

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2010-42953

(P2010-42953A)

(43) 公開日 平成22年2月25日(2010.2.25)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C O 4 B 41/85 (2006.01)	C O 4 B 41/85 Z A B D	4 D O 1 9
B O 1 J 35/02 (2006.01)	B O 1 J 35/02 J	4 G 1 6 9
B O 1 J 23/06 (2006.01)	B O 1 J 23/06 M	
B O 1 J 37/10 (2006.01)	B O 1 J 37/10	
B O 1 J 37/08 (2006.01)	B O 1 J 37/08	
審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 15 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2008-207560 (P2008-207560)	(71) 出願人	507020716
(22) 出願日	平成20年8月12日 (2008.8.12)		廣田 健
特許法第30条第1項適用申請有り 2007年度 同志社大学 工学部機能分子工学科 卒業論文発表会、主催同志社大学、2008年2月27日		(71) 出願人	000137982
			株式会社メイスイ
			大阪府大阪市西区江戸堀1丁目27番6号
		(74) 代理人	100109911
			弁理士 清水 義仁
		(74) 代理人	100071168
			弁理士 清水 久義
		(72) 発明者	廣田 健
			京都府京田辺市山手南3丁目1-1
		(72) 発明者	永井 秀樹
			大阪市西区江戸堀1丁目27-6 株式会社メイスイ内
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 暗所においても優れた抗菌性能を有すると共に十分な強度を備えたZnO系抗菌性複合体の製造方法を提供する。

【解決手段】 この発明の多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体の製造方法は、多孔質セラミックス成形体、ZnO粉末及び亜鉛イオンを含有した水溶液をオートクレーブ中で水熱処理する工程と、前記水熱処理を経て得られたZnO担持多孔質セラミックス成形体を焼結処理する工程と、を含むことを特徴とする。多孔質セラミックスとしては、アルミナ、ムライト、アルミナ・ムライト及びマグネシアからなる群より選ばれるセラミックスを用いるのが好ましい。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

多孔質セラミックス成形体、ZnO粉末及び亜鉛イオンを含有した水溶液をオートクレーブ中で水熱処理する工程と、

前記水熱処理を経て得られたZnO担持多孔質セラミックス成形体を焼結処理する工程と、を含むことを特徴とする多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体の製造方法。

【請求項 2】

前記焼結処理を430～520℃で行うことを特徴とする請求項1に記載の多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体の製造方法。

【請求項 3】

前記多孔質セラミックス成形体を構成するセラミックスが、アルミナ、ムライト、アルミナ・ムライト及びマグネシアからなる群より選ばれるセラミックスである請求項1または2に記載の多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体の製造方法。

【請求項 4】

前記オートクレーブ中での水熱処理を1～2MPa、110～180℃の処理条件で行う請求項1～3のいずれか1項に記載の多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体の製造方法。

【請求項 5】

前記亜鉛イオンを含有した水溶液として、硝酸亜鉛を含有した水溶液を用いる請求項1～4のいずれか1項に記載の多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体の製造方法。

【請求項 6】

前記水溶液中における硝酸亜鉛の濃度が0.5～5mol/Lである請求項5に記載の多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体の製造方法。

【請求項 7】

前記ZnO粉末として粒径が0.01～0.30μmであるものを用いる請求項1～6のいずれか1項に記載の多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体の製造方法。

【請求項 8】

前記抗菌性複合体は抗菌フィルターとして用いられるものである請求項1～7のいずれか1項に記載の多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体の製造方法。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

この発明は、暗所においても優れた抗菌性能を有すると共に十分な強度を備えた抗菌性複合体の製造方法に関する。

【背景技術】**【0002】**

ZnOは、光触媒作用によって抗菌性を示すことが知られており、例えばこのZnOの粉末を含有した分散液を、金属物品、ガラス物品等の物品の表面に塗布して表面コート層を形成することによって、物品に抗菌性能を付与できることが知られている（特許文献1参照）。

