

Visualisering, dypere analyse og store datamengder i TMT4301 Materialkarakterisering

Sverre Magnus Selbach

NV Utdanningsdag, 5. juni 2024

Visualisering, dypere analyse og store datamengder

TMT4301 Materialkarakterisering

- 3.-4.årsemne om lysmikroskopi, SEM og røntgendiffraksjon
- Tradisjonelle forelesninger, øvinger og laboratorieoppgaver

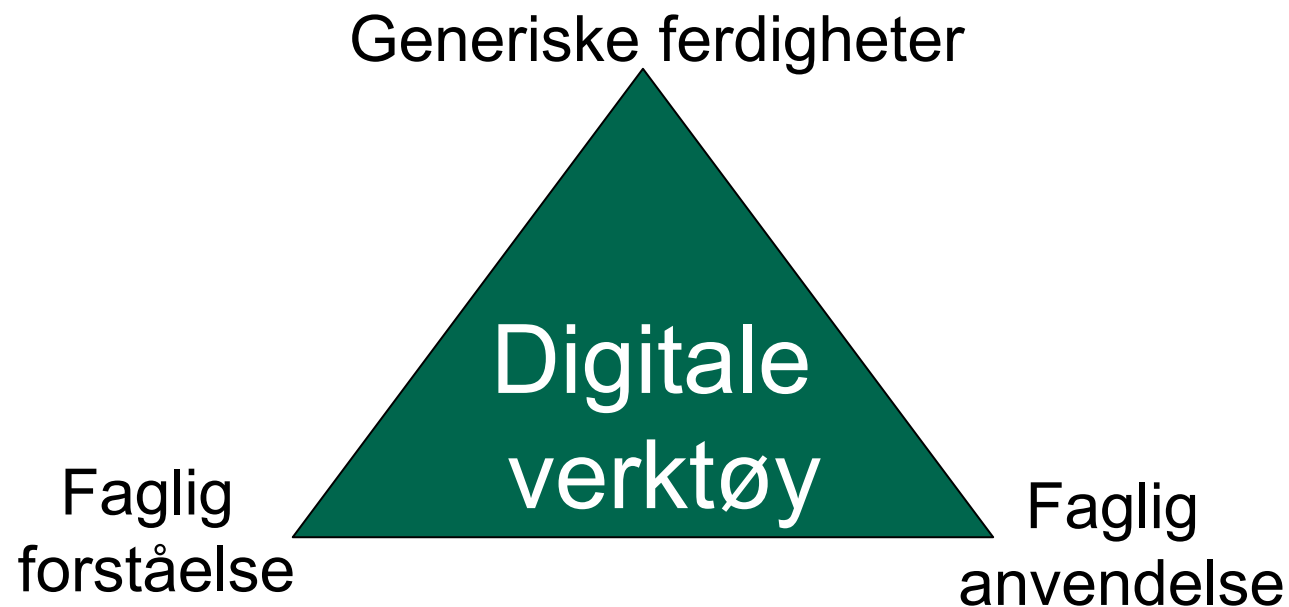
Visualisering: eksempel på bruk av VESTA freeware for å forstå symmetry og krystallstruktur.

Dypere analyse: eksempel på bruk av EVA og TOPAS til analyse av røntgendiffraktogrammer – samme som i forskning og industri.

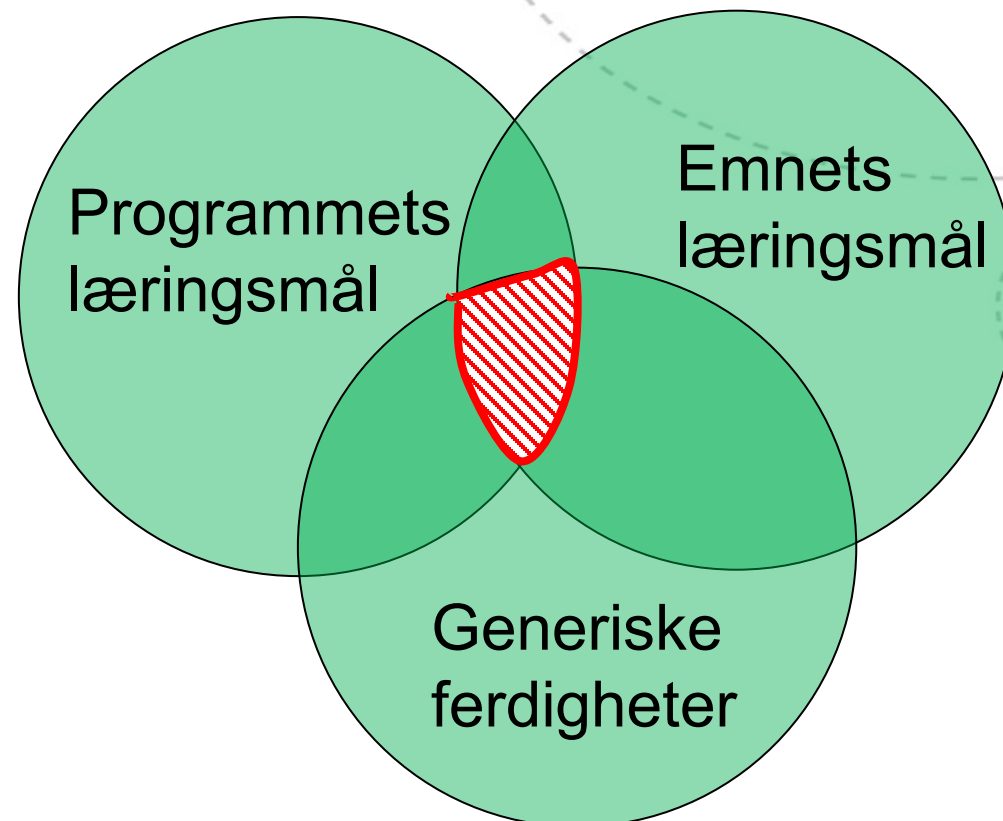
Store datamengder: eksempel på å bruke Python til batch-raffinering av mange diffraktogrammer fra ESRF med påfølgende visualisering.

Visualisering, dypere analyse og store datamengder

Hvorfor inkludere digitale verktøy i emner og studieprogram?



Kriterier for å inkludere digitale verktøy i emner og studieprogram?



Når det har merverdi, både for studenter og oss.

- Scripting, høynivå-programmering (Python)
- Store datamengder (Python, Matlab)
- Maskinlæring
- Informasjonssøk og kildekritikk (artikler, patenter, HMS!)
- Figurer, illustrasjoner, dokumenter, referanser et.c.



Generiske ferdigheter



Faglig
forståelse



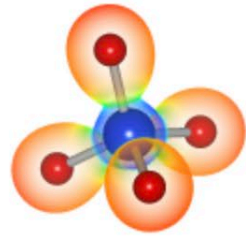
- Threshold og bottleneck concepts
- Visualisering og intuisjon
- Kan erstatte tavle/pptx (?)

