

僕は論文をこう書いてきた —ラボノートから論文を生みだす—



理学研究科化学専攻

金森 主祥

金森 主祥（かずよし） 37歳

- ❖ 理学研究科化学専攻無機物質化学
- ❖ 修道高校（広島市）出身
- ❖ 専門：無機・高分子材料、多孔体
- ❖ 原著論文72報、総説7報（国際誌のみ）
- ❖ 趣味：テニス、ギター
- ❖ 好きなもの：麺類、ビール
- ❖ 1児の父

本日のテーマ：なぜ、どのように論文を書くのか

A paper is an organized description of hypothesis, data and conclusions, intended to instruct the readers.

If your research does not generate papers, it might just as well not have been done. “Interesting and unpublished” is equivalent to “non-exist”.

A paper is not just an archival device for storing a completed research program; it is also a structure for *planning* your research in progress.

実験の計画を立てる＝論文発表までイメージしながら

①研究の目的、内容を決める

・・・多くの場合は指導教員と相談して研究内容を決めます。これまでにどのような未解決問題があり、それを解決するにはどのような研究を行えば良いのか。研究のおおまかなゴールはどこか？

僕たちの例：シリカエアロゲルは高断熱性など有用な特性を示すが、非常に脆いので作るのが難しい。簡単に作るにはどうすれば良いか？もっと強度の高いゲルを作ろう。超臨界流体を使わずに乾燥できるようにすれば良いなあ。

②実験方法、内容を決める

・・・これも指導教員と相談しながら決めます。無闇に実験しても仕方ないですが、実験化学では考えすぎる前に手を動かしてみるのも重要。実際に実験を始めてからは、先輩学生などなるべく多くの人と相談してみよう。

僕たちの例：前駆体を替えて作ってみよう。純シリカではなく有機-無機ハイブリッドにしてはどうか？ハイブリッドといえば前駆体はMTMSが良いだろう。でもこれを使ってゲルを作る場合はどうすれば良いかな？pH制御だけで作れるかな？添加剤が必要かな？

③常に論文発表、学会発表を意識する

・・・最初は想像が付きにくいと思いますが、発表時期・内容を意識しながら実験を進めると効率的です。（研究は決して完成しない）

科研費の申請書に見る研究計画の立て方

①研究の目的

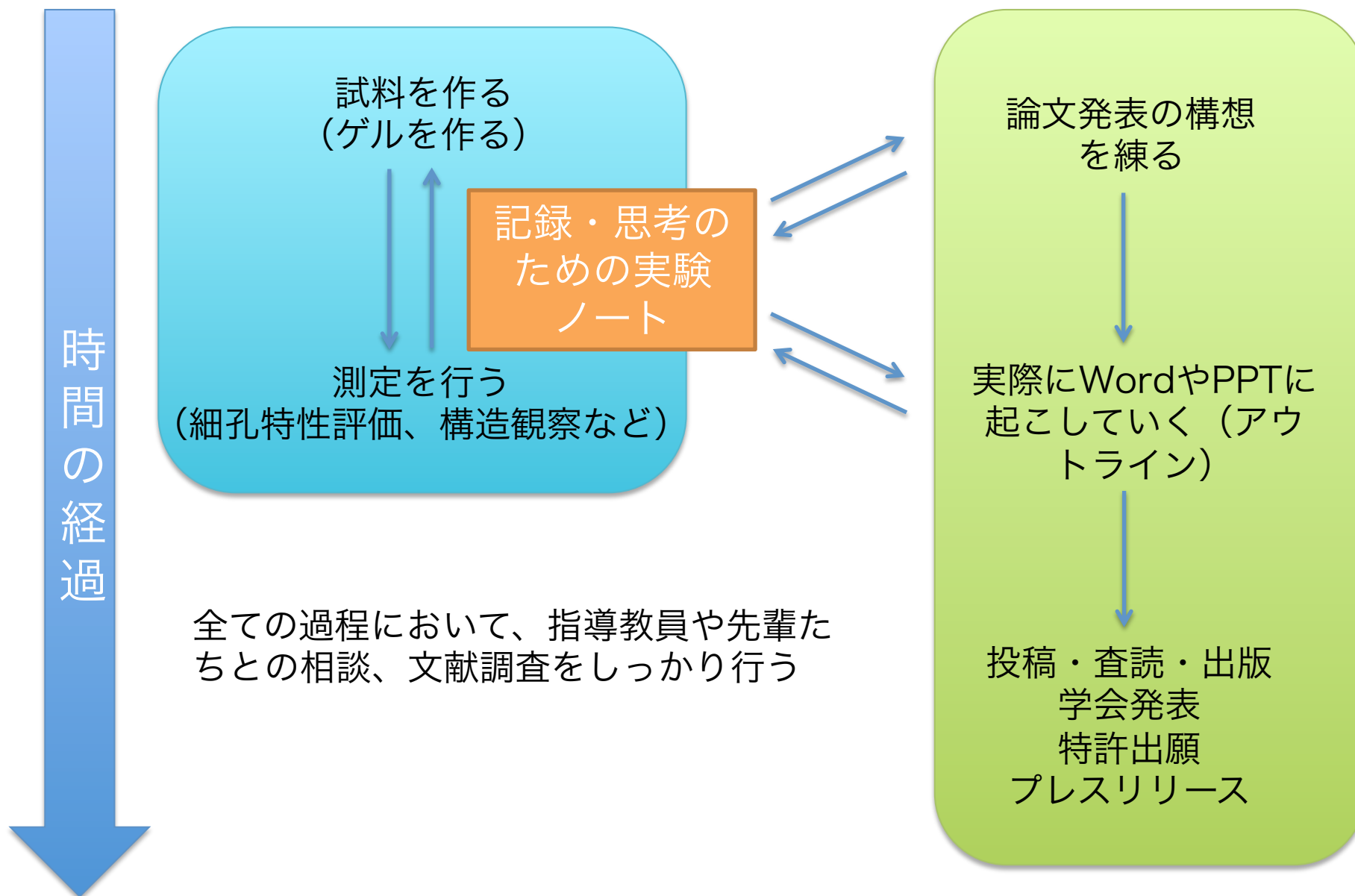
- 研究の学術的背景（本研究に関連する国内・国外の研究動向及び位置づけ、応募者のこれまでの研究成果を踏まえ着想に至った経緯、これまでの研究成果を発展させる場合にはその内容等）
- 研究期間内に何をどこまで明らかにしようとするのか
- 当該分野における本研究の学術的な特色・独創的な点及び予想される結果と意義

②実験計画・方法

研究目的を達成するための具体的な研究計画・方法について、冒頭にその概要を簡潔にまとめて記述した上で、平成XX年度の計画と平成XX年度以降の計画に分けて、適宜文献を引用しつつ、焦点を絞り、具体的かつ明確に記述してください。ここでは、研究が当初計画どおりに進まない時の対応など、多方面からの検討状況について述べるとともに、研究計画を遂行するための研究体制について、研究分担者とともに行う研究計画である場合は、研究代表者、研究分担者の具体的な役割（図表を用いる等）、学術的観点からの研究組織の必要性・妥当性及び研究目的との関連性についても述べてください。

また、研究体制の全体像を明らかにするため、連携研究者及び研究協力者（海外共同研究者、科研費への応募資格を有しない企業の研究者、大学院生等（氏名、員数を記入することも可））の役割についても必要に応じて記述してください。

研究の進め方～ひとつの例



実験ノートの取り方＝書き方は自由

学生実験ノートの例

- 左ページに実験計画、右ページに実際の操作について書く
- 取り扱う試薬、器具の扱い方もあらかじめ調べておく
- 実験の目的は明確に書く
- 実験中の観察事項、時間的経過は詳細に書く

濃硫酸 (98%, d = 1.83) 25 ml 0.45 mol
 希硫酸 (63%, d = 1.40) 15 ml 0.21 mol
 ベンゼン 15 g 0.19 mol

$25 \text{ ml} \times 0.98 \times 1.83 \div 98 = 0.45 \text{ mol}$
 $15 \text{ ml} \times 0.63 \times 1.40 \div 63 = 0.21 \text{ mol}$
 $15 \text{ g} \div 78 = 0.19 \text{ mol}$