【0003】

しかし、上記従来技術では、抗菌性能を発揮させるためにはZnOに光が照射されることが必要であり、暗所においては抗菌性能が殆ど得られないか又は全く得られないという問題があった。例えば、水の浄化装置内にこのようなZnOを配置せしめることで微生物の繁殖を抑制又は防止しようとしても、浄化装置内には光が入ってこないためにこのZnOにより抗菌を行うことはできなかった。

【0004】

そこで、本出願人は、暗所においても優れた抗菌性能を発揮するZnO系抗菌剤の製造方法を既に開発している（特許文献2参照）。即ち、ZnO及び亜鉛イオンを含有した水溶液をオートクレーブ中で水熱処理することによってZnO系抗菌剤を製造すれば、この

10

20

30

40

50

ZnO系抗菌剤は、暗所においても優れた抗菌性能を備えたものとなる。

【特許文献1】特開2000-37446号公報

【特許文献2】特許第3987878号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかしながら、上記特許文献2に記載の製造方法で製造されたZnO系抗菌剤は、成形して用いる場合には、その成形体強度を確保するべく高温で焼結処理すると、緻密化と粒成長が起こり、その結果表面積が減少して、抗菌性能が低下する。一方、十分な表面積（十分な多孔性）を確保するべく、低温で焼結処理すると、成形体の強度が大きく低下するという問題があった。このように従来技術では、暗所における優れた抗菌性能と十分な強度を具備せしめることは困難であった。

10

【0006】

この発明は、かかる技術的背景に鑑みてなされたものであって、暗所においても優れた抗菌性能を有すると共に十分な強度を備えたZnO系抗菌性複合体の製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

前記目的を達成するために、本発明は以下の手段を提供する。

【0008】

20

[1] 多孔質セラミックス成形体、ZnO粉末及び亜鉛イオンを含有した水溶液をオートクレーブ中で水熱処理する工程と、

前記水熱処理を経て得られたZnO担持多孔質セラミックス成形体を焼結処理する工程と、を含むことを特徴とする多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体の製造方法。

【0009】

[2] 前記焼結処理を430～520℃で行うことを特徴とする前項1に記載の多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体の製造方法。

【0010】

[3] 前記多孔質セラミックス成形体を構成するセラミックスが、アルミナ、ムライト、アルミナ・ムライト及びマグネシアからなる群より選ばれるセラミックスである前項1または2に記載の多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体の製造方法。

30

【0011】

[4] 前記オートクレーブ中での水熱処理を1.2～10気圧、110～180℃の処理条件で行う前項1～3のいずれか1項に記載の多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体の製造方法。

【0012】

[5] 前記亜鉛イオンを含有した水溶液として、硝酸亜鉛を含有した水溶液を用いる前項1～4のいずれか1項に記載の多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体の製造方法。

【0013】

40

[6] 前記水溶液中における硝酸亜鉛の濃度が0.5～5mol/Lである前項5に記載の多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体の製造方法。

【0014】

[7] 前記ZnO粉末として粒径が0.01～0.30μmであるものを用いる前項1～6のいずれか1項に記載の多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体の製造方法。

【0015】

[8] 前記抗菌性複合体は抗菌フィルターとして用いられるものである前項1～7のいずれか1項に記載の多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体の製造方法。

【発明の効果】

【0016】

50

〔 1 〕の発明では、ZnO粉末及び亜鉛イオンを含有した水溶液をオートクレーブ中で水熱処理するので、この水熱処理ZnOは、暗所においても優れた抗菌性能を有したものとなる。なお、水熱処理ZnOは、光が当たる条件下ではさらに優れた抗菌性能が発揮され得る。また、前記水熱処理の際に水溶液中に多孔質セラミックス成形体をZnO粉末及び亜鉛イオンと共に存在させているので、水熱処理されたZnO粉末が、多孔質セラミックス成形体の気孔内、気孔入口付近、表面突起部等に付着固定されてなる抗菌性複合体が得られる、即ち気孔内等にもZnO粉末が十分に担持されるのでZnO担持量の多いZnO担持多孔質セラミックス成形体を得られる。こうして得られた多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体は、多孔質セラミックス成形体からなる基体（基板等）にZnOが担持されてなるものであるから、良好な強度を備えている。加えて、このようなZnO担持多孔質セラミックス成形体を焼結処理するので、十分な強度を備えた抗菌性複合体を製造することができる。

