# 平成22~23(第3次補正予算)年度 戦略的基盤技術高度化支援事業 「共析めっきプラスチック成形加工法を用いた 抗菌性容器の開発」

# 研究開発成果等報告書

平成25年5月31日

委託者 北海道経済産業局 委託先 株式会社日本アレフ 再委託先 函館工業高等専門学校

# ~ 目次~

# 第1章 研究開発の概要

- 1-1 研究開発の背景・研究目的・及び目標
- 1-2 研究体制
- 1-3 成果概要
- 1-4 当該プロジェクト連絡窓口

# 第2章 本論

- i) DNA カチオン複合体の合成技術の確立 (函館工業高等専門学校、日本アレフ)
  - i)-1 DNA と複合化するカチオンの選定
  - i)-2 DNA-カチオン複合体の合成
  - i)-3 まとめ
- ii) 基材表面への共析めっき技術の確立(日本アレフ)
  - ii)-1 電解法による銀と DNA-PEI 複合体との共析めっき条件の探索
  - ii)-2 電解法による銀と DNA-LC 複合体との共析めっき条件の探索
  - ii)-3 高比表面積ハニカム素材表面への共析めっき
  - ii)-4 まとめ
- iii) DNA-LC 複合体の抗菌評価および Ag めっき単独膜、Ag-DNA-LC 共析めっき膜の抗菌・抗カビ 評価(函館工業高等専門学校、日本アレフ)
  - iii)-1 DNA-LC 複合体の安定性について
  - iii)-2 DNA-LC複合体の抗菌活性試験
  - iii)-3 イオン性化合物共存下(化粧水中)での抗菌試験
  - iii)-4 DNA-LC 複合体の黄色ブドウ球菌に対する抗菌活性評価
  - iii)-5 Ag 金属単独めっき膜と Ag-DNA-LC 共析めっき膜の表面積に対する抗菌性評価 (滅菌水中)
  - iii)-6 Ag めっき単独膜と Ag-DNA-LC 共析めっき膜の表面積に対する抗菌性評価 (無添加化粧液中)
  - iii)-7 無添加化粧液の抗カビ性評価
  - iii)-8 まとめ
- iv)製品化に向けた取り組み(日本アレフ)
  - iv)-1 これまでの研究成果を実生産レベルに適用した製造設備の設計
  - iv)-2 まとめ

# 最終章 全体総括

# 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

食品・医療分野および生活関連資材分野では、安全性が高く、かつ持続性に優れた無機系抗菌剤を利用したプラスチック表面成形加工処理法が注目されている。しかしながら、無機系抗菌剤は細菌には効果があるものの、カビについては効果が無い事が知られている。株式会社日本アレフは創業以来表面加工処理を用いた製品を市場に供給してきた。例えばプラスチックと共析めっき成形加工法組み合わせて、フッ素ポリマーと金属を複合化した表面を構築し、防汚性と電気伝導性を併せ持つプラスチック部品を開発してきた。さらに㈱日本アレフ函館未来研究所、および札幌 R&D センターでは海洋生物由来の DNA 化合物の抗菌機能について 3 年前から函館工業高等専門学校と共同で研究を行い DNA 化合物が極めて抗菌活性が大きいことを学会等で報告してきた。

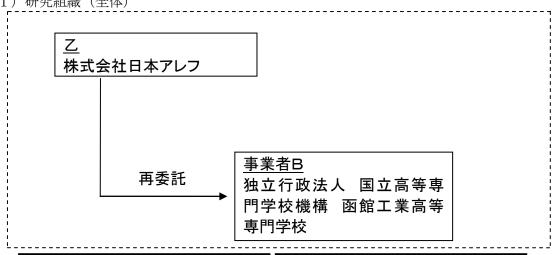
本研究開発では、DNA 化合物の抗菌機能、プラスチック成形加工技術、および表面成形加工技術を融合することで、プラスチック成形基材の高度化を目指す。この技術を用いて無機-有機ハイブリット抗菌表面を持つ基材を製造し、安心・安全で長期保存可能な化粧品容器を開発する。具体的には成型加工したプラスチック素材や金属素材表面に共析めっき法を用いて金属と DNA-カチオン複合体を基材表面上に共析させた無機-有機ハイブリット型の抗菌性容器を開発する。抗菌性は基材表面のみで機能を発現するため、約 100~300nm の無機-有機ハイブリット薄膜を基材表面に形成させることにより、高価な抗菌性材料の使用量を大幅に削減できる。下記に設定した技術目標と実施結果についてまとめた結果を示す。

	- V.A. B
技術的目標値	実施結果
共析めっき皮膜膜厚:100~300nm	5μm程度の膜厚で共析めっき皮膜を作製
海島構造制御:海島比率の制御	共析めっき条件を変えることで海島比率を制御可
島相の大きさ 100nm~100μm	能、また 10~300μm の海島構造を形成
抗菌活性值:5.0以上	銀と DNA-LC 複合体との共析めっき皮膜で抗菌活性
	値 5. 2 を達成
化粧品消費期限:180日に延長(現行30日)	ラボスケールで作製した容器を用いた長期試験の補
	完研究中
化粧品容器製造コスト 30%削減	化粧品容器の製造工程を明確化、実生産レベルの製
	造設備を設計中

# 1-2. 研究体制

## (1) 研究組織及び管理体制

1)研究組織(全体)



総括研究代表者(PL)

所属:株式会社日本アレフ

役職:取締役R&D統括

氏名:鏡 好晴

副総括研究代表者(SL)

所属:株式会社日本アレフ

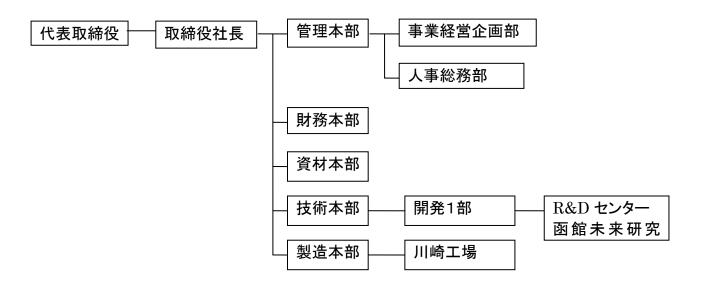
役職:技術本部 開発1部開発2課

氏名:山岡 寛司

# 2) 管理体制

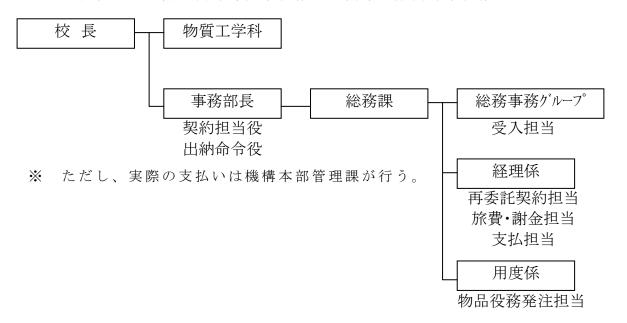
①事業管理者

[株式会社日本アレフ]



# ② (再委託先)

独立行政法人 国立高等専門学校機構 函館工業高等学校機構



# (2) 管理員及び研究員

【事業管理者】 株式会社日本アレフ

# ①管理員

<u> </u>		
氏 名	所属・役職	実施内容(番号)
長澤 晃 鏡 好晴 山岡 寛司 松本 亮大	人事総務部 取締役R&D統括 技術本部 開発1部開発2課 技術本部 開発1部開発2課	v) v) v) v)

