

BL5S2 懇談会

予定：2021年10月29日(木)

あいちシンクロトロン光研究センター

最近 (2019-2021) のトピックス

名古屋工業大学 先進セラミックス研究センター

教授 井田 隆

あいちシンクロトロン光センター 主幹研究員

Regional Co-chair of Eastern Pacific Rim & Director
at Large, International Centre for Diffraction Data (*)

International Union of Crystallography,
member of Commission on Powder Diffraction (*)



AichiSR



2019-2021 のトピックス

2019 年

粉末回折解析ソフト JADE マルチリンガル (英・中国・日本語) 版
開発 (カリフォルニアのソフト会社に二週間缶詰) (井田, [2021b](#))
機器分析ハンドブック「X線回折法」執筆担当 (井田, [2021a](#))
実験室粉末 X線回折装置での半導体検出器利用・装置研究
(Ida, [2020a](#), [2020b](#), [2021a](#), [2021c](#))

2020 年

ICDD Director at Large に再選出 (任期 2 年)
Python 言語習得・自作プログラム再コーディング (Ida, [2021b](#))

2021 年

ピーク形状モデル関数システム構築 (Ida, [2021b](#))
「虎谷の直接導出法」(Toraya, [2016](#), [2021](#)) 再評価

今回の話題

1. 粉末X線回折のためのソフトウェアの現状

チュートリアル・情報提供, データベース, アプリケーション,
ユーザーインターフェース

→ ユーザーサポートの質の向上

2. 通常光源による粉末X線回折の現状

Si ストリップ型X線検出器連続走査積算測定の影響

→ 通常光源との差別化

粉末X線回折のためのソフトウェア

(1) チュートリアル・情報提供

化学同人「機器分析のてびき 第二版」(1996)

装置のしくみ, 原理, 操作方法, 試料の準備のしかた, データの解釈のしかた, 注意すべきことなどを, 「化学分野」の初心者にもわかりやすく説明する
有名なシリーズ書籍

→ 「**機器分析ハンドブック**」([2021](#)) 「X線回折法」執筆担当

このタイプの内容を現時点で印刷物として出版することの意味?

Web サイトからハイパーテキストとして提供すべき。

個人でのレンタルサーバー契約は安価 (500円/月) (www.takashiida.com)

https: でなく http: だと「民間企業からは見られない」?

SSL (secure socket layer) サーバー契約は個人には高価 (2k円/月)

SEO (search engine optimization) のためには?

粉末X線回折のためのソフトウェア

(2) データベース

有料データベース

1,960 USD/年 1,960 USD/年
ICDD PDF-4+, **PDF-4/Organics**

FIZ ICSD
CCDC CSD
NIMS AtomWork Advanced (MPDS LPF)

> 1,000,000 entries
収録数が多い
捕捉率が高い
拡大が続いている



ICDD は **ISO 9001**
(品質管理システム)
認証を受けている
世界で唯一の
データベース
管理組織です。

無料データベース

NIMS AtomWork (MPDS LPF)
COD (Crystallography Open Database)

自粛期間中はオンライン
の無料データベース利用
も推奨される

民間企業の皆様には
ICDD PDF[®]
をお勧めします

粉末X線回折のためのソフトウェア

(3) アプリケーション

定性・定量相組成分析 (データベース利用)

ICDD, Sieve+ (Java) 450 USD/年

全パターン解析 (Rietveld 解析含む)

GSAS: ANL(APS)+NIST team (Fortran → Python) 無料

FullProf: LLB team 無料

Z-Rietveld: J-PARC team 無料

Rietan: Izumi (Fortran) 無料

3D・アニメーション表示 (結晶構造投影図など)

VESTA: Momma (C++) 無料

汎用解析ソフトウェア (データベース利用+全パターン解析+3D表示)

Rigaku (← 理学電機), smartlab studio (← PDXL)

Malvern Panalytical (← Philips), HighScore

Bruker AXS (← Siemens), **TOPAS**

Materials Data Inc. (→ ICDD), **JADE (.NET Framework) 数十万円?**

粉末X線回折のためのソフトウェア

(4) ユーザーインターフェース

汎用解析ソフトウェア

(主に) マウス操作によるインタラクティブ GUI

装置製造会社のユーザーインターフェース

Panalytical → タッチパネル化 (エントリー機種で標準)

