

#####

## 粉末X線回折(Powder X-ray Diffraction)からの格子定数決定 ( Windows95/98/2000/NT)

#####

複雑な分子ほど、格子定数は一般に長くなる。そうすると回折線は込み合ってくる。  
そうすると、格子定数の決定もより難しくなる。それを覚悟して挑戦してみよう。

#####

### 【インストールするプログラムのリストと解析の流れ】

- (1) XRDCnv.EXE      マックサイエンス XR データを Rietveld 形式ファイル(\*.DAT)に変換
- (2) XFIT.EXE        \*.DAT を読み、ピークピックをし、XFIT.TXT ファイルを作成
- (3) XF2CRYS.EXE    XFIT.TXT を\*.CDT ファイルに変換
- (5) CRYSFIRE.EXE   \*.CDT ファイルを読み込み、格子定数の推定を行う自動解析プログラム
- (6) CELREF.EXE     XFIT.TXT を読み、上記結果を視覚化し評価する
- (7) POUDRIX.EXE    \*.DAT を読み込み、格子定数と原子のロケーションを行い、  
粉末X線回折パターンのシュミレーションを行う

#####

### 【ソフトのインストール】

<< XRDCnv.EXE のインストール >>

酒井研HPよりダウンロード : <http://www.scc.kyushu-u.ac.jp/Sakutai/>

XRDCnv.zip をダウンロードし、解凍し、適当に使えるようにしておく。

XRDCnv.EXE は Delphi 5 で開発したスタンドアロンプログラムである。現状では、マックサイエンス装置のデータファイルにしか対応していないが、ニーズに応じて他社データへの対応は検討可能である。必要な方は、email にそのデータを添付して酒井宛に送ってみて下さい(時間があれば、頑張ります)。

<< XRDCnv.EXE のインストール >>

<http://www.ccp14.ac.uk/index.html> (各種説明もあり)

<http://www.ccp14.ac.uk/ccp/web-mirrors/xfit-koalariet/k-inst8.zip>

<http://ccp14.sims.nrc.ca/ccp/web-mirrors/xfit-koalariet/k-inst8.zip>

<ftp://ftp.minerals.csiro.au/pub/xtallography/ccp14/ccp/web-mirrors/xfit-koalariet/k-inst8.zip>

などから k-inst8.zip をダウンロードして解凍する。解凍して出てくる KOALARIE という名前のフォルダは必ず c:¥直下におくこと。つまり、c:¥KOALARIE としておく必要がある。これは開発者の意向であるので言うことを聞いたほうがためである。研究者によって開発されたフリーソフトによくありがちな注文事項である。このフォルダに XFIT.TXT という実行ファイルがあるのでこれを動くようにしておく。ダブルクリックで起動する Windows ソフトであるので、ショートカットを適当に作成し、使えるようにしておく。

<< CRYSFIRE.EXE および XF2CRY.S.EXE のインストール >>

<http://www.ccp14.ac.uk/tutorial/crys/obtain.htm> (インストール上の注意も有り)

<http://www.ccp14.ac.uk/ccp/web-mirrors/crys-r-shirley/>

<http://ccp14.sims.nrc.ca/ccp/web-mirrors/crys-r-shirley/>

<http://ccp14.semo.edu/ccp/web-mirrors/crys-r-shirley/>

から crysinst.zip をダウンロードし解凍し、生成する crysfire フォルダを c:¥ 直下に置く。crysinst.exe という自己解凍ファイルでも良いが、zip に慣れている人には前者の方が扱いやすいであろう。crysinst.exe での解凍はむしろ古くから MS-DOS に慣れ親しんでいる人向けであるので、若い人には前者を勧める。後者の解凍法については上記サイトを参照せよ。

次に、環境ファイルの設定を行う。設定は2点である。一つは、MS-DOS の作業メモリをデフォルト値よりも大きくとることである。その設定を行わないと crysfire を実行時に「out of environment space」というエラーメッセージが出てしまう。これを解消するために以下の設定を行う必要がある。

Windows95/98 の場合には、c:¥config.sys ファイルを秀丸などで開き、以下の行を加える。

```
SHELL=C:¥WINDOWS¥COMMAND¥COMMAND.COM
```

```
C:¥WINDOWS¥COMMAND¥ /E:1024 /P
```

```
SHELL=C:¥WINDOWS¥COMMAND¥COMMAND.COM
```

```
C:¥WINDOWS¥COMMAND¥ /E:2048 /P
```

```
SHELL=C:¥WINDOWS¥COMMAND¥COMMAND.COM
```

```
C:¥WINDOWS¥COMMAND¥ /E:4096 /P
```

