

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ФОРМИРОВАНИЯ МЕЗОСТРУКТУРИРОВАННЫХ  
СИЛИКАТОВ ТИПА МСМ-41 В ЗАВИСИМОСТИ ОТ СОСТАВА РЕАКЦИОННОЙ СРЕДЫ<sup>1</sup>**

**В.А. Парфёнов, М.А. Вершинина,  
О.В. Белоусов, С.Д. Кирик \***

*На примере последовательной замены эквивалентных реагентов изучено влияние реакционной среды на протекание процессов формирования мезоструктурированных силикатов типа МСМ-41. Показано, что реагенты, обеспечивающие рН среды, растворимость основных взаимодействующих реагентов, могут существенно изменять скорости процессов гидролиза и полимеризации кремнезема, а также усиливать или ослаблять осмос в порах вещества и таким образом значительно влиять на формирование структуры вещества и, в конечном счете, на ее гидротермальную устойчивость.*

Десятилетняя история изучения силикатных мезоструктурированных материалов продемонстрировала мощный потенциал метода жидкокристалльного темплатирования при формировании новых неорганических материалов [1-9], представляющих интерес для многих областей химии. Процесс взаимодействия молекул поверхностно-активного органического материала с неорганическими полианионами при определенных условиях приводит к образованию супрамолекулярных частиц, конденсирующихся из раствора в мезоструктурированную мезофазу, построенную по законам жидкокристаллической среды. Вещество представляет собой композит, состоящий из регулярно чередующихся органических и неорганических областей. После гидротермальной обработки в автоклаве, при которой происходит полимеризация неорганической компоненты, и при последующем выжигании на воздухе органической части при температуре выше 300°C образуется мезоструктурированный мезопористый материал с химическим составом, отвечающим исходным неорганическим полианионам, и геометрически правильно выстроенной поверхностью? достигающей 1000 м<sup>2</sup>/г и более.

По-видимому, наибольшему изучению к настоящему времени подвергся силикатный материал, имеющий историческое обозначение МСМ-41 [10,11]. Впервые получившие этот материал специалисты фирмы "Мобил" описали достаточно широкий диапазон исходных реагентов, приводящих к образованию мезоструктурированного тела. В качестве источника кремнезема было предложено использовать кремнийорганические препараты (тетраметилортосиликат, тетраэтилортосиликат и другие), различные продукты из коллоидного кремнезема, растворимые силикаты.

Структурирующим агентом является поверхностно-активное вещество из класса четвертичных аммониевых оснований, например, алкилтриметиламмоний гидроксид или соли этих оснований. В частности, для материалов типа МСМ-41 используют алкильные цепочки в диапазоне C<sub>12</sub>-C<sub>22</sub>. Наиболее популярным структурирующим агентом является поверхностно-активное вещество цетилтриметиламмоний бромид C<sub>16</sub>H<sub>33</sub>(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>NBr или другие соли такого же катиона. В качестве дополнительных компонентов в реакционную смесь добавлялся ряд органи-

Таблица 1

**Мольные соотношения реагентов, использованных при синтезе материалов серий 1-6,  
и некоторые рентгенографические характеристики (a – параметр решетки, E;  
d(100) – межплоскостное расстояние (100), E) полученных образцов на каждой стадии обработки**

