

## RF マグネトロンスパッタリング法による シリコン徐放型リン酸カルシウムコーティング膜の作製とその評価

東北大学大学院工学研究科材料システム工学専攻 上田 恭介

### 1. はじめに

チタンおよびチタン合金は人工関節や人工歯根といった硬組織代替デバイスに用いられているが、患者の早期退院のためにはデバイスと骨との強固で迅速な結合が求められている。そのため有効な手段の一つとして、リン酸カルシウムコーティングが挙げられる。当研究グループでは RF マグネトロンスパッタリング法に着目し、チタン基板上にリン酸カルシウム薄膜の作製およびその生体内外評価を行ってきた。

一方、近年シリコンが骨形成に遺伝子レベルで関与しているという報告がなされている。これまでの研究によりシリコン含有リン酸カルシウム焼結体をターゲットとし、RF マグネトロンスパッタリング法によりチタン基板上にシリコン含有リン酸カルシウムコーティング膜の作製に成功した。そこで本研究では RF マグネトロンスパッタリング法により作製したシリコン含有リン酸カルシウム薄膜の微細構造分析といった材料学的評価、擬似体液浸漬試験によるシリコンイオンの溶解速度測定を行い、徐放速度の制御方法の確立を行うことを目的とした。

### 2. 研究経過

**コーティング膜の作製：**ターゲットには 60CaO-30P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-7Na<sub>2</sub>O-3TiO<sub>2</sub> (mol%)組成を有する PIG3 を基本とし、これに Si を 3mol% 添加した 3Si-PIG3 キャスト材を用いた。鏡面研磨 CP チタンおよびブラスト処理を施した Ti-6Al-4V を基板として、RF マグネトロンスパッタリング法により基板温度室温の条件にてコーティング膜を作製した。作製された成膜ままコーティング膜は大気中にて熱処理した。

**コーティング膜の溶解量評価：**作製されたコーティング膜の擬似体液中への溶解量評価を行った。擬似体液中には Tris 緩衝溶液を用い、所定の期間浸漬後、溶液中へのコーティング膜成分の溶出量を ICP-MS により定量分析した。

### 3. 研究成果

Fig. 1 に PIG3 および 3Si-PIG3 ターゲットを用いて作製したコーティング膜(0Si, 3Si コーティング膜)およびそれらを大気中にて熱処理した試料の XRD パターンを示す。成膜ままではいずれも非晶質リン酸カルシウム(ACP)相であったが、熱処理により結晶化され、873 K にて HAp 相が検出された。

Fig. 2 に膜厚 0.5 μm にて作製した成膜ままおよび 873 K にて熱処理後のコーティング膜からの Tris 緩衝溶液へのイオン溶出量を示す。いずれの試料においても溶出組成はコーティング膜とほぼ一致していた。成膜まま試料(0Si, 3Si)は 86.4 ks 浸漬後においてコーティング膜が完全に溶解していたが、熱処理試料(0Si-heat, 3Si-heat)は残存していた。また、Si の溶出も 3Si および 3Si-heat 試料のいずれからも検出されたが、これも熱処理材の方が抑制されていた。このことから、熱処理によるコーティング膜の結晶化は溶出量制御に有効であることが示唆された。

### 4. まとめ

本法で作製したコーティング膜は擬似体液中における高い溶解性を示したが、熱処理によりその溶解性を制御することが可能であった。

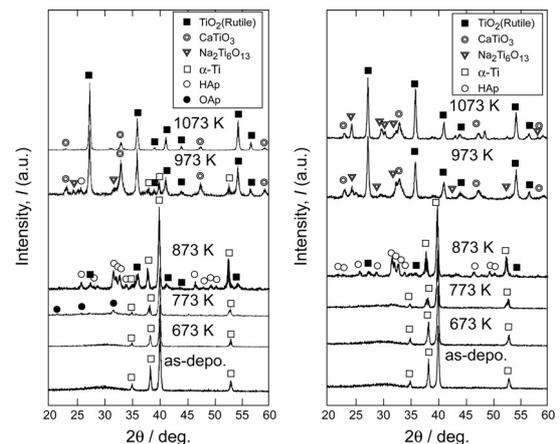


Fig. 1 XRD patterns of (a) 0Si and (b) 3Si coating films after heat treatment for 7.2 ks at various holding times in air.

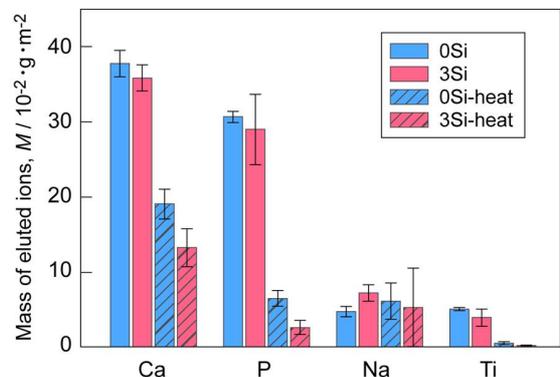


Fig. 2 Mass of eluted ions from 0Si, 3Si, 0Si-heat and 3Si-heat after immersion in Tris buffer solution for 86.4 ks.