

【緒言】

種々の機能が期待できる有機/無機ハイブリッド材料は、有機物と無機物を複合化した材料である。とりわけ高分子と金属酸化物からなるハイブリッド材料は、高分子の耐熱性や機械的強度の向上が期待できる。しかし、バルク状態の金属酸化物を粉碎して高分子と混合するトップダウン方式の調製法ではそれぞれの粒子が凝集し、均一な複合は極めて難しい。そこで、有機/無機ハイブリッド材料の新たなボトムアップ合成法として、これまでに培った、複数の金属酸化物からなる複合 MARIMO 粒子が得られる一段階ソルボサーマル合成法を応用した¹⁾。すなわち、金属アルコキシド (zirconium tetra-*n*-butoxide) とアルコール (hydroxyethyl methacrylate, HEMA) のエステル交換反応に着目し²⁾、これらのエタノール溶液を封管中で加熱することで、MARIMO 状粒子形成と同時に HEMA の重合が進行し、polyHEMA/ZrO₂ ハイブリッド MARIMO が得られると考えた (Figure 1)。

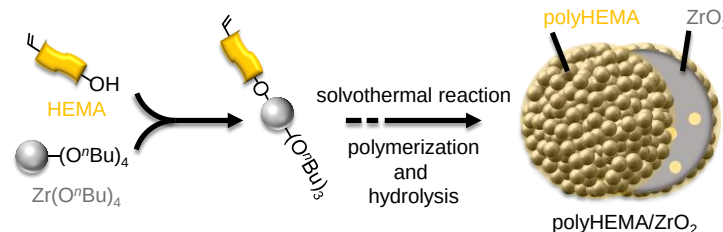


Figure 1. 一段階ソルボサーマル法による polyHEMA/ZrO₂ の合成

【実験・結果】

zirconium tetra-*n*-butoxide (0.2 mmol) と HEMA (0.4 mmol) のエタノール溶液 (3.5 mL) を、窒素雰囲気下で攪拌し前駆体溶液を調製した。そこに、ラジカル開始剤である azobis(isobutyronitrile) (HEMA に対して 0.04 mol 等量) を加え、反応管内で、昇温速度 5.4 °C/min で 250 °C に加熱した。この温度を 10 分間保った後、氷冷し反応を停止した。その後、遠心分離とエタノール洗浄を繰り返すことで、polyHEMA/ZrO₂ MARIMO を得た。SEM 観察より、得られた polyHEMA/ZrO₂ MARIMO は粒径約 2 μm の球状もしくは球状粒子の凝集体で、その比表面積は約 300 m²/g であった。また、STEM-EDX、FT-IR、TG-DTA の結果から、予期した通り、ZrO₂ と polyHEMA が均一に複合化したハイブリッド MARIMO であった (Figure 2)。また興味深いことに、polyHEMA/ZrO₂ MARIMO は、極性溶媒の水と低極性溶媒のクロロホルムの両方に分散する、両親媒性を示した。

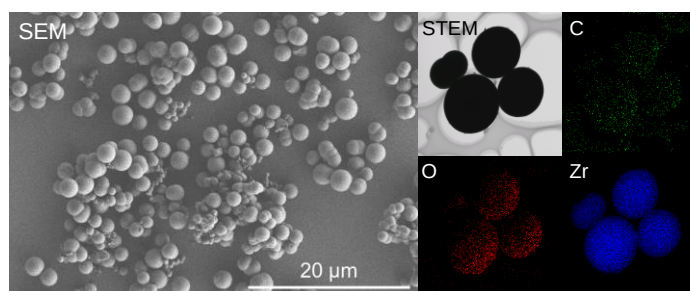


Figure 2. polyHEMA/ZrO₂ の SEM 画像および STEM-EDX マッピング

【文献】

- 1) K. Kan et al., *Eur. J. Inorg. Chem.*, **2020**, 4435–4441.
- 2) H. Peter et al., *Prog. Org. Cort.*, **2020**, 140, 105477.