Bruker → タッチパネル化 (オプション)

ICDD-MDI, JADE マルチリンガル版 (英語・中国語・日本語)

Instruction Manual を読ませることは前提としない。

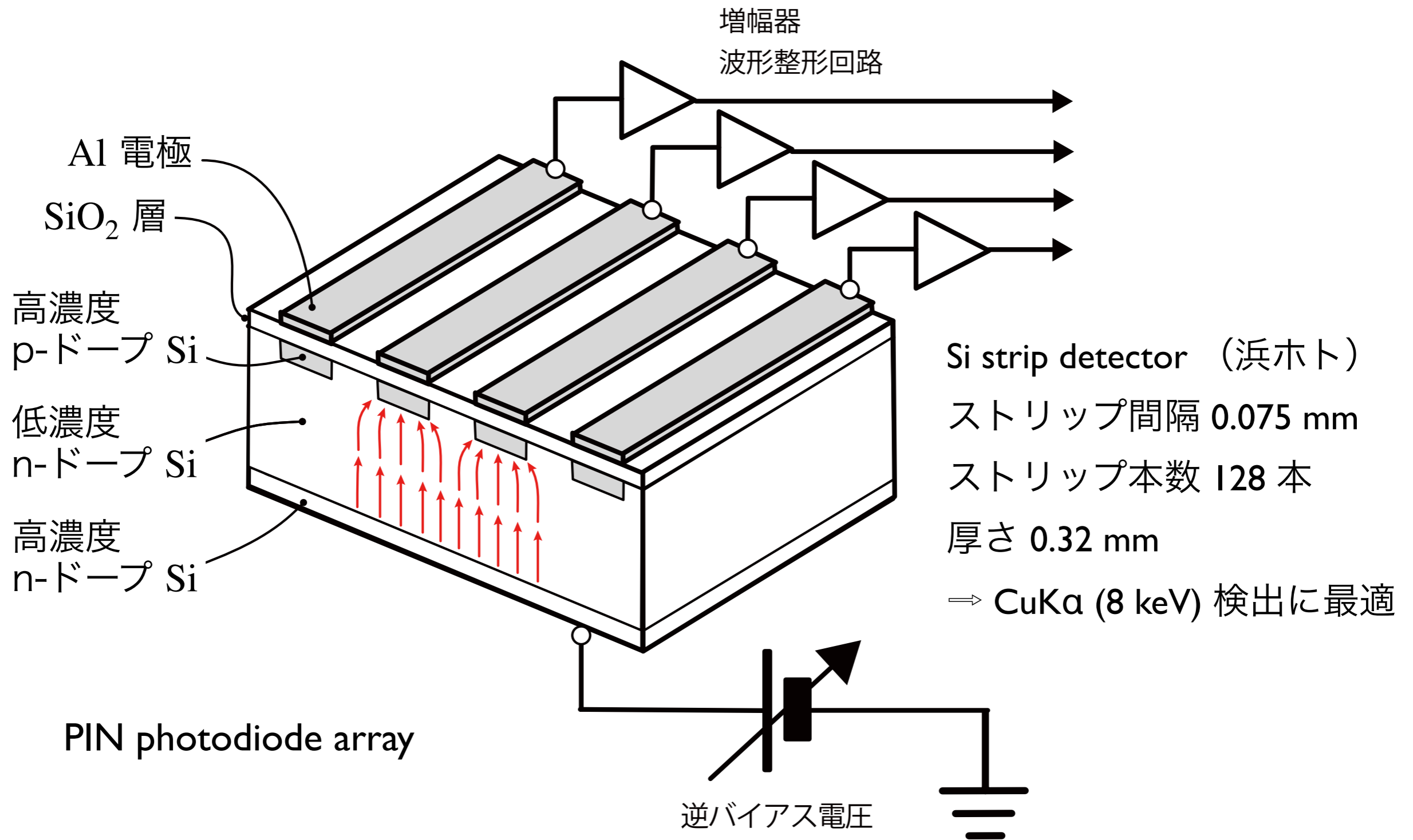
直感的な (intuitive) 操作性

Context help (GUI 部品をポインティングしてしばらく経つとヘルプ, ヒント, サジェスションなどのメッセージを表示すること)