№ серии	Мольное соотношение	a/d(100), E			
		1	2	3	4
Серия 1	1TEOS/21,75NH <sub>3</sub> /52EtOH/0,2CTABr/475H <sub>2</sub> O	42,30/ /36,80	43,72/ /37,97	42,48/ /36,79	42,22/ /36,71
Серия 2	1TEOS/21,75NH <sub>3</sub> /0EtOH/0,2CTABr/475H <sub>2</sub> O	44,02/ /38,17	47,42/ /41,34	43,82/ /38,14	–/ /37,33
Серия 3	1TEOS/0,78 NaOH/52EtOH/0,2CTABr/475H <sub>2</sub> O	41,40/ /35,04	–/ /34,53	–/ /–	–/ /–
Серия 4	1TEOS/0,43 NaOH/0EtOH/0,2CTABr/475H <sub>2</sub> O	–/ /49,87	–/ /43,66	–/ /38,05	–/ /–
Серия 5	1SiO <sub>2</sub> /1,5 NaOH/52EtOH/0,2CTABr/475H <sub>2</sub> O	42,22/ /36,83	44,02/ /38,17	–/ /32,84	–/ /–
Серия 6	1SiO <sub>2</sub> /1,5 NaOH/0EtOH/0,2CTABr/475H <sub>2</sub> O	43,18/ /37,56	45,48/ /39,62	–/ /31,12	–/ /–

<sup>1</sup> Работа выполнена при финансовой поддержке гранта INTAS (01-2283).

\* © В.А. Парфёнов, О.В. Белоусов, С.Д. Кирик, Институт химии и химической технологии, СО РАН, М.А. Вершинина, Красноярский государственный университет, 2003.

ческих веществ, таких как мезителен [10], различные спирты. рН среды поддерживается такими реагентами, как аммиак, гидроксид натрия, серная, уксусная кислоты.

В литературе описан широкий ряд комбинаций, соотношений (концентраций) компонентов, варианты приведения их во взаимодействие, этапы и условия проведения синтеза. Разнообразие упомянутой информации крайне велико. В то же время детальное описание синтезов не только недостаточна, но и часто оказывается искаженной. Это обстоятельство, по-видимому, стало причиной отсутствия до сих пор исчерпывающего обзора по вариантам синтеза материалов с анализом выбранных соотношений. Вопрос точности воспроизведения вещества начинается приобретать высокую актуальность, поскольку тематика исследований смещается в сторону применения мезопористых мезоструктурированных материалов. Наиболее важна проблема стабильности материала в жестких реакционных средах, в частности проблема термостабильности [2,5,12–16]. Выяснилось, что образцы материала МСМ-41 теряют свою мезоструктуру при выдержке в кипящей воде [13,14] и переходят в аморфное состояние. В литературе появился ряд работ, направленных на поиск рецепта, избавляющего от этого недостатка. В частности, изучался так называемый солевой эффект [15,17–20], процессы наращивания на стенках поры кремнийорганических фрагментов [16,21], увеличение толщины стенок поры в процессе гидротермальной обработки [22].

Разнообразие результатов и мнений по поводу причин недостаточной гидротермостабильности материалов, по-видимому, вызвано сложностью учета всех процессов, протекающих при их формировании, недостаточным знанием детального механизма образования и молекулярного устройства вещества, отсутствием ясных представлений о роли компонентов реакционной среды.

Настоящее исследование направлено на более детальное выяснение роли различных компонентов при синтезе в формировании свойств материала. Исходной информацией были наши предварительные экспериментальные данные по гидротермальной устойчивости образцов МСМ-41, полученных в спиртово-аммиачной и водно-щелочной средах. Продукты обладают сравнимым по геометрическому совершенству кремнийкислородным каркасом, однако в первом случае нами получена достаточно высокая стабильность материала при кипячении в воде, во втором – стабильность отсутствовала. План исследования заключался в последовательной замене соответствующих компонентов так, чтобы перейти от спиртово-аммиачной среды к водно-щелочной. Очевидно, что простая замена одного компонента на другой не ведет к оптимальному материалу. Однако получение оптимального материала не преследовалось. Задача состояла в том, чтобы зафиксировать качественные изменения, возникающие при замене компонента, и посредством этого прояснить его роль. Состояние материалов на каждой стадии его формирования характеризовалось по дифракционной картине. На окончательной стадии вещества подвергались тестированию на стабильность кипячением в воде.

