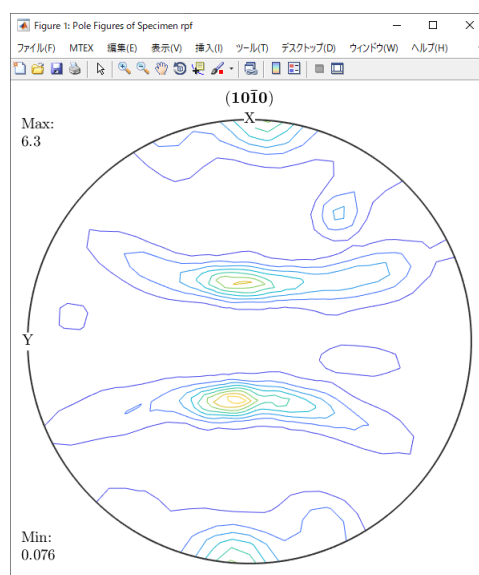
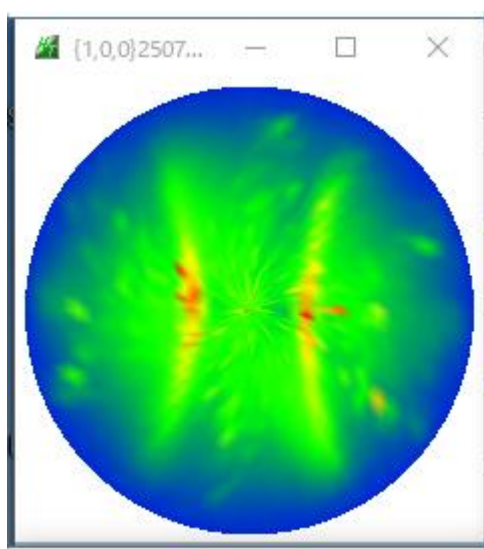


d e f c o u s データなしの r a s データを

M T E X による r a s データの解析



2020年12月10日

HelperTex Office

1. 概要

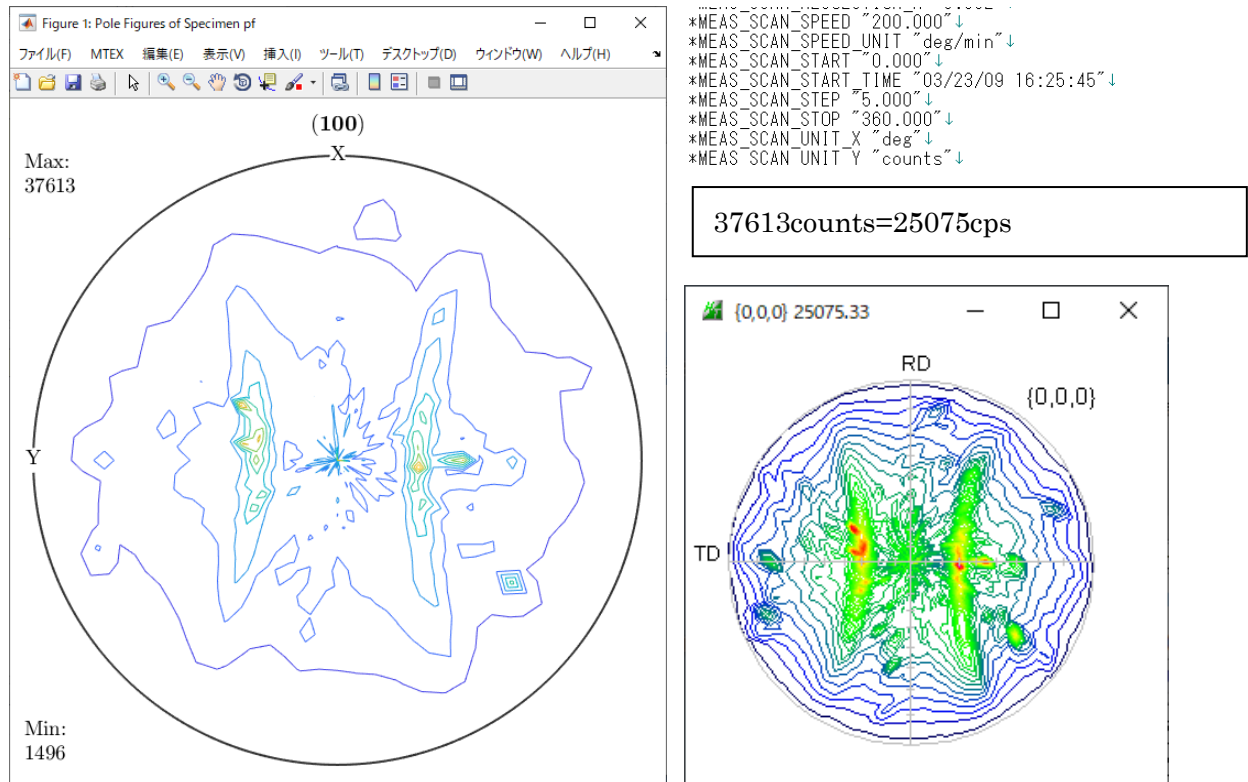
XRDでは、バックグラウンドと `defocus` も問題があります。

`ras` ファイルでは、極点測定時、バックグラウンドも同時に測定されます。

MTEXに `ras` ファイルを読み込んだ後、バックグラウンド除去と `defocus` 処理をどのように行うか不明のため、MTEXに読み込む前に、処理を行います。(correct0用データが必要)

しかし、MTEX付属の `Bruker_xrd_10-10.ras` に対応する `defocus` ファイルはありません。前回と同様にMTEXで解析後、`defocus` 補正を行う方法を考えなければなりません。

`ras` ファイルをMTEXで読み込んだ極点図は以下



`ras` ファイルには、測定 2θ 角度は登録されているが、材料と指数の登録はありません。

```
*HW_XG_WAVE_LENGTH_ALPHA1 "1.540593"  
*HW_XG_WAVE_LENGTH_ALPHA2 "1.544414"  
*HW_XG_WAVE_LENGTH_BETA "1.392250"↓  
*MEAS_3DE_ALPHA_ANGLE "0.0"↓  
*MEAS_3DE_ALPHA_START "0.0"↓  
*MEAS_3DE_ALPHA_STEP "5.0000"↓  
*MEAS_3DE_ALPHA_STOP "90.0"↓  
*MEAS_3DE_BG_HIGH_ANGLE "32.6165"↓  
*MEAS_3DE_BG_HIGH_EXEC "1"↓  
*MEAS_3DE_BG_HIGH_INT "479"↓  
*MEAS_3DE_BG_HIGH_TIME "0.5"↓  
*MEAS_3DE_BG_LOW_ANGLE "31.8726"↓  
*MEAS_3DE_BG_LOW_EXEC "1"↓  
*MEAS_3DE_BG_LOW_INT "538"↓  
*MEAS_3DE_BG_LOW_TIME "0.5"↓  
*MEAS_3DE_BG_MODE "2"↓  
*MEAS_3DE_TWOTHETA_ANGLE "32.2446"↓
```

新し `ras` フォーマットでは

```
*SAMPLE_INDEX_H "1"↓  
*SAMPLE_INDEX_K "1"↓  
*SAMPLE_INDEX_L "0"↓  
*SAMPLE_MU "0"↓  
*SAMPLE_THICKNESS "1"↓
```

指数登録がありますが、この `ras` ファイルにはありません。

本 `ras` ファイルではASC変換とバックグラウンド除去を説明します。

2. ras を ASC に変換

2. 1 INDEX が登録されている ras ファイルの場合

RasPftoAsc 2.41ST[20/12/31] by CTR

File Help

BackgroundMode
Single File Mode

RasPoleTxtFiles select
110_ref_sus.ras

Abs Calc
☐ Calc Absorption coefficient 0.0 1/cm Thickness 0.0 cm

Alfa-profile & Index(h,k,l)
☐ File1 ☐ File2 ☐ File3 ☐ File4 ☐ File5 ☐ File6 check before
1,1,0 0,0,0 0,0,0 0,0,0 0,0,0 0,0,0

