Cu キレート錯体水溶液を用いた塗布・強熱法による銅コーティング

Copper Coating using Copper Chelate Complex Aqueous Solution with Strong Heat Process of H_2-O_2 Flame

長岡技科大[1], 中部キレスト[2] ○本田 秀理[1], 工藤 拓也[1], 中村 淳[2,1], 小松 啓志[1], 齋藤 秀俊[1]

Nagaoka Univ. Tech.[1], Chubu Chelest Co., Ltd.[2],

○Hidemichi Honda[1], Takuya Kudo[1], Atsushi Nakamura[2,1], Keiji Komatsu[1], Hidetoshi Saitoh[1]

E-mail: hts@nagaokaut.ac.jp

【緒言】病原性大腸菌 O－157 による食中毒や MRSA（メシチリン耐性黄色ブドウ球菌）による院内感染などが大きな社会問題となり、食品・医療分野を中心に抗菌製品のニーズが強まっている [1]。無機系の抗菌材料として、銀や銅、亜鉛など抗菌性を有する金属を表面に分散あるいは濃化させる処理を施した材料がある [2]。無機系の抗菌材料は、有機系のものと比べて、抗菌速攻性に劣る。理想的には既存の環境に抗菌性を付与出来る、或いはそれ自身が抗菌性を有した天井や壁にコーティングすることが可能な材料・手法が望ましい。我々は以前に、金属イオンをキレートしたエチレンジアミン四酢酸(EDTA)金属錯体溶液を基材上に塗布し、酸水素炎により塗布面を強熱することで金属酸化物を合成した [3]。無電解銅メッキ法による EDTA 金属錯体を用いた銅膜の作製は、既に報告されている [4]。そこで、我々は大気雰囲気化にてキレート錯体水溶液を塗布・乾燥・強熱する手法を用いた、抗菌性を有する薄膜作製技術を提案する。本報告では、異なる Cu^{2+} 塩の水溶液を出発原料として金属膜の作製を試みた。

【実験方法】塗布原料には Cu^{2+} をキレートした EDTA 金属錯体、EDTA・Cu・2NH_4 40wt%水溶液(中部キレスト製)、5wt%酢酸銅水溶液(中部キレスト製)及び 40wt%硝酸銅水溶液(中部キレスト製)を使用した。Si 単結晶基板(30×30×1 mm^3)に原料を塗布し、大気雰囲気下で 65 ℃の温度で 20 分乾燥させた。次にスプレーガン(6P-II: Sulzer Metco)を用いて酸素流量 43.0 L/min、水素流量 32.5 L/min の酸水素炎により Si 単結晶基板表面を強熱した。スプレーガンを基板表面に対して上から下へ速度 100 mm/s で 1 回走査させた。このときスプレーガンと基板表面との距離は 180 mm とした。作製した試料の結晶構造を X 線回折(XRD)装置を用いて解析した。

【結果と考察】塗布強熱後の外観は、EDTA・Cu 水溶液では焦茶の堆積物を、酢酸銅水溶液を用いた試料では灰色の堆積物に加え黒色の堆積物をそれぞれ確認した。一方、硝酸銅水溶液を用いた試料は、粘液性がある水色の堆積物を確認した。Figure 1 に塗布・乾燥・強熱を行った試料の XRD プロファイルを示す。まず、EDTA・Cu 水溶液を出発原料とした試料は、立方晶系の銅(ICDD card No. 00-004-0836)に帰属できる回折ピークを確認した。次に、酢酸銅水溶液を出発原料とした試料では、同様に立方晶の銅、さらに酸化銅である CuO(ICDD cardNo.00-005-0667)や Cu_2O(ICDD card No. 00-041-0254)に帰属できる回折ピークを確認した。一方、硝酸銅水溶液を出発原料に用いた場合は水酸化硝酸二銅（$Cu_2(NO_3)(OH)_3$）(ICDD card No.00-054-0747)に帰属できる回折ピークを確認した。Cu^{2+} 塩の水溶液を塗布・乾燥・強熱したときの生成物は Cu^{2+} 塩の形態により決定づけられると考えられる。

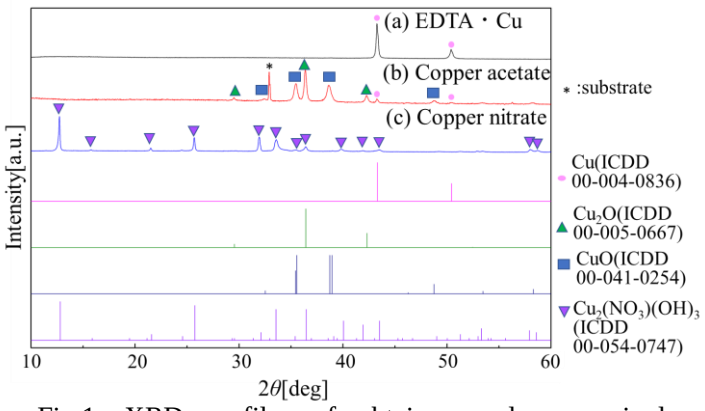

Fig.1. XRD profiles of obtain samples on single crystalline silicon substrates with chelating agents, (a) EDTA・Cu (b) copper acetate (c) copper nitrate.

1) O. Sharifahmadian et al, Surface & Coatings Technology, 233 (2013) 74–79.
2) 西原力，高麗寛紀(監修)、防菌・防黴剤の開発と展望 (2005).
3) 工藤拓也ら，第 66 回応用物理学会春季学術講演会 (2019) 9a-323-8.
4) W.H. Lin et al, Surface & Coatings Technology, 107 (1998) 48–54.

© 2019年 応用物理学会