テトラエトキシシランを用いた固体状ポリシロキサンの合成

(東理大理工)○飯田 燎・佐藤陽平・山本一樹・郡司天博 Synthesis of solid polysiloxane using tetraethoxysilane (Faculty of Science and Technology, Tokyo University of Science) ○Ryo Iida, Yohei Sato, Kazuki Yamamoto, Takahiro Gunji

Polysiloxanes are generally obtained by hydrolytic polycondensation of alkoxysilanes, but there are few examples of the isolation and identification of high molecular weight polysiloxanes that are soluble in organic solvents in solid state. We have reported the synthesis of stable high-molecular weight polysiloxanes by hydrolytic polycondensation under a nitrogen stream. The polysiloxane by this method is obtained as a viscous liquid, but when tetraethoxysilane is used, it can be obtained as a soluble solid, which is expected to be used as a precursor for solid-state inorganic materials. In this study, solid-state polyethoxysiloxanes were synthesized by precisely controlling the hydrolytic polycondensation reaction of tetraethoxysilane, and their properties were investigated. Polyethoxysiloxane was obtained by adding ethanol, water, and the catalyst hydrochloric acid to tetraethoxysilane under an ice bath, followed by stirring while heating to 80°C in a nitrogen stream. The polyethoxysiloxane was obtained in solid form when the molar ratio of water to tetraethoxysilane was 1.65 and 1.70. The weight average molecular weight was found to be around 9000.

Keywords: Polysiloxane, tetraethoxysilane, sol-gel method, sol

ポリシロキサンは一般的にアルコキシシランの加水分解重縮合により得られるが、有機溶媒に可溶な固体の高分子量体を単離・同定を行った例は少ない。我々は窒素気流下で加水分解重縮合し、安定的に高分子量体の合成を報告してきた。この方法で得られるポリシロキサンは粘性液体であった。テトラエトキシシランを用いると、可溶性の固体となることがあり、固体状の無機材料の前駆体としての利用が期待される。本研究では Scheme に従って、テトラエトキシシランの加水分解重縮合反応を精密に制御することで固体状のポリエトキシシロキサンを合成し、その性質について調べた。テトラエトキシシラン (TEOS) に溶媒であるエタノール、水、触媒の塩酸を氷浴下で加え、その後窒素気流下で 80℃に加熱しながら攪拌してポリエトキシシロキサン (PEOS) を得た。テトラエトキシシランに対する水のモル比が 1.65, 1.70 の時に固体状で得られることがわかった。また重量平均分子量は 9000 前後であった。

$$\begin{array}{c} \text{OEt} \\ | \\ \text{EtO-Si-OEt} \xrightarrow{\text{EtOH}} & \text{HcI} \xrightarrow{\text{H}_2\text{O}} & \text{EtO-Si-O-Et} \\ | \\ \text{OEt} & \text{OEt} & \text{n} \end{array}$$