

層状アルキルアンモニウムシロキサンの簡便な合成方法と生成機構

(物質・材料研究機構¹・産業技術総合研究所²) ○藤井 和子¹、樋口 昌芳¹、若原 孝次¹、岩撫 暁生¹、服部 峰之²、林 繁信^{2*}

A simple one-step synthesis method and production mechanism for a layered alkylammoniumsiloxane (¹National Institute for Materials Science, ²National Institute of Advanced Industrial Science and Technology) ○Kazuko Fujii,¹ Masayoshi Higuchi,¹ Takatsugu Wakahara,¹ Akio Iwanade,¹ Mineyuki Hattori,² Shigenobu Hayashi^{2*}

Layered inorganic/organic composites have been widely investigated due to their variable properties. Professor Fukushima and Dr Tani have early reported direct syntheses of the layered inorganic-organic hybrids with the covalent bonds between the inorganic layers and organic moieties (layered inorganic-organic covalently bonding hybrids) from starting inorganic reagents and organosilanes.¹⁾ Simple synthesis procedures are desired to reduce the effects on the environment. We have previously reported a simple synthesis of a layered alkylammoniumsiloxane (PODAC).²⁾ In this study we will discuss structure and reaction mechanism for PODAC.

Methyl alcohol solution of dimethyloctadecyl[3-(trimethoxysilyl)propyl]ammonium chloride ($\text{C}_{18}\text{H}_{37}\text{N}^+(\text{CH}_3)_2\text{C}_3\text{H}_6\text{Si}(\text{OCH}_3)_3\cdot\text{Cl}^-$, ODAC, Figure) was dried under a reduced pressure without any additives to synthesize PODAC. PODAC was characterized by elemental analyses, high-resolution solid-state nuclear magnetic resonance spectroscopy, and so on.

Keywords : Layered Inorganic-organic Covalently Bonded Hybrid, Dealcoholization Condensation Reaction, Layered Organosiloxane

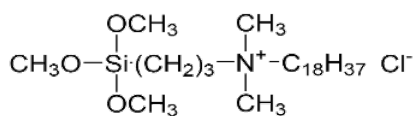


Figure. ODAC

層状無機化合物の層間に有機物が存在する層状無機/有機複合体は有機物及び無機物双方の特徴を併せ持つ可能性がある。中でも有機部分及び層状の無機部分が共有結合によって一体化した層状無機-有機共有結合体は福島・谷らの報告をはじめ数多く報告されている¹⁾。これらは比較的低温で合成されるが、さらに簡便かつ環境負荷の低い合成方法が要求されている。そこで、我々は層状無機-有機共有結合体、層状アルキルアンモニウムシロキサン（以下、PODAC）の非常に簡便な合成法を開発した²⁾。しかしながら、その構造及び生成機構についてはまだ議論の余地が残されていた。

PODAC は図に示すジメチルオクタデシル[3-(トリメトキシシリル)プロピル]アンモニウムクロリド（ODAC、 $\text{C}_{18}\text{H}_{37}\text{N}^+(\text{CH}_3)_2\text{C}_3\text{H}_6\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ ）のメタノール溶液を減圧下で保持することによって、酸等の添加剤を加えることなく合成した。簡便法によって合成した PODAC は元素分析、固体高分解能核磁気共鳴等によって評価した。その評価結果に基づき、PODAC の構造及び生成機構を議論する。

1) Fukushima, Y. and Tani, M., *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, 241(1995)他

2) 藤井他、第 67 回粘土科学討論会要旨集 (2024)

* : retired (林 繁信、産業技術総合研究所)