

Příprava a charakterizace dutých SiO₂ nano částic



Marek Šoltys, Pavel Kovačik, František Štěpánek

VŠCHT Praha, Ústav chemického inženýrství, Technická 5, 166 28 Praha 6
Tel.: +420 220 443 236, Fax: +420 220 444 320, e-mail: soltysa@vscht.cz



VYSOKÁ ŠKOLA
CHEMICKO-TECHNOLOGICKÁ
V PRAZE

Motivace

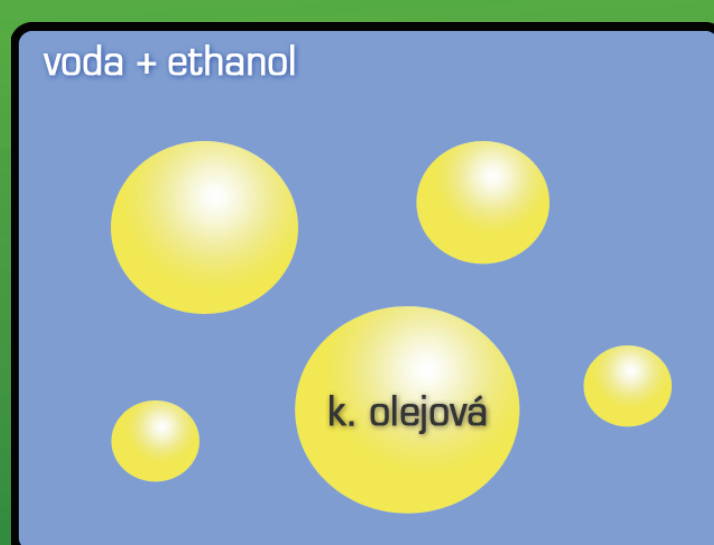
- nosič účinné látky se schopností řízeného vylučování
- nanočástice SiO₂ jako vnitřní kompartment chemických robotů
- chemický robot je plně syntetická částice s vlastnostmi živé buňky, s výjimkou evoluce a reprodukce

Úvod

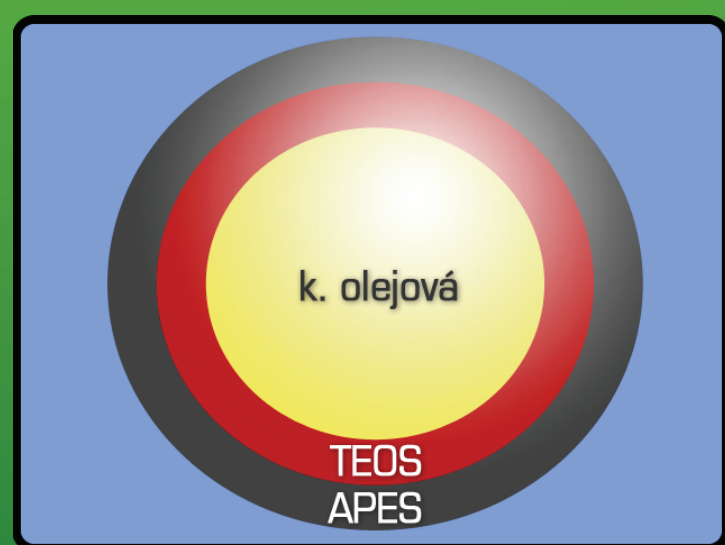
- syntéza tvrdých dutých porézních křemičitých nanočástic o velikosti od 50nm do 500nm
- příprava emulzní technikou pomocí kys. olejové, tetraethoxysilanu (TEOS), (3-aminopropyl)triethoxysilanu (APES), ethanolu a vody
- pomocí dvou prekurzorů (APES a TEOS) tvorba dutých částic hydrolyzou a kondenzací
- charakterizace vzniklých částic pomocí SEM, TEM a DLS

