

## モノクロロおよびジクロロシランを用いた層状オクトシリケート層表面への Si-H 基の固定化

(早大先進理工<sup>1</sup>・早大材研<sup>2</sup>) ○堀 暖奈<sup>1</sup>・野田 大貴<sup>1</sup>・彌富 昌<sup>1</sup>・小池 正和<sup>2</sup>・黒田 一幸<sup>1,2</sup>・下嶋 敦<sup>1,2</sup>

Immobilization of Si-H groups on the interlayer surface of layered octosilicate with monochloro- and dichloro-silanes (<sup>1</sup>*School of Advanced Science and Engineering, Waseda University*, <sup>2</sup>*Kagami Memorial Research Institute for Materials Science and Technology, Waseda University*) ○Nonna Hori,<sup>1</sup> Hiroki Noda,<sup>1</sup> Masashi Yatomi,<sup>1</sup> Masakazu Koike,<sup>2</sup> Kazuyuki Kuroda,<sup>1,2</sup> Atsushi Shimojima<sup>1,2</sup>

Layered octosilicate containing hexadecyltrimethylammonium cations (C<sub>16</sub>TMA-Oct) was silylated with chlorodimethylsilane (HSiMe<sub>2</sub>-Oct) or dichloromethylsilane (HSiMe-Oct) to immobilize Si-H groups on the interlayer surface. Mono- and di-podal interlayer silylations were confirmed by <sup>29</sup>Si MAS NMR measurements of HSiMe<sub>2</sub>-Oct and HSiMe-Oct, respectively. It was confirmed that the Si-H groups were immobilized at a higher density in HSiMe<sub>2</sub>-Oct than in HSiMe-Oct.

**Keywords** : Layered Silicate; Silylation; Si-H Group

【緒言】層状ケイ酸塩は層表面のシリル化により様々な官能基を固定化することで、層間を反応場として利用できる<sup>1)</sup>。Si-H 基は有機修飾や金属還元などに有用であり、層間修飾に基づく多様な機能発現が期待される<sup>2)</sup>。当研究室では層状オクトシリケート層表面にアルコキシシリル基 (HSi(OR))を二座で固定化し、次いで層間縮小させることで三次元構造体を作製している<sup>3)</sup>。本研究では、Si-H 基を有するシリル化剤を単座または二座で層状オクトシリケート層表面に固定化し、シリル化剤の反応点の数による生成物の骨格構造や層間環境の違いを調査した。

【実験方法】イオン交換によりヘキサデシルトリメチルアンモニウムイオンを層間に導入した層状オクトシリケート (C<sub>16</sub>TMA-Oct)<sup>4)</sup>を単座でシリル化可能なクロロジメチルシラン、二座でシリル化可能なジクロロメチルシランと反応させ、層状オクトシリケート誘導体 (HSiMe<sub>2</sub>-Oct, HSiMe-Oct)を作製した。

【実験結果】粉末 XRD パターンにおいて、シリル化前後での結晶性の保持及び層間隔の縮小を確認した。また、FT-IR スペクトルより Si-Me 基、Si-H 基の存在を確認した。<sup>29</sup>Si MAS NMR スペクトル (Fig. 1)では、Q<sup>3</sup> シグナルの大幅な減少と M<sup>1</sup> (HSiMe<sub>2</sub>-Oct)、D<sup>2</sup> (HSiMe-Oct)シグナルの出現を確認し、積分強度比からそれぞれ単座、二座でのシリル化の進行が示された。それぞれのシリル化率を算出し、単座でシリル化した HSiMe<sub>2</sub>-Oct において二座でシリル化した HSiMe-Oct より Si-H 基が高密度に固定化されたことを確認した。

1) N. Takahashi and K. Kuroda, *J. Mater. Chem.*, **2011**, *21*, 14336–14353.

2) K. Specht *et al.*, *Appl. Clay Sci.*, **2010**, *47*, 212–216.

3) 望月大ら, 日本化学会 第 86 春季年会, **2006**, 1 D2-32.

4) D. Mochizuki *et al.*, *J. Am. Chem. Soc.*, **2005**, *127*, 7183–7191.

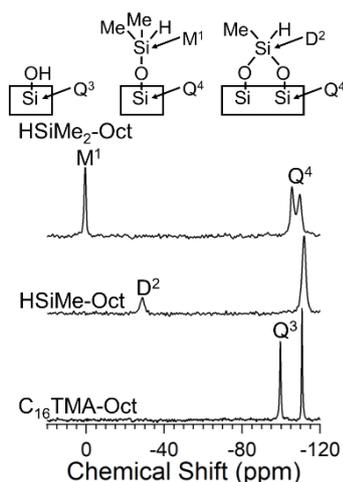


Fig. 1 試料の <sup>29</sup>Si MAS NMR スペクトル