย์ความเป็นเลิศแห่งชาติด้านปิโตรเลียม ปิโตรเคมี และวัสดุขั้นสูง (National Center of Excellence for Petroleum, Petrochemicals and Advanced Materials) ที่ให้การสนับสนุนด้านทุนการศึกษาและทุนวิจัยตลอดระยะเวลาการศึกษา

หน่วยปฏิบัติการวิจัยเซรามิกขั้นสูง ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ขอขอบคุณ Assoc. Prof. Dr.Tomoaki Watanabe (Meiji University) สำหรับการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค XPS ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นันทนา จิรธรรมนุกูล สำหรับการอนุเคราะห์ตู้ฉายยิวี นางภวรรณพ เหมพันธุ์พิรุฬห์ สำหรับการวัดมุมสัมผัสกับน้ำ นายธนากร เทพามาตย์ สำหรับการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยเทคนิค SEM นายประสิทธิ์ พัฒนะนุวัฒน์ สำหรับการทำแอนโนไดซ์ นางสาวเฉลิมขวัญ มกรพันธุ์ สำหรับการจัดทำรูปเล่ม และเพื่อนๆ พี่ๆ น้องๆ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับความช่วยเหลือในการทำทดลอง

สุดท้าย กราบขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่และครอบครัว ที่อบรมสั่งสอนและให้กำลังใจมาโดยตลอด

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญภาพ.....	ฎ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1. ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2. วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	2
1.3. ขอบเขตของการวิจัย	2
1.4. ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1. รากฟันเทียม.....	3
2.1.1. รากฟันเทียมและสมบัติการเหนียวนำกระดูก.....	3
2.1.2. ประเภทของรากฟันเทียม	5
2.1.3. ขั้นตอนการฝังรากฟันเทียม	5
2.2. ความสำคัญของสมบัติความชอบน้ำ.....	5
2.2.1. การเกิดสมบัติความชอบน้ำ.....	5
2.2.2. ความสำคัญของสมบัติความชอบน้ำต่องานทันตกรรมรากฟันเทียม	8
2.3. โลหะไทเทเนียมและโลหะผสมไทเทเนียม	9
2.3.1. ประวัติการค้นพบโลหะไทเทเนียม	10
2.3.2. การผลิตโลหะไทเทเนียม	10
2.3.3. ลักษณะโครงสร้างและสมบัติของโลหะไทเทเนียมบริสุทธิ์	11
2.3.4. โลหะผสมไทเทเนียม.....	13
2.3.5. การเกิดฟิล์มออกไซด์บนโลหะผสมไทเทเนียม.....	14
2.4. การปรับปรุงผิวโลหะไทเทเนียมเพื่อใช้งานทางด้านทันตกรรม.....	17
2.4.1. การปรับปรุงผิวโลหะไทเทเนียมด้วยวิธีแอนโนไดซ์.....	17

2.5.	การเพิ่มสมบัติความชอบน้ำด้วยการกระตุ้นด้วยยูวี	18
2.5.1.	ลักษณะโดยทั่วไปของยูวี.....	18
2.5.2.	กลไกความชอบน้ำของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์หลังกระตุ้นด้วยยูวี	20
2.6.	เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	21
บทที่ 3	วิธีดำเนินการวิจัย	23
3.1.	สารเคมีและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง	23
3.2.	แผนผังงานวิจัย	24
3.2.1.	การปรับปรุงผิวโลหะผสมไทเทเนียมด้วยวิธีแอนโนไดซ์	24
3.2.2.	การศึกษาสมบัติความชอบน้ำก่อนและหลังการกระตุ้นด้วยยูวี.....	25
3.3.	วิธีดำเนินการวิจัย	26
3.3.1.	การเตรียมขั้วไฟฟ้าใช้งาน.....	26
3.3.2.	การปรับปรุงผิวโลหะผสมไทเทเนียมด้วยวิธีแอนโนไดซ์.....	27
3.3.3.	การเพิ่มสมบัติความชอบน้ำด้วยการฉายแสงยูวี	29
3.3.4.	การวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มแอนโนไดซ์ก่อนและหลังการฉายแสงยูวี.....	29
บทที่ 4	ผลการวิจัยและการวิเคราะห์ผล	33
4.1.	ฟิล์มแอนโนไดซ์ที่เตรียมจากวิธีกัลวานอสแตติก.....	33
4.1.1.	การเกิดฟิล์มแอนโนไดซ์บนโลหะผสมไทเทเนียมที่เตรียมโดยวิธีกัลวานอสแตติก	33
4.1.2.	สมบัติความชอบน้ำของฟิล์มแอนโนไดซ์และการวิเคราะห์ความแปรปรวนทาง สถิติก่อนการฉายยูวี.....	36
4.1.3.	ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มแอนโนไดซ์.....	37
4.1.4.	เฟสองค์ประกอบของฟิล์มแอนโนไดซ์	39
4.2.	ฟิล์มแอนโนไดซ์ที่เตรียมจากวิธีโพเทนชิโอสแตติก	41
4.2.1.	การเกิดฟิล์มแอนโนไดซ์บนผิวโลหะผสมไทเทเนียมจากวิธีโพเทนชิโอสแตติก... ..	41
4.2.2.	สมบัติความชอบน้ำของฟิล์มแอนโนไดซ์และการวิเคราะห์ความแปรปรวนทาง สถิติก่อนการฉายยูวี.....	44
4.2.3.	ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มแอนโนไดซ์.....	45
4.2.4.	เฟสองค์ประกอบของฟิล์มแอนโนไดซ์	47

4.3.	สมบัติความชอบน้ำของฟิล์มแอโนไดซ์ที่เตรียมจากวิธีกาลวานอสแตติก และการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางสถิติก่อนและหลังการฉายยูวี.....	48
4.4.	สมบัติความชอบน้ำของฟิล์มแอโนไดซ์ที่เตรียมจากวิธีโพเทนชิโอสแตติกและการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางสถิติก่อนและหลังการฉายยูวี.....	49
4.5.	ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มแอโนไดซ์จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SPM.....	52
4.6.	การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค XPS.....	54
4.7.	ผลการวิเคราะห์ปัจจัย.....	61
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ.....		63
5.1.	สรุปผลการวิจัย.....	63
5.2.	ข้อเสนอแนะ.....	64
รายการอ้างอิง.....		65
ภาคผนวก.....		70
ภาคผนวก ก.....		71
ภาคผนวก ข.....		73
ภาคผนวก ค.....		74
ภาคผนวก ง.....		81
ภาคผนวก จ.....		84
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....		86

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1	ลักษณะของมูมสัมผัสน้ำที่ค่ามูมสัมผัสด่างๆ 9
ตารางที่ 2.2	สมบัติทางกายภาพของโลหะไทเทเนียมบริสุทธิ์ 12
ตารางที่ 2.3	สมบัติเชิงกลของโลหะไทเทเนียม โลหะผสมไทเทเนียม และกระดูกของมนุษย์ 14
ตารางที่ 2.4	สเปกตรัมแม่เหล็กไฟฟ้าของรังสียูวี 19
ตารางที่ 3.1	สารเคมีที่เกี่ยวข้องในการปรับปรุงผิวโลหะผสมไทเทเนียม 24
ตารางที่ 3.2	ตัวแปรการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์..... 31
ตารางที่ 3.3	ตัวแปรการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิว ด้วยเทคนิค SPM 32
ตารางที่ 3.4	ตัวแปรการวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มแอนโนไดซ์ ด้วยเทคนิค XPS.... 32
ตารางที่ 4.1	ภาวะของค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่เลือกใช้เพื่อให้เกิดฟิล์มแอนโนไดซ์ในอิเล็กโทรไลต์ทั้งสองชนิด 35
ตารางที่ 4.2	ภาวะของค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่เลือกใช้เพื่อให้เกิดฟิล์มแอนโนไดซ์ในอิเล็กโทรไลต์ทั้งสองชนิด 43
ตารางที่ 4.3	ตัวอย่างค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของ Ti2p และ O1s ของพื้นผิวไทเทเนียมที่ผ่านการทำแอนโนไดซ์ 54

สารบัญญภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1 ก) ลักษณะทางกายภาพของรากฟันเทียม ข) และ ค) ประเภทรากฟันเทียม	4
รูปที่ 2.2 สมบัติการเหนียวนำกระดูก	4
รูปที่ 2.3 ก) โมเลกุลของน้ำ ข) ความชอบน้ำ ค) ความไม่ชอบน้ำ.....	6
รูปที่ 2.4 แรงระหว่างหยดน้ำกับพื้นผิว	8
รูปที่ 2.5 สมบัติความชอบน้ำที่เกิดขึ้นบริเวณผิวรากฟันเทียม.....	8
รูปที่ 2.6 กระบวนการผลิตโลหะไทเทเนียมแบบครอส์.....	11
รูปที่ 2.7 สเปคตรัมของแสงที่ความยาวคลื่นค่าต่างๆ.....	18
รูปที่ 2.8 กลไกความชอบน้ำของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์	20
รูปที่ 3.1 แผนผังการปรับปรุงผิวโลหะผสมไทเทเนียมด้วยวิธีแอนโนไดซ์	24
รูปที่ 3.2 แผนผังการเพิ่มสมบัติความชอบน้ำโดยการกระตุ้นด้วยยูวี.....	25
รูปที่ 3.3 การเตรียมขั้วไฟฟ้าใช้งาน	26
รูปที่ 3.4 แผนภาพแสดงเซลล์ไฟฟ้าเคมีชนิดสามอิเล็กโทรด	27
รูปที่ 3.5 แผนภาพซิลเวอร์ซิลเวอร์คลอไรด์อิเล็กโทรด.....	28
รูปที่ 4.1 ค่ามุมสัมผัสกับน้ำของฟิล์มแอนโนไดซ์	36
รูปที่ 4.2 ลักษณะพื้นผิวของโลหะผสมไทเทเนียม (Ti-6Al-4V), ก) ก่อนการทำแอนโนไดซ์ ข) หลัง การทำแอนโนไดซ์ที่ 1.75 A/cm^2 , 1M NaOH และ ค) หลังการทำแอนโนไดซ์ที่ 1 A/cm^2 , $1\text{M H}_3\text{PO}_4$	38
รูปที่ 4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มแอนโนไดซ์	40
รูปที่ 4.4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้าที่เปลี่ยนแปลงไปต่อเวลา	41
รูปที่ 4.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้าที่เปลี่ยนแปลงไปต่อเวลา เมื่อให้ค่า ความต่างศักย์คงที่ (ภาพขยายจากภาพ 4.4)	42
รูปที่ 4.6 ค่ามุมสัมผัสกับน้ำของฟิล์มแอนโนไดซ์	45
รูปที่ 4.7 ลักษณะพื้นผิวของโลหะผสมไทเทเนียม (Ti-6Al-4V),) (ก) ก่อนการทำแอนโนไดซ์ ข) หลังการทำแอนโนไดซ์ใน 0.5V , 1M NaOH และ ค) หลังการทำแอนโนไดซ์ใน 2V , 1M H_3PO_4	46
รูปที่ 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มแอนโนไดซ์	47
รูปที่ 4.9 เฟสองค์ประกอบของฟิล์มแอนโนไดซ์ ก่อนและหลังการฉายยูวี (1A/cm^2 , $1\text{M H}_3\text{PO}_4$) 50	50

รูปที่ 4.10 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มแอนโนไดซ์ก่อนและหลังการฉายยูวี ($1A/cm^2$, $1M H_3PO_4$)... 51

รูปที่ 4.11 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มแอนโนไดซ์ จากเครื่อง SPM (ไทเทเนียมก่อนทำแอนโนไดซ์) ก) โดหะผสมไทเทเนียมก่อนทำแอนโนไดซ์ ข) $1A/cm^2$, $1M H_3PO_4$ ค) $1.75A/cm^2$, $1M NaOH$ 53

รูปที่ 4.12 ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของฟิล์มแอนโนไดซ์จากกรณี $1A/cm^2$, $1M H_3PO_4$ และ $1.75A/cm^2$, $1M NaOH$ 55

รูปที่ 4.13 ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของ Ti2p ($1A/cm^2$, $1M H_3PO_4$) 57

รูปที่ 4.14 ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของ Ti2p ($1.75A/cm^2$, $1M NaOH$) 57

รูปที่ 4.15 ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของ O1s ($1A/cm^2$, $1M H_3PO_4$)..... 58

รูปที่ 4.16 ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของ O1s ($1.75A/cm^2$, $1M NaOH$)..... 59

รูปที่ 4.17 ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของ C1s ($1A/cm^2$, $1M H_3PO_4$)..... 60

รูปที่ 4.18 ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของ C1s ($1.75A/cm^2$, $1M NaOH$)..... 60

บทที่ 1

บทนำ

1.1. ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ในปัจจุบันนี้ โลหะไทเทเนียมและโลหะผสมไทเทเนียมได้รับความนิยมอย่างมากในการนำมาใช้เป็นวัสดุทดแทนในร่างกาย ทั้งทางด้านทันตกรรมและศัลยกรรมกระดูก เมื่อเทียบกับโลหะชนิดอื่นๆ⁽¹⁾ เนื่องจากโลหะไทเทเนียมสามารถที่จะเกิดฟิล์มออกไซด์บนผิวและทำให้เกิดการเหนียวเข้ากับกระดูก⁽²⁻⁴⁾ โดยทั่วไปแล้ว โลหะไทเทเนียมและโลหะผสมไทเทเนียมไม่สามารถที่จะเกิดการเหนียวกับกระดูกได้^(2, 5, 6) จะต้องมีการปรับปรุงผิวก่อน เพื่อให้ผิวของโลหะไทเทเนียมเกิดฟิล์มออกไซด์ ซึ่งฟิล์มออกไซด์ที่เกิดขึ้นจะก่อให้เกิดการเหนียวนำให้ยึดเกาะกับกระดูก โดยเป็นการสร้างพันธะอ่อนๆ เช่น แวนเดอร์วาลส์ระหว่างกระดูกกับฟิล์มออกไซด์ เรียกว่า เกิดสมบัติการเหนียวนำกระดูก⁽⁷⁾

โลหะไทเทเนียมเป็นโลหะทรานสิชันที่สามารถเกิดฟิล์มออกไซด์ได้หลายแบบ เช่น TiO TiO_2 และ Ti_2O_3 เป็นต้น แต่มีเพียงไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) เท่านั้นที่มีสมบัติเหนียวนำกระดูก ส่วนออกไซด์อื่นๆ ที่เกิดขึ้นไม่มีสมบัติเหนียวนำกระดูก ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นมีความทนทานต่อสารเคมีสูง เป็นชั้นออกไซด์ที่มีความเสถียรสูง ทำให้เกิดพันธะที่แข็งแรง และไม่มีผลข้างเคียงกับเซลล์ จึงสามารถเข้ากับร่างกายได้เป็นอย่างดี^(1, 5, 8-15) จะเห็นได้ว่า สมบัติทางเคมีของฟิล์มแอนไนด์ มีความสำคัญมากกว่าสมบัติของโลหะไทเทเนียม^(2, 4, 16-18) ดังนั้น ถ้าไทเทเนียมไม่เกิดออกไซด์ขึ้นที่ผิว ก็ไม่สามารถนำมาใช้เป็นวัสดุทดแทนในร่างกายได้ เนื่องจากไม่เกิดสมบัติการเหนียวนำกระดูก

องค์ประกอบของพื้นผิวฟิล์ม สมบัติความชอบน้ำ และความขรุขระของพื้นผิวฟิล์ม เป็นปัจจัยที่สำคัญที่มีผลต่อการเหนียวนำกระดูก^(7, 19) เช่น ไทเทเนียมที่มีพื้นผิวเรียบ เมื่อนำไปใส่เข้าไปในร่างกาย พบว่าเกิดเนื้อเยื่อขึ้นบริเวณรอบๆผิวโลหะไทเทเนียมและพบว่าความแข็งแรงในการยึดเกาะกันระหว่างกระดูกกับพื้นผิวไทเทเนียมต่ำ แต่ถ้ามีการเพิ่มความขรุขระให้แก่ผิวไทเทเนียม จะทำให้การยึดเกาะกันระหว่างผิวไทเทเนียมกับกระดูก เกิดเป็นพันธะที่แข็งแรงและสามารถยึดเกาะกันได้นานขึ้น⁽²⁰⁾

ในปัจจุบันนี้มีหลากหลายวิธีในการปรับปรุงผิวโลหะไทเทเนียม เพื่อให้ไทเทเนียมเกิดสมบัติเหนียวนำกระดูก และวิธีแอนไนด์ก็เป็นทางเลือกหนึ่งในการที่จะเลือกมาปรับปรุงผิวโลหะ

ไทเทเนียม ซึ่งวิธีแอนโนไดซ์นี้มีข้อได้เปรียบกว่าวิธีอื่นๆอยู่หลายอย่าง^(3, 4, 21) เช่น ทำให้พื้นผิวเกิดความขรุขระ ได้ฟิล์มที่มีความสม่ำเสมอ และได้ฟิล์มที่มีความเสถียร ทนต่อการกัดกร่อน

แต่เนื่องจากฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีลักษณะเป็นผลึกนั้นเกิดได้ยาก ต้องมีการป้อนกระแสหรือความต่างศักย์ไฟฟ้าที่สูงจึงจะเกิดได้ แต่จากงานวิจัยที่ผ่านมา ก็พบว่าที่ค่ากระแสหรือความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ต่ำๆ ก็สามารถทำให้เกิดฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ โดยฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นจะเกิดร่วมกับฟิล์มออกไซด์ของไทเทเนียมตัวอื่นๆ เช่น TiO และ Ti_2O_3 ⁽²²⁾ และเนื่องจากข้อจำกัดในการทำงานของเครื่อง potentiostat-galvanostat ที่สามารถป้อนค่ากระแสหรือความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำๆเท่านั้น ดังนั้น ในงานวิจัยนี้จึงเลือกที่จะเตรียมฟิล์มแอนโนไดซ์ที่มีการป้อนค่ากระแสหรือความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ค่าต่ำๆเท่านั้น และแม้ว่าการปรับปรุงผิวโดยอาศัยกระบวนการเกิดฟิล์มออกไซด์จากวิธีแอนโนไดซ์ จะทำให้ได้พื้นผิวที่มีความขรุขระและชอบน้ำแล้วแต่ถ้ามีวิธีอื่นๆ ที่จะช่วยในการเพิ่มสมบัติความชอบน้ำให้มากขึ้นได้ ก็จะช่วยส่งเสริมต่อการเหนี่ยวนำกระดูกได้เร็วขึ้น ดังนั้น งานวิจัยนี้จึงเลือกวิธีการฉายยูวีลงบนผิวฟิล์มแอนโนไดซ์ โดยคาดหวังว่า ยูวีจะไปกระตุ้นให้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นอยู่ร่วมกับ TiO และ Ti_2O_3 เกิดความชอบน้ำมากขึ้น

1.2. วัตถุประสงค์ของการวิจัย

- 1.2.1 เพื่อศึกษาการเกิดฟิล์มแอนโนไดซ์บนผิวโลหะผสมไทเทเนียมด้วยวิธีแอนโนไดซ์ที่ค่ากระแสหรือความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำ
- 1.2.2 เพื่อศึกษาพฤติกรรมความชอบน้ำของฟิล์มแอนโนไดซ์บนผิวโลหะผสมไทเทเนียมที่เปลี่ยนแปลงไปก่อนและหลังจากกระตุ้นด้วยยูวี

1.3. ขอบเขตของการวิจัย

- 1.3.1 ศึกษาการเกิดฟิล์มแอนโนไดซ์บนผิวโลหะผสมไทเทเนียมด้วยวิธีกัลวานอสแตติกหรือโพเทนชิโอสแตติก ที่ค่ากระแสหรือความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำ
- 1.3.2 ศึกษาพฤติกรรมความชอบน้ำของฟิล์มแอนโนไดซ์บนผิวโลหะผสมไทเทเนียมที่เปลี่ยนแปลงไปก่อนและหลังจากกระตุ้นด้วยยูวี

1.4. ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้ฟิล์มแอนโนไดซ์ที่มีสมบัติชอบน้ำบนผิวโลหะผสมไทเทเนียมด้วยวิธีแอนโนไดซ์ที่ค่ากระแสหรือความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ต่ำร่วมกับการฉายแสงยูวี

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

โลหะไทเทเนียมและโลหะผสมไทเทเนียม เป็นที่นิยมอย่างแพร่หลายในการนำมาใช้เป็นรากฟันเทียม เนื่องจากโลหะไทเทเนียมมีสมบัติเชิงกลที่ดี และสามารถเกิดฟิล์มออกไซด์ปกคลุมผิวไทเทเนียม ซึ่งฟิล์มที่เกิดขึ้นนี้ทำให้เกิดการเหนียวนากระดูก และพบว่าถ้าสามารถพัฒนาให้ฟิล์มที่เกิดขึ้นมีสมบัติชอบน้ำ จะช่วยให้การเหนียวนากระดูกสามารถเกิดได้เร็วขึ้น เนื่องจากสมบัติความชอบน้ำนี้ จะทำให้เลือดที่อยู่บนเซลล์ในร่างกาย สามารถซึมเข้าไปบนผิวของรากเทียมได้ และสามารถดึงดูดเม็ดเลือดและเซลล์โปรตีนให้แทรกผ่านรูพรุนระดับจุลภาคบนผิวของรากเทียมได้ และเกิดการสร้างตัวของเซลล์กระดูกบนผิวของรากเทียมได้เร็วขึ้น⁽²³⁾ ซึ่งในเบื้องต้นนี้ จะขอกล่าวถึงข้อมูลเกี่ยวกับรากฟันเทียมและความสำคัญของสมบัติความชอบน้ำที่มีต่อรากฟันเทียมดังต่อไปนี้

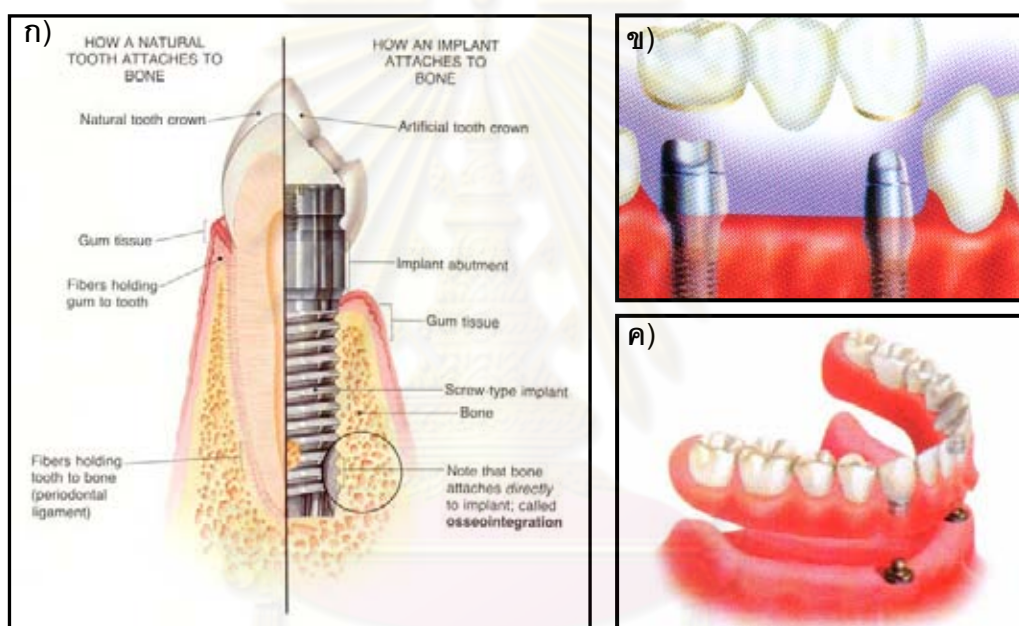
2.1. รากฟันเทียม

2.1.1. รากฟันเทียมและสมบัติการเหนียวนากระดูก

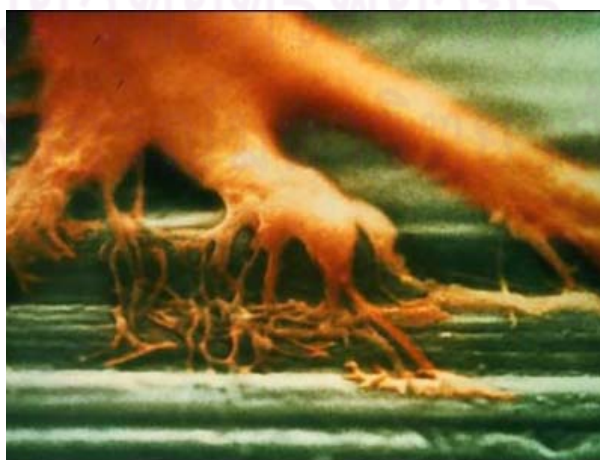
รากฟันเทียม (Dental Implant) คือ วัสดุที่ถูกนำไปฝังในกระดูกขากรรไกรเพื่อทดแทนรากฟันธรรมชาติที่สูญเสียไป ช่วยยึดหรือรองรับฟันเทียมทั้งชนิดถอดได้และชนิดติดแน่น ทำให้ฟันเทียม มีประสิทธิภาพในการบดเคี้ยวดีขึ้น ส่วนใหญ่รากฟันเทียมทำมาจากโลหะไทเทเนียม เนื่องจากโลหะชนิดนี้สามารถเข้ากับร่างกายของมนุษย์ได้โดยไม่ก่อให้เกิดพิษหรืออันตราย ลักษณะของรากฟันเทียมมีลักษณะเหมือนสกรู เพื่อให้เกิดการยึดเกาะเชิงกลกับกระดูกขากรรไกรได้ดีขึ้น พื้นผิวของรากฟันเทียมมักจะผ่านการปรับปรุงผิวเพื่อให้ผิวไทเทเนียมมีลักษณะขรุขระ และมีความชอบน้ำ เพื่อเป็นการกระตุ้นให้เกิดการเหนียวนากระดูกได้เร็วขึ้น ซึ่งการเหนียวนากระดูก (Osseointegration) แสดงให้เห็น ดังรูปที่ 2.1 ก)⁽²⁴⁾ และรูปที่ 2.2⁽²⁵⁾ การเหนียวนากระดูกนี้เป็นการสร้างพันธะอ่อนๆ เช่น แวนเดอร์วาลส์ ระหว่างกระดูกกับฟิล์มออกไซด์ โดยไม่มีเนื้อเยื่อเกิดขึ้น

Branemark เป็นผู้ที่ได้ค้นพบหลักการเหนียวนากระดูก (Osseointegration) โดยได้นำหลักการนี้มาใช้ในงานทางด้านทันตกรรมรากฟันเทียมเป็นครั้งแรก ในปี พ.ศ.2528 ซึ่งหลักการการเหนียวนากระดูกนี้เป็นหลักการของการเจริญของกระดูกเข้าสู่ผิวรากเทียม หรือการยึดเกาะอย่าง

เหนียวแน่นของกระดูกต่อผิวรากเทียมที่ทำจากไทเทเนียมที่ถูกฝังในกระดูกขากรรไกรในระยะ 4-6 เดือน หลังจากทีรากเทียมยึดเกาะกับกระดูกขากรรไกรดีแล้ว ก็พร้อมจะเป็นหลักยึดของฟันปลอมชนิดต่างๆ ที่ได้ออกแบบไว้ก่อนแล้ว ไทเทเนียมเป็นโลหะที่พิเศษ เนื่องจากมันจะยึดติดกับกระดูกได้โดยไม่มีชั้นใดๆ มาขวางกั้นและมันไม่ทำให้เกิดอาการแพ้ ร่างกายมนุษย์ยอมรับได้ดี ไม่มีอาการอักเสบของเนื้อเยื่อแม้แต่ภายในช่องปาก และเพราะคุณสมบัติที่เข้ากันได้ดีกับเนื้อเยื่อในร่างกายมนุษย์ จึงมีการใช้ไทเทเนียมกันอย่างกว้างขวางในทางการแพทย์ เช่น การฝังเข้าไปเป็นวัสดุทดแทนในสะโพก หัวเข่า ฯลฯ⁽²⁶⁾



รูปที่ 2.1 ก) ลักษณะทางกายภาพของรากฟันเทียม ข) และ ค) ประเภทรากฟันเทียม



รูปที่ 2.2 สมบัติการเหนียวนำกระดูก

2.1.2. ประเภทของรากฟันเทียม

รากฟันเทียมแบ่งตามลักษณะการใช้งานได้เป็น 2 ประเภท ดังแสดงในรูปที่ 2.1 ข) และ ค) ดังนี้⁽²⁷⁾

1. รากฟันเทียมที่ใช้กับฟันเทียมชนิดติดแน่น ดังรูปที่ 2.1 ข) อาจใช้ในกรณีที่สูญเสียฟันไป 1 ซี่ หลายซี่ หรือสูญเสียไปทั้งปาก สามารถทำได้โดยการทำเป็นครอบฟันซี่เดียว แล้วสวมลงบนรากฟันเทียมซึ่งทำหน้าที่เสมือนรากฟันธรรมชาติหรือทำเป็นสะพานฟันโดยใช้รากฟันเทียมเป็นตัวรองรับสะพานฟัน ซึ่งมีข้อดีคือไม่ต้องใช้กรอฟันธรรมชาติแล้วครอบเพื่อเป็นหลักยึดของสะพานฟัน และรากฟันเทียมยังสามารถฝังไว้หลายตำแหน่งได้

2. รากฟันเทียมที่ใช้กับฟันเทียมชนิดถอดได้ ดังรูปที่ 2.1 ค) ใช้ในกรณีที่ผู้ป่วยสูญเสียฟันไปทั้งปาก โดยทำเป็นฟันเทียมทั้งปากชนิดถอดได้ สวมบนตัวยึดที่ต่ออยู่กับรากฟันเทียม ซึ่งฝังไว้ในตำแหน่งที่เหมาะสมในกระดูกขากรรไกร เพิ่มประสิทธิภาพในการกรอยึดของฟันเทียมชนิดถอดได้

2.1.3. ขั้นตอนการฝังรากฟันเทียม

สำหรับขั้นตอนในการฝังรากฟันเทียม แบ่งเป็น 2 ช่วง โดยก่อนที่จะมีการฝังรากฟันเทียมจะต้องมีการตรวจอย่างละเอียดว่า บริเวณที่จะฝังมีกระดูกพอเพียงหรือไม่

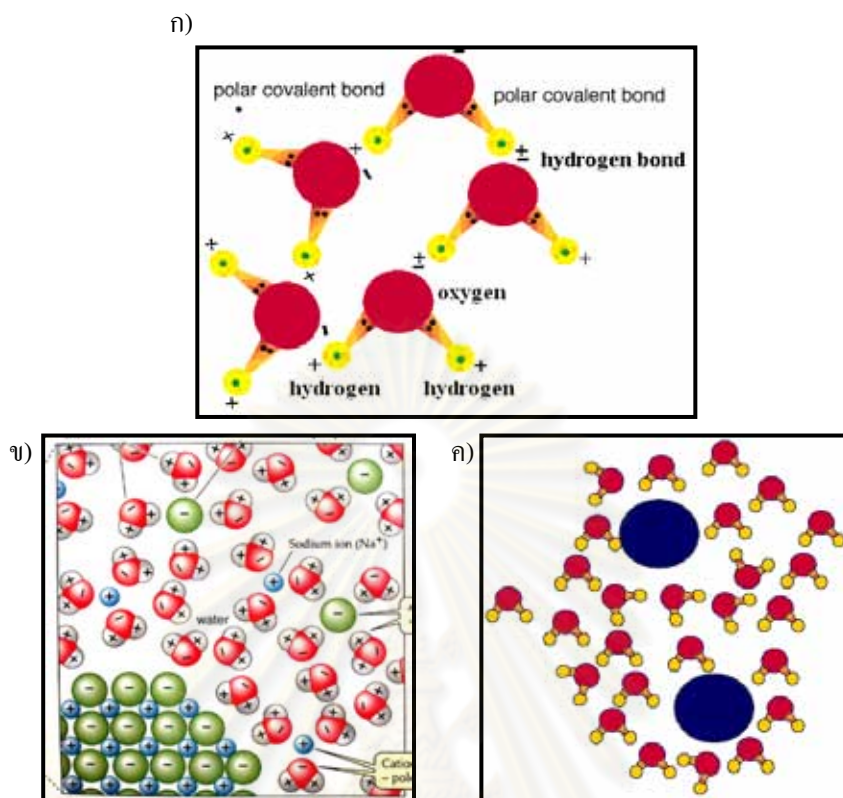
1. ทำการผ่าตัดฝังรากฟันเทียม หลังจากนั้น รอเวลาประมาณ 3 เดือน สำหรับฟันล่าง และ 5 เดือน สำหรับฟันบน ในการให้กระดูกมาเชื่อมประสานกับรากฟันเทียมจนแข็งแรงพอที่จะรับน้ำหนักได้

2. ทำการต่อยอดเป็นเดือย แล้วทำครอบฟัน

2.2. ความสำคัญของสมบัติความชอบน้ำ

2.2.1. การเกิดสมบัติความชอบน้ำ

วัสดุที่มีสมบัติชอบน้ำ คือ วัสดุที่สามารถสร้างประจุ แล้วทำปฏิกิริยากับโมเลกุลของน้ำได้ เกิดพันธะโคเวเลนต์ที่มีขั้วเกิดขึ้น (polar covalent bond) ดังแสดงในรูปที่ 2.3 ข) ส่วนวัสดุที่ไม่ชอบน้ำ คือ วัสดุที่ไม่สามารถสร้างประจุ ที่จะไปทำปฏิกิริยากับโมเลกุลของน้ำได้⁽²⁸⁾ ดังแสดงในรูปที่ 2.3 ค)



