

平成30年度 機械振興補助事業
研究成果報告(ステンレス材料への応用)

生体に対する高潤滑性炭素コーティングの技術開発

～上半期研究成果～

東京電機大学 工学部 電気電子工学科
平栗 健二

ダイヤモンド状炭素薄膜(DLC)

グラファイト



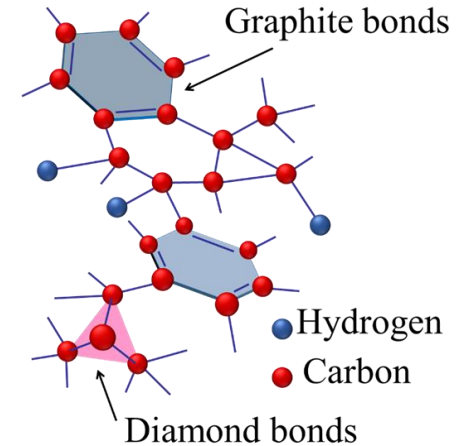
+

ダイヤモンド



=

DLC



特性

低摩擦性

化学的安定性

生体適合性

ガスバリア性

～応用先～



工業分野



医療分野

<https://www.bing.com/images/searchview=detailV2&ccid=fleIHuh1&id=8D157863455BA1CF42DBF002092E9FBFCAE2AF60&thid>

<https://www.bing.com/images/searchview=detailV2&ccid=%2bZ%2bJn9Qj&id=FED838AD544A770F55A92E26FD26ACBDBED1C793&thid>

医療機器の現状①

医療技術の発達に伴い平均寿命が上昇

➡ 高齢化が急速化

治療機器や検査機器の開発が盛んに！

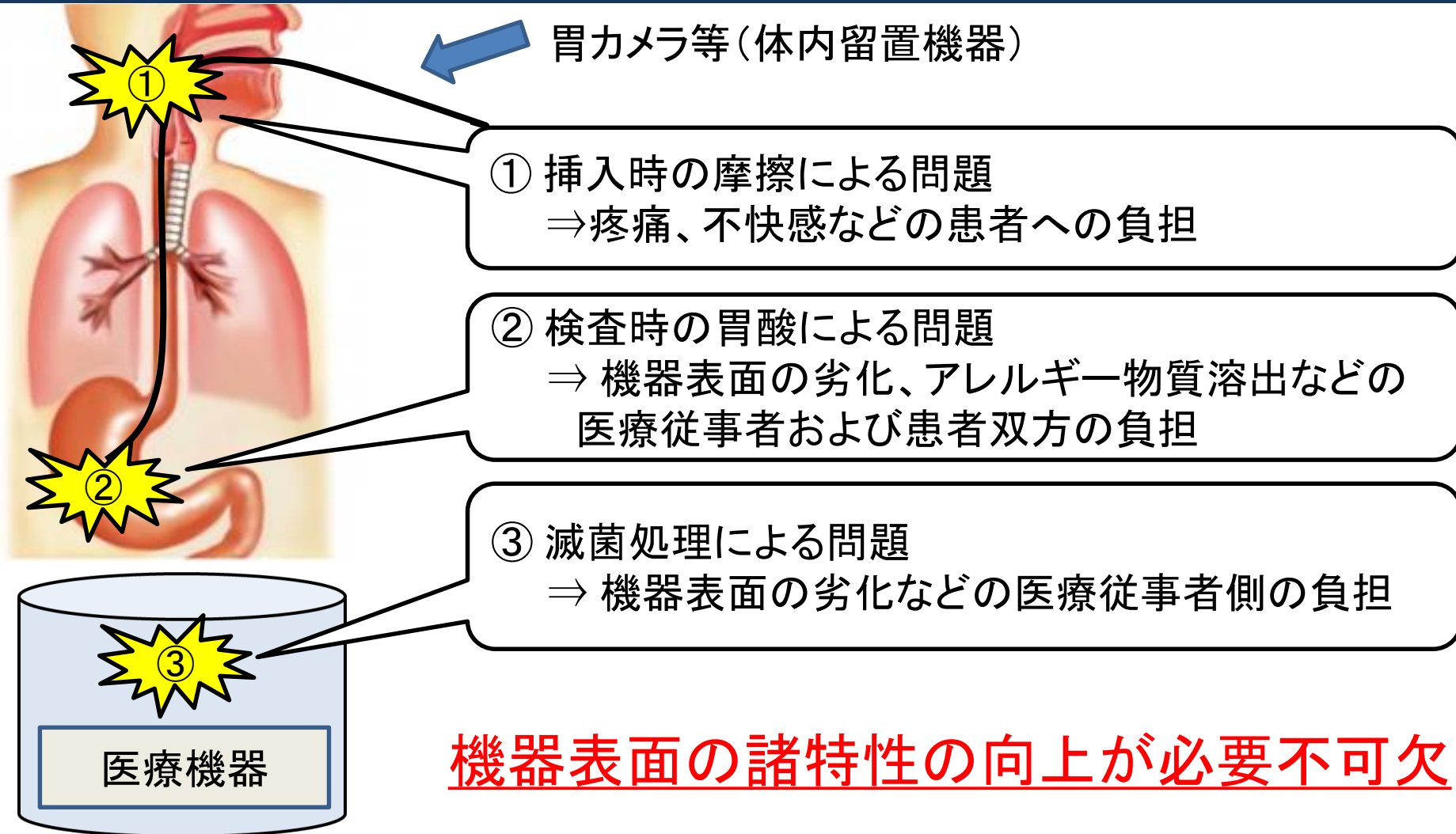
治療機器や検査機器（挿管器具）



ステンレスや真鍮などの金属材料

https://www.amazon.co.jp/dp/B009APUYI4/ref=twister_B009APUYG6?_encoding=UTF8&psc=1 2017/12/20

医療機器の現状②



機器表面の諸特性の向上が必要不可欠

滅菌処理(高圧蒸気滅菌)