試薬の性状

	MW	d	BP	mp	H ₂ O	EtOH	Et ₂ O
ベンゼン C ₆ H ₆	78	0.879	80	5.5	不	∞	∞
ニトロベンゼン C ₆ H ₅ NO ₂	123	1.202	210	5.7	難	溶	溶
エーテル (C ₂ H ₅) ₂ O	74	0.719	34	7.5	∞	—	—

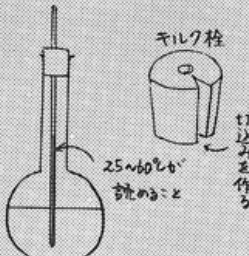
ニトロベンゼン(劇物、腐食性), エーテル(引火性注意)

実験計画

1) ニトロ化

- (i) 300 ml 丸底フラスコに切込みのあるコレックと温度計を固めりに入る。
- (ii) 氷浴をつくる。洗面器に研いた氷を入れる。湯浴もつくる。ウォーターパスを湯浴とフラスコを接続しておく。
- (iii) フラスコに水 4 ml を入れ氷浴で冷却し、濃硫酸 25 ml をゆっくり加え冷却する。
- (iv) 混酸の入ったフラスコにベンゼン 15 g を加え温度計を差し込みまねしながら 55 ~ 60 °C で反応させる。発熱して 60 °C 以上になると氷浴につけて冷却。
- (v) 7 ~ 8 分すると温度が下り始めると湯浴につけて 60 °C に保ちながら約 10 分間反応させる。
- (vi) 反応後、フラスコを氷浴で 25 °C にした後、水 75 ml を加え冷却する。

◎ 発熱がはげしいので注意のこと。反応前に氷浴と湯浴を準備のこと。



実験 5 ニトロベンゼンの合成 10月9日 晴

1. 目的
 ベンゼンを混酸(HNO₃・H₂SO₄ = 1:2)によってニトロ化しニトロベンゼンをつくる。
 また本実験で試薬の性質の操作を習得する。

ニトロ化の反応機構

$$\text{HONO}_2 + 2 \text{H}_2\text{SO}_4 \rightleftharpoons \text{H}_3\text{O}^+ + 2 \text{HSO}_4^- + \text{NO}_2^+ \quad (1)$$

$$\text{NO}_2^+ + \text{C}_6\text{H}_6 \xrightarrow{\text{slow}} \text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2 + \text{H}^+ \quad (2)$$

$$\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightleftharpoons \text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4 \quad (3)$$

カリウムパー「有機化学」P.435
 上記のようにこの反応はニトロニウムイオンが芳香族親電子置換反応で(2)式の反応が律速段階である。

2. 実験

(1) ニトロ化

H ₂ O	6 ml	
conc. H ₂ SO ₄	25 ml	0.45 mol
conc. HNO ₃	15 ml	0.21 mol
C ₆ H ₆	15 g	0.19 mol

混酸をつくり、10 °C に冷却してベンゼンを加えて反応を開始。

時間	室温	観察事項
10時 34分	41 °C	発熱しないので少しあたたかめに冷却する。
37分	60 °C	温度が上がったので氷浴につけて60 °C に保つ。
45分	58 °C	温度が上がり始める。氷浴から出してほぐし振りまぜる。
50分	45 °C	振りまぜても発熱しなくなると90 °C の湯浴につけて60 °C にする。
55分	60 °C	湯浴につけて60 °C に保つ。
11時 17分	60 °C	60 °C で10分以上経過したので放冷する。

反応後、氷浴で冷却しながら水 75 ml を徐々に加える。反応液は淡黄色で油層がエに分れる。強い臭いがする。標品のニトロベンゼンと同じ臭で、反応はうまくいったようである。

22

(2) ニトロベンゼンの抽出

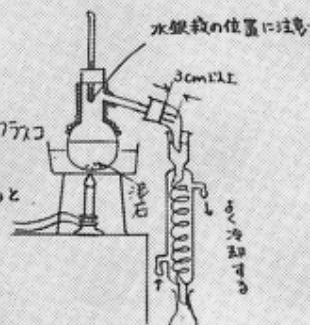
注意 エーテル使用時はバーナーの炎を消すこと。
抽出時、振り混ぜた後、上を向けてコックを閉じ、その圧を出すこと。エーテルが吹き出す。

- (i) 反応液(約135 ml)の約半分をエーテル30 mlと共に分液漏斗(200 ml)に入れ、十分振り混ぜた後、水層を三角フラスコにとる。
- (ii) 残りの反応液をエーテルの入った分液漏斗に入れ振り混ぜて水層を分離し、上記のものと一緒にエーテル層は別のフラスコにとる。
- (iii) 水層を分液漏斗に入れエーテル10 mlで抽出し水層を分離しエーテル層を上記と一緒に取る。

[中略]

(3) ニトロベンゼンの蒸留

- (i) 蒸留フラスコのクビにアスベスト紐を巻き右図のようにセットする。
- (ii) 抽出したエーテル層(約60 ml)を蒸留フラスコに入れて沸石を入れ、湯浴で加熱する。バーナーの炎は小さく、沸とうが激しくなると消すこと。



[中略]

理論収量の計算

$$123 \times 0.19 (\text{2L}) = 23.4 \text{ g}$$

$$\begin{array}{r} 123 \\ \times 0.19 \\ \hline 1107 \\ 123 \\ \hline 23.37 \end{array}$$

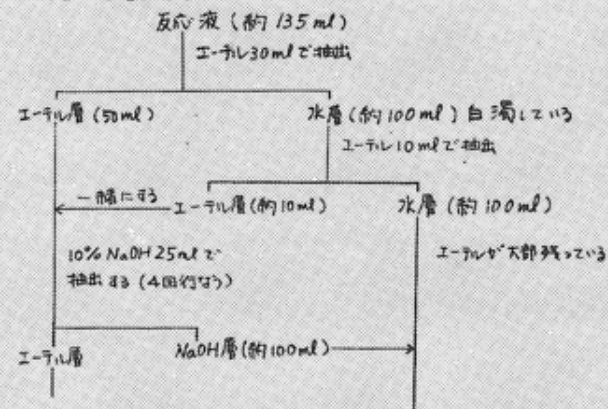
ニトロベンゼンの bp をしらべること

$$\begin{array}{r} 17.1 \text{ g} = 23.4 \text{ g} \times 0.73 \\ 23.4 \times 0.730 \\ \hline 17.1 \\ 1638 \\ \hline 720 \\ 702 \\ \hline 180 \end{array}$$

[以下略]

- 数量的な記録は測定していない場合でも目安を書いておくといい
- 実験中に気づいたことはなるべく書いておく

(2) ニトロベンゼンの抽出



[中略]

(3) ニトロベンゼンの蒸留

留分	bp	受容器の目方	収量
1	120°~195°	30.5 g	微量
2	195°~205°	32.5 g	0.8 g
3	205°~213°	47.2 g	16.3 g
残渣		218.4 g	2.1 g

受容器の目方をほかのこぼれたので液を移した後、乾かし秤量した。蒸留の前に測っておくこと。

	受容器の目方	収量
第2留分	32.5 g	31.7 g
第3留分	47.2 g	30.9 g

第2、第3留分共にニトロベンゼンと考えられるので収量は17.1 g
ニトロベンゼンの収率 = $17.1 \text{ g} \div 23.4 \text{ g} \times 100 = 73.0\%$

4. まとめ

- (1) 収率が予想より低かった。その原因は水を入れすぎたが、発熱の状態から反応は十分進んだと考えられるので、蒸留残渣を99°Cで蒸留し、ためと、抽出時にエーテルが水層に残ったためと

[以下略]

私的・理想的な研究実験ノート

Page:
 Date: XXX年XX月XX日 MTMSの5のイソプロピル
 合成

晴れ, 25.1°C, 49% Page:
 Date:

- シリカエポキシレジンの硬化剤と超臨界乾燥機を用いて作製する
- 前駆体としてトリアロキシシランでは小さく多孔質材料を調製する (MTMS)
- J. Non-Cryst. Solids xxx, xxx (xxx) に基づく温度-濃度2段階反応を用いる。ただし、均一にpHを上げ、均一に反応を進行させることとする。

