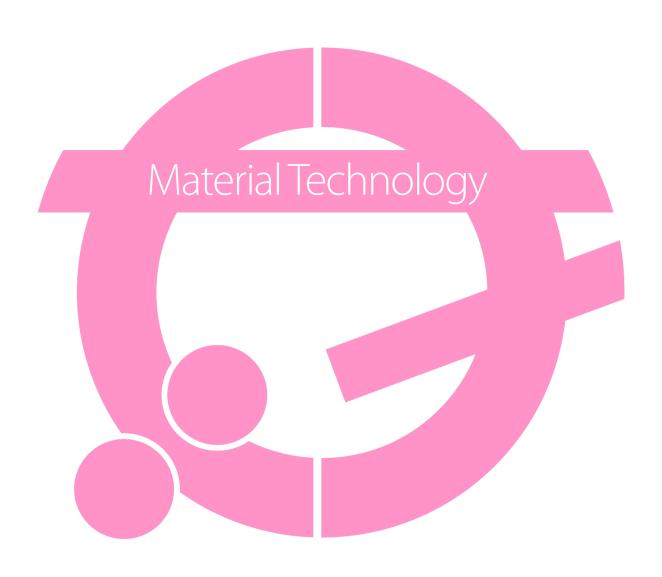
# MATERIAL TECHNOLOGY 材料技術



## September-October

2022

Vol. 40, No. 5 ISSN 0289-7709 CODEN: MTECFQ 材料技術研究協会

Japan Research Institute of Material Technology https://www.jrimt.jp

## MATERIAL TECHNOLOGY 材料技術

### VOL. 40, NO. 5 SEPTEMBER-OCTOBER

### **CONTENTS**

<articles></articles>
OXIDATION OF TRIETHOXYSILANE BY WILKINSON'S CATALYST AND ITS
KINETIC CONSTANTS
I 'ADE VII 'CATO D. I 'HAVANI K. I'VAMAMOTO CA. TCHKADA
Iori ABE, Yohei SATO, Ryohei HAYAMI, Kazuki YAMAMOTO, Satoru TSUKADA,
Takahiro GUNJI
Wilkinson 触媒を用いたトリエトキシシランの酸化反応とその速度定数
安部 偉織, 佐藤 陽平, 速水 良平, 山本 一樹, 塚田 学, 郡司 天博39
< <del>報告</del> >
INTERNATIONAL STUDENT SYMPOSIUM (ISS) 2022 実施報告 -次世代サイエンティストの育成-
ISS 実行委員長 羽田 宜弘······47
<editorial note=""></editorial>
編集後記49

## Wilkinson 触媒を用いたトリエトキシシランの 酸化反応とその速度定数

安部偉織1), 佐藤陽平1), 速水良平1), 山本一樹1), 塚田学1), 郡司天博1), \*

1) 東京理科大学創域理工学部先端化学科(〒278-8510 千葉県野田市山崎 2641)

Oxidation of triethoxysilane by Wilkinson's catalyst and its kinetic constants

Iori Abe <sup>1</sup>, Yohei Sato <sup>1</sup>, Ryohei Hayami <sup>1</sup>, Kazuki Yamamoto <sup>1</sup>, Satoru Tsukada <sup>1</sup>, Takahiro Gunji <sup>1,\*</sup>

#### **Abstract**

Oxidation reaction of hydrosilane catalyzed by Wilkinson's catalyst can produce hetero-disiloxane compounds. Herein, we investigated the kinetic constants of the reaction of triethoxysilane with oxygen in the presence of Wilkinson's catalyst at 100 °C in toluene. The kinetic rate constants of elemental reactions, which are expected in this reaction system, were evaluated to reproduce the time-dependent variation of peak areas in gas chromatography. The rate constant of silanol-formation via oxidation reaction of TES was estimated to be 0.045 L<sup>1/2</sup> mol<sup>-1/2</sup> min<sup>-1</sup>. The rate constant was smaller than that of general aqueous hydrolysis reaction of alkoxysilane. The rate constants of alkoxy-silanol and silanol-silanol condensations were 0.12 and 0.08 L mol<sup>-1</sup> min<sup>-1</sup>, respectively. The silanol-formation reaction was estimated to be the rate-determining reaction to form pentaethoxydisiloxane as a major product. The side-reactions to form 1,1,3,3-tetraethoxydisiloxane and hexaethoxydisiloxane were found to be suppressed by the formation of water in small amount.

