

レーザー顕微鏡を応用した微結晶外形精密自動測定装置の開発と X線構造解析への応用

井深 達也*, 栗濱 忠司**, 泉 隆俊**

A Development of a New System for Measuring Micro-crystal Shapes Using a Laser Microscope And Its Applications to X-Ray Structural Analysis

Tatsuya IBUKA*, Tadashi KURIHAMA** and Takatoshi IZUMI**

(Received June 14, 1999)

A new system for measuring micro-crystal shapes using a laser microscope was developed. A charge-coupled device camera and computer graphics were used for the determination of a crystal shape. Using the system, the shape of RbLiSO_4 was determined and the absorption correction was carried out. The result obtained showed the usefulness of the method for the absorption corrections of X-ray structural analysis.

1. 緒 言

物質の結晶構造を知る手段の一つとして、X線回折法は広く用いられている。この方法は、構造を決定しようとする物質に単一波長のX線を照射し、散乱された回折X線の強度と散乱角を測り、それらをもとにして物質の単位格子中の原子または分子の空間的位置を決定するものである。ここで、回折X線の強度は結晶構造因子の観測値に直接反映されるため、精度よく決める必要がある。

X線が物質を通過するとき、その一部は物質に吸収され強度が弱くなるということはよく知られている。これは入射X線の強度を I_0 、透過X線の強度を I 、物質内をX線が通過する距離を t とすると、 I は t の増加に伴い指数関数的に減少する。このため結晶構造解析を行うためには、測定された回折X線強度についての吸収補正が必要になる。このとき測定に使用される結晶試料の外形が複雑であれば、上記の t が各々の回折X線ごとに異なるため、得られた回折X線の強度データの補正が困難なものになる。このため通常は試料を球または円筒形に整形することによって、回折されたX

*工業物理学専攻大学院生：現在は関エルモ社(Graduate student, Engineering Physics : now ELMO Co., Ltd.)

**工業物理学科(Department of Engineering Physics)

線が試料の中を通過する距離が等しくなるようにしているが、これには膨大な時間と職人的な技術が必要になる。また結晶の種類によっては整形が困難なものもある。

本研究の目的は、X線回折実験に使用する微結晶試料を自動的に回転させながらCCDカメラで撮影し、このデータをもとに試料外形を正確に測定し、各々の回折X線強度に対する精密な吸収因子を算出することである。これまでのシステム¹⁻⁷⁾は試料外形を測定する際に白色光源を用いており、外形決定にあいまいさを残していた。本研究では光源及び試料観測部を自作のレーザ顕微鏡へ移行し、外形決定の精度を向上させた。⁸⁾ また、すでに結晶構造が報告されているRbLiSO₄を試料とし、⁹⁾ 本研究室で開発されたイメージングプレート読み取り装置^{10,11)}を用いたワイセンベルグ法により回折強度データを収集し、1) 吸収補正を行わない場合 2) *International Tables for X-Ray Crystallography*¹²⁾に掲載されている吸収因子を用いた、従来の方法による吸収補正を行った場合 3) 本システムで算出された吸収因子により吸収補正を行った場合の3つの場合について結果を比較し、本システムの評価を行った。本研究で開発されたシステムにより試料の精密な外形がわかり、整形することのできない試料についてもその外形を測定することによって正確な吸収補正が可能となる。

2. 回折X線と吸収補正

X線が物質中を通過すると、その一部は物質に吸収され弱くなる。いま、 t を物質層の厚さ、 I_i を入射X線の強度、 I を物質を通過したあとのX線の強度とすると、

$$I = I_i \exp(-\mu t) \quad (2-1)$$

となる。ここで μ は線吸収係数と呼ばれ、X線の波長と物質を構成する原子の種類と単位体積中の原子の数によって決まる定数である。化合物の場合は、

$$\mu = d \sum_i p_i \frac{\mu_i}{\rho_i} \quad (2-2)$$

で表わされる。ここで、 d は物質の密度、 p_i は各構成元素の重量%である。 μ_i/ρ_i はその元素の単位質量あたりの吸収係数であり、それらの値は、*International Tables for X-Ray Crystallography, Vol. III*¹²⁾に与えられている。

