

XAFS による Si 添加 HAp の局所構造評価

(大阪府立大学) 中田 健太郎, 山本 真也, 中平 敦

[緒言] セラミックス材料の中でも、ハイドロキシアパタイト(HAp)は優れた生体親和性を有しており、骨補填剤などに応用されている。近年、生体材料の開発に向けて、HAp のさらなる改良が求められており、HAp への Si 添加が特性向上に有効であると考えられている。これまで様々な合成法を用いた Si 添加 HAp の研究が行われており、通常の HAp と比較して優れた生体活性を有することが報告されている。しかし、実際に Si が HAp 構造中に固溶しているかは明確ではなく、析出して存在する場合、生体内での安全性が懸念される。そこで、本研究では HAp へ添加した Si の状態について明らかにすることを目的として、水熱プロセスにより Si 添加量の異なる Si 添加 HAp を合成し、得られた試料について XAFS 等を用いた構造評価を行った。

[実験方法] 出発原料は Ca 源として $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 、P 源として H_3PO_4 、Si 源として TEOS を用いた。その際、 $\text{Ca}/(\text{P}+\text{Si})=1.67$ となるように、TEOS を 0、5、10、15 wt% 添加して混合し、出力 600 W で 150°C の条件下で 10 分間マイクロ波水熱処理を行った。水熱処理後、1 時間放冷し、得られた生成物はろ別、乾燥して試料とした。得られた試料は、XRD、FT-IR、ICP、XAFS 等により評価した。

[結果と考察] XRD 測定結果から、すべての Si 添加量において HAp 単一相の生成が確認された。また、FT-IR 測定を行ったところ、Si 添加量増加に伴い、 PO_4^{3-} 基、OH 基に起因するバンドが減少し、 SiO_4^{4-} 基に起因するバンドが新たに出現していた。さらに、ICP を用いた試料中の Ca 及び P の元素分析から、Si 添加量増加に伴う Ca/P 比の増加が確認された。以上の結果から、水熱プロセスにより、Si が HAp 構造中に置換した Si 置換 HAp が合成されたことが示唆された。

次に、合成した試料の Ca 原子近傍の局所構造について検討した。図 1 に合成した試料と比較試料とした市販の HAp の Ca 殻 EXAFS スペクトルをフーリエ変換し、得られた動径構造関数を示す。これを基に Ca-O 結合距離を算出した結果、Si 添加に伴い、結合距離の増加が確認されたことから、 PO_4^{3-} 基と SiO_4^{4-} 基の置換に起因して Ca 原子近傍の局所構造が変化することが示唆された。

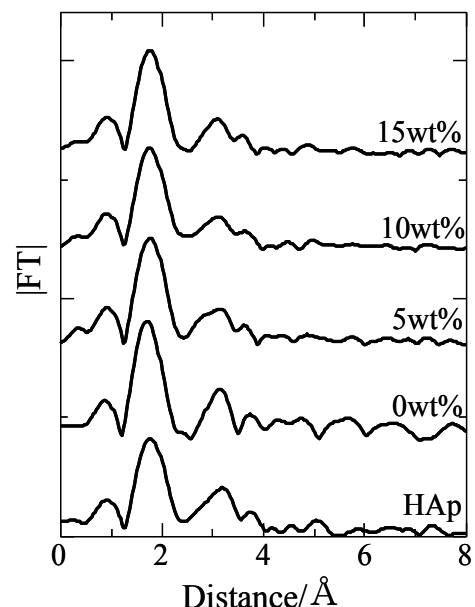


図 1 市販の HAp と合成した各 Si 添加量における試料の Ca-K 殻 EXAFS スペクトルをフーリエ変換して得られた動径構造関数