

ゲル化過程における化学構造変化にともなう力学物性変化の評価

(豊橋技科大) ○森翔平, 羽切教雄, 河村剛, 松田厚範, 武藤浩行

【緒言】

ゾル-ゲル法により作製した乾燥ゲルはゲル化過程の毛管力によって亀裂が発生し、大きなサイズのバルク体を得ることが難しいことが知られている。そのため、ゲル化過程における力学特性の変化を把握することで、品質管理、新規材料設計指針の提案が可能となる。一方、インデンテーション法は、材料の局所力学特性を評価する手法であり、ナノ・マイクロ領域に局所的な応力を負荷できることから、小片や薄膜の力学物性を評価する手法として有用である。

本研究では、ゾル-ゲル法により作製したシリカゲルのゲル化過程における化学構造変化と、それに伴う力学物性の変化をインデンテーション法により評価することを目的とする。

【実験方法】

テトラメトキシシラン [Si(OMe)₄] (TMOS) を出発原料としゾルを調製した。H₂O / TMOS の mol 比を $x = 2, 4, 10$ とし、原料のモル比を TMOS : MeOH : H₂O : HCONH₂ : NH₃ = 1 : 2.2 : x : 1 : 0.00074 とした。乾燥制御剤としてホルムアミド (HCONH₂) を用いた。得られたゾルを 60°C のオーブンで加熱して加水分解、重縮合反応させ、乾燥ゲルを得た。乾燥ゲルの小片を赤外 ATR 法で構造解析を行い、インデンテーション法により力学特性を評価した。インデンテーション試験は自作のナノインデントを用いた。

【結果・考察】

インデンテーション試験により得られたシリカゲルのゲル化過程に伴う硬度の時間変化を図 1 に示す。硬度は、乾燥時間に対応して急激な増加を示した。これは、バルクゲルのゲル化過程でシロキサン結合が発達することに起因する。ゲルの構造変化に対する力学特性の変化を定量的に評価するために、Si-O-Si と C=O による赤外吸収バンドの吸光度比 (Si-O-Si / C=O) に対して硬度の変化をプロットした結果を図 2 に示す。Si-O-Si / C=O の吸光度比の増加はゲル化過程の進行によるシロキサン骨格の発達を意味しており、硬度に対して明確な相関関係が得られた。

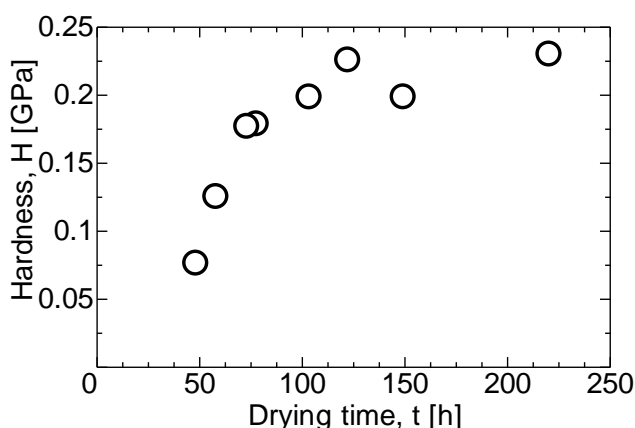


Fig.1. Change in hardness for various heat treatment times of SiO₂ gel of $x = 2$ dried at 60°C.

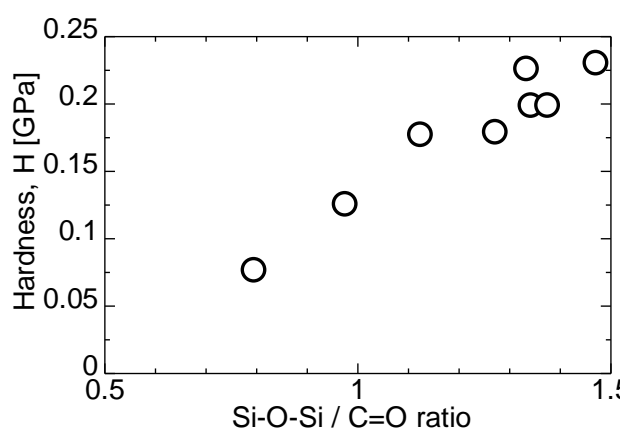


Fig.2. Relationship between hardness and Si-O-Si / C=O ratio of SiO₂ of $x = 2$ gel dried at 60°C.