รูปที่ 2.3 ก) โมเลกุลของน้ำ ข) ความชอบน้ำ ค) ความไม่ชอบน้ำ

โมเลกุลของน้ำ ประกอบด้วยไฮโดรเจนและออกซิเจน อะตอมทั้งสองชนิดยึดกันด้วยพันธะไฮโดรเจน ซึ่งพันธะไฮโดรเจน ส่วนมากจะพบในโมเลกุลที่มีไฮโดรเจนสร้างพันธะอยู่กับอะตอมที่มีอิเล็กโตรเนกาติวิตีสูง เช่น เมื่อไฮโดรเจน ($EN = 2.2$) ยึดอยู่กับอะตอมของออกซิเจน ($EN = 3.4$) จะทำให้เกิดพันธะที่มีสภาพขั้วสูง อะตอมที่มีอิเล็กโตรเนกาติวิตีสูงเหล่านี้จะดึงอิเล็กตรอนมาใกล้เคียงกับตัวมันเองมาก ทำให้อะตอมของไฮโดรเจนมีความเป็นบวกมาก และสามารถดึงดูดคู่อิเล็กตรอนโดดเดี่ยวจากอะตอมของโมเลกุลอื่นที่อยู่ข้างเคียงได้ แรงที่เกิดในลักษณะเช่นนี้ เรียกว่า พันธะไฮโดรเจน (hydrogen bond) เช่น ระหว่างโมเลกุลใน H_2O ในโมเลกุลนี้อะตอมของไฮโดรเจนสร้างพันธะแบบโคเวเลนต์กับอะตอมที่มีอิเล็กโตรเนกาติวิตีสูงที่มีคู่อิเล็กตรอนโดดเดี่ยวอยู่ด้วย ดังรูปที่ 2.3 ก)

พันธะโคเวเลนต์มีขั้ว (polar covalent bond) ⁽²⁹⁾ คือ โมเลกุลที่ประกอบด้วยอะตอมต่างชนิดกัน ยึดกันด้วยพันธะโคเวเลนต์ (อะตอมคู่หนึ่งๆที่สร้างพันธะจะใช้คู่อิเล็กตรอนร่วมกัน) แต่โอกาสที่จะพบอิเล็กตรอนในแนวความยาวของพันธะไม่เท่ากันหมด ซึ่งพบว่า โอกาสที่จะพบอิเล็กตรอนใกล้อะตอมหนึ่งมากกว่าอะตอมหนึ่ง ขึ้นอยู่กับค่าอิเล็กโตรเนกาติวิตีของอะตอมทั้งสอง

ดังนั้นจึงทำให้อะตอมหนึ่งมีสมบัติทางไฟฟ้าค่อนข้างเป็นลบมากกว่า (ถ้ามีค่าอิเล็กโตรเนกาติวิตีสูงกว่า)

สมบัติความชอบน้ำที่เกิดขึ้น สามารถวัดได้จากมุมสัมผัสกับน้ำ โดยถ้ามุมสัมผัสกับน้ำมีค่าน้อย แสดงว่า วัสดุนั้นเกิดสมบัติความชอบน้ำมาก แต่ถ้าวัสดุนั้นมีมุมสัมผัสกับน้ำมาก แสดงว่าวัสดุนั้นมีสมบัติไม่ชอบน้ำ โดยลักษณะมุมสัมผัสกับน้ำที่มุมต่างๆ สามารถสรุปได้ดังตารางที่ 2.1

จากหลักการของ Young ⁽³⁰⁾ แสดงให้เห็นว่า มุมสัมผัสกับน้ำที่เกิดจากการหยดน้ำลงบนพื้นผิวของวัสดุ สามารถอธิบายได้จากความสัมพันธ์ ดังสมการต่อไปนี้

$$\cos \theta = (\gamma_{s,v} - \gamma_{s,l}) / \gamma_{l,v} \quad (1)$$

มุมสัมผัสกับน้ำที่มีลักษณะแตกต่างกัน ดังตารางที่ 2.1 เกิดขึ้นจากแรงระหว่างหยดน้ำกับพื้นผิว รูปร่างของหยดน้ำจะขึ้นอยู่กับพื้นผิวที่รองรับ ซึ่งแรงที่เกี่ยวข้องมี อยู่ 3 แรงด้วยกัน

1. แรงระหว่างพื้นผิวกับหยดน้ำ ($\gamma_{s,l}$)
2. แรงระหว่างพื้นผิวกับอากาศ ($\gamma_{s,v}$)
3. แรงระหว่างหยดน้ำกับอากาศ ($\gamma_{l,v}$)

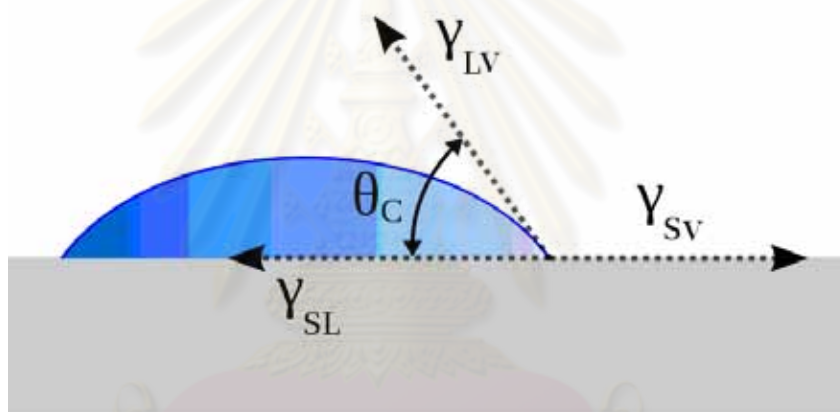
ซึ่งมุมสัมผัสระหว่างหยดน้ำกับผิว (θ) จะมีผลต่อแรงทั้งสาม ดังแสดงในรูปที่ 2.4

จากสมการที่ 1 พบว่า ถ้า $(\gamma_{s,l} - \gamma_{s,v}) > \gamma_{l,v}$ แสดงว่า มุมสัมผัสกับน้ำมีค่าเท่ากับ 180° โดยถ้าหากมุมสัมผัสระหว่างหยดน้ำกับผิวเข้าใกล้ 180 องศา จะส่งผลให้หยดน้ำมีลักษณะกลมไม่สามารถกระจายตัวออกได้ เกิดสมบัติไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic) ทำให้น้ำไม่กระจายตัวออกยกตัวอย่างเช่น เมื่อมีฝุ่นผงและสิ่งสกปรกต่างๆ ติดอยู่ที่ใบบัว เมื่อหยดน้ำตกลงมา หยดน้ำจะลึบพาให้สิ่งสกปรกติดไปกับหยดน้ำ เนื่องจากแรงยึดเหนี่ยวระหว่างหยดน้ำกับสิ่งสกปรกมีค่าสูงกว่าแรงยึดเหนี่ยวระหว่างสิ่งสกปรกกับใบบัวจึงทำให้ใบบัวสะอาดอยู่เสมอ ⁽³¹⁾ ลักษณะเช่นนี้ จึงนำไปประยุกต์ในงานด้าน self-cleaning surface

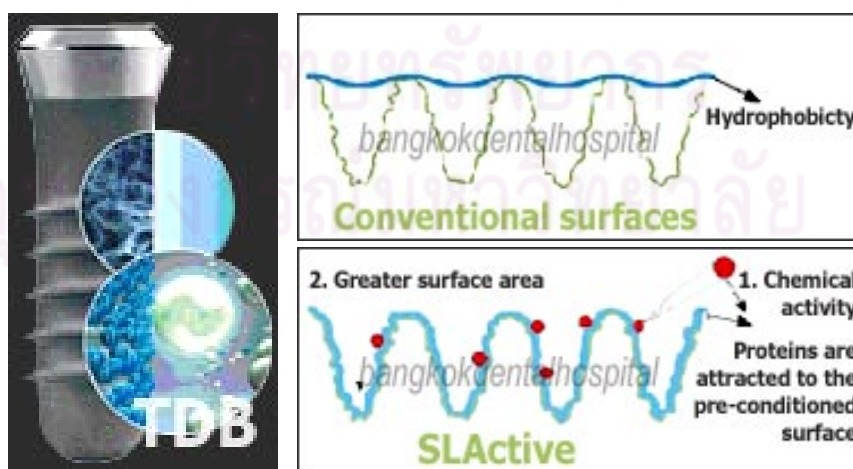
แต่ถ้า $(\gamma_{s,v} - \gamma_{s,l}) > \gamma_{l,v}$ แสดงว่า มุมสัมผัสกับน้ำมีค่าเท่ากับ 0° โดยจะทำให้พื้นผิวมีการเปียกที่สมบูรณ์กับหยดน้ำ หยดน้ำจะแผ่ออกไปทั่วพื้นผิว ทำให้มุมสัมผัสมีค่าเข้าใกล้ศูนย์ขณะเดียวกัน ถ้าพื้นผิวสามารถเปียกโดยของเหลวได้ไม่ตื้นัก มุมสัมผัสระหว่างหยดน้ำกับพื้นผิวก็มีค่าอยู่ระหว่าง $0-180$ องศา โดยที่ค่ามุมสัมผัสของน้ำสูง แสดงว่าผิวสัมผัสทำให้เปียกได้ยาก แต่ถ้ามุมสัมผัสของน้ำต่ำ แสดงว่าพื้นผิวถูกทำให้เปียกได้ง่าย ดังนั้น ถ้าพื้นผิวมีพลังงานพื้นผิวที่มากกว่าน้ำ จะทำให้น้ำสามารถแทรกลงบนผิวของวัสดุได้ ทำให้อุณหภูมิเกิดความชอบน้ำขึ้น ⁽³⁰⁾

2.2.2. ความสำคัญของสมบัติความชอบน้ำต่องานทันตกรรมรากฟันเทียม

ลักษณะพื้นผิวที่มีความชอบน้ำและมีความขรุขระ เป็นปัจจัยหนึ่งที่มีความสำคัญต่อการเหนียวนำกระดูกระหว่างพื้นผิวของโลหะผสมไทเทเนียมกับกระดูก ซึ่งความชอบน้ำจะช่วยให้การเหนียวนำเข้ากับกระดูกเกิดได้เร็วขึ้น ดังรูปที่ได้แสดงไว้ในรูปที่ 2.5 แสดงให้เห็นว่า สมบัติชอบน้ำจะช่วยให้การเหนียวนำกระดูกสามารถเกิดได้เร็วขึ้น เนื่องจากสมบัติความชอบน้ำนี้ จะทำให้เลือดที่อยู่ในเซลล์ในร่างกาย สามารถซึมเข้าไปบนผิวของรากเทียมได้และสามารถดึงดูดเม็ดเลือดและเซลล์โปรตีนให้แทรกผ่านรูพรุนระดับจุลภาคบนผิวของรากเทียมได้และเกิดการสร้างตัวของเซลล์กระดูกบนผิวของรากเทียมได้เร็วขึ้น⁽²³⁾ ส่วนความขรุขระจะส่งผลดีในช่วงแรกของการฝังรากฟันเทียม ซึ่งจะทำให้เกิดการยึดเกาะกันได้เร็วขึ้น ระหว่างผิวของโลหะผสมไทเทเนียมกับกระดูก⁽¹⁹⁾

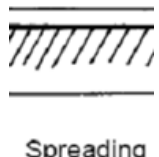
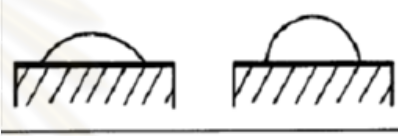
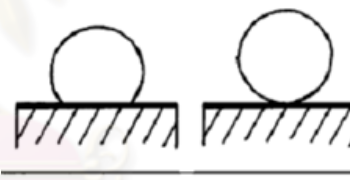


รูปที่ 2.4 แรงระหว่างหยดน้ำกับพื้นผิว



รูปที่ 2.5 สมบัติความชอบน้ำที่เกิดขึ้นบริเวณผิวรากฟันเทียม

ตารางที่ 2.1 ลักษณะของมุมสัมผัสกับน้ำที่ค่ามุมสัมผัสต่างๆ

มุมสัมผัส	สมบัติ	ลักษณะมุมสัมผัสที่ปรากฏ
$\theta = 0$	Perfect wetting	 Spreading
$0 < \theta < 90^\circ$	high wettability	 Wetting
$90^\circ \leq \theta < 180$	low wettability	 Dewetting
$\theta = 180^\circ$	perfectly non-wetting	

2.3. โลหะไทเทเนียมและโลหะผสมไทเทเนียม

ไทเทเนียมและโลหะผสมไทเทเนียม มีการนำมาใช้งานด้านทันตกรรมกันอย่างแพร่หลาย เนื่องจาก โลหะผสมไทเทเนียมมีสมบัติเชิงกลที่ดี ทนต่อการกัดกร่อน และเข้ากับเซลล์ในร่างกายได้เป็นอย่างดีโดยไม่เป็นพิษต่อเซลล์ในร่างกาย^(5, 9-15) เมื่อเทียบกับโลหะชนิดอื่นๆ เช่น สแตนเลส โลหะผสมคาร์บอน เป็นต้น⁽³²⁾ ซึ่งหัวข้อต่อไปนี้จะกล่าวถึง การค้นพบไทเทเนียม ขั้นตอนการผลิต ลักษณะโครงสร้างและสมบัติของไทเทเนียม

2.3.1. ประวัติการค้นพบโลหะไทเทเนียม

วิลเลียม เกรเกอร์ (William Gregor) นักธรณีวิทยาชาวอังกฤษ เป็นผู้ค้นพบโลหะไทเทเนียมเป็นครั้งแรกในปี ค.ศ. 1791 โดยเขาสังเกตเห็น ทรายสีดำนในลำธารใกล้เมืองมาแนคแคน ประเทศอังกฤษ มีสมบัติถูกแม่เหล็กดูดติดได้ จึงได้นำทรายสีดำนี้ไปทำการแยกองค์ประกอบ พบว่าทรายสีดำชนิดนี้ ประกอบด้วย โลหะออกไซด์ 2 ชนิด โดยชนิดหนึ่งคือ เหล็กออกไซด์ ที่มีสมบัติแม่เหล็กดูดติดได้ ส่วนอีกชนิดหนึ่งนั้น วิลเลียมไม่สามารถจำแนกได้ว่าเป็นโลหะอะไร ต่อมาในปี ค.ศ. 1795 นักเคมีชาวเยอรมันชื่อ มาร์ติน ไฮน์ริช คลาพรอท ก็พบโลหะออกไซด์ปริศนานี้จากแร่รูไทล์เช่นกัน จึงตั้งชื่อธาตุโลหะปริศนานี้ว่า ไทเทเนียม^(18, 32, 33)

2.3.2. การผลิตโลหะไทเทเนียม

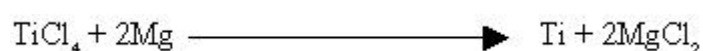
การผลิตโลหะไทเทเนียมระดับอุตสาหกรรมในปัจจุบันจะใช้กระบวนการของครอลล์ (Kroll process) ซึ่งแบ่งออกเป็น 4 ขั้นตอน ดังรูปที่ 2.6⁽³³⁾

1. การสกัด แร่รูไทล์ซึ่งมีไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) เป็นองค์ประกอบหลักจะถูกป้อนเข้าสู่เตาเผาแบบฟลูอิดไดซ์ (fluidized-bed reactor) เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนและคาร์บอน ดังสมการข้างล่าง ในเตาที่มีอุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ผลผลิตที่ได้คือ สารไทเทเนียมเตตระคลอไรด์ คาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) และ/หรือคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) และสารประกอบโลหะคลอไรด์ต่างๆ ที่เป็นสารปนเปื้อน



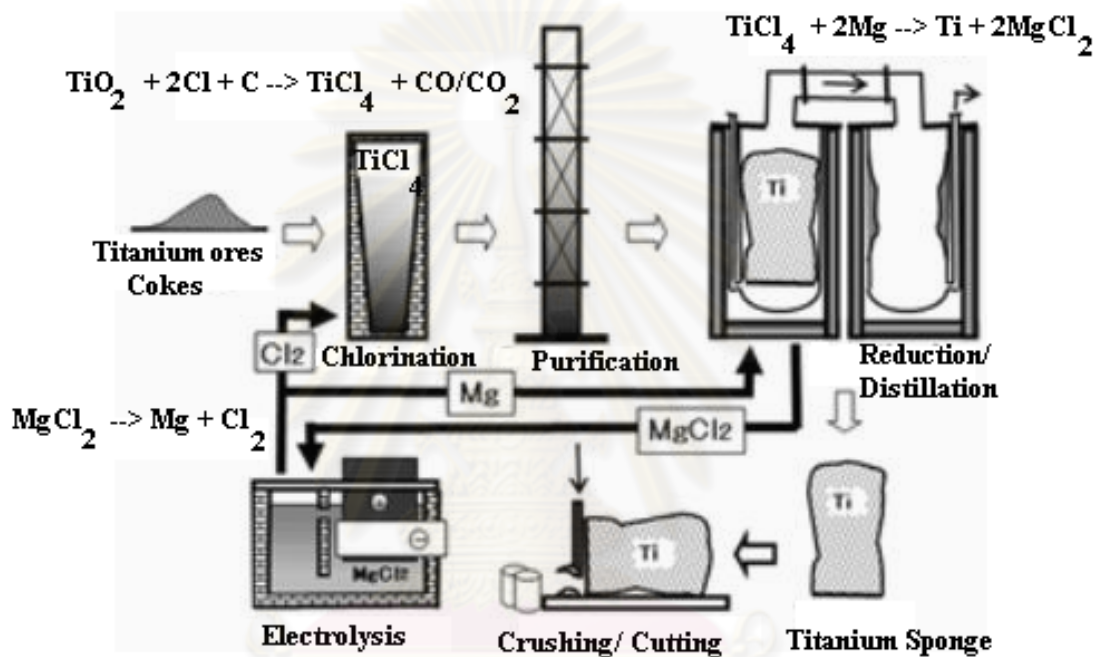
2. การทำให้บริสุทธิ์ เนื่องจากผลผลิตที่ได้จากการสกัดมีสารปนเปื้อนต่างๆ เจือปนอยู่ ดังนั้นจึงต้องนำสารทั้งหมดมาทำการกลั่นลำดับส่วน และตกตะกอน เพื่อให้ได้สารไทเทเนียมเตตระคลอไรด์บริสุทธิ์

3. การผลิตไทเทเนียมพูน ไทเทเนียมเตตระคลอไรด์บริสุทธิ์ในรูปของเหลวที่ได้จากขั้นตอนก่อนหน้าที่จะถูกส่งมาที่ถังทำปฏิกิริยา เพื่อทำปฏิกิริยากับแมกนีเซียม ที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส ดังสมการข้างล่าง และใช้บรรยากาศก๊าซอาร์กอน เพื่อป้องกันโลหะไทเทเนียมที่เกิดขึ้นเกิดปฏิกิริยากับออกซิเจนและไนโตรเจนในบรรยากาศปกติ ผลผลิตที่ได้คือ โลหะไทเทเนียมแข็ง เนื่องจากไทเทเนียมมีจุดหลอมเหลวที่ 1,668 องศาเซลเซียสซึ่งสูงกว่าอุณหภูมิในถังปฏิกิริยา



โลหะไทเทเนียมที่ได้ออกมาจะมีลักษณะเป็นก้อนพูนคล้ายฟองน้ำ ต้องนำไปล้างน้ำ และล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริกเพื่อกำจัดแมกนีเซียม และสารแมกนีเซียมคลอไรด์ส่วนเกินออกไป

ในกระบวนการแยกโลหะไทเทเนียมนั้น สารแมกนีเซียมคลอไรด์ ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ส่วนเกินหรือของเสียที่เกิดขึ้นจะถูกนำไปผ่านกระบวนการแยกสารด้วยกระแสไฟฟ้า (electrolysis) ทำให้ได้โลหะแมกนีเซียมและก๊าซคลอรีนซึ่งสามารถนำกลับไปหมุนเวียนใช้ในกระบวนการใหม่ได้ โดยก๊าซคลอรีนจะถูกนำไปใช้ในขั้นตอนการสกัด ส่วนโลหะแมกนีเซียมจะถูกนำไปใช้ในขั้นตอนการผลิตไทเทเนียมพูน



รูปที่ 2.6 กระบวนการผลิตโลหะไทเทเนียมแบบครอล

4. การเตรียมเป็นอัลลอย ในขั้นตอนนี้ไทเทเนียมในรูปก้อนโลหะพูนจะถูกผสมโลหะหลายชนิดลงไปเพื่อเตรียมไทเทเนียมอัลลอย หลังจากเติมโลหะชนิดต่างๆ ครบตามสัดส่วนที่กำหนดแล้ว ก้อนโลหะจะถูกบีบอัดให้มีขนาดเล็กกลงและเชื่อมเข้าด้วยกัน จากนั้นก้อนโลหะจะถูกส่งไปหลอมเป็นแท่งอินกอต ในเตาไฟฟ้า โดยอากาศภายในเตาจะถูกดูดออกจนเป็นสุญญากาศ และ/หรือแทนที่อากาศด้วยก๊าซอาร์กอน เพื่อป้องกันโลหะไทเทเนียมเกิดปฏิกิริยากับก๊าซออกซิเจนและก๊าซไนโตรเจน

2.3.3. ลักษณะโครงสร้างและสมบัติของโลหะไทเทเนียมบริสุทธิ์

โลหะไทเทเนียมเป็นธาตุทรานซิชัน มีเลขอะตอม 22 และน้ำหนักอะตอม 47.9 กรัมต่อโมล มีการจัดเรียงตัวของอิเล็กตรอนแบบ $1s^2, 2s^2, 2p^6, 3s^2, 3p^6, 3d^2, 4s^2$ ซึ่งจะเห็นว่า มีอิเล็กตรอน

บรรจุอยู่ในชั้น d ยังไม่เต็ม ทำให้โลหะไทเทเนียมบริสุทธิ์มีโครงสร้างอยู่ 2 แบบ คือ เฟสอัลฟา (α) มีโครงสร้างเป็นแบบเฮกซะโกนอล (HCP) ที่อุณหภูมิห้องจนถึง 882 องศาเซลเซียส และเฟสเบต้า (β) มีโครงสร้างเป็นแบบคิวบิก (BCC) จะเกิดที่อุณหภูมิ 882 องศาเซลเซียสถึงจุดหลอมเหลว^(18, 32, 34) และสมบัติทางกายภาพของโลหะไทเทเนียม แสดงได้ดังตารางที่ 2.2⁽³²⁾

ตารางที่ 2.2 สมบัติทางกายภาพของโลหะไทเทเนียมบริสุทธิ์

สมบัติ	ค่า
เลขอะตอม	22
น้ำหนักอะตอม (g/mol)	47.90
ลักษณะโครงสร้าง อัลฟา (HCP)	
c (Å)	4.6832
a (Å)	2.9504
เบตา (BCC)	
a (Å)	3.28
ความหนาแน่นที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส (g/cm^3)	4.54
จุดหลอมเหลว (องศาเซลเซียส)	1668
อุณหภูมิของการเปลี่ยนแปลงโครงสร้าง	882.5

โลหะไทเทเนียมบริสุทธิ์ สามารถแบ่งได้เป็น 5 กลุ่มภายใต้ ASTM ดังนี้⁽¹⁸⁾

1. ไทเทเนียมบริสุทธิ์เกรด 1 (ไทเทเนียม 99.5%)
2. ไทเทเนียมบริสุทธิ์เกรด 2 (ไทเทเนียม 99.3%)
3. ไทเทเนียมบริสุทธิ์เกรด 3 (ไทเทเนียม 99.2%)
4. ไทเทเนียมบริสุทธิ์เกรด 4 (ไทเทเนียม 99.0%)
5. ไทเทเนียมบริสุทธิ์เกรด 7 (ไทเทเนียม 99.4%)

แต่ละกลุ่มจะแตกต่างกันตรงที่ปริมาณของไนโตรเจน เหล็ก และออกซิเจน และปริมาณของคาร์บอน ต่ำน้อยกว่า 0.10% โดยน้ำหนัก และปริมาณไฮโดรเจนต่ำน้อยกว่า 0.015% ถ้ามากกว่านี้จะทำให้ไทเทเนียมเกิดรอยแตกขึ้นได้

2.3.4. โลหะผสมไทเทเนียม

สำหรับการทำโลหะไทเทเนียมบริสุทธิ์ให้เป็นโลหะผสมไทเทเนียมนั้น จะต้องมีคาร์บอนเติมธาตุต่างๆเข้าไปเพื่อทำให้ได้โลหะผสมที่ต้องการ ธาตุต่างๆ ที่เติมเข้าไปเพื่อทำให้เป็นโลหะผสมไทเทเนียม มี 2 กลุ่ม ดังนี้⁽¹⁸⁾

1. ธาตุที่เติมเข้าไปแล้วทำให้เฟสอัลฟาที่มีความเสถียร ได้แก่ อะลูมิเนียม ดีบุก แกลเลียม เซอร์โคเนียม คาร์บอน ออกซิเจน และไนโตรเจน ธาตุต่างๆเหล่านี้ที่เติมเข้าไป ทำให้ไทเทเนียมสามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิสูง เนื่องจากเฟสอัลฟาที่มีความเสถียร จึงไม่สามารถเปลี่ยนเป็นเฟสเบตาได้

2. ธาตุที่เติมเข้าไปแล้วทำให้เบตามีความเสถียร ได้แก่ วาเนเดียม โมลิบดีนัม โครเมียม ไนโอเบียม และเทลลูเรียม ธาตุต่างๆเหล่านี้ที่เติมเข้าไป ส่งผลดีต่อโลหะไทเทเนียมคือ ลดอุณหภูมิของการเปลี่ยนเฟสอัลฟาไปเป็นเบตา นั่นคือ ทำให้เบตาเสถียรยิ่งขึ้นที่อุณหภูมิต่ำลง

โลหะไทเทเนียมสามารถแบ่งออกเป็น 4 ประเภท ดังนี้ คือ

1. ไทเทเนียมชนิดอัลฟา เป็นโลหะผสมระหว่างโลหะไทเทเนียมกับธาตุต่างๆ ดังได้กล่าวแล้วข้างต้น ทำให้เฟสอัลฟาเสถียรขึ้น สมบัติของไทเทเนียมผสมประเภทนี้ คือ มีกำลังวัสดุสูง มีความต้านทานต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน

2. ไทเทเนียมชนิดเข้าใกล้ชนิดอัลฟา ไทเทเนียมชนิดนี้จะมีปริมาณของอัลฟามากกว่าเบตา

3. ไทเทเนียมชนิดผสมอัลฟากับเบตา เป็นโลหะผสมระหว่างโลหะไทเทเนียมกับธาตุต่างๆ ทั้งสองชนิดดังกล่าวแล้ว ซึ่งจะทำให้โครงสร้างของโลหะผสมดังกล่าวประกอบด้วยอัลฟาและเบตาในเวลาเดียวกัน ดังนั้น สมบัติของโลหะผสมนี้จึงประกอบด้วยลักษณะของทั้งสองชนิดรวมกันขึ้นกับส่วนผสมของปริมาณของอัลฟาและเบตาที่มีอยู่

4. ไทเทเนียมชนิดเบตา เป็นโลหะผสมระหว่างโลหะไทเทเนียมกับธาตุต่างๆ ทำให้เฟสเบตาเสถียรขึ้น สมบัติไทเทเนียมผสมประเภทนี้ คือ มีกำลังวัสดุสูงที่อุณหภูมิกปกติและอุณหภูมิสูงปานกลาง และจะลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ทำปฏิกิริยากับ O_2 ได้ง่าย การขึ้นรูปดี มีความเหนียวสูงในสภาพที่ไม่ได้ทำการอบชุบความร้อน

ตารางที่ 2.3 สมบัติเชิงกลของโลหะไทเทเนียม โลหะผสมไทเทเนียม และกระดูกของมนุษย์

Alloy designation	Microstructure	Elastic modulus E(GPa)	Yield strength, YS (MPa)	Ultimate strength, UTS (MPa)
Cp Ti	α	105	692	785
Ti-6Al-4V	α/β	110	850-900	960-970
Bone	Viscoelastic composite	10-40	-	90-140

งานวิจัยนี้เลือกใช้ โลหะผสมชนิดอัลฟาผสมเบตา (Ti-6Al-4V) เป็นโลหะผสมไทเทเนียมที่ประกอบด้วย อะลูมิเนียม 6% โดยน้ำหนัก กับวานาเดียม 4% โดยน้ำหนัก เป็นโลหะผสมไทเทเนียมที่กำลังได้รับความนิยมมากในงานทางด้านทันตกรรม เนื่องจาก โลหะผสมไทเทเนียมชนิดนี้มีสมบัติที่ทนต่อการกัดกร่อนสูงและมีความเป็นพิษต่อเซลล์ในร่างกายต่ำ เนื่องจากโลหะผสมไทเทเนียมชนิดนี้สามารถเกิดฟิล์มปกป้องบนผิวได้ ซึ่งฟิล์มที่เกิดขึ้นมีความหนาและเกิดอย่างสม่ำเสมอ ส่วนใหญ่จะเป็นฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂) โลหะผสม Ti-6Al-4V (บางที่เรียก Ti-6/4) มีสมบัติเชิงกลที่ดี มีความแข็งแรงสูง ดังแสดงในตารางที่ 2.3 และสามารถเข้ากับเซลล์ในร่างกายได้เป็นอย่างดี จึงเหมาะแก่การนำมาใช้เป็นวัสดุทดแทนในร่างกาย⁽¹⁸⁾ ดังนั้น ในการที่จะนำโลหะผสมไทเทเนียมมาใช้กับร่างกายจะต้องอาศัยทั้งสมบัติเชิงกลจากโลหะผสมไทเทเนียมเอง และอาศัยสมบัติของพื้นผิวโลหะผสมไทเทเนียมด้วย โดยสมบัติพื้นผิวของโลหะผสมไทเทเนียมเป็นส่วนที่สำคัญต่อกระบวนการเหนียวกระดูกต้องอาศัยกระบวนการปรับปรุงผิวเพื่อให้โลหะผสมไทเทเนียมเกิดฟิล์มปกป้องบนผิวของโลหะผสมไทเทเนียม สำหรับวิธีการในการปรับปรุงผิวโลหะผสมไทเทเนียมเพื่อนำมาใช้งานทางด้านทันตกรรมนั้น มีหลากหลายวิธี รายละเอียดต่างๆจะกล่าวในหัวข้อต่อไป

2.3.5. การเกิดฟิล์มออกไซด์บนโลหะผสมไทเทเนียม

จากพื้นฐานของโลหะไทเทเนียมที่มีเลขอะตอมเท่ากับ 22 ดังนั้นลักษณะการจัดเรียงอิเล็กตรอนจึงประกอบด้วย 1s², 2s², 2p⁶, 3s², 3p⁶, 3d², 4s² ซึ่งการที่ไทเทเนียมมีการจัดเรียงอิเล็กตรอนในชั้น 3d และ 4s เป็นแบบ 3d² และ 4s² พบว่าอิเล็กตรอนในชั้น 3d ยังบรรจุไม่เต็ม การจัดเรียงตัวของอิเล็กตรอนในลักษณะนี้เองทำให้ไทเทเนียมไวต่อการเกิดปฏิกิริยา ดังนั้นไทเทเนียมจึงสามารถเกิดฟิล์มออกไซด์ขึ้นได้เองและฟิล์มที่เกิดขึ้นจะติดแน่นที่ผิวมาก ซึ่งความ

หนาและองค์ประกอบของฟิล์มก็แล้วแต่เงื่อนไขของการทำให้เกิดฟิล์ม ฟิล์มเนที่ฟอกไฮโดรเจนที่เกิดขึ้นในน้ำหรืออากาศ มีความหนาประมาณ 4-6 นาโนเมตร มีลักษณะเป็น amorphous คือไม่มีความเป็นผลึก ออกไฮโดรเจนที่เกิดขึ้นบนผิวไทเทเนียม มักจะเป็น TiO_2 เกิดร่วมกับ Ti_2O_3 และ TiO ⁽³⁴⁾ โดย TiO เกิดจากการที่โลหะไทเทเนียมเสียอิเล็กตรอนไป 2 ตัว ทำให้ลักษณะการจัดเรียงอิเล็กตรอนจึงเป็น $1s^2, 2s^2, 2p^6, 3s^2, 3p^6, 3d^2, 4s^0$ (ในชั้น 3d เหลืออิเล็กตรอนอยู่ 2 ตัว ทำให้เกิดการนำไฟฟ้าได้) Ti_2O_3 เกิดจากการที่โลหะไทเทเนียมเสียอิเล็กตรอนไป 3 ตัว ทำให้ลักษณะการจัดเรียงอิเล็กตรอนจึงเป็น $1s^2, 2s^2, 2p^6, 3s^2, 3p^6, 3d^1, 4s^0$ (ในชั้น 3d เหลืออิเล็กตรอนอยู่ 1 ตัว ทำให้เกิดการนำไฟฟ้าได้ แบบสารกึ่งตัวนำ) TiO_2 เกิดจากการที่โลหะไทเทเนียมเสียอิเล็กตรอนไป 4 ตัว ทำให้ลักษณะการจัดเรียงอิเล็กตรอนจึงเป็น $1s^2, 2s^2, 2p^6, 3s^2, 3p^6, 3d^0, 4s^0$ (ในชั้น 3d ไม่เหลืออิเล็กตรอนอยู่เลย ทำให้ไม่เกิดการนำไฟฟ้า จึงเป็นฉนวนไฟฟ้า)

จากลักษณะการจัดเรียงอิเล็กตรอนของไทเทเนียมที่ได้กล่าวมาแล้ว ทำให้ไฮดรอกไซด์ของไทเทเนียมที่เกิดขึ้นมีความน่าสนใจ เนื่องจากเป็นตัวที่มีบทบาทสำคัญในกระบวนการกระตุ้นด้วยแสง ไฮดรอกไซด์ของไทเทเนียมมีสมบัติทางไฟฟ้าที่แตกต่างกัน ขึ้นอยู่กับ oxidation state ซึ่งโดยทั่วไปแล้วไฮดรอกไซด์ของไทเทเนียมจะอยู่ในรูปของ Ti_nO_{2n-1} ($n = 1 - \infty$) ตัวอย่างเช่น ⁽³⁵⁾

