


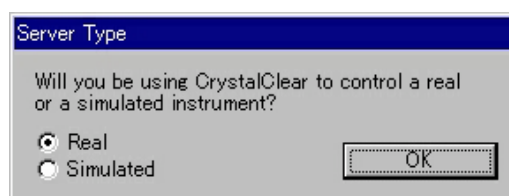
MERCURY-CCDシステム簡易測定マニュアル

分子物質開発研究センター

【 1 】 CrystalClear Ver. 1.3へのログイン

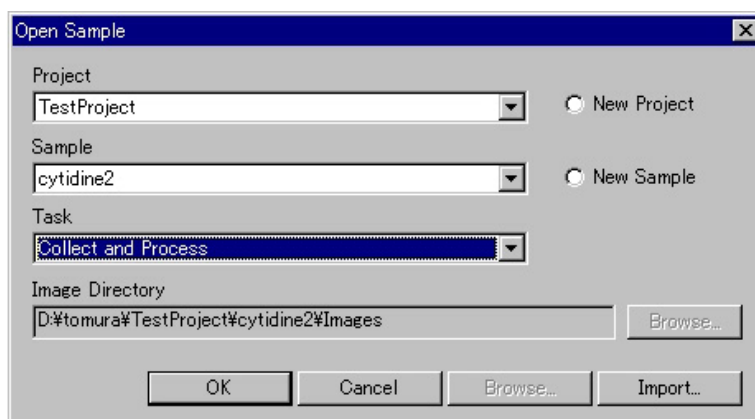
(1) ログイン

デスクトップ左端のCrystalClearのアイコン  をダブルクリックし、ログインウィンドウでユーザー名とパスワードを入力する。ユーザーアカウントは管理者が最初に作成する。**データを破壊する恐れがあるのでAdministratorでログインしてはならない。**初めてログインした時は右のようなダイアログが表示されるので"Real"をチェックしてOKをクリックする。



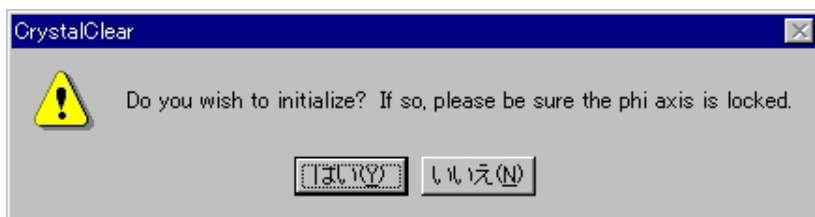
(2) プロジェクト・サンプル名の入力

2回目以降のログインでは下のウィンドウが表示されるので、右側のNew Project・New Sampleボタンをクリックして新しいProject・Sample名を入力するか、プルダウンリストから選ぶ。**Taskは"Screen Collect and Process"ではなく"Collect and Process"を選ぶ。**初めてログインする時には代わりにプロジェクトウィザードが現れるので同様に入力していく。Sample名はimageファイル名に使われるので、あまり長いものや末尾を数字にするのは避けた方がよい。

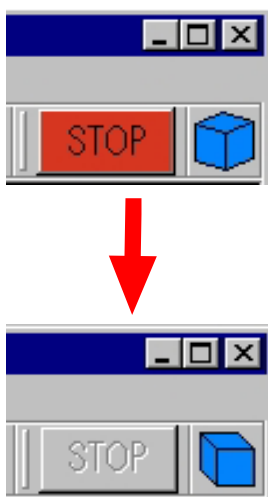


(3) 初期化



自動的に下のダイアログが表示されるので"はい"を押してゴニオメーターの初期化を行う。

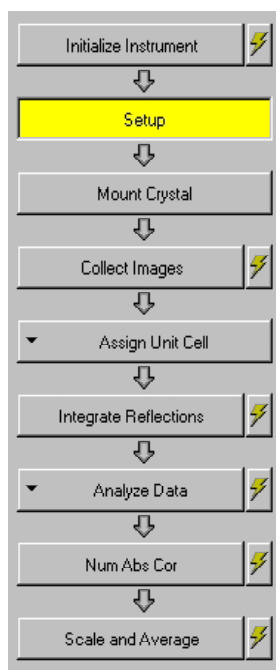


初期化中はメインウィンドウ右上のSTOPの文字が赤くなりその隣の箱が回る。これが下の図のようにSTOPの文字の色が消えて箱が止まるまで待つ。このシステムでは、この赤くなったSTOPの文字をクリックすることにより、image測定や時間のかかる計算処理などをキャンセルすることができる。



(4) 処理の流れ

以下、メインウィンドウ左のFlow Barの手順、[Initialize Instrument -> Setup -> Mount Crystal -> Collect Images -> Assign Unit Cell -> Integrate Reflections -> Analyze Data -> Num Abs Cor -> Scale and Average]に従って測定とデータ処理を進めていく。なお、メインウィンドウは最大化された状態で開くのでそのままでは動かさない。ウィンドウ右上の  ボタンをクリックして  に変えてから移動させること。ちなみにOSはMicrosoft WindowsNT 4.0である。



Flow Bar

【 2 】測定情報の入力 (Setup)

Setupウィンドウが自動的に表示されるので、Main, Crystal1, Crystal2, Detector, X-Ray Sourceサブ画面にそれぞれ必要な情報を入力する。これらのサブ画面は上部のタブで切り替える。

(1) Main

Setup window Main tab showing the following fields:

- Project: Test
- Sample: cytidine
- Crystal ID: User-defined ID string
- Temperature (°C): 23.00
- Crystal To Detector Distance (mm): 35.00
- Detector 2θ (°): 10.00

重要なパラメータであるCrystal to Detector Distance (カメラ長)とDetector 2θ (検出器の振り角)の値が、それぞれ35.00と10.00になっていることを確認する。Crystal ID (任意の文字列)とTemperatureも入力する。

(2) Crystal1とCrystal2

Crystal1 tab fields:

- Unit Cell Parameters: a (Å) 10.00, b (Å) 10.00, c (Å) 10.00, α (°) 90.00, β (°) 90.00, γ (°) 90.00
- Size: X (mm) 0.20, Y (mm) 0.20, Z (mm) 0.20
- Color: Colorless
- Morphology: Block

Crystal2 tab fields:

- Spacegroup: Unknown Spacegroup
- Crystal System: Triclinic
- Molecular Formula: C9H13N3O5
- Empirical Formula: O5N3C9H13
- Expected volume: 278.6600 \AA^3

Crystal1画面ではSize(X, Y, Z), Color, Mount, Morphology、Crystal2画面ではMolecular Formulaを入力する。外形吸収補正をする時は必ずMolecular Formulaを正しく入れること。

(3) DetectorとX-Ray Source

Detector tab fields:

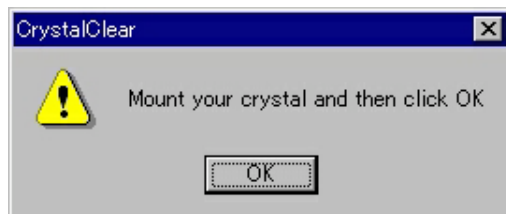
- XShift: 0.00, YShift: 0.00, Distance: 35.00
- RotAbout Beam: 0.00, 2Theta: 10.00, RotY: 0.00
- Direct Beam at $\theta = 0$: X 499.0838, Y 518.8113, Pixel Size: 68 μ
- Non-uniformity Type: None

X-Ray Source tab fields:


- kV: 50.00, mA: 100.00
- Element: Molybdenum, Wavelength: 0.7107
- Source Type: Rotating Anode
- Optics: Type Graphite Monochromator, Focus: 0.30
- Slit Size: 0.00, Collimation Type: 0.5 single

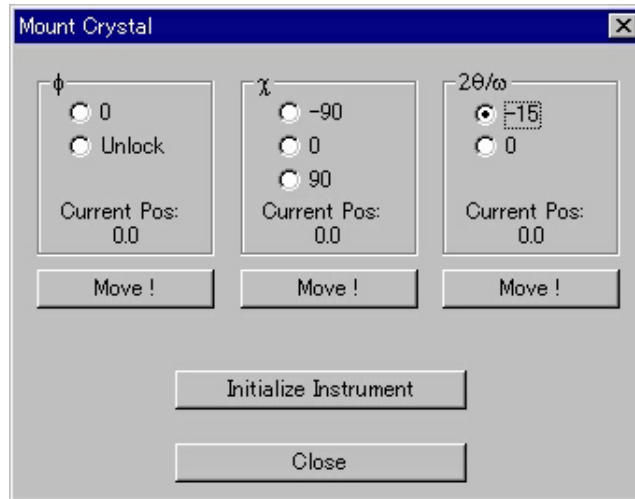
Detector画面ではDistanceが35.00であることを確認する。X-Ray Source画面ではX線の出力(kV, mA)とコリメータの直径(Collimation Type)を入力する。

(4) すべての条件を入力後、Setup画面左下のOKをクリックする。"Mount your crystal and then click OK"のダイアログがあるのでOKをクリックする。

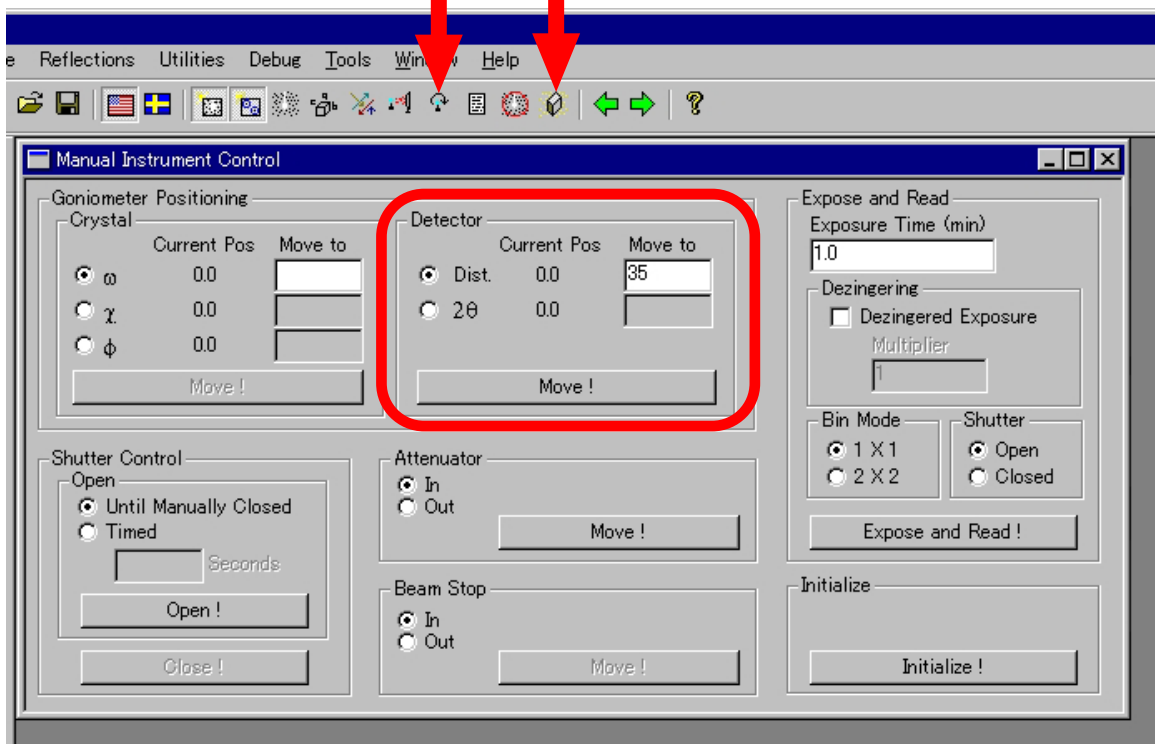


【3】結晶のマウント

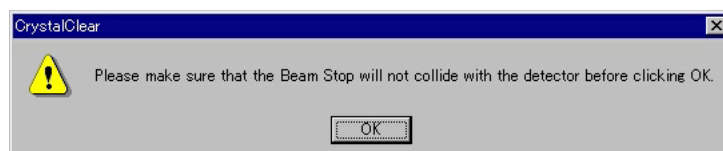
(1) Mount Crystalウィンドウが自動的に表示される。ここで、システムにカメラ長が設定されないというバグを回避するため、以下の操作を行う。ツールバー中のShow manual Instrument ControlボタンをクリックしてManual Instrument Control画面を表示させる。Distラジオボタンをクリックし、そのMove toに35を入力してMove!ボタンをクリックする。DistのCurrent Posが35.0になったことを確認する。




