

JAPAN
OPEN SCIENCE
SUMMIT 2018

2018年6月19日
14:15～15:45 中会議場B(2F)

領域科学関連

D5 物質・材料分野におけるデータ利活用

2. 材料データベースを活用した分析技術

株式会社リガク
X線研究所
主幹技師 小澤哲也

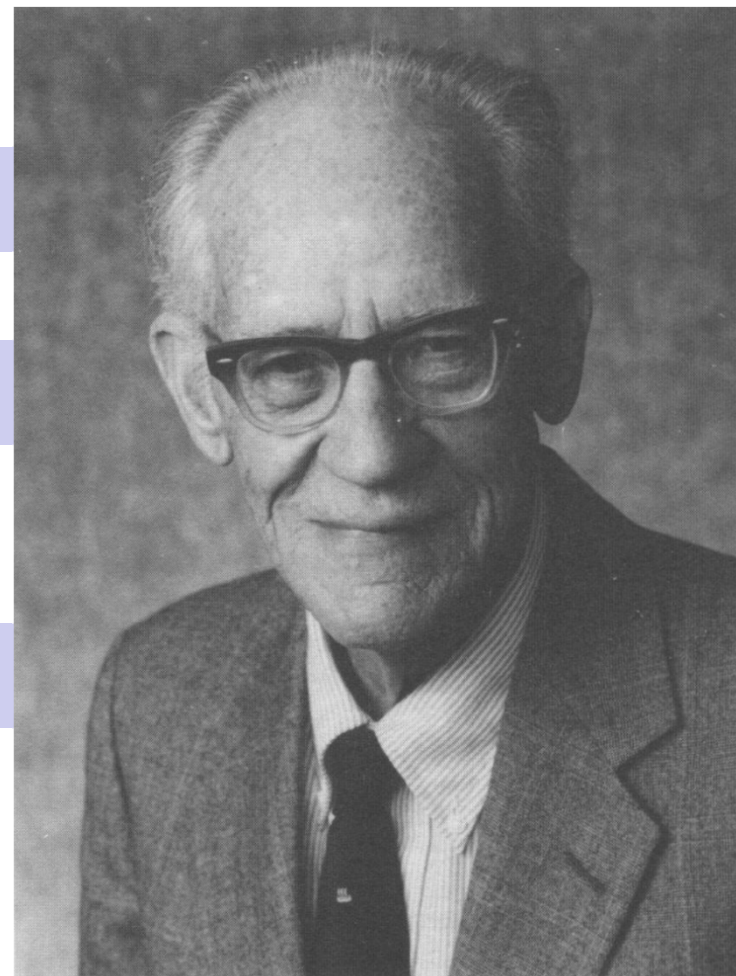


概要

- "材料データベースを活用した分析技術"
 - 現在X線回折では、定性分析のためのデータベースが広く活用されているが、材料の多様化に伴い、その情報だけでは十分ではなくなっている。本発表ではX線分析技術を使った知識獲得における巨大材料データベースの活用を考える。
- "Analytical techniques utilizing materials database"
 - Although specific databases for X-ray diffraction have been widely used, recent diversity of materials requires abundant data including unexpected structures and functionalities. I prospect XRD analysis using materials database for knowledge acquisition.

データベースの活用例

- 定性分析
 - Hanawalt法とデータベース
- JCPDS (ICDD PDF-2)
 - (面間隔、強度のテーブル)
 - 2018年現在30万種類の結晶
- データの3強線の面間隔から物質を特定する手法
 - 現在ではコンピュータソフトウェアとして自動化されている



J. D. Hanawalt. Manual
Search/Match Methods for Powder
Diffraction in 1986. Powder
Diffraction, Vol.1, No 1, March 1986

Manual Search/Match Methods for Powder Diffraction in 1986

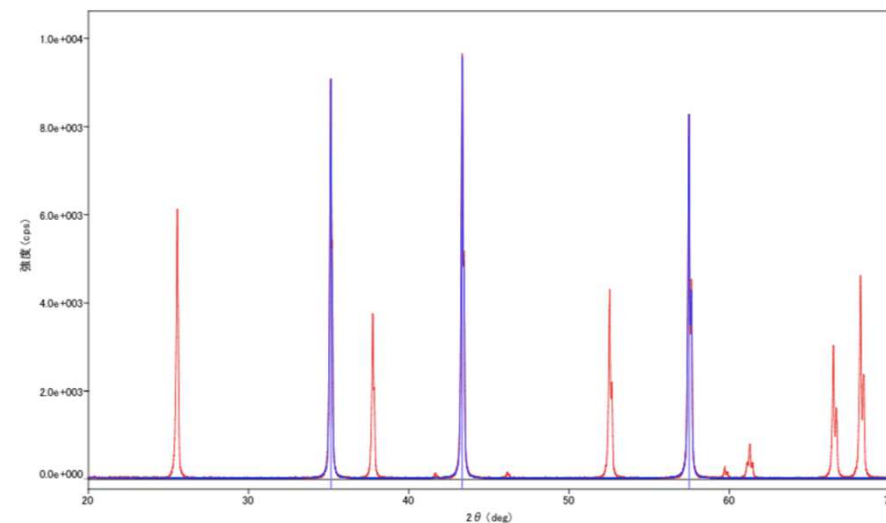
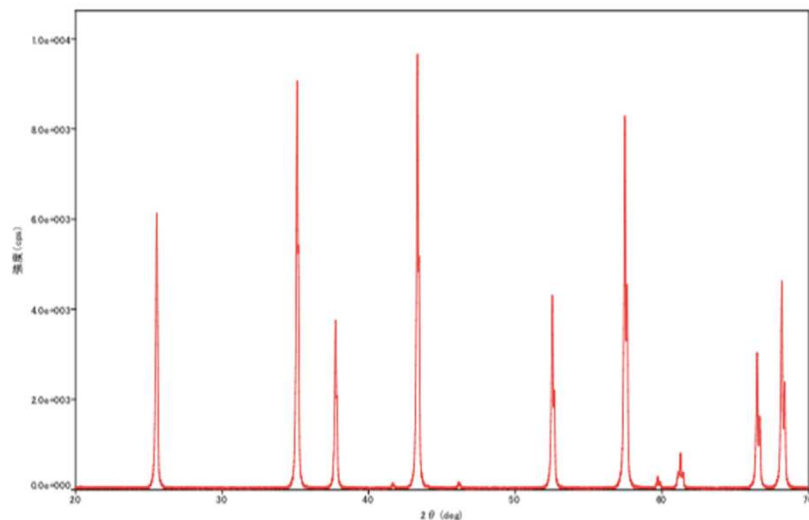
By J. D. Hanawalt, Prof. Emeritus, The University of Michigan.

