

# 析出重合によるナノオーダーマグネタイトのカプセル化

環境工学技術系

斎藤夏風

## 1. 緒言

析出重合によるポリマーと無機粉末との複合化は、無機粉末粒子の表面改質やマイクロカプセル化という観点から、開始剤種、モノマー種、界面活性剤種等が変わると、複合化状態も大きく変化する。ここでは、球状ナノマグネタイトのマイクロカプセル化という観点から、開始剤種、界面活性剤種、モノマー種等のマイクロカプセル化状態に及ぼす影響について検討した。

## 2. 実験

### 実験方法

カプセル化を試みたマグネタイトは、平均粒径 200nm の球状粒子（戸田工業株式会社製，TM-200）で，その諸物性を表 1 に，また，電子顕微鏡写真を

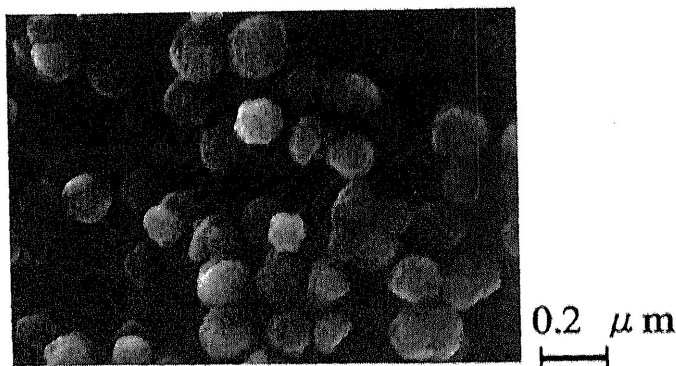


Fig. 1 TEM micrographs of magnetite

図 1 に示す。用いた重合開始剤は，過硫酸カリウム（KPS）とアズビス（2・アミノジプロパン）二塩酸塩（V50）

であり，モノマーはスチレン（St）である。

また，界面活性剤は，エマルゲン（EM），コータミン（CT），アセタミン（AC），ドデシル硫酸ナトリウム（SDS），ポリビニールアルコール（PVA，重合度 500）である。

所定量の界面活性剤を溶解させた水相中に 1wt% のマグネタイトを添加し，長時間攪拌し，マグネタイトの表面に界面活性剤を吸着させた。その後重合開始剤を添加し，水相を 70℃ に保ち，反応器内に窒素ガスを流し，モノマーである St を定量送液ポンプにより滴下し重合を開始した。重合反応時間は 5 時間とし，モノマー添加速度は 10ml/h，また，その添加量は 1.0～6.0ml の範囲で変化させたが，ここでは 4.0ml を添加した条件のみ述べる。このような操作を主として，界面活性剤の種類およびその添加量を変化させて実施した。

### 評価方法

マイクロカプセル化は，遠心分離したサンプルの熱天秤による重量変化の測定，被覆樹

Table 1 Characteristics of magnetite

|      |                       |
|------|-----------------------|
| 平均粒径 | 200nm                 |
| 比表面積 | 8.4m <sup>2</sup> /g  |
| 密度   | 4.89g/cm <sup>3</sup> |

脂のカーボン量の測定、液・液分散系による親水・疎水性評価、SEM・TEM による観察等により評価した。

### 3. 結果および考察

表 2 に、(PVA, SDS) /KPS 系におけるカプセル化条件と評価結果を示す。被覆樹脂層の厚さからは、いずれもカプセル化された結果となっている。特に、PVA を使用した場合には樹脂層が厚くなっており、また、複合体は親水性が強くなっていることが分かった。しかしながら、St が添加されるにつれて樹脂層厚さは減少している。一方、SDS を使用した場合には、比較的樹脂層厚さは一定となり、疎水性が強くなっている。図 2 に、マイクロカプセル化後の TEM 写真を示す。マイクロカプセル化処理により、マグネタイト表面は多少凹凸のある樹脂層で被覆されていることが分かった。

(EM, CT, AC) / (KPS, V50) 系によるマイクロカプセル化の結果は必ずしも系統的ではないが、(EM, KPS, St) の条件によりマイクロカプセル化が示唆された。

Table 2 Preparation conditions and characteristics of microcapsules

|        |                 | 未処<br>理 | 1 次  |         | 2 次  |      |      | 3 次  |      |     |      |
|--------|-----------------|---------|------|---------|------|------|------|------|------|-----|------|
|        |                 |         | ①    | ②       | ③    | ④    | ⑤    | ⑥    | ⑦    | ⑧   | ⑨    |
| 条<br>件 | モノマー体積比 MMA     | —       | 1    | 1       | 2    | 1    | —    | 3    | 1    | —   | —    |
|        | St              | —       | —    | —       | 1    | 1    | 1    | 1    | 1    | 1   | 1    |
|        | 分散剤種            | —       | SDS  | PVA     |      |      | SDS  |      |      |     |      |
|        | 顔料濃度 (g/l)      | —       | 25   |         |      |      |      |      |      |     |      |
|        | 分散剤添加量 (mmol/l) | —       | 10   | 0.1 wt% |      |      | 2    |      |      |     |      |
|        | 開始剤添加量 (mmol/l) | —       | 1    |         |      | 2    |      |      |      |     |      |
|        | 温度 (℃)          | —       | 70   |         |      | 75   |      |      |      |     |      |
|        | 回転数 (rpm)       | —       | 200  |         |      | 300  |      |      | 200  |     |      |
| 特<br>性 | 水/トルエン<br>試験*   | W       | O(w) | O(W)    | O(W) | W    | W    | O(W) | O(W) | —   | O(W) |
|        | カーボン量 (wt%)     | 0.01    | 0.8  | 6.5     | 5.3  | 0.16 | 0.14 | 1.4  | 1.9  | 1.8 | 0.42 |
|        | 樹脂相厚さ計算値 (Å)    | 0       | 17   | 140     | 117  | 3    | 3    | 32   | 42   | 40  | 9    |

\* W: 水相で分散 (親水性), O: トルエン相で分散 (親油性), O/W: 大部分はトルエン相であるが一部水相で分散

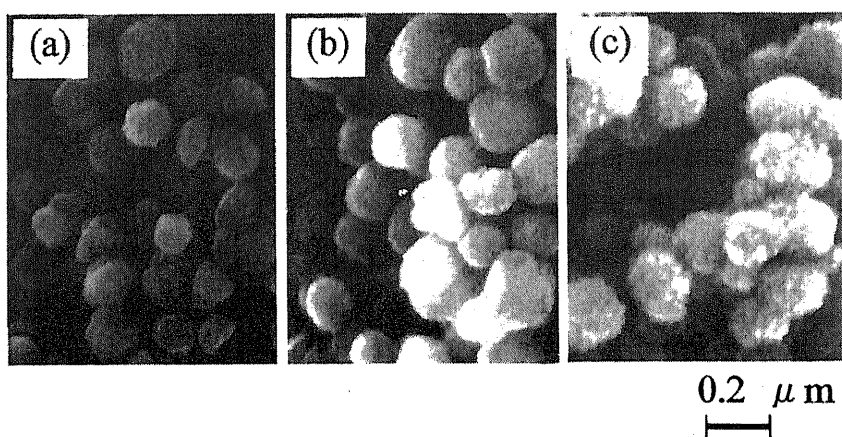


Fig. 2 TEM micrographs of capsulated magnetite  
 [ (a): magnetite, (b): ⑥(Table 1), (c): ⑦(Table 1) ]