Experimentální část

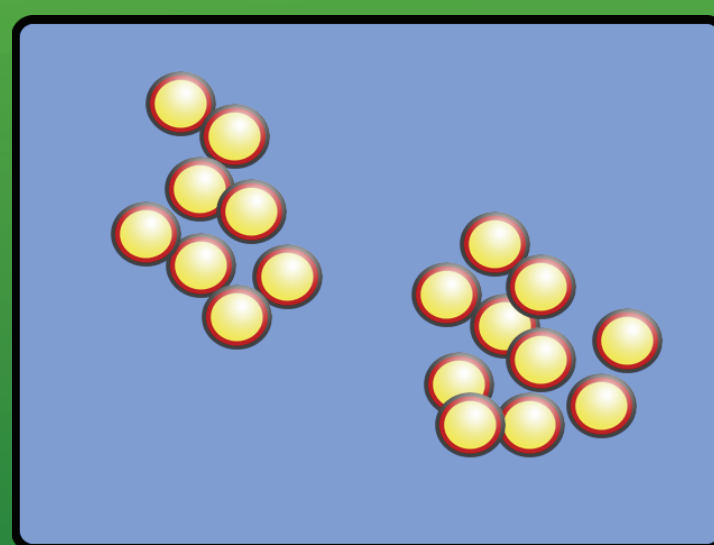
- emulze olej/voda - srážení SiO₂ kolem kapalné šablony (kys. olejová)



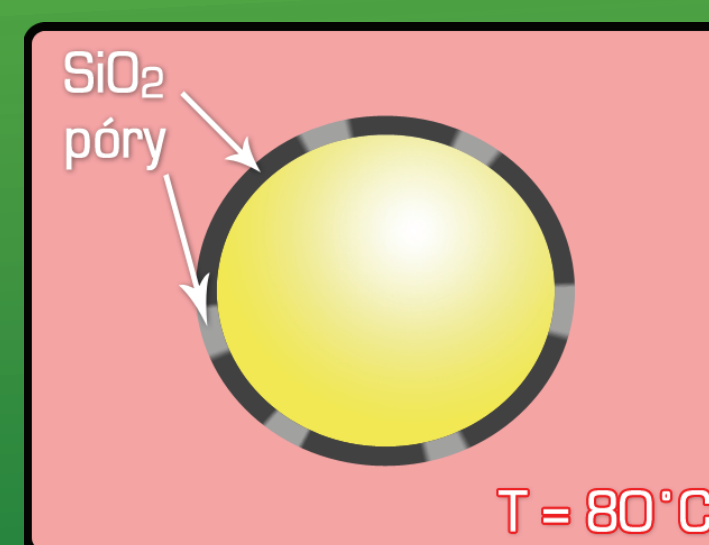
1 mmol k. olejové, 1600mmol vody, 50mmol ethanolu, velmi rychle mícháno (1400rpm).



Do emulze přidán 1mmol APES a 6,7mmol TEOS - stále mícháno dalších 50min.



Emulze ponechána 2 hodiny v klidu při 25 °C. Dojde ke shlukování částic.



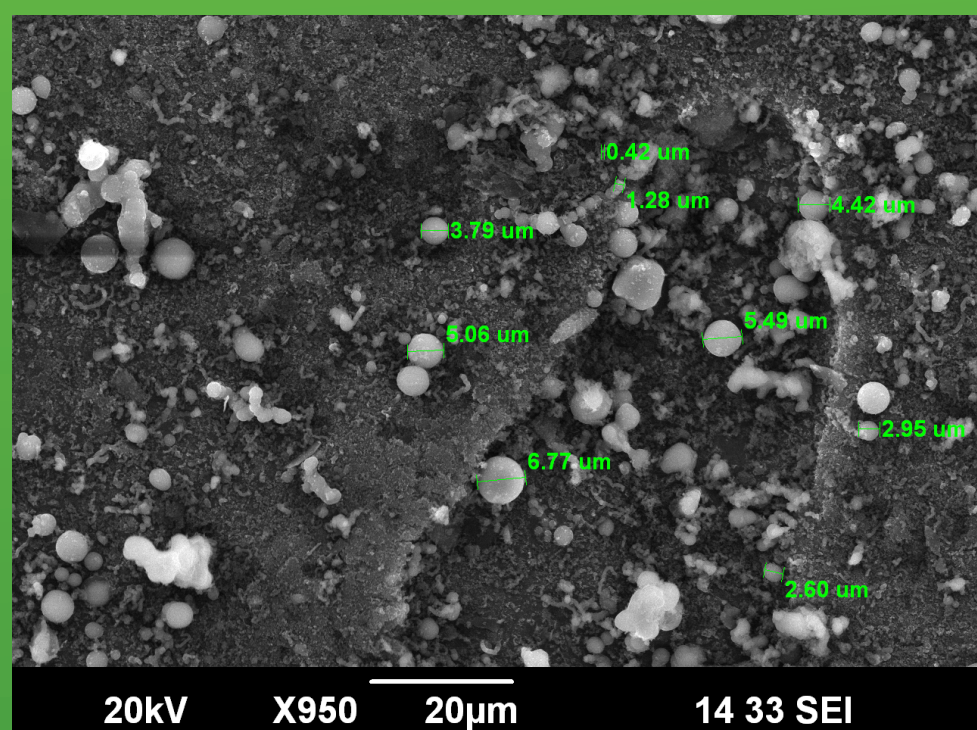
Následně je emulze zahřáta a po 24h udržována při teplotě 80 °C.