BackdeleteMode
☐ DoubleMode ☐ SingleMode ☐ LowMode ☐ HighMode ☒ Nothing ☐ Free after

Created files name

OK

ras ファイル選択と同時に指数が表示されます。

2. 2 INDEX が登録されていない ras ファイルの場合

RasPftoAsc 2.41ST[20/12/31] by CTR

File Help

BackgroundMode
Single File Mode

RasPoleTxtFiles select
Bruker_xrd_10-10.ras

Abs Calc
☐ Calc Absorption coefficient 0.0 1/cm Thickness 0.0 cm

Alfa-profile & Index(h,k,l)
☐ File1 ☐ File2 ☐ File3 ☐ File4 ☐ File5 ☐ File6 check before
0,0,0 0,0,0 0,0,0 0,0,0 0,0,0 0,0,0

BackdeleteMode
☐ DoubleMode ☐ SingleMode ☐ LowMode ☐ HighMode ☒ Nothing ☐ Free after

Created files name

OK

ファイル名の `_10-10` から Hexagonal の `{100}` とする。

RasPftoAsc 2.41ST[20/12/31] by CTR

File Help

BackgroundMode
Single File Mode

RasPoleTxtFiles select
Bruker_xrd_10-10.ras

Abs Calc
☐ Calc Absorption coefficient 0.0 1/cm Thickness 0.0 cm

Alfa-profile & Index(h,k,l)
☒ File1 ☐ File2 ☐ File3 ☐ File4 ☐ File5 ☐ File6 check before
1,0,0 0,0,0 0,0,0 0,0,0 0,0,0 0,0,0

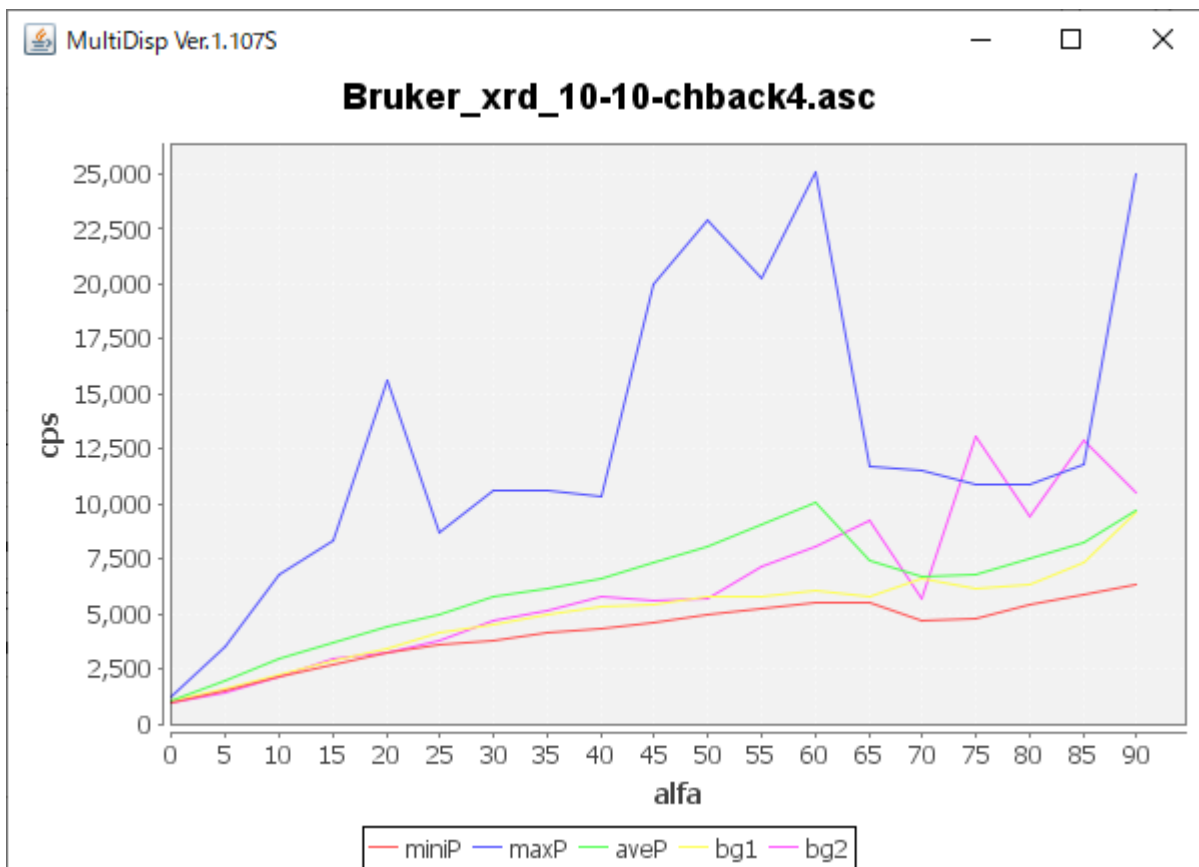
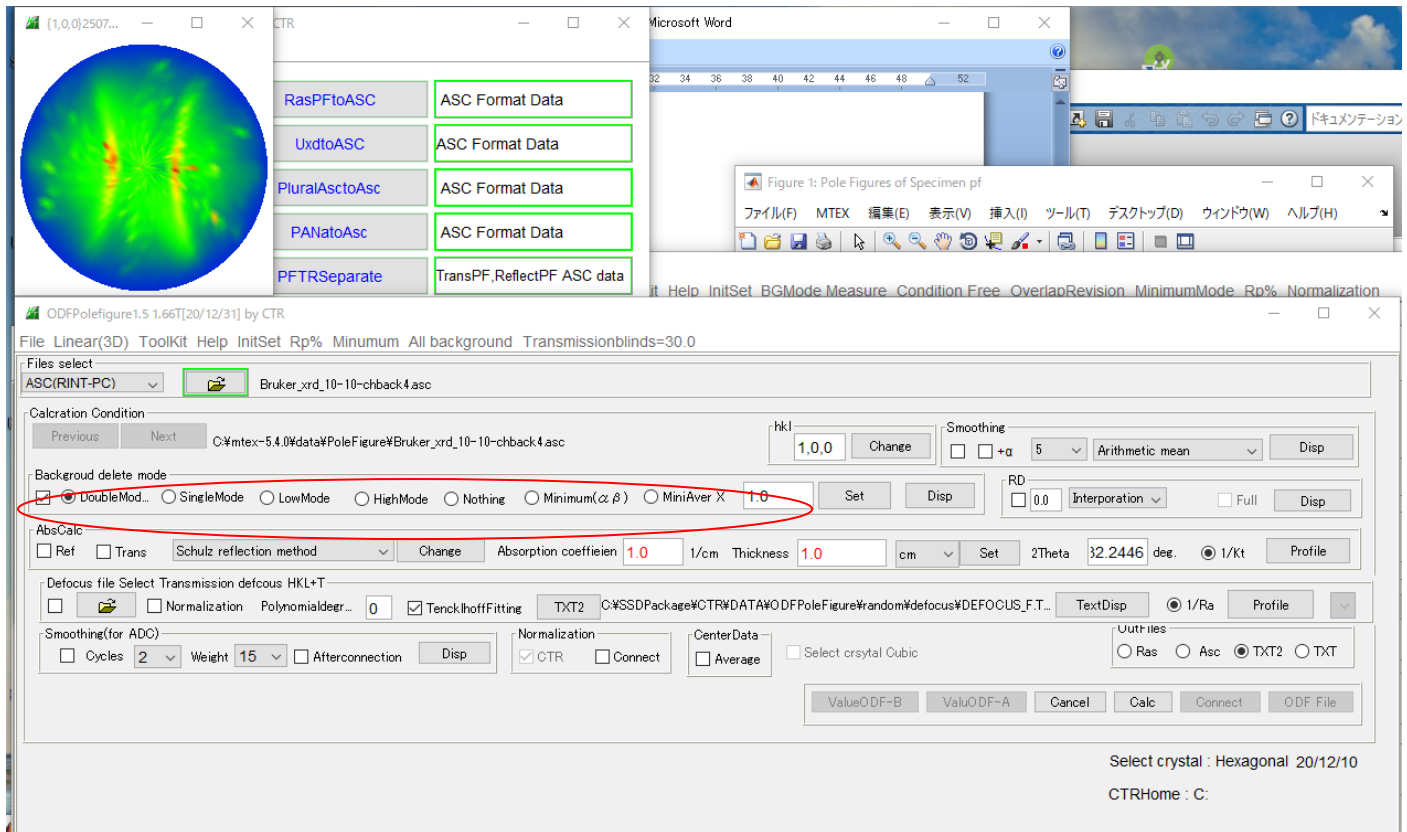
BackdeleteMode
☐ DoubleMode ☐ SingleMode ☐ LowMode ☐ HighMode ☒ Nothing ☐ Free after

