

軟質金属 DLC 抗菌テープの軟質ゴムによる摩擦回数と抗菌性能変化

Transition of anti-bacterial performance of soft-metal-DLC coated tape rubbed against silicone rubber

宇部高専（学）*藤本 慎平（非）山本 賢也（非）島袋 勝弥（正）後藤 実

Shinpei Fujimoto¹⁾, Kenya Yamamoto¹⁾, Katsuya Shimabukuro¹⁾, and Minoru Goto¹⁾

¹⁾ National Institute of Technology, Ube College

1. はじめに

ダイヤモンドドライカーボン(DLC)は、低摩擦・耐摩耗性や化学的安定性などトライボロジー材料として優れた特性を有し、多様な応用分野において精力的に研究されている^[1]。DLC は他元素の添加によりトライボロジー特性の改善や新たな特性の発現が期待できる。そこで、我々の先行研究において軟質金属(SMe)の固体潤滑性と電気伝導性に着目し、金(Au)、銀(Ag)、銅(Cu)の軟質金属を添加した軟質金属含有 DLC (SMe-DLC) を作成し、膜の構造・組成と摩擦・摩耗特性について研究してきた^[2]。その過程で、SMe 添加量が多い SMe-DLC 表面には数 nm～数 10 nm の厚さの SMe 滲出層ができること、および、SMe-DLC はポリイミド(PI)テープ対して高い密着性を示すことが明らかになった。一方、軟質金属は抗菌性を示すため、裏面に粘着剤を有する PI テープ上に SMe-DLC を成膜することで、任意の場所に容易に抗菌性を付与可能な耐久性の高い抗菌テープが実現可能と考えられ、病原菌の感染経路の 1 つである接触感染抑制に貢献することが期待される。

前報では、Ag-DLC および Cu-DLC を市販の PI テープに成膜し、人の手指を模擬した軟質ゴムで摩擦した場合の大腸菌に対する抗菌性を定性的・定量的に評価した結果を報告した^[3]。本研究では、Ag-DLC 被覆 PI テープと軟質ゴムの摩擦回数と抗菌性の変化について報告する。

2. 実験方法

2.1 Ag-DLC 被覆 PI テープの調製

Ag-DLC 被覆 PI テープの調製は、30x25 mm² の Si(100)ウエハに幅 25 mm の市販の粘着剤付 PI テープを貼り付けた成膜基板上の 25x25 mm² の領域に、RF マグネトロンスパッタ法を用いて Ag-DLC を成膜した。成膜時のターゲットは、直径 50 mm の炭素ターゲットの中央に Ag タブレットを同心円状に配置した同心円複合ターゲットを用いた^[2]。本報告では直径 7 mm のタブレットを使用し、Ag 含有量 18～30 at.% の Ag-DLC を成膜した。Ag-DLC 中の Ag 濃度分析にはエネルギー分散型 X 線分析(EDS)を使用した。

2.2 摩擦試験

Ag-DLC 被覆 PI テープを抗菌テープとして使用する場合、接触・しゅう動対象は人の手指を想定している。そこで、摩擦試験時のしゅう動相手材は直径 6 mm、長さ 25 mm のシリコンゴム円筒を使用した。しゅう動速度および荷重は、ドアノブ開閉時の操作力測定値から推定し、それぞれ 40 mm/s および 1.25 N に設定した。摩擦時間は 180 min. (摩擦回数 17,280 回相当) とし、抗菌性評価は試験開始 5 min. 後 (摩擦回数 480 回相当) の低摩擦状態、摩擦係数が上昇後の試験開始 60 min. 後 (摩擦回数 5,760 回相当) および試験終了時の 180 min. 後に実施した。

