

X線分析 No. X193

X-RAY ANALYSIS

リートベルト法によるLaGaO₃の解析

Rietveld Analysis of LaGaO₃

リートベルト法を用いた結晶構造解析が容易になりました

リートベルト法は粉末X線回折のデータを用いた結晶構造解析ソフトウェアです。その用途は広くYBaCu₃O₇系超伝導材，Liイオン電池材料，セラミクス材料や各種固溶体の特性の評価と研究，開発に利用されております。リートベルト法により得られる情報をまとめますと以下のとおりです。

- 1) 格子定数，格子面角度，結晶セル体積等の結晶構造パラメータの精密化
 - 2) 固溶体の元素組成比の精密化
 - 3) 多層化合物の定量分析
- 等の結晶構造の情報が得られます。今回はABO₃型ペロブスカイト構造LaGaO₃の解析例を上げて解析結果と入出力支援ソフトウェアの概要を紹介します。

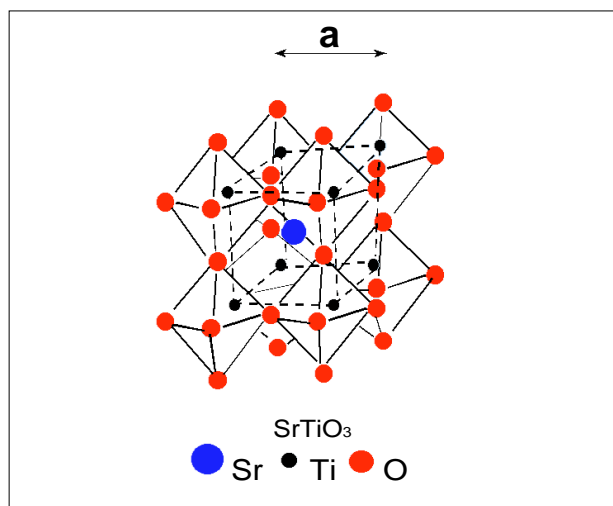


Fig.1 立方型ペロブスカイトのイラスト
Illustration of Cubic type perovskite

リートベルト法の解析手順

Analysis Procedure of Rietveld method

リートベルト法の解析システムをFig.2に示します。リートベルト法は解析に際して自動検索(JCPDSカード，International Table)や格子定数の精密化ソフトウェアから得られた結晶情報と初期結晶パラメータをもとにして理論的な回折線強度 $f_i(x)$ を作成し，広範囲に測定された生データの回折線強度(f_i)との比較を行い，その差($S(x)$)が最小になるように最小二乗法を用いて初期結晶パラメータを精密化します。

$$S(x) = \sum w_i [y_i - f_i(x)]^2$$

ここでは $S(x)$: 残差 y_i : 測定強度
 $f_i(x)$: 理論的回折線強度 w_i : 統計的重み

解析精度の評価はRAパターン図で偏差と回折線の重なり状態が視覚的に評価できます。解析結果と計算過程の詳細は解析リストに出力されます。

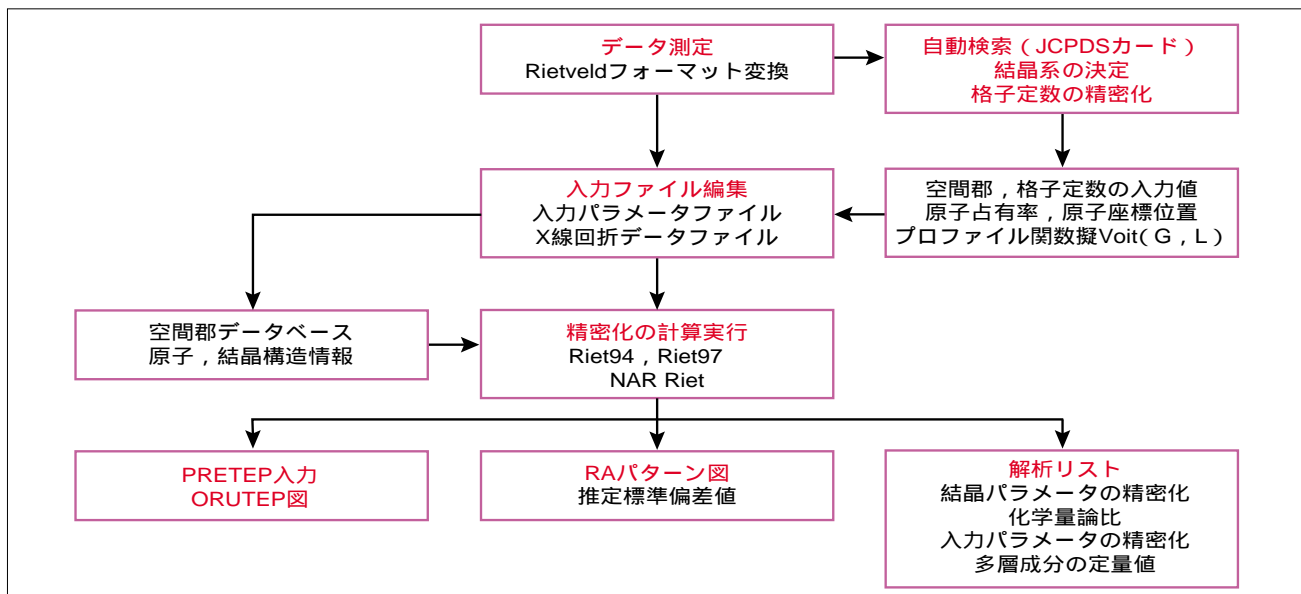


Fig.2 リートベルト解析システムの概要
Outline of Rietveld Analysis system

ペロブスカイト構造LaGaO₃の解析例Analysis of perovskite structure LaGaO₃

LaGaO₃は固体電解質型燃料電池の電解質材料として注目を集めています。このようなABO₃型ペロブスカイト構造ではLa, Gaに置換する元素や熱処理過程で生じる結晶格子の変化が材料の特性に与える影響について検討が進められております。本試料のLaGaO₃はLa₂O₃とGa₂O₃を焼成処理後微粉砕して作製したもので格子定数の精密化を目的にリートベルト解析を行いました。

