



クイックスタートガイド



20080312

目次

Welcome!		3
リファレンスデー	-タベース	4
ヘルプの使い方.		4
Match! の動作環	镜	5
インストール手順	頁	5
Tutorial チュート	リアル	6
セッション1:	簡単な相同定	6
セッション2:	複数の相の扱い	. 11
セッション 3:	データベース検索	. 15

- ※ すぐに Match! の機能を試したい場合は、Match! をインストール後、チュートリアルのセ ッション 1~3 の操作手順をお試しください。Match! の概要、使い方がすぐにわかります
 ※ 結晶構造を解析するさまざまな過程の中で、Match! でどのような処理ができるのかを知り
 - たい場合は、Welcome! (p.3) をご覧ください

更に詳細な利用方法に関しては、Match!(Crystal Impact 社製品)体験版 CD-ROM の日本語マニ ュアルを参照してください。

お問い合わせ先 株式会社ライトストーン Tel: 03-3864-5211 Fax: 03-3865-0050 e-mail: sales@lightstone.co.jp http://www.lightstone.co.jp/crystal

Welcome!

X線粉末回折データから結晶の相同定を行うことは、今日では材料科学の研究者には日常的な業務となっていますが、Match! はその同定作業を行う、使いやすいソフトウェアです。 一般的に、未知試料/粉末から相同定を行う手順は次のようになります。

- できるだけ高い精度、S/N 比で未知試料の X 線回折パターンを測定します。その結果は、raw データ と呼ばれている「強度 vs. 2θ」のデータを含むファイルになります(データによっては、実験条件の 情報も含まれます)
- 2. 回折データを search-match ソフトウェアにインポートします
- 3. 回折データは raw(profile)データのままで、「raw データプロセッシング」と呼ばれる処理が行われま す。以下のような処理が含まれます
 - α2線除去(存在する場合)
 - データのスムージング(平滑化)
 - バックグラウンド除去
 - ピークサーチ
 - プロファイルフィッティング
 - エラー補正

ゴールはできるだけ高精度のピークリスト(2 θ と積分強度の値)を得ることです。このステップ3をで きるだけ精密に実行することは、このあとの search-match プロセスで適切な結果を得るために非常に 重要です

- 4. 試料についての追加情報(化学的な分類、化学式、組成、密度、色など)があれば活用します。 search-matchの計算を縛る条件として利用します
- ピークリストが利用可能になったら、実際の search-match のプロセスを実行できます。search-match ソフトウェアは、リファレンスパターンデータベースの回折パターンと未知試料の回折パターンを比 較します。FoM (figure-of-merit) と呼ばれる一致度を表す数値を計算します
- search-match が終了したら、FoM 値によって "candidate entries" と呼ばれる候補リストがランク づけされます。FoM 値がもっとも高い登録データが、試料に含まれる相として有望です。ランクづけ されたリストがユーザに対して提示されます。
- 7. ユーザは、候補となっている登録データのリストをいちばん上から検討していき、もっとも合致する と思われるデータを選びます
- 8. 最後に、マッチングの結果選ばれた相をオリジナルの raw (profile) データに対して、リートベルト 法による精密化を行うべきでしょう。一般的に、精密化に成功したということが、相の同定が正しく 完了したということの裏付けになります

次の章以降のチュートリアルでは、Match!を使ってこれらのステップを実行する方法を学びま しょう!(実際にはステップ2から7までを実行します)

リファレンスデータベース

Match! は、試料の粉末回折パターンと既知の物質のリファレンス回折パターンを比較することで、相の同定を行います。そのため、Match! での相同定にはリファレンスパターンを提供する「リファレンスデータベース」が必要になります。

CD-ROMから**Match**!体験版をインストールすると「AMCSD」という無償で利用できるリファ レンスデータベースも自動的にインストールされます。"American Mineralogist Crystal Structure Database(AMCSD¹)"から採用した粉末回折パターンです。

また、Match!のCD-ROMから"IUCr/COD/AMCSD"という無償のリファレンスデータベースをインスト ールすることもできます。IUCrジャーナル²から提供された結晶構造データから計算した粉末回折パタ ーン、"Crstallography Open Database(COD³)"およびAMCSDから採用した粉末回折パターンが 収録されています。

