การเกิดฟิล์มบางแคลเซียมฟอสเฟตบนไททาเนียมซับสเตรตโดยวิธีเคมีไฟฟ้า

นางสาว อาจริยา รักงาม

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2547

ISBN 974-17-5943-6

CALCIUM PHOSPHATE THIN FILM FORMATION ON TITANIUM SUBSTRATE BY ELECTROCHEMICAL METHOD

Miss Achariya Rakngarm

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science in Ceramic Technology
Department of Materials Science
Faculty of Science
Chulalongkorn University
Academic Year 2004

ISBN 974-17-5943-6

Thesis Title	CALCIUM PHOSPHATE THIN FILM FORMATION ON TITANIUM SUBSTRATE BY ELECTROCHEMICAL METHOD
By	Miss Achariya Rakngarm
Field of study	Ceramic Technology
Thesis Advisor	Dujreutai Pongkao, D.Eng.

Accepted by the Faculty of Science, Chulalongkorn University in Partial Fullfilment of the Requirments for the Master's degree

.....Dean of the Faculty of Science

(Professor Piamsak Menasveta, Ph.D.)

THESIS COMMITTEE

.....Chairman

(Associate Professor Saowaroj Chuayjuljit)

.....Thesis Advisor

(Dujreutai Pongkao, D.Eng.)

.....Member

(Associate Professor Supatra Jinawath, Ph.D.)

.....Member

(Associate Professor Khemchai Hemachandra, Ph.D.)

.....Member

(Sirithan Jiemsirilers, Ph.D.)

อาจริยา รักงาม: การเกิดฟิล์มบางของแคลเซียมฟอสเฟตบนไททาเนียมซับสเตรตโดยวิธีเคมีไฟฟ้า (CALCIUM PHOSPHATE THIN FILM FORMATION ON TITANIUM SUBSTRATE BY ELECTROCHEMICAL METHOD) อ.ที่ปรึกษา: อ.ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก่า, 104 หน้า, ISBN: 974-17-5943-6

การเตรียมฟิล์มบางแคลเซียมฟอสเฟตบนไททาเนียมซับสเตรตโดยวิธีเคมีไฟฟ้า แบ่งเป็น 4 ส่วนตามชนิดของอิเล็กโตรไลต์ ดังนี้ สารละลาย MCPM ในน้ำ สารละลาย MCPM ในน้ำที่มีการเติมอิออน สารละลาย MCPM ในเอทานอล 20% และ 50% โดยปริมาตร และสารละลาย DCPD ในกรดฟอสฟอริกเข้มข้น 1 โมลาร์ โลหะไททาเนียมบริสุทธิ์ (99.99%) ขนาด 0.8 x 2 ซม. ซึ่งผ่านการทำความสะอาดและกัดด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้น 2 โมลาร์ เป็นเวลา 1 นาที ก่อนที่จะทำการเตรียมฟิล์มโดยวิธีทางเคมีไฟฟ้าทุกครั้งถูกใช้เป็นซับสเตรตในการศึกษา

จากการศึกษาพบว่าฟิล์มบางแคลเซียมฟอสเฟตสามารถเกิดได้ เมื่อผ่านความหนาแน่นกระแสพิสัยลบในภาวะที่ต่างกันดังนี้ –10 mA/cm^2 สำหรับสารละลาย MCPMในน้ำ –20 mA/cm^2 สำหรับสารละลาย MCPM ในน้ำที่มีการเติมอิออน –10 mA/cm^2 สำหรับสารละลาย MCPM ในเอทานอล 20% และ –20 mA/cm^2 สำหรับสารละลาย MCPM ในเอทานอล 50% โดยปริมาตร ส่วนสารละลาย DCPD ในกรดฟอสฟอริกเข้มข้น 1 โมลาร์ จะใช้ความหนาแน่นกระแสสูงถึง –300 mA/cm^2 ความหนาของฟิล์มที่ได้แปรผันโดยตรงกับชนิดของอิเล็กโตรไลต์และเวลาที่ใช้ในการผ่านกระแสลงไป เฟสหลักของฟิล์มที่ได้จากสารละลาย MCPM ในน้ำคือ บรูไชต์ ซึ่งเกิดปนกับโมนีไทต์ ในขณะที่สารละลาย MCPM ในน้ำที่มีการเติมอิออน NO_3^- กับ F^- จะมีอะพาไทต์เกิดร่วมด้วย ในทางตรงกันข้ามฟิล์มที่ได้จากสารละลาย MCPM ในเอทานอล จะมีโมนีไทต์เกิดเป็นเฟสหลัก การยึดติดของฟิล์มบนผิวของไททาเนียมซับสเตรต เมื่อทดสอบด้วย Balance beam scrape adhesion tester พบว่าฟิล์มที่ได้จากสารละลาย MCPM ในน้ำสามารถรับแรงได้สูงสุดที่ 150 กรัม และเมื่อนำตัวอย่างฟิล์มที่ได้ไปแช่ในสารละลายจำลองสารละลายร่างกายพบว่าเกิดอะพาไทต์แบบเดียวกับที่พบในกระดูก