プロファイル関数, 格子定数, 分率座標, 席占有率等の初期パラメータはFig.3の入力画面で編集できます。計算結果として精密化された結晶構造パラメータは解析リストに出力されます。

解析結果の精度評価はFig.4のRAパターン図で生データと構造化モデルの回折線が比較して表示されます。また, 測定の精度を示す推定標準偏差 (Rwp=17.05 S=2.55) も重ねて表示されますので, 詳細な検討が行えます。

今回の測定では格子定数a=5.52429, b=7.77542, c=5.49266の解析結果を得ました。

相パラメータ		パラメータ	精密化の条件(ID)
スケール因子:		0.00011999	可変
ガウス型プロファイルの角度依存性に関するパラメータ:	U	0.0003619	可変
	V	-0.001312	可変
	W	0.001297	可変
	P	0	固定
	X	0.007895	可変
ローレンツ型プロファイルの角度依存性に関するパラメータ:	Xe	0	固定
	Y	0.08882	可変
	P	0	固定
非対称性補正パラメータ:		0.0755	可変
選択配向因子:	1	1	可変
	2	0	固定
格子定数と共通の熱振動パラメータ:	a	5.52	可変
	b	7.752	可変
	c	5.487	可変
	α	90	固定
	β	90	固定
	γ	90	固定
	共通熱振動		0

Fig.3 初期パラメータの入力画面
Input CRT display of primary parameters

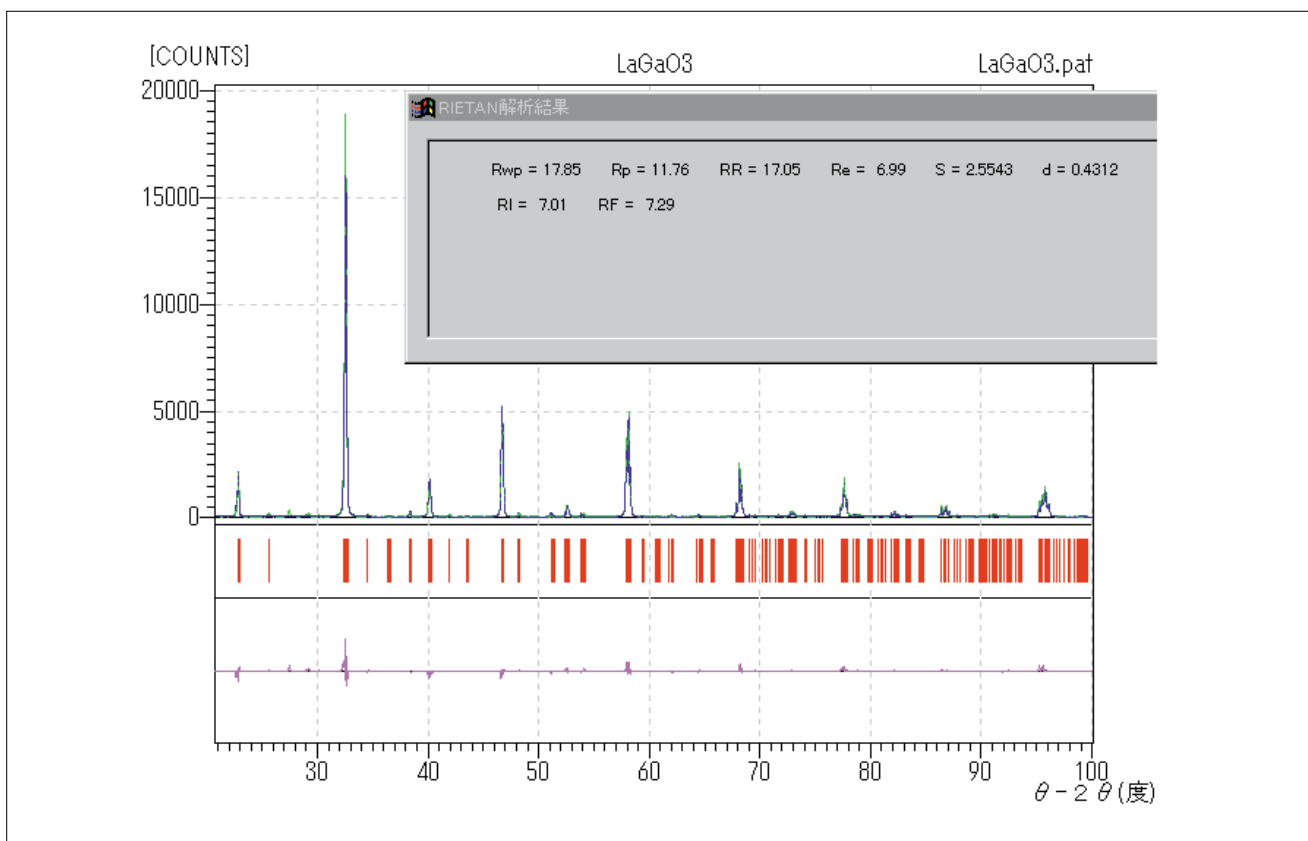


Fig.4 RAパターン図と推定標準偏差
RA pattern and estimated standard deviation

X線分析アプリケーションニュース No.40~194は,発行時の情報に基づいて作成された印刷物を電子化したものです。現在では販売終了した装置・オプションによるデータも含まれている場合がありますのでご了承ください。