

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5017650号  
(P5017650)

(45) 発行日 平成24年9月5日(2012.9.5)

(24) 登録日 平成24年6月22日(2012.6.22)

(51) Int.Cl. F I  
C O 1 B 33/18 (2006.01) C O 1 B 33/18 E

請求項の数 1 (全 4 頁)

(21) 出願番号	特願2007-59504 (P2007-59504)	(73) 特許権者	304021277
(22) 出願日	平成19年3月9日(2007.3.9)		国立大学法人 名古屋工業大学
(65) 公開番号	特開2008-222459 (P2008-222459A)		愛知県名古屋市昭和区御器所町字木市29番
(43) 公開日	平成20年9月25日(2008.9.25)	(72) 発明者	藤 正督
審査請求日	平成22年2月2日(2010.2.2)		愛知県名古屋市昭和区御器所町(番地なし) 名古屋工業大学内
		(72) 発明者	高橋 実
			愛知県名古屋市昭和区御器所町(番地なし) 名古屋工業大学内
		(72) 発明者	遠藤健司
			愛知県名古屋市昭和区御器所町(番地なし) 名古屋工業大学内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 中空シリカ粒子の調製方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

炭酸カルシウムをテンプレートとしたシリカ中空粒子を調整する方法において、シリコンアルコキシドの加水分解反応の触媒として炭酸ナトリウムのみを用いることを特徴とする方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は炭酸カルシウムを芯物質として珪酸テトラエチルに代表されるシリコンアルコキシドの加水分解により殻を形成後、酸により芯を溶解させる一連のプロセスからなるシリカ中空粒子製造方法に関するものである。

10

【背景技術】

【0002】

一般にシリカに代表される無機物質から構成される中空粒子は噴霧熱分解法のような発泡により中空構造を得る方法と、芯(コア)となる物質に殻の原料を析出させたのちに芯を除去する方法(テンプレート法)によって製造される。

【0003】

テンプレート法では形状の均一な中空粒子が得られる。代表的なテンプレートとしてはラテックス粒子、エマルジョンなどが挙げられる。しかしこれらを用いた場合はテンプレート粒子の特性として球状の中空粒子が得られる。

20

## 【 0 0 0 4 】

特許文献1にあるように、炭酸カルシウムに代表される無機粒子をテンプレートとした場合、その結晶形状を反映した様々な形状の粒子を得る事が出来る。また、コアは塩酸などの酸で容易に除去される。

## 【 0 0 0 5 】

しかし上記の特許文献の通り炭酸カルシウムコアの周りにシリカ殻を形成させるプロセスにおけるシリコンアルコキシドの加水分解では触媒として通常アンモニア水が用いられる。

【特許文献1】特開2005-263550

【発明の開示】

10

【発明が解決しようとする課題】

## 【 0 0 0 6 】

従来法では触媒にアンモニア水を用いるため毒性、臭気などの問題があった。またそれらの問題のために排気設備が必要であった。

## 【 0 0 0 7 】

本発明は、上記従来の実情に鑑みてなされたものであって、臭気及び毒性のない反応プロセスの開発を課題としている。

【課題を解決するための手段】

## 【 0 0 0 8 】

上記の問題を解決するためにアンモニア水溶液の代わりに炭酸ナトリウム水溶液を触媒として用いることを特徴とする。

20

## 【 0 0 0 9 】

炭酸カルシウムを分散させたアルコール溶液に炭酸ナトリウム水溶液、シリコンアルコキシドを順次添加する。攪拌または振とうさせシリコンアルコキシドの加水分解反応を進行させた後にフィルターによるろ過あるいは遠心分離により未反応のシリコンアルコキシドおよび炭酸ナトリウムを除去する。

## 【 0 0 1 0 】

続いて、酸を添加してコアの炭酸カルシウムを溶解させ、ろ過あるいは遠心分離によってシリカ粒子を分離する。このとき分散性を保つために必要に応じて界面活性剤などの添加、pHの調整などを行う。

30

## 【 0 0 1 1 】

アンモニア水溶液と比較して、炭酸ナトリウム水溶液は室温で安定であり、無臭である。蒸発する気体も二酸化炭素であり合成で発生する量ではアンモニアよりも人体に対して無害である。

## 【 0 0 1 2 】

炭酸ナトリウム水溶液は、安定な粉末から容易に新鮮な水溶液が調製されるためアンモニア水ほど保管に注意を払う必要がない。反応に用いられた炭酸ナトリウムは反応直後のろ過および、塩酸によるコア溶解後のろ過によって容易に除去される。

