

EDX-7200による 抗菌コーティング剤中の酸化チタンの定量分析

小川理絵、漆崎文彩、守屋宏一、大和亮介

ユーザーベネフィット

- ◆ 手軽に非破壊でコーティング剤の分析ができます。
- ◆ 薄膜FP法により酸化チタンの単位面積当たりの付着量が定量できます。
- ◆ 新搭載の一次フィルタはTiからCoまで(エネルギー領域: 4 ~ 8 keV) の分析に有効です。

■はじめに

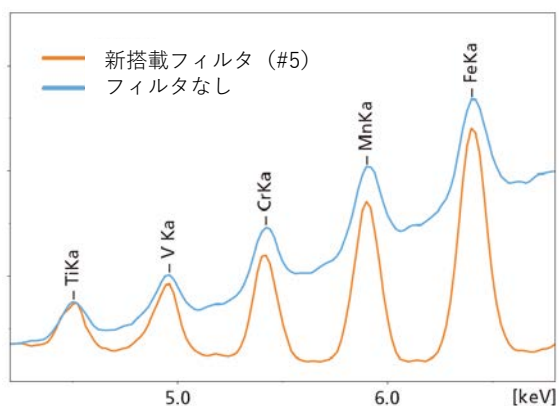
除菌・抗菌への関心が高まる中、菌の増殖を抑える様々な抗菌コーティング剤が開発されています。なかでも、酸化チタンを主成分とした光触媒コーティングは、酸化チタン自体の安全性と光触媒反応の効率の高さから、屋外製品だけでなく室内製品への適用も進んでいます。一方で、摩擦やアルコールなどによる拭き取りで、コーティング剤が剥がれてしまう可能性も懸念されています。

そのようなコーティング剤の付着量の分析には、煩雑な前処理が不要で、非破壊で分析できるEDXが有効です。新発売のEDX-7200は微量元素の分析に有効な一次フィルタを標準搭載しており、なかでも今回新たに搭載されたフィルタはTiからCoまでの分析に威力を発揮します。

本稿では、樹脂上に塗布した酸化チタン光触媒コーティングについて、塩素系除菌洗浄剤およびアルコールでの拭き取り前後のコーティング剤付着量を分析した例をご紹介します。

■新搭載の一次フィルタ

一次フィルタを用いることで、X線管からの特性X線や連続X線を低減させることができます。検出感度が向上することから、微量の元素を分析する際に特に有効です。図1にEDX-7200に新たに搭載された一次フィルタ(#5)を用いた場合とフィルタなしの場合のオイル中の微量元素のプロファイル比較を示します。



※比較のため強度規格化しています。

図1 オイル中微量元素のプロファイル比較

■試料

試料は表1に示す4点を用意しました。図2に試料①の外観を示します。

表1 試料概要

試料名	前処理内容
試料①	ポリプロピレン (PP) 製のシートに酸化チタン光触媒コーティング剤を塗布
試料②	試料①を塩素系除菌洗浄剤で拭き取る
試料③	試料①をエタノールで拭き取る
未塗布試料	PP製シートのみ

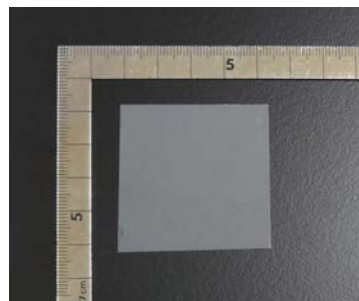


図2 試料①外観

■元素

^{22}Ti

■前処理

前処理は行わず、試料のコーティング面に直接X線が照射されるように設置し測定しました。

■ Tiプロファイル

試料①～③および未塗布試料について、新搭載の一次フィルタ (#5) を用いて測定しました。また、比較対象として従来から搭載されている微量Tiの分析に有効なフィルタ (#2) を用いた測定も行いました。それぞれのプロファイルの重ね合わせを図3 (a), (b) に示します。新搭載フィルタを用いることで、微量TiのP/B比 (ピークとバックグラウンドの強度比) がより改善していることがわかります。

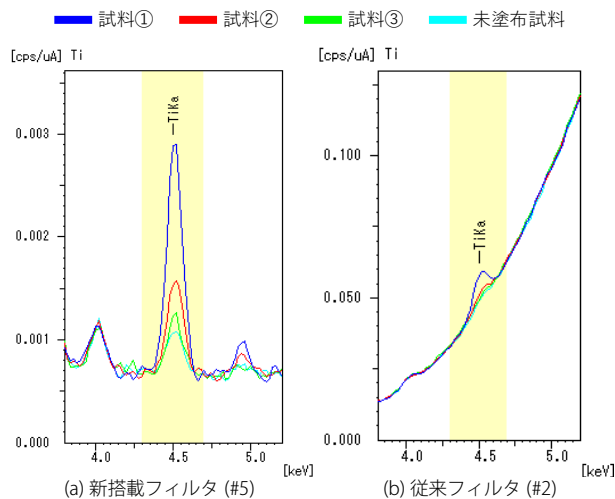


図3 TiK α プロファイル重ね合わせ

■ 検出下限

未塗布試料について、新搭載フィルタ (#5) と従来フィルタ (#2) を使用した際の単純10回繰り返し再現性試験結果を表2に示します。薄膜FP法により酸化チタン (TiO₂) としての付着量を求めました。得られた標準偏差より、それぞれのフィルタを使用した際の検出下限は新搭載フィルタで0.0045 [$\mu\text{g}/\text{cm}^2$]、従来フィルタで0.0132 [$\mu\text{g}/\text{cm}^2$]となります。これらの結果から、微量Tiの分析には新搭載フィルタが有効であることがわかります。

表2 未塗布試料の単純繰り返し再現性試験結果 [$\mu\text{g}/\text{cm}^2$]

n	新搭載フィルタ (#5)	従来フィルタ (#2)
1	0.032	0.030
2	0.031	0.033
3	0.033	0.028
4	0.033	0.024
5	0.030	0.025
6	0.033	0.035
7	0.035	0.027
8	0.032	0.031
9	0.033	0.021
10	0.031	0.031
平均値	0.032	0.029
標準偏差 (σ)	0.0015	0.0044
検出下限 (3σ)	0.0045	0.0132

■ 定量分析結果

試料①～③のTiO₂付着量の定量分析結果を表3に示します。未塗布試料にも微量のTiが含有されていたため、未塗布試料の強度を差し引くブランク補正を行いました。定量分析結果を表3に示します。

表3 定量分析結果 [$\mu\text{g}/\text{cm}^2$]

試料名	TiO ₂ 付着量
試料①	0.121
試料②	0.033
試料③	0.005

■ まとめ

PP製シートに塗布した酸化チタン光触媒コーティング剤について、EDXにより、拭き取り前後のTiO₂付着量を評価しました。その結果、今回の試料では拭き取りによりコーティング剤がほとんど除去されてしまう事が明らかになりました。

微量元素の分析には、一次フィルタが有効です。EDX-7200に新たに搭載されたフィルタの使用により、拭き取り前後の微量なTiを感度良く分析できました。

■ 測定条件

装置	: EDX-7200
元素	: ²² Ti
分析グループ	: 定量
分析法	: 薄膜FP法
検出器	: SDD
X線管球	: Rhターゲット
管電圧	: 30 [kV]
管電流	: Auto [μA]
コリメータ	: 10 [mm ϕ]
1次フィルタ	: #5 (#2)
雰囲気	: 大気
積分時間	: 300 [秒]
デッドタイム	: 最大30 [%]