

新光触媒 Ti ドープカルシウムアパタイトの粉末 X 線回折による構造解明
Structural study of the novel photocatalyst, Ti-doped calcium hydroxyapatite by the X-ray powder diffraction.

淡路直樹, 土井修一, 野村健二, 塚田峰春, 若村正人
Naoki Awaji, Shuuichi Doi, Kenji Nomura, Mineharu Tsukada, Masato Wakamura

(株)富士通研究所
Fujitsu Laboratories Ltd.

新光触媒材料である、チタンドープカルシウムヒドロキシアパタイトの結晶構造を明らかにするために、SPring-8 BL19B2 において大型デバイシェラーカメラを用いた粉末 X 線回折測定を行った。熱処理温度や W のドープ量を変化させた合計 26 試料の粉末 X 線回折データを得た。今後、回折データのリートベルト法による詳細な構造解析結果を基に、触媒活性と結晶構造との関係の考察を行う。

キーワード： 光触媒、Ti ドープカルシウムヒドロキシアパタイト(チタンアパタイト)、X 線粉末回折

背景と研究目的：

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：チタンアパタイト）は、新しい光触媒材料である。光触媒として、インフルエンザ・ウイルスや黄色ブドウ菌などの毒素を吸着、分解できることなどから、環境材料として、空気清浄機やエアコンのフィルター、抗菌マスク、などにその利用が広がっている。

チタンアパタイトは、歯や骨の無機成分であり有機物を特異的に吸着する能力があるカルシウムヒドロキシアパタイト($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$)に、光半導体物質の TiO_2 をドープしたものである。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、カルシウムヒドロキシアパタイトのCaの約1割がTiに置き換わっていること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。また、この材料の機能を向上させるためには、光触媒活性を高めることが重要である。現在、チタンアパタイトを加熱処理することや微量(Caの1%程度)のWを添加することにより、光触媒活性が増加することが分かっている。しかし、結晶構造との関連は分かっていない。本課題では以下の(1)~(2)を目的として、SPring-8放射光を利用した高分解能粉末X線回折測定を行った。

- (1) チタンアパタイトにおいて、TiがどのサイトのCaを置換しているかを明らかにする。
- (2) 熱処理温度やWのドープ量により光触媒活性の異なる試料の測定から、光触媒活性作用と結晶構造の関係を調べる。

実験：

チタンアパタイトは、カルシウムヒドロキシアパタイトから共沈法を用いて生成した[1]。生成したチタンアパタイトに熱処理を行い、測定試料として、熱処理温度やWのドーパ量の異なる合計26試料を準備した。これらを直径 0.3 mm のリンデマンガラスキャピラリーに封管し、BL19B2の大型デバイセラーカメラを用いて X 線回折測定を行った。測定は、入射X線波長1.0Åを用いて、室温で行い、露光時間は5分及び30分であった。

結果および考察：

測定結果より、各試料の $2\theta=2\sim 75^\circ$ までの粉末 X 線回折パターンが得られた。図 1 に測定結果の一例を示す。回折ピークの指数付けを行った結果から、図の X 線回折パターンは六方最密構造の特徴を示していることが分かった。現在、今回測定した粉末 X 線回折パターンのリートベルト法による解析を行っており、その結果を基にチタンアパタイト中の Ti サイト及び結晶構造と触媒活性との関連を議論する予定である。

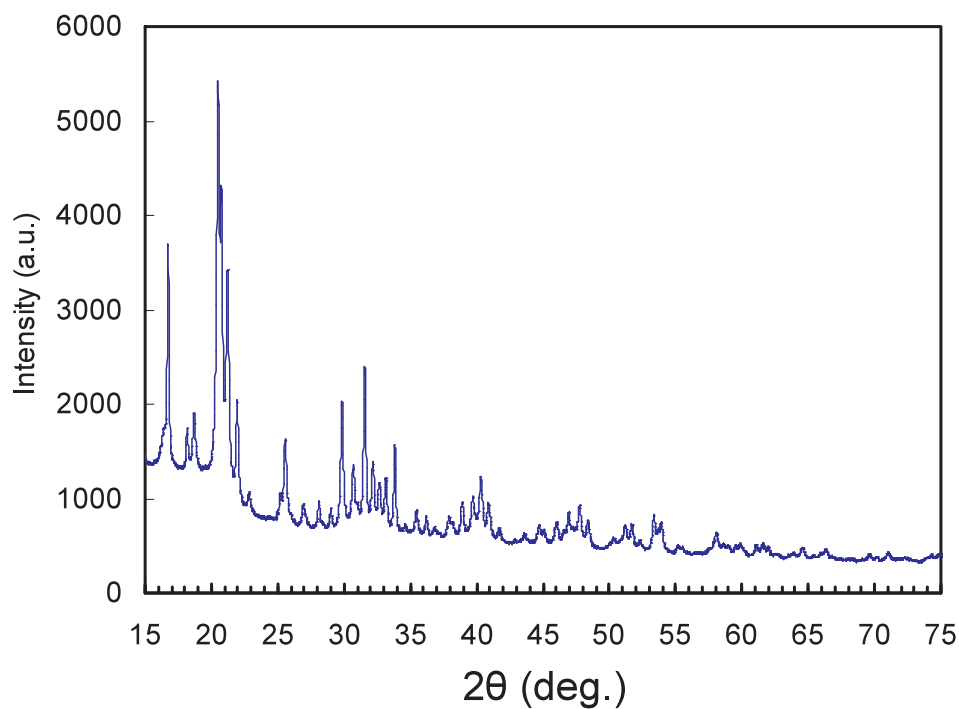


図.1 チタンアパタイト試料の粉末X線回折パターン

参考文献：

[1] M.Wakamura, FUJITSU 59.2 (2008) 134-139