http://mkc-kyoto.com/Corner_Illness/IL_02gyakuryuusei.html 2017/12/20

研究目的

今回の研究目的

DLC膜の摺動性および耐薬品、耐滅菌性を調査

摺動性の調査

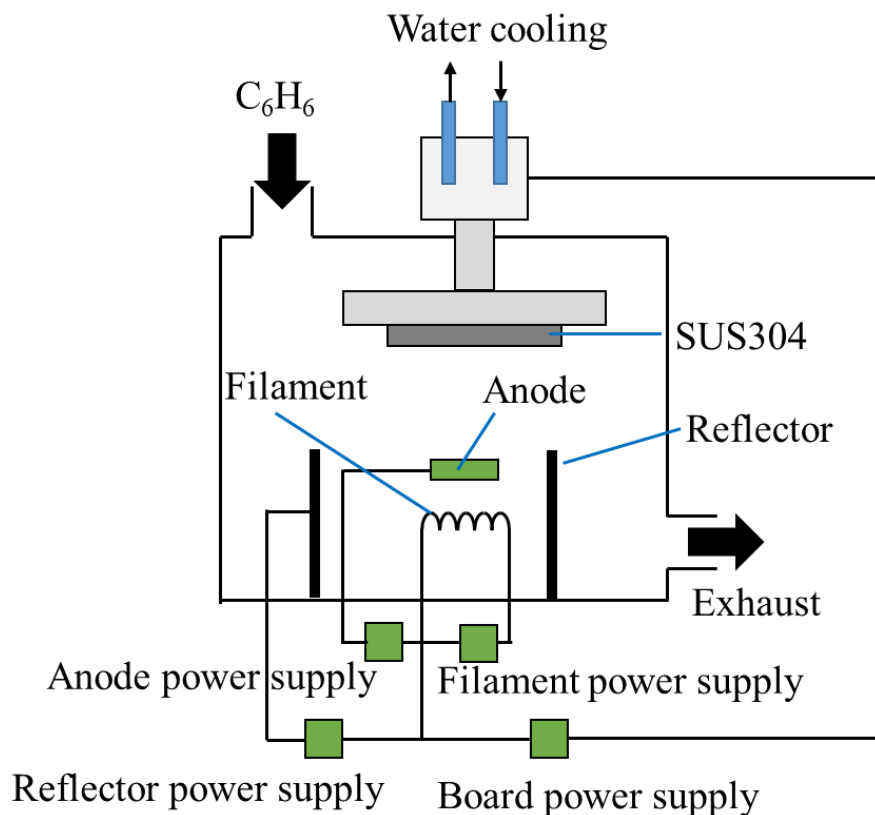
- ・機械的摺動性および生体に対する摺動性を確認

耐薬品、耐滅菌性の調査

- ・医療現場を模擬した耐滅菌、耐酸性試験により諸特性を確認

成膜方法

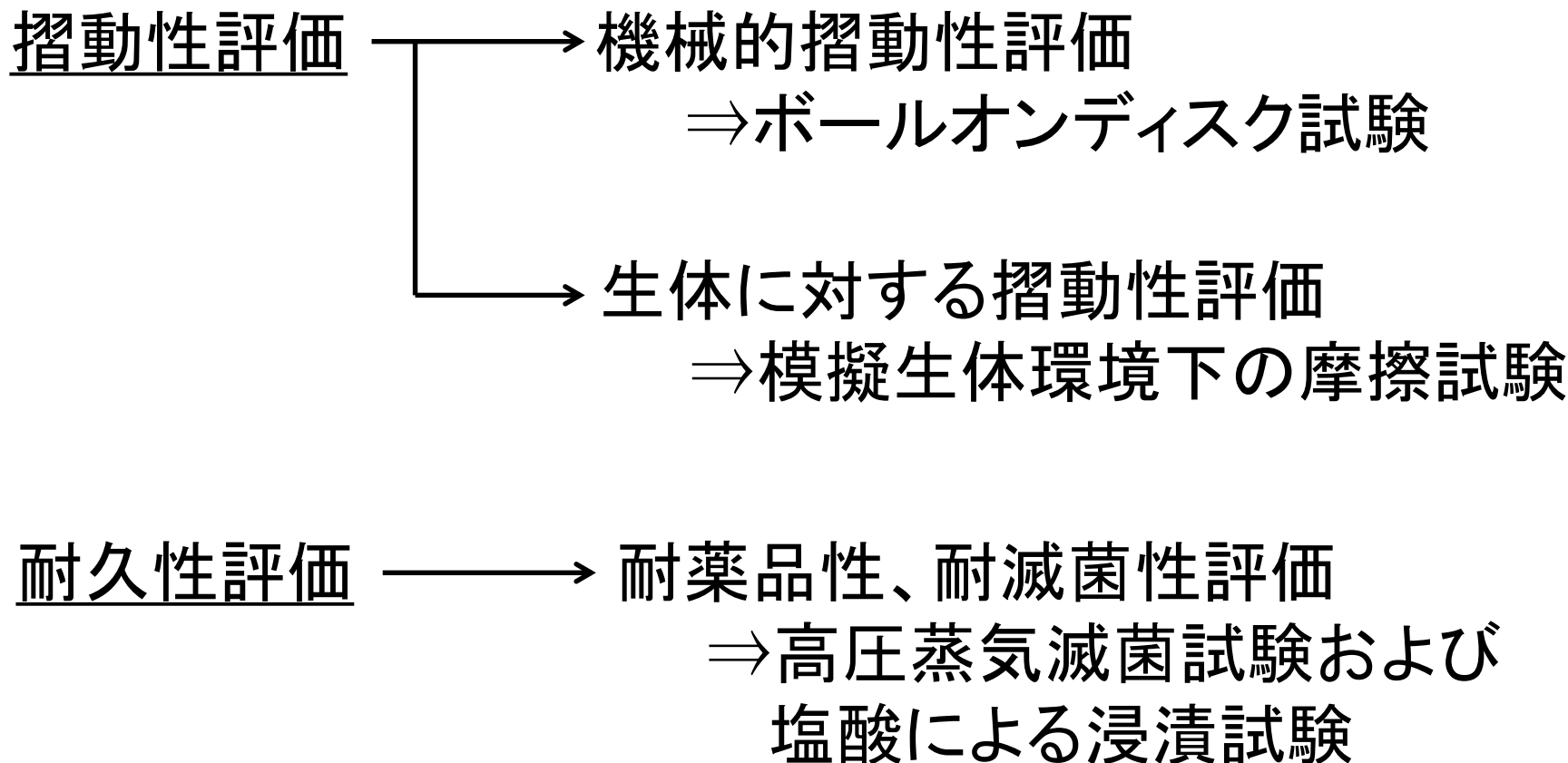
イオン化蒸着法 (Ionized vapor deposition system)



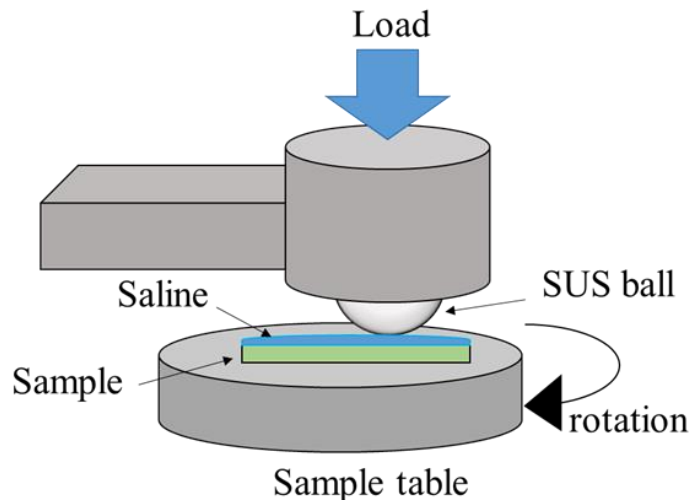
Ionized deposition system

Substrate	SUS304
Source	C_6H_6
Pressure	0.2 [Pa]
Filament current	30 [A]
Substrate voltage	2 [kV]
Deposition time	220 [min]
Film thickness	2 [μm]

実験の説明



機械的摺動性(ボールオンディスク試験)



Ball material	SUS ball Φ=6 [mm]
Temperature [°C]	25
Humidity [%]	15
Load [N]	3.00
Rotational speed [cm/s]	5.00

※ ISO/DIS18535参照

Sample	Environment	Friction coefficient
SUS	Dry	0.529
	Wet	0.556
DLC/SUS	Dry	0.176
	Wet	0.117
O-DLC/SUS	Dry	0.265
	Wet	0.233

