

《 解 説 》

単分散球状メソポーラスシリカの合成と応用

中村忠司, 矢野一久

株式会社豊田中央研究所

単分散球状メソポーラスシリカ (MMSS) は、非常に均一な粒子径を有し、規則的なメソ細孔が放射状に配列しているというユニークな特徴を有する材料である。MMSS は、反応初期に小さな粒子が析出した後、それらが、均一に成長することにより生成する。この生成機構を利用して、粒子の内部と外殻で細孔の化学特性が異なるコアシェル型MMSSの合成に成功した。MMSSはナノサイズの細孔を有していることから、種々のナノ粒子を細孔内に導入することができる。我々は、フェロセンカルバルデヒドを酸化鉄前駆体として用いることにより、一回の操作で19 wt%もの酸化鉄ナノ粒子を選択的に細孔内に導入できることを見出した。また、MMSSの高い単分散性を利用して、酸化鉄/MMSSコンポジット粒子からなるコロイド結晶の作製にも成功している。さらに、MMSSは、その粒子径、細孔径、細孔配列の均一性からメソポーラスシリカ触媒の基礎研究用材料としても有用であり、メソ細孔がどの程度利用されているかの指標である有効係数を初めて算出することができた。

1. 緒言

界面活性剤の超分子構造を鋳型としたメソポーラスシリカの合成が報告されて以来^{1,2)}、その合成、構造評価、応用に関して広範な研究が行われている。メソポーラスシリカの応用に際しては、用途に応じてそのマクロな形態を最適化することが重要となる。このような観点から、メソポーラスシリカの形態制御が試みられ、これまでに、球状粒子³⁻⁵⁾、ロッド状粒子⁶⁾、ファイバー^{7,8)}、薄膜^{9,10)}、モノリス¹¹⁾等、様々な形態を有するメソポーラスシリカが合成されている。

我々は、サブミクロンオーダーで粒子径の均一な単分散球状メソポーラスシリカを合成することに成功している¹²⁻¹⁴⁾。均一球状という形態は、モデル化が容易な理想系であることから、メソ細孔内での触媒反応や拡散現象を解析するための基礎研究用材料として学術的価値が高い。応用面においても、高い流

動性やパッキング効率を有していることから、化粧品¹⁵⁾やクロマトグラフィー^{16,17)}等への応用が期待される。加えて、均一球状粒子を3次元的に規則配列させることにより、光をブラッグの条件に従って回折するコロイド結晶の作製が可能となることから、光学デバイスへの応用も期待される。単分散球状のメソポーラスシリカの合成は、Ungerらの報告¹⁶⁾を端緒として、これまで数多く報告されているが、高い単分散性と細孔の規則性を両立した例はなかった。我々は、合成条件を詳細に検討することによりこの課題を克服し、高い単分散性と規則的なヘキサゴナル細孔を併せ持つ単分散球状メソポーラスシリカ(以降MMSSと略す)の合成条件を見出すに至った。さらに、単分散性を維持したまま粒子径や細孔径を制御する技術^{18,19)}や、細孔に有機官能基を導入する技術^{20,21)}も確立している。また、基礎的な合成研究と平行して、MMSSを用いた新規な単分散球状粒子の合成^{22,23)}、MMSSからなる3次元規則配列体(オパール型コロイド結晶)の作製^{24,25)}など、単分散球状という特徴を活かした種々の応用研究も進めている。

本稿では、MMSSの合成と応用に関して我々がこれまでに行ってきた研究の中から、いくつかのトピ

受理日：2008年3月24日

〒480-1192 愛知県愛知郡長久手町

株式会社豊田中央研究所

e-mail: k-yano@mosk.tytlabs.co.jp

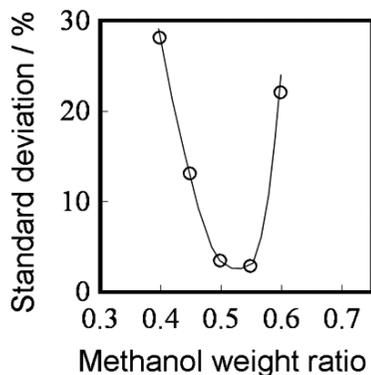


図1 The effect of methanol weight ratio on the standard deviation of average particle diameters.