**Keywords**: Hetero-disiloxane, Hydrosilyl, Alkoxysilane, Oxidation reaction, Kinetic constant

Received December 21, 2022; accepted January 27, 2023

<sup>&</sup>lt;sup>1)</sup> Department of Pure and Applied Chemistry, Faculty of Science and Technology, Tokyo University of Science, 2641 Yamazaki, Noda, Chiba, 278-8510, Japan

<sup>\*</sup>Corresponding author E-mail: gunji@rs.tus.ac.jp

#### 1. 緒言

ポリシロキサンは、耐熱性、耐候性に優れ、 機械的強度も高いことから, 広い分野で使用さ れている。ポリシロキサンはクロロシランやア ルコキシシランの加水分解重縮合反応により 合成されるので、この過程について調べること は, 所望の物性を示す材料を開発する上で重要 である。Assink と Kay は、酸触媒を用いてポリ シロキサンを合成するときの反応速度定数を 算出し,シラノール間の脱水縮合がシラノール とアルコキシ基間の脱アルコール縮合より速 いことを見出した 1)。また、その反応速度定数 を用いて一連の反応をシミュレーションする ことにより, 反応過程における様々な中間体の 濃度変化を明らかにしている<sup>2)</sup>。なお,中間体 として生成する二量体や三量体の低分子量オ リゴシロキサンは、<sup>29</sup>Si NMR <sup>3)や</sup> GC-MS <sup>4)</sup>によ って生成が確認されているが、酸性条件下では 不安定なため単離が難しい化合物である。

近年鈴木らは、空気中 Wilkinson 錯体存在下 ヘキシル(ジメチル)シランのトランスシリル化 を行うと、ジシロキサンが副生することを報告 した 5。この報告に基づいて我々は、Wilkinson 錯体存在下トリエトキシシラン(TES)を酸素と 反応させることにより, 低単離収率ながらもペ ンタエトキシジシロキサン(PEDS)を主生成物 として得られ(Scheme 1), また, 他に様々な副 反応が並発し、1.1.3.3-テトラエトキシジシロキ サン(TEDS)やヘキサエトキシジシロキサン (HEDS)が副生していることを見出したり。しか し、何故 PEDS が主生成物として生成したのか を知るべく,本研究では、TES から PEDS を合 成する反応の機構を明らかにするためにその 反応速度定数を算出して求めることにより反 応過程を推定したので, その結果を報告する。

Scheme 1 Synthesis of PEDS by the oxidation of TES

#### 2. 実験

#### 2.1 試薬

トルエンは金属ナトリウムを加えて蒸留することにより脱水したものを使用した。Wilkinson 触媒 (Rh(PPh₃)₃Cl)は Acros Organic™から購入し、そのまま使用した。TES およびテトラエトキシシラン (TEOS)は東京化成工業から購入し、それぞれ、蒸留により精製してから使用した。モレキュラーシーブス 5A は、減圧下で 5 時間 250℃乾燥させ、窒素ガスを注入しながら室温まで冷却することより活性化させてから使用した。

#### 2.2 測定

ガスクロマトグラフ(GC)は, SE-30 を充填し たカラムを装着したジーエルサイエンス(株)製 GC-390型(インジェクション: 250°C, カラム温 度と昇温速度: 80 (2min)~200 °C +10°C/min, 200 °C~280 °C (2min) +2 °C/min, TCD: 80 °C) を 使用し、キャリアーガスには He を使用した。 赤外(IR)分光は日本電子(株)製 フーリエ変換赤 外分光光度計 FT/IR-6100 型を用い、液膜法に より測定した。核磁気共鳴(NMR)は日本電子 (株)製 JNM-ECP300 型(1H: 300MHz, 13C: 75 MHz <sup>29</sup>Si: 60 MHz)を用い, 重クロロホルム中で測定 した。ガスクロマトグラフ質量分析 (GC-MS)は、 日本電子(株)製 JMS-BU25 型 GC-Mate (キャピ ラリーカラム DB-5、インジェクション: 280 ℃、 カラム温度と昇温速度: 80 (2min) ~ 200 ℃ +10 °C/min, 200 °C  $\sim$  280 °C (2min) +20 °C/min) を使用し、キャリアーガスにはHeを使用した。

#### 2.3 TES の酸化反応

100mL ニロフラスコに,  $Rh(PPh_3)_3Cl$  0.05 g (0.044 mol%), トルエン 30 mL を加え, 30 分間 室温で撹拌した。その後, 活性化させたモレキュラーシーブス 5A 20 g, TES 20 g (0.12 mol)を加えた後, 撹拌したまま, シリンジ先端を溶液に 浸漬させてここから酸素を 50 mL/min でバブリングし, 100 °C に加熱して反応した。また, 1

時間おきに GC を測定して反応を追跡した。

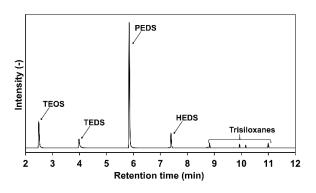
 $(\nu C-O)$ , 969  $(\nu C-C)$ , 880  $(\omega O-Si-H)$ .