一般にX線回折実験においては、結晶外形が球または円筒形でない場合、結晶によるX線の吸収量は回折する位置によって透過距離が異なるため、透過後の強度 I にそのことを考慮する必要がある。透過する距離が異なる場合の様子を図1に示す。この場合、A点からの回折X線はB点からの回折X線に比べると行路が長い。そこで各回折点での入射X線を行路を r_p とし、回折X線を行路を r_d とすると、試料を通過したX線の強度 I は吸収を受けなかった理想的なX線の強度 I_e に対し

$$I = A I_e \quad (2-3)$$

$$A = \frac{1}{V} \int \exp\{-\mu(r_p + r_d)\} dV \quad (2-4)$$

によって与えられる。 V は物質の体積、 A を透過因子と呼び、実用はこの逆数

$$A^* = 1/A \text{ を用いて}$$

$$I_e = A^* I \quad (2-5)$$

を求める。 A^* は吸収因子と呼ばれており、*International Tables for X-Ray Crystallography, Vol.*

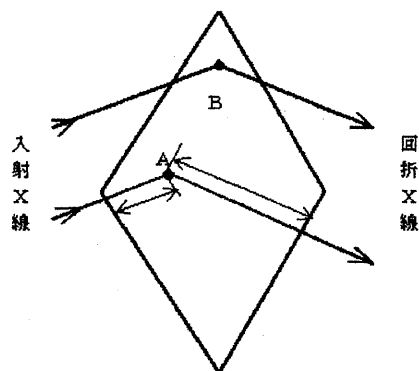


図1. 回折点の違いによる、X線の行路の違いを示す。左からの矢印が入射X線、右への矢印が回折X線であり、A点、B点は結晶試料内の回折点である。 r_p と r_d はA点における入射X線の行路と回折X線の行路を示す。B点におけるそれらは、A点のものよりも短い。

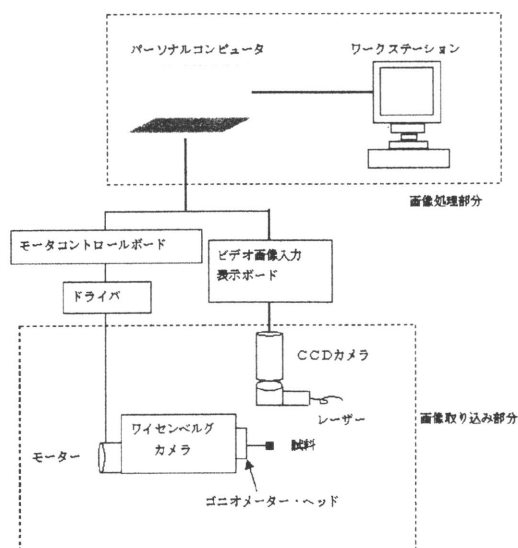


図2. 微結晶外形精密自動測定システムのブロックダイアグラム。パーソナルコンピュータで画像取り込み部を制御し、取り込んだ画像データはワークステーションに送られる。ワークステーションでは画像処理により結晶外形を決定し、必要であれば各回折点に対する吸収因子を計算する。

II (p, 175)¹²⁾ に与えられている。

結晶外形が不規則な場合は、 r_p , r_d はX線が回折を起こす位置と方向によって異なるため、これらを各回折X線の行路について計算する必要がある。この方法として、例えば結晶試料を多くの面から構成される多面体に置き換え、これらの面の方程式からガウスの面積分を用いて計算する方法や、作図法によって計算する方法などがある。本研究では結晶試料の外形を精密に測定し、その結果から直接、行路 r_p , r_d を求め、式(2-4)を

$$A = \frac{1}{V} \sum_{d'} \exp \left\{ -\mu(r_p + r_d) \right\} \quad (2-6)$$

のように総和の形に変形して、数値積分によって吸収因子 A^* を計算する。

3. 結晶外形測定システム

3-1 装置の構成

図2に本研究で開発した結晶外形測定システムのブロックダイアグラムを、また図3に本研究で製作したレーザー顕微鏡の略図を示す。結晶試料を取り付けたゴニオメータヘッドをワイセンベルグカメラに装着し、