5mm HOAc/ml 尿素/g	MTMS/ml
M10-1 10 0.5001	5
M10-2 10 1.0011	5
M10-3 10 2.0008	5

MTMSは信越化学 LS-530 を使用した。

HOAc, 尿素を秤取り, 室温で攪拌し、
L10からMTMSを加えた。
5分後 溶液がやや混濁し、均一となった。
計30分間攪拌を続けた。

11:30 ~ 24Lの容器に移し、60°Cの恒温槽へ移した。

15:02 全ての試料がゲル化した。

XX月XX日 11:30 エンジンが終了した。あらかじめ用意しておいた××L (100 ml) 中に移し、60°Cで洗浄を開始した。

15:00 ××Lを交換した。

18:30 2-700 mlの容器に交換した。

XX月XX日 9:00 2-700 mlの容器に交換した。

XX月XX日 9:00 40°Cの恒温槽中で乾燥を開始した。

XX月XX日 9:00 乾燥を終了し、密度を測定した。

XX月XX日 0.150 g/cm³であった。
UV/Vis 測定を行った。
圧縮試験を行った。

XX月XX日 FTIR, ラマン 測定を行った。
N₂吸脱着測定を行った。

- 他人が読んでも再現できるように書く
- 日付、タイトル、温湿度、天気を必ず書く
- 左ページに目的や実験内容、右ページに行った操作を時系列で書くと良い
- 実験の目的はできるだけ詳しく、参考文献があれば書いておく
- 必要に応じて反応式や図表を使う
- 後日行った測定など追加の実験に関しても右ページに記載のうえ、別ページに詳細を記す
- 思いついたことはなるべく詳しく書き残しておく

レポートと論文＝読み手の立場になって書こう

レポート・・・自分が行った実験、理解したことを示したい。そして単位が欲しい。

❖ **読み手は内容を把握している**
テキスト通りの実験がなされているか、的確にそれが報告できているかを見ています！

❖ **簡潔さが大事**
内容についてはほとんど100%既知なので、簡潔に書くのが吉。体裁はちゃんと整える。

❖ **書式は指示通りに**
学生実験担当の先生から指示があるはずです。

学術論文・・・自分が得た新しい発見を知って欲しい。科学者としての務め。名誉欲？

❖ **読み手は内容を知らない**
内容に興味をもった人が詳しく読みます。読み手が欲しい情報を報告する必要があります。

❖ **簡潔・丁寧に書く**
簡潔さはもちろん、議論の中心となる点に関しては、文献を引用しながら丁寧に書く必要があります。

❖ **書式は指示通りに（厳密）**
雑誌によって要求される書式に合っていないと突き返される場合も。

学生実験レポートの例

目的、実験方法、結果、考察、結論、参考文献からなる。実験方法と結果、あるいは結果と考察はまとめて書いても良い。

レポート例 無機定性分析実験

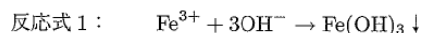
Date 5/23 (水) Faculty 総合人間 Class ①H3 Name 京大太郎 No. A01N

題名 Fe^{3+} , Al^{3+} の基本反応

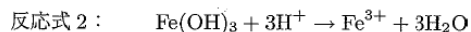
目的 第 III 属カチオンである Fe^{3+} , Al^{3+} の基本的性質を理解し、これらの分離および確認反応を行う。この実習を通じて、スポイト、万能 pH 試験紙の使用法や遠心分離の方法など、無機定性分析の基本技術を習得する。

方法と結果 遠心管に 0.1 mol/L $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 水溶液 10 滴を取り、蒸留水を加えて 2 mL とした。3 mol/L NaOH 水溶液 6 滴を加えると溶液の上層部が赤褐色に濁った (反応式 1)。よく攪拌した後、……沈殿 P1 に 6 mol/L HCl 水溶液を 1 滴加え、加熱、攪拌すると溶解し、明黄色の均一溶液となった (反応式 2)。蒸留水を 2 mL 加えて希釈した後、呈色反応皿の二つの凹部に 1 滴ずつ取った、……。

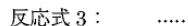
考察 方法と結果に記した反応の反応式は以下の通り表される。



第 III 属カチオンである Fe^{3+} は、NaOH 水溶液を加えると難溶性水酸化物となって沈殿する。 Fe^{3+} は中性アルカリ性いずれの場合にも……。



……。このとき、溶解するための酸として HCl 水溶液を用いたので、 FeCl_4^- , FeCl_6^{3-} などの錯イオンが生じ、溶液は黄色になったと考えられる。



$\text{Al}(\text{OH})_3$ の沈殿を完成させる実験で用いた NH_3 水溶液と NH_4Cl 水溶液の混合溶液は緩衝液であり、以下の反応式のように、外部から添加された H^+ や OH^- を消費する働きがあり、溶液の pH を一定に保つことができる。



Al^{3+} の確認反応として行ったアルミノン反応は、 $\text{Al}(\text{OH})_3$ の沈殿にアルミンが吸着されてレーキを生成したものであり、……。

レポート例 容量分析実験

Date 5/23 (水) Faculty 総合人間 Class ①H3 Name 京大太郎 No. A01N

題名 酸塩基滴定

目的 酸塩基滴定の原理を学ぶとともに、その実験操作法を習得する。同時に、測定値の信頼性を吟味し、その取り扱いを学ぶ。

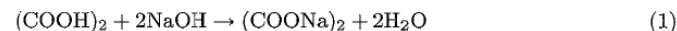
方法 標準溶液には共通試薬のシュウ酸標準溶液 (0.05000 mol/L) を用いた。滴定液には……。

まず、NaOH 水溶液の標定を行った。シュウ酸標準溶液 10.00 mL をビーカーに取り、フェノールフタレイン指示薬を数滴加えたものに、NaOH 水溶液を滴下した。終点は反応液が無色透明から淡紅色に変化し、かき混ぜても退色しない点とした。この操作を 5 回行い、平均値を求めた。次に、……。

結果 表 1 に NaOH 水溶液の標定結果を示す。

表1 NaOH水溶液の標定

	1回目	2回目	3回目	4回目	5回目	平均
NaOH滴下量 (mL)	10.08	10.11	10.09	10.10	10.12	10.10



$$2(0.05000 \times 10.00) = X \times 10.10 \quad X = 0.09901(\text{mol/L}) \quad (2)$$

シュウ酸と NaOH の反応式は式 1 であるので、式 2 より NaOH 水溶液の濃度は有効桁数を考慮すると 9.901×10^{-2} mol/L となる。次に、……。

考察 今回の実験結果の妥当性について考察する。NaOH 水溶液の標定に関して表 1 に示したデータから計算される標準偏差は……。また、HCl 水溶液の滴定に関しては……。

次に、今回使用した指示薬について考察する。この実験ではシュウ酸と NaOH の中和滴定および HCl と NaOH との中和滴定を行った。その中和点付近における pH の変化を調べると……。

参考文献 浅田誠一他, 定量分析, 技報堂出版, p.34, 2001.

「基礎化学実験 第2版」共立出版 (2013) より

Cite this: *RSC Advances*, 2012, 2, 7166–7173

www.rsc.org/advances

PAPER

Role of block copolymer surfactant on the pore formation in methylsilsesquioxane aerogel systems

Masayuki Kurahashi,^a Kazuyoshi Kanamori,^{*a} Kazuyuki Takeda,^a Hironori Kaji^b and Kazuki Nakanishi^a

Received 27th April 2012, Accepted 31st May 2012

DOI: 10.1039/c2ra20799k

Transparent and low-density methylsilsesquioxane (MSQ, CH₃SiO_{1.5}) aerogels can be obtained solely from methyltrimethoxysilane (MTMS) by a one-pot two-step process under the co-presence of surfactant. In the present study, we have systematically investigated the effects of the molecular structure of triblock copolymer-type nonionic surfactants PEO-*b*-PPO-*b*-PEO (PEO and PPO denote poly(ethylene oxide) and poly(propylene oxide) units, respectively) on the properties of the resultant MSQ aerogels. Macroscopic phase separation of hydrophobic MSQ networks from polar solvent occurs when no surfactant is employed, which results in macroporous opaque aerogels. In contrast, a co-presence of appropriate surfactant effectively suppresses the phase separation and yields transparent aerogels after supercritical drying. By employing various surfactants having different molecular weight and PO/EO ratio, the mechanism of suppression of phase separation or pore formation is discussed in detail. *In situ* ¹H NMR suggests that the PO units of surfactant interact with the hydrophobic MSQ network enriched with methyl groups and make the MSQ network hydrophilic by extending EO chains toward the aqueous solvent in the late phase of gelation, until which hydrogen bonding dominates between the Si-OH groups of polymerizing MSQ and the ether oxygens of the EO unit. Through the comprehensive understanding of the role of surfactant, the strategy for rational design of MSQ aerogel materials has become developable.