#### 2.4 PEDS と TEDS の単離

2.3 に示した反応が終了したら, ろ過により モレキュラーシーブス 5A を除去した。その後, エバポレーターによって溶媒を減圧下で留去 した。減圧下で蒸留することにより TEDS (沸点 82 °C/10 Torr)を, 続いて PEDS (沸点 104 °C/11 Torr, 収率 28%, 純度 86%)を得た。また, Widmar 型精留管を用いて粗 PEDS を蒸留することによ り, 高純度な PEDS を得た。

TEDS: 無色透明液体,収量 0.66 g,収率 4%,GC 純度 77%. <sup>1</sup>H NMR:  $\delta$  = 1.16 (t, J = 7.2 Hz, 6H,CH<sub>3</sub>), 3.78 (q, J = 7.2 Hz, 4H, CH<sub>2</sub>), 4.25 (s, 1H, Si–H). <sup>13</sup>C NMR:  $\delta$  = 17.85, 57.96. <sup>29</sup>Si NMR:  $\delta$  = -67.79. IR: 2977 (υC–H), 2214 (υSi–H), 1392 (δCH<sub>2</sub>), 1169 (ρCH<sub>3</sub>), 1079 (υC–O), 967 (υC–C), 872 (ωO–Si–H).

PEDS: 無色透明液体, 収量 5.39 g, 収率 7%, GC 純度 97%.  $^{1}$ H NMR:  $\delta$  = 1.24(t, J = 7.0 Hz, 9H, CH<sub>3</sub>), 1.25 (t, J = 6.9 Hz, 6H, CH<sub>3</sub>), 3.86 (q, J = 7.0



**Figure 1** GC chart of reaction solution of oxidized TES with Willkinson's catalyst for 5 h

Hz, 6H, CH<sub>2</sub>), 3.87 (q, J = 6.9 Hz, 4H, CH<sub>2</sub>), 4.35 (s, 1H, Si–H). <sup>13</sup>C NMR:  $\delta$  = 18.05, 18.17, 58.27, 59.23. <sup>29</sup>Si NMR:  $\delta$  = -67.70, -88.42. IR: 2977 (υC–H), 2213 (υSi–H), 1392 ( $\delta$ CH<sub>2</sub>), 1168 ( $\rho$ CH<sub>3</sub>), 1079

#### 3. 結果と考察

図 1 に, 5 時間後の TES の酸化反応溶液のガスクロマトグラムを示す。この溶液には TES (12%), TEOS (19%), TEDS (5%), PEDS (46%), HEDS (6%),トリシロキサン類(ヘプタエトキシトリシロキサン、ヘキサエトキシトリシロキサン等)が含まれていることがわかった。また、PEDS が主生成物であり、TES の酸化反応以外の副反応が並発していることがわかる。

鈴木らの報告によると、Willkinson 触媒によって Si-H は、シラノール (Si-OH)に変換される 5ので、HEDS はトリエトキシシラノール (TESOL)と TEOS の脱アルコール縮合、TESOL どうしの脱水縮合、また PEDS とアルコールの脱水素反応という複数の経路により生成することが考えられる。また、TEDS はジエトキシシラノール(DESOL)と TES の脱アルコール縮合または DESOL どうしの脱水縮合反応により、TEOS はTES とエタノールの反応により生成したと考えられる。

図 2 に TES の酸化とそれに引き続く縮合反応により生成するアルコキシシランの単量体およびジシロキサンの生成過程をまとめて示す。なお、トリシロキサン類は生成過程が複雑なこと、また、本反応では生成量が少なく、以降の反応速度定数の推定には影響が少ないと考えられることから、図中では Trisiloxanes と記した。TES の酸化反応における 1 時間毎の反応溶液中の TES, TEOS, PEDS, HEDS, TEDS の生成量を GC により追跡した結果を図 3 に示す。反応が進行するに伴い、TES が消費し、PEDS の生成量が最も増加していた。また、副生成物として TEOS, HEDS, TEDS が微量生成していることがわかる。次に、図 2 と図 3 を考慮し、TES,