→ 初心者にも経験者にも使いやすい。

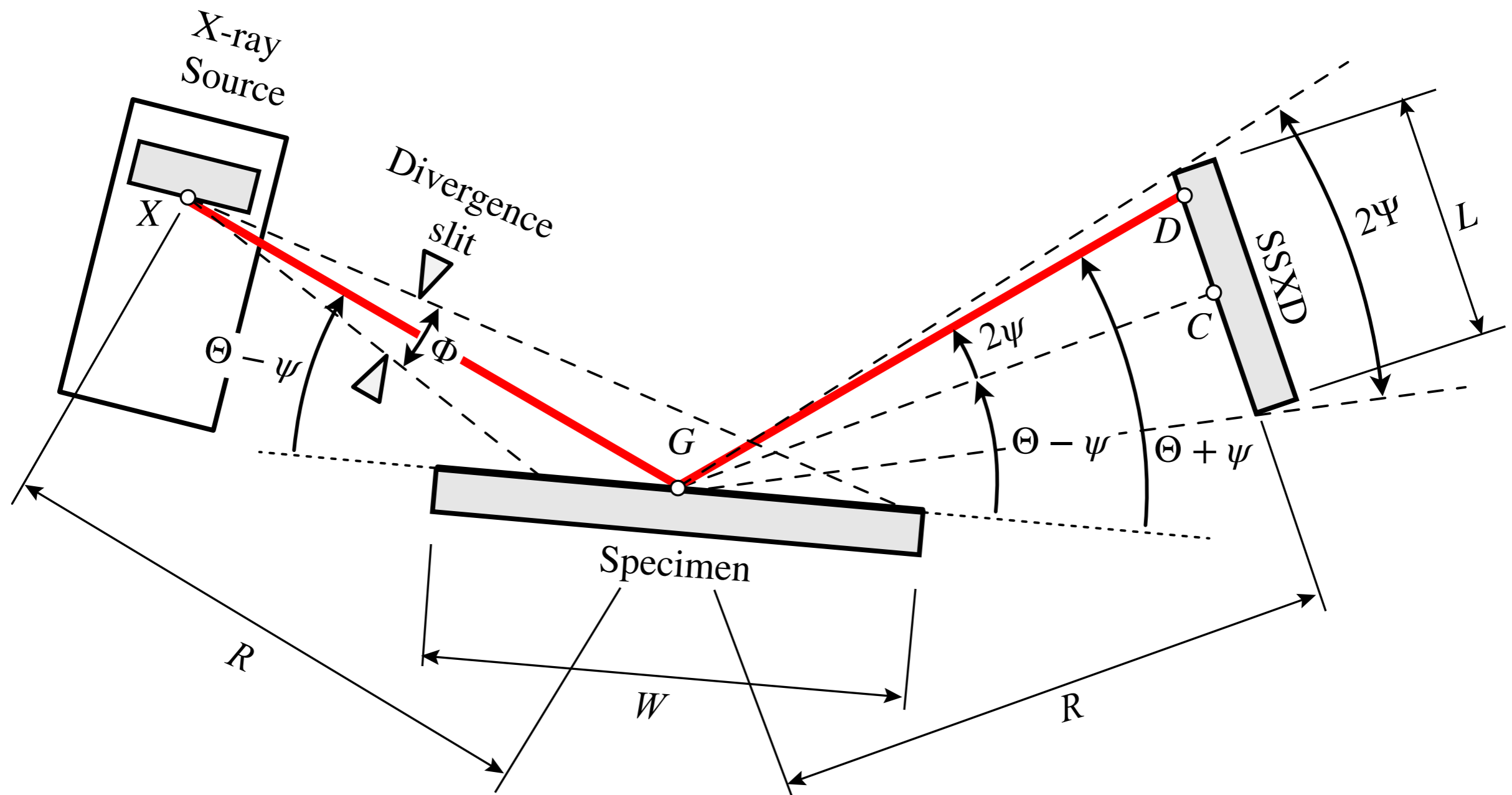
通常光源による粉末X線回折

Si ストリップ型X線検出器連続走査積算測定の影響



通常光源による粉末X線回折

Si ストリップ型X線検出器連続走査積算測定の影響



通常光源による粉末X線回折

Si ストリップ型X線検出器 (SSXD)