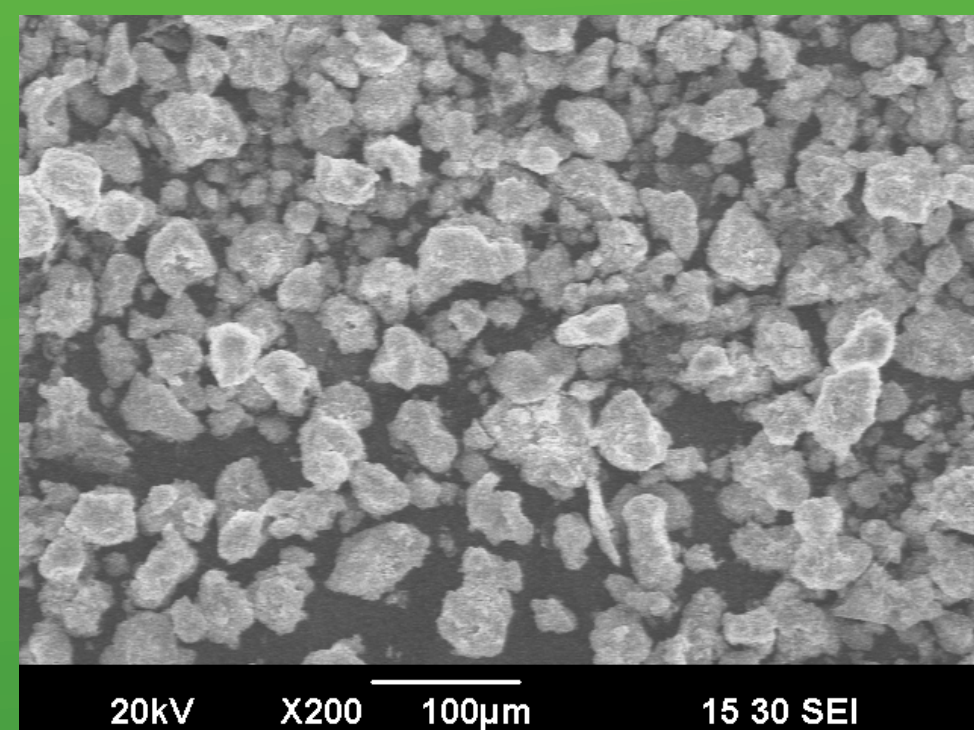
Výsledný roztok je odstředěn a získané částice jsou usušeny a poté kalcinovány po dobu 6h při 580 °C.