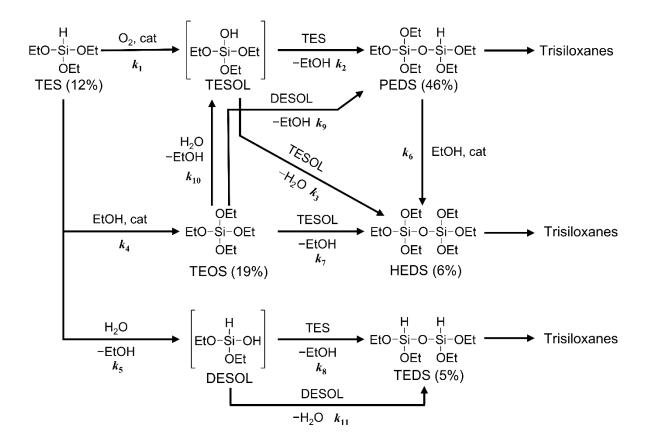
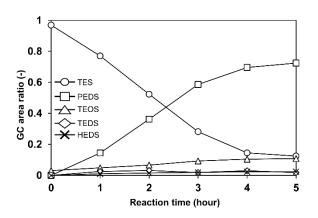


Figure 2 Formation scheme of oxidation reaction of TES with Wilkinson's catalyst

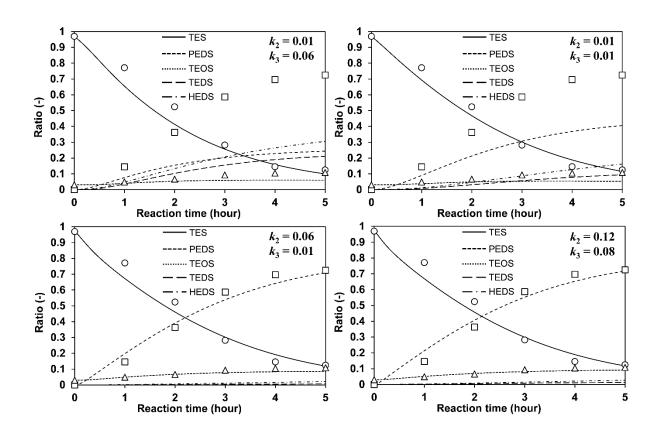


**Figure 3** GC area ratio for oxidative reaction of TES versus reaction time

TESOL, PEDS, HEDS, TEOS, DESOL, TEDS, 水  $(H_2O)$ , エタノール (EtOH)の濃度変化を表す微分方程式を組み立てた。なお、式中では生成物の略称を括弧で括ることにより濃度を示すこととした。

d[TES]/dt= $-k_1$ [TES][O<sub>2</sub>]<sup>1/2</sup> $-k_2$ [TES][TESOL] - $k_4$  [TES][EtOH]- $k_5$ [TES][H<sub>2</sub>O]- $k_8$ [TES][DESOL]

 $d[TESOL]/dt=k_1[TES][O_2]^{1/2}-k_2[TES][TESOL]$  $-k_3[TESOL]^2-k_7[TEOS][TESOL]$  $+k_{10}[TEOS][H_2O](2)$  $d[PEDS]/dt=k_2[TES][TESOL]-k_6[PEDS][EtOH]$  $+k_9[TEOS][DESOL]$  (3)  $d[HEDS]/dt=k_3[TESOL]^2+k_6[PEDS][EtOH]$  $+k_7$  [TEOS][TESOL] (4)  $d[TEOS]/dt=k_4[TES][EtOH]-k_7[TEOS][TESOL]$  $-k_9$ [TEOS][DESOL] (5)  $d[DESOL]/dt=k_5[TES][H_2O]-k_8[TES][DESOL]$  $-k_9$ [TEOS][DESOL] $-k_{11}$ [DESOL] $^2$ (6)  $d[TEDS]/dt=k_8[TES][DESOL]+k_{11}[DESOL]^2$  (7)  $d[H_2O]/dt=k_3[TESOL]^2-k_5[TES][H_2O]$  $-k_{10}$ [TEOS] [H<sub>2</sub>O]+ $k_{11}$ [DESOL]<sup>2</sup>- $r_{MS}$ [H<sub>2</sub>O] (8)  $d[EtOH]/dt=k_2[TES][TESOL]-k_4[TES][EtOH]$  $+k_5$ [TES][H<sub>2</sub>O] $-k_6$ [PEDS][EtOH] $+k_7$ [TEOS] [TESOL]+ $k_8$ [TES][DESOL]+ $k_9$ [TEOS][DESOL]  $+k_{10}[TEOS][H_2O]-r_{MS}[EtOH]$  (9)



