# 科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 5 年 6 月 1 3 日現在

機関番号: 53401

研究種目: 基盤研究(C)(一般)

研究期間: 2020 ~ 2022

課題番号: 20K05107

研究課題名(和文)フェムト秒レーザ誘起ナノ構造を有する新抗菌素材の開発

研究課題名(英文)Development of newly antibacterial material with LIPSS

### 研究代表者

千徳 英介 (Sentoku, Eisuke)

福井工業高等専門学校・機械工学科・准教授

研究者番号:10436834

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 3,300,000円

研究成果の概要(和文):表面微細構造によって抗菌効果が得られることが知られているが,本研究ではフェムト秒レーザー誘起ナノ構造が抗菌効果を発現するかを調査した.ナノ構造付与表面の抗菌性は大腸菌を用いた抗菌試験により評価した.その結果,DLC(ダイヤモンドライクカーボン)膜にナノ構造を付与することで抗菌効果が得られることを確認した.同様の効果は,SUS304やTiでも得られた.この抗菌効果はナノ構造の間隔が100~200nmで発現し,効果にはナノ構造の形状依存性があることがわかった.さらに,ナノ構造により殺菌性を付与したDLCと人工関節材料とのボールオンディスク試験では,摩擦係数が0.1以下の低摩擦を示した.

研究成果の学術的意義や社会的意義 フェムト秒レーザ照射によって形成したナノ構造によって高硬度な先端材料であるDLCに抗菌性を付与できることを明らかにした.また,その抗菌効果はナノ構造の形状に依存することを示した.これらの成果から,本手法は,様々な材料に対応し,クリーンかつ環境負荷が小さな新しい抗菌性付与加工として広範な分野に適応できる.

研究成果の概要(英文): In this study, our aim was to develop newly antibacterial materials with Laser Induced Periodic Surface Structure (LIPSS). The antibacterial effect of the nanostructured surfaces was evaluated by an antibacterial test using Escherichia coli. As a result, it was confirmed that the nanostructures add antibacterial properties on DLC (diamond-like carbon) films surface. The same effect was also obtained with SUS304 and titanium. The antibacterial effect appeared at a spacing of 100 to 200 nm between the nanostructures, and the effect was found to be dependent on the shape of the nanostructures. In addition, ball-on-disk tests between DLC and joint prosthesis materials with antibacterial nanostructures showed low friction with a coefficient of friction of less than 0.1.

研究分野: レーザ加工

キーワード: フェムト秒レーザー 抗菌 DLC LIPSS

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等に ついては、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属します。

## 様 式 C-19、F-19-1、Z-19(共通)

## 1.研究開始当初の背景

日用品を介した感染症の拡大,生体材料(人工関節,人工歯根,人工血管など)と生体間の炎症,ステンレス配管の微生物誘起腐食などを防止する上で,材料の抗菌性向上は社会的に広範囲で要求のある課題である.一方,近年クマゼミの羽の抗菌効果の研究からナノオーダーの突起(間隔 100nm,深さ 200nm 程度)が抗菌効果を発現することが明らかとなってきた.伊藤らは,エッチングにより微細な凹凸を形成し,その抗菌効果を確認している[Ito et al., ECS Transactions, 75(53), 1-5, 2017].しかし,エッチングのような工程が多く,環境負荷も大きい加工方法では,産業利用は極めて限定的となる.さらに加工可能な材料も限られたものとなる.

そこで,本請課題では,このナノオーダーの突起を形成する加工方法として,フェムト秒レーザを提案する.フェムト秒レーザによるナノ構造形成は,形状やサイズを照射条件によって制御可能であり,ドライプロセスであることから環境負荷も小さい.そのため,フェムト秒レーザ誘起ナノ構造形成は、有効な素材表面への抗菌性付与手法と考えた.

### 2.研究の目的

本研究の目的は、生体材料として期待される硬質膜である DLC(ダイヤモンドライクカーボン)膜にフェムト秒レーザ照射によってナノオーダーの微細構造を形成し、低摩擦係数を維持しながら高い抗菌効果の発現を可能にする新素材を開発することである。本研究により、大面積や曲面を有する硬質膜に、低コストで高い抗菌効果を付与できれば、本手法が簡便に表面へ抗菌効果をもたらす新たな方法として普及し、人工関節などの生体材料に適用され、安全性の向上につながると期待される。

### 3.研究の方法

試料表面にフェムト秒レーザ(パルス幅 200fs)を種々のフルエンス,照射角度,走査速度,偏光方向で照射し,様々な構造間隔,深さ,凹凸の形状(溝状,スパイク状)の構造を付与し,抗菌効果との関係を明らかにする.微細構造の形状は,電界放出型走査電子顕微鏡(FE-SEM)および走査型プローブ顕微鏡(SPM)を用いて行う.試料は,軟質なDLCであるa-C:Hと硬質なDLCであるta-CおよびTi,SUS304とした.