### *Экспериментальная часть*

В качестве исходных реагентов в настоящей работе использованы: цетилтриметиламмоний бромид (СТАВr)  $C_{16}H_{33}(CH_3)_3NBr$  – Aldrich (Cat.:85.582-0); тетраэтоксисилан,  $Si(C_2H_5O)_4$  (TEOS) – ч.д.а., ТУ 6-09-3687-74;  $Na_2SiO_3 \cdot 9H_2O$ , РЕАХИМ 130159 ГОСТ4239 77;  $NH_3$  – 13,4М,  $\rho=0,905г/см^3$ , ч.д.а.; NaOH, ч.д.а.; EtOH–96%масс., ректификат;  $H_2SO_{4конц}$ , ч.д.а. Стехиометрические соотношения компонентов, взятые для синтеза представлены в табл. 1.

СТАВr растворялся в воде или в водно-спиртовом растворе при комнатной температуре при перемешивании. Для создания среды в раствор ПАВ добавляется аммиак или NaOH. В образовавшийся раствор по каплям добавлялся TEOS или заранее приготовленный раствор силиката натрия при энергичном перемешивании на магнитной мешалке. Гидролиз, помутнение и образование взвеси начинается практически сразу после введения источника кремния. Значения рН среды составили: 12,5 до ввода TEOS, и 11,5 – после (через 10 минут). В данном исследовании время формирования продукта было ограничено 2 часами, что считается оптимальным временем формирования в спиртово-аммиачной среде. Через 2 часа после сливания компонентов взвесь либо фильтруется и промывается водой до нейтрального значения рН промывных вод, высушивается на воздухе, либо переносится в фторопластовый автоклав для проведения гидротермальной обработки (ГТО) при температуре 110°C в течение 2 часов. После фильтрации, промывки и высушивания при комнатной температуре материал подвергается отжигу на воздухе при 550°C. Скорость подъема температуры при прокалке составила 3град/мин, и по достижении температуры отжига образец оставался в печи еще на 3 часа. Поправок на изменение объема смеси, возникающее при выводе спирта из системы (серии 2, 4 и 6), не производилось. В 5 и 6 сериях опытов роль источника кремния играл силикат натрия. Необходимое значение рН в этих опытах достигалось подкислением раствором серной кислоты.

Тестирование на устойчивость проводилось выдержкой вещества в кипящей воде в течение 2 часов с последующим качественным анализом изменения рентгенограммы.

После стадий осаждения (1), ГТО (2), прокалки (3), кипячения в воде (4) отбиралась порция материала для рентгенографического анализа. Съемка рентгенограмм проводилась на автоматическом дифрактометре ДРОН-4 (Cu K $\alpha$ -излучение; графитовый монохроматор в отраженном пучке). Для съемки в малых углах стандартная оптическая схема дифрактометра была дополнена коллимационной щелью 0.25 мм на первичном пучке на рас-