ここでデータの利用を許可していただいた Pete Strickland(IUCr)、Armel Le Bail(COD)、そして Bob Downs(AMCSD)の各氏に厚く感謝いたします。

"IUCr/COD/AMCSD"の現行バージョンには約 66,300 のデータが用意されています。これらのデー タはすべて粉末回折パターンから計算した原子の座標情報です。さらに I/Ic 値も計算されていますの で、擬似的な定量的分析も行えます。具体的な操作手順は本マニュアルのチュートリアル「複数の相の 扱い」(p.11~)をご参照ください。リファレンスデータベースのデータ量と質の両方が相同定の 結果に非常に大きな影響を与えるということをよく覚えておいてください。リファレンス データベースに十分一致するデータの登録がないと相を同定できません。

ヘルプの使い方

Match! の操作方法についてわからないことがあったら、キーボードの[F1]キーを押してください。Match! のオンラインヘルプが表示されます。Match! のオンラインヘルプはとても詳しく書かれていますので、ぜひご参照ください。

オンラインヘルプは以下の操作でも表示できます。

- 操作や内容のわからないダイアログやウィンドウがあった場合、その画面を表示した状態 でキーボードの[F1]キーを押します。該当する内容のヘルプが表示されます
- 特定の操作方法などについてではなく、ヘルプをより深く続けて読みたい場合は "Help" メニューから "Help Contents" を選んでください
- オンラインヘルプの目次を活用すると、項目ごとに詳しい内容を調べられます
- オンラインヘルプはキーワード検索できます

¹ R.T. Downs, M.Hall-Wallace, "The American Mineralogist Crystal Structure Database", American Mineralogits 88, 247-250(2003). http://rruf.geo.arizona.edu/AMS/amcsd.php ² International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, United Kingdom. http://journals.iucr.org/

³ http://www.crystallography.net/

Match! の動作環境

- OS: Windows 98/Me、NT 4.0/2000/XP/Vista のいずれかであること
- Microsoft Internet Explorer 5.01 以上がインストールされていること
- RAM: 128M バイト以上(256MB 以上を推奨)
- HDD:600MB以上の空き容量があること
- 画面表示: 1024×768 ピクセル、32,768 色以上の解像度
- PC が OS の動作条件を満たしていること

また、Match!のインストール前にエラー! ブックマークが定義されていません。ページ以降の 使用許諾に同意していただく必要があります。

インストール手順

- 1. Match!の CD-ROM ドライブを CD-ROM ドライブにセットし、しばらく待ちます
- インストールメニューが自動的に表示されますので、Match!のインストールを選んでください。 さい。画面に表示される指示にしたがってインストールを完了してください。
 ※ インストールメニューが自動的に表示されない場合は、製品 CD-ROM の Match!のフォ ルダの中にある「Install.exe」をダブルクリックして直接実行してください
- 3. Match! のインストール後、必要に応じて IUCr/COD/AMCSD のリファレンスデータベー スも同じメニューからインストールしてください。

Diamond 体験版との連携で結晶構造を直感的に理解!

Match! 体験版と同じ CD-ROM の中に Diamond と Endeavour の体験版も収録されています。 Match! と同様の手順で Diamond 体験版をインストールすると、Match!で同定した結晶構造デ ータを、ボタンを押すだけですぐに立体図として表示し、直感的に構造を理解できます。 Diamond に読み込んだ結晶構造データは、自由に視点を変えていろいろな方向から眺めたり、 拡大/縮小表示したり、表示モデルを変化させるなどして、構造を考察できます。

D		
L	🗲 두 🕱 🛛 👦	
Name	P(peakpos.)	P(I/I0)
ttern: (session1.dat)	1.0000	1.0000
heelite)	0.8663	0.9837
elite)	0.8663	0.9826
Wolsendorfite)	0.3149	0.6950
gite)	0.2402	0.7976
llite)	0.2366	0.8454
Fe3Se)	0.2119	0.7749
ie)	0.2443	0.4312
irattarolaite)	0.2550	0.7784
	2theta In	tensitu
Match! の同	定結果	