E:以下の値はコンピュータ - のメモリーの大きさによる。大きい方が良い。1024 以下には

しない。ちなみに酒井は 4096 で動かしている。

Windows2000/NT?の場合には、c:\config.sys ファイルが存在するが、これはダミーである。これらの OS では別ルートで環境変数を設定するしくみとなっている。そこで、デスクトップのマイコンピュータを選択し右クリックでプロパティを開く。出てきたウィンドウから右端の詳細を選択する。そうすると中段に環境変数というやつがあるのでそれをクリックする。下側の欄に shell という環境変数がないかどうか調べる。なければ、新規を選択する。ウィンドウが現れたら、上段の変数名に「shell」と入力する。次に下段に以下を入力する。ここからコピー&ペーストすることを奨める。つまらない入力ミスをすると動くものも動かない。

```
c:\WINNT\SYSTEM32\COMMAND.COM c:\WINNT\SYSTEM32 /e:4096 /p
```

e:以下の値の適正值はトライ&エラーで決める。おそらく上記で大丈夫である。(ちなみにMS-DOSはUNIXと異なり大文字と小文字を区別しないのでその点は気にしなくて良い)

最後にパスの設定を行う。パスの設定は既に存在するのでその行の行末に追加する形式で書き足す必要がある。新たな行を加えるのは間違いであるので注意せよ。

Windows95/98の場合には、c:\autoexec.bat ファイルを秀丸などで開き、以下の行を加える。

```
Set Path=c:\windows;c:\....;c:\????;.....;c:\windows\command
```

上記のように入力されていたらその行末に「;c:\crysfire」を書き足す。改行はしないこと。セミコロン(;)で区切っているんなパスが既に指定されているはずだが、それらの情報をおかさないように注意を要する。結局、上記を以下のように書き変える。

```
Set Path=c:\windows;c:\....;c:\????;.....;c:\windows\command;c:\crysfire
```

これで c:\crysfire へのパスが効いている状態となるので、どこからでも crysfire を実行できる。ただし、再起動の後、有効となることに注意せよ。

Windows2000/NT?の場合には、やはり c:\autoexec.bat ファイルが存在するが、これはダミーである。従って、上記同様の操作で環境変数に Path を追加する。同様にデスクトップのマイコンピュータを選択し右クリックでプロパティを開き、詳細を選択し、環境変

数をクリックする。path という環境変数がおそらく既にあるはずなので、それをダブルクリックして開く。下側の変数値の最後に「 ;c:\crysfire 」を書き足す。コピー / ペーストで持っていても良い。

これで CRYSFIRE.EXE の動作環境が整った。同時に c:\crysfire フォルダに XF2CRYS.EXE も存在するのでこのプログラムへのパスも効いた状態となる。

<< CELREF.EXE 及び POUDRIX.EXE のインストール >>

<http://www.ccp14.ac.uk/tutorial/lmgp/index.html#chekcell> (ここに色々と解説有り)

<http://www.ccp14.ac.uk/ccp/web-mirrors/lmgp-laugier-bochu/>

<http://ccp14.sims.nrc.ca/ccp/web-mirrors/lmgp-laugier-bochu/>

<http://ccp14.semo.edu/ccp/web-mirrors/lmgp-laugier-bochu/>

などから celref.zip、checkcell.zip、& poudrix.zip をダウンロードして解凍し、ショートカットを作成して使えるようにしておく。必要に応じて以下のものから見えそうなものはダウンロードしておくで後々役立つかもしれない。その判断はおまかせします。

\*\*\*\*\* LMGP Suite について \*\*\*\*\*

実は、このサイトには実に多くの優秀なフリーソフトが揃っている。開発者は Grenoble 物理学研究所の Jean Laugier によるものである。開発環境は酒井と同じ Delphi らしい。LMGP Suite と総称されるこれらのソフト群には以下のソフトがある。

<http://www.ccp14.ac.uk/index.html> (これがその解説サイトである)