TiO_2 ($n = \infty$) ได้รับความนิยมมากในระบบ Ti-O มีสมบัติเป็นฉนวนไฟฟ้า ซึ่งเมื่อดูจากการจัดเรียงอิเล็กตรอน จะพบว่าไม่มีอิเล็กตรอนอยู่ที่ชั้น 3d และ 4s เลย จึงเป็นสาเหตุทำให้ TiO_2 มีความเป็นฉนวน และ TiO_2 นี้สามารถที่จะกลายเป็น สารกึ่งตัวนำชนิด n-type ได้เมื่อระบบ Ti-O เป็น Ti_2O_3 ($n = 2$) จะมีความเสถียรและมีความเป็นเนื้อเดียวกันมากขึ้น มีโครงสร้างแบบ corundum structure สารกึ่งตัวนำ Ti_2O_3 นี้ มี band gap = 0.1 eV ที่อุณหภูมิห้อง เป็น single crystal บนพื้นผิวของ Ti_2O_3 และ Ti_2O_3 สามารถเปลี่ยนโครงสร้างเป็น rock-salt oxide TiO ($n = 1$) ได้ ซึ่งทำให้ไฮดรอกไซด์ที่เกิดขึ้นมีความเป็นโลหะมากขึ้นและเกิดการนำไฟฟ้าได้ แต่ TiO ที่เกิดขึ้นไม่มีความเสถียรเท่า Ti_2O_3 และพบว่าในช่วงการเกิดออกไซด์ที่กว้าง โดย $0.71 \leq n \leq 1.4$ แต่ TiO ไม่มี single crystal ดังนั้นจึงไม่ค่อยมีคนศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างของ TiO มากนัก

TiO มีสมบัติเป็น covalent crystal ทำให้มีจุดหลอมเหลวสูง และมีความแข็งสูง ในขณะเดียวกันก็เกิดพันธะไฮดรอกซิลขึ้นในโครงสร้าง rock-salt structure ของ TiO ได้ ทำให้ TiO เกิดการนำไฟฟ้าได้ จากลักษณะเฉพาะของ TiO ทั้งสองกรณีที่เกิดขึ้นนี้ จึงมีความน่าสนใจในการศึกษาทางทฤษฎีเท่าๆกับการนำไปประยุกต์ใช้งาน

ในงานวิจัยของ Comini, E. และคณะ ⁽³⁶⁾ พบว่า TiO มีความเสถียร จนถึงอุณหภูมิ $950^\circ C$ และอาจจะเปลี่ยนเป็น TiO_2 ถ้าอุณหภูมิมากกว่า $950^\circ C$ และโครงสร้างที่เป็น cubic phase ซึ่งอยู่

ในรูป TiO_x จะมีความเสถียรอยู่ในช่วงกว้าง $0.75 \leq x \leq 1.3$ และอาจจะเกิดช่องว่างขึ้นมากมาย ในโครงสร้าง สมบัติต่างๆที่เกิดขึ้น ไม่ว่าจะเป็นลักษณะทางโครงสร้าง ส่งผลทำให้โครงสร้าง สมบัติทางเคมีและสมบัติทางไฟฟ้ามีมากมาย เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงค่า x ที่เกิดขึ้น บางครั้งมี รายงานว่า TiO มีโครงสร้างเป็นแบบ monoclinic phase และพบว่าที่อุณหภูมิ $600^\circ C$ พบ โครงสร้างที่เป็น cubic phase มากกว่า monoclinic phase

จากงานวิจัยของ Assim, E.M. ⁽³⁷⁾ พบว่า TiO มีความต้านทานไฟฟ้าต่ำ มีการนำฟิล์ม TiO ไปใช้ในงานทางด้าน microelectronic layered structure และงานทางด้าน การดูดซับแสง ของ TiO ในช่วง visible light ด้วย

ในกระบวนการสร้างฟิล์มออกไซด์บนโลหะผสมไทเทเนียม พบว่ากระบวนการเกิดฟิล์ม ออกไซด์จะเริ่มจากการเกิดจากเฟสที่มีความเป็นออกไซด์ต่ำไปจนถึงเฟสที่มีความเป็นออกไซด์สูง ⁽¹⁸⁾ เช่น ในกรณีการเกิดออกไซด์ในอากาศ $Ti + O \rightarrow Ti(O) \rightarrow Ti_6O \rightarrow Ti_3O \rightarrow Ti_2O \rightarrow TiO \rightarrow Ti_2O_3 \rightarrow Ti_3O_5 \rightarrow TiO_2$

จากงานวิจัยของ Franker และ Ruff พบว่า หลังการทำแอนโนไดซ์ ทำให้เกิดฟิล์มปกคลุมที่ ผิวของไทเทเนียม เขาได้ทำการแอนโนไดซ์โลหะผสมไทเทเนียมใน 3.5% NaCl ที่อุณหภูมิ $100^\circ C$ - $200^\circ C$ จากการวิเคราะห์ด้วย TEM พบว่า ออกไซด์จะเริ่มเกิดโดยเริ่มต้นจาก Ti_2O ไปจนถึง TiO_2 (anatase) องค์ประกอบของฟิล์มส่วนใหญ่ จะประกอบด้วย TiO_2 ซึ่งมีโครงสร้าง 3 แบบ คือ รูไทล์ อะนาเทส และบรูกไกต์ และพบว่าฟิล์มอาจจะประกอบด้วย ธาตุอื่นๆที่นอกเหนือจาก Ti และ O หรือธาตุต่างๆเหล่านี้อาจจะอยู่ในโครงสร้าง TiO_2 ดังนั้น จึงเป็นไปได้ว่า ฟิล์มแอนโนไดซ์ที่เกิดขึ้น ไม่จำเป็นต้องเป็น TiO_2 อย่างเดียว แต่อาจจะมีออกไซด์ตัวอื่นๆผสมอยู่ด้วยก็ได้ แล้วแต่เงื่อนไขของการทำแอนโนไดซ์ เช่น ในงานวิจัยของ Sittig และคณะ พบว่าหลังจากที่ได้ทำการปรับปรุงผิว Ti-6Al-7Nb และ Ti-6Al-4V ด้วยวิธีการทางเคมี พบว่า ผิวของฟิล์มออกไซด์เกิดในลักษณะของ ออกไซด์ต่างๆผสมกันอยู่ เช่น TiO_2 , Ti_2O_3 และ TiO ⁽¹⁸⁾

2.4. การปรับปรุงผิวโลหะไทเทเนียมเพื่อใช้งานทางด้านทันตกรรม

โดยทั่วไปแล้วโลหะผสมไทเทเนียมยังไม่มีสมบัติเหนียวเข้ากับกระดูก จะต้องทำการปรับผิวก่อน จึงจะมีสมบัติเหนียวเข้ากับกระดูก^(5, 6) ดังนั้น สิ่งสำคัญในการที่จะทำให้เกิดการเหนียวกับกระดูก ก็คือเป็นสมบัติของพื้นผิว ไม่ใช่สมบัติของโลหะที่นำมาใช้^(2, 17, 18) ซึ่งวิธีการที่จะใช้ในการปรับปรุงผิวมีหลากหลายวิธี⁽³²⁾ แต่วิธีที่งานวิจัยนี้ศึกษาคือวิธีแอโนไดซ์ โดยจะเลือกทำทั้งวิธีการกัลวานอสแตติกและวิธีโพเทนชิโอสแตติก

2.4.1. การปรับปรุงผิวโลหะไทเทเนียมด้วยวิธีแอโนไดซ์

วิธีแอโนไดซ์เป็นทางเลือกหนึ่งในการทำการปรับปรุงผิวโลหะผสมไทเทเนียม เนื่องจากวิธีนี้สามารถเตรียมฟิล์มออกไซด์ให้เกิดบนผิวไทเทเนียมได้ โดยอาศัยกระบวนการทางเคมี และเป็นวิธีที่ทำได้ง่ายและราคาไม่แพงมากนัก ในการที่จะทำได้พื้นผิวที่มีความขรุขระ^(3, 21) สามารถทำการบ่อนค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าหรือความต่างศักย์ไฟฟ้าได้หลายช่วง สามารถใช้ได้กับชิ้นงานที่มีความซับซ้อน เกิดฟิล์มที่ติดแน่น และสามารถทำได้ที่อุณหภูมิห้อง

2.4.1.1. วิธีกัลวานอสแตติก

วิธีกัลวานอสแตติก (galvanostatic method) เป็นเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเคมีไฟฟ้าของเซลล์เคมีไฟฟ้า โดยศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์ไฟฟ้ากับเวลา เป็นวิธีหนึ่งที่ทำให้เกิดฟิล์มไทเทเนียมออกไซด์บนผิวโลหะผสมไทเทเนียม (Ti-6Al-4V) โดยการบ่อนกระแสไฟฟ้าเข้าไป ทำให้ผิวหน้าของโลหะผสมไทเทเนียมกลายเป็นโลหะออกไซด์ แล้วโลหะออกไซด์ที่เกิดจะทำการปกคลุมที่ผิวของโลหะผสมไทเทเนียม ทำให้ไม่เกิดการผุกร่อน⁽³⁸⁾

2.4.1.2. วิธีโพเทนชิโอสแตติก

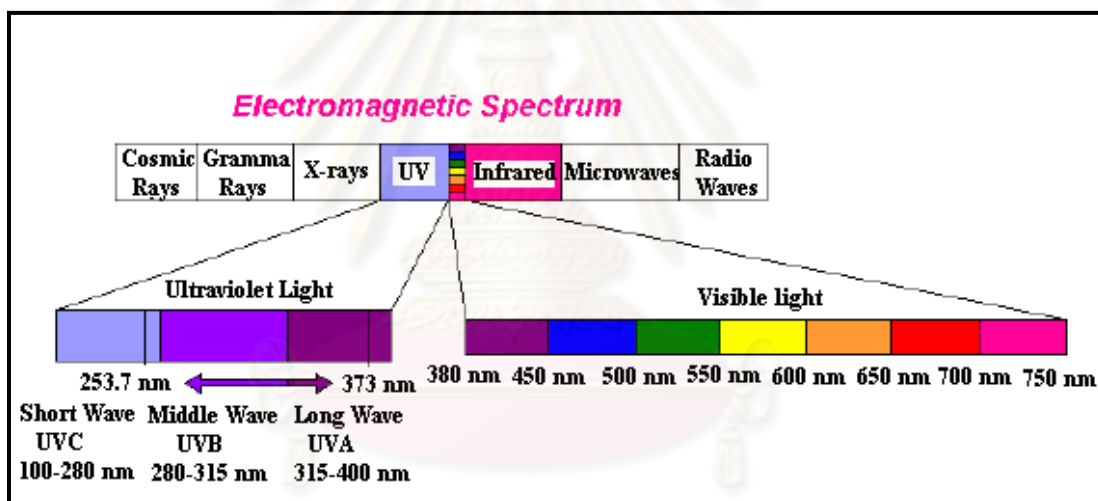
เป็นวิธีที่อาศัยหลักการคือ ศักย์ไฟฟ้าที่เป็นค่าคงที่ค่าเดียวแล้ววัดกระแสไฟฟ้าที่ไหล โดยไม่ต้องบันทึกเส้นกราฟกระแส-ศักย์ไฟฟ้า กระแสไฟฟ้าที่วัดได้จะมีความสัมพันธ์โดยตรงกับเวลา เป็นวิธีที่เกี่ยวข้องกับเทคนิคที่กระแสของเซลล์เคมีไฟฟ้าถูกวัดเมื่อศักย์ไฟฟ้าที่ให้กับเซลล์มีค่าคงที่⁽³⁸⁾

2.5. การเพิ่มสมบัติความชอบน้ำด้วยการกระตุ้นด้วยยูวี

2.5.1. ลักษณะโดยทั่วไปของยูวี

ยูวี นอกจากจะเป็นพลังงานที่สะอาดแล้ว⁽³⁹⁾ ยังเพิ่มสมบัติความชอบน้ำแก่ไทเทเนียมไดออกไซด์และความเข้ากันได้กับเซลล์ได้ด้วย^(15, 40) ซึ่งรายละเอียดเกี่ยวกับรังสียูวีจะกล่าวต่อไป

รังสีอัลตราไวโอเล็ต หรือ รังสียูวี (Ultraviolet) หรือในชื่อภาษาไทยว่า รังสีเหนือม่วง เป็นช่วงหนึ่งของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นสั้นกว่าแสงที่มองเห็น แต่ยาวกว่ารังสีเอกซ์อย่างอ่อน มีความยาวคลื่นในช่วง 400-10 นาโนเมตร⁽⁴¹⁾ โดยช่วงความยาวคลื่นของยูวี แสดงในรูปที่ 2.7 และมีพลังงานในช่วง 3-124 eV และสเปกตรัมแม่เหล็กไฟฟ้าของรังสียูวี สามารถแบ่งย่อยได้หลายช่วง ดังตารางที่ 2.4



รูปที่ 2.7 สเปกตรัมของแสงที่ความยาวคลื่นค่าต่างๆ

ประโยชน์และโทษของรังสีอัลตราไวโอเล็ตนั้นมีมาก⁽⁴¹⁾ ดังจะได้อธิบายคร่าว ๆ ต่อไปนี้

แบล็กไลต์: เป็นหลอดที่เปล่งรังสียูวีคลื่นยาว มีสีม่วงดำ ใช้ตรวจเอกสารสำคัญ เช่น ธนบัตร หนังสือเดินทาง บัตรเครดิต ฯลฯ ว่าเป็นของจริงหรือปลอม หลายประเทศได้ผลิตลายน้ำที่ไม่สามารถมองเห็นได้ในรังสีชนิดนี้ นอกจากนี้ แบล็กไลต์ยังสามารถใช้ส่องแมลงให้มาติดกับเพื่อที่จะกำจัดภายหลังได้

หลอดฟลูออเรสเซนต์: หรือหลอดเรืองแสง ใช้หลักการผลิตรังสีอัลตราไวโอเล็ต โดยการทำให้ไอปรอทแตกตัว รังสีที่ได้จะไปกระทบสารเรืองแสงให้เปล่งแสงออกมา

ดาราศาสตร์ : ในทางดาราศาสตร์ โดยปกติแล้ววัตถุที่ร้อนมากจะเปล่งยูวีออกมา เราจึงสามารถศึกษาวัตถุท้องฟ้าได้โดยผ่านทางยูวี ทว่าต้องไปปฏิบัติในอวกาศ เพราะยูวีส่วนมากถูกโอโซนดูดซับไว้หมด

การวิเคราะห์แร่ : รังสีอัลตราไวโอเล็ตสามารถใช้ตรวจวิเคราะห์แร่ได้ แม้ว่าจะดูเหมือนกันภายใต้แสงที่มองเห็น แต่เมื่อผ่านยูวีแล้วก็จะเห็นความแตกต่างได้

การฆ่าเชื้อโรค : รังสีอัลตราไวโอเล็ตสามารถฆ่าเชื้อโรคได้ โดยเฉพาะในน้ำดื่ม และยังสามารถนำไปฆ่าเชื้อในเครื่องมือ หรืออาหารได้ด้วย

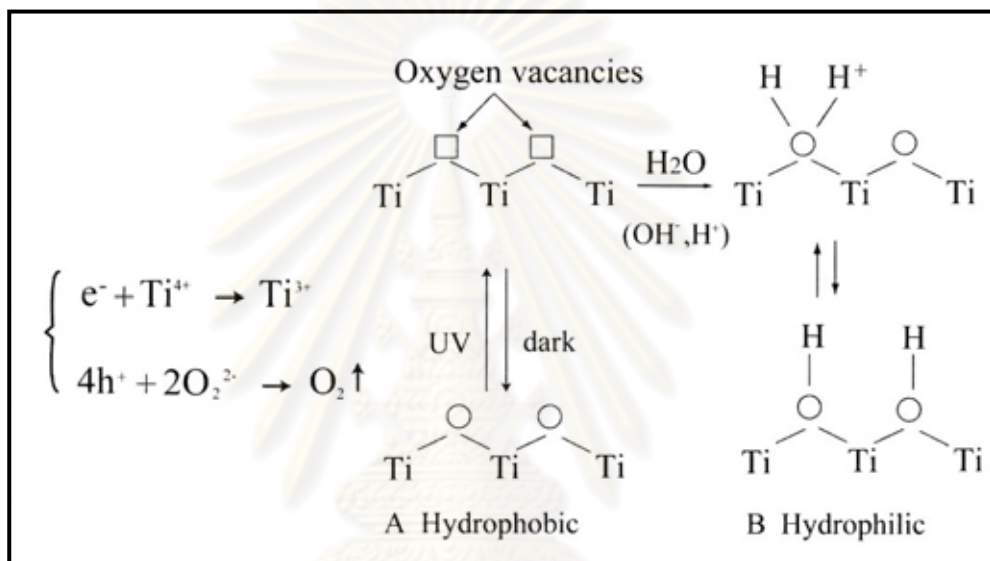
ตารางที่ 2.4 สเปกตรัมแม่เหล็กไฟฟ้าของรังสียูวี

ชื่อ	ตัวย่อ	ช่วงความยาวคลื่น (นาโนเมตร)	พลังงานต่อโฟตอน
อัลตราไวโอเล็ต เอ, คลื่นยาว, หรือ แบล็คไลท์	UVA	400 - 315 nm	3.10 - 3.94 eV
ใกล้	NUV	400 - 300 nm	3.10 - 4.13 eV
อัลตราไวโอเล็ต บี หรือ คลื่นกลาง	UVB	315 - 280 nm	3.94 - 4.43 eV
กลาง	MUV	300 - 200 nm	4.13 - 6.20 eV
อัลตราไวโอเล็ต ซี, คลื่นสั้น	UVC	280 - 100 nm	4.43 - 12.4 eV
ไกล	FUV	200 - 122 nm	6.20 - 10.2 eV
สุญญากาศ	VUV	200 - 10 nm	6.20 - 124 eV
ไกลยิ่ง	EUV	121 - 10 nm	10.2 - 124 eV

แต่อย่างไรก็ตาม การรับรังสีอัลตราไวโอเล็ตมากเกินไปก็ก่อให้เกิดอันตรายกับระบบต่าง ๆ ของร่างกายได้ รังสีอัลตราไวโอเล็ตในช่วง UVC มีพลังงานสูงที่สุด และที่สำคัญคืออันตรายที่สุด แต่พบได้น้อยเพราะบรรยากาศกรองเอาไปหมดแล้ว ทว่าเครื่องมือฆ่าเชื้อในน้ำดื่มอาจปล่อยรังสีช่วงนี้ออกมาก็ได้ รังสีอัลตราไวโอเล็ตทั้งสามชนิดคือ UVA, UVB และ UVC สามารถทำหาคอลลาเจนในผิวหนังเสื่อมสภาพได้ ซึ่งเป็นเหตุหนึ่งให้เกิดริ้วรอยก่อนวัย แต่ UVA มีความรุนแรงน้อยที่สุด เพราะไม่สามารถก่อให้เกิดอาการแดดเผา (sunburn) ทว่ายังน่ากลัวอยู่ที่สามารถแปลง

สภาพ DNA ได้ จนอาจก่อให้เกิดมะเร็งผิวหนัง แต่ร่างกายก็สามารถป้องกันได้ โดยการสร้างเม็ดสีเมลานินขึ้นมา เพื่อป้องกันการทะลุของยูวี จึงทำให้ผิวคล้ำดำมากขึ้น นอกจากผิวหนังแล้ว ยูวียังเป็นอันตรายต่อดวงตา โดยเฉพาะ UVB ทำให้เกิดอาการที่เรียกว่า arc eye คือรู้สึกเหมือนมีทรายเข้าตา หรือถ้ารุนแรงกว่านั้นอาจทำให้เป็นโรคต้อกระจก (cataract) ได้ โดยเฉพาะในหมู่ช่างเชื่อมโลหะ การป้องกันก็คือ สวมใส่แว่นป้องกัน

2.5.2. กลไกความชอบน้ำของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์หลังกระตุ้นด้วยยูวี



รูปที่ 2.8 กลไกความชอบน้ำของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์

รูปที่ 2.8 อธิบายกลไกความชอบน้ำของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ เมื่อฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้รับพลังงานจากยูวี ซึ่งมีค่าพลังงาน (3-124 eV) ที่มากกว่าค่าช่องว่างแถบพลังงานของไทเทเนียมไดออกไซด์ (3.0 eV สำหรับรูไทล์ และ 3.2 eV สำหรับอะนาทาส) ทำให้เกิดคู่อิเล็กตรอน-โฮลขึ้น โดย Ti⁴⁺ จะรับอิเล็กตรอน ทำให้กลายเป็น Ti³⁺ ที่มีความเป็นโลหะมากขึ้น และโฮลจะออกซิไดซ์กลายเป็นออกซิเจนไอออนซึ่งในกระบวนการนี้อะตอมของออกซิเจนจะถูกปล่อยออกไปเกิดเป็นช่องว่างออกซิเจนขึ้นในโครงสร้าง จากนั้นโมเลกุลของน้ำจะเข้ามาแทนที่ช่องว่างออกซิเจน แล้วทำการดูดซับหมู่ไฮดรอกซิล (OH group) และเกิดการชอบน้ำขึ้นที่ผิวของโลหะไทเทเนียม ทำให้ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เกิดความชอบน้ำมากขึ้น และพบว่าหลังการวางทิ้งไว้ในที่มืดด้วยช่วงเวลาหนึ่ง ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์นี้ก็จะสามารถกลับสู่สภาพเดิมได้⁽⁴⁰⁾

2.6. เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

วิธีแอโนไดซ์ เป็นวิธีหนึ่งที่ทำให้เกิดฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์บนโลหะไทเทเนียมสามารถใช้ได้กับชิ้นงานที่มีความซับซ้อน เกิดฟิล์มที่ติดแน่น และสามารถทำได้ที่อุณหภูมิห้อง แต่เนื่องจากฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีลักษณะเป็นผลึกนั้นเกิดได้ยาก ต้องมีการป้องกันกระแสหรือความต่างศักย์ไฟฟ้าที่สูงจึงจะเกิดได้ ดังจะเห็นได้จากงานวิจัยของ Yang, B.C และคณะ⁽⁶⁾ เขาได้ศึกษาการเตรียมโลหะไทเทเนียมให้มีสมบัติไบโอแอคทีฟ โดยวิธีแอโนดิกออกซิเดชัน โดยใช้ไทเทเนียมบริสุทธิ์ ในอิเล็กโทรไลต์ที่เป็นกรดซัลฟิวริก ป้อนค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า 90 155 และ 180 โวลต์ จากภาพถ่าย SEM พบว่าพื้นผิวของไทเทเนียมมีลักษณะเป็นรูพรุนและมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อป้อนค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่สูงขึ้น และจากผลของ TF-XRD พบว่าสามารถทำให้เกิดไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างอะนาเทสและ/หรือ รูไทล์บนผิวของไทเทเนียมและก่อให้เกิดอะพาไทต์ได้ และจากงานวิจัยของ Liang, B และคณะ⁽¹⁾ ได้ศึกษาจุลกายวิภาคของเนื้อเยื่อและสมบัติเชิงกลของการทำพันธะกันระหว่างผิวไทเทเนียมกับกระดูก โดยได้ทดลองกับกระดูก โดยการปรับปรุงผิวไทเทเนียมบริสุทธิ์ด้วยวิธีแอโนดิกออกซิเดชัน ในอิเล็กโทรไลต์ที่เป็นกรดซัลฟิวริก ป้อนค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า 155 โวลต์ จากภาพถ่าย SEM พบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นสามารถทำพันธะกับกระดูกได้ดีมากเมื่อเทียบกับงานวิจัยที่ผ่านมา เขาได้อธิบายไว้ว่า วิธีนี้ทำให้ได้ฟิล์มที่มีลักษณะเป็นรูพรุนบนผิวไทเทเนียม และสามารถทำพันธะกับกระดูกได้โดยตรง เพราะไม่มีเนื้อเยื่อเกิดขึ้นและอะพาไทต์ก็สามารถเข้าไปอยู่ในรูพรุนของฟิล์มที่เกิดขึ้น และจากงานวิจัยของ Narayanan, R. และคณะ⁽³⁾ ได้ศึกษาวิธีแอโนไดซ์ของโลหะผสมไทเทเนียม (Ti-6Al-4V) ในอิเล็กโทรไลต์ที่เป็นกรดฟอสฟอริก โดยทำการป้อนค่ากระแสไฟฟ้า 10 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร พบว่าฟิล์มออกไซด์ที่เกิดขึ้นเป็น Ti_2O_3 เป็นเฟสหลัก ทำให้ทนต่อการกัดกร่อนได้ดี

แต่จากงานวิจัยที่ผ่านมา พบว่าที่ค่ากระแสหรือความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ต่ำๆ ก็สามารถทำให้เกิดฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ โดยฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์จะเกิดร่วมกับฟิล์มออกไซด์ของไทเทเนียมตัวอื่นๆ เช่น TiO และ Ti_2O_3 ดังจะเห็นได้จากงานวิจัยของ Ibrahim, M.A.M. และคณะ⁽²²⁾ ได้ศึกษาพฤติกรรมของไฟฟ้าเคมีและลักษณะเฉพาะของฟิล์มแอโนดิกออกไซด์บนไทเทเนียมบริสุทธิ์ ในอิเล็กโทรไลต์โซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยป้อนค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าในช่วง -1.5 ถึง 2 โวลต์ พบว่าเกิดฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์บนผิว ทำให้ผิวไทเทเนียมทนต่อการกัดกร่อนเมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วย XPS พบว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของ $Ti(2P_{3/2})$ เกิดฟิล์มไทเทเนียมออกไซด์หลายแบบผสมกันอยู่ เช่น TiO_2 (ที่พลังงานยึดเหนี่ยว=459 อิเล็กตรอนโวลต์) Ti_2O_3 (457.5 อิเล็กตรอนโวลต์) และ TiO (455.1 อิเล็กตรอนโวลต์) และเมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วย SEM พบว่าค่า

ความต่างศักย์ไฟฟ้าในช่วง 0.2 ถึง 2.0 โวลต์ ที่ป้อนเข้าไป ลักษณะของฟิล์มที่ได้พบว่าไม่มีความแตกต่างกัน แสดงว่าความต่างศักย์ที่ป้อนเข้าไปไม่มีผลทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของผิวฟิล์มและความหนา

จากงานวิจัยของ Guillemat, F. และคณะ⁽¹⁵⁾ ได้อธิบายเกี่ยวกับการเปลี่ยน Ti^{4+} ไปเป็น Ti^{3+} ของชั้นฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์บนโลหะผสมไทเทเนียม (Ti-6Al-4V) โดยวิธี Low Temperature vacuum annealing เพื่อใช้ในงานทางการแพทย์ เนื่องจากช่องว่าง Ti^{3+} มีผลต่อการดูดซับน้ำบนพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์และหมู่ไฮดรอกซิลที่เกิดก็มีผลต่อความเข้ากันได้กับเซลล์ของไทเทเนียม วิธีนี้พบว่า จำนวนของช่องว่าง Ti^{3+} เพิ่มมากขึ้นถึง 21% Ti^{3+}/Ti^{4+} ที่อุณหภูมิ 573 เคลวิน จำนวนช่องว่าง Ti^{3+} ที่มากขึ้น ก็เหมือนเป็นการเพิ่มพื้นผิวให้มีรูพรุนมากขึ้นซึ่งทำให้มีสมบัติความชอบน้ำที่สูงมากและจะส่งผลให้ไทเทเนียมสามารถทำปฏิกิริยาได้ดีกับเซลล์ต่างๆในร่างกายด้วย

จากงานวิจัยของ Aita, H. และคณะ⁽³⁹⁾ ได้ศึกษาผลของการฉายแสงยูวีลงบนไทเทเนียมบริสุทธิ์ซึ่งมีผลต่อสมบัติการเหนียวนำกระดูก โดยเขาใช้วิธีการกลึงและวิธีการใช้กรดซัลฟิวริกกัดผิวไทเทเนียมแล้วทำการฉายแสงยูวีนาน 48 ชั่วโมง พบว่าแสงยูวีเพิ่มความสามารถในการยึดเกาะกันระหว่างผิวไทเทเนียมกับกระดูก เพราะว่ามีกรดดูดซับโปรตีนเพิ่มมากขึ้นและไม่มีเนื้อเยื่อเกิดขึ้นและนอกจากนั้นการฉายแสงยูวียังเป็นการเร่งการเหนียวนำกระดูกได้เพิ่มขึ้นจากเดิมถึง 4 เท่า เนื่องจากแสงยูวีจะไปกระตุ้นให้ไฮโดรคาร์บอนหลุดออกไปจากผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ ทำให้ผิวของไทเทเนียมมีสมบัติเหนียวนำกับกระดูกได้เร็วและสมบูรณ์มากขึ้น

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการปรับปรุงผิวโลหะผสมไทเทเนียมด้วยวิธีแอนโนไดซ์ที่ค่ากระแสหรือความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำ โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์และกรดฟอสฟอริกเป็นอิเล็กโทรไลต์ เพื่อใช้ในการเตรียมฟิล์มแอนโนไดซ์บนผิวโลหะผสมไทเทเนียม โดยคาดหวังว่า จะได้ฟิล์มแอนโนไดซ์บนโลหะผสมไทเทเนียม ที่มีความชอบน้ำและความขรุขระมากขึ้น เพื่อการนำไปใช้ประโยชน์ในงานทางด้านทันตกรรม หลังจากที่ได้ฟิล์มแอนโนไดซ์บนโลหะผสมไทเทเนียมแล้ว ทำการเพิ่มสมบัติความชอบน้ำให้มากขึ้น โดยทำการฉายแสงยูวีเพื่อกระตุ้นเฟสไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เกิดร่วมอยู่กับ TiO และ Ti_2O_3 ให้เกิดสมบัติความชอบน้ำมากขึ้น ซึ่งก็จะส่งผลทำให้โลหะผสมไทเทเนียมเกิดสมบัติการเหนียวน่ากระดูกได้เพิ่มมากขึ้น

3.1. สารเคมีและวัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง

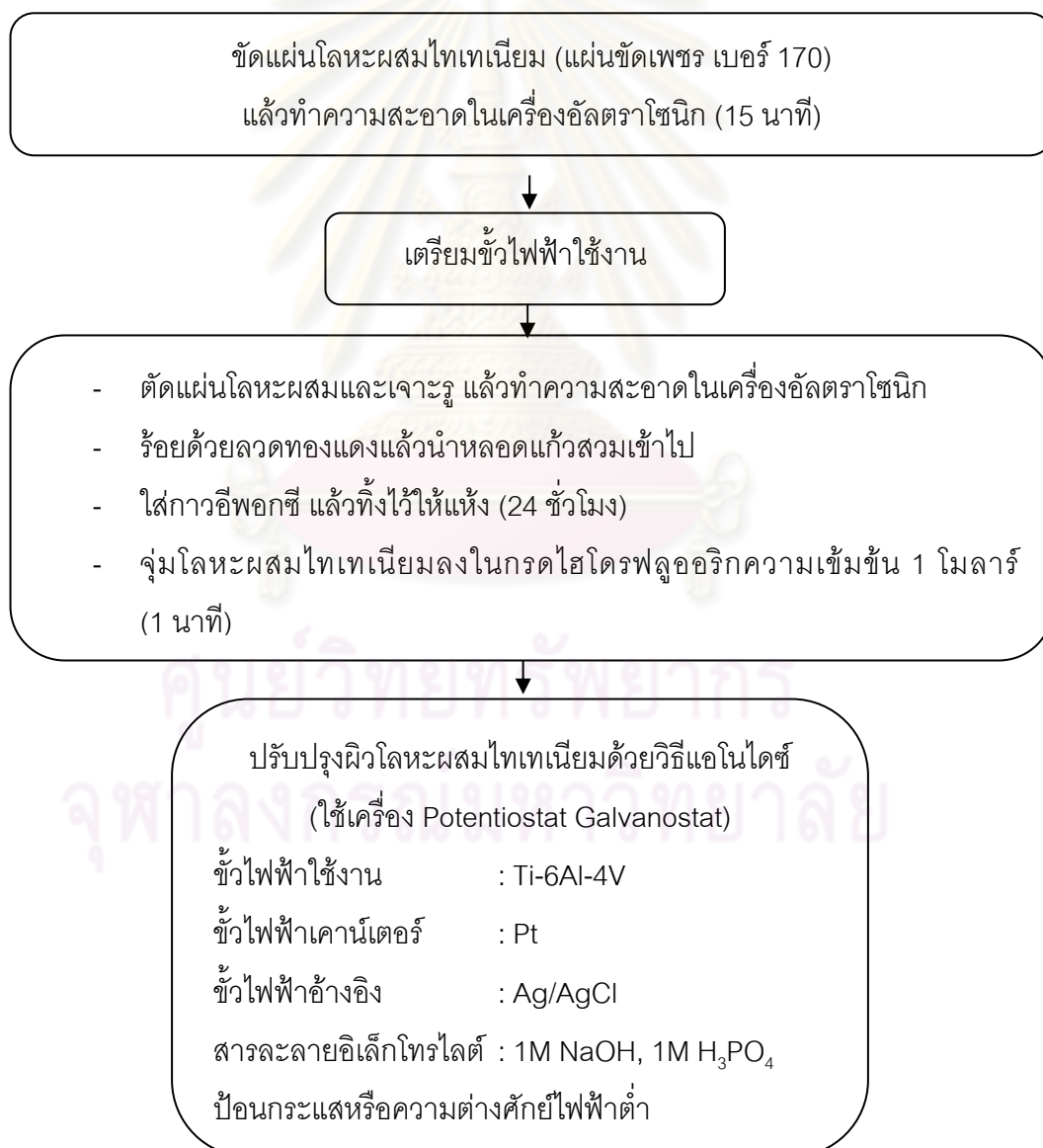
โลหะไทเทเนียมที่งานวิจัยนี้สนใจศึกษาคือ โลหะผสมไทเทเนียม (Ti-6Al-4V) จะทำการปรับปรุงผิวโดยวิธีแอนโนไดซ์ ที่มีการป้อนกระแสไฟฟ้าหรือความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ต่ำ ซึ่งในงานวิจัยนี้สนใจศึกษาการเกิดฟิล์มแอนโนไดซ์ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่เป็นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และสารละลายกรดฟอสฟอริกที่ความเข้มข้น 1 โมลาร์ ซึ่งการใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์เป็นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ จะส่งผลดีในแง่ของอัตราการเกิดฟิล์มจะเกิดได้เร็วกว่าสารอิเล็กโทรไลต์ที่เป็นกรด⁽¹⁸⁾ และส่งผลดีต่อการเหนียวน่ากระดูกด้วย ส่วนการใช้สารละลายกรดฟอสฟอริกเป็นอิเล็กโทรไลต์นั้น จะส่งผลดีในแง่ของการทำให้พื้นผิวมีความขรุขระมากขึ้นมากกว่าการใช้สารละลายเบสเป็นอิเล็กโทรไลต์ เนื่องจากกรดมีความสามารถในการกัดกร่อนได้มากกว่าเบส⁽⁴²⁾ ซึ่งพื้นผิวที่มีความขรุขระที่เพิ่มขึ้นนี้จะทำให้เกิดสมบัติความชอบน้ำให้มากขึ้นได้ โดยก่อนการทำแอนโนไดซ์ทุกครั้งจะกำจัดเนทีฟออกไปโดยการจุ่มโลหะผสมไทเทเนียมลงไปในการดไฮโดรฟลูออริก⁽⁴²⁾ เนื่องจากเนทีฟออกไซด์ที่เกิดขึ้นไม่มีสมบัติเหนียวน่ากระดูก สำหรับสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง ตลอดจนจศึกษาสมบัติความชอบน้ำของฟิล์มแอนโนไดซ์หลังการกระตุ้นด้วยยูวี แสดงรายละเอียด ดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่เกี่ยวข้องในการปรับปรุงผิวโลหะผสมไทเทเนียม