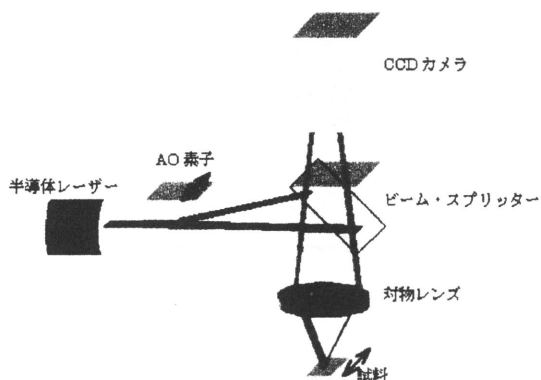


図3. レーザ顕微鏡の部分の略図。レーザ光はAO素子により試料表面を走査する。

この試料を真上から観察できる位置に CCD カメラとレーザー顕微鏡を設置する。レーザには波長 685nm の半導体レーザを用い、AO素子(音響光学偏光素子)によりレーザが試料表面を走査するようにし、ビームスプリッタを介して試料に照射する。試料からの反射光を CCD カメラで撮影し、その画像信号をビデオ画像入力表示ボードによりデジタル変換してパーソナルコンピュータに送り 1 つの画像ファイルになる。試料を適切な角度だけ回転させるごとに、その角度での撮影を行う。

ワークステーションは CCD カメラで撮影した 2 次元画像ファイルを画像処理し、結晶の 3 次元立体像を構築し、各回折 X 線に対する吸収因子を算出するために用いている。

3-2 3次元画像処理

上述のように、試料外形決定のために CCD カメラで撮影した 2 次元画像から 3 次元立体を構築しなければならない。この 3 次元立体をコンピュータの中で表す 3 次元データに要求される条件は、吸収補正を行うために試料内の X 線の透過距離が算出しやすい形式であることである。どの点からでも行路が計算できるように、ある 3 次元座標に対して試料内であれば 1、そうでなければ 0 とし、1 ビット 1 データの形式(以後 DMB: デジタルメモリボックス)とした。DMB は $304 \times 304 \times 304$ の大きさを採用し、データ量で換算すると、 $304 \times 304 \times 304 = 28,094$,

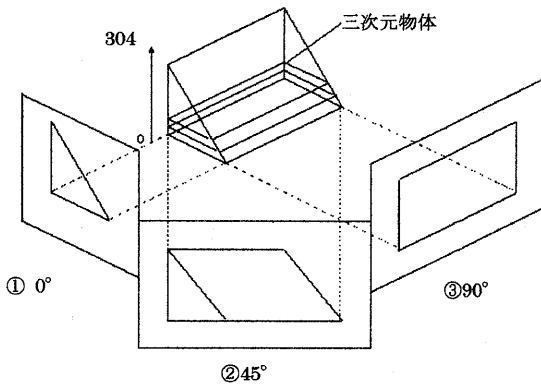


図4. CCDカメラで撮影した2次元画像と3次元試料との対応を示す。座標軸はDMB(デジタル・メモリ・ボックス)の z 軸であり、DMBの中に3次元試料が作られていることを示している。3つの2次元画像は、結晶試料を 0° , 45° , 90° で撮影したものである。

464ビット=3,511,808バイトとなり、約3.5Mバイトを使用する。304という値は、2次元画像取り込みを担うパーソナルコンピュータの画面上において必要最小限の大きさとして採用した。DMBはソフトウェアからデータファイルとしてアクセスされる。

CCDカメラで撮影した2次元画像は、3次元の試料をある角度から眺めたものである。図4に3次元試料と、それを 0° , 45° , 90° のそれぞれの角度から撮影した2次元画像を示す。2次元画像は、それぞれの位置での試料外形の情報であるので、これらの画像を用いてDMBから3次元的な試料の輪郭を抜き出す。この輪郭抽出には、2次元画像を二値化処理した後のデータを用い、これを撮影画像と呼ぶ。図4の中の3次元試料の部分がDMB(3次元配列のデータファイル)の中で結晶試料として認識される部分である。その周りの図は、それぞれの角度での撮影画像である。撮影画像において試料とそうでない部分の境界を探し、DMBの中で対応する位置を「1」にしてゆく。それを z 軸の座標分(304)だけ重ねてゆく。このようにしてできたデータが結晶外形に対応した3次元データとなる。以降、この作業をカッティングと呼ぶことにする。