Tutorial チュートリアル

ここからは Match! を実際に操作して、相同定を行う方法を説明します。手順に沿って操作するだけで、 簡単に X 線粉末回折データから相同定を行えます。

チュートリアルセッションに入る前に Match! の設定をデフォルト値に戻してください。設定が異なると、チュートリア ルと同じように操作できない可能性があります。設定方法はまず Match! を起動します。次に"Tools"メニューから "Restore factory settings"コマンドを選択してください。これですべての設定値はデフォルトの状態に戻ります。

すべてのチュートリアルセッションは AMCSD を参照データベースとして使用した状態で実行されています。 IUCr/COD/AMCSD, ICDD PDF, あるいはユーザ固有の回折データが使用されている状態では結果が異なる可 能性がある点にご注意ください。

Session 1: Let's Start Easy

セッション1: 簡単な相同定

このセッションでは比較的簡単な相同定の問題を例に操作を実行します。Match! の概略イメージを つかんでいただくのが狙いです。相同定した結晶構造を Diamond 体験版で立体図にします。

- ・ 回折データ(Tutorial¥session1.dat)をインポートし、Match! にお任せで相同定を行う
- ・ 「session1.dat」のデータ形式は Profile(start, step, end, intensities)形式
- ・ 粉末回折実験に利用した X 線は波長 1.541874Å(Cu Kα)

セッション1の操作手順

1. 粉末回折データを読み込む



2. 回折データを指定する



Match! を起動して、 「File」メニューから→「Import」→「Diffraction data」

と選びます。

回折データを指定する画面が開きます。今回は 「session1.dat」(Match! をインストールしたフォルダの 「Tutorial」フォルダ内にあります)を使います。ファイルの 種類で「Profile(start, step, end, intensities)(*.dat)」 を選び、「session1.dat」を開いてください。 3. 測定に使った X線の波長を入力

🗼 Experimental Details for	Diffraction Data
	Abscissa: 21heta ['] Ĉ d [Angstrom] (Range: 8.000000.100.000000)
X-ray radiation wavelength [A]:	1.5418740 A (Cu-Ka)
	ОК

4. 回折パターンが表示される

. Matchi	
Elle View Battern Pegika Search Entry Toola Help	
	AA I YFFI + + + + K 3 1 9 K?
Color Qual. Entry Formula Name	P(peakpos.) P(1/00) Escale Fet. Quant. (%) Fold
- No diffraction peaks preser	e 1.0000 1.0000 1.0000 - 1.0000
~	
	1
N	
5 df Intervity	
	Empty Answer Set
900-	
	There are no entry data sheets available
5 × 000	for being displayed.
+ + + 700-	11111
H 600-	
S & 500-	
V 77 300 -	
200-	
S 100-	1929 - L
لىن السارية تنابيل باللغ اللغ إسالي الساري المساري	
20.00 40.00 60.00 80.00	termest and the second s
X-ray Ou+Ka (1.541874 A)	2thete 🖉
11501 AMCSD 22.01 2008	18400 data points loaded from fi LightStone Corp. Evaluation Licence

5. Search-Match を実行



6. パターンの比較が終わるまで待ちます



回折実験で使った<u>X線の波長を選び「OK」ボタン</u>を押 します。<u>今回は波長 1.541874Å(Cu Ka</u>)という条 件なのでデフォルトのままにします。

※ 今回読み込む Profile(start, step, end, intensities)形式のデータには、回折実験に利用した X 線の波長のデータが含まれていません。そのため、デー タを読み込むときに左図の画面が表示されます。データ ファイルに波長データが含まれる場合は表示されません。

Match! が回折データを読み込み、ウィンドウの左下 のエリアに回折パターンが表示されます。

ここからは、バックグラウンドの除去、ピーク検出、 誤差の補正、search-match(サーチマッチ:実験で得 られた回折パターンを、データベースのリファレンス パターンと比較して、相を特定する)と行っていきま す。

細かい設定は行わず、Match!にすべて任せる形で search-match を実行します。

<u>「Search」メニューから「Search-Match」</u>を選んで ください。

※ 今回のデータは簡単に相を同定できるデータになっています。このような簡単な例では Match! にお任せで search-match プロセスを実行できます。

search-match の進捗具合が表示されます。データの 内容や PC の処理速度により、数秒で終わることから 数分間かかる場合までさまざまです。終了まで待ちま す。 7. パターンの一致度を確認