抗菌効果の評価は,大腸菌(E.coli)による抗菌性評価試験(JIS Z2801I 抗菌菌加工製品-抗菌性試験方法・抗菌効果)で行う.さらに,種々の材料を用いて同様の調査を行い,抗菌効果が材料依存ではなく表面形状依存によって発現することを明らかにする.また,抗菌試験に大きく影響すると考えられる材料表面の濡れ性を接触角計によって測定する.

構造の形状データを解析し,抗菌試験の結果と合わせて抗菌効果と高い相関を持つ形状パラ メータを割り出し,構造の形状最適化を行う.

構造を形成した表面に対しボールオンリング試験,往復動摩擦試験を行い,ナノ構造の摩擦摩 耗特性を明らかにする.これらの結果を総合して最適な微細構造の形状を提案する.

#### 4.研究成果

Fig.1 に未加工とナノ構造付与表面の抗菌試験後の生菌数の比較を示す.すべての試料において未加工よりナノ構造付与した試料のほうが生菌数は小さい値を示し,ナノ構造が試料表面に抗菌効果を付与していることが確認できた.また,各材料の生菌数の比較では,未加工もナノ構造付与も材料特性として抗菌性のある DLC が最も小さく,Ti が最も大きくなった.しかし,ナ

ノ構造付与後の生菌数の減少率は Ti が最も 大きく,材料特性として抗菌性を持たない材 料の抗菌効果を大きく高めることがわかっ た.

Fig.2 に各材料におけるナノ構造間隔 と生菌数の関係を示す. SUS304 や Ti はナノ構造間隔が増加するに伴い生菌数も大きくなる.DLCでは,生菌数は間隔とともに <100nmでは大きくなり,100 200nmでは小さくなった. このことから抗菌効果を発現に適した構造間隔があり,大腸菌に対しては 100

200nm の構造から高い抗菌効果が得られた.これは,ナノ構造の抗菌効果の形状依存性を示しており,その機序においても構造形状が重要であることを示唆している.

Fig.3 にボールオンリング試験による各材料のナノ構造付与面の摩擦係数を示す.ボール材は超硬と人工関節に使用されるポリエチレン(PE)およびアルミナを用いた.PE に対しては全てのすべての材料で低摩擦係数を示した.一方,アルミナに対しては2種のDLCは低摩擦係数を示したが,Ti は高い摩擦係数を示した.

本研究では,フェムト秒レーザで DLC, Ti, SUS304に様々な形状のナノ構造を付与し, 抗菌性評価及び摩擦試験を行い,ナノ構造が大腸菌に対して抗菌効果を発現すること,その抗菌効果には構造形状が影響する

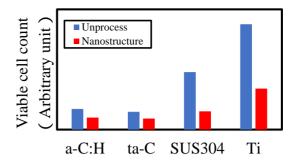


Fig.1 Number of viable bacteria for each sample

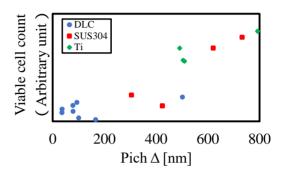


Fig.2 Relationship between pich and viable cell count

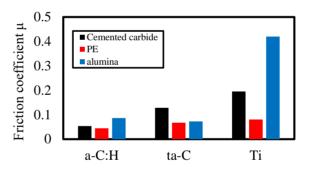


Fig.3 Friction coefficient of each sample

ことを明らかにした.さらに,ナノ構造により抗菌性を付与しても人工関節材料に対して低摩擦を発現することを明らかにした.

| 5 | 主な発表論文等 |
|---|---------|
| J | 工体光化硼人豆 |

〔雑誌論文〕 計0件

| ( 学会発表 ) | 計2件 | (うち招待護演     | 0件/うち国際学会 | 0件)   |
|----------|-----|-------------|-----------|-------|
| し子云光仪丿   |     | しょう 1月1寸冊/宍 | リイ ノク国际子云 | VIT / |

| 1.発表者名                     |
|----------------------------|
| 藤田悠生,渡辺虎生太,坂元知里,千徳英介       |
|                            |
|                            |
|                            |
| 2 . 発表標題                   |
| レーザ誘起ナノ構造の抗菌性の研究 -構造形状の影響- |
|                            |
|                            |
|                            |
| 3.学会等名                     |

4.発表年 2021年

·

1.発表者名

渡辺虎生太,千徳英介,安丸尚樹,坂元知里

精密工学会北陸信越支部大会

2 . 発表標題

フェムト秒レーザ誘起ナノ構造を有する硬質膜の抗菌性評価

3.学会等名精密工学会

4.発表年 2020年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6 研究組織

| . 0   | . 饼光紐織                    |                       |    |  |  |  |
|-------|---------------------------|-----------------------|----|--|--|--|
|       | 氏名<br>(ローマ字氏名)<br>(研究者番号) | 所属研究機関・部局・職<br>(機関番号) | 備考 |  |  |  |
|       | 安丸 尚樹                     | 福井工業高等専門学校・機械工学科・嘱託教授 |    |  |  |  |
| 研究分担者 | (Yasumaru Naoki)          |                       |    |  |  |  |
|       | (90158006)                | (53401)               |    |  |  |  |

## 7.科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

| 共同研究相手国 | 相手方研究機関 |
|---------|---------|
|---------|---------|