Created files name
Bruker_xrd_10-10-chback4.asc

OK

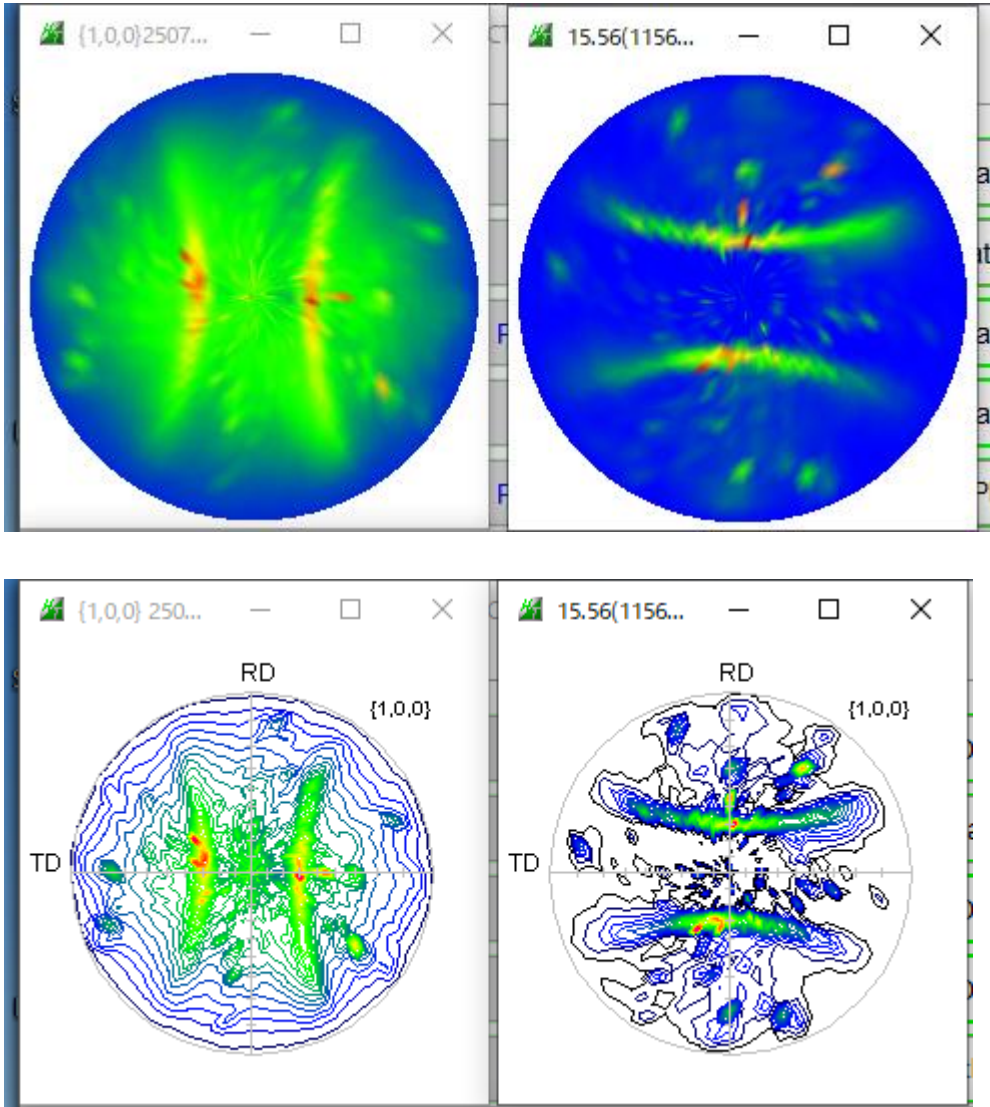
`Bruker_xrd_10-10-chback4.asc` ファイルに変換しました。

3. バックグラウンド除去



バックグラウンドも大きく、更に defocus の影響も受けています。

3. 1 バックグラウンド除去、RD+ 9 0，企画化を行う。



以降、Magnesiumとして扱う

MagnesiumDISP

Hexagonal

3.2061 (1.0)

3.2061 (1.0)

5.2091 (1.6247)

90.0

90.0

120.0

1.54056

27

1	0	0	24.7	2.7766	32.213
0	0	2	27.0	2.6046	34.404
1	0	1	100.0	2.4502	36.646
1	0	2	13.5	1.8996	47.844
1	1	0	13.8	1.6031	57.437

4. MTEX入力データ作成

PF to MTEX by CTR PFtoODF3 8.47T[20/12/31] by CTR

FileOptionSymmetricSoftwareDataHelp

Outside text(Vector) CCW

Outside CSV(Vector) CCW

Inside text CCW

*Labotex(EPF) CW

Stadard ODF CCW

Siemens CCW

TexTools(txt) CCW

*TexTools(pol) CCW

TexTools(pol) CW

*TexTools(pol)CCW-zero cut

TexTools(pol)CW-zero cut

*popLA(RAW)CCW

popLA(RAW)CW

StandaradODF2.5 CCW

Bunge(PF) CCW

MulTex(TD:beta=0)CCWXTX2

Labotex(EPF) CCW

*MTEX(ASC) CCW

MTEX(ASC) CW

LaboTex(PPF) CW

*LaboTex(PPF) ATEX CCW

TX2

CrystalData.txt

files)7 - O (cubic)

alpha90.0beta90.0gamma90.0

ab,intens))h,k,l2ThetaAlpha scopeAlphaSAlphaESelect

hR0B0S_2.TXT1,0,032.2440.0->90.00.090.0☒

1,1,00.0☐

2,0,00.0☐

2,1,00.0☐

2,1,10.0☐

3,1,10.0☐

4,0,00.0☐

3,3,10.0☐

4,2,20.0☐

5,1,10.0☐

5,2,10.0☐

5,3,10.0☐

k4_chR0B0S_2.TXT

DataStorage

Asc(CCW) file save

Labotex(EPF).popLA(RAW) filename

ASC

Initialize

Start

getHKL<-Filename

AllFileSelect

反射法で、極点図の外周は測定出来ないなので、変更を行う。

h,k,l	2Theta	Alpha scope	AlphaS	AlphaE	Select
1,0,0	32.244	0.0->90.0	0.0	90.0	<input checked="" type="checkbox"/>

h,k,l	2Theta	Alpha scope	AlphaS	AlphaE	Select
1,0,0	32.244	0.0->90.0	0.0	85	<input checked="" type="checkbox"/>

5. MTEXに読み込む

Import Wizard

Crystal Reference Frame

Crystal Symmetry

Mineral

☒ Indexed ☐ Not Indexed

mineral name

Load Cif File

plotting color

Crystal Coordinate System

Point Group

6/mmm

X||a*

Y||b

Axis Length a b c

Axis Angle alpha beta gamma

Plot

<< Previous

Next >>

Finish

Import Wizard

Specimen Reference Frame

Specimen Symmetry

Specimen Coordinate System

rotate data by Euler angles (Bunge) in degree

specimen symmetry

-1 triclinic

MTEX Plotting Convention

Plot ther data to verify that the coordinate system is properly aligned!