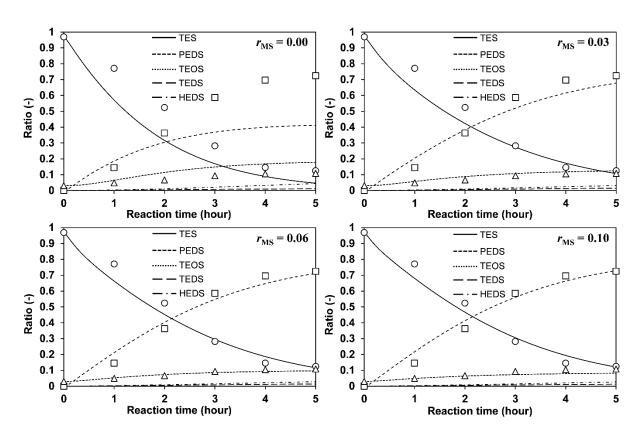
**Figure 4** Difference of kinetic rate of condensation reaction between TES-TESOL and TESOL-TESOL. (cycle, square, and triangle marks mean experimental TES, PEDS, and TEOS, respectively)

反応速度定数  $k_1 \sim k_{11}$  の算出は、次の仮定に基づいて行った。それぞれの化合物は図 2 に示した機構で反応するものとし、TES の初期濃度は 2.33 mol/L、100 °C のトルエンへの酸素飽和溶解度は 0.001 mol/mol  $^{7)$ であるため 30 mL トルエン中の酸素濃度は 0.0094 mol/L とした。

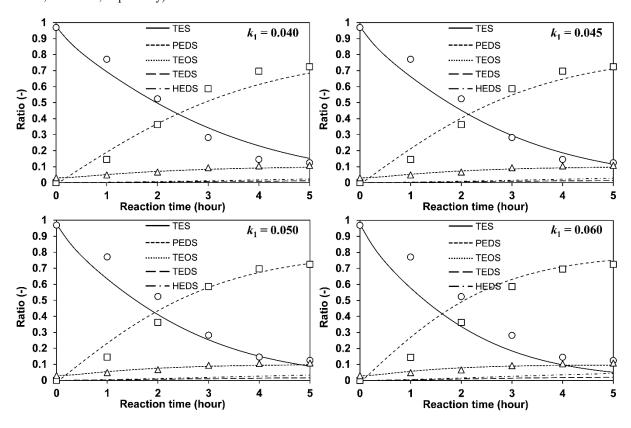
まず、式(1)に基づいて図 3 に示した TES の 濃度変化を推定したところ,  $k_1$ =0.045  $L^{1/2}$   $mol^{-1/2}$   $min^{-1}$ ,  $r_{MS}$ = 0.07  $min^{-1}$  のときに概ね良く実験結果を再現したことから、これらの数値を用いて他の反応速度定数を推定し、実験結果の再現性を高めるように数値を随時変化させた。

図 4 に  $k_2$  および  $k_3$  を推定した結果を示す。 Assink と Kay  $^{1,2}$  によると,反応温度 25  $^{\circ}$  C の酸性条件下においてアルコキシ基とシラノールの縮合による反応速度定数は  $0.001 \, \mathrm{mol^{-1}min^{-1}}$ 、シラノールどうしの縮合による反応速度定数は  $0.006 \, \mathrm{mol^{-1}min^{-1}}$  であり,シラノールどうしの縮合速度の方が速いので, $k_2 < k_3$  としたとこ

ろ実験結果とかけ離れた結果になった。k2=k3も 同様に、異なることがわかる。一方、k2=0.06 L  $\text{mol}^{-1} \text{min}^{-1}$ ,  $k_3 = 0.01 \text{ L mol}^{-1} \text{min}^{-1}$   $\geq 7 \text{ d} \geq 7 \text{ TES}$ , PEDS, TEOS の生成量が実験結果に類似し, TEDS の生成量が実験結果より少ない。そこで、  $k_2 = 0.12 \text{ L mol}^{-1} \text{ min}^{-1}, k_3 = 0.08 \text{ L mol}^{-1} \text{ min}^{-1} \ge 7$ ると, TES, PEDS, TEOS, HEDS, TEDS の生成量 が実験結果を再現したことから、最適値とした。 このことから、本反応ではアルコキシ基とシラ ノールの縮合速度はシラノールどうしの縮合 速度に勝る。Grubb の報告によると Me<sub>3</sub>SiOH, Et<sub>3</sub>SiOH, Ph<sub>3</sub>SiOH どうしの縮合速度定数は,310, 0.5,0.002であり、シラノールが攻撃する相手の ケイ素原子周りの立体障害の大きさは、縮合速 度定数に大きく影響を与える 8)。 反応溶媒の極 性 8,9)や pH<sup>10)</sup>, 反応温度 <sup>11)</sup>も縮合速度定数に影 響を与えるが、それら因子はシラノールの安定 性、つまりんとはどちらにも関与するため、ん