Show manual Instrument Control View Crystal



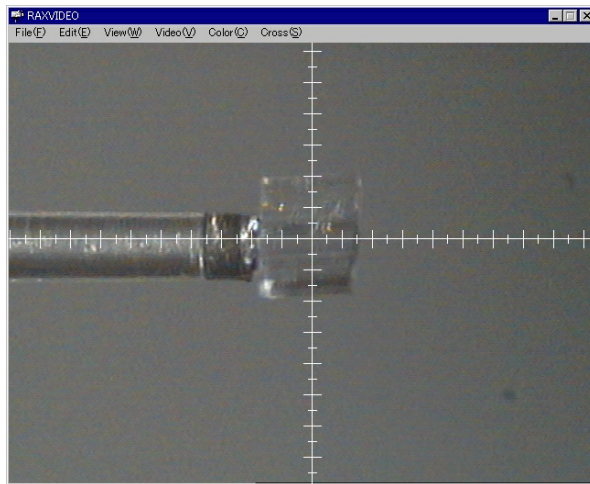
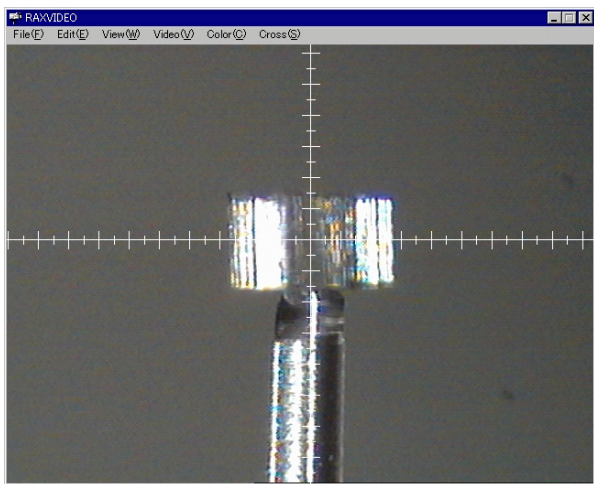
(2) Mount Crystalウィンドウの"2θ/ω"のところの"-15"にチェックを入れ、その下のMove!ボタンをクリックし、ゴニオメーターをマウント位置まで移動させる。この時、下図のダイアログがでるのでOKをクリックする。



(3) 結晶をコニオヘッドに取り付け、照明装置をONにする。

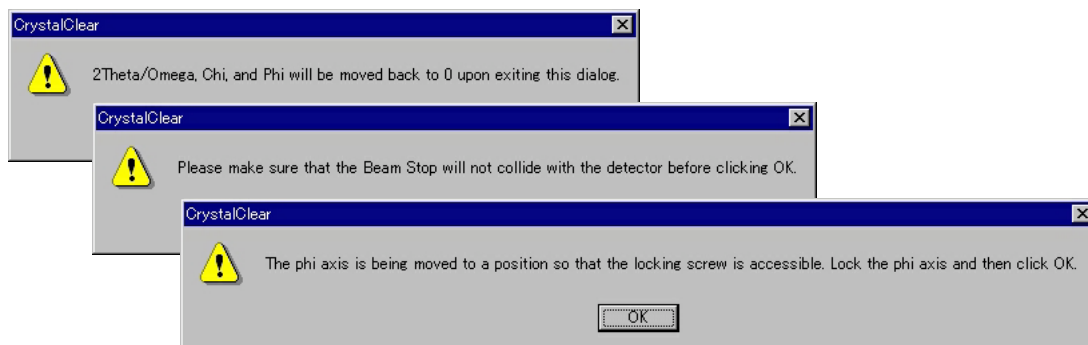
(4) デスクトップ左端のRaxvideoのアイコン  をダブルクリックするか、ツールバー中のView Crystalボタン  をクリックしてRaxvideoを起動し、その画面を見ながら結晶のセンタリングを行う。なお、RaxvideoウインドウのCrossメニューのMoveCrossを選ぶとスケールの位置が変わってしまう恐れがあるので絶対にこれには触らぬこと。

(5) センタリングができればMount Crystalウインドウの" χ "のところの"90"にチェックを入れMove!ボタンをクリックする。続いて"-90"にチェックを入れMove!ボタンをクリックする。この操作で右図のように結晶の高さがセンターからずれていないことを確認する。最後に必ず"0"にチェックを入れMove!ボタンをクリックして χ 軸を0に戻しておく。



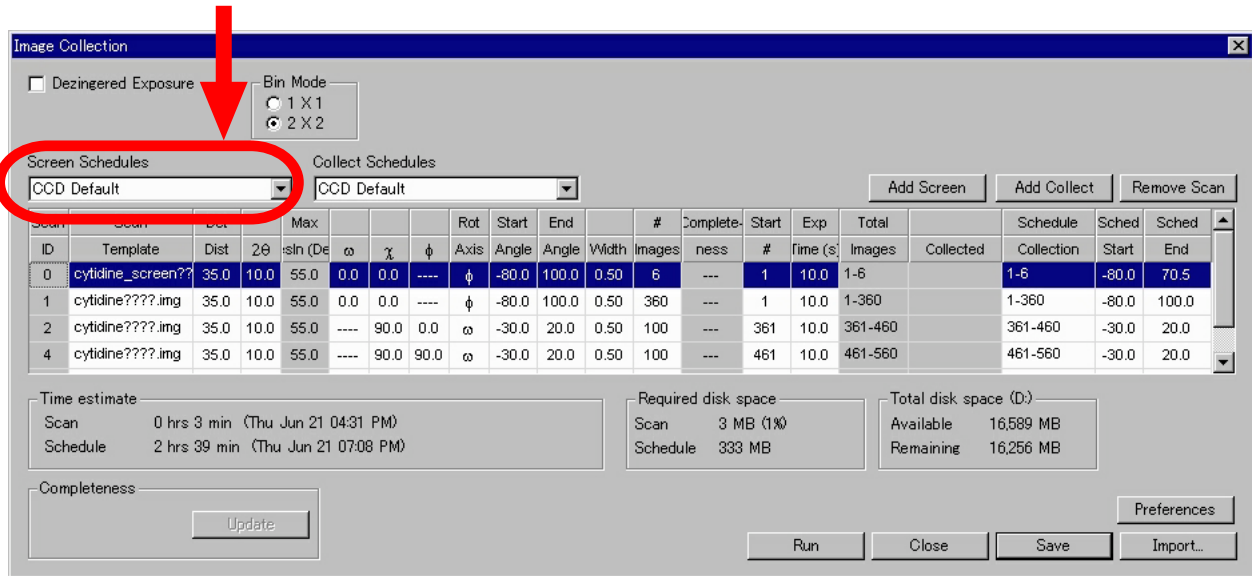
(6) センタリング終了後、 ϕ 軸のゼロポジションをあわせてCCDカメラ下側から ϕ 軸固定ネジをロックする。ビームストップのimageへの写り込みを減らすため、ビームストップが垂直になっていることを確認する。

(7) Mount CrystalウインドウのCloseボタンをクリックする。ダイアログが3つ表示されるのでそれぞれOKをクリックする。ゴニオメーターは自動的にゼロ位置に戻る。Raxvideoウインドウも終了する。照明装置をOFFにする。



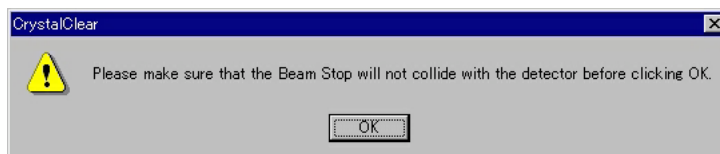
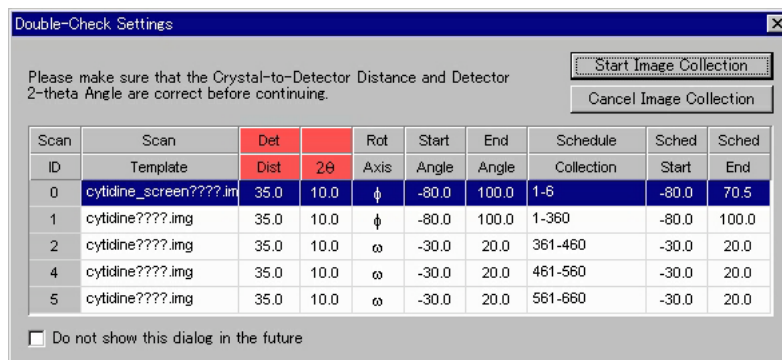
【 4 】測定条件の入力 (Collect Images)

(1) Flow barのCollect ImagesをクリックしてImage Collectionウインドウを表示させる。Screen Schedulesのプルダウンリストから"CCD Default"を選ぶと、4軸ゴニオメーターにCCD検出器を取り付けた場合において結晶の全領域を測定する標準的な条件が表示される。ここではIndex (軸立て) で6枚のimage、本測定で660枚のimageを測定する。



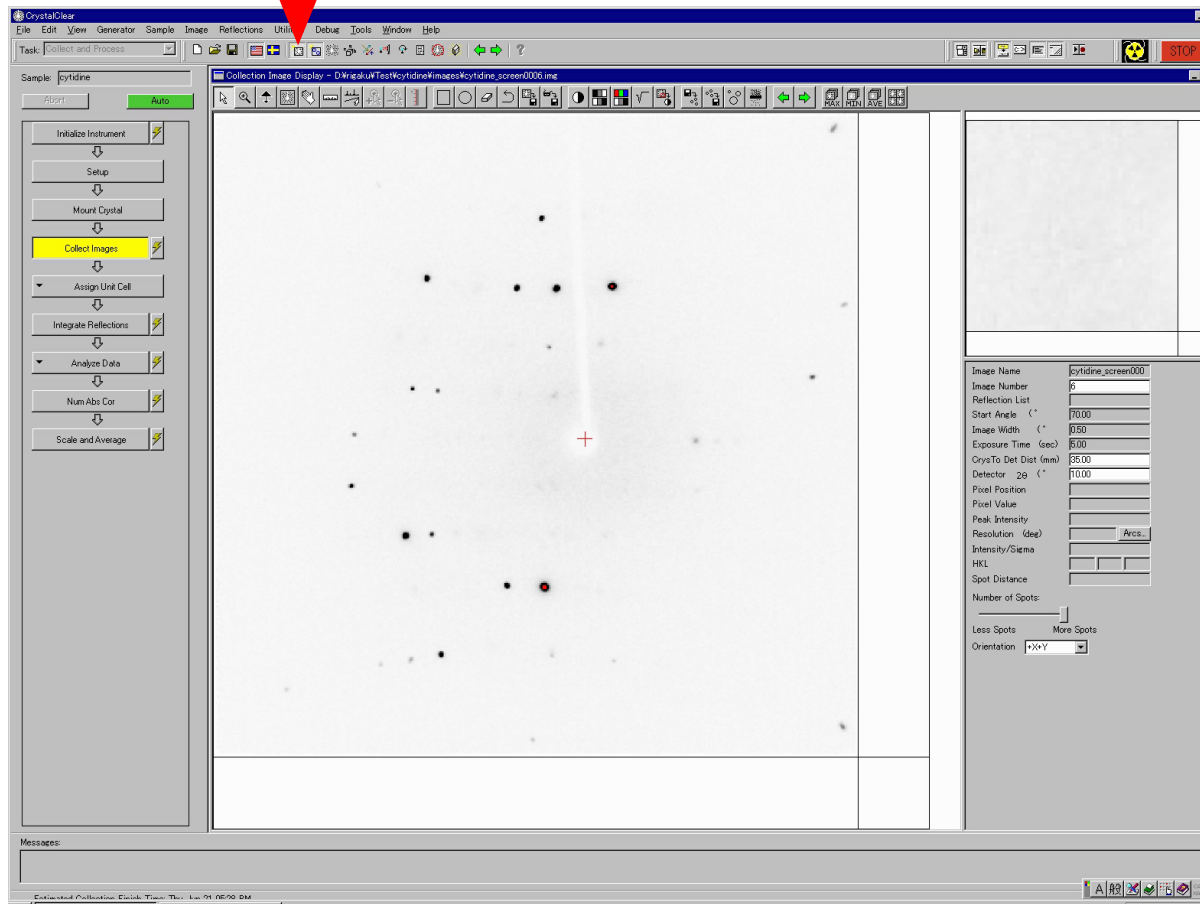
Time (imageの露光時間) は一般的試料の場合5 ~ 20秒である。露光時間を変更する時はテーブル中のExp/Timeの欄の値をクリックして入力する。欄内で右マウスボタンを押してPropagate -> Allを選ぶことによりその欄のすべての値を一度に変更することができる。30秒以上の露光時間の場合は左上のDezingered Exposureにチェックを入れる必要がある (1枚のimageにつき2回測定させてノイズを減らす)。ちなみに、露光時間が15秒の場合、測定に約2時間45分かかる。