10

【 0 0 1 7 】

〔 2 〕の発明では、焼結処理を430～520で行うから、より十分な強度を備えた抗菌性複合体を製造できる。

【 0 0 1 8 】

〔 3 〕の発明では、多孔質セラミックス成形体を構成するセラミックスとして、アルミナ、ムライト、アルミナ・ムライト及びマグネシアからなる群より選ばれるセラミックスを用いるから、より一層十分な強度を備えた抗菌性複合体を製造できる。

20

【 0 0 1 9 】

〔 4 〕の発明では、オートクレーブ中での水熱処理を1.2～10気圧、110～180の処理条件で行うので、変質を生じさせることなく、十分な水熱処理を行うことができる。

【 0 0 2 0 】

〔 5 〕の発明では、亜鉛イオンを含有した水溶液として、硝酸亜鉛を含有した水溶液を用いるので、暗所における抗菌性能をさらに向上させたものを製造できるとともに、水中等で繰り返し使用しても抗菌性能が低下しない耐久性に優れた抗菌性複合体を製造できる。

【 0 0 2 1 】

〔 6 〕の発明では、水溶液中における硝酸亜鉛の濃度が0.5～5モル/Lであるから、より一層暗所での抗菌性能に優れた抗菌性複合体を製造できる。

30

【 0 0 2 2 】

〔 7 〕の発明では、原料として用いるZnO粉末の粒径が0.01～0.30μmであるから、暗所における抗菌性能がさらに向上した抗菌性複合体を製造できる。

【 0 0 2 3 】

〔 8 〕の発明では、暗所においても優れた抗菌性能を有すると共に十分な強度を備えた抗菌フィルターを製造できる。

【 発明を実施するための最良の形態 】

【 0 0 2 4 】

この発明に係る多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体の製造方法は、多孔質セラミックス成形体、ZnO粉末及び亜鉛イオンを含有した水溶液をオートクレーブ中で水熱処理する工程と、前記水熱処理を経て得られたZnO担持多孔質セラミックス成形体を焼結処理する工程と、を含むことを特徴とする。

40

【 0 0 2 5 】

この製造方法によれば、ZnOを、亜鉛イオンを含有した水溶液中でオートクレーブにより水熱処理するから、この水熱処理ZnOは、暗所においても優れた抗菌性能を有している。勿論、この水熱処理ZnOは、光が当たる条件下では、より優れた抗菌性能が発揮されるものとなる。なお、前記水熱処理されたZnOは、抗菌作用を発揮するスーパーオキシドを多く発生するものであることを確認している。更に、前記水熱処理の際に水溶液中に多孔質セラミックス成形体をZnO粉末及び亜鉛イオンと共に存在させているので、

50

水熱処理されたZnO粉末が、多孔質セラミックス成形体の気孔内、気孔入口付近、表面突起部等に付着固定されてなる多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体を製造することができる、即ち気孔内等にもZnO粉末が十分に担持されるのでZnO担持量の多いZnO担持多孔質セラミックス成形体を製造できる。なお、ZnO粉末をオートクレーブにより水熱処理することによりZnO粉末が粒成長するものと考えられるところ、この水熱処理の際に多孔質セラミックス成形体が存在するので該多孔質構造の中に入り込んだZnO粉末が水熱処理によって粒成長することで多孔質セラミックスの細孔内で安定的に保持されているものと推定される。しかして、この多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体は、多孔質セラミックス成形体にZnOが担持されてなるものであるから、良好な強度を備えている。加えて、このようなZnO担持多孔質セラミックス成形体を焼結処理するので、十分な強度を備えた抗菌性複合体を製造することができる。

