

マテリアル先端リサーチインフラ利用報告書

ARIM User's Report

[Release : 2023.07.28] [Update : 2023.05.15]

課題データ / Project Data

課題番号 Project Issue Number	22NM0132
利用課題名 Title	バルクおよびメソ細孔内のトリステアリンの結晶構造の調査
利用した実施機関 Support Institute	物質・材料研究機構 / NIMS
機関外・機関内の利用 External or Internal Use	外部利用/External Use
ARIM半導体基盤PF 関連課題 Related to ARIM-SETI	指定なし / No Designation
横断技術領域 Cross-Technology Area	計測・分析/Advanced Characterization
重要技術領域 Important Technology Area	次世代ナノスケールマテリアル/Next-generation nanoscale materials
キーワード Keywords	X線回折/X-ray diffraction, ナノ多孔体/ Nanoporous material

利用者と利用形態 / User and Support Type

利用者名（課題申請者） User Name (Project Applicant)	名越 篤史
所属名 Affiliation	国土館大学
共同利用者氏名 Names of Collaborators Excluding Supporters in the Hub and Spoke Institutes	
ARIM実施機関支援担当者 Names of Supporters in the Hub and Spoke Institutes	
利用形態 Support Type	機器利用/Equipment Utilization

利用した主な設備 / Equipment Used in This Project

利用した主な設備 Equipment ID & Name	NM-204 : 多目的X線回折装置_Cu_SSL
---------------------------------	---------------------------

報告書データ / Report

概要 (目的・用途・実施内容) Abstract (Aim, Use Applications and Contents)	<p>トリステアリンは棒状の分子形状をもつトリグリセリドで、α相、β'相、β相などの多形を示す。断熱型熱量計を用いた精密熱容量測定では、α相が200-270 Kで大きな過剰熱容量を示し、ゆるやかな構造変化が起きていることを示唆している。この変化を温度可変の高輝度・高感度の粉末XRDで確認することを第1の目的とする。</p> <p>また、トリステアリンを細孔径8nmのメソポーラスシリカSBA-15に封入した場合、融点の細孔径依存性などはα相を示すと予想されるが、バルク試料と同じような構造変化が起こるか確認したい。この場合、メソポーラスシリカ細孔壁の影響も見積もるため、メソポーラスシリカのみで測定する必要がある。</p>
実験 Experimental	<p>バルクのトリステアリンで融解状態から急冷しα相を形成させたあと-50℃から80℃まで10℃おきにXRD測定を行った。次に、65℃でアニールすることで最安定なβ相を形成させ、-50℃から80℃までXRD測定を行った。</p> <p>次にSBA-15に封入した試料について細孔外に残存するトリステアリンをβ相にした後、-50℃から80℃までXRD測定を行った。SBA-15のみの試料についても同様の条件で測定した。</p>
結果と考察 Results and Discussion	<p>バルクのトリステアリン室温でのXRD測定結果はすでに確認できており、α相は六方晶の等方的な副格子構造を持ち、β'相は分子軸が垂直の直方晶型、β相は分子軸が平行な三斜晶の副格子構造をもつ。α相では低温ではβ'相類似の副格子に由来するブラッグピークを示し、温度の上昇とともにα相に典型的な六方晶のブラッグピークを示すようになった。これは室温で等方的で運動性の高いα相から低温で分子軸を垂直にして密度の高いβ'相類似の分子充填構造へ構造変化をしていることがわかった。熱測定の結果と合わせると、高次の相転移に近い挙動と理解される。メソポーラスシリカに封じた材料では、細孔外の試料のブラッグピークや細孔壁のハローピークが邪魔で、細孔内の試料に関する十分な受方が得られなかった。細孔内の試料の情報を得るためには、放射光など強度の高い測定が必要であると考えられる。</p>
図・表・数式 Figures, Tables and Equations	
その他・特記事項 (参考文献・謝辞等) Remarks(References and Acknowledgements)	

成果発表・成果利用 / Publication and Patents

DOI (論文・プロシーディング) DOI (Publication and Proceedings)	
口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文 Oral Presentations etc.	
特許出願件数 Number of Patent Applications	0件
特許登録件数 Number of Registered Patents	0件