

利用課題番号 : F-13-KT-0004
利用形態 : 技術補助
利用課題名 (日本語) : 液相法による機能性ナノ・マイクロ構造の構築
Program Title (English) : Fabrication of functional nano/micro structures via solution route
利用者名 (日本語) : 森川 真理恵
Username (English) : Marie Morikawa
所属名 (日本語) : 京都大学 工学研究科 材料化学専攻
Affiliation (English) : Department of Material Chemistry,
Graduate school of Engineering, Kyoto University

1. 概要 (Summary) :

近年、当研究室では有機無機ハイブリッドモノリスゲル多孔体の合成を研究している。前駆体として有機ケイ素化合物を用いており、重合したオリゴマー、あるいは高分子に更に別の化合物を反応させ、架橋することによりモノリスゲルを合成している。これまでに有機ケイ素化合物を重合する第一段階において、その反応時間 (以下、単に反応時間と述べる) の違いにより最終的に得られるゲルの形態 (多孔構造) に違いが生じることがわかっており、その要因として第二段階 (重合体同士のさらなる架橋) 前の重合体の重合度や大きさが深く関与していることが推察された。なぜなら、本系ではゲル化に至る過程で、相分離が進行するため、重合度により相分離の進行度やゲル化時間が変化するためである。そこで反応時間により重合体の重合度や大きさがどのように変化するかを測定するため、ナノテクノロジーハブ拠点のダイナミック光散乱光度計を用いることにした。本装置はダイナミック光散乱光度計という名称であるが、静的光散乱測定を行うことができ、Zimm プロットを用いることで重合体の絶対分子量や慣性自乗半径をもとめることができる。

前回 (2013 年 3 月)、各反応時間で得た重合体を 1,2,3,4 mg/mL の濃度でエタノールに分散し、静的散乱測定を行い、Zimm プロットを作成した結果、絶対分子量や慣性自乗半径を評価することができるプロットにはならなかった。その要因として、散乱強度が十分ではなかったことが主原因であると考えられたため、今回の実験では、重合体の分散濃度を 1 mg/mL からおよそ 5 mg/mL の間隔で 50 mg/mL まで増やして測定を行った。

2. 実験 (Experimental) :

特定の反応時間で合成した重合体を、溶媒としてエタノールを選択し、種々の濃度で分散し、シリンジフィルター (孔径 0.1 μ m) で 3 回ろ過した。ろ過した種々の濃度の重合体分散エタノール溶液に対し、ダイナミック光散乱光度計を用いて静的散乱法により散乱強度の角度依存性を測定した。測定結果を用いて Zimm プロットを作成した。同じ処理を各反応時間の重合体に対し行った。

3. 結果と考察 (Results and Discussion) :

各反応時間で得た重合体に対し、Zimm プロットを作成した結果、反応時間が長く重合度が高くなっていると考えられる重合体に関しては、エタノールへの分散濃度を上げることにより若干の改善が見られたが、それでも理想的な Zimm プロットは得られなかった。また、重合体の分散濃度を 50 mg/mL まで増やした場合、Zimm プロットに必要な dn/dc を測定するための高感度示差屈折計の測定限界に達したため評価ができなかった。高感度示差屈折計では標準溶媒 (ここではエタノール) に対する屈折率差 Δn が得られ、各濃度の重合体分散溶液の標準溶媒に対する屈折率差を測定することで dn/dc を得る。つまり、エタノールに対する Δn の測定限界に達していることから、今回、重合体の分散濃度を上げたことで評価に必要な静的光散乱強度を得るための屈折率差は得られていると推察される。よって、示差屈折計の値が正しい場合、散乱強度以外に原因がある可能性が示唆された。

4. その他・特記事項 (Others) :

特になし。

5. 論文・学会発表 (Publication/Presentation) :

なし。

6. 関連特許 (Patent) :

なし。