- \*celref.zip      セルの推定と精密化 (今回紹介するもの)
- \*chekcell.zip    celref の応用編ソフト (自動判定ルーチンがあるが使い方がいまいち分からない。しかし、理解して使えばかなり使えるようなソフトであると実感した。CRYSFIRE の結果ファイル (\*.SUM) を直接読み込めるのが利点!  
(今回紹介するもの)
- \*poudrix.zip    格子定数と原子座標を定義して粉末 X 線回折のパターンを計算し興味レポートするソフト (今回紹介するもの)
- descript.txt    不明
- dispano.zip    元素別の異常分散効果 (Anomalous Scattering Factors) の描画ソフト

- equiv.zip** 空間群のHELPプログラムのソフト  
International Tables for X-ray Crystallography の代用品となりえる。
- getdll.zip**
- getspgr.zip** shelxl.ins ファイルを読み込み空間群を割り出してくれる。
- gretep.zip** これは分子構造描画ソフト ORTEP の Grenoble 版で G R E T E P  
**gretep.txt**
- indx.zip** 単に格子定数と空間群を指定し各 hkl の観測角のリストを計算するもの
- lepage.zip** これは、turecell の関連ソフトである。これは格子変換の  
詳細について 報告してくる。格子変換用の変換行列について  
認識することができる。
- orientex.zip** これは写真法のデータを処理するソフトである。
- scatfac.zip** おそらく、原子散乱因子の情報関連ソフトと推定される
- truecell.zip** CRYSFIRE の結果ファイル (\*.SUM) を読み込み、真のブラベ格子を  
決定する格子変換ソフトである。DELAUNAY のようなものである。  
今回は紹介しなかったが、これは最終的には必要な機能である。  
この機能は上記 ChekCell.EXE にも含まれている。
- wgetspec.zip** これもおそらく、shelxl.ins ファイルを読み込み空間群を  
割り出してくれる。実はチェックしていないので不明
- wulff.zip** おそらく写真法関連ソフト? 不明

\*\*\*\*\*

【操作手順】

<< CRYSFIRE による格子定数の推定 >>

( 1 ) マックサイエンス標準粉末X線回折装置 MP-3 で測定したデータをエクセルファイルとして入手する ( sample.xls という名前であると仮定しよう )

( 2 ) sample.xls を開き「名前を付けて保存」を選択し、タブ区切りテキストファイル( \*.txt ) で保存する。そうすると、sample.txt ファイルが生成する。

( 3 ) 酒井作 XRDCnv.exe を起動する ( 理学電機装置用のコンバーターは未製作 )

( 4 ) File から Open を選択し、先の sample.txt を開く。開くと同時にデータの変換が行われ、これから保存すべきファイルの内容が表示される。

( 5 ) File から Save\_XFIT\_DATA を選択し、保存する。sample.DAT が保存される。

( 6 ) XFIT.EXE を起動し、File から Load\_Data を選択し、先の sample.DAT を開く。データが表示される。使い方は下記サイトに出ているが、以下に詳説しておく。

[http://www.ccp14.ac.uk/tutorial/xfit-95/peak\\_result\\_file.html](http://www.ccp14.ac.uk/tutorial/xfit-95/peak_result_file.html)

( 7 ) データウインドウが小さいので、右上最大化ボタンを押す。それでも、小さいので、今度は、外枠ウインドウの最大化ボタンも押し、画面いっぱいに表示する。

( 8 ) ピークピックを行いたい、自動ルーチンはないので、マニュアル法 ( 手作業で ) ピークを拾う作業を行う。操作法は以下のとおりである。

( 9 ) 横軸を拡大した方が、ピーク選択をより正確に行えるので、拡大したい。

画面表示範囲の調整は

画面上で右クリックをすると、クリック位置がX軸の Maximum にセットされる。

画面上で左クリックをすると、クリック位置がX軸の Minimum にセットされる。

これらにより、横軸のフルスケールを小さくし、ピークを横拡大表示させる。

もともにもどきたいときは、I ( 英文字のエル ) を押す。

ベースラインを上シフトさせたいときは、Edit の x-y scale により数値入力する。

また、ピーク表示範囲を横方向に移動させることができる。それには、画面左上にある一番右側の青色矢印ボタンを用いる。右クリックで押すとピークは左へ移動し、左クリック

で押すとピークは右方向へ移動する。ちなみに、この操作は **Options** ウィンドウの **Arrow** が選択されたときに実行可能となる。

( 1 0 ) 小さく表示されている **Options** ウィンドウの中の上から二つ目の **Ins/Del\_Peaks** を選択する。

( 1 1 ) 左クリックでピークを選択するとすると赤の縦線が表示される。消して修正したいときは、その縦線を選択して右クリックする。そうすると選択が解除される。

( 1 2 ) ピークピックは丁寧に行う方がよいであろう。波形のどこで取るかを決め、同じ取り方を心がけることが重要である。

( 1 3 ) 高角に行くに従い、反射強度が小さくなるため、自動的に縦軸のスケールも小さくなる。そのため、ノイズをピークと誤認する可能性が高まる。このことを念頭に、あまり弱いピークを拾い過ぎないように注意を要する。従って、選択し終わったら、最後に **Er** 文字をたたいて、全体を表示させ、選択したピークを再度吟味することを奨める。あまり弱いものであやしいものは削除するほうが無難であろう。

