



“SMART” な 選択 PDF-4+

PDF-4+ は単結晶データと粉末回折データを統合した相同定のための包括的な回折データベースです。すべてのデータは、迅速に正確に物質を同定するために、標準化され、分類され、編集されています。

International Centre for Diffraction Data



皆様

このパンフレットとケース・スタディーをどうぞ御覧ください。皆さんが相分析をされる時“SMARTなデータベース”を使うことに、どのような利点があるかをお示しします。PDF-4+はSMARTです。このデータベースは、相の同定と定量分析とのどちらにも使えるように設計されています。以下のページで御覧いただけるように、PDF-4+は340,653件のエントリーを持つ包括的なデータベースです。定量分析に必要とされる参照強度データも含まれています。すべてのエントリーはデジタル化されたパターンを含み、243,065エントリーはI/Ic値（参照強度比值）を含み、227,102エントリーは原子座標値が登録され、非晶質の分析に用いることができる参照（レファレンス）強度パターンも含まれています。

単結晶データと粉末参照強度データとを組み合わせることで、結晶質と非晶質の両方とも分析できるようになります。物質を同定するための多様なパターンフィッティング法を適用できるようになりますし、相の定量も、結晶化度の評価、結晶子径評価もできるようになります。Powder Diffraction File (PDF)は、粉末回折データと単結晶データの**両方**の膨大なコレクションを含む世界で唯一のデータベースです。

PDFデータベースは、皆さんが物質を同定しなければいけないときに、その助けとなるように設計されています。JAVA™ インターフェースとブール検索演算子を積極的に取り入れて、リレーショナル・データベース形式と組み合わせることで、膨大なデータの掘り起こし「データ・マイニング」が可能になっています。「データ・マイニング」は、極微量の副成分を同定したり、構造のプロトタイプや構造モデルを決定・解析する場合に利用することができますし、数千種の物質について熱膨張係数を計算することもできます。

PDFデータベースは、数十年以上の期間にわたってICDDの科学者メンバーが開発してきた膨大なサブファイル・システムを含むというところも独特なところです。このサブファイル・システムを利用することで、皆さんは「その道のエキスパート」と同じように正しい「化学」を使って物質を同定することができるようになります。どのようなデータベースでも自動化されたソフトウェアが「何かの答え」を出してくるでしょう。PDFデータベースは、皆さんに「正しい答え」を案内します。

私達の目標は、皆さんが「物質に関わる問題」を解決するための手助けをすることです。



PDF-4+ は物質の同定と定量をするための **SMART** な選択です。皆さんのために設計されたこのデータベースをどうぞご利用ください。

皆さんには、現代の科学者として、数え切れないほどの選択肢があります。データを選択したり、参照をするためのデータベースを選択するのはその典型的な例の一つです。皆さんが回折実験をする研究室で仕事をしているのなら、皆さんは間違いなく高度な教育と訓練を受けていて、世界で最も洗練されたハードウェアとソフトウェアを使っているということになります。また、皆さんは世界で最も困難な問題について仕事をしているはずで、先進的な材料やエネルギー資源、法による規制、建設、運輸、環境分析などが粉末回折測定を利用する代表的な分野だからです。

皆さんの仕事とその結果は重要です！

PDF-4+ は皆さんの仕事の手助けができるように設計されています。ICDD では信頼性について考えたりしません。信頼性のために行動するだけです。私達のデータベースは標準化されたデータを含み、品質について審査されています。ICDD は世界中の結晶学データベース機関の中で ISO 9001 認証を受けている唯一の組織です。私達はすべてのデータセットについて 100 項目を超える品質チェックを実施し、公開前にできる限り修正を試みます。どのような巨大データベースであっても、自動化されたソフトウェアによって、何らかの答えが提供されるでしょう。何かの巨大データベースが答えを出したとして、皆さんはその検索結果の正確さをどのように評価できるでしょうか？ ICDD データベースが他のデータベースと異なるところは、ここにあります。ICDD の編集部門はデータの品質を評価し、品質記号 quality mark を割り当てます。皆さんの参考になるよう referene のセクションに加えられた編集者コメントは数十万件に達します。PDF-4+ は皆さんを正解へと導くように設計されているのです。

このパンフレットに記載したケース・スタディに示すように、PDF-4+ は相の同定に使えるだけでなく、定量相組成分析、結晶化度評価、結晶子径評価にも使えます。ICDD が実施したユーザー調査 (2006, 2009, 2012) によれば、これらの分析は世界中の回折研究室で最も普通に行われていることです。特に結晶化度評価と結晶子径評価は、機能性ナノマテリアルとその材料設計の分野の成長にともなって、さらに一般的な分析になりつつあります。

ケース・スタディ # 1 : 多相分析

ケース・スタディ # 2 : 結晶化度と結晶子径

ケース・スタディ # 3 : リートベルト解析による
同定と定量

PDF-4+ はどうして **SMART** なのでしょう
か？

- **S**andardized data = 標準化されたデータ
- **M**ore coverage = 捕捉率の高さ
- **A**ll data sets are evaluated for quality
= 品質チェックを受けていること
- **R**ewiewd, edited and corrected prior to
publication = 審査と編集、公開前の修正
- **T**argeted for material identification and
characterization = 相同定と分析に照準が合わせ
られていること

SMART なデータベースを持つということ：そのデータベースは単なる数字の集まりではなく、皆さんが物質・材料を分析して問題を解決するための能力を向上させられるように作られているということです。これは、内容が狙いを持っていて、データが標準化され、同定や定量分析を実施するために構成されているということです。

SMART なデータベースを持つということ：皆さんが一次元検出器や二次元検出器を使うのでも、通常 X 線源を使うのでも、シンクロトロン軌道放射光や電子線を使うのでも、まったく問題ないということです。SMART なデータベースは、そのいずれも扱うことができます。

SMART なデータベースを持つということ：皆さんは高品質の実験データを、高品質のレファレンス・データと比較することができて、結果として、より低濃度のより多くの物質の同定ができるようになるということです。皆さんがデータベースから最大の情報を引き出すことができるというだけでなく、皆さんが使う装置から最大の情報を引き出せるということでもあります。ICDD は、すべてのレファレンス・データの品質について情報を提供する唯一のデータベース機関です。

SMART なデータベースを持つということ：130 項目を表示することができ、57 項目は検索条件として設定できて、92 項目は並べ替え条件として指定でき、グラフ化もできます。この能力から、ユーザーは適切なサブセットを新しく作成することができますし、最も困難な問題に対しても正しい解答にたどり着くことができるようになります。皆さんが、数百万の情報の断片から構成されるほとんど無限に近い組み合わせのデータから必要な情報を掘り起こすことができるようになるということでもあります。ケース・スタディで紹介するように、データ・マイニング (データの掘り起こし) は、皆さんがより正確な相同定と定量分析をするための助けになります。

エキスパートの知識を利用しよう！

強力な同定ツール：サブファイル

皆さんが「その道のエキスパート」と同じように試料を分析しなければいけないのだとしても、皆さんはあらゆる分野のエキスパートである必要はありません。ICDDでは数十年間にわたって、世界中の物質を体系的に分類する作業を、世界中の科学者から選ばれる分野ごとのエキスパートに手伝ってもらっています。すべてのデータベースのうち概ね25%は用途別のサブファイル(application subfile)に分類されています。たとえば科学捜査 forensics, セメント cement, 高分子 polymer, 鉱物 mineral, セラミックス ceramics, 医薬品 pharmaceutical などのサブファイルがあります。新しい研究分野が進展すれば、新しいサブファイルが追加されます。電池材料 battery materials, 熱電材料 thermoelectrics, 水素貯蔵材料 hydrogen storage materials などがそれにあたります。現時点で PDF-4+ には31種類のサブファイルがあり、その多くはサブクラスを含みます。正しい「化学」と「用途」に照準を置くことで、「化学的に間違った検索結果」が現れるのを抑制することができます。

ICDD が世界中の顧客に対して実施した調査によれば、サブファイルの使用がパフォーマンスの向上に直結することには疑いの余地がありません。ケース・スタディに示すように、狙いを持った分析をするからこそ狙い通りの結果が得られるのです。エキスパート達が何十年もかけて積み重ねてきた経験に、皆さんが結果を得るための道案内をさせていただきます！

リートベルト解析

誤解が多いようですので、はっきりと書きます。

- ・ 無機物質の原子座標の収録数が世界最多のデータベースは PDF-4+ です。
- ・ 鉱物の原子座標の収録数が世界最多のデータベースは PDF-4+ です。
- ・ 原子座標データをともない化学式で特定される無機物質の収録数が世界で最も多いデータベースは PDF-4+ です。
- ・ PDF-4+ には単結晶実験で決定された原子座標も粉末構造解析で決定された原子座標も収録されています。
- ・ PDF-4+ には結晶相のリートベルト解析にも使えるアモルファスや非晶質の参照強度パターンも収録されています。
- ・ ICDD は他のデータベース機関から提供されたデータのうち不正確なものは公開しません。
- ・ ICDD は、産業的に重要でまだ公開されていない物質のデータを得るために助成プログラムを利用します。

リートベルト解析が目的なら、PDF-4+ は世界最高のデータベースです。無機物質の原子座標の収録数が最多であり、データの品質は最高、化学式で特定される無機物質の収録数も最多だからです

ICDD は、PDF-4+ という単一のデータベースに、単結晶構造解析の結果も、粉末構造解析の結果も統合しています。さらに非晶質(高分子、粘土、医薬品)のデジタル化された実測パターンも収録していて、非晶質のパターンあるいはそのモデル化のためのガイドとして使うことができます。ICDD は産業的に重要な物質のデータが公開されていない場合に、このデータを収集するために助成プログラムを利用する唯一の結晶学データベース機関です。そして、ICDD は、**粉末パターンの正確性に基づいてその品質を定義する唯一の結晶学データベース機関**でもあります。