<u>F</u> lie	: <u>v</u> ie	νν <u>Γ</u> ο	ittem re <u>a</u> ks	<u>o</u> earch	Eura	y <u>T</u> ools	Teih	
D	🖻	8	🏻 👺 🛛 👗 🎽	L L Y	‱ ∣	Load/Add	Ctrl+E	1
-	Color	Qual.	Entry	Formul	۲	Delete		
#					<u>7.0</u>	Select	4	da
100		C I	99-101-0587	Ca W O4	雀	Internal 2th	èta standard	
200		C	99-101-0586	Ca W 04	(🗇	View in Dia	mond	
₩		C	99-100-2252	U28 Pb12	.32	Wolsendorf	ite (Wolsendorfite	5
-		C	99-100-3321	U6 Pb3 O	25	Spriggite (S	ipriggite)	
2		C	99-101-0592	Ca Mo O4	F	Powellite (P	'owellite)	
		C	99-100-8102	Sb2 Te2 S	5e	Sb2Te3Se ((Sb2Te3Se)	
		- C	00 100 4075	LH 52 Co	20	Zippoito (Zi	opoito)	

10. Diamond で立体構造を表示する

)p		
- 🛦 M 🗛 🔥 🖌 🔻	📲 🕱 🛛	
Name	P(peakpos.)	P(I/I0)
attern: (session1.dat)	1.0000	1.0000
heelite)	0.8663	0.9837
elite)	0.8663	0.9826
(Wolsendorfite)	0.3149	0.6950
igite)	0.2402	0.7976
ellite)	0.2366	0.8454
:Te3Se)	0.2119	0.7749
ite)	0.2443	0.4312
Grattarolaite)	0.2550	0.7784
	2theta	Intensitu

search-match 計算が終わると、画面の上に「結果リ スト」が表示されます。パターンの一致度が高いもの が、上から順に並んでいます。

<u>リストのいちばん上をマウスで選択する</u>と、ウィンド ウの左下に選んだ相の回折パターンが赤く追加され ます。また、右下にはこのリファレンスパターンのピ ークリストが追加されます。

選んだ相の詳しいデータを見ることができます。ウィンドウ

の右端にあるボタン()を押すか、「View」メニューから

「Data Sheet」を選ぶと表示できます。確認しましょう。 このデータシートをチェックしても特に否定的な要素がな いので、この候補をマッチングが取れたものとして採択し ていいでしょう。

<u>「Entry」メニューから「Select」を選ぶ</u>と、候補の 中から選んだエントリが採択されます。

これで相を同定できましたが、この結晶相の詳細につ いて文字でしか情報がわかりません。ツールバーの <u>Diamondのボタンを押す</u>と、選んだデータが Diamondに送られ、結晶構造を立体図として表示でき ます。

※同じPCにDiamond(体験版でも可)がインスト
 ールされていれば、Match!からダイレクトに
 Diamondにデータを送ることができます。

11. Diamond での表示形式を決めます



12. ファイル形式を選択



13. 結晶構造図の表示形式を指定



14. 結晶構造が立体表示されます



Diamond で結晶構造を表示するときの表示方法を、 ウィザードを使って決められます。

細かく設定することもできますが、簡単に自動で作図 することもできます。今回は自動設定で結晶構造を可 視化してみましょう。

Diamondが自動的にデータ形式を判断します。この画 面では設定を変えずに、「次へ」ボタンを押して次の 画面に進みます。

結晶の立体構造図を自動で作図するか、手動で設定を 指定するか決めます。今回は自動で作図するので、 「If the dataset is a crystal structure」の設定で <u>「Create a picture automatically」を選択して、</u> <u>「次へ」ボタン</u>を押します。

Match! で選択したエントリの結晶構造が、立体構造 図で表示されます。マウスでドラッグするだけで見た い角度から見ることができますし、拡大/縮小、表示 モデルの変更なども簡単に可能です。

Diamond の操作の詳細を知りたい場合は、Match! 体 験版の CD-ROM の中にある「Diamond」フォルダに、 マニュアルや簡単な使い方のガイドの PDF ファイル がありますので参照してください。

15. Match! を終了します



16. 終了するときの処理を選びます

🗼 Finish Match	! 🗖 🛛
Now that you have s your sample, there a taken before the sea	elected mutual phases contained in re only a few decisions left to be rch-match procedure is finished:
	 Print report Save residual peaks Save session Quit Match!
🔽 Save as defaults	Ok Cancel

Match! に戻ります。CaWO4 のピークは、サンプル データのパターンに非常によく一致するので、ほかの 主要な化合物が見落とされた可能性は低いと考えら れます。同定ができたので Match! を終了します。

同定した結果は、ファイルとして保存できるほか、見 やすい形式でプリントアウトすることもできます。 終了前に記録を残しておきましょう。

ます、「File」メニューから「Finished」を選びます。

終了を確認する画面で、結果のプリントアウトやデー タを保存することを指示できます。今回は、データを ファイルとして保存し、プリントアウトも行います。

<u>「Print report」「Save session」「Quit Match!」にチ</u> <u>エックをつけて「OK」</u>を押すと、選んだオプション が実行されます。

Session 2: Multiple Phases

セッション2: 複数の相の扱い

Match! では、複数の相を含むサンプルも分析できます。ここでは、その操作を実際に行ってみましょう。

このセッションでは複数の相を含んだサンプルを分析します。以下の条件で分析します。

- 回折データは「Tutorial¥session2.rd」(PANalytical RD 形式)
- ・ 「session1.dat」のデータ形式は Profile(start, step, end, intensities)形式
- ・ 実験データは20の範囲が85°までしか測定されていない

セッション2の操作手順

1. インポートを実行



2. 回折データを読み込みます



3. search-match を開始!



Match! を起動して、新規文書を開き、

「File」メニューから→「Import」→「Diffraction data」 と選びます。

回折データを指定する画面が開きます。今回は 「session2.rd」(Match! をインストールしたフォルダの 「Tutorial」フォルダ内にあります)を使います。 ファイルの種類で「Philips/PANalytical RAW data

(*.rd)」を選び、「session2.rd」を開いてください。

セッション 1 と同じように細かい設定は行わず、 search-match を実行します。 <u>「Search」メニューから「Search-Match」</u>を選んで ください。

4. 終了まで待つ



5. 結果リストの1番目を選択



6. 測定していない 2 θ の範囲を無視する



7. search-match の再計算

1	latcl	n!			
<u>F</u> ile	⊻ie	w <u>P</u> a	attern Pe <u>a</u> ks	Search <u>En</u> t	try <u>T</u> ools <u>H</u> elp
D	🖻 🖥	8	👺 🗚 🖠	🗼 Search-N	Match 📐 Ctrl+M 🅂 🕂
80	Color	Qual.	Entry	🍸 Restraint	ts Ctrl+R
#				🐺 Answer s	set -> Restraints
~		- C -	99-100-8801	📕 Restraint	ts -> Answer set
<u> 80</u>		C	99-100-7950	👻 Clear Re	otrainto Otrl+B
惷		С	99-100-8815	Clean Au	
		C	99-101-0650		swer set
2		C	99-100-7952	Al2 03	Corundum (Corundum)
		C	99-101-0630	Ca C O3	Calcite (Calcite)
		C	99-101-0643	Al2 03	Corundum (Corundum)
		C	99-101-0628	Si O2	Quartz (Quartz)
	. . .				

search-match の進捗具合が表示されます。終了する まで待ちます。

結果リストに、この試料の回折パターンと一致度が高 いリファレンスパターンから順に表示されます。<u>結果</u> リストのいちばん上に表示された候補をクリックし て選んでみましょう。右下にピークリストが表示され ます(表示されない場合は ボタンを押す)。

パターンの一致は良好ですが、2θの大きい部分で一 致していない部分があります。

角度が大きい部分で一致していないのは、リファレン スパターンが 100°までデータがあるのに、測定デー タには 85°までしたデータがないためです。そのた め、85°以下の部分の一致がよくても FoM 値(一致 度のようなもの)は下がってしまいます。

そこで、「Restrict to experimental range」オプショ ンを使って測定データのない部分を無視します。

右端の

2θの角度の大きい部分を無視するように設定したの で、FoM 値の算出にも影響します。この条件で search-match をやり直した方がいいでしょう。

<u>「Search」メニューから「Search-Match」を実行</u>し ましょう。





9. Al₂O₃を選択する



10. CaCO3を選択する



11. SiO₂を選択する



相同定を行ったときに、同じ相(例えばAl₂O₃)の候 補がいくつも表示される状態になっているので、1つ に絞り込むようにします。

「automatic residual searching」という機能を使い ます。<u>ウィンドウ右端の</u>ボタンを押して、この機 能を有効にします。

結果リストの1位のAl₂O₃を、マッチングが取れたものとして選択します。<u>リストのいちばん上にある</u> 「Al₂O₃」の列をダブルクリック</sub>します。

※ automatic residual searchingの機能を有効にしているため、リストに存在したほかの「Al₂O₃」のデータが消えます。

結果リストに残った候補を見れば、2 番目の相が CaCO₃だというのは明らかでしょう。<u>リストの上か</u> ら2列目にある「CaCO₃」の列でダブルクリックし て、CaCO₃を採用します。

残っている未照合の相の上位をSiO2が占めています。 SiO2も含まれているものと判断し、<u>SiO2のいちばん上</u> <u>のエントリをダブルクリック</u>して採用しましょう。

12. すべての相を同定完了!



13. 結果を出力する



14. プリントアウトも可能

Match! Phase Analysis Report								
Sample: CTE	cap=0.2mm, hyb	e 1						
Sample Data								
Filename	session2.rd							
File path	c:\program							
	files\match!							
	\tutorial\							
Data collected	2008/02/19							
	10:54:12							
Data range	18.845- to							
	88.325-							
Number of points	2317							
Step size	0.030							
Alphaz subtracted	NO							
Date emeethed	Yee							
Data smoothed	res	<u> </u>						
	<u> </u>							
	LightStone Corp., Evaluation Lice	nce						

残りの候補は存在しなくなりました。サンプル中に含 まれるすべての相を同定できたと考えられます。

同定したすべてのエントリに I/Ic 値がセットされて
 いたため、サンプル中の各相の重量比が「Reference
 Intensity Ratio 法」で準定量的に算出されています。
 「Quant.(%)」の列を見ると、<u>Al₂O₃が 62.7%、CaCO₃</u>
 <u>が 21.3%、SiO₂が 16.1%</u>と示されています。

「View」メニューから「Report」を選ぶと Match! のウィンドウの右下に、今回の分析結果がまとめられ た形で表示されます。

「File」メニューから「Print」を選ぶと、印刷した い項目を指定するダイアログが表示されます。 「Report」を選んで「OK」ボタンを押すと、左のよ うな内容をプリントアウトできます。

Session 3: Database Retrieval

セッション3: データベース検索

相同定の重要な側面の 1 つは化学組成や密度といった追加の情報をうまく活用することです。候補エントリの一覧 を絞り込む上で利用できる情報は何でも利用するのが良い方法です。このセッションでは Match! がサポートして いる条件付きデータベース(DB)検索機能について学習します。

以下の条件を満たす結晶構造を、Match!と AMCSD データベースを使って検索します。

- ケイ素、酸素、ある種のアルカリ土類金属を含む
- 名称が「European」で始まる論文誌に掲載されている

この2つの条件で検索したあと、さらに以下の条件で絞り込みます。

- 空間群はP121/c1
- 密度は 2.5~2.6 g/cm3 の間

ケイ酸塩について研究している折、ケイ素とアルカリ土類金属を含む興味深いネットワークを形成するアルカリ土類 ケイ酸塩(earth alkaline silicate)に関する論文を読んだことがあることをあなたは思い出します。論文誌の名前は "European …"でしたが、残りの部分は思い出せません。この化合物のある種の性質が現在の研究にも重要な意 味を持つかも知れないことから、あなたはこの結晶構造について詳しく調べてみることを決断します。

セッション3の操作手順

1. 検索条件を指定する画面を開く



2. ケイ素と酸素の条件を設定



Match! を起動して<u>「File」メニューから「New」</u>を 選んで新規文書を開きます。 次に<u>「Search」メニューから「Restraints」</u>を選ぶと、 検索条件を入力する画面が開きます。

目的の化合物には「ケイ素」と「酸素」が含まれてい るということがわかっていますので、まずその条件を 指定します。

必ず含まれていなくてはならない元素を指定すると きには、<u>まず「All」に印</u>をつけます。その状態で、「<u>Si」</u> <u>と「O」をクリック</u>すると、2 つの元素が**緑色**に変わ ります。

この状態は「Si」と「O」を必ず含んでいるというこ とを示しています。

3. アルカリ土類金属の条件を設定



4. 論文誌についての条件を設定



5. 検索結果が表示されます



目的の化合物は、アルカリ土類金属の元素を含んでい ることはわかっていますが、どの元素かということま では特定できていません。そこで「Any」を使います。 「選択した元素のうちのどれかを含む」と指定するオ プションです。

「Any」に印をつけてから「2a」をクリックします。 周期表の「2a」の列が青色に変わり、アルカリ土類金 属を一括して選択できます。「青色に塗られた元素の どれかを含んでいる」と条件を設定できました。

「Bibliography」タブを選ぶと、目的の化合物が掲載 されていた論文の情報で検索条件を絞り込めます。 「European」で始まる論文誌に掲載されていたこと がわかっているので、まず<u>「Journal」の欄に</u> <u>「European」と入力</u>します。完全に論文誌名と一致 するわけではなく「European」という文字が含まれ ているというだけなので、右側にある<u>緑色の星マーク</u> のボタン**※**も押します。

これで条件がすべて設定できたので「Retrieve」ボタ ンを押して、検索を実行します。

検索の結果、設定した条件に合致するデータが 454 個あるということがわかり、表示されました。 <u>「Accept」ボタン</u>を押して、実際に合致したデータを 見てみましょう。

6. 結果リストに表示

1 Color	-loud I	Febry	Frenda	Rinne		Infrestron 1	(P/1/20)	I I wale for	1 (hant (%)]	Fred	Ta	1
	-		-	No diffraction peaks pr	resert	1.0008	1.0000	1.0008	-		1	
1	C	99-100-6088	Ca2 A12.75 F	Pumpelyite-(Al) (Pump	elyte-(Al))	n.a.	n.a.	1.0000	1/Te avail.	n.a.	F	Ċ,
1	C	99-100-6085	(8a.5 5r.5) C	Wesselste (Wesselste	0	n.a.	n.a.	1,0000	Ultraval.	n.a.		A
	C	99-100-6084	(8a.5 Sr.5) C	Wesselste (Wesselste	n)	n.a.	n.a.	1.0000	I/Ic avail.	n.a.		L)
	E	99-100-6083	(8a.5 Sr.5) C	Wesselste (Wesselste	1)	n.a.	n.e.	1.0000	1/Ic avail.	n.e.		í.
	E	99-100-6082	(8a.5 Sr.5) C	Wesselste (Wesselste	0	n.a.	D.B.	1.0000	I/Ic avail,	0.8.		٠
	C	99-100-6081	(8a.5 Sr.5) C	Wesselste (Wesselste	9	n.a.	n.e.	1.0000	1/Ic avail.	n.a.		
	C	99-100-6080	(Ba.5 St.5) C	Wesselste (Wesselste	9	n.a.	n.a.	1.0000	1/Ic avail.	n.a.	ι.,	
1	C	99-100-6079	(8a.5 Sr.5) C	Wesselste (Wesselste	9	n.a.	n.a.	1.0000	Utc avail.	n.s.	*	
* 1 * * * *	800 - 700 - 500 - 900 - 300 - 200 - 100 -					in the second se	ke to vi	ew the di	ita sheet.	ruuu		

7. Restraints を再度実行



8. 空間群の条件を設定

Restraints	×
Composition Cystallography Properties Diffraction Bibliography Database/Subilies Entries Cystal System(s) Cutoic IV Tetragonal IV Orthorhombic IV Hexagonal/trig, IV Rhombohedral IV Monoclinic IV Tricl/anorthic Dear All Select <u>A</u> I	
Space group:	
міл: Max міл: Max a: b: C: У: () () () () () () () ()	
Retrieve Cancel	