(2) Runをクリックすると下のダイアログが出るので測定条件を確認してStart Image Collectionをクリックする。もう一度確認のダイアログが出るのでOKをクリックすると測定が始まる。



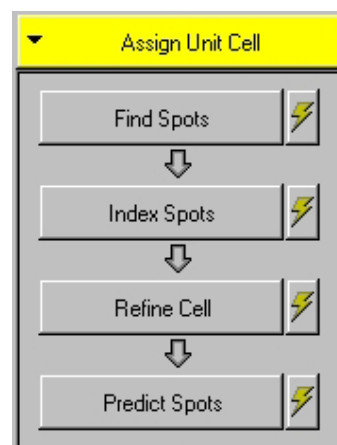
(3) ツールバーのImage Collection Updatesがオンになっていれば、1枚のimage測定が終わる度にCollection Image Displayウィンドウに画像データが表示される。

Image Collection Updates

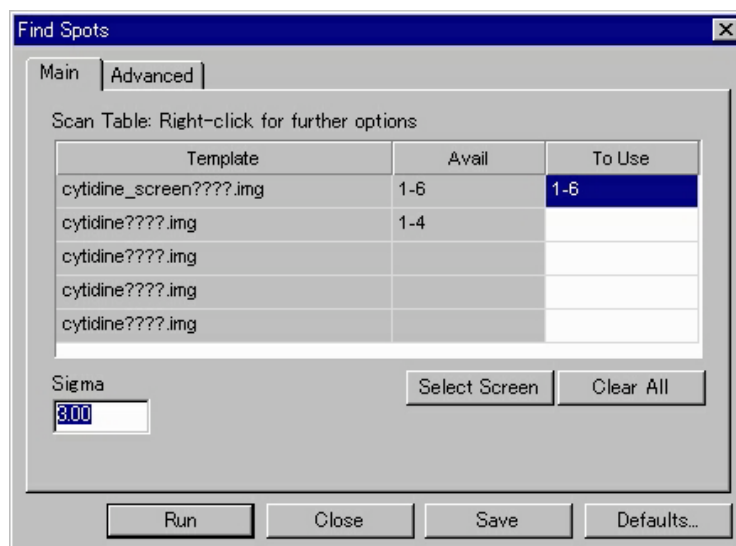


【 5 】 格子定数の決定 (Assign Unit Cell)

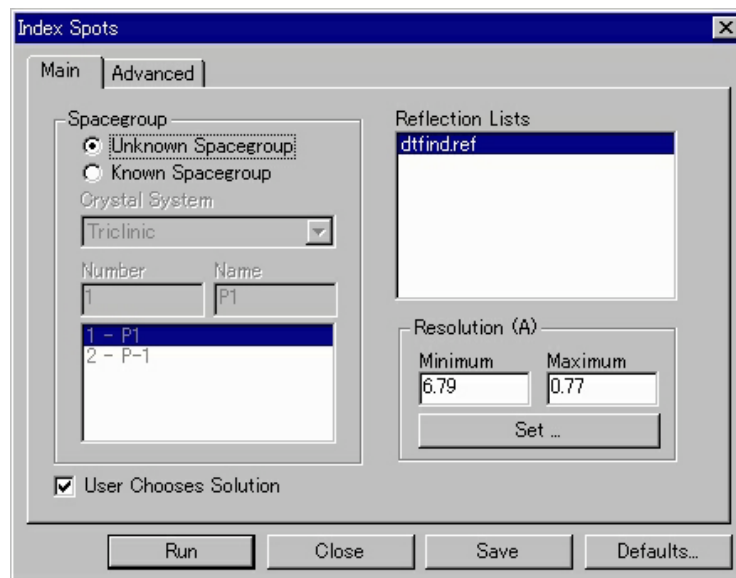
Flow barのAssign Unit Cellをクリックすると右のSub Flow barが表示される。ここではまずIndexing imageから反射を見つけ(Find Spots)、それを用いて結晶格子を決定し(Index Spots)、次にその結晶格子を精密化し(Refine Cell)、最後に得られた結晶格子から計算される反射を実際の測定imageに重ね合わせて確認する(Predict Spots)という手順をとる。



(1) Indexing imagesの測定 (通常、6枚目のscreen006.imgまで) が終わったら、Flow barのFind Spotsをクリックする。Find SpotsウインドウでIndexing imagesの1枚目から6枚目までが選択(1-6)されていることを確認し、Runをクリックする。Advanced画面はなにも変えなくてよい。弱い反射をひろいすぎる時はSigmaの値を5.00程度にする。



(2) ピックアップされた反射がimage画像上に表示される。次のIndex Spotsウインドウが自動的に開くので、User Chooses Solutionがチェックされていることを確認し、Runをクリックする。Advanced画面はなにも変えなくてよい。



(3) 結果のウィンドウが表示されたら、Least Sqが1以下のものの中から、正しいと思われる格子を選択してOKをクリックする。LatticeがPのもの、よりVolumeが小さいもの、より対称性の高いものが正解である場合が多い。ここで良好な格子が得られない場合は、次のRefineウィンドウでRunをせずにCloseをクリックしてRefineウィンドウを閉じ、Find Spotsからやり直す (Sigmaの値を変えてみる) ことを勧める。【11】注意 - (3)も参照のこと。

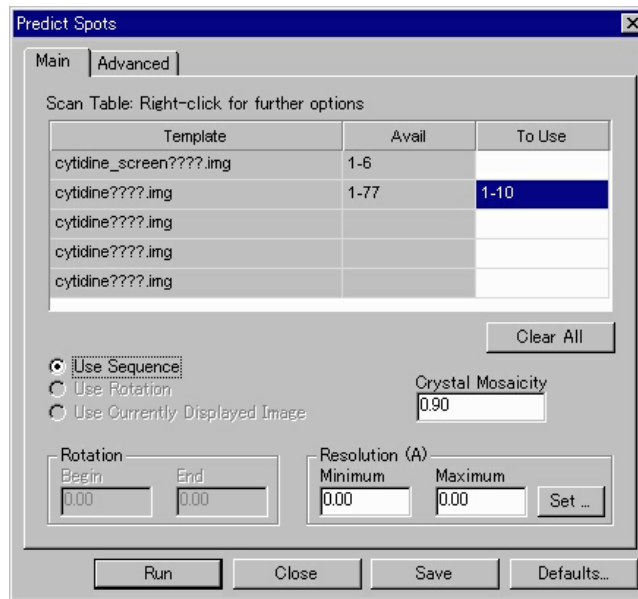
Soln	Least Sq	Spacegrp	Bravais	Lattice	a	b	c	Volume	α	β	γ
8	0.79	16	orthorh	P	5.09	14.04	14.92	1065	90.00	90.00	90.00
12	0.13	3	monocli	P	14.04	5.09	14.92	1065	90.00	90.32	90.00
14	0.00	1	triclin	P	5.09	14.09	14.92	1069	90.61	90.15	90.37

(4) Refineウィンドウが表示されるので、そのままRunをクリックする。 Δ / σ が0.00、右上のStatisticsのRMS Residualsが、できれば0.2 mm以下になるまでくり返しRunさせる。

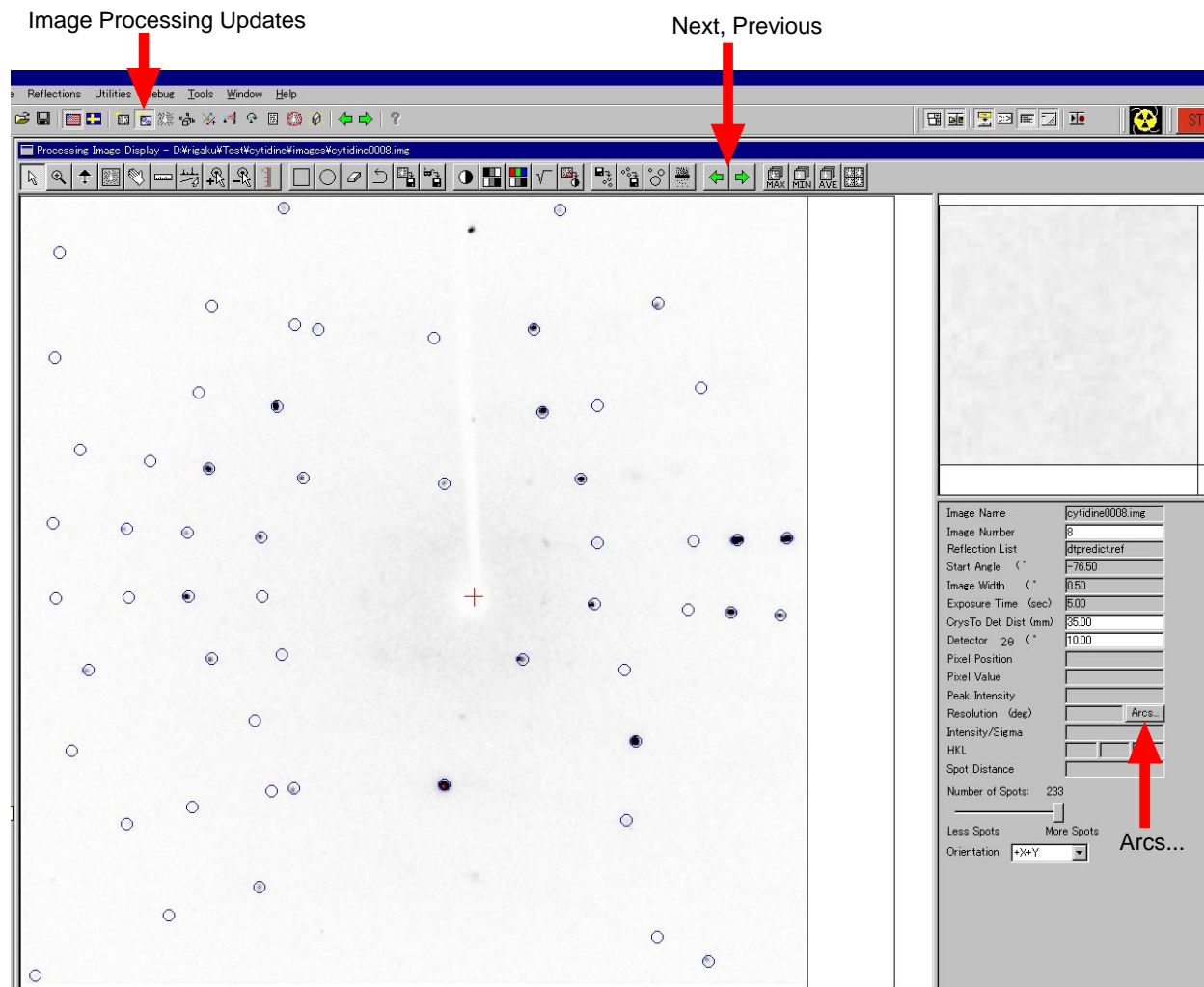
(5) Mosaicityを決定する。Refineウィンドウの右下の部分を下図のように設定してRunをクリックする。FileViewウィンドウに結果が表示されたらRefineウィンドウのCloseをクリックする。