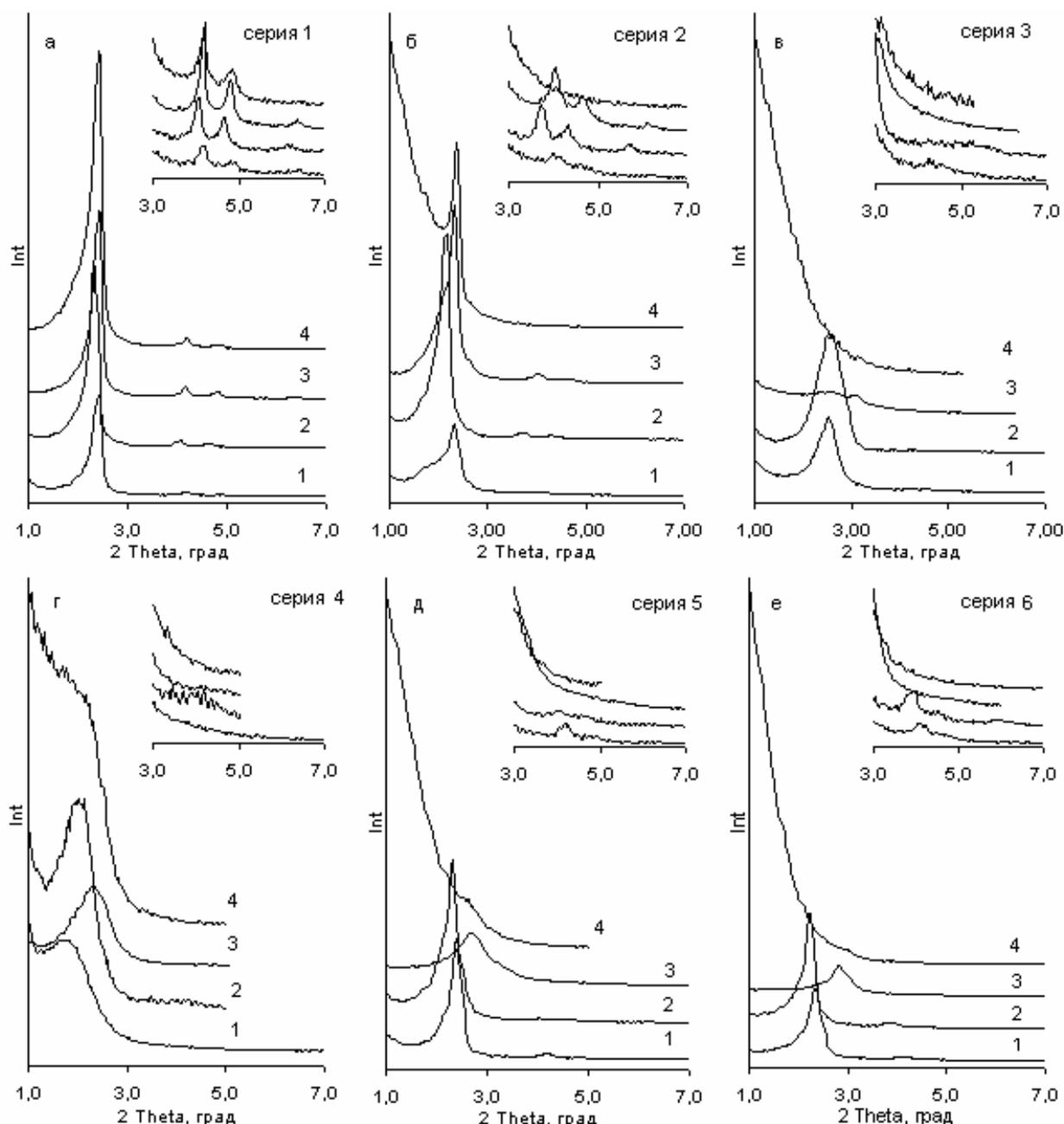


Рис. 1. Дифрактограммы материалов, синтезированных по мольным соотношениям, приведенным в табл. 1. Материал: 1 – полученный на стадии комнатного синтеза; 2 – прошедший ГТО при  $T=110^{\circ}\text{C}$ ; 3 – прокаленный при  $T=550^{\circ}\text{C}$ ; 4 – прошедший проверку на ГТ стабильность

стоянии 90 мм от фокуса трубки, а также была установлена модифицированная щель Соллера (расстояние между пластинами 0,2 мм). Сканирование проводилось в угловом интервале  $1-7^{\circ} 2\theta$ , с шагом  $0.04^{\circ}$ , с временем накопления в точке 10 секунд.

#### Результаты и обсуждение

На рис. 1а-е представлены рентгенограммы проанализированных продуктов на различных стадиях своего формирования.