検索結果は、search-match のときに使った結果リス トの画面に表示されます。リストの中から見たいデー タをクリックして選ぶと、回折パターンや詳細データ を見ることができます。

候補が 454 個もある状態では目的の化合物を特定で きないので、さらに条件を追加して絞り込みます。

<u>「Search」メニューから「Restraints」</u>を選びます。 検索結果の絞り込みができます。

以下の条件を追加します

- ・空間群は「P121/c1」
- ・密度は 2.5~2.6g/cm³

「Restraints」タブを選ぶと、空間群を設定できます。 「Space group」の欄に入力します。直接キーボード で入力するのは難しいので、一覧表の中から選ぶこと にしましょう。

9. 「P121/c1」を選ぶ

Ava	ilable space group symbols			X
	Please select one or r	more lines:		
	Space group	No. of Entries	^	
	P1121/n	5		
	P11m	1		
	P121	3		
	P12/a1	13		
	P12/c1	35		
	P12/m1	8		
	P12/n1	11	a	
	P1211	44	۳	
	P121/a1	205		
	P 1 21/6 1	369		
	P121/m1	154		
	P 1 21/n 1	184		
	P1a1	3		
	P1c1	58		
	P1m1	3	~	
		>		
	Please note that entries marked as " the entry cour	'DELETED'' are included hts !	in	
	ок	Cancel		

10. 密度を設定

Restraints		
Composition Crystallography Prope	rties Diffraction Bibliograph	y Database/Subfiles Entries
	Density Calculated:	Min: Max:
Color:		
Mineral name:		
Chem. name:		⊡ * ×
Re	trieve Cancel	

11. 両方の検索結果を満たすデータを表示



空間群の一覧の中から<u>「P121/c1」を選び、「OK」</u> ボタンを押して確定します。 元の「Restraints」ダイアログに「P121/c1」と書 き込まれます。

続けて「Properties」タブを選びます。この画面の「Density」欄で密度の範囲を設定できます。
今回は、計算値か測定値かに関わらず「2.5~
2.6g/cm³」であればいいという条件にします。
そこで「Any」欄の「Min」に「2.5」を、「Max」の 欄には「2.6」を入力します。

これで追加条件がすべて設定できたので<u>「Retrieve」</u> ボタンを押して検索を開始します。

AMCSDデータベース全体の中で、空間群と密度の条 <u>件を満たすデータは7件</u>だと表示されました。 このあとに検索結果の一覧を表示するのですが、最初 に設定した元素や論文誌の条件と両方を満たす結果 だけを表示するのか(AND)、どちらか一方を満たす結 果を表示するのか(OR)などの条件を指定できます。

今回は両方の条件を満たす結果を知りたいので、
 <u>「New entries AND restraints buffer」を選んだ状態</u>
 <u>で「Accept」ボタン</u>を押します。

12. データシートを表示



13. 結晶構造を Diamond で確認



4つの条件(組成、論文誌、空間群、密度)のすべて の条件を満たすデータは1つだけでした。目的の化合 物が特定できたので、詳しいデータを見ましょう。

「View」メニューから「Data sheet」を選ぶと、ウ ィンドウの右下に、AMCSDデータベースに収録され ている詳細データが表示されます。

Diamond (体験版でも可。Diamond 体験版は、Match! の CD-ROM からインストールできます)をインスト ールしてある PC なら、立体構造を視覚化できます。 Match! のツールバーにあるダイヤモンドのマーク

のボタン [▼]を押し、作図方法などを指定すると、 Diamond が起動します。立体構造を直感的に理解 できます!

セッション 3 の例では、AMCSD データベース全体を対象として検索を行いましたが、相 同定を行うときに候補を絞り込むツールとして、このセッション 3 で紹介した Restraints 機能を組み合わせて使うことも可能です。

Match! などの Crystal Impact 社のソフトウェアの情報は、ライトストーンの Web サイト でもご提供しています。以下の Web ページもご参照ください。

Crystal Impact 社製品のページ

http://www.lightstone.co.jp/crystal