(Powder Diffraction, Vol 1, No 1, March 1986)

	3.03 ₈	2.94 _x	3.15 ₇	1.59 ₇	2.63 ₅	3.57 ₅	2.22 ₅	1.88 ₅	GeY ₂ O ₅	23- 270	
*	3.03 ₈	2.94 _x	2.91 ₆	4.22 ₃	4.20 ₃	2.44 ₃	3.78 ₃	2.10 ₂	K ₂ (SO ₄) _{0.67} (CrO ₄) _{0.33}	25-1236	1.10
	3.03 _x	2.94 ₇	2.44 ₄	2.97 ₄	3.77 ₃	2.12 ₂	1.89 ₂	3.18 ₂	K ₂ PO ₃ F	18-1015	
i	3.02 ₈	2.94 _x	4.42 ₅	4.03 ₄	3.08 ₃	2.66 ₃	1.58 ₃	2.80 ₂	NdVWO ₆	26-1279	
*	3.02 _x	2.94 _x	3.42 ₈	2.91 ₇	2.43 ₄	1.71 ₄	2.10 ₃	4.20 ₃	Ba ₂ SiO ₄	26-1403	1.80
o	3.02 _x	2.94 _x	3.15 ₄	4.55 ₃	2.27 ₃	3.81 ₃	4.82 ₂	4.72 ₂	K ₈ H ₂ As ₄ O ₁₅	23- 481	
i	3.01 _x	2.94 _x	6.02 ₈	5.19 ₈	3.63 ₈	2.59 ₈	1.81 ₈	1.58 ₈	Na _{0.5} Ca _{1.5} Fe _{0.5} Te _{1.5} O ₇	32-1054	
i	3.01 _x	2.94 ₉	2.87 ₅	2.51 ₅	3.78 ₅	3.70 ₄	1.78 ₄	5.75 ₃	Mn ₃ TeMo ₂ O ₁₂	33- 912	
	3.01 _x	2.94 _x	2.81 _x	1.75 ₈	2.25 ₇	1.98 ₇	1.66 ₇	1.63 ₇	Pb ₁₄ (AsO ₄) ₂ O ₆ Cl ₄	22- 664	
i	3.00 ₉	2.94 _x	3.10 ₈	3.20 ₇	2.88 ₇	2.53 ₇	2.20 ₇	2.11 ₇	Ca ₇ Pb ₂ (SO ₄) ₂ Si ₆ O ₁₄ (OH) ₁₀	18- 292	
	3.00 _x	2.94 _x	2.78 ₉	2.88 ₆	2.85 ₆	5.07 ₃	3.40 ₃	2.75 ₃	Cd ₃ V ₂ O ₈	28- 203	
i	3.00 _x	2.94 _x	1.58 ₇	2.65 ₅	1.70 ₅	1.86 ₄	3.71 ₃	2.21 ₃	(Y,Ce,Ca)(Ta,Ti,Nb) ₂ O ₆	26- 1	
	2.99 _x	2.94 ₈	7.10 ₅	3.67 ₄	3.57 ₄	7.60 ₃	3.97 ₃	3.41 ₃	RbCrP ₂ O ₇	24- 930	
*	2.99 _x	2.94 ₇	2.90 ₅	3.28 ₅	1.95 ₄	3.35 ₃	2.06 ₃	4.34 ₃	Pb ₃ Bi ₂ (GeO ₄) ₃	34-1021	
i	2.99 _x	2.94 ₇	2.82 ₄	3.40 ₃	2.04 ₃	1.87 ₃	2.30 ₂	2.03 ₂	Ca ₅ (VO ₄) ₃ Cl	23- 109	
*	2.99 _x	2.94 ₉	2.82 ₆	3.37 ₃	2.69 ₃	2.03 ₃	1.87 ₃	2.30 ₂	Ca ₅ V ₃ O ₁₂ Br	25- 180	

73	2.741	2	0		1	0	
7	2.696						
17	2.650			2.652 ₃₀			
7	2.622						
7	2.587						
23	2.540					2.541 ₃₈	
48	2.502	5	0	2.500 ₇			
14[8]	2.259			2.261 ₈		2.262 ₁₂	
14	2.131					2.132 ₁₇	
10	2.100						
9	2.078			2.080 ₁₂			
21	2.000						
9	1.988						
17	1.958					1.957 ₂₇	
31	1.874	6	2	1.874 ₄₆			
7	1.852						
19	1.704						

定性分析（同定）



PDFカード番号:1000032 Quality:C

サブファイル名:

化学式: Al₂O₃

名称: Corundum

I/I_c (RIR値)= 1.03

結晶系: 空間群: R -3 c:H(167)

実測密度:

格子定数: a= 4.7605 b= 4.7605 c= 12.9956

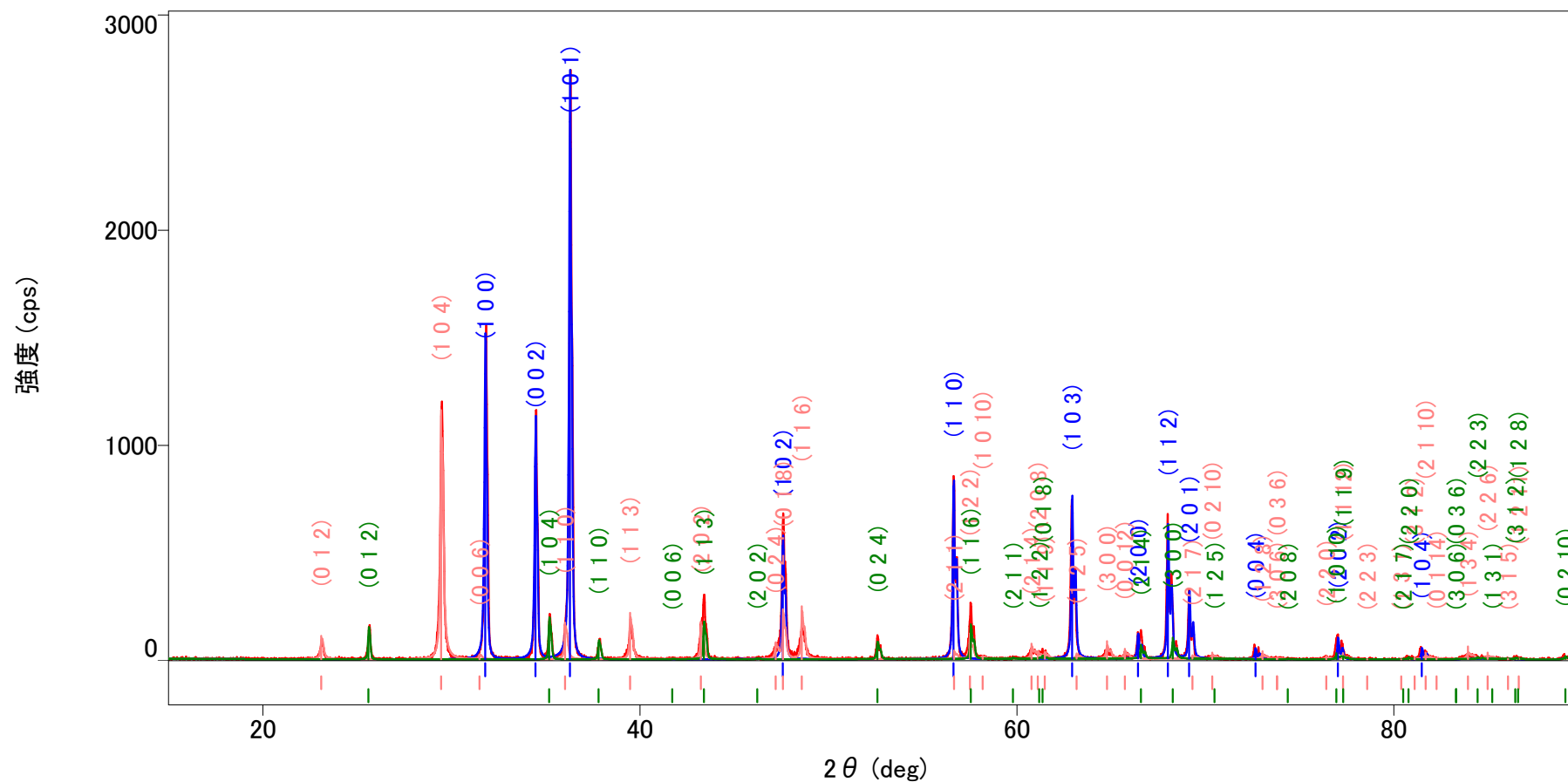
α = 90.000 β = 90.000 γ = 120.000

格子体積= 255.054 Z= 6

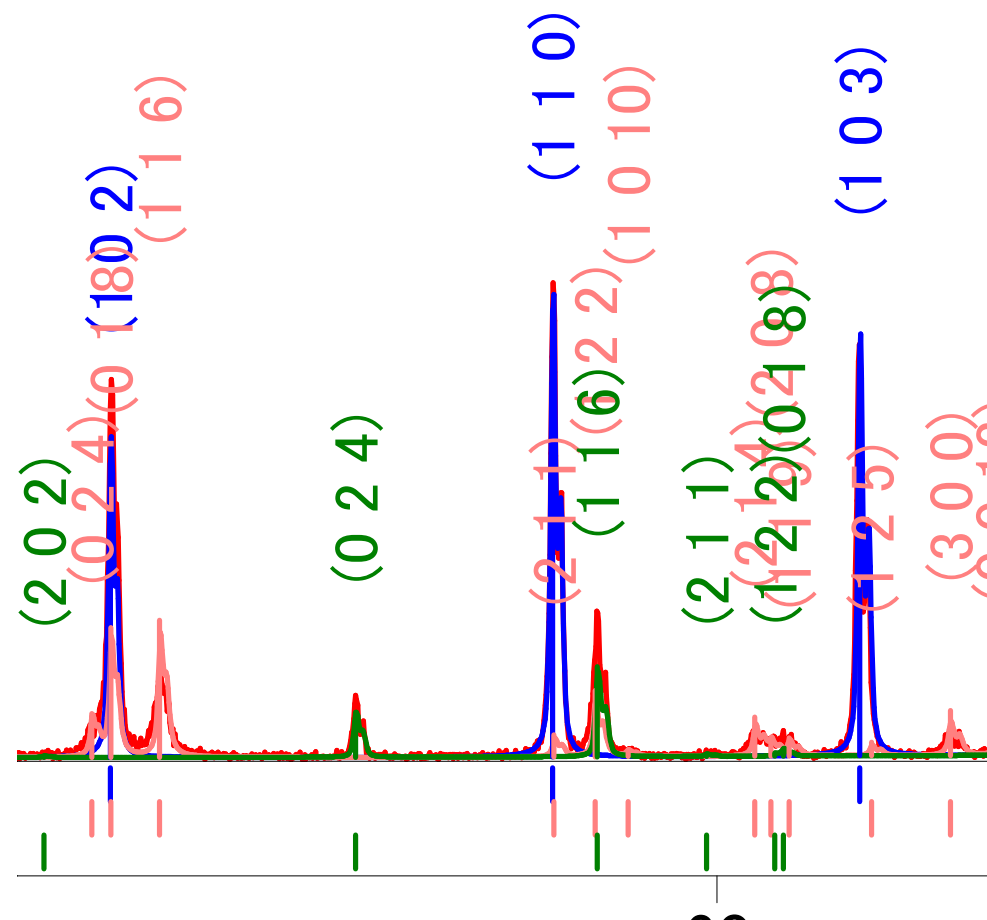
参考文献:



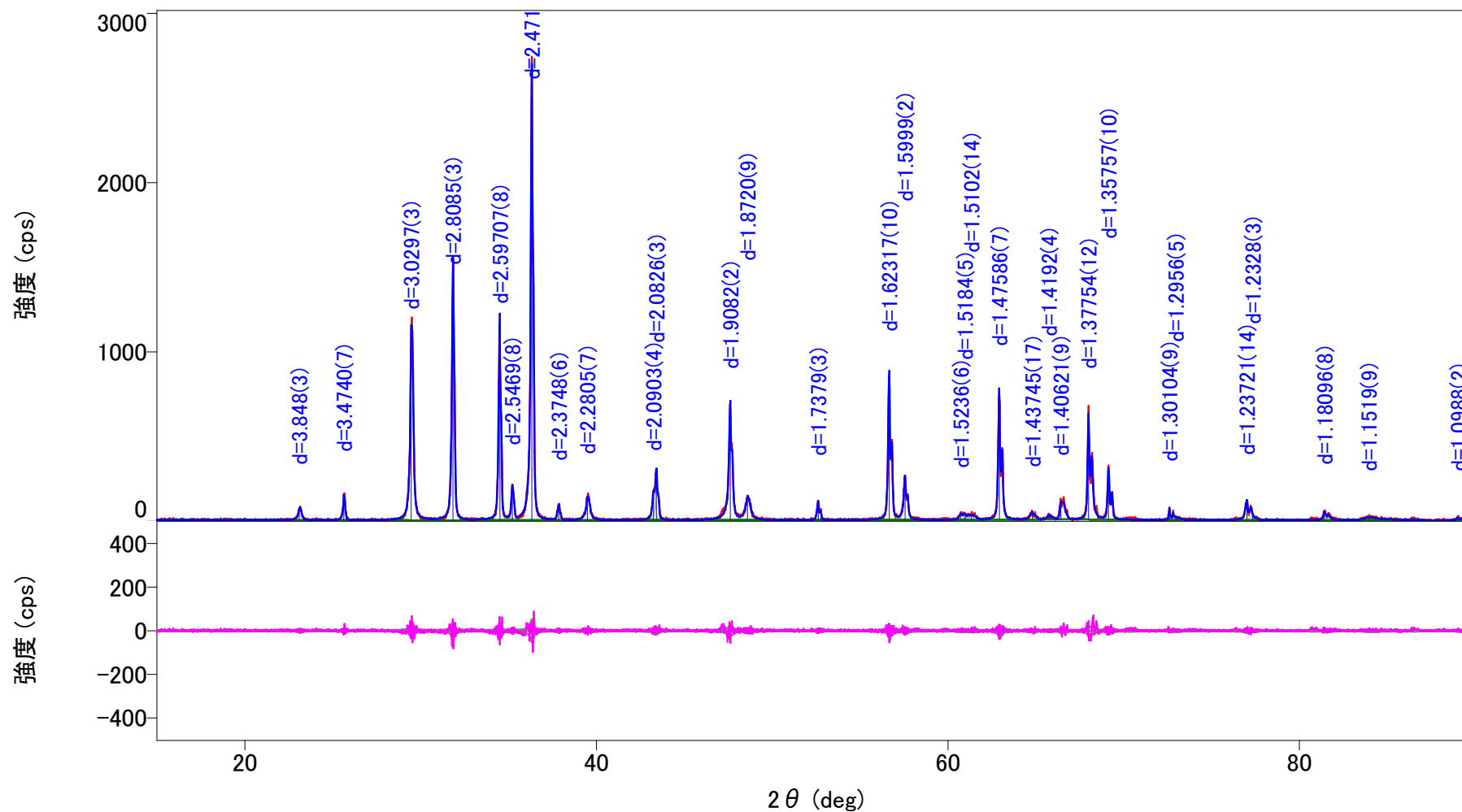
複数の結晶の混合



複数の結晶の混合

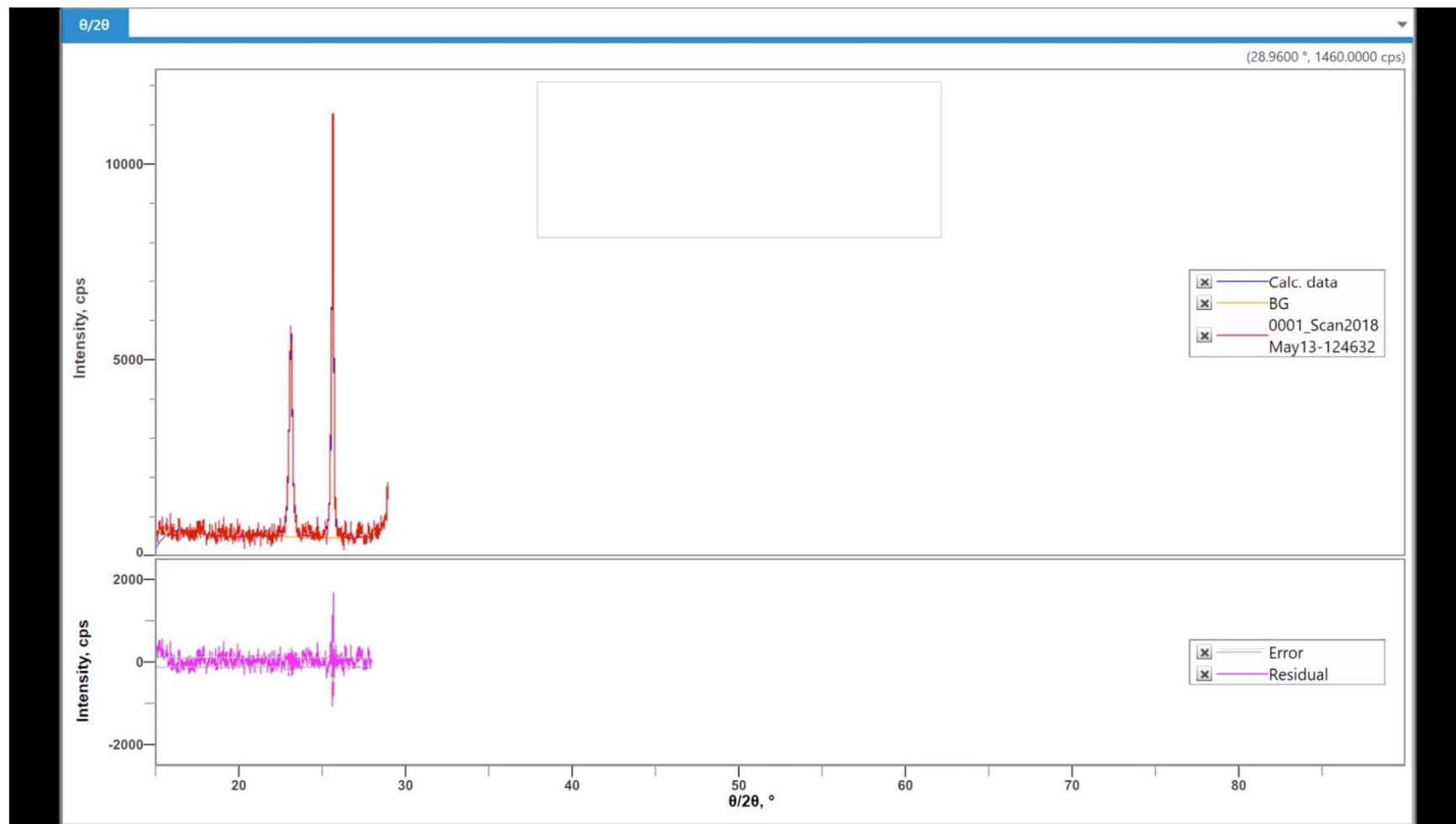


複数の結晶の混合



自動定性機能

<https://youtu.be/K39QLm7ugxs>



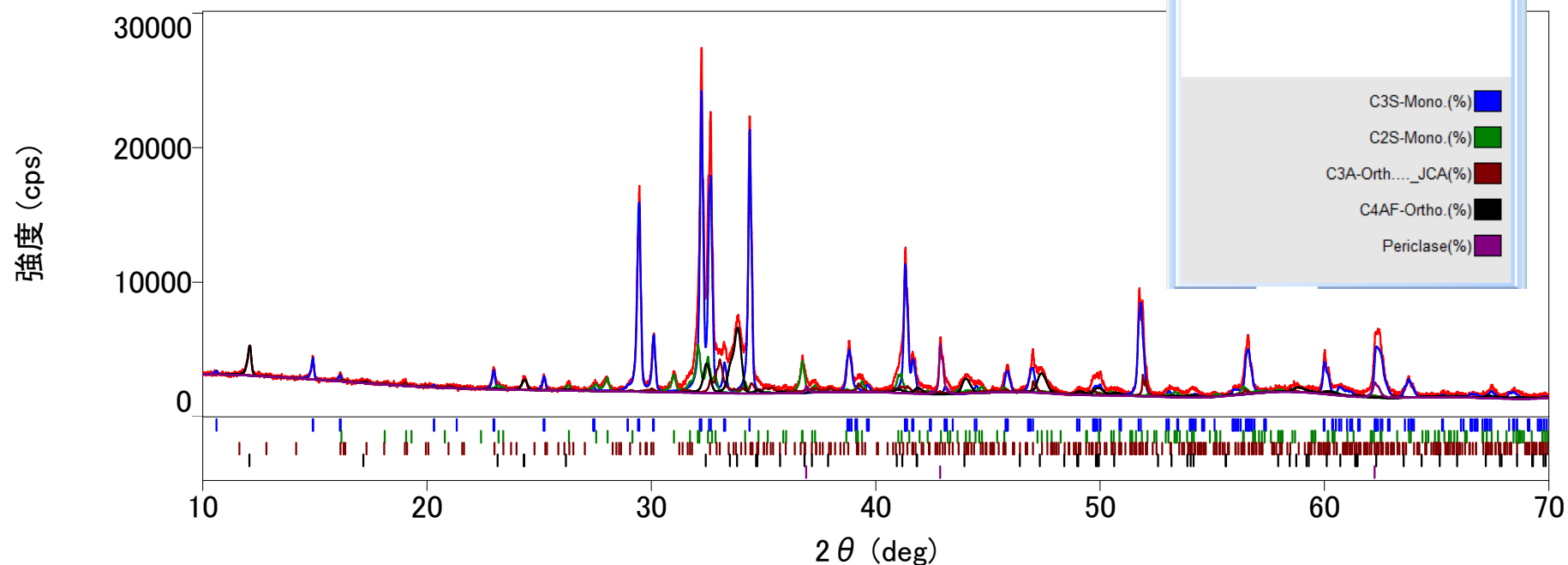
定性分析の変遷

- 定性分析用のデータベース（ICDD）
 - 角度（ 0.01° ）と強度（強度比10%）
 - 結晶構造データ(ICSD)からのシミュレーションが加わる
 - 角度精度、強度比の精度が向上
- データプロセッシング
 - ピーク位置と強度比による判定
 - ピーク形状も含めた判定
 - 複数の判定基準によるより高度な判定