2.3 抗菌性試験

本研究における抗菌性定量評価は JIS Z 2801 に準拠して実施し、評価試料表面に規定条件下で培養した大腸菌液を寒天培地上で希釈培養したときのコロニー数から求めた抗菌活性値 R を以て抗菌性能を評価した。大腸菌は W3110 株を使用し、試料表面に 10⁸ 個/mL の大腸菌液を 100 μL 滴下した。実験結果の信頼性の保証と抗菌性能の評価基準として、ポジティブコントロールには純度 99.98 % の Ag 板を使用し、ネガティブコントロールには Ag を含まない純 DLC と同等の Si(100)ウエハを使用した。抗菌活性値 R の算出は(1)式を用い、U_o は試料に滴下した菌液の密度(log 値)、U_t は Si(100)ウエハ上で培養後の菌密度(log 値)の平均値、A_t は評価試料上で培養後の菌密度(log 値)の平均値である。

$$R = (U_t - U_o) - (A_t - U_o) = U_t - A_t \quad (1)$$

3. 実験結果・考察

Figure. 1 に Ag 含有量 20 at.% と 26 at.% の Ag-DLC 被覆 PI テープの被覆面をシリコンゴム円筒で 180 min. 間摩擦した時の摩擦係数推移を示す。摩擦係数推移には次のような定性的な傾向があることわかる。まず、摩擦開始 10 min. 程度までの初期段階の摩擦係数は 1.5～2.5 程度の比較的低い値を示すが、その後、約 30 min. までに急激に上昇し、試験終了まで 6～8 程度の高い値で推移する。そこで、図中の①低摩擦係数領域、②摩擦係数急上昇領域経過後、および③高摩擦係数領域終了時点の 3 つの時点における抗菌性に注目した。

摩擦試験終了後、摩擦開始から 5 min. 後および摩擦試験終了の 180 min. 時点におけるシリコンゴム円筒と Ag-DLC の摩擦面を光学顕微鏡により観察・比較した。その結果、摩擦試験開始から 5 min. 後のシリコンゴム円筒摩擦面には金属光沢がある微細な摩耗粉の移着が多数認められたが、摩擦試験終了時点の摩擦面には金属光沢を有する移着物は

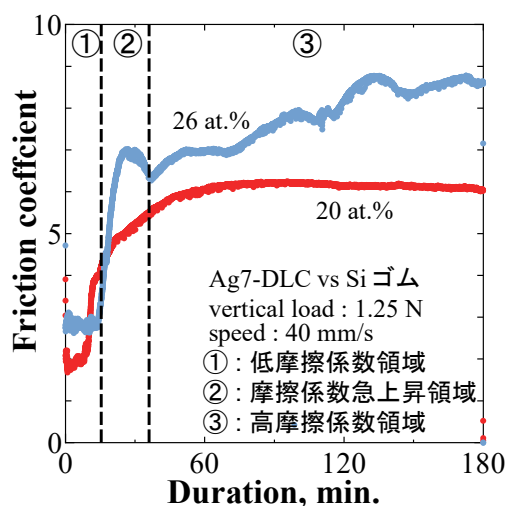


Fig. 1 Transition of the friction coefficient of Ag-DLC coated on PI tape sliding against silicon rubber

認められなかった。一方、シリコンゴム円筒としょう動した PI テープ上の Ag-DLC 摩擦面には、摩擦開始から 5 min. の時点では明瞭な摩耗痕は認められなかったが、摩擦試験終了時には Ag-DLC 表面に摩擦方向に対して平行な筋状の摩耗痕が多数認められた。Figure. 1 より、摩擦時間（回数）の増加に伴い膜およびしょう動相手材の摩耗が増加し、膜表面の組成に変化が生じたため摩擦係数が大きく変動したものと考えられる。

