



マルチスケール・マルチモーダル構造解析

羽合孝文¹, 鈴木 雄太^{1,2}, 小野 寛太^{1,2}

1 高エネルギー加速器研究機構, 2 総合研究大学院大学

キーワード : 粉末 X 線回折, 自動化, リートベルト解析

1. 背景と研究目的

結晶構造解析は物質・材料研究において最も基本的な実験であり、物質・材料開発の効率化を進めるためには、現状で時間を要するプロセスである結晶構造解析に関する実験およびデータ解析の自動化が不可欠である。われわれは、結晶構造解析に広く用いられているリートベルト精密化法に対して、ブラックボックス最適化を適用することで、自動化する手法を開発し公開している^[1]。この全自動解析手法を用いることにより、熟練者を超えるフィッティング精度や、熟練者が1件に1日を要していたデータ解析が、1時間程度で行えるようになった。しかしながら、粉末 X 線回折実験と組み合わせた自動化については、従来なされていなかったため、粉末 X 線回折実験から全自動解析まで一連のフローを自動化することを試みた。

2. 実験内容

標準サンプルとして、二酸化チタンおよび二酸化バナジウムを用いて実験を行った。試料はキャピラリに充填し、試料交換ロボットにより自動で試料交換を行なった。得られた回折パターンについて、われわれの開発した全自動リートベルト解析 BBO-Rietveld により定量解析を行なった。

3. 結果および考察

Fig.1 に、得られた回折パターンと自動解析の結果の一例を示す。得られた回折パターンに対し、BBO-Rietveld を用いて、TiO₂ ルチル相、アナターゼ相、ブルカイト相の定量解析および構造精密化を行なった。1つの試料に対し、解析時間は20分程度で、各相の相分率および構造精密化が終了した。得られた定量解析の結果は、仕込み組成に一致したほか、専門家が手動で行なった解析結果と一致し、本手法により X 線粉末回折の計測から解析までを全自動で行うことに成功した。

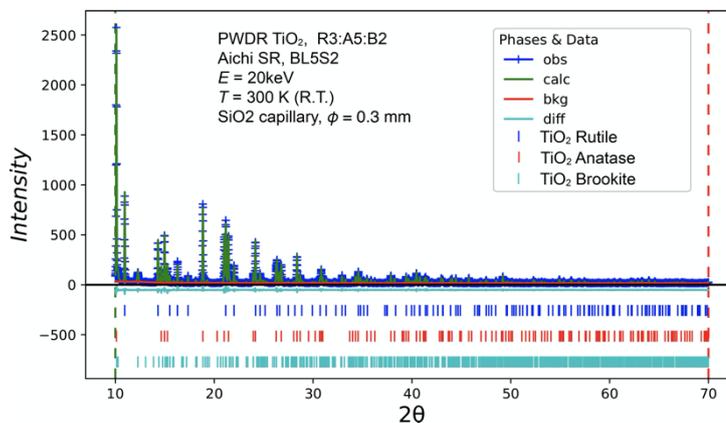


Fig.1 ルチル相、アナターゼ相、ブルカイト相の混在した TiO₂ 試料の粉末 X 線回折パターンと自動リートベルト解析の結果

4. 参考文献

1. Ozaki, Y., Suzuki, Y., Hawaii, T., Saito, K., Onishi, M., Ono, K.. Automated crystal structure analysis based on blackbox optimisation. npj Comput Mater 6, 75 (2020). <https://doi.org/10.1038/s41524-020-0330-9>