สารเคมี	สูตรเคมี	บริษัท	รหัสอ้างอิง
Sodium Hydroxide	NaOH	Ajax Finechem	1310-73-2
Phosphoric acid	H ₃ PO ₄	Merck	7664-38-2
Hydrofluoric acid	HF	Riedel-de Haen	32057-09-3

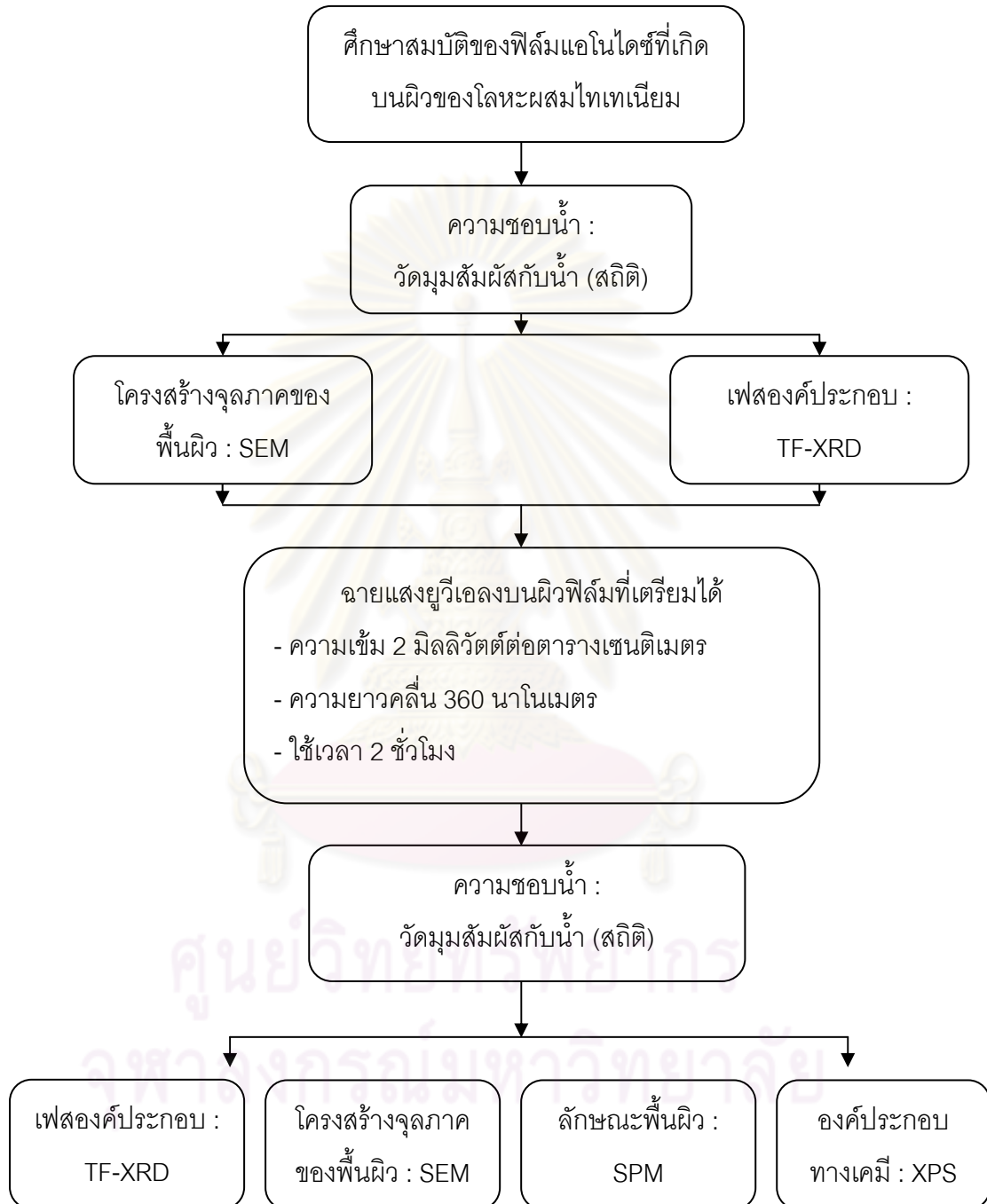
3.2. แผนผังงานวิจัย

3.2.1. การปรับปรุงผิวโลหะผสมไทเทเนียมด้วยวิธีแอนโนไดซ์



รูปที่ 3.1 แผนผังการปรับปรุงผิวโลหะผสมไทเทเนียมด้วยวิธีแอนโนไดซ์

3.2.2. การศึกษาสมบัติความชอบน้ำก่อนและหลังการกระตุ้นด้วยยูวี

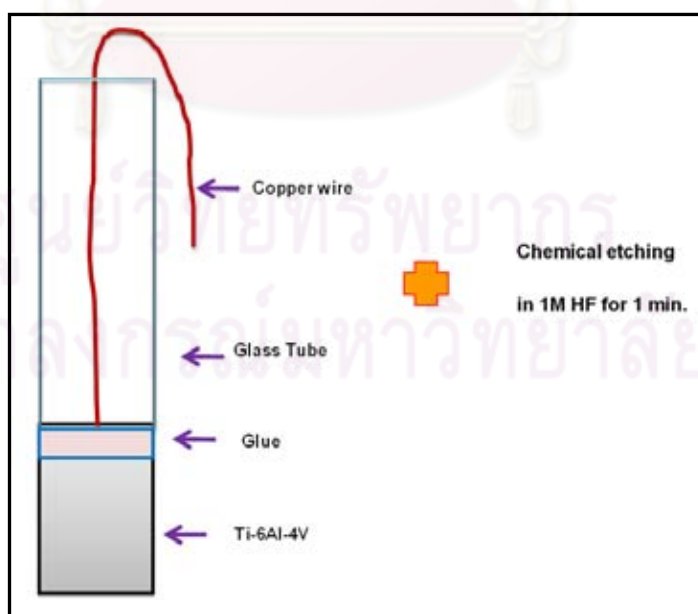


รูปที่ 3.2 แผนผังการเพิ่มสมบัติความชอบน้ำโดยการกระตุ้นด้วยยูวี

3.3. วิธีดำเนินการวิจัย

3.3.1. การเตรียมขั้วไฟฟ้าใช้งาน

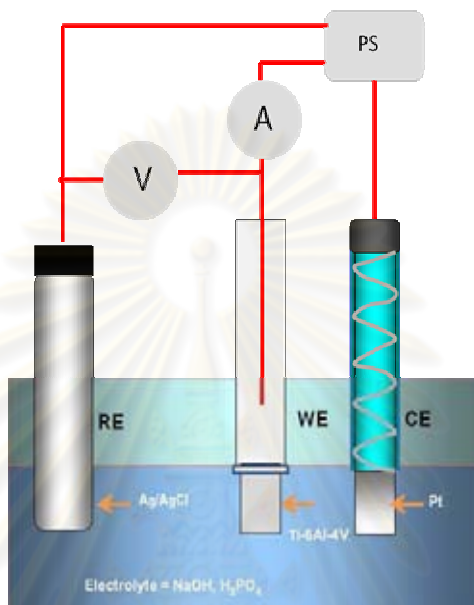
ตัดชิ้นงานโลหะผสมไทเทเนียม Ti-6Al-4V ขนาด $1 \times 8 \times 60 \text{ mm}^3$ แล้วทำการขัดชิ้นงานด้วยเครื่องขัด PHOENIX 4000 โดยใช้แผ่นขัดเพชร (diamond wheel) เบอร์ 170 ขัดจนกระทั่งผิวโลหะผสมไทเทเนียมมีความเรียบสม่ำเสมอทั้งสองด้าน จากนั้นนำชิ้นงานโลหะผสมไทเทเนียมไปทำความสะอาดด้วยเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 15 นาที แล้วทิ้งไว้ให้แห้ง หลังจากที่ได้ชิ้นงานโลหะผสมไทเทเนียมที่มีผิวเหมือนกันทั้งสองด้านแล้ว ขึ้นต่อไปทำการตัดชิ้นงานโลหะผสมไทเทเนียม Ti-6Al-4V ให้มีขนาด $1 \times 8 \times 20 \text{ mm}^3$ และเจาะรู แล้วทำความสะอาดด้วยเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 15 นาที จากนั้นร้อยด้วยลวดทองแดงแล้วนำหลอดแก้วสวมเข้าไปเพื่อปิดการนำไฟฟ้าที่ปลายลวดทองแดง ใส่กาวอีพอกซียึดระหว่างหลอดแก้วกับแผ่นโลหะผสมไทเทเนียมที่ร้อยด้วยลวดทองแดงเพื่อไม่ให้ชิ้นงานเลื่อน แล้วทิ้งไว้ให้กาวอีพอกซีแห้งนาน 24 ชั่วโมง ก่อนการทำแอนโนไดซ์ให้จุ่มโลหะผสมไทเทเนียมลงในกรดไฮโดรฟลูออริก ความเข้มข้น 1 โมลาร์ นาน 1 นาที แล้วทำความสะอาดด้วยเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 15 นาที เพื่อกำจัดฟิล์มเนทีฟออกไซด์ออกไป เนื่องจากไม่มีสมบัติเหนียวนากระดูก ก็จะได้ขั้วไฟฟ้าใช้งานที่พร้อมทำปฏิกิริยา ดังรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 การเตรียมขั้วไฟฟ้าใช้งาน

3.3.2. การปรับปรุงผิวโลหะผสมไทเทเนียมด้วยวิธีแอนโนไดซ์

การปรับปรุงผิวโลหะผสมไทเทเนียมทั้งวิธีกาล์วานอสแตติกและวิธีโพเทนชิโอสแตติก จะอาศัยหลักการทางเคมีไฟฟ้า โดยต่ออุปกรณ์ดังรูปที่ 3.4



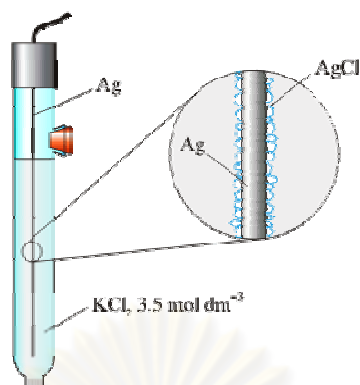
รูปที่ 3.4 แผนภาพแสดงเซลล์ไฟฟ้าเคมีชนิดสามอิเล็กโทรด

RE : Ag/AgCl, WE : Ti-6Al-4V, CE : Pt, PS : potentiostat

รูปที่ 3.4 แสดงอุปกรณ์ในเซลล์ไฟฟ้าเคมี ชนิดสามอิเล็กโทรด ประกอบด้วย เครื่อง potentiostat แผ่นโลหะผสมไทเทเนียม (Ti-6Al-4V) ใช้เป็นขั้วไฟฟ้าใช้งาน แผ่นแพลตินัม (Pt) ที่มีขนาดใกล้เคียงกับแผ่นโลหะผสมไทเทเนียม ใช้เป็นขั้วไฟฟ้าเคาน์เตอร์ และขั้วไฟฟ้าซิลเวอร์-ซิลเวอร์คลอไรด์ ใช้เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิง สารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้มีอยู่ 2 ชนิด คือ ชนิดที่หนึ่งเป็นสารละลายเบส (โซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1 โมลาร์) และชนิดที่สองเป็นสารละลายกรด (กรดฟอสฟอริก ความเข้มข้น 1 โมลาร์)

สำหรับเซลล์ชนิดสามอิเล็กโทรด แต่ละตัวทำหน้าที่แตกต่างกัน ดังนี้⁽³⁸⁾

1. ขั้วไฟฟ้าทำงาน (working electrode) เมื่อให้ศักย์ไฟฟ้าหรือกระแสไฟฟ้ากับขั้วไฟฟ้าทำงานซึ่งจุ่มในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่จะศึกษา ปฏิกิริยารีดอกซ์ที่เกิดขึ้นจะถูกวัดที่ขั้วไฟฟ้านี้
2. ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (reference electrode) ทำหน้าที่ให้ศักย์ไฟฟ้าคงที่ตลอดการทดลอง ขั้วไฟฟ้าที่นิยมใช้ทั่วไป คือ คาโลเมลอิเล็กโทรดชนิดอิ่มตัว (SCE) หรือ ซิลเวอร์-ซิลเวอร์คลอไรด์อิเล็กโทรด (Ag-AgCl)



รูปที่ 3.5 แผนภาพซิลเวอร์ซิลเวอร์คลอไรด์อิเล็กโทรด

ซิลเวอร์-ซิลเวอร์คลอไรด์อิเล็กโทรด (Ag/AgCl) ภายในบรรจุด้วยซิลเวอร์อิเล็กโทรดจุ่มอยู่ในสารละลายอิ่มตัวของซิลเวอร์คลอไรด์ และสารละลายโปแตสเซียมคลอไรด์ ดังรูปที่ 3.5 โดยทั่วไปอิเล็กโทรดชนิดนี้จะเตรียมทั้งชนิดที่ใช้สารละลายโปแตสเซียมคลอไรด์อิ่มตัวและที่ความเข้มข้น 3.5 โมลาร์ หลอดภายในบรรจุด้วยลวดเงินที่เคลือบด้วยชั้นของซิลเวอร์คลอไรด์ และลวดนี้จุ่มอยู่ในสารละลายโปแตสเซียมคลอไรด์ที่อิ่มตัวด้วยซิลเวอร์คลอไรด์

ซิลเวอร์-ซิลเวอร์คลอไรด์อิเล็กโทรดมีข้อได้เปรียบตรงที่สามารถใช้ได้ทีอุณหภูมิสูงกว่า 60 องศาเซลเซียส ขณะที่คาโลเมลอิเล็กโทรดไม่สามารถใช้ได้

3. ขั้วไฟฟ้าเคาน์เตอร์ (counter electrode) เป็นส่วนที่ต่อเพื่อทำให้วงจรไฟฟ้าครบสมบูรณ์ ทำหน้าที่เป็นขั้วไฟฟ้าที่ให้กระแสไฟฟ้าไหลผ่านอย่างอิสระเพื่อลดความต้านทานภายในเซลล์ ขั้วไฟฟ้าเคาน์เตอร์ที่ซับซ้อนเป็นขดลวดแพลตินัม ซึ่งสะดวกในการนำไฟฟ้าจากแหล่งกำเนิดสัญญาณผ่านสารละลายมายังขั้วไฟฟ้า นอกจากนี้ ระบบควบคุมยังทำหน้าที่ปรับกระแสเพื่อให้ศักย์ไฟฟ้าระหว่างขั้วไฟฟ้าทำงานกับขั้วไฟฟ้าอ้างอิงมีค่าเท่ากับศักย์ไฟฟ้าที่มาจากแหล่งกำเนิดศักย์ไฟฟ้า

ระบบของวิธีทางไฟฟ้าเคมี จะประกอบด้วย ขั้วแอโนด ขั้วแคโทด และขั้วไฟฟ้าอ้างอิง ในที่นี้จะใช้แผ่นโลหะผสมไทเทเนียมเป็นขั้วแอโนด และใช้แผ่นแพลตินัมเป็นขั้วแคโทด จุ่มขั้วไฟฟ้าทั้งสามชนิดลงในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่บรรจุอยู่ในบีกเกอร์ จากนั้นทำการเลือกโหมดการทำงานในโปรแกรม GPEs ถ้าเลือกวิธีการวัดวोलแตจ ก็ทำการป้อนกระแสในช่วง 0.5 ถึง 2 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ถ้าเลือกโหมดโพเทนชิโอสแตติก ก็ทำการป้อนความต่างศักย์ไฟฟ้าในช่วง 0.5 ถึง 6 โวลต์ จากนั้นคอมพิวเตอร์ที่ต่ออยู่กับ DC power supply ก็ทำการบันทึกค่ากระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ไฟฟ้าที่เกิดขึ้นระหว่างการปรับปรุงผิว ทุกๆ 0.2 วินาที และแสดง

ออกมาในรูปของความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้ากับเวลา (วิธีโพเทนชิโอสแตติก) หรือในรูปความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์ไฟฟ้ากับเวลา (วิธีกัลวานอสแตติก) โดยลักษณะของกราฟที่ได้จากวิธีกัลวานอสแตติกจะต้องมีลักษณะคือ กราฟช่วงแรกจะมีค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นเมื่อเวลาเพิ่มขึ้น นั่นคือผิวของโลหะไทเทเนียมถูกกัดกร่อนเนื่องจากการเกิดออกซิเดชันในระหว่างการปรับปรุงผิว แต่เมื่อเวลาผ่านไปค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าจะเริ่มคงที่ เนื่องจากโลหะผสมไทเทเนียมสามารถเกิดฟิล์มปกป้องบนพื้นผิวได้ ทำให้ทนต่อการเกิดออกซิเดชันได้ดี ไม่เกิดการกัดกร่อน และสำหรับวิธีโพเทนซิโอสแตติก กราฟที่ได้ต้องมีลักษณะคือ กราฟในช่วงแรก จะมีค่ากระแสไฟฟ้าที่ลดลง เมื่อเวลาเพิ่มขึ้น นั่นคือ ในช่วงนี้โลหะผสมไทเทเนียมเกิดการกัดกร่อน และหลังจากนั้น ค่ากระแสจะลดลงจนมีค่าคงที่ กราฟช่วงที่คงที่นี้ อธิบายได้ว่า เป็นช่วงที่เกิดฟิล์มปกป้องขึ้น ซึ่งจะปกป้องไม่ให้ผิวของโลหะผสมไทเทเนียมเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและไม่เกิดการกัดกร่อน หลังจากที่ได้ปรับปรุงผิวโลหะผสมไทเทเนียมแล้ว นำชิ้นงานที่ผ่านการปรับปรุงผิวมาทำการล้างด้วยน้ำกลั่นและทำให้แห้ง แล้วเก็บไว้ที่อุณหภูมิห้อง ก่อนที่จะนำไปทำการวัดมุมสัมผัสกับน้ำ วิเคราะห์หาโครงสร้างและองค์ประกอบของฟิล์ม และวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม แอนโนไดซ์ที่เกิดขึ้น

3.3.3. การเพิ่มสมบัติความชอบน้ำด้วยการฉายแสงยูวี

หลังจากผ่านกระบวนการปรับปรุงผิวดังกล่าวมาแล้ว ขั้นตอนต่อไปจะเป็นการนำฟิล์มแอนโนไดซ์ที่เกิดขึ้นไปทำการฉายยูวี เพื่อศึกษาผลของยูวีว่ามีผลต่อสมบัติความชอบน้ำหรือไม่ โดยใช้หลอดยูวีเอ บริษัท NEC ความเข้มแสงยูวีเอเท่ากับ 2 มิลลิวัตต์ต่อตารางเซนติเมตร ความยาวคลื่น 360 นาโนเมตร รายละเอียดแสดงในภาคผนวก ข ใช้เวลาในการฉายยูวีนาน 2 ชั่วโมง โดยจะทำการฉายยูวีครั้งละ 1 ชั่วโมง แล้วนำชิ้นงานไปทำการวัดมุมสัมผัสกับน้ำ

3.3.4. การวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มแอนโนไดซ์ก่อนและหลังการฉายแสงยูวี

3.3.4.1. การศึกษาสมบัติความชอบน้ำ

การวัดสมบัติความชอบน้ำของฟิล์มแอนโนไดซ์ จะทำการวัดโดยใช้เครื่อง contact angle meter (goniometer) รุ่น CAM-PLUS Tanteq โดยวิธีการทดสอบมุมสัมผัส จะใช้วิธีที่เรียกว่า sessile drop โดยหยดของเหลวจะถูกหยดออกจากหลอดฉีดขนาดเล็ก ลงบนพื้นผิวของวัสดุที่ต้องการทดสอบ โดยการนำเอาพื้นผิวขึ้นไปสัมผัสกับหยดของเหลวที่แขวนอยู่ปลายหลอดฉีดยา เพื่อให้ได้ของเหลวเพียงหยดเดียวที่สัมผัสกับผิววัสดุ จากนั้นแสงจะถูกส่องผ่านด้านหน้าของ

ของเหลวและภาพของหยดของเหลวจะตกลงบนฉากรับภาพซึ่งอยู่ด้านหลังของหยดของเหลว มุมสัมผัสจะถูกรวัดโดยใช้ฉากวัดมุมที่อยู่ติดกับฉากรับภาพ โดยการวัดบนผิววัสดุ จะวัดหลังจาก หยดของเหลวลงบนพื้นผิวไปแล้ว 20 วินาที แต่ถ้าหยดของเหลวจมภายใน 20 วินาที ถือว่าพื้นผิวนั้นไม่สามารถวัดมุมสัมผัสได้ จากนั้นทำการวัดหามุมสัมผัสโดยใช้โปรเทคเตอร์

โดยการวัดมุมสัมผัสของน้ำแต่ละครั้ง จะทำการทดสอบเงื่อนไขละ 5 ตัวอย่าง และวัดมุมสัมผัสของน้ำอย่างน้อย 5 ค่า ในแต่ละ 1 ตัวอย่าง จากบริเวณที่แตกต่างกันบนผิวฟิล์มแอโนไดซ์ จากนั้นนำมาหาค่าเฉลี่ย ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานและค่าความแปรปรวนทางสถิติ สำหรับผลการวัดมุมสัมผัสกับน้ำ แสดงไว้ในภาคผนวก ค

3.3.4.2. การวิเคราะห์ความแปรปรวนทางสถิติ

วิเคราะห์ความแปรปรวนทางสถิติของค่ามุมสัมผัสกับน้ำก่อนและหลังการฉายยูวี โดยได้มีการเตรียมขึ้นตัวอย่าง เงื่อนไขละ 5 ขึ้น และมีการวัดมุมสัมผัสกับน้ำขึ้นตัวอย่างละ 5 ค่า ผลการทดลองที่ได้แสดงไว้ในภาคผนวก ค หลังจากนั้น ทำการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางสถิติโดยใช้โปรแกรม SPSS เวอร์ชัน 13 วิเคราะห์โดยใช้โหมด one-way ANOVA โดยใช้ Bonferroni post hoc test สำหรับการเปรียบเทียบที่เงื่อนไขต่างๆ โดยกำหนดค่า $p < 0.05$ เป็นค่าที่ถือว่ามีความแตกต่างทางสถิติ แต่ถ้า $p > 0.05$ ถือว่าไม่มีความแตกต่างกันทางสถิติ สำหรับผลการทดลองที่ได้แสดงไว้ในภาคผนวก ง

3.3.4.3. ศึกษาโครงสร้างและเฟสองค์ประกอบของฟิล์ม

การวิเคราะห์หาโครงสร้างและเฟสองค์ประกอบของฟิล์มแอโนไดซ์ จะทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ โดยทำการวัดด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer (D8-Advance, Bruker AXS Model D8 Discover) และตัวแปรที่ใช้แสดงดังตารางที่ 3.2

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.2 ตัวแปรการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

Target	Cu
Voltage	40 kV
Current	40 mA
Angle	20-80 degree
Increment	0.02 degree/step
Scan speed	0.3 sec/step
Detector	VANTEC-1 Detector (Super Speed Detector)

3.3.4.4. ศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาคของฟิล์ม

การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มแอนโนไดซ์ก่อนและหลังการทำแอนโนไดซ์ อาศัยเทคนิคการส่องกราดของอิเล็กตรอน โดยทำการวัดด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (JSM-6480LV, JEOL, Japan) สำหรับการตรวจลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาค จะนำชิ้นงานที่ผ่านการทำแอนโนไดซ์แล้วมาติดกับแท่นรองที่มีเทปคาร์บอนติดอยู่ แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วย SEM โดยใช้ศักย์ไฟฟ้าสูง 15 kV และถ่ายภาพที่กำลังขยาย 3,000 เท่า

3.3.4.5. ศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์มแอนโนไดซ์ด้วยเครื่อง SPM

ศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์มแอนโนไดซ์ด้วยเครื่อง Scanning Probe Microscope (SPM) ยี่ห้อ Veeco รุ่น IV ซึ่งเครื่องนี้เหมาะกับการศึกษาลักษณะพื้นผิวดตัวอย่าง ที่มีความเรียบมาก ระดับความขรุขระไม่เกิน 2-3 ไมครอน วิธีการคือใช้โพรบวัดสแกนไปบนพื้นผิวดตัวอย่าง โดยจะมีแสงเลเซอร์ที่ตกกระทบกับฉากของโพรบวัดแล้วสะท้อนเข้าสู่ detector ซึ่งจะแปรผลแสดงเป็นภาพพื้นผิวตามการเปลี่ยนแปลงระดับของโพรบวัดที่เคลื่อนที่ผ่านพื้นผิว

โดยนำชิ้นตัวอย่างที่มีค่ามุมสัมผัสก่อนและหลังฉายยูวีที่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญมาวิเคราะห์ surface morphology ด้วยเทคนิค SPM เพื่อดูลักษณะของฟิล์มที่เกิดขึ้นภายหลังการแอนโนไดซ์ โดยตัวแปรที่ใช้ในการวิเคราะห์ แสดงดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 ตัวแปรการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิว ด้วยเทคนิค SPM

mode	Tapping mode (กึ่งสัมผัส)
probe	Si probe
Scan size	5 μm^2

3.3.4.6. ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มแอนโนไดซ์ด้วยเครื่อง XPS

ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มแอนโนไดซ์ด้วยเครื่อง X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) โดยตัวแปรที่ใช้ในการวิเคราะห์ แสดงดังตารางที่ 3.4 โดยเลือกชิ้นตัวอย่างที่มีค่ามุมสัมผัสก่อนและหลังฉายยูวีที่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญมาวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี ด้วยเทคนิค XPS

ตารางที่ 3.4 ตัวแปรการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มแอนโนไดซ์ ด้วยเทคนิค XPS

radiation	Mg $K\alpha$
source	6kV และ 30 mA จาก magnesium
Take-off angle	45 ⁰
Binding energy of C (1s) peak	284.6 eV

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 4

ผลการวิจัยและการวิเคราะห์ผล

ในงานวิจัยนี้ ได้ทำการปรับปรุงผิวโลหะผสมไทเทเนียม (Ti-6Al-4V) และศึกษาสมบัติความชอบน้ำของฟิล์มแอโนไดซ์ที่เกิดขึ้นบนโลหะผสมไทเทเนียมที่มีการกระตุ้นด้วยยูวี โดยฟิล์มแอโนไดซ์นี้เตรียมได้จาก 2 วิธีโดยวิธีแรกเตรียมได้จากวิธีกัลวานอสแตติก โดยได้ทำการปรับค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ต่ำ ในช่วง 0.5-2 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตรและวิธีที่สอง เตรียมได้จากวิธีโพเทนชิโอสแตติก โดยทำการปรับค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำในช่วง 0.5-6 โวลต์ ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ 2 ชนิดคือ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และกรดฟอสฟอริก จากนั้นจึงทำการศึกษาสมบัติความชอบน้ำของฟิล์มแอโนไดซ์ที่เกิดขึ้นก่อนและหลังการกระตุ้นด้วยยูวี โดยการวัดมุมสัมผัสกับน้ำ พร้อมทั้งได้ทำการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางสถิติด้วยเทคนิค one way ANOVA เพื่อให้ผลการทดลองที่ได้มีความน่าเชื่อถือมากขึ้น ซึ่งจะกล่าวถึงรายละเอียดของผลการวิจัยและการวิเคราะห์ผลการวิจัยในหัวข้อต่อไป

4.1. ฟิล์มแอโนไดซ์ที่เตรียมจากวิธีกัลวานอสแตติก

4.1.1. การเกิดฟิล์มแอโนไดซ์บนโลหะผสมไทเทเนียมที่เตรียมโดยวิธีกัลวานอสแตติก

ในธรรมชาติโดยส่วนใหญ่แล้ว โลหะจะอยู่ในรูปของสารประกอบออกไซด์ เนื่องจากสารประกอบออกไซด์ของโลหะเหล่านี้จะมีพลังงานที่ต่ำกว่า (เสถียรกว่า) ในกรณีที่อยู่ในสภาพของโลหะ ดังนั้น โลหะจึงมักมีแนวโน้มที่จะทำปฏิกิริยาทางเคมีเพื่อเปลี่ยนรูปไปเป็นสารประกอบที่เสถียรกว่า⁽⁴³⁾ และจากพื้นฐานของโลหะไทเทเนียมที่มีเลขอะตอมเท่ากับ 22 การจัดเรียงอิเล็กตรอน จึงประกอบด้วย $1s^2, 2s^2, 2p^6, 3s^2, 3p^6, 3d^2, 4s^2$ ซึ่งการที่ไทเทเนียมมีการจัดเรียงอิเล็กตรอนในชั้น $3d$ และ $4s$ เป็นแบบ $3d^2$ และ $4s^2$ พบว่าอิเล็กตรอนในชั้น $3d$ ยังบรรจุไม่เต็ม ทำให้โลหะไทเทเนียมมีอิเล็กตรอนอิสระอยู่ ดังนั้นโลหะไทเทเนียมจึงไวต่อการเกิดปฏิกิริยาและทำปฏิกิริยาได้ง่ายกับอากาศ และเมื่อมีการสัมผัสกับสารเคมีหรืออยู่ในสภาวะแวดล้อมที่ไม่เหมาะสม เช่น วางทิ้งไว้ ถูกตัด หรือถูกขีดผิว โลหะไทเทเนียมเหล่านี้จะเกิดฟิล์มบางๆ ขึ้นที่ผิว ซึ่งฟิล์มที่เกิดขึ้นมีความหนาประมาณ 2-7 นาโนเมตรและฟิล์มที่เกิดขึ้นจะติดแน่นที่ผิวมาก^(18, 34) แต่เนื่องจากฟิล์มที่เกิดขึ้นนี้ยังไม่มีสมบัติเหนียวเข้ากับกระดูก จึงต้องทำการกำจัดออกไปก่อน เพื่อกำจัดเนทีฟออกไซด์ออกไปก่อนการทำแอโนไดซ์ โดยนำโลหะผสมไทเทเนียมแช่ใน

กรดไฮโดรฟลูออริก ความเข้มข้น 1 โมลาร์ เป็นเวลา 1 นาที หลังจากนั้นจึงนำชิ้นงานโลหะผสมไทเทเนียมไปทำการแอนโนไดซ์ต่อไป หลังจากการทำแอนโนไดซ์แล้วจะเกิดการสร้างฟิล์มออกไซด์ขึ้นมาเพื่อปกป้องผิวโลหะผสมไทเทเนียมไม่ให้ถูกทำลาย ในกระบวนการสร้างฟิล์มแอนโนไดซ์หรือฟิล์มปกป้องบนผิวโลหะผสมไทเทเนียมที่เตรียมจากวิธีกัลวานอสแตติกที่มีการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และกรดฟอสฟอริกเป็นอิเล็กโทรไลต์นั้น พบว่า กระบวนการสร้างฟิล์มแอนโนไดซ์ ประกอบด้วย 2 กระบวนการด้วยกัน คือ กระบวนการแรกเป็นช่วงที่พื้นผิวของโลหะผสมไทเทเนียมมีการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ซึ่งส่งผลทำให้ผิวโลหะผสมไทเทเนียมเกิดการกัดกร่อน หลังจากนั้นจึงจะเริ่มเข้าสู่กระบวนการที่สอง ซึ่งเป็นกระบวนการที่เริ่มสร้างฟิล์มออกไซด์ปกคลุมที่ผิวของโลหะผสมไทเทเนียม ซึ่งฟิล์มที่เกิดขึ้นนี้จะทำหน้าที่เหมือนเป็นเกราะป้องกันไม่ให้โลหะผสมไทเทเนียมเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ดังนั้น ถ้าโลหะไทเทเนียมไม่เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ผิวของโลหะผสมไทเทเนียมจึงไม่ถูกกัดกร่อน ซึ่งผลที่ได้นี้ก็สอดคล้องกับงานวิจัยของ Ibrahim, M.A.M. และคณะ⁽²²⁾

สำหรับค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ทำให้เกิดฟิล์มแอนโนไดซ์ขึ้นได้ จากวิธีกัลวานอสแตติก ที่มีการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และกรดฟอสฟอริกเป็นอิเล็กโทรไลต์นั้น สามารถสรุปได้ดังตารางที่ 4.1 โดยในงานวิจัยนี้ได้ทำการป้อนค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในช่วง 0.5 ถึง 2 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในโซเดียมไฮดรอกไซด์และกรดฟอสฟอริก โดยค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ป้อนเข้าไปและระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาจะแตกต่างกัน เนื่องจาก เมื่อพิจารณาจากกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์ไฟฟ้ากับเวลาแล้ว จะเลือกช่วงเวลาที่สั้นที่สุด ที่ทำให้ปฏิกิริยาเกิดอย่างคงที่นั้น พบว่าในแต่ละเงื่อนไขใช้เวลาไม่เท่ากัน

จากผลที่ได้ตามตารางที่ 4.1 พบว่าค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในช่วง 0.5-2 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตรนี้ สามารถเกิดฟิล์มปกคลุมที่ผิวของโลหะผสมไทเทเนียมได้ นอกจากนี้ยังพบว่า การใช้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่สูงขึ้น มีแนวโน้มที่จะทำให้อัตราการเกิดฟิล์มสามารถเกิดได้เร็วขึ้น นั่นคือ ระยะเวลาในการในการเกิดฟิล์มจะสั้นลง