相の同定とリートベルト解析に同じデータベースを使うことで、リートベルト精密化では最も一般的な誤りの一つである「不適切な初期構造モデルを使ってしまうこと」を避けることができます。多くの物質には多形がありますし、高圧あるいは高温、特定の雰囲気中で結晶構造が決定される場合もあります。国際的なラウンド・ロビン調査の結果、定量分析の誤りの原因として最も頻度が高いのは、「化学式は正しいのに、悪い参照データを選択してしまうこと」であることが示されています。相を同定するプロセスには、リートベルト解析の目的で最も適切な参照データを選択するという意味もあります。品質記号 quality mark と編集者コメントは、皆さんがその仕事のためにふさわしい参照データを使えることを保証します。このことは、ICDD のデータベースがユーザーの皆さんに愛され続けているもう一つの理由です。皆さんが検索結果について知らなければいけないことが何であるかを、私達はお教えします。

皆さんに限界はありません！データベースに限界を持たせてもいけません！

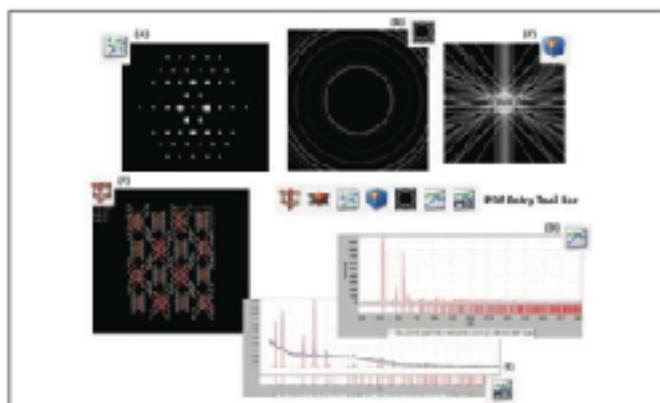


Figure 1 PDF-4+ のエントリー・ツールバーから選択できるオプション。表示はユーザー設定でカスタマイズすることができます。

世界中のほとんどの科学者は国立のシンクロトン光施設や中性子施設を利用することができます。過去 10 年間で二次元 X 線検出器の技術は急速に進歩し、実験室でもごく普通に使われるようになってきました。PDF-4+ はどのような X 線波長を使うのでも、どのような検出器を使うのであっても、解析の手助けをすることができます。PDF-4+ に組み込まれたシミュレーション・ソフトウェアは「ボタンをクリックするだけ」で操作できます。そして、皆さんが「どこでどのように回折データを収集したか」は問題になりません。このデータベースは、どのようなデータでも扱うことができるからです。

高分子と粘土，その他の非晶質

必ずしもすべての固体物質が結晶性とは限りません。それでも多くの固体物質は「再現性のある特徴的な回折パターン」を示します。これは干渉性の散乱と非干渉性の散乱とが組み合わされたものです。現在は、相を同定するプロセスで全回折パターンと散乱プロファイルとを利用できる多くの「全パターン解析技術」があります。粉末回折法の有利な点の一つは、非晶質でも、半結晶性物質でも、アモルファスであっても、回折データは得られるということです。ICDD は 2008 年からこのような物質のデジタル化された全回折パターン・データの収集を始めました。今では、これらの物質に関する 8,000 件を超えるデータセットがデータベースに収録されています。

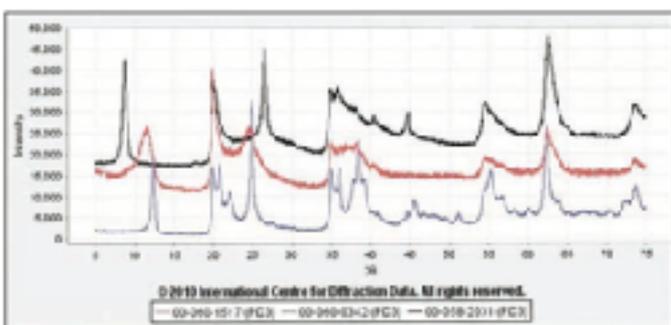


Figure 2 ハロイサイト Halloysite に関するレファレンス・パターン (ICDD 2010 年度販売カタログから再録)。処理の条件によって、層間の距離がどのように変化するかがわかります。

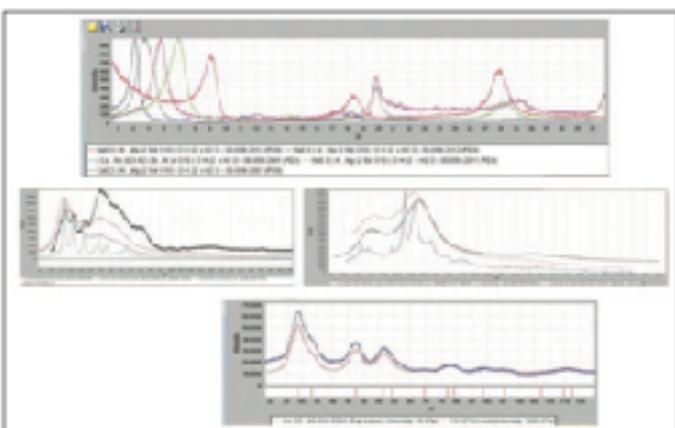


Figure 3 数種類の異なる非晶質とナノ結晶 (ICDD 2012 年度販売カタログから再録)。これらの物質は、現在の PDF-4+ にレファレンス物質として収録されています。

毎年更新される製品を購入する理由は？

- 常にデータがアップデートされ続けること (特に新しい分野)
- 市販される物質・材料に関する新しいデータ
- どの年度のリリースでも追加される新しい解析機能
- より高品質のデータが追加されること

物質や材料の世界は停止することがありません！皆さんが停止しなければいけない理由はあるのでしょうか？時とともにレファレンスの品質は向上します。そして、このことによって、より含有率の低いより多くの物質を分析することが可能になります。皆さんは最新の分析機器の能力を「ちゃんと使いこなせる」データベースを持っていないければいけません。もし皆さんがごくありふれた普通の物質の分析をするのだとしても、より高品質の最新のレファレンスを含む新しいデータベースを使うことで、それまでより「もっと良い仕事」をすることができます。

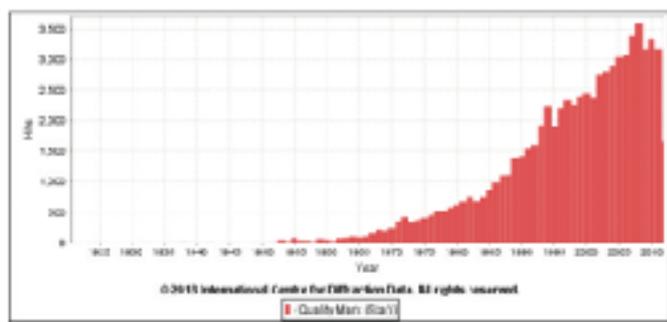


Figure 4 PDF-4+ 発行年次ごとの「スター・クォリティー・データ」(最高品質データ)の数。このグラフは Powder Diffraction File が常に改善されつづけ、最高品質のデータが追加され続けていることを示しています。

もし皆さんがエレクトロニクスやエネルギーの分野で先進的な材料の仕事をされているなら、皆さんの周囲では常に新しい物質が発見され、常にその物質の特徴が調べられ続けているはずで。グローバルな経済の中で競争力を保ち続けるためには、皆さんは常にアップデートされたデータベースを使わなければいけません。

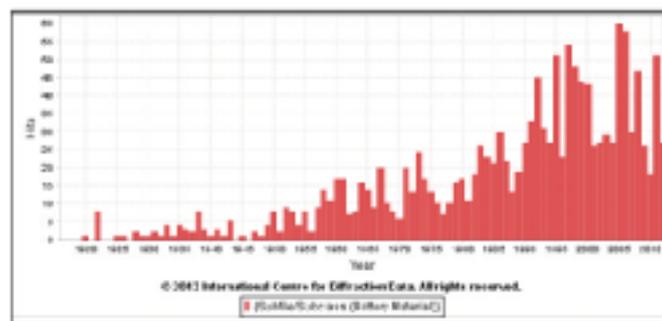
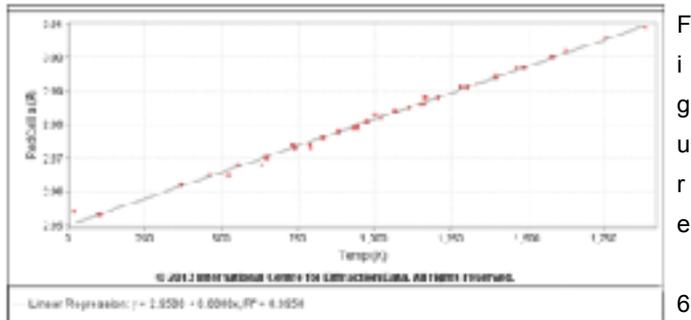


Figure 5 世界中で活発に研究されている電池材料に関する年次ごとのデータ公開数

温度系列

PDF-4+ には、毎年新しいデータ解析機能が追加されます。例えば、2013 年度版のデータベースでは、温度系列データの一部を構成する 62,493 エントリーに対する相互参照 cross-reference が付けられました。現在、PDF-4+ のユーザーは、マウス・ボタンをたった数回クリックするだけで、リンクされたエントリーを閲覧できますし、データをプロットし、熱膨張係数を求めることもできます。



ある温度範囲 (!) で測定されたルチル（酸化チタンの結晶構造の一つ）の温度系列データ

Fig. 6 中のデータは、7つの異なる文献で発表されたデータを組み合わせたもので、ルチルの既約単位胞 reduced cell の格子定数 a の熱膨張を示します、この物質は正方晶系に属しており、格子定数 c あるいは既約単位胞の体積について熱膨張をプロットし、熱膨張係数を計算することもできます。ユーザーは、著者 author の定義した単位胞 author cell, 標準化 standardize された単位胞 crystal cell, 既約化 reduce された単位胞 reduced cell のどれを選択することもできます。なお、Fig. 6 のプロットを作成する際、室温での測定結果は省略しました。

常に開発し続けること

PDF-4+ には、毎年新しいデータ解析機能が追加されます。例えば、ICDD は 2013 年度版のデータベースに、温度系列データの一部を構成する 62,493 エントリーに対する相互参照 cross-reference をつけました。現在、PDF-4+ のユーザーは、マウス・ボタンをたった数回クリックするだけで、リンクされたエントリーを閲覧できますし、データをプロットし、熱膨張係数を求めること