# ②研究員

氏 名	所属・役職	実施内容(番号)
·	******	
鏡 好晴	取締役R&D統括	i), ii), iii), iv)
山岡 寛司	技術本部 開発1部開発2課	i), ii), iii), iv)
熊倉 祐一郎	技術本部 開発1部開発2課	i), ii)
松本 亮大	技術本部 開発1部開発2課	i), ii)
石原 公紀	技術本部 開発1部開発2課	i), ii)
和泉 博明	技術本部 開発1部開発2課	i), ii), iii), iv)
松田篤	技術本部 開発1部開発2課	i), ii), iv)
山川 功	技術本部 開発1部開発2課	i), ii),

# 【再委託先】※研究員のみ

独立行政法人 国立高等専門学校機構 函館工業高等専門学校

氏 名	所属・役職	実施内容(番号)
伊藤 穂高	物質工学科 准教授	i), iii)

# (3) 経理担当者及び業務管理者の所属、氏名

(事業管理者)

株式会社日本アレフ

(経理担当者) 技術本部 開発1部開発2課 松本 亮大

(業務管理者) 取締役 R&D 統括 鏡 好晴

(再委託先)

独立行政法人 国立高等専門学校機構 函館工業高等専門学校

(経理担当者) 総務課課長補佐(財務担当) 森若 幸弘

(業務管理者) 契約担当役事務部長 今田 敏文

(4) 知的財産権の帰属 知的財産権は全て当方に帰属することを希望。

(5) その他

なし

# 1-3 成果概要

## i) DNA - カチオン複合体の合成技術の確立 (函館工業高等専門学校、日本アレフ)

アニオン性の DNA-Na と複合化するカチオン性の化合物として、天然系高分子、合成高分子、低分子から 7 種類を候補物質として選択した。それぞれのカチオン性の化合物と DNA を反応させ、DNA-カチオン複合体が生成することを SEM-EDX を用いた元素分析によって確認した。作製した DNA-カチオン複合体の粉砕性、およびカチオン性化合物単体の MIC 値が低すぎる (=毒性が高い)より、共析めっき工程には、DNA-PEI 複合体、DNA-LC 複合体の 2 種類を選抜した。

## ii) 基材表面への共析めっき技術の確立(日本アレフ)

黄銅板基材に対して、銀と DNA-PEI 複合体との共析めっき、および銀と DNA-LC 複合体との共析めっき技術を確立した。それぞれの共析めっき被膜を SEM-EDX 分析した結果、銀と DNA-PEI 複合体もしくは DNA-LC 複合体が海島構造を形成(銀:海相、DNA-PEI 複合体:島相)し、島相の大きさは  $10\sim300\,\mu\,\mathrm{m}$  であった。 DNA-PEI 複合体、および DNA-LC 複合体の化粧液中での安定性について結合様式より検討した結果、化粧液中にカチオン分子が遊離しない DNA-LC 複合体が本開発の目的に適していると結論づけた。さらに製品化を見据えた場合、軽量化、量産性、およびデザイン性が重要となるため、3D プリンターで成型加工した ABS 樹脂ハニカム基材の表面にも銀と DNA-LC 複合体との共析めっきを行い、それに成功した。今後は、商品化に向けて試作品によるお客様の評価を頂くことと並行して、量産化に向けたスケールアップについても検討する必要がある。

# iii)-1 DNA-LC複合体の評価(LCの溶出、抗菌性、他)(函館工業高等専門学校、日本アレフ)

DNA-LC 複合体を洗浄し、LC の遊離量が MIC 値 (=78ppm) よりも低い 10ppm を示したにも関わらず、DNA-LC 複合体が抗菌性を示したことから、通常の抗菌性発現メカニズム (=抗菌性物質の拡散) 以外の新しいメカニズムで発現する抗菌性複合体を開発した。DNA-LC 複合体の粒径、共析めっき皮膜、および化粧液中、といった各種条件で抗菌性を評価し、抗菌性を示すことを明らかにした。本研究開発を進める過程で、化粧品容器に必要な抗カビ性についても検討したが、銀めっき膜よりも銀・DNA-LC 複合体の共析めっき膜の方が抗カビ性は高いものの、市販の化粧品に添加しているメチルパラベンより低い結果となった。抗カビ性を改善するために、共析めっき率の向上、共析めっきの表面積増加、化粧液の充填方法、カビの混入を防ぐ容器の口の形状の改良と行う必要がある。

#### iv)製品化に向けた取り組み(日本アレフ)

本成果から、製品製造の各工程を設計した。工程を分解すると、1) DNA-LC 複合体合成工程、2) プラスチック部材成型加工工程、3) 共析めっき工程、の3つの工程に分割することができる。現時点での製造コストは複合体合成費と共析めっき工程費で¥155/pcs、抗菌部材の射出成型費で¥30/pcs となった。今後はこれまで得られた基礎的な知見を生かして、製造コストの削減に取り組んでいく。

今後の補完研究として、川下企業である化粧品製造会社の要望を調査し、①製品出荷、および開 封後の消費期限における長期評価の実施、②現状のボトル製造ラインの構造、および容器の機能を考 慮した共析めっき容器の製造設備の構築、を行い実生産に向けたプロセスを構築していく必要がある。

## v)プロジェクトの管理・運営(日本アレフ)

研究開発の進捗管理、成果報告書の作成、今後の研究課題に向けて進めるべき方向などを議論 する研究開発委員会を開催した。

#### 1-4 当該プロジェクト連絡窓口

#### 株式会社日本アレフ 長澤 晃

住所:〒105-0001 東京都港区虎ノ門4-1-8 虎ノ門4丁目 MT ビル5階 (現住所:〒106-0041 東京都港区麻布台2-4-5 メソニック39MT ビル 8 F) TEL:03-5733-2101 FAX:03-5733-2106 E-mail:nagasawa@nippon-aleph.co.jp

## 2. 研究内容

# i) DNA - カチオン複合体の合成技術の確立

市販されている DNA は Na 塩 (DNA-Na) として存在し、リン酸基が解離する水溶性のアニオン性高分子である。 DNA-Na は未利用資源である鮭の白子から採取でき、①生体に対する毒性が無い、②様々なカチオン性化合物と複合化可能、といった特長を持っている。本章では、DNA-Na の特長を活かして、DNA と複合化するカチオンの選定、および DNA-カチオン複合体の合成について記載する。

# i)-1 DNA と複合化するカチオンの選定

表1に今回選定した化合物の構造式、特徴を示す。

表1 DNA-カチオン複合体の合成に使用した試薬の電荷・抗菌性・防カビ性

AT DNA X	構造式	電荷	抗菌性	防力ビ性
DNA			Δ	×
キトサン	CHECH	+	0	×~∆
ポリリジン(PL)	H NH-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH-CO OH	+	0	×~△
プロタミン	P1: PRRRRRSSSRPIRRRRRPRASRRRRR GGRRRR P2: PRRRR SSRRPVRRRRRPRVSRRRRRRGGRRRR P3: PRRRR SSSRPVRRRRPRVSRRRRRGGRRRR P4: PRRRR ASRR IRRRRPRVSRRRRR GGRRRR	+	0	× ~ ∆
プロタミン分解物	VSRRRRGGRRRR H <sub>2</sub> N OH	+	0	Δ
ポリエチレンイミン (PEI)	<del>(</del> CH₂CH₂NH)	+	0	×~△
ベンジルジメチル テトラデシル アンモニウムクロリド	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> N*—C <sub>14</sub> H <sub>29</sub> CH <sub>3</sub> CI	+	0	Δ
ラウロイル コリンクロリド (LC)	CI-	+	0	Δ

