

## -リン酸三カルシウムの 加水分解によるハイドロキシアパタイトの成長

瀧野 祐基, 中村 光宏, 玉井 将人, 西尾 弘司,  
一色 俊之, 中平 敦, 遠藤 久満, 京工繊大・工芸

ハイドロキシアパタイト (HAp:  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) は生体材料として重要な材料の一つである。中平ら [1] は  $\alpha$ -リン酸三カルシウム ( $\alpha$ -TCP:  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ) を 1-octanol 共存下で加水分解することにより、ウィスカー状のカルシウム欠損型 HAp (Ca-def HAp) を合成した。今回我々は  $\alpha$ -TCP が Ca-def HAp へ転化する機構及びウィスカー状 Ca-def HAp の成長機構を明らかにする目的で透過電子顕微鏡観察 (TEM) を行った。

Ca-def HAp の成長初期段階を観察するために、 $\alpha$ -TCP 焼結体を 0.1 mm の厚さに切り出し、中央に小孔が開くまで機械研磨した後、 $\text{NH}_4\text{OH}$  で pH を 11 に調整した 70 の温水中に浸して加水分解し TEM 観察試料とした。

加水分解初期の  $\alpha$ -TCP 表面の観察像を図 1 に示す。 $\alpha$ -TCP の表面はアモルファス層に覆われており、その表面には HAp の核と考えられる数 nm から数十 nm の微粒子が形成されている (図 1a)。核生成は  $\alpha$ -TCP 結晶直上ではなくアモルファス層を介して起こっている。加水分解が進むと太さ数 nm の微粒子が多数樹枝状に成長している (図 1b)。図 2 は、薄片化処理を施していない  $\alpha$ -TCP 粒子を中平らの方法 [1] により加水分解し Ca-def HAp を成長させた試料であり、 $\alpha$ -TCP の周囲に生成した針状 Ca-def HAp 結晶が加水分解が進むに従い長さ数百 nm のウィスカーへと成長していく様子が観察される。

以上の観察より、まず  $\alpha$ -TCP の溶解と表面のアモルファス層形成、次いでアモルファス層上への HAp 結晶核生成が起こり、その後溶液からの析出による、核の樹枝状微粒子から針状結晶への成長が起こり、HAp ウィスカーへ成長すると考えられる。

[1] A. Nakahira, K. Sakamoto, S. Yamaguchi, M. Kaneno, S. Takeda and M. Okazaki, *J. Am. Ceram. Soc.* **82**, 2029 (1999)

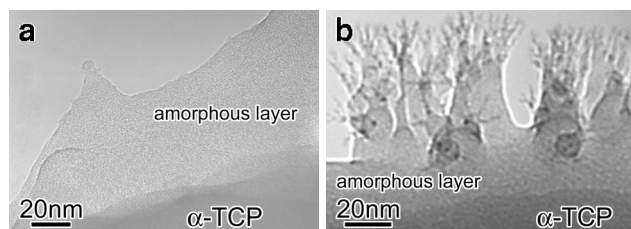


Fig. 1 TEM images of a surface of a thinned  $\alpha$ -TCP, hydrolyzed for (a) 2 and (b) 4 hours, respectively.

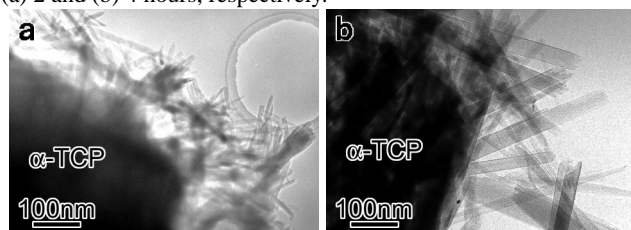


Fig. 2 TEM images of  $\alpha$ -TCP and Ca-def HAp obtained by the hydrolysis for (a) 1 and (b) 3 hours, respectively.