( 1 4 ) 次に、**Options** ウィンドウの三段目の **File Details** をクリックする。そうすると、別のウィンドウが表示されるので、ウィンドウ左側の **Peaks** をクリックする。その下に表示されるリストの三番目の **Two Theta, All Pk types** を選択する。

( 1 5 ) 次に、右側の **Create TXT Reports** を選択 ( クリック ) する。

( 1 6 ) ここで現れる **TXT Report** ウィンドウの内容をファイルでセーブする。Win95/98 の場合には、**File** から **Save TXT (or Save TXT as)** によりセーブできるらしいが、Win2000 の場合にはプログラムがエラー終了してしまう。後者の場合には、**TXT Report** の中味を全選択し、秀丸などのテキストエディターにペーストして名前を付けて保存する。ここで、**XFTIT.TXT** という名前を付けて保存すると後の操作が簡単になる。また、コピー・ペーストする場合にはコピーしそこねてデータのフォーマットに異常をきたさぬよう注意を要する。

( 1 7 ) プログラムのアクセサリーの **MS-Dos プロンプト** (Win2000 の場合、**コマンドプロンプト**) を選択し、**MS-Dos プロンプト** ウィンドウを一つ出す。

( 1 8 ) `d:[return] --> cd data[return] --> cd job1[return]` などと入力して、自分の作業

フォルダにアクセスを移行する。cd ..[return]は一つ上のフォルダに移行する際に用いる。dir[return]で現アクセスフォルダの内容を表示できる。いっぱいファイルがあり、早くて見えないときは、dir /p[return]の後、[return]を繰り返し打ち込みながら、一ページずつ止めて表示する。

\*\*\*\*\*

良く用いるMS - DOSコマンドをまとめておく (directory と folder は同義):

c:[return] or d:[return]

cd folder[return]    cd folder¥folder2¥folder3[return]    ( change directory )

cd ..[return]

dir[return] or dir /p[return]    ( directory の略と思われる、内容表示 )

dir \*.dat[return]    ( .dat の拡張子ファイルを全て表示 )

del name[return]    ( delete の略、ファイル消去 )

copy name name2[return]

or copy name c:¥folder¥folder2 (コピー先フォルダを指定)

or copy name c:¥folder¥folder2¥name2 (コピーするフォルダと名前の両者を指定)

md folder[return]    ( make directory の略 )

rd folder[return]    ( remove directory の略、中は空でなければならない )

\*\*\*\*\*

( 19 ) 先に作成したXFIT.TXTをCRYSFIREで読めるデータ形式のファイルに変換する。ソフトには、XF2CRYS.EXEを用いる。ただし、このプログラムは英語版なので日本語モードのMSDOS上ではまともに動かない。そこで、USモードに変更するために、us[return]を入力する。次に、XF2CRYS[return]を実行する。ファイルを聞いてくるが、デフォルトの名前がXFIT.TXTとなっているので、そのまま[return]を入力する。しかし、先の操作で名前をXFIT.TXTとしなかった場合には、その名前を入れて[return]を入力する必要がある。プログラムが正常に終了するとsample.CDTという名前のファイルが生成する。拡張子CDTはCrysfire Dataの略である。

( 20 ) crysfire[return]を実行し、Crysfire Suiteを起動する(なぜかこのプログラムはUSモードでも日本語モードでもエラーはでない)。

( 21 ) LO[return]を実行する。

( 22 ) sample[return]を入力する ( 拡張子.QDT は省略すること! )。

( 2 3 ) SA[return]を入れる。

( 2 4 ) Q[return]を入れる。

( 2 5 ) まず、IT[return]を入れ、ITO という格子定数推定プログラムを走らせる。

ここでは、ジョブを流すためのジョブファイル ( sample.QIT ) が作成される。QIT は IT による計算ジョブ指令ファイルの意味である。このデータを総称して QDTA と呼ぶ。他の方法のファイルとして、\*.QDV, \*.QTR, \*.QDO, \*.QTP, \*.QKL, \*.QFJ, \*.QLZ などがある。これ以外にも、LS と EX もあるが、これらは少し使用法がやや複雑なので通常用いない。

