

(様式第5号)

## 組成および塗布条件に依存した抗菌性コーティング膜の構造評価

Structural evaluation of antimicrobial coatings depending on composition and coating conditions

正井博和<sup>1</sup>、山田治男<sup>2</sup>、中尾友則<sup>2</sup>

Hirokazu MASAI<sup>1</sup>, Haruo YAMADA<sup>2</sup>, Tomonori NAKAO<sup>2</sup>

<sup>1</sup>産業技術総合研究所・<sup>2</sup>株式会社 YOO コーポレーション

<sup>1</sup>National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, <sup>2</sup> YOO Corporation.

- ※1 先端創生利用（長期タイプ）課題は、実施課題名の末尾に期を表す（Ⅰ）、（Ⅱ）、（Ⅲ）を追記してください。
- ※2 利用情報の公開が必要な課題は、本利用報告書とは別に利用年度終了後2年以内に研究成果公開〔論文（査読付）の発表又は研究センターの研究成果公報で公表〕が必要です（トライアル利用を除く）。
- ※3 実験に参加された機関を全てご記載ください。
- ※4 共著者には実験参加者をご記載ください（各実験参加機関より1人以上）。

### 1. 概要（注：結論を含めて下さい）

ガラス基板表面上における微量元素の局所構造解析には、X線吸収微細構造（XAFS）が有力な解析手法の1つである。今回、SiO<sub>2</sub>ガラス上に塗布した試料に対して蛍光XAFS測定を実施することでガラス表面上の微量チタンの局所情報を得ることに成功した。また、布研磨試験後の試料においても、表面上にチタンが残存していることを明らかにした。

#### (English)

X-ray absorption fine structure (XAFS) is one of the most promising methods for local structure analysis of trace elements on glass substrate surfaces. In this study, fluorescence XAFS measurements on samples coated on SiO<sub>2</sub> glass were successfully performed to obtain local information on trace amounts of titanium on the glass surface. It was also found that titanium remained on the surface of the sample after the cloth polishing test.

### 2. 背景と目的

昨今のコロナ禍によって、公共の場において、安全を担保するような防汚・抗菌システムの社会的整備が求められている。本提案における共同研究の企業は、外部機関における実証結果を基に、リン酸チタニア系化合物を含む製品を販売している。実際にこれまでに、阪急電鉄、帝国ホテル、二条城、国立競技場など、非常に多くの著名な施設・輸送機関に対しての施工実績を有する。しかし、大きな研究所を持たない中小企業であるため、材料（実応用）が先行している一方で、実際の構造に関する知見はまだ十分とは言えず、将来的に材料科学的な知見に基づいた高機能化が必要である。

当グループでは、これまで、SAGA-LSにおいて、課題番号2106086F、2112160Fで、抗菌活性を示すガラス基板について2回の実験を実施し、その微量元素に関する知見を得てきた。しかし、ガラス基板として使用したBK-7、あるいは、TEMPAXガラスにもTiが含まれていることが判明したため、塗布用の前駆溶液にはチタンが含まれているにも

関わらず、試料自体における正確な情報を得ることができなかった。そのため、本研究では、Ti を含まないシリカ( $\text{SiO}_2$ )ガラスを塗布用基板として使用し、ガラス表面上に塗布した試料における微量 Ti に関して XANES 測定を実施することによって、チタン化合物の局所構造を明らかにすることを目的とした。

### 3. 実験内容

本実験で用いた試料の調製条件を表 1 にまとめた。塗布溶液として、チタン、及び、リン等を含有した水溶液 A を用いた。塗布用の基板としては  $\text{SiO}_2$  ガラスを選択し、専用のガンを用いて噴霧塗布をおこなった。塗布後の試料は、大気中、室温で 4 日以上乾燥させた。

表 1 : 試料作製条件

塗布溶液	チタン、及び、リン等を含有した水溶液 (液 A)
基板	$\text{SiO}_2$ ガラス (30 mm × 150 mm × 1 mm)
乾燥処理	室温

一方、塗布後のガラス基板に対して、摩擦試験(JIS L0849)を基に、10000 回布往復摩擦した試料についても Ti K 端 XANES 測定を行った。実験は SAGA-LS BL11 にて実施した。参照物質 (アナターゼ、ルチル) のスペクトルは、透過法を用いて測定した。一方、塗布試料については、7 素子 SDD を用いた蛍光法で測定をおこなった。全ての測定は、室温で実施した。

### 4. 実験結果と考察

$\text{SiO}_2$  ガラス表面に液 A を塗布した試料における Ti K 端 XANES スペクトルを図 1 に示す。図 1 に示すように、表面の Ti に由来した XANES スペクトルを得ることに成功した。ガラス試料表面における微量の Ti はプレエッジピークが明瞭に分裂していないことから[1]、4 価の非晶質の状態で存在していると推定される。表面の物質が非晶質であることは X 線回折実験でも示されており、両データにおいて、矛盾がない結果であると結論づけられる。

一方、布研磨試験後の試料においても、強度は減少しているものの、Ti 種の存在を表面に確認できた。評価対象の部材は、布を用いた摩擦試験後も抗菌活性が確認されている。本 XANES 実験で得られた結果は、研磨後の抗菌結果の結果と整合するものである。

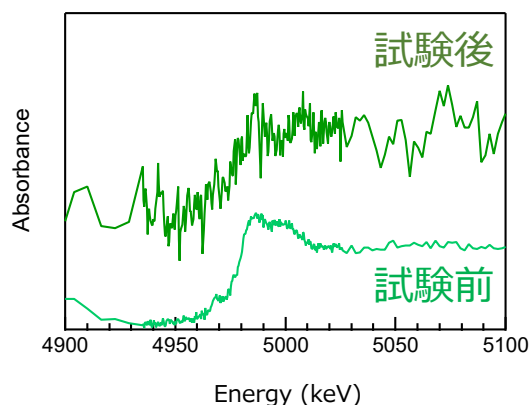


図 1 ガラス表面に塗布した試料、及び、10000 回布研磨試験実施後の Ti K 端 XANES スペクトル

### 5. 今後の課題

今後は、塗布液の組成、塗布条件など、各種パラメータを変えて、XANES スペクトルを系統的に取得し、抗菌等の活性との相関を明らかにしたい。

### 6. 参考文献

[1] "Photocatalytic Hydrogen Generation of Monolithic Porous Titanium Oxide-Based Glass-Ceramics" H. Masai, et al. *Scientific Reports*, 10, (2020) 11615.

### 7. 論文発表・特許 (注: 本課題に関連するこれまでの代表的な成果)

**8. キーワード**（注：試料及び実験方法を特定する用語を2～3）

チタン、XAFS、XANES

**9. 研究成果公開について**（注：※2に記載した研究成果の公開について①と②のうち該当しない方を消してください。また、論文（査読付）発表と研究センターへの報告、または研究成果公報への原稿提出時期を記入してください。提出期限は利用年度終了後2年以内です。例えば2018年度実施課題であれば、2020年度末（2021年3月31日）となります。）  
長期タイプ課題は、ご利用の最終期の利用報告書にご記入ください。

① 論文（査読付）発表の報告	（報告時期：	年	月）
② 研究成果公報の原稿提出	（提出時期：	2025	年 3 月）