何が違うのでしょうか？

はい、それは「人」です。

PDF-4+ は単に数字や CIF (結晶学情報フォーマット) ファイルを集めただけのデータベースではありません。PDF-4+ は、ICDD の 70 年間以上の歴史を通じて、世界中の何百人もの科学者からのインプットに基づいて作り上げられたものです。ユーザーの皆さんがもっと正確な決定 determination をできるように、科学者達が、データを編集し、分類し、カテゴリー化しているのです。ICDD の編集部門は、データの品質を審査するだけでなく、統計分析も実施し、公開前にデータの修正もします。例えば、四次元、五次元、六次元空間で表現されるような変調構造のデータを正しく記述してデータを再現するために、ICDD はまったく新しい編集・評価のプラットフォームを開発しました。アモルファスのレファレンス・データを対象とした新しい手続きと評価システムを開発しました。また、単結晶データの品質評価と審査のためのシステムも開発しました。このような機能は、ICDD のデータベースにしかないものです。それぞれの分野で世界最高のエキスパートに助けをもらい、ICDD のサイエンティフィック・プログラマーが新しい機能を毎年追加しています。さらに、ICDD から高く評価され、助成を受ける十数カ国の科学者達 (ICDD 助成プログラムは常に 50 件以上稼働) が、毎年新しい物質のデータを ICDD のデータベースに提供しています。PDF-4+ は、皆さんに、可能な限り最高の結果を得ていただくために、エキスパートがデザインした「SMART」なデータベースなのです。

教育

私達の目指すことは、皆さんが「物質・材料」に関わる諸問題を解決するための手助けをすることです。私達は、PDF-4+ データベースだけではなく、オンライン出版物やチュートリアル (初心者が練習をするための指導書) も提供しています。データベースの機能に焦点を合わせたチュートリアルが多いのですが、医薬品や高分子、鈹物を分析するための方法を説明するもっと一般的なチュートリアルもあります。ICDD の Web チュートリアル・ページには、無料でダウンロードできる出版物へのリンクもありますし、講習ビデオへのリンクもあります。

ICDD の Web サイトからは、論文誌 "Advances in X-ray Analysis" に掲載された 931 編の論文のすべてを無料でダウンロードすることもできます。

私達の Web サイト、チュートリアル・ページ、出版物ページは、すべて皆さんを手助けするために提供しているものです。

www.icdd.com/

www.icdd.com/resources/tutorials

www.icdd.com/resources/axasearch/search_based_on_vol.asp

発行年	新機能
2013	水素貯蔵材料、温度系列データ
2012	マイクロ孔、メソ孔物質 (クラスレート、ゼオライト、金属-有機フレームワーク)、シンクロトロン装置関数
2011	熱電材料 変調構造
2010	2D リング・パターン
2009	高分子の実験パターン
2008	デジタル化されたパターン処理、電子回折シミュレーション、スポット・パターンと EBSD、粘土の実測パターン
2007	類似性指数

ケース・スタディ # 1

多相の同定 – 深井戸掘削コア試料

この試料は、あるメジャーな石油・ガス探査企業による深井戸掘削コアから採取されたものです。試料は、XRD (X-Ray Diffraction; X線回折) 分析の前に、十分に細くなるまで粉碎しました。測定した XRD データは、PDF-4+ に組み込んだ ICDD の検索・指数付けソフトウェア SLeve+ を使って読み込み、分析を行いました。SLeve+ のデータ読み込み機能は柔軟で、多種多様なファイル形式のデータを読み込むことができます。

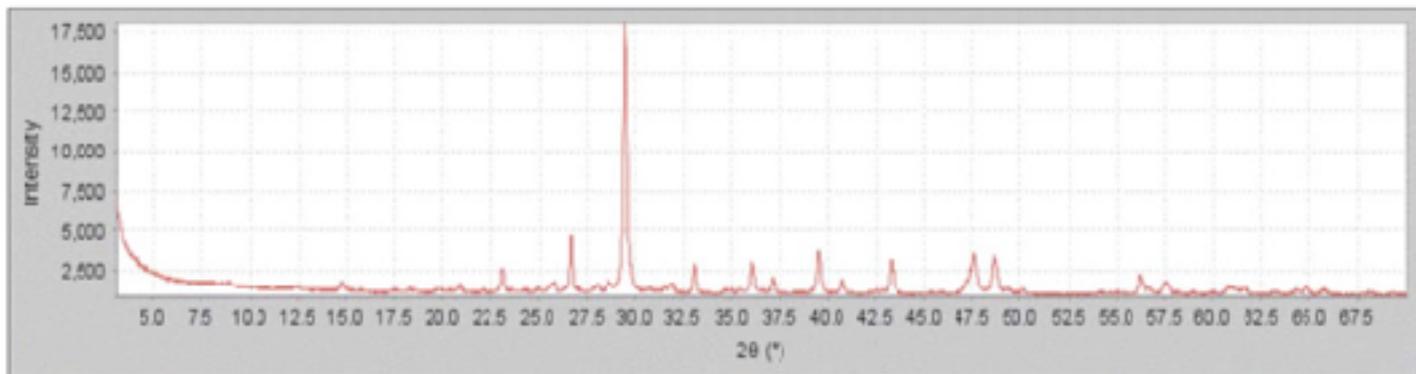
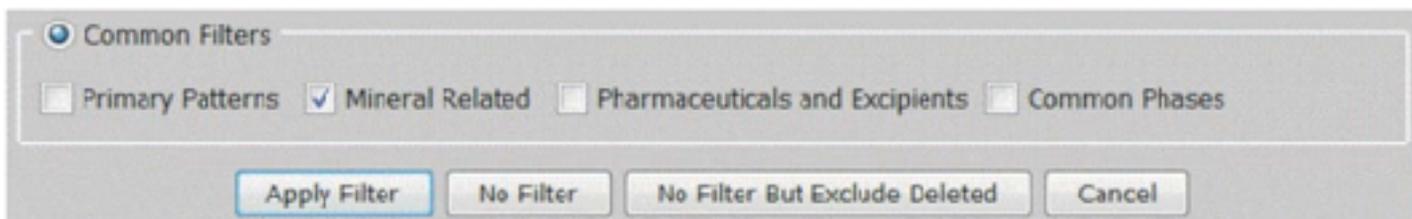


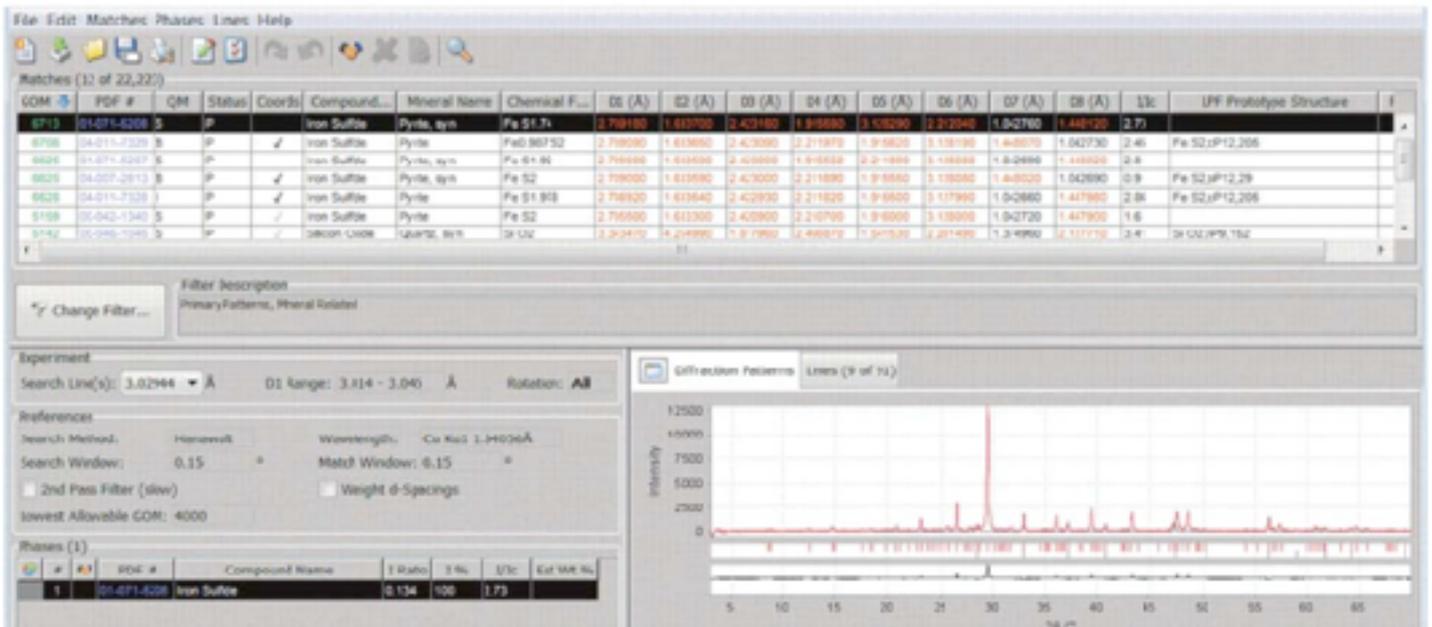
Figure 1.1 掘削コア試料の実測 XRD パターン

PDF-4+ に組み込んだ ICDD の検索・指数付けソフトウェア SLeve+ を使って、Fig. 1.1 のデータに対してバックグラウンド除去、 $K\alpha_2$ サブピークの除去、ピーク・サーチを施しました。そして、高速検索と同定分析で用いることができるように、面間隔 - 強度のリスト (d - I リスト) を生成しました。この分析で決定的に重要なステップとなったのは、相同定の際に Minerals (鉱物) サブファイルを選択したということでした。この選択は本当に簡単です。分析の前の検索ウィンドウの中の、ある一箇所 (下の図をご覧ください) をポイントしてクリックするだけです。PDF-4+ の検索ウィンドウには、一般的に使われる「フィルター」common filter が含まれています。ここでは示しませんが、検索ウィンドウをカスタマイズした「データ・マイニング・セレクション」を作ることもできます。ここでは、どの ICDD サブファイルを設定することもできますし、どのような検索基準を設定することも、PDF-4+ データベースの検索結果に関するどのような出力形式を選択することもできます。



