

## 最尤推定による結晶構造解析

(名古屋工業大学) ○堀公憲、日比野寿、石澤伸夫、井田隆

井田・泉は、粉末X線回折における結晶構造解析に最尤推定を用いると、リートベルト法による構造解析の結果に比べて単結晶構造解析の結果に近くなると報告した。しかし、井田・泉の報告した解析結果は、テストデータとして公開された粉末回折強度データに対して解析を行った結果であり、測定に用いられた試料の性状の詳細が不明であった。そこで、粒径および試料の回転の有無が最尤推定による結晶構造解析の結果にどのように影響するかを調査した。

市販の  $\text{BaSO}_4$  粉末 (粒径  $1\mu$  程度以下) に  $1030^\circ\text{C}$  で加熱処理を施すことにより、粒径数十  $\mu\text{m}$  の粗大な結晶性粉末を得た。加熱処理前の試料と加熱処理後の試料の 2 種類に対して、それぞれ試料を面内回転させた場合と面内回転させない場合について  $2\theta/\theta$  走査測定を行い、4 パターンの粉末X線回折強度データを得た。それぞれの粉末X線回折強度データに対してリートベルト法と最尤推定の 2 つの方法で結晶構造解析を実施した。また、加熱処理後の試料に対しては、単結晶X線回折装置による評価を試みた。得られたプリセッション写真から、粒子が単結晶とみなせるものであるとわかった。

粗大な試料に面内回転をさせない条件で収集された回折強度パターンは微細試料について測定された回折強度パターンと大きく異なった。この条件では、リートベルト法で最適化された原子座標が単結晶構造解析による結果から大きくずれていたのに対して、最尤推定によって最適化された原子座標は誤差範囲を含めると単結晶構造解析の結果とほとんど一致した。

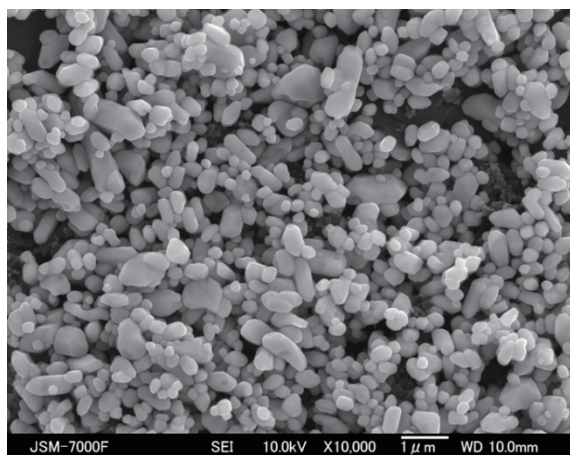


Fig.1 加熱処理前の試料の SEM 写真

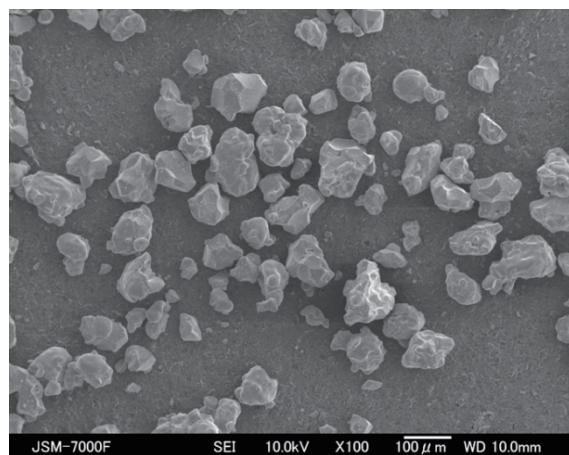


Fig.2 加熱処理後の試料の SEM 写真