本開発では、カチオン性化合物として天然系高分子(キトサン、ポリリジン、プロタミン、プロタミン分解物)、合成高分子(ポリエチレンイミン)、低分子(ベンジルジメチルテトラデシルアンモニウムクロリド、LC)を選択した。これらのカチオン性化合物を用いて DNA との複合体合成を行った。

# i)-2 DNA-カチオン複合体の合成

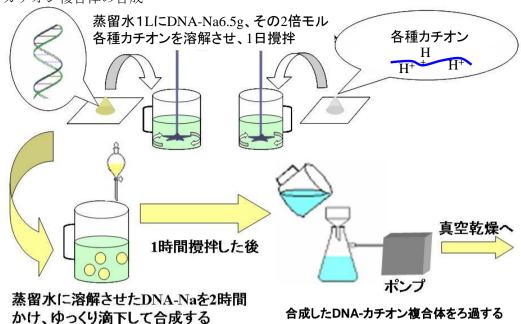


図1 DNA-カチオン複合体の合成方法

図1にDNA-カチオン複合体の合成方法の模式図を示す。最初にDNA 水溶液とカチオン水溶液を別々に作製する。次にカチオン水溶液を攪拌している所にDNA 水溶液を滴下し、滴下終了後1時間撹拌する。生成した沈殿物をろ過・洗浄し、減圧乾燥することでDNA-カチオン複合体ができる。作製したDNA-カチオン複合体の一例を図2に示す。







図 2 合成した DNA-カチオン複合体の写真 左: DNA-PEI 複合体、中: DNA-PL 複合体、DNA-LC 複合体

図2に示した DNA-カチオン複合体は白色~クリーム色となっている。原材料である DNA-Na の色とは異なっているため、DNA-カチオン複合体が合成できていると考えられる。

作製した複合体中に DNA 分子とカチオン性の分子が存在しているかを確認するために、一例として DNA-LC 複合体の SEM-EDX を用いた元素分析結果を図 3 に示す。

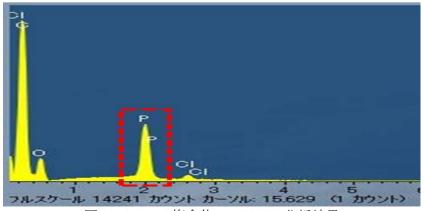


図3 DNA-LC 複合体の SEM-EDX 分析結果

図 3 より DNA 分子中に存在する P元素の K  $\alpha$  線に相当する 2.013keV のピークが観察された。これらの結果より、DNA-LC 複合体中に DNA 分子が存在していることを明らかにした。

次に銀との共析めっきを行うためには、作製した DNA-カチオン複合体をそのまま用いると粒径が大きすぎるために、①銀めっき溶液と混合した際に沈降する、②電解メッキを行う際に電場の力で銀イオンと一緒に DNA-カチオン複合体が移動できない、といった問題点が発生する。そこで、合成した DNA-カチオン複合体を乳鉢で粉砕することで上記問題点に対応した。乳鉢による各 DNA-カチオン複合体の粉砕性についての結果を表 2 に示す。

次1 日 2m 20 24 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1		
DNA と複合化したカチオン	粉砕性	
キトサン	×	
ポリリジン (PL)	Δ	
プロタミン	×	
プロタミン分解物	×	
ポリエチレンイミン(PEI)	0	
ベンジルジメチルテトラデシルアンモニウムクロリド	0	
ラウロイルコリンクロリド (LC)	0	

表2 各 DNA-カチオン複合体の粉砕性

表2の結果より、天然系高分子であるキトサン、ポリリジン、プロタミン、プロタミン分解物は、合成した複合体を乾燥した際、丈夫なガラス状の固まりになったため、乳鉢による粉砕が困難であった。それ以外のDNA-カチオン複合体は粉砕可能であった。しかしながら、ベンジルジメチルテトラデシルアンモニウムクロリドは、化粧品の防腐剤として一般的に使用しているメチルパラベンに比べてあまりにも最小発育阻止濃度 (MIC) が低い (=毒性が高い)、言い換えると抗菌性の化粧品容器に使用すると化粧液中に遊離した場合、皮膚に悪影響を及ぼすリスクがあるため、DNA-ベンジルジメチルテトラデシルアンモニウムクロリド複合体は次章の銀との共析めっきの検討から除外した (ベンジルジメチルテトラデシルアンモニウムクロリドのMIC は10ppm、メチルパラベンのMIC は1,250ppm である)。

#### i)-3 まとめ

本章では、アニオン性の DNA-Na と複合化するカチオン性の化合物として、天然系高分子、合成高分子、低分子から 7種類を候補物質として選択した。それぞれのカチオン性の化合物と DNA を反応させると沈殿を生じること、および SEM-EDX を用いた元素分析結果より、DNA-カチオン複合体が生成することを確認した。作製した DNA-カチオン複合体の粉砕性を見ると、カチオン性化合物として PEI、ベンジルジメチルテトラデシルアンモニウムクロリド、および LC を用いた複合体が良い結果を示した。また、カチオン性化合物単体の MIC 値が低すぎる(=毒性が高い)ことから、ベンジルジメチルテトラデシルアンモニウムクロリドを除外した。これらの結果より、DNA-PEI 複合体、DNA-LC 複合体の 2種類を選択し、共析めっき工程に使用した。

- ii) 基材表面への共析めっき技術の確立
- ii)-1 電解法による銀と DNA-PEI 複合体との共析めっき条件の探索

電解めっきに用いる被めっき用基材として必要な特性は電気が流れる事である。そのため、本研究で は黄銅板を用いて共析めっきを行った。

共析めっきは、(1)脱脂工程、(2)電解洗浄工程、(3)中和工程、(4)共析めっき工程、の4工 程で構成されている。その内容を下記に記す。

- (1) 脱脂工程:基材表面に付着している油成分を除去する工程
- (2) 電解洗浄工程:金属表面に形成している酸化皮膜をアルカリ溶液中で電解洗浄を行い除去する工
- (3) 中和工程: 基材表面に付着しているアルカリ溶液を酸によって中和する工程
- (4) 共析めっき工程:めっき液中に DNA-カチオン複合体を分散させ電解法による共析めっきを行う工 程(模式図を図4に示す)

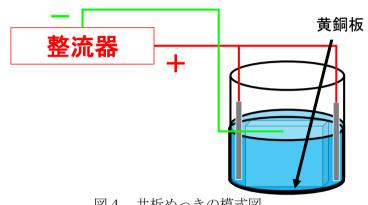
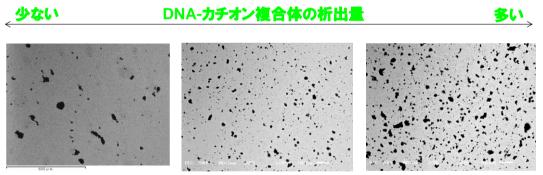


図4 共析めっきの模式図

図5に黄銅基板表面に銀とDNA-PEI複合体の組成を変えて共析めっきした時のめっき被膜表面の走査 型電子顕微鏡 (SEM) 写真を示す。



銀と DNA-PEI 複合体の量を変えて作製した共析めっき被膜の SEM 写真

図5中の白色部と黒色部が海島構造を形成しているため、2つの成分がめっきされたことを示唆して いる。左の写真は DNA-PEI 濃度が 2g/L で作製した共析めっき被膜、中央の写真は 4g/L で作製した共析 めっき被膜、右の写真は 6g/L で作製した共析めっき被膜である。この事から、DNA-PEI 濃度を増加させ ることで、海島比率を制御することが可能である。また、各共析めっき被膜中の島相は10~300μmの大 きさでめっき被膜全体に均一に分布している事が明らかとなった。

