

Controlled growth of monodisperse
silica spheres in the micron size range
(Stöber 방법에 의한 nonporous 구형
실리카 입자 제조)

Introduction

- 본 자료는 Journal of colloid and interface science (1968)에 실린 Stober의 고전적인 구형 실리카 제조방법 논문에 대한 정리이다. 얻어지는 실리카는 세공을 거의 갖지 않지만 0.05-2 마이크로 크기의 균등한 입자가 쉽고 재연성이 있으며 빠른 시간 내에 얻어진다. 많은 후속 실리카 입자 제조 연구들이 스토버의 방법에 대한 언급을 하고 있으며, 본 과제인 메조세공을 갖는 구형 실리카 제조에 있어서도 충분한 참고 자료의 가치가 있다고 판단된다. 국내에서는 포항공대, 단국대, 및 LG 생활과학에서 이 방법을 시도하여 구형 입자를 성공적으로 얻었으나 대개 입자 크기를 2 마이크로 이상으로 균일하게 키우는 작업에는 한계를 나타내었다.

Experimental

- 알코올 용매에 암모니아를 용해시키고 (또는 암모니아 가스를 포화시킨 다음) 순수를 도입하여 섞은 후 마지막으로 실리콘알콕사이드를 적하함. Magnetic bar로 적당히 교반하면 10분 내에 condensation이 시작되어 15분 정도면 최종 크기의 실리카 입자가 형성됨. 합성온도는 섭씨 22도.
- 합성의 Example :

0.28 M tetrapentyl ester + 4.5 M water + 4.6 M ammonia in propanol/methanol mixture(용매, 50 ml)

Results and discussion



Figure 4-53. Monodisperse silica spheres with a diameter of about 0.2 μm made by the Stöber process.

Results and discussion

- TEOS를 주로 실리카원으로 사용하지만 프로필 또는 펜틸기의 알콕사이드를 사용하기도 하였는데, 입자의 크기를 키우기 위해서는 에틸기 보다 분자량이 큰 알콕시 그룹이 필요하다. 이런 경우 용매도 분자량이 큰 알코올 또는 메탄올 또는 에탄올과의 혼합물인데, 응축 반응이 느리게 진행되므로 24시간 정도가 합성에 소요되기도 한다. 실리카 입자의 크기가 증가함에 따라 얻어지는 크기의 분포도는 나빠진다. 메탄올 과 프로판올 1: 3 또는 메탄올 과 부탄올 1: 1 혼합용매가 큰 입자 합성에 적합하다.

Results and discussion

- 암모니아가 구형 입자 형성에 필수적이며, 농도가 높을수록(최대 8 M) 입자의 크기가 증가한다.
- 물의 농도가 커짐에 따라 응축 반응 속도는 증가하지만 실리콘 알콕사이드의 농도(0.02–0.5 M)는 그리 중요한 영향을 미치지 않는다. 용해도를 고려할 때 실리콘 알콕사이드의 농도가 0.2 M 이하가 바람직함. 농도가 너무 높으면 2 PHASE 가 형성되어 밑에 가라앉으며, 이들이 실리콘 원료를 서서히 합성 용액으로 방출하여 입자는 커지기도 함. 이때 크기 분포도가 나빠지고 강한 교반도 문제 해결에 도움이 되지 않음.