Эволюция продукта с оптимальным набором компонентов для спиртово-аммиачного синтеза (рис. 1а: 1-4) не сопровождается сильными изменениями параметра решетки. Наибольший скачок параметра примерно на 1.5Е происходит после гидротермальной обработки в автоклаве, однако при прокатке каркас практически возвращается в исходное состояние. Кипячение в воде не приносит заметных изменений параметра. Дифракционная картина содержит до пяти пиков. Сразу после конденсации продукт весьма совершенен, однако на рентгенограмме все-таки присутствуют небольшие детали, свидетельствующие о неоднородности каркаса: слабая плечо ли-

нии (100), плоскостность вершин пиков (110) и (200). Гидротермальная обработка придает материалу однородность. Кипячение приводит к еле заметной деградации, что выражается в небольшом уширении пиков и снижении интенсивности дальних линий.

Резкое уменьшение в реакционной среде концентрации этанола приводит, судя по рентгенограмме, к заметной неоднородности первичного продукта (рис. 1б:1.). Линия (100) приобретает плечо со стороны меньших углов. Соответственно линии (110), (200) несколько уширяются и теряют интенсивность. По-видимому, наряду с основной мезофазой присутствует фаза с большим размером ячейки и, возможно, большим размером поры. Основной продукт имеет параметр ячейки на 1.5Е выше, чем продукт сравнения (рис. 1а:1). Гидротермальная обработка улучшает гексагональную структуру. При этом параметр возрастает на 4 Е (!). Полученный результат находится в противоречии с сформировавшимися мнениями о роли спирта и других органических добавок как о своллингагентах, приводящих к увеличению объема (набуханию) основного компонента. После прокалики параметр решетки также резко сокращается, практически достигая первоначального значения. Устойчивость материала к кипячению в воде существенно понижена. Рентгенограмма продукта после кипячения (рис. 1б:4) показывает заметное уширение первичного пучка дифрактометра (фон рентгенограммы в области первичного пучка), что свидетельствует о появлении частиц небольшого размера. Таким образом, происходит дробление первоначальных частиц продукта на более мелкие при кипячении.

Результат замены аммиака как реагента, ответственного за рН-среды, на эквивалентное количество NaOH (по значению начального рН 12.5) продемонстрирован на рис. 1в:1-4. Уже на стадии конденсации начинается конверсия продукта в состояние, являющееся промежуточным между МСМ-41 и МСМ-48 с кубической симметрией; об этом свидетельствует уменьшение межплоскостного расстояния основной дифракционной линии и расщепление ее при ГТО. Совершенного продукта кубической симметрии в данном случае не получено, по-видимому, из-за недостаточного времени ГТО или других причин кинетического характера. Дальнейшая прокалика не делает продукт совершенней, однако еще уверенней обнаруживается его “приближение” к “кубическому” типу. Полученный материал не обладает устойчивостью к кипячению в воде.

Далее изменение среды продолжено в серии 4 путем замены спирта на воду (рис. 1г:1-4). Эффект, в определенной мере, аналогичен наблюдаемому во второй серии: организация первичного продукта ухудшилась вследствие недостаточной подготовки ПАВа к реакции. Конденсированное вещество по значению межплоскостного расстояния основного рефлекса ( $d/n=49.9E$ ) можно условно отнести к гексагональной форме. Снижение межплоскостного расстояния этого рефлекса до значения  $d/n=43.7E$  при ГТО, вероятнее всего, вызвано началом превращения в кубическую форму. При прокалике происходит дальнейшее весьма сильное уменьшение межплоскостного расстояния ( $d/n=38.1E$ ). Окончательный продукт не устойчив к кипячению в воде.

Эффект смены источника кремнезема изучался на сериях 5 и 6. Здесь вместо тетраэтилортосиликата использован силикат натрия. Указанные серии (рис. 1д:1-4 и рис. 1е:1-4) различаются присутствием этанола. В серии 5 при конденсации образуется достаточно структурированный продукт с гексагональной симметрией. Параметр ячейки ( $a=42.2E$ ) соответствует варианту сравнения (серия 1). Результат проведения ГТО (рис. 1д:2) может быть интерпретирован как начало структурной перестройки: практически исчезают линии (110) и (200), основной рефлекс сдвигается в сторону больших углов. При прокалике начатые изменения усиливаются (рис. 1д:3). Образовавшийся неустойчивый при кипячении в воде продукт невозможно отнести к определенному структурному типу.