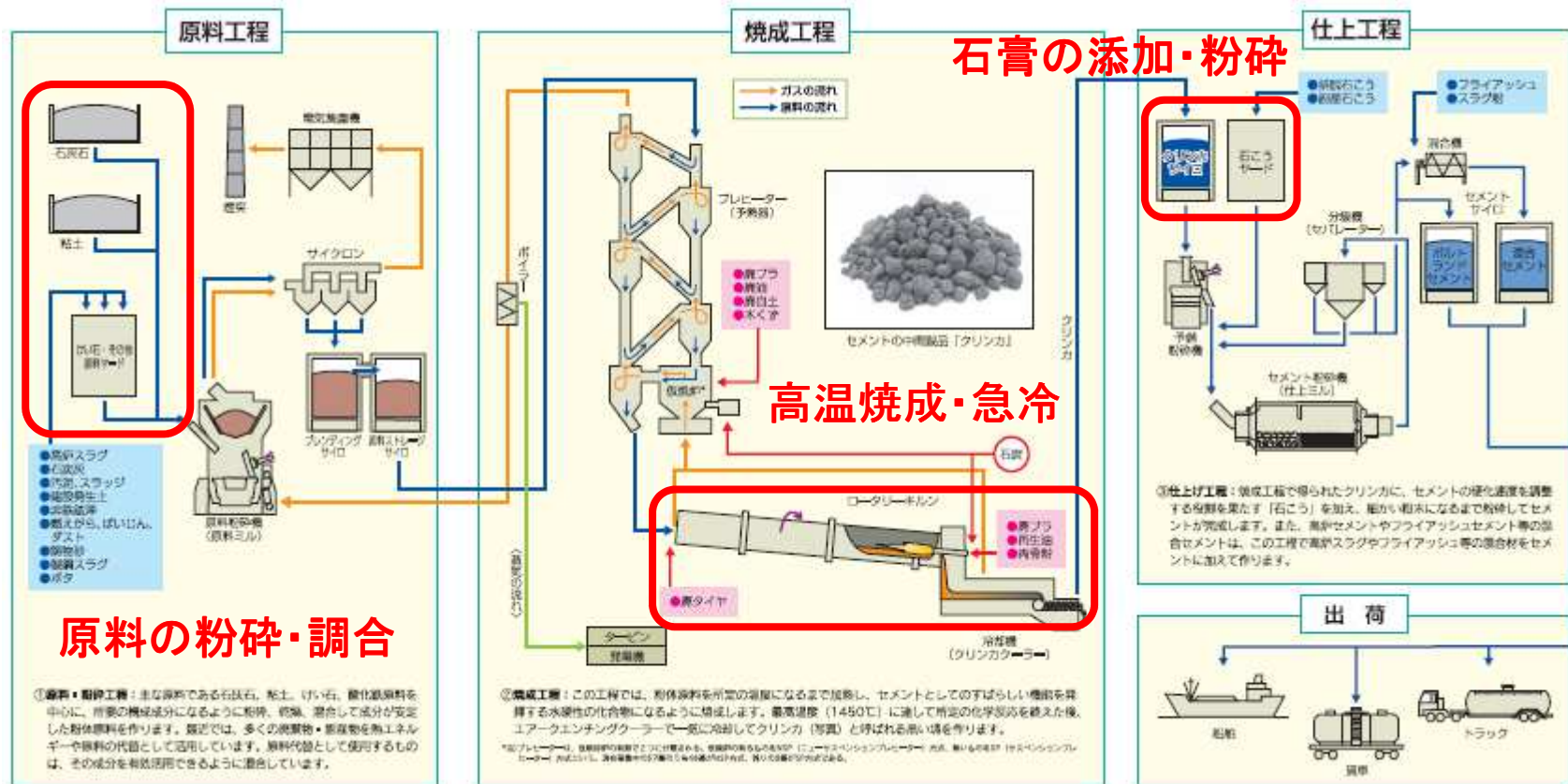
セメントの分析

(5つのデータの重ね合わせ)

5つの成分の和になっている
それぞれの計算値を重ねが記したもの



参考資料【セメントができるまで】



社会法人 日本セメント協会 JCA

<http://www.jcassoc.or.jp/index.html>

可能性のある結晶データ数

Alite : 8種類

Belite : 19種類

Aluminate : 6種類

Ferrite : 5種類

セメントの性能に大きくかわかる4つの主成分であるが、焼成の条件によりそれぞれが数種類(Beliteは19種)の状態が考えられる。

データ総数90件

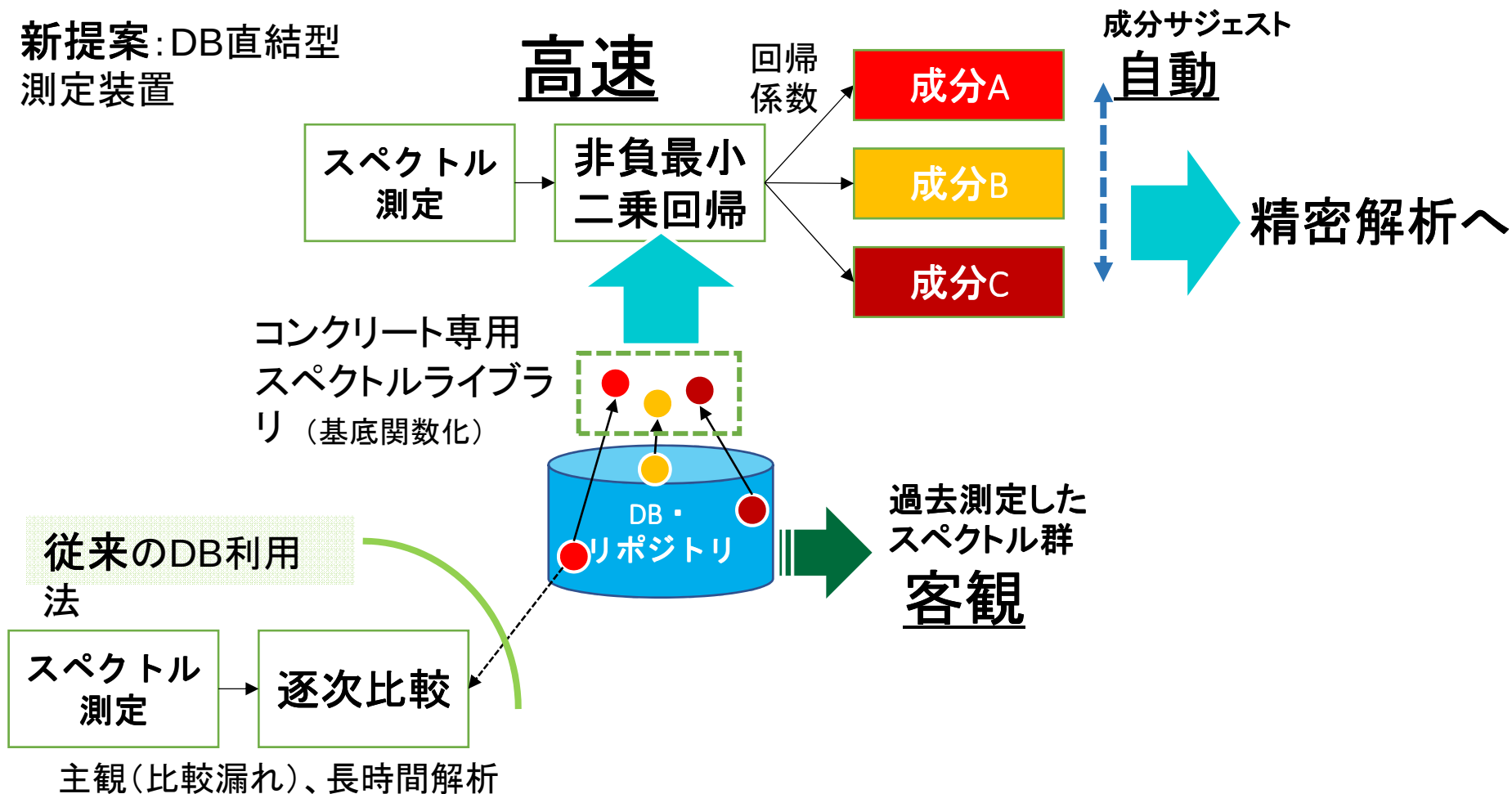
その他微量成分を含めると90種類以上の候補が考えられている。また、特殊な用途のセメントや、エコセメント(廃棄物利用)など、含有される微量成分は増えている。