さて、このケースでは、「Minerals サブファイル」を選択することによって、候補となる物質相のリストが 340,653 エントリーから「鉱物」の 40,424 エントリーにしばられました。このフィルター処理のおかげで、すべてのエントリーのうちの 88% を除去できたこととなります。除去されたすべての候補は、化学的に不適切ということになります。それでもまだ相同定に使える世界で最大の鉱物相コレクションが残されています。

さらに候補を絞り込むために、鉱物の「プライマリー primary パターン」を選択しました。これで検索対象とする相を「最も適切な (プライマリー) 鉱物相」のパターンにまで減少することができます。「どの物質相に関するデータを、プライマリー相として選択するか」は、数十年にわたって ICDD メンバーのうちの「鉱物編集タスク・グループ」によって決められています。このタスク・グループは、すべて鉱物学者で構成されています。「プライマリー相」に検索対象を制限することによって、候補を 22,223 エントリーまで絞ることができました。



上に示すように、Sieve+ で用いるためのプライマリー相分析ウィンドウが診断情報と一緒にロードされます。前処理を施された回折パターンは右下に示されています。検索条件を左下に示しており、ここには第一相として同定された黄鉄鉱 pyrite (iron sulfide) も示されています。ビュー・パネルの中のページ上部に候補相とその診断結果が示されています。このケースでは、候補相の最強 8 回折ピークが試料パターン中のピークと一致するかを調べています。一致したピークは赤色で表示されます。上部左端の“Goodness of Match” (GOM) は、それぞれの候補相の回折ピークの d 値 (面間隔値) が試料の回折ピークの d 値とどれくらい近いかを 1 から 1,000 までの数値を使った尺度で評価したものです。8 本すべての d 値が完全に一致すると最高得点 8,000 点になります。分析の第一パスでは得点 4,000 点以上の候補だけが示されています。このウィンドウ上のほとんどのパラメータは、ユーザーが選択しなおすことも可能です。例えば、4,000 点での足切り (cutoff) では、12 候補だけが表示されたのですが、足切り点数を単一ピークの一致に対応する 500 点にまで下げると、1,200 以上の候補が表示されます。パラメータのデフォルト値は「エキスパート」によって決められていて、相を同定するとき、「かなりの割合でうまく働く」ように選ばれています。ディスプレイ・ウィンドウには、化学組成が少しずつ異なる 7 種類の黄鉄鉱 pyrite と、石英 quartz が 1 種類選択されています。右側の方には I/Ic の値が示されています。この値は、参照強度比 (reference intensity ratio; RIR) 法という方法で定量相組成分析をするときに使えます。上部右側には、プロトタイプ構造を示す部分があり、ここでは二つのプロトタイプ構造：黄鉄鉱と石英が示されています。最高品質を意味する品質記号 Quality Mark, スター (* あるいは S) が付けられている「石英」のレファレンス・データは、高純度の人工結晶から得られたものです。このパターンの一致のしかたを見ると、ピーク・シフトの原因となりうる「ゴニオメーター軸からの試料の位置ずれ」がほとんどないことがわかります。また、このことから、試料中に含まれている石英を、実測の回折パターンの較正のための内部標準として使えることがわかります。

その次に同定されたのは方解石 calcite (炭酸カルシウム結晶) でした。これら 3 つの「相」で、実測パターン中の 36 本のピークを説明することができています。ここには「100 を基準とした相対強度」の値が「4」以上のピークがすべて含まれていますから、実測の回折強度が「ほとんど説明できている」ことになります。このことは、右下にあるグラフィックス・インターフェース・パネルを使うか、同じパネルの "Lines" というタブをクリックすることでも簡単にわかります。そうすれば、試料と同定された 3 つの相との間の d 間隔の一致のしかたが示されます。回折パターン Diffraction Pattern タブの隣にあるアイコンをクリックすることで、グラフィックス・ボックスはフルスクリーンで表示することもできます。次ページの Fig. 1.2 に示すように、マウスを使った「ポイント&ドラッグ」操作でグラフの一部を拡大することもできます。

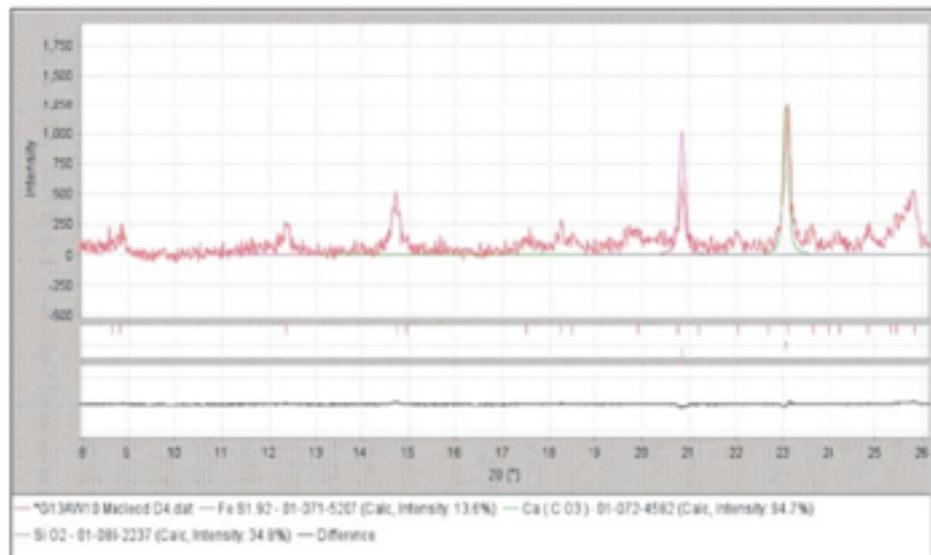


Figure 1.2 掘削コア試料の処理済み XRD パターンの一部を拡大した図。プログラム Sleve+ を使って同定された相に関する相 同定マーカとシミュレートされた強度曲 線も示されている。

Fig. 1.2 には回折角 2θ : $8^{\circ}\sim 26^{\circ}$ の範囲を拡大して表示しています。石英 quartz のピークをピンクで、方解石 calcite のピークを緑色でマークしているのですが、 8° から 20° の範囲に同定されていない多くの小さいピークがあることもわかります。これらのピークは、すべて相対強度が 4 あるいはそれ以下のものです。この時点で停止してしまう自動検索・一致度 評価プログラムは少なくありません。そして、ここから PDF-4+ へのインターフェースを持つ Sleve+ がその優位性を発揮し 始めます。PDF-4+ の鉱物 Minerals サブファイルを使い、低強度ピークを調べるだけで、以下の鉱物：白雲母 muscovite, バサニ石 (硫酸カルシウム 1/2 水和物) bassanite, 曹長石 albite, イライト illite, ゾモルノク石 (硫酸鉄 (II) 一水和物) szomolnokite が含まれていることがすぐわかります。これで、試料の XRD パターンの中で帰属されずに 残っているピークは、 d 値が 7.157 \AA で相対強度 2 のピークの本一だけになりました。PDF-4+ の Minerals サブファイル から、この d 値に関する最強線検索 strong line search をすることにより、2 つのありそうな候補が同定されました。カ オリナイト kaolinite-1A とディッカイト dickite-2M1 です。これらはいずれも含水ケイ酸アルミニウムで、同一の化学組 成 $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ をもつ物質です。既出の 8 候補相とカオリナイトのみを含むカスタマイズされたサブセットを生成しま した。このサブセットを使うと、試料の全パターンを良くフィットさせることができました。この結果は、実験による d 値に基づいてユーザーが生成したカスタム化されたサブセットと、この試料が鉱物であるという知識を利用した相同定の 一例です。

Phases (9)			Compound Name	
#	PDF #	PDF #		
1	✓	00-048-1046	Silicon Oxide	
2	✓	04-012-0489	Calcium Carbonate	
3	✓	04-003-1989	Iron Sulfide	
4	✓	04-015-9386	Potassium Sodium Barium Magnesium Aluminum Iron Silicon Titanium Oxide Hydroxide	
5	✓	04-011-1765	Calcium Sulfate Hydrate	
6	✓	04-017-1022	Sodium Calcium Aluminum Silicon Oxide	
7	✓	04-014-9807	Iron Sulfate Hydrate	
8	✓	04-013-2830	Aluminum Silicate Hydroxide	
9	✓	00-043-0685	Potassium Aluminum Silicate Hydroxide	

最終的な相同定結果は次ページの Fig. 1.3 に表示されています。実測パターン中のすべてのピークは同定され、上記の 9 相のうちのいずれかに帰属されています。この相同定では、実測の粉末パターン (石英とカオリナイト) と、単結晶デー タから生成されたパターンを組み合わせ使っています。これらの鉱物のすべては原子座標、あるいは原子座標を持つ構 造に相互参照されているので、ユーザーは定量リートベルト解析に進むことができます。さらに、これらのデータははす べて RIR (I/I_c) 値を含むので、参照強度比法による定量分析も可能です。