Аналогичное поведение наблюдается в 6-й серии. Отличием является некоторое отставание по времени от серии 5. После ГТО продукт достигает более совершенного состояния, характеризующегося гексагональной симметрией. Отметим повышение параметра с 43.2Е до 45.4Е, что свойственно для применения жестких (слабополяризуемых) щелочных агентов. Однако уже при прокалике начинается активная перестройка в предположительно кубическую фазу. Продукт также неустойчив при кипячении в воде.

Таким образом, за замене реагентов наблюдаются серьезные изменения в качестве формирующегося продукта. Поскольку химический состав конечного вещества один и тот же, изменения следует отнести за счет изменений кинетических характеристик отдельных процессов, что приводит к их взаимной разбалансировке и, в конечном счете, к продуктам плохого качества. Полученные результаты и особенно роль отдельных компонентов могут быть прояснены на основе построения иерархии основных процессов, происходящих при формировании вещества.

Многие исследователи в настоящее время сходятся на понимании главного процесса при формировании мезопористого тела как супрамолекулярного взаимодействия между ионами цетилтриметиламмония с силикатными полианионами [1,4,5,9,23]. Пока отсутствует необходимая конкретность в вопросе о виде и размерах полианионов, тем не менее, в литературе уже накапливаются данные, суммируя которые можно с большой вероятностью утверждать, что реакция взаимодействия имеет стехиометрический или близкий к нему характер, что можно выразить следующим уравнением:

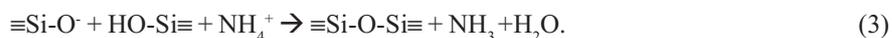


где  $CTA^+ - C_{16}H_{33}(CH_3)_3N^+$ . Образовавшиеся супрамолекулярные фрагменты конденсируются. Принципом, управляющим кристаллизацией, служит построение энергетически выгодной поверхности по принципу жидких кри-

таллов. Далее происходит “сшивка” полианионов в стенке или полимеризация кремнезема, которая характеризуется как наиболее длительный процесс, проходящий по реакции:



Основная причина, препятствующая процессу полимеризации, это “заряженность” стенки на величину большую, чем компенсирует катион ПАВа. Высокая заряженность выступает также причиной дефектов в укладке полианионов из-за их отталкивания. Для дополнительно заряженных полианионов требуется нейтрализация, которая сопряжена с транспортом (диффузией) нейтрализующего агента. В качестве “нейтрализатора” кроме воды может выступать и аммиак. При использовании аммиака продукты также нейтральны и равновесие сдвинуто в правую сторону:



Процесс гидролиза кремний-кислородной стенки поры водой описывается уравнением:



Вблизи стенки присутствуют катионы натрия (или другого противоиона), которые нейтрализуют заряд стенки. Поскольку в зоне реакции образуется сильное основание, то процесс гидролиза имеет обратимый характер и скорость полимеризации уменьшается. Замедлению также способствует затрудненная диффузия ионов натрия и гидроксида из каналов мезопористого тела.

Присутствие в порах ионов натрия может также вызывать явление осмоса. Заряд силикатного остова материала располагается на его поверхности, а так как внутренняя поверхность выше внешней (иногда в несколько раз), то и соответствующее количество компенсирующих противоионов должно также находиться внутри пор. Это является причиной перераспределения ионов внутри системы. Определенная часть заряда в соответствии со стехиометрией компенсируется ПАВ, а остальная приходится на катионы аммония либо натрия. Если соотношение исходных компонентов приводит к ситуации, когда концентрация, например, ионов натрия внутри пор выше, чем в реакционном растворе, то возникает осмотическое давление внутри пор, способное не только увеличить их размер, но и вызвать трансформацию структуры тела. В качестве причины осмотического давления, по-видимому, может выступить также избыточный ПАВ. В литературе описана серия результатов по применению солевых добавок для улучшения термогидростабильности материала [15,17–20]. Было обнаружено, что внесение в реакционный раствор дополнительных ионов натрия после осаждения фазы (но перед ГТО) приводит к улучшению материала. На основании гипотезы осмоса явление находит простое объяснение.

