



## 全自動構造解析のためのテスト実験3 (重点M3)

羽合孝文<sup>1</sup>, 鈴木雄太<sup>1,2</sup>, 人見尚<sup>3</sup>, 渡辺義夫<sup>4</sup>, 小野寛太<sup>1,2,5</sup>

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

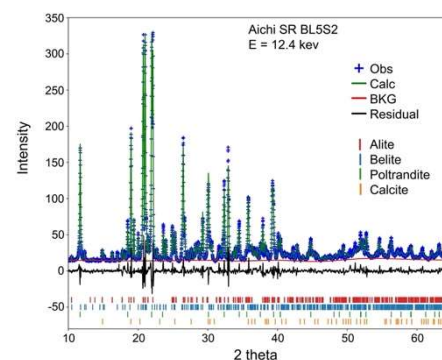
コンクリートの長寿命化のためには、現状のセメントでは構成成分の水酸化カルシウムが可溶性であり、コンクリートが水に触れることにより Ca が溶出し経時劣化を起こすことを防ぐ必要がある。そのため、われわれはフライアッシュを普通ポルトランドセメントの代わりに混和させることにより、水酸化カルシウムを減らした新しいセメント材料の開発を目指している。これらの材料開発には結晶構造解析や定量解析が不可欠であるが、数多くの化合物を含むセメント材料の解析は人間が行うと非常に時間がかかり得られたデータの全てを有効活用できるとは限らない。そこで自動解析が必要不可欠となる。これまでに我々は、セメント材料の結晶構造解析や定量解析に対して、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<sup>[1]</sup>、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ってきた。本研究では実際に用いられているセメントに近い混合物に対して、現場での実装を想定した条件で測定を行い、自動解析を行った。

### 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 0.3 mm および 0.8 mm の石英キャピラリに充填した。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

Fig.1(a)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例を示す。自動解析に要した時間は 20 分程度である。仕込み重量比と得られた結果を表 1(b) に示す。測定に用いた Alite は 12-15 % 程度の Belite を含有しているため、50 %の重量比のうち 7%程度は Belite と考えられる。その点を考慮すると結果の 41%は期待される値 43%に近い。Belite, Portlandite に関しても問題なく仕込みから期待される値が得られている。また、Alite, Belite に含まれている Calcite についても検出した。今回の結果から、実際のセメント材料に対する本手法の適用は有効であることが強く示唆された。



| Weight %        | Answer | Results |
|-----------------|--------|---------|
| Alite           | 50     | 41      |
| Belite in Alite | ~7     |         |
| Belite          | 30     | 36      |
| Portlandite     | 20     | 22      |
| Calcite         |        | 1       |

Fig.1(a)Alite, Belite, Portlandite 混合物の解析結果。(b) 重量比の仕込み (Answer) と結果(Results) の比較。

### 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>