

課題番号 : F-12-AT-0138  
\*支援課題名(日本語) : 液相レーザー法を利用したリン酸カルシウム膜の合成と結晶構造解析  
\*Program Title(in English) : Fabrication and crystal structure analysis of calcium phosphate films prepared by a liquid-phase laser process  
\*利用者名(日本語) : 松岡奈央  
\*Username(in English) : Nao MATSUOKA  
\*所属名(日本語) : 山形大学大学院  
\*Affiliation(in English) : Yamagata University

\*概要(Summary):

人工材料基材の表面にある種のリン酸カルシウム (CaP) を形成させることにより、同基材に生体親和性および骨結合能を付与できることが知られている。Oyane らはこれまで、CaP 過飽和溶液中に設置された基材上に低エネルギー密度のパルスレーザー光を照射するプロセスにより、種々の基材表面の目的の部位に CaP 膜を形成できることを示してきた<sup>1)</sup>。本研究では、CaP 過飽和溶液に薬効成分を添加して上記の液相レーザープロセスを実施することにより、同薬効成分を CaP 膜に複合化することを試みた。薬効成分としては、骨形成促進効果の期待される、生体微量元素の亜鉛を選択した。基材としては、歯科・外科用インプラント材料として多用されているチタン金属を用いた。

\*実験(Experimental):

厚さ 1 mm、大きさ 10 mm × 10 mm のチタン基材を準備した。ZnCl<sub>2</sub> (0、0.1、1、10、100、1000 μM) を種々の濃度で添加した CaP 過飽和溶液 3 mL (25°C) 中に基材を浸漬し、同基材表面に非集光の Nd-YAG レーザー光 (355 nm、30 Hz、4 W/cm<sup>2</sup>) を 30 分間照射した<sup>1)</sup>。照射後、過飽和溶液から取り出した基材を超純水で洗浄し、試料とした。

以上の工程により得られた試料の表面構造を、走査型電子顕微鏡 (SEM)、および産総研ナノプロセッシング施設 NPF の薄膜 X 線回折装置 (TF-XRD、CuK $\alpha$  線使用)、X 線光電子分光分析装置 (XPS) などを用いて調べた。

\*結果と考察(Results and Discussion):

XPS の結果から、いずれの試料の表面にも CaP 膜の形成が確認された。ZnCl<sub>2</sub> を含まない過飽和溶液中で形成させた CaP 膜の TF-XRD パターンには、 $2\theta=26$  および  $32^\circ$  付近にブロードな回折ピークが検出された。

この結果は、同 CaP 膜が低結晶性の水酸アパタイトからなることを示している。しかしながら、亜鉛を添加した過飽和溶液中で形成させた CaP 膜については、回折ピークがほとんど検出されなくなった。これは、Zn イオンによる CaP の結晶成長阻害効果により、CaP 生成量が減少したためと考えられた。今後、CaP 生成量を増やす、XRD 測定条件を変更するなどして、CaP 膜の結晶相を同定する必要がある。

\*その他・特記事項(Others):

・今後の課題

CaP の結晶相の同定、生成膜の *in vitro* および *in vivo* 評価、亜鉛以外の薬効成分の複合化

・参考文献

<sup>1)</sup> A. Oyane et al. J Biomed Mater Res A, 100A, 2573–2580 (2012).

共同研究者等(Coauthor):

(産業技術総合研究所 ナノシステム研究部門) 大矢根綾子、越崎直人、川口建二、古賀健司、坂巻育子

(同所 ヒューマンライフテクノロジー研究部門) 伊藤敦夫、十河友、

論文・学会発表(Publication/Presentation):

[1] 日本セラミックス協会年会 2013 年年会

[2] 日本バイオマテリアル学会シンポジウム

[3] 日本セラミックス協会第 25 回秋季シンポジウム

[4] 第 6 回ナノ・バイオメディカル学会大会

関連特許(Patent):

[1] 特願 2010-170273

[2] 特開 2009-057234