連続走査積算 (continuous-scan integration) の優位性

ガス封入型 LPSD (linear position-sensitive detector) と比べて

高速応答・高検出効率・高精度

ステップ走査での加減速動作に伴う空走時間を排除できる。

128 個のゼロ次元検出器で同時測定するのと実質的に同等

→ 検出効率 128 倍

ランダム配向結晶粒が観測回折強度に寄与できる確率が百倍程度

→ 結晶粒径が従来の 4-5 倍まで許容される

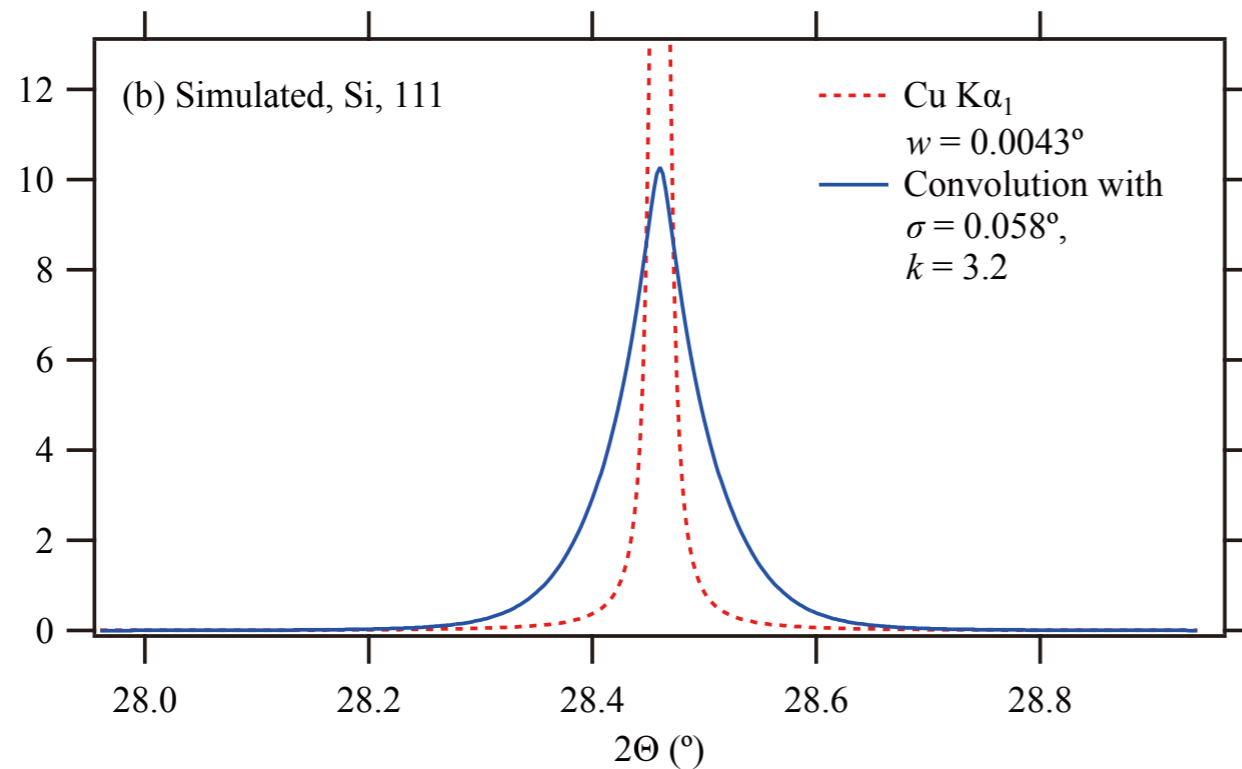
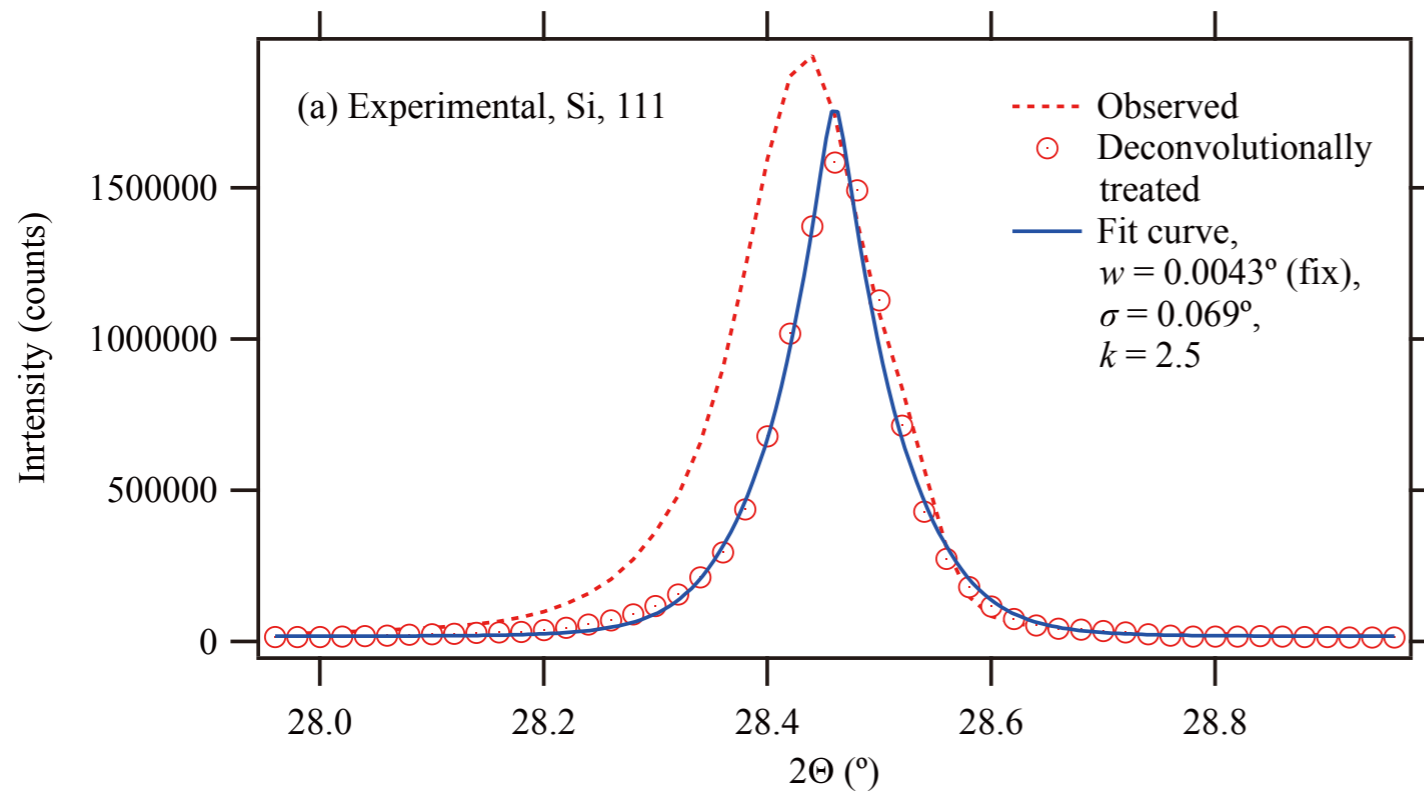
→ 粉砕コスト (\propto 表面エネルギー) 約 1/20

