高分解能電子顕微鏡法によるリン酸カルシウムスパッタ皮膜の定量的組織解析

愛媛大学大学院理工学研究科 小林 千 悟 仲井 清 眞
愛媛大学大学院生(現:株式会社コベルコ科研) 岡野 宏 子

Fig. 1 高周波スパッタ法によりリン酸カルシウム皮膜(Ca-P film)をTi上に施した試料の広領域にわたる高分解能電子顕微鏡像. 領域(b)と(c)から得たフーリエ変換図形を写真右下にそれぞれ示す.

Tiにリン酸カルシウム(Ca-P)を被覆した材料は、骨との優れた親和性を示すため、骨代替材料として注目されている。

Fig. 1は、高周波スパッタ法によりTi上にCa-P皮膜を施した後、600℃で3.6 ks保持した試料のCa-P皮膜/Ti接合界面付近の高分解能電子顕微鏡像(HRTEM像)を示している⁽¹⁾。但し、各領域において、倍率百万倍にて撮影したHRTEM像を貼り合わせている。HRTEM像内の領域(a)の拡大写真をFig. 2(a)に示す。また、Fig. 2(a)の白四角の領域をフーリエ変換することにより得られたフーリエ変換図形(パワースペクトル)をFig. 2(b)に示す。このフーリエ変換図形を電子回折図形の場合と同様に解析することにより、Fig. 2(a)の領域はCaOであることがわかる。Fig. 1の領域(b)および(c)のフーリエ変換図形をFig. 1の右下にそれぞれ示しているが、これより、(b)および(c)の各領域はアパタイト(Ap)、およびリン酸4カルシウム(TTCP)であることがわかる。Fig. 1のHRTEM像内の他の領域についても同様の解析を行うことにより、(皮膜/Ti母材)界面からの距離の関数として各相の存在状態を定量的に整理することができる。その結果、皮膜の表面近傍ならびにTi基板の近傍にTTCPやCaOなどのCaに富む相が多く生成していることなどが明らかとなった。

Fig. 2 (a) Fig. 1の領域(a)の領域の拡大像, (b) (a)の白四角の領域のフーリエ変換図形.

本研究のCa-P皮膜の組織は、結晶粒サイズが10~20 nm^φと非常に微細であり、さらに皮膜を構成するApやTTCPの各格子面の面間隔が酷似しているなどの理由により、通常の暗視野法にて組織を解析することは困難である。この場合、HRTEM像を利用して組織の解析を行うことが有効であるといえる。

文 献

- (1) S. Kobayashi, H. Okano, K. Nakai, H. Aono and N. Kuwano: Phos. Res. Bull., 17(2004), 246-253.

(2006年8月11日受理)

Microstructure Analysis of RF-sputtered Calcium Phosphate Film by High Resolution Electron Microscopy; Sengo Kobayashi*, Hiroko Okano**, Kiyomichi Nakai* (*Graduate School of Science and Engineering, Ehime University, Matsuyama. **Graduate Student of Ehime University, Matsuyama. Present affiliation: KOBELCO Research Institute, Inc., Kakogawa)

Keywords: high resolution electron microscopy, microstructure, calcium phosphate film, biomaterial

TEM specimen preparation: FIB (FB2000K) TEM utilized: JEM3010(300 kV)