(6) Flow barのPredict Spotsをクリックする。測定が終了したimageファイル(ファイル名にscreenという語を含むindexing用のimageファイルは不可)を何枚か選択し(ここでは10枚)Runをクリックする。他のパラメータやAdvanced画面はそのままよい。



ツールバーのImage Processing Updatesがオンになっていれば、Processing Image Displayウインドウに実行結果の画像が表示されるので、実際の反射と計算上の反射の位置があっているかをNext, Previous Image (矢印) ボタンで前後のimageファイルを見ながら確認する。反射上の赤い点はその反射が飽和していることを示している。

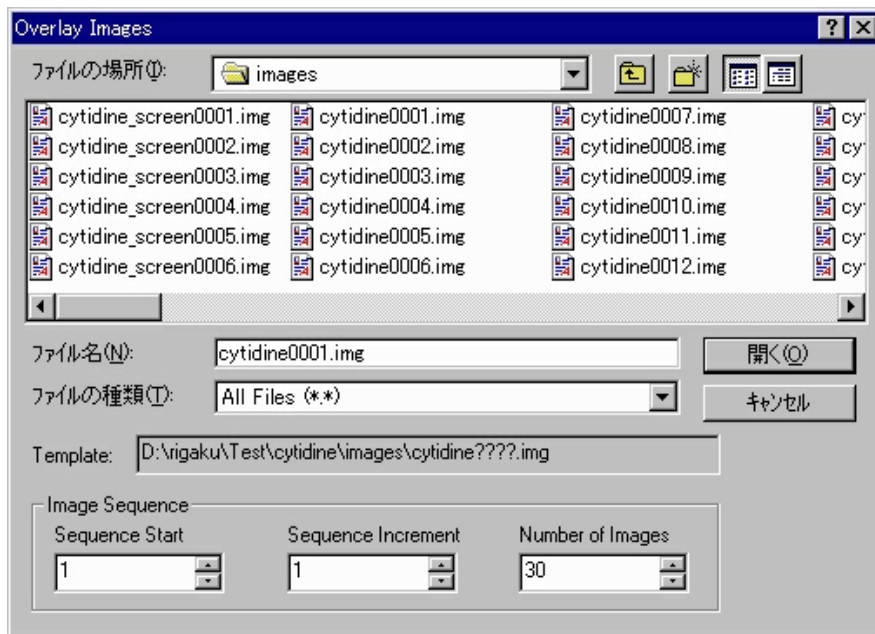


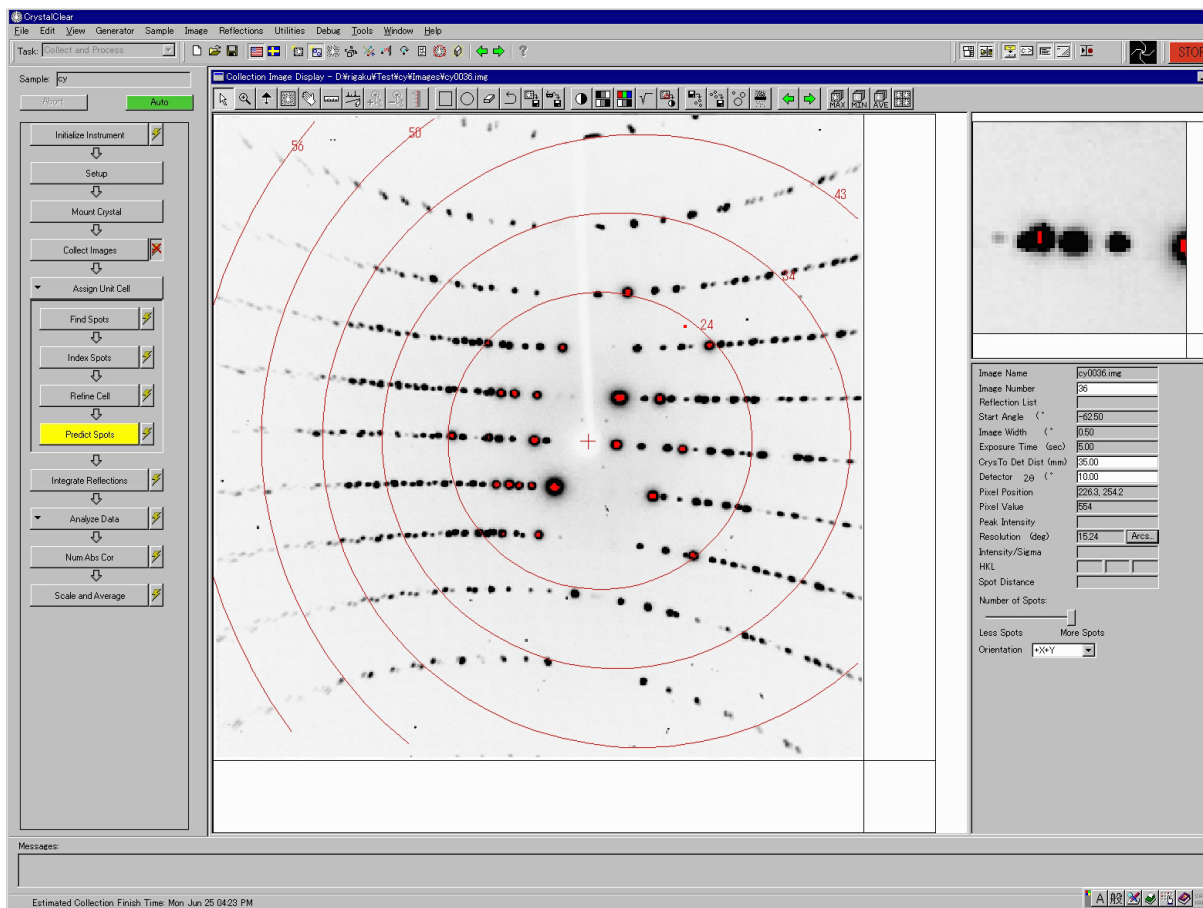
Processing Image Displayウィンドウではツールバー上のボタンを用いて種々の操作が可能である。

	Next Image	次のimageの表示
	Previous Image	前のimageの表示
	Set Reflection Size	計算上の反射を示す円の大きさの変更
	Toggle Filtering	パーシャルな反射の表示・非表示切り替え
	Contrast	コントラストの変更
	Maximun Overlay Images	各ピクセルの最大強度による指定されたimageの重ね書き

また、imageの右側にある **Arcs...** ボタンをクリックし、表示されるSet Resolution Arc Propertiesウィンドウで2-Theta (Degrees)を選んでVisibleにチェックを入れると、 2θ の等高線をimage上に表示できる。

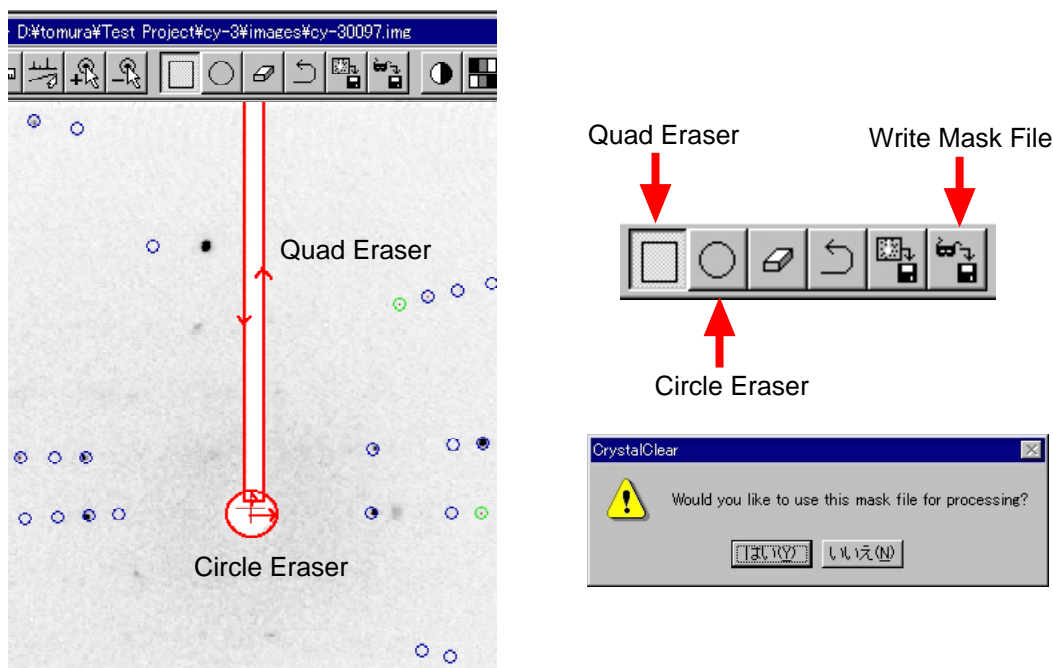
(7) 最大強度によるimageの重ね書き表示を行うために、ツールバーのMaximun Overlay Imagesボタンをクリックする。表示されるダイアログでimageファイルを指定し、"開く"をクリックする。ここでは1枚目から30枚目までの30枚を重ね合わせている。





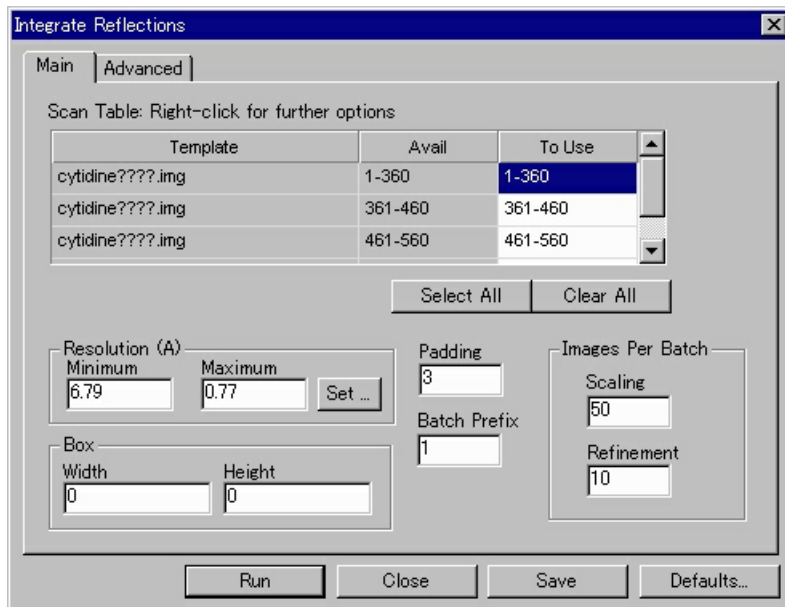
得られた画像で低角側の飽和した反射の数や高角側の反射の様子を観察することにより露出時間が適正かどうかを調べることができる。測定条件が適正でない場合は測定を中断させ【4】に戻って再設定する。この場合、【11】注意 - (1)も参照のこと。