Introduction

Rational and controlled design of porous materials prepared in liquid media requires sufficient understanding of chemical reactions and interactions of components through the pore formation process in solution. For instance, typical mesoporous materials are prepared under the controlled hydrolysis–polycondensation reaction of metal alkoxides with the aid of co-assembly of surfactant.¹ Attractive interaction between polymerizing inorganic species and surfactant through electrostatic interaction or hydrogen bonding is essential for the formation of mesopores with ordered periodicity and tunable properties in these materials.^{1–4}

Amongst various porous materials prepared in liquid media such as sol–gel materials, aerogel materials are another unique representative with very high porosity (~90%) and are gaining increasing attention due to their unique features, wide variety of chemical compositions, and potential applications to energy-related materials as detailed below.^{5–7} While aerogels in various chemical compositions, such as inorganic oxides, hybrids,

organic polymers, and carbons, have been reported since the aerogel was first prepared in more than 80 years ago,⁸ silica aerogels remain at the heart of most active research. The silica aerogels possess a lot of interesting properties such as high optical transparency, high specific surface area, low acoustic/thermal conductivity, low refractive index, and low dielectric constant. Extended applications therefore have been expected or established for such as Cherenkov counters, low-*k* materials, cosmic dust collectors, catalyst supports, electrodes, and transparent thermal insulators.^{5–7,9,10} In particular, for more efficient use of energy, the demand for aerogel thermal insulators with lower thermal conductivity than the conventional ones such as glass wools and polymer foams is rapidly increasing due to the urgent global energy-related issues.

Their unique features are derived from distinct porous structures consisting of ~10 nm particles forming a “string of pearls”-type structure represented by 30–50 nm pores. However, the fatal problem associated with the lack of mechanical durability, which originates from the above-mentioned structural features, still remains. To resolve this problem, much work has been done; extensive aging in a mother solution, in a monomer solution, or in water,^{11–13} hybridization with organic polymers,^{14–16} etc. Organic–inorganic hybridization using organotrialkoxysilanes such as methyltrimethoxysilane (MTMS) as the single or co-precursor with tetraalkoxysilane, is a promising facile way to obtain mechanically durable and flexible aerogels

Abstract : 論文の要旨をまとめたもの。タイトルを見て興味をもった読者はまずここを読む。執筆順序としては最後に書く。

Introduction : 導入部。なぜこの研究を行ったのか？適宜文献を引用しながら、研究の背景・動機を丁寧に書く。特に最初の一文は大事だとよく言われます。

^aDepartment of Chemistry, Graduate School of Science, Kyoto University, Kitashirakawa, Sakyo-ku, Kyoto 606-8502, Japan. E-mail: kanamori@kuchem.kyoto-u.ac.jp; Fax: +81-75-753-7673; Tel: +81-75-753-7673

^bInstitute for Chemical Research, Kyoto University, Uji, Kyoto 611-0011, Japan. E-mail: kaji@scl.kyoto-u.ac.jp; Fax: +81-774-38-3149; Tel: +81-774-38-3149

and xerogels.^{17–19} These hybrid siloxane materials (silicone resins in other words) give flexible networks derived from inorganic frameworks with reduced crosslinking density and integrated organic moieties. However, only turbid aerogels and xerogels had been reported with the increasing ratio of organotrialkoxysilane due to the undesirable cyclization reactions and macroscopic phase separation from polar solvents. Our group for the first time synthesized transparent aerogels from MTMS as the single precursor by using a surfactant to suppress the phase separation of hydrophobic MTMS-derived condensates, and urea as an *in situ* base-releasing catalyst to increase homogeneously the solution pH to promote polycondensation.^{20–24} Two kinds of surfactant, cationic *n*-hexadecyltrimethylammonium salts (CTAB for bromide and CTAC for chloride) and nonionic poly(ethylene oxide)-*block*-poly(propylene oxide)-*block*-poly(ethylene oxide) (PEO-*b*-PPO-*b*-PEO) triblock copolymer (Pluronic F127: EO₁₀₆PO₇₀EO₁₀₆) are found to effectively suppress the phase separation, leading to transparent methylsilsesquioxane (MSQ, CH₃SiO_{1.5}) aerogels. Owing to the flexibility and high strength against compressive stress in these MSQ aerogels, low-density and transparent MSQ *xerogels* can also be obtained by simple evaporative drying under ambient conditions, which significantly reduces the production cost, and extended applications are highly expected.

For a perspective on and rational design of these scientifically and technologically important materials, it is indispensable to understand the role of surfactant in the course of gelation and pore formation. In the case of tetraalkoxysilanes such as tetramethoxysilane (TMOS), CTAB is known to interact with the silica domain by settling the polar head groups toward silica,²⁵ while PEO-*b*-PPO-*b*-PEO type triblock copolymers (typically P123 and F127) make hydrogen bonding between the silanol groups (Si-OH) and the ether oxygens of EO units.²⁶ In contrast, since MTMS possesses hydrophobic organic groups (-CH₃), the MSQ condensates are basically more hydrophobic compared to TMOS-derived silica gels with abundant silanol groups. In addition, it is expected that the interaction mechanisms of MTMS and the surfactant are more complicated because the hydrolyzed monomers and oligomers possess a lot of silanol groups but increase hydrophobicity with the progress of polycondensation, which proceeds with the consumption of silanol groups. In the case of block copolymers in particular, the suppression mechanism of phase separation, or interaction between MSQ condensates and surfactant, has been still unclear. In this study, we prepared aerogels from MTMS with a variety of triblock type surfactants (Pluronic F127, Synperonic F108, Pluronic F68, Synperonic P105, Pluronic L35 and Pluronic P123; properties listed in Table 1),^{27,28} and systematically

investigated the changes in the properties of the obtained aerogels. Also, *in situ* ¹H NMR is employed to obtain time-resolved information on each chemical component during polycondensation. The goal of this work is to clarify the interaction mechanism between MSQ and the nonionic surfactants during the condensation reaction for a better design of low-density and transparent MSQ aerogels and xerogels materials.

Experimental

Materials

Acetic acid was purchased from Kishida Chemical Ltd. (Japan). Distilled water and urea were from Hayashi Pure Chemical Ltd. (Japan). All triblock copolymer type surfactants (Pluronic F127, Synperonic F108, Pluronic F68, Synperonic P105, Pluronic L35 and Pluronic P123) and methyltrimethoxysilane (MTMS, 98%) were from Sigma-Aldrich Co. (USA). All reagents were used as received.

Preparation of aerogels

In a glass tube, 10 mL of 5 mM aqueous acetic acid, a given amount of surfactant and 3.0 g of urea were mixed. The solution was stirred until the sol became homogeneous, and then 5 mL of MTMS was added to the vial under vigorous stirring. After 30 min stirring at room temperature for hydrolysis, the sol was transferred into a polystyrene mold for gelation. Gelation and aging for 4 d in a 60 °C oven were followed by washing with methanol and solvent exchange with 2-propanol at 60 °C, each for three times. Finally, CO₂ supercritical drying at 80 °C under 14 MPa for 10 h was conducted to obtain dried aerogel samples.

Characterization

Bulk density was calculated from the weight/volume ratio of the aerogel samples. Linear shrinkage was calculated from the ratio of the dimension of the dried samples to that of the mold used for gelation. For light transmittance measurement, UV-VIS spectrometer V-670 (JASCO Co., Japan) equipped with an integrating sphere ISN-723 was used, and direct-hemispherical transmittance at 550 nm was normalized to the value of 10 mm thickness by the Lambert-Beer equation. The microstructure of the samples was observed with a field-emission scanning electron microscope (FE-SEM, JSM-6700F, JEOL Ltd., Japan) in the nanometer range and with SEM (JSM-6060S, JEOL Ltd., Japan) in the micrometer range. Thermal analysis was carried out with a thermogravimetry-differential thermal analysis system (TG-DTA) (Thermoplus TG 8120, Rigaku Corp., Japan) at a heating rate of 5 °C min⁻¹ under an air flow.