Výsledková část

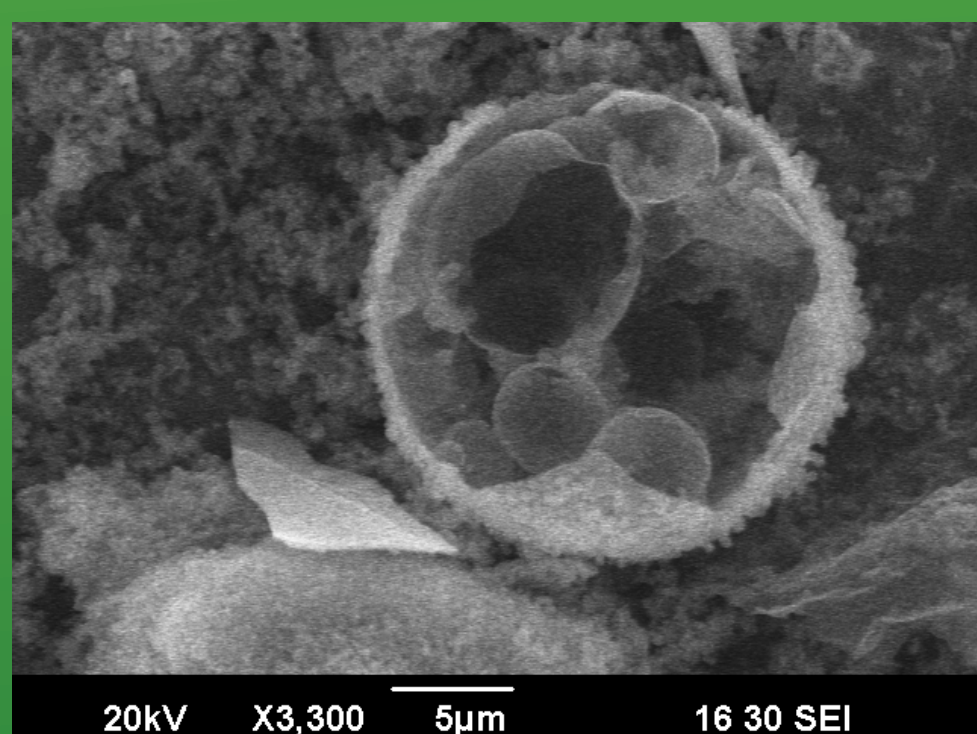
- zkoumán vliv poměrů TEOS : APES (tabulka 1)
- zkoumán vliv rychlosti a doby míchání (tabulka 2)



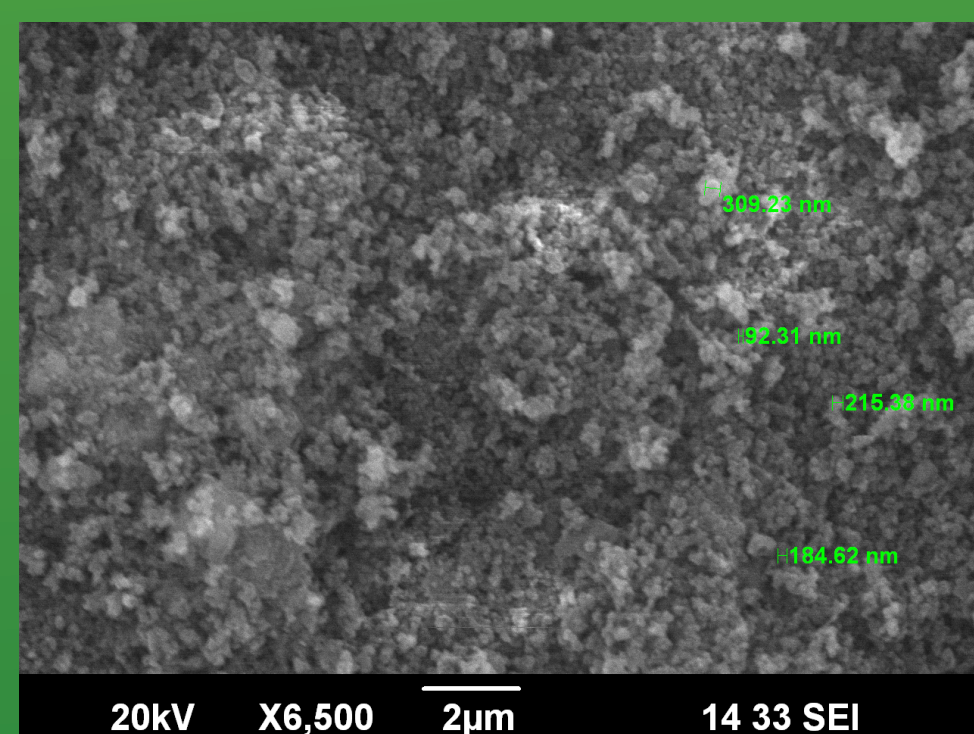
SEM snímek částic připravených poměry APES : TEOS 0,25 : 6,7. Mícháno 250 rpm 50 min. Kromě malých částic vznikly dvě frakce větších částic.