10

【0026】

この発明の製造方法において、前記ZnO粉末の粒径は0.01~0.30 μ mであるのが好ましい。0.30 μ mを超えると、ZnO粉末が多孔質セラミックス成形体の気孔内に入り難くなって十分なZnO担持量を確保するのが困難になるので好ましくない。

【0027】

前記多孔質セラミックス成形体を構成するセラミックスとしては、特に限定されるものではないが、アルミナ、ムライト、アルミナ・ムライト及びマグネシアからなる群より選ばれるセラミックスを用いるのが好ましい。この場合には、得られる抗菌性複合体の強度をさらに向上させることができる。

20

【0028】

前記多孔質セラミックス成形体の形状は、特に限定されるものではないが、例えば円板状、矩形板状、棒状、球状等が挙げられる。

【0029】

前記多孔質セラミックス成形体の細孔径は、特に限定されるものではないが、0.3~1.5 μ mの範囲であるのが好ましい。また、前記多孔質セラミックス成形体の相対密度は、特に限定されるものではないが、10~20%であるのが好ましい。

【0030】

前記オートクレーブ中で水熱処理する時の圧力は1.2~10気圧に設定するのが好ましい。1.2気圧以上に設定することで水熱処理を十分に行うことができると共に、10気圧以下に設定することで変質を防止することができる。

30

【0031】

また、前記オートクレーブ中で水熱処理する時の温度は110~180℃に設定するのが好ましい。110℃以上であることで水熱処理を十分に行うことができると共に、180℃以下に設定することで変質を防止することができる。中でも、前記オートクレーブ中で水熱処理する時の温度は115~125℃に設定するのが特に好ましい。

【0032】

また、前記オートクレーブ中での水熱処理の処理時間は3~10時間に設定するのが好ましい。3時間以上であることで水熱処理を十分に行うことができると共に、10時間以下であることで暗所における抗菌性能をさらに向上させることができる。中でも、前記オートクレーブ中での水熱処理の処理時間は6~8時間に設定するのが特に好ましい。

40

【0033】

前記亜鉛イオンを含有した水溶液としては、特に限定されるものではないが、例えば硝酸亜鉛を含有した水溶液、塩化亜鉛を含有した水溶液、酢酸亜鉛を含有した水溶液等が挙げられる。これらの中でも、硝酸亜鉛を含有した水溶液を用いるのが好ましく、この場合には暗所における抗菌性能がさらに向上した抗菌性複合体を製造できる。

【0034】

前記水溶液中における硝酸亜鉛の濃度は0.5~5モル/Lに設定するのが好ましい。0.5モル/L以上であることで十分に優れた暗所での抗菌性能を付与できると共に、5モル/L以下であることでZnO表面の過度の変質を防止できる。中でも、前記水溶液中

50

における硝酸亜鉛の濃度は2～4モル/Lに設定するのが特に好ましい。

【0035】

前記焼結処理の処理温度は430～520に設定するのが好ましい。430以上であることで抗菌性複合体としてより十分な強度を確保できると共に、520以下であることで暗所における抗菌性能をさらに向上させることができる。中でも、前記焼結処理の処理温度は440～510に設定するのがより好ましい。

【0036】

また、前記焼結処理の処理時間は1～10時間に設定するのが好ましい。1時間以上であることで抗菌性複合体としてより十分な強度を確保できると共に、10時間以下であることで暗所における抗菌性能をさらに向上させることができる。

10

【0037】

前記焼結処理は、1段階で行っても良いし、或いは2段階以上の複数段階で行っても良い。例えば、470×1時間、485×1時間、500×1時間の順で3段階で行っても良い。

