

このマニュアルでは以下のことを前提としている。

自動測定ではなく、ワンステップずつ確認しながら測定を行う。

全てシャットダウンされている場合 …… 停電前後以外は必要なし

1. 冷却水のバルブをオープン。（バルブを 1.5 回転回す）
2. X 線発生装置の扉を開け、内側パネル上の 3 つのブレーカーを ON。…扉を開けすぎると扉表面の緊急停止ボタンがぶつかって押されてしまうので、注意。

基本的にはここから行う。…… 前の人から引き継いだときは、5 もしくは 8 から始める。

3. X 線発生装置の Power を ON …… 次のステップに移るまで 1 時間は待つ。
4. X 線発生装置の X-ray を ON。20 kV, 2 mA に設定される。この状態で 30 分は待つ。

低温吹付装置の作動

5. PUMP ボタンが赤の場合、本体裏にある真空ポンプのリークバルブが閉まっていることを確認後、PUMP ボタンを押す（緑色に点灯）。
6. (X-ray On の場合、X 線発生装置の Door Open ボタンを押し、) 回折計の扉を開く（警告音が出る）。本体内の低温吹付装置の根元の緑色のバルブを開く。
7. MAIN ボタンを押す。赤 → 緑点滅 → 6 分後 sheath などの流量があがる → 緑点灯
8. この間、温度制御部の [MODE] → [SELECT] → 設定温度入力 → [ENT]
9. 緑点灯後、START ボタンを押す。2 時間くらいかけて温度が下がる。
10. 測定温度より下がったら、HEATER ボタンを押す。

X-ray が 20 kV, 2 mA になって 30 分以上たっていたら温度制御を待つ間に以下を行う。

11. CRT のスイッチを ON
12. デスクトップ上の RAPID AUTO をダブルクリックして起動。
以下、プログラム RAPID AUTO での作業となる。
13. プロジェクト名(データを保存するフォルダ)を設定。英数字 8 文字以内。
(Rigaku Service のフォルダの下に研究室名のフォルダを作成しておき、その下に上記を設定)
14. 新しいプロジェクトか古いプロジェクトかを指定。(普通は新しいプロジェクト)
15. データの保存場所を確認。X-ray target は Cu がチェックされていることを確認。
16. メニュー | Manual | Initialize | Devicecheck を実行
17. メニュー | Programs | XG Control | を実行
18. Aging DATA ボタンを押し、下記の通り入力されていることを確認し、Aging KEEP ボタンを押す。

1	20 kV	2 mA	10 min	(エージング状況は Message タブで確認できる)
2	30 kV	2 mA	5 min	もしくは手動であげてもいい(起動後 1 時間以上たっていれば)。
3	40 kV	2 mA	5 min	(その場合、1 分間隔でも可)
4	40 kV	10 mA	5 min	ただし早く上げすぎると、X-ray の電源が落ちる、
5	40 kV	20 mA	5 min	もしくは、管球が焼き切れてしまうので注意。
6	40 kV	30 mA	5 min	