カッティングはコンピュータにより図5のように行う。即ち、DMBが第1象限内にあり、DMBの原点と図の座標系の原点を一致させる。図中の (a_0, b_0) , $(a_{\theta_1}, b_{\theta_1})$, $(a_{\theta_2}, b_{\theta_2})$ は撮影画像から求めた、 z がある値の時の結晶試料の幅を示している。CCDカメラで結晶試料を撮影した際の角度が 0° の撮影画像を基準とし、この線分 $a_0 b_0$ を x 軸に平行に、 $y=-152$ の直線上に置く。この y の値は基準として用いた。そして傾きが0(y 軸に平行)で a_0 を通る直線の方程式を計算し、その方程式がDMBを切る部分を結晶試料とそうでない部分の境界とする。 b_0 についても同様である。一般に (a_θ, b_θ) をCCDカメラで撮影した角度が θ であるとする、撮影位置 0° を基準に y 軸から θ だけ左回りに回転し、 a_θ 或いは b_θ を通る直線の方程式を求めれば良い。これらの直線の方程式は、 a_θ を例にすると、回転行列を用いて、

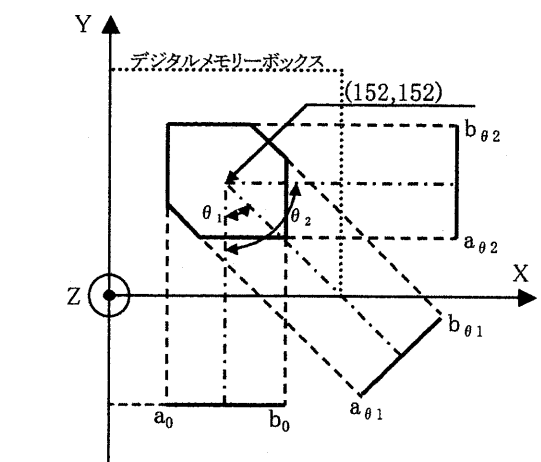


図5. カッティングの方法を示す。3次元座標軸の z 軸は、図4の z 軸に対応する。図中の a_0, b_0 などの添え字は、それらが $0^\circ, \theta_1, \theta_2$ で撮影されたことを示し、それらの線分の長さは、 z がある値での結晶試料の幅を示す。線分の両端からDMBへ引かれた破線が、それぞれカッティングのときの直線の方程式で表されるものである。点線で示したDMBの中央に実線で描かれた多角形が、結晶試料の外形となる。

b_{θ_1} , $(a_{\theta_2}, b_{\theta_2})$ は撮影画像から求めた、 z がある値の時の結晶試料の幅を示している。CCDカメラで結晶試料を撮影した際の角度が 0° の撮影画像を基準とし、この線分 $a_0 b_0$ を x 軸に平行に、 $y=-152$ の直線上に置く。この y の値は基準として用いた。そして傾きが0(y 軸に平行)で a_0 を通る直線の方程式を計算し、その方程式がDMBを切る部分を結晶試料とそうでない部分の境界とする。 b_0 についても同様である。一般に (a_θ, b_θ) をCCDカメラで撮影した角度が θ であるとする、撮影位置 0° を基準に y 軸から θ だけ左回りに回転し、 a_θ 或いは b_θ を通る直線の方程式を求めれば良い。これらの直線の方程式は、 a_θ を例にすると、回転行列を用いて、

$$\begin{pmatrix} x-152 \\ y-152 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \cos \theta & -\sin \theta \\ -\sin \theta & -304 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_\theta-152 \\ -304 \end{pmatrix} \quad (3-1)$$

となり、 (x, y) は

$$\begin{pmatrix} x \\ y \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} (a_\theta-152) \cos \theta + 304 \sin \theta + 152 \\ (a_\theta-152) \sin \theta - 304 \cos \theta + 152 \end{pmatrix} \quad (3-2)$$

となる。また、 θ 度傾いた直線の式は、 n を切片とすると、

$$y = -\frac{1}{\tan \theta} x + n \quad (0^\circ < \theta < 90^\circ)$$

$$y = -\tan \theta x + n \quad (90^\circ < \theta < 180^\circ) \quad (3-3)$$

となる。(3-3)式に(3-2)式を代入して、

$$n = \frac{1}{\tan \theta} (a_g - 152) \cos \theta - 304 (\sin \theta + 152) + (a_g - 152) \sin \theta - 304 \cos \theta + 152 \quad (0^\circ < \theta < 90^\circ)$$

$$n = -\tan \theta (a_g - 152) \cos \theta - 304 (\sin \theta + 152) + (a_g - 152) \sin \theta - 304 \cos \theta + 152 \quad (90^\circ < \theta < 180^\circ) \quad (3-4)$$