【実施例】

【0038】

次に、この発明の具体的実施例について説明するが、本発明はこれら実施例のものに特に限定されるものではない。

【0039】

<実施例1>

20

粒径0.02μm(20nm)のZnO粉末(堺化学工業株式会社製「NANOFINE P-2」、純度98.5%、比表面積52.0g/m²)を、3モル/Lの硝酸亜鉛水溶液25mLに、ZnO含有率が10質量%となるように添加した。しかる後、ZnO粉末が均一に分散するように超音波振動機を用いて30分間超音波振動を与えた。次いで、前記ZnO粉末含有硝酸亜鉛水溶液中に、円板状(16mmφ×厚さ10mm)の久保田窯業社製多孔質アルミナ・ムライト焼結体(Al₂O₃/Al₆Si₂O₁₃:商品名「F5-3」、見掛け密度0.60g/cm³、相対密度15.0%、平均細孔径0.8μm)を浸漬し、この浸漬状態でオートクレーブ中において水熱処理した。前記オートクレーブでの水熱処理は、2気圧、120の処理条件で7時間行った。次いで、前記水熱処理を経た多孔質アルミナ・ムライト焼結体を取り出し、エタノールを用いて洗浄し、1日間の乾燥を経た後、該焼結体を空気雰囲気下500で1時間焼結処理することによって、多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体を得た。

30

【0040】

<実施例2>

前記ZnO粉末を、3モル/Lの硝酸亜鉛水溶液25mLに、ZnO含有率が3質量%となるように添加した以外は、実施例1と同様にして多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体を得た。

【0041】

<実施例3>

前記ZnO粉末を、3モル/Lの硝酸亜鉛水溶液25mLに、ZnO含有率が5質量%となるように添加した以外は、実施例1と同様にして多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体を得た。

40

【0042】

<実施例4>

前記ZnO粉末を、3モル/Lの硝酸亜鉛水溶液25mLに、ZnO含有率が20質量%となるように添加した以外は、実施例1と同様にして多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体を得た。

【0043】

<比較例1>

粒径0.02μm(20nm)のZnO粉末(堺化学工業株式会社製「NANOFINE

50

E P - 2」、純度 98.5%、比表面積 52.0 g/m²) を、3 モル/L の硝酸亜鉛水溶液 25 mL に、ZnO 含有率が 2 質量% となるように添加した。次いで、前記 ZnO 粉末含有硝酸亜鉛水溶液をオートクレーブ中において水熱処理した。前記オートクレーブでの水熱処理は、2 気圧、120 の処理条件で 7 時間行った。次いで、前記水熱処理を経た ZnO 粉末を取り出し、エタノールを用いて洗浄し、1 日間の乾燥を行った。この水熱処理後の ZnO 粉末を、100 mL エタノール水溶液に、ZnO 含有率が 10 質量% となるように添加した。しかる後、ZnO 粉末が均一に分散するように超音波振動機を用いて 30 分間超音波振動を与えた。次いで、前記 ZnO 粉末分散エタノール 5 mL を、円板状 (16 mm φ × 厚さ 10 mm) の久保田窯業社製多孔質アルミナ・ムライト焼結体 (Al₂O₃/Al₆Si₂O₁₃: 商品名「F5-3」、見掛け密度 0.60 g/cm³、相対密度 15.0%、平均細孔径 0.8 μm) に添加含浸した。しかる後、この含浸焼結体を空気雰囲気下 500 で 1 時間焼結処理することによって、多孔質セラミックス - ZnO 系抗菌性複合体を得た。

10

【0044】

< 比較例 2 >

前記水熱処理後の ZnO 粉末を、100 mL エタノール水溶液に、ZnO 含有率が 3 質量% となるように添加した以外は、比較例 1 と同様にして多孔質セラミックス - ZnO 系抗菌性複合体を得た。

【0045】

< 比較例 3 >

前記水熱処理後の ZnO 粉末を、100 mL エタノール水溶液に、ZnO 含有率が 5 質量% となるように添加した以外は、比較例 1 と同様にして多孔質セラミックス - ZnO 系抗菌性複合体を得た。

20

【0046】

< 比較例 4 >

前記水熱処理後の ZnO 粉末を、100 mL エタノール水溶液に、ZnO 含有率が 20 質量% となるように添加した以外は、比較例 1 と同様にして多孔質セラミックス - ZnO 系抗菌性複合体を得た。