共析めっき皮膜中に銀と DNA-PEI 複合体の存在を確認するために EDX による元素分析を行った結果を 図6に示す。図6より、共析めっき被膜中には DNA-PEI 複合体中に存在する DNA 分子中の P 元素の Kα 線(=2.013keV)に相当するピークが明瞭に観測されたため、共析めっき被膜中に DNA 分子が存在して いる事を確認した。また、銀の Lα線 (=2.984keV) に相当するピークも明瞭に観察された。これらの結 果から、共析めっき被膜中に銀分子と DNA 分子が共存している事が明らかとなった。

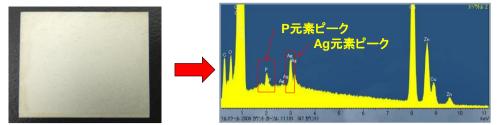


図6 銀とDNA-PEI 複合体の共析めっき被膜の外観(左図)とEDX分析(右図)結果

図6ではEDX を用いた元素分析の結果、共析めっき被膜中に銀とDNA が共存している事を明らかにしたが、実際に銀とDNA-PEI 複合体がどのような形態で分布しているのかを確認するために、共析めっき被膜をSEM によって拡大( $\times 100$  倍)して観察すると同時にEDX 分析によって共析めっき被膜中に含まれるAg (銀めっき液由来)、C (DNA分子、PEI分子由来)、0 (DNA分子由来)、P (DNA分子由来)の4種類の元素についてマッピング分析を行った結果を図7に示す。

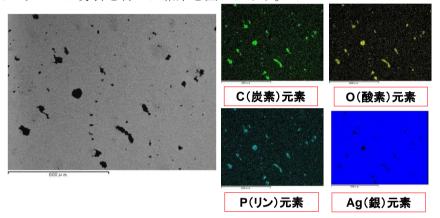


図7 銀と DNA-PEI 複合体との共析めっき被膜の SEM-EDX 分析結果 (左図: SEM 写真、×100倍、右図: EDX による C、O、P、Ag 元素のマッピング画像)

図7の SEM 写真(左図)より、共析めっき被膜は黒色部と白色部との海島構造を形成している事が分かる。そこでC、O、P、Ag の各元素について EDX によるマッピング分析(右図)を実施した所、C、O、P 元素は SEM 画像中の黒色の部分にのみ存在している事から、この部分に DNA-PEI 複合体が存在している事を明らかにした。一方、Ag 元素は SEM 画像中の白色の部分にのみ存在している事を明らかにした。これらの結果より、共析めっき被膜中に銀と DNA-PEI 複合体は相分離(海島構造)した状態で共存している事を明らかにした。

# ii)-2 電解法による銀と DNA-LC 複合体との共析めっき条件の探索

ii)-1 の銀と DNA-PEI 複合体との共析めっき (電場方向:水平) の方法と同様な手法を用いて、銀と DNA-LC 複合体との共析めっき (電場方向:垂直) を行った。使用した DNA-LC 複合体は乳鉢で粉砕後、0.25mm の篩で分級した粉末を使用した。

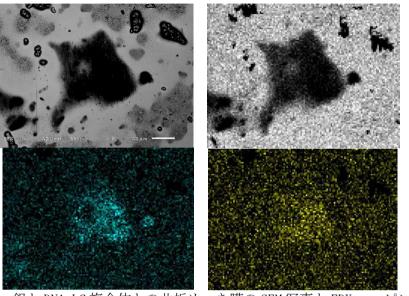
図8に銀と DNA-LC 複合体との共析めっきで作製した板の実際の写真と SEM-EDX 分析結果を示す(条件:電極間距離=1 cm、pH=7、電流密度= $2 \text{A}/\text{dm}^2$ )。



図8 銀と DNA-LC 複合体との共析めっき皮膜 (左:外観写真、右:SEM-EDX 分析結果)

図8より外観写真は基材の黄銅板と異なり、白色に変化しているため少なくとも何かでめっきされていることを示している。また、SEM-EDX 分析結果を見ると、Ag 元素の L $\alpha$ 線(=2.984keV )と DNA 分子中に含まれる P 元素の K $\alpha$ 線(=2.013keV)が見られているため、銀と DNA-LC 複合体が共析めっきされていることを示している。

図 9 に図 8 を拡大した SEM 写真と SEM-EDX 分析により Ag 元素、0 元素、P 元素のマッピング画像を示す。



 $100 \, \mu \, \text{m}$ 

図9 銀とDNA-LC複合体との共析めっき膜のSEM写真とEDXマッピング画像 (左上:SEM写真、右上:Ag元素(白色部)、左下:0元素、右下:P元素)

図9の SEM 写真(左上図)より、共析めっき被膜は黒色部と白色部の2種類の物質で構成されている事が分かる。そこで Ag、0、P の各元素について EDX によるマッピング分析(右上図~右下図)を実施した所、Ag 元素は SEM 画像中の白色の部分にのみ存在している事を明らかにした。一方、0、P 元素は SEM 画像中の黒色の部分にのみ存在している事から、この部分に DNA-LC 複合体が存在している事を明らかにした。また、黒色部の大きさは  $200\,\mu\,\text{m}\times200\,\mu\,\text{m}$  程度であるため、DNA-LC 複合体合成時に分級( $0.25\,\text{mm}$  以下)した結果と一致している。これらの結果をまとめると、共析めっき被膜中に銀と DNA-LC 複合体は相分離(海島構造)した状態で共存している事を明らかにした。

## ii)-3 高比表面積ハニカム素材表面への共析めっき

ii)-1 では銀と DNA-PEI 複合体との共析めっき、および ii)-2 では銀と DNA-LC 複合体との共析めっきの検討結果を示した。 DNA-PEI 複合体単体、および DNA-LC 複合体単体、について化粧液中での安定性について考えてみる。 DNA-PEI 複合体の場合はそれぞれの構成成分が高分子であるため、 DNA 分子と PEI 分子がイオン結合した複合体の中に、 PEI 分子が絡み合って存在しており、複合体合成後の水洗浄では完全に除去できない。その為、化粧液中に PEI 分子が溶出(=化粧液成分に混入)する可能性がある。一方、 DNA-LC 複合体の場合は、 DNA 分子と LC 分子がイオン結合を形成し、複合体表面に物理吸着している LC 分子は弱い結合であるため、容易に水洗浄で完全に除去できる。その為、化粧液中に LC 分子が溶出する恐れがないため、以降の高比表面積ハニカム素材への共析めっき工程で DNA-LC 複合体を使用した。最初に A1 ハニカム基材表面に ii)-2 の条件で銀と DNA-LC 複合体との共析めっき皮膜を形成した結果

を図10に示す。



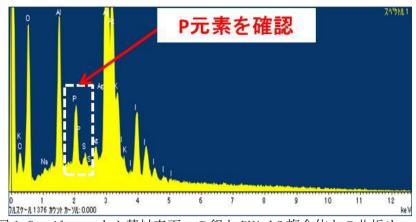


図10 Al ハニカム基材表面への銀と DNA-LC 複合体との共析めっき (左上:共析めっき前、右上:共析めっき後、下:共析めっき後 EDX 分析結果)

図10より共析めっき前のAlハニカム基材は金属光沢を示しているが、共析めっき後では、無光沢銀に由来する白色に変化した。また、共析めっき後のEDX分析結果を見てみると、DNA由来のP元素とAg元素が共存した状態で観察されたため、共析めっきに成功していると考えられる。

実用化を見据えた場合、軽量、様々な形に成形加工可能、金属めっき可能である特長を持つ ABS 樹脂における高比表面積のハニカム構造品を作製するために、3D プリンター(MOJO: 丸紅情報システムズ製、図11)を購入し、試作品を製作した。

