



全自動構造解析のためのテスト実験 2 (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^{1,2,5}

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, 5 大阪大学

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

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実験条件によるばらつきを考慮した結晶構造解析や定量解析が不可欠である。そのためには解析に対する解析者依存性を取り除いた自動解析が必要不可欠となる。これまでにわれわれは、セメントの結晶構造解析や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^[1]、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。そこで、本研究ではセメント材料を想定した標準材料について、同一条件の試料を複数用意してそれぞれ複数回測定し、自動解析を行うことでばらつきを標準偏差として評価することを試みた。

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リートベルト解析の結果の一例を示す。1つのデータに対し、自動解析時間は20分程度で、各相の重量比および構造精密化が終了した。複数の自動定量解析から得られた結果より、重量比に対して測定の繰り返しによる標準偏差は

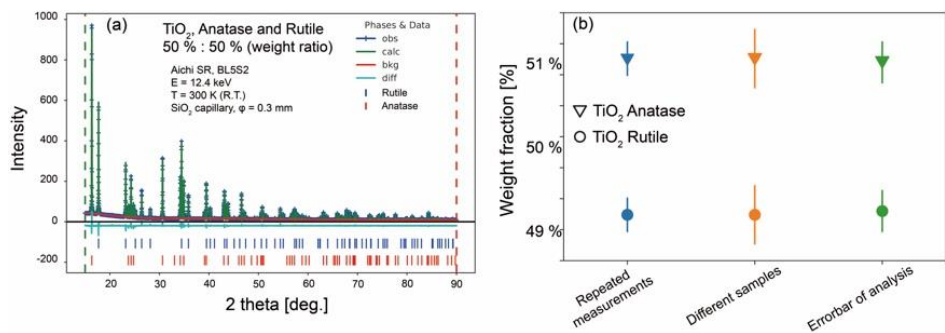


Fig.1 (a)標準サンプルの粉末 X 線回折パターンと自動リートベルト解析の結果 (b)測定の繰り返しによる不確かさ、試料準備による不確かさ、及びリートベルト解析による標準偏差をエラーバーとしてプロットした図

0.13%、試料準備による標準偏差は 0.26%、そしてリートベルト解析による標準偏差は 0.16% と評価を行うことができた。自動解析で得られた結果であるため、解析者依存性の無い定量的な評価に成功した。

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>