

CCD 型 X 線单結晶構造解析装置

Varimax-Saturn724HG

使用マニュアル

中央大学理工学部応用化学科 5117 号室

管理：檜山研 南安規

山下研 山下誠・鈴木克規

石井研 小玉晋太朗

マニュアル作成 鈴木克規・山下誠

(Thanks to Dr. Okitsu@U-Tokyo)

目次

1.	CrystalClear-SM 1.4.0 の起動	2
2.	CrystalClear-SM 1.4.0 による測定	2
2-1.	データフォルダの設定	3
2-2.	結晶情報の入力	4
2-3.	結晶マウント	5
2-4.	回折イメージ測定	6
2-5.	セル決め	7
3.	CrystalClear-SM 1.4.0 によるデータ処理	10
3-1.	積分強度の計算	10
3-2.	ラウエチェック	11
3-3.	外形補正	11
3-4.	Scale and Absorption	11
3-5.	Final Refine Cell	11
3-6.	cif の書き出し	11

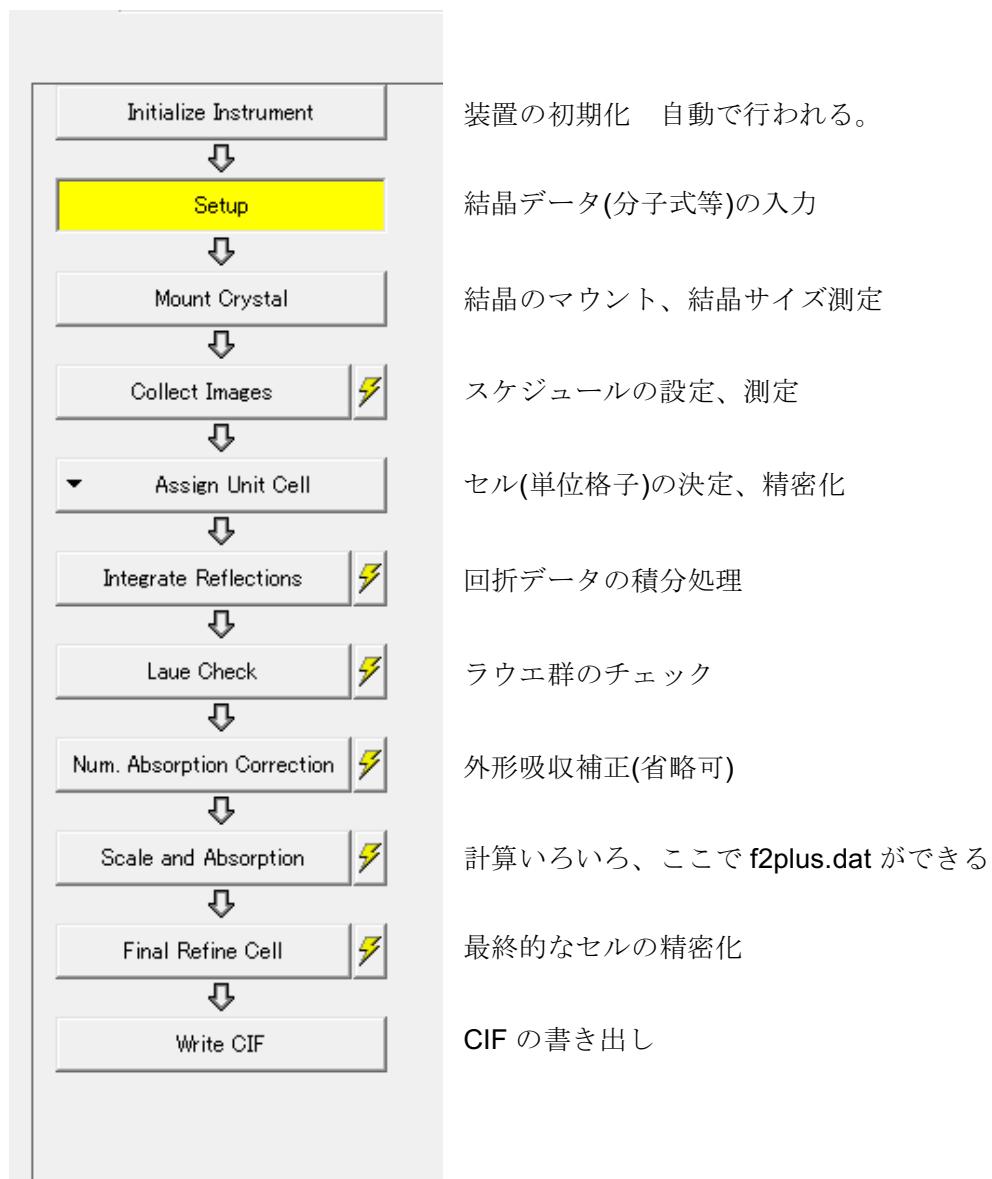
CrystalClear-SM 1.4.0 による測定

1. CrystalClear-SM 1.4.0 の起動

デスクトップの CrystalClear1.4 のアイコンをダブルクリックして、Login Name rigaku、password 無しでログイン。

2. CrystalClear-SM 1.4.0 による測定

CrystalClear ウィンドウの左に表示されるフローチャートを上から順に実行していく。途中で戻りたくなったらその場所をクリックすれば戻れる。測定は Collect Images まで。ここでは結晶マウントにも関わるセルの決定、精密化までを測定とした。



2-1. データフォルダの設定(図 1)

図 1 の画面が立ち上がったら、Project 名と Sample 名でデータフォルダを指定する。Project 名は研究室(Hiyama, Yamashita 等)。Sample 名をつけて(実験番号等)、データフォルダを指定する。Sample 名を決めるときは New Sample のチェックボックスにチェックを入れる。Task で測定の仕方や解析のみなのかを選ぶ。通常の測定であれば Collect and Process を選ぶ。Collect and Process を選ぶと勝手に Image Directory が入力される。なお Processing Suite はデフォルトの d*TREK のままで問題ない。

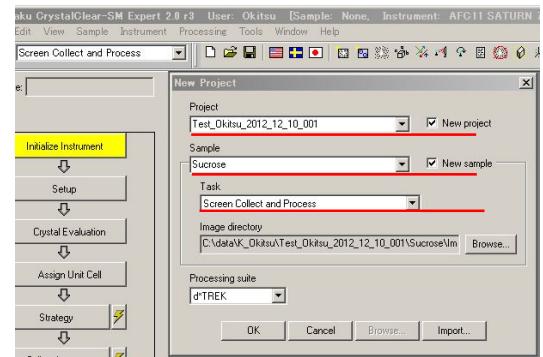


図 1 最初に出てくる画面

補足説明 Taskについて

Collect and Process

測定とデータ処理。通常はこれを使用。

Screen Collect and Process

スクリーンイメージを測定後、それにあわせて短時間の測定を行う。効率的な枚数のみ測定するため時間は短くなるが、重複反射が減るためデータ精度が悪くなる恐れあり。腕に自信がある人むけ。

Collect

回折イメージの測定のみでデータ処理はしない。別なフォルダを作ってデータ処理を行う必要がある。通常は使わない。

Process

データ処理のみ。以前に測定したデータを解析しなおす場合など。この場合は回折イメージのフォルダを指定する必要がある。

CrystalClear を 2 つ立ち上げて Collect を 2 つ以上走らせるとエラーが出るが、一方を Collect で測定、もう一方を Process でデータ処理という使い方は可能。

上記の設定を行ったらウィンドウの下、OK をクリック。装置の通信が始まり、エラーメッセージが出ても気にせず OK をクリック。もう一個のメッセージが出てくるので「はい」をクリック。これで装置の初期化が行われ、ゴニオメータと検出器が動いて初期位置へ移動する。

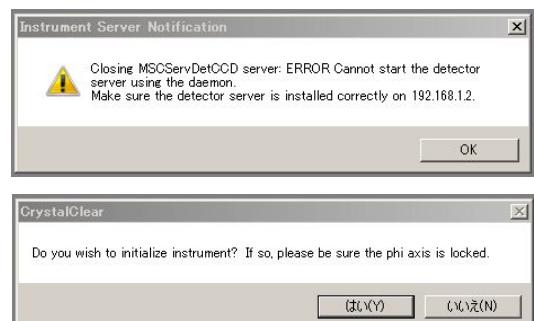


図 2 初期化の時に出てくるメッセージ

2-2. 結晶情報の入力(図 3-5)

初期化が終わると **Setup** の画面が出てくるので、**Main** タブで温度等の条件、**Crystal1** タブで結晶の色・形やサイズ、**Crystal2** タブで分子式を入力する。これらは後からいくらでも書き直せるのでわからないところ、まだ決まってないところは気にしなくて良い。**Setup** ウィンドウの **OK** をクリックすると次の結晶マウントへと進める。分子式はできるだけ入力したほうが良い。分子式を入れるとその下に **Expected Volume**(分子の体積)が計算される。この値が後のセル決めで役に立つので覚えておく。

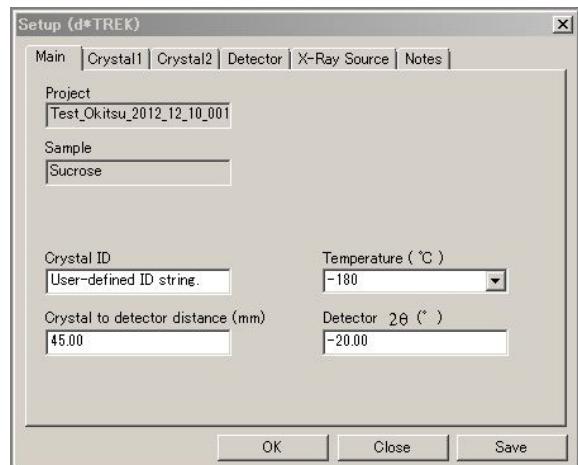


図 3 Setup ウィンドウ Main タブ

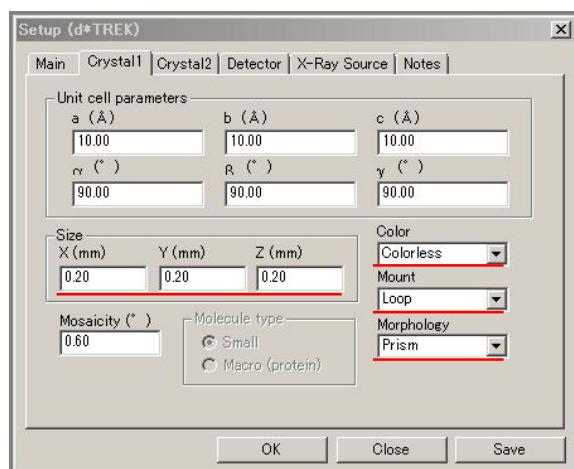


図 4 Setup ウィンドウ Crystal1 タブ

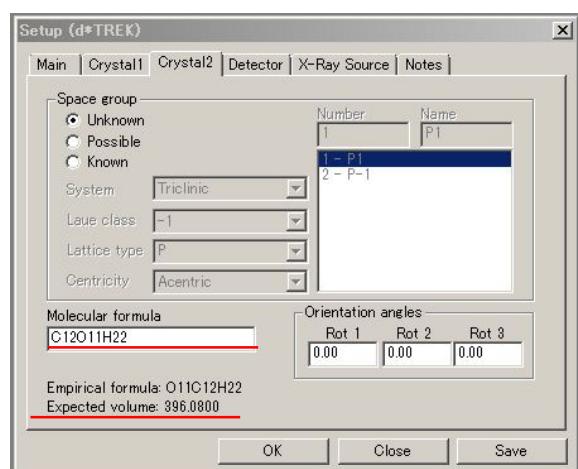


図 5 Setup ウィンドウ Crystal2 タブ

2-3. 結晶マウント(図 6)

Setup 画面を OK で抜けると結晶マウント画面へと進む。カメラ画像ウィンドウとゴニオ回転用ウィンドウが立ち上がる。この際にエラーのウィンドウが出ることがあるが、OK, OK 何回かクリックするとそのうちに止まる。装置正面の Door ボタンを押してからドアを開ける(押さないでドアを開けると線源が緊急停止してフィラメントを痛める、注意)。

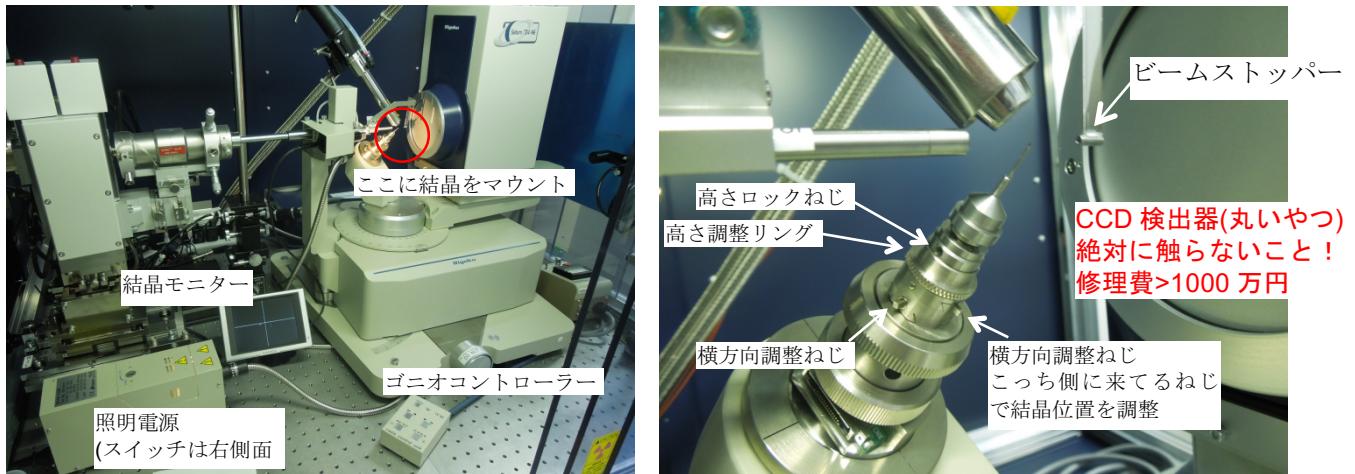


図 6 結晶マウント装置図 左、概観 右、ゴニオヘッド周り拡大

結晶の選び方

空気に寛容な結晶

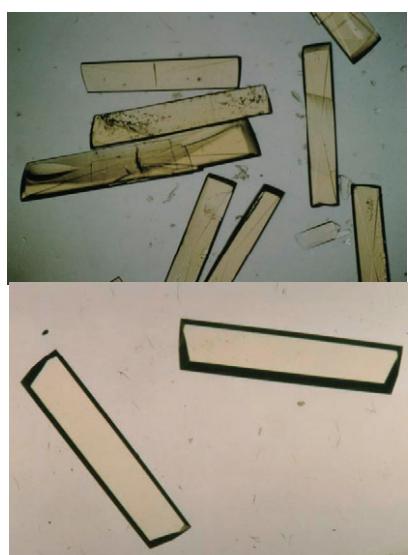
→スライドガラスの上に置いたあと上からミネラルオイル(長鎖脂肪族炭化水素)を 1、 2 滴たらす。

ヘキサンにとても溶けやすい結晶はフッ素系オイル（超高額！）を使う。

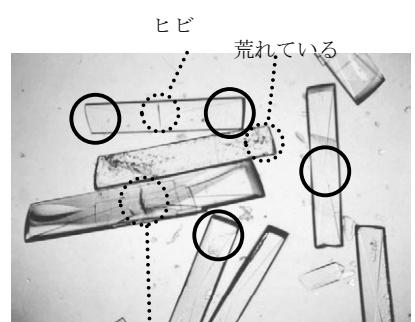
まずは普通のミネラルオイルでやってみて、どうしてもデータが悪ければ使おう。

空気に対応しない結晶

→不活性雰囲気下でミネラルオイルとまぜておき、パストールピペットを使ってスライドガラスの上にミネラルオイルごとあける。オイルが水や空気から守ってくれるので短時間なら大概大丈夫。



だいたい左図のように見える。
右図点線丸で囲ったようなところは避け、実線丸で囲ったようなところを切り出して、一辺 0.2 mm 以下になるようにする。



左図は良い結晶。
透明感があり、偏光板を動かしたときに一様の変化をみせる。
凹みがどこにもなく、どのカドも凸であることが重要。

上記の要領で選んだ良い結晶をマグネットマウントピン先端のループですくい、装置内部のゴニオヘッドにマウントする(ゴニオヘッドは磁石なので、マウントピンが持つて行かれないように注意。また、周

辺部位に手やサンプルが接触しないようにすること)。ライトの電源をつけて明るくしてやるとゴニオの先の拡大画像が PC 画面および装置内においてあるモニターで見える。カメラの画面が見にくい場合は CCD の前面に適当な白い紙を置く。

PC 上の画面(RAXVIDEO ウィンドウ)、装置内部モニター、どちらでも構わないので画面を見ながら結晶のセンタリング(中心あわせ)を行う(図 6 右)。装置内部にあるゴニオコントローラーの右下の $90^{\circ}+$ ボタンを押し、ゴニオメータを ϕ 軸周りに 90° 回転させる(error 赤ランプが点灯して回らない場合は Select を押してもう一度 $90^{\circ}+$ ボタンを押す)。次に高さロックねじ(白色がついていない方、下図参照)を 60 度程度左回転してゆるめた後に、高さ方向について高さ調整リングをまわして合わせ、高さロックねじを締める。次に専用ドライバーで横方向に動かして中心を合わせる。**この際にゴニオ部分以外は絶対に触らないこと。**一方向からあわせて、90

度回転して別な方向から見てあわせて、を繰り返して中心から動かないようにする。PC 上の拡大画像ウィンドウの View の中にある Circle にチェックを入れると、PC 拡大画像に円が描かれるのでこれも目安にすると良い。



図 7 結晶位置調整の様子

センタリングの際に高さロックねじをきちんと締めないと、以降の測定を行う際に高さが調節できなくなる。「高さロックねじを緩める→高さ調節→高さロックねじを締める」という手順を必ず守ること、また、**高さロックねじの左にある穴には絶対触らないように**。これを守っていない人が非常に多いです。

センタリング後、Ruler にチェックを入れると図 7 中央に出ているサイズ測定用の矢印が出るので、これを使って結晶サイズを測定する。CrystalClear ウィンドウの上に並んでいる中に Instrument のタブがあるので、ここで Manual instrument control をクリックするとゴニオのコントロールが手動でできるようになる。 ϕ 軸を回しながら見やすい角度でサイズを測定する(縦×横×奥行きの 3 辺)。この際、結晶をどの向きに回しても結晶が中心から直径 2.0mm の領域に入らない場合は、もう少し小さな結晶を探すか、今の結晶を切断

して乗せ直し、センタリングをもう一度行う。第 6 周期元素が含まれていたらここで結晶の外形入力を行う。

結晶の外形の入力 (外形による吸収補正を行わない場合は省略)

Crystal shape Measurement ウィンドウのメニューから Measure をクリック、出てくる TakePhoto をクリック。すると manual というウィンドウ(ゴニオメータの角度コントロール用)が出る。その後、この manual ウィンドウと RAXVIDEO ウィンドウを同時に見ることができるようにウィンドウ位置調整。phi 軸を 0 度にする。この時点では結晶の大きな面が見えていなければ適宜 phi 軸の数字を変えて enter キーを押し、良い角度に調整する。

manual ウィンドウから Takephoto をクリックする。(その状態での結晶の写真ができる)

RAXVIDEO の画面上で結晶の角をマウスで数回クリックしていく(右クリックで取り消しできる)、最後はダブルクリックで多角形の形を確定し、OKする。

入力した結晶の形が黄色い点と赤い線で書かれるので、修正したければ黄色い部分をドラッグし、File→Save→OK。(修正しなければこの操作は必要ない)

phi を 0,45,90,135 度と回転させて同様に写真を 4 枚撮り、外形を入力する。あるいは 0,30,60,90,120,150 度の 6 枚について上記の操作を行う。Crystal shape Measurement ウィンドウのメニューから File→Output でファイルに外形が出力される。

立体像と 3 次元の立体の各写真への投影を確認し、外形が正しく入力されていることを確認する。Crystal shape measurement window の File→Quit→OK で外形入力終了。

センタリング、サイズ測定が終わったら PC 上の RAXVIDEO ウィンドウを閉じると出てくる Crystal Size のウィンドウ(図 8)に測った結晶サイズを入力。OK を押すと次の画面に進む。

参考動画 リガクの結晶マウント youtube 動画

http://www.youtube.com/watch?v=sqSzo7cWyo&feature=player_embedded

結晶を顕微鏡で選んで装置にマウントするまでの動画がリガクから公開されている。装置が違うのでゴニオの動かし方が異なることなどに注意。例えば動画ではφ軸を手で回しているが、ここでの装置では手回し不可。

2-4. 回折イメージ測定

Crystal Size ウィンドウを OK で抜ける、もしくは CrystalClear ウィンドウの左のタブで Collect Image をクリックすると Collect Initial Image の画面になる。先ほど測定した結晶サイズの 3 辺の積が 0.0005 (第三周期 p ブロック元素以上に重いものを含む場合)または 0.001 (軽元素のみの場合)を超えていれば Exp Time(露光時間)を全て 1.0 に設定、結晶サイズがこれよりも小さい値であれば Exp Time(露光時間)を 4.0 に設定する[もし Exp Time(露光時間)が 4.0 でも不十分な場合は適宜 2^n 秒($n=$ 整数)に設定する。慣れてくればその都度自分のサンプルに合わせて判断する]。Run を押すと測定が自動で始まる。測定を開始する際に測定条件の確認、ビームストッパーの確認ウィンドウが出る。測定条件を確認して Start Image Collection、ビームストッパーは目視で確認して OK を押すと測定が開始される。ただしビームストッパー

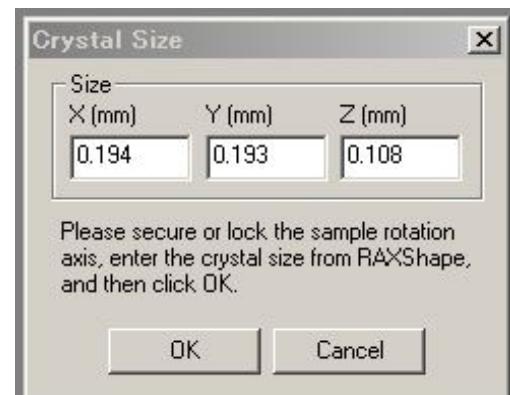


図 8 Crystal Size ウィンドウ

一は絶対に触らないこと。測定開始後に画面に表示されていく最初の 18 枚の写真を見ながら、この結晶で全ての測定を行うかどうかを判定し、セル決めまでを行った後にも全ての測定を行うと判断できれば、そのまま測定を継続して終了を待つ。

スケジュールについて(左から順番に)

Det Dist	CCD ディテクターとサンプルの距離、この装置では 45 mm が標準。
2θ	CCD ディテクターの角度、この装置では -20.0 が標準。
Max Resin	入っている測定条件での高角側の測定限界。
χ	χ 軸の角度、この装置は固定型なので 45 で変えられない。
φ	φ 軸の角度、スクリーンと本測定セット 1 は 、本測定セット 2 は 90 が標準。
Start Angle	ω 軸のスキャンの開始角度、-110 が標準。これ以上マイナス側に振ると CCD にゴニオが激突するリスク(修理費>1000 万円)があるので変えないこと。
End Angle	ω 軸のスキャンの終了角度、70 が標準。これ以上プラス側に振ると CCD にゴニオが激突するリスク(修理費>1000 万円)があるので変えないこと。
Width	回折イメージのスキャン幅、0.5 が標準。
Num Images	測定する回折イメージの枚数。スクリーンは 18 枚、本測定が 360 の 2 セット。
Start Num	回折イメージファイルの開始番号。
<u>Exp Time</u>	<u>露光時間、結晶にあわせて調節する。VariMax は X 線輝度があるのでとりあえず 1 秒から 4 秒くらいで様子を見るのがおすすめ。</u>
Image Seq	イメージの番号。
Collected	測定済みの回折イメージ、測定済みのイメージがあればここに表示される。
<u>Scheduled</u>	<u>これから測定するイメージ番号。ここが表示されてないのは測定されない。</u>
Sched Start	Scheduled に入っている測定の開始角度
Sched End	Scheduled に入っている測定の終了角度

セルが大きい時(単位格子の一辺が 30Å を超えるとき)などに CCD を離したいときはこの Det Dist と 2θ、その他のパラメータをセットで変える。リガクのマニュアルにそれぞれの Det Dist に対応する 2θ およびその他のパラメータが書いてあるのでそれを参照すること。

その他 Collect Initial Image ウィンドウについて必要そうなところ

Dezingered exposure	ここにチェックするとデジンガー測定(各回折イメージを二枚づつ測定)をする。つまり二倍の測定を行う。自然放射線由来のノイズスポットを減らせるらしいが、そんなものそう多くはないので使わない。
Bin mode	回折イメージの解像度。この装置の Saturn CCD は 4 X 4。
Estimated time to Collect	Schedule のところに測定時間が表示されるのでチェックする。

[写真を見ることによる結晶の質の判定]

測定を開始すると測定された回折イメージが PC 上に表示される。高角側まで反射が出ているかどうかを

確認。イメージウィンドウの右下のあたり Resolution Arcs をクリックして visible をチェックするとイメージ上に回折角度目安の赤線が出る。回折角度 52 度くらいまでスポットがあればなんとかなることが多い。もちろん出来る限り高角までスポットがあるほうが望ましい。スポットが弱いのであれば露光を伸ばして再度測定[画面内で最も強いスポットをクリックして右の表の中の Intensity が(数枚の写真にわたって)20000 を超えていればギリギリ測定可能]。X 線が強すぎて飽和(スポットに赤点が出る)している場合は Exp Time(露光時間)を短くしてやり直し(通常は $1/2^n$ にする)。回折スポットが真ん中周辺にしか出ない(回折が極端に弱い)、雪ダルマ型にスポットが重なっている(結晶が重なっている)、スポットが同心円上にぼやけている(結晶がボロボロ)など見て取れるなら、画面右上の赤い STOP ボタンを押して測定を止める。左のフローチャートの Initialize Instrument をクリックして装置の位置を初期化。自動で開く Setup ウィンドウで OK をクリック。2-3. 結晶マウントに戻って結晶の選び直し。

2-5. セル決め

2-5-1. スポット収集(図 9)

Schedule した測定が終わると左側のフローチャートが Assign Unit Cell に進み、その中の Find Spots になる。Find Spots ウィンドウが出てくるので Screen images の 1-18 を選んで Run。回折イメージが次々出てきつつ、反射が青丸で拾われる。この段階でほとんどスポットが拾えてないなら 2-3.に戻って結晶の選び直し、もしくは露光を長くして測定のやり直しを考える。

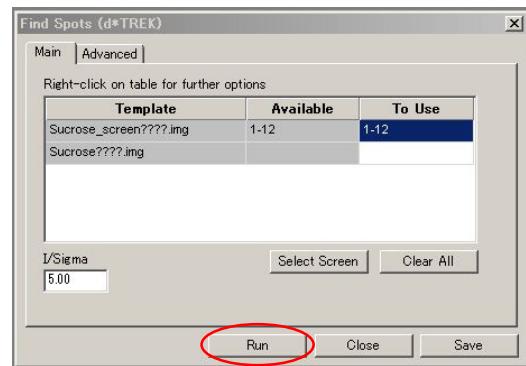


図 9 Find Spots ウィンドウ

2-5-2. 回折の指数付け(図 10)

すぐに Index Spots が立ち上がるるので(立ち上がらない場合は左の Index Spots をクリック)、Space Group に Unknown のチェックを入れて Run。計算されたセルの大きさ、角度が表示される。通常は triclinic の一つしか出ないので、OK をクリックするのみ。この際に計算されたセルの V をチェック。これが Setup の時に見積もった Expected Volume の 1,2,4,8 倍になっていると単位格子あたり分子が 1,2,4,8 個入っているとしてちょうどよい。もちろん予期せぬ溶媒分子の取り込まれなどがあるので少しづれていても気にしない。この際に Expected Volume に比べてセル体積が小さすぎる(例えば Expected が 500 なのにセル体積が 200 しかない)など、問題があるなら 2-3.に戻って結晶を選びなおす、もしくは露光を伸ばして回折を増やす。

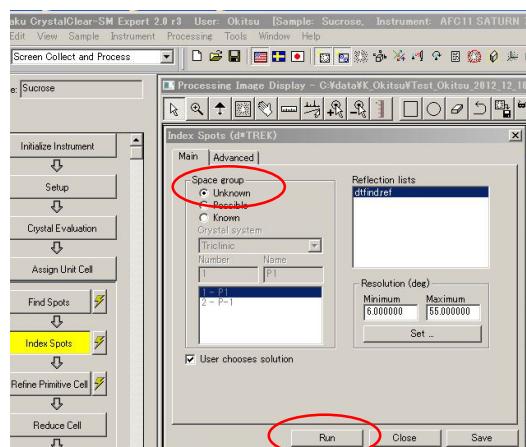


図 10 Index Spots ウィンドウ

2-5-3. セルの精密化(図 11)

セルの精密化の画面 Refine Primitive Cell ウィンドウが出てくるので Run を押すと精密化される。何回か Run をクリックしてそれぞれのパラメータの変位(図中赤下線部)が 0.0000 になったら終了、Close でウィンドウを閉じる。なおここで値を見て怪しいようなら戻って結晶選びからやり直しもあり。

このあたりの見切り方は経験と勘によるところが大きい。個人的にとりあえず見ているのはウィンドウ右上の RMS residuals とその下の Reflections。RMS residuals の mm が 0.1 前後。さらに Reflections のところに回折スポットの内訳が出ているので Total(拾った回折スポット数)、Accepted(このセルに当てはまるスポット数)をチェック。Total の数が十分多いこと(300 とか 500 とか、分子による)、それに対して 8 割から 9 割がた Accepted ならとりあえず問題なしきらいの感覚。

2-5-4. 対称性の高いセルの探索(図 12)

次に精密化したセルの値を用いてより対称性の高い空間群を探す。左側 Reduce Cell をクリックすると triclinic 以外の空間群候補が表示される。対称性が低い場合は triclinic しかないこともある。それらしい対称性のセルを選んで OK をクリックする。基本的には上に表示される「より対称性の高いもの」を優先する。図 12 の例では下の triclinic に対して上に monoclinic のセルが計算されている。

2-5-5. 再びセルの精密化

対称性の高いセルを選んで OK すると Refine Standard Cell の画面が立ち上がる。再びセルの精密化を行い、すべてのパラメータの変位(図 11 赤下線部)が 0 に収束したら終わり。左側のチャートの Predict Spot をクリックすると Predict Spots のウィンドウが立ち上がる。対称性を triclinic から変えた場合は値をチェック。Reflections の Accepted が顕著に減っているなどあったら Reduce Cell をやり直して対称性を落とす。

2-5-6. 予測される反射との一致の確認(図 13)

左側の Predict Spots をクリックすると Predict Spots の画面が立ち上がる。Run をクリックするとセルの値から予測されるスポットの位置が青丸でイメージ上に表示される。画面を見て、予測の青丸が得られた回折スポットと一致しているかを目視でチェックする。なおデフォルトでは本測定の最初の 10 枚について予測スポットが表示される。

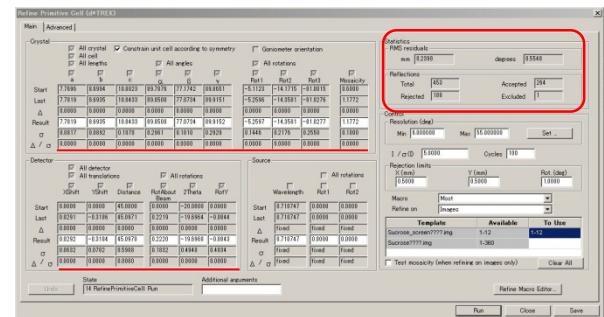


図 11 Refine Primitive Cell ウィンドウ

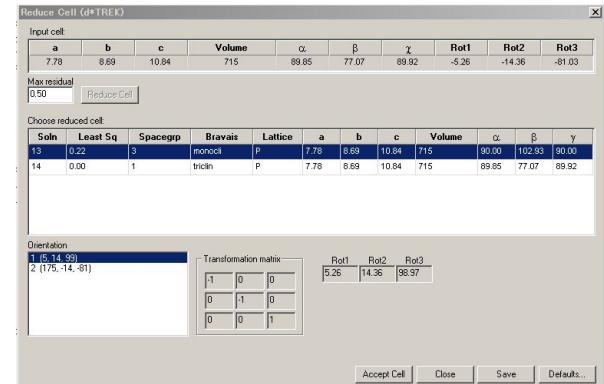


図 12 Reduce Cell ウィンドウ

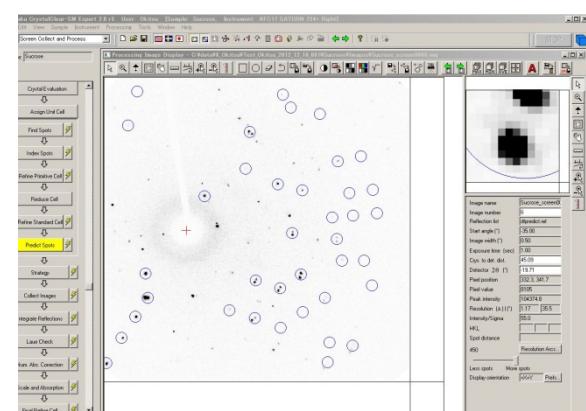


図 13 Predict Spots ウィンドウ

このセル決めで問題がなければ測定をそのまま続行する。問題があった場合は画面右上の赤い STOP ボタンを押して測定を止め、左のフローチャートの Initialize Instrument をクリックして装置の位置を初期化。自動で開く Setup ウィンドウで Close をクリック。2-3.か 2-4.に戻って状況に応じたやり直しを行う(結晶の選び直し・Exp Time を変更して測定、など)。2-4.において Exp Time を変更して再測定を行う際には、Scheduled の数字をその左の Image Sequences と全て同じ数字になるように手入力して Run をクリックして測定を開始する。recollect するかと聞かれた場合は OK をクリック。

本測定を続行した場合は、ここでマスクファイルを作成する。回折イメージの上に○と□が並んでいる。この円形指定ボタン(ドラッグ&ドロップで中心と半径を指定)と四角形指定ボタン(左下・左上・右上・右下を4回クリックして指定)でビームストップバーの影を囲むエリアを指定する。その後マスクファイル保存ボタンをクリックして保存するとマスクファイルが作成できる。全ての image にマスクファイルを適用するか?と聞かれるので、はいと答える。ここから次はデータ処理。



図 14 回折イメージとマスクファイル関連ボタン

3. CrystalClear-SM 1.4.0 によるデータ処理

3-1. 積分強度の計算(図 15)

左側フローチャートの Integrate Reflections をクリックすると積分強度の計算ウィンドウが立ち上がるるので、デフォルトのまま Run をクリック。上のツールバーの赤丸で囲ったボタンをクリックすると画面の切り替わりが止まって計算が速くなる(先にクリックしておくことを勧める)。

半分の 360 枚目まで積分したいときは Integrate Reflection ウィンドウの To Use から後半を外せばよい。

積分が終わると勝手に次の Laue Check に進む。

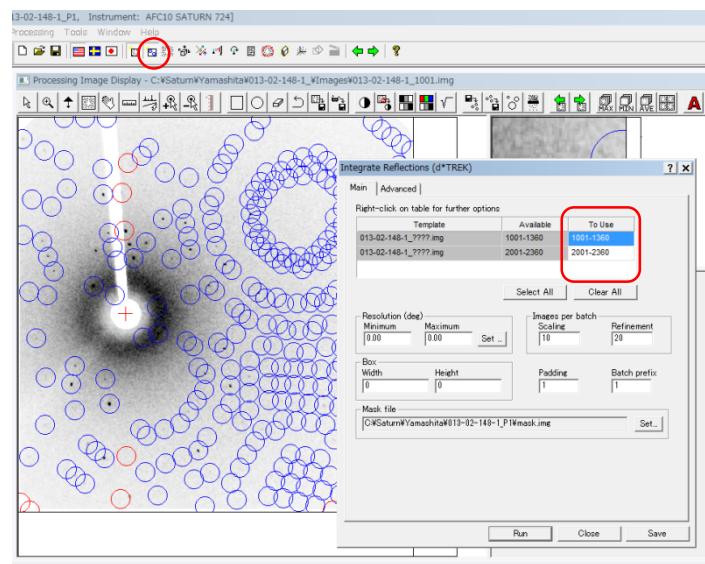


図 15 積分強度の計算画面

3-2. ラウエチェック(図 16)

積分が終わったらラウエ群のチェックを行う。Laue Check ウィンドウが立ち上がるるのでデフォルトで Run。終わると Laue Results ウィンドウが立ち上がり、ラウエ群のチェック結果が表示される。上から順に対称性の高いものが並んでいるので、pass? のカラムに PASS と書いてある一番対称性の高いものを選んで OK をクリック。

3-3. 外形吸収補正

ラウエチェックが終わると自動的に Num. Abs. Correction が立ち上がる。通常は行わなくても良いが、p5-6 で結晶の外形入力を行った場合(=第 6 周期元素が入っている場合)のみ Run を押す(dtnumabs.ref が作成される)。Close で閉じる。

3-4. Scale and Absorption(図 17)

左側の Scale and Absorption をクリックすると Scale and Absorption ウィンドウが立ち上がる。通常はそのまま Run をクリック。[ただし上記 3-3.で外形吸収補正を行った場合は Absorption Correction のチェックをはずし、左の Reflection List から dtnumabs.ref を選んで Run をクリック。]計算が終わると JDplot のウィンドウが立ち上がる(CrystalClear のウィンドウの裏に出たりする)。この画面で Completeness や Rmerge 等の値が確認できる。確認後は JDplot ウィンドウを閉じても良い。

Completeness 測定すべき回折スポットのうち、ここで測定した回折スポットの割合
この装置のデフォルト設定であれば基本的に問題ない(=100%に近いはず)。

Rmerge 反射自体の R 値。この値が最終的な解析の際の R 値の指標。0.1 以下が望ましい。

3-5. Final Refine Cell(図 18)

Scale and Absorption が終わると勝手に Final Refine Cell に進む。ここでは測定した回折スポット全部を用いたセルの精密化を行う。通常はそのまま Run をクリックすると計算が始まるので、図中に赤線で示した変位が 0.0000 になるまで繰り返す。変位が 0.0000 になったら Close で閉じる。[3-3.で吸収補正を行った場合は図中緑線の Reflection List プルダウンメニューから dtnumabs.ref を選んで Run をクリック。]

3-6. cif の書き出し

Write CIF をクリックすると cif が書き出される。データフォルダに crystalclear.cif ができる。これと f2plus.dat の二つを YadokariData フォルダ内の自分のフォルダにコピーして以降の解析を行う。

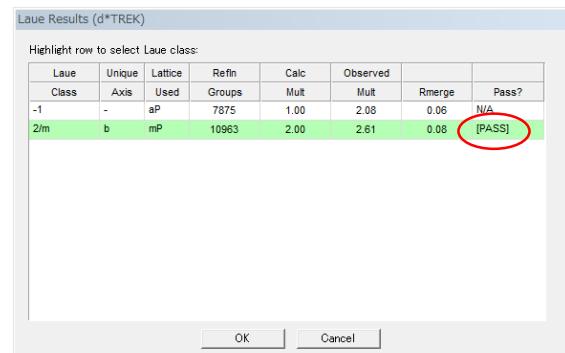


図 16 ラウエチェック結果

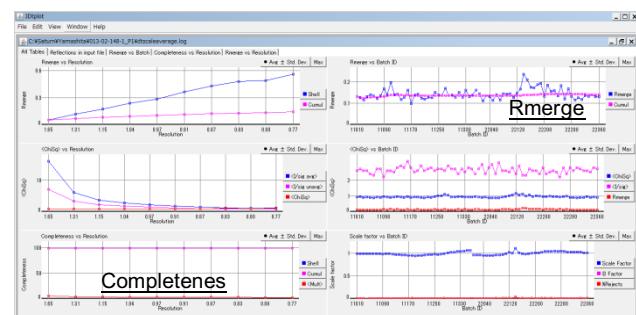


図 17 JDplot 画面

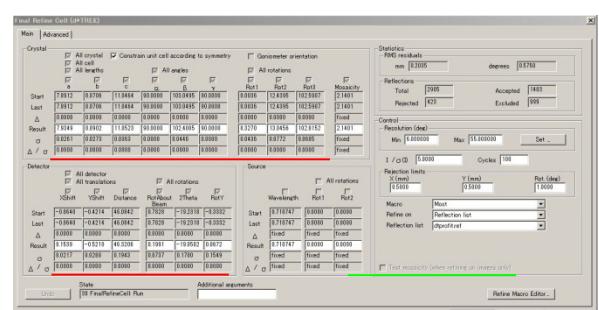


図 18 Final Refine Cell

※正式マニュアルではありませんので、自らの責任で利用すること。

Thanks to Drs. C. Kabuto, T. Nemoto, E. Kwon, Y. Segawa, T. Sasamori, S. Akine, K. Wakita, J. Yoshino

0. インストール

VariMax-HDD内のXrayProgramを自分のwindows PCのデスクトップにコピー。中のインストールマニュアルを見ながら行う。中央大学外の人は周りの人と相談してYadokari-XGおよび関連プログラムを入手。

1. 回折強度データ／結晶データ等の読み込み

1) 最初にYdkrを立ち上げた場合は①の画面が表示されるので解析の初めは「New」を選択する。

②の画面が表示されるので

→プロジェクト名を入力

(記号を含まず6文字以内、**ydkrのままにしない**)

→タイトルを入力

(ここに化合物の名前や組成を入力する)

→回折データの保存フォルダを指定する。OKをクリック

2) ファイルメニューから回折強度データ／結晶学データ等の読み込を選択、CrystalClear.cifを選択して開くをクリック。再度ファイルメニューから回折強度データ／結晶学データ等の読み込を選択、f2plus.datを読み込ませる→「はい」or「OK」をクリック。

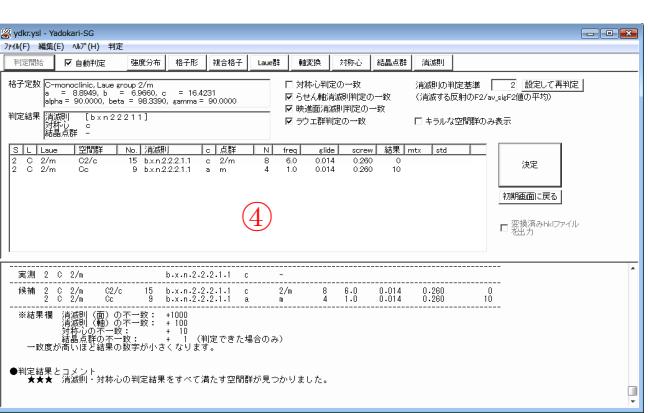
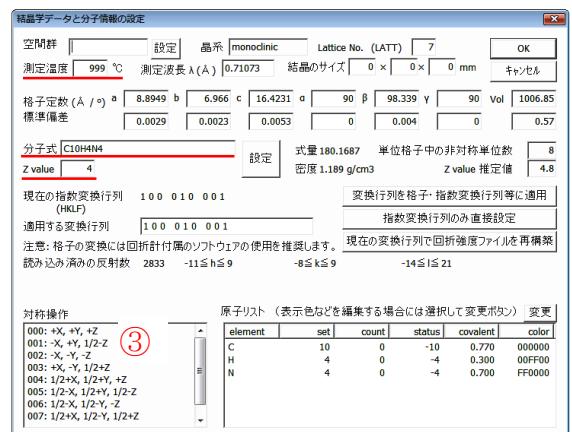
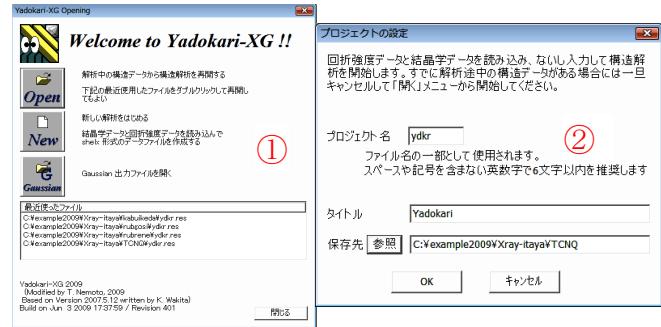
3) ファイルメニューの「初期構造」から「結晶学データの設定／分子式の設定／編集」を選択すると③の画面が表示される。

測定温度を-180°C(他の温度で測定した場合はその温度)に書き換える。分子式が入力されていなければ入力して、その右の「設定」ボタンを押す。(このときZ valueが2,4,8以外だと、分子式が間違っている可能性が高い=溶媒を取り込んでいることもある)OKを押してウィンドウを閉じる。

4) ファイルメニューの「初期構造」から「空間群の判定」を選択するとウィンドウが出現。

「判定開始」ボタンを押す。判定が終了すると④の画面が表示される。

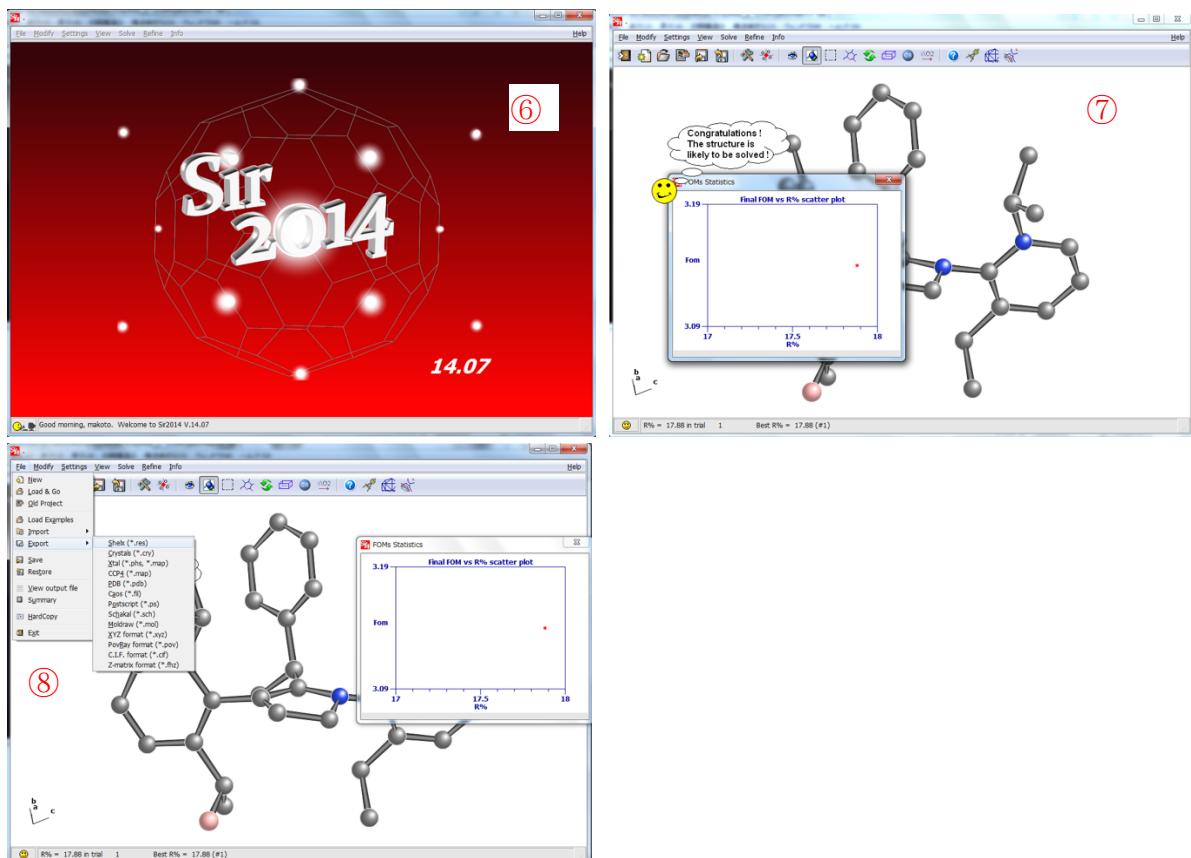
(複数の空間群が表示されている場合は)まず最上段を選択、「決定」をクリックすると⑤の画面が表示される。最上段の空間群が違うこともあるのでやり直す必要があることも。再度③の画面が出るので先ほどの空間群と一致することを確認してOKをクリック。



5) SIR-2014を用いた初期構造発生

「初期構造」から「SIR-2011 / 2014」を選択する。出てきたウィンドウで「SIR2014実行」をクリック。黒い画面のコマンドプロンプトが出た後に⑥の画面が表示されるので、しばらく待つと初期構造を求める自動プログラムが動く。無事に初期構造が出てきたら⑦の画面が表示される。ここでニコニコマークをクリックして消し、ファイルメニューからExportを選び、Shelx (*.res)を選択することで、初期構造情報がSHELXプログラムで読み込める形式へとエクスポートされる。ファイルメニューからExitを選ぶと、Do you really want stop the program?と聞かれるのでYESを選択。求めた初期構造が画面に表示される。
→6)へ進む

初期構造が出なかった場合は⑩が表示されるが、再度enterキーを押して何度か自動プログラムを走らせる。構造が出てこない場合は一旦SIR97ウィンドウを閉じる(エラーが出てもOKを押す)。対処方法は以下のどれか：(i)空間群を間違えている→4)に戻って選び直す。(ii)データがSIR-97で解析するのに向いてない→次の6)を試してみる。(iii)結晶の質が悪いので初期構造が出ない→測定を再度行う。ダメなら5-2)へ。



5-2) SHELXSを用いた初期構造発生(重原子が入っているとかなり有効)

ファイルメニューの初期構造からSHELXSを選択する。

左のウィンドウが出るので試行回数に

2000を入力、パターソン(重原子)法へ移

行にチェックを入れて(重原子が無い場

合はチェック無しでOK)実行をクリック。コマンドプロンプトの黒い画面が起動してプログラムが走る。



```
C:\Windows\system32\cmd.exe
+ arzb2ph2
started at 11:46:03 on 05 Jul 2013 +
Read instructions and process reflection data
Data: 3739 unique, 1944 observed R(Kint) = 0.0614 R(sigma) = 0.1449
Systematic absence violations 0 Bad equivalents: 5
EOM Emin 1.000 Emax 5.000 DeLU 0.005 renorm 0.700 axis 0
PATT nv 1 dmin 1.80 rest 0.68 Nsup 100 Zmin 1.20 maxat 8
FMAP code 6
PLAN nreals 80 del1 0.500 del2 1.500
MORE verbosity 1
TIME t 3999999.

Patterson and peaksearch
Patt, sup, on vector 1 0.1352 0.2891 0.7523 Height 295, Length 3.92
PATFOM = 99.9 Corr. Coeff. = 75.8 SYMFOM = 38.1 for 5 heavy atoms
+
+ arzb2ph2 finished at 11:46:03 Total CPU time: 0.1 secs +
+
Program Completed
Press Enter to Continue.
```

Program Completed (黄色下線部)

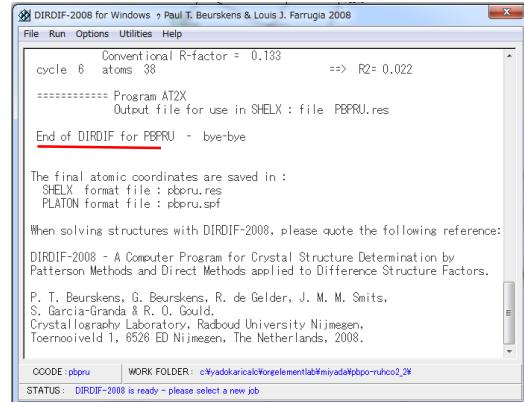
Press Enter to Continue

と表示されたらenterキーを2回押す。画面には帰属された原子が表示される。

この段階では比較的重い原子のみが表示されており、他の原子は精密化過程で見つける必要がある。第3周期以降の原子を全て選択、右クリックして温度因子から異方性温度因子を選ぶ。選んだ原子の表示が丸から四角に変わる。7)へ進む。7)へ進んでも適切な分子構造が見つかなければ5-3)へ進む。

5-3) DIRDIF-2008を用いた初期構造発生(重原子が入っているときのみ有効)

ファイルメニューの初期構造からDIRDIFを選択する。実行をクリック。「Run」—「PATTY」を選ぶと、プログラムが走る。右画面で赤下線部のEnd of DIRDIFという画面が表示されれば終了なので、「Files」—「EXIT」を選び、Yadokari-XGに戻ったら6)へ進む。



これら3種の方法で初期構造が求められない場合はデータが悪い or 空間群を間違えているので、上級者に相談する。

6) 構造の帰属

先に出てきた初期構造には間違いが多いので(同周期元素どうしは自動判別しづらい)、マウスの左ボタンを押しながら動かしてモデルを回転させながら全ての(水素以外の)原子を帰属していく。原子を割り当てるべきピークを左クリックで選び、右クリックするとメニューがあるので、「原子の割り当て」から、目的の原子を選ぶと、間違っている原子を修正できる(代わりにキーボードからc,h,n,o,b,pを入力するとC,H,N,O,B,Pなどをショートカットで帰属可能)。選択後に delete キーを押すと不要な原子を消せる。Ctrlキーを押しながら長方形領域を選択し、一度に複数の原子を選択することもできる。原子が見あたらぬ場合には、分子式を編集する必要がある。(ウィンドウの右下を常に見て、「rest」のところに注意して原子を割り当てるよう心がけるべし)。第3周期以降の原子を全て選択して右クリック、温度因子から異方性温度因子を選ぶと、選択した原子の表示が丸から四角に変わる。ここで原子が足りないこともよくあるが、次の構造精密化のステップで発見することが可能なので気にせず次へ進む。

7) 構造精密化その①：最小二乗法による原子位置の精密化

メニューの構造精密化から LSQ 実行を選択。出てきたウィンドウ内で共役勾配法にチェックが入っていたら外す。差フーリエ合成のピーク数(LSQ後に出てくるピークの数)を50にセット(もっと多くても良い)。「等価反射を平均」および「反射を OMIT」にチェックが入っていないことを確認。重みのデフォルトのチェックを外す。右上の実行をクリック。コマンドプロンプトが起動して精密化が始まる。この画面では黄色下線①の数字が小さくなっていく過程を見る。

C:\Windows\system32\cmd.exe

```

Mean shift/esd = 0.013 Maximum = -0.566 for U11 H8 at 11:11:32
Max. shift = 0.006 Å for H53 Max. dU = 0.018 for H35
wR2 = 0.4407 before cycle 3 for 8236 data and 629 / 629 parameters
GooF = S = 1.331; Restrained GooF = 1.331 for 0 restraints
Mean shift/esd = ① 0.011 Maximum ① -0.570 for U11 H8 at 11:11:33
Max. shift ① 0.005 Å for H53 Max. dU ① 0.020 for H35
wR2 = 0.4407 before cycle 4 for 8236 data and 629 / 629 parameters
GooF = S = 1.331; Restrained GooF = 1.331 for 0 restraints
Mean shift/esd = 0.009 Maximum = -0.574 for U11 H8 at 11:11:34
Max. shift = 0.004 Å for H53 Max. dU = 0.023 for H35
wR2 = 0.4407 before cycle 5 for 8236 data and 0 / 629 parameters
GooF = S = 1.331; Restrained GooF = 1.331 for 0 restraints
R1 = 0.1671② for 4939 Fo > 4sig(Fo) and 0.2303 for all 8236 data
wR2 = 0.4407② GooF = S = 1.331② Restrained GooF = 1.331 for all data
R1 = 0.2291 for 8236 unique reflections after merging for Fourier
Highest peak 0.53③ at 0.9003 0.2537 0.0107 [ 1.04 Å from H27 ]
Deepest hole -1.27③ at 0.8850 0.4036 0.1098 [ 0.53 Å from K1 ]

+++++
+ bbk finished at 11:11:35 Total CPU time: 6.1 secs +
+++++

```

Program Completed
Press Enter to Continue.

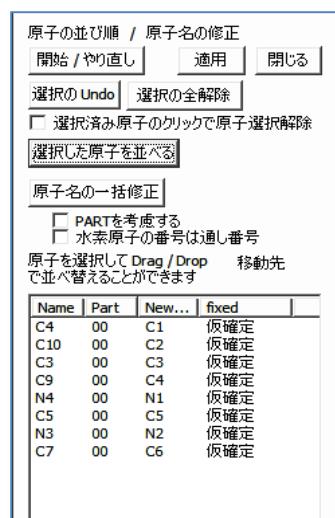
最後まで終わったら enter キーを押す。出てきたウィンドウで Apply をクリック。



左図のツールバーのピークにチェックを入れると、分子構造と共に電子密度ピークが白丸で表示される。6)で原子が見つからなかった場合はここで原子の帰属を行う。帰属した後は 7)の最初に戻って再度精密化。水素以外の原子を全て帰属し、LSQにおいて上記黄色下線①の数字が 0.000 に収束したら次へ進む。溶媒を含む結晶の場合は溶媒分子にディスオーダーが入っていることがあるが、その場合は溶媒分子まわりをそのままにして次へ進んでも良い。

8) 原子番号の整理

水素以外の原子を全て帰属できていたら、ここで原子番号付けを行う。左図のツールバーの編集をクリックすると画面右に右図のウィンドウが出現して原子番号整理モードに入る。開始/やり直しをクリック。あとは画面の原子を好きな順序でクリックしていく。この際の通し番号をオーダーと呼び、同じ原子ならオーダー番号が早い順に番号が振られていく。選択をやり直したい場合は選択の Undo をクリック。全ての原子を選択したら選択した原子を並べるをクリック、原子名の一括修正をクリック、適用をクリック、閉じるをクリ



ック。これで原子番号の整理モードが終了する。この際、各原子のオーダー番号が書かれているが、邪魔なら左図のツールバーのオーダーのチェックを外す。

9) 構造精密化その②：異方性温度因子

水素以外の原子を全て選択して(Ctrl キーを押しながら複数選択または Ctrl+a で全選択が便利)、右クリックメニューから温度因子-異方性温度因子を選択。全ての原子の表示が丸から四角に変わる。メニューの構造精密化から LSQ 実行を選択(F1 キーで代用可能)。左上の回数を 10 にセットして実行をクリック。コマンドプロンプト画面でプログラムが走る。前頁図の黄色下線①の数字が 0 に収束するかどうかを判定し、プログラム終了後に enter キーを押して出てきたウィンドウで apply をクリックして元の画面に戻る。収束していない場合は再度 LSQ 実行(先ほどと同じ条件で行う際は F2 キーを押すとそのままコマンドプロンプトが走る)。収束したら次へ。何度もやっても収束しない場合はデータがおかしいので誰かに相談 or 再測定。

10) 温度因子の判定

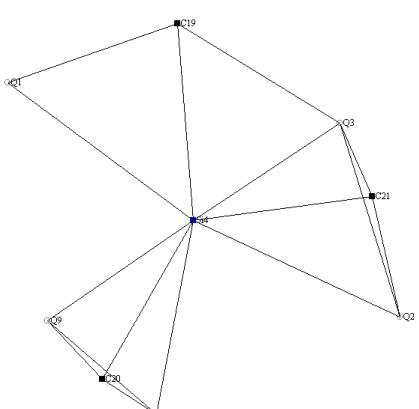
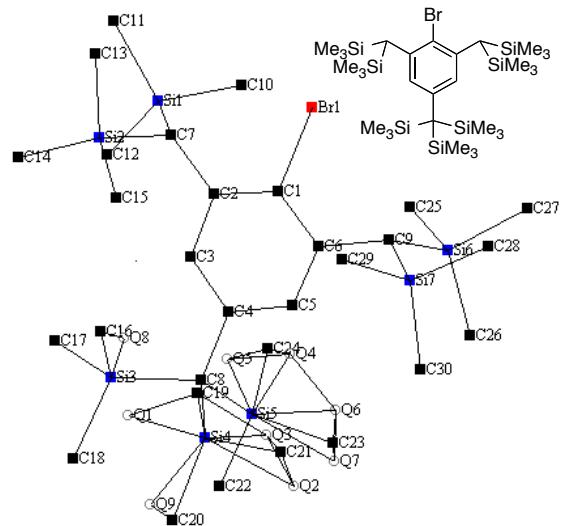
上図ツールバーの表示プルダウンメニューから 3D (OpenGL)を選択、その下の 3D 設定をクリックするとウィンドウが出現、Thermal Ellipsoids を選んで右の Calc! をクリック。分子が異方性温度因子を反映した橙円体で書かれているので、橙円体が必要以上に長くなっているか、つぶれて平面になっていないか、なくなっているか、などをチェック。良ければ次へ。悪ければ元素の帰属間違い or データが良くないので再測定 or ディスオーダーを疑う。

11) ディスオーダーの取り扱い

前項で橙円体が長い場合や、LSQ 後のピークリスト(前頁左図)に強いピークが残っている場合(重原子の近傍以外の場所に 1 よりも大きいピークがある場合)は、ディスオーダーを疑う。右図の例ではピークを表示してみると、ベンゼン環の臭素原子のパラ位の Me_3Si 基の周りに強いピークが残っている。このため、今見えていないもう一種類の配座をもつ Me_3Si を割り当てなくてはならない。

ここで一旦、ディスオーダーに関する原子を一度等方性に戻し、原子を選択して右クリック、占有率を 0.5 に設定して、一度 LSQ を回してピークを表示させる。ここまでに割り当てた原子には、part 0 という名前が付いている。ディスオーダーしているところは、part 1, part 2.....のように名前を割り当てる。この part 設定を行うことで、異なる part 間の原子は結合を作らなくなる。

例：右上図の場合、Si4 の周りを拡大してみてみると、右図のようになる。この場合、ピークと既に配置してある炭素原子を考えると、Q1、C21、C20 で一組目 (part 1 と考えよう)、Q2、Q9、C19 で二組目 (part 2 と考えよう)、とみることができる。そこで、まず、Q1、Q2、Q9 に炭素原子を割り当てる。ディスオーダーの各パートに炭素原子を割り当たら、今度は、part 1 にあたる炭素原子を選択し、右クリックする。メニューから「パート変更」 - 「part 1」を選択して



いた原子が、「part 1」になる。前頁左ツールバー上部の part 番号チェックボックスにチェックを入れると、パート番号が表示される。ツールバー中段の part の横の数字のチェックボックスを ON/OFF すると、チェックの入ったパートの原子だけが表示されるようになる。同様に、Part 2 についても、選択後、右クリックメニューから「Part 2」を選び、パートを決定する。ここで Part 1,2 にした原子の占有率を一旦 0.5 に設定して LSQ を回す(part1、part2 はお互いにディスオーダーしている部分の一部なので、そこに一つの原子をおいてしまってはつじつまが合わない)。LSQ を回して収束すれば OK。収束しない場合は、占有率が 0.5 からずれていることが多い(=配座異性体の占有確率が異なる=安定性が異なる)ので、次に示す FVAR を使用する。

ある変数 α を考え、

part1 の原子の占有率 : α

part2 の原子の占有率 : $1 - \alpha$

と考えればよい。

この変数 α を、"FVAR" で設定する。具体的にはメニューの原子 → FVAR の編集を選び、開いたウィンドウ内の右上の 0 を 0.5 として、追加をクリック。左の表の中に FVAR 2 が定義される。複数箇所のディスオーダーがある場合は、必要な数に応じて作る。あるディスオーダー部位のパート 1 の原子の占有率を FVAR2、パート 2 を 1-FVAR2 に設定する。他にもディスオーダーがあれば FVAR 3, FVAR 4 などを使用して占有率を設定していく。LSQ を回して、FVAR の値が正常(0~1、通常 0.3~0.7)であることを確かめる。(パート 2 の原子の方がパート 1 のものより占有率が大きくなったら、パートを入れ替えておく。)

以下、キツいディスオーダーの解き方

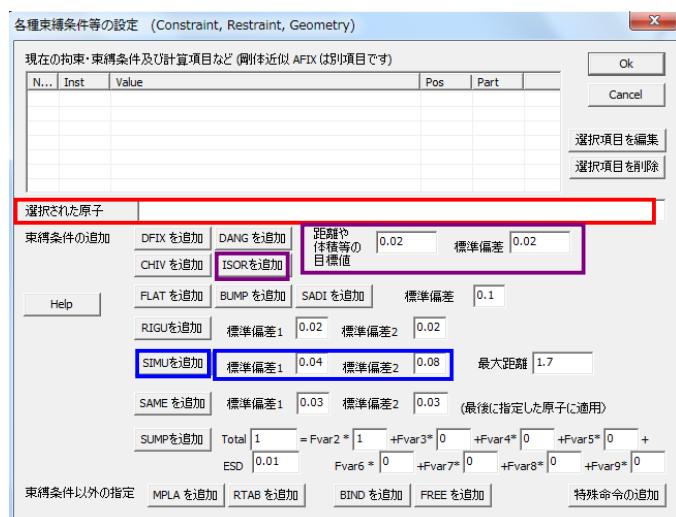
上のような手順で解析してもうまく異方性の橙円ができてくれないことが良くある。原子が間違っているなどの理由も考えられるが、明らかに正しいのならば束縛条件を使ってなんとかする。束縛条件が多いほど変数が減るので、またデータに素直でなく恣意的になるので、最小限にとどめよう。原子番号で原子を指定するので、以下の処理を行う前に再度 8)の原子の番号付けを行い、1 回 LSQ を回して原子番号を確定しておくこと。

ファイルメニューの構造精密化から「束縛条件やジオメトリ計算などの設定(DFIX など)(R)」を選ぶと右図ウィンドウが開く。選択された原子という箇所(図中赤四角)に、温度因子を近づけたい原子を全て記入する。図中青四角の標準偏差 1,2 を 0.01 に設定して、同じく青四角の SIMU を追加をクリック。図中紫四角の距離や体積の目標値に 1.5 を入力、標準偏差に 0.01 を入力して同じく紫四角の ISOR を追加をクリック。

以下、SHELX の 2 つのコマンドの説明

SIMU: ある距離にある 2 つの原子の異方性因子を、標準偏差内で等しくする ISOR とセットで使う

ISOR: 2 つの原子の異方性因子を、標準偏差内で等方性に近似する



12) 水素原子の付加

水素原子については、もしも結晶が良質で、ピークが観測された場合には温度因子を等方性で refine してもよい。しかし、一般的に電子密度の小さい水素原子は X 線結晶構造解析ではうまく決まらないことが多いので、理想的な位置に水素原子を配置することが多い。水素原子の位置は精密化の各サイクルごとに理想的な位置に配置される。

AFIX 命令は、あらゆる原子の束縛や理想的な位置に原子を発生させるために使われる。ディスオーダーしている原子にメチル基など配置した場合、占有率やパート番号はその親原子に準じる。

同じ種類の水素原子を付けたい炭素原子をクリックして複数選択していく(Ctrl キーを押しながらやると四角形領域を選択可能)、右クリックして水素原子から付けたい水素の種類を選ぶ。 $\text{sp}^2\text{-H}$ はフェニル。ただしディスオーダーしたメチル基については(メチル、固定)を選択する方が良い[メチル基が結合している原子が持つもっとも短い結合(その原子とメチル炭素との結合以外)に関してねじれ型配座を取るように配置するため、 CH_3CN などには使えない]。ディスオーダーしている場合は違うパートの原子を選択して同時に水素を置くと必ずエラーが出るため、炭素原子 1 つずつ水素を付加することをお勧めします。ヘテロ原子上や金属上の水素は適切なピークを探して自分で水素に帰属する方が良い。ここで再度 LSQ 実行(先ほどと同じ条件で行う際は F2 キーを押すとそのままコマンドプロンプトが走る)。LSQ 終了後は水素が表示される。

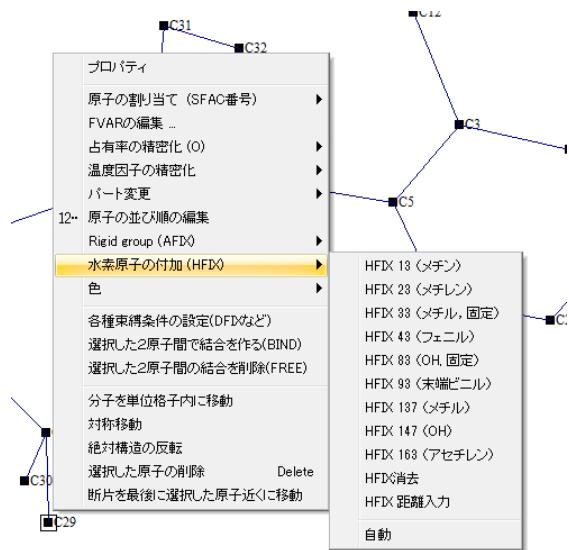
LSQ の値が収束したら、次の LSQ の回数を 4 回に設定し、数回 LSQ を回して GOF が 1 つ前の回の LSQ と同じ値に収束していることを確認する。ここで自分の設定した分子式(溶媒等も含む)と数が完全に一致していることを確認する。

13) CIF ファイルの作成

LSQ 画面を開き、CIF 作成・ねじれ角を出力・水素原子を含む結合も出力・PDB ファイル作成・水素原子も出力・現在の値で固定、にチェックを入れ、回数を 10 回に設定して実行する。この時に 7)の①の値が収束していることを必ず確認する。元の画面に戻ってきたら次へ。

14) CIF ファイルの編集

- デスクトップの XrayProgram フォルダ内にある cif 編集マニュアル.doc と cif 編集用素材.txt を使って cif ファイルを編集(秀丸か TeraPad のようなテキスト編集ソフトのインストールをおすすめ。)
- <http://checkcif.iucr.org/> に送ってみてアラートがないか確認。alert A がなければ最悪 OK。alert A が出てしまった場合はエラーの番号をクリックして開くタブで解消する方法を確認。12)に戻って CIF を再作成して、再度 checkCIF にかける
- CIF 編集が無事に終わったら、作業フォルダ内の CIF ファイルを C:\XrayProgram 内にある cif2rtf.bat または cif2rtf-64.bat にドラッグ&ドロップすると作業フォルダ内に.rtf ファイルが作成される(.bat ファイルは富山大学吉野惇朗博士作成)。上記.bat ファイルはどこに置いてあっても良いので移動可能。この.rtf



ファイルは論文の **Supp Info** 用に使われるが、最近では.cif ファイルをそのまま **Supp Info** として使うこともあるのでその場合は不要なこともある。

・水素結合などの分子間相互作用が考えられる場合は、メニューから構造精密化→分子間接触の計算を選ぶと **Intermolecular Contacts** というウィンドウが開く。From と To の欄に、分子間での原子間距離を見たい原子の元素記号を入れ、実行をクリックすると、出力という箇所に書かれた名前のテキストファイルが生成される。複数種類の元素間で分子間相互作用を見たい場合は、From, To, 出力ファイル名を変えながら複数回行う。

・**ORTEP** 図を書く。分子の角度を調整して、二分子独立の片方の分子・共結晶化した溶媒・対イオンが不要な場合は、左ツールバーの **Frag** の適切な番号のチェックを外して消しておく。ディスオーダーが入っている場合は、part 2 や 3 のチェックを外してマイナーな part を消しておく。ラベルを付けたい原子を選択した状態にしておき、上部ツールバー内の右図のアイコンをクリック。原子ラベルから 0:ラベル無しを選び、描画をクリックすると、ラベル無しの **ORTEP** 図が表示される。**EMF** 出力をクリックすると、ファイル保存ウィンドウが開くので、そのまま **ortep.emf** という名前でラベル無し **ORTEP** 図を保存。原子ラベルから 3:選択原子を選び、フォントをクリックして好きなフォントを選び、16pt に設定、描画をクリックすると、ラベルがついた **ORTEP** 図が出力される。この際にラベルが原子上に表示されているので、ドラッグ&ドロップで適切な位置へ移動する。**EMF** 出力をクリックすると、ファイル保存ウィンドウが開くので、**ortep2.emf** という名前に変更してラベル有り **ORTEP** 図を保存。必要に応じてファイル名を変えながら好きなだけ作成する。カラーでカッコイイ **ORTEP** を書きたい場合は次頁以降の **ORTEP-III** マニュアルを参照。

・**pov-ray** 図を書く。**ORTEP** 図の時と同様に分子の角度を調整して、不要な部分は消しておく。上部ツールバー内の右図のアイコンをクリック。標準セッティングファイル **setting.yps** がデスクトップの **XrayProgram** フォルダ内にあるので、これを現在自分が作業しているフォルダ内にコピーする。**ydkr** 画面に戻り、左ツールバーから設定読出をクリック、**setting.yps** を選択して開くをクリック。左ツールバーの描画をクリックすると **Pov-ray** が動いて画像が表示される(この時、**Pov-ray** 画面で **OK** をクリックする必要があるかも)。左ツールバーの選択、保存を順にクリック、ファイル保存ウィンドウが開くので、**pov.bmp** という名前で保存。複数回行った場合は名前を変えて保存。

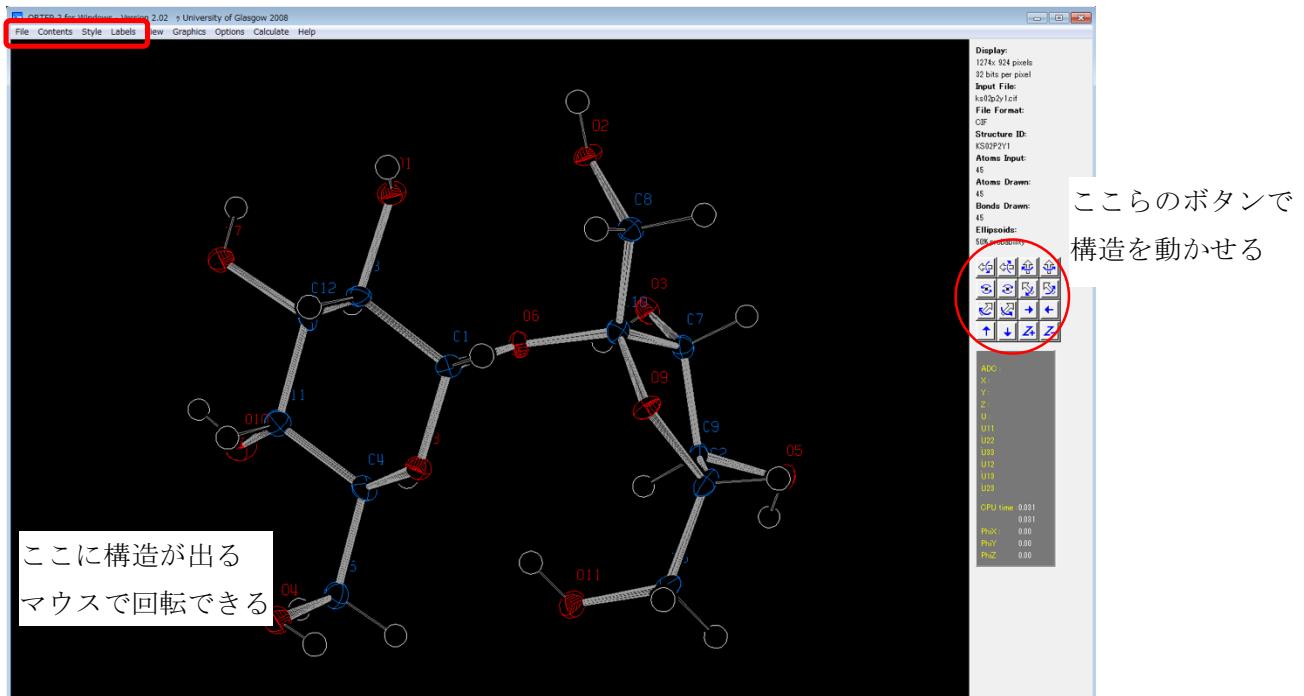
ORTEP3 version 2.02の基本的な使い方

Katsunori Suzuki

1. CIFファイルの読み込み

Ortep3v2を立ち上げ、File→Open fileで構造解析したファイルを開く。CIF、Shelxのins、resファイルなら読み込める。これで構造が表示される。

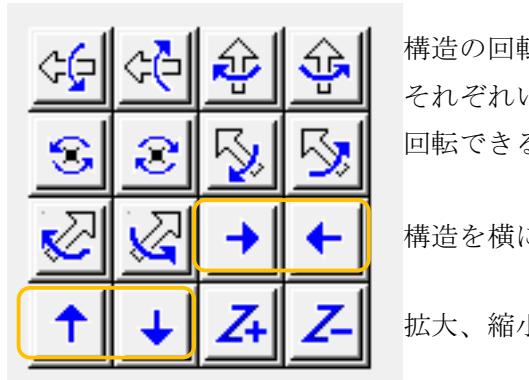
このへんの File, Contents, Style, Labels をよく使う



2. 基本的な使い方

構造の回転

画面上でマウスをクリックしながら動かすと回転する。また右のボタン群をクリックすることで回転する。回転角度はマウス右クリックすると出てくるウィンドウのRotation Angleで調節できる。



水素の表示/非表示

上のタブ[Contents]-[Include H Atoms]をクリック。チェックの有り無しで水素の表示/非表示が切り替わる。

非対称単位からの構造の拡張

上のタブ[Contents]-[Grow Fragment]をクリック。分子の対称性が高くて半分しか表示されていないときなど、[Auto Mode]をクリックすると残りが表示される。

パッキングの表示

上のタブ[Contents]-[Unit Cell Contents]をクリック。[Auto Mode]をクリックすると自動でパッキングが表示される。自分でパッキングの拡張サイズを決めたいときは[User Define]をクリックして、値を設定する。

特定の原子の非表示

上のタブ[Contents]-[Exclude Options]-[Specific Atoms]をクリック。消したい原子をマウスでクリックして選択。その後右クリックすると非表示になる。

全ての原子の表示形式の変更

上のタブ[Style]-[Select New Style]をクリック。この中の表示形式を選ぶとORTEP図の見た目を変えられる。原子をただの丸で表示にしたりできる。基本的にDefaultでよい。

ORTEPパラメータの変更

上のタブ[Style]-[Change ORTEP parameters]をクリック。ここの値でORTEPのパラメータを変更できる。使いそうなのはElipsoidProbability。ここでThermal Elipsoid Probabilityの値を変え

られる。この値を大きくすると原子の楕円が大きくなり、この値を小さくすると楕円が小さくなる。通常は50%。

元素ごとの色、楕円の形式の変更

上のタブ[Style]-[Set Element Style]をクリック。Element Styleのウィンドウが開くので変更したい元素を選んで[Modify]をクリック。Elipsoid Properties for (Atom)のウィンドウが開く。Elipsoid typeで楕円の形式、Elipsoid Colourで色を選べる。ここで設定が元素全部に効いてくる。例えば炭素を変更すると表示されている炭素全部がその設定になる。

Elipsoid typeの詳細

Sphere	ただのボール
Boundary	のっぺりした楕円
Principal + Boundary	楕円で線が入っているタイプ
Principal + Boundary + Axes	楕円と線に切り欠きを加えたもの
Octant Shading	楕円に線を入れて切り欠き部分に色がついているタイプ
Principal + Axes	線の枠のみ、外側の楕円の形がない
Custom Elipse Style	さらにいろいろ設定を細かく選べる

特定原子のみの色、楕円の形式の変更

上のタブ[Style]-[Selected Atoms Style]をクリック。変更したい原子をクリックするとElipsoid Properties for (Selected Atom)のウィンドウが開くのでElipsoid typeで楕円の形式、Elipsoid Colourで色を選んで[Modify]をクリック。これだと選んだ原子のみの形式を変更できる。

結合の色、形式の選択

上のタブ[Style]-[Set Bond Style]をクリック。Bond Propertiesのウィンドウが開くのでBond Typeで形式をBond Colourで色、Bond Parametersで太さなどのパラメータを変更できる。この設定が全ての表示されている結合に反映される。

Bond Typeの詳細

line bond	ただの細い線
open bond	塗りつぶしのない結合
1-line filled	塗りつぶし無しで中に線が一本
3-line filled	塗りつぶし無しで中に線が三本、いくぶん立体的に見える
5-line filled	塗りつぶし無しで中に線が五本、立体的な感じ
solid bond	塗りつぶし有りの結合
dashed bond	点線のopen bond

特定の結合の色、形式の選択

上のタブ[Style]-[Selected Bond Style]をクリック。変更したい結合の両端の原子を選ぶとBond Propertiesのウィンドウが開くのでBond Typeで形式をBond Colourで色、Bond Parametersで太

さなどのパラメータを変更できる。選んだ結合のみの設定を変更できる。また結合が表示されていないところに新しく結合を表示させることもできる。

特定の結合の非表示

上のタブ[Style]-[Delete Selected Bond]をクリック。消したい結合の両端をクリックした後に右クリックすると結合が消せる。[Style]-[Restore All Bond]を選ぶと最初の状態になる。

原子名の表示/非表示の選択

上のタブ[Labels]-[Labeling mode]で選択する。

Auto Label All Non-H Atoms	非水素原子にラベル表示
Auto Label All Atoms	水素も含めて全てラベル表示
No Labels	原子ラベルを表示しない
Mouse Labels (GUI or ORTEP)	マウスでクリックした原子ラベルの表示

特定の原子名のみの表示

上のタブ[Labels]-[Set Mouse Label]をクリック。その後、ラベルを表示させたい原子をクリックするとラベルができるので、位置を動かして右クリックすると固定される。

3. ORTEP3での画像ファイルの作成

好みの角度、大きさ、色などが決まつたら、[File]-[Write Postscript File]で画像ファイルを打ち出せる。背景は白になるので特に設定の必要はない。画像ファイルはColourかMonochrome（白黒）が選べるので好きなほうで。これでORTEP関連のフォルダにeps形式の画像ファイルortep.epsができる。ファイル名はいつもortep.epsなので自分でファイル名を変更して管理しておくこと。打ち出してみるとなぜかはみ出していたりするときもあるが、ORTEP3上で少し位置を動かしてみたり何回かやればなんとかなる。

4. POV-Rayでの画像ファイル作成

ORTEP3ではレンダラーPOV-Ray用のファイルが作成できる。手間がかかるが、作成したファイルをもとにPOV-Rayでレンダリングすると見栄えのするORTEP図が書ける。

ORTEP3からPOV-Rayファイルを打ち出す場合は、[File]-[Write Pov-ray File]でpov-rayファイルを作成できる。この際にPOV-Ray Interfaceが立ち上がるるので原子の色やElipseなどを選択する。

POV-ray Interface

Styleタブ

原子の形をどうするか選ぶ、ORTEP型やBall and Stickなど。絵が書いてあるのでそれを参考。

Atomsタブ

元素ごとのElipseStyle（楕円の線の有無、切欠きの有無等）、色、質感を選択する。左で元素を選択して、右でElipseStyle（楕円の感じ）、Colour（色）、Finish（質感）などを選択。

Bondsタブ

結合の太さ、色、質感を選択する。Thicknessで太さを決めて、Colour（色）、Finish（質感）、Texture（模様）を選択できる。また下のチェックボックスでも結合の感じを変えられる。例えばDraw bonds in two-tone styleにチェックすると結合の真ん中で色を区切ってMercuryっぽく仕上げられる。

Generalタブ

Background Colour（背景の色）、Principal Ellipse Colour（原子楕円の線の色）、Floor Colour（背景に床を表示する場合の床の色）、Ellipse Cutout Colour（切欠き部分の色）を選択する。またOptionsのチェックでいろいろ追加できる。Show floor 飾りの床が表示される。Ambient light図が少し明るくなる。Draw labels 原子ラベルの有無。Draw cell 単位格子の表示/非表示。

全て決まつたらOKをクリックするとPOV-Rayファイル（ファイル名ortep.pov）が作成される。次にPOV-Rayを立ちあげる。左上のOpenをクリックしてortep.povを開く。テキストが読み込まれたら、Runをクリックするとレンダリングが始まる。レンダリングの様子が別のウィンドウに表示されるので、すべての画像ができるまで待つ。これが終わると読み込んだファイルと同じフォルダに画像ファイルortep.bmpもしくはortep.pngが作成される。レンダリング画像の解像度は左上のところで選択できるので、ポスター等の大きな図に使う場合は解像度を上げる。