一般的に市販されている3Dプリンターには造形手法として、以下の3種類がある。

- a). 光硬化樹脂:造形品の仕上がり品質が高いが、強度が脆い。
- b). 粉末樹脂の成型:造形品の仕上がり品質が悪いが、強度は高い。
- c). 樹脂の熱溶解:造形品の仕上がり品質は光硬化樹脂に劣るが、品質は良好で強度が高い。

それぞれに特徴があり、めっき試作品の素材として最も適しているのが、樹脂の熱溶解による造形手法であった。本装置は熱溶解積層法という方法を用いて造形を行う。具体的には、針金のような形状をした ABS 樹脂が熱溶解用ノズルに供給されて、あらかじめ CAD 図面を読み込んだ情報にしたがい、高さ方向に樹脂を積層して造形する。



図11 3D プリンター装置の外観

図12に共析めっき前後での ABS 樹脂ハニカム基材の写真と EDX による元素分析の結果を示す。ABS 樹脂基材を用いた場合の共析めっき工程として、共析めっき工程の前に ABS 樹脂よりブタジエンを除去するエッチング工程、およびエッチング後の基材表面に無電解銅メッキする前処理工程を行い、電解法で銀と DNA-LC 複合体との共析めっきを行った。





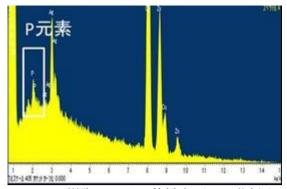


図12 ABS 樹脂ハニカム基材表面への共析めっき

(左上: 共析めっき前、右上: 共析めっき後、下: 共析めっき後 EDX 分析結果)

図12より、共析めっき前の ABS 樹脂ハニカム基材は薄い白色を示しているが、共析めっき後では、 無光沢銀に由来する白色に変化した。また、共析めっき後の EDX 分析結果を見てみると、DNA 由来の P 元素と Ag 元素が共存した状態で観察されたため、共析めっきに成功していると考えられる。

#### ii)-4 まとめ

黄銅板基材に対して、銀と DNA-PEI 複合体との共析めっき、および銀と DNA-LC 複合体との共析めっきに成功し、それぞれの複合体を使用した際の基本的な共析めっき技術を確立した。それぞれの共析めっき被膜を SEM-EDX 分析した結果、銀と DNA-PEI 複合体とを共析めっきした場合は、銀と DNA-PEI 複合体が相分離(銀:海相、DNA-PEI 複合体:島相)した状態で  $10\sim300\,\mu\,\mathrm{m}$  の大きさで海島構造を形成している事を明らかにした。一方、銀と DNA-LC 複合体とを共析めっきした場合は、銀と DNA-LC 複合体が相分離(銀:海相、DNA-LC 複合体:島相)した状態で  $200\,\mu\,\mathrm{m}\times200\,\mu\,\mathrm{m}$  の大きさ(合成した DNA-LC 複合体の大きさと一致)で海島構造を形成している事を明らかにした。 DNA-PEI 複合体、および DNA-LC 複合体の化粧液中での安定性についてそれぞれの複合体の結合様式を検討した結果、化粧液中にカチオン分子が遊離しない DNA-LC 複合体が本開発の目的に適していると結論づけた。また、化粧品に使用した場合の抗菌性は基材の比表面積に依存するため、A1 ハニカム基材上に銀と DNA-LC 複合体との共析めっきを行った。さらに軽量化、量産性、およびデザイン性を見据えた 3D プリンターで成型加工した ABS 樹脂ハニカム基材の表面にも銀と DNA-LC 複合体との共析めっきを行うことにも成功した。この成果は、基材を成型することによる機能性、および化粧品分野で重要なデザイン性、を満足する抗菌めっき部材の製造へ向けての第 1 歩となった。今後は、商品化に向けて試作品によるお客様の評価を頂くことと並行して、量産化に向けたスケールアップについても検討する必要がある。

iii) DNA-LC 複合体の抗菌評価および Ag めっき単独膜、Ag-DNA-LC 共析めっき膜の抗菌・抗カビ評価iii)-1 DNA-LC 複合体の安定性について

まず水中における DNA-LC 複合体の安定性について検討した。50m1 遠沈管に DNA-LC 複合体(粒径 0.25mm 以下) 0.02g を入れた後,滅菌水 20m1 を加えて 0.1% DNA-LC 複合体溶液を調整した。調製したサンプル溶液を 7 日間 25  $\mathbb C$  の恒温器内で保管した後,溶液を分画分子量 3000 のろ過装置(ビバスピン 20)を用いて分画を行い,ろ液を回収した。回収したろ液中に含まれている LC イオン(陽イオン界面活性剤)濃度をオレンジ II 法(これは陽イオン界面活性剤を定量する方法)に従って定量を試みた。その結果、遊離 LC イオン濃度は 7 日間 25  $\mathbb C$  で放置した後(0.1% DNA-LC 複合体(粒径 0.25mm 以下)でも 5.6ppm 程度であった。これはラウロイルコリンクロリドの最小発育阻止濃度 (MIC) である 78ppm 以下であり、この濃度は添加した DNA-LC 複合体に結合している LC 分子の 1% 程度にすぎないことが確認された。

さらに、同様の方法で得られたろ液に菌液(約 10°cells/ml)を加えて 25℃で 7 日後に生菌数カウント法により菌数を計測した結果、7 日後においても菌数はほとんど変化なかった。

以上のことから滅菌水中に微量残留する LC イオンの影響はほとんどないことが確認された。ただし、 実用化を考えた場合実際には化粧水等イオン性化合物が多数共存している条件下においても同様の抗菌 活性を有している必要がある。

# iii)-2 DNA-LC 複合体の抗菌活性試験

DNA-LC 複合体を紛体で抗菌性を評価するということは、粒径によって表面積が異なり抗菌性に違いが生じることが考えられる。そこで図13のような機器を用いて粒径ごとにサンプルのふるい分けを行った。粒径は用いたステンレスメッシュのメッシュ幅に応じて1.18mm 以上、1.18~0.5mm、0.5~0.25mm、0.25mm 以下の4種類にふるい分けを行った(図14)。これら粒径ごとに分けたサンプルを用いて抗菌性試験を行った結果を図15に示した。この結果からDNA-LC は粒径が細かくなるほど抗菌活性が向上することが確認された。これは抗菌活性を発揮する活性点が紛体の表面にあることを意味する。またメチルパラベンを0.1%添加した系では約10 $^7$ CFU/mlの菌数をほぼゼロにするには少なくとも2週間程度の培養日数が必要であり、この点からもDNA-LC 複合体はメチルパラベンよりも高い抗菌活性を有していることが確認された。





図13. ふるい分けに用いた装置









1.18mm以上

1.18~0.5mm

0.5~0.25mm

0.25mm以下

図14 粒径ごとにふるい分けした LC-DNA

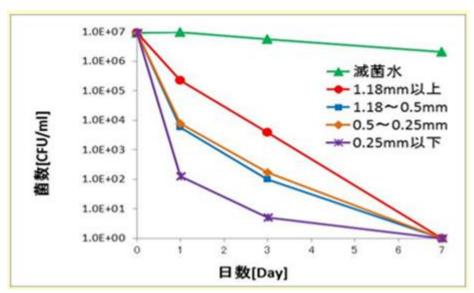


図15 0.1%DNA-LC添加系の抗菌活性試験(粒径依存性)

#### iii)-3 イオン性化合物共存下(化粧水中)での抗菌試験

抗菌活性を評価する媒体としては以下の市販されている化粧水を脱イオン水で 2 倍に希釈したものを用いた。希釈した理由は原液の状態だと粘性があることと含有成分である BG (ブチレングリコール) やグリセリンは弱い抗菌活性を有するため、これらの影響を極力避けるためである。