ตารางที่ 4.1 ภาวะของค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่เลือกใช้เพื่อให้เกิดฟิล์มแอโนไดซ์
ในอิเล็กโทรไลต์ทั้งสองชนิด

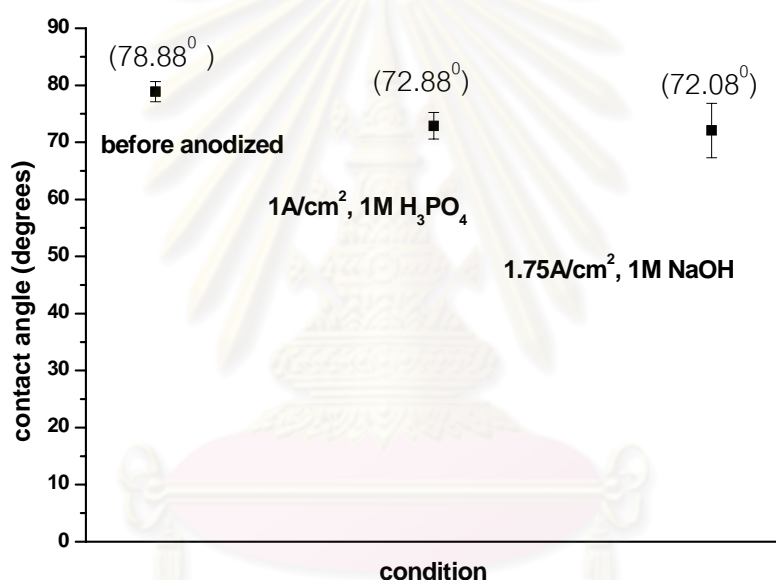
เงื่อนไขการทำแอโนไดซ์		เวลาในการทำปฏิกิริยา (นาที)*
อิเล็กโทรไลต์ที่ใช้	ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร)	
สารละลายไฮเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)	0.5	30
	1	25
	1.5	20
	1.75	20
	2	20
กรดฟอสฟอริก (H ₃ PO ₄)	0.5	15
	1	20
	1.5	20
	1.75	20
	2	15

* เวลาในการทำปฏิกิริยาไม่เท่ากัน เนื่องจาก พิจารณาจากกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์ไฟฟ้ากับเวลา แล้วเลือกช่วงเวลาที่สั้นที่สุด ที่ทำให้ปฏิกิริยาเกิดอย่างคงที่

หลังจากที่โลหะผสมไทเทเนียมผ่านการปรับปรุงผิวโดยวิธีกัลวานอสแตติก ที่ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่ำ โดยเลือกป้อนค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในช่วง 0.5-2 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร จากนั้น จึงนำชิ้นงานเหล่านี้ไปทำการวัดมุมสัมผัสกับน้ำ พบว่า ทุกเงื่อนไขให้ค่ามุมสัมผัสกับน้ำลดลงเมื่อเทียบกับชิ้นงานโลหะผสมไทเทเนียมก่อนการทำแอโนไดซ์ ในกลุ่มที่ใช้สารละลายไฮเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1 โมลาร์ เป็นอิเล็กโทรไลต์ พบว่า ชิ้นงานที่ผ่านการทำแอโนไดซ์ที่ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1.75 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร มีค่ามุมสัมผัสกับน้ำน้อยที่สุด แสดงว่าชิ้นงานนี้แสดงความชอบน้ำมากที่สุด ส่วนในกลุ่มที่ใช้กรดฟอสฟอริก ความเข้มข้น 1 โมลาร์เป็นอิเล็กโทรไลต์ พบว่า ชิ้นงานที่ผ่านการทำแอโนไดซ์ที่ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร มีค่ามุมสัมผัสกับน้ำน้อยที่สุด แสดงว่าชิ้นงานนี้แสดงความชอบน้ำมากที่สุด ดังนั้น จะเห็นได้ว่า ฟิล์มแอโนไดซ์ที่เตรียมได้จากวิธีกัลวานอสแตติกสามารถเกิดความชอบน้ำบนผิวของโลหะผสมไทเทเนียมได้

4.1.2. สมบัติความชอบน้ำของฟิล์มแอนโนไดซ์และการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางสถิติ ก่อนการฉายยูวี

หลังจากการเลือกเงื่อนไขที่ดีที่สุดในการอิเล็กโทรไลต์แต่ละกลุ่มแล้ว ได้ทำการทดลองซ้ำโดยเลือกจากเงื่อนไขที่แสดงค่ามุมสัมผัสต่ำที่สุดในแต่ละกลุ่มอิเล็กโทรไลต์ โดยในกลุ่มที่ใช้กรดฟอสฟอริกเป็นอิเล็กโทรไลต์จะเลือกเงื่อนไขที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเท่ากับ 1 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร และในกรณีที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นอิเล็กโทรไลต์ เลือกเงื่อนไขที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1.75 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร มาทำการทดลองซ้ำเงื่อนไขละ 5 ซ้ำ ตัวอย่าง และทำการวัดมุมสัมผัสกับน้ำ 5 ครั้งในแต่ละซ้ำ ผลการวัดมุมสัมผัสกับน้ำแสดงได้ดังรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 ค่ามุมสัมผัสกับน้ำของฟิล์มแอนโนไดซ์

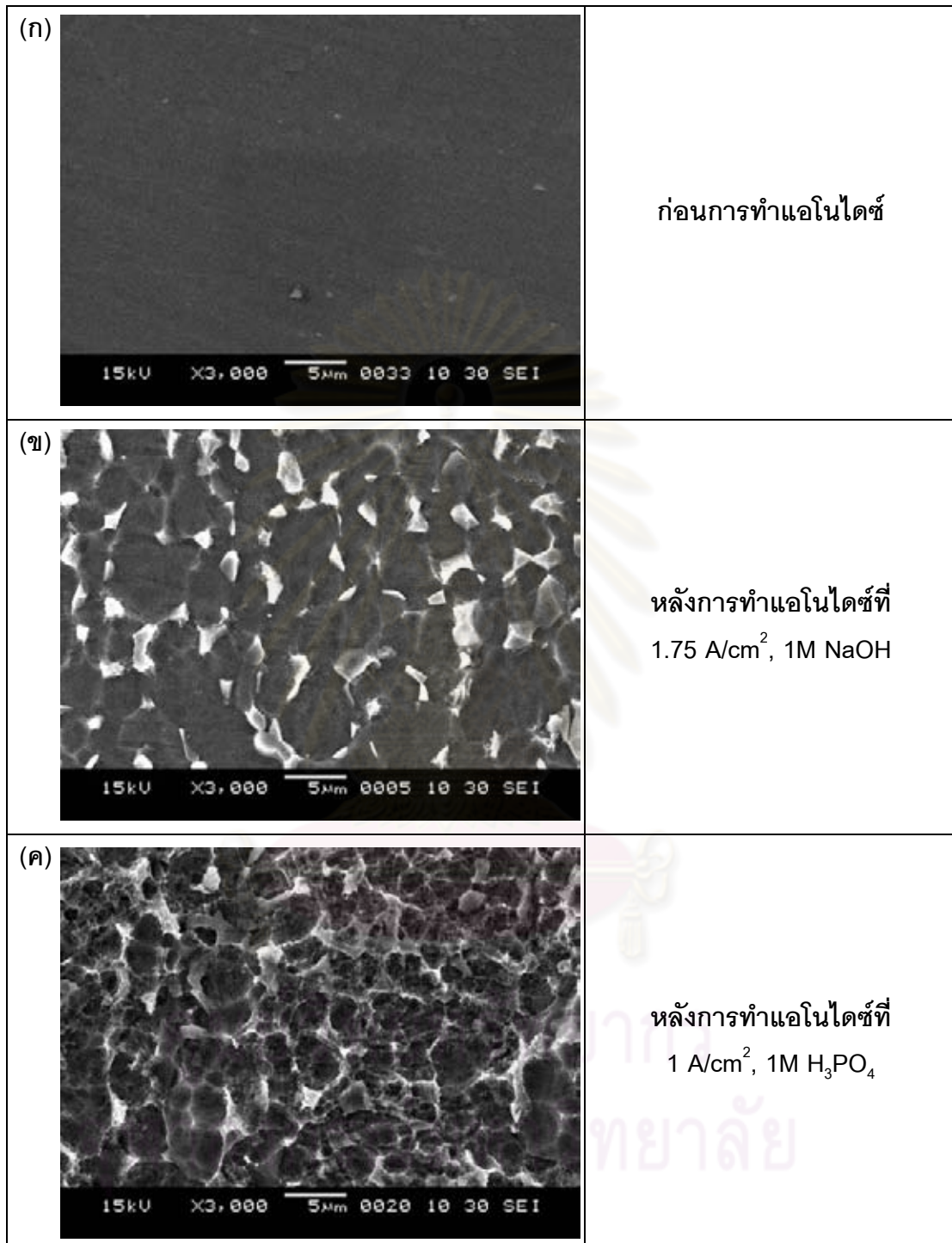
จากรูปที่ 4.1 พบว่า ค่ามุมสัมผัสกับน้ำก่อนทำแอนโนไดซ์มีค่าเฉลี่ยเท่ากับ 78.88° หลังการทำแอนโนไดซ์ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในกรดฟอสฟอริก ค่ามุมสัมผัสกับน้ำเท่ากับ 72.88° และหลังการทำแอนโนไดซ์ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1.75 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในโซเดียมไฮดรอกไซด์ ค่ามุมสัมผัสกับน้ำเท่ากับ 72.08° ดังนั้นจะเห็นว่า หลังการทำแอนโนไดซ์แล้ว ค่ามุมสัมผัสกับน้ำของทั้งกรณีที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในกรดฟอสฟอริกและกรณีที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1.75 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นอิเล็กโทรไลต์ ค่ามุมสัมผัสกับน้ำมีค่าลดลง เมื่อเปรียบเทียบกับก่อนทำแอนโนไดซ์

และเมื่อนำมาทำการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางสถิติ ดังแสดงในภาคผนวก ง โดยกำหนดว่า ถ้าค่า p-value มีค่าน้อยกว่า 0.05 แสดงว่ามีความแตกต่างกันทางสถิติ แต่ถ้าค่า p-value มีค่ามากกว่า 0.05 แสดงว่าไม่มีความแตกต่างกันทางสถิติ จากผลการทดลอง พบว่า ค่ามุมสัมผัสกับน้ำ ในกรณีที่ป้อนความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในกรดฟอสฟอริก เมื่อเทียบกับก่อนการทำแอนโนไดซ์ ค่า p-value มีค่าเท่ากับ 0.038 ซึ่งจะเห็นว่า ในกรณีนี้ค่า p-value มีค่าน้อยกว่า 0.05 แสดงว่า ค่ามุมสัมผัสกับน้ำก่อนและหลังการทำแอนโนไดซ์มีความแตกต่างกันทางสถิติ แสดงให้เห็นว่า กรณีนี้ขึ้นงานเกิดความชอบน้ำมากขึ้นหลังจากการทำแอนโนไดซ์ และค่ามุมสัมผัสกับน้ำ ในกรณีที่ป้อนความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1.75 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในโซเดียมไฮดรอกไซด์ เมื่อเทียบกับก่อนทำแอนโนไดซ์ ค่า p-value มีค่าเท่ากับ 0.018 ซึ่งจะเห็นว่า ในกรณีนี้ค่า p-value มีค่าน้อยกว่า 0.05 แสดงว่า ค่ามุมสัมผัสกับน้ำก่อนและหลังการทำแอนโนไดซ์มีความแตกต่างกันทางสถิติ แสดงให้เห็นว่า กรณีนี้ขึ้นงานเกิดความชอบน้ำมากขึ้นหลังจากการทำแอนโนไดซ์เช่นกัน

หลังจากนั้น จึงนำชิ้นงานไปทำการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและเฟสองค์ประกอบของฟิล์มที่เกิดขึ้น โดยทำการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยเทคนิคการส่องกราดอิเล็กตรอนด้วยเครื่อง Scanning electron microscope (SEM) และศึกษาองค์ประกอบของฟิล์มแอนโนไดซ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) ก่อนจะเข้าสู่ขั้นตอนการฉายยูวีลงบนผิวฟิล์มแอนโนไดซ์เพื่อเพิ่มสมบัติความชอบน้ำให้มากขึ้น

4.1.3. ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มแอนโนไดซ์

จากรูปที่ 4.2 แสดงลักษณะพื้นผิวของโลหะผสมไทเทเนียม จากภาพถ่าย SEM หลังผ่านการปรับปรุงผิวด้วยวิธีกัลวานอสแตติก พบว่า ลักษณะพื้นผิวของโลหะผสมไทเทเนียมก่อนการทำแอนโนไดซ์ มีลักษณะพื้นผิวที่เรียบกว่าพื้นผิวที่ผ่านการทำแอนโนไดซ์ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1.75 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในโซเดียมไฮดรอกไซด์ และ 1 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในกรดฟอสฟอริก แสดงให้เห็นว่า การปรับปรุงผิวโลหะผสมไทเทเนียมโดยวิธีกัลวานอสแตติก ช่วยทำให้พื้นผิวมีความขรุขระมากขึ้นได้



รูปที่ 4.2 ลักษณะพื้นผิวของโลหะผสมไทเทเนียม (Ti-6Al-4V), ก) ก่อนการทำแอนโนไดซ์ ข) หลังการทำแอนโนไดซ์ที่ 1.75 A/cm², 1M NaOH และ ค) หลังการทำแอนโนไดซ์ที่ 1 A/cm², 1M H₃PO₄

จากลักษณะพื้นผิวที่เกิดขึ้น แสดงให้เห็นว่า วิธีการวาโนสแตติกที่มีการป้อนค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ค่าต่ำ สามารถเพิ่มความขรุขระให้แก่พื้นผิวของโลหะผสมไทเทเนียมได้ และนอกจากนี้ยังพบว่า ความขรุขระของพื้นผิวที่เกิดขึ้นช่วยเพิ่มความชอบน้ำให้แก่ฟิล์มแอโนไดซ์ได้ ดังจะเห็นได้จาก ค่ามุมสัมผัสกับน้ำมีค่าลดลง เมื่อเทียบกับชิ้นงานก่อนทำแอโนไดซ์

นอกจากนี้ในกรณีของฟิล์มแอโนไดซ์ที่เกิดจากการใช้กรดฟอสฟอริกเป็นอิเล็กโทรไลต์ พบว่าลักษณะพื้นผิวมีความขรุขระมากขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับก่อนทำแอโนไดซ์ และขนาดของหลุมที่เกิดขึ้นมีขนาดเล็กกว่าฟิล์มแอโนไดซ์ที่เกิดจากการใช้สารละลายไฮดรอกไซด์เป็นอิเล็กโทรไลต์ จากผลที่เกิดขึ้นนี้จึงทำให้ค่าของมุมสัมผัสกับน้ำในกรณีนี้ ($1\text{A}/\text{cm}^2$, $1\text{M H}_3\text{PO}_4$ ค่ามุมสัมผัสกับน้ำเท่ากับ 72.88°) มีค่ามากกว่าฟิล์มแอโนไดซ์ที่เกิดจากการใช้สารละลายไฮดรอกไซด์เป็นอิเล็กโทรไลต์ ($1.75\text{A}/\text{cm}^2$, 1M NaOH ค่ามุมสัมผัสกับน้ำเท่ากับ 72.08°) ซึ่งผลที่เกิดขึ้นนี้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Caputo, G. และคณะ ที่พบว่าผิวฟิล์มที่มีความขรุขระมาก ๆ ในระดับนาโนเมตร จะทำให้ผิวฟิล์มแสดงสมบัติไม่ชอบน้ำเกิดขึ้นได้⁽⁴⁴⁾

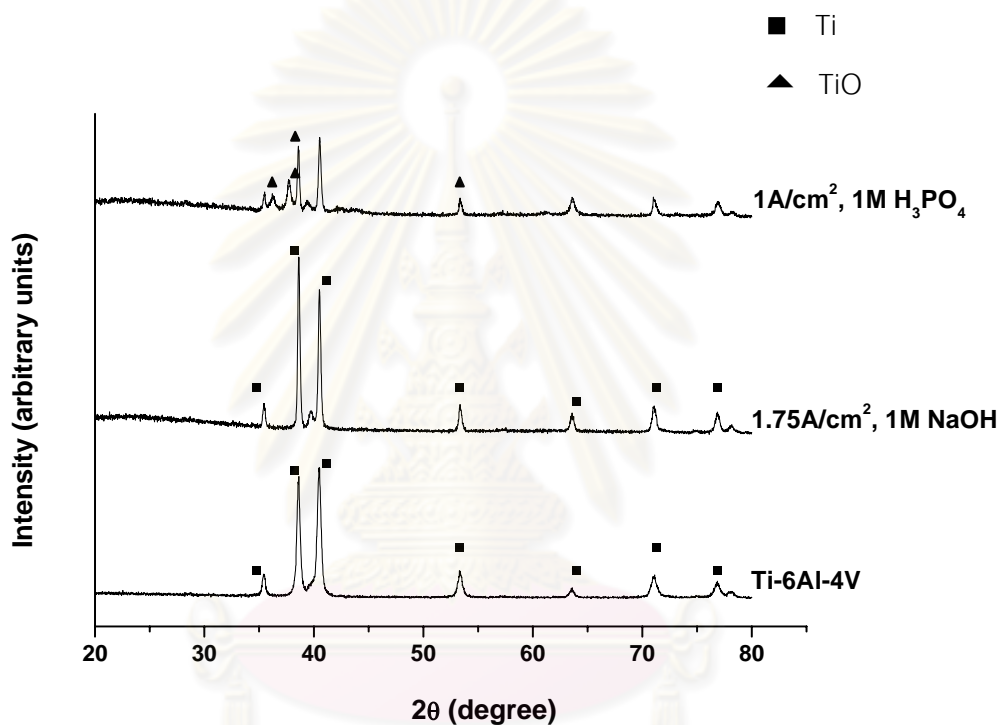
4.1.4. เฟสองค์ประกอบของฟิล์มแอโนไดซ์

จากรูปที่ 4.3 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มแอโนไดซ์ พบว่า ในกรณีที่ป้อนความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในกรดฟอสฟอริก ความเข้มข้น 1 โมลาร์ พบเฟสไทเทเนียมออกไซด์ (TiO) เกิดขึ้น ซึ่งมีโครงสร้างแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) อ้างอิงจาก JCPDS หมายเลข 00-008-0386 แต่อย่างไรก็ตาม จากผลการทดลองที่ได้ พบว่า ตำแหน่งของพีคของไทเทเนียมออกไซด์ (TiO) ที่เกิดขึ้น ก็ไม่ได้ขึ้นตรงทุกตำแหน่ง ส่วนในกรณีที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1.75 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในสารละลายไฮดรอกไซด์ ไม่พบเฟสไทเทเนียมออกไซด์ แต่พบเฟสของไทเทเนียมแทน

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มแอโนไดซ์ที่ได้ แสดงให้เห็นว่า เฉพาะในกรณีที่ป้อนความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในกรดฟอสฟอริก เกิดฟิล์มปกคลุมบนผิวของโลหะผสมไทเทเนียม ส่วนในกรณีอื่นไม่พบเฟสไทเทเนียมออกไซด์ อาจจะเป็นไปได้ว่า ปริมาณของฟิล์มที่เกิดขึ้นอาจจะมีปริมาณน้อยเกินกว่าที่เครื่องวิเคราะห์จะตรวจพบได้

การที่กรณีของฟิล์มแอโนไดซ์ที่เตรียมได้จากการป้อนความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร แสดงความชอบน้ำมากขึ้นนั้น อาจจะเป็นผลเนื่องมาจากการที่พบเฟสไทเทเนียมออกไซด์ที่ผิว และเฟสนี้ อาจจะมีส่วนช่วยในการเพิ่มสมบัติความชอบน้ำของ

ฟิล์มแอโนไดซ์ขึ้นได้ และประกอบกับผลจาก SEM ที่แสดงลักษณะพื้นผิวที่มีความขรุขระ ดังนั้น ความชอบน้ำที่เกิดขึ้นในกรณีนี้ อาจจะมาจกทั้งสองปัจจัย แต่อย่างไรก็ตาม ในกรณีที่ป้อนความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1.75 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ แม้จะไม่พบ TiO₂ แต่ก็สามารถเกิดความชอบน้ำขึ้นได้ เนื่องจาก ในกรณีลักษณะพื้นผิวมีความขรุขระมากขึ้น หลังการทำแอโนไดซ์ ดังนั้น ความชอบน้ำที่เกิดขึ้นหลังการทำแอโนไดซ์เป็นผลมาจากลักษณะพื้นผิวที่มีความขรุขระเป็นสำคัญ



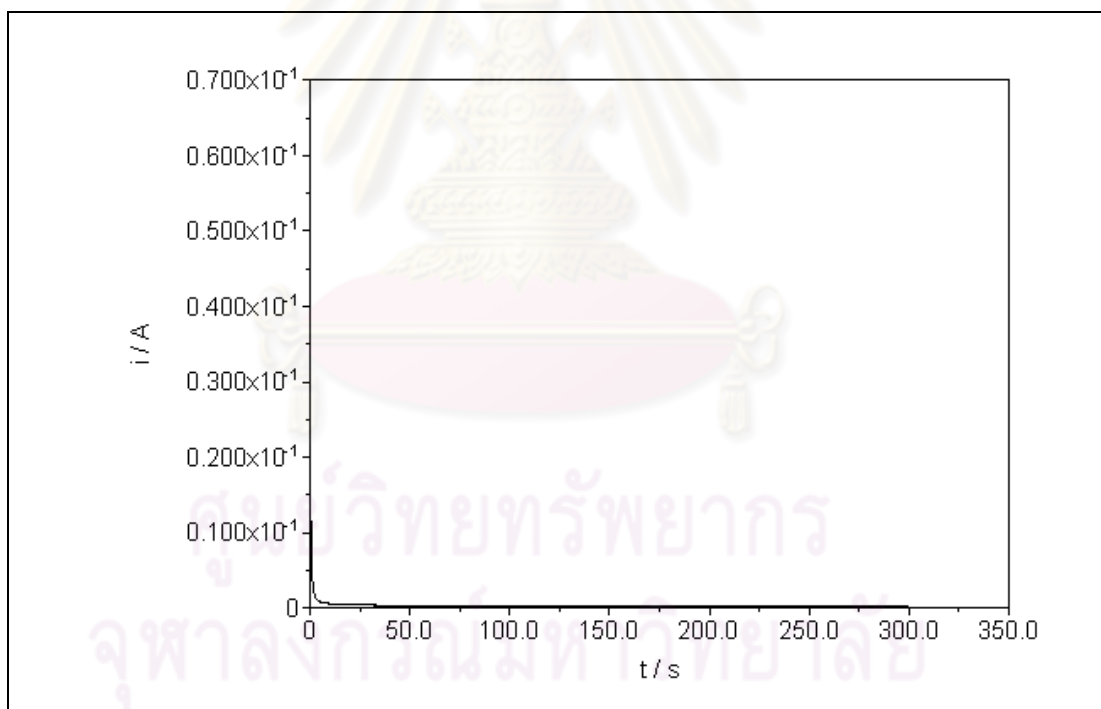
รูปที่ 4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของฟิล์มแอโนไดซ์

นอกจากวิธีการกัลวาโนสแตติกแล้ว ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมฟิล์มแอโนไดซ์จากวิธีโพเทนชิโอสแตติก โดยป้อนค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำในช่วง 0.5-6 โวลต์ ในอิเล็กโทรไลต์ทั้งสองชนิดเช่นกันกับวิธีการกัลวาโนสแตติก ซึ่งผลของการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง จะกล่าวในหัวข้อต่อไป

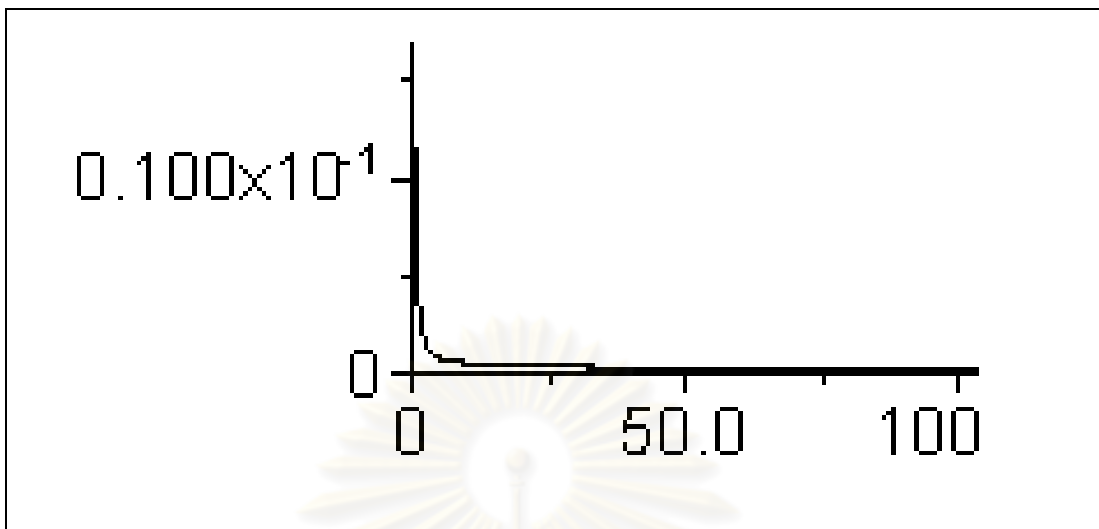
4.2. फिल्मแอนโนไดซ์ที่เตรียมจากวิธีโพเทนชิโอสแตติก

4.2.1. การเกิดฟิล์มแอนโนไดซ์บนผิวโลหะผสมไทเทเนียมจากวิธีโพเทนชิโอสแตติก

กระบวนการในการเกิดฟิล์มแอนโนไดซ์บนผิวโลหะผสมไทเทเนียม จากวิธีโพเทนชิโอสแตติกนี้ พบว่า เมื่อมีการป้อนความต่างศักย์ไฟฟ้าเข้าไปแก่ระบบ จะทำให้เกิดฟิล์มปกคลุมอยู่ที่ผิว โดยจากกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้าที่เปลี่ยนแปลงไปต่อเวลา พบว่า ในช่วงแรก ค่ากระแสไฟฟ้าจะลดลง เนื่องจาก พื้นผิวของโลหะผสมไทเทเนียมเกิดการละลายไป และการละลายที่เกิดขึ้นนี้จะเกิดในช่วงระยะเวลาหนึ่งเท่านั้น หลังจากนั้น จะพบว่า ค่ากระแสไฟฟ้าจะเริ่มคงที่ เนื่องจาก บริเวณผิวของโลหะผสมไทเทเนียมนี้เกิดฟิล์มปกคลุมที่ผิว กราฟที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Narayanan, R. และคณะ และพบว่าถ้าเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาให้นานขึ้นกว่านี้ ก็ไม่ได้ช่วยเพิ่มความหนาให้แก่ฟิล์มแอนโนไดซ์ที่เกิดขึ้นได้⁽⁴⁵⁾



รูปที่ 4.4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้าที่เปลี่ยนแปลงไปต่อเวลา เมื่อให้ค่าความต่างศักย์คงที่



รูปที่ 4.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้าที่เปลี่ยนแปลงไปต่อเวลา
เมื่อให้ค่าความต่างศักย์คงที่ (ภาพขยายจากภาพ 4.4)

จากผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 4.2 พบว่าหลังจากที่ได้ทำการปรับปรุงผิวโลหะผสมไทเทเนียม ด้วยวิธีโพเทนชิโอสแตติกแล้ว โดยมีการป้อนค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำ ในช่วง 0.5-6 โวลต์ พบว่า ในกลุ่มที่ใช้กรดฟอสฟอริกเป็นอิเล็กโทรไลต์ ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ทำให้เกิดฟิล์มแอนโนไดซ์ได้ ได้แก่ 2, 3, 4, 5 และ 6 โวลต์ และกลุ่มที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นอิเล็กโทรไลต์ ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ทำให้เกิดฟิล์มแอนโนไดซ์ได้ ได้แก่ 0.5, 1, 2, 3, 4 และ 5 โวลต์ ส่วนค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าค่าอื่น พบว่า ลักษณะของกราฟไม่ได้มีลักษณะที่กล่าวไว้ข้างต้น เนื่องจากกราฟเกิด over load เนื่องจากข้อจำกัดของเครื่องมือ potentiostat ที่ใช้ในการทำวิจัยในการแสดงผลออกมามีข้อจำกัด

และหลังจากโลหะผสมไทเทเนียมผ่านการปรับปรุงผิวโดยวิธีโพเทนชิโอสแตติก พบว่า ทุกเงื่อนไขค่ามุมสัมผัสกับน้ำมีค่าลดลง เมื่อเทียบกับชิ้นงานโลหะผสมไทเทเนียมก่อนการทำแอนโนไดซ์ ในกรณีที่ใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1 โมลาร์ เป็นอิเล็กโทรไลต์ พบว่า ที่ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า 0.5 โวลต์ มีค่ามุมสัมผัสกับน้ำที่น้อยที่สุด แสดงว่า ชิ้นงานนี้เกิดความชอบน้ำมากที่สุด ส่วนในกรณีที่ใช้กรดฟอสฟอริก ความเข้มข้น 1 โมลาร์เป็นอิเล็กโทรไลต์ พบว่า ที่ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า 2 โวลต์ มีค่ามุมสัมผัสกับน้ำน้อยที่สุด แสดงว่า ชิ้นงานนี้ชอบน้ำมากที่สุด ดังนั้น จะเห็นได้ว่า วิธีโพเทนชิโอสแตติกนี้ สามารถเพิ่มความชอบน้ำให้แก่ฟิล์มแอนโนไดซ์ที่เกิดบนผิวโลหะผสมไทเทเนียมได้

ตารางที่ 4.2 ภาวะของค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่เลือกใช้เพื่อให้เกิดฟิล์มแอนโนไดซ์
ในอิเล็กโทรไลต์ทั้งสองชนิด

เงื่อนไขการทำแอนโนไดซ์		เวลาของการทำปฏิกิริยา (นาที)**
อิเล็กโทรไลต์ที่ใช้	เงื่อนไขการทำปฏิกิริยา (โวลต์)	
NaOH	0.5	5
	1	5
	2	5
	3	5
	4	5
	5	5
	6*	5
H ₃ PO ₄	0.5*	5
	1*	5
	2	5
	3	5
	4	5
	5	5
	6	5

*กราฟเกิด over load เนื่องจากข้อจำกัดของเครื่องมือ potentiostat ที่ใช้ในการทำวิจัย ในการแสดงผลออกมามีข้อจำกัด

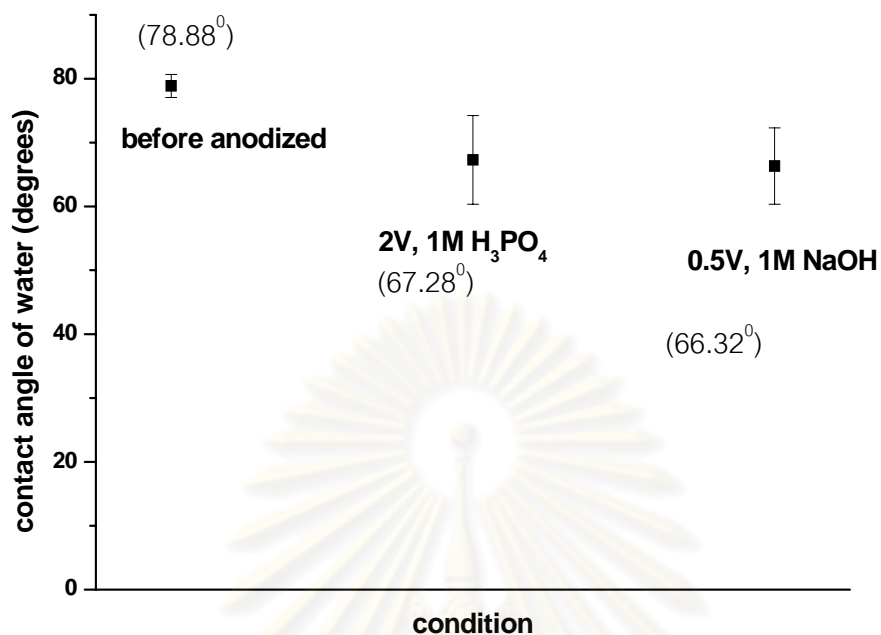
**เนื่องจากปฏิกิริยาเกิดเร็วมาก จึงไม่สามารถที่จะเลือกระยะเวลาที่สั้นที่สุดที่ทำให้ปฏิกิริยาเกิดอย่างคงที่ได้ และพบว่าการเพิ่มระยะเวลาออกไปอีก ก็ไม่ได้มีผลต่อการเพิ่มความหนาได้ เนื่องจากชิ้นตัวอย่างไม่มีพื้นที่ในการทำปฏิกิริยาแล้ว ดังนั้นจึงกำหนดเวลาในการทำปฏิกิริยาให้เท่ากันในทุกเงื่อนไขที่ 5 นาที

4.2.2. สมบัติความชอบน้ำของฟิล์มแอนโนไดซ์และการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางสถิติ ก่อนการฉายยูวี

หลังจากที่ได้ทำแอนโนไดซ์ที่ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ค่าต่างๆแล้ว ขั้นตอนต่อไปทำการเลือกเงื่อนไขที่ดีที่สุด มาทำการทดลองซ้ำโดยเลือกจากชิ้นงานที่มีความมัมส์มากที่สุดในแต่ละกลุ่ม โดยในกลุ่มที่ใช้กรดฟอสฟอริกเป็นอิเล็กโทรไลต์จะเลือกเงื่อนไขที่ใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ 2 โวลต์ และในกรณีที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นอิเล็กโทรไลต์ เลือกเงื่อนไขที่ใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ 0.5 โวลต์ มาทำการทดลองซ้ำ 5 ตัวอย่าง และทำการวัดมัมส์กับน้ำตัวอย่าง ละ 5 ครั้ง

