

# 熱誘起相分離を伴うゾル-ゲル反応を利用したシリカ多孔材料の合成

## 1. 目的

多孔体は触媒、分離、吸着、電気化学などの様々な分野で研究され材料の機能化に寄与しているが、**階層的な多孔構造**を設計・制御することで、物質の輸送効率や選択性においてさらに優れた機能を付与することができる。

階層的な多孔構造を持つシリカを作製する最も有用な手法である**重合誘起相分離を伴うゾル-ゲル法**において、ポリメタクリル酸メチル(PMMA)を添加して多孔構造形成を試みたところ、重合誘起相分離後のPMMA/シリカ湿潤ゲルを冷却すると、さらに**熱誘起相分離**が発生することを見出した。本研究では、**熱誘起相分離**がシリカ多孔構造へ与える影響を検証した。

## 2. 研究内容

シリカ多孔材料の合成方法を図1に示す。初めに、容器にPMMA粉末を入れて、そこにモル比でテトラエトキシシラン(TEOS) : Ethanol : H<sub>2</sub>O : 酢酸 = 1 : 12 : 8 : 0.014となる試料を加え、65℃で2時間攪拌してPMMAの溶解とTEOSのゾル-ゲル反応を進行させた。65℃で1日静置後、25℃のインキュベータ内でさらに6日間静置した。比較として、容器を65℃のまま6日間静置したゲルを用意した。その後、容器の蓋を開けて設定温度で7日間ゲルを乾燥させた。乾燥ゲルは100℃で24時間追加乾燥させた後、空気雰囲気下で600℃、12時間の加熱を行い、PMMAを焼失させて、白色のシリカ多孔材料を得た。得られたシリカは走査型電子顕微鏡(SEM)で観察した。また、水銀圧入法によりシリカ多孔材料の細孔分布を評価した。

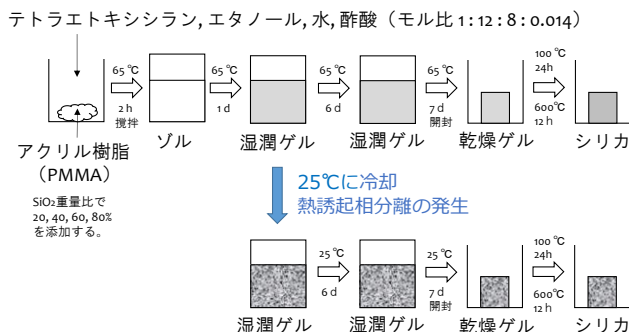


図1 シリカ多孔材料の合成方法

## 3. 結果・考察

シリカのSEM画像を図2に示す。PMMA添加量が対SiO<sub>2</sub>重量比で40%以上となると粒子凝集体に類似した塊状(モノリス状)のシリカが得られた。また、PMMAの添加量を増やすとシリカの粒径が小さくなった。PMMA添加量が20%において、25℃での冷却による熱誘起相分離を行ったシリカでは1μm以上の孔が観察されたが、熱誘起相分離を行わなかったシリカでは孔が観察されなかった。

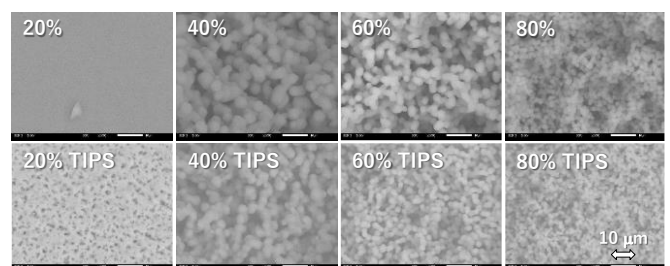


図2 シリカ多孔材料のSEM写真。写真上段は65℃、下段は25℃で熱誘起相分離を発生させた。左上の数字はPMMAの添加量をSiO<sub>2</sub>重量比で表す。

PMMA添加量40~80%のシリカにおける細孔分布を図3に示す。熱誘起相分離を行わない65℃の場合はメソ孔の存在が確認されたが、25℃で熱誘起相分離を行った場合はわずかであった。

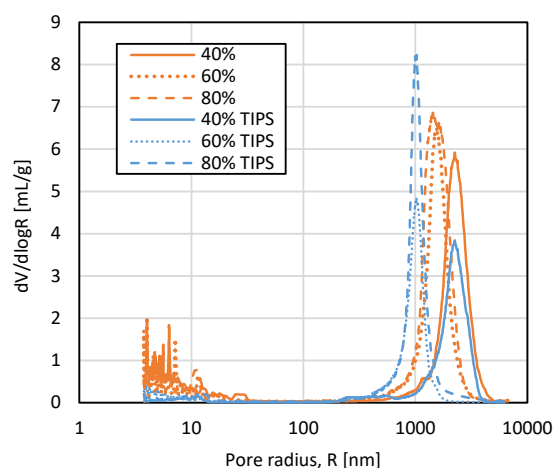


図3 シリカモノリスの細孔分布