Plot

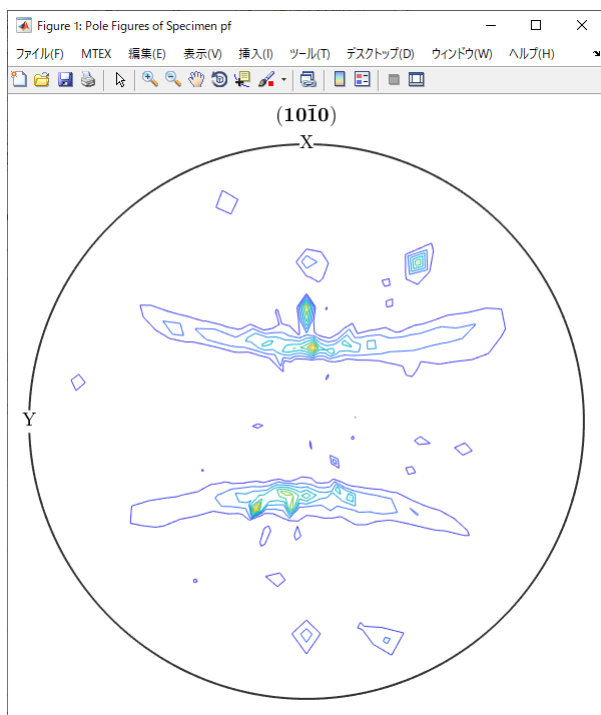
<< Previous

Next >>

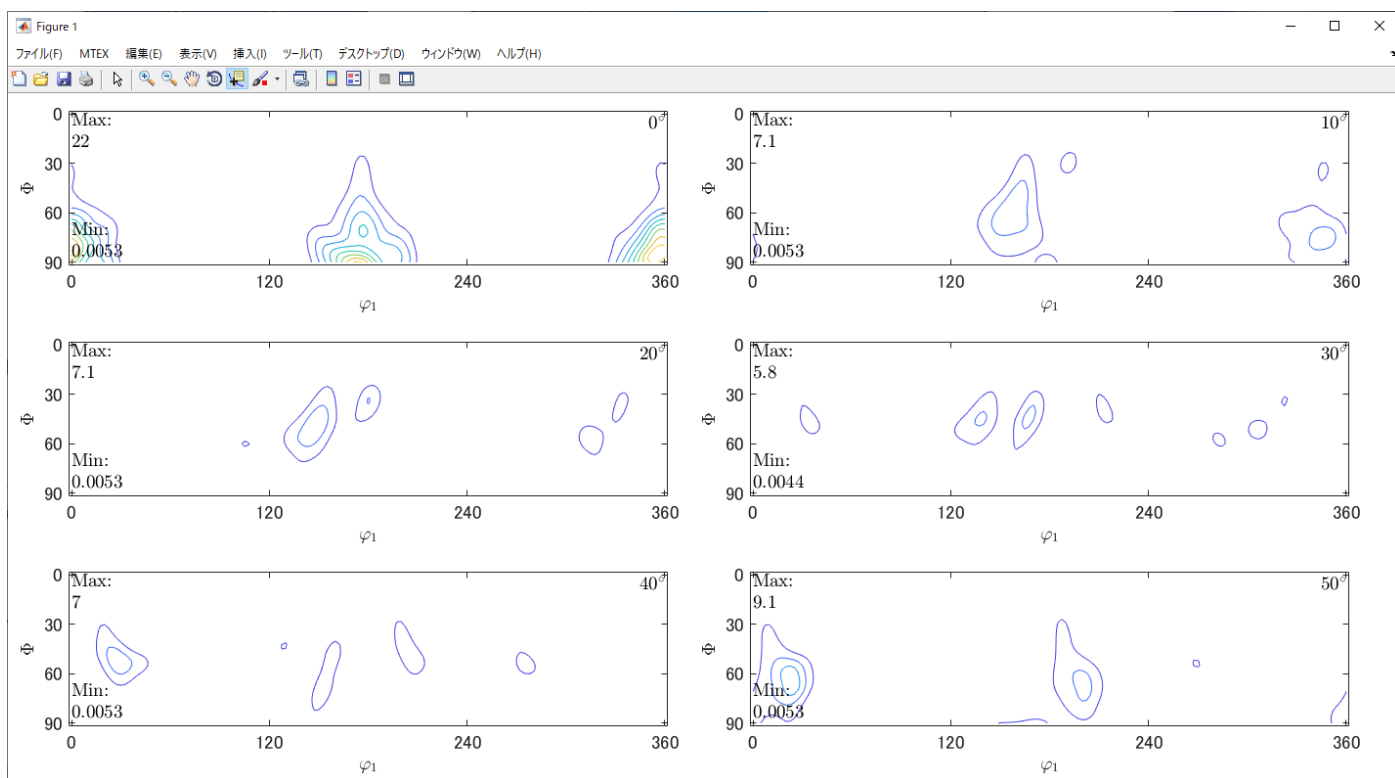
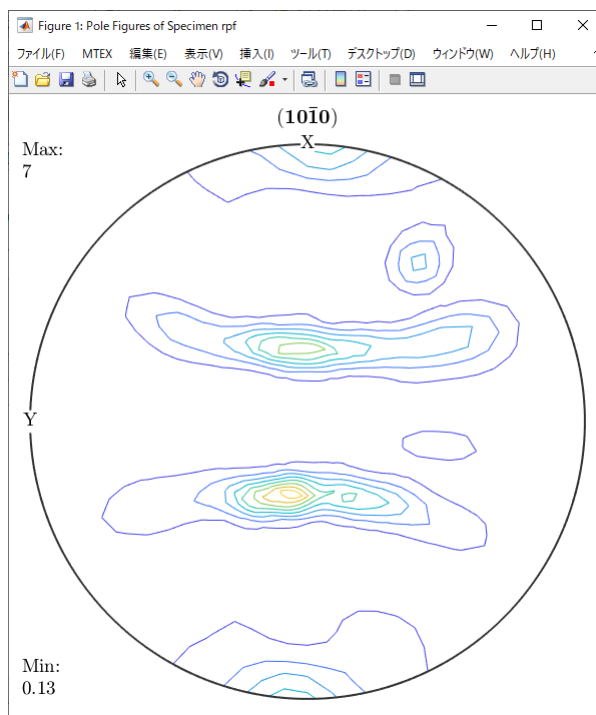
Finish

```
plot(pf,'contour','projection','stereo')
```