Table 1 Physical properties of triblock copolymers employed in this study

Surfactant	Molecular structure	Molecular weight	PO/EO ratio	HLB value ^a	Typical appearance of obtained gel
P123	EO ₂₀ PO ₇₀ EO ₂₀	5750	1.75	7–12	Opaque
P105	EO ₃₇ PO ₅₆ EO ₃₇	6500	0.76	12–18	Transparent
L35	EO ₁₁ PO ₁₆ EO ₁₁	1900	0.73	18–23	Opaque
F127	EO ₁₀₆ PO ₇₀ EO ₁₀₆	12600	0.33	18–23	Transparent
F108	EO ₁₃₂ PO ₃₀ EO ₁₃₂	14600	0.19	> 24	Transparent
F68	EO ₇₈ PO ₃₀ EO ₇₈	8400	0.20	> 24	Transparent

^a Hydrophile-lipophile Balance.²⁷

Experimental：実験方法。
他者が再現できるように忠実・正確に書く。使った試薬のグレード、製造メーカー、機器分析装置の型式、メーカーなど詳細も。

NMR experiments

Liquid-state ^1H NMR was performed on a Bruker Avance III 600US Plus operating at frequencies of 600.13 MHz, and the chemical shift was referenced to ^1H of sodium 3-(trimethylsilyl)propionate-2,2,3,3- d_4 (TSP- d_4). To prepare the samples, deuterium oxide (99.990%, Sigma-Aldrich Co., USA) was used instead of water to avoid spectrum overlap. The hydrolyzed solution was placed in a probe fixed at 60 °C, and a series of the spectrum was recorded at predetermined time intervals.

Solid-state ^{29}Si CP/MAS NMR experiments were performed on an OPENCORE NMR at 59.50 MHz.^{29,30} The chemical shifts were referenced to silicon in tetramethylsilane. The contact time for the cross polarization was fixed at 10 ms and the rate of sample spinning was set to 8.7 kHz. The sample was dried at 60 °C under ambient pressure without washing, followed by drying under vacuum at 60 °C before measurement, to completely remove water inside the pores.

Results and discussion

Before going into discussion on the effects of surfactants, we briefly introduce the notation of surfactants. Following the nomenclature of the original manufacturer (BASF, Germany), the letter before their number in the names shows the physical state at room temperature; liquid (L), paste (P) or flake (F). The first one or two digit(s) are related to the molecular weight of the PO blocks in each molecule as shown in the vertical axis in Fig. 1. The last digit shows one-tenth of wt% of EO content in each molecule. For example, F108 and F68 are both in flake, and have the same digit "8" at the end of their name, which means both of them have 8 wt% of ethylene oxide in each molecule with longer PO units for F108.

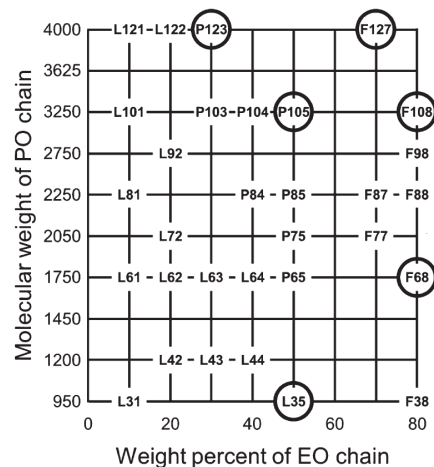


Fig. 1 The Pluronic grid.^{27,28} Surfactants used in this study are indicated by the circles.

Changes by concentration of surfactant F108

While only opaque monolithic gels which consist of particle aggregates of micrometer size are obtained without any surfactant as the result of phase separation of MSQ networks from aqueous solution,²³ it is already known that an appropriate triblock copolymer surfactant effectively suppresses the phase separation. However, it has not been investigated in detail how the porous morphology and molecular-level structures in the MSQ gels change in the co-presence of surfactants with different EO/PO ratios and molecular weights. Fig. 2 shows the changes in light transmittance, bulk density and total shrinkage during both aging and supercritical drying processes in the aerogels prepared with F108. Based on the weight of F108, the variation tendency of the properties can be divided into three different regions.

In region (1), light transmittance increases with increasing amount of surfactant and the size of the porous structure becomes finer; from tens of micrometers to less than a hundred nanometers, as shown in Fig. 3a-c. Without any surfactant, as described above, only opaque macroporous gels were obtained due to the micrometer-scaled phase separation of hydrophobic condensates from the polar aqueous solvent. With increasing amount of surfactant, the domain size becomes smaller and visible light scattering is reduced due to the suppression of phase separation.

In region (2), transparency decreases and bulk density increases. In this region, shrinkage of the gel samples is higher,

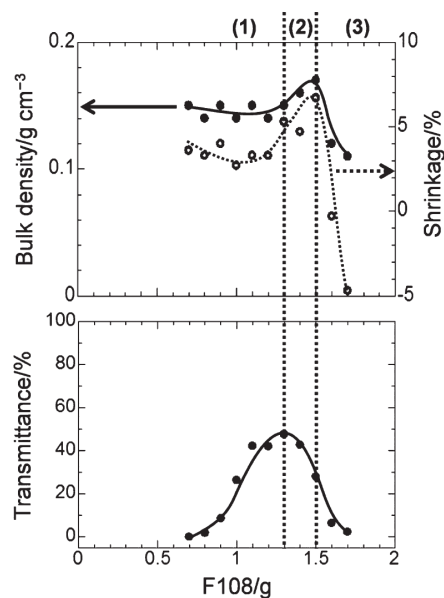


Fig. 2 Changes in light transmittance, bulk density and shrinkage with the amount of F108.

Results and discussion :
 結果と考察。分かりやすい見出しを付け、図表や式をうまく使いながら書く。丁寧な、でも簡潔に。あまり長い文章を書くのは良くない。(読みにくくなる)

related to $-\text{OCH}_2-$ in EO and PO (larger contribution from EO⁴⁰) near 3.6 ppm is only slightly decreased and broadened, sharp peaks can still be seen in the Figure compared to the methyl groups in the MSQ networks and PO units mentioned above. This shows that most of the EO units are not tightly restrained near the gel networks by hydrogen bonding during and after the gelation. That is, EO units are away from the MSQ networks and exposed toward the solvent phase while a large part of PO units exist near the MSQ networks presumably through hydrophobic interaction when they come close to the gel point.^{33–35} The interaction mechanism between MTMS-derived condensates and triblock copolymers therefore changes from hydrogen bonding between silanols in the networks and ether oxygen in EO parts, to hydrophobic interaction between MSQ and PO parts with the progress of polycondensation. This mechanism agrees with the general trend that MTMS-derived condensates are relatively hydrophilic due to the abundant silanol groups in the earlier stage of polycondensation, and become increasingly hydrophobic because silanol groups are consumed to form siloxane bonds in the later stage.

Fig. 9 shows the solid-state ²⁹Si CP/MAS NMR spectra of the samples prepared with different amounts of F127. It can be seen from this Figure that T² species decrease, *i.e.* crosslinking density of the gels increases, with increasing amount of surfactant. The T³/T² area ratios are, respectively, 3.36, 4.54, 5.67, and 5.70 with increasing amount of F127. Since the macroscopic phase separation tendency of hydrophobic MSQ networks from the solvent becomes higher with decreasing F127, the networks are segregated from the solution in the earlier stage of polycondensation. Therefore more hydrogen bonding should remain at the onset of phase separation, which decreases the crosslinking density in the resulting gels. With a higher amount of surfactant, compatibility between MSQ oligomers and the polar solvent becomes higher, which allows more enhanced condensation of MSQ and a rather compact colloidal form of condensates would result. At the same time, the porous structures are formed, presumably through microphase separation of MSQ condensates from an F127-rich solution.²³ Therefore the addition of surfactant not only suppresses macroscopic phase separation

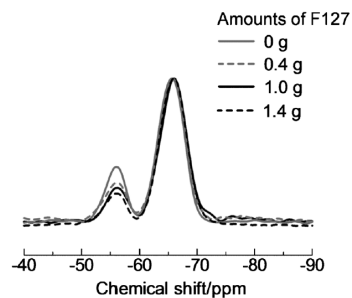


Fig. 9 Solid-state ²⁹Si CP/MAS NMR spectra of the samples prepared with different amounts of F127. These spectra are normalized with respect to the peak height of T³ (at -66 ppm).

but increases crosslinking density by enhancing the polycondensation. However, with an excess of F127 (or other surfactants except for L35 and P123), the resultant networks consist of entanglement of compact MSQ networks and abundant surfactant, which leads to swelling with alcoholic solvents as discussed above.