となり、(3-4)式をさらに(3-3)式に代入し、

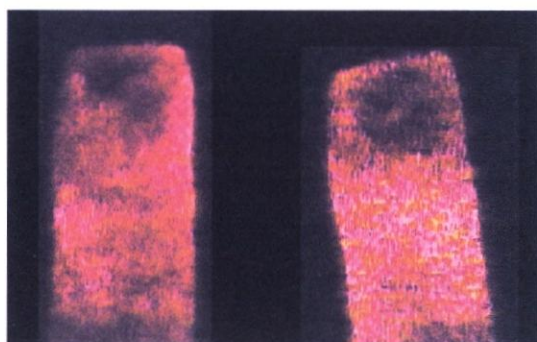
$$y = -\frac{1}{\tan \theta} x + \frac{1}{\tan \theta} (a_g - 152) \cos \theta - 304 (\sin \theta + 152) + (a_g - 152) \sin \theta - 304 \cos \theta + 152 \quad (0^\circ < \theta < 90^\circ)$$

$$y = \tan \theta \cdot x - \tan \theta \cdot (a_g - 152) \cos \theta - 304 \sin \theta + 152 + (a_g - 152) \sin \theta - 304 \cos \theta + 152 \quad (90^\circ < \theta < 180^\circ) \quad (3-5)$$

となる。この直線の方程式によりカッティングを行う。

本システムでの操作手順は次の通りである。

1. X線構造解析に使用する結晶試料をワイセンベルグカメラに取り付ける。さらにレーザー顕微鏡を取り付け、その上に CCD カメラをセットする。
2. ワイセンベルグカメラの回転軸をステッピングモータにより 2 度ステップで 0° から 180° まで回転させ、各角度において結晶試料を撮影する。
3. 撮影された 2 次元画像ファイルをワークステーションに転送し、二値化処理を行う。
4. 二値化処理された画像データ（撮影画像と呼ぶ）を用い、3 次元画像を作成する。これをカッティングといい、作成されたデータをソリッドデータと呼ぶ。
5. ソリッドデータの精度を調べるため、再度 2 次元データに戻し（これを投影画像と呼ぶ。）、撮影画像と比較する。
6. できあがったソリッドデータを用い、物質内を



(a) (b)

図6. CCD カメラで結晶を撮影するときに、(a)レーザー光を走査しない場合、(b)レーザー光を走査した場合の比較。レーザー光を走査した(b)の方が、反射する光が均一で強くなっていることがわかる。

X線が通過する距離 t を各々の回折X線に対して求め、吸収因子の計算を行う。

4. 性能評価と実際の結晶構造解析への応用例

4-1 レーザー光走査の有意性

レーザー光を走査した理由は、走査せずにただレーザー光を照射する場合に比べて、試料から反射する光の強度が均一で強くなり、試料の端の部分が明確になるからである。この状況を図6に示す。図6(a)はレーザー光を照射しただけの画像、(b)はレーザー光を走査した場合の画像である。この効果は CCD カメラで撮影した 2 次元画像から試料外形の抽出（二値化処理）を行う場合の精度向上につながるものである。

4-2 以前のシステムとの比較

以前当研究室で開発された、白色光源を使用した微結晶外形精密自動測定システム¹⁷⁾との性能比較をするため、それぞれのシステムにおいて各撮影角度ごとに撮影画像と投影画像の面積一致率の比較をした。これらの結果を図7（以前のシステム）および図8（本研究のシステム）に示す。この結果からレーザー顕微鏡を用いることで面積一致率の平均値が 99.28% から 99.58% へと 0.3% 向上した。この値はコンピュータ画面上のドット数で考えると、通常 X 線回折実験に用いる試料の大きさが数十ドット分に相当し、問題となっていた輪郭のぼけを軽減することができたものと考えられる。

4-3 実際の結晶構造解析への応用

結晶試料にすでに結晶構造の報告がある RbLiSO_4 ⁹⁾ を選び、実際の構造解析を行った。この際、本研究で開発した微結晶外形精密自動測定システムから算出した吸収因子を採用した回折強度、*International Tables for X-Ray Crystallography*^{1, 2)} に掲載されている吸収因子を採用した回折強度、全く吸収補正を行わない強度測定したままの回折強度をそれぞれ解析に用い、比較を行った。