ックスを紹介する。

2. MMSSの合成

非多孔質の単分散球状シリカは、水/アルコール混合溶媒中で、塩基触媒を用いてシリカ源であるテトラアルコキシシランを縮合させることにより合成される。この系に、メソ細孔の鑄型となるアルキルアミン、又は、4級アンモニウム塩をテンプレートとして添加したmodified Stöber法により、球状メソポーラスシリカの合成が試みられている^{3-5,16)}。我々は、アルコールとしてメタノール、シリカ源としてテトラメトキシシラン (TMOS) を用いることにより、4級アンモニウム塩をテンプレートとした系で、単分散性が非常に高い球状メソポーラスシリカが合成できることを見出した。単分散性は、溶媒の組成、テンプレートの種類、反応剤濃度等に大きく依存し、例えば、テンプレートとしてヘキサデシルトリメチルアンモニウムクロリドを用いた場合、図1に示すように、溶媒中のメタノール重量比が0.5及び0.55の場合にのみ、単分散球状粒子を得ることができる。これらの粒子の粉末X線回折測定を行った結果、ヘキサゴナル細孔の規則性に基づく三つの回折ピークが観察され (d_{100} , d_{110} , d_{200})、細孔の規則性が高いことが分かった^{13,14)}。

3. 内部構造及び反応機構

MMSSは、規則性の高いヘキサゴナル細孔を有する球状粒子である。しかしながら、一般的に考えて、ヘキサゴナル細孔から球状粒子を構築することは無

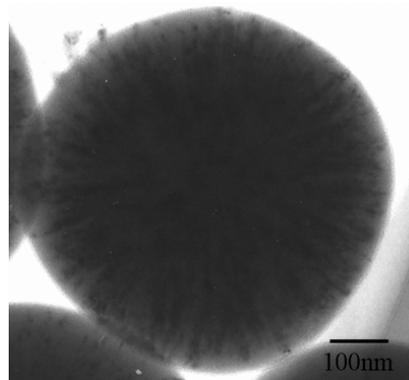


図2 Transmission electron micrograph of platinum-incorporated MMSS. The dark spots represent the platinum (From Ref.14, K. Yano, et al, *J. Mater. Chem.*, **14**, 1579 (2004), with permission from Royal Society of Chemistry).

理である。そこで、球状粒子内で細孔がどのように配列しているかを調べる目的で、細孔内に少量の白金を導入してTEM観察を行った結果を図2に示す。図中の黒い部分が白金であるが、白金の分散状態から、細孔が球の中心から外側に向かって放射状に配列していることが分かる。球状粒子中に細孔が放射状に配列するためには、中心部から外側に向かって細孔壁が徐々に厚くなる、又は、細孔の数が増加することが必要である。粉末X線回折測定の結果から、繰り返し周期が一定であることが分かっており、細孔壁の厚みは一定であると考えられる。したがって、枝分かれにより新しく細孔が導入され、細孔の数が増えていくものと推測される。

このような特殊な内部構造を有する粒子が、どのように生成するのかを調べる目的で、合成途中の溶液をサンプリングしてTEM観察を行った(図3)。合成開始後、しばらくの間粒子は全く観察されなかったが、一定時間(144秒)後に、突然小さな粒子が析出し、時間の経過とともに均一に大きくなる様子が観察された。したがって、初期の粒子析出以降は、シリカ前駆体であるTMOSが溶液中に存在している粒子表面とのみ反応することにより粒子が均一に成長し、単分散粒子が生成するものと推測される。粒子析出開始時には、ほとんどのTMOSが溶液中に残存しているにもかかわらず、新たな核生成が起こらないのは驚きである²⁶⁾。