【0047】

【表 1】

				実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	
ZnO粉末の粒径(μm)				0.02	0.02	0.02	0.02	
水熱処理	処理水溶液中のZnO含有率(%)			10	3	5	20	
	処理水溶液	種類	濃度(モル/L)	硝酸亜鉛				
				3				
	多孔質セラミックスの種類			アルミナ・ムライト				
	圧力(気圧)			2				
	温度(°C)			120				
	時間			7				
	焼結処理	温度(°C)			500			
		時間			1			
	得られた抗菌性複合体におけるZnO含有率(ZnO担持率)(%)				5.4	2.8	3.7	2.4
ZnO担持(固着)安定性				○	○	○	○	
抗菌性の評価				抗菌性高い	抗菌性高い	抗菌性高い	抗菌性高い	

【 0 0 4 8 】

10

20

30

40

【表 2】

ZnO粉末の粒径(μm)			比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
水熱処理	処理	種類	硝酸亜鉛	硝酸亜鉛	硝酸亜鉛	硝酸亜鉛
	水溶液	濃度(モル/L)				
	圧力(気圧)		3	3	3	3
	温度(℃)		2	2	2	2
	温度(℃)		120	120	120	120
	時間		7	7	7	7
焼結処理	エタノール中のZnO含有率(%)		10	3	5	20
	多孔質セラミックスの種類		アルミナ・ムライト	アルミナ・ムライト	アルミナ・ムライト	アルミナ・ムライト
	温度(℃)		500	500	500	500
	時間		1	1	1	1
得られた抗菌性複合体における ZnO含有率(ZnO担持率)(%)			1.4	0.66	1.1	1.6
抗菌性の評価			抗菌性低い	抗菌性低い	抗菌性低い	抗菌性低い

10

20

30

40

【0049】

< 実施例 5 >

水熱処理時間を10時間にした以外は、実施例1と同様にして多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体を得た。

【0050】

< 実施例 6 >

硝酸亜鉛水溶液として、濃度が1モル/Lのものを用いた以外は、実施例1と同様にして多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体を得た。

【0051】

50

< 実施例 7 >

3 モル / L の硝酸亜鉛水溶液に代えて 3 モル / L の酢酸亜鉛水溶液を用いた以外は、実施例 1 と同様にして多孔質セラミックス - ZnO 系抗菌性複合体を得た。

【 0 0 5 2 】

< 実施例 8 >

粒径 0 . 0 2 μ m の ZnO 粉末に代えて、粒径 0 . 1 0 μ m の ZnO 粉末を用いた以外は、実施例 1 と同様にして多孔質セラミックス - ZnO 系抗菌性複合体を得た。

【 0 0 5 3 】

< 実施例 9 >

焼結処理を 4 5 0 で 2 時間行うものとした以外は、実施例 1 と同様にして多孔質セラミックス - ZnO 系抗菌性複合体を得た。 10

【 0 0 5 4 】

【表 3】

ZnO粉末の粒径(μm)			実施例5	実施例6	実施例7	実施例8	実施例9
水熱処理	処理水溶液中のZnO含有率(%)		0.02	0.02	0.02	0.10	0.02
	処理水溶液	種類	10	10	10	10	10
		濃度(モル/L)	硝酸亜鉛	硝酸亜鉛	酢酸亜鉛	硝酸亜鉛	硝酸亜鉛
	多孔質セラミックスの種類		3	1	3	3	3
	圧力(気圧)		アルミナ・ムライト	アルミナ・ムライト	アルミナ・ムライト	アルミナ・ムライト	アルミナ・ムライト
	温度(℃)		2	2	2	2	2
	時間		120	120	120	120	120
	温度(℃)		10	7	7	7	7
	時間		500	500	500	500	450
	焼結処理	温度(℃)		1	1	1	1
得られた抗菌性複合体におけるZnO含有率(ZnO担持率)(%)		6	6	6	6	6	
ZnO担持(固着)安定性		○	○	○	○	○	
抗菌性の評価			抗菌性高い	抗菌性高い	抗菌性高い	抗菌性高い	抗菌性高い

