

大気圧プラズマジェットを用いたメソポーラスシリカの合成と特性化

Synthesis and characterization of mesoporous silica

using an atmospheric pressure plasma jet

豊橋技科大¹, 産総研², [○](M2)南嶋 由枝¹, 栗田 弘史¹, 伊藤 博光¹,

松浦 俊一², 松本 明彦¹, 高島 和則¹

Toyohashi Univ. of Tech.¹, AIST², [○]Yoshie Minamijima¹, Hirofumi Kurita¹, Hiromitsu Ito¹,

Shunichi Matsuura², Akihiko Matsumoto¹, Kazunori Takashima¹

E-mail: y163442@edu.tut.ac.jp

1. はじめに

メソポーラスシリカ (mesoporous silica : MPS) は、拡散性の高いメソ孔 (細孔径 w : 2-50 nm)を持つ高比表面積多孔性無機材料である。近年では、活性炭やゼオライトが持つミクロ孔 (細孔径 $w < 2$ nm)には導入が困難な DNA やタンパク質の様な巨大分子を MPS 細孔内に内包することで、分子認識を行うといった新たな試みが成されつつある。MPS は、界面活性剤などの構造規定剤を細孔の鋳型とし、アルコキシシランを酸もしくは塩基触媒下で加水分解・重縮合させた後、構造規定剤を除去することで合成される。近年、酸もしくは塩基触媒の代わりに OH ラジカルを用いた新たな MPS 合成方法が報告された^[1]。本研究では、液中での放電や液面への大気圧プラズマ照射がラジカルを含む活性種および酸を同時生成可能であることに着目し、大気圧プラズマ照射による MPS の合成を試みた。

2. 実験方法

ブロック共重合体 Pluronic P123 と Milli-Q 水を 1:42.5 の質量比で混合し、P123 水溶液を調製した。分液漏斗を用いてオルトケイ酸テトラエチル 3.3 g を P123 水溶液 (32.2 g)にプラズマを照射しながら滴下した。滴下後、約 2 時間プラズマ照射を継続した。プラズマ源には大気圧低温プラズマジェットを用いた。石英ガラス管 (内径 1.5 mm、外径 2.7 mm) の外側に銅テープを 2 枚巻き付け、上部を高電圧電極、下部を接地電極として用いた。電極間距離 5 mm、電極幅 10 mm とし、接地電極からガラス管先端までの距離を 20 mm、キャリアガス Ar 1.0 L/min、印加電圧 17.6 kV_{p-p}、周波数約 18 kHz に設定した。照射後に生じた懸濁液を 80℃で 72 時間静置した。その後、遠心分離・洗浄によって白色粉末を得た。その粉末は、120℃で 17 時間乾燥させ、550℃で 10 時間焼成した。合成した試料は窒素吸着より評価し、細孔径分布を

NLDFT 法より得た。

3. 実験結果及び考察

窒素吸着等温線 (図 1a)を α_s 解析した結果、合成した試料の比表面積および細孔容量は、それぞれ 600 m²·g⁻¹、0.68 ml·g⁻¹であった。窒素吸着等温線は IUPAC の分類で IV-H2 型であり、試料にメソ細孔が存在することを示している。吸着枝と脱着枝から算出した細孔径分布は異なり、吸着側では 30 nm まで幅広く細孔が分布し、脱着側では 5.3±0.7 nm の細孔が均一に存在することを示唆している。これらの結果は、試料は細孔入り口が 5.3±0.7 nm の均一な細孔であり、細孔の空間に 30 nm までの幅広い分布を持つ MPSであることを示している。

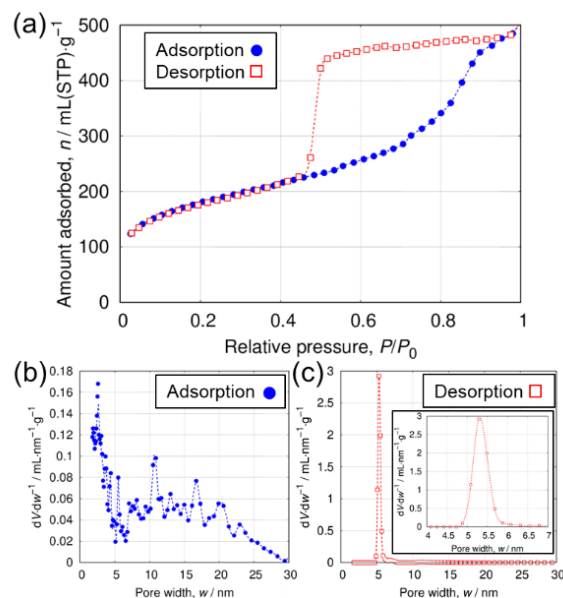


図 1 窒素吸着等温線と細孔径分布 (a: 吸着等温線, b: 吸着枝より求めた細孔径分布, c: 脱着枝より求めた細孔径分布)

参考文献

- [1] G. Feng, et al., *J. Am. Chem. Soc.* (2018) Vol. 140, pp. 4770-4773.