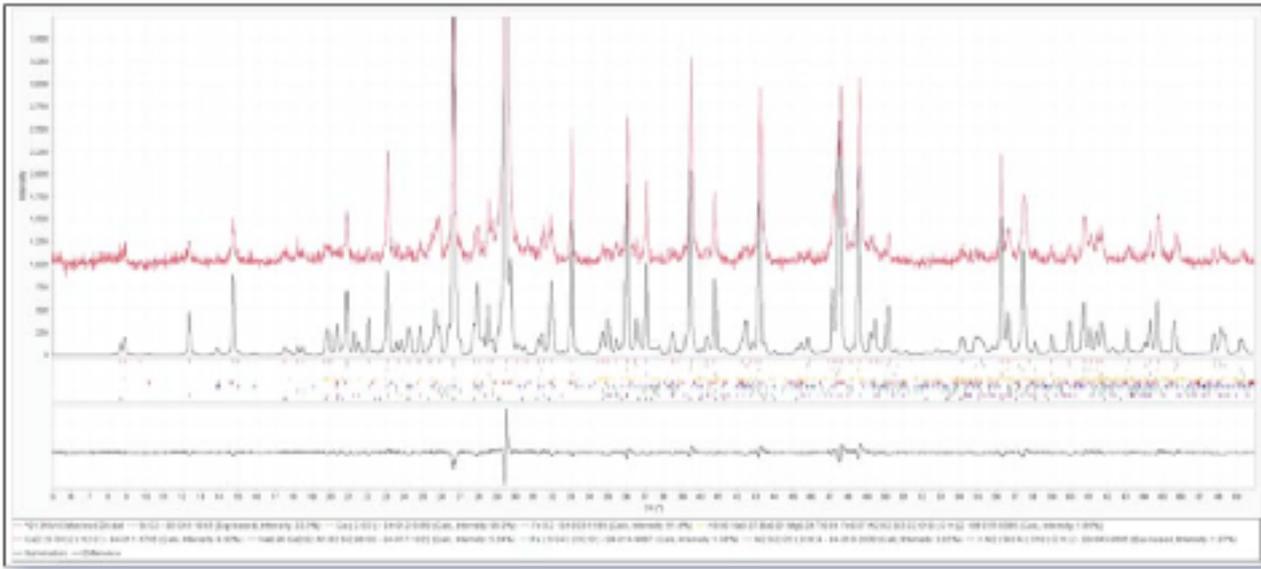
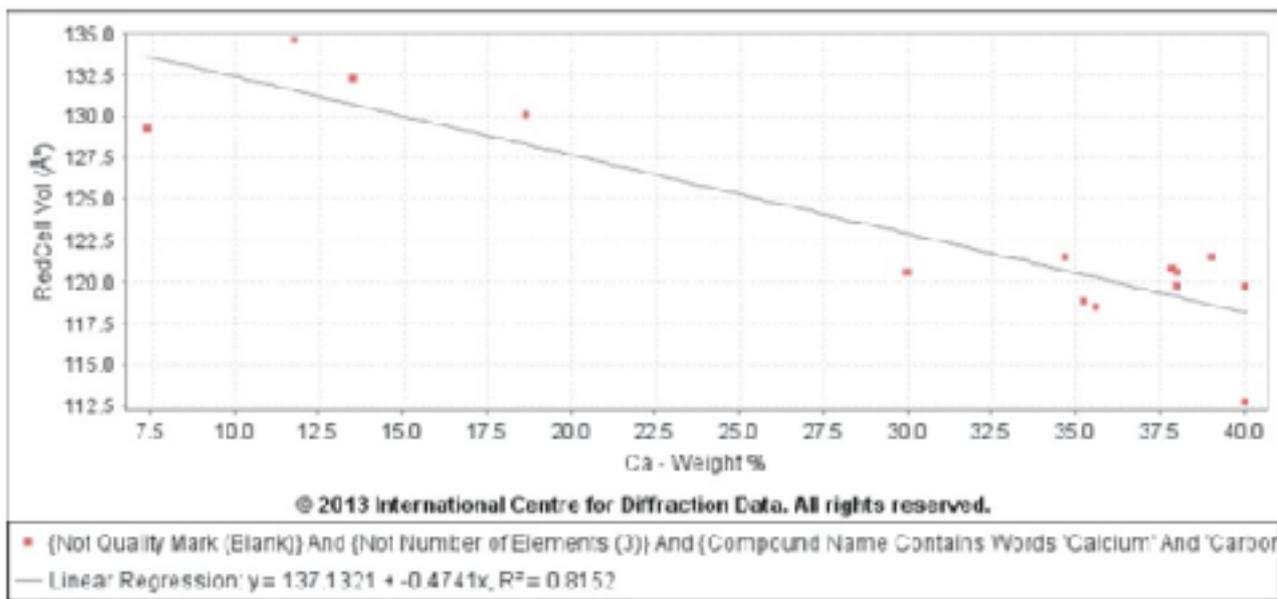


Figure 1.3 掘削コア試料の全 2θ 範囲にわたる「前処理済み XRD パターン」と相 ID マーカー、差プロット、シミュレートされた合成パターン

上の Fig. 1.3 には最終的な解がグラフィカルに表示されています。この表示では、同定されたすべての相が足し合わされ、黒色の曲線として示されています。ここではすべての相について、PDF-4+ のユーザー・オプションとして、結晶子サイズ 550 Å を用いました。この値を使うことで、差のパターンが最小になりました。実験データは赤色で示しています。一番下には計算された黒色の差パターンを示しています。二つの黒色パターンの間の色の付けられたマークは寄与する相の d-spacing を示し、この分析の複雑さを際立たせています。この分析では精密化計算は行っていません。パターンのシミュレーションとスケール、足しあわせをただけです。分析の後半部分で同定された 6 相（いずれも強度 4 以下）は 1.4% から 6.8% までに尺度化される強度を示します。最終的に、差プロットに現れている残差ピークのほとんどすべては方解石 calcite に帰属されますが、実測のパターンは単結晶から得られたレファレンスと比較すると少しシフトしています。この結果は方解石が固溶体になっていて、純粋な炭酸カルシウムと格子定数が異なっていることを示唆します。



上のグラフは、方解石の「炭酸カルシウム calcium carbonate という名称」「空間群番号が方解石と同じ 167」という制約をかけて PDF-4+ でデータ・マイニングして、Ca の重量 % によって既約単位胞 reduced cell の体積がどのように変わるかを調べたものです。つまり Ca が他のイオンに置換されることによりどのように格子が変化するかが示されています。純粋な calcite は体積 ~122.5(5) Å³ の既約単位胞を持ちます。なお、グラフの中のどのドットをクリックしても、それに対応する回折パターンかエントリーかを見ることができます。エントリーからは化学組成がわかります。Ca を Mg や Mn に置き換えると単位胞が小さく (122 Å³ 以下) になり、Ba や Sr のドーピングによって単位胞が大きくなります。

掘削コア試料の中の方解石のパターンに関するわずかなピークシフトは、この試料中の方解石は純粋な炭酸カルシウムと比較すると本当に格子が小さくて、Mg や Mn, Fe などの小さいカチオンがドーパントとして含まれていることを仮定すれば説明できます。ここでは示しませんが、最適化されたパラメータあるいはリートベルト精密化を施すことにより、ドーパントの濃度を定量的に評価することも可能です。

このケーススタディーで示したすべてのグラフ、診断データ、相同定は、**PDF-4+ 2013** に組み込まれている検索・指数付けソフトウェア **Sleve+** を使って、データベースから直接生成したものです。この解析には、診断（フィルター、検索）の結果と PDF-4+ 製品独自の情報源データとの組み合わせを使っています。

いくつかの一般的に入手可能なソフトウェア・パッケージは、**PDF-4+ と接続すれば**、PDF-4+ による相同定の結果を、すべての相を定量化するリートベルト解析、あるいはその他の「全パターン解析」に使うことができるので、方解石の中でのドーパントの濃度を定量的に決定することもできます。



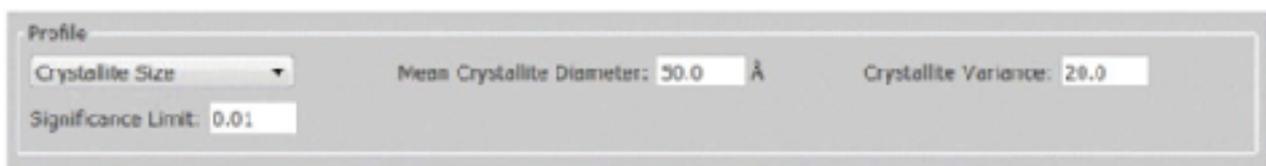
ケース・スタディ # 2

結晶化度と結晶子サイズ：セルロース系の物質

セルロースは世界でもっとも豊富な天然物質ですし、最も古くから知られた生体物質でもあります。セルロース系の物質を応用する市場は巨大です。エネルギー源、衣服や織物、医薬品の添加物、建築物の断熱材、粘着剤や増粘安定剤の主原料として用いられます。セルロース系物質の化学式は簡単なものであることが多いのですが、この物質の化学的な性質や構造は、結晶化度や多形、形態によって驚くべき多様性を示します。セルロースは、世界で最も豊富な生体物質として、何百年もの間科学者によって調べられてきました。しかし、今日でも世界中の多くの研究室でセルロースの構造化学の秘密を解きほぐそうとする研究が行われています。過去10年間に、世界で最も洗練された分析ツールのいくつかがセルロース系物質の構造の詳細を明らかにするために用いられました。これらの研究から、セルロース系の物質についてより詳細な原子構造が明らかになってきました。X線回折の分野では、干渉性の散乱と非干渉性の散乱の分析データを合わせることによって、この物質でしばしばみられる複雑な回折特性に関する洞察が得られています。

世界中の科学者の膨大な先駆的な研究による新しい発見の数々を踏まえて、国際回折データセンター ICDD は、科学者メンバーのチームを結成して、セルロースの多形と結晶化度の調査をするために使用できる新しい標準物質を開発しました。この7年間で ICDD は22の新しいセルロース系の標準物質を公開しました。これらの標準物質は、結晶構造、あるいはパターン分析技術のために使えるデジタル化された全実測回折パターンを伴うという点で、それまでのセルロース標準とまったく異なるものです。結晶構造とデジタル化された全パターンのどちらを使うかは、物質そのものが結晶性なのか、部分的に結晶性なのか、アモルファス（無定形）なのかに依存します。このセルロース系標準物質は、「世界で最も一般的な物質」について、研究者が結晶化度や多形、結晶子径を分析するのを手助けすることを意図して開発されました。この際に鍵となったことは、セルロースの特徴的なアモルファス・パターンを決定したことです。異なる結晶多形組成を持ち、原料物質（綿と木材）の異なる3種類のパルプ試料を、体系的な方法で低温粉碎しました。これら3つの試料に関する調査のすべてから、同一のアモルファス・パターンが得られました。これが Powder Diffraction File の中で最初のアモルファス・レファレンス・パターン (PDF 00-060-1501) となりました。International Paper 社と Eastman Kodak 社の科学者の支援により、セルロースとメチルセルロース、セルロースの酢酸・フタル酸化合物については、アモルファス物質とその回折パターンが既に作成されています。

セルロースの場合、アモルファス標準物質と、セルロースの多形について新しく決定された結晶構造と改善された結晶構造の情報を使って、結晶化度と結晶子サイズを分析することができるようになっているのです。結晶子決定のためには、PDF-4+ に組み込まれている結晶子サイズ計算機能を使って、標準物質の結晶子サイズと試料の回折データを比較します。