Faglig
anvendelse

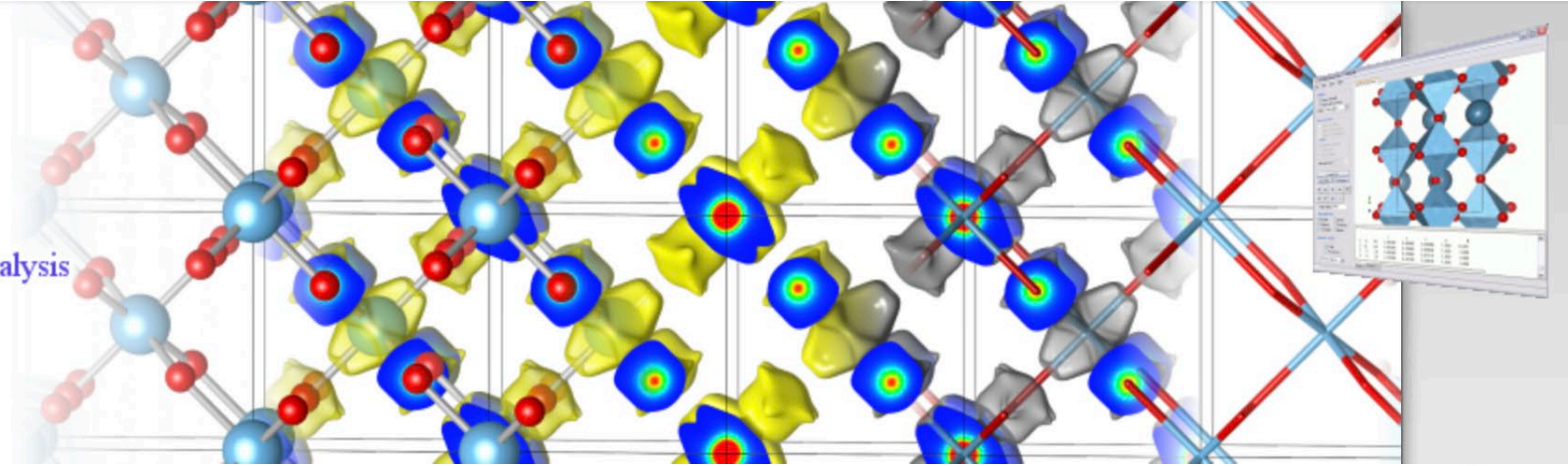


- Analyse og syntese
- Ingeniørarbeid
- Forskning

Visualisering med VESTA



VESTA
Visualization for Electronic and STructural Analysis



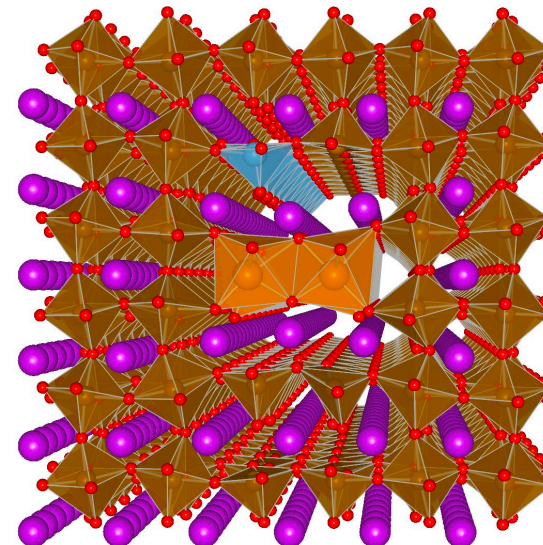
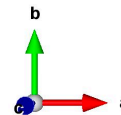
- Gratis, Windows/OSX/Linux og ENKEL installasjon – viktig kinderegge.
- Øvinger, laboppgaver og forelesning i emner i alle årskurs på IMA – **kontinuitet**.
- Mange anvendelser:
 - 3D-visualisering av abstrakte konsepter– **terskler og flaskehals**
 - Bedre **intuitiv** forståelse av krystallstruktur, overflater og symmetrielementer
 - Kan **simulere** diffraktogrammer og **beregne** strukturfaktorer
 - Kan lage **figurer** selv til presentasjoner, rapporter og oppgaver.
 - Brukes også i **forskning** (kjemisk binding og elektronstruktur)

Visualisering generelt

- Matematisk forståelse garanterer *ikke* **fysisk/kjemisk/praktisk** forståelse
- Visualisering svært viktig for mange for å internalisere forståelsen
- VESTA en perle mht brukervennlighet og fleksibilitet – andre eksempler fins!
- Generelt: python **interactive widgets** med sliderbars for viktige likninger og modeller i et emne.
- (Mange ressurser fins allerede på nett.)

Graphic symbol	Num. symbol	Graphic symbol	Num. symbol
None	1	○	$\bar{1}$
→	2	○	2/m
→	2 ₁	○	2 ₁ /m
→	3	○	$\bar{3}$
→	3 ₁	○	4
→	3 ₂	○	4/m
→	4	○	4 ₂ /m
→	4 ₁	○	$\bar{6}$
→	4 ₂	○	6/m
→	4 ₃	○	6 ₃ /m
→	6	○	m
→	6 ₁	○	a, b, c
→	6 ₂	○	a, b, c
→	6 ₃	○	n
→	6 ₄	○	1/8 d
→	6 ₅	○	3/8 d

	Triclinic	Monoclinic (1st setting)	Tetragonal
\mathcal{C}	1	2	4
$\bar{\mathcal{C}}$ (even)	—	m (=2)	4
$\bar{\mathcal{C}}$ (even) plus centre and $\bar{\mathcal{C}}$ (odd)	$\bar{1}$ Laue	2/m Laue	4/m Laue
$\mathcal{C}2$	2	222	422
$\mathcal{C}m$	m	mm2	4mm
$\bar{\mathcal{C}}2$ (even) or $\bar{\mathcal{C}}m$ (even)	—	—	42m
$\mathcal{C}2$ or $\mathcal{C}m$ plus centre and $\bar{\mathcal{C}}m$ (odd)	2/m Laue	mmm Laue	4/mmm Laue



Original

$$\begin{pmatrix} m_{11} & m_{12} & m_{13} \\ m_{21} & m_{22} & m_{23} \\ m_{31} & m_{32} & m_{33} \end{pmatrix}$$

6||Z₃
6-Fold rotation about Z₃

$$\begin{pmatrix} 1 & \sqrt{3} & 0 \\ 2 & 2 & 0 \\ -\sqrt{3} & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

m₁Z₁
Mirror perpendicular to Z₁

$$\begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

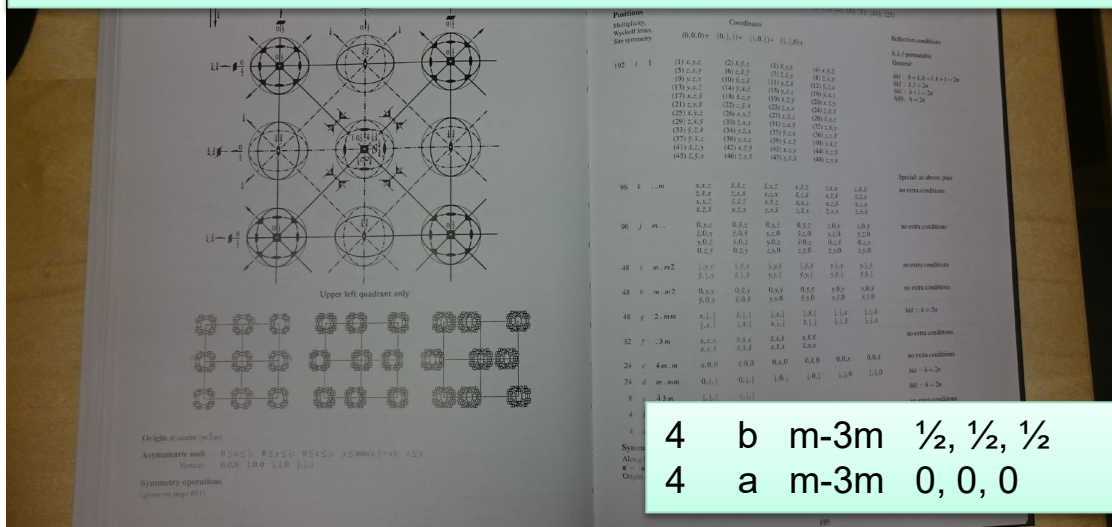
$$\begin{pmatrix} m_{11} & m_{12} & 0 \\ -m_{12} & m_{11} & 0 \\ 0 & 0 & m_{33} \end{pmatrix}$$

$$\rightarrow \begin{pmatrix} m_{11} & 0 & 0 \\ 0 & m_{11} & 0 \\ 0 & 0 & m_{33} \end{pmatrix}$$