本システムで結晶試料外形を取り込み、ソリッドデータを作成した結果を図9、図10に示す。図9は結晶の b 軸に沿って切り出した試料であり、図10は c 軸に

沿ったものである。各図において、左下には図5の座標系において $x=152$ で yz 平面に平行に結晶を切った断面が、また右下には $y=152$ で zx 平面に平行に切った断面が示してある。また、実際に CCD カメラで撮影していない z 方向の xy 断面も表示可能で、これが図の上側に示してある。結晶外形を示す3つの図の中の直線は、断面表示の位置を示している。

RbLiSO_4 の室温相は $a=5.288 \text{ \AA}$, $b=9.105 \text{ \AA}$, $c=8.731 \text{ \AA}$, $\gamma=90.09^\circ$ の単斜晶系で、空間群は $P2_1/n$

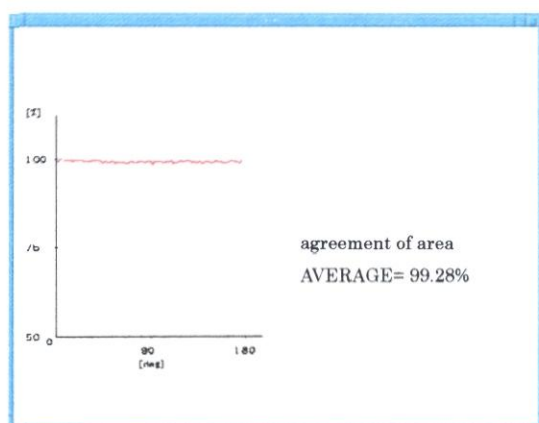


図7. 以前のシステム(白色光源を採用)における各撮影角度での、撮影画像と投影画像の面積一致率。横軸は撮影角度を示し、縦軸は面積一致率を百分率で示す。右の数値は一致率の平均値。

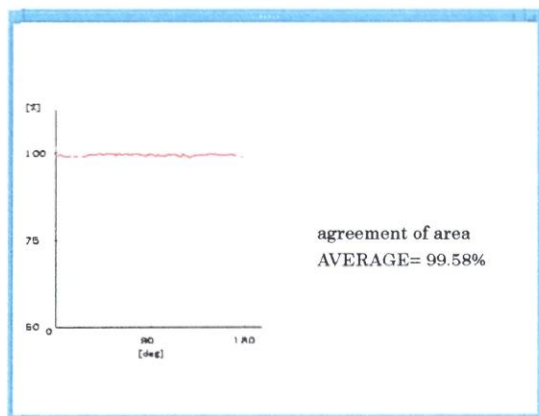


図8. 本研究のシステム(レーザー光源を採用)における各撮影角度での、撮影画像と投影画像の面積一致率。横軸は撮影角度を示し、縦軸は面積一致率を百分率で示す。右の数値は一致率の平均値。

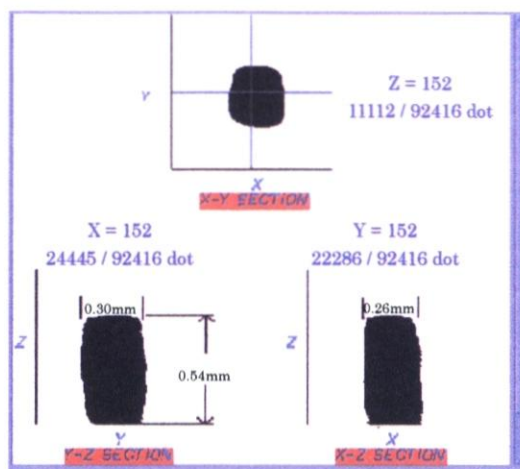


図9. 本システムで測定した、 RbLiSO_4 の b 軸に沿って切り出した試料の外形。左下は yz 面投影、右下は xz 面投影、上は画像処理から求められた xy 面投影である。各図の中の直線は、その位置の断面が他の図で表されていることを示す。また図中の長さを示す数値は、この結晶試料の実スケールである。