【0055】

< 実施例10 >

多孔質セラミックスとして、多孔質アルミナ・ムライト焼結体に代えて、多孔質アルミ

10

20

30

40

50

ナ焼結体（黒崎播磨株式会社製「FSA-13」）を用いた以外は、実施例1と同様にし
て多孔質セラミックス-ZnO系抗菌性複合体を得た。

【0056】

<実施例11>

多孔質セラミックスとして、多孔質アルミナ・ムライト焼結体に代えて、多孔質ムラ
イト焼結体（相対密度18%）を用いた以外は、実施例1と同様にし多孔質セラミックス
-ZnO系抗菌性複合体を得た。

【0057】

<実施例12>

多孔質セラミックスとして、多孔質アルミナ・ムライト焼結体に代えて、多孔質マグネ
シア焼結体（相対密度12%）を用いた以外は、実施例1と同様にし多孔質セラミック
ス-ZnO系抗菌性複合体を得た。

【0058】

【表4】

	実施例10	実施例11	実施例12
ZnO粉末の粒径(μm)	0.02	0.02	0.02
処理水溶液中のZnO含有率(%)	10	10	10
処理水溶液の種類	硝酸亜鉛	硝酸亜鉛	硝酸亜鉛
濃度(モル/L)	3	3	3
多孔質セラミックスの種類	アルミナ	ムライト	マグネシア
圧力(気圧)	2	2	2
温度(°C)	120	120	120
時間	7	7	7
焼結温度(°C)	500	500	500
焼結時間	1	1	1
得られた抗菌性複合体におけるZnO含有率(ZnO担持率)(%)	6	6	6
ZnO担持(固着)安定性	○	○	○
抗菌性の評価	抗菌性高い	抗菌性高い	抗菌性高い

10

20

30

40

50

【 0 0 5 9 】

上記のようにして得られた多孔質セラミックス - ZnO 系抗菌性複合体について下記評価法に基づいて評価を行った。評価結果を表 1 ~ 4 に示す。

【 0 0 6 0 】

< 抗菌性評価法 >

ケミカルルミネッセンスディテクター（東北電子産業製「CLD - 100FC」）を用いてルミノール（ナカライテスク社製、化学発光分析用特級試薬）の発光を検出することによって、暗所条件下における上記多孔質セラミックス - ZnO 系抗菌性複合体からのスーパーオキシド（活性酸素）の発生の状況を調べた。即ち、ルミノールは、酸化されるとアミノフタジール酸ジアニオン（励起状態）を生じ、これが基底状態に遷移する過程で発光するので、この発光を検出することにより抗菌性複合体からのスーパーオキシドの発生状況を調べることができる。緩衝溶液（ $NaOH - NaHCO_3$ 水溶液； $pH 10.8$ ）中に上記抗菌性複合体を濃度 10^{-11} モル/L となるように、ルミノールを濃度 10^{-6} モル/L となるようにそれぞれ添加した。一例として、実施例 1 の抗菌性複合体系と比較例 1 の抗菌性複合体系のケミカルルミネッセンスディテクターによる発光検出結果を図 1 のグラフに示す。図 1 より、実施例 1 の抗菌性複合体は、比較例 1 の抗菌性複合体よりも発光強度が格段に大きいものとなっており、これより実施例 1 の抗菌性複合体はスーパーオキシドを多く発生していることがわかる。このように暗所条件下においてケミカルルミネッセンスディテクターによる発光検出を行い、抗菌作用を発揮するスーパーオキシドを多く発生したものを「抗菌性高い」と評価し、スーパーオキシドの発生量が少ないものを「抗菌性低い」と評価した。

10

20

【 0 0 6 1 】

なお、実施例 1 の抗菌性複合体の系に、スーパーオキシドを消失させる SOD（スーパーオキシドジスムターゼの略；ナカライテスク社製）をスカベンジャーとして加えたところ、図 1 に示すように、発光強度が非常に弱くなったことから、前記発光は、スーパーオキシドによりルミノールが酸化されて発光に至ったものであることを確認することができた。

