

 茨城県 <small>IBARAKI Prefectural Government</small>	MLF Experimental Report	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2021PM3008 実験課題名(Title of experiment) ガス貯蔵材料及び蓄熱材の中性子小角散乱 実験責任者名(Name of principal investigator) 星川晃範 所属(Affiliation) 茨城大学		装置責任者(Name of responsible person) 石垣徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) iMATERIA: BL20 実施日(Date of Experiment) 2021/6/1-2021/6/3

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 実験目的(Objectives of experiment)
<p>塩化テトラブチルアンモニウム(TBAC)セミクラスレートハイドレートは、テトラブチルアンモニウム(TBA)イオンに水和することで水分子がカゴ状の構造を形成し、そのTBAC濃度により融点および構造が変化することが知られている。この材料は氷と比べ 10℃以上の融点を有することから、ヒートポンプの蓄熱媒体の一つとして着目されている。</p> <p>本実験では TBAC セミクラスレートハイドレートの構造の温度変化に着目し、中性子散乱によるマルチスケール計測から、その結晶構造から結晶の粒径などに関して明らかにする。</p>

2. 試料及び実験方法 Sample(s), chemical compositions and experimental procedure
2.1 試料 (sample(s)) <p>本研究で用いた試料は、重水(D₂O)と TBAC を用いて、TS-1 と呼ばれる正方晶になる合成条件下で合成された TBAC セミクラスレートハイドレートに対して、平板状の耐圧容器にセットした。</p> 2.2 実験方法(Experimental procedure) <p>大強度陽子加速器施設(J-PARC)の物質生命科学実験施設(MLF)の BL20 にある茨城県材料構造解析装置(iMATERIA)を用いて中性子散乱実験を行った。</p>

3. 実験結果及び考察（実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。）

Experimental results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

中性子散乱プロファイルの代表点として低温 (50 K) と高温 (283 K) を抽出し比較したものを図 1 に示す。温度によりバックグラウンドが大きく変化することが明らかとなった。散乱プロファイルとしては 0.2 \AA^{-1} よりも高い q 領域では比較的フラットなバックグラウンドを示しているのに対し、 0.2 \AA^{-1} 以下 0.04 \AA^{-1} 以上の q 領域では q の低下とともにバックグラウンドの低下が観測された。さらに、 0.04 \AA^{-1} 以下の低い q 領域では散乱プロファイルが q の低下とともに増加することが明らかとなった。

高い q 領域は主に結晶構造を反映しており、比較的フラットなバックグラウンドは TBA 分子中の軽水素(H)からくる中性子の非干渉性散乱の影響と考えられる。温度の上昇とともに、非晶質領域での熱的なゆらぎを反映しバックグラウンドの変化が起きている可能性が考えられる。

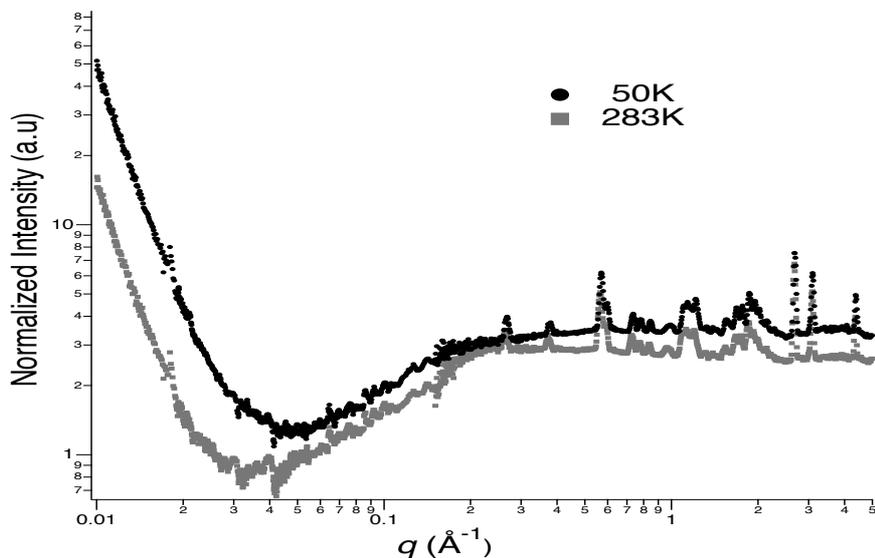


図1. TBAC セミクラスレートハイドレート の散乱プロファイル

4. 結論(Conclusions)

粉末の TBAC セミクラスレートハイドレート試料に対して中性子散乱によるマルチスケール計測を行った。結果として、結晶相から結晶粒、粒界および粒子間干渉に関する情報を反映した散乱プロファイルが観測された。