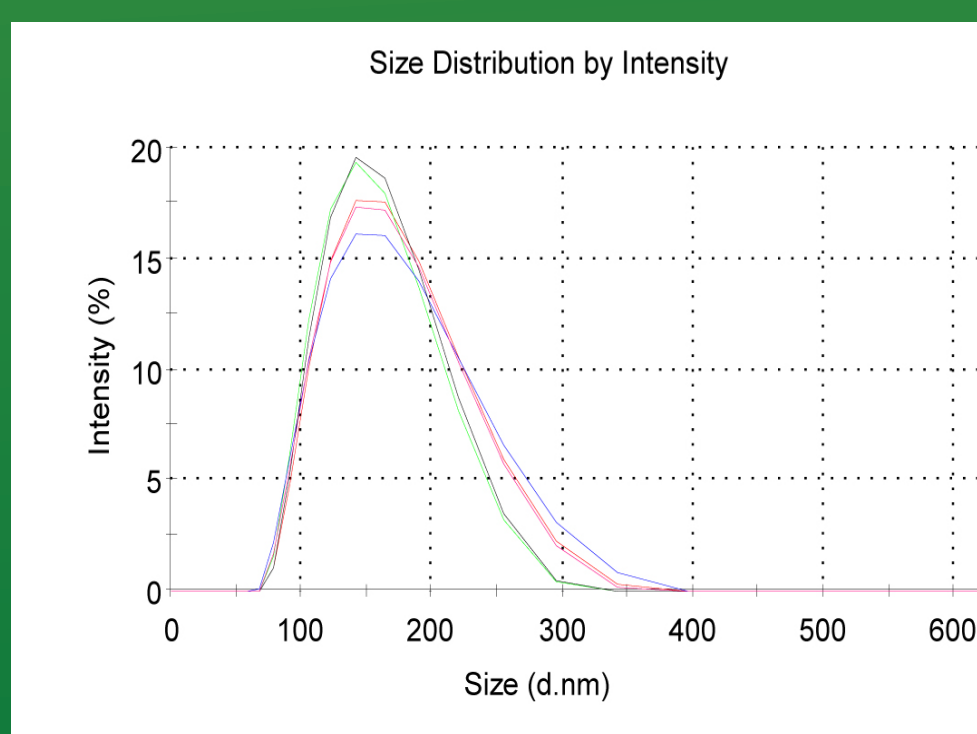
SEM snímek částic připravených poměry APES : TEOS 1 : 13,5. Mícháno 750 rpm 10 min. Vznikají pouze takovéto bloky amorfního SiO₂.



