



全自動構造解析のためのテスト実験（重点M3）

羽合孝文¹，鈴木雄太^{1,2}，人見尚³，渡辺義夫⁴，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，3 (株) 大林組，

4 あいちシンクロトロン光センター

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

コンクリートの長寿命化のためには、現状のセメントでは構成成分の水酸化カルシウムが可溶性であり、コンクリートが水に触れることにより Ca が溶出し経時劣化を起こすことを防ぐ必要がある。そのため、われわれはフライアッシュを普通ポルトランドセメントの代わりに混和させることにより、水酸化カルシウムを減らした新しいセメント材料の開発を目指している。これらの材料開発には結晶構造解析や定量解析の自動化が不可欠である。結晶構造解析はセメントなどの材料開発において最も基本的な実験であり、材料開発の効率化のためには、粉末 X 線回折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、セメントの定量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、自動化することを目指している^[1]。本研究ではセメント材料について、粉末 X 線回折実験から全自動定量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セメントクリンカーの主要構成成分であるエーライト（ケイ酸三カルシウム $3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ ）を用いて実験を行った。試料はキャピラリーに充填し、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、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ではエーライト標準試料に15%程度のビーライトが含まれていることがわかった。本手法によりセメント材料に対して 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。

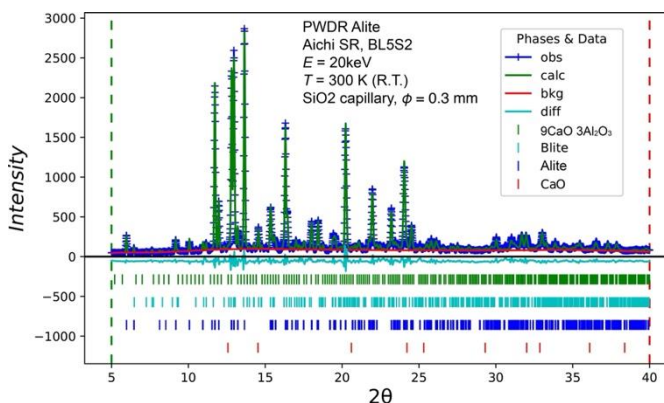


Fig.1 セメント材料の粉末 X 線回折パターンと自動リートベルト解析の結果

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>