# 磁場中調製シリカゲルを用いた異方性材料開発

### Development of anisotropic materials using silica gels prepared under magnetic field

森 篤史<sup>1</sup>,山登 正文<sup>2</sup>,古川 英光<sup>3</sup>,高橋 弘紀<sup>4</sup>

<sup>1</sup>徳島大・ソシオテクノサイエンス,<sup>2</sup>首都大・都市環境,<sup>3</sup>山形大・理工,<sup>4</sup>東北大・金研.

<sup>1</sup> Institute of Technology and Science, The University of Tokushima

<sup>2</sup> Faculty of Urban Environmental Sciences, Tokyo Metropolitan University

<sup>3</sup> Graduate School of Science and Engineering, Yamagata University

<sup>4</sup> Institute for Materials Research, Tohoku University

### 1. はじめに

我々は、磁場中で調製したシリカハイドロゲルを媒質 として用いた結晶成長実験を行い、磁場中調製によっ て鉛(II)を添加したシリカハイドロゲル中に構造異方性 が生じることを示唆する結果を得ている[1,2]。

シリカハイドロゲル中に形成される構造異方性を同定 するために, 複屈折測定と走査型顕微光散乱測定を行 なった[3]。複屈折測定の結果は, 5Tの磁場中で調製し た場合, 磁場印加方向を光学軸とするような負の複屈 折を一軸生媒質の性質を示すサンプルが現れるという ものであった。また, 走査型顕微光散乱では, 光電場の 自己相関関数の緩和時間の分布幅が, 複屈折性のサ ンプルの方が非複屈折性のサンプルのものよりも狭かっ た. これは, 複屈折性のサンプルの方が, ゲルの網目な いしはループの方向が揃っていることを示唆している。

これらの研究では、メタケイ酸ナトリウムを出発材料として用い、鉛(II)イオン源としては硝酸鉛(II)水溶液を添加した。また、ゲル化に必要な強酸性に保つために、農作酸を加えた。これらの混合液を5Tまでの磁場中で1週間静置してゲル化させた。

本研究では、市販のシリカゲルを作製するのに用い



Fig. 1 Photograph of obtained silica gels. The left photograph is a cleaved sample mounted on a SEM sample stage. The right photo is a sample, which was picked out from the sample cell

られる, テトラエトキシシラン(TEOS)を出発材料として 用い, 試料を強酸性に保つために希塩酸を加えた(希 塩酸とエタノールの混合液を添加した)。鉛(II)イオン源 としては, 塩化鉛(II)水溶液を添加した(塩化鉄(III)およ び塩化マンガン(II)を添加したサンプルは, 解析の最中 である)。

今回は、焼成は行わなかったが、焼成によって異方 性シリカをセラミック化すれば、繊維の延伸方向に強度 の強化された強度材料が得られることが予想される.

### 2. 実験

## 2-1. サンプル調製

上述の TEOS を出発材料とする試料(TEOS に希塩酸 と塩化鉛(II)とエタノールの混合液を加えたもの)は、フ ラスコ中で 45-50℃で 30 分程度撹拌した。更にその後、 塩酸とエタノール飛ばす目的で、70℃まで昇温しフラス コのふたを開けて 30 分程度撹拌した。その溶液をサン プル管に注入し、10T までの磁場中で2日間静置して ゲル化させた.これによって得られたゲルは、固形の乾 燥シリカゲルであった(Fig. 1)。

### 2-2. SEM 観察

Fig. 1 の右の写真のようなような乾燥シリカゲルを,磁場印加方向に平行および垂直にへき開し,劈開面を走



Fig. 2 A SEM image of a cleavage surface. The direction to which the magnetic field of B=10T was applied is along x-direction. PbCl<sub>2</sub> was added. An as-cleaved surface was observed.