Ионы натрия очень сильные “трансформаторы” структуры. Их действие двояко. С одной стороны, они сдерживают каркас тела от полимеризации, оставляя его в подвижном состоянии, с другой – вызывают осмотическое давление раствора внутри пор. Положительным результатом действия осмоса стало упорядочение и выравнивание пор. Это, в частности, выражается в более качественной дифракционной картине продукта после ГТО. Негативное последствие проявляется в слишком сильном расширении пор, при котором полисиликатные анионы в стенках отодвигаются до той степени, когда возникает пространственное препятствие для полимеризации. Описанное поведение в значительной мере сопутствовало сериям опытов 3–6.

### Заключение

Обсуждаемая схема процессов позволяет найти разумное объяснение полученным результатам и роли каждого из применяемых реагентов. Формирование мезоструктурированного мезопористого тела происходит в результате ряда процессов, отличающихся временем начала и скоростью протекания. На предварительной стадии идет формирование необходимых по форме силикатных полианионов и растворение ПАВ с образованием одиночных анионов. Далее протекает реакция образования супрамолекулярных частиц (силикатный полианион–катион-ПАВ). Затем образовавшиеся частицы конденсируются в мезофазу. В мезофазе происходят процессы гидролиза и полимеризации стенки. Роль спирта (этанола) сводится к растворителю ПАВ. Щелочные реагенты обеспечивают процессы гидролиза, полимеризации и осмоса.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. G.D.Stucky, A.Monier, F.Schuth, Q,Huo, D.Margolese, D.Kumar, M.Krishnamurty, P.Petroff, A.Firouzi, M.Janike, B.F.Chmelka./Molecular and Atomic Arrays in Nono- and Mesoporous Materials Synthesis.//Mol.Cryst. Liq.Cryst. 1994, 240,187-200.
2. X.S.Zhao, G.Q.Lu,G.J.Millar./Advances in Mesoporous Molecular Sieve MCM-41.//Ind.Eng.Chem.Res. 1996, 35, 2075-2090.
3. J.C.Vartuli, C.T.Kresge, W.J.Roth, S.B.McCullen, J.S.Beck, K.D.Schmitt, M.E.Leonowicz, J.D.Lutner, W.Sheppard. Designed Synthesis of Mesoporous Molecular Sieve Systems Using Surfactant-Directing Agents. In Advanced Catalysts and Nanostructured Materials: Modern Synthetic Methods, Edited by W.Moser. Academic Press, 1996, San Diego, California, USA.