複数の適用例について、次ページ以降に示します。

Figure 2.1 桜の木片の削り屑として得られたセルロース粉末から得られた回折データ。赤い線が実験データで、黒い線はセルロース I α とセルロース I β , アモルファス・セルロースを混合したシミュレーションにより得られた図形を示す。

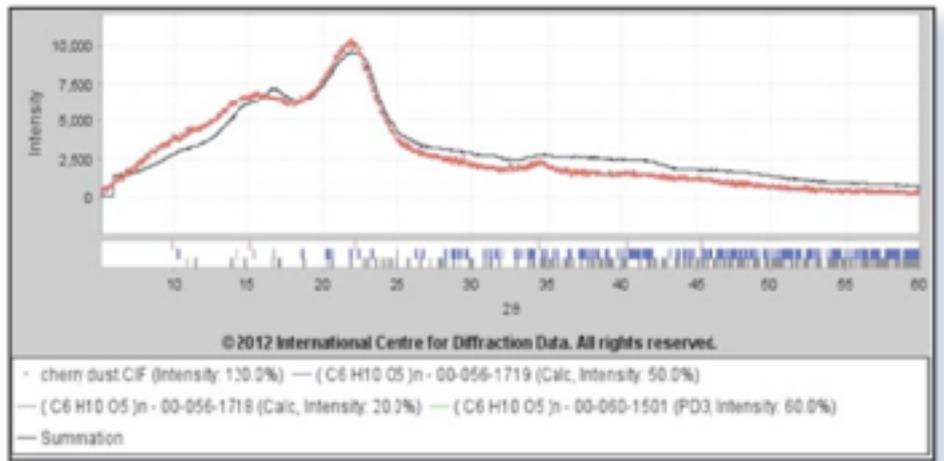


Figure 2.2 Type II の三酢酸セルロースを加水分解して得られたセルロース II から得られた回折データ。黒い曲線はセルロース II とアモルファス・セルロースのパターンを用いたシミュレーション。

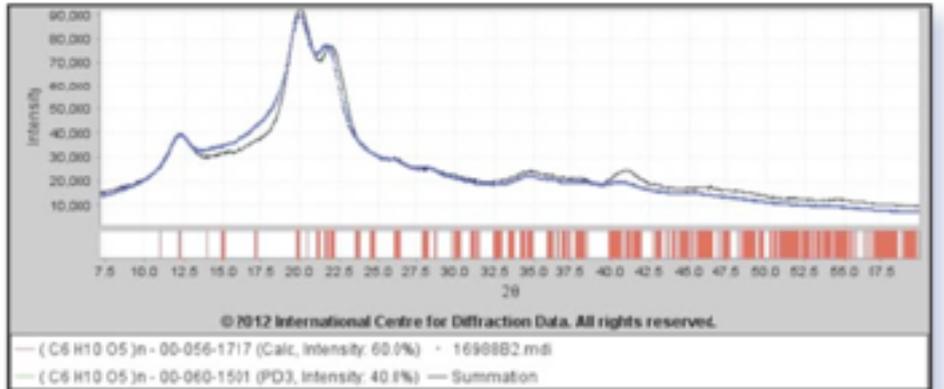


Figure 2.3 マルセル化（水酸化ナトリウム処理）されたセルロースのパルプ・シート。シミュレーションの結果は、このパルプが無定形セルロースと II 型セルロースの混合物であることを示し、この多形はマルセル化プロセスから予想されるとおりのです。Fig 2.2 と比較して、この試料は結晶子サイズが大きいためにピークが鋭くなっています。

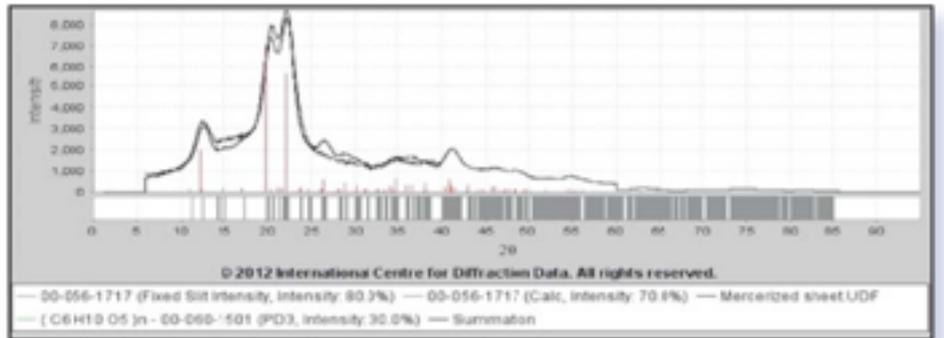


Figure 2.4 結晶化度解析のためにクラスター分析が非常に役立つことを示します。ここでは、Bruker-AXS とグラスゴー大学の好意により PolySNAP 2.0 を数試料の結晶化度決定のために用いました。この解析には、ICDD PDF-4 データベースに含まれているアモルファス・セルロース標準物質と、他のすべての主要な多形を含むセルロース標準物質から得られたデータを用いました。結晶化度を決定するプログラムでは、パターンフィッティングとスケールリングを用いています。PDF-4+ を用いてすべての多形パターンについて 35 Å の結晶子サイズを適用し、PolySNAP にエクスポートしました。各例について、上記のレファレンス・パターンを用いて「パーセント結晶化度」を求めました。

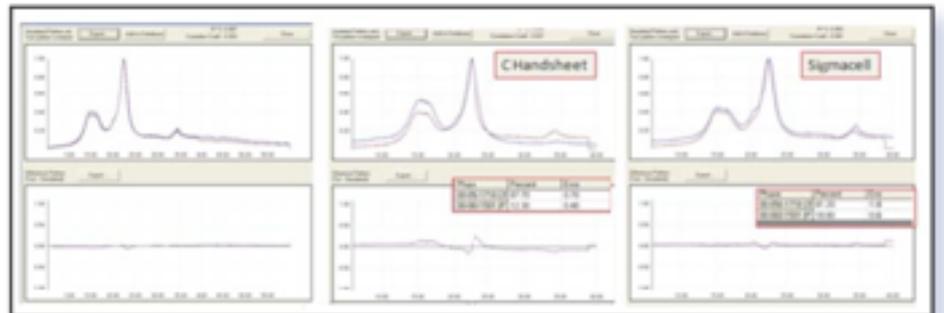
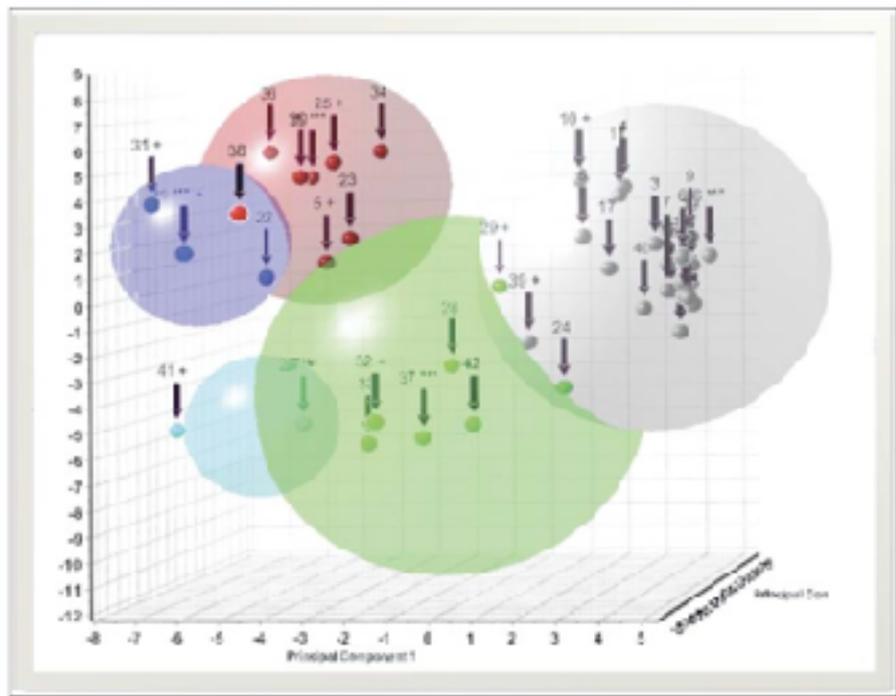


Figure 2.5 この図は、クラスター分析がセルロースの多形を分離するためにも使えることを示しています。この例では 40 以上の木材パルプ、医薬品試料、製紙原料から得られた実測のパターンと、PANalytical 社の好意により提供されたクラスター分析プログラム HighScore Plus を用いました。主成分分析 (principal component analysis; PCA) では、試料は主にセルロース II であるクラスター (青)、主に無定形セルロースであるクラスター (赤)、主にセルロース I であるクラスター (灰色と緑色) とに分離されました。灰色と緑色にクラスターが分かれているのは、主に低結晶化度 (緑色) と高結晶化度 (灰色) のグループ分けによります。多形の同定は ICDD の標準パターンに基づきます。レファレンス・パターンはデジタル・データとしてエクスポートされ、試料から得られた XRD データと直接的に並べて比較するクラスター分析の入力として用いられました。



ここで示した結果は出版物から再録したのですが、出版の前に数名の審査員から「Fig. 2.1-2.4 のパターンの追加は、特定の装置光学系でしか正当ではない」とコメントがありました。確かにこのレファレンスはブラッグ・ブレンターノ型の装置配置を適用して開発 (あるいは計算) したものです。ブラッグ・ブレンターノ型の回折計デザインは、現在世界中で最も一般的なものとして用いられているとは言え、この審査員らの意見はまったくその通りだと言えます。しかしながら、既に知られている装置構成で作成されたパターンは、GSAS や PONCKS で用いられているような多項式関数やデバイ関数に基けば、同じように正確な無定形 (アモルファス) モデルを開発するために使うことができます。この装置配置でモデルが実測パターンを複製するならば、モデラーは光学系を変更して計算し直すことができますし、そのモデルを他の装置配置でも使えることにある程度の確信を持つことができます。

PDF-4+ はアモルファスのレファレンスを開発して採用している唯一の結晶学データベースであり、だからこそこで示したような解析ができるのです。科学者が、高い結晶性を持つ物質だけでなく、低結晶性あるいは結晶化度の低い固体材料もキャラクタライズ、特徴付けることを助けるために、これらの物質を製造する新しい編集規則とガイドラインが設立されました。他のデータベースには、このような能力を持っているものはありません。

