パルスレーザ堆積法における雰囲気ガス圧が ハイドロキシアパタイト薄膜の化学組成に及ぼす影響

Effect of Gas Pressure in Pulsed Laser Deposition on Chemical Composition of Hydroxyapatite Thin Films

O(M2)長谷川 司 1、橋本 典也 2、西川 博昭 3

(1. 近大院生物理工、2. 大阪歯科大、3. 近大生物理工)

°(M2)Tsukasa HASEGAWA¹, Yoshiya HASHIMOTO², Hiroaki NISHIKAWA³

(1. Grad. Sch. B.O.S.T., Kinki Univ., 2. Osaka Dental Univ., 3. B.O.S.T., Kinki Univ.)

E-mail: nishik32@waka.kindai.ac.jp

【諸言】

 $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ (ハイドロキシアパタイト、以下 HA) をインプラントの表面に薄膜としてコーティングすることで、早期骨形成が実現できることが知られている。HA は生体内に埋入する際、化学組成が $Ca/P=10/6\sim1.67$ からズレると、生体内で速やかに溶解してしまう $^{1)}$ 。このことから HA を薄膜化するうえで、Ca/P=1.67 にすることは非常に重要である。これに対して我々は、薄く緻密で固着強度の高い薄膜を得られ、ターゲットの組成に近い薄膜を得られるとされているパルスレーザ堆積(PLD)法が HA の薄膜化に有効であると考え、研究を行ってきた。

これまでの我々の実験により、ガウス型強度分布を示すレーザビームのうち強度の弱い端部をスリットによって切り取ることで、HA薄膜の Ca/P比を改善できることが分かっている。つまり、強度の低いレーザ端部が HA 薄膜の Ca/P比に悪影響を与えていると示唆される。また、HA 薄膜の表面形態を原子間力顕微鏡(AFM)で観察したところ、フルエンスが低くなると基板表面にパーティクルが多く見られることがわかった。フルエンスが低いとアブレーションで放出された原子の飛行速度が遅くなり、雰囲気ガスによって散乱されるために基板まで到達しにくく、質量が大きいために散乱を受けにくいパーティクルが多く堆積すると考えた。我々はこのパーティクルがCa/P比をずらす原因ではないかと考え、アブレーションによって放出された原子の雰囲気ガスによる散乱過程を理解する目的で、PLD 法における雰囲気ガス圧が HA 薄膜の Ca/P 比に及ぼす影響を調べた。

【実験および結果】

KrF エキシマレーザ(波長 248 nm)を用いた PLD 法によって、 Al_2O_3 基板上に HA 薄膜を作製した。成膜条件は、基板温度 400 $^{\circ}$ C、ガス圧(H_2O を通過させた O_2)は 0.5 mbar である。作製した HA 薄膜の Ca/P 比は X 線光電子分光法 (XPS)により測定し、表面形態は AFM により観察した。

図 1 は、スポットサイズを 1.1 mm^2 、雰囲気 ガス圧を 0.5 mbar に統一し、フルエンスを (a) 2.8 J/cm², (b) 1.4 J/cm², (c) 0.7 J/cm² としたとき の HA 薄膜の表面形態を AFM により観察した 結果である。フルエンス 2.8 J/cm² と 1.4 J/cm² では薄膜表面形態に大きな変化は見られない が、0.7 J/cm²ではパーティクルが多く確認され た。このことからアブレーションされた際の パーティクルは雰囲気ガスで散乱されにくく基 板まで到達したが、質量の小さい原子などは散 乱しやすいため、ほとんど堆積されなかったと 考えられる。図2にフルエンスを変化させたと きの HA 薄膜の Ca/P 比への影響を調べた結果 を示す。フルエンスが弱くなると Ca/P 比が 1.67 からずれていることが確認できる。 すなわ ち、パーティクルが多く存在する場合に Ca/P 比が 1.67 からずれていることから、このパー ティクルが Ca/P 比に悪影響を与えていると考 えられる。雰囲気ガス圧を 0.1.0.05 mbar と低く した場合における基板上の HA 薄膜の Ca/P 比 及び薄膜の表面形態変化を詳しく調べる。

1) Okazaki et. al., J. Osaka Dent. Sch. 19, 87 (1979).







Fluence 2.8 J/cm² Fluence 1.4 J/cm²

Fluence 0.7 J/cm²

Fig. 1 AFM images of HA thin films grown by PLD with the fluence of (a) 2.8 J/cm² (b) 1.4 J/cm² and (c) 0.7 J/cm².

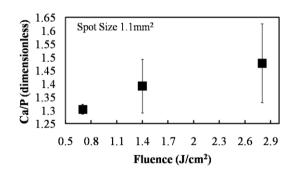


Fig. 2 Variation of Ca/P ratio for HA thin films to the fluence.