評価に使用した A 社製の化粧水には保湿剤として BG、グリセリン、ペタイン、メチルグリセス-10 などが、栄養素としてローヤルゼリーエキス、コメ発酵液、スイートピー花エキスなどが添加されている。 実験方法は 50ml 遠沈管に DNA-LC(粒径 250  $\mu$  m 以下)0.02 g と上記の化粧水 10ml、滅菌水 10ml をクリーンベンチ内で加えた後、ボルテックスにより撹拌した。その後、前培養した E. coli (NBRC3301) の菌液(約  $10^9$  cells/ml)を  $200\,\mu$  l 加え後、25 Cインキュベーターで培養し、所定日数ごとにサンプリングを行って、生菌数をカウントした。使用した培地は不活化剤入りの Soybean Casein Digest Agar with Lecithin & Polysorbate80 (SCDLP) 寒天培地を用いた。その結果を以下に示した。

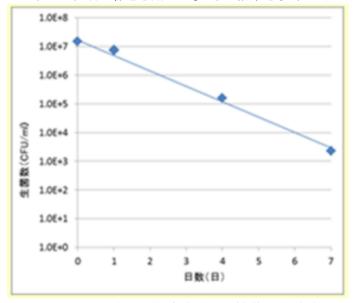


図16 50%化粧水溶液中での抗菌活性試験

このグラフを見るとわかるように 50%化粧水中において、菌数は日数とともに減少していた。ちなみに、*E. coli* (NBRC3301) を用いて水中で同様の実験を行うと 7 日間にわたってほとんど菌数が変化しないことは図 1 5 で前述したとおりである。これは明らかに化粧水中に抗菌性を有する化合物が含まれていることを表す。これが BG やグリセリンであると考えられる。

次にこの 50%化粧水溶液に 0.1%になるように DNA-LA 複合体 (0.25mm 以下) を添加した場合の抗菌性試験結果を図17に記した。この結果から DNA-LC 複合体 (0.25mm 以下) を添加すると抗菌性が飛躍

的に向上することがわかった。これは上記化粧水中のような各種イオン性化合物共存下においても DNA-LC 複合体は抗菌性を発揮することを表わしている。

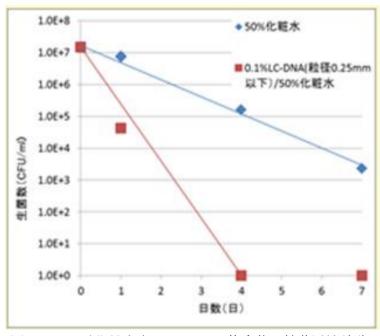


図17 50%化粧水中での DNA-LC 複合体の抗菌活性試験

## iii)-4 DNA-LC 複合体の黄色ブドウ球菌に対する抗菌活性評価

現在まで DNA-LC 複合体はグラム陰性菌である大腸菌に対しては抗菌活性が高いことを報告してきたが、実際の使用環境を考慮に入れた場合は様々な菌に汚染される可能性が考えられる。そこで、グラム陽性菌でかつ身の回りに多数存在する黄色ブドウ球菌に対する抗菌活性試験も行った(DNA-LC 複合体は粒径の最も小さい 0.25mm 以下のものを使用)。実験方法は大腸菌の場合と同じ方法で行った。使用した菌は Staphylococcus aureus (NBRC 12732)を用いた。その結果を図18に示した。黄色ブドウ球菌は大腸菌と異なり、コントロールである水中においても日数とともに徐々に菌数が減少することが確認された。特に、大腸菌の場合は水中(コントロール)においては7日間程度であれば栄養源がなくても菌数の減少はほとんど確認されなかった。しかし、黄色ブドウ球菌の場合は水中(コントロール)であっても日数とともに菌数は減少し、7日後には当初10<sup>7</sup>cells/ml程度いた菌数が10<sup>3</sup>cells/ml程度まで減少していた。これは大腸菌と黄色ブドウ球菌の菌種による違いであると考えられる。このことを踏まえてDNA-LC複合体とメチルパラベンの抗菌性をコントロール(滅菌水)との比較で行った。その結果、DNA-LC(粒径 0.25mm以下)を0.1%添加した場合には4日目には菌数がほぼ0に達していた。またこの傾向はコントロールと比較しても明らかに菌数の減少が急激になっており、高い抗菌活性を有していることが確認された。さらに、同じ濃度のメチルパラベンと比較しても、同程度かそれ以上の高い抗菌活性を有していることが確認された。

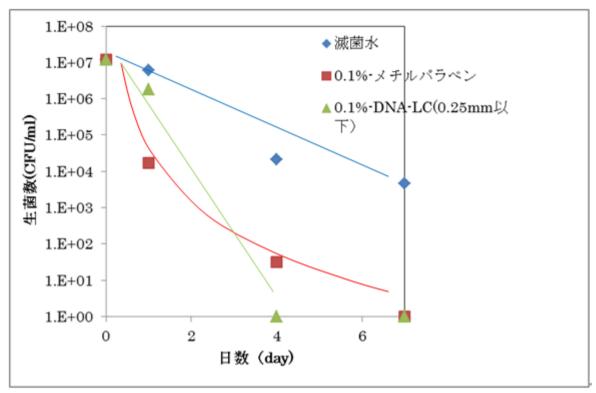


図18 DNA-LC複合体の黄色ブドウ球菌に対する抗菌活性試験

これは、DNA-LC 複合体(0.25mm以下)がグラム陰性菌である大腸菌だけでなく、グラム陽性菌の黄色ブドウ球菌に対しても高い抗菌活性を有することを示しており、DNA-LC 複合体が広い抗菌スペクトルを有することを意味する。

iii)-5 Ag 金属単独めっき膜と Ag-DNA-LC 共析めっき膜の表面積に対する抗菌性評価(滅菌水中)

まずは評価方法と滅菌水中におけるAg金属単独めっき膜とAg-DNA-LC共析めっき膜の表面積と抗菌性の相関について結果を記述する。抗菌評価の方法と結果は以下の通りである。

#### 【抗菌評価方法と結果】

次に大腸菌数が  $1.0 \times 10^{6 \sim 7}$  CFU/ml になるように滅菌水を溶媒として調整し、その溶液を滅菌された遠沈管 (容量: 12 ml) に 6 ml 注ぐ。その後、作製した銀めっき単独膜を表面積に合わせて投入する。培養の温度と時間を  $35 \text{ $\mathbb{C}$} - 24$  時間として、評価試験を実施した。

これらの Ag めっき単独膜と Ag-DNA-LC 共析めっき膜の抗菌性評価の結果を以下に示す。

Ag めっき単独膜と Ag-DNA-LC 共析めっき膜の表面積と抗菌性の相関を評価した結果、Ag めっき単独膜については表面積を 12cm<sup>2</sup>以上とした場合にすべての大腸菌が死滅することを確認した。

同様に Ag-DNA-LC 共析めっき膜については表面積を 10cm<sup>2</sup>以上とした場合にすべての大腸菌が死滅することを確認した。また、Ag めっき単独膜と比較すると、Ag-DNA-LC 共析めっき膜の抗菌性の方が高いことが分かった。よって、Ag-DNA-LC 共析めっき膜は Ag めっき単独膜と同様に水中で高い抗菌性を有する。

※上記評価の大腸菌数:1.0×10<sup>7</sup>CFU/ml、溶液量:6ml、種類:E.coli (NBRC:3972)