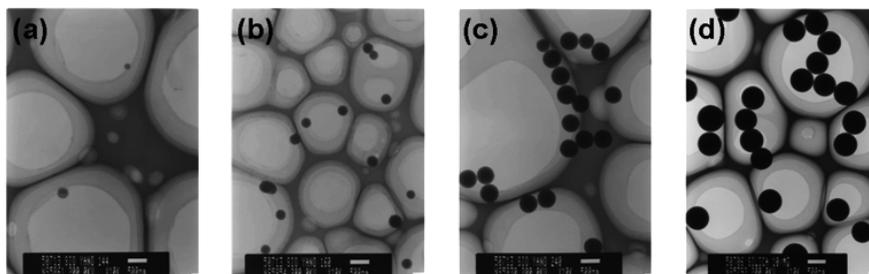


図3 Transmission electron micrograph (TEM) images of samples obtained at different times, (a) 144, (c) 240, (e) 240, and (g) 600 sec after the commencement of the experiment. The scale bar represents 500 nm (From Ref.26, T. Nakamura, et al, *J. Phys. Chem. C*, **111**, 1093 (2007), with permission from the American Chemical Society).

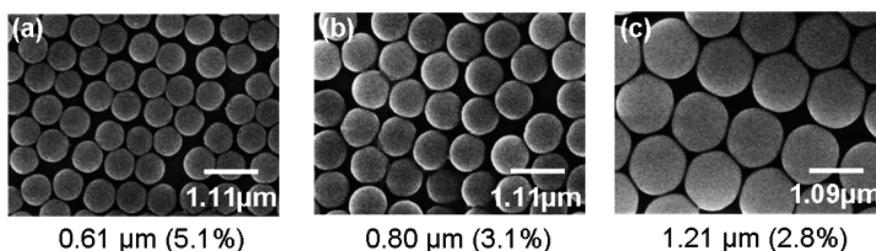


図4 SEM images of expanded particles obtained by the different number of TMOS addition times: (a) 0, (b) 2 and (c) 4, and schematic illustration of the particle growth. Standard deviations are in parentheses (From Ref.26, T. Nakamura, et al, *J. Phys. Chem. C*, **111**, 1093 (2007), with permission from the American Chemical Society).

4. コアシェル型粒子の合成

前項の結果から、反応終了後、TMOSを追添加することにより、MMSSの粒子径が増大することが予想された。そこで、反応終了後、4回に分けてTMOSを追添加し、実際に粒子径の変化を調べた結果を図4に示す。TMOS追添加により、明らかにMMSSの粒子径が増大しているのが分かる。そこで、追添加するシリカ前駆体をTMOSから、TMOSとメルカプトプロピルトリメトキシシラン (MPTMS) の混合物に変えて合成を試みた。この場合、図5に示すように、粒子の内部が親水性、外殻が疎水性の細孔を有するコアシェル型MMSSが合成されることが予想される。図6に合成したMMSSに塩化白金酸

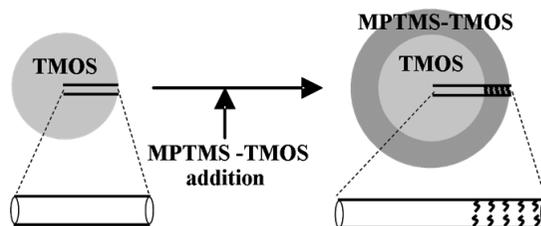


図5 Schematic illustration of the formation of core/shell MMSS (From Ref.26, T. Nakamura, et al, *J. Phys. Chem. C*, **111**, 1093 (2007), with permission from the American Chemical Society).

水溶液を導入後還元した粒子のTEM写真を示す。黒く見えている部分が白金粒子であるが、白金が親

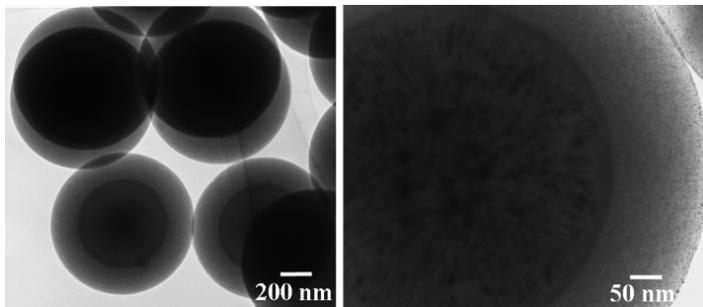


図6 TEM images of the platinum incorporated silica-core/mercaptopropyl modified silica-shell MMSS (From Ref.26, T. Nakamura, et al, *J. Phys. Chem. C*, **111**, 1093 (2007), with permission from the American Chemical Society).