จากรูปที่ 4.5 พบว่า หลังการทำแอนโนไดซ์แล้วพบว่า ค่ามัมส์สัมพัทธ์กับน้ำของทั้งกรณีที่ใช้กรดฟอสฟอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นอิเล็กโทรไลต์มีค่าลดลง เมื่อทำการเปรียบเทียบกับก่อนทำแอนโนไดซ์ โดยค่ามัมส์สัมพัทธ์กับน้ำก่อนทำแอนโนไดซ์ มีค่าเฉลี่ยเท่ากับ 78.88° หลังการทำแอนโนไดซ์ ที่ความต่างศักย์ไฟฟ้า 2 โวลต์ ในกรดฟอสฟอริก ค่ามัมส์สัมพัทธ์กับน้ำเท่ากับ 67.28° และหลังการทำแอนโนไดซ์ ที่ความต่างศักย์ไฟฟ้า 0.5 โวลต์ ในโซเดียมไฮดรอกไซด์ ค่ามัมส์สัมพัทธ์กับน้ำเท่ากับ 66.32° และทำการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางสถิติ พบว่า ค่ามัมส์สัมพัทธ์กับน้ำ ในกรณีที่ป้อนความต่างศักย์ไฟฟ้า 2 โวลต์ ในกรดฟอสฟอริก เปรียบเทียบกับก่อนการทำแอนโนไดซ์ ค่า p-value มีค่าเท่ากับ 0.016 ซึ่งจะเห็นว่า ในกรณีนี้ค่า p-value มีค่าน้อยกว่า 0.05 แสดงว่า ค่ามัมส์สัมพัทธ์กับน้ำก่อนและหลังการทำแอนโนไดซ์มีความแตกต่างกันทางสถิติ ดังนั้น กรณีนี้เกิดความชอบน้ำมากขึ้น หลังจากการทำแอนโนไดซ์ และค่ามัมส์สัมพัทธ์กับน้ำ ในกรณีที่ป้อนความต่างศักย์ไฟฟ้า 0.5 โวลต์ ในโซเดียมไฮดรอกไซด์ เมื่อเทียบกับก่อนการทำแอนโนไดซ์ ค่า p-value มีค่าเท่ากับ 0.009 ซึ่งจะเห็นว่า ในกรณีนี้ค่า p-value มีค่าน้อยกว่า 0.05 แสดงว่า ค่ามัมส์สัมพัทธ์กับน้ำก่อนและหลังการทำแอนโนไดซ์มีความแตกต่างกันทางสถิติ แสดงให้เห็นว่า ชิ้นงานในกรณีนี้เกิดความชอบน้ำมากขึ้นหลังจากการทำแอนโนไดซ์ จากผลการทดลองที่ได้ แสดงให้เห็นว่า วิธีโพเทนชิโอสแตติกนี้ สามารถเพิ่มสมบัติความชอบน้ำได้ เช่นเดียวกับวิธีกัลวานอสแตติก

หลังจากนั้น ได้ทำการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและเฟสองค์ประกอบของฟิล์มที่เกิดขึ้น โดยทำการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยเทคนิคการส่องกราดอิเล็กตรอน ด้วยเครื่อง Scanning electron microscope (SEM) และศึกษาองค์ประกอบของฟิล์มแอนโนไดซ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer ต่อไป

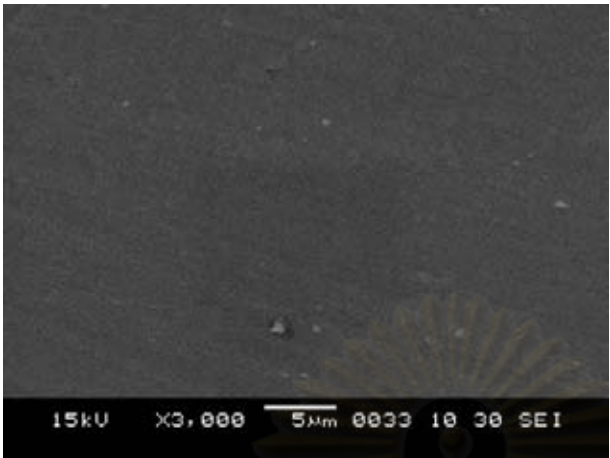
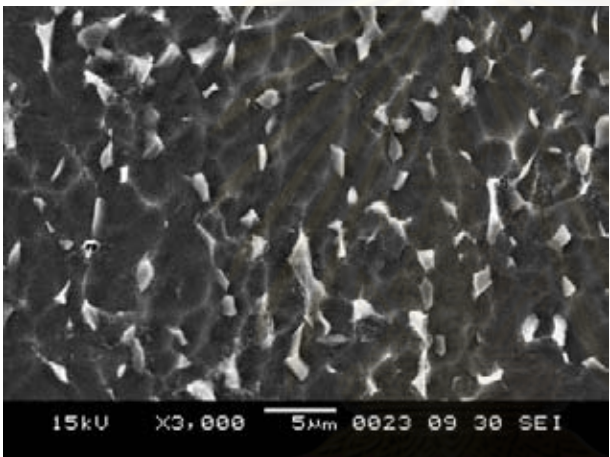
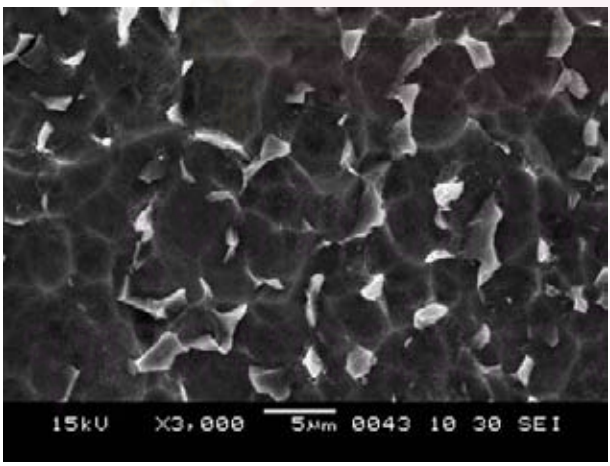


รูปที่ 4.6 ค่ามุมสัมผัสผิวน้ำของฟิล์มแอนโนไดซ์

4.2.3. ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มแอนโนไดซ์

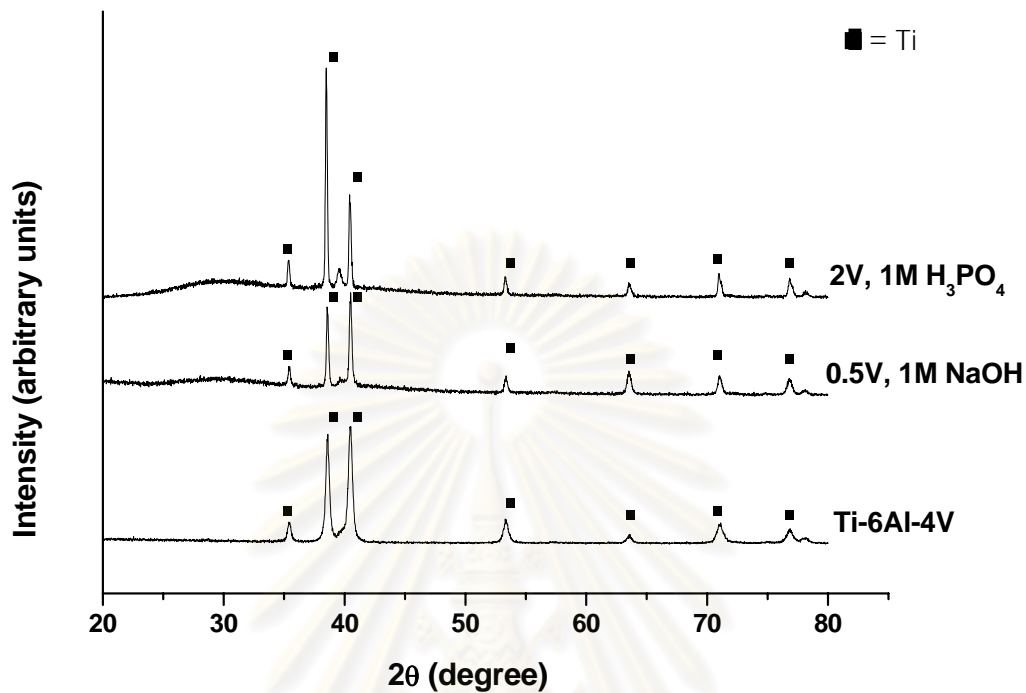
จากรูปที่ 4.6 แสดงลักษณะพื้นผิวของโลหะผสมไทเทเนียม หลังผ่านการปรับปรุงผิวด้วยวิธีโพเทนชิโอสแตติก พบว่า ลักษณะพื้นผิวของโลหะผสมไทเทเนียมก่อนการทำแอนโนไดซ์ มีลักษณะพื้นผิวที่เรียบกว่าพื้นผิวที่ผ่านการทำแอนโนไดซ์ที่ความต่างศักย์ไฟฟ้า 0.5 โวลต์ ในโซเดียมไฮดรอกไซด์ และ 2 โวลต์ ในกรดฟอสฟอริก จากภาพถ่าย SEM แสดงให้เห็นว่า การทำแอนโนไดซ์ ช่วยทำให้พื้นผิวของโลหะผสมไทเทเนียมมีความขรุขระมากขึ้น

จากผลของลักษณะพื้นผิวที่ได้ แสดงให้เห็นว่า วิธีโพเทนชิโอสแตติกที่มีการบ่อนความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ค่าต่ำ ก็สามารถเพิ่มความขรุขระให้แก่พื้นผิวของโลหะผสมไทเทเนียมได้เช่นกัน และความขรุขระที่เกิดขึ้นนี้ ส่งผลทำให้ฟิล์มแอนโนไดซ์มีความชอบน้ำมากขึ้น เมื่อเทียบกับชิ้นงานก่อนทำแอนโนไดซ์

<p>(ก)</p> 	<p>ก่อนการทำแอนโนไดซ์</p>
<p>(ข)</p> 	<p>หลังการทำแอนโนไดซ์ใน 0.5V, 1M NaOH</p>
<p>(ค)</p> 	<p>หลังการทำแอนโนไดซ์ใน 2V, 1M H₃PO₄</p>

รูปที่ 4.7 ลักษณะพื้นผิวของโลหะผสมไทเทเนียม (Ti-6Al-4V), (ก) ก่อนการทำแอนโนไดซ์
ข) หลังการทำแอนโนไดซ์ใน 0.5V, 1M NaOH และ ค) หลังการทำแอนโนไดซ์ใน 2V, 1M H₃PO₄

4.2.4. เฟสองค์ประกอบของฟิล์มแอนโนไดซ์



รูปที่ 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของฟิล์มแอนโนไดซ์

จากรูปที่ 4.7 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของฟิล์มแอนโนไดซ์ พบว่า ทั้งกรณีที่ใช้กรดฟอสฟอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นอิเล็กโทรไลต์ พบว่า ไม่พบเฟสไทเทเนียมมอนอกไซด์ (TiO) เกิดขึ้น เหมือนเช่นในกรณีที่ปรับปรุงผิวด้วยวิธีการวาโนสแตติก ที่ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในกรดฟอสฟอริก จากผลที่ได้ แสดงให้เห็นว่า ในกรณีที่ป้อนค่าความต่างศักย์ที่ค่าต่างๆแล้ว ไม่ปรากฏฟิล์ม TiO ปกคลุมบนผิวของโลหะผสมไทเทเนียม อาจจะเนื่องมาจาก ฟิล์มที่เกิดขึ้นอาจจะมีปริมาณที่น้อยเกินไป เครื่องวิเคราะห์จึงไม่สามารถตรวจพบได้

อย่างไรก็ตาม แม้ในกรณีนี้จะไม่พบว่าเกิดเฟสไทเทเนียมมอนอกไซด์ (TiO) แต่ก็พบว่าสมบัติความชอบน้ำสามารถเกิดขึ้นได้ แสดงให้เห็นว่า แม้ว่าฟิล์มจะตรวจวัดด้วยเครื่อง XRD ไม่ได้ว่าเกิดเฟสไทเทเนียมมอนอกไซด์ (TiO) แต่ลักษณะพื้นผิวที่มีความขรุขระ หลังการทำแอนโนไดซ์นั้น มีบทบาทสำคัญที่ส่งผลให้ฟิล์มแอนโนไดซ์เกิดสมบัติความชอบน้ำขึ้นได้

4.3. สมบัติความชอบน้ำของฟิล์มแอโนไดซ์ที่เตรียมจากวิธีกัลวานอสแตติก และการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางสถิติก่อนและหลังการฉายยูวี

หลังจากที่ขึ้นงานโลหะผสมไทเทเนียมผ่านการทำแอโนไดซ์แล้ว จะทำการเพิ่มสมบัติความชอบน้ำให้มากขึ้น โดยในงานวิจัยนี้จะทำการฉายยูวีลงบนผิวฟิล์มแอโนไดซ์ เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง แล้วจึงนำไปวัดมุมสัมผัสกับน้ำอีกครั้ง พบว่าในกรณีของฟิล์มแอโนไดซ์ที่เกิดจากการป้อนความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในกรดฟอสฟอริก ค่ามุมสัมผัสกับน้ำมีค่าเท่ากับ 72.88° หลังจากที่ได้ทำการฉายยูวีนาน 1 และ 2 ชั่วโมงพบว่าค่ามุมสัมผัสกับน้ำมีค่าลดลง โดยพบว่าฟิล์มแอโนไดซ์ที่ผ่านการฉายยูวีนาน 1 ชั่วโมง ค่ามุมสัมผัสกับน้ำมีค่าเท่ากับ 67.92° และหลังจากที่ได้ทำการฉายยูวีนาน 2 ชั่วโมง พบว่า ค่ามุมสัมผัสกับน้ำมีค่าเท่ากับ 67.52° และจากการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางสถิติ พบว่า ค่ามุมสัมผัสกับน้ำของชิ้นงานหลังการฉายยูวีนาน 1 ชั่วโมงมีค่าลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับก่อนฉายยูวี โดยมีค่า p-value เท่ากับ 0.010 ซึ่งในกรณีนี้ค่า p-value มีค่าน้อยกว่า 0.05 แสดงว่า ค่ามุมสัมผัสกับน้ำก่อนและหลังการฉายยูวีมีความแตกต่างกันทางสถิติ แสดงว่า ในกรณีนี้ชิ้นงานแสดงสมบัติความชอบน้ำมากขึ้น หลังจากการฉายยูวีนาน 1 ชั่วโมง จากนั้น ทำการฉายยูวีนานขึ้นเป็น 2 ชั่วโมง และเปรียบเทียบค่ามุมสัมผัสกับน้ำกับชิ้นงานก่อนการฉายยูวี พบว่า ค่ามุมสัมผัสกับน้ำมีค่าลดลง โดยมีค่า p-value เท่ากับ 0.006 ซึ่งกรณีนี้ ค่า p-value มีค่าน้อยกว่า 0.05 แสดงว่า ค่ามุมสัมผัสกับน้ำก่อนและหลังการฉายยูวีมีความแตกต่างกันทางสถิติ แสดงให้เห็นว่า ในกรณีนี้ชิ้นงานแสดงสมบัติความชอบน้ำมากขึ้นหลังผ่านการฉายยูวีนาน 2 ชั่วโมง

แต่จะพบว่าในกรณีของฟิล์มแอโนไดซ์ที่เกิดจากการป้อนความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1.75 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในโซเดียมไฮดรอกไซด์ ค่ามุมสัมผัสกับน้ำมีค่าเท่ากับ 72.08° หลังจากที่ได้ทำการฉายยูวีนาน 1 และ 2 ชั่วโมงพบว่าค่ามุมสัมผัสกับน้ำมีค่าลดลง โดยพบว่าฟิล์มแอโนไดซ์ที่ผ่านการฉายยูวีนาน 1 ชั่วโมง ค่ามุมสัมผัสกับน้ำมีค่าเท่ากับ 67.28° และหลังจากที่ได้ทำการฉายยูวีนาน 2 ชั่วโมง พบว่า ค่ามุมสัมผัสกับน้ำมีค่าเท่ากับ 63.60° และจากการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางสถิติ พบว่า หลังฉายยูวี 1 ชั่วโมงเมื่อเทียบกับก่อนฉายยูวี ค่า p-value มีค่าเท่ากับ 0.406 ในกรณีนี้ค่า p-value มีค่ามากกว่า 0.05 แสดงว่า ค่ามุมสัมผัสกับน้ำก่อนและหลังฉายยูวีไม่มีความแตกต่างกันทางสถิติ แสดงว่า ในกรณีนี้ชิ้นงานแสดงสมบัติความชอบน้ำมากขึ้นแต่ไม่มีความแตกต่างกันทางสถิติหลังจากการฉายยูวีนาน 1 ชั่วโมง จากนั้น ทำการฉายยูวีนานขึ้นเป็น 2 ชั่วโมงและวัดค่ามุมสัมผัสกับน้ำ พบว่า ค่ามุมสัมผัสลดลงเล็กน้อย

โดยมีค่า p-value เท่ากับ 0.046 ซึ่งใกล้เคียงกับ p-value 0.05 แสดงให้เห็นว่า ค่ามุมสัมผัสกับน้ำ ก่อนและหลังการฉายยูวีไม่มีความแตกต่างกันทางสถิติ ดังนั้น ในกรณีนี้ชิ้นงานแสดงสมบัติ ความชอบน้ำมากขึ้นแต่ไม่มีความแตกต่างกันทางสถิติหลังจากการฉายยูวีนาน 2 ชั่วโมง

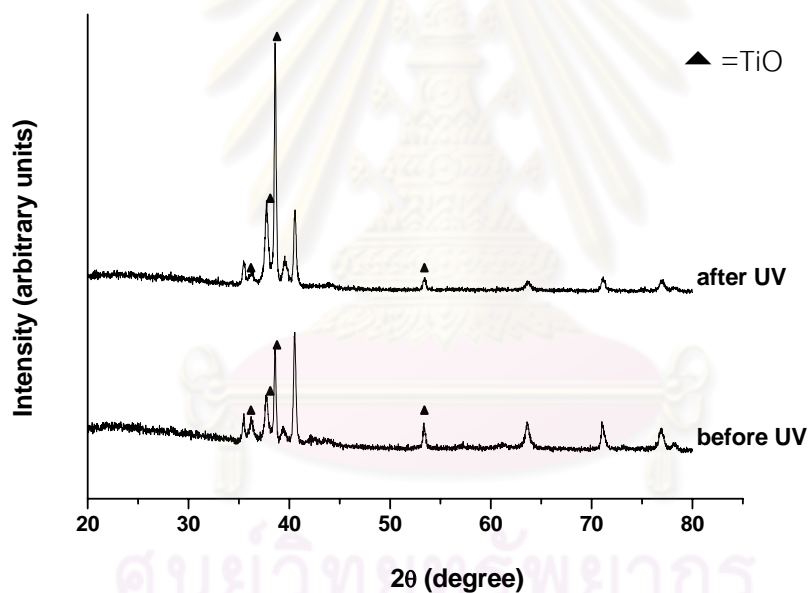
4.4. สมบัติความชอบน้ำของฟิล์มแอนโนไดซ์ที่เตรียมจากวิธีโพเทนชิโอสแตติก และการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางสถิติก่อนและหลังการฉายยูวี

พบว่าในกรณีของฟิล์มแอนโนไดซ์ที่เกิดจากการบ่อนความต่างศักย์ไฟฟ้า 2 โวลต์ ในกรด ฟอสฟอริก ค่ามุมสัมผัสกับน้ำมีค่าเท่ากับ 67.28° หลังจากที่ได้ทำการฉายยูวีนาน 1 และ 2 ชั่วโมง พบว่าค่ามุมสัมผัสกับน้ำมีค่าลดลง โดยพบว่าฟิล์มแอนโนไดซ์ที่ผ่านการฉายยูวีนาน 1 ชั่วโมง ค่ามุมสัมผัสกับน้ำมีค่าเท่ากับ 66.64° และหลังจากที่ได้ทำการฉายยูวีนาน 2 ชั่วโมง พบว่า ค่ามุมสัมผัสกับน้ำมีค่าเท่ากับ 66.08° แต่จากการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางสถิติแล้ว พบว่า หลังฉายยูวี 1 ชั่วโมงเมื่อเทียบกับก่อนฉายยูวี ค่า p-value มีค่าเท่ากับ 1.00 ซึ่งจะเห็นว่า ในกรณีนี้ค่า p-value มีค่ามากกว่า 0.05 แสดงว่า ค่ามุมสัมผัสกับน้ำก่อนและหลังการฉายยูวีไม่มีความแตกต่างกันทางสถิติ แสดงให้เห็นว่า ชิ้นงานในกรณีนี้แสดงสมบัติความชอบน้ำมากขึ้น แต่ไม่มีความแตกต่างกันทางสถิติหลังจากการฉายยูวีนาน 1 ชั่วโมง จากนั้นทำการฉายยูวีนานขึ้นเป็น 2 ชั่วโมงและวัดค่ามุมสัมผัสกับน้ำ พบว่า ค่ามุมสัมผัสลดลงเล็กน้อย โดยมีค่า p-value เท่ากับ 1.00 ซึ่งมีค่ามากกว่า p-value 0.05 แสดงให้เห็นว่า ค่ามุมสัมผัสกับน้ำก่อนและหลังการฉายยูวีไม่มีความแตกต่างกันทางสถิติ ดังนั้น ชิ้นงานในกรณีนี้ไม่แสดงสมบัติความชอบน้ำที่เพิ่มมากขึ้น หลังจากการฉายยูวีนาน 2 ชั่วโมง

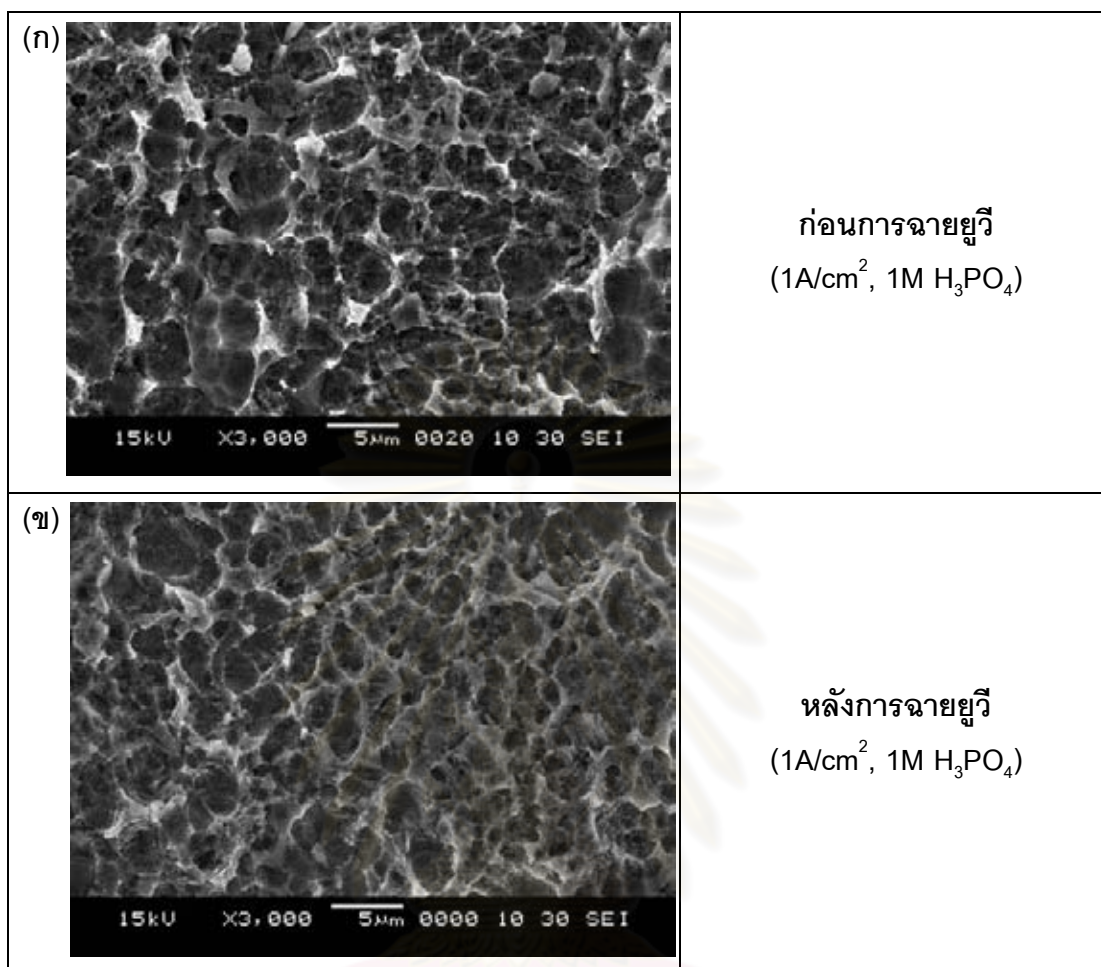
แต่พบว่าในกรณีของฟิล์มแอนโนไดซ์ที่เกิดจากการบ่อนความต่างศักย์ไฟฟ้า 0.5 โวลต์ ในโซเดียมไฮดรอกไซด์ ค่ามุมสัมผัสกับน้ำมีค่าเท่ากับ 66.32° หลังจากที่ได้ทำการฉายยูวีนาน 1 และ 2 ชั่วโมงพบว่าค่ามุมสัมผัสกับน้ำมีค่าลดลง โดยพบว่าฟิล์มแอนโนไดซ์ที่ผ่านการฉายยูวีนาน 1 ชั่วโมง ค่ามุมสัมผัสกับน้ำมีค่าเท่ากับ 64.80° และหลังจากที่ได้ทำการฉายยูวีนาน 2 ชั่วโมง พบว่า ค่ามุมสัมผัสกับน้ำมีค่าเท่ากับ 63.28° แต่เมื่อทำการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางสถิติแล้ว พบว่า หลังฉายยูวี 1 ชั่วโมงเทียบกับก่อนฉายยูวี ค่า p-value มีค่าเท่ากับ 1.00 ซึ่งค่า p-value มีค่ามากกว่า 0.05 แสดงว่า ค่ามุมสัมผัสกับน้ำก่อนและหลังการฉายยูวีไม่มีความแตกต่างกันทางสถิติ ดังนั้น กรณีนี้แสดงสมบัติความชอบน้ำมากขึ้น แต่ไม่มีความแตกต่างกันทางสถิติ หลังจากการฉายยูวีนาน 1 ชั่วโมง และหลังการฉายยูวี 2 ชั่วโมงเทียบกับก่อนฉายยูวี ค่า p-value มีค่าเท่ากับ 0.835 ซึ่งค่า p-value มีค่ามากกว่า 0.05 แสดงว่า ค่ามุมสัมผัสกับน้ำก่อนและหลังการฉายยูวีไม่มี

ความแตกต่างกันทางสถิติ ดังนั้น ชิ้นงานในกรณีนี้แสดงสมบัติความชอบน้ำมากขึ้น แต่ไม่มีความแตกต่างกันทางสถิติ หลังจากการฉายยูวีนาน 2 ชั่วโมง

จากผลการทดลองที่ได้ แสดงให้เห็นว่า ยูวีมีผลต่อความชอบน้ำของฟิล์มแอนโนไดซ์ที่เกิดจากการป้อนกระแสไฟฟ้า 1 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในกรดฟอสฟอริก แต่ในกรณีที่ป้อนกระแสไฟฟ้า 1.75 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในโซเดียมไฮดรอกไซด์และในกรณีที่ป้อนความต่างศักย์ไฟฟ้า 2 โวลต์ ในกรดฟอสฟอริกและ 0.5 โวลต์ ในโซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่ายูวีไม่มีผลต่อการเพิ่มสมบัติความชอบน้ำ ดังนั้น จึงเลือกเฉพาะกรณีที่แสดงสมบัติความชอบน้ำมากขึ้นอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติมาทำการวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบของฟิล์มแอนโนไดซ์และลักษณะพื้นผิวเพื่อเปรียบเทียบเฟสองค์ประกอบและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มแอนโนไดซ์ระหว่างก่อนการฉายยูวีและหลังการฉายยูวี



รูปที่ 4.9 เฟสองค์ประกอบของฟิล์มแอนโนไดซ์ ก่อนและหลังการฉายยูวี ($1\text{A}/\text{cm}^2$, $1\text{M H}_3\text{PO}_4$)



รูปที่ 4.10 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มแอโนไดซ์ก่อนและหลังการฉายยูวี ($1\text{A}/\text{cm}^2$, $1\text{M H}_3\text{PO}_4$)

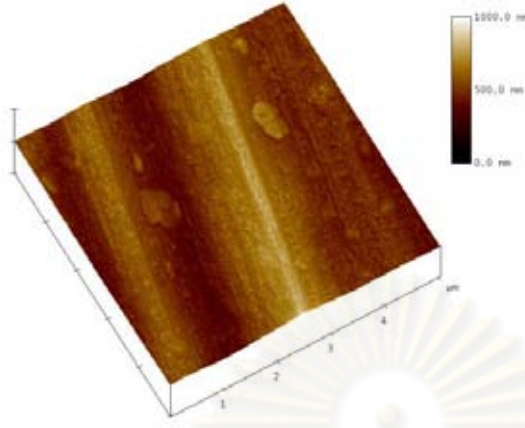
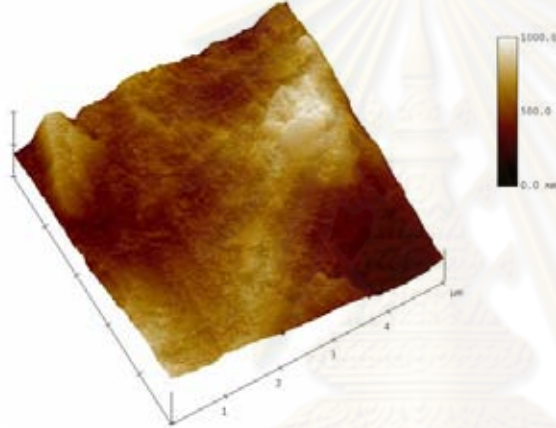
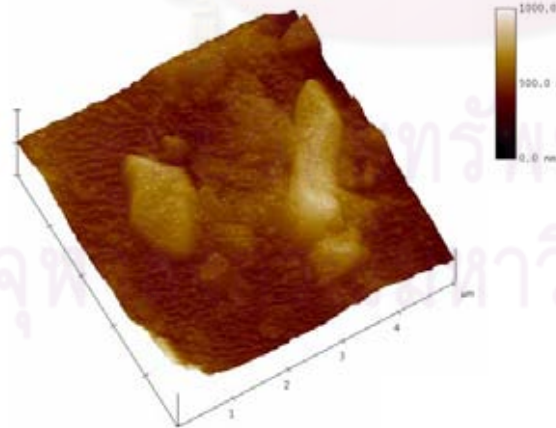
จากรูปที่ 4.9 และ 4.10 พบว่า ฟิล์มแอโนไดซ์หลังการฉายยูวี เฟสองค์ประกอบของฟิล์มและลักษณะพื้นผิวไม่มีการเปลี่ยนแปลง แสดงให้เห็นว่า ยูวีไม่ได้มีผลทำให้พื้นผิวและเฟสองค์ประกอบของฟิล์มแอโนไดซ์เกิดการเปลี่ยนแปลง^(46, 47) ซึ่งผลการทดลองที่ได้นี้ สอดคล้องกับงานวิจัยของ Han, Y. และคณะ⁽⁴⁶⁾ ซึ่งเขาได้เตรียมฟิล์มแอโนไดซ์จากวิธีแอโนไดซ์ ใช้ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า 300 โวลต์เป็นเวลา 5 นาที หลังจากการฉายยูวีนาน 2 ชั่วโมงพบว่าลักษณะพื้นผิวและเฟสองค์ประกอบของฟิล์มไม่มีการเปลี่ยนแปลง

4.5. ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มแอนโนไดซ์จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SPM

จากการปรับปรุงผิวโลหะผสมไทเทเนียม พบว่ากรณีที่ป้อนค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในกรดฟอสฟอริก พบว่าเกิดเฟส TiO₂ เกิดขึ้น และพบว่าหลังการกระตุ้นด้วยยูวีนาน 2 ชั่วโมงแล้ว พบว่า ค่ามุมสัมผัสกับน้ำมีค่าลดลงอย่างมีนัยสำคัญ ดังนั้น จึงได้ทำการตรวจวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวอีกครั้งเพื่อให้เห็นลักษณะพื้นผิวที่ชัดเจนมากขึ้น จากการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มแอนโนไดซ์ด้วยเครื่อง SPM (Scanning Probe Microscope)

รูปที่ 4.11 ก), ข) และ ค) แสดงลักษณะพื้นผิวแบบ 3 มิติจากเครื่อง SPM ของฟิล์มแอนโนไดซ์บนผิวโลหะผสมไทเทเนียม ทั้งกรณีที่ใช้กรดฟอสฟอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นอิเล็กโทรไลต์ พบว่า โลหะผสมไทเทเนียมก่อนการทำแอนโนไดซ์ มีลักษณะพื้นผิวที่เรียบ ค่าความขรุขระเท่ากับ 1.947 นาโนเมตร แต่หลังจากผ่านการทำแอนโนไดซ์ ในกรณีที่ป้อนความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเข้าไป 1 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในกรดฟอสฟอริกและ 1.75 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในโซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่า ทั้งสองกรณีนี้ ลักษณะพื้นผิวมีความขรุขระมากขึ้น ในกรณีที่ป้อนความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในกรดฟอสฟอริกมีความขรุขระเท่ากับ 175.93 นาโนเมตร ในกรณี 1.75 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในโซเดียมไฮดรอกไซด์ มีความขรุขระเท่ากับ 177.43 นาโนเมตร จากลักษณะพื้นผิว 3 มิติดังกล่าว แสดงให้เห็นว่า หลังการทำแอนโนไดซ์เกิดฟิล์มปกคลุมที่บริเวณพื้นผิวของไทเทเนียมและฟิล์มที่เกิดขึ้นมีลักษณะผิวฟิล์มที่มีความขรุขระ ซึ่งผลจาก SPM นี้ก็ให้ผลสอดคล้องกับผลจากภาพถ่าย SEM