1	1: 2-セー (Cement)	C2S-Mono.	Ca3 (Si O4) O	11.671 14.240 13.720 105.50 94.93 90.00	2: P-1	0.29 C
2	2: 2-セー (Cement)	C2S-Rhomb.	Ca3 (Si O4) O	7.057 7.057 24.974 90.00 90.00 120.00	160: R 3 mH	1.28 C
3	3: 2-セー (Cement)	C2S-Rhomb.	Ca3 (Si O4) O	7.000 7.000 25.000 90.00 90.00 120.00	160: R 3 mH	1.48 C
4	4: 2-セー (Cement)	C2S-Rhomb.	Ca3 (Si O4) O	7.135 7.135 25.586 90.00 90.00 120.00	160: R 3 mH	1.49 C
5	5: 2-セー (Cement)	C2S-Mono.	Ca3 (Si O4) O	33.090 7.030 18.500 90.00 94.12 90.00	8: C 1 m 1	0.79 C
6	6: 2-セー (Cement)	C2S-Mono.	Ca3 (Si O4) O	12.235 7.073 9.298 90.00 116.31 90.00	8: C 1 m 1	0.93 C
7	7: 2-セー (Cement)	C2S-Hex.	Ca3 (Si O4) O	7.099 7.099 5.687 90.00 90.00 120.00	194: P 63/m m c	2.38 C
8	8: 2-セー (Cement)	C2S-Mono M3 JCA	Ca3 (Si O4) O	33.359 7.080 18.682 90.00 94.23 90.00	8: C 1 m 1	0.78 C
9	9: 2-セー (Cement)	C2S-Rhomb./HT	Ca2 (Si O4)	5.530 5.530 7.330 90.00 90.00 120.00	164: P-3 m 1	1.71 C
10	10: 2-セー (Cement)	C2S-Mono.	Ca2 (Si O4)	5.502 6.745 9.297 90.00 94.59 90.00	14: P 1 21/n 1	0.75 C
11	11: 2-セー (Cement)	C2S-Ortho.	Ca2 (Si O4)	5.078 11.225 6.760 90.00 90.00 90.00	62: P b n m	1.36 C
12	12: 2-セー (Cement)	C2S-Ortho.	Ca2 (Si O4)	5.091 11.371 6.782 90.00 90.00 90.00	62: P b n m	1.36 C
13	13: 2-セー (Cement)	C2S-Mono.	Ca2 (Si O4)	5.480 6.760 9.280 90.00 85.45 90.00	14: P 1 21/n 1	0.71 C
14	14: 2-セー (Cement)	C2S-Hex.	Ca2 (Si O4)	5.532 5.532 7.327 90.00 90.00 120.00	194: P 63/m m c	2.64 C
15	15: 2-セー (Cement)	C2S-Mono.	Ca2 (Si O4)	5.532 5.532 7.327 90.00 90.00 120.00	194: P 63/m m c	1.36 C
16	16: 2-セー (Cement)	C2S-Mono.	Ca2 (Si O4)	5.532 5.532 7.327 90.00 90.00 120.00	194: P 63/m m c	0.78 C
17	17: 2-セー (Cement)	C2S-Mono.	Ca2 (Si O4)	5.512 5.758 9.314 90.00 94.58 90.00	14: P 1 21/n 1	0.76 C
18	18: 2-セー (Cement)	C2S-Mono.	Ca2 (Si O4)	5.512 5.758 9.314 90.00 94.58 90.00	14: P 1 21/n 1	0.72 C
19	19: 2-セー (Cement)	C2S-Mono.	Ca2 (Si O4)	5.512 5.758 9.314 90.00 94.58 90.00	14: P 1 21/n 1	0.76 C
20	20: 2-セー (Cement)	C2S-Tetra/Hp	Ca2 (Si O4)	5.500 3.560 11.660 90.00 90.00 90.00	133: P 1 4 m m m	1.66 C
21	21: 2-セー (Cement)	C2S-Ortho/HT	Ca2 (Si O4)	6.870 5.600 9.560 90.00 90.00 90.00	62: P n m a	0.90 C
22	22: 2-セー (Cement)	C2S-Ortho/HT	Ca2 (Si O4)	20.530 9.496 5.589 90.00 90.00 90.00	33: P n a 21	0.91 C
23	23: 2-セー (Cement)	Calcium Silicate - Alpha prime	Ca2 (Si O4)	6.767 5.519 9.303 90.00 90.00 90.00	62: P n m a	1.24 C
24	24: 2-セー (Cement)	C2S-Mono B JCA	Ca2 (Si O4)	5.502 6.745 9.297 90.00 94.59 90.00	14: P 1 21/n 1	0.76 C
25	25: 2-セー (Cement)	C2S-Hex A JCA	Ca2 (Si O4)	5.532 5.532 7.327 90.00 90.00 120.00	194: P 63/m m c	2.79 C
26	26: 2-セー (Cement)	C2S-Ortho APH JCA	Ca2 (Si O4)	6.767 5.519 9.303 90.00 90.00 90.00	62: P n m a	1.95 C
45	45: 2-セー (Cement)	W2 O (Gypsum)	Ca (S O4) (H2 O) 2	10.470 15.150 6.280 90.00 98.97 90.00	12: C 1 2/m 1	5.18 C
46	46: 2-セー (Cement)	W0.67(Bassanite)	Ca (S O4) (H2 O) 0.67	12.028 12.674 6.927 90.00 90.00 90.21	5: B 1 1 2	1.10 C
47	47: 2-セー (Cement)	W0.50(Bassanite)	Ca (S O4) (H2 O) 0.5	6.840 6.840 12.720 90.00 90.00 120.00	154: P 32 2 1	1.50 C
48	48: 2-セー (Cement)	W0.80(Bassanite)	Ca S O4 (H2 O) 0.8	6.968 6.968 6.410 90.00 90.00 120.00	152: P 31 2 1	1.70 C
49	49: 2-セー (Cement)	W0.50(Bassanite)	Ca (S O4) (H2 O) 0.5	12.019 6.930 12.670 90.00 90.24 90.00	5: 1 1 2 1	0.97 C
50	50: 2-セー (Cement)	W0.60(Bassanite)	Ca (S O4) (H2 O) 0.6	11.999 6.925 6.377 90.00 90.00 90.00	5: C 1 2 1	0.98 C
51	51: 2-セー (Cement)	W0.50(Bassanite)	Ca (S O4) (H2 O) 0.5	12.032 6.927 12.671 90.00 90.27 90.00	5: 1 1 2 1	1.18 C
52	52: 2-セー (Cement)	W0 (Anhydrite)	Ca (S O4)	6.992 6.999 6.240 90.00 90.00 90.00	63: R m m h	1.76 C
71	71: 2-セー (Cement)	Tobermorite 11 A	Ca4 (Si6 O15) (O H)2 (H2 O) 5	11.270 7.391 44.974 90.00 90.00 90.00	43: F 2 d d	2.30 C
72	72: 2-セー (Cement)	Tobermorite 11 A	Ca4.5 Si6 O16 (O H) (H2 O) 5	6.730 7.367 22.678 90.00 90.00 123.20	8: B 1 1 m	1.88 C
73	73: 2-セー (Cement)	Tobermorite 11 A	Ca4 (Si6 O15) (O H)2 (H2 O) 5	6.730 7.391 22.482 90.00 90.00 120.00	8: B 1 1 m	2.03 C
74	74: 2-セー (Cement)	Haueyne	Na4.35 Ca2.28 K0.95 (Al6 Si6 O24) (S O	9.205 9.205 9.205 90.00 90.00 90.00	218: P-4 3 n	2.66 C
75	75: 2-セー (Cement)	Tetracalcium Dialuminum Dodecahydroxide	Ca4 Al2 (O H)12 (C O3) (H2 O) 5	5.770 8.463 9.918 64.72 82.70 81.38	1: P 1	2.04 C
76	76: 2-セー (Cement)	Quartz	Si O2	4.910 4.910 5.401 90.00 90.00 120.00	154: P 32 2 1	3.06 C
77	77: 2-セー (Cement)	Quartz	Si O2	4.820 4.820 5.335 90.00 90.00 120.00	152: P 31 2 1	3.01 C
78	78: 2-セー (Cement)	Cristobalite alpha	Si O2	4.970 4.970 6.921 90.00 90.00 90.00	92: P 41 21 2	15.23 C
84	84: 2-セー (Cement)	Anorthite-sodian	Ca0.72 Na0.28 (Al1.72 Si2.28 O8)	8.200 12.900 14.190 93.20 115.90 91.20	2: 1-1	0.42 C
85	85: 2-セー (Cement)	Anorthite-sodian	(Na0.45 Ca0.55) (Al1.55 Si2.45 O8)	8.150 12.840 7.090 93.60 116.30 89.80	2: C-1	0.57 C
86	86: 2-セー (Cement)	Dickite 2M1	Al2 Si2 O5 (O H)4	5.120 8.930 14.390 90.00 96.80 90.00	9: C 1 c 1	0.93 C
87	87: 2-セー (Cement)	Kaolinite 1A	Al2 Si2 O5 (O H)4	5.150 8.938 7.400 91.70 104.80 89.80	1: O 1	1.05 C
88	88: 2-セー (Cement)	Muscovite 2M1	K Al2 (Al Si3 O10) (O H)2	5.185 8.983 19.500 90.00 95.80 90.00	15: C 1 2/c 1	0.39 C
89	89: 2-セー (Cement)	Muscovite 2M1	K (Al4 Si2 O9 (O H)3	5.227 9.023 20.190 90.00 95.70 90.00	15: C 1 2/c 1	0.46 C
90	90: 2-セー (Cement)	Muscovite 2M2	K0.77 Al1.93 (Al0.5 Si3.5 O10) (O H)2	8.970 5.180 20.310 90.00 90.00 70.00	15: C 1 2/c 1	0.47 C