水性のコア部分に集中しているのが分かる。したがって、異なる組成のシリカ源を追加することにより、粒子の内部と外殻で、細孔の化学的特性が異なるコアシェル型MMSSが合成できることが明らかになった²⁶⁾。

5. 単分散球状磁性コンポジット

数ナノから数マイクロンにわたるサイズ領域において、機能性の単分散球状粒子を合成する検討が、幅広く行われている。中でもサブマイクロンオーダーの単分散球状粒子からは、自己集積的に光の波長オーダーの周期を有する構造体を作製可能であり、光学デバイスへの応用が期待される。これまで、磁性や光機能を有するサブマイクロンオーダーの単分散球状粒子は、ゾルゲル法や均一沈殿法を用いて直接的に^{27,28)}、あるいは球状のシリカやポリスチレンをLayer-by-layer法等で修飾することにより間接的に^{29,30)}合成されてきた。しかしながら、単分散性、機能性、表面平滑性のすべてに優れた単分散粒子を合成することは困難であり、それらを同時に満たす粒子を合成可能な汎用性の高い合成法が望まれている。

MMSSは、粒子体積の50%以上がメソ細孔である。このメソ細孔内に磁性ナノ粒子や光機能性ナノ粒子を固定することができれば、それらナノ粒子の機能を有する単分散球状粒子を得ることができる。この手法では、MMSSの高い単分散性と表面平滑性をそのまま活かすことができ、さらに非多孔性のStöber粒子³¹⁾を表面修飾する手法に比べてより大量の機能材料を導入できるというメリットがある。従って、極めて汎用性の高い機能性単分散球状粒子の合成法となる可能性がある。我々は、このコンセプ

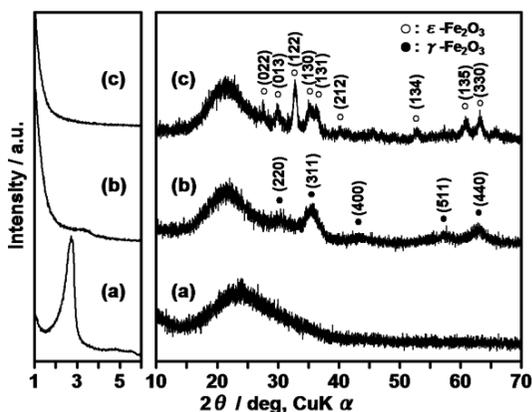


図7 Small and wide-angle XRD patterns for monodispersed iron oxide/silica nanocomposite spheres calcined at 1173 K (a), 1273 K (b), and 1373 K (c) (From Ref.22, T. Nakamura, et al, *J. Mater. Chem.*, **16**, 2417 (2006), with permission from Royal Society of Chemistry).

トに基づき検討を行い、MMSS内部に大量の磁性酸化鉄を包含する単分散球状磁性コンポジット粒子の合成に成功した。MMSSのメソ細孔に鉄源を大量にかつ選択的に導入する新規手法の開発がキーポイントとなった。即ち、熱重合性のフルフリルアルコールを溶媒とし、フルフリルアルコールへの溶解度が極めて高いフェロセンカルバルデヒドを鉄源に用いた。フェロセンカルバルデヒド/フルフリルアルコール溶液をMMSSの細孔容量と等量だけ加えることでメソ細孔への選択導入を可能とし、一旦重合させてから高温で熱処理することにより、鉄源がMMSS外表面へ拡散して析出することを防いだ。

この手法を用いて合成した粒子のX線回折パター

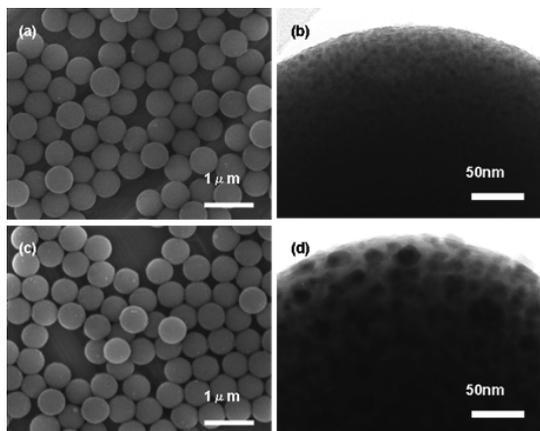


図8 SEM (a, c) and TEM (b, d) images of monodispersed iron oxide/silica nanocomposite spheres calcined at 1273 K (a, b) and 1373 K (c, d) (From Ref.22, T. Nakamura, et al, *J. Mater. Chem.*, **16**, 2417 (2006), with permission from Royal Society of Chemistry).