19. メニュー | **Manual** | **Setting** | **Crystal Mount** を実行。ゴニオメーターが動く。
 20. X線発生装置の **Door Open** ボタンを押し、回折計の扉を開く(警告音が出る)。
 21. 結晶のついたブラスピンをゴニオメーターに載せる。(回折計の台座に取り付ける)
 22. **CCD camera** アイコンを押し、本体内の結晶用照明の明度を上げる。
 23. 結晶のセンタリングを行う。回転固定ねじと上下固定ねじを緩め、上下、左右、前後を合わせる。最後に上下固定ねじ、回転固定ねじによる固定を忘れるな。
-
24. 続いて結晶の外形データ(吸収補正用)を行う。結晶の良し悪しを見るために **Index** を先に行ってもよいが(36番へ)、ここでは先に結晶外形のデータをとる方法で行う。
 25. メニュー | **Programs** | **Shape** を実行。以下、プログラム **Shape** で作業を行う。
 26. メニュー | **Measure** | **Take photo** をクリック。
 27. 結晶の外形がいい形に見えるように、**phi** をクリックして、結晶を **phi** 軸で回転し方位を調整する。
クロス線の大きな目盛りは **0.1 mm**
 28. [**Take photo**] をクリックして写真を撮る。静止画像に変化する。
 29. 静止画像上で結晶の外形をマウスでなぞる。角でクリック。多角形を閉じる時はダブルクリック。ダブルクリックすると、ダイアログが出るので **[OK]** をクリック。すると別の **Window** に静止写真が表示される。
 30. 新たに現れた静止画面上で、結晶外形の輪郭線の修正ができるので必要なら行う。また、**View** | **cursor** をクリックするとモノサシが画面に現れ、結晶外形の寸法を測定できる。ここで、結晶の外形と寸法をノートしておくこと(論文投稿に必須)。
 31. **File** | **Save** で画像を保存する。
 32. **phi** を **90度** ほど回して、**28** から **31** の手順を繰り返す。同様にして、計 **4** 方向から写真を撮り、外形をなぞり、計 **4** つのファイルを **save** する。
 33. **File** | **Output** で結果を確認する。結晶の形が再現できないようなら、**26** からやり直す。
 34. **File** | **Quit** でプログラム **Shape** を終了する。**CCD camera** を **OFF**。照明の明度を下げる。
 35. 回折計の扉を静かに閉じる(警告音が止まる)。以後、プログラム **RAPID AUTO** に戻り作業を行う。
-
36. 低温測定の際は、ここで低温装置の条件が整ったか確かめる(整うまで **40** 以降は実行しない)。
 37. X-ray が **40 kV 40 mA** まで上がったか(エージングが終了したか)を確認。
 38. **Project** タブをクリック
Project name, **Project template**, **Frame directory** を確認。デフォルト値で **OK**。
Resolution を **0.83** にする。($2\theta_{max} = 136.5^\circ$ とする。) デフォルト値で **OK**。
Online process : **ON**

Crystal 欄
わかる範囲でできるだけデータを入力する。
Collimator : **0.8**
入力時には、キー入力した後必ず **Enter** キーを押す。最後に **Update resource** を押す。

-
39. **Index** タブをクリック
X-ray power : Cu 管では 40 kV, 40 mA
Exposure Time : 30 ~ 120 (露光時間 sec/deg) … 結晶の大きさに応じて変更
IP type : Wide 0.6x0.5x0.4mm のシチジン結晶は 10sec で充分だった
Pixel : 100x100
User Choose Solution : Yes
振動範囲は default で OK。
40. **Execute** をクリックして **Index** を実行。30 分程度で終わる。
41. **Index** が出してきた格子定数を確認。出てこない場合、42.へ
写真のスポット(反射)が十分な強度で、くっきりした輪郭で写っているかを確認。
このまま強度測定に進むか、この結晶での測定を中止するか、の判断を下す。
42. 格子定数が自動で決まらない場合、**Process|Index** を実行。
Image 3 枚を選択し、**Peak search & indexing** を選び、**Candidate** を押す。
候補が現れるので(acc.が高めの)いずれかを選びダブルクリック。
下の **img** ファイルをクリックすると別ウインドウ [**Graph**] に反射位置予想図が現れるので一致度
を確認し、よい格子を見つけ、**OK** を押す。
※反射点数が少ない場合など、**Candidate** で格子が全く見つからない (エラーが出る) 時は、
FS Process|Index で **spot** 数 1000 となっているところを 100 などに減らして **Run** の後、
Candidate を押す。
43. 中止の場合 20 に戻り、結晶を取り替えてから再びトライする。
このまま強度測定に進む場合は以下に進む。
44. **Index** が出してきた格子定数が適当かどうか、42.のように反射位置予想図をチェックする。
45. 結晶の外形データをとっていない場合、24 に戻り、外形データをとる。
-
46. **Strategy** タブをクリック。
Index 情報から計算された最適測定条件が示されている。基本的に **triclinic (-1)** が設定される。
Number of series : そのまま手をつけないでよい。
Measurement mode : **Oscill**
Reduce redundancy : **No**
Laue class : **-1** …空間群が既知の場合以外は **-1** にしておくのが無難 (後で空間群が違って測定範囲が不足することを避けるため) …ただし測定時間がかかる (が精度は上がる)
Completeness limit : **1**
[**strategy**] をクリックすると、振動範囲を設定し、その **Completeness** と **Redundancy** を算出。
基本的には、[**strategy**] を押してでてくる設定のまま測定に移るのがよいように思う。
Completeness の値を確認。なるべく 1 に近い方がよい。最低でも 0.9 以上。
Redundancy の値を確認。 3 以上欲しい。
Laue class (既知の場合など) を別のものにするると [**strategy**] を押すと測定範囲が大きく変わり、測定時間も短縮される (対称性が上がるため、測定点が少なくて済む)。