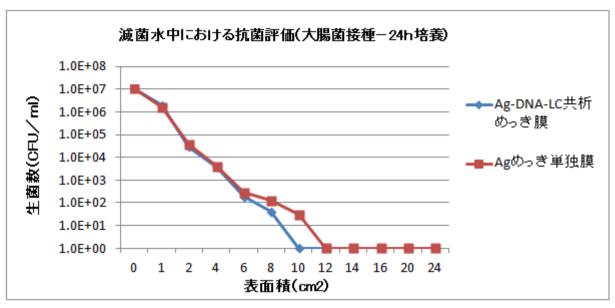


図19. Ag めっき単独膜と Ag-DNA-LC 共析めっき膜の抗菌評価結果(溶液:滅菌水)

iii)-6 Ag めっき単独膜と Ag-DNA-LC 共析めっき膜の表面積に対する抗菌性評価 (無添加化粧液中)

iii)-5 で Ag めっき膜と Ag-DNA-LC 共析めっき膜が水中で抗菌効果を有することが分かった。次のステップとして、実際の無添加化粧液中でそれぞれのめっき膜がどのような抗菌効果を有するのかを確認するために、無添加化粧液中での抗菌評価を行った。

無添加化粧液にはベーシックローションを用いた。その成分を以下に記述する。

a). ベーシックローションの成分

水、グルコース、グリセリン、グリシン

Ag めっき単独膜と Ag-DNA-LC 共析めっき膜の無添加化粧液中における抗菌効果と表面積の相関について以下に記述する。

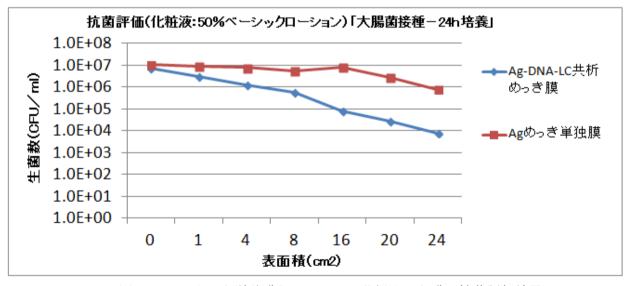


図 2 0. Ag めっき単独膜と Ag-DNA-LC 共析めっき膜の抗菌評価結果 (溶液:50%ベーシックローション、培養時間:24h)

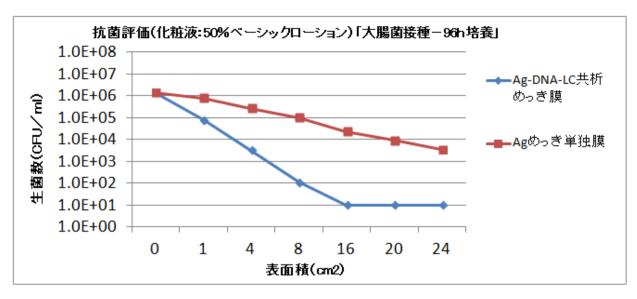


図 2 1. Ag めっき単独膜と Ag-DNA-LC 共析めっき膜の抗菌評価結果 (溶液:50%ベーシックローション、培養時間:96h)

Ag めっき単独膜を 50%ベーシックローション化粧液中で抗菌効果を評価したところ、僅かながら抗菌効果を確認できたが、水中の場合と比較すると、大きく抗菌効果が低下する傾向が見られた。原因として考えられるのは、化粧液中には様々な種類のイオン性成分が含有されているため、銀イオンの溶出や活性を低下させたものと考えられる。よって、銀めっき単独膜はイオン性成分を含有する水溶液中で使用する場合、種類別に抗菌効果を確認する必要があることが分かった。

Ag-DNA-LC 共析めっき膜をベーシックローション中で抗菌効果を評価したところ、水中における抗菌効果より劣るが、化粧液中でも高い抗菌効果を確認できた。

※以下の条件において、すべての大腸菌の死滅を確認した。

a). 表面積:16cm<sup>2</sup>以上b). 培養時間:96時間

c). 大腸菌数:1.0×10<sup>7</sup>CFU/ml

d). 溶液量:6ml (50%ベーシックローション化粧液+滅菌水)

#### iii)-7 無添加化粧液の抗カビ性評価

無添加化粧液の抗力ビ性を評価する上で、ベーシックローションの無添加化粧液を用いた。 抗力ビ性評価の条件と方法を以下に記述する。

- a). 評価用カビ: 黒麹カビ (アスペルギルスニゲル: NBRC105649)
- b). JIS 規格: Z2911 に準拠した手順で胞子懸濁液を培養
- c). 黒麹カビの胞子量が約 106個/ml となるように調整
- d). 培養時間: 96 時間

培養した黒麹カビの胞子懸濁液を 50%無添加化粧液濃度となるように、1:1 の割合で混合した。作製した混合評価液のサンプル種類と抗カビ性評価結果を以下に示す。

#### 【評価サンプル】

- ・50%ベーシックローションのみ(希釈:滅菌水)
- ・0.1%メチルパラベン溶液(希釈:滅菌水+1%エタノール)
- ・Ag めっき単独膜(表面積:1、8、20cm²)
- ・Ag-DNA-LC 共析めっき膜(表面積:1、8、20cm²)

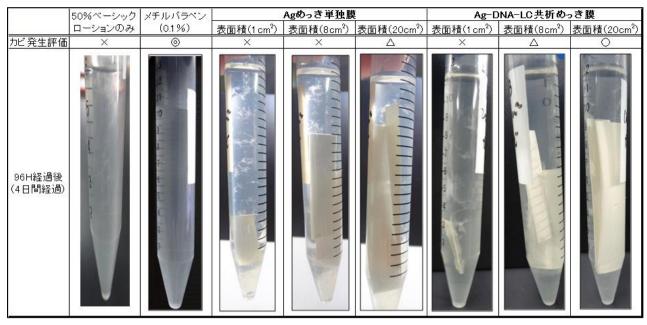


図22. 無添加化粧液中における抗カビ評価結果

無添加化粧液の抗カビ性評価を行った結果、50%ベーシックローションのみが最もカビの増殖が確認された。カビの増殖原因としてはアミノ酸や糖分などの成分が栄養源となっていると考えられる。

次にカビの増殖が多かったのが、Ag めっき単独膜(表面積:1cm²)と Ag めっき単独膜(表面積:8cm²)であった。表面積を増加させることで黒麹カビに対する効果も増加することが確認できたが、カビの増殖の抑制力としては十分ではなかった。

全体的にカビの増殖を抑制できていたのが Ag-DNA-LC 共析めっき膜(表面積:  $20cm^2$ )であった。これは、表面積の増加と DNA-LC の共析効果によるものと考えられる。これらの結果から、Ag-DNA-LC 共析めっき膜のカビの増殖抑制効果が確認できたが、課題点として、防腐剤である 0.1%メチルパラベンと同等レベルまで効果を向上させる必要がある。

具体的な対策として、DNA-LCの共析率向上とめっき対象物の表面積増加により検討を進める。

## iii)-8 まとめ

以上の結果から、DNA-LC 複合体は実際の使用環境に近い条件下(各種イオン性化合物共存下および多種類の菌に対する抗菌活性)においても高い抗菌活性を有することが確認された。このことは上記 DNA-LC 複合体を材料表面に固定化することがでれば、化粧水等の溶液中においても十分抗菌活性を発揮する可能性があり、抗菌性容器の開発へつながるものと結論づけられる。実際に Ag-DNA-LC 共析めっき膜を作製し、抗菌および抗カビ評価を行った結果、Ag めっき単独膜より抗菌抗カビ効果が向上されていることが分かった。但し、抗カビ効果については防腐剤として使用されているメチルパラベンよりやや劣るため、今後は DNA-LC 複合体の共析率の向上と共析めっき膜の表面積の増加を検討することで改善する。

