



## エポキシ中のナノ中空シリカ粒子分散状態の確認

藤 正督, 加藤孝典, 藤本恭一, 堀田 禎  
名古屋工業大学先進セラミックス研究センター

キーワード : 中空粒子、シリカ、エポキシ、コンポジット、粒子分散

### 1. 背景と研究目的

知の拠点あいち重点研究プロジェクト, 革新的モノづくり技術開発プロジェクト, マテリアルズ・インフォマティクスによる高機能材料の開発と人材育成「MI と放射光を活用した中空粒子中量産と機能性材料の加速的開発 (世界最高の素材を愛知から)」において, ナノシリカ中空粒子を効率的に合成し, これを用いた超断熱材、透明断熱塗料、低誘電率材の開発を行っている。今回は低誘電率材を開発の一環として行っている, ナノシリカ中空粒子およびエポキシ樹脂との複合体評価として, あいちシンクロトロン光センターの BL8S2 を利用した X-CT 観察を行った。

### 2. 実験内容

コロイド状炭酸カルシウム (比表面積 ;  $25.4 \text{ m}^2/\text{g}$ 、一次粒子径 ;  $80 \text{ nm}$ ) をエタノール中に分散させスラリーを得た。このスラリーに触媒となるアンモニア水を混合した。次にシリカ源であるテトラエトキシシランを投入攪拌し, コアシェル粒子スラリーを得た。これに塩酸を加え炭酸カルシウムを溶解し, ナノシリカ中空粒子を得た。未反応物等を除去するため, エタノールで洗浄した。得られたナノシリカ中空粒子と一液性加熱硬化型エポキシ (硬化温度  $150^\circ\text{C}$ , 20 分) を遊星型混合機で混練後, テフロン型で成形を行った。成形体は X-CT で高分解 (イメージ分解能  $2 \mu\text{m}$ ) 観察できるように  $1 \text{ mm}$  の角柱状に加工して用いた。

### 3. 結果および考察

典型的な測定結果を Fig.1 に示す。(a)の白い部分は中空粒子, その他部分がエポキシである。分散が進むとこの区別がなくなかった。この事より分散効果が X-CT によって判定できることが確認できた。一方, (b)のような観察結果が時折みられた。黒い部分は空間であると考えている。球形であることから中空粒子ではないと思われる。これらはエポキシの粘度が高く脱泡が十分でなかった可能性と加熱性エポキシを用いた為に加熱時に中空粒子内の空気が膨張した可能性がある。今回の結果から原因は確定できないが, 混合不良が X-CT によって判定できることが分かった。

### 4. 参考文献

1. C. Takai-Yamashita, M. Fuji, Advanced Powder Technology, 31, 2020, 804-807

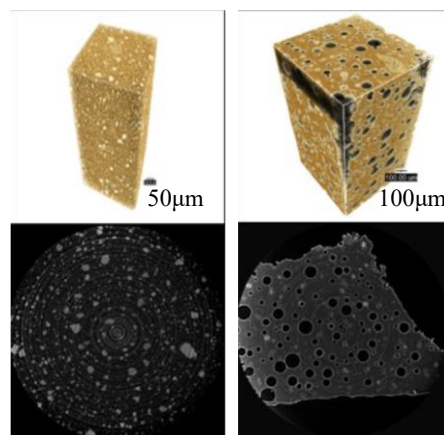


Fig.1 ナノ中空粒子とエポキシのコンポジットの X-CT 像 (a:分散状態, b:気泡が観察された例)