

# 粉末回折測定における 粒子統計誤差評価

## Evaluation of errors caused by particle statistics in powder diffraction measurements

井田 隆

名古屋工業大学セラミックス基盤工学研究センター

### はじめに

典型的な確率分布モデルにおける標本分散の誤差については別のノート「[典型的な統計モデルにおける標本分散の誤差](#)」に述べています。ポアソン Poisson 分布と正規分布の場合に、 $n$  個の標本から推定される標本分散  $V$  の相対誤差は、標準偏差を  $\sigma$  として、いずれも

$$\frac{\langle (V - \sigma^2)^2 \rangle^{1/2}}{\sigma^2} \sim \sqrt{\frac{2}{n}}$$

という式で表されます。

### 粉末回折測定における粒子統計誤差の評価

粉末回折測定における粒子統計誤差の評価について、先駆的な研究は Alexander ら [L. Alexander, H. P. Klug & E. Kummer, *J. Appl. Phys.* **19**, 742-753 (1948)] により行われました。しかし、Alexander らの論文では、粒子統計による分散を実験的に評価するための標本（試料）が 10 個だけしか使われていません。標本数が 10 個の場合、標本分散の統計誤差は甘く見積もっても  $\sqrt{2/10} \sim 0.45 = 45\%$  となります。実際に Alexander の論文で示されている実験結果を詳しく見れば、標本数が少なすぎるので、理論的な予測を裏付けるとも否定するとも言えない結果になってしまっているように思われます。

理論的に詳しく検討すると、Alexander らの予測はほぼ正しいと思われるのですが、実験的な検証はまだ実現されていませんでした。Alexander らの予測の正しさは、60 年後の

我々の研究 [T. Ida, T. Goto & H. Hibino, *J. Appl. Cryst.* **42**, 597-606 (2009)] によって、やっと実験的に確かめられたと言えます。

粒子統計誤差を実験的に評価するためには、本来は粉末試料を詰め直した測定を繰り返さなければならないと考えられますが、試料を回折強度測定每次都詰め直さなければならないとしたら、数百回の繰り返し測定は現実的には不可能です。しかし、広く普及している実験室型の粉末回折計の場合、試料を詰め直さなくても、わずかな角度 ( $1^\circ$  程度) 試料を面内に回転させるだけで試料を詰め直したのと同等の効果があります。このことは、もう 50 年以上前の De Wolff によるもう一つの先駆的な研究 [P. M. De Wolff, *Appl. Sci. Res.* **7**, 102-112 (1958)] から予測できたはずのことなのですが、このことに気付かなかった人が多かったかもしれません。なお、回転試料台 (スピナー) の効果に関する De Wolff の理論的な予測の正しさは、まだ定量的には確認されているわけではありません。