#### iv)製品化に向けた取り組み

## iv)-1 これまでの研究成果を実生産レベルに適用した製造設備の設計

本事業での検討結果より、抗菌めっき部材を製品として製造するためには、下記の3工程が必要であることを明らかとなった。また、製造コストは5,000pcs/1日で製造する場合を仮定して計算し、その結果を工程毎に記載した。

- 1) DNA-LC 複合体合成工程
- 2) プラスチック部材成型加工工程
- 3) 共析めっき工程

## 1) DNA-LC 複合体合成工程 (工程コスト:約¥30/pcs)

本工程はDNA-LC複合体を合成するものであり、本工程の詳細な作業工程を見てみると、合成工程、洗浄・分離工程、乾燥工程、粉砕工程の4工程に分類することができる。各工程の所要時間などの詳細は表3に記載する。

表 6 Mil 16					
	No. 工程	使用薬品、装置	濃度	温度(℃)	時間(時間)
1 DNA-DNA合成	LC-CI(ラウロイルクロリド)	50mmol/L	TO	1.5	
ı	DINA-DINA 口风	DNA-Na	100mmol/L	RT	1.5
٥	ろ過・洗浄	LC-DNA		-	0.7
2		大型遠心分離装置	-	RT	3.7
3	乾燥	真空ポンプ、真空乾燥機	-	60	16
4	粉末化	サンプルミル	-	RT	0.33

表3 DNA-LC 複合体合成工程の詳細

DNA-LC 複合体合成工程では、合成タンク内で LC 水溶液を撹拌している中に DNA 水溶液を滴下することで合成できる。洗浄工程では、水で撹拌洗浄(未反応の DNA と LC を除去するため)した DNA-LC 複合体を遠心分離装置で洗浄液と分離する。乾燥工程では、洗浄した DNA-LC 複合体中に含まれる水分を除去するために乾燥機で乾燥する。最後に、粉砕工程では、めっき液への分散性を高めるために乾燥した DNA-LC 複合体を  $100~\mu$  m 以下に粉砕する。これらの一連の作業によって、抗菌めっき部材を製造するために使用する DNA-LC 複合体が完成する。

## 2)プラスチック部材成型加工工程(工程コスト:約¥30/pcs)

本工程はプラスチックによる共析めっき用部材を加工する工程であり、表4に示す通り、事前準備として図面作成、3D プリンター読み込みによって射出成型用金型の基本設計データを取得する。次に射出成型によるプラスチック部材を製造工程と後加工工程(各パーツへの分離、バリの研磨)に分類することができる。

	No. 工程	具体的作業	時間
工程前	図面作製	CADを用いて作製	
作業	3Dプリンター読み込み	1	
1	プラスチック成形加工	支持体の製作	1時間(個)
2	後工程	研磨	15分(個)

表4 プラスチック部材成型加工工程の詳細

#### 3) 共析めっき工程(工程コスト:約¥150/pcs)

本工程は作製したプラスチック部材の上に DNA-LC 複合体と銀とを共析めっきする工程であり、図23に示す通り、脱脂、エッチング、中和、プレディップ、反応促進、無電解銅めっき、Ag 共析めっき、後工程の9工程にて実施する。

表 5 共析めっき工程の詳細

	No. 工程名	使用薬品/設備	濃度	温度(℃)	時間(分)
1	脱脂	四硼酸ナトリウム りん酸三ナトリウム	20g/L 20g/L	50	10
2	エッチング	ドデシル硫酸ナトリウム 無水クロム酸 硫酸 エンプレート ウェッター 820	2g/L 420g/L 200ml/L 5ml/L	65	15
	水洗	市水/純水	-	RT	0.5
3	中和	エンブレート ニュートラライザー 835 塩酸	40ml/L 100ml/L	65	5
		市水/純水	ı	RT	0.5
4	プレディップ	エンブレート PC-236 塩酸	150g/L 30ml/L	5.7	2
5	(水洗なし) 触媒付与	エンブレート アクチベーター 444 エンブレート アクチベーター アディティブ	30ml/L 10ml/L	RT	5
6	反応促進	エンブレート アクセレレーター 860 市水/純水	100ml/L	RT	5 0.5
7	無電解銅めっき	エンブレート CU-872A エンブレート CU-872B エンブレート CU-872C エンブレート スタビライザー I	80ml/L 65ml/L 24ml/L 0.15ml/L	45	30
		市水/純水	ı	RT	0.5
8	Ag共析めっき	AGPL-30 DNA-LC	- 10g/L	40	5
9	後工程	AGL-50	-	RT	0.5

最初に脱脂工程では、プラスチック部材を籠に入れて界面活性剤水溶液中で表面に付着している油を洗浄する。次にめっき被膜の接着性を高めるために、エッチング工程によってラスチック部材表面に凹凸をつける。その後、エッチング工程に使用した酸を中和する。プレディップ工程によって、プラスチック部材表面に触媒物質を吸着させる。反応促進工程では、プラスチック部材表面に吸着した触媒物質を活性化させる。その後、無電解銅めっきによって、下地のめっきを行う。銅によって下地めっきしたプラスチック部材を用いて Ag と DNA-LC 複合体との共析めっきを行う。最後に共析めっき被膜の耐腐食性を高めるために後工程を実施して、最終製品の完成となる。

#### iv)-2 まとめ

本章では、これまで開発してきた基盤技術をベースとして、製品化に向けた製造工程の設計について 詳述した。製造工程において、使用する設備や方法に関するイメージをある程度具体化できた。また、 その製造コストも概算ではあるが算出した。今後は、化粧品業界だけでなく他の業種についても川下企 業のヒアリングを行い、事業化に向けた設計(製品規格・製造工程・販売)を行っていく。

# 最終章 全体総括

本プロジェクトを遂行する上で、日本アレフと函館工業高等専門学校が連携して、抗菌性化粧品容器の製品化に向けた下記4つの項目について開発を行ってきた。

- i) DNA カチオン複合体の合成技術の確立 (函館工業高等専門学校、日本アレフ)
- ii) 基材表面への共析めっき技術の確立(日本アレフ)
- iii) DNA-LC 複合体の抗菌評価および Ag めっき単独膜、Ag-DNA-LC 共析めっき膜の抗菌・抗カビ評価 (函館工業高等専門学校、日本アレフ)
- iv)製品化に向けた取り組み(日本アレフ)

従来の抗菌性メカニズム(=抗菌性物質の溶出)とは異なる新しいメカニズムを示す抗菌性複合体(DNA-LC 複合体)を開発した。その利点は、抗菌性物質が化粧液中に溶出しないため、作製した化粧液の成分劣化や機能性変化に影響を及ぼさない状態で抗菌性を示すことである。また、銀と DNA-LC 複合体との共析めっき技術を確立したことから、川下企業からの要望(高比表面積、機能、デザイン性、他)に対応できる化粧品容器製造の基盤技術を確立した。また、本研究開発の成果を活用して、化粧品容器の量産化に向けた製造工程を設計した。今後の課題として、①パイロットスケールでの製造設備(プラスチック基材、複合体合成、共析めっき工程)の構築、②化粧品充填ラインを考慮した化粧品容器の設計(ボトル形状、抗菌剤の形状、他)、を行っていく。

この報告書には、委託業務の成果として、産業財産権等の対象となる技術情報(未出願又は未公開の産業財産権等又は未公開論文)、ノウハウ等の秘匿情報が含まれているので、通例の取扱いにおいて非公開とする。ただし、行政機関の保有する情報の公開に関する法律(平成11年法律第42号)に基づく情報開示請求の対象の文書となります。