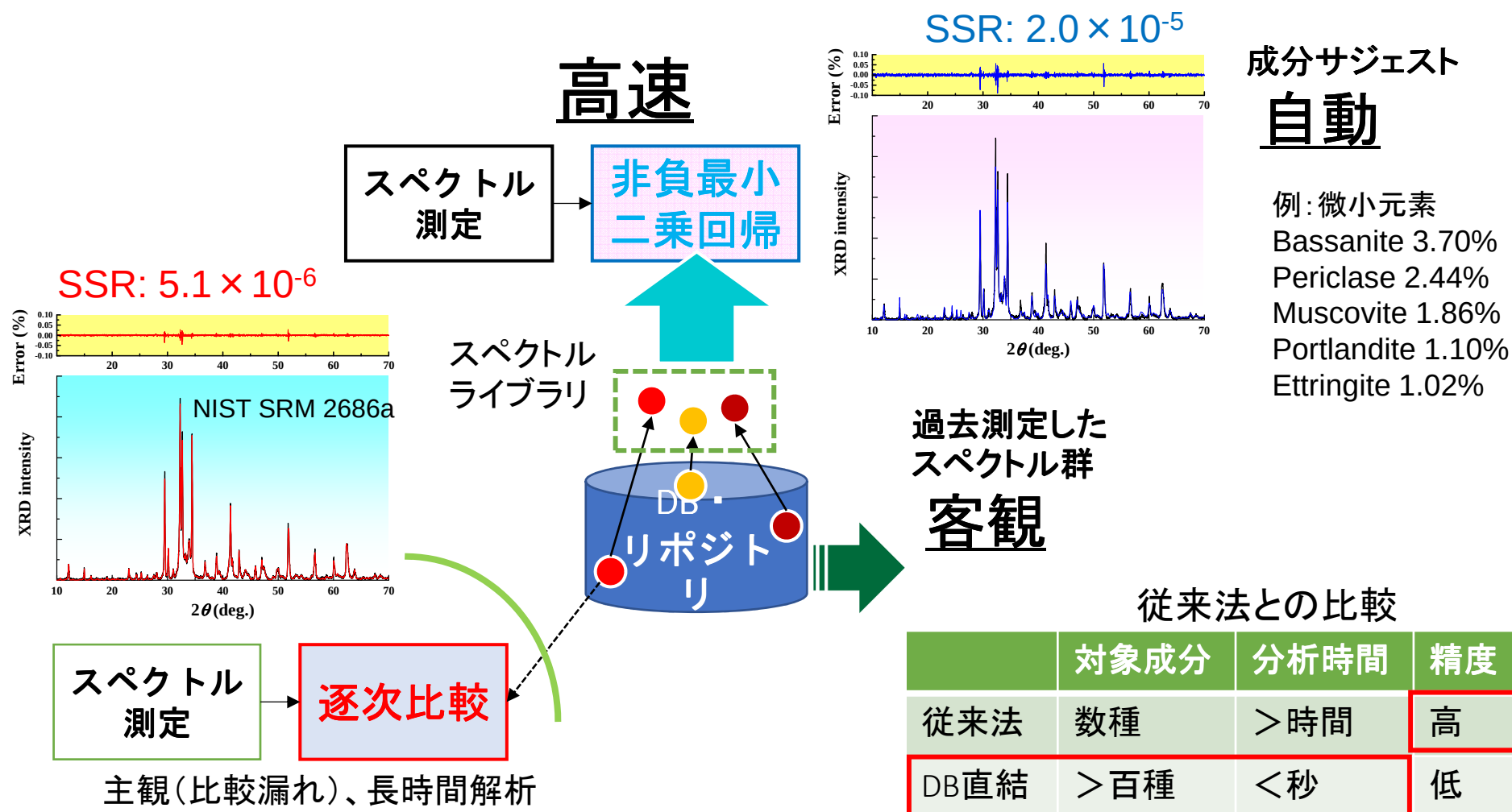
その他微量成分を含めると90種類以上の候補が考えられている。また、特殊な用途のセメントや、エコセメント(廃棄物利用)なども含有される微量成分は増えている。