入力極点図

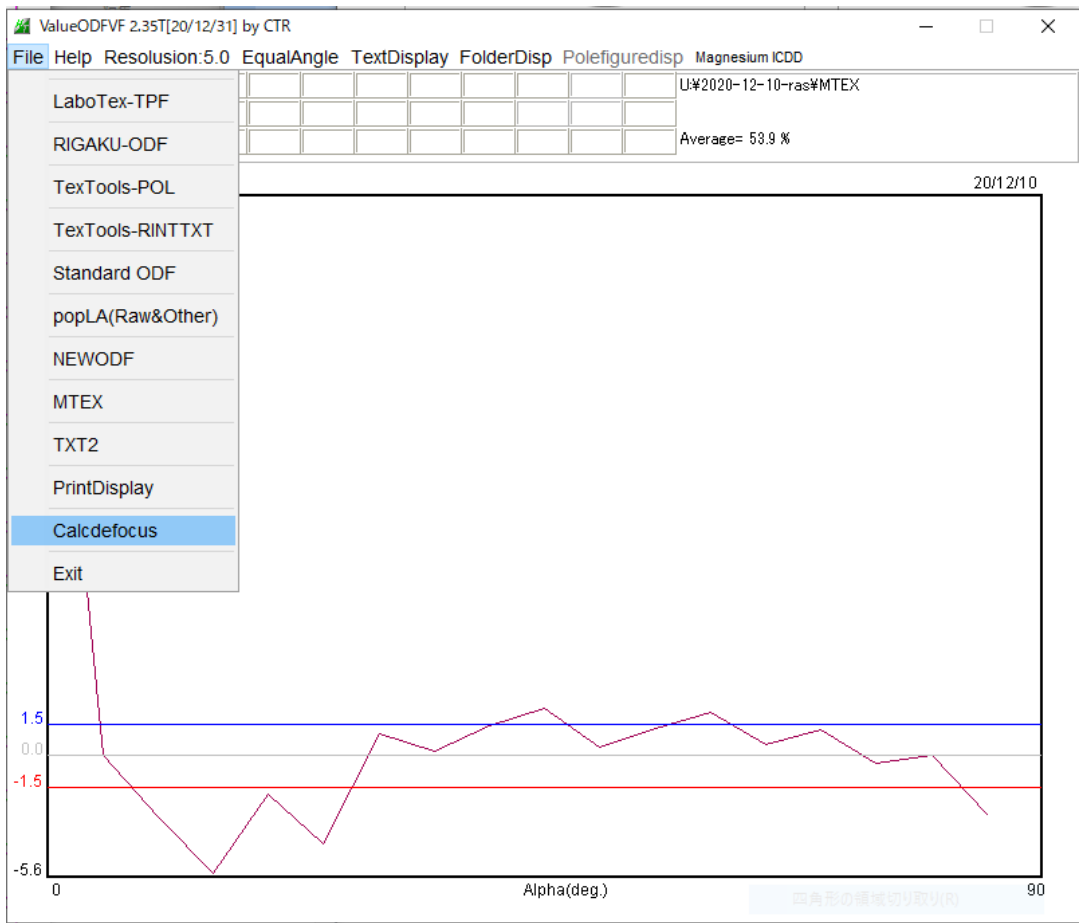


再計算極点図

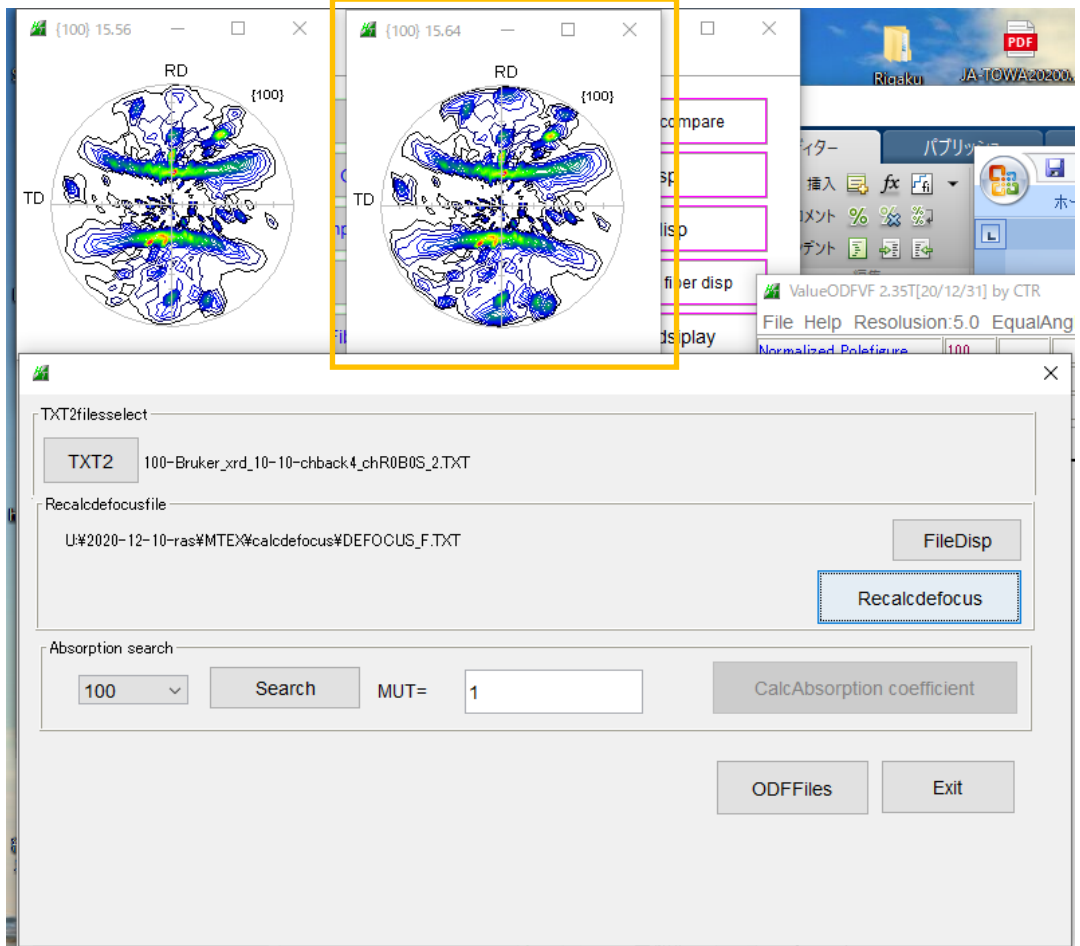


再計算極点図をExportし、defocus補正を行う。

6. defocus補正



Defocus 補正後の極点図



7. MTEX入力データ作成

PF to MTEX by CTR PFtoODF3 8.47T[20/12/31] by CTR

File Option Symmetric Software Data Help

Outside text(Vector) CCW

Outside CSV(Vector) CCW

Inside text CCW

*Labotex(EPF) CW

Stadard ODF CCW

Siemens CCW

TexTools(txt) CCW

*TexTools(pol) CCW

TexTools(pol) CW

*TexTools(pol)CCW-zero cut

TexTools(pol)CW-zero cut

*popLA(RAW)CCW

popLA(RAW)CW

StandaradODF2.5 CCW

Bunge(PF) CCW

MulTex(TD:beta=0)CCW TXT2

Labotex(EPF) CCW

***MTEX(ASC) CCW**

MTEX(ASC) CW

LaboTex(PPF) CW

*LaboTex(PPF) ATEX CCW

TXT2

Initialize

Start

getHKL<-Filename

AllFileSelect

11 - D6 (hexagonal)

alpha 90.0 beta 90.0 gamm 120.0

a,b,intens.))	h,k,l	2Theta	Alpha scope	AlphaS	AlphaE	Select
hR0B0S_2.TXT	1,0,0	0	0.0->90.0	0.0	90.0	<input checked="" type="checkbox"/>
	1,1,0	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	2,0,0	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	2,1,0	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	2,1,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	3,1,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	4,0,0	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	3,3,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	4,2,2	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	5,1,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	5,2,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>
	5,3,1	0.0		0.0	0.0	<input type="checkbox"/>

