

# ポリアクリル酸/アンモニア水をコアとした中空シリカナノ粒子の合成

(名古屋工業大学) ○則竹将志、高井千加、Hadi Razavi、白井孝、藤正督

[緒言] 中空シリカ粒子は、内部空間を持ち、その構造から高比表面積、光高拡散性、断熱性、物質内包能などの特性を持つ。中空シリカ粒子の合成手法の一つにポリアクリル酸/アンモニア水 (PAA/NH<sub>3</sub> aq.) をテンプレート (コア) とした手法があり、この手法はコア水溶液をエタノール中に分散させることでエマルジョンを形成し、コア中の高分子を水で溶解させて除去できるため、有害な副生成物がない環境低負荷な手法である。しかしながら、コアに対するアンモニアがどう作用するかのメカニズムが確立されていない。エマルジョン中のコアを安定化させる条件としてコアの粘度が挙げられ、本研究では中空シリカ粒子合成過程で、アンモニア量がコアにどのように影響するかを調査した。

[実験] PAA 0.09 g を 5 通りの NH<sub>3</sub> aq. 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 6.0 ml に加え 2 分攪拌しコア水溶液を作製した。作製したコア水溶液はレオメーターにて粘度を測定した。コア水溶液 2 ml をエタノール 30 ml に加え攪拌することでエマルジョン溶液を作製した。その後、2 時間毎にテトラエトキシシラン (TEOS) 0.15 ml ずつ添加し 10 時間で 0.75 ml の TEOS を添加した。添加終了後、4 時間攪拌し、コアシェル粒子を作製した。得られたコアシェル粒子をエタノールで洗浄して未反応 TEOS を除き、水で PAA を溶解させてコア除去して中空シリカ粒子を作製した。

[結果・考察] PAA/NH<sub>3</sub> aq. コア水溶液中の NH<sub>3</sub> aq. の量を 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 6.0 ml と増加させると、コアの粘度はそれぞれ 2.9 mPa·s, 2.5 mPa·s, 1.6 mPa·s, 1.4 mPa·s, 1.0 mPa·s と小さくなった。これはコア中の水分が増し、粘度が低下したと考えられる。中空シリカ粒子は NH<sub>3</sub> aq. の量が 1.5, 2.0, 2.5 ml の時に観察され、(Fig. 1) 3.0, 6.0 ml の時は中実シリカ粒子のみが観察された。NH<sub>3</sub> aq. の量が増加すると、高分子鎖が凝集しにくくなり、コア粒子として使われなかった PAA 及び NH<sub>3</sub> aq. の量が増加し、コア表面以外で TEOS の加水分解、縮合重合反応が促進されたため、中実シリカ粒子が観察できたと考えられる。これらの結果より、中空シリカ粒子を合成できる条件は NH<sub>3</sub> aq. の量が 1.5, 2.0, 2.5 ml の時、即ち PAA/NH<sub>3</sub> aq. の粘度が 1.6–2.9 mPa·s の時に合成できると分かった。(Fig. 2)

[結言] NH<sub>3</sub> aq. の量を増やすと粘度が低くなった。これは水分量が増すことでコアの粘度が低くなったためである。NH<sub>3</sub> aq. の量が 3.0 ml 以上の条件では中実シリカ粒子が生成した。触媒量が多くなり、コア表面以外でシリカが形成されたためだと考えられる。

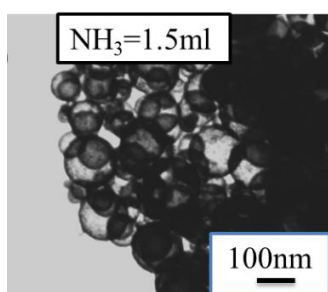


Fig. 1. NH<sub>3</sub> aq 1.5 ml で作製した中空シリカ粒子の様子

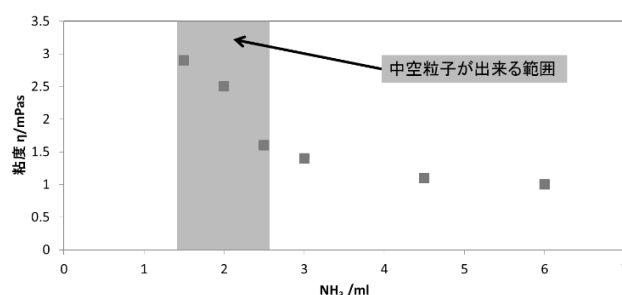


Fig. 2. NH<sub>3</sub> aq の量とコア粘度と中空シリカ粒子が合成できる条件の関係