

 <b>MLF Experimental Report</b>	提出日 Date of Report 2010/02/24
課題番号 Project No. 2009BM0007 実験課題名 Title of experiment 新光触媒 Ti ドープカルシウムアパタイト中の原子位置の高精度中性子回折による解明 実験責任者名 Name of principal investigator 淡路 直樹 所属 Affiliation (株)富士通研究所	装置責任者 Name of responsible person 茨城大学石垣教授 装置名 Name of Instrument/(BL No.) iMATERIA/BL20 実施日 Date of Experiment 2009.12.23 9:00~19:00

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.

1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.
No.1. Caアパタイト( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) : 1g No.2 TiドープCaアパタイト ( $\text{Ca}_9\text{Ti}_1(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) : 1g Tiドープ Ca アパタイトは、Ca アパタイトから共沈法を用いて生成した。 今回の実験に先立って、試料粉末を $\text{D}_2\text{O}$ 中に浸すことにより、試料中の水素の一部を重水素に置換した。

2. 実験方法及び結果 (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.
<p>Tiドープ Ca アパタイトは、Ca アパタイト <math>\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2</math> に、チタンイオンをドープしたものであり、光エネルギーを吸収して強い酸化分解力を持つヒドロキシラジカルを生成し、吸着した有機物を水と二酸化炭素にまで完全に酸化分解するため、環境浄化への利用が進んでいる。その結晶構造については、これまでに TEM、ICP-AES、UIV-VIS による分析から、アパタイトの Ca の約 1 割が Ti に置き換わっている可能性が示唆されているが、どのサイトの Ca と置き換わっているのかは不明である。光半導体触媒では、結晶構造は伝導帯のバンドギャップ構造に影響を与え、光触媒活性に直接関係するため、Ti サイトの位置を明らかにすることは重要である。ところが X 線回折では、Ca と Ti の散乱長密度が近いこと、Ti ドープの影響は明瞭ではない。一方、中性子回折の場合、Ca の散乱長は正であるのに対して Ti の散乱長は負であるため、今回我々は、MLF のパルス中性子と飛行時間(TOF)法による高効率で高精度な粉末中性子回折データを用いることで、Tiドープ前のアパタイトとドープ後のアパタイトの構造の違いを明確にすることにより、Tiの置換サイトを同定することができると考えた。</p> <p>TOF 粉末中性子回折測定は、J-PARC MLF 実験施設内の BL20 に設置されている茨城県材料構造解析装置(iMATERIA)を用いて行った。準備した上記の試料粉末を、内径 6mm φ、高さ 65mm のバナジウム管に封</p>

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

入し、iMATERIA 内にセットした。図 1 に、今回得られた、粉末中性子回折データを示す。図の横軸は飛行時間 (TOF) であり、0 から 38000  $\mu\text{sec}$  までの回折データを得た。これは、d-spacing にして、おおよそ 0~2.7 Å までの回折データに相当する。図中の No.1 は Ca アパタイト、No.2 は Ti ドープ Ca アパタイトを表す。下図の TOF 回折プロファイルを得るために、一試料あたり、約 3 時間の測定時間を使った。測定した粉末中性子回折パターンには有意な差が見られており、今後、リートベルト解析を行うことにより、Ti ドープ Ca アパタイト中の Ti のサイトを明らかにする予定である。

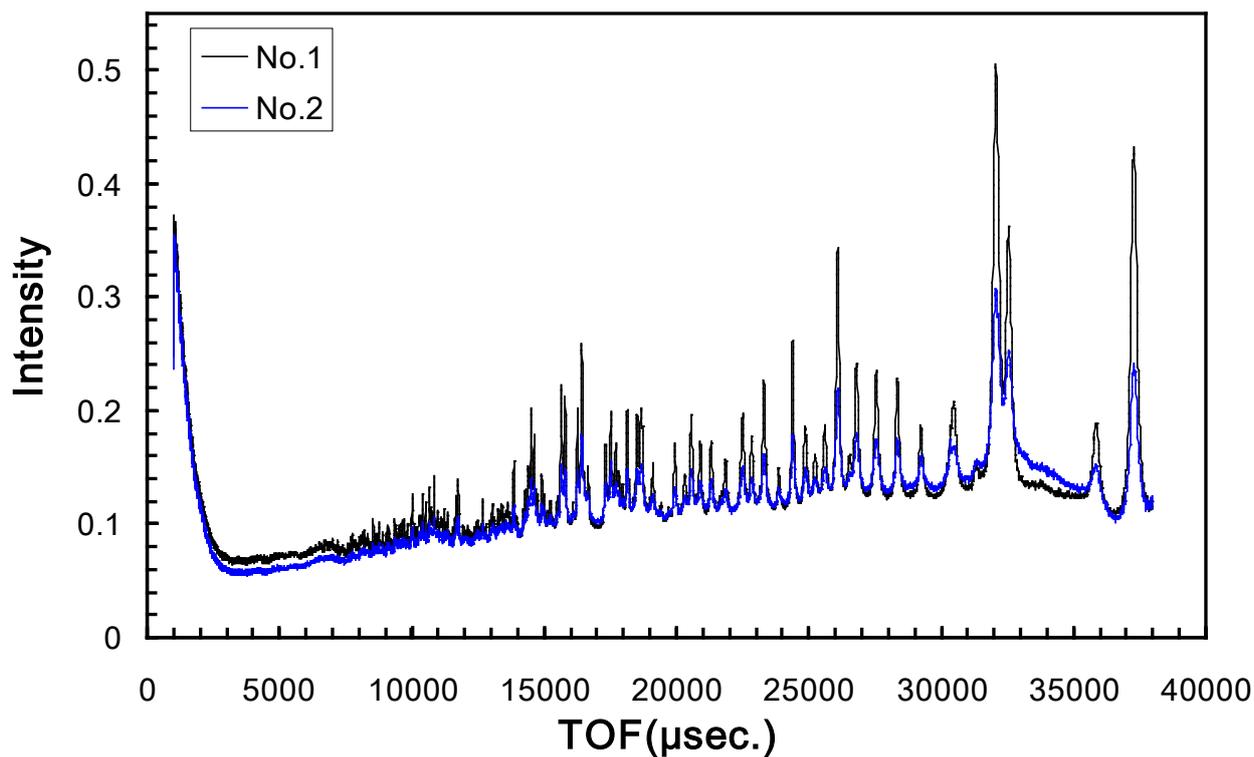


図 1