参考文献：

- 1) Faucett, T. G., Crowder, C. E., Kabekkodu, S. N., Needham, F., Kaduk, J. A., Blanton, T. N., Petkov, V., Bucher, E., and Spanchenko, R., (2013), "Reference Materials for study of Polymorphism and Crystallinity in Cellulose", *Powder Diffraction*, **28** (1), 18-31. DOI: <http://dx.doi.org/10.1017/S0885715612000930>
- 2) Kaduk, J. A. and Blanton T. N., (2013) "An improved structural model for cellulose II", *Powder Diffraction*, **28** (3), 194-199. DOI: <http://dx.doi.org/10.1017/S0885715613000092>

ケース・スタディ # 3

同定と定量 – 製造系触媒の多相リートベルト解析

ブタン酸化、無水マレイン酸合成のためのリン酸バナジウム触媒

性能の劣化した触媒の分析を行いました。収率の低下した原因を解明できるかもしれないからです。最初の分析で、すぐに $(VO)_2P_2O_7$ が同定されました。これは触媒の組成として予想通りのものでした。この成分はパターン中の総回折強度のうちの大部分を占めると推定されました。パターンには数本の弱いピークが残っていましたが、分析はこの時点では実質的に止まっていました。

触媒の化学組成はわかっていたので、「既知の化学組成に基づいた候補物質のフィルタリング」によって、この問題に対するデータ・マイニングを実施しました。“Just V, P, O and H” (V, P, O, and H を含み、それ以外の元素を含まない) の条件を使い、特徴的な d spacing (面間隔値) と、見積もられる standard deviation (標準偏差) の値を使って候補となる相を絞り込みました。

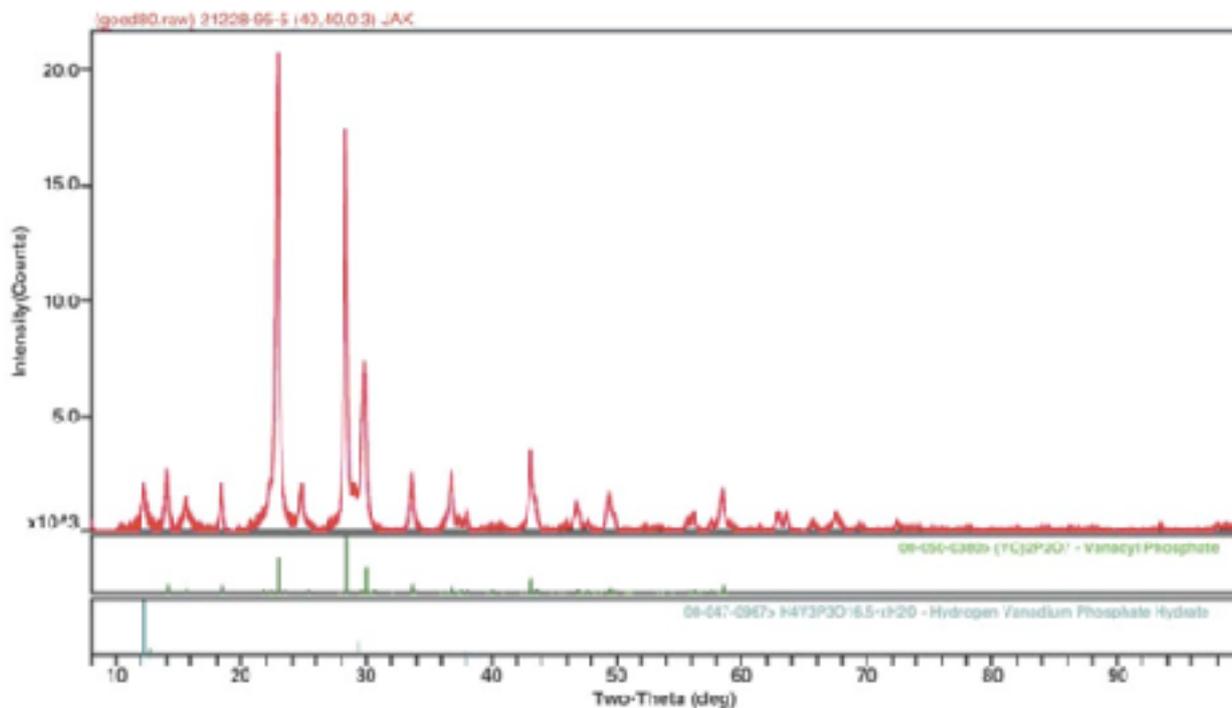


Figure 3.1 劣化したリン酸バナジウム酸化触媒のX線回折パターン。下部の縦棒は自動分析で同定されたはじめの2相の d-spacings を示します。

化学組成 (構成元素) と、d-spacing が 7.21 \AA , esd (estimated standard deviation; 見積もられた標準偏差) が 0.05 \AA の強いピークを含むという条件で最初の検索を実施しました。この検索の結果、 $H_4V_3P_3O_{16.5} \cdot xH_2O$ という唯一の候補がヒットしましたが、これは図1の第2相として同定されたものです。この分析をはじめに行った時点では、この物質の結晶構造は Powder Diffraction File に記載されていませんでした (後に追加されました)。ところが、Inorganic Crystal Structure Database (ICSD) を使って同様の元素検索を行うと、 $H_{0.6}(VO)_3(PO_4)_3 \cdot H_2O$ という化学式を持つ同じ粉末パターンが得られました。まだ同定されていないピークの中で最大強度の d-spacing が 3.58 \AA と 3.08 \AA という条件を検索パラメータに追加しました。このプロセスで、もう一つのリン酸バナジウム相が同定されました。もともと同定されていた2相にこの相を加えて、三相リートベルト精密化を行いました。その結果得られた残差曲線から、 3.985 \AA にピークを持ち、まだ同定されていなかった相が見つかりました。この結果を PDF-4+ に入力し、4つ目の相が同定されました。この相を含めた四相リートベルト精密化の結果得られた最終的な組成を下の表に示します。

$(VO)_2P_2O_7$	84.8(1) wt%
$H_{0.6}(VO)_3(PO_4)_3(H_2O)_7$	5.9(1) wt%
$\alpha\text{-VOPO}_3$	5.6(1) wt%
$\beta\text{-VO(PO}_3)_2$	3.7(1) wt%

「データ・マイニング」の鍵となった情報は以下の4点です。

- 1) 試料は触媒であるということ
- 2) 含まれる元素がV, P, O, Hだということ
- 3) リートベルト解析の結果, 3.58 Å, 3.08 Å, 3.985 Åにもピークがあることがわかったこと
- 4) パターンに合う「主相」について見積もられた esd の値

はじめに一相しか見つけていなかったのに、検出限界に近い四相まで見つかったのは、リートベルト残差から得られた d-spacing と PDF-4+ の持つデータ・マイニングの能力を利用した手法によるものです。