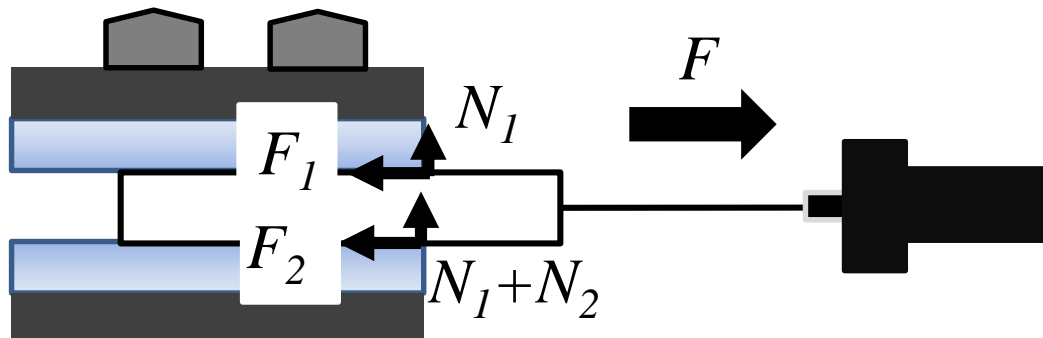
※ Dry: 大気乾燥状態

※ Wet: 生理食塩水を基板上に滴下

DLCコーティングにより
摩擦係数が大幅に低下

<https://www.bing.com/images/search?q=%E6%B3%A8%E5%B0%84%E3%80%80%E3%82%A4%E3%83%A9%E3%82%B9%E3%83%88&q&qs=n&form=QBIR&sp=>

生体に対する摺動性(模擬生体環境下の摩擦試験)



静止摩擦係数の求め方

$$F = \mu N$$



$$F = F_1 + F_2 = \mu (2N_1 + N_2)$$

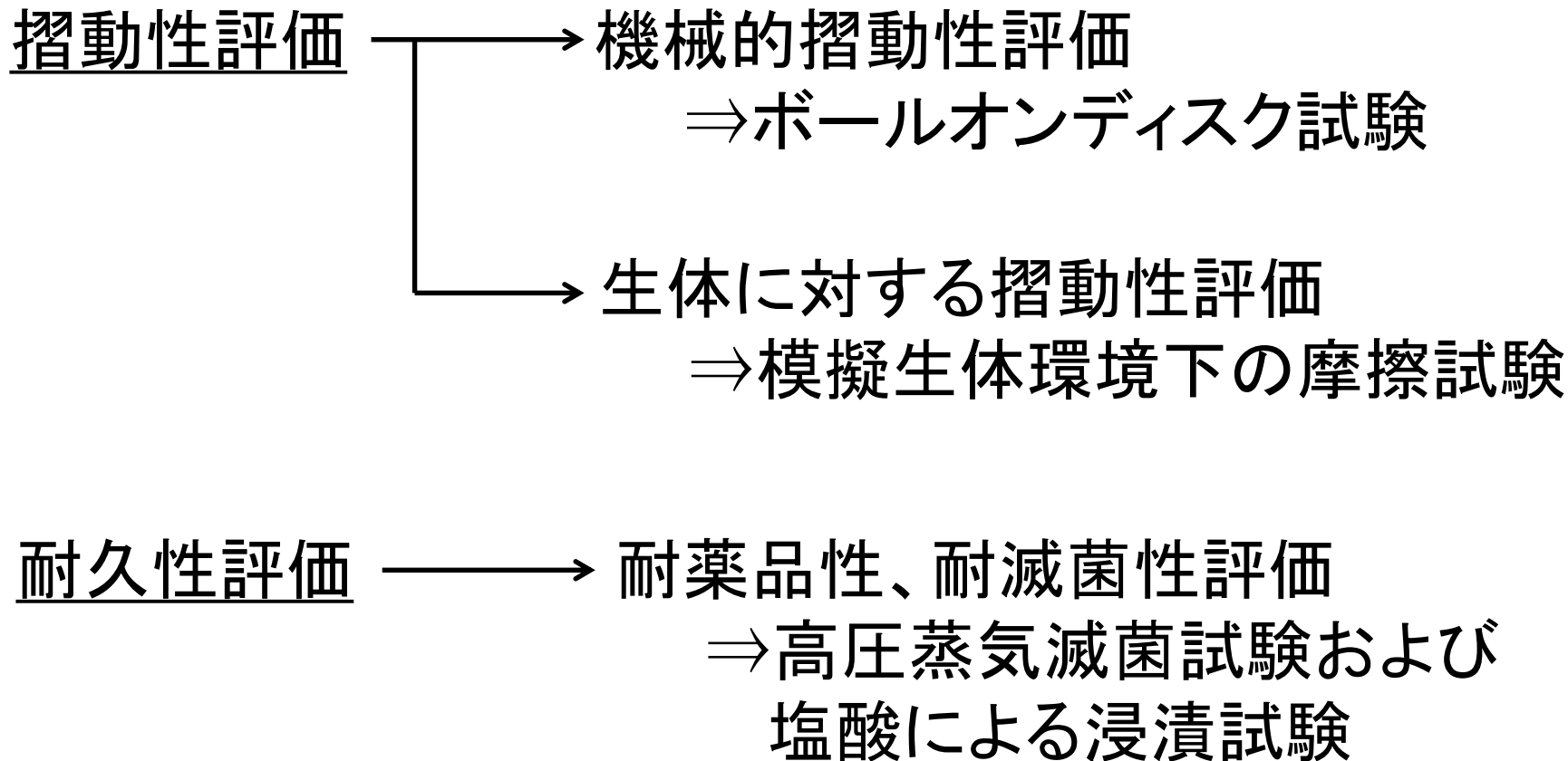
N_1 : Al板とURの重量

N_2 : 各試料の重量

Weight [g]	Friction coefficient		
	SUS	DLC/SUS	O-DLC/SUS
0	1.14	2.29	1.01
100	0.73	1.33	0.67
200	0.87	1.14	0.59
300	0.87	0.97	0.60

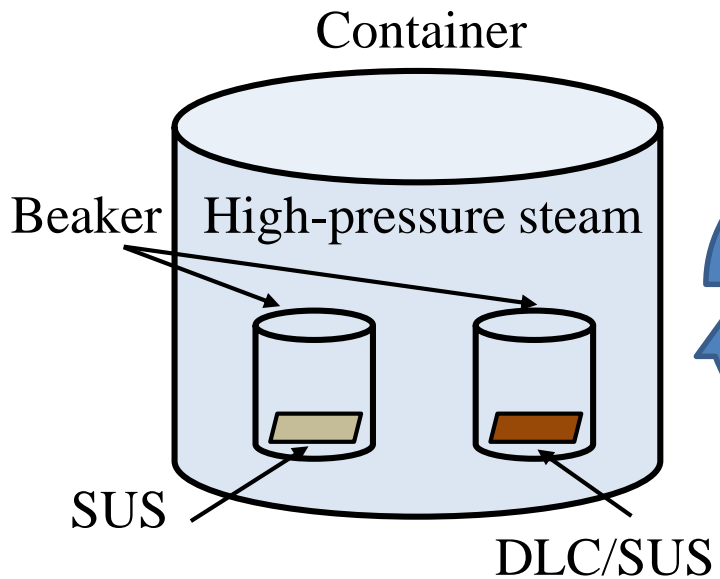
生体に対する摩擦において親水性試料が良好な摺動性
 ⇒ 酸素処理によって摩擦係数の低減効果を確認

