

 <p style="text-align: center;">MLF Experimental Report</p>	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2020PM3006 実験課題名(Title of experiment) ガス貯蔵材料及び蓄熱材における局所構造と高次構造評価 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) 2020/12/17-2020/12/18

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>蓄熱材のひとつとして利用されている塩化テトラ-n-ブチルアンモニウム(TBAC)セミクラスレートハイドレートの計測において、ピークを形成するバックグラウンドが温度によって波打つような変化がみられ、セミクラスレートを形成する水分子または TBA 分子等が何らかの大きな構造体を形成しており、それが温度変化している可能性が示唆されていた。これを踏まえて低温における小角散乱の計測を行うべく準備を進めた。光軸調整と冷凍機の整備等を主に実施するとともに実際の試料の計測を行なうことを目的とした。</p>

2. 試料及び実験方法 Sample(s), chemical compositions and experimental procedure
2.1 試料 (sample(s)) 低温用空セル 2.2 実験方法(Experimental procedure) 上流側に円形のスリットを導入し、試料位置でのビーム形状の確認および試料セルの健全性に関して空セル等を用いて光軸の確認及び調整を行なった。

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.

残念ながら新型コロナウイルス感染症の影響もあり、光軸調整を行うところまでで、実際の試料を測定するに至らなかった。低温での小角散乱実験を実施するために、新たに上流側に円形スリット(φ9) (図1) を導入し、試料位置でのビームサイズの調整を行い、ビームサイズが試料位置で 20mm 以下に絞ることができた。また、低温用の専用セルの開発 (図2) を行った。冷凍機のコールドヘッドの試料周りの許容体積にもとづいて試料セルとしては直径 20mm の平板試料とした。一方で本研究を遂行するために必要となった冷凍機のメンテナンス・調整も合わせて行ない計測に対する準備を終えた。



図1. 円形スリット



図2. 低温用セル

4. 結論(Conclusions)

新型コロナウイルスの影響もあり、実際の試料の測定をするに至らなかったが、その前の段階の光軸調整及び冷凍機に設置するための低温用セル等の開発及び確認をすることができた。