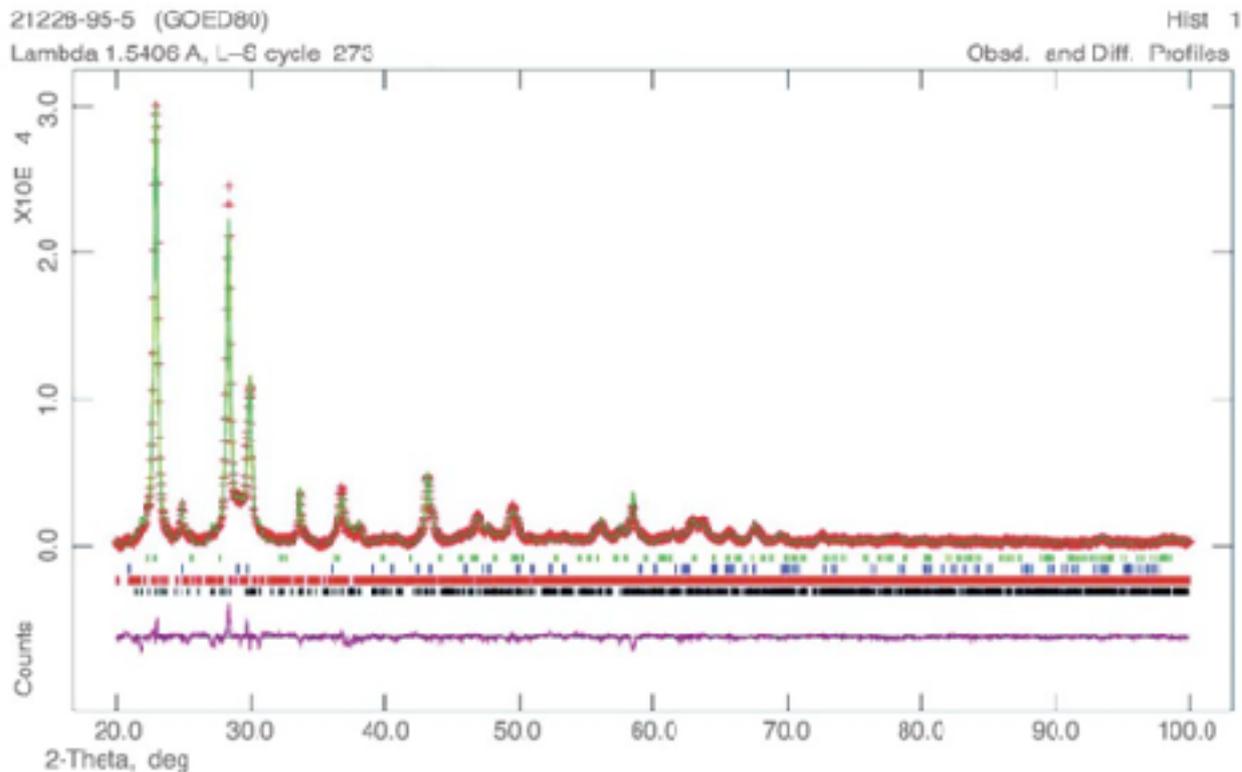


Figure 3.2 最終的な四相リートベルト精密化と差プロットを示します。これはリートベルト解析プログラム GSAS の出力です。

04-012-2047	I	✓	V2 (P O4)3	Vanadium Phosphate	2.991040	4.139740	4.184740	M
01-070-1535	I	✓	{ V O } (P O4)	Vanadium Phosphorus Oxide	3.007000	3.568870	3.069150	T
04-017-1008	I	✓	H0.6 { V O }3 { P O4 }3 { H2 O }7	Hydrogen Vanadyl Phosphate Hydrate	3.036130	7.057260	3.046260	M
00-027-0948	I	✓	V O P O4	Vanadyl Phosphate	3.068000	3.400000	5.180000	O
04-014-1224	I	✓	{ V O } (P O4)	Vanadium Oxide Phosphate	3.069600	3.384880	4.584620	M
04-009-6369	S	✓	V (P O4) O	Vanadium Phosphate Oxide	3.071500	3.392880	5.186330	O
04-010-6525	S	✓	HV (P O4) O (H2 O)2	Hydrogen Vanadium Phosphate Oxide Hydrate	3.100320	7.662410	5.297090	M
04-010-6547	I	✓	HV (P O4) O (H2 O)2	Hydrogen Vanadium Phosphate Oxide Hydrate	3.101470	7.576230	5.301100	M
00-044-0598	C	✓	V O (H P O4) · 2 H2 O	Vanadyl Hydrogen Phosphate Hydrate	3.105000	7.579000	3.102000	M
04-010-6548	I	✓	HV (P O4) O (H2 O)2	Hydrogen Vanadium Phosphate Oxide Hydrate	3.105020	7.578710	5.305960	M
01-070-9662	S	✓	{ V O }2 (P2 O7)	Vanadium Oxide Phosphate	3.134330	3.850200	2.979330	O
01-070-8726	S	✓	{ V O }2 (P2 O7)	Vanadium Oxide Phosphate	3.134910	3.864500	2.980730	O
04-009-2740	S	✓	V2 (P2 O7) O2	Vanadium Phosphate Oxide	3.136390	3.869040	2.982010	O
00-048-1200	S	✓	{ V O }3 (P O4)2 · 9 H2 O	Vanadyl Phosphate Hydrate	3.145800	6.783100	8.322200	M
00-053-1051	I	✓	{ V O }2 P2 O7	Vanadyl Phosphate	3.146000	3.792810	2.975440	O
04-014-7425	I	✓	V4 (P O4)3 O3	Vanadium Oxide Phosphate	3.168080	3.306720	2.567080	O
04-017-4278	I	✓	V1.28 (P O4) (O H)0.84 (H2 O)0.37	Vanadium Phosphate Hydroxide Hydrate	3.179200	3.307840	2.035500	T
04-012-9972	I	✓	V (P O4) (H2 O)	Vanadium Phosphate Hydrate	3.181660	3.323790	1.590780	T
00-051-0570	I	✓	V1.23 (H2 O)0.31 (P O4) (O H)0.69 · 0.33 H2 O	Vanadium Aqua Phosphate Hydroxide Hydrate	3.187000	3.313000	2.041000	T
00-037-0073	I	✓	V4 (P2 O7)3	Vanadium Phosphate	3.200000	3.760000	8.750000	O
04-016-3577	S	✓	H (V O) (P O4)	Hydrogen Vanadyl Phosphate	3.200050	3.294040	3.543950	O
04-016-1914	S	✓	HV3 O8 (H2 O)	Hydrogen Vanadate Hydrate	3.211270	7.812410	5.726590	M
04-013-9020	S	✓	V2 (P O4) O	Vanadium Oxide Phosphate	3.233050	3.269960	2.073240	T
00-025-0408	C	✓	H3 P O4 · 0.5 H2 O	Hydrogen Phosphate Hydrate	3.250000	3.650000	3.720000	M
00-038-0291	S	✓	{ V O }2 H4 P2 O9	Vanadyl Hydrogen Phosphate	3.293000	2.937000	5.702000	O
00-048-1158	S	✓	V O H P O4	Vanadyl Hydrogen Phosphate	3.294500	3.200700	3.545200	O
04-016-2064	I	✓	V2 O3 O4 (O H)1.54	Vanadium Oxide Hydroxide	3.296830	7.371940	2.526190	T
01-088-1753	I	✓	H3.78 V6 O13	Hydrogen Vanadium Oxide	3.320240	3.666310	5.880070	M
04-010-7138	S	✓	H2 (P H O3)	Hydrogen Phosphite	3.371800	3.801850	3.583000	O
04-010-7140	S	✓	H2 (P H O3)	Hydrogen Phosphite	3.374500	3.804640	3.584500	O
04-010-7139	S	✓	H2 (P H O3)	Hydrogen Phosphite	3.383000	3.807990	3.601000	O
04-011-3466	I	✓	H2 V3 O8	Hydrogen Vanadium Oxide	3.395940	8.464900	2.743160	O
01-077-0530	S	✓	V H2 P3 O10	Vanadium Hydrogen Phosphate	3.402350	3.426250	2.979110	M
04-011-0067	I	✓	H2 V P3 O10	Hydrogen Vanadium Phosphorus Oxide	3.402350	3.426250	2.979110	M
01-088-1752	I	✓	D.039 V2 O5	Deuterium Vanadium Oxide	3.411300	4.360000	2.892500	O
01-083-1953	I	✓	V (P O3)3	Vanadium Phosphate	3.426060	3.871830	3.069880	M
00-050-0381	S	✓	{ V (P O3)3 }x	Vanadium Phosphate	3.426500	3.873010	2.798280	M
04-008-4490	S	✓	V (P O4)	Vanadium Phosphate	3.562510	2.533750	2.320270	O
00-034-1247	C	✓	V O P O4	Vanadyl Phosphate	3.567380	3.005580	3.068240	T
04-008-4492	I	✓	V (P O4)	Vanadium Phosphate	3.569920	2.540030	2.324800	O
04-008-4491	S	✓	V (P O4)	Vanadium Phosphate	3.570250	2.539750	2.325850	O
01-076-2023	S	✓	V P O4	Vanadium Phosphate	3.671370	2.546280	2.322040	O
00-047-0953	I	✓	V O (H2 P O4)2	Vanadyl Hydrogen Phosphate	3.580000	3.990000	3.170000	T
00-010-0377	I	✓	V +4 O (O H)2	Vanadium Oxide Hydroxide	3.610000	4.400000	1.838000	M
04-011-5658	I	✓	V2 (V O) (P2 O7)2	Vanadium Vanadyl Phosphate	3.616920	4.216950	7.096340	O
00-054-0201	S	✓	H3 P O3	Hydrogen Phosphite	3.632110	3.839070	3.419890	O
00-043-0309	C	✓	V O P2 O6	Vanadyl Phosphate	3.670330	3.851150	2.915940	M
01-077-0995	S	✓	{ V O } (P O3)2	Vanadyl Phosphate	3.677810	3.845670	2.915440	M
04-012-9495	S	✓	{ V O } P2 O6	Vanadyl Phosphate	3.677810	3.845670	2.915440	M
00-025-0378	S	✓	H3 P O4	Hydrogen Phosphate	3.700000	2.877000	3.010000	M
01-072-0512	I	✓	H3 P O4	Hydrogen Phosphate	3.715610	3.703740	4.295010	M
04-016-0009	S	✓	{ V O } P2 O6	Vanadyl Phosphate	3.848480	3.667730	2.911140	M
04-016-0010	S	✓	{ V O } P2 O6	Vanadyl Phosphate	3.861360	3.704420	2.935700	M
00-050-0380	S	✓	{ V O }2 P2 O7	Vanadyl Phosphate	3.869860	3.138090	2.981650	M
04-016-0011	S	✓	{ V O } P2 O6	Vanadyl Phosphate	3.878340	3.760000	2.968100	M
04-012-9257	I	✓	{ H3 O } V (P2 O7)	Hydronium Vanadium Phosphate	3.965090	5.871330	2.976440	M
00-051-1600	I	✓	H3 O V P2 O7	Hydrogen Aqua Vanadium Phosphate	3.968000	5.880690	2.984490	M
00-044-0066	C	✓	V O P2 O6	Vanadyl Phosphate	3.970410	3.885550	3.218230	T
01-084-0048	I	✓	V O (P O3)2	Phosphate Vanadium Oxide	3.970410	3.885550	3.218230	T
04-012-8935	I	✓	{ V O } P2 O6	Vanadyl Phosphate	3.970410	3.885550	3.218230	T
04-017-4372	I	✓	H4 (V O) (P O4)2	Hydrogen Vanadyl Phosphate	3.982500	6.330730	3.165360	T
04-017-2289	S	✓	{ V O } (P O4)	Vanadium Oxide Phosphate	4.006940	3.119360	3.664190	T

PDF-4+ 2013 データベースでは、V, P, O, H を含み原子座標データがわかっている相のリスト（プロトタイプ相と blank 品質相は含まない）を作成することができて、回折パターンの中の最強線の d-spacing に基づく並べ替えをすることができます。3.0 Å から 4.0 Å の 88 エントリーのリストの一部を上を示します。4つの同定された相は黄色い四角で囲まれているものです。これは「デフォルト」（標準設定）のリストです。ユーザーはオプションの 92 項目のうちの表示したいものを好みに応じて選択できます。表示するすべての項目をそれを優先順位として並べ替えることも、プロットを作成することもグラフを作ることも、PDF-4+ ソフトウェアだけでできるのです。

参考文献：

- 1) Fawcett, T. G., Crowder, C. E., Kabekkodu, S. N., Needham, F., Kaduk, J. A., Blanton, T. N., Petkov, V., Bucher, E., and Spanchenko, R., (2013), "Reference Materials for study of Polymorphism and Crystallinity in Cellulose", *Powder Diffraction*, **28** (1), 18–31. DOI: <http://dx.doi.org/10.1017/S0885715612000930>
- 2) Kaduk, J. A. and Blanton T. N., (2013) "An improved structural model for cellulose II", *Powder Diffraction*, **28** (3), 194–199. DOI: <http://dx.doi.org/10.1017/S0885715613>



NONPROFIT ORG
U.S. POSTAGE
PAID
PERMIT #56
BROOMALL
PA 19008

International Centre for Diffraction Data
12 Campus Boulevard
Newtown Square, PA 19073-3273 U.S.A.
www.icdd.com
t: 610.325.9814
f: 610.325-9823
Toll-free 866.378.9331