実験の説明



高圧蒸気滅菌試験および塩酸による浸漬試験概要

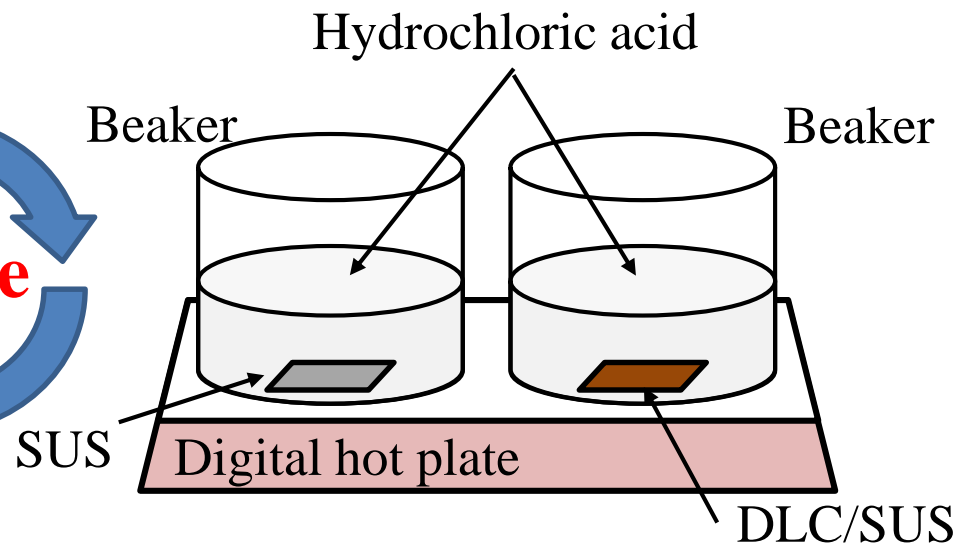
① 高圧蒸気滅菌試験



Temperature [°C]	126
Time [min]	15

※ 医療現場で使用されている条件

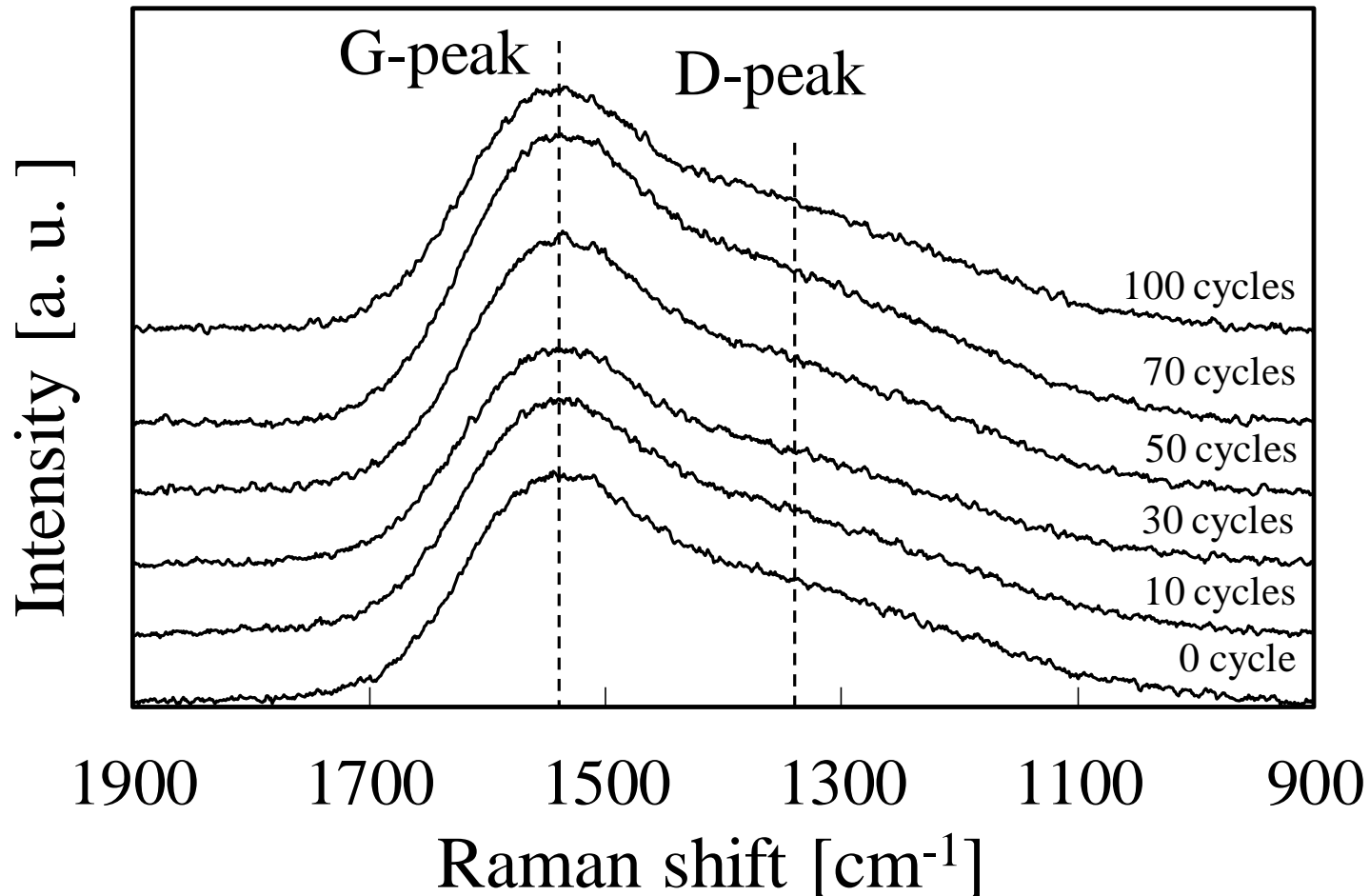
② 浸漬試験



Temperature [°C]	70 [°C]
Time [min]	30 [min]
Acid concentration	pH=1.023 (22.1 [°C])