ンを図7に、SEM およびTEM 像を図8にそれぞれ示す。尚、得られた粒子中の酸化鉄量は19 wt%であった。熱処理温度が773 Kでは酸化鉄は結晶化していないが、熱処理温度を上げると酸化鉄が結晶化し、その結晶相が γ 相から ϵ 相へ変化する(図7)。ここで、安定相である α 相が観測されないことは非常に興味深い。酸化鉄は、ナノ粒子として生成する場合、 γ 相が優先的に生成すること³²⁾、また、通常の条件下では、 γ 相は500℃以上に加熱すると α 相へ不可逆的に変態することが知られている。しかし、近年、粒成長を抑制する条件下で加熱した場合、 γ 相が高温まで安定化されること³³⁾、 γ 相と α 相の間に中間相として ϵ 相が現れることが分かってきた^{34,35)}。本手法では、メソ細孔による著しい粒成長抑制効果により、 γ 相 \rightarrow ϵ 相 \rightarrow α 相の転移が高温側へ大きくシフトし、中間相の ϵ 相が高温まで安定化されたものと考えられる。 α 相が全く観測されなかったことは、酸化鉄が球状粒子内部でのみ成長していることを示している。一方、低角のX線回折パターンを見ると、高温での酸化鉄の結晶化・粒成長に伴い、メソ細孔が崩壊していることが分かる。図8のSEM およびTEM 像は、X線回折パターンの変化と良い対応を示している。酸化鉄が結晶化する温度においても単分散球状という形態は維持されており、球状粒子以外に析出物は全く観測されない。また、酸化鉄ナノ粒子

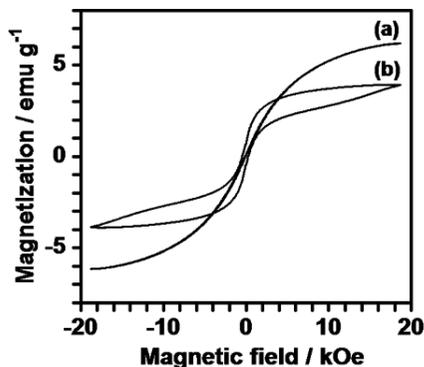


図9 Field dependent magnetization curves for monodispersed iron oxide/silica nanocomposite spheres calcined at 1273 K (a) and 1373 K (b) (From Ref.22, T. Nakamura, et al, *J. Mater. Chem.*, **16**, 2417 (2006), with permission from Royal Society of Chemistry).

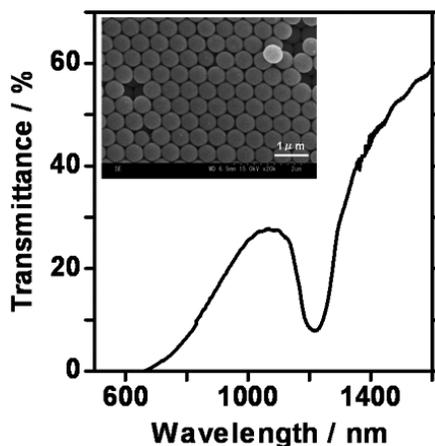


図10 SEM image and transmission spectrum of a close-packed array of the iron oxide/silica nanocomposite spheres calcined at 1173 K (From Ref.22, T. Nakamura, et al, *J. Mater. Chem.*, **16**, 2417 (2006), with permission from Royal Society of Chemistry).

