課題番号　　:2019B-E06
利用課題名（日本語）　　:可視光応答型水分解光触媒ナノキューブ粒子の構造解析
Program Title (English)　:Structure analysis of nanocubes for photocatalytic water splitting under visible light
利用者名（日本語）　　:中島光一
Username (English)　　:K. Nakashima
所属名（日本語）　　:茨城大学大学院理工学研究科
Affiliation (English)　　:Ibaraki University
キーワード：ナノキューブ、光触媒、構造解析

1. 概要（Summary ）

本研究は、ペロブスカイト型酸化物（$SrTiO_3$、$BaTiO_3$など）を用いて可視光応答型水分解光触媒を創出することである。すなわち、太陽光を利用して水を水素と酸素に分解することができる光触媒を合成することが目的である。

高効率な水分解光触媒を作製するためには、粒子の大きさや形状を制御することが重要で、本研究ではナノレベルの大きさで単結晶粒子であるナノクリスタルの合成を試みた。とくに結晶面（ファセット）が露出した粒子の合成を目指した。

ペロブスカイト型酸化物の合成について、ボトムアップ型アプローチが可能なソルボサーマル法を用いて合成を行った。得られた生成物のキャラクタリゼーションはX線回折（SPring-8）および中性子回折（J-PARC）を用いて結晶構造解析を行い、電子顕微鏡を用いて粒子の大きさや形状の観察を行った。

2. 実験（目的,方法）（Experimental）

本研究の目的は、可視光応答型水分解ナノキューブ粒子を作製し、その構造解析を実施することである。この目的を実現するために下記項目について検討を行った。

① ソルボサーマル法を用いたペロブスカイト型ナノキューブ粒子の合成
出発原料に工夫を施し、ペロブスカイト型酸化物ナノキューブ粒子の合成条件の検討を行った。

② X線回折およびリートベルト解析
放射光科学研究施設（SPring-8）のビームラインBL22XUを使用して粉末X線回折測定を行い、その後、リートベルト解析を行った。

③ X線回折パターンからのPDF解析
SPring-8（BL22XU）で測定した粉末X線回折パターンから二体分布関数（PDF）解析を実施して、原子の位置に関する情報を得た。

④ 中性子回折およびリートベルト解析
中性子回折は軽元素の観察を得意としている。本研究の対象物質であるペロブスカイト型酸化物は軽元素の酸素が結晶構造の中に入っており、酸素欠陥に関する情報を得るために中性子回折測定を行った。

⑤ 電子顕微鏡を用いた粒子の形態観察
ソルボサーマル法により得られた生成物に対して、電子顕微鏡観察を行い、ナノキューブ粒子に関する詳細な観察を実施した。

3. 結果と考察（Results and Discussion）

本研究では、$SrTiO_3$および$BaTiO_3$を対象に実験を行った。回折測定の結果から、$SrTiO_3$および$BaTiO_3$の生成を確認し、リートベルト解析を実施した。構造最適化を行った結果、良好なデータを得ることができた。また、$BaTiO_3$ナノキューブに対して、PDF解析を行った結果、動径分布関数を得ることができた。

4. その他・特記事項（Others）

SPring-8 でのX線回折測定およびPDF解析について日本原子力研究開発機構の米田安宏博士にご協力をいただき、深く感謝申し上げる。