defcousデータなしのrasデータを

# MTEXによるrasデータの解析



2020年12月10日 *HelperTex Office*  XRDでは、バックグランドと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。(correct()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。



rasファイルには、測定20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 START "0.0"↓ \*MEAS 3DE ALPHA STOP "90.0"↓ \*MEAS 3DE BG HIGH STOP "90.0"↓ \*MEAS 3DE BG HIGH EXEC "1"↓ \*MEAS 3DE BG HIGH INT "479"↓ \*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 INOD "2"↓ \*MEAS 3DE INDEX H "1"↓ \*SAMPLE INDEX K "1"↓ \*SAMPLE INDEX L "0"↓ \*SAMPLE MU "0"↓

#### 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

KasPFtoAsc 2.41ST[20/12/31] by CTF	t				-		×
File Help							
BackgroundMode Single File Mode	~						
HasPole IXTFiles select							
Abs Calc							
Calc Absorption	coefficient 0.0	1/cm Thickr	iess 0.0	cm			
Alfa-profile & Index(h,k,l)							
File1 File2	File3	File4	File5	File6	check	before	в
1,1,0 0,0,0	0,0,0	0,0,0	0,0,0	0,0,0			
BackdeleteMode							
DoubleMode Single	Mode LowMode	HighMode	🗹 Nothing	⊖ Free		after	r
⊤Created files name							
		OK					

r a s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[20/1	2/31] by CTR					-		$\times$
ile Help								
BackgroundMode								
Single File Mode	~							
RasPoleTXtFiles select	_10-10ras							
Abs Calc								
Calc	Absorption coeffic	ient 0.0	1/cm Thick	ness 0.0	cm			
Alfa-profile & Index(h,k,l)	I							
File1	File2	File3	File4	File5	File6	check	befor	е
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		afte	r
Created files name								
			OK					
			UK.					

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

RasPFtoAsc 2.41ST[20/1	2/31] by CTR					-		×
ile Help								
BackgroundMode Single File Mode	~							
RasPoleTXtFiles select	i_10-10ras							
Abs Calc	Absorption coeffic	ient 0.0	1/cm Thick	ness 0.0	cm			
Alfa-profile & Index(h,k,l)	)							
File1	File2	File3	File4	File5	File6	check	befor	e
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		afte	r
Created files name Bruker_xrd_10-10-chba	ck4.asc							
			ок					

Bruker\_xrd\_10-10-chback4.asc ファイルに変換しました。

#### 3. バックグランド除去

🌌 {1,0,0}2507 — 🗆 🗙	CTR	- 🗆 X	Microsoft Word — 🗆 🗙
	RasPFtoASC	ASC Format Data	
	UxdtoASC	ASC Format Data	
	PluralAsctoAsc	ASC Format Data	Figure 1: Pole Figures of Specimen pf − □ ×
	PANatoAsc	ASC Format Data	ファイル(F)     MIEX     編集(E)     表示(V)     挿入(I)     デーズクトラノ(D)     ワイントワ(W)     ヘルノ(H)     ▲       ①     2     2     2     2     2     2     2     2     2
	PFTRSeparate	TransPF,ReflectPF ASC data	it Help InitSet BGMode Measure Condition Free OverlapRevision MinimumMode Ro% Normalization
ODFPolefigure1.5 1.66T[20/12/31] by C	TR		- 🗆 X
File Linear(3D) ToolKit Help InitS	et Rp% Minumum A	I background Transmissionbli	inds=30.0
ASC(RINT-PC) V	ruker_xrd_10-10-chback4.a:	sc	
Calcration Condition Previous Next C¥mtex-t	5.4.0¥data¥PoleFigure¥Bruk	er_xrd_10-10-chback4.asc	hkl
Backgroud delete mode	) LowMode 🛛 HighMod	le Ο Nothing Ο Minimum(αβ)	O MiniAver X         1.0         Set         Disp         Interporation ∨         Full         Disp
AbsCalc			
Ref Irans Schulz reflection	n method V	Change Absorption coefficien 1	1.0 1/cm Thickness 1.0 cm v Set 2Theta 32.2446 deg. ( )1/kt Profile
Defocus file Select Transmission defo	olynomialdegr 0	Tenck Ihoff Fitting TXT2 C:¥SS	SDPackage¥CTR¥DATA¥ODFPoleFigure¥random¥defocus¥DEFOCUS_F.T TextDisp
Smoothing(for ADC) Cycles 2 V Weight 15	Afterconnection	Disp Orr Cor	nnect CenterData Select crsytal Cubic O Ras O Asc  TXT2 O TXT
			ValueODF-B ValuODF-A Cancel Calc Connect ODF File
			Select crystal : Hexagonal 20/12/10
			CTRHome : C:



