

高機能セラミックス作製プロセスの開発

戸屋 広将 (理工学・井奥 洪二)

研究の目的

機能性セラミックスを開発するためには、物質の選択、結晶学的構造の設定、粒界の制御、材料組織の制御等が重要である。高機能を発現する物質および結晶構造については、解析手法の進歩により、分子、原子レベルまで明らかにされつつある。しかし、例えば高温での直接的な材料の評価など、検討課題も残されている。また、粒界制御の技術についても、水熱法などによる単結晶微粒子の合成や加圧焼結技術などにより、確立されつつあるが、任意に制御するところまでは至っていない。さらに、多孔体の作製法においては、多くの場合において、焼結過程を必要とするため、構成粒子の形態を生かした多孔体を作製することが難しい。

本研究の目的は、生命科学的、電磁的、光学的に高機能を発現するセラミックスを作製する新規なセラミックプロセスを開発することである。本研究では、生体材料およびバイオテクノロジーセラミックスとして、あるいは吸着分離材、高温湿度センサー等として期待されているヒドロキシアパタイト($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$)およびリン酸三カルシウム($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$)を対象物質とした。我々のグループでは、前年度において、透光性を有する緻密体の作製プロセスを開発した。今年度は、高温での直接的な材料の評価や材料の生化学的な評価、多孔体の作製プロセスの開発を行った。ここでは特に、ユニークな手法により、構成粒子の形態を生かした多孔体の作製プロセスを開発したので、これについて報告する。

研究成果

α -リン酸三カルシウム粉末(太平化学産業株式会社製)を出発試料として、100℃以上、飽和蒸気圧下の水熱条件で処理することにより、ヒドロキシアパタイト多孔体および β -リン酸三カルシウム多孔体を作製した。

1) ヒドロキシアパタイト多孔体の作製

α -リン酸三カルシウム粉末をペレット成形し、水熱蒸気処理し、次にアンモニア水溶液を用いて水熱浸漬処理をすることにより、気孔率約50%のヒドロキシアパタイト多孔体を作製した。走査型電子顕微鏡(SEM)観察から、この多孔体は4~10 μm の柱状粒子から構成されていることが分かった(図1)。また、細孔径分布測定の結果、およそ0.1 μm の細孔を多く有していることが分かった。

このように、アスペクト比が大きく、自形を有するヒドロキシアパタイト粒子から構成される多孔体は、特定のタンパク質やアミノ酸の吸着・分離能に優れていると期待される。また、微小気孔を多く有していることから、近年注目を集めている組織工学における細胞の足場材料としての可能性がある。

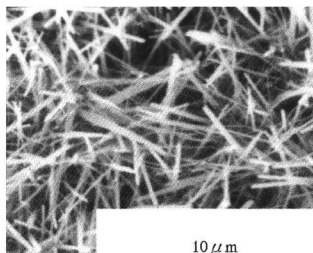


図1 ヒドロキシアパタイト多孔体のSEM写真

2) β -リン酸三カルシウム多孔体の作製

α -リン酸三カルシウム粉末をペレット成形し、水熱蒸気処理し、次に900℃で焼成することにより、気孔率約45%の β -リン酸三カルシウム多孔体を作製した。SEM観察の結果、構成粒子は4~10 μm の柱状粒子であり、ヒドロキシアパタイト多孔体の構成粒子と同様の粒子であった(図2)。また、細孔径分布から、0.2~0.5 μm の細孔に集中していることが分かった(図3)。また、ペレット成型時の圧力をコントロールすることにより、細孔径分布を変え、細孔量を変化させることが可能であると分かった。

さらに高気孔径・高気孔率の β -リン酸三カルシウム多孔体を作製するために、出発試料の α -リン酸三カルシウムに150~300 μm に分級したカーボン粒子(東海カーボン株式会社製)を添加し、同様の水熱処理および加熱処理を行った。作製した多孔体(気孔率65~75%)は、SEM観察からおよそ100 μm 前後の気孔を有していることが分かった。さらに、細孔径分布測定から、0.5~数 μm の微小気孔が多くなっていることが分かった(図3)。

骨代替材料や、組織工学における細胞の足場材料としては、細胞が入れる気孔(数十~300 μm)だけでなく、微小気孔(1 μm 以下)も重要な要素であることが指摘されている。本研究で作製した β -リン酸三カルシウム多孔体は、この条件に良く合っており、優れたバイオマテリアルとなる可能性がある。

産業技術への貢献

本研究において、水熱法を用いることにより、容易に多孔体を作製できることを明らかにした。平成12年度の成果を次にまとめる。

- 1) ヒドロキシアパタイト多孔体および β -リン酸三カルシウム多孔体の作製技術を確認することができた。この技術は、主には水熱プロセスによるものであり、県内のカルシウム産業に関わる企業が保有しているオートクレーブを用いれば、容易に実現可能な技術である。
- 2) 成形体の作製方法や処理条件をコントロールすることにより、種々の気孔率、気孔径、細孔径分布の多孔体を作製することが可能であり、バイオマテリアルや吸着分離材等としての利用・発展が期待できる。

研究発表

- 1) 戸屋広将, 藤森宏高, 井奥洪二, 後藤誠史, 生体材料関連部会第4回講演予稿集, p3, 2000.11.30-12.1
- 2) 井奥洪二, 戸屋広将, 藤森宏高, 後藤誠史, 生体材料関連部会第4回講演予稿集, p24, 2000.11.30-12.1
- 3) 戸屋広将, 伊藤敦夫, 藤森宏高, 井奥洪二, 後藤誠史, 日本MRS第12回学術シンポジウム講演予稿集, p237, 2000.12.7-8

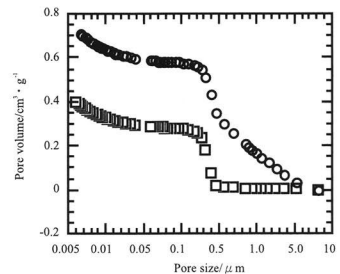


図3 β -リン酸三カルシウム多孔体の細孔径分布
□: カーボン, ○: カーボン添加

- 4) 戸屋広将, 伊藤敦夫, 藤森宏高, 井奥洪二, 後藤誠史, アパタイト研究会第16回講演予稿集, p39, 2000.12.8
- 5) 井奥洪二, 福原道子, 戸屋広将, 藤森宏高, 後藤誠史, 日本セラミックス協会2001年年会, 2H06, 2001.3.21-23
- 6) 井奥洪二, 戸屋広将, 藤森宏高, 後藤誠史, 黒澤尚, 米澤郁穂, 湯浅崇仁, 田中栄, 秋山達, 骨軟部吸収性フォーラム2001, 講演番号5, 2001.3.31
- 7) H. Toya, A. Ito, H. Fujimori, S. Goto and K. Ioku, [In vitro estimation of calcium phosphate with pH-controlled simulated body fluid] submitted to Trans. MRS-J vol.26

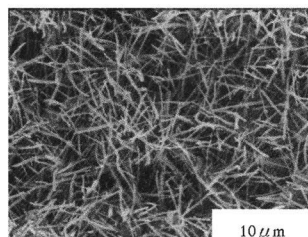


図2 β -リン酸三カルシウム多孔体のSEM写真

連絡先

電話 0836-85-9671 (ダイヤルイン)
FAX 0836-85-9601 (学科事務室)
E-mail: h.toya@po.cc.yamaguchi-u.ac.jp
ioku@po.cc.yamaguchi-u.ac.jp