(8) ビームストッパー周辺の画像を省くためにMaskファイルを作成する。ツールバーのCircle EraserとQuad Eraserボタンを用いてimageファイル上でビームストッパーの影を消す。できたらWrite Mask Fileボタンを押してmask.imgという名前で保存する。"Would you like to use this mask file for processing?"という確認のダイアログで"はい"をクリックする。



【 6 】 積分反射強度の測定 (Integrate Reflections)

(1) Flow barのIntegrate Reflectionsをクリックし、表示されたIntegrate ReflectionsウインドウのRunをクリックする。Main・Advanced画面のパラメーターは特に変更する必要はない。ここでは660枚すべてのimageファイルの積分反射強度の測定を行い、精密化は50枚ごとに行う。この時点では、すべてのimageファイルの測定は終了していないが、反射強度の測定はimageファイルがなければ作成されるまで待っているため、ここで全ファイルの積分反射強度の測定を開始してもなんら問題はない。



(2) すべてのimageファイルの測定が終了し、積分反射強度の処理と精密化が完了すれば、自動的に次のData Analysys - Laueウインドウが表示される。メインウインドウのWindowメニューのFileView:D:\%user name:\%project名:\%sample名:\%dtintegrate.logを選んでdtintegrate.logを表示し、最後のRefinement residualsのrmsResidの値 (mm, Deg)を確認する。共に0.1より小さくなっていればよいデータである。

```

Reflections Utilities Debug Tools Window Help
FileView: 12:04:34 AM, June 23, D:\realu\Test\My3\dtintegrate.log
Number of reflections written: 5770

Refinement results
-----
Crystal
a, b, c: 5.1154 13.9897 14.7743
Sigmas: 0.0009 0.0023 0.0025
Shifts: 0.0000 0.0000 0.0000

alpha, beta, gamma: 90.0000 90.0000 90.0000
Sigmas: fixed fixed fixed
Shifts: fixed fixed fixed

Crys Rot1, Rot2, Rot3: 25.920 -2.649 3.219
Sigmas: 0.0042 0.0028 0.0049
Shifts: 0.0000 0.0000 0.0000

Mosaicity: 0.5800
Sigma: 0.0029
Shift: 0.0000
-----
Detector: 0
DetTrans: XShift, YShift, Distan: -0.298 0.323 34.994
Sigmas: 0.0015 0.0014 0.0078
Shifts: 0.0000 0.0000 0.0000

DetRots: RotAboutBeam, 2Theta, R: 0.103 10.279 -0.013
Sigmas: 0.0041 0.0067 0.0068
Shifts: 0.0000 0.0000 0.0000
-----
Source
Wavelength, Rot1, Rot2: 0.7107 0.000 0.000
Sigmas: fixed fixed fixed
Shifts: fixed fixed fixed
-----
Refinement residuals
rmsResid (A-1) = 0.00099
rmsResid (mm) = 0.0449 EXCELLENT, less than or equal to 1 pixel (0.137 mm).
rmsResid (Deg) = 0.0474 EXCELLENT, less than 1/4 the mosaicity.
-----
Reflections in list: 5770
Reflections accepted [blue]: 5109
Reflections rejected [red]: 0 ((|Xobs-Ycalc| >= 1 mm, |Yobs-Ycalc| >= 1 mm,
or |RotObs-RotCalc| >= 2 deg)
Reflections ignored [green]: 661 (1/|sial| < 10
or outside resolution of 6.79 to 0.77,
or Lorentz factor too large, etc)

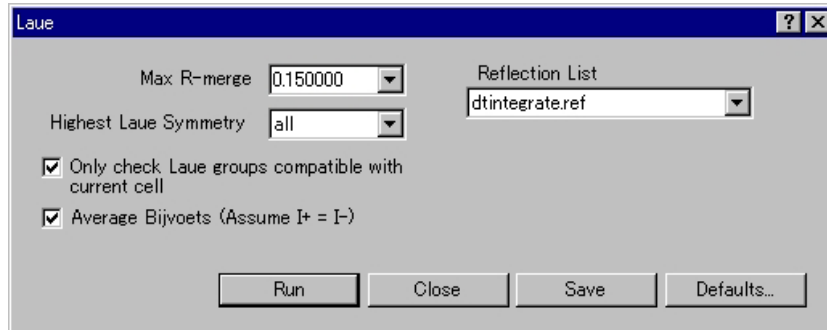
dtrefine - INFO wrote header file dtrefine.head

dtrefInmerge: Copyright (c) 1996 Molecular Structure Corporation
d*TREK version 7.1SSI -- May 1 2001
Command line:

```

【 7 】 データ解析 (Data Analysis)

(1) ここではラウエ群のみを決定する。CentricityやSpace GroupはteXsanでも決められるので実行する必要はない。Laueウインドウでパラメータを下図のように設定しRunをクリックする。結果が表示されたらOKをクリックする。

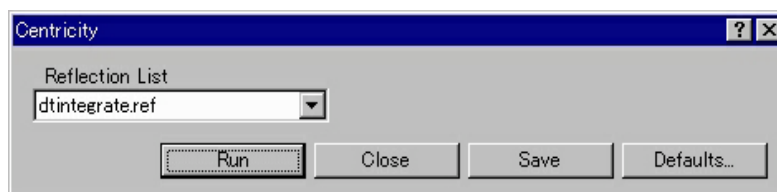


Laue Results

Laue Class	Unique Axis	Groups	Calc Mult	Observed Mult	Rmerge	Pass?
-1	-	2670	1.00	2.40	0.03	[PASS]
2/m	a	2697	2.00	3.30	0.03	[PASS]
2/m	b	2625	2.00	3.23	0.03	[PASS]
2/m	c	2940	2.00	3.21	0.03	[PASS]
mmm	-	2218	4.00	4.38	0.03	[PASS]


OK

(2) Centricityウインドウが表示されるのでCloseをクリックする。




【 8 】 結晶の外形からの吸収補正 (Numerical Abs Cor)

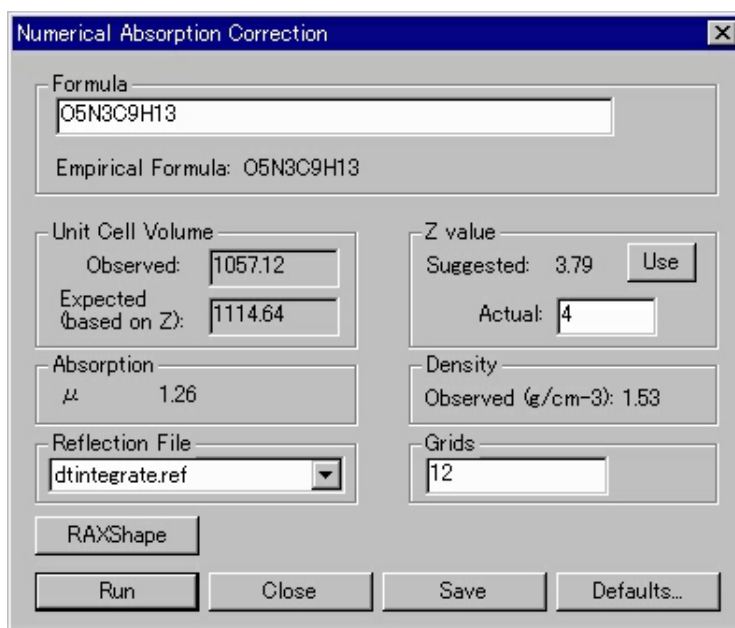
吸収補正を行わない時、あるいは等価反射を用いたEmpiricalな吸収補正を行う時は、この項目を省いて次の【 9 】に進む。

(1) 結晶の外形によるNumericalな吸収補正を行う時は、まず、ゴニオメーターをゼロ位置に戻すために、ツールバー中のShow manual Instrument ControlボタンをクリックしてManual Instrument Control画面を表示させる。ここで、

ω にチェック、Move toに0を入力、Move!ボタンをクリック
 2θ にチェック、Move toに0を入力、Move!ボタンをクリック
 χ にチェック、Move toに0を入力、Move!ボタンをクリック
 ϕ にチェック、Move toに0を入力、Move!ボタンをクリック

の順に操作を行いゼロ位置に戻す。**4つの軸は必ずこの順序で変えること**。次に、デスクトップ左端のRaxvideoのアイコンをダブルクリックするか、ツールバー中のViewCrystalボタンをクリックしてRaxvideoを起動する。照明装置もONにする。

(2) Flow barのNumerical Abs Corをクリックする。Numerical Absorption Correctionウインドウを下図のように設定する。FormulaとZ valueには正しい値を入力しなければならない。

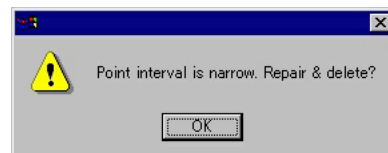
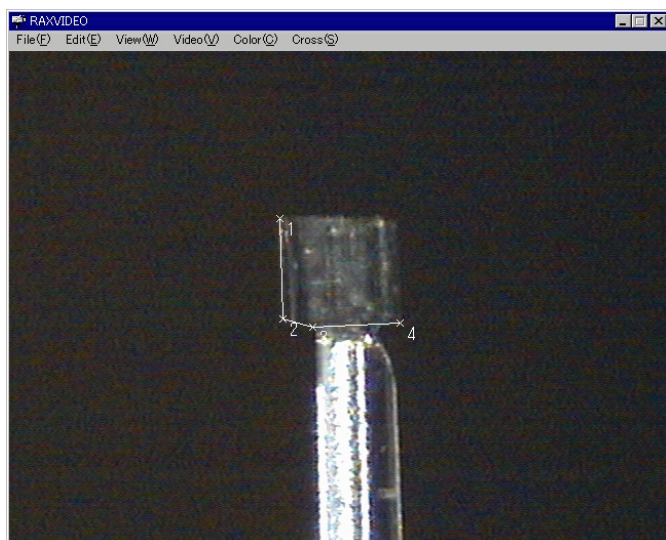
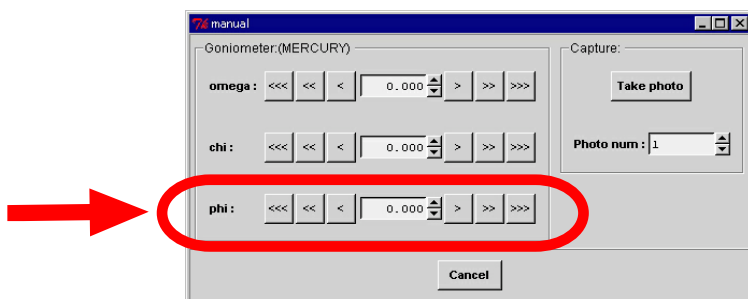


Numerical Absorption Correction	
Formula O5N3C9H13	
Empirical Formula: O5N3C9H13	
Unit Cell Volume	Z value
Observed: 1057.12	Suggested: 3.79 Use
Expected (based on Z): 1114.64	Actual: 4
Absorption μ 1.26	Density Observed (g/cm-3): 1.53
Reflection File dtintegrate.ref	Grids 12
RAXShape	
Run	Close Save Defaults...

