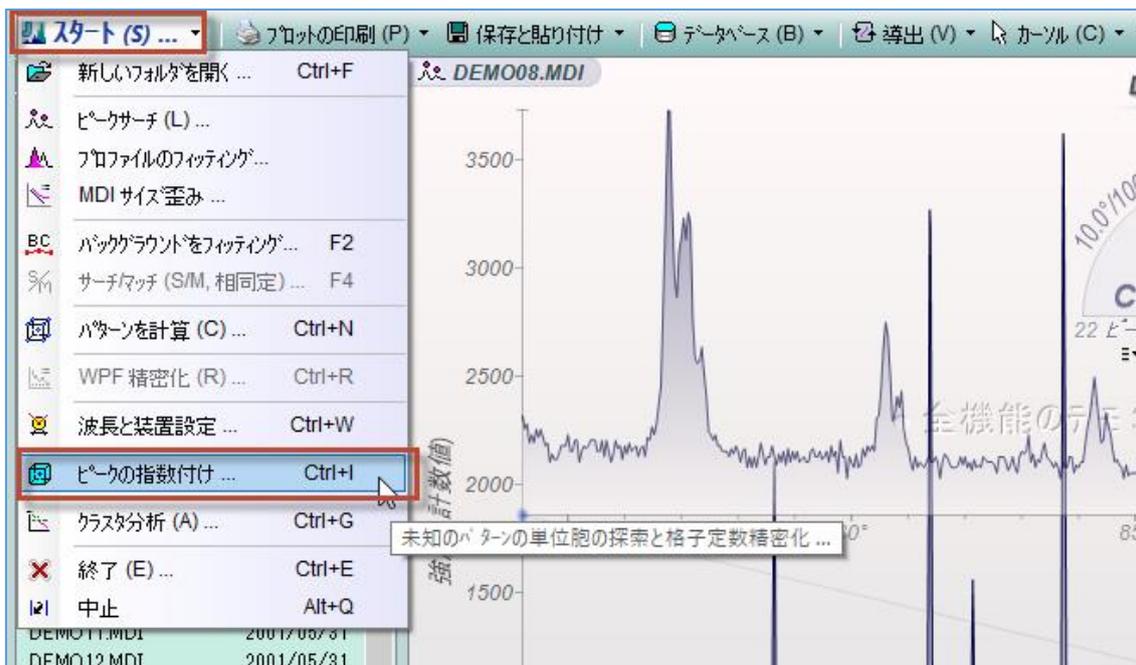


JADE の使用例(4) 粉末回折パターンに指数付けを行う方法(Pattern Indexing)

指数付けの実行

粉末回折パターンのデータを読み込み、「スタート」メニューから「ピークの指数付け」を選ぶと、「パターン指数付け」ウィンドウが開き、指数付けを実行できます。

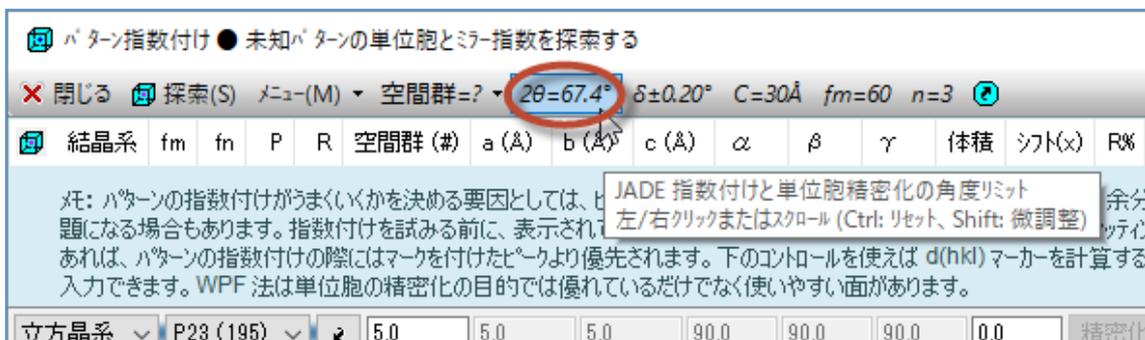


JADE は指数付けのためにピークリストを作成します。ピークにプロファイルフィッティングを行うと、ピークリスト内のプロファイルがフィットで得られた値に置き換えられます。

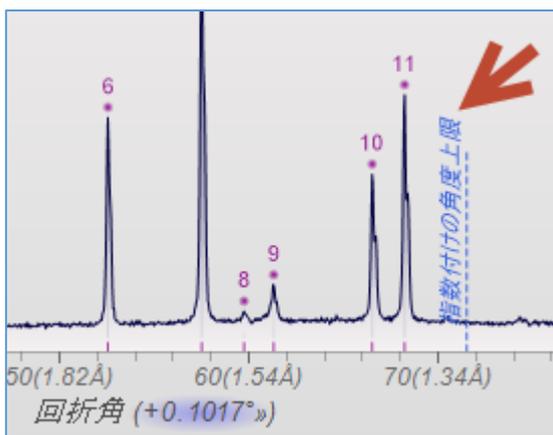


初期設定では、JADE は最初の 16 個のピークを指数付けに利用します。

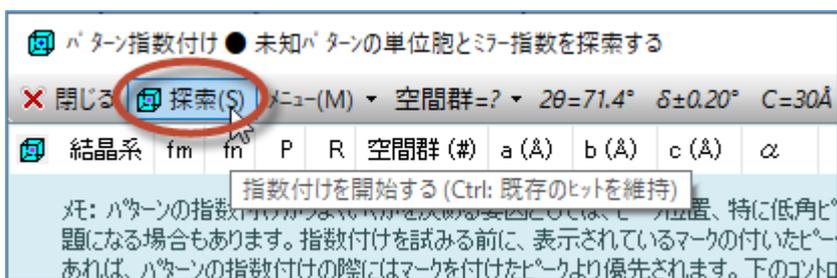
「角度リミット」の設定を変更することで、より多くのピークを含めるか除外するか変更できます。「角度リミット」の表示(下図)を、マウスで右クリックや左クリックすることで設定値を変更できます。



角度リミットの設定値は、下図のようにメインウィンドウの回折パターン上にもわかりやすく表示されます。



「探索」ボタンをクリックすると、指数付けが始まります。



「パターン指数付け」ウィンドウ上部のヒットリスト(下図の赤い囲いの部分)に候補の一覧が表示されます。候補の中からどれか1つを選ぶと、ダイアログ下部のピークリスト(下図の青い囲いの部分)に(h k l)などが表示されます。

パターン指数付け ● 未知パターンの単位胞とミラー指数を探索する

閉じる 探索(S) メニュー(M) 空間群=? 2θ=71.4° δ±0.20° C=30Å fm=60 n=3

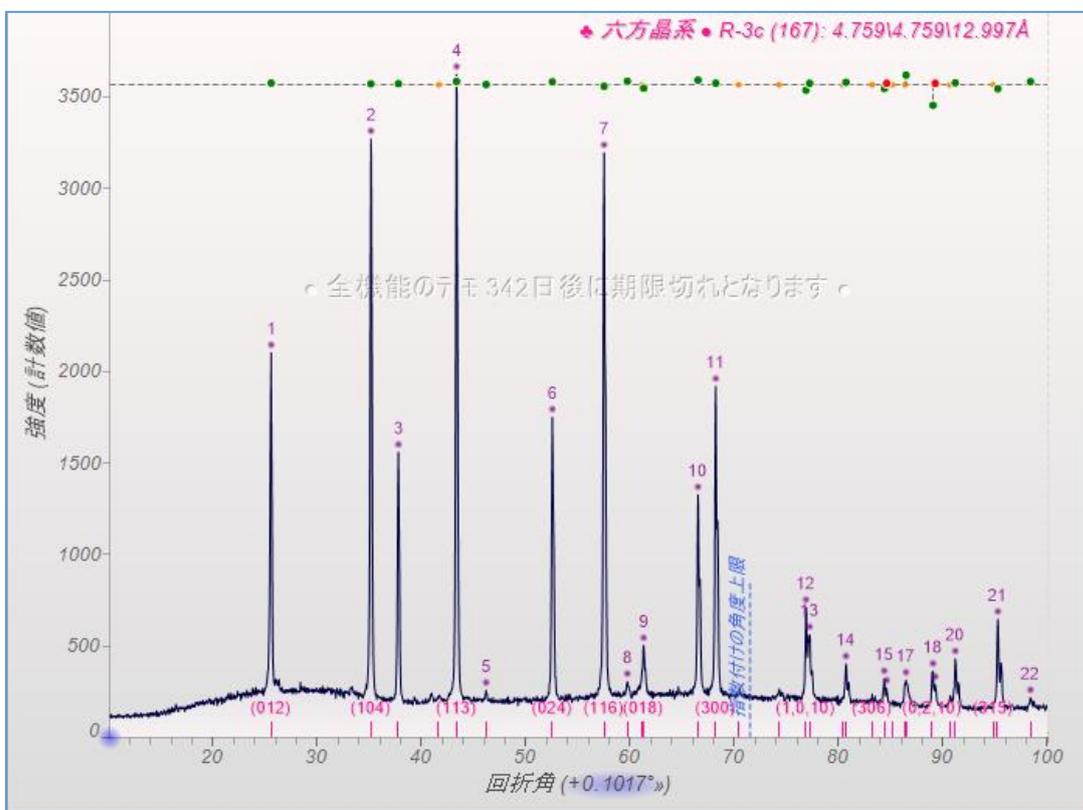
結晶系	fm	fn	P	R	空間群(#)	a(Å)	b(Å)	c(Å)	α	β	γ	体積	シフト(x)	R%
六方晶系	14	82	0	2	R-3c (167)*	4.7587	4.7587	12.9973	90.00°	90.00°	120.00°	254.9	0.004	
単斜晶系	32	44	0	5	P2/n (13)*	4.5428	2.3796	4.1215	90.00°	107.57°	90.00°	42.5	0.002	
単斜晶系	32	51	0	5	P2/c (13)*	4.5430	2.3793	5.1308	90.00°	130.02°	90.00°	42.5	-0.001	
単斜晶系	35	123	0	6	C2/m (12)*	6.9971	4.7587	2.5643	90.00°	95.85°	90.00°	84.9	0.001	
単斜晶系	35	110	0	6	C2/c (12)*	6.9971	4.7587	2.5643	90.00°	130.00°	90.00°	84.9	0.000	

六方晶系 R-3c (167) 4.7587 4.7587 12.9973 90.0 90.0 120.0 0.0044 精密化 単位胞を指定

#	回折角(a)	回折角(c)	δ(°)	(h k l)	d(a)	d(c)	δ(Å)	高さ	面積%	FWHM
1	25.578	25.578	0.001	(0 1 2)	3.4798	3.4804	0.0005	2104.0	51.9%	0.172°
2	35.148	35.146	-0.002	(1 0 4)	2.5512	2.5516	0.0004	3272.0	86.1%	0.173°
3	37.784	37.783	-0.001	(1 1 0)	2.3790	2.3794	0.0003	1560.0	36.1%	0.163°
4	43.349	43.356	0.006	(1 1 3)	2.0856	2.0855	-0.0001	3624.0	100.0%	0.180°
5	46.187	46.183	-0.004	(2 0 2)	1.9639	1.9642	0.0003	260.0	1.0%	0.115°
6	52.546	52.551	0.005	(0 2 4)	1.7402	1.7402	0.0000	1752.0	47.3%	0.188°
7	57.502	57.492	-0.010	(1 1 6)	1.6014	1.6018	0.0004	3196.0	95.5%	0.198°
8	59.741	59.748	0.007	(2 1 1)	1.5467	1.5466	-0.0001	308.0	1.8%	0.168°
9	61.301	61.284	-0.017	(0 1 8)	1.5110	1.5115	0.0005	504.0	12.5%	0.335°
10	66.509	66.520	0.011	(2 1 4)	1.4047	1.4046	-0.0001	1328.0	37.5%	0.212°
11	68.217	68.218	0.000	(3 0 0)	1.3737	1.3737	0.0001	1920.0	57.0%	0.209°

11/22個の指数付けするピーク 30回折線 <δ(°)> 0.0121 <δ(Å)> 0.00024 探索(Q): CHTOMA 単位胞

また、メインウィンドウでもピーク位置にスティックと(h k l)が表示されます。



ヒットリストの「fm」列は、Figure-of-Merit(性能指数)を表しています。fm の値が小さいものほど成績が良いことを表しており、デフォルトでは fm 値が低い順に結果が表示されます。fm の値は、5 から 95 の範囲で算出されます。

パターン指数付け ● 未知パターンの単位胞とミラー指数を探索する

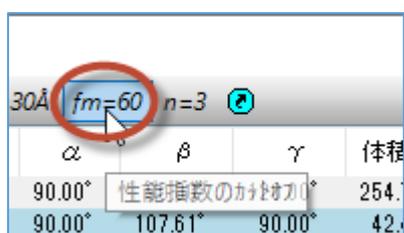
× 閉じる 探索(S) メニュー(M) 空間群=? 2θ=69.1° δ±0.20° C=30Å fm=60 n=3

結晶系	fm	fn	P	R	空間群(#)	a (Å)	b (Å)	c (Å)	α	β	γ	体積	シフト(x)
六方晶系	12	98	0	2	R-3c (167)*	4.7575	4.7575	12.9935	90.00°	90.00°	120.00°	254.7	-0.026
単斜晶系	37	40	0	6	P2/n (13)*	4.5419	2.3784	4.1208	90.00°	107.61°	90.00°	42.4	-0.036
単斜晶系	37	114	0	6	C2/m (12)*	6.9973	4.7564	2.5641	90.00°	95.85°	90.00°	84.9	-0.025
六方晶系	38	40	0	10	R-3m (166)*	4.7575	4.7575	12.9935	90.00°	90.00°	120.00°	254.7	-0.026
六方晶系	38	12	0	10	R-3 (148)*	4.7592	4.7592	13.0062	90.00°	90.00°	120.00°	255.1	0.000
単斜晶系	39	19	0	6	C2/m (12)*	9.0986	4.7593	2.5657	90.00°	130.04°	90.00°	85.1	0.021

六方晶系 R-3c (167) 4.7575 4.7575 12.9935 90.0 90.0 120.0 -0.026 精密化

#	回折角(α)	回折角(c)	δ(°)	(h k l)	d(α)	d(c)	δ(Å)	高さ	面積%	FWHM
1	25.543	25.555	0.011	(0 1 2)	3.4844	3.4794	-0.0050	1246.4	48.7%	0.166°
2	35.139	35.126	-0.013	(1 0 4)	2.5518	2.5509	-0.0009	2430.9	84.7%	0.147°
3	37.774	37.762	-0.012	(1 1 0)	2.3796	2.3788	-0.0008	1069.1	36.3%	0.144°

結果がたくさん表示される場合は、「性能指数のカットオフ」の設定で一定以上の fm 値を持つ結果を表示しないように絞り込むことができます。



「fn」列は、同等の Smith-Snyder 性能指数を示しています。fn 値が高いほど成績が良く、999 が最大です。

パターン指数付け ● 未知パターンの単位胞とミラー指数を探索する

× 閉じる 探索(S) メニュー(M) 空間群=? 2θ=69.1° δ±0.20° C=30Å fm=60 n=3

結晶系	fm	fn	P	R	空間群(#)	a (Å)	b (Å)	c (Å)	α	β	γ	体積
六方晶系	12	98	0	2	R-3c (167)*	4.7575	4.7575	12.9935	90.00°	90.00°	120.00°	254.7
単斜晶系	37	40	0	6	P2/n (13)*	4.5419	2.3784	4.1208	90.00°	107.61°	90.00°	42.4
単斜晶系	37	114	0	6	C2/m (12)*	6.9973	4.7564	2.5641	90.00°	95.85°	90.00°	84.9
六方晶系	38	40	0	10	R-3m (166)*	4.7575	4.7575	12.9935	90.00°	90.00°	120.00°	254.7
六方晶系	38	12	0	10	R-3 (148)*	4.7592	4.7592	13.0062	90.00°	90.00°	120.00°	255.1
単斜晶系	39	19	0	6	C2/m (12)*	9.0986	4.7593	2.5657	90.00°	130.04°	90.00°	85.1
単斜晶系	47	7	0	9	C2/c (15)*	5.1026	6.9573	2.7963	90.00°	111.31°	90.00°	92.5
単斜晶系	55	31	0	14	P2/m (10)*	4.5419	2.3784	4.1208	90.00°	107.61°	90.00°	42.4

六方晶系 R-3c (167) 4.7575 4.7575 12.9935 90.0 90.0 120.0 -0.026 精密化

#	回折角(α)	回折角(c)	δ(°)	(h k l)	d(α)	d(c)	δ(Å)	高さ	面積%	FWHM
---	--------	--------	------	---------	------	------	------	----	-----	------

ある程度の子備知識がある場合は、ツールバーのメニューから結晶系や空間群、単位胞の体積などで結果を絞り込むことができます。

パターン指数付け ● 未知パターンの単位胞とミラー指数を探索する

閉じる 探索(S) メニュー(M) 空間群=? -- 無し -- C=30Å fm=60 n=3

結晶系

- すべての空間群
- 中心空間群のみ
- 非中心の空間群のみ
- Sohncke 空間群のみ

指数付けのために空間群を指定する | 指定しない

六方晶系 R-3c (167) 4.7575 4.7575 12.9935 90.0 90.0 120.0 -0.026

#	回折角(a)	回折角(c)	$\delta(^{\circ})$	(h k l)	d(a)	d(c)	$\delta(\text{Å})$	高さ	面積%	FWHM
1	25.543	25.555	0.011	(0 1 2)	3.4844	3.4794	-0.0050	1246.4	48.7%	0.166°
2	35.139	35.126	-0.013	(1 0 4)	2.5518	2.5509	-0.0009	2430.9	84.7%	0.147°
3	37.774	37.762	-0.012	(1 1 0)	2.3796	2.3788	-0.0008	1069.1	36.3%	0.144°
4	43.340	43.337	-0.003	(1 1 3)	2.0860	2.0850	-0.0010	2947.5	100.0%	0.144°
5	52.539	52.535	-0.003	(0 2 4)	1.7404	1.7397	-0.0007	1393.9	46.8%	0.143°

10/20個の指数付けするに ← 30回折線 < $\delta(^{\circ})$ > 0.0169 < $\delta(\text{Å})$ > 0.00071 探索(Q): CHTOMA 単位胞

すべてのメニューを表示させたツールバーです。最大の単位胞の大きさや体積で絞り込むこともできます。

パターン指数付け ● 未知パターンの単位胞とミラー指数を探索する

閉じる 探索(S) メニュー(M) 空間群=? 2θ=67.4° $\delta \pm 0.20^{\circ}$ C=30Å 100-500Å² fm=60 n=3

ICDD の PDF データベースとの連携

「パターン指数付け」ダイアログの右上にあるボタンから、ICDD の PDF データベースを検索する画面を呼び出し、類似のセルを検索することができます。

結晶系	fm	fn	P	R	空間群 (#)	a (Å)	b (Å)	c (Å)	α	β	γ	体積	シフト(%)	R%
六方晶系	10	82	0	1	R-3c (167)*	4.7587	4.7587	12.9973	90.00°	90.00°	120.00°	254.9	0.00	PDFデータ
六方晶系	34	59	0	8	R-3m (166)*	4.7587	4.7587	12.9973	90.00°	90.00°	120.00°	254.9	0.004	
六方晶系	34	12	0	8	R-3 (148)*	4.7581	4.7581	12.9952	90.00°	90.00°	120.00°	254.8	0.000	
単斜晶系	42	8	0	7	C2/c (15)*	6.9796	4.7581	3.4894	90.00°	94.33°	90.00°	115.6	0.000	
直方晶系	46	6	0	11	Pbcn (60)	2.3829	10.2049	4.7581	90.00°	90.00°	90.00°	115.7	0.000	
直方晶系	49	6	0	13	Pbam (55)*	2.3829	10.2049	4.7581	90.00°	90.00°	90.00°	115.7	0.000	
直方晶系	50	8	1	9	Pbca (61)	2.3829	10.2049	4.7581	90.00°	90.00°	90.00°	115.7	0.000	

#	回折角(α)	回折角(c)	δ (°)	(h k l)	d(α)	d(c)	δ (Å)	高さ	面積%	FWHM
1	25.578	25.578	0.001	(0 1 2)	3.4798	3.4804	0.0005	2104.0	51.9%	0.172°
2	35.148	35.146	-0.002	(1 0 4)	2.5512	2.5516	0.0004	3272.0	86.1%	0.173°
3	37.784	37.783	-0.001	(1 1 0)	2.3790	2.3794	0.0003	1560.0	36.1%	0.163°
4	43.349	43.356	0.006	(1 1 3)	2.0856	2.0855	-0.0001	3624.0	100.0%	0.180°
5	46.187	46.183	-0.004	(2 0 2)	1.9639	1.9642	0.0003	260.0	1.0%	0.115°
6	52.546	52.551	0.005	(0 2 4)	1.7402	1.7402	0.0000	1752.0	47.3%	0.188°
7	57.502	57.492	-0.010	(1 1 6)	1.6014	1.6018	0.0004	3196.0	95.5%	0.198°
8	59.741	59.748	0.007	(2 1 1)	1.5167	1.5166	-0.0001	209.0	1.9%	0.160°

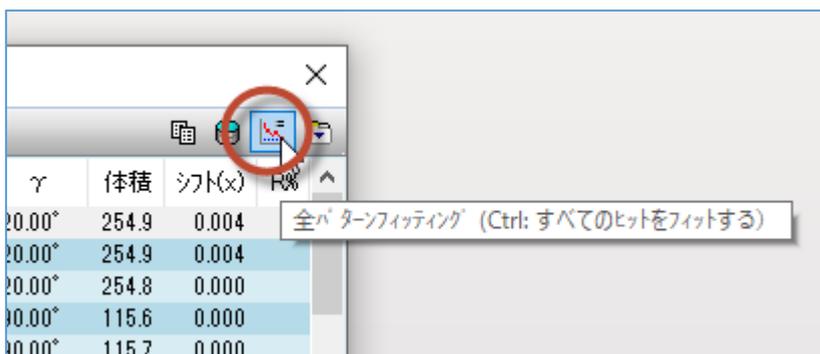
「PDF の検索」のダイアログで条件を指定すると、下部に候補の一覧が表示されます。