## -リン酸三カルシウムの

### 加水分解によるハイドロキシアパタイトの成長

瀧野 祐基, 中村 光宏, 玉井 将人, 西尾 弘司,  
一色 俊之, 中平 敦, 遠藤 久満, 京工織大・工芸

ハイドロキシアパタイト (HAp:  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) は生体材料として重要な材料の一つである。中平ら [1] は  $\alpha$ -リン酸三カルシウム ( $\alpha$ -TCP:  $-\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ) を 1-octanol 共存下で加水分解することにより、ウィスカー状のカルシウム欠損型 HAp (Ca-def HAp) を合成した。今回我々は  $\alpha$ -TCP が Ca-def HAp へ転化する機構及びウィスカー状 Ca-def HAp の成長機構を明らかにする目的で透過電子顕微鏡観察 (TEM) を行った。

Ca-def HAp の成長初期段階を観察するために、 $\alpha$ -TCP 焼結体を 0.1 mm の厚さに切り出し、中央に小孔が開くまで機械研磨した後、 $\text{NH}_4\text{OH}$  で pH を 11 に調整した 70 の温水中に浸して加水分解し TEM 観察試料とした。

加水分解初期の  $\alpha$ -TCP 表面の観察像を図 1 に示す。 $\alpha$ -TCP の表面はアモルファス層に覆われており、その表面には HAp の核と考えられる数 nm から数十 nm の微粒子が形成されている (図 1a)。核生成は  $\alpha$ -TCP 結晶直上ではなくアモルファス層を介して起こっている。加水分解が進むと太さ数 nm の微粒子が多数樹枝状に成長している (図 1b)。図 2 は、薄片化処理を施していない  $\alpha$ -TCP 粒子を中平らの方法 [1] により加水分解し Ca-def HAp を成長させた試料であり、 $\alpha$ -TCP の周囲に生成した針状 Ca-def HAp 結晶が加水分解が進むに従い長さ数百 nm のウィスカーへと成長していく様子が観察される。

以上の観察より、まず  $\alpha$ -TCP の溶解と表面のアモルファス層形成、次いでアモルファス層上への HAp 結晶核生成が起こり、その後溶液からの析出による、核の樹枝状微粒子から針状結晶への成長が起こり、HAp ウィスカーへ成長すると考えられる。

[1] A. Nakahira, K. Sakamoto, S. Yamaguchi, M. Kaneno, S. Takeda and M. Okazaki, *J. Am. Ceram. Soc.* **82**, 2029 (1999)

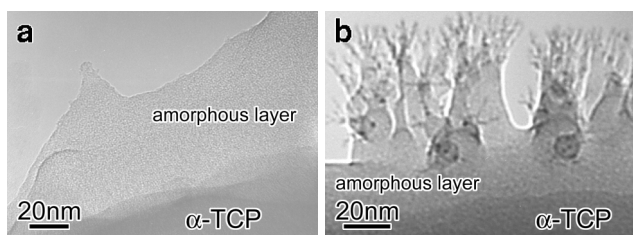


Fig. 1 TEM images of a surface of a thinned  $\alpha$ -TCP, hydrolyzed for (a) 2 and (b) 4 hours, respectively.

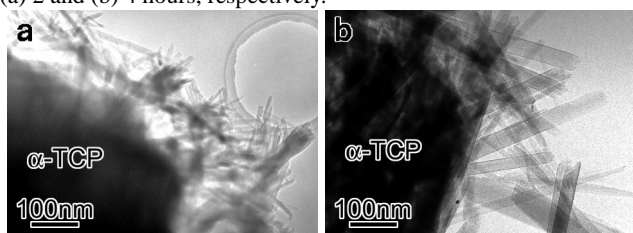


Fig. 2 TEM images of  $\alpha$ -TCP and Ca-def HAp obtained by the hydrolysis for (a) 1 and (b) 3 hours, respectively.