Conclusions

The changes in properties of MSQ aerogels are systematically investigated with different concentrations of triblock copolymer surfactant in the two-step sol-gel system of MTMS. Nonionic PEO-*b*-PPO-*b*-PEO triblock copolymers with different molecular weights and PO/EO ratios (or HLB value) are employed to investigate the effects on the phase separation behavior of the MTMS-derived networks from polar solvents. It is found that both molecular weight and PO/EO ratio give an important influence on the suppression of phase separation. Surfactants with high molecular weight and moderate PO/EO ratio, *i.e.* such as Pluronic P105, F127, F108 and F68, can effectively suppress phase separation because these molecules adsorb on the hydrophobic MSQ networks through hydrophobic interaction between MSQ and PO units with hydrophilic EO units exposed to the polar solvent. Transparent aerogels cannot be obtained from the surfactants which have a too-low molecular weight (L35) or too-high hydrophobicity (P123). The short surfactant cannot effectively interact with MSQ networks and exceeding hydrophobic surfactant is incorporated into the MSQ networks, both of which give less influence on the hydrophobicity of condensates.

Liquid-state *in situ* ¹H NMR measurement shows that the PO units of surfactant lose mobility on gelation, which suggests that PO units are constrained near the MSQ networks through hydrophobic interaction. The MSQ condensates are rather hydrophilic at the earlier stage of polycondensation (far before gelation), during which hydrogen bonding between silanols in condensates and EO units presumably dominates, in analogy with the silica systems. However, at the later polycondensation stage when the MSQ condensates have consumed most of the silanols, hydrophobic interaction in turn becomes predominant. It is also found from the solid-state NMR results that the presence of higher concentrations of triblock copolymers increase the crosslinking density of MSQ networks in addition to the suppression of phase separation.

Through understanding the role of surfactant in the MTMS-derived sol-gel system, a better design of low-density and transparent MSQ aerogels has now become possible, which will open the way to more extended applications of these unique porous materials.

Acknowledgements

Technician Ms Kyoko Ohmine at Institute for Chemical Research, Kyoto University is highly acknowledged for the measurements of liquid state NMR. The present work was financially supported by the Advanced Low Carbon Technology Research and Development Program (ALCA) from the Japan Science and Technology Agency (JST). Also acknowledged is the Grant-in-Aid for Scientific Research (Scientific Research (c) No.

Conclusions : 結論。実験で得られた結果を簡潔にまとめる。箇条書きでも良い。飛躍したことを書きすぎないこと。

Acknowledgments : 実験補助者、資金援助などへの感謝を忘れずに。

24550253 for K. K.) from the Ministry of Education, Culture, Sports, Science and Technology (MEXT), Japan.

References

- 1 G. J. A. A. Soler-Illia, C. Sanchez, B. Lebeau and J. Patarin, *Chem. Rev.*, 2002, **102**, 4093–4138.
- 2 Q. Huo, D. I. Margolese, U. Ciesla, D. G. Demuth, P. Feng, T. E. Gier, P. Sieger, A. Firouzi, B. F. Chmelka, F. Schüth and G. D. Stucky, *Chem. Mater.*, 1994, **6**, 1176–1191.
- 3 J. Frascch, B. Lebeau, M. Soudard and J. Patarin, *Langmuir*, 2000, **16**, 9049–9057.
- 4 D. Zhao, Q. Huo, J. Feng, B. F. Chmelka and G. D. Stucky, *J. Am. Chem. Soc.*, 1998, **120**, 6024–6036.
- 5 J. Fricke and T. Tillotson, *Thin Solid Films*, 1997, **297**, 212–223.
- 6 N. Hüsing and U. Schubert, *Angew. Chem., Int. Ed.*, 1998, **37**, 22–45.
- 7 A. C. Pierre and G. M. Pajonk, *Chem. Rev.*, 2002, **102**, 4243–4265.
- 8 S. S. Kistler, *Nature*, 1931, **127**, 741.
- 9 G. M. Pajonk, *Appl. Catal.*, 1991, **72**, 217–266.
- 10 L. W. Hrubesh, *J. Non-Cryst. Solids*, 1998, **225**, 335–342.
- 11 S. Hæreid, J. Anderson, M. A. Einarsrud, D. W. Hua and D. M. Smith, *J. Non-Cryst. Solids*, 1995, **185**, 221–226.
- 12 M.-A. Einarsrud, E. Nilsen, A. Rigacci, G. M. Pajonk, S. Buathier, D. Valette, M. Durant, B. Chevalier, P. Nitz and F. Ehbürger-Doll, *J. Non-Cryst. Solids*, 2001, **285**, 1–7.
- 13 G. Reichenauer, *J. Non-Cryst. Solids*, 2004, **350**, 189–195.
- 14 B. M. Novak, D. Auerbach and C. Verrier, *Chem. Mater.*, 1994, **6**, 282–286.
- 15 N. Leventis, C. Sotiriou-Leventis, G. Zhang and A.-M. M. Rawashdeh, *Nano Lett.*, 2002, **2**, 957–960.
- 16 M. A. B. Meador, E. F. Fabrizio, F. Ilhan, A. Dass, G. Zhang, P. Vassilaras, J. C. Johnston and N. Leventis, *Chem. Mater.*, 2005, **17**, 1085–1098.
- 17 N. Hüsing and U. Schubert, *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, 1997, **8**, 807–812.
- 18 H. E. Rassy and A. C. Pierre, *J. Non-Cryst. Solids*, 2005, **351**, 1603–1610.
- 19 A. V. Rao, S. D. Bhagat, H. Hirashima and G. M. Pajonk, *J. Colloid Interface Sci.*, 2006, **300**, 279–285.
- 20 K. Kanamori, M. Aizawa, K. Nakanishi and T. Hanada, *Adv. Mater.*, 2007, **19**, 1589–1593.
- 21 K. Kanamori, M. Aizawa, K. Nakanishi and T. Hanada, *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, 2008, **48**, 172–181.
- 22 K. Kanamori, K. Nakanishi and T. Hanada, *J. Ceram. Soc. Jpn.*, 2009, **117**, 1333–1338.
- 23 K. Kanamori, Y. Koderu, G. Hayase, K. Nakanishi and T. Hanada, *J. Colloid Interface Sci.*, 2011, **357**, 336–344.
- 24 K. Kanamori and K. Nakanishi, *Chem. Soc. Rev.*, 2011, **40**, 754–770.
- 25 N. Baccile, G. Laurent, C. Bonhomme, P. Innocenzi and F. Babonneau, *Chem. Mater.*, 2007, **19**, 1343–1354.
- 26 N. A. Melosh, P. Lipic, F. S. Bates, F. Wudl, G. D. Stucky, G. H. Fredrickson and B. F. Chmelka, *Macromolecules*, 1999, **32**, 4332–4342.
- 27 P. Alexandridis and T. A. Hatton, *Colloids Surf., A*, 1995, **96**, 1–46.
- 28 *Pluronic and Tetronic Surfactants* (Technical Brochure), BASF Corp., Parsippany, NJ, 1989.
- 29 K. Takeda, *Rev. Sci. Instrum.*, 2007, **78**, 033103.
- 30 K. Takeda, *J. Magn. Reson.*, 2008, **192**, 218–229.
- 31 M. Malmsten, P. Linse and T. Cosgrove, *Macromolecules*, 1992, **25**, 2474–2481.
- 32 D. Santhiya, G. Nandini, S. Subramanian, K. A. Natarajan and S. G. Malghan, *Colloids Surf., A*, 1998, **133**, 157–163.
- 33 L. M. A. van de Steeg and C.-G. Gölander, *Colloids Surf.*, 1991, **55**, 105–119.
- 34 C. G. P. H. Schroën, M. A. Cohen Stuart, K. van der Voort Maarschalk, A. van der Padt and K. van't Riet, *Langmuir*, 1995, **11**, 3068–3074.
- 35 R. J. Green, S. Tasker, J. Davies, M. C. Davies, C. J. Roberts and S. J. B. Tendler, *Langmuir*, 1997, **13**, 6510–6515.
- 36 J. A. Shar, T. M. Obey and T. Cosgrove, *Colloids Surf., A*, 1998, **136**, 21–33.
- 37 S. Yang, P. A. Mirau, C.-S. Pai, O. Nalamasu, E. Reichmanis, E. K. Lin, H.-J. Lee, D. W. Gidley and J. Sun, *Chem. Mater.*, 2001, **13**, 2762–2764.
- 38 P. A. Mirau and S. Yang, *Chem. Mater.*, 2002, **14**, 249–255.
- 39 P. M. Schaber, J. Colson, S. Higgins, D. Thielen, B. Anspach and J. Brauer, *Thermochim. Acta*, 2004, **424**, 131–142.
- 40 B. Alonso, F. Fayon, D. Massiot, H. Amenitsch, L. Malfatti, T. Kidchob, S. Costacurta and P. Innocenzi, *J. Phys. Chem. C*, 2010, **114**, 11730–11740.