4. S.Biz, M.L.Occelli./Synthesis and Characterization of Mesostructured Materials.//Catal.Rev.-Sci.eng., 1998,40(3),329-407.
5. U.Ciesla, F.Schuth/Ordered Mesoporous Materials.//Microporous & Mesoporous Materials, 27, (1999),131-149.
6. M.E.Davis./Ordered porous materials for emerging application.// Nature,2002, 417, 813-821.
7. F.Schuth, W.Schmidt./Microporous and Mesoporous Materials.//Advanced Engineering Materials, 2002,4(5),269-279.
8. A.Corma, Chem.Rev. 1997, 97, 2373.
9. R.C.Hayward, P.Alberius-Henning, B.F.Chmelka, G.D.Stucky./The current role of mesostructures in composite materials and device fabrication.//Microporous and Mesoporous Materials, 2001, 44-45, 619-624.
10. C.T. Kresge, M.E. Leonowicz, W.J. Roth, J.C. Vartuli, J.S. Beck. Nature. 1992, 359, 710.
11. J.S. Beck, J.C. Vartuli, W.J. Roth, M.E. Leonowicz, C.T. Kresge, K.D. Schmitt, C.T.-W. Chu, D.H. Olson, E.W. Sheppard, S.B. McCullen, J.B. Higgins, J.L. Schlenker. J. Am. Chem. Soc. 1992, 114, 10834-10842.
12. Jian Yu, Jian-Lin Shi, Lian-Zhou Wang, Mei-Lin Ruan, Dong-Sheng Yan./Preparation of high thermal stability MCM-41 in the low surfactant/silicon molar ratio synthesis systems.//Materials Letters 2001,48, 112–116.
13. M. Kruk, M. Jaroniec, A. Sayari./Influence of hydrothermal restructuring conditions on structural properties of mesoporous molecular sieves.//Microporous and Mesoporous Materials, 1999, 27, 217–229.
14. S. Kawi, S.-C. Shen./Effects of structural and non-structural Al species on the stability of MCM-41 materials in boiling water.//Materials Letters, 2000, 42, 108–112.
15. Wha Jung Kim, Jae Churl Yoo, David T. Hayhurst./Synthesis of hydrothermally stable MCM-41 with initial adjustment of pH and direct addition of NaF.//Microporous and Mesoporous Materials, 2000, 39, 177-186.
16. J.M.Kisler, M.L.Gee, G.W.Stevens, A.J.O'Connor./Comparative Study of Silylation Methods to Improve the Stability of Silicate MCM-41 in Aqueous Solutions.//Chem. Mater. 2003,15, 619-624.
17. Wha Jung Kim, Jae Churl Yoo, David T. Hayhurst./Synthesis of MCM-48 via phase transformation with direct addition of NaF and enhancement of hydrothermal stability by post-treatment in NaF solution.//Microporous and Mesoporous Materials, 2000, 49, 125-137.
18. Ji Man Kim, Shinae Jun, Ryong Ryoo./Improvement of Hydrothermal Stability of Mesoporous Silica Using Salts: Reinvestigation for Time-Dependent Effects.//J.Phys.Chem. B. 1999, 103, 6200-6205.
19. Hong-Ping Lin, Chung-Yuan Mou./Salt effect in post-synthesis hydrothermal treatment of MCM-41.//Microporous and Mesoporous Materials, 2002, 55, 69-80
20. G.Oye, J.Sjoblom, M.Stocker./Synthesis and characterization of siliceous and aluminum-containing mesoporous materials from different surfactant solutions.//Microporous and Mesoporous Materials, 1999, 27, 171-180.
21. X.S.Zhao, G.Q.Lu./Modification of MCM-41 By Surface Silylation with Trimethylchlorosilane and Adsorption Study.//Y.Phys.Chem.B.1998, 102,1556-1561.
22. G.Schulz-Ekloff, J.Rathousky, A.Zukal./Controlling of morphology and characterization of pore structure of ordered mesoporous silicas.//Microporous and Mesoporous Materials, 1999, 27, 273-285.
23. M. Jaroniec, M. Kruk, H.J. Shin, R. Ryoo, Y. Sakamoto, O. Terasaki./Comprehensive characterization of highly ordered MCM-41 silicas using nitrogen adsorption, thermogravimetry, X-ray diffraction and transmission electron microscopy.//Microporous and Mesoporous Materials, 2001,48, 127-134

**INVESTIGATION OF MCM-41 FAMILY MESOSTRUCTURED SILICA FORMING PROCESSES  
IN DEPENDENCE OF REACTIONARY MEDIUM COMPOSITION**

**V.A. Parfenov, M.A. Verzhinina,  
O.V. Belousov, S.D. Kirik**

*It was investigated the dependence of reactionary medium composition on MCM-41 family mesostructured silica forming process's passing in example of reagent's serial change. It was shown that the pH providing reagents, solubility of main interacting agents can change the rates of hydrolysis and silica polymerization, and also can increase or decrease osmotic pressure in pores. Therefore, the material forming processes and hydrothermal stability can be severely influenced.*