

 茨城県 <small>IBARAKI Prefectural Government</small>	MLF Experimental Report	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2019PM3004 実験課題名(Title of experiment) ガス貯蔵材料及び蓄熱材 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) 2019/4/19-2019/4/21	

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>水分子が作るカゴ状の水素結合ネットワークにゲスト分子として炭化水素をはじめとして、さまざまな分子が内包される。このような水和化合物をクラスレートハイドレートと呼ぶ。さらに特定のイオン性分子が水和することにより、カゴ状の構造を形成し、室温くらいまで安定化されるようなセミクラスレートハイドレートが知られている。近年、ガス貯蔵材料の他、氷よりも大きな潜熱を持つことから蓄熱材としても期待されている。セミクラスレートハイドレートの結晶領域の他、高次構造に着目し、小角領域での測定データに関しても合わせて調査を行なった。</p>

2. 試料及び実験方法 Sample(s), chemical compositions and experimental procedure
2.1 試料 (sample(s)) 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 2.2 実験方法(Experimental procedure) アルミ製の平板ホルダー(厚さ 2t)にセットし、冷凍機へセットした。また、10x10 の Cd マスクをつけた状態で 100K から 283K までの温度で測定を iMATERIA にて行った。

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.

結晶相に関する情報が得られる低角 15° バンクのヒストグラムを図 1 に示す。平板状のホルダーと Cd マスクがある状態でも、ヒストグラムとしては十分に得られた。100K から 283K までの温度上昇に伴い、ピークが右側へシフトしていることがわかる。これは面間隔 $d(=2\pi/q)$ が大きくなっていることを表しており、温度の上昇とともにバックグラウンドの形状が下がるとともに、うねりが大きくなっているように見える。バックグラウンドに対するピークの積分強度は変化しているものとあまり変わらないものがあり、このことから、少なくともピークの強度比が変化していることが明らかとなった。このことは、結晶構造としての単位胞内の分子位置の変化があることを示しており、TBA 分子位置が変化している可能性がある。小角領域のデータに関しては、図 2 に示す通り、アルミの空セルに関して計測されており、試料の解析に関してはもう少し、データリダクションを丁寧に考える必要があると考えられる。

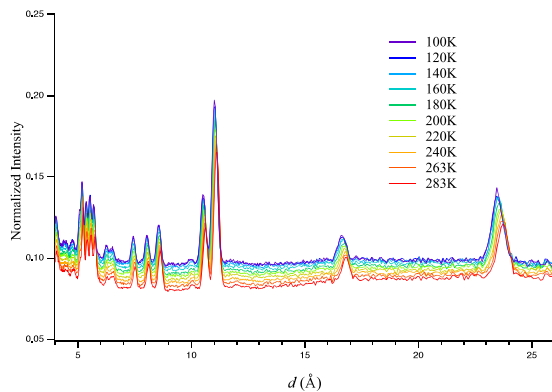


図 1 TBAC セミクラスレートハイドレートの回折パターン

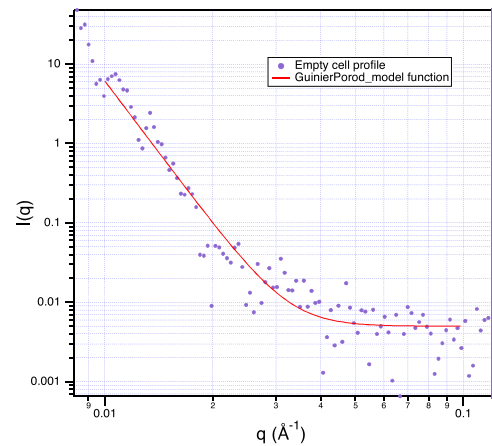


図 2 冷凍機へセットされたアルミの空セルの小角散乱

4. 結論(Conclusions)

低温でのマルチスケール計測を iMATERIA で実施し、低角バンクとともにマルチスケールでの測定ができることを確認できた。TBAC セミクラスレートハイドレートは温度の変化とともにバックグラウンドが変化し、階層構造としての変化が起きている可能性が示唆された。ただし、解析をする上で色々な検討が必要であると言える。