 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report 2010/08/09
課題番号 Project No. 2010AM0002 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 2010/6/9 18:00 ~ 2010 6/10 12:00

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アパタイト ($\text{Ca}_9\text{Ti}_1(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) : 1g No.3. CrドープTiアパタイト ($\text{Ca}_9\text{Ti}_{0.9999}\text{Cr}_{0.0001}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) : 1g Ti アパタイト及び Crドープ Ti 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 D_2O 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>新光触媒チタンドープカルシウムヒドロキシアパタイト(略称:Ti アパタイト)は、有機物を特異的に吸着する能力がある Ca アパタイト $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ に、Ti イオンをドープしたものである。Ti アパタイトは、光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、抗菌マスクやエアコンのフィルターなど、環境材料として利用が進んでいる。その結晶構造については、Ca アパタイトの Ca の約 1 割が Ti に置き換わっていると推定しているが、Ti アパタイトは軽元素が多く、Ca と Ti の原子番号が近いため、X 線回折では精密な構造解析は難しい。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、Ar 雰囲気中において、内径 6mm φ、高さ 65mm のバナジウム管に封入し、搬送ロボットを用いて iMATERIA 内にセットした。回折データは、データの統計性を高めるためシングルフレーム測定で計測し、1 試料あたり約 5 時間の測定を実施した。図 1 に、今回</p>

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

の測定で得られた、粉末中性子回折プロファイルの一例を示す。図1において、縦軸は、生データからバックグラウンドを除去した回折強度である。横軸は、実験で得られた飛行時間(TOF)を面間隔 d に変換したものであり、 $d=1.5\sim 2.0(\text{\AA})$ の領域の回折プロファイルを示した。図中の、No.1はCaアパタイト、No.2はTiアパタイトを表す。図1において、2試料の回折プロファイルを、図中の Δ で示したピークの強度を用いて規格化した。図1より、矢印で示した回折ピークにおいて、CaアパタイトとTiアパタイトの回折強度に差が確認できた。これらの回折強度の試料間差は、試料中のTiイオンの置換サイトに関する情報を反映していると考えられる。現在、測定した回折プロファイルのZ-Rietveldプログラムによる解析を行っており、この結果、Tiアパタイト中のTiのサイト情報が得られる予定である。

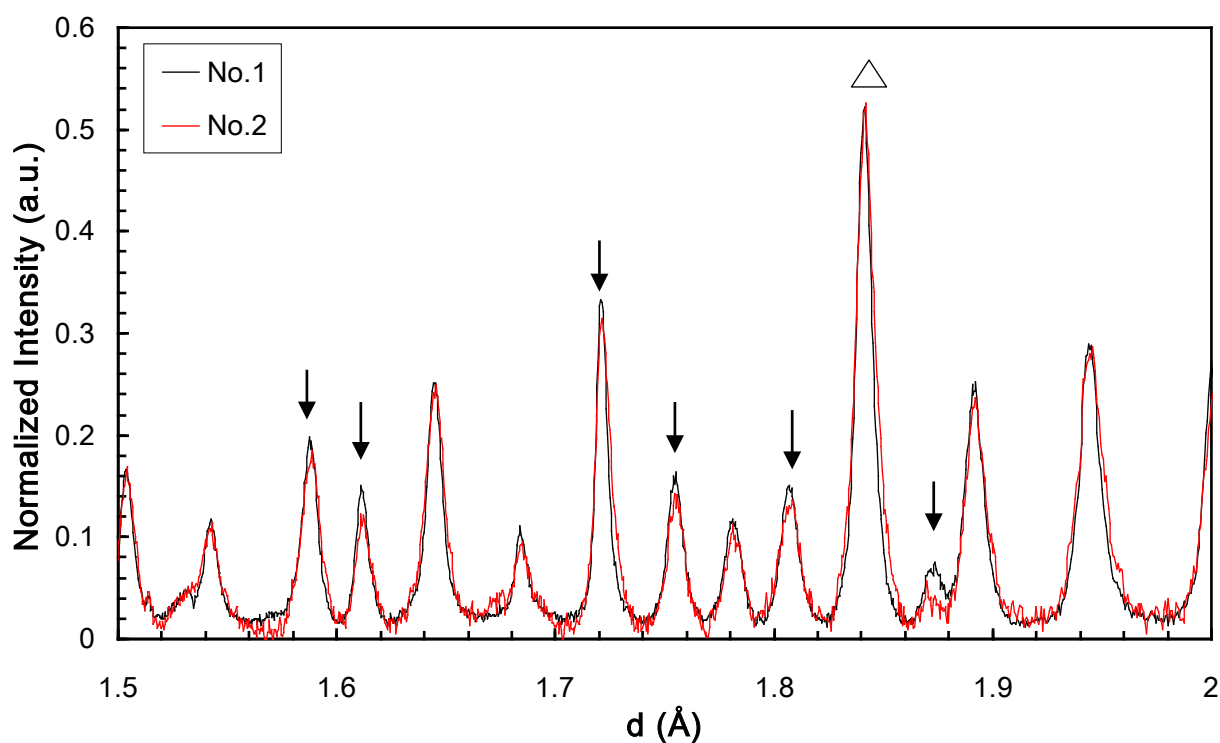


図1