バックグランドも大きく、更にdefocusの影響も受けています。

3. 1 バックグランド除去、RD+90,企画化を行う。



以降、Magnesiumとして扱う

Magnesium	DISP				
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

M PF	to MTEX by CTR PFtoODF3 8.47T[20/12/3 Option Symmetric Software Data	31] by CTR a Help						_		×
Γ	Outside text(Vector) CCW	gralData.to	ct				- Initializ	e s	itart	
	Outside CSV(Vector) CCW									
	Inside text CCW	iles)		7 – O (cubi	c)	~	€ ge	etHKL<-I	Filename	
	*Labotex(EPF) CW	alpha	90.0	beta	90.0 gamm	n 90.0		F AllFile;	Select	
L F	Stadard ODF CCW						<u> </u>			
	Siemens CCW	a,b, intens.)	)	h,k,l	2Theta /	Alpha scope	AlphaS	AlphaE	Select	
	TexTools(txt) CCW	hR0B0S_2	2.TXT	1,0,0	32.2446	0.0->90.0	0.0	90.0		
	*TexTools(pol) CCW	-		1,1,0	0.0		0.0	0.0		
	TexTools(pol) CW			2,0,0	0.0		0.0	0.0		
	*TexTools(pol)CCW-zerocut			2,1,0	0.0		0.0	0.0		
	TexTools(pol)CW-zerocut			2,1,1	0.0		0.0	0.0		
	*popLA(RAW)CCW	_		3,1,1	0.0		0.0	0.0		
	popLA(RAW)CW			4,0,0	0.0		0.0	0.0		
	StandaradODF2.5 CCW	-		3,3,1	0.0		0.0	0.0		
	Bunge(PF) CCW	-		4,2,2	0.0		0.0	0.0		
	MulTex(TD:beta=0)CCWTXT2	-		5,1,1	0.0		0.0	0.0		
	Labotex(EPF) CCW	-		5,2,1	0.0		0.0	0.0		
	*MTEX(ASC) CCW	_		5,3,1	0.0		0.0	0.0		
Ļ	MTEX(ASC) CW	L.L L.D.O.S		т.						
	LaboTex(PPF) CW	K4_CHRUE	508_2.1X	I		r Labotex(El	PE).popl A	(RAW) f	ilename	1
	*LaboTex(PPF) ATEX CCW	Data erage		Asc(CCW	() file save	ASC	. ,poper		(U(R)	
	TXT2									-

反射法で、極点図の外周は測定出来ないので、変更を行う。

h,k,l	2Theta	Alpha scope	AlphaS	AlphaE	Select
1,0,0	32.2446	0.0->90.0	0.0	90.0	$\checkmark$

h,k,l	2Theta	Alpha scope	Alpha8 AlphaE	Select
1,0,0	32.2446	0.0->90.0	0.0 85	

Mittard Import Wizard		- 🗆 X
Crystal Reference F Crystal Symmetry	rame	
Mineral Indexed O Not Ind mineral name Mg plotting color	exed	Load Cif File
Crystal Coordinate System Point Group 6/mmm Axis Length a Axis Angle alpha	✓ X   3.20927 b 3.2 90 beta 90	a* V  b V 20927 c 5.21033 gamma 120
Plot	<< Previous	Next >> Finish
Minimort Wizard Specimen Reference Specimen Symmetry	e Frame	-  ×
Specimen Coordinate Syster rotate data by Euler angles ( specimen symmetry MTEX Plotting Convention	n Bunge) in degree _1 tric Z Z → Y Z → X	0 0 0 linic ✓ X Y Y ← Z
$\mathbf{Z} \rightarrow \mathbf{X}$ $\mathbf{Y} \rightarrow \mathbf{Z}$ Plot ther data to verify that t	<pre>化 x ↓ Y ↓ the coordinate system is</pre>	$z \rightarrow y$ $x \rightarrow z$ $x$

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





Х

 $\varphi_1$ 

再計算極点図をExportし、defocus補正を行う。

 $\varphi_1$ 

#### 6. defocus補正



#### Defocus 補正後の極点図



					- Initiali	ize —	
Outside text(Vector) CCW						5	Start
Outside CSV(Vector) CCW							
Inside text CCW	iles)	11 - D6 (hexa	agonal)	$\sim$	•	setHKL<-	Filename
*Labotex(EPF) CW	alpha 90.0	beta 9	0.0 gamm	120.0		子 AllFile	Select
Stadard ODF CCW					]		
Siemens CCW	a,b,intens.))	h,k,l	2Theta A	Alpha scope	AlphaS	6 AlphaE	Select
TexTools(txt) CCW	hR0B0S_2.TXT	1,0,0	0	0.0->90.0	0.0	90.0	$\checkmark$
*TexTools(pol) CCW		1,1,0	0.0		0.0	0.0	
TexTools(pol) CW		2,0,0	0.0		0.0	0.0	
*TexTools(pol)CCW-zerocut		2,1,0	0.0		0.0	0.0	
TexTools(pol)CW-zerocut		2,1,1	0.0		0.0	0.0	
*popLA(RAW)CCW		3,1,1	0.0		0.0	0.0	
popLA(RAW)CW		4,0,0	0.0		0.0	0.0	
StandaradODF2.5 CCW		3,3,1	0.0		0.0	0.0	
Bunge(PF) CCW		4,2,2	0.0		0.0	0.0	
MulTex(TD:beta=0)CCWTXT2		5,1,1	0.0		0.0	0.0	
Labotex(EPF) CCW		5,2,1	0.0		0.0	0.0	
*MTEX(ASC) CCW		5,3,1	0.0		0.0	0.0	
MTEX(ASC) CW	k4 chB0B0S 2 T	<u>л</u>					
LaboTex(PPF) CW	Data			_Labotex(E	PF),popL	A(RAW)	filename
*LaboTex(PPF) ATEX CCW	erage	Asc(CCW)	file save	ASC	形の領	域切り取り	J(R)



#### 9. データ比較

defocus補正なし defocus補正あり













defocus補正なし



defocus補正あり



#### 11. ERror評価 (Rp%)

defocus補正なし



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