A. Mori<sup>1</sup>, M. Yamato<sup>2</sup>, H. Furukawa<sup>3</sup>, and K. Takahashi<sup>4</sup>

査型電子顕微鏡 (SEM) で観察した。Fig. 1 の左の写真 は,磁場印加方向に平行劈開し, SEM サンプル台に乗 せたものである。カーボンテープで固定した。SEM は、 電界放出型の日立製 S-4700 を用いた。劈開面は, 白 金-パラジウムでスパッタしたものと, 劈開したままのもの の両方を観察したが, 大きな差は無かった.

### 3. 結果と考察

Figs. 2-5 に劈開面の SEM 像を示す。Fig. 2 は, 鉛(II) を添加し、B=10Tの磁場中で調製したもので、磁場を印 加した方向は水平方向となっている.磁場方向にパ ターンが見られるが、これは、構造異方性を反映した劈 開パターンだと考えられる. Fig. 3 は,磁場を方向が紙 面に垂直となっている他は、Fig. 2 と同じである。 劈開パ ターンと思われるものは観察されるが, Fig. 2の様な, 明 らかな異方性は現れていない. 尚, パターンのサイズは, 以前の研究から予測されるゲル網目サイズよりも毛達違 いに大きいものである。また、文献[3]では、網目ないし -O-Si-O-のループは、磁場印加方向に垂直に広がるこ とを予測していたが、今回の結果はそれとは反対に、磁 場印加方向にパターンが広がっていた。劈開パターン なので、ゲル網目構造を直接反映していないかもしれ ない。また,以前の研究でメタケイ酸ナトリウムが出発材 料として用いられていたことに対し, 今回は TEOS を出 発材料としており、その違いによるものかもしれない。

Fig. 4は, 鉛(II)を添加し, *B*=10T の磁場中で調製した もので,磁場を印加した方向は水平方向となっている (つまり,異なるサンプルで,条件は Fig. 2 と同じである)。 異方性の劈開パターンが観察されない代わりに,ドット 状のパターンが観察される。このパターンの正体は,不 明である。

Fig. 5 は, 鉛(II)を添加し, *B*=10T の磁場中で調製した もので, 磁場を印加した方向は水平方向となっている (つまり, 異なるサンプルで, 条件は Fig. 2, 4 と同じであ る)。Fig. 2 と異なり, 磁場印加方向に垂直な方向にパ ターンが形成されているが, パターンのいびつさから, 劈開時の応力異方性等を反映したものではないかと予



Fig. 3 A SEM image of a cleavage surface. The direction to which the magnetic field of B=10T was applied is along z-direction. PbCl<sub>2</sub> was added. An as-cleaved surface was observed.

想する。

#### 4. まとめにかえて

TEOS を出発材料とし、鉛(II)を添加した乾燥シリカゲルを磁場中で調製した。磁場によって発現した構造異 方性を同定するために、乾燥シリカゲルを劈開して、劈 開面を走査型電子顕微鏡で観察した。構造異方性を片 影していると思われる劈開パターンも観察されたが、劈 開癖のパターンが現れているに過ぎないと思われるもの もあった。また、その何れでもないパターンも観察された。 た。

#### 参考文献

- T. Kaito, S.-i. Yanagiya, A. Mori, M. Kurumada, C. Kaito, and T. Inoue, J. Cryst. Growth 289 (2006) 275-277.
- [2] T. Kaito, S.-i. Yanagiya, A. Mor, M. Kurimada, C. Kaito, and T. Inoue, J. Cryst. Growth 289 (2006) 407-410.
- [3] A. Mori, T. Kaito, and H. Furukawa, Mater. Lett. 62 (2008) 3459-3461.



Fig. 4 A SEM image of a cleavage surface. The direction to which the magnetic field of B=10T was applied is along x-direction. PbCl<sub>2</sub> was added. An as-cleaved surface was observed.



Fig. 5 A SEM image of a cleavage surface. The direction to which the magnetic field of B=10T was applied is along x-direction. PbCl<sub>2</sub> was added. A surface Pt-Pd sputtered was observed.