ในกรณีที่ใช้กรดฟอสฟอริกเป็นอิเล็กโทรไลต์ ป้อนความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร จากการวิเคราะห์ด้วย XRD พบว่าพบเฟสไทเทเนียมออกไซด์ (TiO₂) เกิดขึ้น ดังนั้น ผลจาก SPM ที่ได้จึงสอดคล้องกับผล XRD แต่อย่างไรก็ตาม แม้ว่าในกรณีที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นอิเล็กโทรไลต์ จากการวิเคราะห์จาก SPM จะพบว่า เกิดฟิล์มปกคลุมที่ผิว และลักษณะพื้นผิวมีความขรุขระ แต่เมื่อทำการวิเคราะห์ด้วย XRD พบว่า ไม่พบเฟส TiO₂ เกิดขึ้น ซึ่งอาจจะเป็นผลเนื่องมาจาก ปริมาณของฟิล์มที่เกิดขึ้นมีปริมาณน้อยเกินไป ทำให้เครื่อง XRD ตรวจวัดไม่ได้ ดังนั้น แม้ว่าจะตรวจวัดด้วยเครื่อง XRD ไม่พบเฟสไทเทเนียมออกไซด์ (TiO₂) ก็ไม่ได้หมายความว่า จะไม่เกิดฟิล์มปกคลุมที่ผิว

<p>(ก)</p> 	<p>โลหะผสมไทเทเนียม ก่อนทำแอโนไดซ์</p>
<p>(ข)</p> 	<p>1A/cm², 1M H₃PO₄</p>
<p>(ค)</p> 	<p>1.75A/cm², 1M NaOH</p>

รูปที่ 4.11 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มแอโนไดซ์ จากเครื่อง SPM (ไทเทเนียมก่อนทำแอโนไดซ์) ก) โลหะผสมไทเทเนียมก่อนทำแอโนไดซ์ ข) 1A/cm², 1M H₃PO₄ ค) 1.75A/cm², 1M NaOH

4.6. การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค XPS

เนื่องจากผลจากการวิเคราะห์สมบัติความชอบน้ำจากการวัดมุมสัมผัสกับน้ำ พบว่าฟิล์มแอนโนไดซ์ที่เตรียมได้จากกรณีที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตรที่ใช้กรดฟอสฟอริกเป็นอิเล็กโทรไลต์ พบว่ามุมสัมผัสกับน้ำลดลงอย่างมีนัยสำคัญหลังการฉายยูวีนาน 2 ชั่วโมง จึงแสดงสมบัติความชอบน้ำมากขึ้น และเมื่อทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่าเกิดเฟส TiO₂ เกิดขึ้นและจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM และ SPM พบว่าลักษณะพื้นผิวมีความขรุขระมากขึ้นหลังการทำแอนโนไดซ์ จากนั้นเราจึงได้ทำการวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค XPS เพื่อยืนยันองค์ประกอบทางเคมีที่เกิดขึ้น

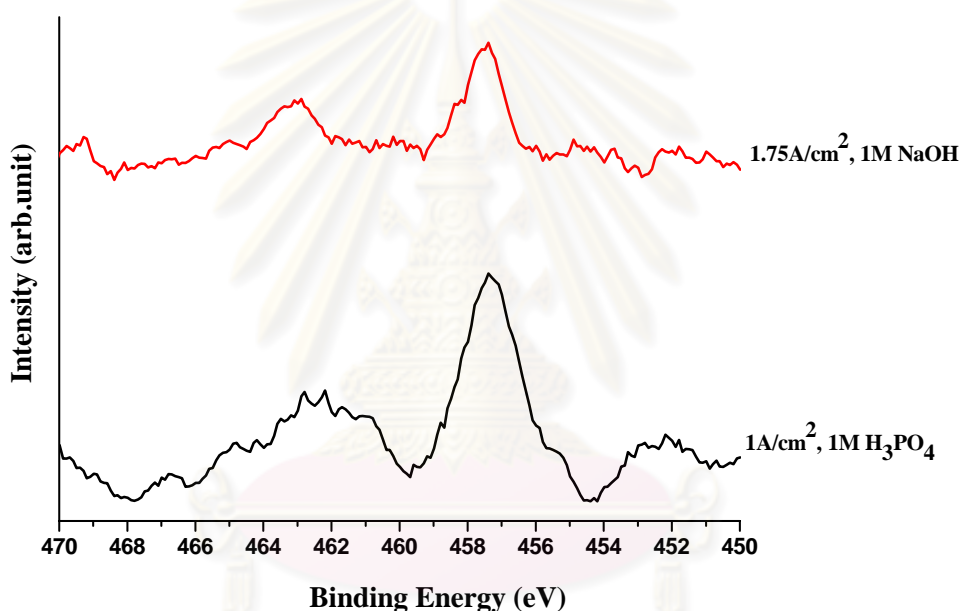
จากงานวิจัยของ Xia, Z และคณะ ที่ได้เตรียมฟิล์มแอนโนไดซ์บนโลหะไทเทเนียมในกรดซัลฟิวริกที่ใช้ค่าความต่างศักย์ที่ต่ำ พบว่าค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของ Ti2p และ O1s ของพื้นผิวไทเทเนียมที่ผ่านการทำแอนโนไดซ์ แสดงดังตารางที่ 4.3 ⁽⁴⁸⁾

ตารางที่ 4.3 ตัวอย่างค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของ Ti2p และ O1s ของพื้นผิวไทเทเนียมที่ผ่านการทำแอนโนไดซ์

Spectrum	Surface species	Binding energy (eV)
Ti 2p 3/2	Ti	453.71
	Ti ²⁺	455.97
	Ti ³⁺	456.41
	Ti ⁴⁺	458.42
Ti 2p 1/2	Ti	459.86
	Ti ²⁺	460.38
	Ti ³⁺	461.44
	Ti ⁴⁺	464.08
O 1s	O ²⁻	529.93
	OH ⁻	531.59
	H ₂ O	532.83

The binding energy of each surface species changed in range of ± 0.1 eV.

จากผลการวิเคราะห์เฟสองค์ประกอบด้วยเทคนิค XPS ผลที่ได้แสดงได้ดังรูปที่ 4.13 พบว่า เมื่อพิจารณาในกรณีที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตรที่ใช้กรดฟอสฟอริกเป็นอิเล็กโทรไลต์ พบว่า เกิดพีคหลักขึ้นที่ค่าพลังงานยึดเหนี่ยว 457 และเหมือนจะเกิดพีคย่อยๆที่ค่าพลังงานยึดเหนี่ยว 458.5 และ 455.5 อิเล็กตรอนโวลต์ แต่ในกรณีที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1.75 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตรที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นอิเล็กโทรไลต์ พบว่า เกิดพีคหลักขึ้นที่ค่าพลังงานยึดเหนี่ยว 457 และเหมือนจะเกิดพีคย่อยๆที่ค่าพลังงานยึดเหนี่ยว 458.5 อิเล็กตรอนโวลต์ ดังนั้น จึงได้ทำการ deconvolution พีคที่เกิดขึ้นเพื่อแยกพีคย่อยที่ซ้อนทับกันอยู่ ออก แสดงให้เห็นว่า มีพีคย่อยเกิดขึ้นจริง ดังรูปที่ 4.13-4.18



รูปที่ 4.12 ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของฟิล์มแอนโนไดซ์จากกรณี $1\text{A}/\text{cm}^2$, $1\text{M H}_3\text{PO}_4$ และ $1.75\text{A}/\text{cm}^2$, 1M NaOH

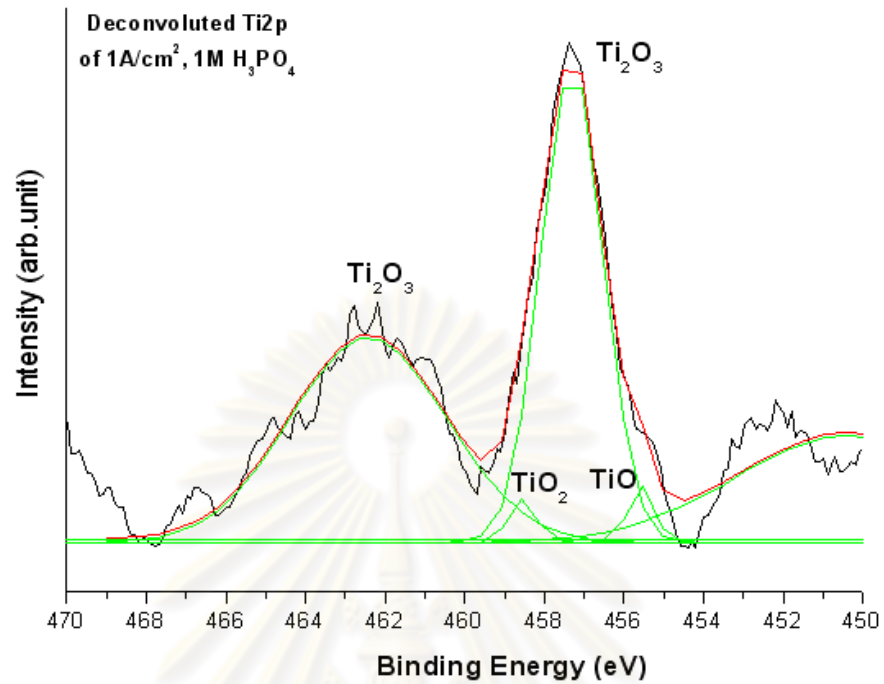
รูปที่ 4.13-4.18 แสดงระดับพลังงานยึดเหนี่ยวของ Ti 2P, O 1s และ C 1s จากเทคนิค XPS ของฟิล์มแอนโนไดซ์ที่เตรียมจากทั้งสองกรณีคือ 1.75 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในสารอิเล็กโทรไลต์ที่เป็นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และที่ 1 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตรในกรดฟอสฟอริก

รูปที่ 4.13 และ 4.14 พบว่า ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของ Ti $2\text{P}_{3/2}$ ของฟิล์มแอนโนไดซ์ที่เตรียมจาก $1\text{A}/\text{cm}^2$, $1\text{M H}_3\text{PO}_4$ ประกอบด้วย Ti_2O_3 , TiO_2 และ TiO ที่ค่าพลังงานยึดเหนี่ยว 457.30 458.54 และ 455.56 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ และ ฟิล์มแอนโนไดซ์ที่เตรียมจาก $1.75\text{A}/\text{cm}^2$ ใน

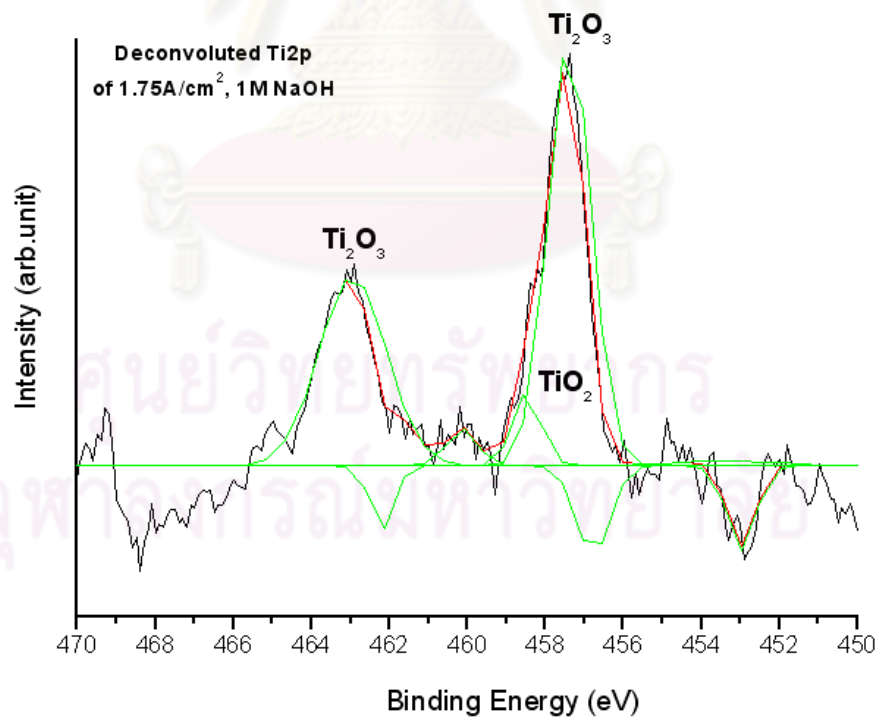
1M NaOH ประกอบด้วย Ti_2O_3 และ TiO_2 ที่ค่าพลังงานยึดเหนี่ยว 457.38 และ 458.48 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ ซึ่งผลที่ได้ก็สอดคล้องกับงานวิจัยของ Xia. Z และคณะ ดังแสดงในตารางที่ 4.3 และนอกจากนี้ยังพบว่า ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของ $Ti\ 2P_{1/2}$ ของฟิล์มแอนโนไดซ์ที่เตรียมจาก $1A/cm^2$, 1M H_3PO_4 ประกอบด้วย Ti_2O_3 ที่ค่าพลังงานยึดเหนี่ยว 462.43 อิเล็กตรอนโวลต์ และฟิล์มแอนโนไดซ์ที่เตรียมจาก $1.75A/cm^2$ ใน 1M NaOH ประกอบด้วย Ti_2O_3 ที่ค่าพลังงานยึดเหนี่ยว 462.94 อิเล็กตรอนโวลต์

จากผลการทดลองที่ได้ แสดงให้เห็นว่า ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ต่ำนี้สามารถทำให้เกิดฟิล์ม Ti_2O_3 ขึ้นได้ เนื่องจากเมื่อพิจารณาจากการจัดเรียงอิเล็กตรอนของโลหะไทเทเนียมแล้ว พบว่าการเกิดฟิล์ม Ti_2O_3 นั้น เกิดจากการที่โลหะไทเทเนียมเสียอิเล็กตรอนไป 3 ตัว ทำให้ลักษณะการจัดเรียงอิเล็กตรอนจึงเป็น $1s^2, 2s^2, 2p^6, 3s^2, 3p^6, 3d^1, 4s^0$ ⁽³⁴⁾ ดังนั้นในการที่เราป้อนค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ต่ำนี้จึงมีพลังงานที่มากพอที่จะทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกไปได้ถึง 3 ตัว ทำให้เกิดเป็นฟิล์ม Ti_2O_3 ขึ้นได้ แต่ก็ยังมีพลังงานไม่มากพอที่จะทำให้อิเล็กตรอนสามารถหลุดออกไปได้ทั้ง 4 ตัวเหมือนดังเช่นกรณี TiO_2 ซึ่งการที่จะเกิด TiO_2 ได้นั้นจะต้องทำให้โลหะไทเทเนียมเสียอิเล็กตรอนไป 4 ตัว ลักษณะการจัดเรียงอิเล็กตรอนจึงเป็น $1s^2, 2s^2, 2p^6, 3s^2, 3p^6, 3d^0, 4s^0$ ⁽³⁴⁾ ซึ่งการที่จะทำให้เกิด TiO_2 ได้นั้น จะต้องใช้ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าหรือความหนาแน่นไฟฟ้าที่สูงจึงจะสามารถเกิดได้ ดังนั้น ในงานวิจัยนี้จากการศึกษาที่ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่ำ จึงไม่พบว่าเกิดเฟส TiO_2 เป็นเฟสหลัก แต่พบว่าเกิดเฟส Ti_2O_3 เป็นเฟสหลัก ซึ่งเกิดรวมอยู่กับ TiO_2 และ TiO และเมื่อพิจารณาจากการเกิดจากเฟสที่มีความเป็นออกไซด์ต่ำไปจนถึงเฟสที่มีความเป็นออกไซด์สูง ⁽¹⁸⁾ เช่น $Ti + O \rightarrow Ti(O) \rightarrow Ti_6O \rightarrow Ti_3O \rightarrow Ti_2O \rightarrow TiO \rightarrow Ti_2O_3 \rightarrow Ti_3O_5 \rightarrow TiO_2$ จากผลที่ได้ แสดงให้เห็นว่า การใช้ความหนาแน่นกระแสที่ต่ำ ยังไม่สามารถที่จะทำให้อิเล็กตรอนหลุด แล้วเกิดเป็นเฟสซึ่งเสถียรที่สุดได้ ทำได้เพียงทำให้อิเล็กตรอนหลุดไป 3 ตัว จึงเกิดเพียง Ti_2O_3 เกิดขึ้น

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

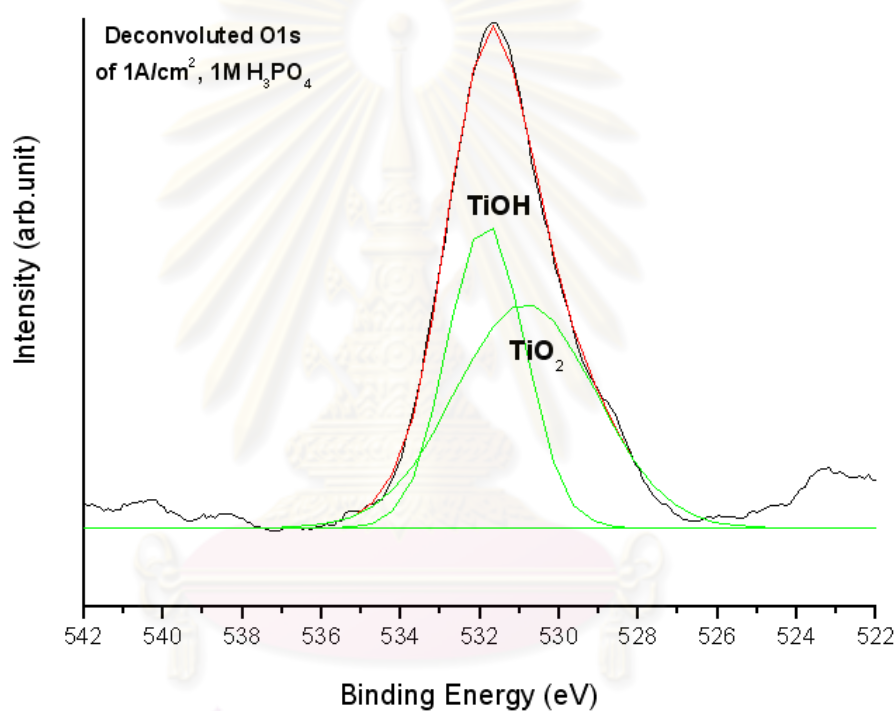


รูปที่ 4.13 ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของ Ti2p (1A/cm², 1M H₃PO₄)



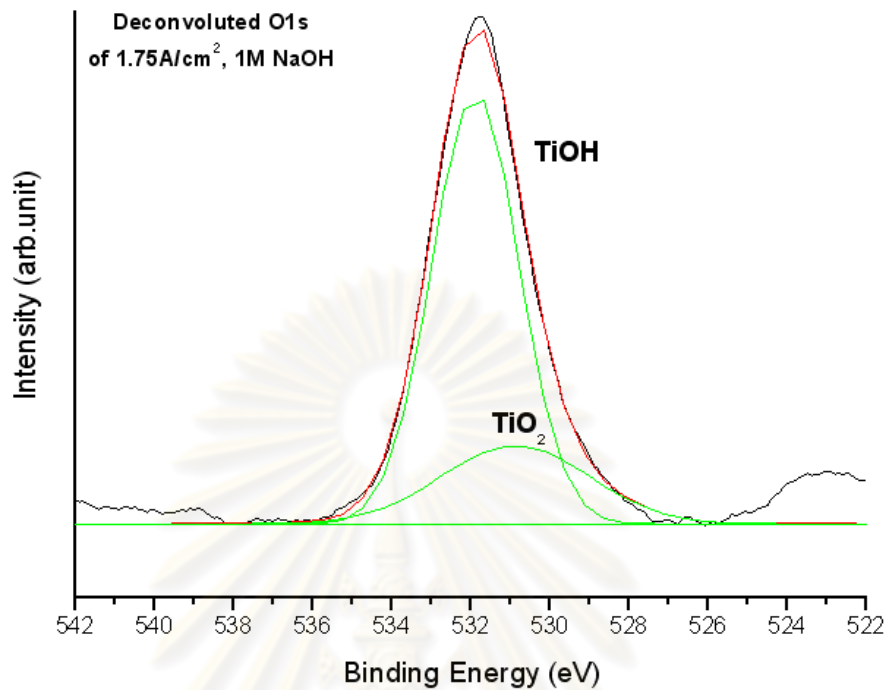
รูปที่ 4.14 ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของ Ti2p (1.75A/cm², 1M NaOH)

รูปที่ 4.15 และ 4.16 พบว่า ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของ O1s ของฟิล์มแอโนไดซ์ที่เตรียมจาก $1\text{A}/\text{cm}^2$, $1\text{M H}_3\text{PO}_4$ ประกอบด้วย TiOH และ TiO_2 ที่ค่าพลังงานยึดเหนี่ยว 531.85 และ 530.86 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ และฟิล์มแอโนไดซ์ที่เตรียมจาก $1.75\text{A}/\text{cm}^2$ ใน 1M NaOH ประกอบด้วย TiOH และ TiO_2 เช่นกันกับกรณี $1\text{A}/\text{cm}^2$, $1\text{M H}_3\text{PO}_4$ ที่ค่าพลังงานยึดเหนี่ยว 531.88 และ 530.88 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ ซึ่งพีคของหมู่ Ti-OH ที่เกิดขึ้นนี้ เกิดขึ้นระหว่างขั้นตอนการทำแอโนไดซ์⁽⁴⁸⁾



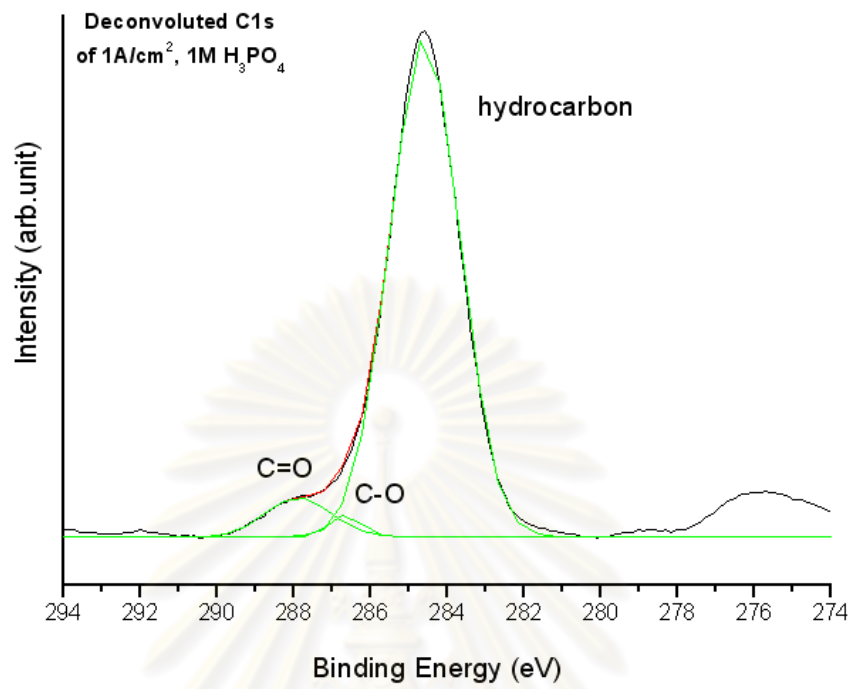
รูปที่ 4.15 ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของ O1s ($1\text{A}/\text{cm}^2$, $1\text{M H}_3\text{PO}_4$)

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

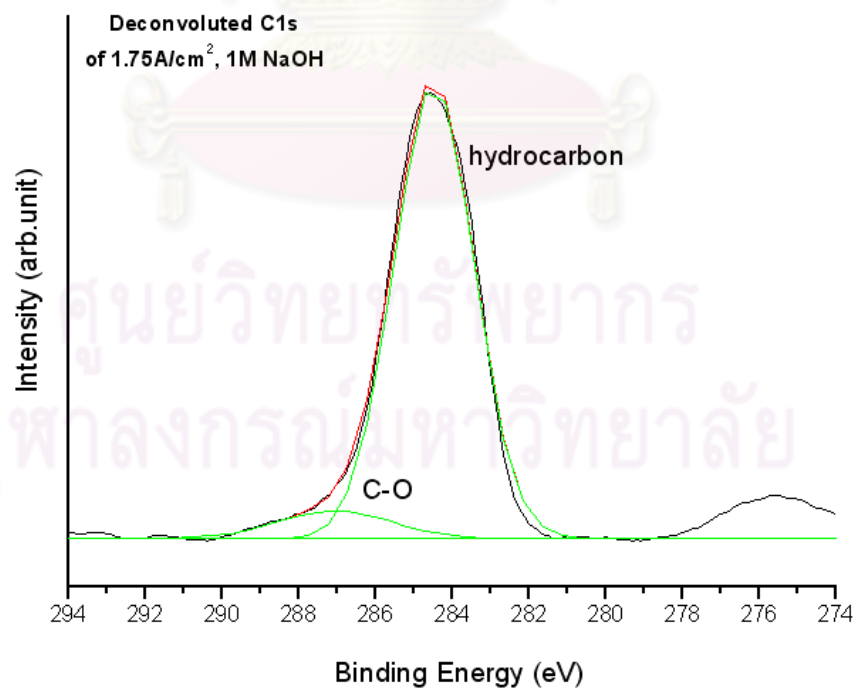


รูปที่ 4.16 ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของ O1s ($1.75\text{A}/\text{cm}^2$, 1M NaOH)

รูปที่ 4.17 และ 4.18 พบว่า ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของ C1s ของฟิล์มแอนโนไดซ์ที่เตรียมจาก $1\text{A}/\text{cm}^2$, $1\text{M H}_3\text{PO}_4$ ประกอบด้วย hydrocarbon, C-O และ C=O ที่ค่าพลังงานยึดเหนี่ยว 284.59, 286.66 และ 287.87 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ และ ฟิล์มแอนโนไดซ์ที่เตรียมจาก $1.75\text{A}/\text{cm}^2$ ใน 1M NaOH ประกอบด้วย hydrocarbon และ C-O ที่ค่าพลังงานยึดเหนี่ยว 284.48 และ 287.06 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ ซึ่งฟีดคาร์บอนที่เกิดขึ้นนี้ เกิดจากสิ่งเจือปนที่มาจากสิ่งแวดล้อมภายนอก ซึ่งอาจจะเกิดขึ้นในระหว่างการทำการทดลองหรือในระหว่างที่มีหยิบจับชิ้นงาน แต่การเกิดขึ้นของฟีดคาร์บอนนี้ไม่มีผลใดๆต่อการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของฟิล์มแอนโนไดซ์ที่เกิดขึ้น⁽⁸⁾



รูปที่ 4.17 ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของ C1s ($1A/cm^2$, $1M H_3PO_4$)



รูปที่ 4.18 ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของ C1s ($1.75A/cm^2$, $1M NaOH$)

หลังการวิเคราะห์ด้วย XPS แล้วพบว่า ฟิล์มแอกไซด์ที่เกิดขึ้น ประกอบด้วย Ti_2O_3 เป็นหลัก สาเหตุที่ผลการวิเคราะห์จากผลของ XRD และ XPS ที่ได้พบว่าไม่สอดคล้องกันนั้น เนื่องจากเมื่อเราพิจารณาจากข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data หมายเลข JCPDS 00-008-0386 พบว่า พีคของ TiO ก็ไม่ได้ตรงทุกตำแหน่ง ดังนั้นจึงอาจเป็นไปได้ที่อาจจะเกิด Ti_2O_3 ขึ้นได้

ดังนั้น สมบัติความชอบน้ำของฟิล์มแอกไซด์ที่เกิดขึ้นก่อนการฉายยูวี เป็นผลเนื่องมาจากลักษณะพื้นผิวที่มีความขรุขระ ซึ่งเห็นได้จากลักษณะพื้นผิวที่ได้จากผลการวิเคราะห์ SEM และ SPM ที่มีความสอดคล้องกัน ส่วนสมบัติความชอบน้ำของฟิล์มแอกไซด์ที่เกิดขึ้นหลังการฉายยูวี เป็นผลเนื่องมาจากลักษณะพื้นผิวที่มีความขรุขระและองค์ประกอบทางเคมีที่เกิดขึ้น ซึ่งจะพบว่าในกรณีที่ปรับผิวโดยใช้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า $1A/cm^2$ ในกรวดฟอสฟอริก พบว่าประกอบด้วย Ti_2O_3 , TiO_2 และ TiO แต่ในกรณี $1.75A/cm^2$ ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ประกอบด้วย Ti_2O_3 เกิดรวมอยู่กับ TiO_2 โดยคาดว่า TiO ที่เกิดรวมอยู่กับ Ti_2O_3 และ TiO_2 ในฟิล์มแอกไซด์นี้มีส่วนร่วมทำให้มีมุมสัมผัสกับน้ำลดลงอย่างมีนัยสำคัญ จึงแสดงสมบัติความชอบน้ำมากขึ้นหลังการกระตุ้นด้วยยูวี

จากงานวิจัยของ Botha, S. J. หลังการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีแล้ว พบว่า ออกไซด์ที่เกิดบนพื้นผิวของโลหะไทเทเนียม ส่วนใหญ่ประกอบด้วย Ti_2O_3 ที่ค่าพลังงานยึดเหนี่ยว 462.5 อิเล็กตรอนโวลต์ ประมาณ 83.38% และ TiO ที่ค่าพลังงานยึดเหนี่ยว 461.3 อิเล็กตรอนโวลต์ ประมาณ 10.05% หลังจากนั้นได้เขาได้นำไปทดสอบเซลล์ ก็พบว่า เซลล์สามารถเกิดการแผ่ได้บริเวณพื้นผิวของโลหะไทเทเนียม⁽⁴⁹⁾ ดังนั้น การที่ฟิล์มแอกไซด์เกิดเฟส Ti_2O_3 ก็อาจจะเป็นปัจจัยหนึ่งที่ช่วยให้เซลล์สามารถแผ่ได้บนผิวของโลหะผสมไทเทเนียม

4.7. ผลการวิเคราะห์ปัจจัย

จากผลการศึกษาสมบัติความชอบน้ำของฟิล์มแอกไซด์ของงานวิจัยนี้ พบว่า

- (1) ปัจจัยที่มีผลต่อสมบัติความชอบน้ำของฟิล์มแอกไซด์ ก่อนการกระตุ้นด้วยยูวี คือ ลักษณะพื้นผิวที่มีความขรุขระ
- (2) ปัจจัยที่มีผลต่อสมบัติความชอบน้ำของฟิล์มแอกไซด์ หลังการกระตุ้นด้วยยูวี คือ การใช้กรวดฟอสฟอริกเป็นอิเล็กโทรไลต์เพื่อที่ทำให้โลหะผสมไทเทเนียมเกิดฟิล์มแอกไซด์ แสดงสมบัติความชอบน้ำมากขึ้นอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติทั้งก่อนและหลังการฉายยูวี โดยคาดว่า TiO ที่เกิดรวมอยู่กับ Ti_2O_3 และ TiO_2 ในฟิล์มแอกไซด์ที่เตรียมจากการใช้ค่าความหนาแน่น

กระแสไฟฟ้า 1 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในกรดฟอสฟอริกนี้มีส่วนร่วมทำให้มีมุมสัมผัสกับน้ำลดลงอย่างมีนัยสำคัญ จึงแสดงสมบัติความชอบน้ำมากขึ้นหลังการกระตุ้นด้วยยูวีนาน 2 ชั่วโมง



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ

5.1. สรุปผลการวิจัย

ในงานวิจัยนี้มุ่งเน้นที่จะทำการศึกษสมบัติความชอบน้ำของฟิล์มแอนโนไดซ์ ก่อนและหลังการฉายยูวี โดยคาดหวังว่า หลังการกระตุ้นด้วยยูวีแล้ว ความชอบน้ำของฟิล์มแอนโนไดซ์จะเพิ่มมากขึ้น ซึ่งให้ผลการทดลองดังนี้

(1) ในกรณีทำแอนโนไดซ์ในกรดฟอสฟอริก ที่ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร พบว่า ค่ามุมสัมผัสกับน้ำลดลงอย่างมีนัยสำคัญเมื่อเทียบก่อนการทำแอนโนไดซ์ เนื่องจากฟิล์มแอนโนไดซ์มีลักษณะพื้นผิวที่ขรุขระ และมุมสัมผัสกับน้ำมีค่าลดลงอย่างมีนัยสำคัญ หลังการฉายยูวี เนื่องจาก พบเฟส Ti_2O_3 เกิดรวมอยู่กับ TiO และ TiO_2 แสดงว่า ในกรณีนี้หลังการกระตุ้นด้วยยูวีมีผลทำให้เกิดความชอบน้ำมากขึ้น ส่วนในกรณีที่ทำแอนโนไดซ์ในโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1.75 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร พบว่า ค่ามุมสัมผัสกับน้ำลดลงอย่างมีนัยสำคัญเมื่อเทียบก่อนการทำแอนโนไดซ์ เนื่องจากลักษณะพื้นผิวมีความขรุขระมากขึ้นภายหลังการทำแอนโนไดซ์ แต่ไม่พบเฟส TiO รวมอยู่กับ TiO_2 และ Ti_2O_3 ทำให้หลังการฉายยูวี ค่ามุมสัมผัสกับน้ำลดลง แสดงสมบัติความชอบน้ำมากขึ้นแต่ไม่มีความแตกต่างทางสถิติ จากผลที่ได้แสดงให้เห็นว่า TiO ที่เกิดรวมอยู่กับ TiO_2 และ Ti_2O_3 มีส่วนร่วมทำให้เกิดความชอบน้ำมากขึ้นภายหลังการฉายยูวีนาน 2 ชั่วโมง โดยที่ยูวีไม่ได้มีผลทำให้เฟสองค์ประกอบและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มแอนโนไดซ์เกิดการเปลี่ยนแปลง

(2) ในกรณีทำแอนโนไดซ์ในกรดฟอสฟอริก ที่ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า 2 โวลต์ และในโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า 0.5 โวลต์ พบว่า ค่ามุมสัมผัสกับน้ำลดลงอย่างมีนัยสำคัญเมื่อเทียบก่อนการทำแอนโนไดซ์ เนื่องจากลักษณะพื้นผิวมีความขรุขระ และหลังการฉายยูวี พบว่า มุมสัมผัสกับน้ำลดลง จึงแสดงสมบัติความชอบน้ำมากขึ้น แต่ไม่มีความแตกต่างทางสถิติ

5.2. ข้อเสนอแนะ

ในงานวิจัยนี้ สามารถทำการปรับปรุงให้ดีขึ้น ดังนี้

- (1) จากงานวิจัยที่ผ่านมา พบว่า การที่พบเฟส Ti_2O_3 ที่ค่าพลังงานยึดเหนี่ยว 462.5 อิเล็กตรอนโวลต์ เซลล์สามารถเกิดการแผ่ได้บริเวณพื้นผิวของโลหะไทเทเนียม ซึ่งจากผลการทดลองที่ได้ก็พบว่า ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวที่ได้ก็มีค่าใกล้เคียงกัน ดังนั้น จึงอาจเป็นไปได้ที่ในกรณีที่มีการป้อนค่ากระแสไฟฟ้าที่ต่ำนี้เซลล์จะสามารถแผ่ได้บนชิ้นงานได้
- (2) ควรจะมีการทดลองในสารละลาย Simulated Body Fluid (SBF) ซึ่งถูกใช้แทนสภาวะจำลองภายในร่างกายมนุษย์ เนื่องจากความเข้มข้นของไอออนในสารละลาย SBF นี้มีค่าความเข้มข้นของไอออนต่างๆ เท่ากับที่พบในน้ำเลือดในร่างกายของมนุษย์ เพื่อทดสอบว่า ชิ้นงานโลหะผสมไทเทเนียมที่ผ่านการปรับปรุงผิวด้วยวิธีแอโนไดซ์เกิดสมบัติ bioactivity หรือไม่

รายการอ้างอิง

- (1) Liang, B., Fujibayashi, S., Neo, M., Tamura, J., Kim, H. M., Uchida, M., Kokubo, T., and Nakamura, T. Histological and mechanical investigation of the bone-bonding ability of anodically oxidized titanium in rabbits. Biomaterials 24 (December 2003): 4959-4966.
- (2) Byon, E., Moon, S., Cho, S. B., Jeong, C. Y., Jeong, Y., and Sul, Y. T. Electrochemical property and apatite formation of metal ion implanted titanium for medical implants. Surface & Coatings Technology 200 (October 2005): 1018-1021.
- (3) Narayanan, R., and Seshadri, S. K. Phosphoric acid anodization of Ti-6Al-4V - Structural and corrosion aspects. Corrosion Science 49 (February 2007): 542-558.
- (4) Kuromoto, N. K., Simao, R. A., and Soares, G. A. Titanium oxide films produced on commercially pure titanium by anodic oxidation with different voltages. Materials Characterization 58 (February 2007): 114-121.
- (5) Cui, X., Kim, H. M., Kawashita, M., Wang, L., Xiong, T., Kokubo, T., and Nakamura, T. Preparation of bioactive titania films on titanium metal via anodic oxidation. Dental Materials 25 (January 2009): 80-86.
- (6) Yang, B. C., Uchida, M., Kim, H. M., Zhang, X. D., and Kokubo, T. Preparation of bioactive titanium metal via anodic oxidation treatment. Biomaterials 25 (March 2004): 1003-1010.
- (7) Le Guehennec, L., Soueidan, A., Layrolle, P., and Amouriq, Y. Surface treatments of titanium dental implants for rapid osseointegration. Dental Materials 23 (July 2007): 844-854.
- (8) Sul, Y. T., Johansson, C. B., Petronis, S., Krozer, A., Jeong, Y., Wennerberg, A., and Albrektsson, T. 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 23 (January 2002): 491-501.