(3) Numerical Absorption CorrectionウインドウのRAXShapeボタンをクリックして結晶外形測定ソフトウェアRAXShapeを立ち上げる。Crystal shape measurementウインドウが表示される。

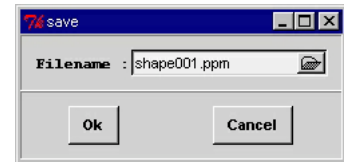
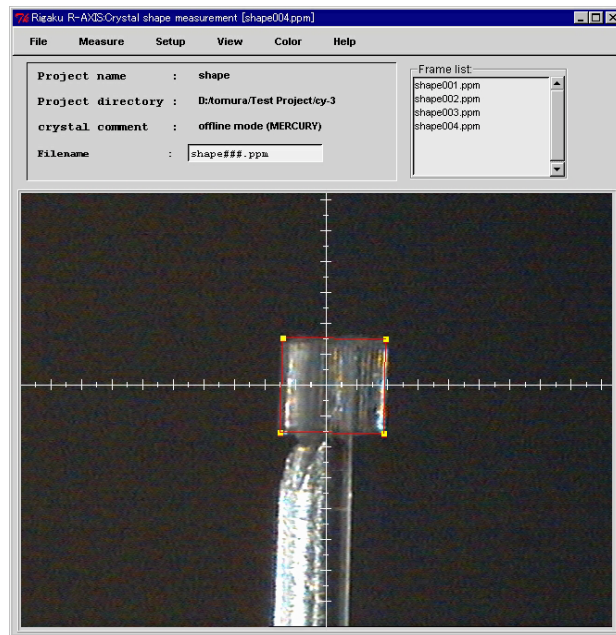


(4) Crystal shape measurementウインドウのMeasureメニューのTakePhotoを選ぶとゴニオメーターを制御するmanualウインドウが表示される。Raxvideo画面を見ながら結晶のエッジが見える（面が正面になる）位置にφ軸（ω軸やχ軸は動かさないこと！！）を>>>ボタン等を押して回転させmanualウインドウのTake photoボタンを押す。Raxvideo画面のスケールが消えるので、画面上で結晶の外形を左マウスボタンでクリックしてトレースしていく。ポイントをキャンセルしたい時は右クリックする。最後のポイントは左ダブルクリックする。確認のダイアログが2回（1回の場合もある）表示されるので"はい"やOKをクリックする。



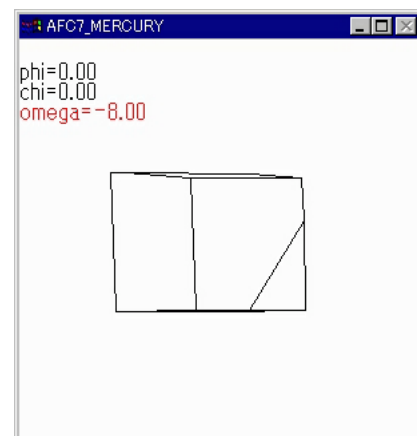
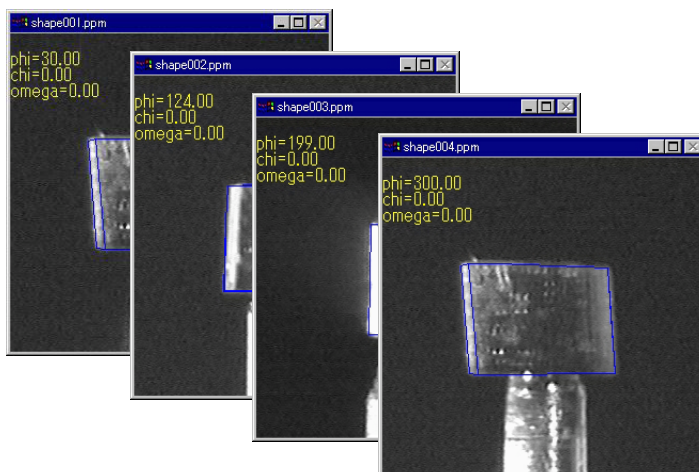
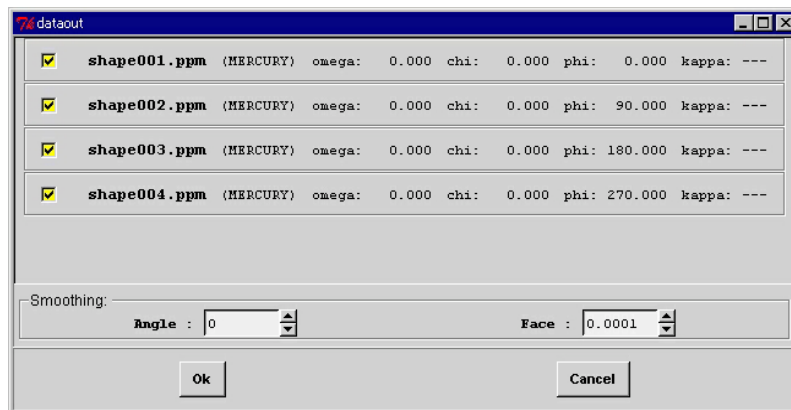
このダイアログは出ないこともある

(5) トレースしたデータがCrystal shape measurementウインドウに現れるので、必要があれば編集する。ここではポイントを移動させたり、ポイント上で右クリックすることによりポイントを消去したり、ライン上で右ダブルクリックすることによりポイントを追加できる。最後にFileメニューのSaveを選んで保存する。



(5) 再度φ軸を回転させ、新たにエッジの見える位置に結晶を回して外形のトレースを行う。以後、すべてのエッジに対して(結晶が立方体の場合は90°ずつ回して4フレーム)同様の操作を行う。

(6) FileメニューのOutputを選びOKをクリックすると、トレースデータのimageと共に結晶の形が3D表示されるので正しいかどうか確認する。この3D図はマウスドラッグで回転できる(キーボードのoキーを押すとω軸回転、pキーでφ軸回転、cキーでχ軸回転)。この時、外形データはshape.datに保存される。



(7) FileメニューのQuitを選びRAXShapeを終了する。Raxvideoウインドウも閉じ、照明装置をOFFにする。

(8) 【8】 - (2) のNumerical Absorption Correctionウインドウに戻りRunをクリックして外形吸収補正を実行する。ログファイル(numabs.log)の最後に最大、最小、平均のcorrection factorが出力されるので確認する。補正された反射データはdtnumabs.refというファイルに書き込まれる。次のScale and Averageウインドウが表示される。

```
FileView: D:\ngaku\Test\cytidine\numabs.log
1 -0.00430 -0.00638 -0.99997 5.10 -0.89 -0.18 0.1545
2 0.55711 0.82595 -0.08622 0.09 -11.86 -7.83 0.2047
3 -0.02040 -0.03024 0.99933 -5.09 1.41 0.53 0.1479
4 -0.55908 -0.82886 0.02040 0.24 11.84 7.84 0.1948
5 -0.65603 0.75468 -0.00943 -0.16 -10.24 10.06 0.1845
6 0.00631 -0.00726 0.99995 -5.10 1.08 0.15 0.1512
7 0.65594 -0.75457 0.01904 0.11 10.25 -10.05 0.1288
8 -0.61378 -0.78560 0.07819 -0.06 11.32 8.69 0.1909

Interplanar angles

# # angle # # angle # # angle # # angle
1 2 85.49 1 3 177.47 1 4 90.73 1 5 89.57
1 6 179.21 1 7 90.98 1 8 94.04 2 3 97.04
2 4 176.22 2 5 75.01 2 6 95.09 2 7 105.04
2 8 175.99 3 4 86.74 3 5 91.08 3 6 2.02
3 7 88.37 3 8 83.43 4 5 105.01 4 6 88.69
4 7 74.98 4 8 5.19 5 6 91.09 5 7 179.45
5 8 101.01 6 7 88.36 6 8 85.41 7 8 78.95

vertices

# x y z
1 0.1393 -0.2464 0.0126
2 0.1469 -0.0735 -0.2637
3 0.1680 0.2008 0.0319
4 0.1641 0.1108 0.1756
5 0.1598 0.0203 0.3000
6 -0.1706 -0.2451 -0.0001
7 -0.1601 -0.0738 -0.2736
8 -0.1656 -0.1875 0.0620
9 -0.1360 0.0233 0.2899
10 -0.1439 0.0414 -0.1495
11 -0.1262 0.2103 0.0330
12 -0.0320 0.2098 0.0355

Maximum Dimensions along direct crystal axes

a: 0.339 mm b: 0.457 mm c: 0.574 mm

Gaussian integration

Grid size: 12 x 12 x 12
Sampling points: 1728 points
Crystal volume: 0.03833 mm3

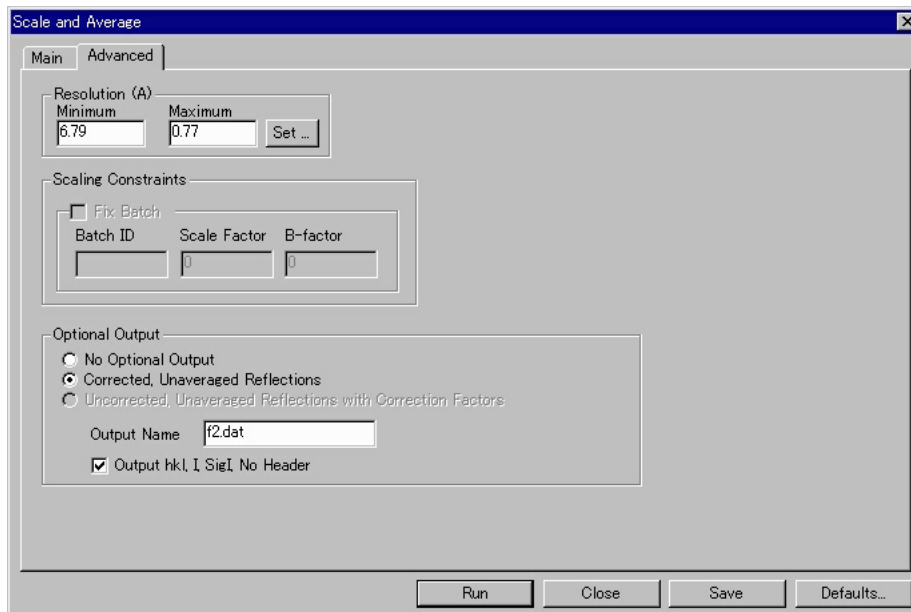
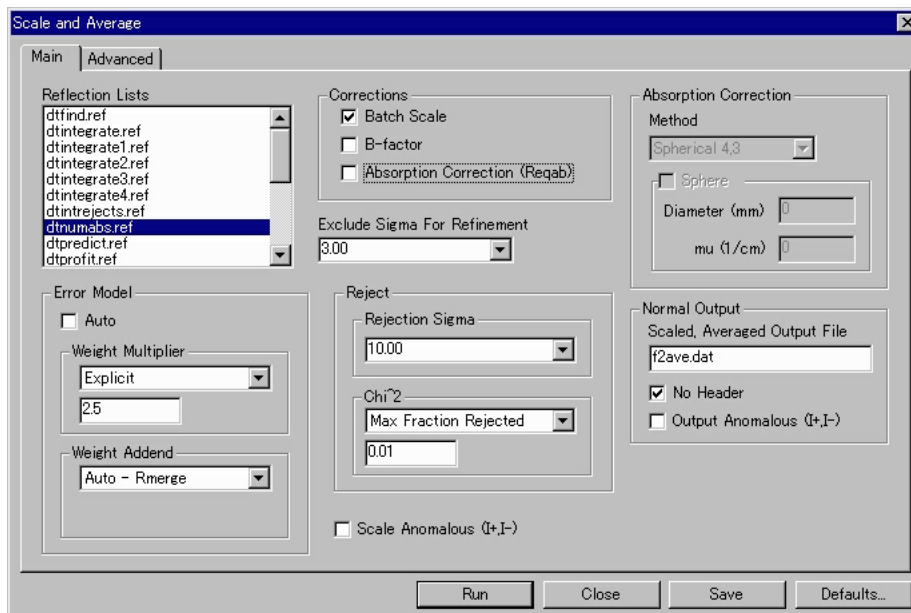
number of reflection corrected: 10275
maximum correction factor: 0.967375
minimum correction factor: 0.951506
averaged correction factor: 0.960868

least-squares scale for Fobs will be increased by a factor: 1.020160
```