References : 参考文献。Introductionやデータの解釈等で参考にした文献を列挙する。既知の事実なのに参考文献を引かずに書いてしまうと説得力に欠けるばかりか、盗作と見なされる場合も・・・

論文の種類、投稿先の決め方

論文の種類（代表的なもの）

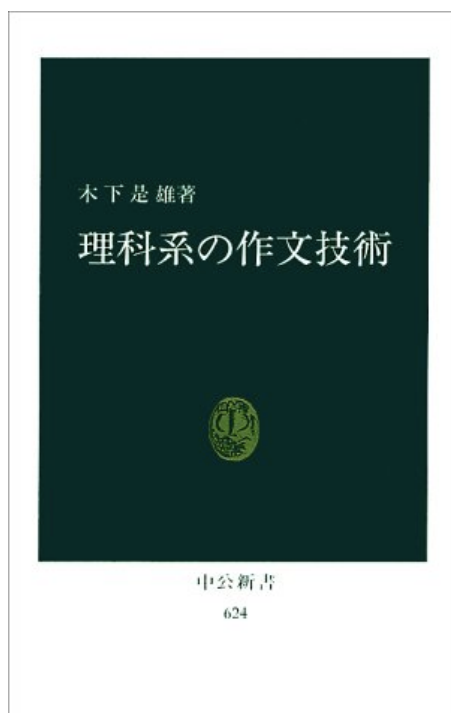
- 一般論文（Articles）：独創的な研究で価値ある結論または事実を含み、完全な論文形式で書かれているもの。Full paperとも呼ばれる。
- 速報論文（Letters, Communications）：顕著な成果を緊急に発表するための短い論文をいい、かつては編集者宛の通信文形式で書かれたが、現在では短い論文形式で書かれる（項目を設けず一続きで書くことも多い）。
- 総合論文（Reviews）：著者の既発表の一連の成果を中心に、総合的に述べた論文をいう。
- 総説（Reviews）：テーマまたは領域ごとに既往の研究を紹介し、研究の動向や問題点、将来への展望をまとめたもの。

どの雑誌に投稿するか？

- ❖ Nature, Scienceなどの一般科学誌から、化学分野ではJACSやAngewandte Chemieなどの総合化学誌、さらに専門性の高い雑誌など多種多様。
- ❖ 和文誌か欧文誌か。
- ❖ 当然、より広く読まれる雑誌に投稿すべきだが、あまり高望みしても時間と労力の無駄。
- ❖ IF（インパクトファクター）にとらわれすぎないことが理想的・・・

作文をナメたらアカン！

- 科学的、技術的な報文を書くためには**きちんとした勉強・訓練が必要**です
- 先人たちの論文、学会要旨などをしっかり読んでマネしてみよう
- とにかく沢山の人に読んでもらおう
- 今のうちの勉強しておいても絶対に損はありません！



最寄りの図書室へGO!

作文をナメたらアカン～実際の例

実際に論文原稿を添削している例

次のようなことを見ています：

- 論文の流れは適切で読みやすいか？
- 論理の繋がりは大丈夫か？
- 客観的な議論ができているか？
- 図表の使い方は適切か？
- 英語で文章を書くときのルールは守れているか？

英語で書くときのお約束例

- 文の末尾のピリオド、コロンのあとは2つスペースを入れる
- 数字と単位の間には1つスペースを入れる（日本語でも）
- 短縮形は使わない
The precursor didn't react... → The precursor did not react
- 略語や数字を文頭に使わない
MTMS was added in the solution... → We added MTMS in the solution...
5 samples were evaluated... → Five samples were evaluated...
- 名詞を形容詞的に使わない
ATP formation → formation of ATP
reaction product → product of the reaction
- **this**などの代名詞のあとには常に名詞を置く（指示対象が分かるように）
This is a fast reaction. → This reaction is fast.
This leads us to conclude... → This observation leads us to conclude...
- 実験結果を表す際は常に過去形を用いる
Addition of water *gives* product. → Addition of water *gave* product.
- なるべく能動態を使う
It was observed that the solution turned red. → The solution turned red. OR We observed that the solution turned red.
- 比較級の相手を明らかにする
The yield was higher using bromine. → The yield was higher using bromine than chlorine.

作文をナメたらアカン～もちろん日本語でも

➤ できるだけ平易な文で書く

科学論文だからといって難しく書く必要はない。むしろ平易に分かりやすく書く方が読む人には良い印象を与える。

➤ 一人称「私」「我々」は一般には用いない

どうしても必要な場合は「筆者（ら）」がベター。

➤ 受身の文はなるべく避ける

英文で用いられる受身文を直訳するとおかしいことになる。

➤ 現在形と過去形を使い分ける（一般的事実と実験結果）

○ 「Aはジエノフィルであるので、ジエンBと反応させてCを得た。」

➤ あいまいな表現を避ける

× 「Aは近い将来、Bから非常に良い収率で合成されると考えられる。」

➤ 動作を示す名詞句はなるべく避ける

× 「触媒の添加が反応を促進した」

→ ○ 「触媒を添加すると反応が促進された」

作文をナメたらアカン～もちろん日本語でも

主語と述語の不一致

×「この方法で精製した試料は十分純粋であり、測定に用いた。」

異質の語句の並列

×「ピネンは香料の成分や香料の合成にも用いられる。」

文頭語句との対応

×「ここで解決しなければならない問題は、低濃度の物質を正確に定量する必要がある。」

助詞の誤用

×「この化合物をパラジウム触媒で還元を試みた。」

修飾句のかかり方

×「融点の低い脂肪酸のエステル」

並列語句の不明確

×「A液とB液の上澄みを混ぜ合わせる」

否定の不明確

×「AはBのように安定ではない」

間違いが入り込まないために

悪意がある改竄・捏造・剽窃などの不正行為以外にも、不用意な間違いは深刻な問題を引き起こすことがあります

学生のみなさんが気をつけるべきこと：

- 実験ノートは手書きでペンを使って書く
 - ・・・書き間違えた時も修正ペンで直したりはしない
- データを都合の良いように解釈しない（早とちりしない、再現性を確認する）
 - ・・・常に冷静、批判的、客観的な目をもって物事を見よう
- データの加工はしない
 - ・・・やむを得ない場合は、データの意味が変わらないように
- 他人の著作物を引用する際は出典を明らかにする
 - ・・・文章をそのまま引用する必要がある場合（自然科学の論文ではあまりないはず）以外は、常に自分の文章を書く
- 発表しなければ、という強迫観念をもちすぎない
 - ・・・過剰なプレッシャーが原因で不正行為に走ってしまった例があります

論文の投稿、査読、改訂、校正、出版

投稿 (submission)

原稿は雑誌のスタイルに厳密に合わせて作成する。現在は雑誌のHPから電子投稿でできるようになっている。投稿作業は責任著者 (corresponding author) が行う。

査読 (review)

通常、複数の匿名外部査読者 (reviewer) の査読を受ける。査読者に廻る前に、雑誌の編集者 (editor) の判断で落とされることもある (凹みます)。

改訂 (revision)

査読者の意見をもとに改訂を行う。1つ1つのコメントに対して丁寧に対処しなければならない。複数回の改訂が求められることもある。

決定 (decision)

査読結果と改訂内容に基づき、採録の可否 (accept or reject) が編集者によって決定される。→見るのも怖いdecision letter...