**Figure 5**. Difference of ethanol absorption rate for molecular sieves. (cycle, square, and triangle marks mean experimental TES, PEDS, and TEOS, respectively)



**Figure 6**. Difference of kinetic rate of oxidation reaction of TES. (cycle, square, and triangle marks mean experimental TES, PEDS, and TEOS, respectively)

>k3の理由にはならない。このことから、TESOLと TES のケイ素原子周りの立体障害を考慮すると、TES の方が TESOLよりも障害が少ないため、TESOL どうしの縮合反応よりも TESOLと TES の縮合反応が進みやすいと考えられる。なお、Assinkと Kay によるテトラメトキシシランの加水分解重縮合りにおいても、本研究と同様に、ケイ素原子周りの立体障害によりトリメトキシシラノールどうしの縮合反応の方がトリメトキシシラノールとテトラメトキシシランの縮合反応より進みやすいと考えらえれる。

次に、モレキュラーシーブの吸着速度である  $r_{\rm MS}$  を算出した。 $k_2$ = 0.12 L  ${\rm mol}^{-1}$   ${\rm min}^{-1}$ ,  $k_3$  = 0.08 L  ${\rm mol}^{-1}$   ${\rm min}^{-1}$  として  $r_{\rm MS}$  を変化させた計算結果 を図 5 に示す。 $r_{\rm MS}$  = 0  ${\rm min}^{-1}$  では PEDS の生成量が減少し、TEOS の生成量が増加した。 $r_{\rm MS}$  = 0.06  ${\rm min}^{-1}$  のときに実験結果を良く再現した。

最後に、再び、 $k_1$ を推定した結果を図 6 に示す。なお、 $k_2$ = 0.12 L mol $^{-1}$  min $^{-1}$ ,  $k_3$ = 0.08 L mol $^{-1}$  min $^{-1}$ ,  $r_{MS}$  = 0.06 L mol $^{-1}$  min $^{-1}$  とし、PEDS および TES の濃度変化から、 $k_1$  = 0.045 L mol $^{-1}$ min $^{-1}$  を最適とした。

表 1 にそれら速度定数をまとめた。 $k_3 \sim k_{11}$ は,順次,実験結果を良く再現する値を検索することにより推定し,既に推定した反応速度定数は必要に応じて修正を施し,表 1 では誤差として表記した。反応速度定数が大きいのは $k_2$ ,  $k_5$ ,  $k_8$  であり,それぞれ TESと TESOLの反応,TESの加水分解,TESと DESOLの反応に相当する。 $k_3$  はこれらの反応速度定数よりやや小さく,これは 2 分子の TESOL の縮合反応に相当する。一方, $k_1$  は $k_2$  の半分以下であり,TESの酸化が遅く,これが律速段階であることがわかる。

TES が酸化されて TESOL が生成すると, 直ちに TES と反応して PEDS を生成する。このとき, モレキュラーシーブスによりエタノールが効率よく吸着されるので, エタノールによる副反応が抑制されることがわかる。また,  $k_5$  および  $k_8$  が大きいものの, DESOL の生成に必要な水の生成量が小さいので, TEDS の生成量が少ない

と考えられる。

#### 4. まとめ

今回、PEDSの合成と反応解析を行い、反応機構を明らかにした。PEDSは蒸留により収率7%、純度97%で得た。TESの酸化と縮合によりPEDSが生成する反応をガスクロマトグラフ分析により追跡し、その時間変化を再現するようにジシロキサンを生成する素反応の反応速度定数を算出したところ、TESの酸化が律速段階であることがわかった。また、TESのケイ素原子周りの立体障害は小さく、これによりTESとTESOLの縮合反応はTESOLどうしの縮合反応よりも速く、PEDSが主生成物となることがわかった。