【 9 】 スケーリングと反射強度の平均化 (Scale and Average)

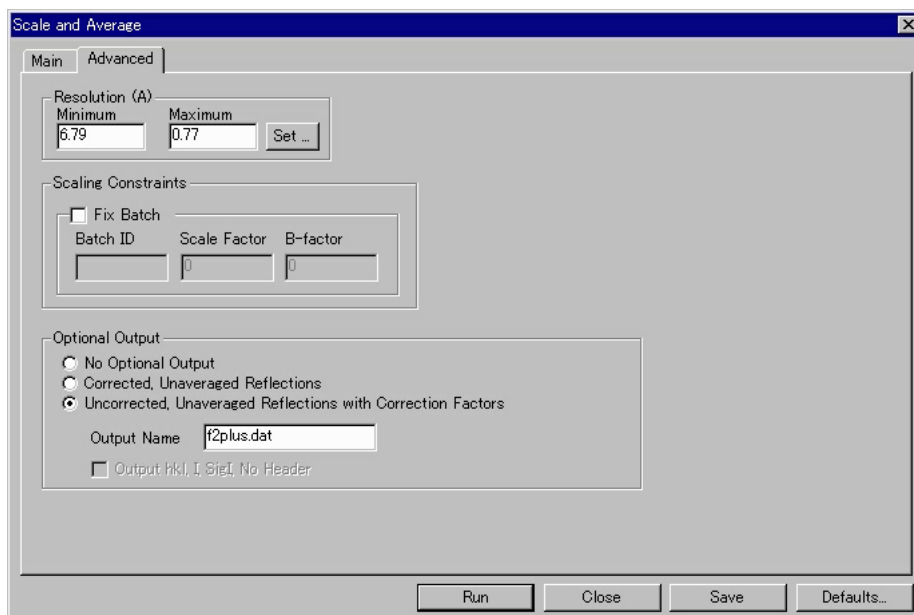
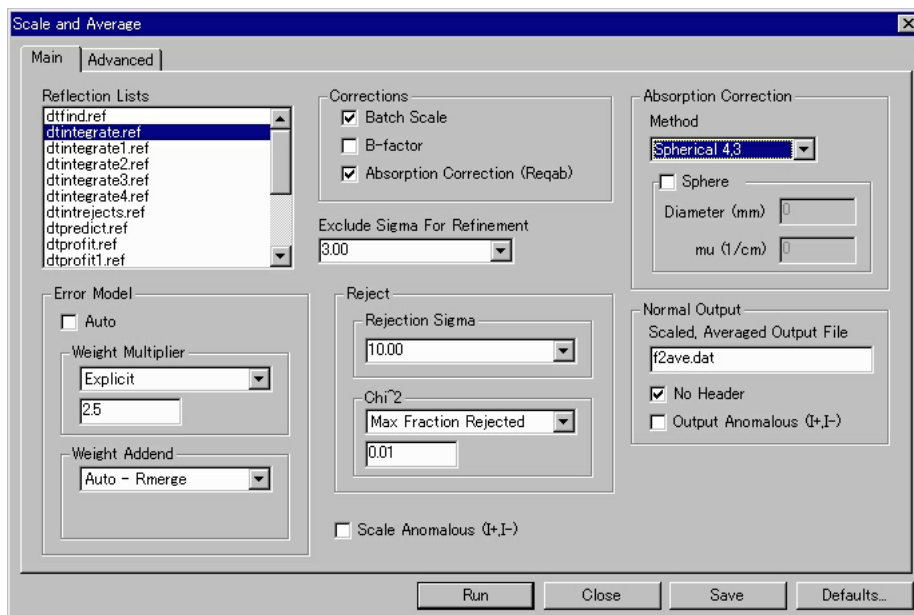
(1) Flow barのScale and Averageをクリックする。吸収補正の種類に従いMainとAdvancedウインドウ内のパラメータを設定し、Runをクリックして処理を開始する。

(1 - A) 結晶の外形によるNumericalな吸収補正の場合



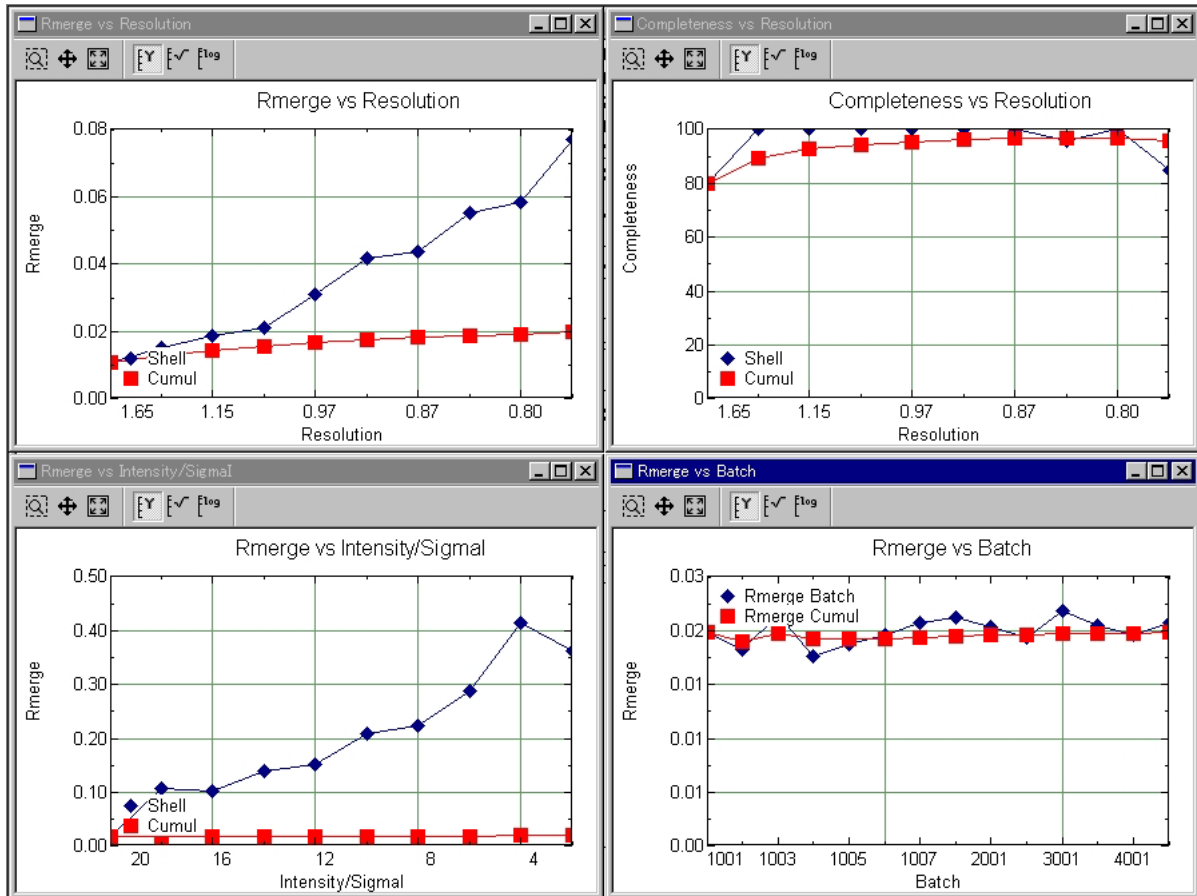
Reflection Listはdtnumabs.ref、CorrectionsのAbsorption Correction (Reqab)のチェックをはずす。AdvancedウインドウではOptional OutputでCorrected, Unaveraged Reflectionsにチェックを入れOutput Nameはf2.dat、Output hkl, I, Sig I, No Headerにもチェックを入れる。

(1 - B) Empiricalな吸収補正の場合、および、吸収補正を行わない場合




Reflection Listsはdtintegrate.ref、CorrectionsのAbsorption Correction (Reqab)のチェックを入れる。Absorption CorrectionのMethodはSpherical 4,3にする。AdvancedウインドウではOptional OutputでUncorrected, Unaveraged Reflections with Correction Factorsにチェックを入れOutput Nameはf2plus.datにする。

(2) 処理が終わると結果のグラフが表示される。Rmerge vs. ResolutionやCompleteness vs. Resolutionのグラフで最終のRmergeの値が0.03以下、Completenessが95%以上であればよいデータである(いずれもグラフ中赤線で示されたCumulの値)。dtscaleaverage.logに詳細な結果が書き込まれているので、メインウインドウのWindowメニューのFileView:D:\%user名:\%project名:\%sample名:dtscaleaverage.logを選んでこれを表示させ確認するとよい。



【10】測定の終了

(1) ゴニオメーターを動かして結晶を取り外す。ツールバーのShow manual Instrument ControlボタンをクリックしてManual Instrument Control画面を表示させる。ここで、

ω にチェック、Move toに0を入力、Move!ボタンをクリック
 2θ にチェック、Move toに0を入力、Move!ボタンをクリック
 χ にチェック、Move toに0を入力、Move!ボタンをクリック
 ϕ にチェック、Move toに0を入力、Move!ボタンをクリック
 ω にチェック、Move toに-15を入力、Move!ボタンをクリック
 2θ にチェック、Move toに-15を入力、Move!ボタンをクリック

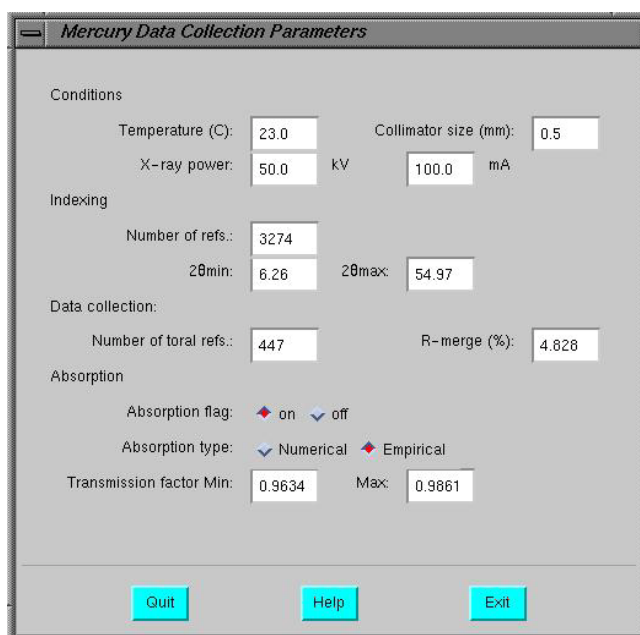
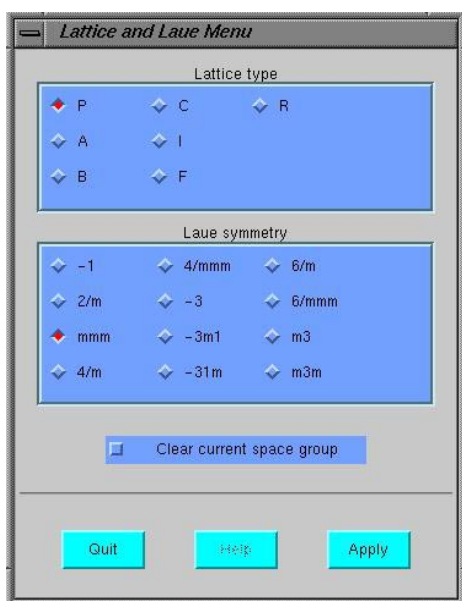
の順(この順序は必ず守ること!)に操作を行い、ゴニオメーターを移動させる。CCDカメラ下側から ϕ 軸固定ねじをゆるめ、結晶をゴニオヘッドから取り外す。