は粒子内部に高分散しており、熱処理温度が高くなるとナノ細孔を壊して粒成長している。

これら磁性コンポジット粒子の室温での磁化曲線を図9に示す。1273 Kで熱処理して得た γ -酸化鉄/シリカコンポジットは、残留磁化および保持力がゼロとなる超常磁性挙動を示した。これは、粒子内に数nmサイズの γ -酸化鉄ナノ粒子が分散していると

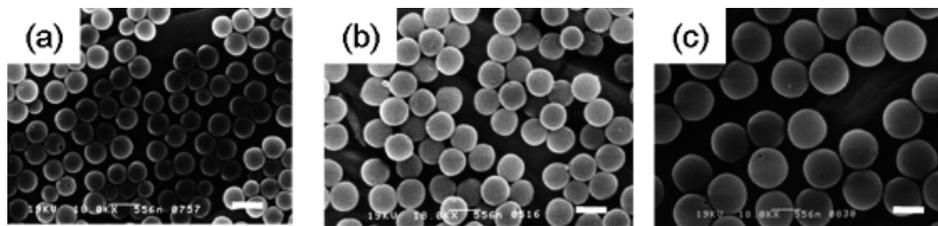


図11 Scanning electron micrographs of SO_3H -modified MMSS with different particle sizes: (a) 390 nm, (b) 500 nm, and (c) 720 nm. Scale bar represents 0.56 μm (From Ref.37, T. Suzuki, et al, *Microporous Mesoporous Mater.*, **111**, 350 (2008), with permission from Elsevier).

いうX線回折, TEMの結果と一致している。一方1373 Kで熱処理して得た ϵ -酸化鉄/シリカコンポジットは, 強磁性的なヒステリシスを示したが, 磁場がゼロ近傍で急激に磁化が低下した。これは, ϵ -酸化鉄/シリカコンポジット中に, 強磁性成分だけでなく粒成長が不十分な超常磁性成分が混在していることに起因しているものと考えられる。

続いて, γ -酸化鉄/シリカコンポジット粒子の分散液から作製したオパール型コロイド結晶のSEM写真と透過スペクトルを図10に示す。磁性コンポジットからもコロイド結晶を作製できること, 得られたコロイド結晶が明瞭なストップバンドを示すことが分かる。磁性粒子からなるコロイド結晶は, 磁性フォトニック結晶³⁶⁾への応用が期待できる。

6. 触媒としての利用

メソポーラスシリカは, 比表面積が大きく, 均一なナノサイズの細孔を有しているという特徴を有しており, 触媒・触媒担体への応用が広く検討されている。メソポーラスシリカの大きさはサブミクロンオーダーである場合が一般的であり, メソ細孔は非常に高いアスペクト比を有すると考えられる。したがって, 全てのメソ細孔が触媒反応に関与しているとは考えにくく, 実際に全メソ細孔のどの程度が利用されているのかは非常に興味深い。その割合を明らかにするためには, 粒子径だけが異なる材料を用いて触媒反応速度を調べ, 有効係数を算出する必要がある。

MMSSは, 均一な粒子径, 細孔径を有し, 細孔が全て放射状に配列しているという特徴を有する材料である。したがって, 同一細孔径で, 粒子径の異なるMMSSの触媒性能を比較することにより, 正確に

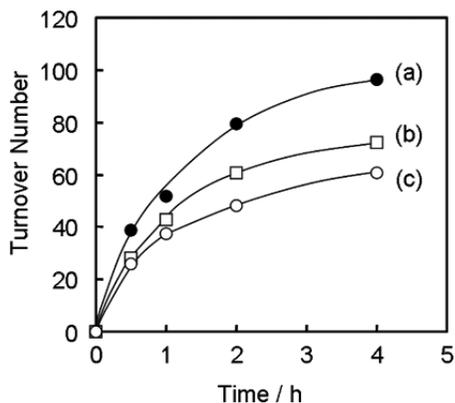


図12 Changes in the activity of SO_3H -modified MMSS with different particle sizes in condensation reaction of 2-methylfuran and acetone: (a) 390 nm, (b) 500 nm, and (c) 720 nm (From Ref.37, T. Suzuki, et al, *Microporous Mesoporous Mater.*, **111**, 350 (2008), with permission from Elsevier).