Table 1 Summary of kinetic constants

	Reaction	Rate constant
		$(Lmol^{-1}min^{-1})$
$k_1$	$TES + 1/2 O_2 \rightarrow TESOL$	$0.045 \pm 0.002^{\;a}$
$k_2$	$TES + TESOL \rightarrow PEDS$	$0.120 \pm 0.01$
$k_3$	$2\text{TESOL} \rightarrow \text{HEDS}$	$0.080 \pm 0.01$
$k_4$	$TES + EtOH \rightarrow TEOS$	0.004
$k_5$	$TES + H_2O \rightarrow DESOL$	0.1<
$k_6$	$PEDS + EtOH \rightarrow HEDS$	0.001>
$k_7$	$TEOS + TESOL \to HEDS$	0.001>
$k_8$	$TES + DESOL \to TEDS$	0.1<
$k_9$	$TEOS + DESOL \rightarrow PEDS$	0.001>
$k_{10}$	$TEOS + H_2O \rightarrow TESOL$	0.001>
$k_{11}$	$2 \text{ DESOL} \rightarrow \text{TEDS}$	0.001>
$r_{ m MS}$	Absorption rate of MS	$0.06\pm0.01~^b$

<sup>&</sup>lt;sup>a</sup> The unit of this rate constant is L<sup>1/2</sup>mol<sup>-1/2</sup>min<sup>-1</sup>.

#### 謝辞

助言していただいた東京理科大学助教佐川拓 矢先生に感謝の意を表する。

<sup>&</sup>lt;sup>b</sup> The unit of this rate constant is min<sup>-1</sup>.

#### CRediT authorship contribution statement

Iori Abe: Writing — original draft, visualization, investigation; Yohei Sato: Writing — original draft; Ryohei Hayami: Writing — original draft, visualization, investigation; Kazuki Yamamoto: Supervision; Satoru Tsukada: Supervision; Takahiro Gunji: Writing — review and editing, conceptualization, supervision.

#### 参考文献

- 1) R. A. Assink, B. D. Kay, *J. Non-Cryst. Solids*, **1988**, *99*, 359–370.
- 2) B. D. Kay, R. A. Assink, *J. Non-Cryst. Solids*, **1988**, *104*, 112–122.
- 3) M. Mazur, V. Mlynarik, M. Valko, P. Pelikan, *Appl. Magn. Reson.*, **2000**, *18*, 187–197.
- 4) T. M. Tillotson, L. W. Hrubesh, *J. Non-Cryst. Solids*, **1992**, *145*, 44–50.

- 5) T. Suzuki, I. Mita, *J. Organomet. Chem.*, **1991**, 414, 311–317.
- 6) N. Ueda, T. Gunji, Y. Abe, *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, **2008**, *48*, 163-167.
- 7) X. Wu, Z. Deng, J. Yan, Z. Zhang, F. Zhang, Z. Zhang, *Ind. Eng. Chem. Res.*, **2014**, *53*, 9932–9937.
- 8) W.T. Grubb, *J. Am. Chem. Soc.*, **1954**, *76*, 3408–3414.
- 9) J. Šefčík, S.E. Rankin, S.J. Kirchner, A.V. McCormick, *J. Non-Cryst. Solids*, **1999**, *258*, 187–197.
- 10) C.J. Brinker, *J. Non-Cryst. Solids*, **1988**, *100*, 31–50.
- 11) J. C. Echeverría, P. Moriones, G. Arzamendi, J. J. Garrido, M. J. Gil, A. Cornejo, V. Martínez-Merino, *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, **2018**, *86*, 316–328.

## International Student Symposium (ISS) 2022 - 次世代サイエンティストの育成― 実施報告

ISS 実行委員長 羽田 宜弘 (環太平洋大学)

本事業は次世代のサイエンティスト育成の場 として、生徒、学生限定の学会として 2018 年 度より開催しており, 材料技術研究協会の知 見を未来の若者へ繋げていく会として実施が されてきました。高大連携を取り入れた数少 ない貴重な研究発表の場となり、理系生徒や 学生のこれまでに学んだ成果を研究発表とい う形式で外に発信する機会の提供を材料技術 研究協会が主催となり、学会の運営を執り行 うことができました。また昨年度から研究倫 理教育にも力を入れ、一般社団法人公正研究 推進協会と連携し、中等教育における研究倫 理の教材をオンライン上に用意し、シンポジ ウム参加者すべてに受講していだだき、学校 現場では難しい研究倫理教育の一役を担うこ とを実施してきました。また、観察・実験・ 実習や課題研究等を行なっている高校や大学 の生徒や学生らに, 科学技術人材に必要な科 学的な知識及びプレゼンテーション技能を習 得させるとともに, 科学技術に対する興味・ 関心, 知的好奇心や探究心などを高めて主体 的に学習に取り組む態度を養うきっかけ作り を ISS では心がけております。更に主体的に 課題を発見し、それを解決することの重要性 を判断し、 課題解決を実践できる力を発表で きる場を設けることによって, 科学技術の分 野で世界を舞台に活躍し得る創造性豊かな人 材が活躍でき発表し、表彰を受けられる場と することが, 本事業の最大の目的です。