47. Integrate タブ

X-ray power : Cu 管では 40 kV, 40 mA

X-ray mode : aging (測定後に 20kV 2mA に戻る)

次にすぐ測定を行う場合は none (測定が終わっても X線発生はそのままの状態を保つ)

Exposure Time : 露光時間 5 sec/deg で 6.5 時間 結晶の大きさ、index 時の反射数
露光時間 30 sec/deg で 時間 で露光時間を調節
露光時間 90 sec/deg で 45 時間かかる 2/m だと 2/3, mmm だと 1/3 の時間

IP type : Wide

Pixel : 100×100

Intensity evaluation : box sum

Measurement box size : auto

Start flame No : 101 (default で OK)

Run scale after integ : yes

振動範囲 : Strategy で表示されているものと同じだが、下の画面の最後に写真の総数が出ている。
測定終了時刻が振動範囲のデータの下に表示されている (画面をスクロールさせると見える)。

48. Scale タブ

Absorption corr : yes

経験的な吸収補正を行う。CrystalStructure での解析でも吸収補正が行われるが、この段階で yes にしておかないといけない。

数値的な吸収補正を行うには、正確な分子式と Z 値が必要。数値的な吸収補正は別の job で行う。

Anomalous analysis : no

49. Integrate タブ

上記の Scale タブを確認した後、Integrate に戻って[Execute]をクリックしてデータ測定を開始させる。

写真の撮影、強度データへの変換、一つの反射強度データへのまとめが自動で行われる。

50. 終了すると、Result of scaling という window が表示される。

(表示されない場合は、FS Process | Integrate で再度積算を行う。)

Cell, Crystal system, Laue class, R merge, Completeness, Redundancy のデータが表示される。

51. CrystalStructure 用のデータ準備

測定フォルダ内に"structure_141201"などの名前を付けたフォルダを作成しておく。

測定フォルダ内にある texray.inf および f2plus.dat という 2 つのファイルを上記"structure_○○○○"フォルダにコピー・ペーストする。

解析は、CrystalStructure で Open Project からこの structure フォルダを開いて進める。

[CrystalStructure での解析方法は別のマニュアル参照]

終了操作

52. Manual|Setting|Crystal Mount を実行。X線発生装置の DoorOpen ボタンを押し、回折計の扉を開く。(警告音が出る)
53. 結晶を回折計の台座より取り外す。
54. 回折計の扉を静かに閉じる。(警告音が止まる)
55. Rapid Auto のソフトを閉じる。
56. 直ちに、プロジェクト名フォルダ内のすべてのファイル(データ)を、DVD などにコピーする。自分のデータは自分で責任持って管理すること。PC 上のデータは通知なしで削除されることもある。USB メモリは原則禁止 (NMR 用 USB メモリなど、ウイルスチェック済みのものは許可)。
57. ノートに本測定にかかった時間 (index のみの場合は index イメージにかかった時間) を記入する。(本測定も行ったときは、index は記入不要。基本的には○○○○○○101.img ファイルと最後のイメージファイルのタイムスタンプを記入してください)
58. 次の測定を開始するときは、12 にもどる。これで測定を終了するときは以下に進む。

59. CRT を OFF。PC は ON のままで構わない。
60. X 線発生装置のパネルに貼ってあるスケジュールに従って X-ray 管球のクーリングダウンを行い、20 kV, 2 mA とする。
61. 低温装置を +20°C に設定。この時点で次の予約が 1 日以内に入っている場合、ここで終了。

次の予約が入っていない場合、

62. X-ray が 20kV 2mA になっていることを確認し、X-ray OFF
63. X 線発生装置の Power を OFF。
64. 低温装置の MAIN ボタンをおす。赤点滅→赤点灯 2 時間くらいかかって室温に戻る。

しばらく使わない時の処理 … 停電時は、PC を OFF にする以外、67.までで OK

65. 吹付装置根元の緑のバルブを閉める
66. PUMP ボタンを押し。
67. 本体装置裏の真空ポンプが止まるのでリークバルブを開けて開圧後、10 秒後に閉じる。
68. X 線発生装置の扉を開け、内側パネル上の 3 つのブレーカーを OFF。
69. 冷却水のバルブを閉じる。