

# 109 インプラント材料のスパッタリング法により作成したチタンーアバタイト傾斜膜に関する研究

北海道大学工学部 ○尾関和秀、西村生哉、勇田敏夫

## 要旨

優れたインプラント材料の開発を目的として、チタン基板上にスパッタリング法を用いて、チタンからアバタイトの組成比を変化させて傾斜型被膜を作成した。そして、その結果、チタン基板に対する膜の付着強度向上が確認された。

## 1. 緒言

現在、人工骨インプラント材において、人工材料と骨組織との接合は医療領域、歯科領域を問わず、問題となっており、セメントを介さないで、直接、人工材料と骨組織を接合していこうというセメントレス型の人工骨インプラントの実用化が試みられ、機械的強度をバルクの金属材料によって維持し、表面の性質をセラミックスで補うという考え方が強まっている。しかしながら、金属材料とセラミックスの接合が、未だ解決していない。

そこで、本研究では、優れたインプラント材料の開発を目的とし、機械的特性、耐食性、生体適合性に優れたチタン上に骨組織の素材であるハイドロキシアバタイトをスパッタリング法を用いて蒸着を行った。そして、チタンとハイドロキシアバタイトの混合比を傾斜的に変化させ、チタンーアバタイト傾斜型被膜を作成し、チタン基板との付着強度について検討を行ったので報告する。

## 2. 実験方法

### 2.1 試料作製方法

膜の作成には、日電アルバ製SPF-210HISを用いて、チタン基板上にアバタイト及びチタンーアバタイト傾斜膜をスパッタリング法によりコーティングし、二種類の膜を作製した。

チタンーアバタイト傾斜材の作製には、チタン粉末とハイドロキシアバタイト粉末で半々に仕切った円形ターゲットの上方にシャッターを設置する。シャッターは、図1のようになりターゲットの半分を覆えるような形状をしており、これを図のようにチタン側からハイドロキシアバタイト側に5段階スライドさせていくことにより傾斜膜の作製を行った。また、表1は、各開口状態による蒸着速度を示しており、この蒸着速度により層厚が一定の膜厚になるよう制御を行った。スパッタ蒸着した膜も作成した傾斜膜も同一の $1\text{ }\mu\text{m}$ である。

開口状態	面積比率(%)		蒸着速度( $\mu\text{m}/\text{h}$ )
	チタン	アバタイト	
1	100	0	1
2	74~78	32~36	0.8
3	56~60	56~60	0.6
4	32~36	74~78	0.32
5	0	100	0.26

表1 各ターゲット面積比及び蒸着速度

### 2.2 付着強度測定法

#### 2.2.1 引張り試験

引張り試験には、引張る方法として、剪断方向に引張る試験と垂直方向に引張る試験を行なった。

せん断方向の試験では、アルミ製のバーを接着した試料を、引張り試験機を使用してレバーモードから剥離して測定を行なった。又、に引張る試験機を用いてシグモイド曲線に接着してシグモイド曲線を用いた。尚、接着剤には、エボキシ樹脂系接着剤（アルダイト、C1BA-GE1GY社製）を用いた。

#### 2.2.2 スクラッチ試験

この測定法は再現性も高く、付着強度測定の中でも、最も一般的な方法であり、測定には、レスカ製CSR-02を用いた。

## 3. 結果及び考察

### 3.1 ターゲット面積比に対する膜組成比の変化

図2は、XPS分析の結果で、縦軸は強度、横軸は図1に示したシャッターの開き方に応する番号を示している。

図から、ターゲットシャッターがチタン側からハイドロキシアバタイト側へと変化するに伴い、チタンは減少してゆき、アバタイトの組成であるカルシウム、リンは増加していることがわかる。

### 3.2 X線回折測定結果

図3-aは、ハイドロキシアバタイト粉末、図3-bは、それをターゲットに用いてスパッタ蒸着を行った膜、図3-cは、5層とも積層させて作成した傾斜膜のX線回折測定の結果である。図3-a、図3-bから、ハイドロキシアバタイトをスパッタ蒸着した膜にも、ハイドロキシアバタイトの結晶構造が現れているのがわかる。また、図3-cでは、完全にアモルファスな状態になっている。これは、チタンの混入によるものと考えられる。

