

金属表面の DLC 薄膜覆による生体適合性向上に関する研究

プロジェクト代表者：森田真史（理工学研究科・教授）

1 はじめに

人工関節摺動部材は金属またはセラミックスと超高分子量ポリエチレン（UHMWPE）の組み合わせが多い。同部位で産出される PE の摩耗粉は周囲組織に蓄積されて強い炎症反応を示すことが知られている。人工関節置換術が本格的に施行されて久しいが、摺動部の耐摩耗性の向上は今もなお残された最重要課題の一つである。

本研究は、金属表面に DLC 膜を被覆することによる UHMWPE 摩耗量低減効果を確認するためのものである。

2 試験材料および方法

(1) 供試材料の作成

重畳式プラズマイオン注入堆積装置（KJ03-1968）（栗太製作所）を用いて PEIID 法による DLC 膜を成膜した。プラズマ生成用の RF パルスは、周波数 13.56MHz、出力 500W、パルス幅 30 μ s、イオン注入高電圧パルスを電圧 -3~-9kV、パルス幅 5 μ s とした。原料ガスとしてメタン及びトルエンを用いた。ガスの圧力はいずれも 10mtorr であった。表 1 に DLC の成膜条件を示す。

表 1 DLC 成膜条件

原料ガス	メタン(CH ₄)	トルエン(C ₇ H ₈)
PF電源 (W)	500	500
HVパルス電圧 (kV)	-3, -5, -9	-9
HVパルス幅 (μ s)	5	5
流量 (ccm)	20	-
圧力 (mTorr)	10	10
時間 (min)	30, 60	30

(2) 摩耗試験 (図 1 参照)

ピン試験片として作製した DLC 被膜 SUS316L, Disk 試験片として UHMWPE (分子量 600 万、以下 PE) を用いた。PE は耐水研磨紙 (ストルアス社) #320, #1000, #2400 で平均表面粗さ Ra<0.1 μ m に研磨した。続いて、再蒸留水 (DDW) で 30 分間、エタノールで 5 分間超音波洗浄した。擬似生体環境として Ca、Mg 不含の磷酸緩衝液 (以下 PBS(-) と記す) を用いた。また、摩擦面の DLC 膜の損傷状態を電気化学的にモニタするために銀塩化銀電極 (北斗電工株式会社, HX-R5) を用いてオープンサーキット (2 電極) 法による。

金属摩擦面の電位測定を行った。試験片の形状を図 2 に、摩耗試験の主な条件を表 2 に示す。

(3) PE 比摩耗量測定

摩耗量は摩耗試験前後の PE の重量変化量より求めた。試験前に電子天秤で測定した。摩耗試験後、試験片を DDW で洗い流し、24 時間乾燥後、電子天秤で測定し、比摩耗量を求めた。

3 結果および考察

(1) PE 表面の摩擦損傷

図 2 は摩耗試験前後の PE 表面の写真である。DLC 膜の剥離が観られた (C) には顕著な擦痕があり、脱落した DLC 膜の一部が PE 表面に移着したが、(B)、(D) には膜の脱落は観られず、PE 表面は僅かに擦過痕があるのみで滑らかであった。

(2) DLC 膜の接着強度

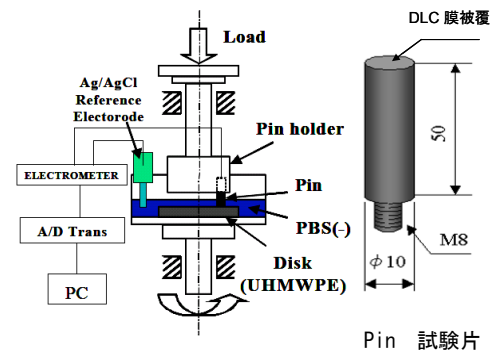


図 1 Pin-on-Disk 摩擦試験

表 2 摩擦条件

ピン/ディスク試験片	SUS316L, DLC被覆 SUS316L, ϕ 10/ UHMWPE, ϕ 50
摩擦環境	PBS(-) 70ml, 室温
摺動半径 摺動距離	r=18mm 19500m
負荷	50N
摩擦速度	110mm/s (1Hz) - 2day