【 0 0 6 2 】

< ZnO 担持（固着）安定性の評価法 >

多孔質セラミックス - ZnO 系抗菌性複合体を 5 L / 分の流量の流水に 1 日間晒した後、その前後の複合体の質量変化の有無を調べ、実質的に質量変化のなかったもの（ ZnO 固着安定性良好なもの）を「○」、実質的に質量変化が認められたもの（ ZnO 固着安定性不良なもの）を「×」とした。

30

【 0 0 6 3 】

表 1、3、4 から明らかなように、この発明の製造方法で製造された実施例 1 ~ 12 の多孔質セラミックス - ZnO 系抗菌性複合体では、水熱処理の際に水溶液中に多孔質セラミックス成形体を ZnO 粉末及び亜鉛イオンと共に存在させているので、 ZnO 担持量の多いものとなっており、これら抗菌性複合体は、暗所においても抗菌性能に優れていた。また、流水に晒しても担持 ZnO が脱落することがなく、 ZnO 固着安定性が良好であった。また、これら抗菌性複合体は、多孔質セラミックス基体に ZnO が担持された構成であり、且つ焼結処理されているから、十分な強度を備えている。

40

【 0 0 6 4 】

これに対し、 ZnO 粉末に水熱処理を行った後に該水熱処理 ZnO 粉末を多孔質セラミックス基体中含浸せしめて焼結処理を行った比較例 1 ~ 4 の複合体では、 ZnO 担持量が非常に少なくなっており、従って暗所における抗菌性能は殆ど認められなかった。

【 産業上の利用可能性 】

【 0 0 6 5 】

この発明の製造方法で得られた多孔質セラミックス - ZnO 系抗菌性複合体は、例えば水の浄化装置内等に配置される抗菌フィルターとして好適に用いられるが、特にこのような用途に限定されるものではない。

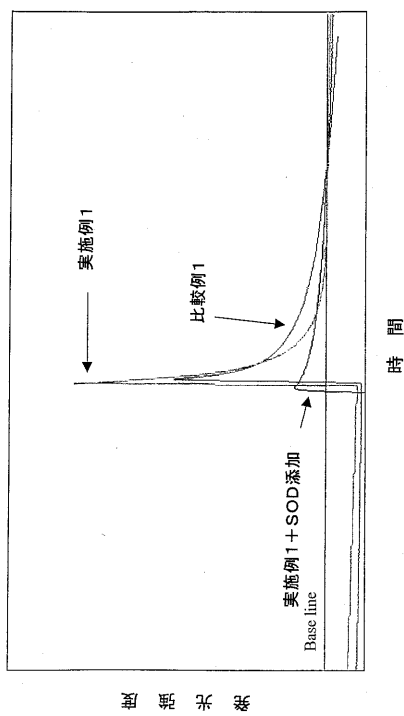
50

【図面の簡単な説明】

【 0 0 6 6 】

【図 1】実施例 1 の抗菌性複合体系と比較例 1 の抗菌性複合体系のケミカルルミネッセンスディテクターによる発光検出結果を示すグラフである。

【 図 1 】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.	F I	テーマコード(参考)
B 0 1 D 39/14 (2006.01)	B 0 1 D 39/14	G
B 0 1 D 39/20 (2006.01)	B 0 1 D 39/20	D

(72)発明者 杉本 亘

大阪市西区江戸堀1丁目27-6 株式会社メイスイ内

Fターム(参考) 4D019 AA03 BA05 BB06 BC06 CB06

4G169 AA03 AA08 AA09 BA01A BA01B BA06A BA13A BA13B BA48A BB04A
BB04B BB12A BB12B BB12C BC35A BC35B CA01 CA11 EA01Y EA06
EB01 EB18X EC02Y ED03 FA01 FA02 FB10 FB33 FB58 FC02
FC07 HA01 HA06 HA07 HA09 HA13 HB06 HC34 HD02 HE05
HE07