滅菌試験および浸漬試験を1 cycleとし合計100 cycles実施

Raman分光法による膜構造評価



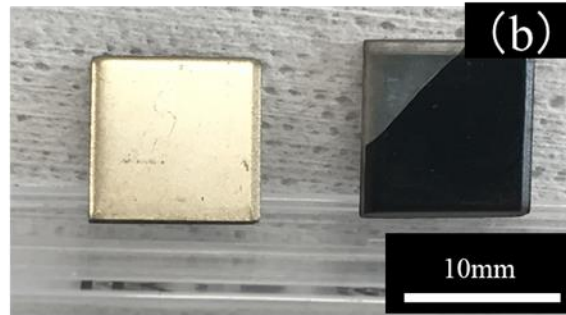
全繰り返し数でDLC膜特有の膜構造を確認

目視による表面形態観察

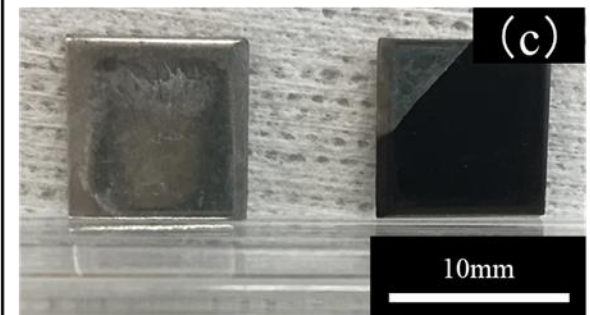
各繰り返し数におけるSUS、DLC/SUSの表面形態



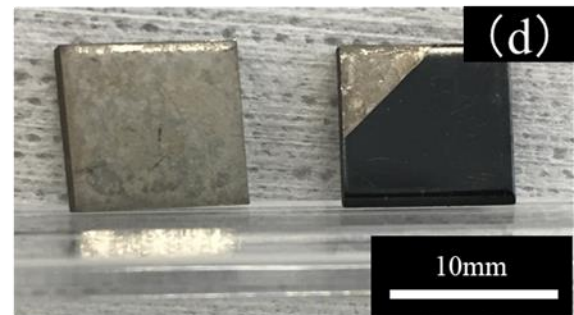
0 cycles



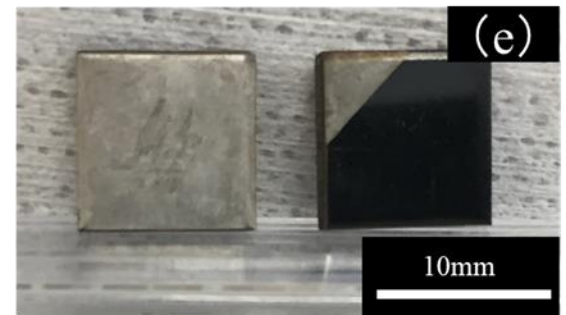
10 cycles



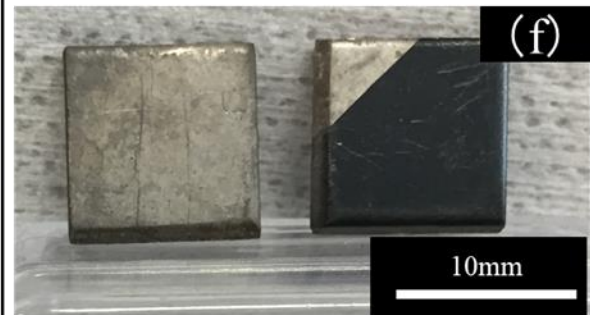
30 cycles



50 cycles



70 cycles



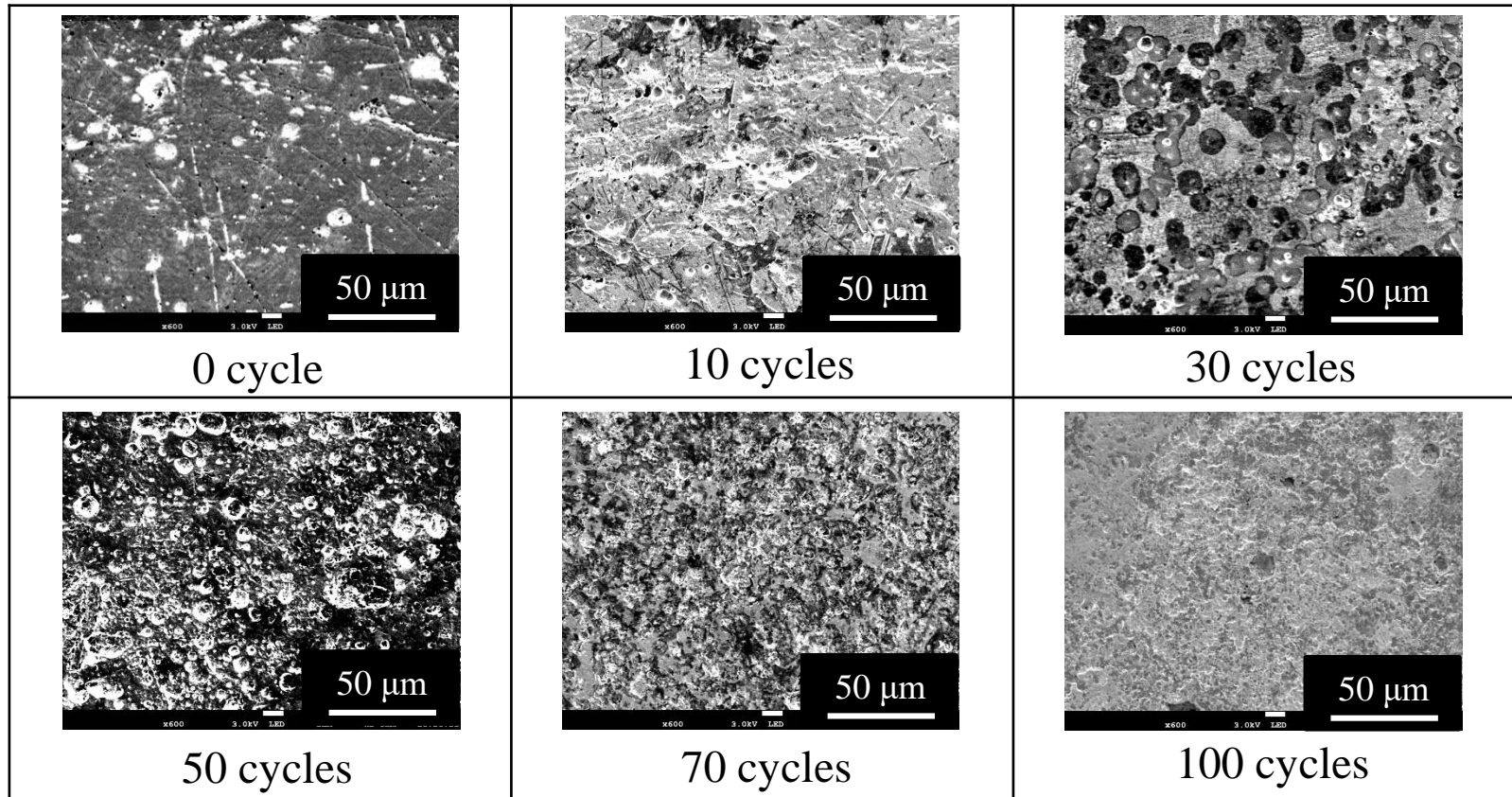
100 cycles

繰り返し数が増えるごとにSUS表面の劣化を確認

SEMによる表面形態観察①

各繰り返し数におけるSUSの表面形態

(×600)

