

# ナノ粒子を分散させた複合材料に関する研究

## 1. 目的

ポリマーに無機ナノ粒子を分散させた有機無機ナノ複合材料は、ポリマーの透明性を失うことなく、無機物の機能が発現することが知られている。本研究では、シリカナノ粒子のポリスチレンへの分散方法の検討を行う。表面に親水性の水酸基を持つシリカを疎水性のポリスチレンに分散させるためには、シランカップリング剤を用いて、シリカ表面を疎水性に変換する必要がある。今年度はシリカナノ粒子のシランカップリング剤処理条件の検討を行った。

## 2. 方法

シランカップリング剤処理は、ナスフラスコに2-ブタノン 15mL、シランカップリング剤としてフェニルトリメトキシシラン (PhTMS) 及び蒸留水を任意量、シリカナノ粒子の分散液 (日産化学 (株) 製, PGM-ST) 870 $\mu$ L (シリカ重量 0.3g) を加え、80°Cの油浴中で攪拌し、還流を行った。遠心分離、洗浄、乾燥し、評価に用いた。

評価は以下の方法で行った。シランカップリング剤によるシリカ表面の修飾の分析は、フーリエ変換赤外分光光度計(FT-IR)により評価した。シランカップリング剤の修飾量については、熱重量分析装置(TGA)により評価した。

検討項目は、攪拌時間、水分量及び PhTMS の添加量の 3 項目とした。水分量は、添加した PhTMS の 1 つのメトキシ基の加水分解に必要な水分量を 1 とし、0, 1, 2, 3, 6 と変化させた。PhTMS の添加量については、シリカの粒子径を 12nm, 比重を 2.2 とし、PhTMS の最小被覆面積 393m<sup>2</sup>/g を用いて、下記の式より算出し、添加率 (%) を変化させた。

$$\begin{aligned} \text{添加量(g)} &= \frac{\text{シリカの比表面積 (m}^2/\text{g)} \times \text{シリカ重量(g)} \times \text{添加率(\%)}{\text{最小被覆面積 (m}^2/\text{g)} \times 100} \\ &= 1.735 \times 10^{-3} \text{(g)} \times \text{添加率(\%)} \end{aligned}$$

## 3. 結果

FT-IR の分析結果により、670cm<sup>-1</sup> 付近にフェニル基に由来するピークが確認でき、シリカ表面への PhTMS の修飾を確認した。

TGA で PhTMS の縮合物を測定したところ、400~750°Cで重量減が確認された。PhTMS で修飾を行ったシリカにおいても、同様に重量減が起きると考え、400~750°Cにおける重量減を修飾量とした。

添加率 50%, 水分量 3 の条件で、攪拌時間を変えた結果を図 1 に示す。4h 以降は修飾量の増加の割合

が少ないことが分かった。

添加率 50%, 攪拌時間 4h の条件で、水分量を変えた結果を図 2 に示す。水分量 3 以上では修飾率の増加の割合が少ないことから、必要な水分量はシランカップリング剤中の 3 つのメトキシ基の加水分解に必要な最低量で十分であることが分かった。また、水分を添加しない場合、修飾量は減少した。

水分量 3, 攪拌時間 4h の条件で、添加率を変えた結果を図 3 に示す。添加率 70% で修飾量は飽和した。

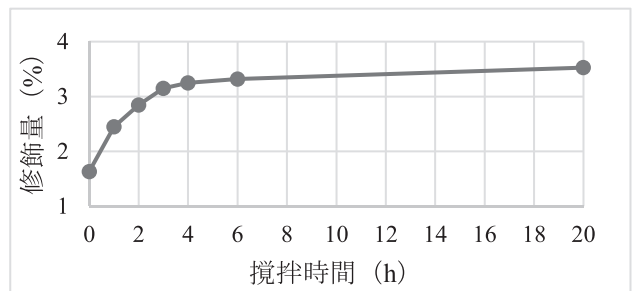


図 1. PhTMS 修飾量に及ぼす攪拌時間の影響

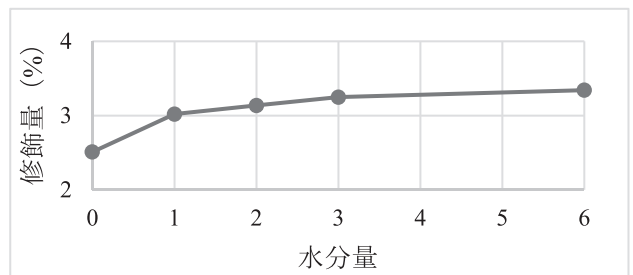


図 2. PhTMS 修飾量に及ぼす水分量の影響

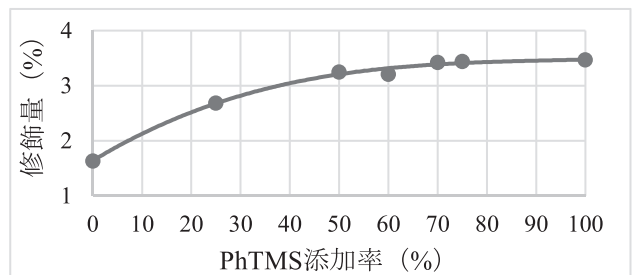


図 3. PhTMS 修飾量に及ぼす PhTMS 添加率の影響

以上より、本研究におけるシランカップリング剤処理の最適条件を、PhTMS 添加率 70%, 水分量 3, 攪拌時間 4h とした。

## 参考文献

- 1) 田淵 穰. “ナノ粒子分散におけるシランカップリング剤の効果的使用法”. シランカップリング剤の最新技術動向.シーエムシー出版, 2020,p.87-95.