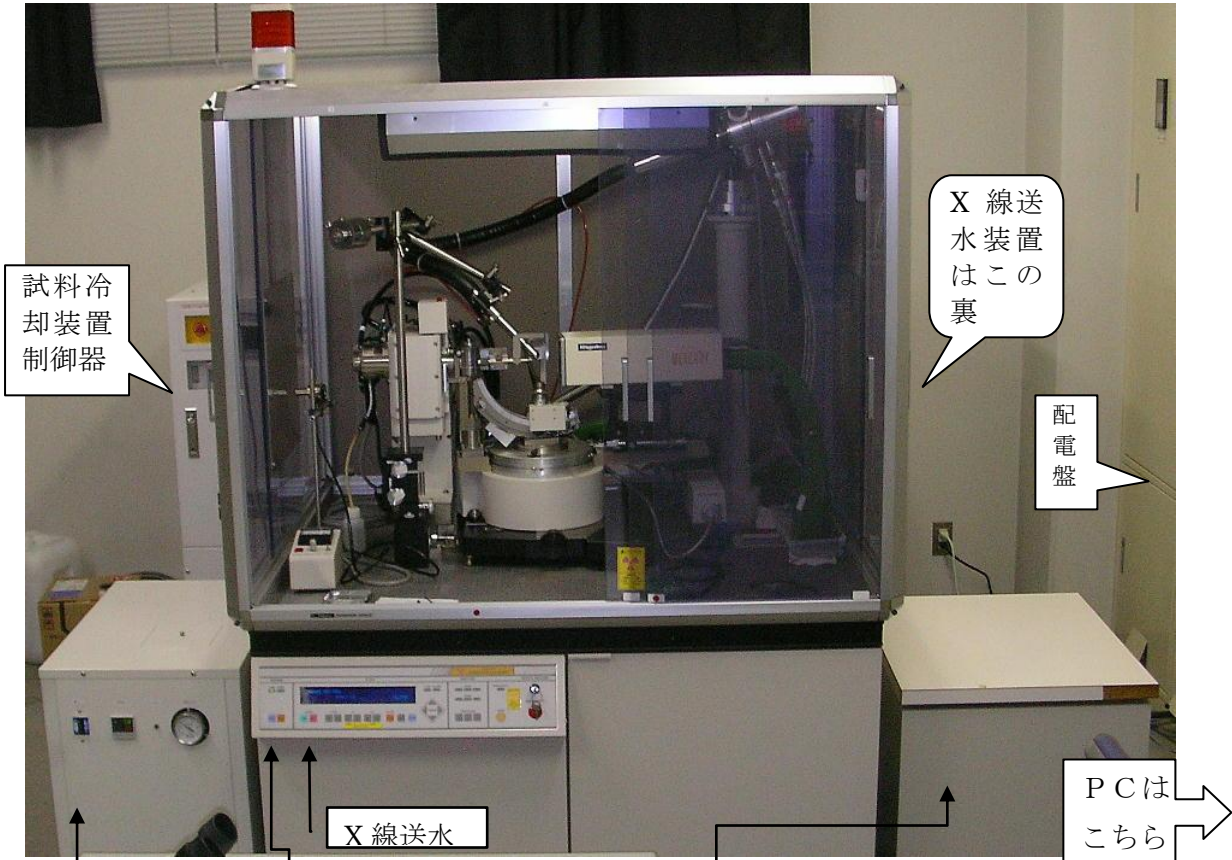


Mercury CCD 簡易マニュアル

I. 装置の立ち上げ

I-1 通常の休止状態



X線発生装置		PC	
真空系	ON	Frame Grabber	OFF
X線	OFF	CCD Controller	OFF
CCDコントローラ	OFF	モニタ	OFF
CCDコントローラ用トランス	OFF		
CCDチラー	ON		

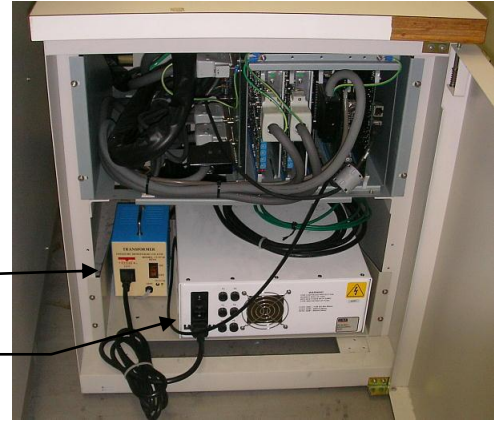
I-2 X線装置の立ち上げ

- 防X線カバーが閉まっていることを確認。(正面中央の1枚はマーク●を合わせる)
- 操作パネルのPOWER-ONスイッチを押す。POWER ON NOWが表示されて、次にREADY NOWになる。【READY NOWにならない場合は、防X線カバーの位置を再確認する。】
- X-RAY-ONスイッチを押すとX線が発生する。

- kV-**UP**スイッチで管電圧を徐々に 40kV まで上げる。その後、kV-**UP**スイッチと mA-**UP**スイッチで希望の出力に上げる。普通は、50kV×40~50mA で十分。
【0.3 のファインフォーカスなので、管電圧 40kV 以下では、管電流は最低の 10mA から上げてはいけない!】【スイッチを押し続けると急上昇するので要注意】
- CCD チラーの温度が-6℃以下になっていることを確認してから（設定は-8℃）、CCD コントローラ用電源を ON にし、次に、CCD コントローラを ON にする。【CCD チラーの温度が下がっていないときに CCD コントローラを ON にすると、CCD が壊れるのでくれぐれも注意すること】

①変圧器を ON

②コントローラを ON



I-3 PC の起動

- Frame Grabber（下段の PC）とモニタを ON にする。（モニタ切替器は No.2（右）になっているはず。もし、なっていないければ切り替えスイッチ（黒色）を押す。）
- 自動的にコントロールプログラム MSC Daemon が立ち上がる。この PC の立ち上げはこれでおしまい。
- CCD Controller（上段の PC）を ON にする。モニタ切り替え器を No.1（左）にセット。ログイン画面が出るので、ログイン名とパスワードを入力。
- 画面上の Crystal Clear アイコンをダブルクリック。ログイン画面が出るので、ユーザー名とパスワードを入力。



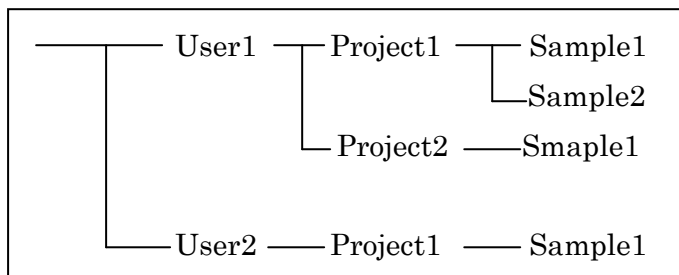
データ書き出し USB ポート

モニター切替スイッチ

II. Crystal Clear での測定とデータ処理

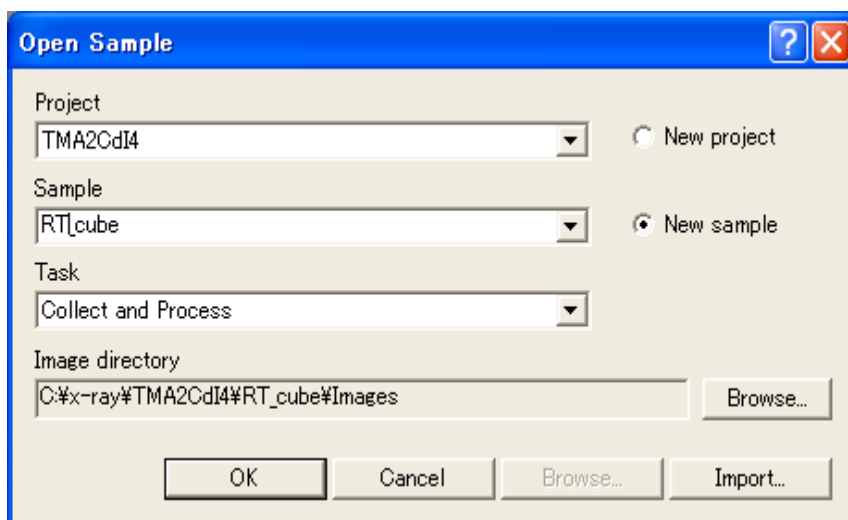
II-1 Project と Sample の作成

- Crystal Clear を立ち上げると下のような Open Sample 画面が出る（最後にログインしたときの設定が保存されている）。状況に応じて、New Project または New Sample をチェックし、Project 名と Sample 名を入力する。（ただし、%\$^~!+*`@などの記号やスペースを入れないこと）。フォルダの構成は下のようになる。



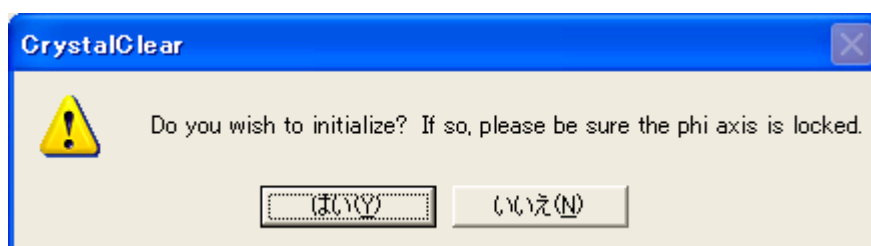
データは Sample フォルダの中に保存される。

- Task は、普通は Collect and Process（測定と処理）を選択する。これ以外に、次の3種類がある。
 - Screen Collect and Process ; 予備測定（6～7枚）をして結晶の良否を見、格子定数などを求めてから、本測定と処理をする。
 - Collect ; 測定のみ（データ処理はあとで）
 - Process ; データ処理のみ（以前に測定したデータの処理）



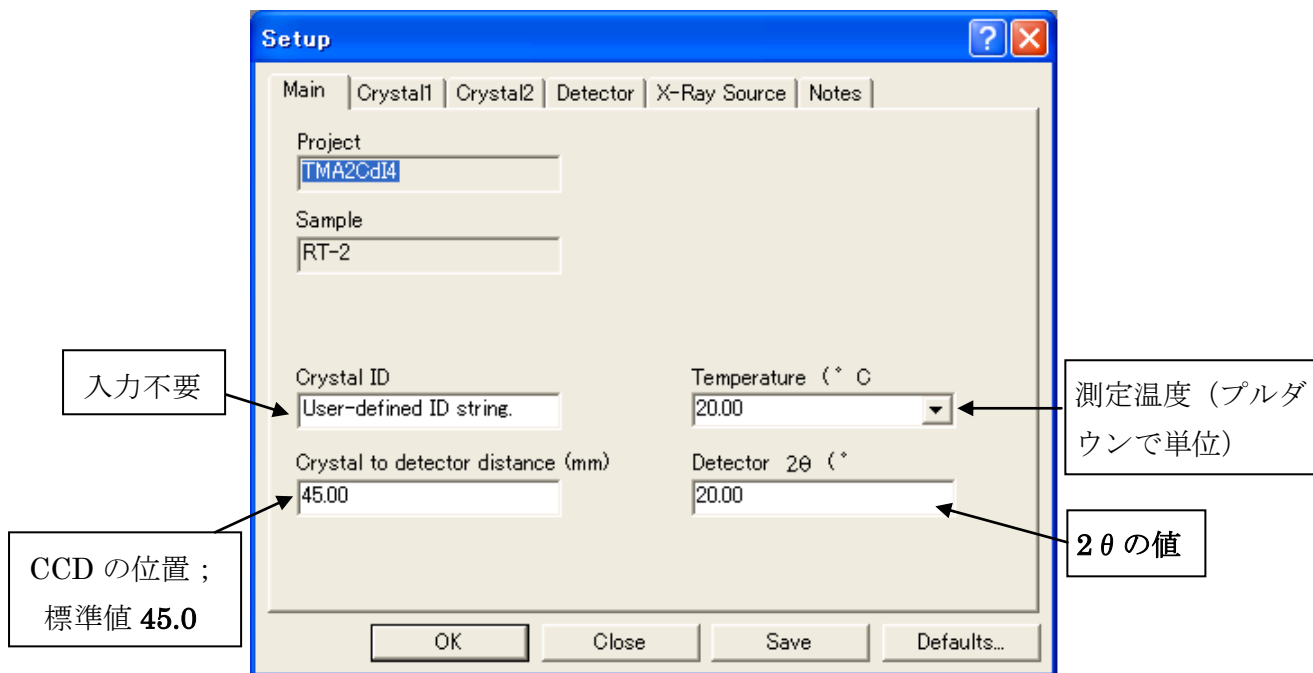
Project は既存のまま、sample を新しく設定する場合の例

- **OK** を押すと、下のように「ゴニオを初期化するか？」と聞いてくるので、**Yes** を押して初期化する。



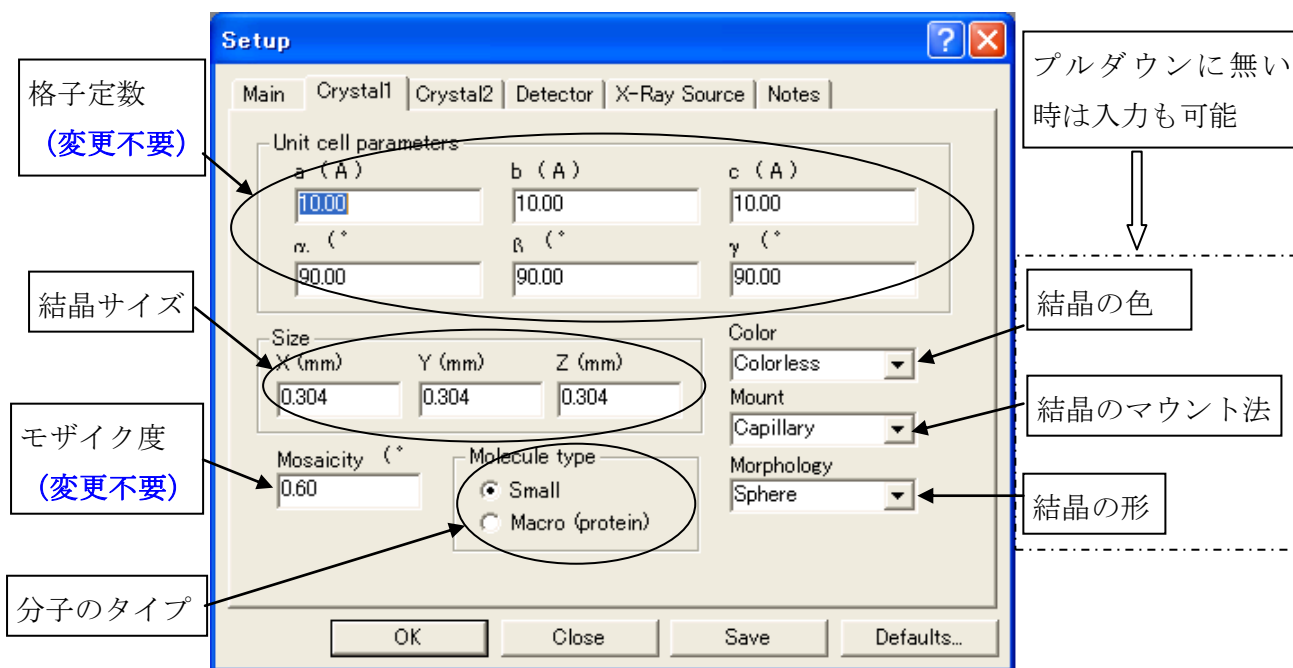
II-2 Set Up (試料や測定条件についての基本データの設定)

- Main Tab

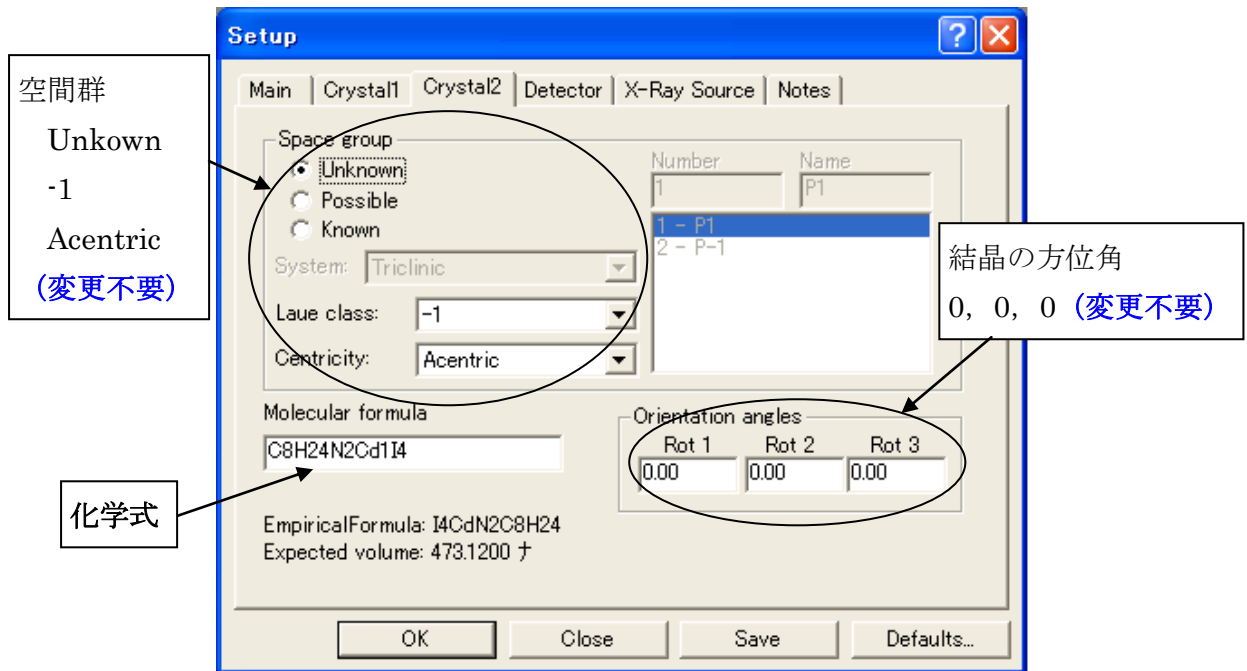


* CCD の位置と 2θ の値は、あとの Collect Images の条件設定で Scan ごとに
変更することが可能。逆に、Collect Images の条件設定で Scan ごとに変更して
あると、Per scan とグレー表示されて入力できない。

- Crystal1 Tab

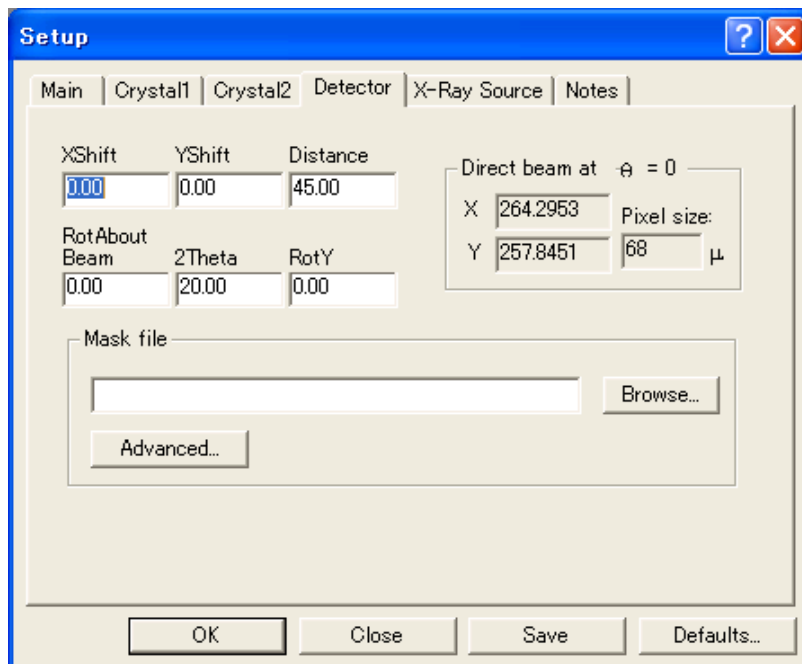


- Crystal2 Tab

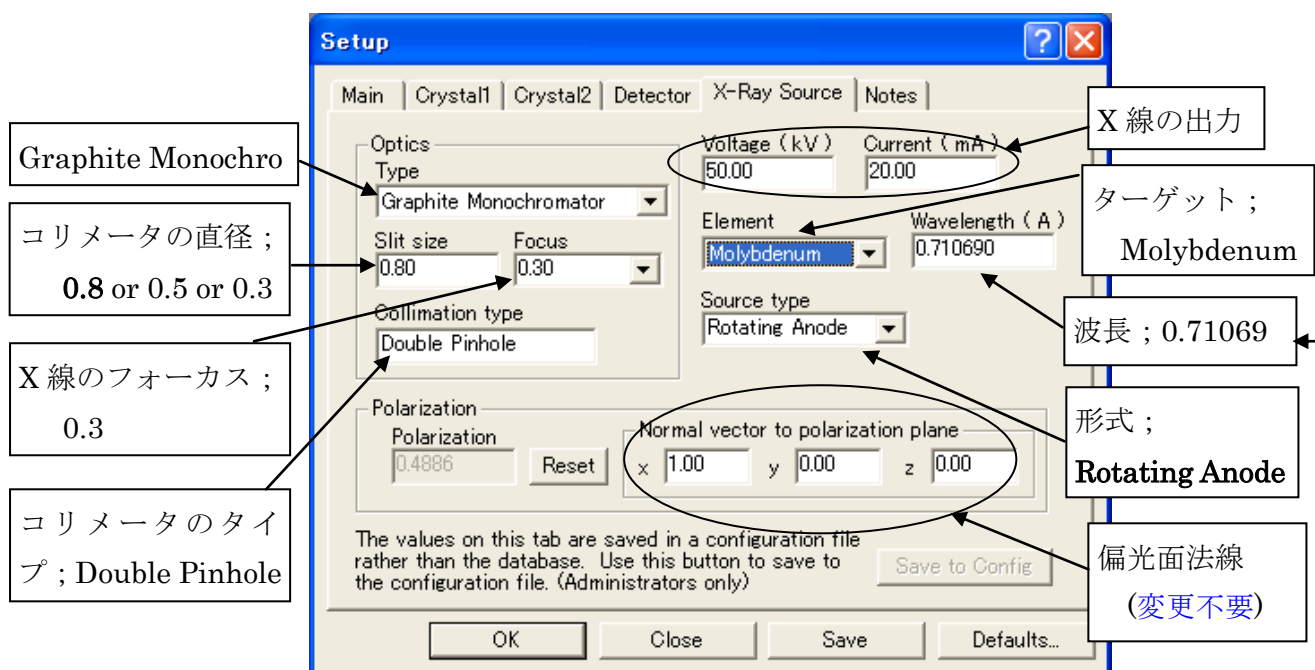


- Detector Tab

この Tab では、ふつうは何も入力しなくてよい。

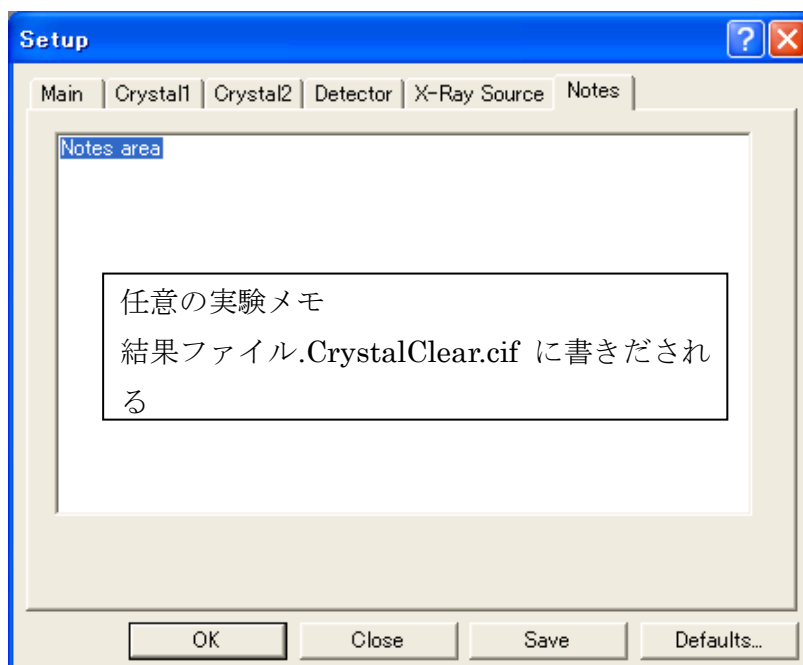


- X-ray Source Tab



〔波長は、Element (ターゲットの元素) と Source type を選択すると自動的に設定される。〕

- Notes Tab



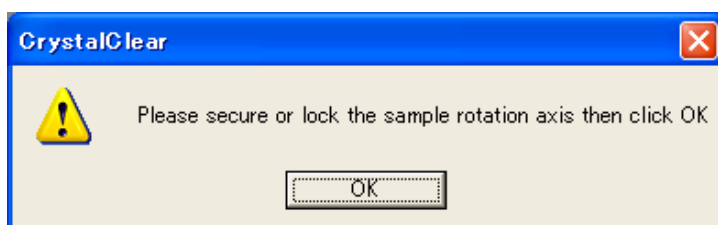
OK ボタンを押すと **Sample** レベルで設定が保存される。それ以外のレベルで保存したいときは、**Save** ボタンを押して、レベル (**Project** レベル, **User** レベル) を指定して保存する。また、**Defaults...** ボタンを押して、**Default** 値を呼び出すこともできる。

II-3 Mount Crystal

- Set Up の最後に **OK** ボタンを押すと、自動的に結晶観察用 CCD カメラの画像が表示される。
- X線発生装置の操作パネル上の **DOOR** スイッチ (●) を押して安全装置を解除してから、**防 X 線カバーを開ける**。(解除せずにカバーを開けると X 線が落ちるので注意)
- 試料をゴニオヘッドに取り付ける。
- ゴニオヘッドをゴニオに取り付ける。
- ϕ 軸の固定ねじをゆるめる。
- 照明用ランプを ON にして、適当な明るさにする。(点灯しなくても見える)
- 画面上のクロスラインの中心が回転中心なので、そこに結晶がくるようにセンタリングする。(画面上に結晶が見えないときは、結晶の位置が大きくずれているためなので、肉眼で大体の位置調整をして画面で見えるようにする。)
- センタリングが終わったら、 ϕ 軸の固定ねじを締める。
- 防 X 線カバーを閉める。(閉まると警告音が消えて安全装置が作動する。特に中央の 1 枚は慎重に動かすこと。**勢いよく動かして規定位置を行き過ぎると、X 線が落ちるので注意**。)
- 結晶観察用 CCD カメラの画面を閉じる。
- Mount your crystal and then click OK の **OK** ボタンを押す。

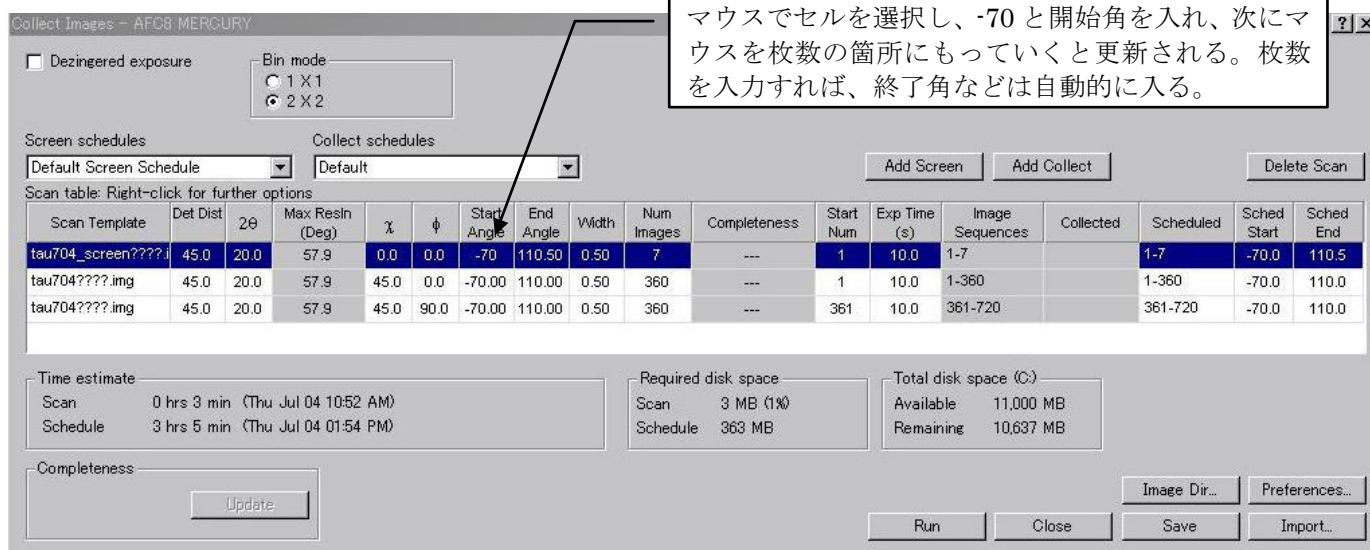


- ϕ 軸固定の確認画面が出るので **OK** ボタンを押す。

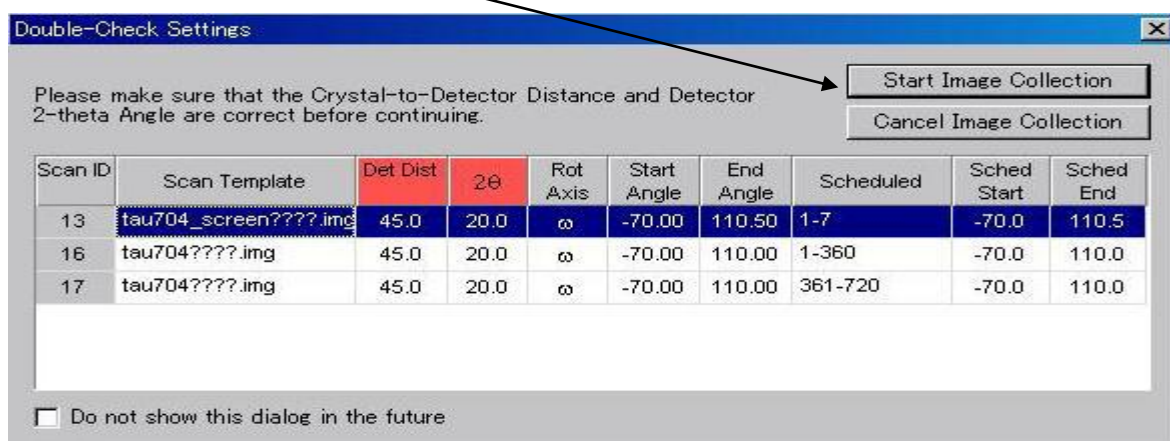


II-4 Collect Images

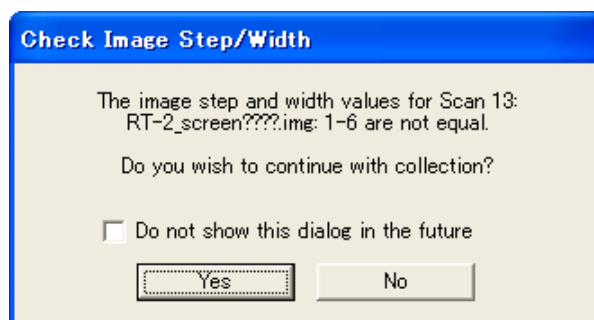
- Flow Bar の **Collect Images** を押すと下のようなメニューが表示される。



- 標準的な条件は上の図のとおり。
 カメラ距離 = 45mm, $2\theta = 20^\circ$,
 Dezingered exposure ; チェックなし (同じ条件で2枚撮影して比較し, 宇宙線やガラスによるノイズを除去する。露出時間が20秒以上のときにチェック)
 Binning Mode ; 2×2 (2×2ピクセルのデータを合計。1枚のデータが524kB)
 Screen Image Scan ; 7枚 (格子定数などを求めるために30°おきに撮影)
 開始角度=-70°, 終了角度=110.5° ,
 振動角=0.5° (ステップ幅は30°)
 Collect Image Scan ; $\chi = 45^\circ$, $\phi = 0^\circ$ と $\chi = 45^\circ$, $\phi = 90^\circ$ で各360枚
 開始角度=-70°=-90°+2θ, 終了角度=110°=90°+2θ,
 振動角=0.5° (=ステップ幅)
- Run** を押すと Double-Check Settings 画面が表示されるので,
- Start Image Collection** を押す。





- Screen Image Scan でステップ幅とスキャン幅が違うという警告が右図のように出る。これは、無視してよいので、**Yes**を押す。
【例では、ステップ幅=0.5°，スキャン幅=30°で値が異なる。】



- 下のように「ビームストoppaが CCD にぶつからないか」という警告が出る。確認をして、**OK**を押すと、測定が始まる。



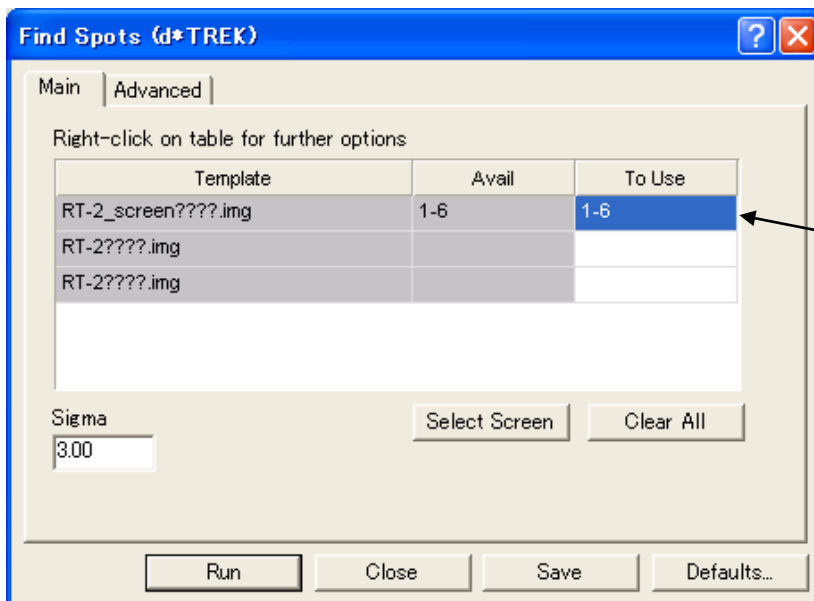
- 画面の  アイコンをクリックしてあると撮影されたイメージが次々に表示される。反射強度が飽和していないか、反射が重なりすぎていないかなどに注意する。
- 測定を中断するときは、Flow Bar の **Collect Images** の横の  を押す。再開するには、**Collect Images** をもう一度押す。メニュー画面の **Collected** 欄は測定済みのイメージの番号に、**Scheduled** 欄はこれから測定するイメージの番号になっている。続きを測定するときは、そのまま **Run** を押す。やり直す時は、**Scheduled** 欄に測定したい番号の範囲を指定して **Run** を押す。「既存のファイルに上書きしてしまう」という警告が出るが、**OK** を押すと測定が始まる。

II-5 Assign Unit Cell

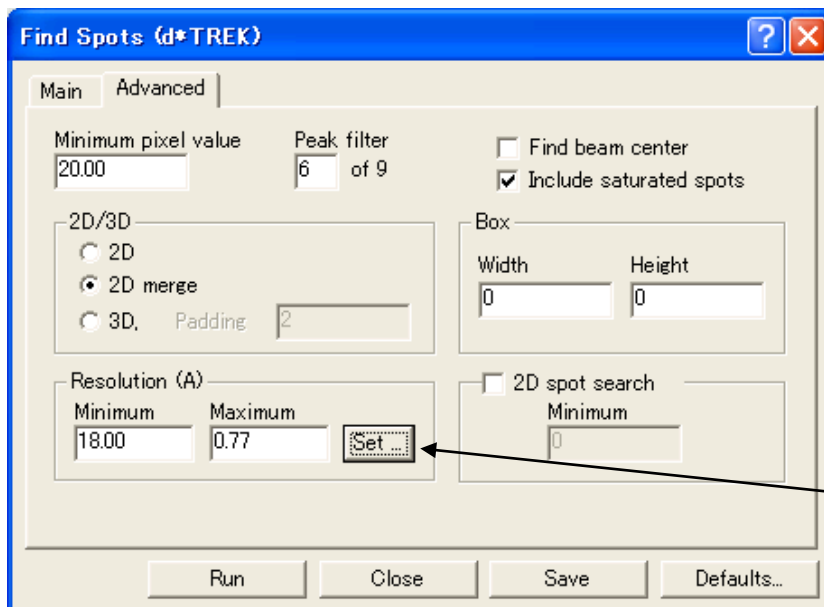
- Screen Image Scan の測定（ふつうは7枚）が終わると、Collect Image Scan（本測定）をしながら格子定数を決めることができる。
- Flow bar の Assign Unit Cell をクリックしてサブメニューを表示する。
- サブメニューの処理では、それぞれのログファイルが表示される。必要がなくなれば、閉じること。

II-5-1 Find Spots

- Find Spots をクリックすると、次のようなメニューが表示される。

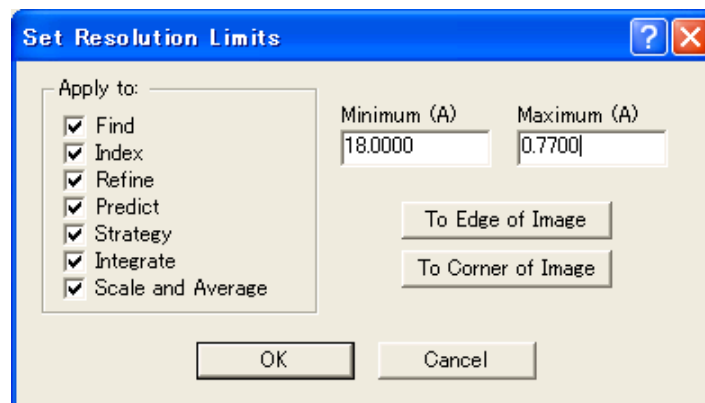


Screen Image
を指定



押す

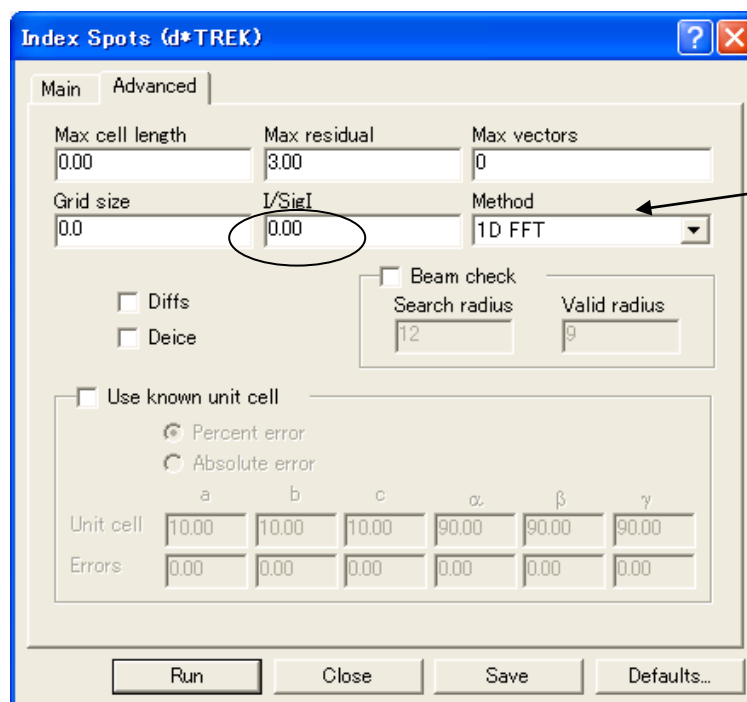
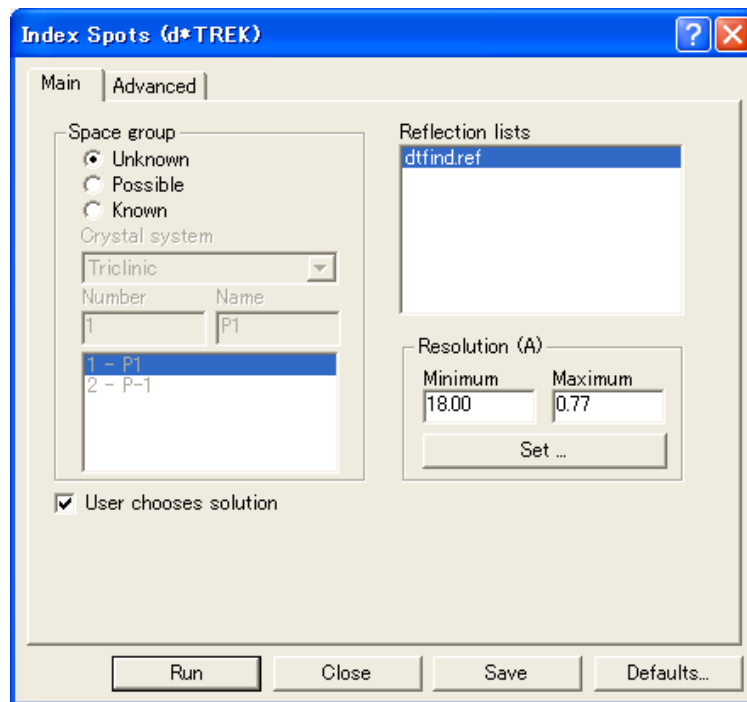
- ほとんど既定値でよいが、Resolutionだけは、Advanced TabのResolutionのSet...を押して設定する。オングストローム単位では、Minimumの方が大きい値になることに注意。2θ max=55°ではMaximumは0.77 Åに設定。



- **Run** を押すと処理が始まり、ログ(dtfind.log)が表示される。内容を読んでから、ログウィンドウを閉じる。(ログについては、以下同様)

II-5-2 Index Spots

- **Find Spots** で見つけた反射のデータをもとに指数付けをし、格子定数と結晶方位を決定する。条件は、下図が標準。



- **Run** を押すと次のような結果が表示される。Least Sq の値が 1 より小さいものの中で対称性が最も高いものを選んで **OK** を押す。ログウィンドウも閉じる。

Index Results

Choose a solution:

Soln	Least Sq	Spacegrp	Bravais	Lattice	a	b	c	Volume	α	β	γ
11	0.22	16	orthorh	P	9.73	13.39	16.89	2202	90.00	90.00	90.00
13	0.12	3	monocli	P	9.73	16.89	13.39	2202	90.00	90.15	90.00
14	0.00	1	triclin	P	9.73	13.39	16.89	2202	90.01	90.07	90.15

Orientations

ID	Residual	Rot1	Rot2	Rot3
1	0.0	148.2	11.6	-24.3
2	0.0	-148.2	-11.6	155.7
3	0.0	-31.8	11.6	-24.3
4	0.0	31.8	-11.6	155.7

OK Cancel

II-5-3 Refine Cell

次の①, ②・・・の順に選択・確認をする。

⑤ チェックがないことを確認

Refine Cell (d*TREK)

Main | Advanced

Crystal

- All crystal
- All cell
- All lengths
- All angles
- All rotations
- Goniometer orientation

Start Last Δ Result σ Δ / σ

Detector

- All detector
- All translations
- All rotations
- XShift
- YShift
- Distance
- RotAbout Beam
- 2Theta
- RotY

Start Last Δ Result σ Δ / σ

Source

- Wavelength
- Rot1
- Rot2
- All rotations

Start Last Δ Result σ Δ / σ

Statistics

RMS residuals: mm degrees

Reflections: Total Accepted Rejected Excluded

Control

Resolution (A): Min 18.0000 Max 0.7700 Set ...

I / σ Φ 5.0000 Cycles 100

Rejection limits: X (mm) Y (mm) Rot (deg)

1.0000 1.0000 2.0000

Macro: Single Step Refine

Refine on: Reflection list

Reflection list: dtfind.ref

Test mosaicity (when refining on images only)

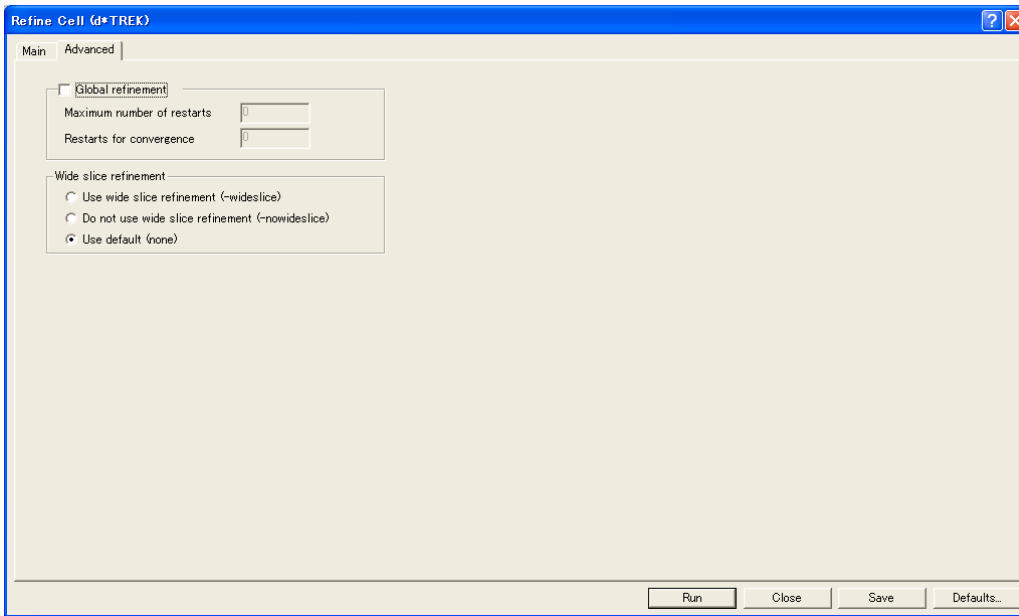
Refine Macro Editor...

Run Close Save Defaults...

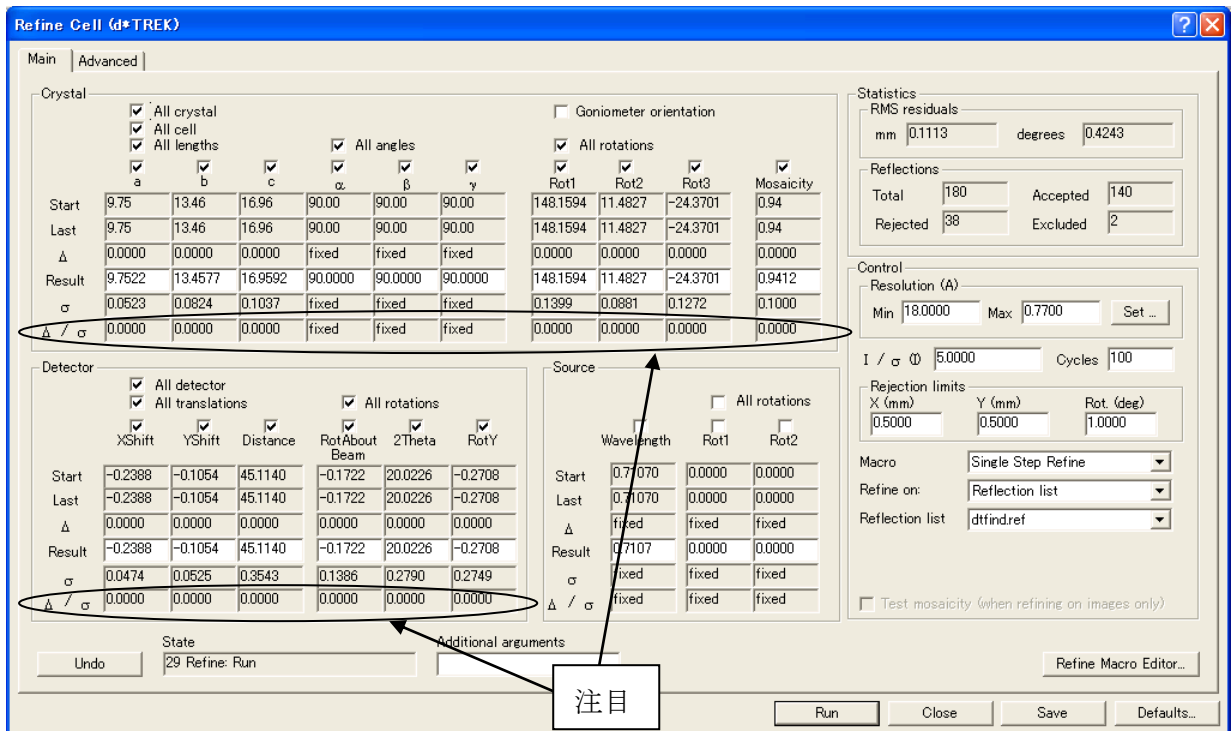
④ X=0.5, Y=0.5, Rot=1.0 にする。(マニュアルの 1, 1, 2 だと収束しない?)

① Macro ; Single Step Refine にする。
 ② Refine on ; Reflection list にする。
 ③ Reflection list ;自動的に dtfind.ref になる。

- Advanced Tab は既定値でよい。






- **Run** を押すと次のような結果が表示される。Δ / σ が十分小さくなるまで計算を繰り返し、収束したら（通常は 3,4 回でゼロになるだろう）**Close** を押す。

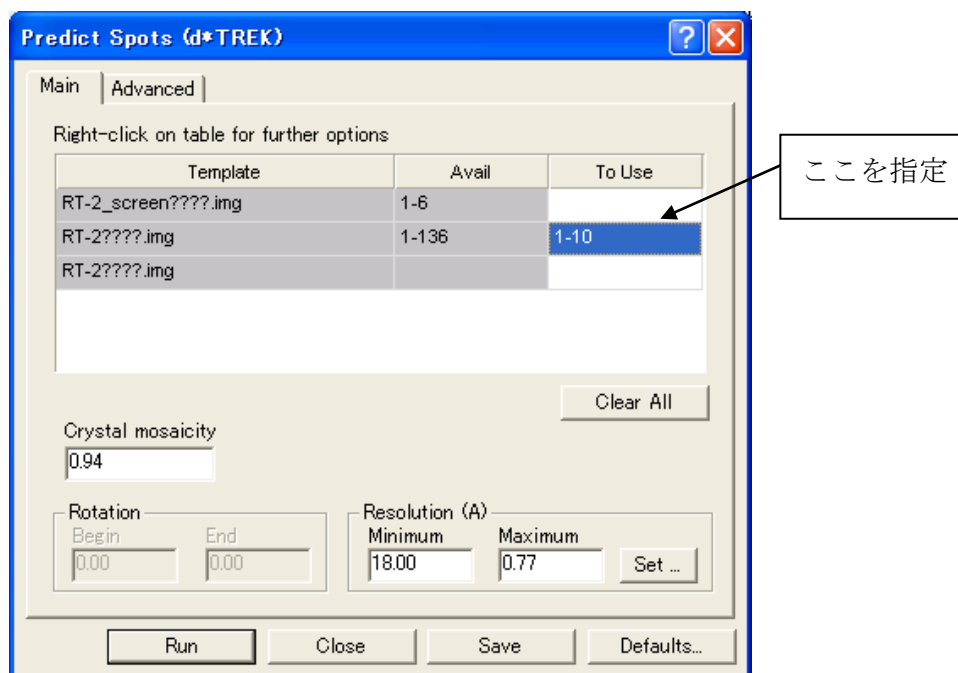


注：この段階では、720 枚の写真からブラッグ点を選んで強度を計算する（積分値と BG を出す）ための大まかな UB が決まればよい。したがって、正しい空間群のセルである必要もない。後で 720 枚のデータを元に対称性や空間群が精査されるので。

ブラッグ点が割れていたりすると収束しない。次の PredictSpots で計算した○のなかにブラッグ点が来なければ、IndexSpots からやり直す。あるいはサンプルを交換する。






II-5-4 Predict Spots

- 連続する 10 枚程度を指定して、観測した反射の位置と Refine Cell で求められたパラメータから計算した反射の位置がどの程度合っているかをチェックする。移動は  と 。
- **Run** を押す前に  アイコンを押されてないと、起動しない。
- 長周期が予想される場合は、角度の大きく異なった別の範囲もチェックすること。



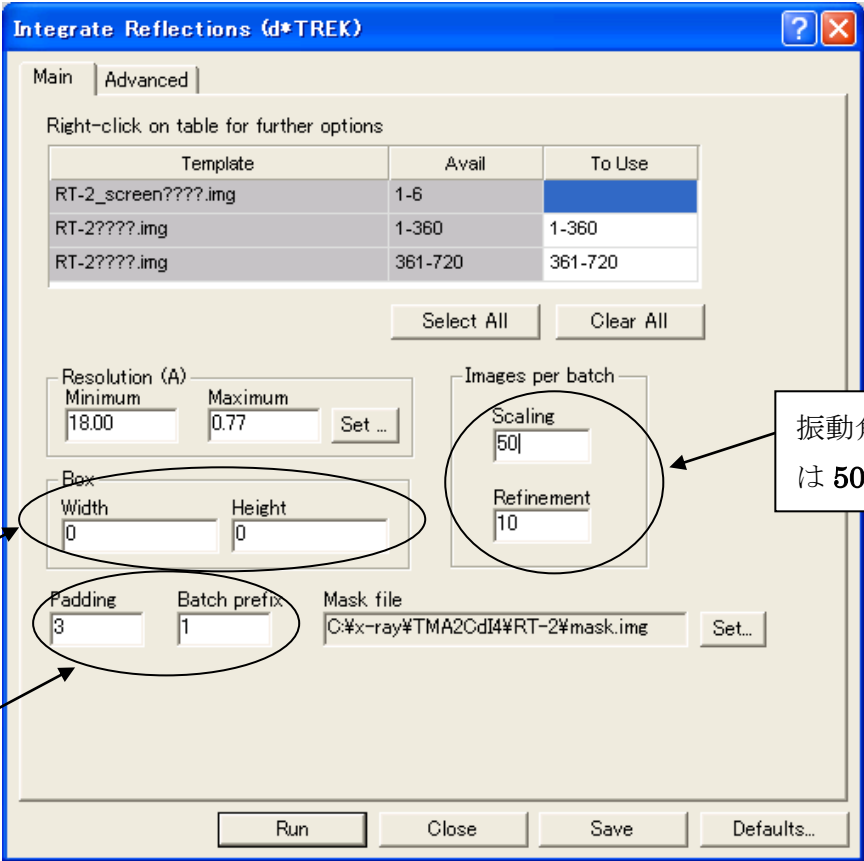
II-6 Integrate Reflections

II-6-1 Mask File (ビームストップの影をマスクするためのファイル) の作成

- Collect Scan で測定した任意のイメージを表示させる。ビームストップの影がわかりにくいときは、 でコントラストを変えたり、 (強度の平方根をとって表示) を使うと良い。
- Image Viewer の  アイコンをクリックし、ダイレクト付近のビームストップの影 (円形) をマスクする円を指定する。マウスのクリックで中心を指定し、そのままドラッグして円の半径を指定する。
- Image Viewer の  アイコンをクリックし、ビームストップの支持部分の四角を指定する。
- Image Viewer の  アイコンをクリックし、マスクファイルを保存する。

II-6-2 Integrate Reflections (Collect Images が終わってから実行すること)

- Flow bar の Integrate Reflections をクリックする。
- 次の画面が表示されるので、条件を設定する。



Integrate Reflections (d*TREK)

Main | Advanced

Right-click on table for further options

Template	Avail	To Use
RT-2_screen????.img	1-6	
RT-2?????.img	1-360	1-360
RT-2?????.img	361-720	361-720

Select All | Clear All

Resolution (Å)
Minimum: 18.00 | Maximum: 0.77 | Set ...

Box
Width: 0 | Height: 0

Padding: 3 | Batch prefix: 1

Mask file: C:\%x-ray\TMA2CdI4\RT-2\mask.img | Set...

Images per batch
Scaling: 50 | Refinement: 10

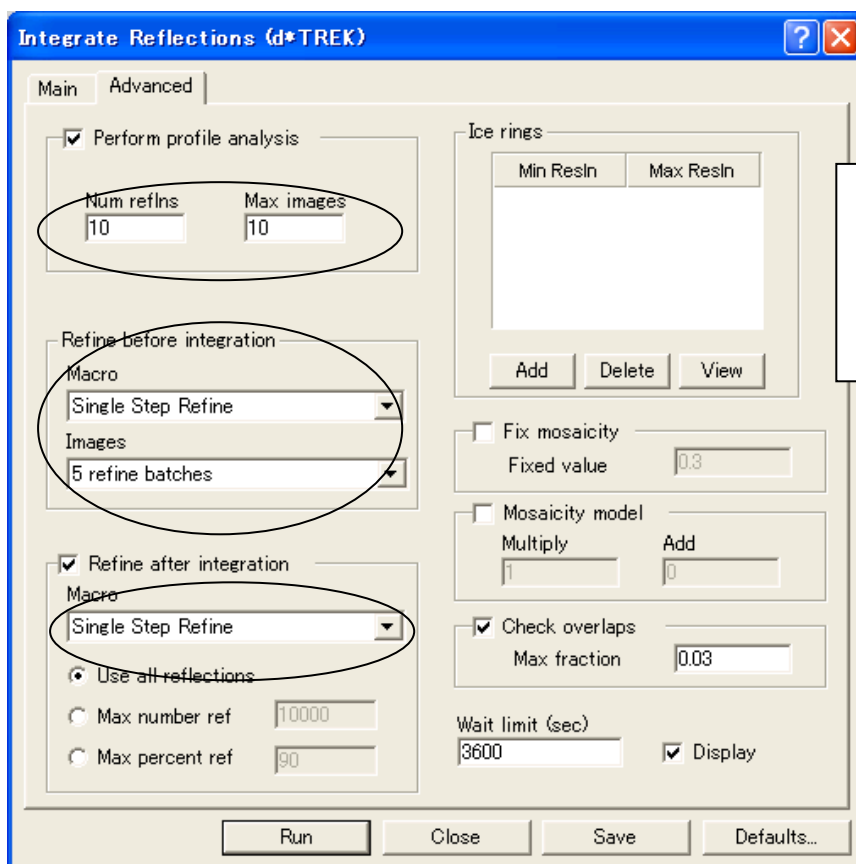
Run | Close | Save | Defaults...

0と0

3と1

振動角 0.5° の時は 50 と 10

Scaling は 25° , Refinement は 5° に相当する枚数を指定する。



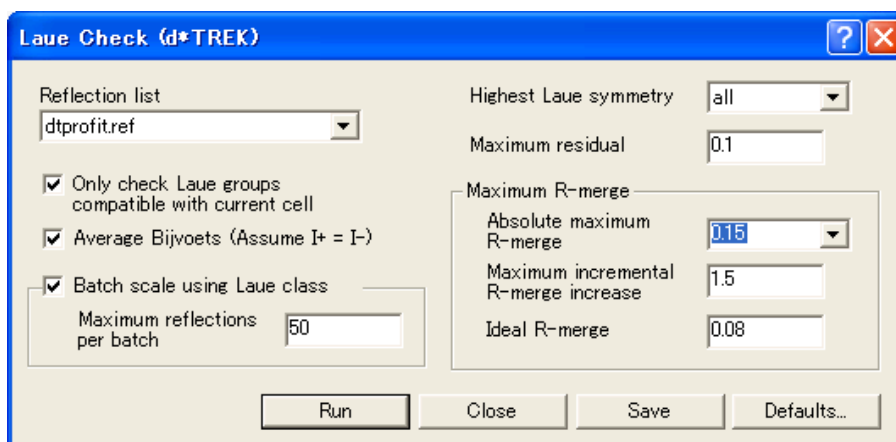
日本語マニュアルと画面が違うことに注意。

- 積分の結果は dtintegrate.ref というファイルに書き込まれる。

II-7 Analyze Data

II-7-1 Laue

- 積分が終わると自動的にラウエ対称のチェック画面が出る。
- この画面もマニュアルと違っている。パラメータは既定値のままでよい。



- **Run** を押すと次のような結果が表示される。

Laue Results

Highlight row to select Laue class:

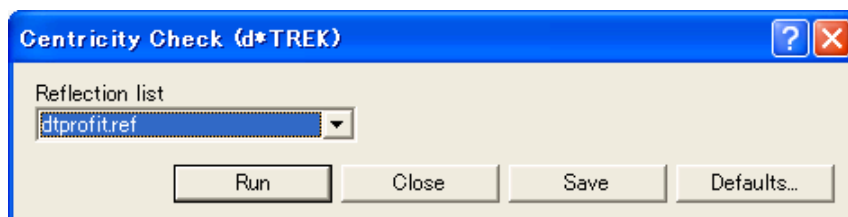
Laue Class	Unique Axis	Groups	Calc Mult	Observed Mult	Rmerge	Pass?
-1	-	2934	1.00	2.05	0.02	[PASS]
2/m	a	4394	2.00	2.60	0.02	[PASS]
2/m	b	4202	2.00	2.36	0.02	[PASS]
2/m	c	4274	2.00	2.66	0.02	[PASS]
mmm	-	3810	4.00	3.32	0.03	[PASS]

OK Cancel

- 適当な Laue Class を選んで **OK** を押す。

II-7-2 Centricity

- 次に中心対称性のチェック画面が立ち上がる。既定値のまま **Run** を押す。



- Wilson プロットと同等な次のような結果が表示される。妥当な方（理論値と実測値の一致が良い方）が緑色になっている。Centric と acentric のどちらかを選択して、OK を押す。（詳しくは、桜井敏雄「X線結晶解析 p.244-248」などを参照のこと）

Centricity Results

$N(Z)$ test: fraction of intensities less than $Z \times \langle I \rangle$

Highlight row to select centricity:

Z	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
centric	0.248	0.345	0.419	0.479	0.520	0.561	0.597	0.629	0.657	0.683
acentric	0.095	0.181	0.259	0.330	0.394	0.451	0.503	0.551	0.593	0.632
deviation	-0.153	-0.164	-0.160	-0.149	-0.126	-0.110	-0.094	-0.078	-0.064	-0.051
theoretical average deviation ==> -0.115										
measured	0.548	0.654	0.711	0.744	0.769	0.789	0.803	0.818	0.831	0.840
deviation	-0.300	-0.309	-0.292	-0.265	-0.249	-0.228	-0.206	-0.189	-0.174	-0.157
measured average deviation ==> -0.2370										

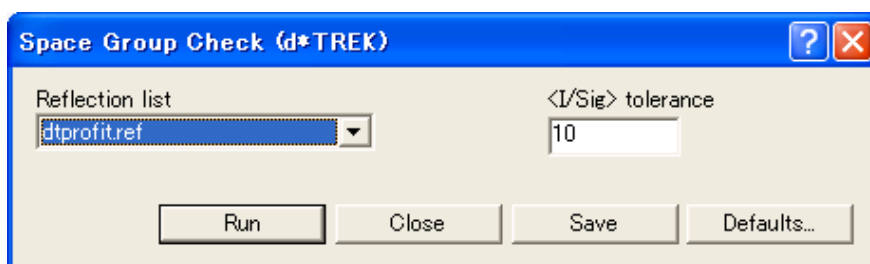
OK Cancel

簡単な説明； 上の表で $Z=0.1$ の列を例にとると、平均強度 $\langle I \rangle$ の 0.1 倍の強度を持

つ反射の割合が、理論的には中心対称有りで 0.248, 無しで 0.095, その差が-0.153 であるのに対し, 実験値は 0.548 で, 選択されている centric の 0.248 との差が-0.300 になっていることを示している。理論的には, 中心対称性がある構造では, 弱い反射と強い反射が比較的多く, 逆に, 中心対称性がない構造では中間的な強度の反射が多くなる。上の例では, centric の理論値よりも, さらに弱い反射の割合が多くなっているため, centric と判断している。($Z = I / \langle I \rangle$)

II-7-3 Space Group

- 最後に空間群の判定が行われる。



- 既定値のまま **Run** を押す。

Space groups found

Highlight row to select space group:

Number	Name	Presentation	Centricity	Frequency
62	Pnma	Pmnb	Centric	0.52
33	Pna21	P21nb	Acentric	0.48

Systematic absences

	hk1	0k1	h01	hk0	h00	0k0	001
	<I/Sig>	<I/Sig>	<I/Sig>	<I/Sig>	<I/Sig>	<I/Sig>	<I/Sig>
h!=2n	34.86		64.32	41.16	8.01		
h=2n	44.25		53.17	72.32	269.06		
k!=2n	40.42	65.84		5.09		1.95	
k=2n	38.67	63.22		107.74		236.07	
l!=2n	41.84	63.62	65.20				1.54
l=2n	37.26	65.46	52.40				78.88
k+1!=2n	39.44	70.84					
k+1=2n	39.66	58.15					

Absences table

!= means 'not equal'

Select absences
 All absences
 All
 <I/Sig> only

View observed reflections by clicking on table cell.

- 消滅則が緑でマークされている。上の例でもわかるように, Name の下に表示されているのは, 標準的な空間群の名前で, Presentation の下にあるのが, 実際の軸の取り方に対応した空間群の名前。最終的な CrystalClear.cif ファイルに書き込まれるのは標準的な方 (International Table で許容されている名前で、, P21/c だけでなく P21/n も OK) なので, 無理やり軸を変換していると, 解析で失敗することもある。念のため, 消滅則チェックは自分で確認のこと。

II-8 Numerical Absorption Correction

- 球形試料の場合は、この処理を飛ばして **Scale and Average** に移ること。
 - Empirical な補正についてはマニュアルを参照のこと。
- Flow Bar の **Num Abs. Cor.** を押すと次ページの画面が出る。

Numerical Absorption Correction

Formula:

Empirical formula:

Unit cell volume: Observed: Expected (based on Z):

Z value: Suggested: Actual:

Absorption: μ

Density: Observed (g/cm³):

Reflection file:

Grids:

- **RAXShape** を押すと次の画面が立ち上がり、試料観察用 CCD の画像が表示される。

Rigaku R-AXIS:Crystal shape measurement

File Measure Setup View Color Help

Project name : shape

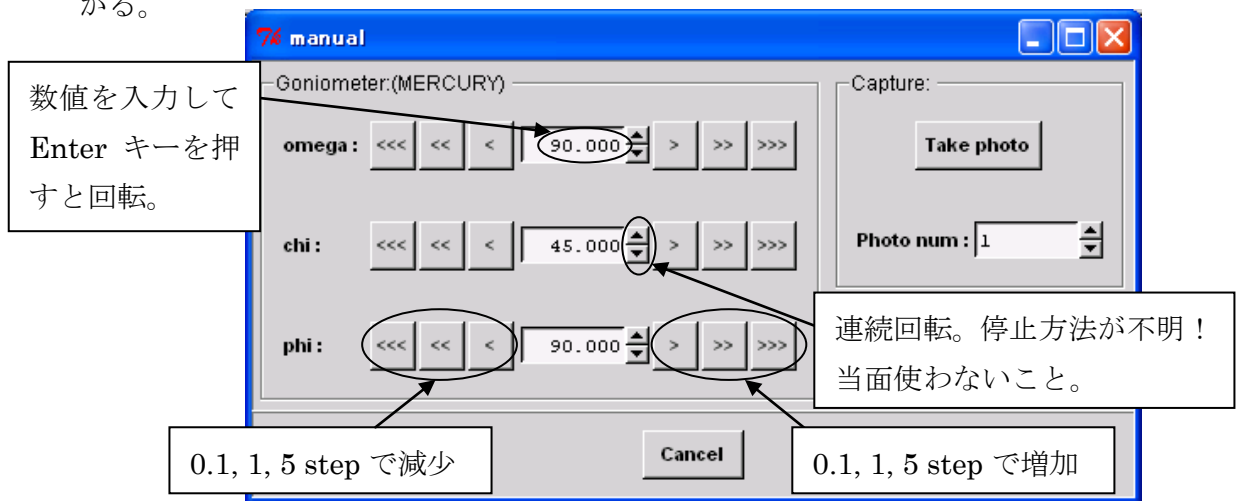
Project directory : C:\x-ray\TMA2CdI4RT_cube

crystal comment : offline mode (MERCURY)

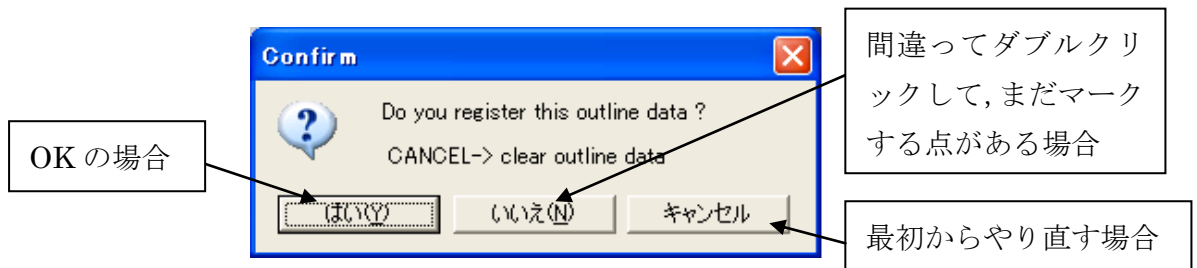
Filename :

Frame list:

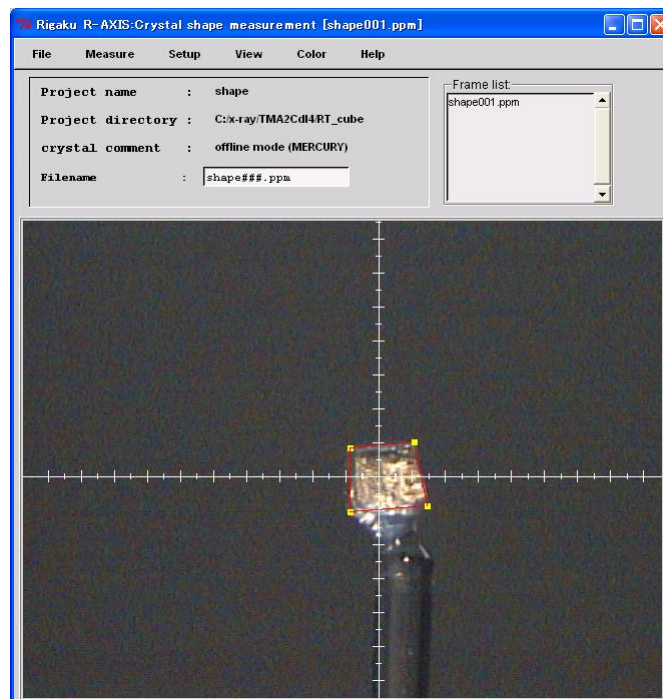
- Measure → Take Photo を選択すると、ゴニオの角度調整の Manual 画面が立ち上がる。



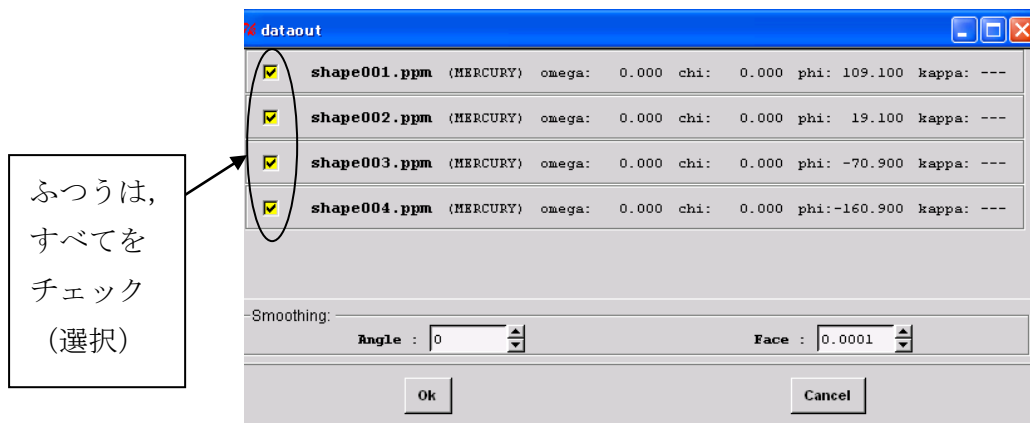
- 結晶のエッジが見える位置に持って行って、**Take photo** を押す。
- CCD イメージ画面上で、結晶外形の頂点を左クリックで順番にマークしていく。最後の頂点をダブルクリックすると外形線が閉じられて次の確認画面が表示される。



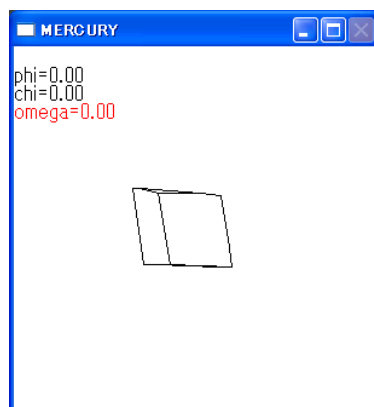
- **はい** を選ぶと、下の画面が表示される。この段階で、黄色のマークをドラッグして編集ができる。ただし、編集したときは、必ず **File → Save** をすること。



- 立方体の場合でも、最低4フレームが必要。複雑な外形の場合はもっと多くなる。十分な枚数のトレースが終わったら、File→Outputを選択する。

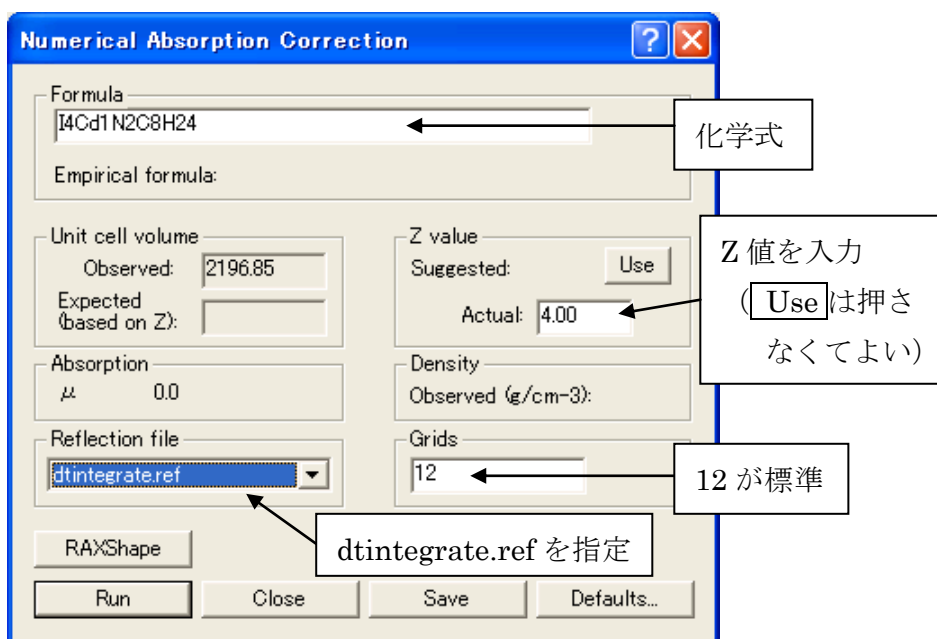


- 外形を計算するためのファイルを選択して（ふつうは、全部にチェック）**OK**を押すと、下図のような3D表示画面が出て、結果が shape.dat に出力される。



外形図が得られなかったら、追加の写真を撮ったり、怪しい写真はチェックをはずして計算する。

- RAXShape 関係のウィンドウを閉じる。
- Numerical Absorption Correction のウィンドウに必要なデータを入力する。



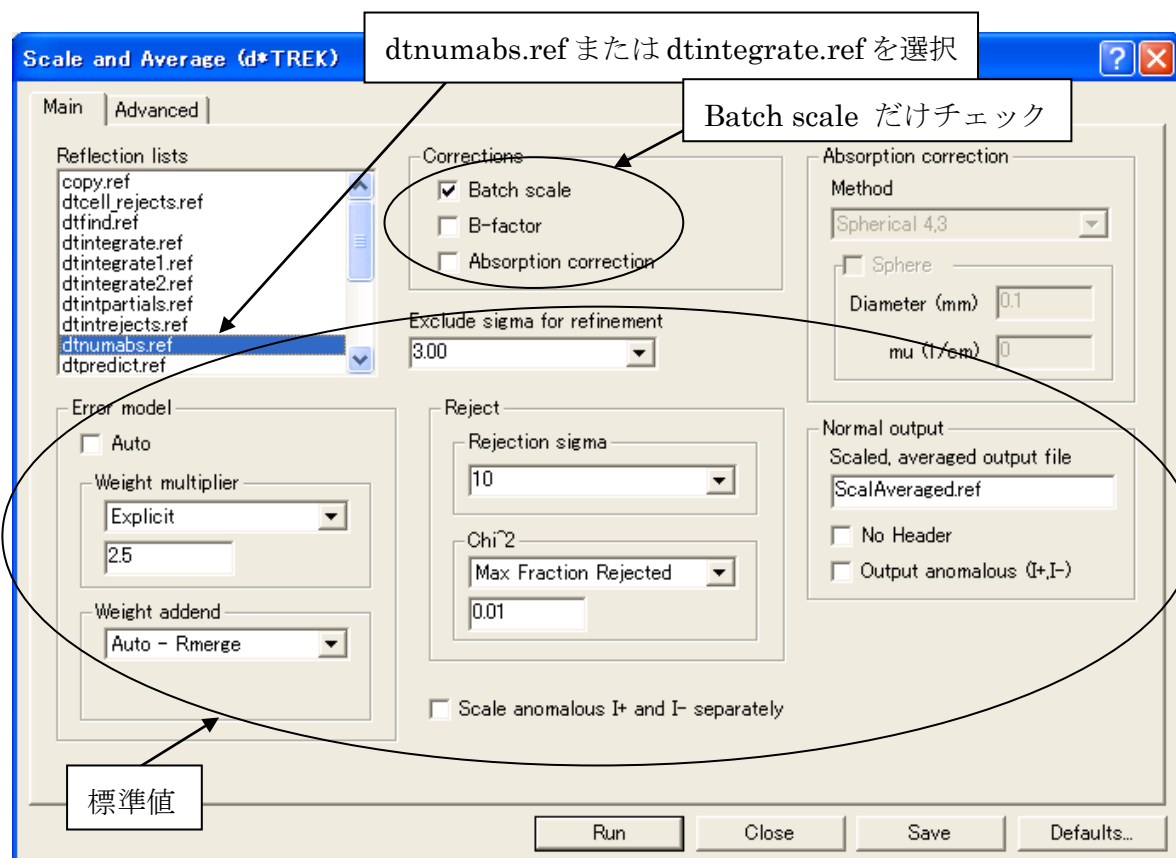
- **Run** を押すと dtnumabs.ref が作成される。

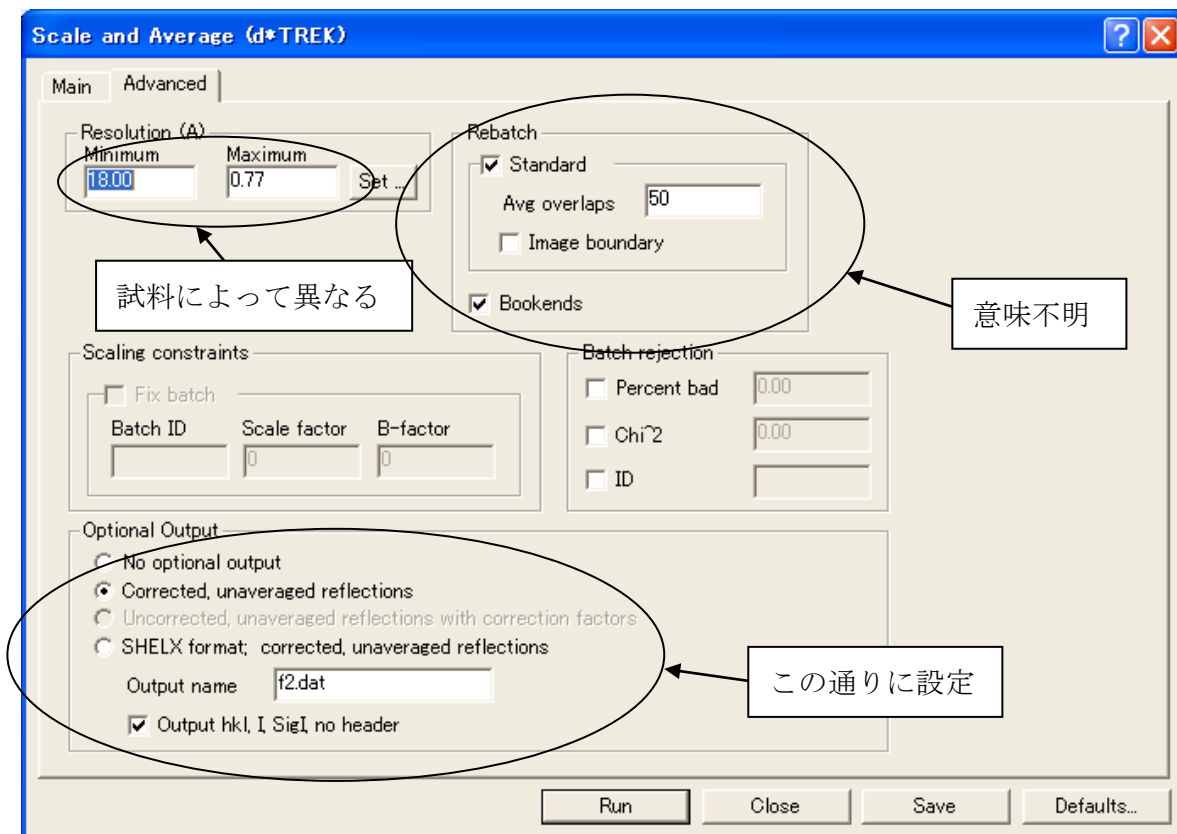
II-9 Scale and Average

- Numerical な吸収補正をした場合と吸収補正をしていない球形試料では, Reflection lists の指定が違うことに注意 (それ以外は同じ)。

{ Numerical な吸収補正をした場合 ; dtnumabs.ref
 { 吸収補正をしていない球形試料 ; dtintegrate.ref

注意 数値吸収補正をしたはずなのに、Reflection lists に dtnumabs.ref がない場合、吸収補正のログファイルを見る。多くの場合、time stamp の新しいところにある hkelist.new という名前のファイルを****_new と改名し、再度 Numerical Absorption Correction に戻って、パラメータ等を確認して再度実行する。





- 以上のように設定して **Run** を押す。計算が終了したら、データ処理は終了。
【ここで Crystal Clear を終了しないように。終了手続きは、次項を参照のこと。】

III. 試料の取り外し, Crystal Clear の終了, X 線発生装置の停止など

- Flow Bar の **Initialize** を押して、ゴニオを初期化する。(測定終了時は、最後の撮影が終わったところでそのまま停止している。)
- X 線発生装置の操作パネル上の DOOR スイッチを押して安全装置を解除してから、防 X 線カバーを開けてゴニオヘッドを取り出し、試料をはずす。
- Crystal Clear の File → Exit で Crystal Clear を終了する。
- IV を実行しないときは、V の PC シャットダウンを行う。
- CCD コントローラを OFF にしてから、CCD コントローラ用電源を OFF にする。
《CCD 保護のために必ず OFF にすること》 (ON と逆順番)
- 防 X 線カバーを閉め、mA-**DOWN** スイッチで管電流を 10mA に下げ、次に kV-**DOWN** スイッチで管電圧を 20kV に下げる。【管電流を先に下げることに注意】
- X-RAY-**OFF** スイッチを押して、X 線を切る。
- そのあと、20 分待ってから POWER-**OFF** スイッチを押す。(送水装置が停止)

IV. Crystal Structure による結晶構造解析の注意点

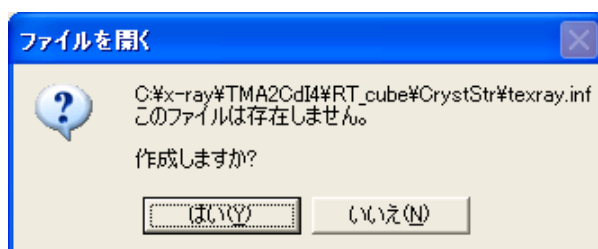
- 画面上の Crystal Structure アイコンをダブルクリックし、ログイン名とパスワードを入力して、Crystal Structure を起動する。
- 解析用のフォルダを適当な場所に作成する。Crystal Clear のデータ処理結果のファイルの中で、次の2つをコピーする。

基本データ ; CrystalClear.cif

反射データ ; ふつうは f2.dat (吸収補正の係数を含まないデータ)。

(Empirical な吸収補正をした場合は f2plus.dat を指定。これには、吸収補正の係数が書き込まれている)

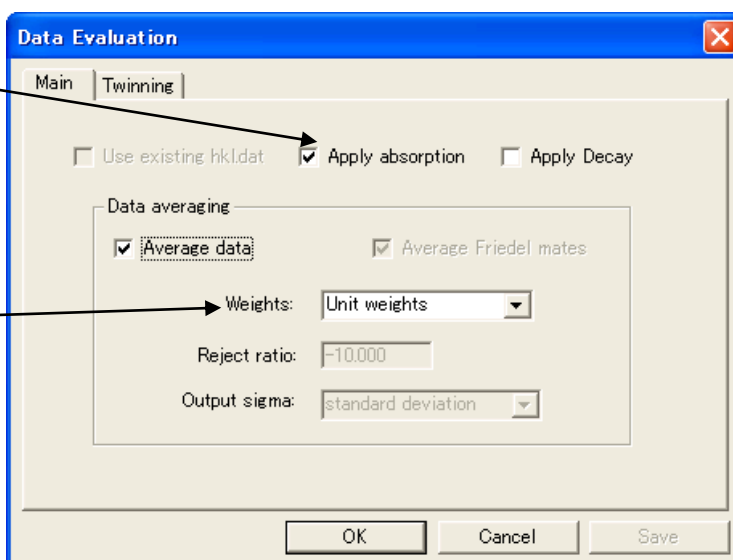
- File → Open Project をクリックする。ファイル選択画面で、上で作った解析用フォルダを開き、開く ボタンを押す。下のように texray.inf ファイルを作ってよいか聞いてくるので、Yes を押す。



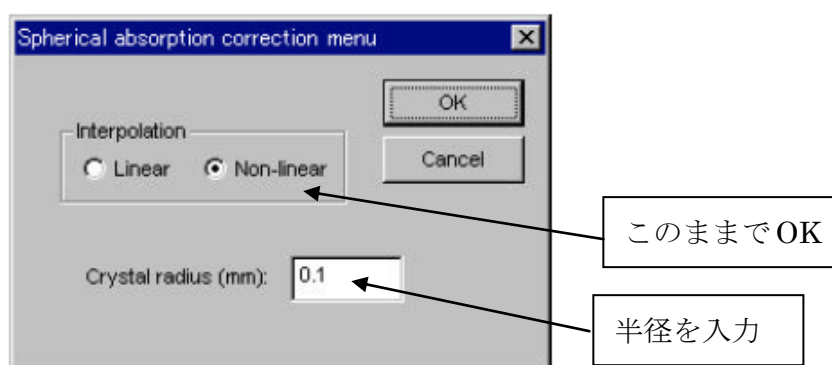
- File → Import をクリックして、ファイル選択画面で CrystalClear.cif を指定し、基本データを読み込む。
- Parameters → Summary をクリックして基本データを表示する。変更が必要な場合は、Parameters プルダウンから適当なメニューを開いて入力する。
- 画面左のフローチャートの Evaluate Data をクリックする。

反射データに吸収補正係数が書き込まれていないと無意味。ここで補正係数を求めるわけではない！

Weight はどれを選ぶのが良いのか、今のところ不明。HKL → Reflection conditions で、あとからでも変更可能らしい。



- 反射データに応じて次のようにする。
 - (1) **Empirical (経験的) な吸収補正**をした f2plus.dat (吸収補正の係数が書き込まれたデータ) の場合は、Apply absorption と Average data にチェックをする。2種類のデータ Crystals.hkl (吸収補正と平均化がされた反射データ) と hkl.dat (f2plus.dat と同様のデータで、全データに吸収補正の係数が書き込まれている) が作られる。
 - (2) **Numerical (数値積分) による吸収補正**をした f2.dat の場合は、吸収補正をしたデータになっているので、Apply absorption はチェックせず、Average data をチェックをして、平均化だけをする。
 - (3) 吸収補正をしていない球形試料の場合は、どのボックスもチェックしないで **OK** を押して反射データを読み込む。次に HKL → Absorption correction → Spherical で吸収補正をする。半径を指定して **OK** を押すと、吸収補正された



Crystals.hkl と吸収補正の係数が書き込まれた hkl.dat ができる。再度、フローチャートの **Evaluate Data** をクリックすると、今度は、Use existing hkl.dat が自動的にチェックされている。Apply absorption と Average data もチェックされていることを確認して **OK** を押す。これで、Crystals.hkl は平均化された独立反射データになる。

- ここからあとは、Crystal Structure のマニュアル参照。
- **空間群に注意**。CIF ファイルには標準的な軸の取り方の記号が書かれているが、Crystal Clear で求められた軸は取り方が違うことがある。必要ならば HKL → Unit cell transformation で軸を変換する。【空間群と対称操作を標準以外に変える方法は、今のところ不明】

V. PC のシャットダウン

- CCD Controller (上段の PC) は、すべてのアプリケーションを終了し、ふつうの Windows パソコンと同様にしてシャットダウンする。
- Frame Grabber (下段の PC) は、モニタ切り替え器を No.2 (右) に切り替え、Rigaku MSC Daemon の窓右上の **X** を押す。警告メッセージが出るが、今すぐ終了の方を選択。そのあと、Windows パソコンのシャットダウン操作をする。