

 <b>MLF Experimental Report</b>	提出日 Date of Report <b>2012/3/30</b>
課題番号 Project No. 2011B0016 2011B0016 実験課題名 Title of experiment CO <sub>2</sub> 吸収液に存在するプロトン化モノエタノールアミン の構造解析 実験責任者名 Name of principal investigator 出口博史 所属 Affiliation 関西電力(株)	装置責任者 Name of responsible person 石垣 徹 装置名 Name of Instrument/(BL No.) <b>iMATERIA / BL20</b> 実施日 Date of Experiment <b>2012/2/5 - 6</b>

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)  
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

<b>1. 試料</b> Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.
① 天然同位体 MEA を用いた(MEA) <sub>0.11</sub> (D <sub>2</sub> O) <sub>0.89</sub> (DCI) <sub>0.11</sub> 溶液 ② <sup>15</sup> N 置換 MEA を用いた(MEA) <sub>0.11</sub> (D <sub>2</sub> O) <sub>0.89</sub> (DCI) <sub>0.11</sub> 溶液 ③ 重水 ④ (H <sub>2</sub> O) <sub>0.64</sub> (D <sub>2</sub> O) <sub>0.36</sub>

<b>2. 実験方法及び結果</b> (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 method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.
(実験方法) 4種類の溶液試料をそれぞれ直径 6 mm のバナジウム円筒セルに注入し、インジウムシールを行った後、中性子照射チャンバーにセットした。試料からの散乱中性子線強度を各バンクの検出器により測定した。各試料の測定時間は、上記①, ②を約 8 時間, ③, ④を 4 時間とした。加速器出力は 120 kW であった。  (結果) 最初に、測定されたデータの精度を検証するため重水のデータの解析を行った。得られたデータのうち、 $2q = 15^\circ, 25^\circ, 35^\circ$ の各バンクのデータを組み合わせ、吸収補正、多重散乱補正などを行い、干渉項を求めた。得られた重水の干渉項 $i(Q)$ を図 1 に示す。図 1 に示す 2011 年のデータは今回と同じ iMATERIA 分光器を用いて、データ積算時間 5 時間、加速器出力 200 kW で測定したものであり、今回の測定に比べ加速器出力は高く、測定時間も長い。そのため、 $i(Q)$ の高 $Q$ 領域でデータの統計精度に若干の差が見られる。しかしながら、2011 年と 2012 年のデータは全体として非常に良く一致し、震災の影響は見られなかった。

## 2. 実験方法及び結果(つづき) Experimental method and results (continued)

次に、モノエタノールアミン(MEA)と塩酸の混合水溶液のデータ解析を行った。今回の実験では、天然同位体比の MEA を用いた水溶液と、安定同位体の  $^{15}\text{N}$  で置換した MEA を用いた水溶液を準備した。組成はともに  $(\text{MEA})_{0.11}(\text{D}_2\text{O})_{0.89}(\text{DCl})_{0.11}$  であり、この酸性水溶液中における MEA はすべてプロトネート ( $\text{ND}_3^+\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OD}$ ) の形で存在している。同位体に置換した試料と置換していない試料とで干渉項の差分を取り、それをフーリエ変換して N 原子周辺の動径分布関数  $G_{\text{N}}(r)$  を求めた。その結果を図 2 に示す。 $r = 1.01$  および  $1.44 \text{ \AA}$  に見られるピークは MEA プロトネート分子内 N-D および N-C 原子間距離に帰属される。 $r = 1.98 \text{ \AA}$  に見られる負のピークは  $\text{N}\cdots\text{H}(\text{CH}_2)$  相関によるものである。このように、今回の実験により MEA プロトネート分子内の構造情報を取り出すことができた。今後、昨年度測定した  $\text{CO}_2$  吸収後の MEA 水溶液のデータと組み合わせ、MEA と  $\text{CO}_2$  が結合した MEA カーバメートの分子構造を解析する予定である。

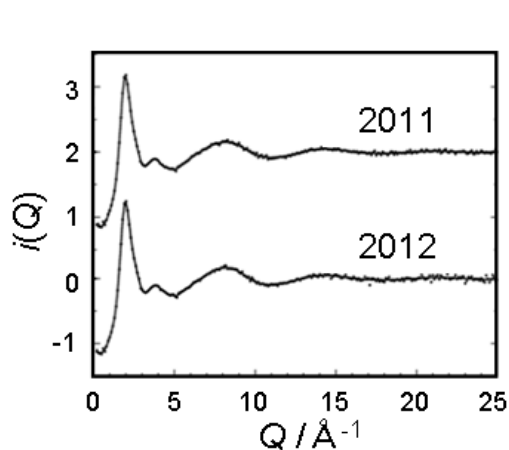


図 1 重水の干渉項。2011 は昨年度、2012 は今回測定したものである。

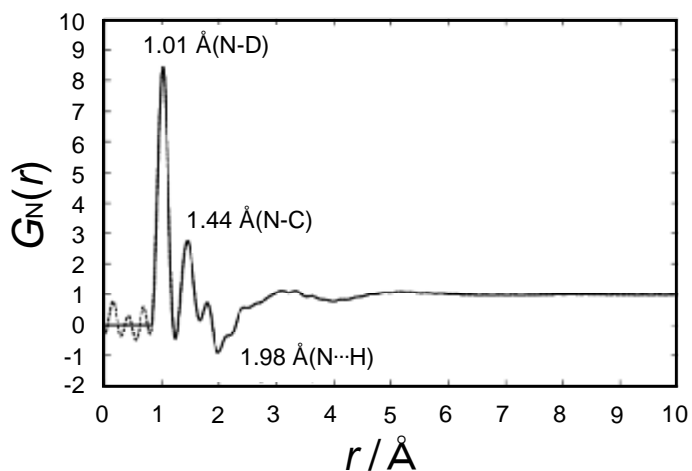


図 2  $(\text{MEA})_{0.11}(\text{D}_2\text{O})_{0.89}(\text{DCl})_{0.11}$  溶液における N 原子周辺の動径分布関数。