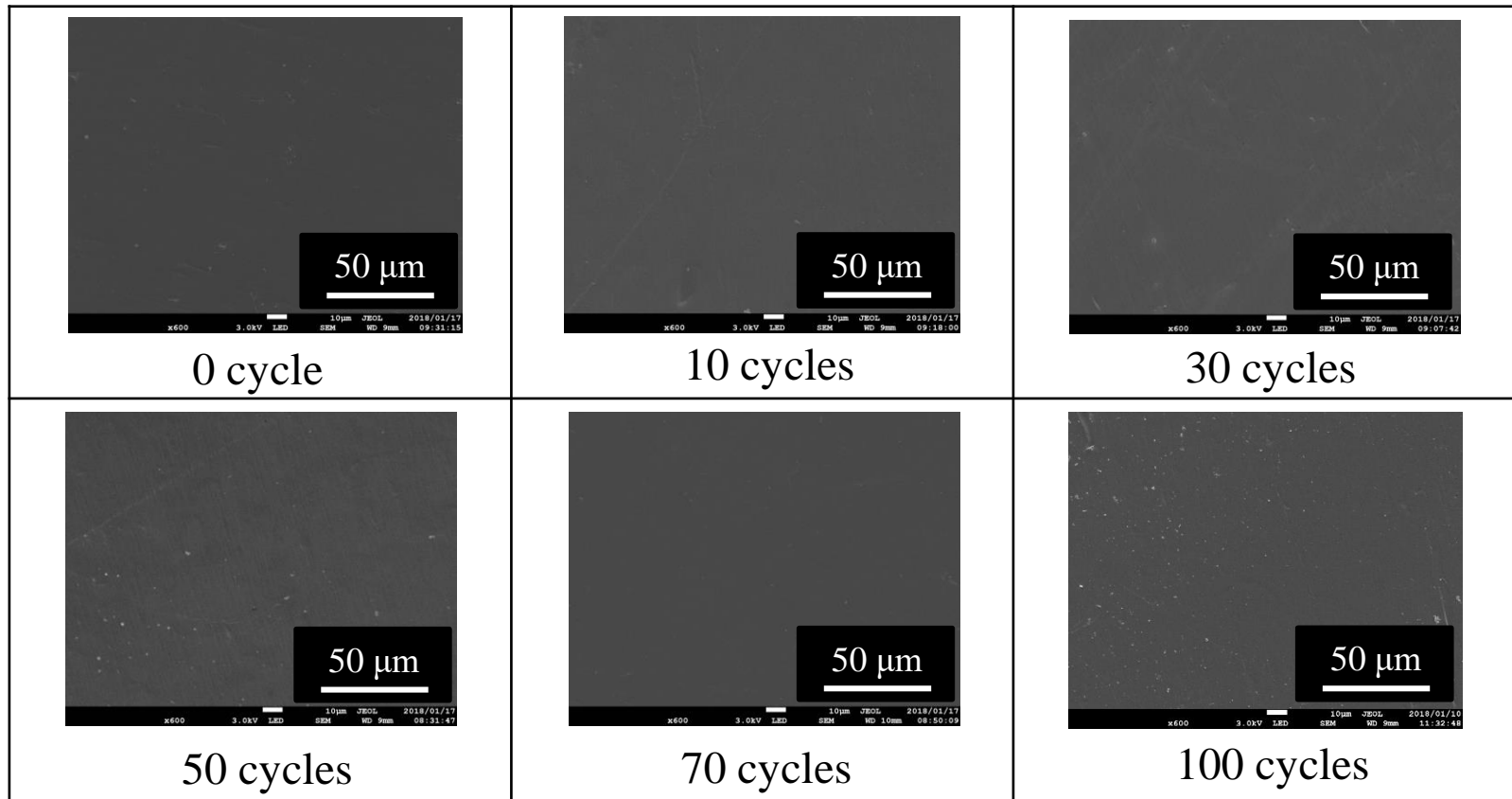


滅菌および浸漬処理によってSUS表面の凹凸を確認

SEMによる表面形態観察②

各繰り返し数におけるDLC/SUSの表面形態

(×600)

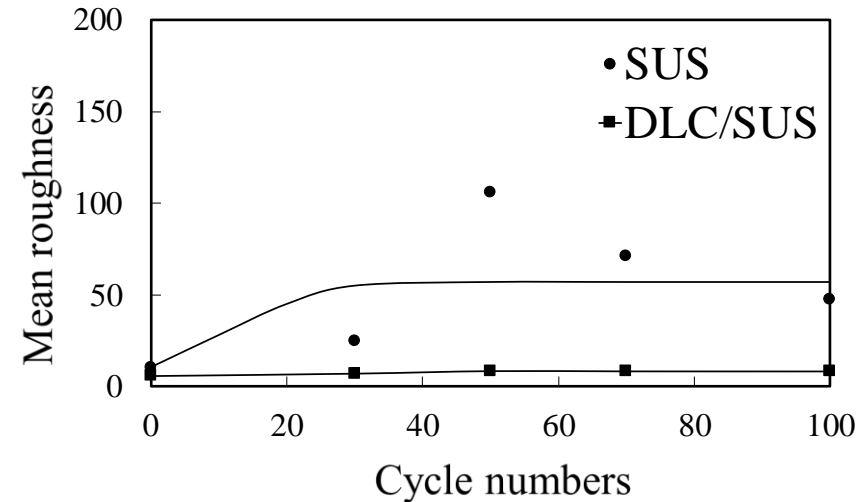


DLCコーティングによって表面の安定性を確認

AFMによる表面粗さ評価

各繰り返し数におけるサンプルの表面粗さ

Cycle number	Mean roughness (Ra) [nm]	
	SUS	DLC/SUS
0	10.4	5.76
30	24.7	7.11
50	106.0	8.53
70	71.3	8.40
100	47.5	8.36