Figure. 2 に摩擦開始から 5 min. 後、60 min. 後および摩擦試験終了時点(180 min. 後)の PI テープ上の Ag-DLC 摩擦面の抗菌活性値 R を示す。ここで、抗菌性を示さないネガティブコントロールの Si(100)ウエハの R は 0 であり、参照試料としてポジティブコントロールの純 Ag の R 値を図中に破線で示した。また、R 値が最も低い摩擦試験終了時点(180 min. 後)の試料については 10 倍に拡大して示した。抗菌性評価の結果、摩擦試験開始から 60 min までは純 Ag と同程度の R 値を示したが、その後 R 値は大きく減少し、摩擦試験終了時点では抗菌性がほぼ消失する結果となった。摩擦時間（回数）と抗菌性能の関係は、摩擦時間（回数）の増加により変化する Ag-DLC 表面組成と関係があると考えられ、そのときの摩擦界面組成の変化が摩擦係数推移に反映されていると考えられる。前報では Si(100)表面上と試料表面上でそれぞれ培養した後の大腸菌密度比を顕微鏡写真から求めた相対大腸菌密度を用いて比較した場合には摩擦試験終了時点(180 min. 後)でも一定の抗菌性能を示す結果であったのに対し、本報告で用いたコロニー数から求めた R 値では摩擦回数による抗菌性能差が極めて大きくなったが、その差異の原因については今後の検討課題である^[3]。

4. まとめ

PI テープ上に Ag 含有量 18~30 at.% の Ag-DLC を成膜し、シリコンゴム円筒と摩擦試験を行い、摩擦係数の推移と摩擦試験開始から 5 min.、60 min.、180 min. 時点の抗菌性をコロニー数から求めた抗菌活性値 R によりそれぞれ評価した結果、以下のことが明らかになった。

- 1) Si(100)ウエハに貼付した PI テープ上の Ag-DLC とシリコンゴム円筒に対する摩擦係数は、摩擦試験開始から 10 min.（摩擦回数 960 回相当）程度経過後までは 1.5~2.5 程度の値を示すが、その後、60 min.（摩擦回数 5,760 回相当）程度経過すると急激に上昇し、摩擦試験終了まで 6~8 程度の値で推移する定性的な傾向を示す。
- 2) Si(100)ウエハに貼付した PI テープ上の Ag-DLC の抗菌活性値はシリコンゴムとの摩擦開始から 60 min.（摩擦回数 5,760 回相当）までは純 Ag と同程度の抗菌活性値を示すが、摩擦終了時点（摩擦回数 17,280 回相当）では Si(100)ウエハとほぼ同程度まで低下した。

謝辞

本研究は JSPS 科学研究費補助金 基盤研究 (C) (一般) 23K03651 により 助成された。本研究の一部は令和 7 年度東北大学流体科学研究所一般公募共同研究助成(J25I075) および令和 6 年度宇部工業高等専門学校校長裁量経費(研究推進経費)により補助された。

文献

- 1) 加納 眞：高硬質炭素膜のトライボロジー研究動向，トライボロジスト, 58, 8 (2013) 2-9.
- 2) Minoru GOTO: Preparations and tribological properties of soft-metal / DLC composite coatings by RF magnetron sputter using composite targets, Int. J. MAM D, Vol. 14, No. 3 (2018) pp. 313-327.
- 3) 後藤 実, 廣橋 航, 堀部 有希, 島袋 勝弥: 軟質金属 DLC ナノコンポジットによる高耐久フレキシブル抗菌テープの実現可能性, トライボロジー会議 2024 秋 名護 [’ 24.10.30-11.1] 予稿集 ダウンロード配布 B51.

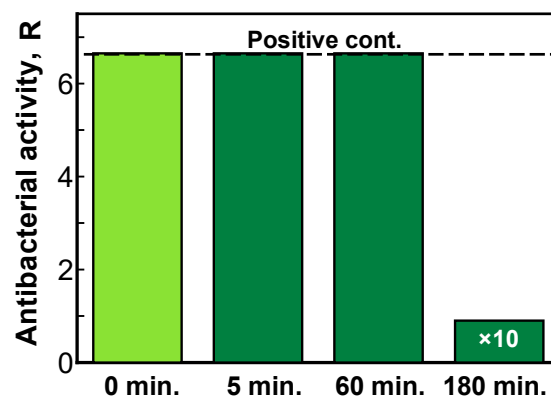


Fig. 2 Transition of antibacterial activity “R” of Ag-DLC coated on PI tape sliding against silicon rubber