



全自動構造解析のためのテスト実験3（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結晶構造解析や定量解析が不可欠であるが、数多くの化合物を含むセメント材料の解析は人間が行うと非常に時間がかかり得られたデータの全てを有効活用できるとは限らない。そこで自動解析が必要不可欠となる。これまでに我々は、セメント材料の結晶構造解析や定量解析に対して、ブラックボックス最適化をもちいたリートベルト解析を適用し^[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ための予備実験を行なった。

2. 実験内容

サンプルとして、実際のセメントを想定し、主成分である Alite, Belite, 水酸化カルシウム (Portlandite), Calcite, フライアッシュに含まれる (quartz, Mullite) の混合物を測定した。試料は 0.3mm および 0.8mm の石英キャピラリーに充填した。試料交換はロボットにより自動で行なった。得られた回折パターンは我々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

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実験で行うことを試みた。自動解析に要した時間は 20 分程度であり、1 試料について X 線粉末回折の計測から解析まで 30~60 分で行うことが可能となった。実際には計測中に一つ前のサンプルの解析を行うことができるため、従来と比べて非常にハイスループットでの全自動実験が可能となることがわかった。

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>