有効係数を求めることができる。

そこで, 細孔径が同じで, 粒子径の異なる3種類のMMSSを合成し, 粒子径が触媒反応に及ぼす影響を調べた。共縮合法により活性点となるスルホン酸基をMMSS中に導入し, 2-メチルフラン (MF) とアセトンから2,2-ビス (5-メチルフリル) プロパン (DMP) が生成する反応を評価した。調製したMMSS触媒のSEM写真を図11に示す。合成条件を変えることにより, 粒子径390 nm, 500 nm, 720 nmの3種類のMMSSを合成した。BJH法から求めた細孔径は, 全て約1.9 nmであった。図12に反応の経時変化を示す。粒子径が小さい方が, 触媒活性が高くなっており, 粒子径が390 nmと720 nmでは, ターンオーバー数が約1.5倍異なっている。続いて,

初速度比と粒子径比から有効係数を算出したところ0.55であった。したがって、本反応においては、メソ細孔の全てが反応に利用されている訳ではないことが明らかになった³⁷⁾。この有効係数を高くするためには、より粒子径の小さなMMSSを触媒として用いる必要があると考えられる。

7. おわりに

単分散球状メソポーラスシリカ (MMSS) の合成と応用に関するいくつかのトピックスについて、簡単に紹介した。MMSSは、単分散性が非常に高いことが特徴であり、コロイド結晶の作製が可能である。他のメソポーラスシリカと同様に種々のナノ粒子を容易にメソ細孔内に導入できることから、機能性ナノ粒子を導入したコロイド結晶としての応用が期待される。また、粒子径、細孔径が均一で、細孔が全て放射状に配列しているという特徴を有していることから、メソポーラスシリカ触媒反応の基礎研究材料としても好適である。今回、細孔径が同じで粒子径の異なるMMSSを用いて触媒反応を行うことにより、メソポーラスシリカ触媒の有効係数を初めて算出することができた。現在、単分散球状という特徴を生かした、種々の応用研究について検討中である。

文 献

- 1) C. T. Kresge, M. E. Leonowicz, W. J. Roth, J. C. Vartuli, and J. S. Beck, *Nature*, **359**, 710 (1992).
- 2) S. Inagaki, Y. Fukushima, and K. Kuroda, *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, 680 (1993).
- 3) G. Büchel, M. Grün, K. K. Unger, A. Matsumoto, and K. Tsutsumi, *Supramol. Sci.*, **5**, 253 (1998).
- 4) M. Grün, K. K. Unger, A. Matsumoto, and K. Tsutsumi, *Microporous Mesoporous Mater.*, **27**, 207 (1999).
- 5) K. Schumacher, M. Grün, and K. K. Unger, *Microporous Mesoporous Mater.*, **27**, 201 (1999).
- 6) S. Shio, A. Kimura, M. Yamaguchi, K. Yoshida, and K. Kuroda, *Chem. Commun.*, 2461 (1998).
- 7) N. A. Melosh, P. Davidson, P. Feng, D. J. Pine, and B. F. Chmelka, *J. Am. Chem. Soc.*, **123**, 1240 (2001).
- 8) J. F. Wang, C. K. Tsung, W. B. Hong, Y. Y. Wu, J. Tang, and G. D. Stucky, *Chem. Mater.*, **16**, 5169 (2004).
- 9) M. Ogawa, *J. Am. Chem. Soc.*, **116**, 7941 (1994).
- 10) M. Ogawa, *Chem. Commun.*, 1149 (1996).
- 11) N. A. Melosh, P. Lipic, F. S. Bates, F. Wudl, G. D. Stucky, G. H. Fredrickson, and B. F. Chmelka, *Macromolecules*, **32**, 4332 (1999).
- 12) K. Yano, N. Suzuki, Y. Akimoto, and Y. Fukushima, *Bull. Soc. Chem. Jpn.*, **75**, 1977 (2002).
- 13) K. Yano and Y. Fukushima, *J. Mater. Chem.*, **13**, 2577 (2003).
- 14) K. Yano and Y. Fukushima, *J. Mater. Chem.*, **14**, 1579 (2004).
- 15) M. H. Lee, S. G. Oh, S. K. Moon, and S. Y. Bae, *J. Colloid Interface Sci.*, **240**, 83 (2001).
- 16) K. K. Unger, D. Kumar, M. Grün, G. Büchel, S. Lütke, T. Adam, K. Schumacher, and S. Renker, *J. Chromatogr. A*, **892**, 47 (2000).
- 17) C. Boissière, M. Kümmel, M. Persin, A. Labot, and E. Prouzet, *Adv. Funct. Mater.*, **11**, 129 (2001).
- 18) Y. Yamada and K. Yano, *Microporous Mesoporous Mater.*, **93**, 190 (2006).
- 19) M. Mizutani, Y. Yamada, and K. Yano, *Chem. Commun.*, 1172 (2007).
- 20) T. Nakamura, Y. Yamada, and K. Yano, *J. Mater. Chem.*, **17**, 3726 (2007).
- 21) T. M. Suzuki, M. Yamamoto, K. Fukumoto, Y. Akimoto, and K. Yano, *J. Catal.*, **251**, 249 (2007).
- 22) T. Nakamura, Y. Yamada, and K. Yano, *J. Mater. Chem.*, **16**, 2417 (2006).
- 23) T. Nakamura, Y. Yamada, and K. Yano, *Chem. Lett.*, **35**, 1436 (2006).
- 24) Y. Yamada, T. Nakamura, M. Ishii, and K. Yano, *Langmuir*, **22**, 2444 (2006).
- 25) Y. Yamada, T. Nakamura, and K. Yano, *Langmuir*, **24**, 2779 (2008).
- 26) T. Nakamura, M. Mizutani, H. Nozaki, N. Suzuki, and K. Yano, *J. Phys. Chem. C*, **111**, 1093 (2007).
- 27) S. H. Im, T. Herricks, Y. T. Lee, and Y. N. Xia, *Chem. Phys. Lett.*, **401**, 19 (2005).
- 28) Y. A. Barnakov, M. H. Yu, and Z. Rosenzweig, *Langmuir*, **21**, 7524 (2005).
- 29) F. Caruso, A. S. Susha, M. Giersig, and H. Mohwald, *Adv. Mater.*, **11**, 950 (1999).
- 30) V. Salgueirino-Maceira, F. Caruso, and L. M. Liz-Marzan, *J. Phys. Chem. B*, **107**, 10990 (2003).
- 31) W. Stöber and A. Fink, *J. Colloid Interface Sci.*, **26**, 62 (1968).
- 32) P. Ayyub, M. Multani, M. Barma, V. R. Palkar, and R. Vijayaraghavan *J. Phys. C: Solid State Phys.*, **21**, 2229 (1988).
- 33) C. Cannas, D. Gatteschi, A. Musinu, G. Piccaluga, and C. Sangregorio, *J. Phys. Chem. B*, **102**, 7721 (1999).