摩擦試験により DLC 膜の剥離が観察された。高電圧で CH₄ による炭素イオン注入を行うほど剥離しにくく、60 分イオン注入するよりも 30 分の方が剥離しにくい結果となった。また、パルス電圧-9kV、注入時間 30 分の条件で炭素イオン注入したものは摩擦試験により剥離することはなかった。炭素イオン注入条件によって DLC 膜の密着性に差がでた。表 3 はそれぞれの DLC 膜形成条件による膜剥離（損傷）数を示す。

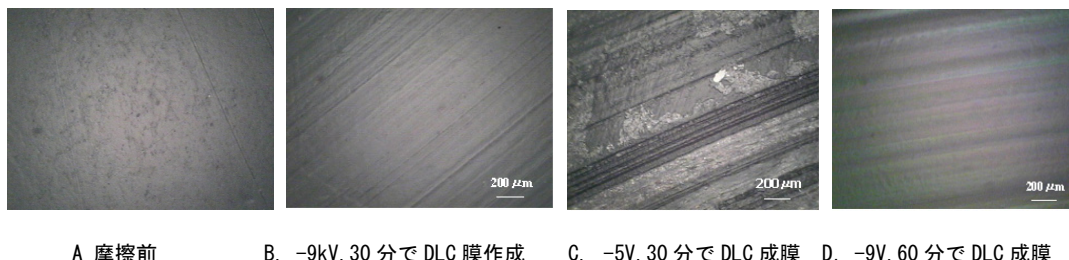


図 2 PE 表面の SEM 写真

表 3 剥離した試験片数 (n=5)

印加電圧	-3kV	-3kV	-5kV	-5kV	-9kV	-9kV
印加時間	30min	60min	30min	60min	30min	60min
剥離数	2	3	1	4	0	2

(3) PE の比摩耗量

DLC 膜の剥離の有無によって分け、それぞれの試験片の種類と PE の比摩耗量の関係を図 3 に示す。剥離がなかった時のほうが PE 比摩耗量は少ない。しかし、-3kV、30 分以外は剥離の有無に関わらず飛躍的に PE 比摩耗量が低減された。

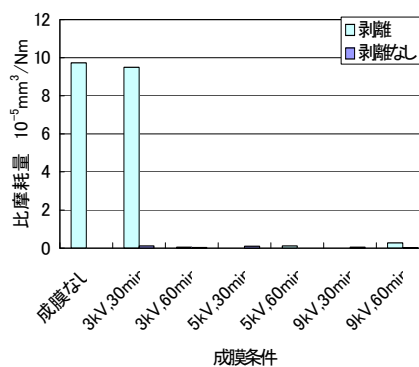


図 3 UHMWPE の比摩耗量の比較

(4) 自然分極電位測定

摩擦時の自然分極電位測定の結果を図 4 に示す。SUS316L では数分で電位が-0.2V まで下がった。DLC 膜を被膜した場合、摩擦試験開始直後に電位が上昇した。また、SUS316L では-0.2V まで電位が下がったが、DLC 膜の場合、徐々に電位が下がり、-0.1V 程度まで低下した。

4 まとめ

DLC 被膜の特長は、1) 高硬度である、2) 耐摩耗性に優れている、3) 摩擦係数が小さい、4) 膜表面が非常に滑らかである、5) 耐薬品性・耐食性に優れていることである。これらの諸特性は人工関節摺動部の耐摩耗性および、生体適合性の改善に期待されるところが大きい。

本研究で得られた主な結果は以下の通りである。

- 1) DLC 膜により PE の耐摩耗性は著しく向上することが確認された。
- 2) 印加電圧を増やすことで、膜の密着性が向上した。印加電圧-9kV、30 分間の条件で炭素注入したときが、最も膜の密着性が高くなることを摩擦試験で確認した。

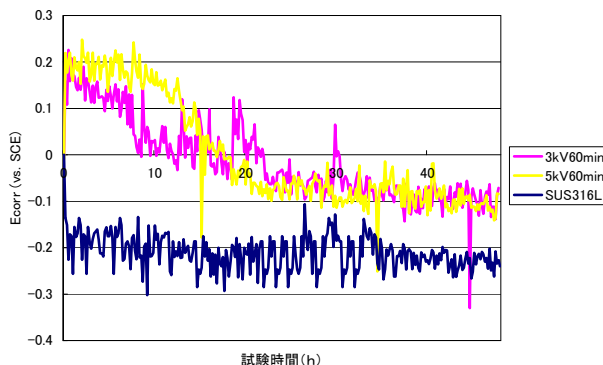


図 4 自然分極電位測定