( 2 6 ) この後、五つ条件を設定するための質問が現れるが全てそのままリターンを入力する。そうすると全てデフォルト標準条件が設定される。同一ジョブを以前行っていた場合には、sample.QIT というファイルが既に存在しますが、上書きしますかという問い合わせがあるので、それに対し、Y[return]を入力する必要がある。

( 2 7 ) QU[return]を入力し、再度[return]を入れるとジョブが開始される。その後、何回かジョブが止まるが気にせずに入れまくる。そうするとコマンドプロンプトが返ってくるのでこれで一つのジョブが終了し、その結果がファイルとして出力される。どのファイルが何であるかは適当に開いてみればわかる。

( 2 8 ) (20) ~ (27)の操作を他の方法について順次実行する。全ての結果が sample.SUM に書き込まれている。各行先頭から二番目の I/I20 の値は、計算に用いた 20 個のピークのうちで何個のピークが計算の指数を満足したかを示している。従って、数値が大きいものほどより妥当な結果である可能性が高い。しかし、どれが本当に正しいかは、後述の操作で確認しなければ分からない。そこで後の操作のために sample.SUM を開いて印刷しておく。横長のファイルなので Word で開いて A 4 横置きで出力する。

<< 格子定数、晶系、空間群の推定 第 1 の方法 ( CELREF による格子類推法 ) >>  
\*\*\* この方法より後述の CHECKCELL の方が簡単であるので後者を奨める。 \*\*\*

( 2 9 ) CELREF.EXE を起動する。

( 3 0 ) Measured reflections シートの File ボタンを押すとファイル形式の選択リストが表示されるので XFIT.TXT を選択する。

( 3 1 ) 自分が吟味したいピークリス (XFIT.TXT) を選択し開く。

( 3 2 ) Initial cell parameters シートをめくり、Keyboard をクリックする。

( 3 3 ) 現れた格子定数入力ウインドウに格子定数を入力し、晶系(system)を選び、空間群(space group)を適当に選択し(自分の化合物の持つ対称性から経験的に推定し適当に試す)、最後に電卓マークの Calc.を押す。エラーメッセージがでるようなら、格子、晶系、空間群のいずれかを入力し忘れてることが多い。うまくいけば、Diagram の下に緑色の線が表示される。それらが計算された反射データの観測角(2theta 角)であるので、その上の黒線と一致するか否かを調べる。より一致する格子定数と空間群を見つけることがこの操作のポイントである。

<< 格子定数、晶系、空間群の推定 第2の方法 (CHECKCELL で CRYSFIRE の結果ファイルを読み込む) >>

( 3 4 ) CHECKCELL.EXE を起動する。

( 3 5 ) Measured reflections シートの File ボタンを押、XFIT.TXT を選択し、XFIT.TXT を選択して開く。

( 3 6 ) Cell parameters シートをめくり、Crysfire file をクリックする。

( 3 7 ) ウインドウ右側のリストから適当に選択するとその情報が下の Diagram に表示されるので、その結果を見ながら吟味する。それらが計算された反射データの観測角(2theta 角)であるので、その上の黒線と一致するか否かを調べる。良さそうなものが決まったら次の操作でさらに Best Solution などによる空間群の類推、及び TueCell への格子変換などを試みる。

( 3 8 ) これぞというものが決まったら、Refl. Selection シートをめくる。ここでは、後述の格子定数精密化(最小二乗計算)に実際に用いる反射の判定を行う。あまり一致してそうにない回折線は除外したほうが無難であろう。そのための操作を行う。

( 3 9 ) ビジュアルに確認するのが良いが、細かすぎてみにくい。そこで下図 Diagram の拡大表示を試みる。単にマウスポインターで選択範囲を左クリック長押しで引っ張って、リリースすると拡大される。左右の移動は Diagram 下部の矢印で行う。拡大表示をもとにもどすには、「Z-」を押すだけである。