SUS: 0~50 cyclesにかけて粗さが増加し、50~100 cyclesにかけて飽和

DLC/SUS: 全繰り返し数において表面粗さはほぼ一定数値

DLCコーティングにより表面粗さの均一性を確認

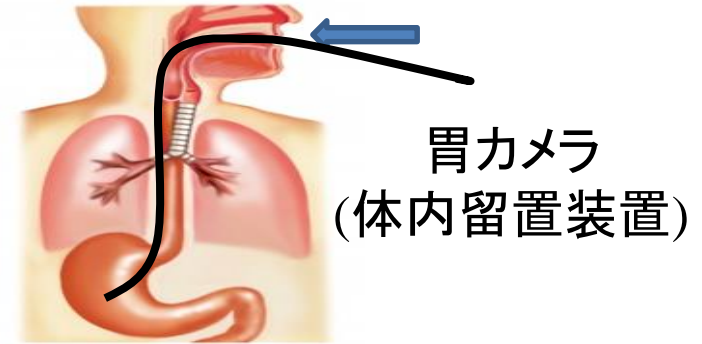
生体に対する高潤滑性炭素コーティングの技術開発

～下半期研究成果～

東京電機大学 工学部 電気電子工学科
平栗 健二

医療機器の現状

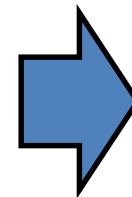
現在の治療機器、検査機器



真鍮、洋白、ステンレスなどの**金属材料**

問題点

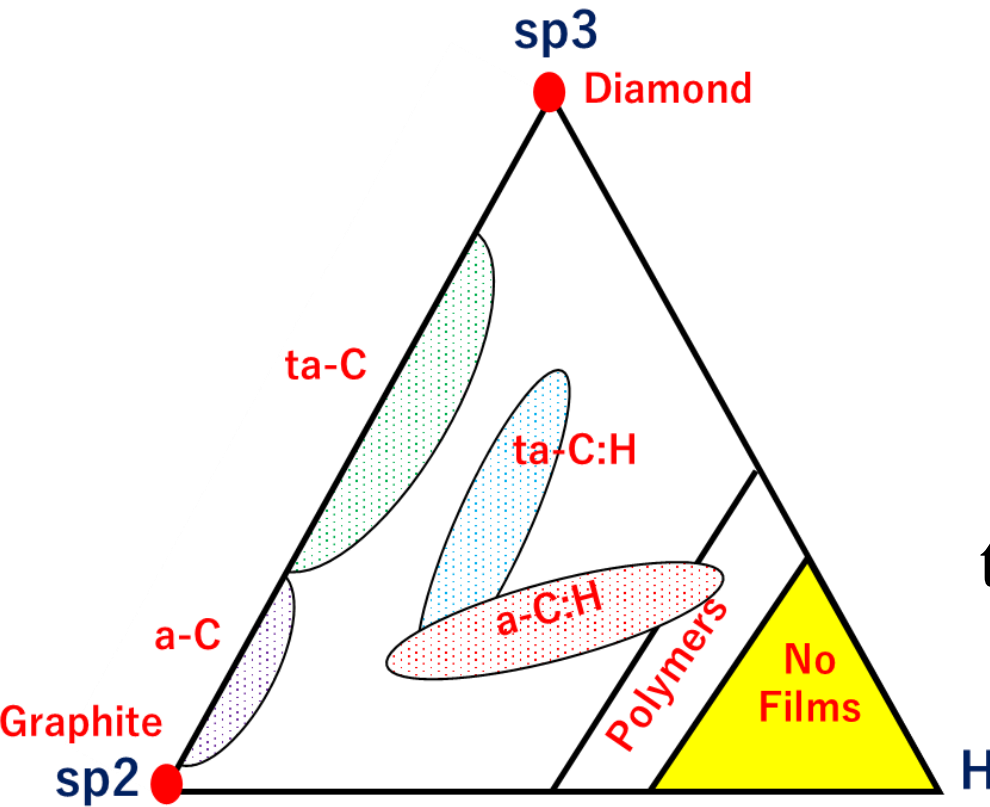
- ・挿入する際の摩擦による侵襲
- ・電気メスによる患部の火傷
- ・消毒滅菌による劣化



低摩擦性
電氣的絶縁性
耐久性

https://www.amazon.co.jp/dp/B009APUYI4/ref=twister_B009APUYG6?_encoding=UTF8&psc=1 2017/12/20

膜種の選定



生体適合性、低摩擦性に
優れているDLCの調査



ta-C , a-C:H の2種類を選定

- ta-C : 高硬度、低摩擦、高密着、水素フリー
- a-C:H : 低摩擦、水素含有(10~30%)、化学的安定

評価方法

使用基板 : 洋白 {銅(Cu), 亜鉛(Zn), ニッケル(Ni)}

DLCの膜種 : ta-C, a-C:H

成膜方法 : 物理気相成長 (PVD) 法, 化学気相成長 (CVD) 法

滅菌方法 : 高圧蒸気滅菌試験

評価方法

表面形態評価

電界放出形走査電子顕微鏡 (FE-SEM)

表面元素定量分析

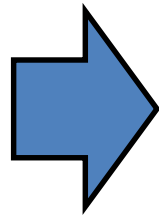
エネルギー分散型X線分光器 (EDS)

電氣的絶縁性測定

電気絶縁性試験

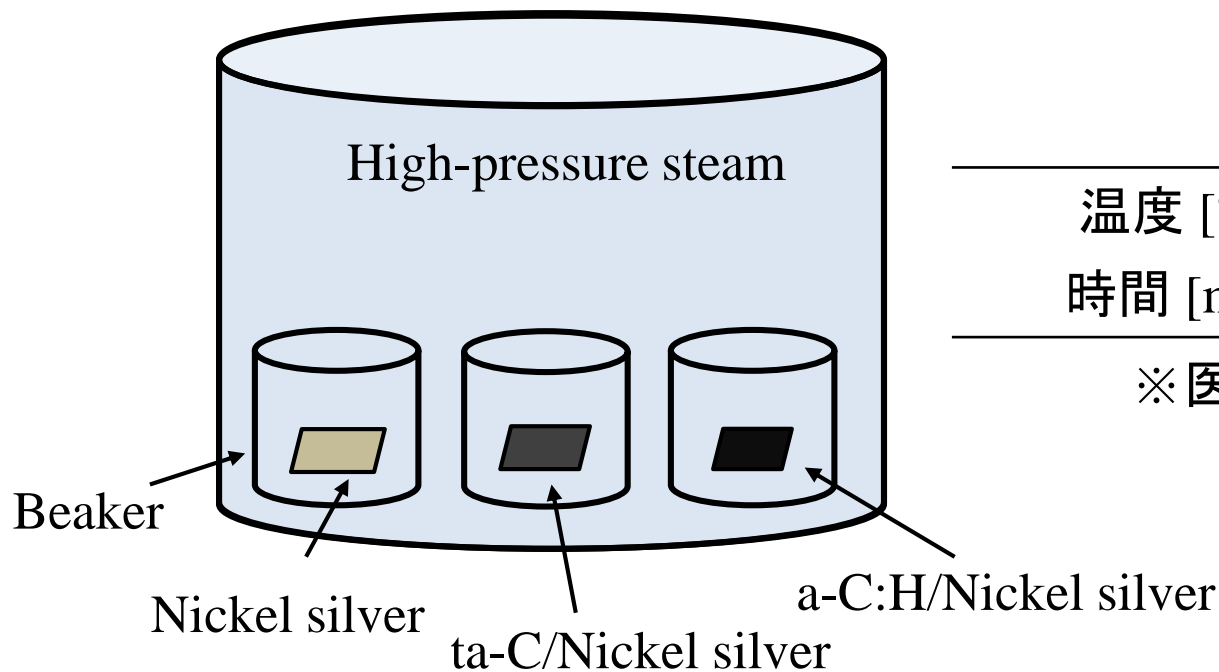
膜密着性評価

スクラッチ試験



高圧蒸気滅菌試験概要

高圧蒸気滅菌 (オートクレーブ)