(2) FileメニューのExitを選ぶかメインウインドウ右上のを押してCrystalClearを終了する。

(3) ftpなどでファイルを転送する。このためにグラフィカルなftpクライアントffftpをインストールしておいた。teXsanで解析するのに必要なファイルはCrystalClear.cifとf2.dat (Empiricalな吸収補正および吸収補正を行わない場合はf2plus.dat) である。ただしこれらはver.1.11以上の新しいteXsanでないと読み込めない。他にdtintegrate.log、dtscaleaverage.log、numabs.log (Numericalな吸収補正の場合) も保存しておいた方がよい。以上のファイルはすべて通常のテキストファイルであるのでftp転送は必ず**asciiモード**で行うこと。測定データファイルは"D:\user名\project名\sample名"に対応するフォルダの中にすべて保存されている。imageファイルはこのフォルダの中のimagesフォルダ (容量約340MB) に保存されている。バックアップには付属のDVD-RAMを使用し、すべてのimageファイルは消去すること。また、メインウインドウのFileメニューのDelete Projects/Samples...を選び、ここからプロジェクトやサンプルごと消去してもよい。

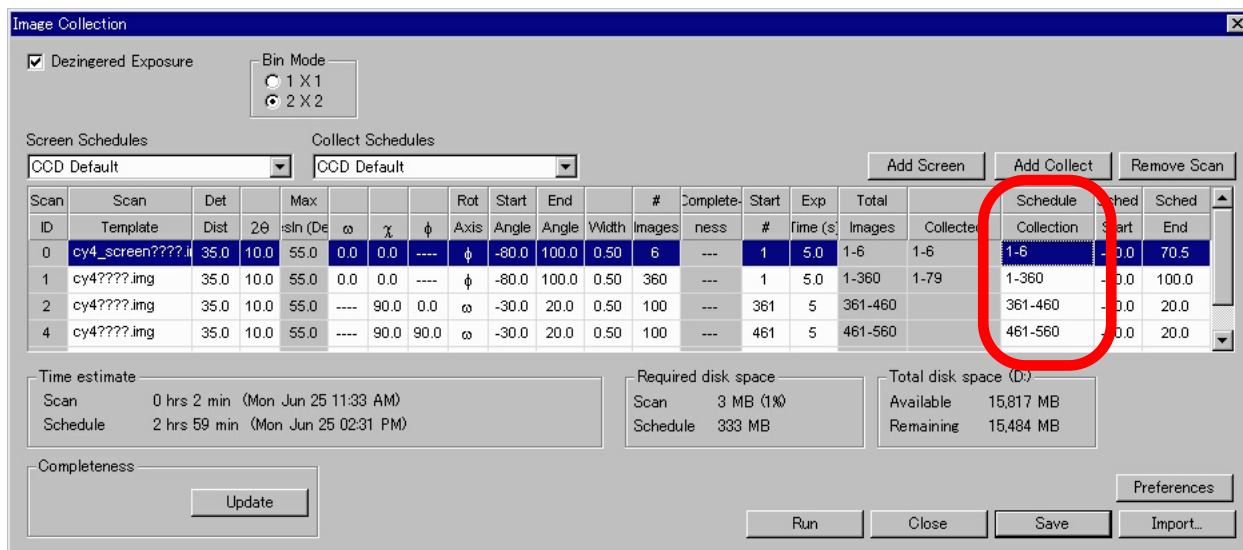
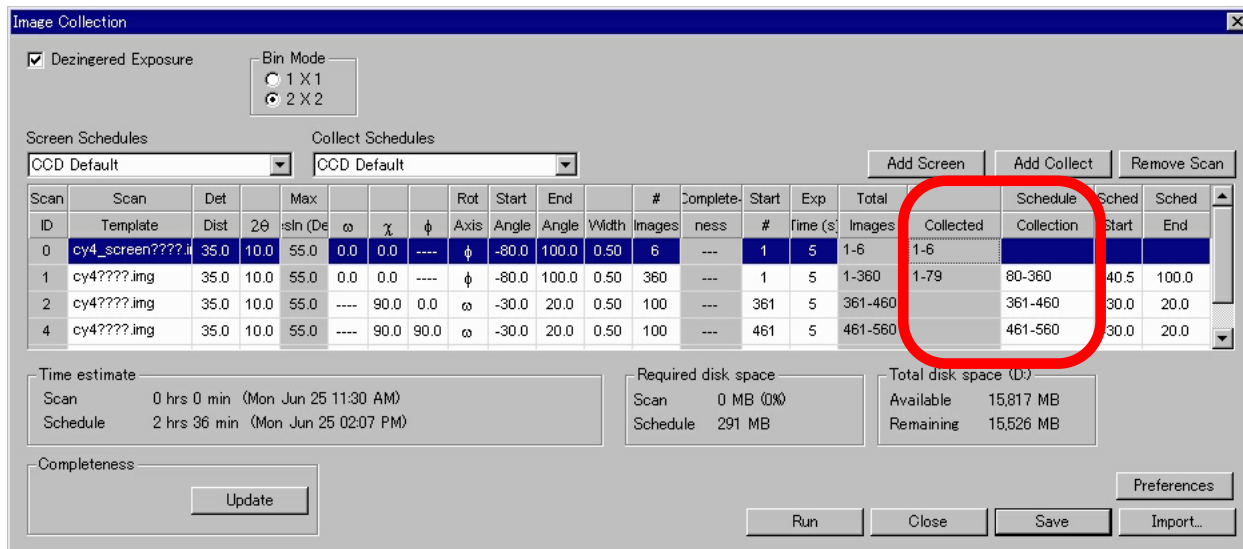
(4) コンピュータのモニタのパワーをOFFにする。X線の出力を下げしておく。



(5) なお、CrystalClear.cifとf2.dat(f2plus.dat)を用いてteXsanを起動すると、左下のダイアログが開くので格子の種類とラウエ群を入力すること。また、吸収補正を行った場合はProcessを行う前に、ParametersメニューのData Collection Parametersを選んでAbsorptionのところを入力すること。特に、Empiricalな吸収補正の場合と吸収補正を行わない場合の反射データファイルは共にf2plus.datであるので、ここを適切に入力しないとEmpiricalな吸収補正は行われない。

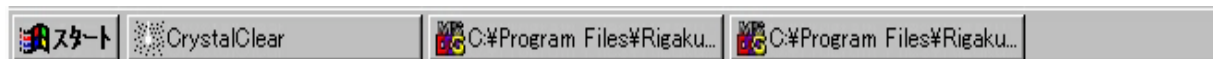


【 1 1 】 注意

(1) 露出時間を変更するなどの理由で測定をキャンセルし、Image Collectionウインドウで測定条件を再設定して再び測定を開始する場合、Collectedの欄には既に測定が終わったimageが記録されているので(下の場合だと79枚目まで)、そのままRunをクリックすると80枚目の測定から始まってしまう。最初の1枚目から測定を始めたい時は、Schedule/Collectionの欄を下図のように1-6, 1-360と書き換えなければならない。また、この場合、imageファイルをオーバーライトするという確認のダイアログがあるので"はい"をクリックする。




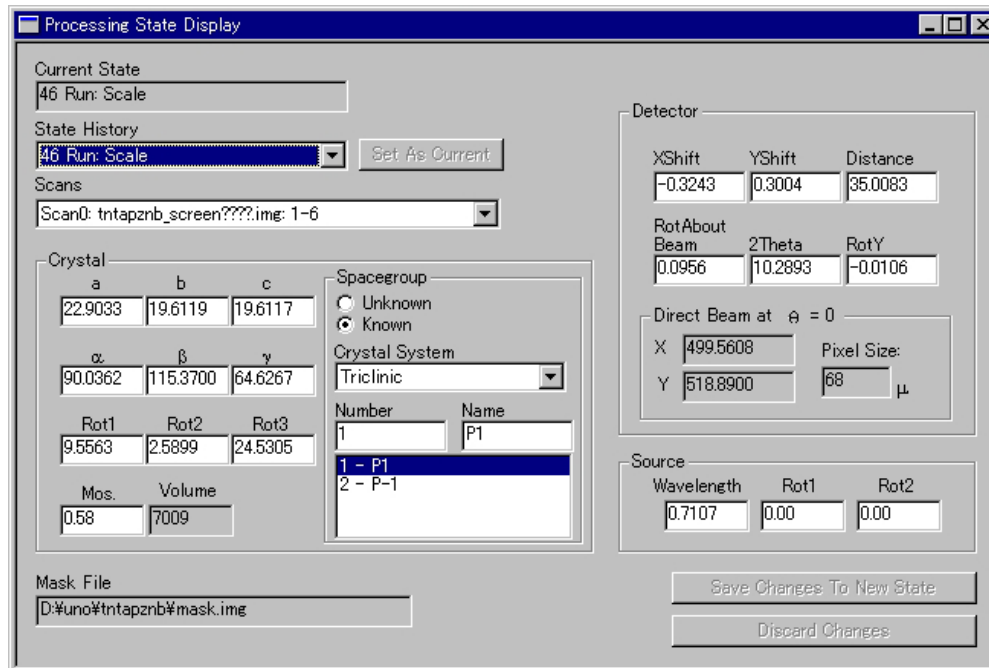
(2) 画面下側のタスクバーにある2つのバックグラウンドプロセスを**終了させてはならない**。システムから応答がなくなった時は、これらを開いて、最終行に<ENTER>と表示されて止まっていたらリターンキーを押すこと。このウィンドウは右上の  ではなく、  をクリック (最小化) して閉じる。



```
C:\Program Files\Rigaku MSC\CrystalClear\MSCServDetCCD.exe
serial port 1 ----> unprintable (13)
serial port 1 ----> P (80)
serial port 1 ----> S (83)
serial port 1 ----> 0 (48)
serial port 1 ----> 1 (49)
serial port 1 ----> unprintable (13)
AFC7-RCD2(PC) ----> C PS01
serial port 1 <---- unprintable (2)
serial port 1 <---- R (82)
serial port 1 <---- D (68)
serial port 1 <---- 0 (48)
serial port 1 <---- 1 (49)
serial port 1 <---- unprintable (13)
AFC7-RCD2(PC) <---- RD01
serial port 1 ----> M (77)
serial port 1 ----> unprintable (13)
serial port 1 ----> - (45)
serial port 1 ----> 6 (54)
serial port 1 ----> 0 (48)
serial port 1 ----> 0 (48)
serial port 1 ----> 0 (48)
serial port 1 ----> unprintable (13)
AFC7-RCD2(PC) ----> M -6000
CC <- CCDCommandFinished Command = MoveDet Type = Completion Result = Success
```

(3) 格子定数の決定の際に、誤った格子でRefineすると、Detectorの各パラメータ (XShift, YShift, Distance, RotAboutBeam, 2Theta, RotY) が大きくずれてしまうことがある。これらの値はそのまま保存されるので、もう一度Find Spotsを行っても、先に得られた格子定数が得られなかったり、まったくおかしい格子定数が得られたりする。このような場合はDetectorの各パラメータをリセットしなければならない。そのためには

ツールバーのShow Processing State Displayボタン  をクリックしてProcessing State Display画面を表示させ、右上にあるDetectorのところの6つのパラメータを、XShift, YShift, RotAboutBeam, RotYはそれぞれ0.0000に、Distanceは35.0000 (カメラ長の値)、2Thetaは10.0000 (デフォルト値) に入力しなおして、右下のSave Changes To New Stateボタンをクリックする。ダイアログがでればそのままOKをクリックする。以上の操作後に再びFind Spotsを行えばよい。



文責： 戸村正章 <tomura@ims.ac.jp>
 分子科学研究所・分子物質開発研究センター
 2001/10/24