データベースと測定結果の統合： 過去データ群を駆使した客観・高速・成分サジェスト

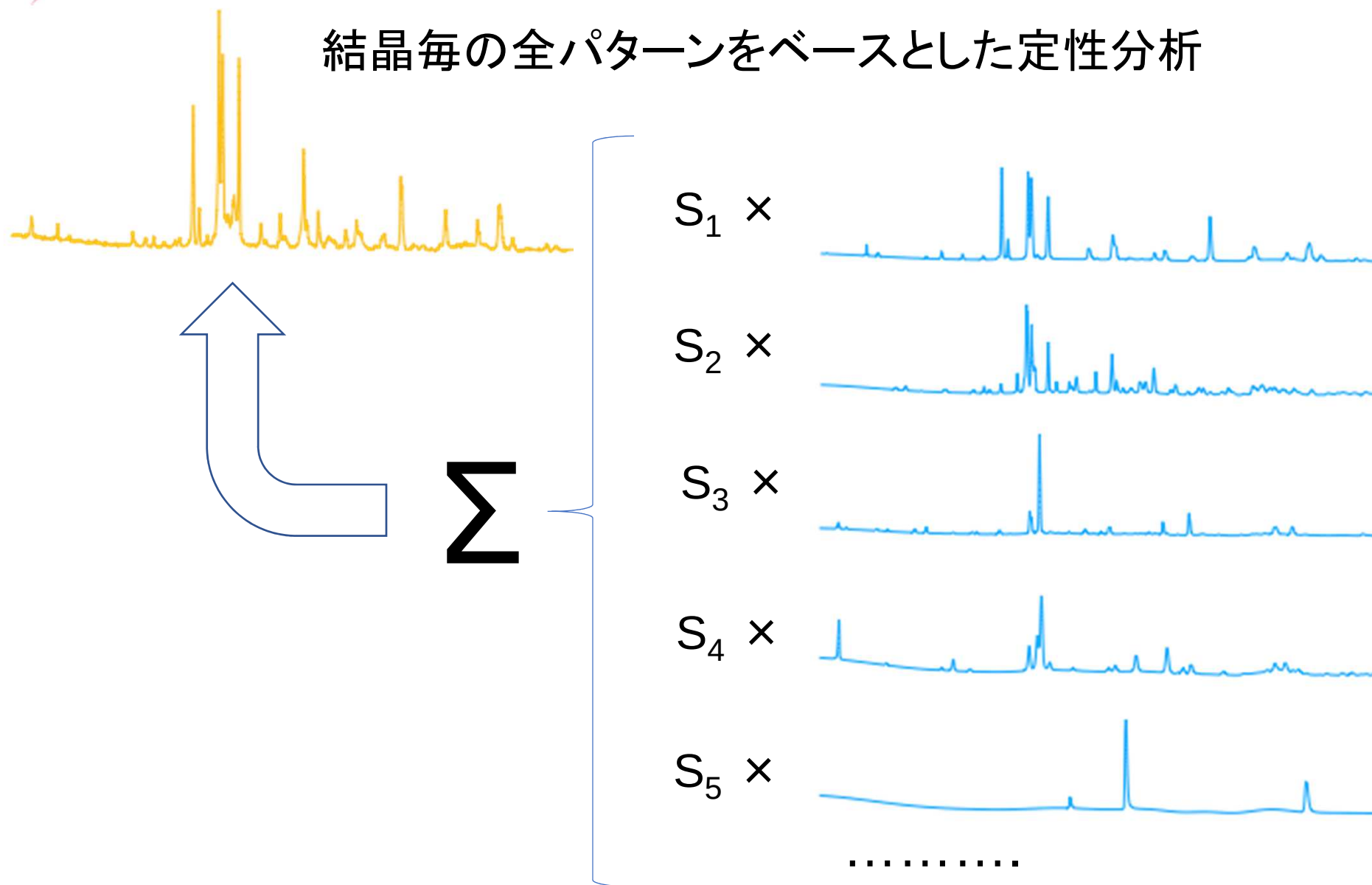
新提案：DB直結型
測定装置



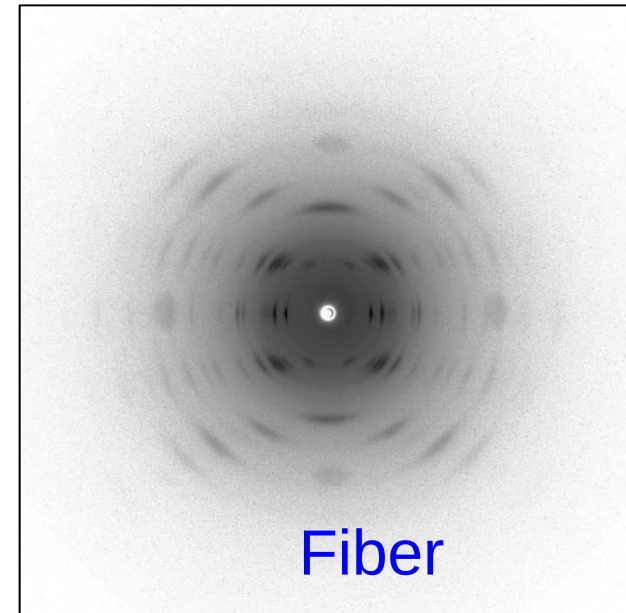
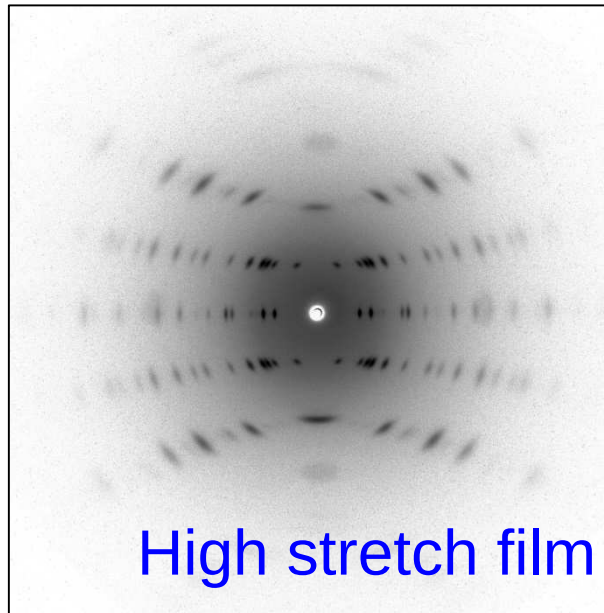
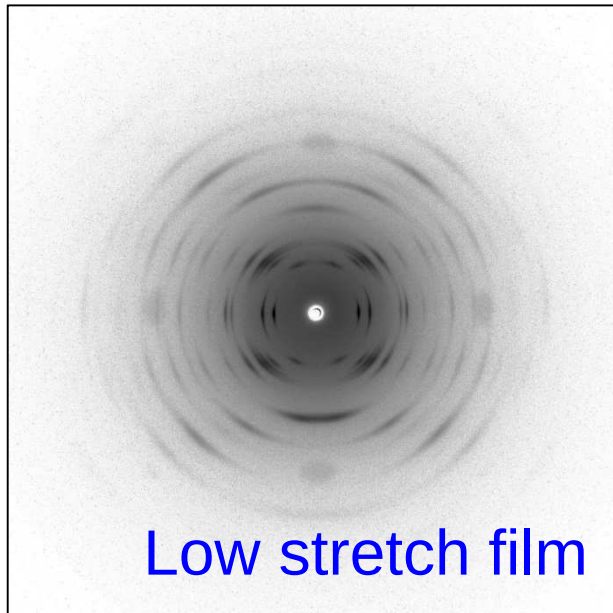
データベースと測定結果の統合： 過去データ群を駆使した客観・高速・成分サジェスト



結晶毎の全パターンをベースとした定性分析



今後のデータベースへの期待



同じ分子構造を持つ材料でも合成中の条件により配向状態が変化し、2次元検出器による測定では様々な測定パターンが観測される。
配向状態も含めたデータベースの構築が必要になる。