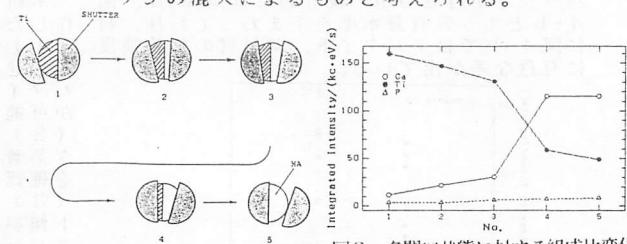


図1 シャッターの開口状態概略図

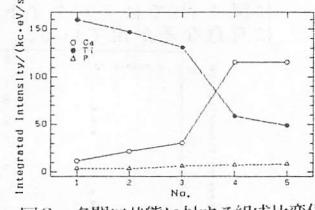


図2 各開口状態に対する組成比変化

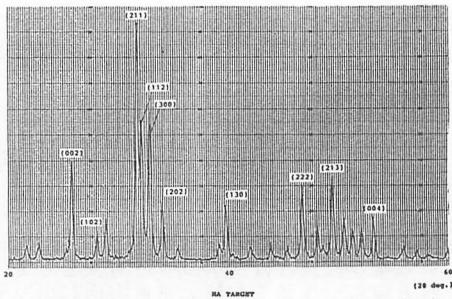


図3-a ハイドロキシアパタイト粉末のX線回折

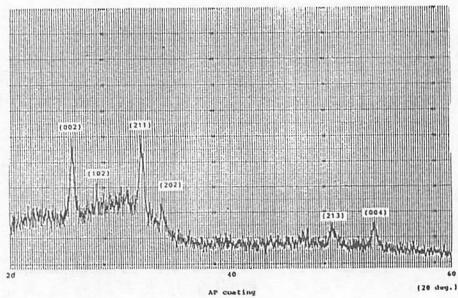


図3-b ハイドロキシアパタイトをスパッタ蒸着した膜のX線回折

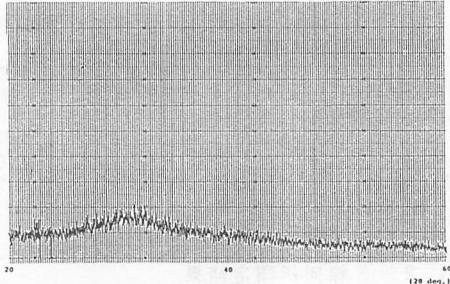


図3-c 傾斜膜のX線回折

### 3.3 引っ張り試験結果

せん断引っ張り及び垂直引っ張り試験結果を、図4-a及び図4-bに示す。縦軸は、剥離面積に対する剥離時の引っ張り荷重、横軸は試料の種類で、HAはハイドロキシアパタイトのみをターゲットに用いた膜、FGMは作成した傾斜膜を示している。図4-a及び図4-bとも、破壊試験であることもありかなりバラツキが目立つが、統計的には図4-a、図4-bとも5%有意水準を下まわっており、特に図4-bではアバタイト、傾斜材の付着強度に有意な差が出ている。

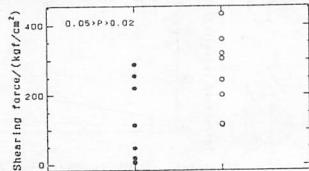


図4-a 各膜に対する引っ張り剪断応力

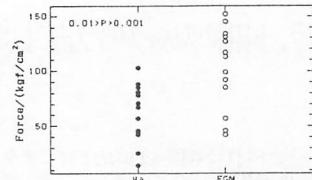


図4-b 各膜に対する引っ張り垂直応力

### 3.4 スクラッチ試験結果

図5-a、図5-bは、それぞれハイドロキシアパタイトのみをターゲットに用いてスクラッタ蒸着した膜と、作成した傾斜膜のスクラッチ試験における測定時間に対する摩擦力の変化図である。この結果と実際の顕微鏡観察から得られた剥離ポイントの加重は、図に示す通り、ハイドロキシアパタイトをスパッタ蒸着した膜では、3.93 g f、作成した傾斜膜では、6.01 g fとなつた。

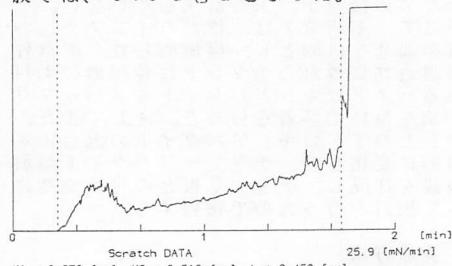


図5-a スクラッチ試験結果

ハイドロキシアパタイトをスパッタ蒸着した膜

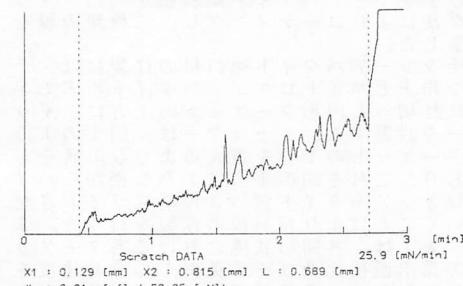


図5-b スクラッチ試験結果

傾斜膜

### 4. 結論

本研究で、チタン-アバタイト傾斜膜を試作した結果、以下に示す結論となつた。

(1) ターゲットシャッターの開口状態を変化させることで、チタン及びハイドロキシアパタイトの組成比を制御したスパッタリングが可能であることが示された。

(2) ハイドロキシアパタイトのみをスパッタ蒸着した膜が、結晶構造を有していることを確認した。

(3) 試作したチタン-ハイドロキシアパタイト傾斜膜は、単にハイドロキシアパタイトをスパッタ蒸着した膜よりも高い付着強度を示すことを確認した。