4_chR0B0S_2.TXT

Data

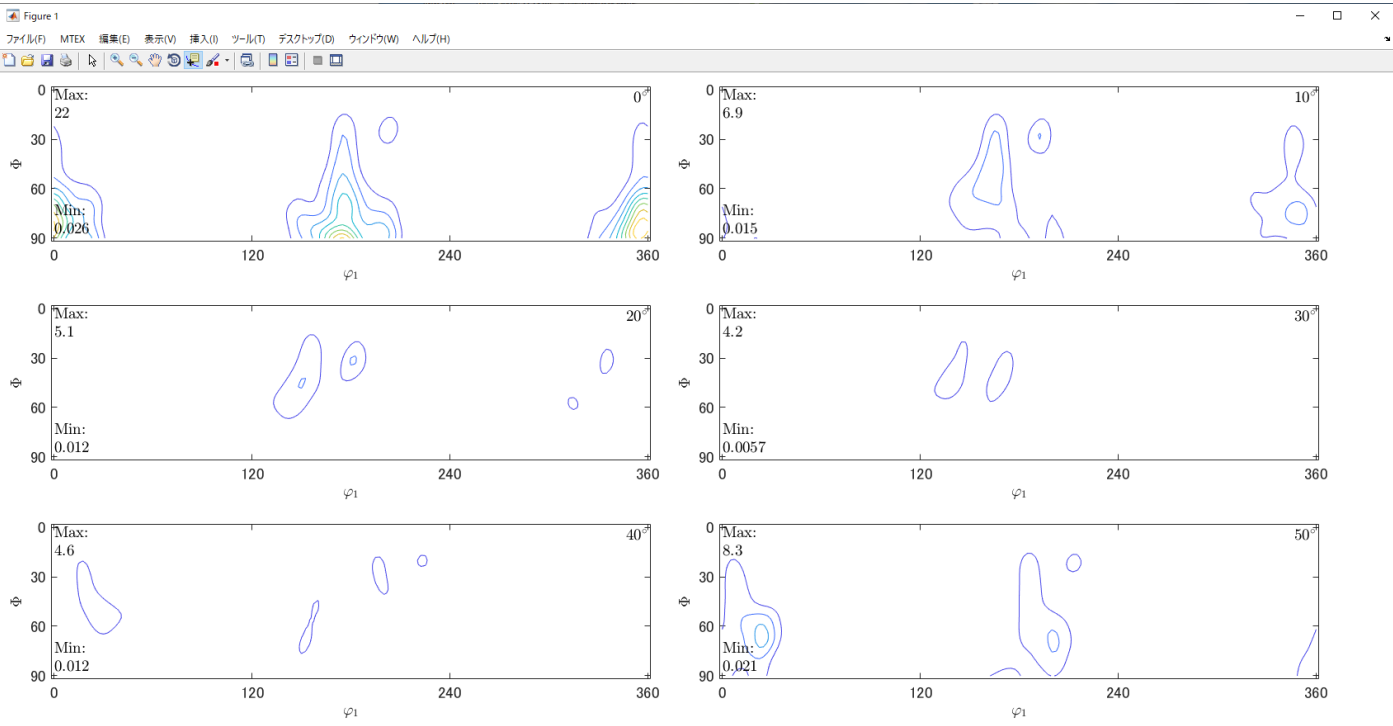
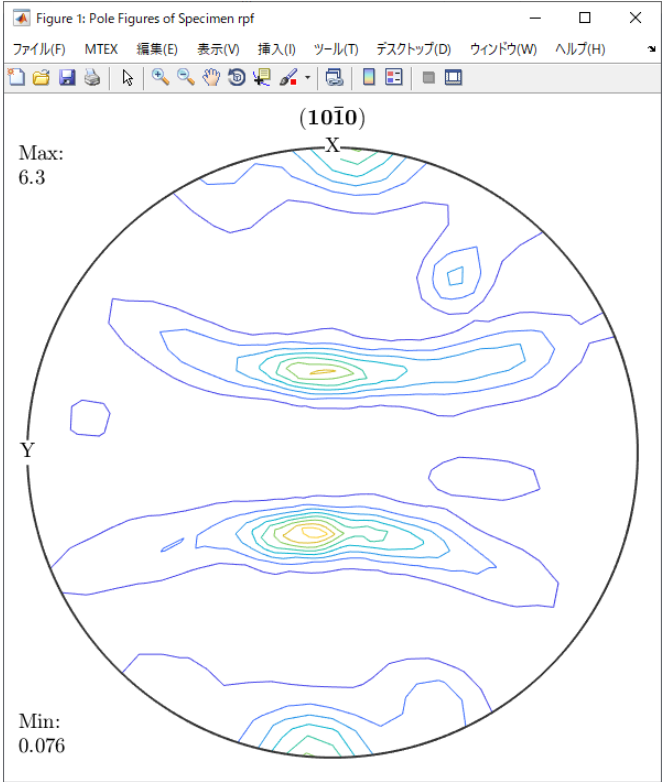
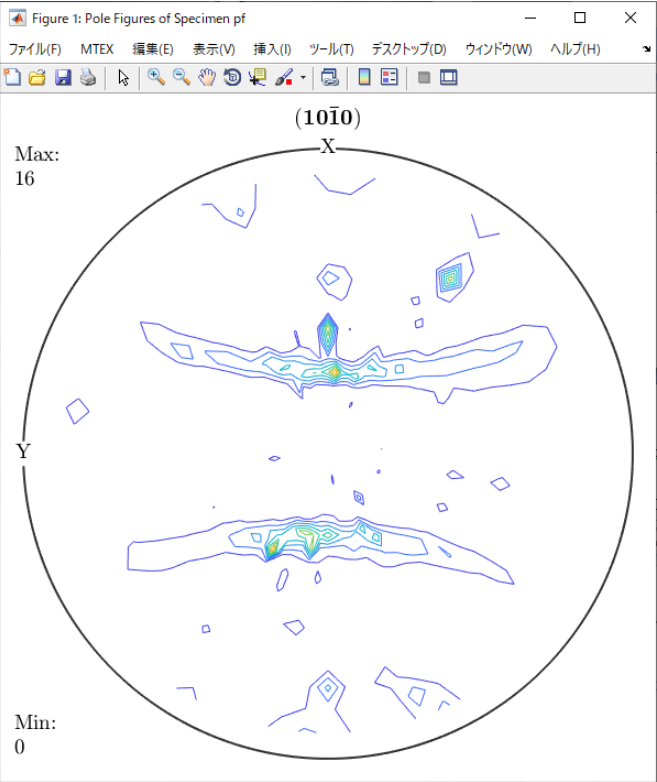
Storage

Asc(CCW) file save

Labotex(EPF),popLA(RAW) filename

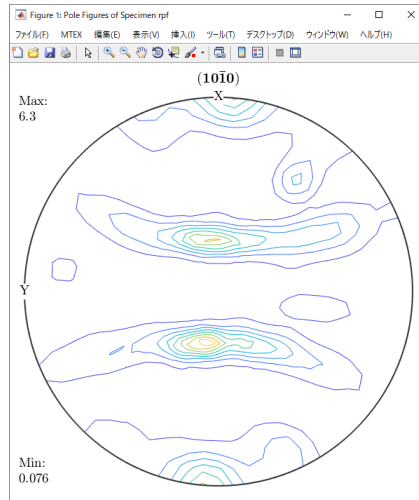
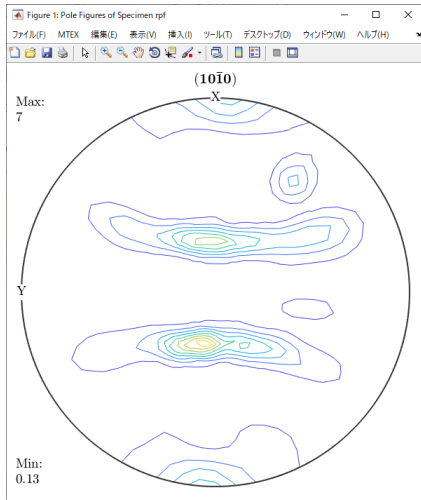
ASC