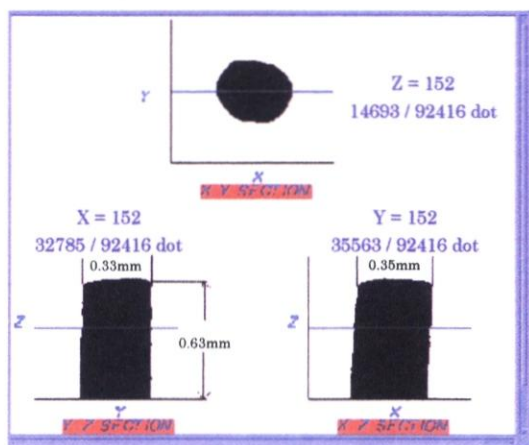


図10. 本システムで測定した、 RbLiSO_4 の c 軸に沿って切り出した試料の外形。左下は yz 面投影、右下は xz 面投影、上は画像処理から求められた xy 面投影である。各図の中の直線は、その位置の断面が他の図で表されていることを示す。また図中の長さを示す数値は、この結晶試料の実スケールである。

であると報告されている。⁹⁾ 結晶構造精密化はブロック対角近似最小二乗法で行い、格子定数と原子座標パラメータおよび温度因子の初期値はこの文献の値に従った。表Iに、本研究で開発した微結晶外形精密自動測定システムから算出した吸収因子を採用し、吸収補正を行った回折強度を用いた解析結果を示す。 x, y, z は各原子の原子座標パラメータ、 B_{eq} は異方性温度因子から計算された等方性温度因子、それぞれの括弧内の中は標準偏差である。解析の信頼性の目安となる R 因子は、観測回折強度から計算される構造因子の観測値 F_o と、結晶構造モデルから計算される構造因子の計算値 F_c を用いて、表Iの中に示した式で表される。本解析で R 因子は約7.8%に収束した。表IIには *International Tables for X-Ray Crystallography*¹²⁾に掲載されている吸収補正因子を採用し、吸収補正を行った回折強度を用いた解析結果を、また表IIIには全く吸収補正を行わない回折強度を用いた解析結果をそれぞれ示す。 R 因子は、*International Tables for X-Ray Crystallography*¹²⁾に掲載されている吸収補正因子を採用した場合が約8.1%、吸収補正をしない場合は約9.9%になった。

表I 本システムを用いて吸収補正をした解析結果

原子座標 ($\times 10^4$) と等方性温度因子 ($\times 10^2$)

(括弧内の数値は標準偏差を示す。)

原子	x	y	z	温度因子 B_{eq} ($\text{\AA}^2$)
Rb	7741 (40)	2215 (36)	5028 (45)	0.802 (0.113)
Li	2651 (746)	4168 (845)	3113 (826)	2.160 (1.240)
S	2475 (94)	772 (106)	2030 (107)	0.737 (0.261)
O_1	2696 (380)	1000 (275)	432 (399)	1.450 (1.229)
O_2	1393 (308)	2141 (292)	2873 (352)	1.219 (1.106)
O_3	5059 (284)	561 (254)	2639 (342)	1.023 (0.934)
O_4	604 (321)	-541 (264)	2490 (359)	1.151 (1.012)

等方性温度因子 B_{eq} は異方性温度因子 B_{ij} より求めた。

$$B_{eq} = \frac{1}{3} \text{trace} B_{ij}$$

$$R \text{ 因子 } R = \frac{\sum ||F_o| - |F_c||}{\sum |F_o|} = 0.0777$$

表II International Table を用いて吸収補正をした解析結果

原子座標 ($\times 10^4$) と等方性温度因子 ($\times 10^2$)

(括弧内の数値は標準偏差を示す。)

原子	x	y	z	温度因子 B_{eq} ($\text{\AA}^2$)
Rb	7446 (86)	2227 (87)	5036 (76)	1.632 (0.182)
Li	2129 (1450)	4048 (1479)	3084 (1182)	1.714 (3.598)
S	2513 (207)	782 (225)	2061 (199)	1.554 (0.368)
O_1	2547 (517)	914 (535)	360 (625)	1.754 (1.257)
O_2	1540 (551)	2237 (473)	2765 (712)	1.881 (1.269)
O_3	5214 (496)	508 (433)	2573 (662)	1.814 (1.612)
O_4	646 (510)	-487 (525)	2482 (569)	1.776 (1.714)

等方性温度因子 B_{eq} は異方性温度因子 B_{ij} より求めた。

$$B_{eq} = \frac{1}{3} \text{trace} B_{ij}$$

$$R \text{ 因子 } R = \frac{\sum ||F_o| - |F_c||}{\sum |F_o|} = 0.0807$$

表III 吸収補正をしないときの解析結果

原子座標 ($\times 10^4$) と等方性温度因子 ($\times 10^2$)

