

A07 無機粒子テンプレート法を応用した

スケルトン粒子の合成におけるシリカフレーム構造制御

(名工大、セラ研) ○池田弘樹, 高井千加, Hadi Razavi, 藤正督

E-mail: fuji@nitech.ac.jp

【緒言】 スケルトン粒子とは、キュービック状の骨格のみで形成され、ナノサイズの孔をもつシリカ粒子のことであり[1]、有機酸修飾した炭酸カルシウム表面にゾルゲル反応を用いてシリカ源を反応させ、希釈酸でテンプレート粒子を溶解除去することによりシリカフレーム構造を得る (Fig.1)。スケルトン粒子はその特異な形状から、従来の粒子とは異なるユニークな物性の発現が期待されている。そこで、本研究ではそのユニークな物性に影響を及ぼすと考えられるシリカフレーム構造を制御することに着目し、スケルトン粒子の合成条件のうち、シリカフレーム構造に最も違いが表れやすいと考えられる温度条件と反応時間を変えることによって、スケルトン粒子のシリカフレーム構造にどのような影響を及ぼすのかを調査した。

【実験方法】 エタノール 39.96ml 中に有機酸修飾した炭酸カルシウム 2.50g とテトラエトキシシラン (TEOS) 1.61ml を加え、5 分間攪拌した後、アンモニア水 0.86g と水 8.43ml を加え、30 分,60 分,90 分の条件で攪拌した。また、このとき反応温度を 20°C,40°C,70°C に制御した。コアシェル粒子を含んだ懸濁液を遠心分離などで洗浄した後、水 180ml と 3M 塩酸 12ml でコアを除去した。コア除去後、120°C で 24 時間乾燥させて粒子を得た。得られた粒子の形状観察を電解放出型走査型電子顕微鏡 (SEM) で行った。また、粒子の比表面積や細孔径分布を窒素吸脱着測定装置 (BELSORP-mini) で測定した。

【結果・考察】 Fig.2 に各合成条件で生成する粒子について示した。20°C および 40°C の反応温度では、反応時間が 60 分および 90 分の条件でスケルトン粒子の生成が確認できた。70°C の反応温度では、30 分のみスケルトン粒子が観察され、反応時間が 60 分および 90 分では中空粒子が観察された。これは熱の寄与により、正六面体状のコア粒子の面の部分までケイ酸と有機酸の交換吸着が進んだことによる。また、温度を上げたことにより、塩基性触媒下での反応において律速段階である TEOS の加水分解反応が促進されシリカ源であるケイ酸が生成しやすくなったことや、溶媒であるエタノールの誘電率が低下し、有機酸の溶媒への溶解性が上がったことなどが考えられる。

[1]C.Takai, et al: Chemistry Letters, 2011, 1346-1348



Fig.1 無機粒子テンプレート法を応用したスケルトン粒子の合成

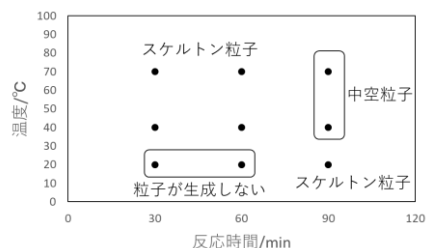


Fig.2 各合成条件で生成する粒子

謝辞: 本研究の一部はぎふ技術革新センター運営協議会の助成により行った。