8. M T E Xによる再解析



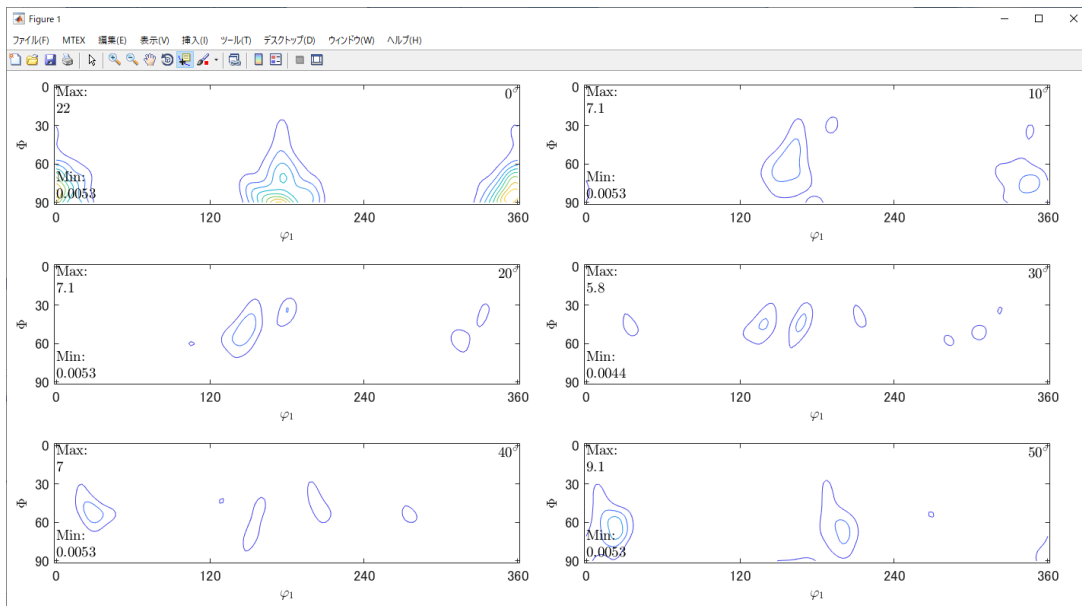
9. データ比較

d e f o c u s 補正なし d e f o c u s 補正あり

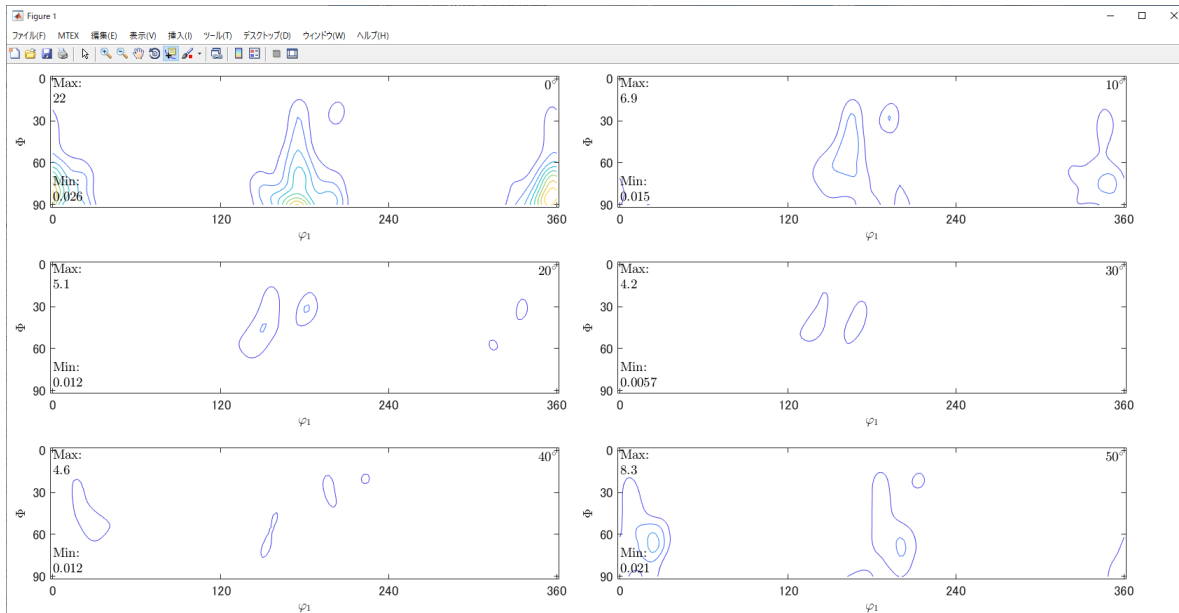


外周部分が強調されている。

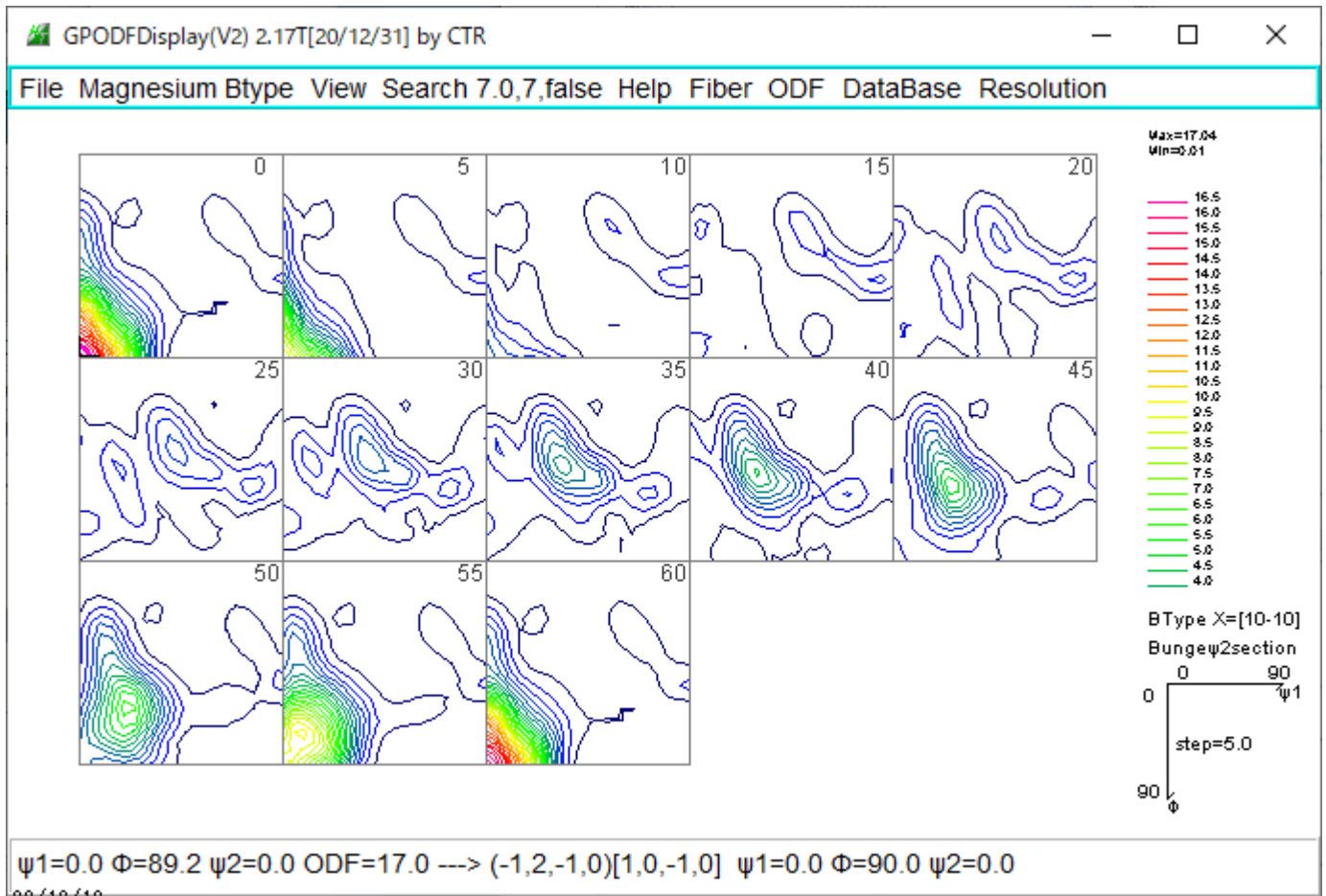
d e f o c u s 補正なし