(40)既に自動選択機能によりピークの選択が下図 Diagram に黄色い標識で示されている。その自動選択の結果が気に入らないときは、Refl. Selection シートの Delete Selection ボタンを押す。そうすると、全ての選択が解除される。次に拡大図から黄色標識が消えているので見えそうなものをクリックで順次選択していく。実測値と計算値のいずれを選択しても自動的に隣近接のペアが選択される。どちらで実行するのが良いかは良く分からないが、おそらく上部実測(黒線)をクリックして選択するのがよさそうである。ここでペアで選択を定義する理由は、各ピークの指数を定義しないと格子定数の定義ができないからである。

(50)うまく選択できたら、最後のシートである Cell refinement シートをめくり、即座に電卓マークの計算実行ボタンを押す。そうすると、最小二乗計算が実行され、右側の Parameters ウィンドウに格子定数の計算結果と標準偏差が表示される。その右側には実測線と計算線の角度値がまとめが表示される。この情報は Excel ファイルとして保存することもできる。また、結果の印刷はプリンターマークを押せば実行される。下図 Diagram の印刷は別に行う必要があるようである。これらの印刷方法は単なる画面のハードコピーのようであるので、[Cntrl]+[Print Screen]でモニター全体のコピーをとり、アクセサリーのペイントにペーストして印刷するなり、図を作成するなりするのも良いであろう。File から得られた格子定数を保存することもできるが、誤差無しの格子定数と空間群記号が保存されるだけなのであまり価値はなさそう。

#### <<POUDRIX による粉末X線パターンのシュミレーション>>

(51)POUDRIX.EXE を起動する。

(52)下側の Diffraction diagram ウィンドウの File から Open の Rietveld format (\*.dat) を選択し、操作(5)で作成したファイルを選択し開く。これで実測の粉末X線との比較を行いながらその計算パターンのシュミレーションを行う準備が整った。

(53)操作(33)と同様に、上方のウィンドウ左側の部分に格子定数と晶系(System)を入力する。

(54)Select space group で空間群を仮定する(結構空間群でパターンが変わるので色々試す必要がある)。

(55)その下側のX線源のところで、(通常)CuKamoy (Ka1 と Ka2 の加重平均値)を選択する。

( 5 6 ) 重原子の原子座標を適当に推定して(これがなかなか難しいが頑張って考える) 入力する。例えば、Pt を原点に置くなら、Atom に Pt を入れ、Lab に 1 を入れる。初期座標値が原点 0,0,0 として自動発生するので、原点なら先の二箇所を入力し、あとはPOUDRIX 同様に電卓マークの Calc. を押す。入力情報が全て満足されていれば、計算の粉末 X 線回折パターンがしたの Diffraction diagram 上に色違いで overlay される。それらを比較して一生懸命類推を進める。空間群の選択と原子座標の選択の仕方ですら異なる結果を生じることが視覚的に吟味できるのでなかなか楽しい。それらしい結果が出てしまうと OK だが、逆にやるのがなくなりそれまでのわくわくした気持ちはさめてしまう。うまく決まれば、さらに原子を理にかなった位置に導入してみるのもよいであろう。かなり一致するようであれば、いよいよ夢の Rietveld 解析へと移行できるであろう。

( 5 7 ) できれば、TrueCell.EXE または CHECKCELL.EXE を用いて格子変換について試みて欲しい。

=====

Rietveld 解析を行う場合には、可能限り分解能が高く、不純物成分の少ない粉末 X 線回折データを取得する必要がある。結晶の選択配向 ( Preferred Orientation ) ( 針状結晶がねっころがる性質のため全ての指数の観測率がイーブンとならなくなり、その結果観測データの強度分布がある特定の傾向をもって真の強度分布からずれる現象 ) のため、解析がなかなかうまくいかないらしい。Rietveld 解析ではその因子も最小二乗計算のパラメーターとして含めることもできるらしいが、単結晶 X 線構造解析の吸収補正と同様、あまり真の情報からずれすぎるとその補正も効力を発揮しない。従って、吸収の問題、選択配向の問題、結晶粒子サイズの問題などを十分に配慮した Reasonable な粉末 X 線回折データの取得が最優先される。( 5 7 ) までのステップをクリアできたら、良質なデータ ( つまり Rietveld 解析用のデータ ) の測定を試みれば良いであろう。

=====

国立大学法人 九州大学  
大学院理学研究院 化学部門  
教授 酒井 健

〒812-8581 福岡市東区箱崎 6-10-1

電話 / Fax: 092-642-2596

E-mail: ksakaiscc@mbox.nc.kyushu-u.ac.jp

=====