【実施例1】

## 【 0 0 1 3 】

一次粒子径約80nmの略立方体状の炭酸カルシウム粒子水分散液(8.9重量%)3.2gを15mlのエチルアルコールにより希釈し超音波照射によってよく分散させた。

40

## 【 0 0 1 4 】

つづいて炭酸ナトリウム1.0mol/dm<sup>3</sup>水溶液を1ml加え、さらにテトラ珪酸エチルを1ml添加し、20℃恒温水槽中で1時間振とうさせた。

## 【 0 0 1 5 】

反応終了後、両親媒性フィルター(孔径0.1mm)を用い減圧ろ過を行った。続いて3N塩酸を1ml加えてコアの炭酸カルシウム粒子除去を行った。

## 【 0 0 1 6 】

粒子の透過電子顕微鏡像を図1に示す。均一な10nm程度のシリカ殻より構成される

50

中空粒子が確認できる。

【産業上の利用可能性】

【0017】

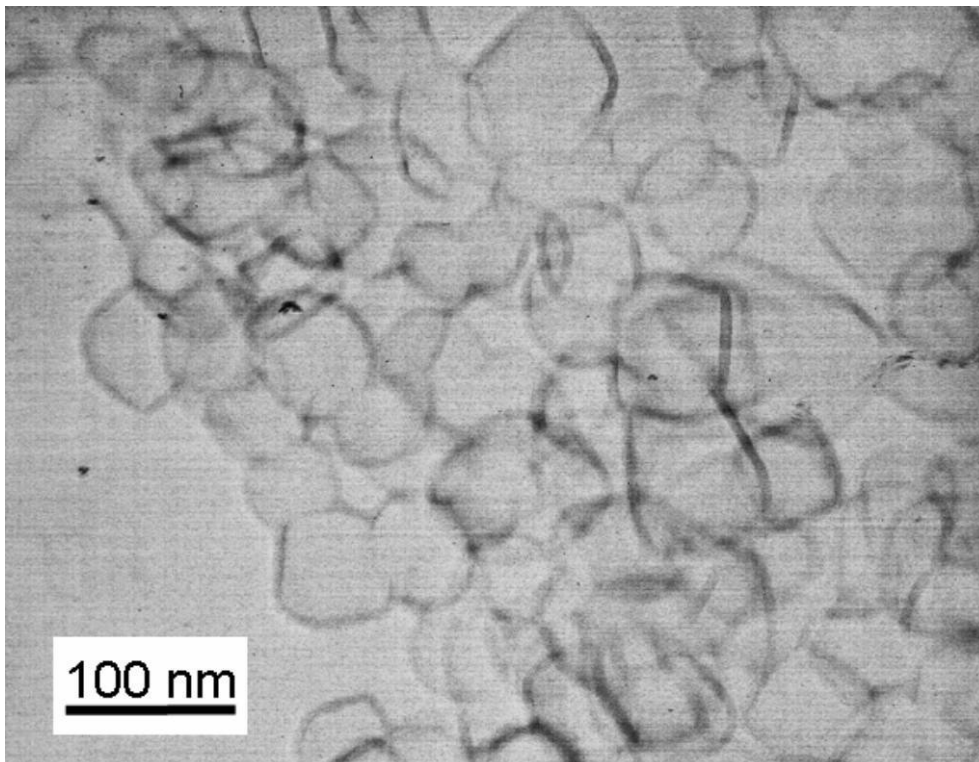
断熱塗料、低誘電材料、軽量フィラー、反射防止膜などに適用可能である。

【図面の簡単な説明】

【0018】

【図1】実施例1の粒子の透過電子顕微鏡像である。

【図1】



## フロントページの続き

- (72)発明者 渡辺秀夫  
愛知県名古屋市昭和区御器所町(番地なし) 名古屋工業大学内
- (72)発明者 韓 永生  
愛知県名古屋市昭和区御器所町(番地なし) 名古屋工業大学内
- (72)発明者 富岡達也  
愛知県名古屋市昭和区御器所町(番地なし) 名古屋工業大学内
- (72)発明者 王 小偉  
愛知県名古屋市昭和区御器所町(番地なし) 名古屋工業大学内

審査官 廣野 知子

- (56)参考文献 特開2006-256921(JP,A)  
特開2005-263550(JP,A)  
特開2007-056158(JP,A)  
特開平09-268191(JP,A)  
特開2003-300926(JP,A)  
特開平09-067296(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C01B 33/00-33/193  
B01J 21/00-38/74