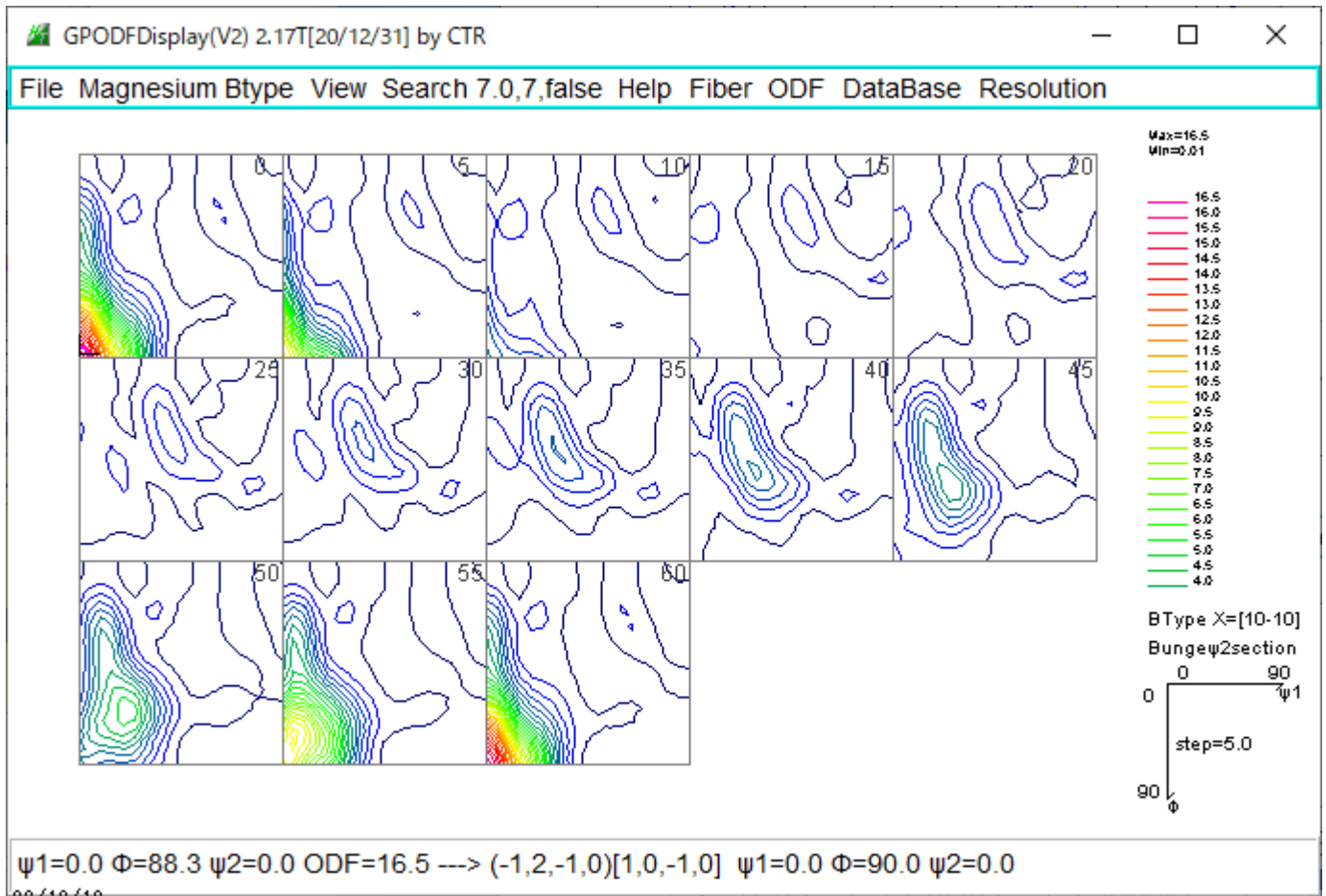
d e f o c u s 補正あり



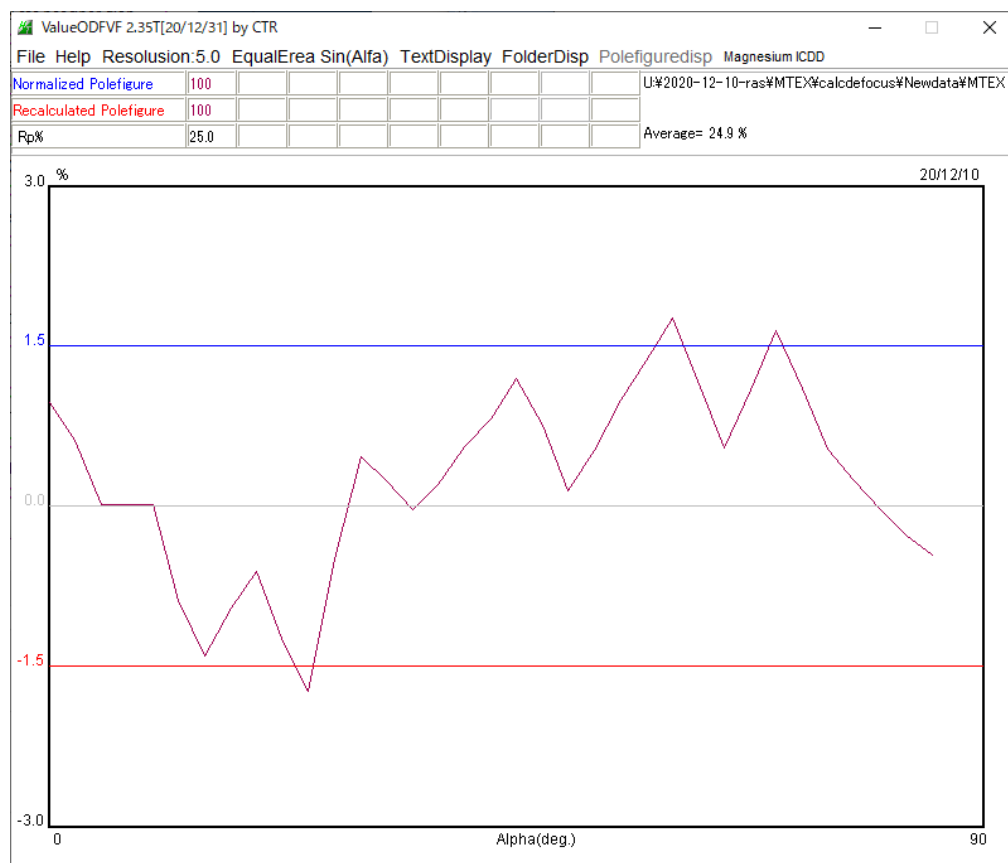
10. Triclinic→Orthorhombic比較
defocus補正なし



defocus補正あり



defocus補正なし



Rp%は改善されるが、大きな値である。実際の r a n d o mデータによる補正も必要と思われる。