1.2~1.3 倍の価格で 1500 倍を超えるパフォーマンス

→ 「デスクトップX線回折装置」

Rigaku MiniFlex 600-C: チラー内蔵, 90 kg, 1.1 kW, 約 4M 円

通常光源による粉末X線回折



----- 実測データ (MiniFlex 600-C)

○ 逆畳込的処理後強度データ

$K\alpha_2$ 除去, $K\alpha_1$ 対称化, 収差シフト補正,
収差非対称性修整, 強度回復 (数 s)

(Ida, [2020a](#), [2020b](#), [2021c](#))

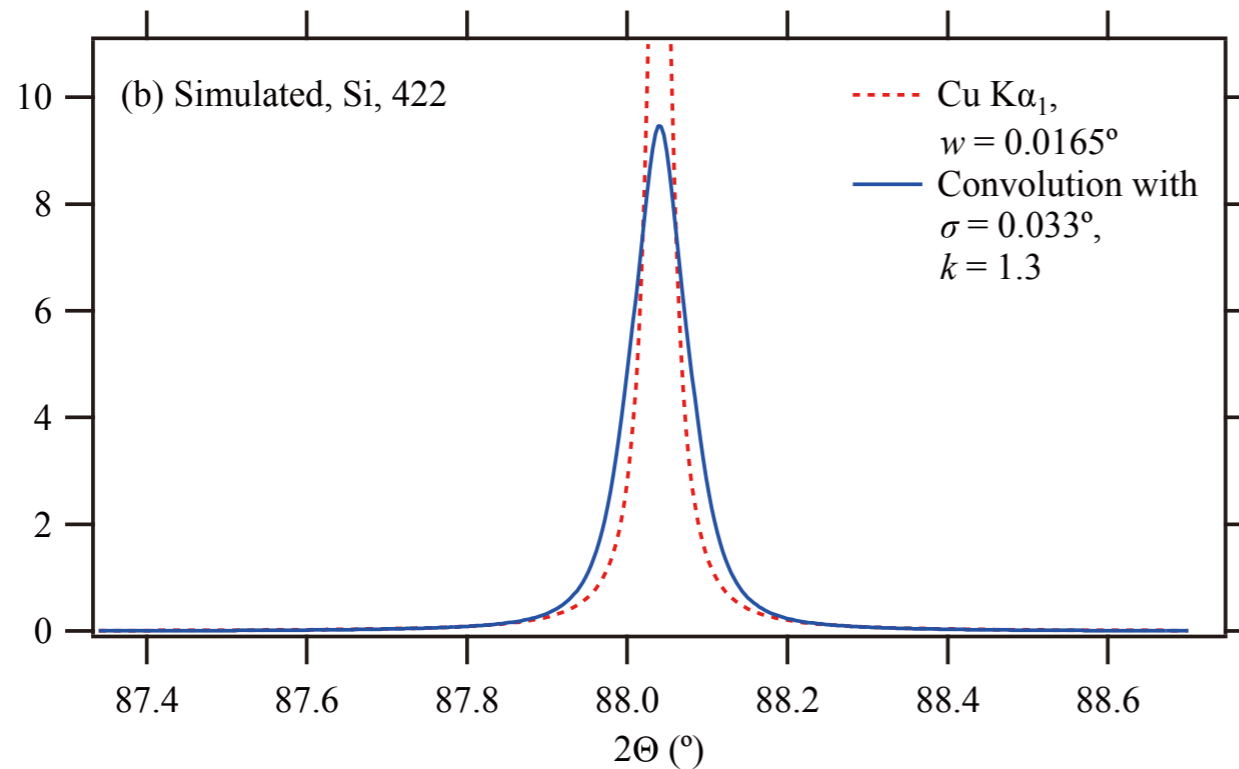
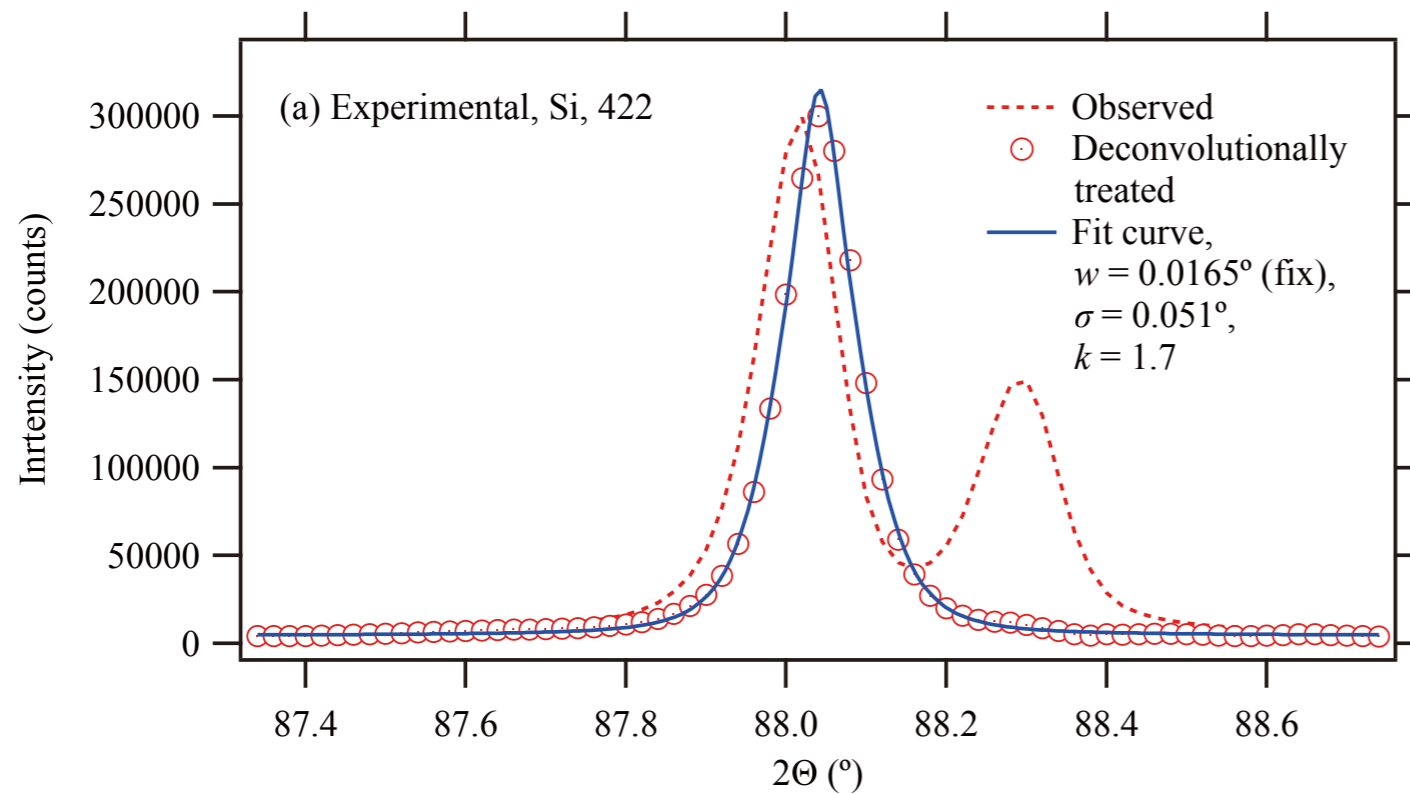
—— 当て嵌め曲線 (Ida, [2021b](#))