- (9) Huang, H.-H., and Lee, T.-H. Electrochemical impedance spectroscopy study of Ti-6Al-4V alloy in artificial saliva with fluoride and/or bovine albumin. Dental Materials 21 (August 2005): 749-755.
- (10) Guo, L., Wu, H., Liu, X., Zhu, Y., Gao, J., and Guo, T. Effect of fluoride corrosion on the bonding strength of Ti-porcelain under static loads. Materials Letters 63 (November 2009): 2486-2488.
- (11) Huang, H.-H. Effect of fluoride and albumin concentration on the corrosion behavior of Ti-6Al-4V alloy. biomaterials 24 (January 2003): 275-282.
- (12) Lee, T. H., Wang, C. C., Huang, T. K., Chen, L. K., Chou, M. Y., and Huang, H. H. Corrosion resistance of titanium-containing dental orthodontic wires in fluoride-containing artificial saliva. Journal of Alloys and Compounds 488 (November 2009): 482-489.
- (13) Jeong, Y. H., Lee, K., Choe, H. C., Ko, Y. M., and Brantley, W. A. Nanotube formation and morphology change of Ti alloys containing Hf for dental materials use. Thin Solid Films 517 (July 2009): 5365-5369.
- (14) Sonoda, T., and Kato, M. Effects of discharge voltage on Ti-O film formation on Ti-6Al-4V alloy by reactive DC sputtering. Thin Solid Films 303 (July 1997): 196-199.
- (15) Guillemot, F., Porte, M. C., Labrugere, C., and Baquey, C. Ti^{4+} to Ti^{3+} conversion of TiO_2 uppermost layer by low-temperature vacuum annealing: Interest for titanium biomedical applications. Journal of Colloid and Interface Science 255 (November 2002): 75-78.
- (16) Kang, B. S., Sul, Y. T., Oh, S. J., Lee, H. J., and Albrektsson, T. XPS, AES and SEM analysis of recent dental implants. Acta Biomaterialia 5 (July 2009): 2222-2229.
- (17) Sul, Y. T., Johansson, C. B., Jeong, Y., and Albrektsson, T. The electrochemical oxide growth behaviour on titanium in acid and alkaline electrolytes. Medical Engineering & Physics 23 (June 2001): 329-346.
- (18) Oshida, Y. Bioscience and Bioengineering of Titanium Materials. Oxford: Elsevier BV, 2007.

- (19) Elias, C. N., Oshida, Y., Lima, J. H. C., and Muller, C. A. Relationship between surface properties (roughness, wettability and morphology) of titanium and dental implant removal torque. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials 1 (July 2008): 234-242.
- (20) Huang, P., Wang, F., Xu, K. W., and Han, Y. Mechanical properties of titania prepared by plasma electrolytic oxidation at different voltages. Surface & Coatings Technology 201 (February 2007): 5168-5171.
- (21) Song, H. J., Park, S. H., Jeong, S. H., and Park, Y. J. Surface characteristics and bioactivity of oxide films formed by anodic spark oxidation on titanium in different electrolytes. Journal of Materials Processing Technology 209 (January 2009): 864-870.
- (22) Ibrahim, M. A. M., Pongkao, D., and Yoshimura, M. The electrochemical behavior and characterization of the anodic oxide film formed on titanium in NaOH solutions. Journal Solid State Electrochem 6 (2002): 341-350.
- (23) รากเทียมสตรอมแมน เอสแอลเอแอกทีฟ Straumann SLActive[Online]. Available from: Source :http://www.bangkokdentalhospital.com/implant_straumann_slactive_thai.html [2010, May 28]
- (24) Osseointegration[Online]. Available from: http://dentalimplants.uchc.edu/about/surgery_osseointegration.html [2010, February 9]
- (25) Osseointegration[Online]. Available from: <http://www.branemark.se/Osseointegration.html> [2010, June 15]
- (26) GLAETZER, S. Mark armed with belief[Online]. 2009. Available from: http://www.themercury.com.au/article/2009/02/13/55201_tasmania-news.html [2010, July 31]
- (27) ทำความเข้าใจรากฟันเทียม[Online]. Available from: <http://www.kingdomplaza.com/article/health/news.php?nid=156> [2010, February 1]
- (28) hydrophilic substances[Online]. Available from: <http://academic.brooklyn.cuny.edu/biology/bio4fv/page/hydrophi.htm> [2010, February 10]
- (29) ทบวงมหาวิทยาลัย. เคมี เล่ม 1. กรุงเทพมหานคร: อักษรเจริญทัศน์, 2541.

- (30) Quere, D. Rough ideas on wetting. Physica A 313 (2002): 32-46.
- (31) Lotus Effect[Online]. Available from: http://www.electron.rmutphysics.com/teaching-glossary/index.php?option=com_content&task=view&id=4493&Itemid=3 [2010, january 18]
- (32) Liu, X., Chu, P. K., and Ding, C. Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications Materials Science and Engineering: R: Reports 47 (December 2004): 49-121.
- (33) ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ. ไทเทเนียม: ยอดโลหะอุตสาหกรรม [Online]. Available from: http://www.mtec.or.th/index.php?option=com_content&task=view&id=421&Itemid=36 [2009, December 25]
- (34) Zhu, X. Nano Hydroxyapatite/Collagen, Nano Hydroxyapatite and Anodic Oxides on Titanium Preparation, Characterization and Biological Responses. (2005): 1-22.
- (35) Suzuki, T., and Souda, R. TiO epitaxial film growth on MgO(001) and its surface structural analysis Surface Science 445 (January 2000): 506-511.
- (36) Comini, E., Sberveglieri, G., Ferroni, M., Guidi, V., and Martinelli, G. NO₂ monitoring with a novel p-type material: TiO Sensors and Actuators B: Chemical 68 (August 2000): 175-183.
- (37) Assim, E. M. Optical constants of titanium monoxide TiO thin films. Journal of Alloys and Compounds 465 (October 2008): 1-7.
- (38) ลาวัลย์ ศรีพงษ์. การวิเคราะห์เชิงเคมีไฟฟ้า. นครปฐม: คณะเภสัชศาสตร์และโรงพยาบาล มหาวิทยาลัยศิลปากร วิทยาเขตพระราชวังสนามจันทร์, 2543.
- (39) Aita, H., Hori, N., Takeuchi, M., Suzuki, T., Yamada, M., Anpo, M., and Ogawa, T. The effect of ultraviolet functionalization of titanium on integration with bone. Biomaterials 30 (February 2009): 1015-1025.
- (40) Fujishima, A., Hashimoto, K., and Watanabe, T. TiO₂ Photocatalysis Fundamentals and Application. Tokyo: Bkc, Inc., 1999.
- (41) รังสีอัลตราไวโอเล็ต [Online]. Available from: <http://th.wikipedia.org/wiki/%E0%B8%A3%E0%B8%B1%E0%B8%87%E0%B8%AA%E0%B8%B5%E0%B8%AD%E0%B8%B1%E0%B8%A5%E0%B8%95%E0%B8%A3%E0%B8%B2%E0>

%B9%84%E0%B8%A7%E0%B9%82%E0%B8%AD%E0%B9%80%E0%B8%A5
%E0%B8%95 [2010, March 5]

- (42) Bard, A. J. Encyclopedia of electrochemistry of the elements New York: Marcel Dekker, 1976.
- (43) Smith, W., and Hashemi, J. Foundations of Materials Science and Engineering 4th edition. Bangkok: Mc Graw Hill Education, 2008.
- (44) Caputo, G., Nobile, C., Buonsanti, R., Kipp, T., Manna, L., Cingolani, R., Cozzoli, P. D., and Athanassiou, A. Determination of surface properties of various substrates using TiO₂ nanorod coatings with tunable characteristics. J Mater Sci 43 (march 2008): 3474-3480.
- (45) Narayanan, R., and Seshadri, S. K. Point defect model and corrosion of anodic oxide coatings on Ti-6Al-4V. Corrosion Science 50 (June 2008): 1521-1529
- (46) Han, Y., Chen, D. H., Sun, J. F., Zhang, Y. M., and Xu, K. W. UV-enhanced bioactivity and cell response of micro-arc oxidized titania coatings. Acta Biomaterialia 4 (September 2008): 1518-1529.
- (47) Han, Y., Yan, Y. Y., and Lu, C. G. Ultraviolet-enhanced bioactivity of ZrO₂ films prepared by micro-arc oxidation. Thin Solid Films 517 (2009): 1577-1581.
- (48) Xia, Z. B., Nanjo, H., Tetsuka, H., Ebina, T., Izumisawa, M., Fujimura, M., and Onagawa, J. Crystallization of the anodic oxide on titanium in sulphuric acids solution at a very low potential. Electrochemistry Communications 9 (2007): 850-856.
- (49) Botha, S. J. Surface properties and bio-acceptability of Ti₂O₃ surfaces. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 243 (1998): 221-230.



ภาคผนวก

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ก

ตารางที่ ก- 1 แสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Ti ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data (PCPDFWIN) หมายเลข JCPDS 00-001-1198

Pattern : 00-001-1198		Radiation = 1.540598		Quality : Deleted		
Ti		2th	i	h	k	l
		35.308	27	1	0	0
		38.439	20	0	0	2
Titanium		40.416	100	1	0	1
		53.211	13	1	0	2
		63.204	13	1	1	0
		70.785	13	1	0	3
		73.997	1	2	0	0
		76.084	11	1	1	2
		77.549	5			
Lattice : Hexagonal		Mol. weight = 47.90				
S.G. : P63/mmc (194)		Volume [CD] = 34.48				
a = 2.92000	Z = 2	Dx = 4.613				
c = 4.67000		Dm = 4.500				
Deleted and rejected by: Deleted by NBS. Color: White Melting point: 1820 Data collection flag: Ambient.						
Hanawalt et al., Anal. Chem., volume 10, page 475 (1938)						
Radiation : MoK α		Filter : Beta				
Lambda : 0.70900		d-sp : Not given				
SS/FOM : F8= 7(0.1580,7)						

ตารางที่ ก- 2 แสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ TiO ซึ่ง เป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data หมายเลข JCPDS 00-008-0386

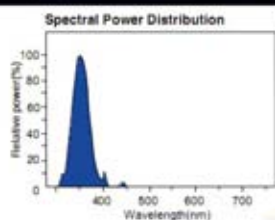
Pattern : 00-008-0386		Radiation = 1.540598		Quality : Deleted		
δ -TiO		2th	i	h	k	l
Titanium Oxide		36.282	100	2	0	1
		37.884	100	2	1	0
		38.714	40			
		43.961	40	1	0	3
		48.541	60	2	2	0
		50.524	20	2	2	1
		53.345	100	3	0	1
		55.477	20	0	0	4
		65.084	100	2	2	3
		66.017	100	2	0	4
		67.528	20	3	0	3
		73.132	20	4	1	0
		76.663	100	2	2	4
		78.382	20	3	0	4
		80.597	40	4	2	0
		88.694	60	3	2	4
		98.869	60	5	0	2
		100.900	60	5	1	2
Lattice : Tetragonal		Mol. weight = 63.90				
S.G. : P (0)		Volume [CD] = 188.99				
a = 5.33300	Z = 8	Dx = 4.492				
c = 6.64500						
Deleted and rejected by: Delete: Weissmann February 1, 1961 (for Set 12).						
General comments: The δ phase exists at 15-23 wt.% oxygen on long term annealing.						
Data collection flag: Ambient.						
Bumps et al., Trans. Am. Soc. Met., volume 45, page 1008 (1953)						
Radiation :		Filter : Not specified				
SS/FOM : F17= 1(0.1950,81)		d-sp : Not given				

ภาคผนวก ข



BLACK LIGHT BLUE FLUORESCENT LAMPS **BL-B**

Designed to emit only near ultraviolet rays, black light blue fluorescent lamps are made of special glass tubes that do not allow visible light to pass through.



Model	Category	Size Classification (W)	Nominal Wattage (W)	Dimension (mm)			Ultraviolet Radiation Output (W)	Average Life (Hrs)	Base
				Diameter	Outer Diameter	Length			
FL4BL-B	J	4	4	15.5	—	134.5	0.25	2,000	Med. bipin (G13)
FL6BL-B	J	6	6	15.5	—	210.5	0.6	2,000	
FL8BL-B	J	8	8	15.5	—	287	1.0	2,000	
FL15BL-B	J	15	15	25.5	—	436	2.1	3,500	
FL40SBL-B	J	40	40	32.5	—	1,198	7.4	5,000	

รูปที่ ข- 1 แสดงสเปกตรัมของหลอดยูวีที่ใช้

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ค

ตารางที่ ค- 1 ผลการวัดมุมสัมผัสกับน้ำของชิ้นงานโลหะผสมไทเทเนียมก่อนทำแอนโนไดซ์

ชิ้น ตัวอย่าง ที่	ค่ามุมสัมผัสกับน้ำ					เฉลี่ย	ค่า เบี่ยงเบน มาตรฐาน
1	76	76	74	76	80	76.4	2.19089
2	78	80	80	78	78	78.8	1.095445
3	76	78	78	80	78	78	1.414214
4	80	84	80	78	80	80.4	2.19089
5	78	84	82	80	80	80.8	2.280351

ตารางที่ ค- 2 ผลการวัดมุมสัมผัสกับน้ำของฟิล์มแอนโนไดซ์ ($1A/cm^2$, $1M H_3PO_4$) ก่อนการ
กระตุ้นด้วยยูวี

ชิ้น ตัวอย่าง ที่	ค่ามุมสัมผัสกับน้ำ					เฉลี่ย	ค่า เบี่ยงเบน มาตรฐาน
1	72	70	72	72	72	71.6	0.894427
2	74	72	70	72	68	71.2	2.280351
3	80	78	72	72	74	75.2	3.63318
4	70	68	74	72	70	70.8	2.280351
5	78	70	76	76	78	75.6	3.286335

ตารางที่ ค- 3 ผลการวัดมุมสัมผัสกับน้ำของฟิล์มแอโนไดซ์ ($1A/cm^2$, $1M H_3PO_4$) หลังการกระตุ้นด้วยยูวีนาน 1 ชั่วโมง

ชั้นตัวอย่างที่	ค่ามุมสัมผัสกับน้ำ					เฉลี่ย	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
1	68	70	70	62	72	68.4	3.847077
2	70	68	70	66	60	66.8	4.147288
3	70	72	74	68	72	71.2	2.280351
4	72	66	70	66	60	66.8	4.604346
5	64	68	66	68	66	66.4	1.67332

ตารางที่ ค- 4 ผลการวัดมุมสัมผัสกับน้ำของฟิล์มแอโนไดซ์ ($1A/cm^2$, $1M H_3PO_4$) หลังการกระตุ้นด้วยยูวีนาน 2 ชั่วโมง

ชั้นตัวอย่างที่	ค่ามุมสัมผัสกับน้ำ					เฉลี่ย	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
1	68	64	68	64	68	66.4	2.19089
2	66	60	70	68	68	66.4	3.847077
3	72	72	70	70	70	70.8	1.095445
4	66	70	68	70	68	68.4	1.67332
5	64	68	66	66	64	65.6	1.67332

ตารางที่ ค- 5 ผลการวัดมุมสัมผัสกับน้ำของฟิล์มแอโนไดซ์ (1.75 A/cm^2 , 1M NaOH) ก่อนการกระตุ้นด้วยยูวี

ชั้นตัวอย่างที่	ค่ามุมสัมผัสกับน้ำ					เฉลี่ย	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
1	80	80	76	80	78	78.8	1.788854
2	76	60	70	66	60	66.4	6.841053
3	74	70	72	74	74	72.8	1.788854
4	72	70	68	64	70	68.8	3.03315
5	80	72	76	70	70	73.6	4.335897

ตารางที่ ค- 6 ผลการวัดมุมสัมผัสกับน้ำของฟิล์มแอโนไดซ์ (1.75 A/cm^2 , 1M NaOH) หลังการกระตุ้นด้วยยูวีนาน 1 ชั่วโมง

ชั้นตัวอย่างที่	ค่ามุมสัมผัสกับน้ำ					เฉลี่ย	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
1	78	72	72	76	70	73.6	3.286335
2	66	64	62	62	62	63.2	1.788854
3	58	64	70	64	70	65.2	5.01996
4	68	66	60	66	60	64	3.741657
5	70	72	72	70	68	70.4	1.67332

ตารางที่ ค- 7 ผลการวัดมุมสัมผัสกับน้ำของฟิล์มแอโนไดซ์ (1.75 A/cm^2 , 1M NaOH) หลังการกระตุ้นด้วยยูวีนาน 2 ชั่วโมง

ชั้นตัวอย่างที่	ค่ามุมสัมผัสกับน้ำ					เฉลี่ย	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
1	74	72	76	70	68	72	3.162278
2	64	60	60	56	60	60	2.828427
3	70	58	58	62	56	60.8	5.585696
4	62	62	60	62	60	61.2	1.095445
5	60	62	68	64	66	64	3.162278

ตารางที่ ค- 8 ผลการวัดมุมสัมผัสกับน้ำของฟิล์มแอโนไดซ์ (2V , $1\text{M H}_3\text{PO}_4$) ก่อนการกระตุ้นด้วยยูวี

ชั้นตัวอย่างที่	ค่ามุมสัมผัสกับน้ำ					เฉลี่ย	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
1	60	68	64	66	66	64.8	3.03315
2	62	66	66	62	60	63.2	2.683282
3	68	60	62	60	60	62	3.464102
4	66	70	66	70	64	67.2	2.683282
5	80	78	80	80	78	79.2	1.095445

ตารางที่ ค- 9 ผลการวัดมุมสัมผัสกับน้ำของฟิล์มแอนโนไดซ์ (2V, 1M H₃PO₄) หลังการกระตุ้นด้วย
 ยูวีนาน 1 ชั่วโมง

ชั้น ตัวอย่าง ที่	ค่ามุมสัมผัสกับน้ำ					เฉลี่ย	ค่า เบี่ยงเบน มาตรฐาน
1	58	64	66	60	66	62.8	3.63318
2	66	64	62	62	64	63.6	1.67332
3	64	64	68	62	64	64.4	2.19089
4	70	66	60	64	60	64	4.242641
5	76	80	78	80	78	78.4	1.67332

ตารางที่ ค- 10 ผลการวัดมุมสัมผัสกับน้ำของฟิล์มแอนโนไดซ์ (2V, 1M H₃PO₄) หลังการกระตุ้น
 ด้วยยูวีนาน 2 ชั่วโมง

ชั้น ตัวอย่าง ที่	ค่ามุมสัมผัสกับน้ำ					เฉลี่ย	ค่า เบี่ยงเบน มาตรฐาน
1	70	62	64	62	64	64.4	3.286335
2	62	62	62	62	62	62	0
3	62	58	62	64	60	61.2	2.280351
4	68	64	62	64	60	63.6	2.966479
5	80	80	78	78	80	79.2	1.095445

ตารางที่ ค- 11 ผลการวัดมุมสัมผัสกับน้ำของฟิล์มแอนโนไดซ์ (0.5V, 1M NaOH) ก่อนการกระตุ้นด้วยยูวี

ชั้นตัวอย่างที่	ค่ามุมสัมผัสกับน้ำ					เฉลี่ย	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
1	70	60	66	62	58	63.2	4.816638
2	82	80	76	74	72	76.8	4.147288
3	72	62	62	66	66	65.6	4.09878
4	60	66	68	60	64	63.6	3.577709
5	64	60	62	64	62	62.4	1.67332

ตารางที่ ค- 12 ผลการวัดมุมสัมผัสกับน้ำของฟิล์มแอนโนไดซ์ (0.5V, 1M NaOH) หลังการกระตุ้นด้วยยูวีนาน 1 ชั่วโมง

ชั้นตัวอย่างที่	ค่ามุมสัมผัสกับน้ำ					เฉลี่ย	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
1	64	68	60	66	60	63.6	3.577709
2	66	70	70	72	70	69.6	2.19089
3	62	68	60	60	66	63.2	3.63318
4	68	66	66	56	58	62.8	5.403702
5	68	68	62	62	64	64.8	3.03315

ตารางที่ ค- 13 ผลการวัดมุมสัมผัสกับน้ำของฟิล์มแอโนไดซ์ (0.5V, 1M NaOH) หลังการกระตุ้นด้วยยูวีนาน 2 ชั่วโมง

ชั้นตัวอย่างที่	ค่ามุมสัมผัสกับน้ำ					เฉลี่ย	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
1	64	58	60	64	62	61.6	2.607681
2	76	66	62	70	68	68.4	5.176872
3	70	62	62	58	68	64	4.898979
4	64	64	60	64	60	62.4	2.19089
5	60	60	60	62	58	60	1.414214

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ง

ตารางที่ ง- 1 การวิเคราะห์ความแปรปรวนทางสถิติของค่ามุมสัมผัสกับน้ำก่อนการทำแอนโนไดซ์ เทียบกับหลังทำแอนโนไดซ์ (วิธีการควาโนสแตติก)

Post Hoc Tests

Multiple Comparisons

Dependent Variable: angle
Bonferroni

(I) anodize	(J) anodize	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
before gal	after gal (h3po4)	6.00000*	2.04535	.038	.3150	11.6850
	after gal (NaOH)	6.80000*	2.04535	.018	1.1150	12.4850
after gal (h3po4)	no uv gal	-6.00000*	2.04535	.038	-11.6850	-.3150
	after gal (NaOH)	.80000	2.04535	1.000	-4.8850	6.4850
after gal (NaOH)	no uv gal	-6.80000*	2.04535	.018	-12.4850	-1.1150
	after gal (h3po4)	-.80000	2.04535	1.000	-6.4850	4.8850

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

ตารางที่ ง- 2 การวิเคราะห์ความแปรปรวนทางสถิติของค่ามุมสัมผัสกับน้ำก่อนการฉายยูวีเทียบกับหลังฉายยูวี 1 และ 2 ชั่วโมง ($1A/cm^2$, $1M H_3PO_4$)

Post Hoc Tests

Multiple Comparisons

Dependent Variable: angle
Bonferroni

(I) anodize	(J) anodize	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
no UV H3PO4	UV1 H3PO4	4.96000*	1.35529	.010	1.1930	8.7270
	UV2 H3PO4	5.36000*	1.35529	.006	1.5930	9.1270
UV1 H3PO4	no UV H3PO4	-4.96000*	1.35529	.010	-8.7270	-1.1930
	UV2 H3PO4	.40000	1.35529	1.000	-3.3670	4.1670
UV2 H3PO4	no UV H3PO4	-5.36000*	1.35529	.006	-9.1270	-1.5930
	UV1 H3PO4	-.40000	1.35529	1.000	-4.1670	3.3670

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

ตารางที่ ง- 3 การวิเคราะห์ความแปรปรวนทางสถิติของค่ามุมสัมผัสกับน้ำก่อนการฉายยูวีเทียบกับหลังฉายยูวี 1 และ 2 ชั่วโมง ($1.75A/cm^2$, 1M NaOH)

Post Hoc Tests

Multiple Comparisons

Dependent Variable: angle
Bonferroni

(I) anodize	(J) anodize	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
no UV NaOH	UV1 NaOH	4.80000	2.99831	.406	-3.5337	13.1337
	UV2 NaOH	8.48000*	2.99831	.046	.1463	16.8137
UV1 NaOH	no UV naoh	-4.80000	2.99831	.406	-13.1337	3.5337
	UV2 NaOH	3.68000	2.99831	.730	-4.6537	12.0137
UV2 NaOH	no UV naoh	-8.48000*	2.99831	.046	-16.8137	-.1463
	UV1 NaOH	-3.68000	2.99831	.730	-12.0137	4.6537

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

ตารางที่ ง- 4 การวิเคราะห์ความแปรปรวนทางสถิติของค่ามุมสัมผัสกับน้ำก่อนการทำแอนโนไดซ์เทียบกับหลังการทำแอนโนไดซ์ (วิธีโพเทนชิโอสแตติก)

→ Post Hoc Tests

Multiple Comparisons

Dependent Variable: angle
Bonferroni

(I) anodize	(J) anodize	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
before poten	after poten (H3PO4)	11.60000*	3.40854	.016	2.1261	21.0739
	after poten (NaOH)	12.56000*	3.40854	.009	3.0861	22.0339
after poten (H3PO4)	no uv poten after poten (NaOH)	-11.60000*	3.40854	.016	-21.0739	-2.1261
		.96000	3.40854	1.000	-8.5139	10.4339
after poten (NaOH)	no uv poten after poten (H3PO4)	-12.56000*	3.40854	.009	-22.0339	-3.0861
		-.96000	3.40854	1.000	-10.4339	8.5139

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

ตารางที่ 5- การวิเคราะห์ความแปรปรวนทางสถิติของค่ามุมสัมผัสกับน้ำก่อนการฉายยูวีเทียบกับหลังฉายยูวี 1 และ 2 ชั่วโมง (2V, 1M H₃PO₄)

Post Hoc Tests

Multiple Comparisons

Dependent Variable: angle
Bonferroni

(I) anodize	(J) anodize	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
no UV H3PO4 poten	UV1 H3PO4 poten	.64000	4.42948	1.000	-11.6716	12.9516
	UV2 H3PO4 poten	1.20000	4.42948	1.000	-11.1116	13.5116
UV1 H3PO4 poten	no Uv h3po4 poten	-.64000	4.42948	1.000	-12.9516	11.6716
	UV2 H3PO4 poten	.56000	4.42948	1.000	-11.7516	12.8716
UV2 H3PO4 poten	no Uv h3po4 poten	-1.20000	4.42948	1.000	-13.5116	11.1116
	UV1 H3PO4 poten	-.56000	4.42948	1.000	-12.8716	11.7516

ตารางที่ 6- การวิเคราะห์ความแปรปรวนทางสถิติของค่ามุมสัมผัสกับน้ำก่อนการฉายยูวีเทียบกับหลังฉายยูวี 1 และ 2 ชั่วโมง (0.5V, 1M NaOH)

Post Hoc Tests

Multiple Comparisons

Dependent Variable: angle
Bonferroni

(I) anodize	(J) anodize	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
no UV NaOH poten	UV1 NaOH poten	1.52000	2.67691	1.000	-5.9204	8.9604
	UV2 NaOH poten	3.04000	2.67691	.835	-4.4004	10.4804
UV1 NaOH poten	no Uv naoh poten	-1.52000	2.67691	1.000	-8.9604	5.9204
	UV2 NaOH poten	1.52000	2.67691	1.000	-5.9204	8.9604
UV2 NaOH poten	no Uv naoh poten	-3.04000	2.67691	.835	-10.4804	4.4004
	UV1 NaOH poten	-1.52000	2.67691	1.000	-8.9604	5.9204

ภาคผนวก จ

ตารางที่ จ- 1 การทำ deconvolution फिल्मแอนโนไดซ์ที่สถานะ 2p O1s และ C1s ของ 1 แคมแปร์
ต่อตารางเซนติเมตร ในกรดฟอสฟอริก ที่ความเข้มข้น 1 โมลาร์

(ก)

Gauss(8) fit to Data1_H3P04:

Chi²/DoF 91.10665
R² 0.77787

Peak	Area	Center	Width	Height
1	156.63	450.38	5.6900	21.963
2	2.1147E14	7.0954E13	9.9969E13	1.6878
3	9.9062	455.56	0.67021	11.793
4	192.25	457.30	1.5575	98.483
5	7.9945	458.54	0.71837	8.8794
6	-7.7093E18	1.2388E18	1.1411E12	-5.3904E6
7	3.5164E26	4.9606E19	3.2382E18	8.6644E7
8	208.38	462.43	3.9430	42.166

Yoffset = 0

(ข)

Gauss(3) fit to Data1_01s:

Chi²/DoF 922.08709
R² 0.96229

Peak	Area	Center	Width	Height
1	48.736	531.70	0.0050512	7698.3
2	1271.2	530.86	3.5462	286.01
3	952.20	531.85	1.9481	390.00

Yoffset = 0

(ค)

Gauss(3) fit to Data1_C1s:

Chi²/DoF 918.68349
R² 0.98234

Peak	Area	Center	Width	Height
1	2406.2	284.59	1.8245	1052.3
2	49.986	286.66	0.85816	46.475
3	173.27	287.87	1.6907	81.772

Yoffset = 0

ตารางที่ ๑- 2 การทำ deconvolution พีลัมแอนโนไดซ์ที่สถานะ 2p O1s และ C1s ของ 1.75 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ความเข้มข้น 1 โมลาร์

(ก)

Gauss(8) fit to Data1_NaOH:

Chi²/DoF 21.41667
R² 0.81662

Peak	Area	Center	Width	Height
1	-9.6583	452.96	0.75100	-10.261
2	2.1181	453.36	2.6637	0.63447
3	-11.678	456.77	0.84278	-11.056
4	71.594	457.38	1.1033	51.774
5	8.0927	458.48	0.73356	8.8024
6	4.4632	460.14	0.77245	4.6102
7	-5.9300	462.19	0.61972	-7.6348
8	49.745	462.94	1.7186	23.095

Yoffset = 8.26875

(ข)

Gauss(3) fit to Data1_O1s:

Chi²/DoF 747.2959
R² 0.97197

Peak	Area	Center	Width	Height
1	497.26	530.88	3.7316	106.32
2	1.1401E15	1.2106E12	5.3416E15	0.17030
3	1621.7	531.88	2.2038	587.12

Yoffset = 0

(ค)

Gauss(3) fit to Data1_C1s:

Chi²/DoF 870.3746
R² 0.98297

Peak	Area	Center	Width	Height
1	2505.6	284.48	2.0913	955.97
2	215.01	287.06	2.9489	58.177
3	0.032262	237.23	0.0074527	3.4540

Yoffset = 0

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวพนาวรรณ หวังดี เกิดวันที่ 5 มีนาคม พ.ศ. 2528 ที่จังหวัดอุบลราชธานี สำเร็จ การศึกษาระดับปริญญาตรี หลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต จากสาขาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น ในปี 2551 และได้เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปี 2551 และสำเร็จการศึกษาในปี 2553

ในระหว่างการศึกษาระดับบัณฑิตศึกษานั้น ได้มีโอกาสไปนำเสนอผลงานทางวิชาการใน รูปแบบโปสเตอร์ ในการประชุมทางวิชาการ Pure and Applied Chemistry International Conference (PACCON 2010) ระหว่างวันที่ 21-23 มกราคม พ.ศ. 2553 จัดโดย คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี และนำเสนอผลงานแบบ Oral presentation ในการ ประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีเพื่อเยาวชน ครั้งที่ 5 ณ ศูนย์นิทรรศการและการ ประชุมไบเทค บางนา กรุงเทพมหานคร ระหว่างวันที่ 19-20 มีนาคม 2553 จัดโดย สถาบันส่งเสริม การสอนวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี (สสวท.) ร่วมกับคณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และสำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ (สวทช.)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย