JADE PRO/Standard の使い方

株式会社ライトストーン 20200207



目次

JADE の使用例(1) バックグラウンドのフィット3
JADE の使用例(2) 回折パターンのピーク分離(プロファイルフィッティング)の基本 8
JADE の使用例(3) プロファイルフィッティング 2 詳細編12
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)15
JADE の使用例(5) 回折パターンの重ねがき(回折パターンの比較)
JADE の使用例(6) サーチマッチ(結晶相同定 1) 31
JADE の使用例(7) サーチマッチ(結晶相同定 2) フィルタによる絞り込み
JADE の使用例(8) サーチマッチ(結晶相同定 3) 指定範囲のピークのみで同定
JADE の使用例(9) サーチマッチ(結晶相同定 4) 42
JADE の使用例(10) サーチマッチ(結晶相同定 5) 類似候補の表示
JADE の使用例(11) RIR 法による簡易定量50
JADE の使用例(12) 結晶化度の算出54
JADE の使用例(13) 結晶子サイズの推定

JADE の使用例(1) バックグラウンドのフィット

JADE の実際の操作をご紹介します。ここでは、XRD パターンの読み込みとバックグラウンドのフィットを行う方法の流れをご紹介します。

💹 Open XRD Data Folder ● You Can Drag & Drop Files from Explorer × ← → × ↑ → PC > OS (C:) > test_Jade > Jade2010 ✓ ³ Jade2010の検索 p 整理 ▼ 新しいフォルダー == -2 更新日時 種類 サイズ 名前 📌 クイック アクセス BAUXITE.dif MDI-Jade 2013/09/03 14:52 23 KB 🐉 Dropbox 🔟 Corundum Plate.mdi 2008/02/28 17:00 MDI-Jade 31 KB 🗐 Corundum.RD 1997/12/19 21:56 MDI-Jade 15 KB OneDrive 🗐 CPD-3.RD 1997/12/23 20:42 MDI-Jade 15 KB PC CPD-Y2O3.RD 1997/12/27 9:40 MDI-Jade 15 KB DEMO02.MDI 🗊 3D オブジェクト 1999/01/01 12:00 MDI-Jade 22 KB DEMO03.MDI MDI-Jade 1999/01/01 12:00 18 KB 👆 ダウンロード demo3ds.bin 2013/08/30 11:28 MDI-Jade 25 KB 🔜 デスクトップ DEMO06.MDI 1999/01/01 12:00 MDI-Jade 24 KB 2 🔮 ドキュメント DEMO07.MDI 1999/01/01 12:00 MDI-Jade 18 KB 📰 ピクチャ DEMO08.MDI 1999/01/01 12:00 MDI-Jade 19 KB 💷 ビデオ ファイル名(N): DEMO06.MDI XRD Pattern Files (*.raw...) \sim 開<(O) ▼ キャンセル

1. ファイル名を指定して、データファイルを JADE に読み込みます。

2. 粉末回折データの表示

粉末回折パターンが JADE に表示されます。中央上の回折パターンが表示されている部分 をメインプロットウィンドウ、その左側のパネルをファイルリスト、右側のパネルを相リス ト、下をタブリストと呼びます。



3. 粉末回折パターンの拡大

メインプロットウィンドウでドラッグ操作し、範囲を選択すると、選んだ部分がメインプロ ットウィンドウで拡大表示されます。 パターンデータで興味のある部分を細かく見ること ができます。



ドラッグで選んだ部分がメインプロットウィンドウで拡大表示された様子です。



4. 粉末回折パターンの表示部分を元に戻す

回折パターンの表示部分を元に戻す(全体を表示する)場合は、下図の赤色の印が付いたボタ ンを左クリックするか、メインプロットウィンドウで縦軸より右側のエリアのどこかでダ ブルクリックします。



5. バックグラウンドのフィット

メインプロットウィンドウ下のツールバーにある「BC」ボタンをクリックするか、Jade の 「スタート」メニューから「バックグラウンドをフィッティング」を選ぶと、バックグラウ ンドフィットを行えます。





メインプロットウィンドウに表示されている実測の回折パターンに対応した、バックグラ ウンドの曲線(下図のオレンジ色の曲線)が表示されます。



※ バックグラウンドのフィットの設定は、ツールバーで変更できます。変更したい項目の 上で、マウスを右クリック/左クリック(またはホイール回転)することで変えられます。



6. バックグラウンドを除去する

バッグラウンド曲線が定義されている状態でもう一度「BC」ボタンをクリックすると、定 義されているバックグラウンド分が除去され、画面にバックグラウンドが除去された回折 パターンが表示されます。





JADE の使用例(2) 回折パターンのピーク分離(プロファイルフィッティング)の基本

プロファイルフィッティングはピーク分離とも呼ばれ、ピークの特性を分析するために必 須のツールです。ピークの正確な面積、半値幅(FWHM)のようなピークの幅の情報、ピー ク位置などを得るために使われます。RIR 法による結晶相の定量分析、結晶子サイズと歪み 分析、表面残留応力分析などに利用できます。

プロファイルフィッティングの基本操作

1. 「プロファイルフィッティング」ツールバーを表示

Jade に回折パターンを読み込み、「スタート」メニューから「プロファイルのフィッティン グ」を選ぶか、「プロファイル」タブを選ぶと、プロファイルフィッティングの実行や設定 を行える「プロファイルフィッティング」ツールバーが表示されます。



「プロファイル」タブと「プロファイルフィッティング」ツールバー

「初期化」ボタンで初期パラメータの設定、「フィッティング」ボタンでフィットの実行が できます。



2. 調べたい範囲を拡大表示する

マウスのドラッグ操作でプロットウィンドウを拡大し、調べたいピーク(1 つまたは複数の ピーク)を表示します。プロファイルフィッティングをうまく行うには、平らなバックグラ ウンドと少数のフィットパラメータを持つようにセグメント化されたデータ範囲を指定し、 良い初期パラメータ(初期モデル)を与えることが重要です。

回折パターンにたくさんのピークが存在する場合、データの全範囲に対してプロファイル フィッティングを行うのではなく、重なりのない複数のセグメントに分けて実行すること で速度と結果が向上します。

(フィッティング範囲をどのように分割するかということには絶対的な決まりはなく、解析 者次第です)



3. 初期パラメータを設定

「初期化」ボタンをクリックすると、プロファイルフィッティングの初期パラメータが設定 されます。このときフィット範囲も固定され、その後、表示範囲を変更してもフィット範囲 は変わりません。フィット範囲を変更したい場合は、キーボードの[Ctrl]キーを押しながら 「初期化」ボタンをクリックします。

	Low		
597Å)	55(1.668Å) 回折角	56(1.641Å) (20°)	57(1.614Å)
×=1- • M	初期化、 > フィッティンク	■▼実行 😂 RIR 😒 IP(C 🕺 結晶子 🗙
) ヒット (0) . B 高	<u>れ ビーカ (36) L 同期</u> 現在の範囲の7 で面積(u1) 面積(u	<u>線(n) かってつァイル(0)</u> 「ロファイルを初期化(Ctrl: リセッ リ 非対… ポジス区団	色付什 (0) 範囲を保存 - WHIM() へつ(Å)

「初期化」ボタンの上で右クリックして「現在の範囲を保存」を選ぶと、フィット範囲の設 定を保存できます。保存したフィット範囲を呼び出す場合も「初期化」ボタンを右クリック します。より一貫した結果を得るために同じ範囲に合わせる必要がある場合に便利です。

					/	\sim	h	~~~
~	53(1.)	726Å)	54(1.69)7Å)	1	55(1.66	ì8Å) <i>回折角</i> (2	θ°)
0		現在の範囲	を保存		M. ₹	刀期化 🕨 7	<i>ላፇ፹ላን⁄ን</i> ≣፣	≪ ▼実
)	M	20 <52.58	°/58.2°>	N	(0)	^አ ዲ	6)丨回折線	(0)
1(· •	ጋኪጋァイルው	- 71405215		高さ	面積 <mark>(α1)</mark>	面積 <mark>(α1)</mark>	. 3

4. プロファイルフィッティングの実行

「フィッティング」ボタンをクリックすることでプロファイルフィッティングが実行され ます。「プロファイル」タブにそれぞれのピークの中心、高さ、面積、半値幅などの値が表 示されます。

回折パターンに多数のピークが存在する場合、測定した範囲全体に対してまとめてプロフ ァイルフィッティングを行うより、複数の重ならないセグメントに分けて実行することで、 プロファイルフィッティングの速度と結果が向上します。

フィッティング範囲をどのようにセグメント化するかは、解析者次第です。



プロファイルフィッティングの詳細については、JADE PRO/Standard のヘルプファイルの 「Profile Fitting and More」のページをご覧ください。

※JADE のメインメニューの「ヘルプ」から「ヘルプトピック」を選ぶとヘルプファイルを 開けます。「目次」タブで「Data Processing & Analysis」→「Profile Fitting and More」と選 んでください。 JADE の使用例(3) プロファイルフィッティング2 詳細編

手動でプロファイルフィッティングを行う場合

●プロファイル関数の選択

プロファイルフィッティングを行うときに、プロファイル関数を以下の候補の中から選択 できます。一般的に、尖ったピークトップと長い裾野を持つピークには Pearson-VII が適し ています。一方、より丸みのあるトップを持つピークには、擬 Voigt(Pseudo-Voigt)が適し ています。

- ・擬 Voigt (Pseudo-Voigt)
- Pearson-VII
- ・FCI モデル (FCI-Model)

・分割 Pearson VII (Split-Pearson)



●パラメータの制約、固定、共有

プロファイルフィッティングのツールバーの「メニュー」ボタンから、フィッティングパラ メータの数(自由度)を減らすことができます。例えば、同じセグメント内でプロファイルを 制約をかけたり、いくつかのパラメータ(例えば非対称性のパラメータ)を共有することによ り行えます。

具体的には、下図のように統一メニューからパラメータを共有する設定を行ったり、「プロ ファイルの制限」サブメニューでそれらのパラメータ範囲を制限することができます。

	2	直線 BG ▼	擬 Voigt ▼	≯ ⊒а-	- M. 初期化 🕨 フィッテ	イング	💷 実行 😂 RIR 💆 IPC	*	結晶子	7 🗙	EV BC	ik 🖾 🗷	-10
	スキャン	/ <mark>(1) </mark> 最近の	177111 🚯		Ka2有1)		分率(s) = 0.5	ЧI	(6)	その他]: ∆20±0.	20° 3 🎸	2/1
#		回折角(°)			Ka1/a2 庁 Ka2/a1 幅		非対称性 = 0.0	11)	面	ī積 <mark>(α1)%</mark>	非対称"	形状因子	
1	54.	076 (0.002)	1.6945 (0.		Truzia Tita		角度 = ±0.5°	.1)	66.	3 (2.5)%	0.071	1.000v	0.
2	54.	336 (0.001)	1.6870 (0.	~	非対称を統一¹		FWHM = 3.0°	.8)	100.	0 (2.5)%	0.071	0.527v	0
3	54.	420 (0.245)	1.6846 (0.		形状因子を統一		非対称性 = +0.95	.0)	37.1	(17.7)%	0.071	0.541v	1.
4	55.	085 (0.023)	1.6658 (0.		FWHM を統一			.2)	10.	1 (4.5)%	0.071	0.473v	0.
5	56.	642 (0.002)	1.6237 (0.	#	プロファイルの制限 📐 🕨		非利利を回定	.3)	38.	4 (1.3)%	0.071	1.000v	0.
6	57.	585 (0.005)	1.5993 (0.	1 # •	非具管の制限	•	現在のピーク	.7)	10.	8 (0.8)%	0.071	0.747v	0.
				1			ラインマーカー						
●現	れてのけ	フィンドウサイズ{レ	Vidth=1344	M	火11-を表示 ▶	٢	∿ルフ°トピック		() Å2	. 🛄 <	<5.632°>	δ=0.02°	1=(

パラメータを固定する場合は、「プロファイル」タブのリストの中で1つまたは複数の対象 となるプロファイルを選択、右クリックし、「変数を固定」サブメニューから設定できます。

	😰 🛛 直線 BG 🔻	擬 Voigt ▼ ソニュ- ▼ ᠕ 初	期化 🕨 フィッティング 💷 🗄	見行 🔇	🕒 RIR 🔽 IPC 🖄 結晶子	× =•
•	スキャン <mark>(1)</mark> 最近の)ファイル 🗳 相リスト (0) 🛅	リストをコヒ°− リストを保存	 Image: A start of the start of		その他:
#	回折角(°)	d(Å) 🛓 🛄			高さ 🕺	ູ້ 1)% ູ
1	54.076 (0.002)	1.6945 (0.0001) 5	기지만전니까마		FWHM H	5)%
2	54.336 (0.001)	1.6870 (0.0001) 54	-C 77 XF	-	Lorentz因子	5)%
3	54.420 (固定)	1.6846 (固定) 54 🛼	それを除く	~	非対称性	7)%
4	55.085 (0.023)	1.6658 (0.0013) 5	プロファイルを除去		非晶質ピーク	5)%
5	56.642 (0.002)	1.6237 (0.0001) 5	変数を固定	Int		_3)%
6	57.585 (0.005)	1.5993 (0.0002) 51			平坦な」東部をスキッアー	8)%
×447#		(775t		_ [#▶	FWHM を指定 …	2
準価	かできました …		列をリスト ▶		ピーク位置を指定	< <:

●飽和ピークへの対処

イメージングプレートのようなデータソースから飽和ピークのフィッティングを行う場合、 「面積%」より後ろの列で右クリックし、「平坦な頂部をスキップ…」を選びます。ピーク トップの範囲を入力するダイアログが表示され、飽和ピークに対処できます。



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。

ø	パターン指	数付I	ל∎ ג	知バ	ターンの単	単位胞と	:ラー指数を	探索する	õ								\times
×	閉じる 👩	● 探索	≅(S) ≯	l==-((M) 🔻	空間群:	=? • 20=	:67.4°	δ±0.20°	C=30Å	fm=60	n=3 💽)		1	8	•
ø	結晶系	fm	fn	Р	R 空	間群 (#)	a (Å)	Ь (Å)	c (Å)	α	βγ	r 体積	971(x)	R%			
	メモ: パター 題になる ¹ あれば、ノ 入力でき	・ンの推 易合も いターン ます。!	ii数付け あります の指数f WPF 注	がうだ t。指 付け(試は単	まくいくか 徴付け の際には 創位胞の)を決める を試みる前 はマークを付))精密化の	要因として 前に、表示 つけたビーク。 0目的では	は、ピー されてい 的優先に 優れてい	り位置、特 るマークの作 されます。 いるだけでた	に低角と すいたビー 下のコント よく使いや	パークの位置 -クを見直し ロールを使え やすい面が	計決定的に ってください。 たくば d(hkl) ま あります。	2重要です。 プロファイルフ アーカーを計!	。余分な マッティンク 算するた	ミヒ [®] ークのある 「のされたヒ® こめの単位胞	ことが問 -クがもし !データを	
立7	5晶系 、	P2	3 (195)	\sim	28	5.0	5.0	5.0	90.	0 9	0.0 9	0.0 0.1	0 米	「密化」	😲 単位	包を指定	する、
#	回折角	(0) [回折角((c)	ô(°)	(hk	l) d(o)	d(c)	ô(Å)	高さ	面積%	FWHM					^
1	25.5	78	-				3.4798	}		2104.0	51.9%	0.172*					
2	35.1	48	-			·	2.5512	2		3272.0	86.1%	0.173*					
3	37.7	84	-			·	2.3790)		1560.0	36.1%	0.163*					
4	43.3	49	-			·	2.0856	i		3624.0	100.0%	0.180°					
5	46.1	87	-			·	1.9639)		260.0	1.0%	0.115°					
6	52.5	46	-			·	1.7402	2		1752.0	47.3%	0.188°					
7	57.5	02	-			·	1.6014	۱		3196.0	95.5%	0.198°					
8	59.7	41	-			·	1.5467	/		308.0	1.8%	0.168*					~
		A 4	1.4.7.1									(
10/	221回の指	取付け	Ja Sr	-9	回折將	*の数 <	8(*)> <	δ(A)>	● 採索	(Q):CH	HOMA ₽	-1고 8리					

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。

Ø	パ ターン指	(数付)	l) (未知	n" 9-)	の単位胞	287-	指数を	探索する	5						
×	閉じる(🗊 探察	索(S))=1	-(M)	▼ 空間翻	¥=?	- 20	=67.4°	δ±0.20°	C=30	DÅ fm:	=60 n:	=3 💽		
ø	結晶系	fm	fn	Ρ	R	空間群(#) a	(Å)	b (Å)	c (Å)	α	β	γ	体積	シフト(x)	R%
	メモ: ハタ 題になる	ーンの排 場合も	皆数付 ありま	が ます。持	うまく() 指数(いかを決め すけを試み	る要[る前(2	因とし に表現	ては、 ピッ 示され しき	ADE 指数 E/右クリック	(付けと))またはス	単位胞料 クロール (C	書密化の trl: リセッ	角度则 、Shift:	가 微調整)	余分 ツテ心
	あれば、 入力でき	ハペターン きます。	の指導 WPF	数付(法は	ナの階 単位	ミミンス しんしょう しんしょう いっかい いっかい しんしょう しんしん いっかい しんしん しんしん しんしん しんしん しんしん しんしん しんしん しん	付けれ との目	をと ^の 一ク 白りで()	はり優先 は優れてい	されます。 いるだけで	下のコン なく使い	小ロールを いやす(い症	使えば(aがありま	d(hkl)マ ます。	ーカーを計ざ	算する
立	方晶系	~) P2	3 (19)5) 🔨	/ 2	5.0	5	.0	5.0	90	0.0	90.0	90.0	0.0	- <u>1</u>	春密化

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(hkl)などが表示されます。

回 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))/ ⊥ 1-	(M) -	空間	間群=	? •	20=71	.4° δ±0	0.20°C=	:30Å fn	n=60 n	=3	0		li 🖯	52	•
ø	結晶系	ξ fm	fn	Р	R	空間	群(#)	a (Å)	Ь (Å)	c (Å)	α		β	γ	体積	971(x)	R%	^
六方	晶系	14	82	0	2	R-3c	: (167)*	4.7587	4.7587	12.9973	90.00°	90.0)0°	120.00°	254.9	0.004		
単彩	倡系	32	44	0	5	P2/n	(13)	ĸ	4.5428	2.3796	4,1215	i 90.00°	107.5	57°	90.00°	42.5	0.002		
単彩	椙系	32	51	0	5	P2/c	(13)	ĸ	4.5430	2.3793	5.1308	90.00°	130.0)2°	90.00°	42.5	-0.001		
単彩	晶系	35	123	0	6	C2/r	n (12))*	6.9971	4.7587	2.5643	90.00	95.8	35°	90.00°	84.9	0.001		
単金	182	96	10	n	9	<u>/</u>		inik:	0.0016	# 7601	15644	00.00*	100.0	10*	00.00*	010	0 000	_	
六方	晶系	∼ R	-3c (16	67 ~	6	4.75	87	4.78	587	12.9973	90.0	90.0	120.0)	0.0044	精密化	🤃 単位	立胞を	を指え
#	回折角	角(o)	回折角](c)	ô(*) (hk)	d(o)	d(c)	δ(Å)	高さ	面積%	F۷	VHM				^
1	25	.578	25.	578	0.0	01 (013	2) 8	3.4798	3.4804	0.0005	2104.0	51.9%	0.11	72*				
2	35	.148	35.	146	-0.0	02 (104	i) 2	2.5512	2.5516	0.0004	3272.0	86.1%	0.13	73°				
3	37	.784	37.	783	-0.0	01 (110)) 2	2.3790	2.3794	0.0003	1560.0	36.1%	0.10	63°				
4	43	.349	43.	356	0.0	06 (113	3) 2	2.0856	2.0855	-0.0001	3624.0	100.0%	0.18	80°				
5	46	.187	46.	183	-0.0	04 (203	2) 1	1.9639	1.9642	0.0003	260.0	1.0%	0.1	15°				
6	52	.546	52.	551	0.0	05 (024	I) 1	1.7402	1.7402	0.0000	1752.0	47.3%	0.18	88°				
7	57	.502	57.	492	-0.0	10 (110	5) 1	1.6014	1.6018	0.0004	3196.0	95.5%	0.19	98°				
8	59	1.741	59.	748	0.0	07 (2.1	1) 1	1.5467	1.5466	-0.0001	308.0	1.8%	0.10	68°				
9	61	.301	61.	284	-0.0	17 (018	3) 1	1.5110	1.5115	0.0005	504.0	12.5%	0.33	35°				
10	66	i.509	66.	520	0.0	11 (214	D 1	1.4047	1.4046	-0.0001	1328.0	37.5%	0.2	12°				
11	68	.217	68.	218	0.0	00 (301)) 1	1.3737	1.3737	0.0001	1920.0	57.0%	0.21	09°				¥
11/2	22個の打	旨数付	けするビ	-7	30回	折線	<δ(°)> (0.0121	<δ(Å)>	0.00024	④ 探索	₹(Q) : CH	ITON	/IA 単位脱	2			

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。

😡 バターン指数付け ● 未知バターンの単位胞とミラー指数を探索する																	
×	閉じる 🖻	9 探索	₹(S) →	/=1-	(M) •	空	間群	≢=?	<i>2θ</i> =69	.1° δ±0	0.20°C=	30Å fn	n=60 n:	=3 🗷			Ēa 🖯
ø	結晶系	fm	fn	Ρ	R	空間	郡	(#)	a (Å)	Ь (Å)	c (Å)	α	6	3	γ	体積	971(x)
六方	晶系	12	98	0	2	R-3	c (1	67)*	4.7575	4.7575	12.9935	90.00°	90.0	0° 120	.00*	254.7	-0.026
単鈴	晶系	37	40	0	6	P2/	n (1	3)*	4.5419	2.3784	4.1208	90.00°	107.6	1° 90	.00°	42.4	-0.036
単鈴	晶系	37	114	0	6	C2/	'm (1	2)*	6.9973	4.7564	2.5641	90.00°	95.8	5° 90	.00*	84.9	-0.025
六方	晶系	38	40	0	10	R-3	m (1	66)*	4.7575	4.7575	12.9935	90.00°	90.0	0° 120	.00*	254.7	-0.026
六方	晶系	38	12	0	10	R-3	(14	8)*	4.7592	4.7592	13.0062	90.00°	90.0	0° 120	.00°	255.1	0.000
単彩	倡系	39	19	0	6	C2/	(m (1	2)*	9.0986	4.7593	2.5657	90.00°	130.0	4° 90	.00*	85.1	0.021
六方	晶系 ~	R-3	3c (16	7 ~	2	4.79	575	4	.7575	12.9935	90.0	90.0	120.0	-0.02	!6	精密化	🛈 単位
#	回折角(o) [回折角	(c)	δ(*)	(h}	< 1)	d(o)	d(c)	δ(Å)	高さ	面積%	FWHM			
1	25.5	43	25.5	555	0.0	111	(0)	12)	3.4844	3.4794	-0.0050	1246.4	48.7%	0.166*			
2	35.1	39	35.1	126	-0.0	13	(1)	(4)	2.5518	2.5509	-0.0009	2430.9	84.7%	0.147°			
3	37.7	74	37.7	762	-0.0	112	(1)	10)	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。

園 パターン指	😡 バターン指数付け ● 未知バターンの単位胞とミラー指数を探索する													
🗙 閉じる 🙍	9 探索	(S))	/=	(M) •	・空間群=? ▼	<i>2θ</i> =69.	1° δ±0	20° C=3	30Å fm:	=60 n=3	0			
🗊 結晶系	fm	fn	Ρ	R	空間群(#)	a (Å)	Ь (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		
		· · · ·	8											
六方晶系 🗸	R-8	Bc (16	7 ~	2	4.7575 4.7	575	12.9935	90.0	90.0	120.0	-0.026	精密化		
# 同场争(a F	at⊊⊕	6	» (*) (6k)	d(a)	d(a)	8(8)	±τ	あまま に	WILM .			

ある程度の予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。

ø	「ターン指数付け●未知バ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) - 3	2間群=?	• 🇮 P2 (3)	J U	^	C=30Å f	m=60 n=	=3 🗷	-		
ø	結晶系	۰	すべての	空間群	63	P21 (4	l)	- 0	å) α	6	3	γ ^		
六方	調系		中心空間	聞群のみ	指	数付けのた	めに空間	群を指	定する 指	定しない	0° 120	.00*		
単彩	椙系		非中心の)空間群	ወみ 🔚)	.12	08 90.00	107.6	1° 90	.00*		
単彩	4晶系					Cc (9)	í	.56	641 90.00	° 95.8	5° 90	.00*		
六カ	晶系		Sohncke	空間群(りみ	P2/m	(10)	.99	935 90.00	° 90.0	0° 120	.00° 🗸		
<						P21/n C2/m	n (11) (12)	~				>		
六九	5晶系 ∨	R-3	c (167 ~	2 4.	7575	4.7575	12.9935	90.0	90.0	120.0	-0.02	26 精		
#	回折角(o) 🖸	折角(c)	8(*)	7660									
			11/17/17(0)	0()	(1 K U	d(o)	d(c)	δ(Å) 高さ	面積%	FWHM	^		
	25.5	43	25.555	0.011	(012)	d(o) 3.4844	d(c) 3.4794	රි (Å) -0.005) 高さ i0 1246.4	面積% 48.7%	FWHM 0.166°	î		
2	25.5 35.1	43 39	25.555 35.126	0.011	(012) (104)	d(o) 3.4844 2.5518	d(c) 3.4794 2.5509	රි(Å) -0.005 -0.000) 高さ i0 1246.4 19 2430.9	面積% 48.7% 84.7%	FWHM 0.166° 0.147°	Â		
1 2 3	25.5 35.1 37.7	43 39 74	25.555 35.126 37.762	0.011	(0 1 2) (1 0 4) (1 1 0)	d(o) 3.4844 2.5518 2.3796	d(c) 3.4794 2.5509 2.3788	δ (Å) -0.005 -0.000 -0.000) 高さ i0 1246.4 19 2430.9 18 1069.1	面積% 48.7% 84.7% 36.3%	FWHM 0.166° 0.147° 0.144°			
1 2 3 4	25.5 35.1 37.7 43.3	43 39 74 40	25.555 35.126 37.762 43.337	0.011 -0.013 -0.012 -0.003	(1 K) (0 1 2) (1 0 4) (1 1 0) (1 1 3)	d(o) 3.4844 2.5518 2.3796 2.0860	d(c) 3.4794 2.5509 2.3788 2.0850	∂ (Å) -0.005 -0.000 -0.000) 高さ i0 1246.4 i9 2430.9 i8 1069.1 0 2947.5	面積% 48.7% 84.7% 36.3% 100.0%	FWHM 0.166° 0.147° 0.144° 0.144°			
1 2 3 4 5	25.5 35.1 37.7 43.3 52.5	43 39 74 40 39	25.555 35.126 37.762 43.337 52.535	0.011 -0.013 -0.012 -0.003 -0.003	(1 K) (0 1 2) (1 0 4) (1 1 0) (1 1 3) (0 2 4)	d(o) 3.4844 2.5518 2.3796 2.0860 1.7404	d(c) 3.4794 2.5509 2.3788 2.0850 1.7397	∂ (Å) -0.005 -0.000 -0.000 -0.001 -0.001) 高さ i0 1246.4 i9 2430.9 i8 1069.1 0 2947.5 i7 1393.9	面積% 48.7% 84.7% 36.3% 100.0% 46.8%	FWHM 0.166° 0.147° 0.144° 0.144° 0.143°	~		

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。

回 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	5						2	×
🗙 閉じる	🗊 探索(S)	א=_ב-(M) •	空間群=? -	2θ=67.4°	δ±0.20°	C=30Å	100 - 500Å ³	fm=60	n=3 🕐	Ta 🖯	<u>S</u> (•

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。

ø	パターン指	数付け	t ●未	知^"	9->0)単位	胞とミラ	−指数を探	索する							×
×	ສືບລີ 🙍	探索	≅(S))	l=1−((M) •	空間	3群=?	· • 20=67	7.4° δ±	0.20° C=	30Å fm	n=60 n=	=3 🕐		E P)k 🖻
ø	結晶系	fm	fn	Ρ	R	空間	群(#)	a (Å)	Ь (Å) c (Å)	α	6	3	γ 体積	£ >71(x)	R% ^
六方	晶系	10	82	0	1	R-3c	(167)	* 4 .7587	4.758	7 12.997	3 90.00	° 90.0	0° 120	.00° 254.	9 0.00 F	PDFデータ
六方	晶系	34	59	0	8	R-3n	n (166)	* 4.7587	4.758	7 12.997	3 90.00	° 90.0	0° 120	.00° 254.	9 0.004	
六方	晶系	34	12	0	8	R-3 ((148)*	4.7581	4.758	12.995	2 90.00	° 90.0	0° 120	.00° 254.	8 0.000	
単斜	晶系	42	8	0	- 7	C2/c	(15)*	6.9796	4.758	1 3.489	4 90.00	° 94.3	3° 90	.00° 115.	6 0.000	
直方	晶系	46	6	0	11	Pbon	(60)	2.3829	10.204	9 4.758	1 90.00	° 90.0	0° 90	.00° 115.	7 0.000	
直方	晶系	49	6	0	13	Pban	n (55)*	2.3829	10.204	9 4.758	1 90.00	° 90.0	0° 90	.00° 115.	7 0.000	
直方	晶系	50	8	1	9	Pbca	(61)	2.3829	10.204	9 4.758	1 90.00	° 90.0	0° 90	.00° 115.	7 0.000	×
六方	晶系 ~) R-3	3c (16	7 ~	2	4.758	37	4.7587	12.9973	90.0	90.0	120.0	0.004	4 精密伯	: 🔅 単位	立胞を指決
#	回折角(o) [回折角	(c)	8(*) (h k I)	d(o)	d(c)	ô(Å)	高さ	面積%	FWHM			^
1	25.5	78	25.5	78	0.0	01 (0 1 2)	3.4798	3.4804	0.0005	2104.0	51.9%	0.172*			
2	35.1	48	35.1	46	-0.0	02 (104)	2.5512	2.5516	0.0004	3272.0	86.1%	0.173°			
3	37.7	84	37.7	83	-0.0	01 (110)	2.3790	2.3794	0.0003	1560.0	36.1%	0.163°			
4	43.3	49	43.3	56	0.0	06 (113)	2.0856	2.0855	-0.0001	3624.0	100.0%	0.180°			
5	46.1	87	46.1	83	-0.0	04 (2 0 2)	1.9639	1.9642	0.0003	260.0	1.0%	0.115°			
6	52.5	46	52.5	51	0.0	05 (024)	1.7402	1.7402	0.0000	1752.0	47.3%	0.188°			
7	57.5	02	57.4	92	-0.0	10 (116)	1.6014	1.6018	0.0004	3196.0	95.5%	0.198*			
0	50.7	11	E0 7	0.0	0.0	07 (9.1.1)	1 5467	1 6466	_0.0001	0000	1.00/	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。



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。

			×
		₽ 0	
γ	体積	97K(x)	A 184
20.00*	254.9	0.004	全バターンフィッティング (Ctrl: すべてのヒットをフィットする)
20.00*	254.9	0.004	
20.00°	254.8	0.000	
)0.00°	115.6	0.000	
0.00°	115.7	0.000	

「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。

🔝 Whole Pattern Fitting (WPF) and Rietveld Refinement [DEMO08.MDI ● Demo08: Corundum]								\times	
X Close Setup • Save • • Refine	e ≣ ▼ Run 塗 ▼ 20190221.wpf.:	xml			M	🔁 Add	Ph	ases 🝷 🖻 Layout	t ᅌ
R=15.4%	R%-Plot 🗸	🛔 Pha	se ID (1)		Chemical	Formula	ø	PDF-#	Wt:
2=11.9%		Hexa	agonal 🔶 F	R-3c (1	Al ₂ O ₃			Pattern Indexing	; 10
4=5.8%		<							>
		▼ Hexa	αonal ● R	-3c (167): • Al2(03(Structu	eless)	[Pattern Index	kinal
34444 C		🔯 Pha	se ⊞ d-	I List 🤇	→ Wt%+XRI	F 20.0	÷ P 3	.9881 Z: 6.0	A
		⊡ LC	4.75829	4.75829	12.9899	6 90.0	90.0) 120.0 🦸	Ð
	E=5.91%	1%	0.00018	0.00018	0.00055	i Hexa	onal: R	-3c (167) 🌒 🚦	5
	R=0.00%	-Scale	Factor, Ter	nperature	Factor, Pr	<mark>eferr</mark> ed Ori	entatior	TF — 💽 🗄	_
Refinement Converge	ed (R/E=0.96) 💿	🗹 SF	59.5565	0.74	977	TF (1.0	(esd)	
-Refinement Range & Threshold, Bac	kground Fitting — 🔃 🕢	PO	1.0	(esc	i)	TS [1.0	(esd)	
2 θ (* <mark>20.0 ÷</mark> 100.0 ÷ ≡▼	💠 Show 🧧 🖨 ε 0.5 🌲	March	Function:	0 🗘 0	÷ 0 ÷	Spher	ical Ha	rmonic 📃 Spinne	r
Refinable Polynomial-B 🗸 😭 🛛 C	- C- Sth-Order 🗸 🔻	- Profile	Shape Fur	nction (PS	SF) and Co	nstraint Pa	rameter	rs for All 💽 – 🖉	<u> </u>
- Zero Offset & Displacement 🗷 -	- Amorphous Humps - 🔊	Individu	ual FWHM I	Curvi 🗸	PSF: pseu	do-Voig ∨	99	Constant FWHM =	~
● ZO -0.11447 0.0024	🗹 2.θ 22.0	☑ f0	0.21848		⊠ s0 0.4	4904	_ ⊠ I	0.26246	_
○ SD 0.0 (esd)	✓ HT 0.0	⊡ f1	-0.13829		⊠ s1 <u>-0.</u>	14788		p1 0.30639	_
O DS 0.0 (esd)	✓ FW 6.0		0.07351	7	⊻ s2 _0.	13385		p2 0.0	
α 2 0.5 (esd)	₽ 2.5 0.0% # 1 💌		n(UVW) [] FW(r)		ial Skews		Individual Lorentzi Na Causa Cuma	ans
MC 1.0 ? (esd)	Multiple amorphous humps	50 -	rwonny t		Limit to Pro	ves incl file Proadu	ど 🛄 🕐	No Convex Curve Refine 1% (r) of Lin	
Beam Spill-Off below 0.0	with the # control, but not		2.00 -	opper					55
Asymmetric Scan - IBA(0.0 Note: ZO & SD parameters might	standard phase is used, F otherwise, amorphous Wt%	larger o scrolling	r smaller in s. If you ha	most para horement ve a high	ameters on (5x) by ho res patter	this tab w Iding Ctrl o m with mar	r Shift I y sharp	key while peaks, it's	
Q=1 ▶ P=47 E=5.91% R=5.66% ♣ Round=4, Iter=3, P=46, R=5.66%									

JADE の使用例(5)回折パターンの重ねがき(回折パターンの比較)

1. 複数の回折パターンの取り扱い

JADE では、一度に複数の粉末回折パターンを表示することができますが(回折パターンの 多重書き)、ほとんどの回折パターン処理と解析はその中の1つの回折パターンのみが対象 となります。具体的には、「スキャン」タブで最初に表示されるプライマリパターンに対し て行われます。回折パターンの2Dまたは3D表示、バッチ処理については、複数の回折パ ターンが対象となります。

回折パターンの多重書きは、1つのファイルに複数の回折パターンを含む形式にも対応しま す。このような形式のデータファイルを読み込むと、ファイルに含まれているすべての回折 パターンが「スキャン」タブに表示されます。また、メインプロットウィンドウには回折パ ターンが(2*θ* – 強度)のプロットとして表示されます。

🖗 相リスト (Ctrl: S/M しない	う) 🤽 ビーク(5) 回折線(0) 🔺 プロファイル(0)		スキャンリストのツー
スキャンプサンプル ID	スキャンハプラメーター	シフト <mark>()</mark>	■▼ フィルムストリ
Quartz & Cristobalite	17.0°/41.5°/0.05°/1(s), l(p)=2000.0/15.0, Cu	0%	
Quartz & Cristobalite	17.0°/41.5°/0.05°/1(s), l(p)=2000.0/17.0, Cu	7%	
Quartz & Cristobalite	17.0°/41.5°/0.05°/1(s), I(p)=2000.0/15.0, Cu	14%	
Quartz & Cristobalite	17.0°/41.5°/0.05°/1(s), l(p)=2000.0/16.0, Cu	20%	
Quartz & Cristobalite	17.0°/41.5°/0.05°/1(s), I(p)=2000.0/15.0, Cu	27%	
Quartz & Cristobalite	17.0°/41.5°/0.05°/1(s), I(p)=2000.0/15.0, Cu	34%	
Quartz & Cristobalite	17.0°/41.5°/0.05°/1(s), l(p)=2000.0/16.0, Cu	41%	
	 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	 № 相りスト(Ctrl: S/M (J2(1)) メモビーク(5) 回折線(0) № 7ロファイル(0) スキャン / サンフ[®]ル ID スキャンパラメーター & Quartz & Cristobalite 17.0°/41.5°/0.05°/1(s), I(p)=2000.0/15.0, Cu Quartz & Cristobalite 17.0°/41.5°/0.05°/1(s), I(p)=2000.0/15.0, Cu Quartz & Cristobalite 17.0°/41.5°/0.05°/1(s), I(p)=2000.0/15.0, Cu Quartz & Cristobalite 17.0°/41.5°/0.05°/1(s), I(p)=2000.0/16.0, Cu Quartz & Cristobalite 17.0°/41.5°/0.05°/1(s), I(p)=2000.0/15.0, Cu Quartz & Cristobalite 17.0°/41.5°/0.05°/1(s), I(p)=2000.0/16.0, Cu 	 № 相り欠ト(Ctrl: S/M G/2(1)) スキャンパラメーター シフト(1) スキャン / サンフ[*]ル ID スキャンパラメーター シフト(1) & Quartz & Cristobalite 17.0°/41.5°/0.05°/1(s), l(p)=2000.0/15.0, Cu Quartz & Cristobalite 17.0°/41.5°/0.05°/1(s), l(p)=2000.0/16.0, Cu Quartz & Cristobalite 17.0°/41.5°/0.05°/1(s), l(p)=2000.0/15.0, Cu Quartz & Cristobalite 17.0°/41.5°/0.05°/1(s), l(p)=2000.0/15.0, Cu Quartz & Cristobalite 17.0°/41.5°/0.05°/1(s), l(p)=2000.0/15.0, Cu Quartz & Cristobalite 17.0°/41.5°/0.05°/1(s), l(p)=2000.0/16.0, Cu Quartz & Cristobalite



2. データの追加方法

複数のデータファイルの回折パターンを読み込む場合は、ファイルリストで複数のデータ ファイルを選択して開くか、追加したいデータファイルの上で右クリックし「オーバーレイ」 を選び追加します。



ファイルリストからメインプロットウィンドウにドラッグ&ドロップし、回折パターンを追 加することもできます。



また、JADE の中のファイルリストからでなく、ウィンドウズのエクスプローラ上(フォル ダやデスクトップ上など)にあるデータファイルをドラッグ&ドロップして開くこともでき ます。重ねがきする場合は、複数のファイルを同時にドラッグ&ドロップします。あとから 回折パターンを追加する場合は、キーボードの[Ctrl]キーを押しながらドラッグ&ドロップ します。

3. 重ねがきの表示変更

プロット間の間隔の変更

Y軸の左側の領域(赤く囲った領域)をマウスで縦方向にドラッグするだけで、プロット間の シフト量を調整できます。



プロットの表示変更

「スキャン」タブの上で右クリックすることで、回折パターンの表示形式を変更するメニュ ーを開くことができます。曲線のスタイル(実線、短いダッシュ、一点鎖線といった線種の 変更など)や、オフセット量(表示間隔)の変更、表示を逆順にするなどの変更が可能です。 また、2つの回折パターンを加算、減算した結果、複数の回折パターンの強度の総和・平均・ 最大値を採用した結果を作成できます。

🔲 😫 💡		• S/M Y-W	П° — •			920990
スキャン (3)	±	· <u>~~</u> · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		™しない)	^አ ዶ	0) 回打
# ファイル名	•	スキャンリストをコピー		(キャンノサン)	ን°ル ID	져
	×	除去 (Delete)	 []	uartz, Ca	lcite, Dolom	it 20
Ø 2 DEMOT	===	曲線のスタイル	•	Juartz, Ca	lcite, Dolom	it 20
	Ц	大きなステップサイス゛	•			
	<u>. ()</u>	パターン強度を調節 …				
<	٩	スキャンIDを変更				
<u> カラムへッタ ⁴</u>	۲	スキャンのメモを入力 …		~ 最這	丘のテ"ータファイル	レのサムネィ
DEMO14.MDI	~	選択を非表示		Corundu	m + Apatites	4
DEMO02.MDI	۲	すべてのスキャンを合併	+	Demo02	: 36-1451 25	5-1 5
(22)	۲	オフセットスキャンなど	+	して移動)	4) te 🗖

[「]スキャン」タブを開くと、スキャンリストのツールバーが表示されます。

)(1.54Å) 6 7ンクリック分析・	μημη 5(1.43Å)	70(1.: 50(1.:	34Å) <u>(</u> () () ()	Aluminum Tantal Aluminum Tantal Ammonium Bery <	Al _{0.035} O _{1.2} Al _{0.04} O _{1.21} (NH ₄) ₂ Bel マ > 10 相を検索	
744	ንሀአኮのሣ [.]	-ルパー; ≣◄	± ‡ ‡	↔ 2θ(0)=0.0°	🛅 💽 ዓፓ' (T)	
	971 <mark>(1)</mark>	■▼ フィルムスト	リッフ°又はファ	イルの種類●ここを炒。	かして切り替え	
71 .4. , Cu	0%					
70.0/3.0, Cu	12%					
86.0/4.0, Cu	25%					
				スペースへのスクロール、	右りりりつでメニュー 🌲	
:000.0/20.0, Cu	今		ProgramDa	ata\Materials Data\	Jade-X\d 🗘	
1> 🚴 🛄 < <50.0°> NP=2501 I=5326.1 ∓ & S/M: MDI-500 (500)*						

すべての回折パターンを合併するメニュー

403 🖌	選択を非表示		へ 最	近の
MD	すべてのスキャンを合併 💦 🔶	4444	接続する	Poi
MD •	オフセットスキャンなど	~	自動接続 <mark>On</mark>	E
北左	(ここを加加力)、て前の知力。	~	間隙を補間する	を思
.0/2	(CCC) MO CRIMME	Σ	これらを総和	
		±	平均計数値	
		Ŧ	最大値を採る	

オフセット量の調整するためのメニュー

三/右り	リック又はスク	ロールしてツール	///° –ወ//°	°5%-4	9を変更 (Ctrl+夘)り	でつを
)丨最	近のファイル	🗳 相빗지	(Ctrl: S	Γ	››⁊ <mark>ኑ(l) = 0</mark> .0	<u>رور</u> الأ
名士	リストの終れ	00			୬ フ ト(l) = 5%	149
0 🗈	スキャンリスト	、をコピー		•	›フト(l) = 10%	T on
0 📡	除去 <mark>(</mark> De	lete)			ÿ7ŀ(l) = 25%)rt
o	曲組の内	u Zul			›フト(l) = 50% ^{\/}	ר [≥] ≓ אונ
н	曲称のスク	₩7₩ ₩7°₩⊀7°			୬ フ ト(l) = 100%	«A
	VG/4X)	97 91 X		ŧ	スケール(l) = 1.0	2
- 2	ハッターン強い	度を調節 …			スケール(I) = CPS	<u>a</u>
- 🗘	スキャンIDを	·変更			スケール <mark>(I)</mark> =自動	é
- ? ?	スキャンのメ	モを入力			スケール <mark>(I)</mark> = 時間	
	選択を非	表示		(i)	スケール(I) = ト [®] ーク	2
jir 🧶	すべてのス	キャンを合併	•	ü	シフト(X) = ビーク	2
D 💌	オフセットスキ	キャンなど	•		会の玉砂ウ	- 1
<u>ر</u> د	Ē	こをかりかして	前のメッセ		巴の冉訳定 逆順多重書き	123

4. 2Dと3D表示

プロットウィンドウに 3 つ以上の回折パターンがある場合、Y 軸の上部に表示されている ファイル名をクリックすることで、3D プロットを表示することができます。



3D プロットは、JADEのメインウィンドウとは別の専用のダイアログに表示されます。





3D プロットの背景の部分をマウスでドラッグすると、表示角度などを自由に変更できます。

3D プロットのダイアログ右上にマウスポインタを合わせると、下図のようなマークに表示 が変わる領域があります。そこでマウスのホイールを回転させると、特定のプロットのみハ イライト表示させることができます。



3D プロットのダイアログで「2D」ボタンをクリックすると、2D 表示(コンター図)に変更 できます。JADE のメインウィンドウでサーチマッチを行っていれば、コンター図の下部に リボンプロットを表示することもできます。



JADE の使用例(6) サーチマッチ(結晶相同定 1)

粉末 X 線回折の解析で相同定(サーチマッチ)は、WPF(Whole Pattern Fitting)による精密化 と並び、JADE の中心機能の1つです。そのため、JADE のユーザインターフェイスはこれ らの解析が使いやすいように最適化されています。

●サーチマッチ(相同定)の実行

回折パターンのファイルをプロットウィンドウに開いた状態で、

- ・「相リスト」タブをクリックするか、
- ・ツールストリップの「S/M」ボタンをクリックする

だけで、候補となる相のリストが「相リスト」タブに表示されます。



※「相リスト」タブを開いたときに自動でサーチマッチが始まらないようにしたい場合

・キーボードの[Ctrl]キーを押しながら「相リスト」タブを開く

・「相リスト」タブ下部にある「自動 S/M」の設定をオフにする(下図)

のどちらかを行っておくことで無効にできます。



ヒットした相は、FOM(性能指数)でソートされます。FOM は 0 から 100 の値を取り、値 が小さいほど一致度が高いと JADE がみなした相です。FOM に明確なしきい値はありませ んが、一般的に FOM が 10 未満の場合は真剣に検討する必要があります。



伝統的に、ICDD の PDF のような d-I リストのデータベースに対して、測定したピークの リストを使いサーチマッチが行われてきました。今日ではコンピュータの高速化と検索ア ルゴリズムの向上により、測定した回折パターン全体を利用したプロファイルベースのサ ーチマッチが採用されています。JADE でもプロファイルベースのサーチマッチが採用され ています。

プロファイルベースのサーチマッチでは、通常バックグラウンドのフィッティングと削除 が必要ですが、バックグラウンドが非常に低レベルな場合とサーチマッチの対象とするデ ータの範囲を単一または少数のピークにする場合は例外となります。

見やすくするためにバックグラウンドの除去を行う場合は、想定外のヒットを減らすため にバックグラウンドの除去と共に Kα2 ピーク除去を行います。視覚的にピークを識別する のが困難でない限り、回折パターンのスムージングは必要ありません。 ●ゼロオフセット

「スキャン | 最近のファイル」リストのタブを開くと、右上に下図のツールバーが表示さ れます。「2θ(0) = ●●°」のボタンの上にマウスポインタを合わせてホイールを回転させ ると、手動でゼロオフセットを行えます。

ワンクリック分析 😂 💵 🖧 骄	× ∂ -⊡ (> 1	s 全 🔎 🕞 🗸 🕡 相を検索	>
ファイル (0) 色付け (0) 🛛 📿	(‡ャンリストのツールハ゛ー:	≣ ▼ ± ≠ ≎ ↔ 2θ(0)=0.0°	1 🛙
スキャンハペラメーター		■▼ フィルムストリップで又はファイルの種類	• ここをクリック
20.0°/78.0°/0.02°/4(s), I(p)	=5188.0/38.0, Cu	新たにロート したスキャンに対する20ゼロ (探索またはリセット、スクロールして調節、	はフセット 保存 Ctrl:指定)

また、プロットウィンドウの X 軸にある 「回折角(2 θ)」 にマウスポインタを合わせてホイ ールを回転させる方法でも、手動でゼロオフセットを行えます。



●サーチマッチに使用するデータベース(サブファイル)の選択

JADE のウィンドウの右下(ステータスバーの右端)に、サーチマッチに使用するデータベース(サブファイル)を表示する項目があります。

この部分をクリックすると、JADE で利用可能なサブファイルの一覧が表示され、どのサブファイルをサーチマッチに使用するか選択できます。



すべてのサブファイルを使用したい場合は、「すべてのサブファイル」を選びます。 複数のサブファイルを選択する場合は、「複数選択を有効化」にチェックを付け、その後、 使用したい複数のサブファイルを選びます(チェックを付けます)。



JADE の使用例(7) サーチマッチ(結晶相同定 2) フィルタによる絞り込み

サーチマッチを行うときに、元素や単位胞情報を指定して候補を絞り込むことができます。

●元素/化学フィルタによる絞り込み

「相リスト」タブを開くと、それに連動してサーチマッチ用のツールバーが表示されます。 そのサーチマッチツールバーの「元素/化学」ボタンをクリックすると、元素/化学フィルタ を設定するダイアログを開くことかできます。



個別に元素を指定

「元素/化学」タブには周期表が表示されます。各元素のボタンをクリックすることで、元素の種類でフィルタを設定できます。元素のボタンをクリックするごとに、可能性がある元素/必要な元素/無指定の状態に切り替えられます。

総 相同定(S/M)に適用する相の元素/化学及び/又は単位胞フィルタ									
元素化学● 単位胞等 S/M: RDB-ICDD-CSD ({ ~ 圓 I → AII 加える OK									
■ 元素の凡例(クリックして色	きを変更) し、 () より多くの元素の特性 … 10								
Li Be - 可能性のある元素	泰 📕 - 必要な元素 — B C N O F Ne								
	▲ すべてが必要 0.10 - Al Si P S Cl Ar								
K Ca Sc Ti V Cr Mn	n <mark>Fe Co Ni Cu</mark> Zn Ga Ge As Se Br Kr								
Rb Sr Y Zr Nb Mo Tc	c Ru Rh Pd Ag Cd In Sn Sb Te I Xe								
Cs Ba Hf Ta W Re	e Os Ir Pt Au Hg Tl Pb Bi Po At Rn								
Fr Ra La Ce Pr Nd	d Pm Sm Eu Gd Tb Dy Ho Er Tm Yb Lu								
Ln An Ac Th Pa U Np Pu Am Cm Bk Cf Es 🤨 🗢 切り替える									
化学基 ~ 任意の化学量論、	✓ Esc キーを押すことでダイアログを表示・閉じることができます ✓								

<u>元素の族などのグループで指定</u>

元素を1つずつクリックしてフィルタの条件を指定していくだけでなく、下図のように「ア ルカリ金属」「アルカリ土塁金属」「軽元素」といった族やグループを選び、一度にまとめて 元素を指定することもできます。

╣、相同定(S/M)に適用する相の元素/化学及び/又は単位胞フィルタ ×								
元素化学• 単位胞等	S/M: RDB-ICDD-CSD (E 🗸	🕞 АШ ДОЙЗ ОК						
H Li Be Na Mg K Ca Sc Ti V Cr Mu	eを変更) ↓ - 必要な元素	軽元素 共通の元素 アルカリ金属 アルカリ土類金属 Kr						
Rb Sr Y Zr Nb Mo To Cs Ba Hf Ta W Re Fr Ra La Ce Pr Nd Ln An Ac Th Pa U H2O - 7水和物 単体	c Ru Rh Pd Ag Cd KG e Os Ir Pt Au Hg Hg i Pm Sm Eu Gd Tb Hg i Pm Sm Eu Gd Tb Hg i Pm Sm Eu Gd Tb Hg i Np Pu Am Cm Bk Cd Im i A: O.O Im B: O.O Im C Im	速移金属 Xe 希土類金属 Rn 他の金属 Lu 非金属 オス オス → ペゲン みがス →						

<u>結晶系や大きさなど単位胞の条件でフィルタを設定</u>

「単位胞等」タブでは、結晶系や単位胞の大きさ、密度、空間群などをフィルタの条件とし て設定できます。

╣、相同定(S/M)に適用する相の元素/化学及び/又は単位胞フィルタ ×									
元素化学• 単位胞等	S/M: R	DB-ICDD-CSD ({ 🗸 📙 🤇	All 加える OK						
結晶系 三斜晶系 単斜晶系 直方晶系 正方晶系 六方晶系 立方晶系 	格子系 単純格子 原心格子 体心格子 面心格子 NA: 0 下	データのソース (S)* □ 回折計 (D) □ 計算した (C) □ デンシトメーター (F) □ フィルム/視覚化(V) □ その他 (X) * 粉末ヵ ターク	 品質記号 (Q) □ 共通 (+) □ 中間の相 □ 普通ではない(?) □ 原子座標を持つ 任意のサフやラス ~ 						
単位胞-a 単位胞-b 0.00 ↓ 0.00 ↓ 0.00 ↓ 0.00 ↓ 三強線d値(Å): 0.0	単位胞-c c/a 0.00 ÷ 0.00 0.00 ÷ 0.00 0.00 • 0.00	体積 密度 I ↓ 0.0 ↓ 0.000 ↓ ↓ 0.0 ↓ 0.000 ↓ ↓ 0.0 ↓ 0.000 ↓ ↓ 0.0 ↓ 0.000 ↓ ↓ 0.0 ↓ 0.000 ↓	RIR値 空間群 .0 ↓無し ∨ .0 ↓ 0 ↓-Z# .10 ↓-20 誤差 (±)						

元素/化学フィルタのオン・オフの切り替え

サーチマッチを行うときに、「元素/化学フィルタ」ダイアログで設定した内容を適用するか 適用しないかを1クリックで切り替えられます。「元素/化学」と書かれているボタンの左隣 のアイコンをクリックするとオン・オフを切り替えられます。

リセットすると再設定するのに手間がかかる場合などに役立ちます。

・「元素/化学」フィルタを適用する場合

「元素/化学」ボタンの左隣のアンコンが押された状態(四角い線で囲われた状態)にして、 サーチマッチを実行します。

... Δd±0% Δ2θ±0.12° =< 🎗 ۞ 元素/化学... ⑧ S/M ▼ 💥

・「元素/化学」フィルタを適用しない場合

「元素/化学」ボタンの左隣のアンコンが押されていない状態(四角い線で囲われていない状態)にして、サーチマッチを実行します。

.... Δd±0% Δ2θ±0.12° =< 找 췋=元素/化学... ⑧ S/M ▼ 💥

●サーチマッチのパラメータをリセットする方法

さまざまなサーチマッチの設定をリセットしたい場合は、下図の「S/M パラメータをリセット」ボタンを左クリックします。



左クリックするとリセットされます。「S/M のパラメータをデフォルト値にリセットしました」というメッセージがポップアップし、確認できます。

	÷	S/MØパラ	メータをデ フォ	ルト値にり	セットしました	1	
	◎ -元	素/化学	S/M	- ×	ባንሳዛቃク分	析 😂 🗈	BC
ľ			W				
	<u>M</u> (プロファイル	(0)上盘在	t/+ (0)			
			S/M/	' ラメータを	リセット S/M	を再実行(F4)
	RIR	重量%	BR 70 F	OM (II)	スクニルロ	771(X)	スワール

JADE の使用例(8) サーチマッチ(結晶相同定3) 指定範囲のピークのみで同定

サーチマッチのときに役立つ機能をご紹介します。

JADE のサーチマッチの機能では、測定した粉末回折パターンのデータ全体を利用して同定 を行うだけでなく、ユーザが指定した20の範囲のピーク情報だけを使い同定を行うことが できます。この範囲指定は、1つのピークのみまで絞り込みが可能です。

JADE はサーチマッチを行うときに、解析対象としてプロットウィンドウ内に表示されているピークに注目します。

プロットウィンドウに切り取られた外側のピークは、相が存在する可能性の FOM を評価す る際にあまり注意を払われません。JADE はプロットウィンドウの中にあるピークに強線が 一致する相のみを、上位の候補として取り上げます。

サーチマッチの際に、JADE はそのときのプロットウィンドウの中の最大スケールを基準に ピーク強度を再正規化します。この再正規化により、回折パターンの中で少量成分があたか も主要成分かのように扱うことができます。

● 20の範囲を絞ってサーチマッチ

JADE ではプロットウィンドウでマウスのドラッグやホイールの回転操作により、自由自在 にズームやパンを行うことができます。それらの操作によりプロットウィンドウで表示範 囲を調整することで、より簡単に多相の同定を行えます。



プロットウィンドウで表示する範囲を絞ったあと、「S/M」ボタンをクリックするか、「相リ スト」タブを選び、サーチマッチを行います。







● 1つのピーク情報のみでサーチマッチ(シングルピーク S/M) 1つのピークの情報のみを利用してサーチマッチを行うこともできます。

実行方法は、プロットウィンドウで着目するピークを拡大表示し、そのピークの上でクリッ クするだけです。まず目的のピークをマウスでドラッグし、拡大します。



ピークの上にマウスポインタを近づけると、通常は矢印マークが手のマークに変わります。 手のマークに変わった状態でピークをクリックすると、そのピークの情報だけを使い、サー チマッチが行われます。





「相リスト」タブに候補の一覧が表示されます。

JADE の使用例(9) サーチマッチ(結晶相同定 4)

サーチマッチに役立つ表示設定や類似の相データを表示する機能など、知っていると解析 がはかどる便利な機能をご紹介します。

●リボンプロットの表示(実測値とデータベースのピークを比較)

「相リスト」タブの候補リストでチェックをつけて選択した相のピーク情報を、プロットウ ィンドウに表示される実測の粉末回折パターンの下部に表示できます(リボンプロット)。実 測のパターンと一緒に見ることで、どの程度一致しているかわかります。

リボンプロットでは、各相のピーク位置と強度を把握できます。データベースでピーク強度 が大きい位置には色が濃い線、ピーク強度が小さい位置には色が薄い線が表示されます。







●リボンプロットの強度を線の高さ(長さ)で表現

リボンプロットの強度の表示を、色の濃さではなく線の高さで表現することもできます。 設定を変更するには、リボンプロットの表示/非表示を切り替えるアイコンの上で右クリッ クし、「リボン On」を選びます。

※「リボン Off」はリボンプロット自体を非表示にする設定です。







●リボンプロットの高さを変更

リボンプロットの枠(高さ)を変更するには、リボンプロットのアイコンの上にマウスポイン タを合わせ、マウスのホイールを回転させます。最大 30 ピクセルまで拡大できます。



●主要ピークを拡大表示するピークカットアウト機能

相リストで候補の相をクリックしたときに主要ピークを拡大表示するように設定できます。 「相リスト」タブ下部の「S/M ピークカットアウト」アイコンをクリックし、ボタンが押 された状態にしておき、候補の相をクリックすることで下図のように拡大できます。



●ピークにラベル表示1(データベースの情報をピークのラベルとして表示する方法) 同定した相のデータベースの情報を、プロットリストの各ピークにラベルとして表示する ことができます。表示できる情報は、以下の項目です。フォントサイズや文字の角度などの スタイルも変更できます。

- ・相 ID(Rutile、Hematite などの相の名前)
- ・化学式(TiO2、Fe2O3 など)
- ・相番号(1、2、3…)やアルファベット(A、B、C…)、記号などの相を識別する情報
- ・ピーク番号、回折角(2 θ)、d 値(Å)、(h k l)、ピークの強度(%)



			1 4.	magnotito		544
		d(Â)	1	Oxy-schorl	Ale	.741B3Ca0.0
		(hkl)		Perovskite	Ca	O ₃ Ti
		24 04	1	Sb11F43,mP108,.	. F ₄₃	Sb11
		短度70	6	Sb2F7,mP36,11	F73	Sb ₂
	~	回折角		Sb2F7,mP36,11	F ₇ :	Sb ₂
	~	うわ乗号	$ \psi$	Sb2F7,mP36,11	F ₇ :	Sb ₂
	Ľ	717番号		Sh2E7 mP36 11	F-,	Sb ₂
		点など・・・	~	100% ドット		Sb ₄
33.		á m. I	~	占~垂量%	1	Sb ₄
2		ж 0			1	Sb4
Ę.		相番号	~	(hki) / hki	4	Sb ₄
503		アルファヘジット	~	<mark>(hkl)上</mark> の横線		Sb7
			~	±ットのフェート・イン	8	SD Sh
315		A =+ T	~	文字のハロー	1-1	Sb
3			<u> </u>		1	V4
3		相口	±	フォントサイス゛ <mark>(9)</mark>	69	V4
		化学式	4	フォントの傾き <mark>(90°)</mark>		V ₄
		マーカー <mark>Off</mark>	18	1%閾値 (0)	5	V ₄
	▣	凡例 ▶	X	短縮化ID (0)	四	ルするか±キーを打
	_				i)id	
ቻ 😂		🕰 96 💹 🗷 –	0	表示をリセット		相を検索 …

ラベル設定で「化学式」を選択した場合の表示例です。



ラベル設定で「化学式」と「(hkl)」を選択した場合の表示例です。



●ピークにラベル表示2(ピークサーチの結果情報をラベルとして表示する方法) データベースの情報ではなくピークサーチの結果をラベルとして表示することもできます。 データベースに収録されているd値や20を表示するのではなく、実測のデータのピーク位 置などをラベルとして表示したい場合などにこの機能を使います。

「ピーク」タブを開き、ツールバーの「タグ」メニューをクリックし、ピークのラベルとし て表示したい項目を選びます。下図のようにラベルが表示されます。



●結晶構造の図の表示

「相リスト」タブに表示された候補が結晶構造のデータを持っている場合、プロットウィン ドウに結晶構造の図を表示することができます。



表示された図は、マウスでドラッグすることで図を回転させることができ、ホイールを回転 させることで大きさを変えられます。また、図の上で右クリックすると、図の表示スタイル を変更できます。



JADE の使用例(10) サーチマッチ(結晶相同定 5) 類似候補の表示

サーチマッチを行うと、「相リスト」タブに候補の相が表示されますが、それらの相の類似 データをデータベースから一括して呼び出すことができます。

●類似候補の表示

サーチマッチを行うと、下図のように「相リスト」タブに候補の一覧が表示されますが、ク ローバーマークの欄に1より大きい値が表示される相に関しては、データベースに類似デ ータが存在します。表示される値は、類似の相データの数です。

🖲 74	ャン (1) 最近のファイル	🗳 相リスト (14) ヒット	· (0)	፟ጱ ዸ∿−ጛ	(28)		折線 <mark>(3</mark>	2) 🋝 7ຳ
∀ #	相 ID (0)	化学式	P	DF-#	餌	•	RIR	FOM (n)
1	Rutile	TiO ₂	98-0	00-0375	٠	27	3.40	1.5 (12)
2	Hematite	Fe ₂ O ₃	98-0	00-0240	٠	57	3.18	4.6 (12)
3	Chromium Titaniu	CrTiSbO ₆	00-0	50-0179	۲	3		6.5 (10)
4	Hematite-proto	Fe _{1.9} H _{.06} O ₃	98-0	00-3251	٠	2	2.21	9.1 (11)
5	Anatase, syn	Ti _{0.72} O ₂	01-0	86-1157	٠	14	3.60	11.9 (07)
6	Periclase	MgO	98-0	00-5761	٠	29	3.27	14.0 (03)
7	Lithium Manganes	Li _{0.25} Ti _{0.5} Mn _{0.5} O	04-0	16-9150	٠	5	2.74	17.2 (04)
	Iron Titanium Anti	Tin on Fen 40 Sbn 40	04-0	20-5994		2	4.21	18.6 (09)

類似の相データを表示するには、「相リスト」タブで相を選び、クローバーマークのアイコン(「類似の相を表示」機能)をクリックします。

	$\Delta d \pm 0\% \Delta 2\theta \pm 0.12^\circ = <$	兆 �=元素/化学	🕑 S/M ·	• 🗙 ワンク!	リック分	析 🧧) =• .	BS 5% 🖄		2 🖻 🕯	<mark>0 @ • © •</mark> [(1) 相を相	黛索
• 7	スキャン (1) 最近のファイル 🛛 🌼 柞	泪リスト (25) ヒット (0)	차 t~->(28) 回折約	泉 <mark>(4</mark> 1	I) J	∿. 7°ם7	ァイル <mark>(0) </mark> 自	自付け、の		 相を探索 	\$る_ Q	89 🖻
√ #	相 ID (0)	化学式		PDF-#	餌	+	RIR	FOM (n)	スケール <mark>(I)</mark>	۶٦٢ (۴)	結晶系 🗊	a (Å)	b ^
	Rutile	TiO ₂	04	-003-0648	٠	27	3.61	2.0 (13)	1.000	0.0:20 👯	。 傾似の相を表示	詳細を表決	7
2	e Hematite	Fe ₂ O ₃	98	-000-0240	٠	57	3.18	4.6 (12)	0.400	-0.040	ヒットリストを入れ	かえるための	Dスクロール
3	Chromium Titanium Ant	CrTiSbO ₆	00	-050-0179	\odot	3		6.5 (10)	0.580	0.060°	正方晶系	4.5909	4.5
4	Hematite-proto	Fe _{1.9} H _{.06} O ₃	98	-000-3251	٠	0	2.21	9.1 (11)	0.340	-0.080°	六方晶系	5.0258	5.0
5	i Hematite-proto	Fe _{1.9} H _{.06} O ₃	98	-000-3252	٠	2	2.10	9.7 (10)	0.390	0.020°	六方晶系	5.0410	5.0
6	Hematite	Fe ₂ O ₃	00	-001-1053		0		10.3 (10)	0.160	-0.020°	六方晶系	5.0280	5.0

「相リスト」タブが左右に二分割され、右側に「ヒットリスト」欄ができ、データベースの 類似データが表示されます。これらを「相リスト」に追加するには、追加したいものをダブ ルクリックするか、「相リスト」のスペースにドラッグ&ドロップします。

• 77	ャン(1) 最近のファイル – 🗳	・相リスト (25) ヒット (27)	🏃 ピーウ (28) 回折線 (32) 🛝 プロファ⁄	イル <mark>(0) </mark> 色	:付け (0) 🛛 📑 🌩	4 相を探索する	5_9, 💖 🖻
∀ #	相 ID (0)	化学式	PDF-# ^	相 ID (27)		化学式	PDF-#	FOM (n) ^
1	Rutile	TiO ₂	04-003-064	Rutile		TiO ₂	98-000-0375	1.5 (12)
2	Hematite	Fe ₂ O ₃	98-000-024	Rutile	3	TiO ₂	98-001-1857	1.7 (13)
3	Chromium Titanium Ant	L., CrTiSbO ₆	00-050-017	Rutile		TiO ₂	98-000-6595	1.7 (13)
4	Hematite-proto	Fe _{1.9} H _{.06} O ₃	98-000-325	Rutile		TiO ₂	98-001-4284	1.8 (13)
5	Hematite-proto	Fe _{1.9} H _{.06} O ₃	98-000-325:	Rutile		TiO ₂	98-001-1305	1.8 (13)
6	Hematite	Fe ₂ O ₃	00-001-105:	Rutile		TiO ₂	98-001-1023	1.9 (13)
7	Anatase, syn	Ti _{0.72} O ₂	01-086-1157	Rutile		Ti_992O2	98-000-2757	1.9 (12)
8	Periclase	MgO	98-000-576 ⁻	Rutile		Ti _{.91} Al _{.08} Nb _{.01} Cr _{.01} O ₂	98-000-2756	2.1 (12)

JADE の使用例(11)参照強度比法(RIR法)による簡易定量

プロファイルフィッティングが行われたピークのリストと、「相リスト」タブで同定された 結晶相の情報を使用し、RIR 法(参照強度比法)による定量分析を実行できます。RIR 法によ る定量分析は、ツールバーの「RIR」ボタンから実行できます。



結晶相の同定

まず、測定データに含まれる結晶相の同定を行います。

「相リスト」タブを開くか、ツールバーの「S/M」ボタンをクリックするなどして、相同定 を行います。存在すると思われる相にチェックを付けてください。



2. プロファイルフィットによりピーク強度を算出

試料に含まれている相の同定ができたら、各相についてのプロファイルフィット(ピークフ ィット)を行い、各相のピーク強度を求めます。

「プロファイル」タブでツールバーの「メニュー」から「プロファイルの制限」→「ライン マーカー」を選ぶと、相同定の結果に基づくピーク情報を使いプロファイルフィッティング が行われます。(※「現在のピーク」を選ぶとピーク検索の結果に基づきます)



	🛝 ጋግጋንብ 💙	Ka2有り							その他: 4
ð	面積(a	Kα1/α2 比		形状因子	FWHM(°)	XS(Â)	AP	(h k l)	相ID
2)	6.5 (0.000v	0.471 (0.095)	185			
))	326.0 (5.	非対称を統一	1	0.744v	0.387 (0.004)	231		(101)	Anatase • TiO2
5)	652.7 (10.	形状因子を紡	ī	1.000v	0.103 (0.001)	>1000		(110)	Rutile • TiO2
3)	298.4 (6.	FWHM を統-	-		0 440 (0 000)	. 1900		(104)	Hematite • Fe20
9)	224.6 (6. 📰	フロファイルの制	限 ▶	万半	≤(S) = 0.5	00 کے		(110)	Hematite • Fe20
7)	277.6 (5	非晶質の制版	非具质の制限		İ 称性 = 0.0	町 100		(101)	Rutile • TiO2
1)	20.6 (3.	3F88 A (7) #0P	< ,	角度	t = ±0.5°	t) :31		(103)	Anatase • TiO2
))	54.8 (4. 🛝	メニューを表示	•	FW	- HM = 3.0°	豎 :05		(004)	Anatase • TiO2
))	23.4 (5.4)	3.6 (0.8)%	0.336	364-		豊 23		(112)	Anatase • TiO2
5)	45.9 (2.8)	7.0 (0.4)%	0.336	JEX:	林州王 - 王0.95	100		(200)	Rutile • TiO2
1)	69.3 (3.2)	10.6 (0.5)%	0.336	非效	「称を固定	_ୁ ।00		(113)	Hematite • Fe20
				現在	Eのピーク	*			
叇	示」右加ッルてう	心ドが最小化、	ドラッグして	• ライン	マーカー ►			WPF	📢 🤽 🛄 < < 1
				🤨 Ali-7	°ኑቲ°ック ኝ	を入れた相	又は	現在のヒット	(ある場合) の

[Ctrl]キーを押しながら「フィッティング」ボタンを押すなどして、プロファイルフィッティングを実行します。



3. RIR 定量分析の実行

「RIR」ボタンをクリックすると、RIR 法を用いて定量分析を行うダイアログが開きます。



ダイアログ下部の「フィットされたピーク」タブには、プロファイルフィットされたすべて のピークのリストが表示されています。また、数値の色により、どのピークがどの相と関連 付いているかがわかります(ダイアログ上部の相リストの相の色と、関連付けられたピーク の特性値が同じ色で表示されています)。

😂 参照強度比 (Reference Intensity Ratio; RIR) による定量分析 [DEMO06.MDI]								
閉じる Wt%	RIR	🍓 🖫 P3	S: 0 🚔 RIR	: 3.40 🔺 W	11% 53.8 1	* IS 1+3	5 🔄 1-A 🔀 TiO2	
相 ID (3)	化学词	रौ RI	Rρ,	u Wt%	体積%	NP PDF-#		
Rutile	TIO ₂	3.4	0 4.251 54	9.6 53.8 (1.7)	55.7 (2.1)	1 98-000-0375	i	
Hematite	Fe ₂ C	D ₃ 3.1	8 5.270 115	3.5 27.2 (0.9)	22.8 (0.9)	2 98-000-0240	1	
Anatase	TIO ₂	5.1	0 3.893 50	3.4 19.0 (0.6)	21.5 (0.8)	2 98-000-0081		
フィットされたヒペーク	重量%	図 🗌 分	析する相に使用]するピーク(こチェッ	りを入ます			
回折角(゜)	d(Å)	FWHM(*)	高さ	面積(α1)	面積(α1)%	1%(r) (hkl)		^
24.197	3.6752	0.129 (0.004)	442.8 (19.0)	81.3 (4.3)	12.5 (0.7)%	30.7 (012)		
25.373	3.5074	0.389 (0.004)	607.6 (8.6)	317.5 (5.4)	48.8 (0.8)%	100.0 (101)		
27.484	3.2427	0.102 (0.001)	4121.1 (53.7)	650.3 (10.0)	100.0 (1.5)%	100.0 (110)		
33.191	2.6970	0.120 (0.002)	1678.0 (31.9)	304.1 (7.2)	46.8 (1.1)%	100.0 (104)		
35.669	2.5151	0.123 (0.002)	1204.6 (27.0)	228.0 (6.3)	35.1 (1.0)%	72.1 (110)		
36.108	2.4855	0.095 (0.001)	1877.0 (32.7)	278.5 (5.6)	42.8 (0.9)%	44.9 (101)		
36.995	2.4280	0.429 (0.046)	34.7 (5.6)	21.7 (3.9)	3.3 (0.6)%	5.5 (103)		
37.852	2.3749	0.445 (0.040)	105.0 (?)	50.0 (?)	7.7 (?)%	20.2 (004)		
38.540	2.3341	0.625 (?)	17.5 (?)	11.6 (?)	1.8 (?)%	6.6 (112)		
39.231	2.2946	0.107 (0.005)	262.4 (17.3)	43.4 (3.3)	6.7 (0.5)%	6.4 (200)		
38.712	2.3241	0.913 (?)	14.4 (?)	14.0 (?)	2.1 (?)%			
40.897	2.2048	0.125 (0.003)	391.3 (15.0)	67.9 (3.2)	10.4 (0.5)%	23.0 (113)		
41.265	2.1860	0.103 (0.002)	891.6 (21.0)	137.9 (3.8)	21.2 (0.6)%	21.3 (111)		Υ.

ピークの前にあるチェックボックスを使用し、RIR 法で定量分析をするときにどのピーク の情報を使い、どのピークの情報は使わないか選択できます。チェックを付けたピークの情 報のみを定量分析に使用します。

※このダイアログの相リストに不要な相が含まれている場合、このダイアログを開く前に JADE のメインウィンドウの「相リスト」タブで、不要な相を削除する必要があります。

😂 参照強度比 (Reference Intensity Ratio; RIR) による定量分析 [DEMO06.MDI]									\times	
閉じる Wt%	RIR	🍓 🗄 P3	S: 0 🚔 R	IR: 3.	40 🌲 W	t% 53.8 1	*	IS 🗌 1+S	□ 1-A TiO2	
相 ID (3)	化学起	t RI	Rρ	μ	Wt%	体積%	NP	PDF-#		
Rutile	TIO ₂	3.4	0 4.251	549.6	53.8 (1.7)	55.7 (2.1)	1	98-000-0375		
Hematite	Fe ₂ C	3 3.1	8 5.270 1	153.5	27.2 (0.9)	22.8 (0.9)	2	98-000-0240		
Anatase	TiO ₂	5.1	0 3.893	503.4	19.0 (0.6)	21.5 (0.8)	2	98-000-0081		
フィットされたヒペーク	重量%	図 口分	析する相に傾	使用する	ちとペークにこチェック	た入ます				
	d(Å)	FWHM(*)	高さ	i	面積(α1)	面積(α1)%	1%(r) (hkl)		^
24 2	3.6752	0.129 (0.004)	442.8 (19.	0)	81.3 (4.3)	12.5 (0.7)%	30	.7 (012)		
25.870	3.5074	0.389 (0.004)	607.6 (8.	6) 3	317.5 (5.4)	48.8 (0.8)%	100	.0 (101)		
27.484	3.2427	0.102 (0.001)	4121.1 (53.	7) 65	50.3 (10.0)	100.0 (1.5)%	100	.0 (110)		
33.191	2.6970	0.120 (0.002)	1678.0 (31.	9) 3	304.1 (7.2)	46.8 (1.1)%	100	.0 (104)		
35.669	2.5151	0.123 (0.002)	1204.6 (27.	0) 2	228.0 (6.3)	35.1 (1.0)%	72	.1 (110)		
36.108	2.4855	0.095 (0.001)	1877.0 (32.	7) 2	278.5 (5.6)	42.8 (0.9)%	44	.9 (101)		
36.995	2.4280	0.429 (0.046)	34.7 (5.	6)	21.7 (3.9)	3.3 (0.6)%	5	.5 (103)		
37.852	2.3749	0.445 (0.040)	105.0 (?)	50.0 (?)	7.7 (?)%	20	.2 (004)		
38.540	2.3341	0.625 (?)	17.5 (?)	11.6 (?)	1.8 (?)%	6	.6 (112)		

RIR 定量の計算をするには、1 つの相に最低 1 つのピークが割り当てられていることが必要 です。複数のピークを計算に使用する場合、追加のピークが適切にフィッティングされてい る場合のみ結果を改善できる点に注意してください。相リストで RIR 値が与えられている 場合、「重量%図」タブで重量%の値が自動的に計算されます。

😂 参照強度比	参照強度比 (Reference Intensity Ratio; RIR) による定量分析 [DEMO06.MDI]								
閉じる Wt%	RIR 🍓 🖫) PS:	0 *	RIR: 3.	18 🌲 Wt	% 26.0	1 *	- IS 1+S	🗌 1-A
相 ID (3)	化学式	RIR	ρ	μ	Wt%	体積%	NP	PDF-#	
Rutile	TIO ₂	3.40	4.251	549.6	54.2 (1.7)	56.0 (2.1)	1	98-000-0375	
Hematite	Fe ₂ O ₃	3.18	5.270	1153.5	26.0 (0.8)	21.7 (0.8)	2	98-000-0240	
Anatase	TiO ₂	5.10	3.893	503.4	19.8 (0.6)	22.3 (0.8)	2	98-000-0081	
± Rutile • T → Hematite → Anatase •	702 = 54.2% • Fe2O3 = 26.09 • TiO2 = 19.8%	6	Red	26.0 Paint P	19.8 19.8 19.8 Pigment	☑ 移動: % Mixture	天印	● 円がうフ ○ ?	棒りづフ