—— 模擬曲線

NIST データ, CuK α 分光データ,
光学部品の寸法と配置から
予想される曲線

自動(Ida, [2021b](#))

通常光源による粉末X線回折



----- 実測データ (MiniFlex 600-C)

○ 逆畳込的処理後強度データ

$K\alpha_2$ 除去, $K\alpha_1$ 対称化, 収差シフト補正
収差非対称性修整, 強度回復 (数 s)

([Ida, 2020a](#), [2020b](#), [2021c](#))

—— 当て嵌め曲線 ([Ida, 2021b](#))

—— 模擬曲線

NIST データ, CuK α 分光データ,
光学部品の寸法と配置から
予想される曲線

最近のトピックスまとめ

粉末X線回折のためのソフトウェア

情報提供・広報：SSL (https:) 公開, SEO? ハイパーテキスト化?

データベース：ICDD PDF-4+ 維持, PDF-4/Organics 導入?

アプリケーション：ユーザフレンドリ化, GUI 化, 視認性・操作性の向上, 魅力的な表現・演出などは優先課題。

3D 動画表示, 3D 立体視, タッチパネル操作? スマホでの操作?

通常光源粉末X線回折のパフォーマンス向上

X線吸収分光と異なり, 粉末X線回折では通常光源と放射光光源の差別化は困難

○二次元半導体検出器を用いた精度保証付回折強度データの提供

▷二次元半導体検出器の連続走査による組織評価?

? DAFS (diffraction XAFS) 実現のための基礎データ収集?