Final result

Dypere analyse med EVA og TOPAS

International tables for crystallography, vol. A

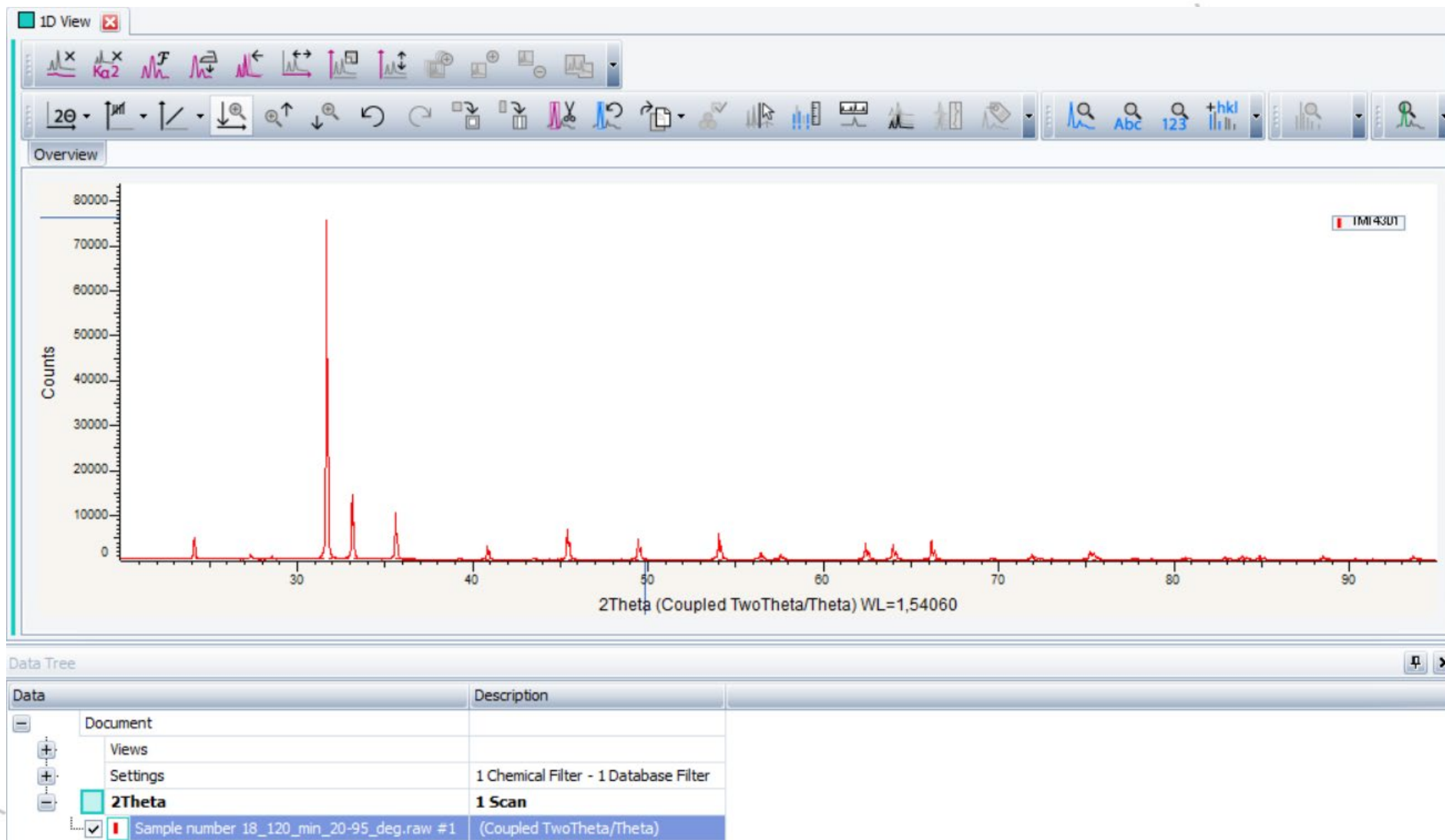


- Identifisering av faser og kvantitativ analyse av faser i en prøve.
- Rutine i materialindustri
- Rutine i forskning
- Brått og bratt i 9. semester tidligere
- Stor forbedring etter at vi innførte bruk av kommersiell programvare i TMT4301!

- **Kommersiell** programvare, lisens og installasjon krever mer av oss.
- **Brukerterstel** - krever gode forelesningsnotater og **zoom-opptak av skjerm!**
- Går i dybden – men stor **overføringsverdi** til andre metoder.
- **Obligatorisk laboppgave** med bruk av EVA og TOPAS + kort rapport.
- Anvendelse hjelper også på forståelse.

EVA

- Import a diffractogram, .brml or .raw file.



EVA – search and match

- Choose the right elements and the right conditions

Search / Match (scan) Sample number 18_120_min_20-95_deg.raw #1

Rebuild Chemical Chemical Filter #1 Database Database Filter #1

Database: Rebuild needed

Chemical Filter Database Filter Candidate List Selected Candidates

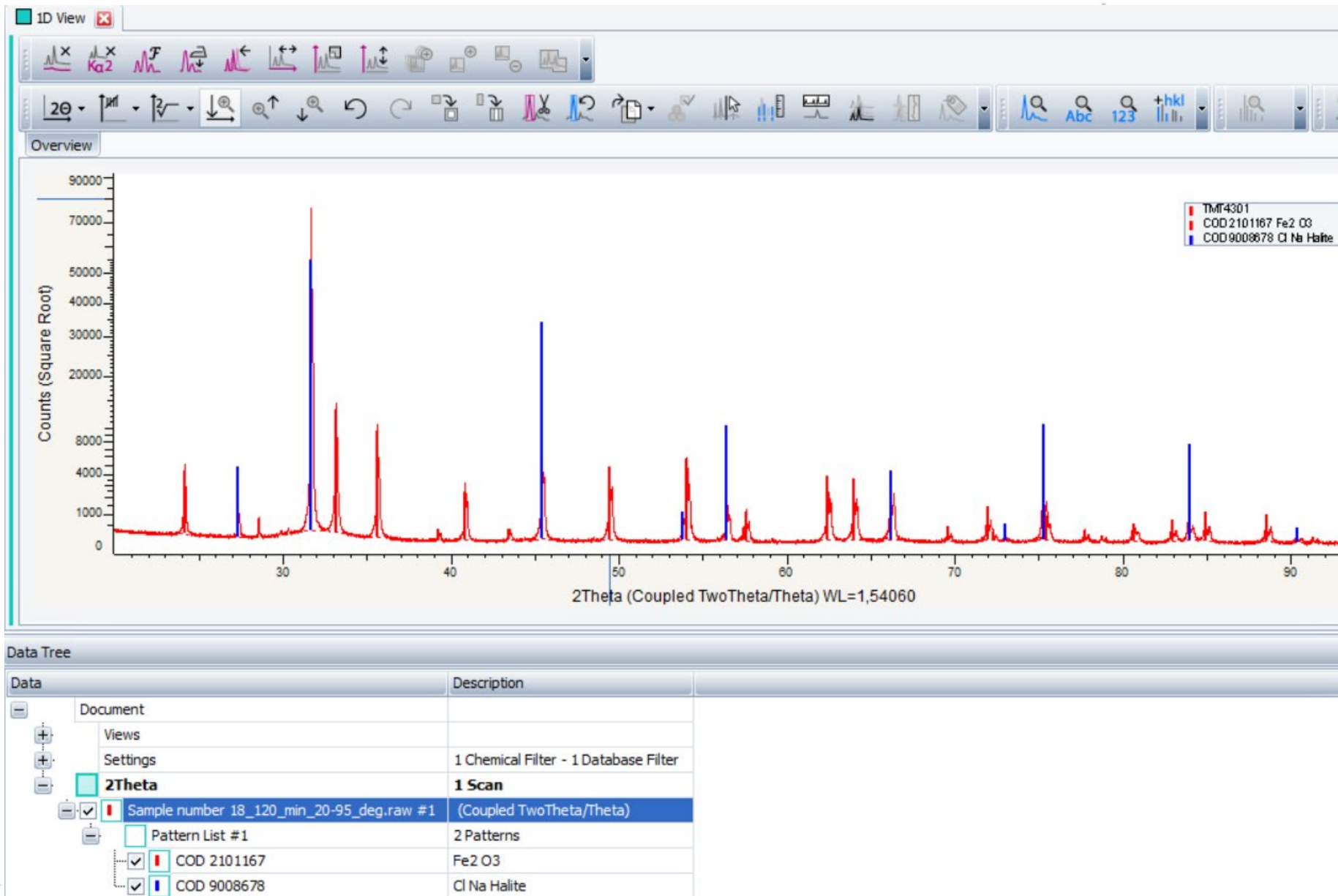
The periodic table shows the following elements and their status:

H	D																He
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
Fr	Ra	Ac															
			Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	
			Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Ln	

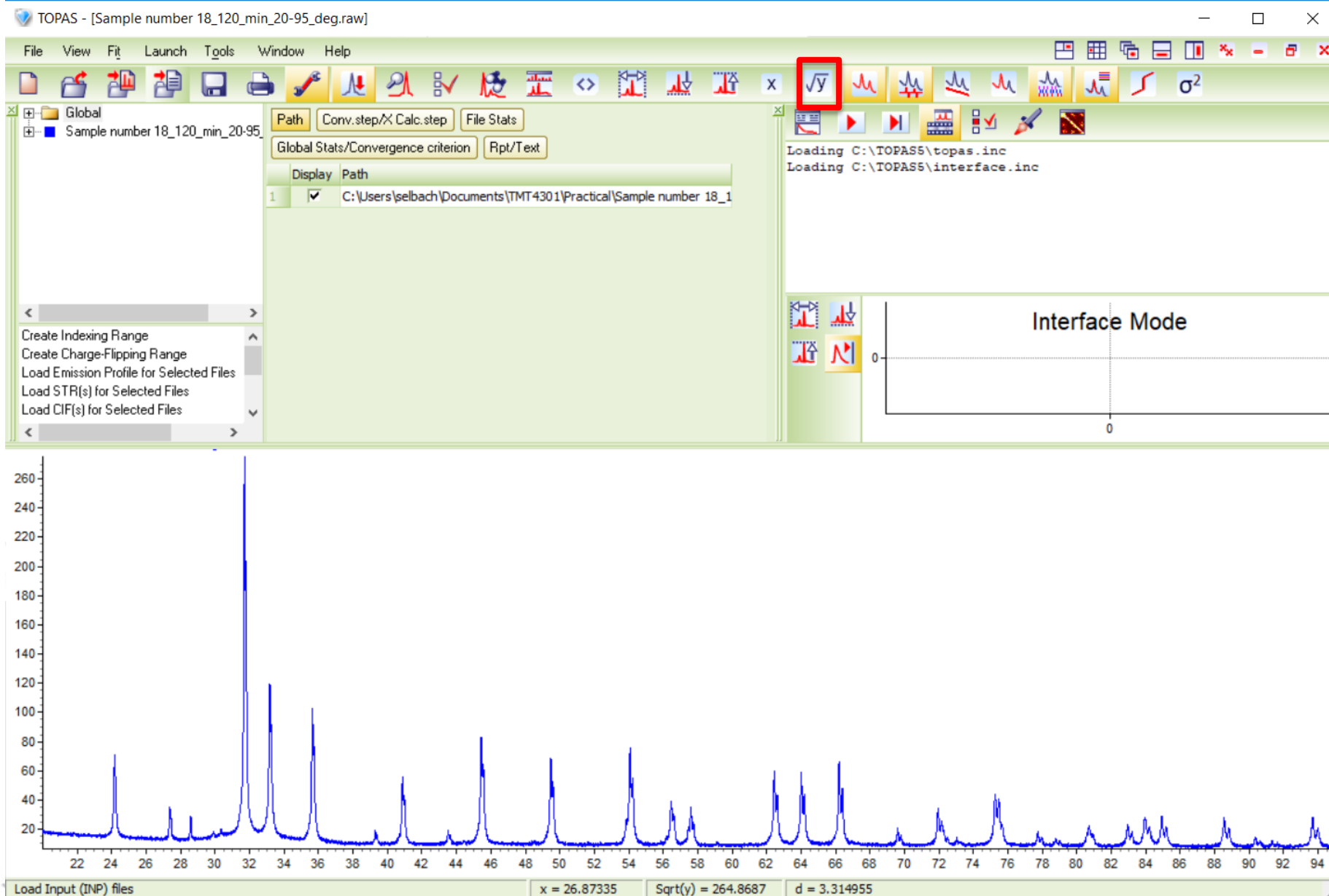
Legend:

- Discarded (Red)
- At Least One (Blue)
- Mandatory (Green)
- Not Checked (Grey)
- Reset (Button)

EVA – search and match result



TOPAS – use square root for y-axis scaling



Pawley – progressively add variables

- Add more nodes to the background polynomial – be careful
- The add variables affecting *peak positions*.

Sample number 18_120_min_20-95_			
	Use	Value	Code
Chebychev	<input checked="" type="checkbox"/>		@
Order		5	

Sample number 18_120_min_20-95_			
	Use	Value	Code
Peak shift			
Zero error	<input type="checkbox"/>	0	Refine
Sample displacement (mm)	<input checked="" type="checkbox"/>	-0.02463897	Refine

Structures/hkl Phases			
	Use	Value	Code
$\frac{110}{200}$ Fe ₂ O ₃			
$\frac{110}{200}$ NaCl			
Delete hkl on Refinement <input type="checkbox"/>			
LP Search	<input type="checkbox"/>	0.4	
Spacegroup		167	
a (Å)		5.0355000	Refine
c (Å)		13.7471000	Refine
Scale	<input type="checkbox"/>	0.00000e+00	Fix

$\frac{110}{200}$ NaCl			
	Use	Value	Code
Spacegroup		225	
a (Å)		5.6406000	Refine

Structures for Rietveld – atomic positions

Fe2O3

- Sites
- Preferred Orientation
- Str Output

NaCl

Add Site(s) before selected site(s)
 Add Site at bottom
 Add Atom at selected site(s)
 Paste INP to Node/Selections

Background

Instrument

Corrections

Miscellaneous

Structures/hkl Phases

Fe2O3

NaCl

Fe2O3

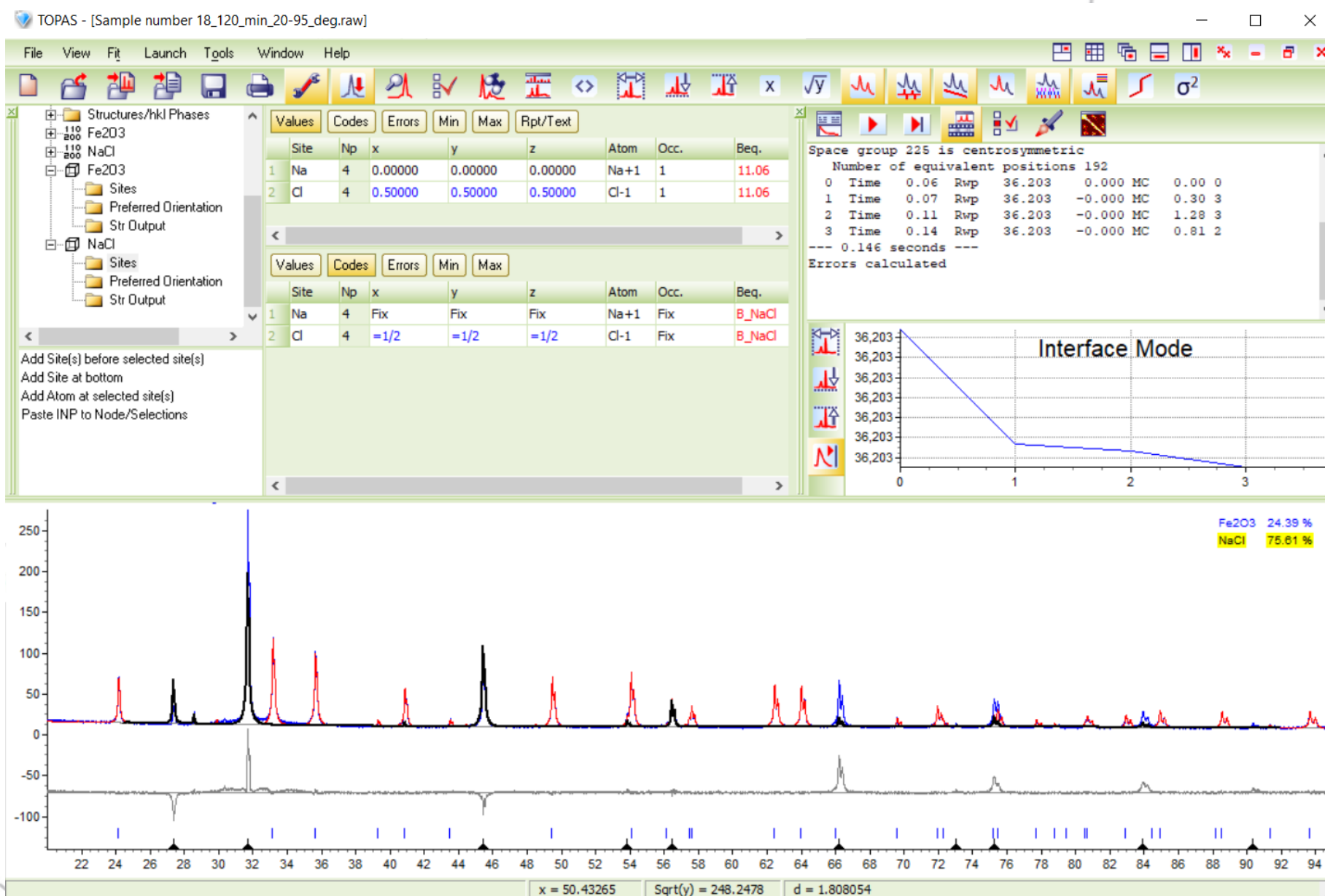
- Sites
- Preferred Orientation
- Str Output

NaCl

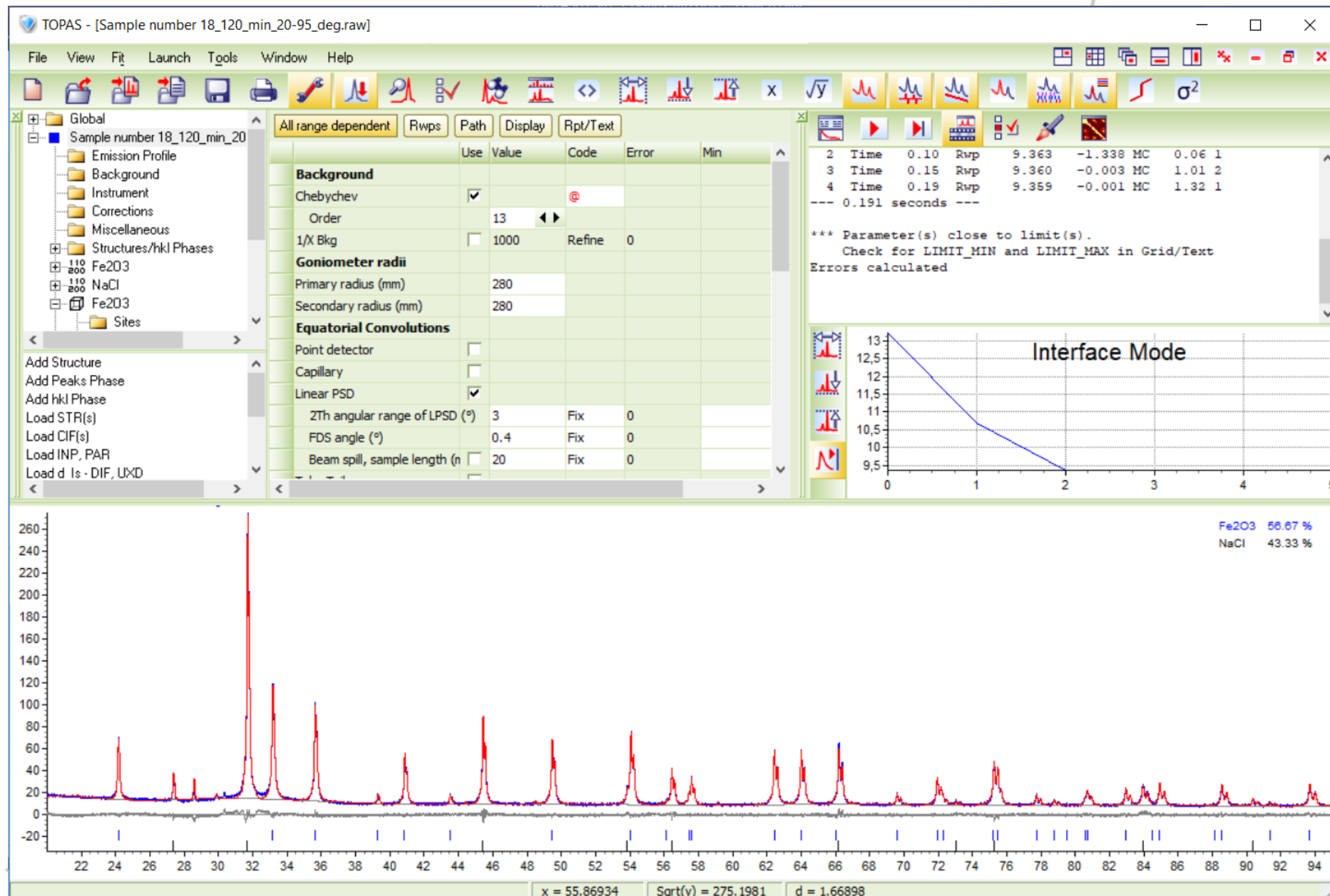
	Site	Np	x	y	z	Atom	Occ.	Beq.
1	Fe	0	0.00000	0.00000	0.35500	Fe+3	1	1
2	O	0	0.699	0.00000	0.25000	O-2	1	1

	Site	Np	x	y	z	Atom	Occ.	Beq.
1	Fe	0	Fix	Fix	Fix	Fe+3	Fix	Fix
2	O	0	Fix	Fix	=1/4	O-2	Fix	Fix

Peak intensities wrong and B-factors too high...



Rietveld refinement – final result



Rietveld refinement - results

		Values	Codes	Errors	Min	Max	Rpt/Text	
Site	Np	x	y	z	Atom	Occ.	Beq.	
1	Fe	12	0.00000	0.00000	0.35507	Fe+3	1	0.4949
2	O	18	0.69341	0.00000	0.25000	O-2	1	0.4949

		Values	Codes	Errors	Min	Max		
Site	Np	x	y	z	Atom	Occ.	Beq.	
1	Fe	12	0.00000	0.00000	0.00004	Fe+3	0	0.02096
2	O	18	0.00037	0.00000	0.00000	O-2	0	0.02096

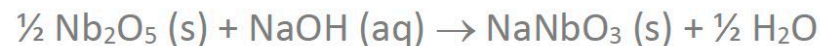
		Values	Codes	Errors	Min	Max	Rpt/Text	
Site	Np	x	y	z	Atom	Occ.	Beq.	
1	Na	4	0.00000	0.00000	0.00000	Na+1	1	0.5961
2	Cl	4	0.50000	0.50000	0.50000	Cl-1	1	0.5961

		Values	Codes	Errors	Min	Max		
Site	Np	x	y	z	Atom	Occ.	Beq.	
1	Na	4	0.00000	0.00000	0.00000	Na+1	0	0.0329
2	Cl	4	0.00000	0.00000	0.00000	Cl-1	0	0.0329

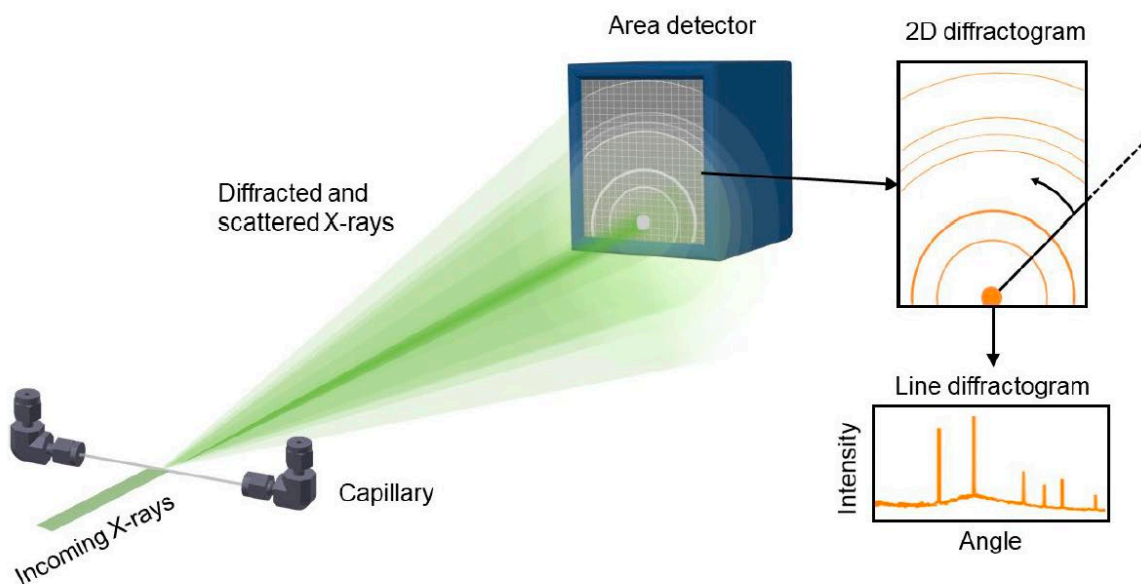
Store datamengder i TMT4301

- Vi bruker **reelle forskningsdata** fra ESRF, 250 datasett.
- Kjører TOPAS fra **Jupyter Notebook**, **batch** refinement med tekst-input istedenfor manuelt ett og ett diffraktogram med GUI.
- Man kan gjøre «bare» 250 datasett manuelt, men ikke 5-6000...
- **Obligatorisk øvingsoppgave** – givende for studentene, men krevende for oss.

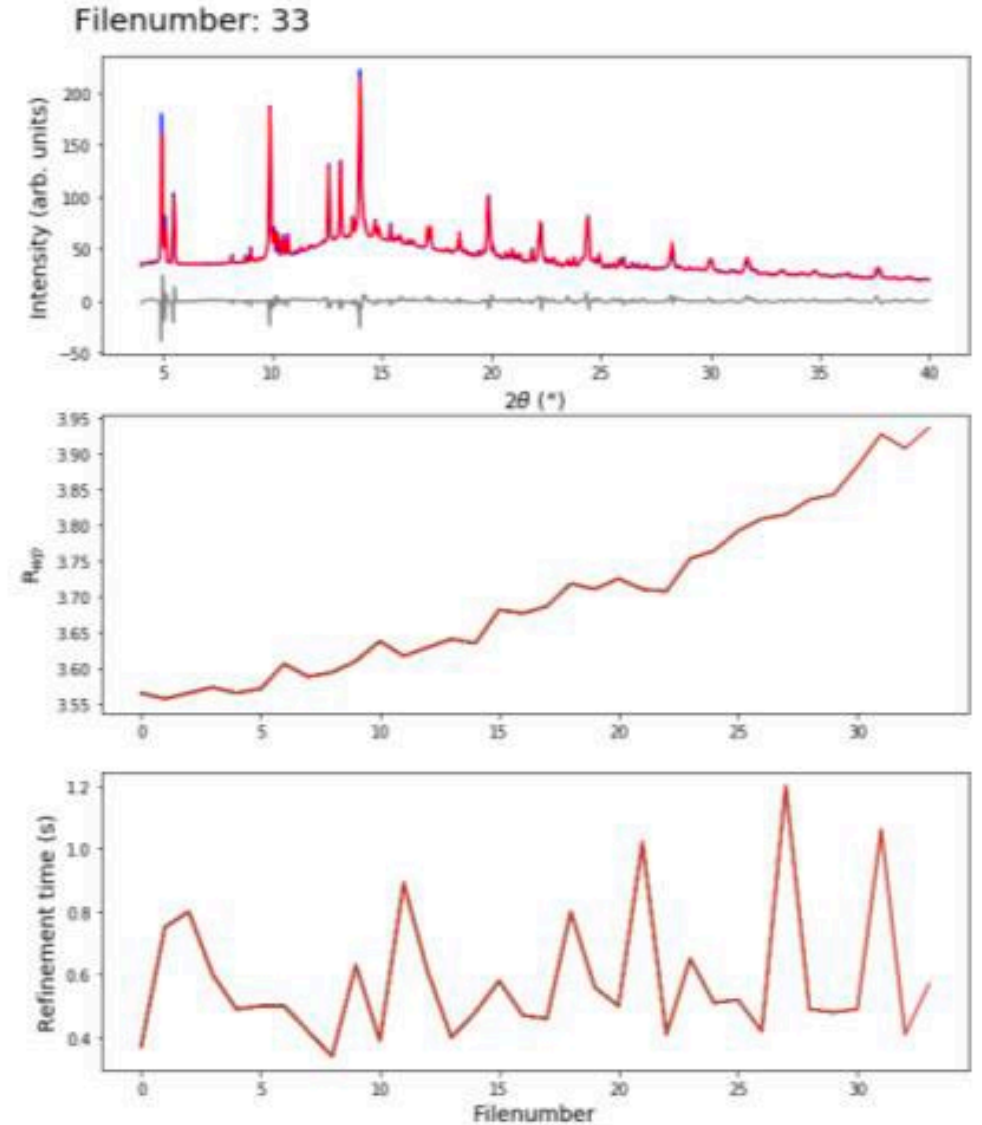
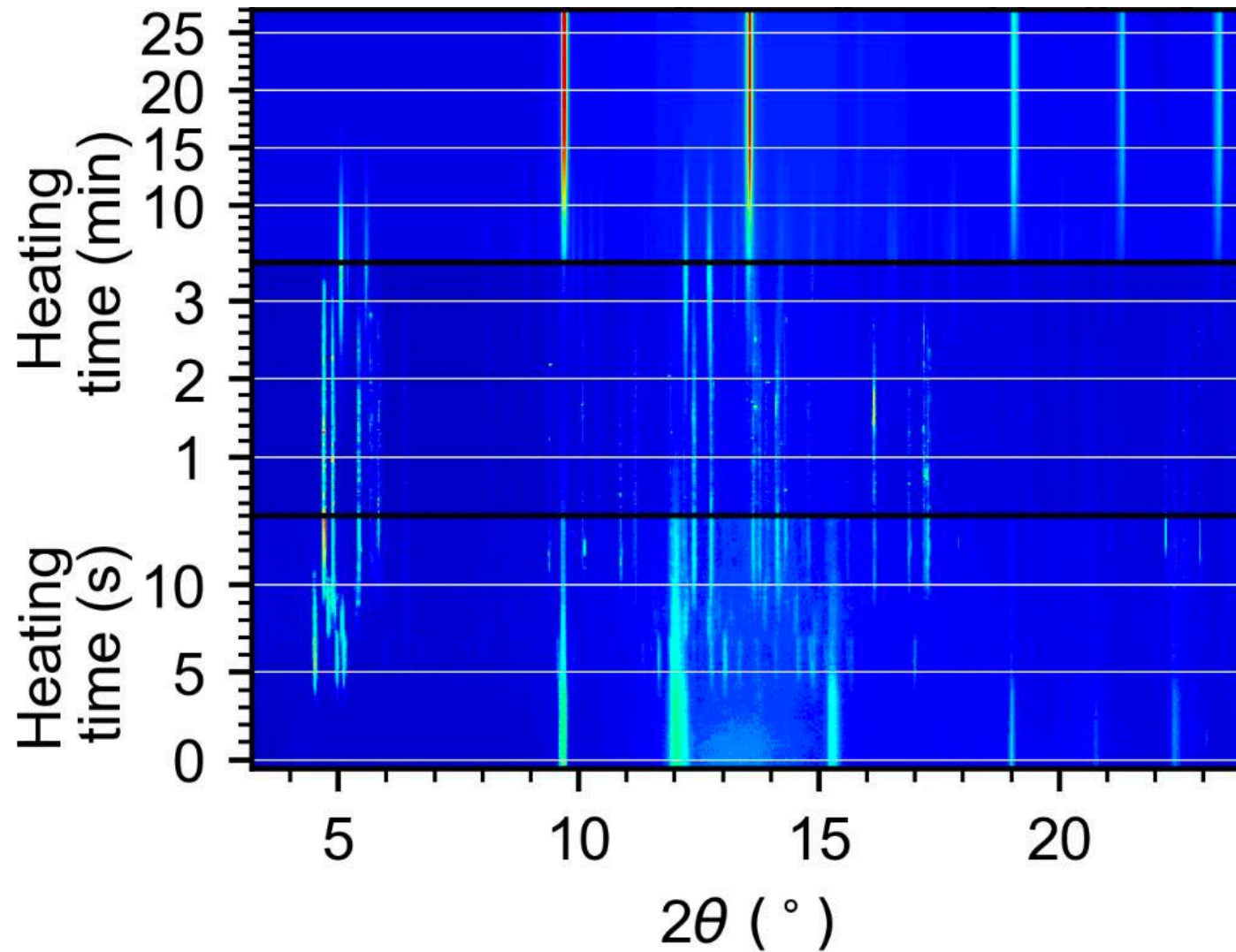
A mixture of solid Nb₂O₅, NaOH and water is injected into a small capillary. This capillary is then pressurized (250 bar) and heated to 210 °C, causing the contents to start reacting according to the following reaction equation:



Since the capillary is transparent to X-rays, we can “watch” this reaction *in situ* (as it happens) by shining X-rays through the capillary and its contents and detecting the diffracted X-rays. The detector records a 2D image of the diffracted X-rays, which is processed into line diffractograms. The line diffractograms are like finger prints, giving us information about the contents inside the capillary at the time the image was recorded.

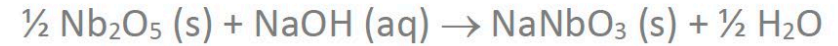


Store datamengder i TMT4301

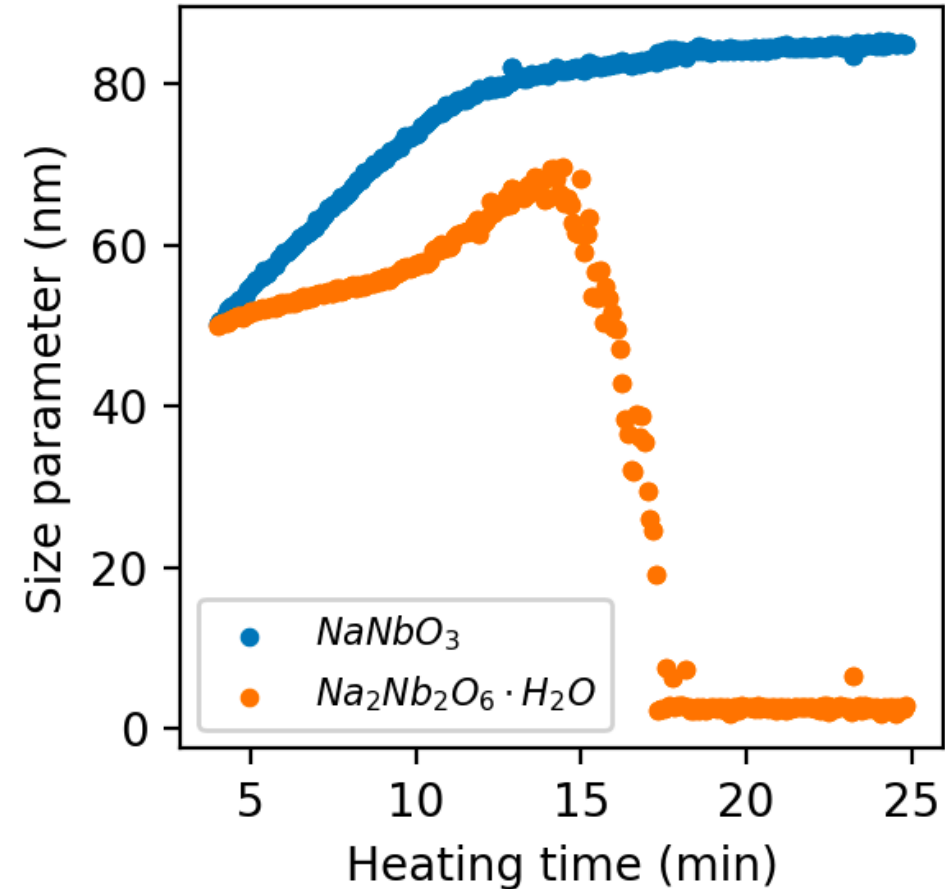
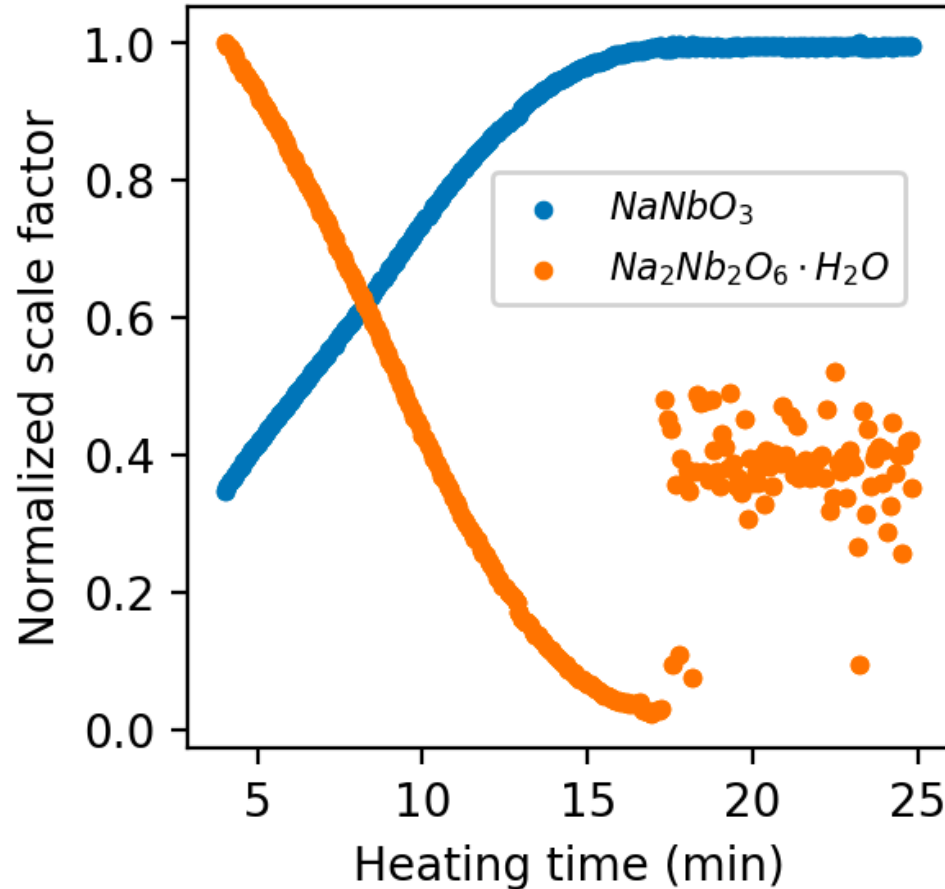


Store datamengder i TMT4301

A mixture of solid Nb_2O_5 , NaOH and water is injected into a small capillary. This capillary is then pressurized (250 bar) and heated to 210 °C, causing the contents to start reacting according to the following reaction equation:



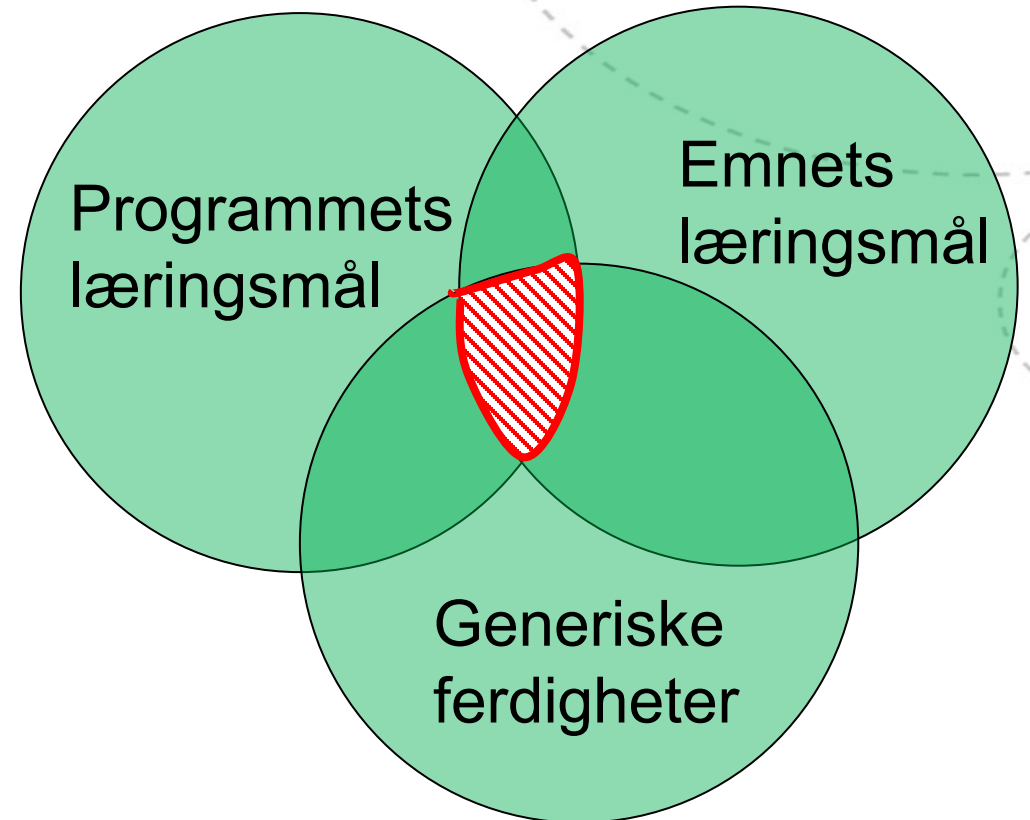
Sluttresultat skal se slik ut:



Stor takk til Susanne Linn Skjærvø og Gerhard Henning Olsen!

Store datamengder generelt

- Viktigste generiske ferdighet i umiddelbar fremtid?
- **Data science**: verden mangler ikke data, men informasjon...
- Vi har mengder med forskningsdata som kan brukes.
- **Maskinlæring** vil bli integrert i flere og flere fag, men krever nok og gode nok treningsdata, valideringsdata og testdata



Visualisering, dypere analyse og store datamengder

- Python Jupyter Notebook
- Store datamengder – reelle forskningsdata