論文の投稿、査読、改訂、校正、出版

校正 (proof-reading)

編集部によって実際に雑誌の出版スタイルに編集された後、校正を行う。

出版 (publish)

まずは雑誌のウェブサイト上で出版される。その後、正式な巻号・ページ数が割り当てられ、印刷物が刊行される。最近は印刷物を発行しない雑誌も多い。

特許申請、学会発表、プレスリリース

特許申請

研究結果が実用上重要であると判断される場合は、特許出願を行う。基本的には、学会発表や論文発表を行う前に済ませておくべきである。学会・論文発表後6ヶ月以内は公知とはみなされず、いわゆる30条適用出願が可能である。（日本国内のみ）

学会発表

研究成果を関連の学会で発表し、成果をいち早く公表することと、他人の意見を得ることで研究の次の段階へ進むきっかけを得ることができる。最低でも年に一度は学会で発表し、在学時に一度は国際会議にも行かせてもらおう。

プレスリリース

研究結果が社会的に広く関心をもたれると思われる場合は、積極的にプレスリリースを行うと良い。大学の広報室を通じ、大学ホームページ上に掲載してもらおう。また、新聞記者らに対して研究成果を説明する記者発表を行うと、興味を持った記者には記事にしてもらえる。研究成果の社会還元が昨今強く求められており、イベントへの出展や出張講義など様々な形で啓蒙活動を行うことが推奨されている。

学会の様子



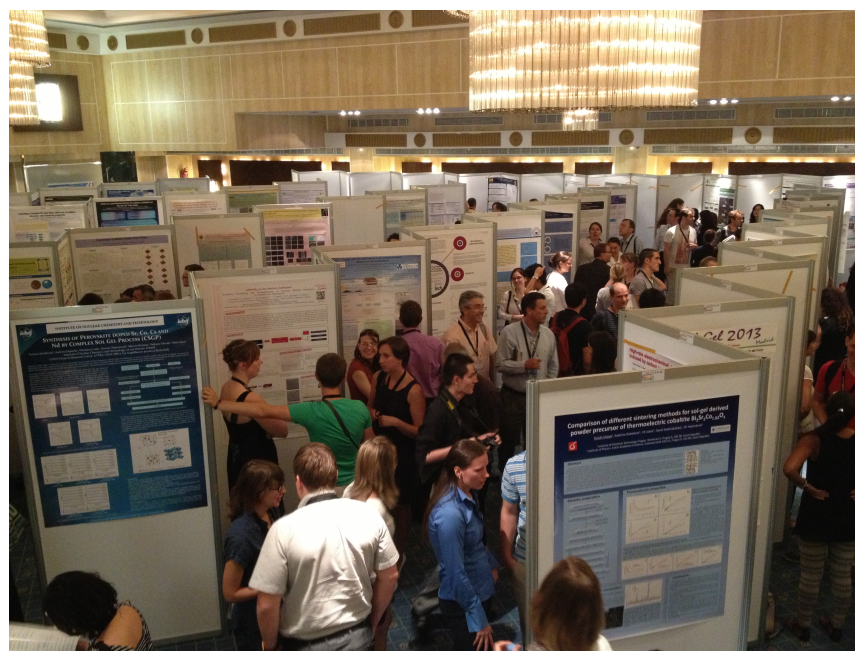
2013年8月 Sol-Gel 2013 @ Madrid

口頭発表：

講義形式。聴衆の前で、あらかじめ用意したプレゼン資料を用いて発表する。一度に多くの人に聴いてもらえる。原稿読みは基本的にNG。

ポスター発表：

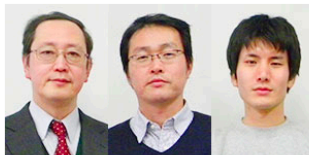
あらかじめ用意したポスターを持って行き、決まった時間・場所に掲示して議論を行う。興味を持った人とじっくり話ができる。



水と油を効率的に分離できる柔軟多孔性物質（マシュマロゲル）の開発に成功 -原油回収や分析化学での応用に期待-

2013年1月11日

中西和樹 理学研究科准教授、金森主祥 助教、早瀬元 同大学院生（博士後期課程）、梶弘典 化学研究所教授、福地得志 同特定研究員（当時）のグループの共同研究の成果として、原油回収における水/油分離や分析化学における分離媒体として有効な新しい柔軟多孔性材料（マシュマロゲル）を開発しました。本研究成果は、独化学誌「アングヴァンテ・ヘミー・インターナショナル・エディション」（Angewandte Chemie International Edition）」誌に掲載されました。



左から中西准教授、金森助教、早瀬大学院生

概要

物質内部に多数の細孔を有する「多孔性物質」は、多量のガス・液体を吸着することから広く利用されています。しかし、スポンジなど高分子発泡体以外には柔軟な多孔性物質はほとんど存在せず、水と油の混合物から油のみを吸着し、かつ迅速に取り出すことはこれまで容易ではありませんでした。本研究チームは、簡単に合成可能でマシュマロのように柔軟な多孔性物質の開発に成功しました。この物質表面は高い疎水性をもつため、スポンジを絞るように水から油を迅速に分離回収することが可能です。

マシュマロゲルは、多くの有機高分子よりも高温まで安定であり、低温でも脆くならないシリコン組成のネットワークをもつことから、この材料はこれまでの有機高分子では不可能であった低温・高温での使用も可能です。このことから、これまでにない領域での分離媒体としての応用が期待されます。

背景

2010年のメキシコ湾原油流出事故は、海域沿岸部に大きな被害を与えました。原油使用量の増加に伴い、このような事故への対応策は重要になってきています。日本で問題となった1997年のナホトカ号重油流出事故時の沿岸部での対応は、大人数を動員した柄杓での回収作業でした。原油回収用の油/水分離媒体は古くから研究されていますが、たとえば有機高分子発泡体は高温では使用不可能であるなど、使用条件が限られてしまうため、決定的な素材が存在しませんでした。

一方、先端技術においても油と水の分離は重要なテーマです。製薬や食品産業とも密接に関わる分析化学分野においては、生体試料からの脂質分離など、迅速分析のための高性能な分離・精製ツールが求められています。

研究手法・成果

私たちのグループは昨年度、有機基としてメチル基をもつメチルトリメトキシシラン（MTMS）とジメチルジメトキシシラン（DMDMS）を前駆体とし、世界的にも珍しい柔軟多孔性材料の合成を発表しました。今回の成果は、メチル基以外にもさまざまな有機置換基を導入（図1）したゲルを作製し、超撥水性・親油性や柔軟性に焦点を合わせて物性を調べたものです。

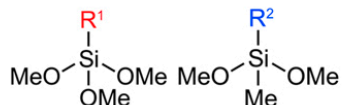
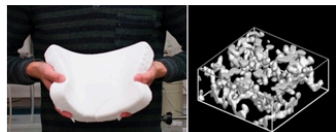


図1：マシュマロゲルの前駆体（モノマー）となるケイ素アルコキシド。R¹・R²はメチル基、ビニル基、メチルカプトプロピル基など有機基を指す。



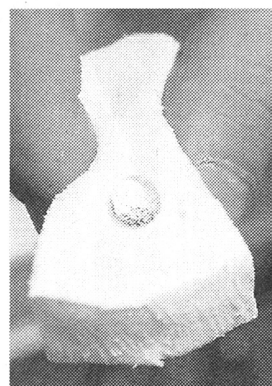
2013年1月11日 朝日新聞夕刊

油だけ吸い上「ゲル」

京大グループ開発

混ぜり合った水と油から、油だけを取り出せるマシュマロのようなゲルを、京都大学大学院生の早瀬元さんや金森主祥助教らの研究グループが開発した。海や川に流出した重油の回収などに使えるという。

早瀬さんは、コーティング剤に使われる2種類のケイ素を含む化合物に界面活性剤などを混ぜ、80度で3〜4時間温める



水滴をはじくマシュマロゲル

海や川 流出に「効率的」

ことで、スポンジのようにたくさん小さな穴のあるマシュマロのようなゲルを作った。洗って乾かし、24時間で完成する。表面の分子の構造が水となじみにくいという、ハスの葉のように細かな凹凸があるため、水だけを吸い上げ、体積の9割を占める空間に油が入り、絞れば出せるので繰り返し使える。315度からマイナス130度まで性質は変わらず、幅広い温度環境で活用できる。

早瀬さんは「重油流出事故が起きると、これまでは柄杓で水ごと油をすくい取るなど人手がかかったが、油だけを効率的に回収できるようになる」。すでに特許出願しており、成果は独化学誌に発表した。（川田俊男）

物事は何でも継続することが大切です。1報出して満足せずに、より良い論文を目指し、継続的に努力しよう！

楽しんで研究することを忘れずに！