参考情報

Ida, (2020a) *J. Appl. Crystallogr.* **53**, 679. [doi: [10.1107/S1600576720005130](https://doi.org/10.1107/S1600576720005130)]

Ida, (2020b) *Powder Diffraction*, **35**, 166. [doi: [10.1017/S0885715620000445](https://doi.org/10.1017/S0885715620000445)]

Ida, (2021a) *Powder Diffraction*, **36**, 169. [doi: [10.1017/S0885715621000403](https://doi.org/10.1017/S0885715621000403)]

Ida, (2021b) to be published in *Powder Diffraction* (Open Access)

Ida, (2021c) to be published in *Powder Diffraction*

Toraya (2016) *J. Appl. Crystallogr.* **49**, 1058 [doi: [10.1107/S1600576716010451](https://doi.org/10.1107/S1600576716010451)]

Toraya (2021) *Powder Diffraction*, **36**, 159 [doi: [10.1017/S0885715621000373](https://doi.org/10.1017/S0885715621000373)]

井田 (2021a) 機器分析ハンドブック 3, 辻他編, X線回折法, 化学同人

[URL: <https://www.kagakudojin.co.jp/book/b482370.html>]

井田 (2021b) 名古屋工業大学先進セラミックス研究センター一年報 2020, **9**,

34 [URL: <http://www.crl.nitech.ac.jp/ar/2020/index-j.html>]

井田, "Web site of Takashi Ida" [URL: <http://www.takashiida.com>]

補足

逆畳込的处理 deconvolutional treatment

通常光源粉末X線回折に特に有効だが、放射光粉末X線回折でも使える。

装置収差逆畳込的处理：

「実測強度データのフーリエ変換」を「装置函数のフーリエ変換」で除し、さらに「装置函数のフーリエ変換の複素絶対値」を乗じてから、逆フーリエ変換をする。装置函数の奇数階キュムラントの影響（平均ピークシフト、ピーク形状の非対称な変形,...）がすべて除去され、偶数階キュムラントの影響（ピーク積分強度、ピーク線幅の広がり、ピーク形状の尖り,...）は変化せず維持される。装置函数の逆畳込・対称化された装置函数の畳込と同等で、対称化装置函数のモデル化も可能。

分光強度分布逆畳込的处理：

X線源の現実的な分光プロファイル（Cu K α 四重線、K β 五重線、Ni K-吸収端による背景強度の飛び、WL 輻射による弱小ピーク群、Ni 合金部材に由来する弱小偽 Ni K α ピークを含む）を逆畳み込み、仮想的な対称 Cu K α_1 ピーク函数と滑らかな背景強度函数を畳み込む。対称化された Cu K α_1 ピーク以外の弱小偽ピーク群はすべて除去され、Ni K-吸収端での背景強度の飛びも解消される（ように見える）。

経歴 (1/2)

- 1985 年～ 東大理・化学専攻 分子結晶の超高压分光測定,
測定制御メカニズム・インターフェース設計・製作,
顕微鏡ステージ・通信端末・プロッター・ディジタイザー制御,
解析ソフトウェア, 東大大型計算機センタープログラム指導員
- 1989 年～ 岡崎分子研技官 測定装置設計,
測定制御プログラム, 構造シミュレーションなど
- 1991 年～ 姫工大理・物質助手 装置設計製作, データ解析,
最適化計算
- 1999 年～ 名工大セラ研・つくば KEK-PF 協力教員,
測定制御, 物理ハッキング, データ解析, ユーザグループ代表
- 2006 年～ 日本セラミックス協会東海支部 IT 推進委員
web ページ管理

経歴 (2/2)

2008 年～ ICDD (国際回折データセンター) 東太平洋沿岸地区議長 データベース管理運営に協力

2008 年～ 中部シンクロトロン光利用施設大学連合専門委員

2013 年～ あいちシンクロトロン光センター主幹研究員

装置設計, 測定・解析・制御プログラム開発への助言

2016 年～ ICDD Board of Directors データベース組織運営,

市販科学技術ソフトウェア多言語版 (英・中・日) 開発

言語

自然言語：日本語, 英語 | コンピュータ言語：Motrola 機械語, Intel 機械語, FORTRAN, BASIC, Pascal, C/C++, HTML, Perl, Igor macro, Python