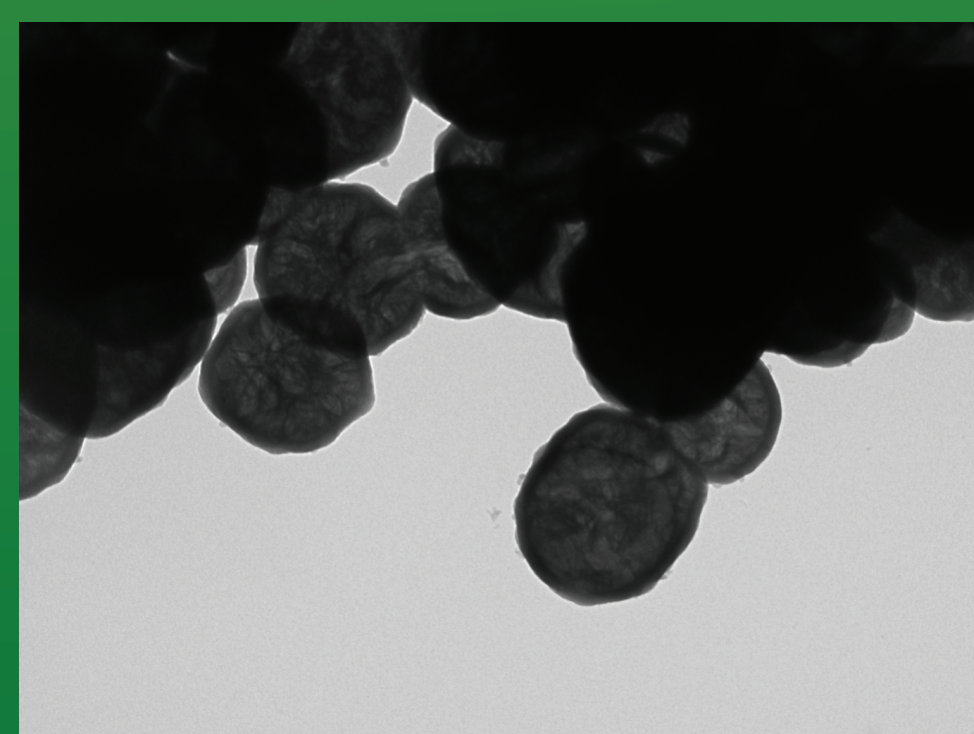
SEM snímek částic připravených poměry APES : TEOS 2 : 6,7. Mícháno 750 rpm 10 min. Kromě malých částic a amorfního SiO₂ byly nahodile objeveny i vícejaderné velké částice.



SEM snímek částic připravených poměry APES : TEOS 1 : 6,7. Mícháno 1400 rpm 50 min.



Analýza velikosti částic pomocí DLS (5 měření). Analyzovaný roztok byl přefiltrován 450 nm filtrem, aby se odstranily shluky částic. Částice: APES : TEOS 1 : 6,7, 1400 rpm 50 min.



TEM snímek částic připravených poměry APES : TEOS 1 : 6,7. Mícháno 1400 rpm 50 min.

Tabulka 1 - vliv různých poměrů APES : TEOS

exp.	TEOS	APES	výsledek:
1.	6,7	0,25	nanometrové i mikrometrové částice
2.	6,7	0,5	nanometrové i mikrometrové částice
3.	6,7	1	vznikají pouze nanometrové částice
4.	6,7	1,5	nanometrové částice s amorfním SiO ₂
5.	6,7	2	nanometrové částice s amorfním SiO ₂
6.	3,3	1	částice nevznikají, utváří se pouze amorfni bloky
7.	4,5	1	vzniká minimální množství částic
8.	9	1	vzniká minimální množství částic
9.	13,5	1	částice nevznikají, utváří se pouze amorfni bloky

Výsledky experimentů s různým množstvím APES a TEOS ukazují na ideální molární poměr 1 : 6,7, při kterém skutečně vznikají pouze malé částice bez amorfních křemičitých bloků. V tabulce jsou uvedena molární množství.

Tabulka 2 - vliv doby a rychlosti míchání

exp.	otáčky	doba míchání	výsledek:
1.	250 rpm	10 min	malé i velké částice
2.	250 rpm	50 min	více velkých částic
3.	1400 rpm	10 min	malé částice s amorfním SiO ₂
4.	1400 rpm	50 min	pouze malé částice

Výsledky experimentů s různou rychlostí míchání a různou dobou míchání. Rychlejší a delší mícháním docílíme menších čistíc bez amorfního SiO₂. Při experimentech byly použity APES a TEOS v molárním poměru 1 : 6,7.

Závěr

- byly připraveny duté křemičité nanočástice v rozmezí velikosti od 70 nm do 300 nm
- při přípravě vzniká jen minimum amorfního SiO₂

Budoucí práce

- studie možných způsobů naplnění částic účinnou látkou během přípravy či po ní
- měření kinetiky vylučování účinné látky na UV/VIS spektrometru
- možnosti teplotně regulovatelného uzavírání pórů teplotně citlivými polymery

Reference

1. Han, L.; et al. Anionic surfactants templating route for synthesizing silica hollow spheres with different shell porosity. Solid State Sci. 2010, 13 (4), 721–728.

Poděkování

European Research Council (200580-Chobotix)