ภาควิชาวัสดุศาสตร์ ลายมือชื่อนิสิต.....
สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....
ปีการศึกษา 2547 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....

4572590323 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEYWORD : ELECTROCHEMICAL DEPOSITION/ HYDROXYAPATITE/ TITANIUM/ CALCIUM PHOSPHATES/ THIN FILM

ACHARIYA RAKNGARM: CALCIUM PHOSPHATE THIN FILM PREPARATION ON TITANIUM SUBSTRATE BY ELECTROCHEMICAL METHOD, THESIS ADVISOR: DUJREUTAI PONGKAO, D.Eng, 104 pp., ISBN: 974-17-5943-6

Electrochemical deposition of calcium phosphate thin film on titanium substrate in four different kinds of electrolyte, MCPM based aqueous solution, MCPM based aqueous solution with ions addition, MCPM based 20% V/V and 50% V/V ethanol solutions, and DCPD based 1 M-H_3PO_4 solution was carried out by the cathodic reactions. The pure titanium metal (99.99%) with 0.8 x 2-cm sized was used as a substrate for electrolytic deposition. The substrate was etched in 2 M-HF for 1 minute before electrolytic deposition process.

The calcium phosphates thin film could be formed in a negative regions at –10 mA/cm^3 for MCPM based aqueous solution, -20 mA/cm^2 for MCPM based aqueous solution with ions addition, –10 mA/cm^2 and -20 mA/cm^2 for MCPM based 20% V/V ethanol and 50% V/V ethanol solutions, respectively. In addition, the optimum current density for DCPD based 1 M-H_3PO_4 solution was –300 mA/cm^2. The film thickness was varied depending on each kind of electrolytes and deposition time. The major phase appeared in the film from MCPM based aqueous solution was brushite co-existed with monetite and apatite was able to form with the addition of NO_3^- and F^-. On the other hand, monetite was formed as a major phase under the electrolyte condition of MCPM-based ethanol solution. The highest adhesion value of film to substrate formed by MCPM electrolyte based aqueous solution investigated by balance beam scrape adhesion tester was 150g. After soaking in revised-simulated body fluid (R-SBF) for interval times, the amorphous bone-like apatite occurred.

Department Materials Science — Student's signature Acharya Rakngarm

Field of study Ceramic Technology — Advisor's signature Dujreutai Pongkao

Academic year 2004 — Co-advisor's signature –

Acknowledgements

I would like to express my sincere gratitude to my advisor, Dr. Dujreutai Pongkao, for her encouragement, suggestion, and for everything that I have learnt from her throughout this research. Her advice really motivated the research to be completed. Moreover, I really appreciated the recommendation document from her for my application to study abroad. I also would like to extend my gratitude to Associate Professor Dr. Supatra Jinawath, who gave me a really good advice and a really fantastic recommendation document also.

I would like to thank Mr. Passakorn Woonwiriyakit, the product manager of Metrohm Thailand Co., Ltd., for the research facilities support and advice at the beginning of my research study.

Thanks to all of my friends at the Department of Materials Science for their love, kindness and through out my study.

At last, I would like to express my gratitude to my beloved family for their supporting, understanding and encouragement. I owed my success to my parents. If they had not been have to cheer me up, I would not have got things so far like this. Especially, I also would like to dedicate all of my work to my little brother, whose car accident 7 years ago set me up strongly as a biomaterial researcher.

Contents

Contents (cont.)

Contents (cont.)

Page

LIST OF TABLES

LIST OF FIGURES

LIST OF FIGURES (cont.)

LIST OF FIGURES (cont.)

Page

LIST OF FIGURES (cont.)