JADE の使用例(12) 結晶化度の算出

JADE のプロファイルフィッティングの機能を使い、回折パターンのピークの面積を求める ことで、結晶化度を算出することができます。

●プロファイルフィッティングの実行

粉末回折パターンのデータを読み込み、「プロファイル」タブを開きます。プロファイルフ ィッティングを実行するためのツールバーが表示されます。





「初期化」ボタンをクリックします。現在の表示範囲のプロファイルが初期化されます。

回折パターンのさらに上に表示されている図は、実測の回折パターンと表示されているプ ロファイルの残差です。

・手動でピークを追加したい場合、ピークを追加したい位置でマウスを左クリックします。 ・ブロードなピーク(非晶質ピーク)を追加したい場合、キーボードの[Shift]キーを押しなが ら、ピークを追加したい位置でマウスを左クリックします。



ピークを追加したい位置で左クリックします。



ピークが追加されます。



キーボードの[Shift]キーを押しながらマウスを左クリックすると、ブロードなピーク(非晶 質成分)を追加できます。



ブロードなピークを追加すると、下図のようになります。



ブロードなピークは単純に幅が広いピークというだけでなく、JADEの中で非晶質成分とし て認識されます。「プロファイル」タブのピーク情報のリストを見ると、下図のように「AP」 欄にドット(●印)が表示されます。結晶化度を算出するときにこの情報が使われます。



ピーク情報のリストの中で、特定のピークを非晶質ピークと設定することもできます。その 場合、表の中でピークを選び右クリックし、「非晶質ピーク」を選びチェック印をつけます。

n VII	• X=1- • MJ	初期化	 7<>¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬¬	≣▼ 実行	😂 rir 💆	IPC 🖄	結晶	子 🗙	E.	BC
折線((0) 🛝 7 ີ 17:	թ∕⊮ <mark>(10)</mark>	色付け <mark>(0)</mark>					Za	の他:	<u>∆</u> 2€
<mark>(α1)</mark>	面積(α1)%	非対称 ¹	形状因子	FWHM(°)	積分幅 <mark>(°)</mark>	XS(Å)	AP	(h k l)		
6 (?)	19.7 (?)%	(ドーカ位置		4 (?)	210				
7 (?)	41.1 (?)%	¢	с лав. •••		ຸ i0 (?)	173				
6 (?)	94.7 (?)%	(BC		当 3 (?)	14	٠			
1 (?)	100.0 🔊		FWHM		- 他 6 (?)	185				
2 (?)	4.9 (?)%		形状因子		新 1(?)	194				
2 (?)	4.7 (?)%		非対称性		🕅 .3 (?)	178				
9 (?)	8.4 (?)%	 Image: A set of the /li>	非晶質ピーク		iā (?)	156				
7 (?)	11.4 (?)%			20	3 (?)	161				
0 (?)	11.8 (?)%	(Ⅲ▶	平坦な頂部	をスキッフ チェ:	ックを入れると、	結晶化		計算しま	đ 👔	
表示	できます	#	FWHM を指	定…		1)		< <24.	5°>	δ=(

「フィッティング」ボタンをクリックすると、プロファイルフィッティングが実行されます。 実測の回折パターンに重ね合わせる形でフィット結果のパターンがピンク色で表示されま す。上部に表示される残差もチェックしてください。



回折パターンの上と、JADE のウィンドウのいちばん下に結晶化度が表示されます。



JADE の使用例(13) 結晶子サイズの推定

結晶子サイズが小さくなるほど回折パターンのピークの広がりが大きくなることを利用し、 粉末 XRD パターンから結晶子サイズを推定できます。

測定されたピークの広がりは、サンプルの広がりと装置による広がりの両方の影響を受け ているため、最初にピークの広がりがほとんど生じない結晶子サイズが大きいサンプルか ら装置特有の広がりを表わす曲線(IPC = instrument profile curve)を作成します。 IPC の作成後、測定したサンプルのピークの広がりから機器の広がりを差し引くことで、結 晶子サイズを計算できます。

JADE では、プロファイルフィッティングを使用して、ピークの広がりを FWHM 値として 取得し、そこからすべての結晶子サイズ関連の計算を実行します。

●IPC の作成(結晶子サイズが大きなサンプルでプロファイルフィッティングを実行)

実際に結晶子サイズを推定する場合、まず IPC(Instrument Profile Curve)を作成します。 結晶子サイズが大きなサンプル(ピークの広がりがほとんど生じないサンプル)の回折パタ ーンを用意してください。

※JADE の体験版で試す場合は、JADE の「Demofile」フォルダの「CPD-Y2O3.rd」を使う と実際に試すことができます。「CPD-Y2O3.rd」は下図のような回折パターンです。



データを JADE で開いたあと、プロファイルフィッティングを実行する前に、どのようにプロファイルを挿入するか確認します。ツールバーの「メニュー」から「プロファイルの制限」→「現在のピーク」を選ぶと、ピーク検索の結果を利用してその位置にプロファイルが挿入されます。

0 50	лЦ 60	0 70 80 回折角 (26	•• • ••	4	4 4 h. 110 120	սևդսես դ 0 13	<u>мирин</u> 0 14	шт.ң 0
◆ 擬 Voigt ↓ がM しない) た 重心(*)	y=₁- · ✓	▲ 初期化 ▶ 7ィッテ Ka2有り Ka1/a2 比 Ka2/a1 幅 非対称を統一1 形状因子を統一	(2)が つ ⁹ 1177 高さ	⇒ 実行 ② RIR ○ •/ル (0) 色付け (0) · 面積(α1)	IPC ※ 結晶 面積(α1)%	子 🗙	■ 20	¥≦ ⊾ その
	≭ ▶ ≭ ▶ _A_	FWHM を統一 フ [°] ロファイルの制限 非晶質の制限 メニューを表示 ト		分率(s) = 0.5 非対称性 = 0.0 角度 = ±0.5° FWHM = 3.0° 非対称性 = ±0.95 非対称を固定	2°ロファイル制限と初期化。			
数ピークに対するフ アをすると、多数の フィッティングの速度も	パロファイ ビークに 5出来:	(ルフィッティング・ビーク分解)) :フィッティングをしなければい 栄えも改善され、それがフ	•	現在のビーク ラインマーカー ヘルフ°トビック … ビー	きりとした クサーチからブ ロフ っ ano で)決まるる	: <u>ハ[*]ックケラウン</u> ァイルを挿入 こいうことで	」 [、] 領域の るより、複 す。ヒ [®] ークの	

 ツールバーで、プロファイルフィッティングを行う際のバックグラウンドのフィッティングモデルやプロファイル関数を選択できます。プロファイル関数は、擬 Voigt、 Pearson VII、FCJ モデル、分割 Pearson's VII から選べます。

	<i>回祈拜</i> (2θ˘)	
头 列 直線 BG ▼	擬 Voigt ▼ メニュ- ▼ ML 初期化	▶ 7ィッティング 🖙 実行 😂
兆 ピーク(82) 匝 重心(d) E	● 擬 Voigt Pearson VII FCI モデル 殆どの 分割Pearson VII	当付け(0) ★/、4、 粉末X線回折ビークに好適 『 す

 設定ができたら「プロファイル」タブを開き、キーボードの[Ctrl]キーを押しながら「フ ィッティング」ボタンをクリックします。JADE が認識したすべてのピークに対して1 つずつ順々にプロファイルフィッティングが実行されます。

Т

	h	uh e	huu	Jul	hu	which	h_hh	hhab	u uhu	uhunh	uuh		uhu	hu
	60	70	回折角	80 ≸ (20°)	90			1	10	120	1	130	14	10
	夏重	É線 BG ▼ 擬	Voigt 👻	K=1- → M. A	の期化 🕨 7	477420) į	行 🕞 F	rir 💆 ipc	≥ 結晶:	7 (× =•	🕰 SM	🔀 WP
;	[€] ±°−3	7 <mark>(0) </mark> 回折線	(0) 🛝	プロファイル <mark>((</mark>)) 色付け (0) 7 [°] P	7ァイルをフ	ッティング	(Ctrl: すべて	をフィッティング) ブロ	17ァイルカーソル	<u>マロル</u> を切り替え	.*20±0
] [α1)	面積(α1)	非対	形状因子	FWHM(°)	XS(Å)	AP (hkl).		>	#	左角度	右角度	左計数

 プロファイルフィッティングが終了すると、下図の画面のような状態になります。ツー ルバーの「IPC」を左クリックします。IPC(Instrument Profile Curve:装置特有のピー クの広がりを表わす曲線)が作成、表示されます。





下図のように回折パターンの上に IPC が表示されます。

5. 続けて、「IPC」ボタンを右クリックし、この IPC に名前を付けて保存します。



名前を付けて「OK」ボタンを押して IPC を保存します。そのままの名前を使っても、わか りやすいように自分で名前を変えてもどちらでも構いません。

現在のFWHM 曲線を保存	×
今後のデータ解析のためにFWHM 曲線を保存するため のラヘルを入力してください。OK ホタンを夘ックすれば表 示される装置設定ダイアログで既存のFWHM カーフを確 認することができます。	OK 🖌
Y2O3 Instrument Std. (2019/12/26)	



80° 100°

メモーこのダイアログを開いたままでデータ分析を継続できます。装置固有 プロファイルパラメータに行った変更はすべて、直ちにデータの表示及び分析結果に

20° 40° 60°

反映されます。

保存すると下図のダイアログが開き、装置固有のプロファイルが表示されます。

●結晶子サイズの推定を実行(実際のサンプルでプロファイルフィッティングを実行) 結晶子サイズを推定したいサンプルの粉末回折パターンを読み込み、プロファイルフィッ ティングを行い、ピークの幅の広がりを求めます。

120°

140°

 複数の結晶相が含まれている場合、まず相同定を行い、それぞれのピークがどの相に属 しているのか特定します。「相リスト」タブを開くか、ツールバーの「S/M」ボタンを クリックして実行します。



 「相リスト」タブに表示される候補の中から、このサンプルに含まれていると思われる 相にチェックを付けます。プロットウィンドウの右側にあるリボンプロットを表示す るボタンを押してリボンプロットを表示されておくと、サンプルとデータベースのピ ークを比較しやすくなります。



 ツールバーの「メニュー」→「プロファイルの制限」で「ラインマーカー」を選ぶと、 相リストでチェックを付けた相のピーク情報を使いプロファイルを挿入します。





4. 「フィッティング」ボタンでプロファイルフィッティングを実行します。

5. 下図のように「プロファイル」タブにプロファイルフィッティングの結果が表示されま す。「XS(Å)」欄に各ピークから得られた結晶子サイズが表示されます。



 複数のピークから推定する場合は、ツールバーの「結晶子」ボタンをクリックし、結晶 子サイズと歪みの推定を行います。



 結晶子サイズと歪みを見積る専用のダイアログが開きます。サンプルに複数の相が混 在している場合、事前に相同定を行っておくと、このダイアログ右上でどの結晶相の結 晶子サイズを推定するのか選ぶことができます。



8. また、このダイアログの上部で、結晶子サイズのみをフィットするのか、結晶子サイズ と歪みをフィットするのか選択できます。



ダイアログの左上に結晶子サイズなどの結果が表示されます。
 このダイアログのグラフの各ポイントをクリックすると、そのポイントが回折パターンのどのピークに由来するものなのかが、プロットウィンドウに表示されます。
 データポイントの上で右クリックすると、そのポイントを削除し、結晶子サイズと歪みを算出する際に除外できます。