滅菌条件

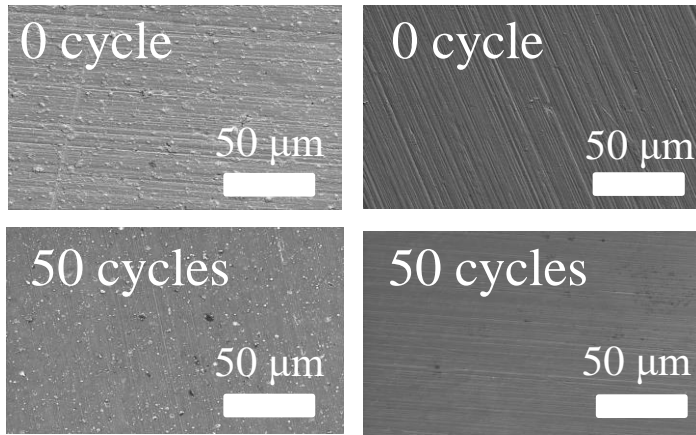
温度 [°C]	126
時間 [min]	15

※医療現場で使用されている条件

高圧蒸気滅菌試験15 minを1 cycleとし、50 cycles実施

SEM表面形態観察、EDS表面元素定量分析

SEMによる表面形態観察



(a) ta-C/洋白 (b) a-C:H/洋白

ta-C, a-C:Hの表面状態は不変



ta-C, a-C:Hの安定性を確認

EDSによる定量分析

	ta-C/洋白		a-C:H/洋白	
	0 cycle	50 cycles	0 cycle	50 cycles
C	87.70%	88.45%	91.10%	90.79%
O	8.90%	10.91%	8.90%	8.96%
Cu	ND	0.58%	ND	0.25%
Zn	0.73%	1.07%	ND	ND
Ni	0.14%	0.47%	ND	ND

ND: < 0.02%

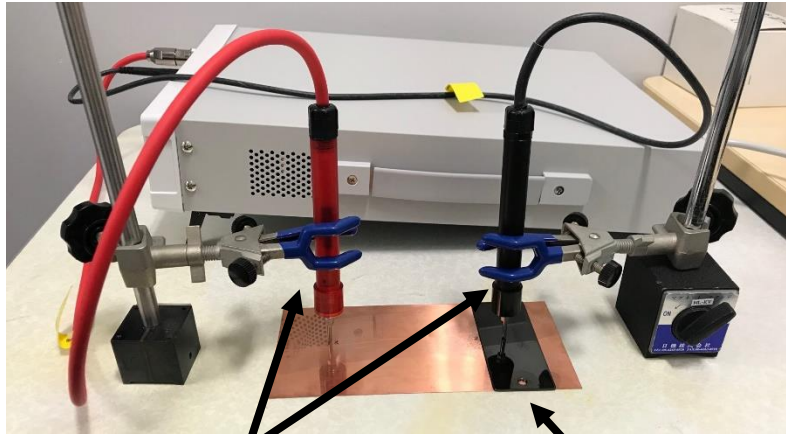
ta-C→Niを検出
a-C:H→Ni未検出



a-C:HによりNiは未検出

電気絶縁性試験概要

電気絶縁性試験機



電極

試料

試験条件

温度 [°C]	23
湿度 [%]	24
開始電圧 [V]	1.00
ステップ電圧 [V]	2.00
ステップ時間 [s]	0.5

測定結果

測定回数 [回]	耐電圧 [V]			
	ta-C/洋白		a-C:H/洋白	
	0 cycle	50 cycles	0 cycle	50 cycles
1	2	4	159	167
2	6	6	162	151
3	5	5	151	155
平均値	4	5	157	157

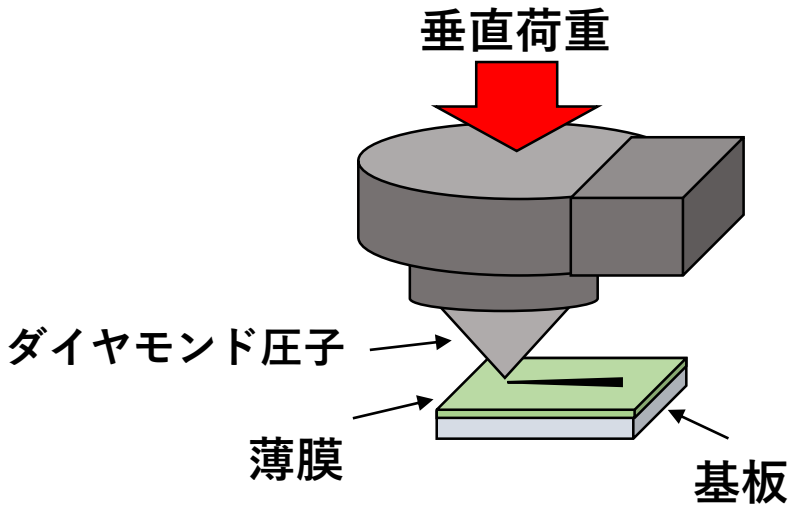
ta-C/洋白は絶縁性が低く数Vで導通
a-C:H/洋白は100V以上の耐電圧



a-C:Hにより高絶縁性を保持

膜密着性試験概要

スクラッチ試験機概略図



試験条件

速度 [mm/s]	0.167
負荷速度 [N/s]	1.67

測定結果

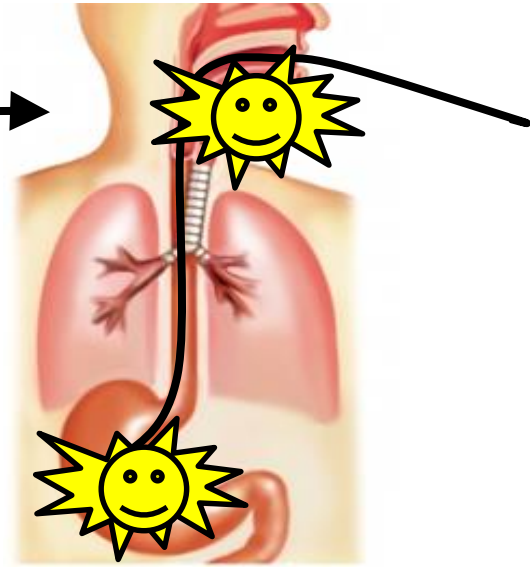
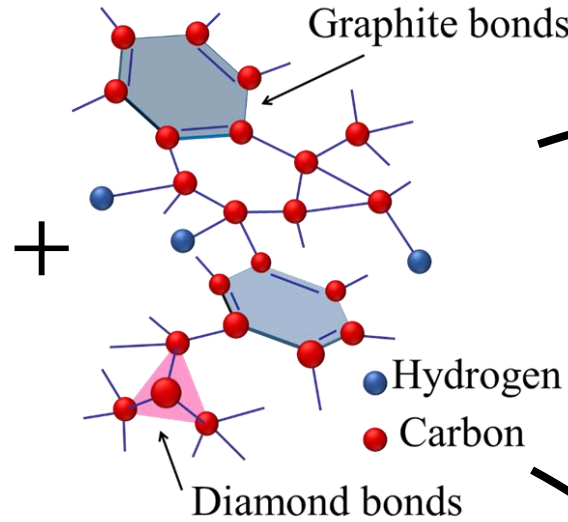
測定回数 [回]	剥離荷重 [N]			
	ta-C/洋白		a-C:H/洋白	
	0 cycle	50 cycles	0 cycle	50 cycles
1	11.4	10.5	12.5	13.7
2	11.5	10.5	12.7	11.1
3	11.8	9.83	13.7	13.5
平均値	11.6	10.3	13.0	12.9

滅菌試験50 cycles後も
剥離荷重は不変



a-C:Hにより密着性を維持

研究成果のまとめ



DLC膜は医療機器への成膜において有用な技術



医療従事者および患者への負担軽減



滅菌処理(高圧蒸気滅菌)

http://mkc-kyoto.com/Corner_Illness/IL_02gyakuryuusei.html 2017/12/20