

## 論文審査の要旨

博士の専攻分野の名称	博 士 （ 工 学 ）	氏名	LUSI ERNAWATI
学位授与の要件	学位規則第4条第1・2項該当		
<p>論 文 題 目</p> <p>SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF HOLLOW AND POROUS SILICA FINE PARTICLES VIA ORGANIC TEMPLATE ASSISTED WET-CHEMICAL PROCESS (有機テンプレートをを用いた液相法による中空、ポーラスシリカ微粒子の合成と特性評価)</p>			
論文審査担当者			
主 査	准教授	荻 崇	印
審査委員	教 授	佐野 庸治	印
審査委員	教 授	福井 国博	印
審査委員	准教授	金指 正言	印
<p>〔論文審査の要旨〕</p> <p>本学位論文では、有機テンプレート材を用いた液相法によって、テトラメチルオルトシリケート（TMOS）からの中空シリカ粒子やポーラスシリカ粒子の合成とその特性評価に関する研究がまとめられた。本論文の各章の詳細は、以下のとおりである。</p> <p>第1章では、本研究の背景と既往の研究を概説し、本学位論文の目的と構成を述べた。はじめに、シリカ材料、中空構造、ポーラス構造の特徴と応用分野が概説された。そのあと、一般的によく知られている中空粒子およびポーラス粒子の合成法が説明された。さらに、TMOSとテトラエチルオルトシリケート（TEOS）の特徴を比較しながら本研究でシリカの原料として、TMOSを用いる理由が述べられた。</p> <p>第2章では、TMOSからの中空シリカ粒子の合成と断熱特性の評価に関する研究成果が報告された。テンプレートには、ポリスチレンラテックス（PSL）を用いた。シリカの原料として従来はTEOSが一般的であったが、本研究では加水分解速度が速く、粒子の構造化が困難と言われているTMOSを原料に用いて、中空シリカ粒子の合成を検討した。溶媒が水系の合成ではTMOSの加水分解速度が速く、ナノ粒子の生成が支配的となり中空シリカ粒子が合成されなかった。そこで、TMOSの加水分解時の副生成物であるメタノールを添加し、加水分解速度の低下を試みた結果、メタノール濃度が75、90wt%の場合、中空シリカ粒子が合成されることが明らかとなった。さらにPSL粒子径を変化させることで、中空シリカ粒子径が41 nmから393 nmまで制御し、TMOS添加量を0.3 mlから1.5 mlと変化させることで、中空シリカ粒子の膜厚を6.2 nmから17.4 nmまで制御できることが説明された。</p> <p>第3章では、マイクロエマルジョン法を用いて、TMOSからの球状ポーラスシリカ粒子の合成を検討した。本合成では、シリカ生成過程で、スチレンからPSLを生成するという手法を用いた。これまで、同様の手法により、TEOSからのポーラスシリカ粒子を合成した研究は報告</p>			

されていたが、反応速度の速い TMOS を用いた場合は合成が困難であった。TMOS、触媒であるアンモニア、スチレン、開始剤であるペルオキシ二硫酸カリウム (KPS)、水、溶媒 (n-オクタン)、界面活性剤、エタノールの混合比を変化されることで、高い比表面積 ( $800 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ ) と大きい細孔 (20 nm) を持ったポーラスシリカ粒子の合成に成功した。特に、エタノールの添加と、n-オクタン濃度の増加が、細孔の形成に大きく作用することが明らかにされた。

第 4 章では、テンプレートである PSL 粒子の粒子径制御を検討した。PSL は粒子径が小さくなるにつれて粒子同士の凝集が起り、単分散な粒子の合成は困難となる。一般的にスチレン濃度を低くする、合成温度を高くすると粒子径が小さくなるが、スチレン濃度の減少は収率の低下を招き、合成温度を高くしすぎると溶媒が沸騰してしまい、均一な粒子が得られない。この問題の解決のために、本研究では水とアセトンの混合溶液を用いて、高濃度で小さい粒子径を持つ PSL 粒子の合成を検討した。溶媒中のアセトン濃度を増加させることで粒子径の減少が確認され、アセトン添加量 65wt% のとき、PSL 粒子径が最小の 31.4 nm となった。これは、アセトンを溶媒中に添加することで、原料のスチレンの溶媒での分散性が向上したことが原因と考えられる。さらに、アセトン添加量 70wt% で最小径 22.5 nm の PSL 粒子の合成に成功した。しかし、アセトン添加量 70wt% で PSL 粒子同士の凝集が確認された。

第 5 章では、第 2 章から第 4 章を総括し、本論文の結言を述べている。

以上、審査の結果、本論文の著者は博士 (工学) の学位を授与される十分な資格があるものと認められる。

備考：審査の要旨は、1,500 字以内とする。