#### 1. 実施日と実施場所

2022年8月27日に材料技術研究協会主催として、オンラインで開催した。

#### 2. 本事業の参加者数

- ① 応募件数 ポスター発表, 口頭発表の合計 19件
- ② 参加者数

生徒・学生, 教員 69 人, 審査員等 15 人, その他 5 人 (合計 89 人, 2022 年実績)

#### 3. 表彰制度

理事らが審査員となり、発表者の中から、 特に優秀なものに対して、ゴールド賞6件、 シルバー賞13件を授与した。

#### 4. 参加者のアンケート結果

本大会の参加者からの評価として満足度について、各観点からそれぞれの参加者から回答を得たので報告をする。

アンケートは、本大会の満足度について、各 観点からそれぞれの参加者から回答を 「1.大 変不満足」「2.やや不満足」「3.普通」「4. やや満足」「5.大変満足」 の五軒法にて、ア ンケート結果を得た。

- ① 参加者の ISS 全体満足度
- 約84%が大変満足、やや満足と回答しており、参加者の満足度が高いシンポジウムとして、シンポジウムの運営方法も含めて、評価いただけていると認識している。昨年よりも「5.大変満足」という回答が13%向上した。
- ② 研究との関連性についての満足度 約 77%が大変役立った, やや満足と回答して おり, 昨年度との比較では約 13%マイナスと なったが, 全体的に役立つと回答している参 加者が多い結果となった。

#### 5. 謝辞

ISSの開催は、非常に多くの方々のご尽力により毎年運営ができております。実行委員の理事の方々、審査員として協力をいただきました理事の方々に感謝を申しあげます。また、ISSの開催にあたり、助成金としてご支援をいただきました、「公益財団法人東京応化科学技術振興財団様」および「東京エレクトロン株式会社様」に心よりお礼を申しあげます。

ゴールド賞受賞者(口頭・ポスター発表) (敬称略)

L04 泡が保持される炭酸飲料の開発 山形県立山形東高等学校 ○木島沙椰, 上野理生, 棚村好彦

L06 Ti02 ナノニードルによる殺菌作用 千葉工業大学 先進工学部<sup>1</sup>,

産業総合研究所2

○鳥羽悟史 $^{12}$ , 白坂知也 $^{12}$ , 山野凌 $^{12}$ , 根岸信彰 $^{2}$ , 宮崎ゆかり $^{2}$ , 黒崎直子 $^{1}$ 

L07 谷津干潟の泥土を利用した微生物燃料電 池に関する研究 千葉工業大学 工学部 ○根立拓郎,山田翔吾,小浦節子,橋本香保 子,髙橋伊久磨

P04 米軍基地と海の生き物の共存 ~沖縄のサンゴ礁を赤土から守る~ 郁文館高等学校

○後藤ちえり, 舞床咲理華, 渡邊あゆか

P11 糖鎖ポリマーを用いた標的指向性を持つ ナノゲルの作成と免疫治療への展開 東京理科大学大学院 理学研究科 〇奥田裕樹,大澤重仁,大塚英典

P12 温度応答性高分子 pNIPAAm をマイクロパターン化したスフェロイド培養基板の作成とスフェロイドの非侵襲的回収東京理科大学 大学院理学研究科 〇手島 涼太,大澤 重仁,大塚 英典

### 編集後記

令和5年(2023年)8月,5年ぶりに海外渡航しました。フランクフルトフランクフルト大学(Johann Wolfgang Goethe-Universität Frankfurt am Main)で開かれた International Conference on Organized Molecular Films (LB 18) への出席のためです。最後に海外渡航したのが2018年7月の米国ニューヨークで,まさか,その後,長期間海外渡航のない日々を送るとは思ってもみませんでした。フランクフルトは,ドイツ国内の工業・商業の中心地であるため,観光客と思われる方以外にも,スーツを着たビジネスマンも多く見かけました。筆者が滞在していた8月中旬は,当地としては,とても暑く,最高気温は30℃ほどでしたが,酷暑の日本からですと,避暑に近い気温で,快適でした。また,殆どマスクをした人もおらず,いたって平穏に時が流れており,僅か2~3年前のコロナ禍の状況が嘘のようでした。今後,ごく普通に国際交流ができる状況が続くことを願っています。

(浜松医科大学 三浦康弘)