相 ID (214個のヒット)	化学式	空間群	PDF番号
Hematite	Fe_2O_3	hR-3c (167)	00-001-1053
Corundum α -Al ₂ O ₃	Al_2O_3	hR-3c (167)	00-005-0712
Geikielite, syn	$MgTiO_3$	hR-3 (148)	00-006-0494
Eskolaite, syn green cinnaba...	Cr_2O_3	hR-3c (167)	00-006-0504
Tistarite, syn	Ti_2O_3	hR-3c (167)	00-010-0063
Corundum, syn ruby, sapphir...	Al_2O_3	hR-3c (167)	00-010-0173
Francavite, syn	$ZnTiO_3$	hR-3 (148)	00-026-1500

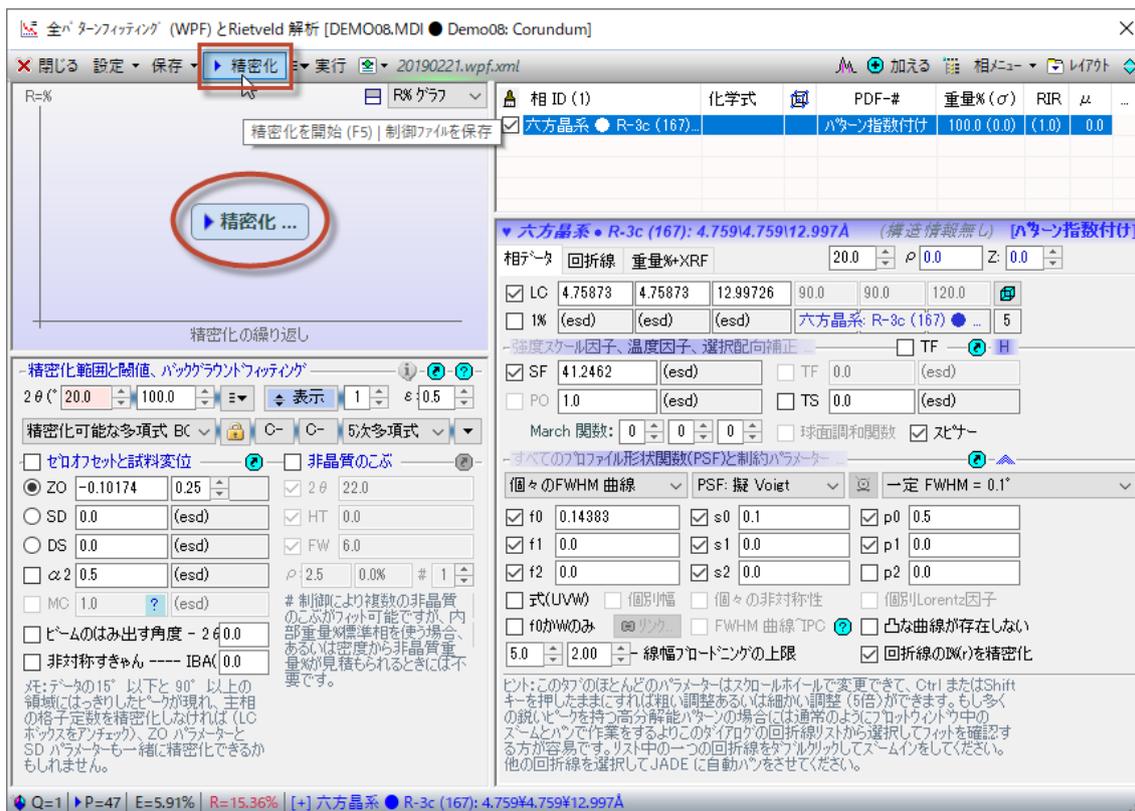
指数付けされた単位胞の全パターンフィッティング(Whole Pattern Fitting)

「パターン指数付け」ダイアログの右上にあるボタンから「全パターンフィッティング」ダイアログを呼び出し、指数付けされたセルの精密化を行うことができます。

ボタンを押したときにヒットリストで選択されているセルの情報が「全パターンフィッティング」ダイアログに送られます。



「精密化」ボタンで精密化を実行できます。



結果が表示されます。