- 34) R. Zboril, M. Mashlan, K. Barcova, and M. Vujtek, *Hyperfine Interact.*, **139**, 597 (2002).
35) J. Jin, S. Ohkoshi, and K. Hashimoto, *Adv. Mater.*, **16**, 48 (2004).
36) M. Inoue, H. Uchida, K. Nishimura, and P. B. Lim, *J. Mater. Chem.*, **16**, 678 (2006).
37) T. M. Suzuki, T. Nakamura, E. Sudo, Y. Akimoto, and K. Yano, *Microporous Mesoporous Mater.*, **111**, 350 (2008).

Synthesis and Applications of Monodispersed Mesoporous Silica Spheres

Tadashi Nakamura and Kazuhisa Yano
Toyota Central R&D Labs., Inc.

Monodispersed mesoporous silica spheres (MMSS) are very unique, which have highly uniform particle diameter and radially aligned ordered mesopores. In the synthesis, small particles emerged suddenly and they grew homogeneously to their final size. By taking advantage of this formation mechanism, hydrophilic-core/hydrophobic-shell MMSS could be successfully obtained upon the further addition of different types of silica source. MMSS have pores whose sizes are in nanometer range and various types of nanoparticles are assumed to be incorporated. We have found that more than 19 wt% of iron oxide nanoparticles could be incorporated in mesopores in only one operation by using ferrocenecarbaldehyde as an iron oxide source. In addition, a colloidal crystal could be fabricated from the iron oxide/MMSS composite. MMSS are expected to be useful as a model catalyst in mesoporous catalyst research because they have uniform particles size, pore diameter, and mesopore arrangement. The effectiveness factor of MMSS in an acid-catalyzed reaction was obtained for the first time.

Keywords: Mesoporous silica, Monodispersed, Spheres, Colloidal crystal, Catalysis