(括弧内の数値は標準偏差を示す。)

原子	x	y	z	温度因子 B_{eq} ($\text{\AA}^2$)
Rb	7467 (103)	2219 (97)	5035 (69)	0.295 (0.222)
Li	2251 (1340)	4029 (1534)	3169 (1202)	0.759 (2.432)
S	2494 (205)	806 (244)	2038 (185)	0.202 (0.436)
O_1	2624 (548)	974 (602)	285 (609)	0.451 (1.904)
O_2	1516 (481)	2239 (598)	2817 (643)	0.518 (2.009)
O_3	5315 (464)	548 (498)	2607 (602)	0.413 (2.024)
O_4	618 (474)	-470 (618)	2471 (531)	0.349 (1.835)

等方性温度因子 B_{eq} は異方性温度因子 B_{ij} より求めた。

$$B_{eq} = \frac{1}{3} \text{trace} B_{ij}$$

$$R \text{ 因子 } R = \frac{\sum ||F_o| - |F_c||}{\sum |F_o|} = 0.0992$$

5. 結 言

従来から本研究室で開発されてきた微結晶外形自動精密測定システムの光源および試料観測部を、半導体レーザを用いた自作のレーザ顕微鏡に移行することにより、画像処理によって計算される結晶試料外形の精

度が向上した。

また, RbLiSO_4 の構造解析においては, 測定した結晶試料外形から各回折 X 線に対し, X 線の行路を計算して吸収因子を算出し吸収補正に用いた。この結果は一般に広く利用されている *International Tables for X-Ray Crystallography*¹²⁾に掲載されている吸収因子を採用する方法と比較して何ら遜色が無い。また, ここに掲載されている吸収因子は, 試料が球か円筒形の場合に限られるが, 本システムでは複雑な外形を持つ結晶試料の吸収補正にも有効であると考えられる。

構造解析の結果の R 因子が約 7.8%程度に留まっているのは, 用いた X 線が $\text{CuK}\alpha$ であり, 波長が約 1.54 Å と長い事から, 必要な回折点総てを観測できないという事が大きく影響している。さらに波長の短い Mo からの X 線を用いる事によって, R 因子は小さくなり, 解析精度は向上すると考えている。

また, 本システムは, 試料の実際の体積算出にも応用可能であり, 単位格子あたりの分子数がわかっているれば密度を計算することができ, 空間群の決定に非常に有効である。これについての論文は只今準備中である。本システムは全く新しいアイデアから創造されたもので, 他に同様な装置は無く, 現在, 企業による本システムの市販装置への組み込みが検討されている。

参 考 文 献

- 1) T. Izumi, K. Tsuruta, A. Fujitsuka, H. Kuchiji & T. Kurihama: J. Appl. Cryst., **29**(1996)31.
- 2) 鶴田和禎, 森秀明, 栗濱忠司, 泉隆俊: 総合工学, **5**(1993)51.
- 3) 藤塚秋弘, 口地博行, 鶴田和禎, 栗濱忠司, 泉隆俊: 総合工学, **6**(1994)45.
- 4) 伊藤麻理子, 井深達也, 兼子浩, 鬼頭勉, 栗濱忠司, 泉隆俊: 総合工学, **9**(1997)59.
- 5) 鶴田和禎, 森秀明, 栗濱忠司, 泉隆俊: 日本物理学会 1992. 9. 25aS5
- 6) 藤塚秋弘, 口地博行, 喜多田寿子, 栗濱忠司, 泉隆俊: 日本物理学会 1994. 9. 5aX12.
- 7) 伊藤麻理子, 井深達也, 栗濱忠司, 泉隆俊: 日本結晶学会 1997. 11. P102.
- 8) 井深達也, 栗濱忠司, 泉隆俊: 日本結晶学会 1998. 11. P130.
- 9) S. Tanisaki, H. Mashiyama, K. Hasebe, Y. Shiroishi & S. Sawada : Acta Cryst. **B36**(1980)3084.
- 10) 口地博行, 安藤貴盛, 栗濱忠司, 泉隆俊: 総合工学, **8**(1996)31.
- 11) 阿形光敏, 藤永杰, 栗濱忠司, 泉隆俊: 日本結晶学会, 1997. 11. P115.
- 12) *International Tables for X-Ray Crystallography*, Vol. I-III (1968) 2nd ed. Birmingham: Kynoch Press.