

# BL-6B 測定マニュアル《簡易版》

大阪府立大学農学生命科学研究科応用生命化学専攻  
修士2年 北谷友也

BL-6B に R-AXIS ++が新たに導入されましたので、その操作法等を簡単にまとめました。

## 1. 測定準備

\* ゴニオの制御は、結晶のセンタリング時には従来のワイセンベルクカメラの、測定時には R-AXIS ++のコントロールにより行います。

### (1) 軸の制御をワイセンベルクカメラコントローラに切り替える。(Fig.1)

\* 軸の制御とシャッタの制御が同時に切り替えられ、コントローラの電源を OFF する必要はありません。ただし、切り替えたときにはコントローラのイニシャライズが必要です。



パネル中央の切り替えスイッチを WEISSEN.control unit 側にする。

Fig.1 ゴニオ制御切替器

(2) ワイセンベルクカメラのコントロール用の PC-9801 を再起動する。

(3) PC-9801 で 1, “ Weissenberg Camera Driving ” f2 “ remote ” でハッチ内のハンディターミナル(Fig.2)にゴニオの制御を移す。



Fig.2 ハンディターミナル

- (4) 結晶のセンタリングを行う。
- (5) ゴニオ制御切替器(Fig.1)のスイッチを R-AXIS control unit 側に切り替える。

## 2. 測定

- (1) 制御用コンピュータにログインする。 (Login : administrator , Pass : なし )
- (2) desktop 上の Control を起動する。 : ( Fig.3 )

<メインメニュー>



Fig.3 Control メイン画面

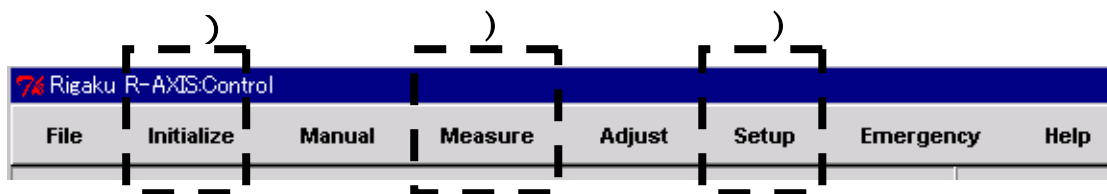


Fig.4

Control メインメニューの拡大図

- (3) Fig.4 : ) Initialize initialize で R-AXIS ++本体の datum を行う。  
 \* ) initialize Device check は initialize の Erase 以外の項目を実行する。
- (4) ) Setup Data Directory で測定で得られたイメージの収納場所を指定する。  
 ...イメージは E ドライブ の /image の下に各ユーザごとのフォルダを作って保存してください。( E ドライブ : SBSP サーバ "sb00a" の /home/raxis)
- (5) ) Measure で測定条件を設定する。  
 \* 特に入力が必要なもののみ挙げています。

)- 1 : IP Read (IP 読み取り条件、イメージ名入力) : ( Fig.5)

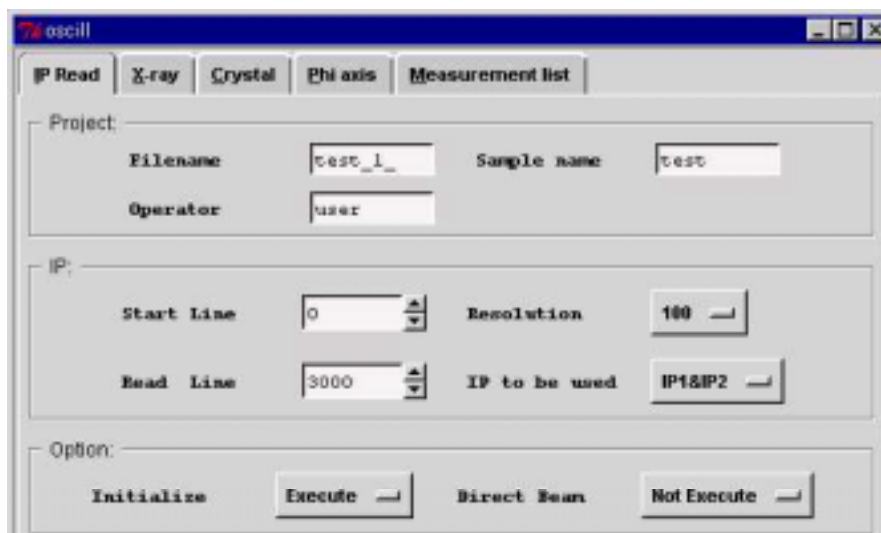


Fig.5

Measure – IP Read 画面

- Filename : イメージのファイル名  
 Sample name : サンプル名  
 Operator : 測定者名  
 Initialize : 測定前にイニシャライズを実行するかどうか。

)- 2 : X-ray (線源、検出器などの条件の入力) : ( Fig.6)

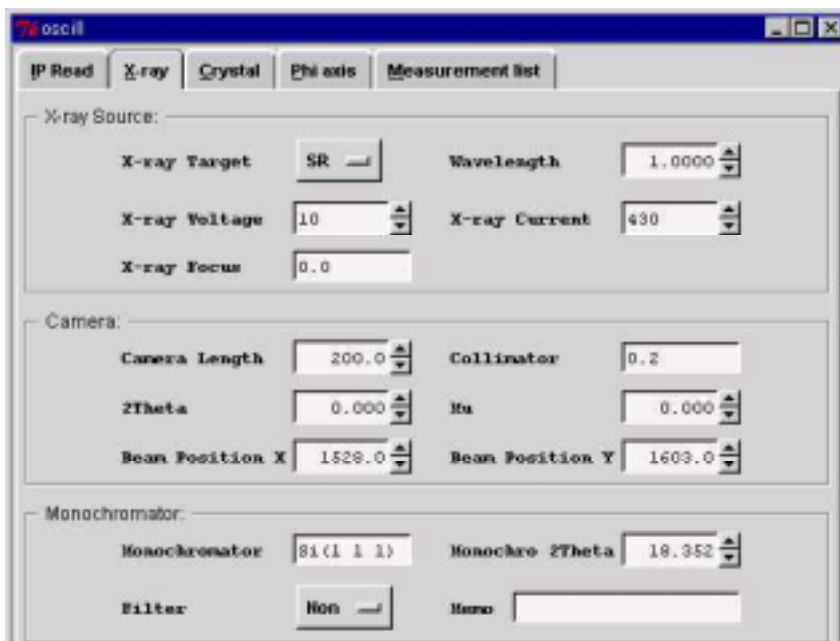


Fig.6  
Measure - X-ray 画面

Camera length : カメラ長 (最大 300 mm)

- \* もし Camera length を変更する場合は、Beam Position の値を修正する必要があるので、三浦さんに連絡して下さい。

)- 3 : Crystal (サンプル条件) : ( Fig.7)

- \* 必要があれば入力してください。

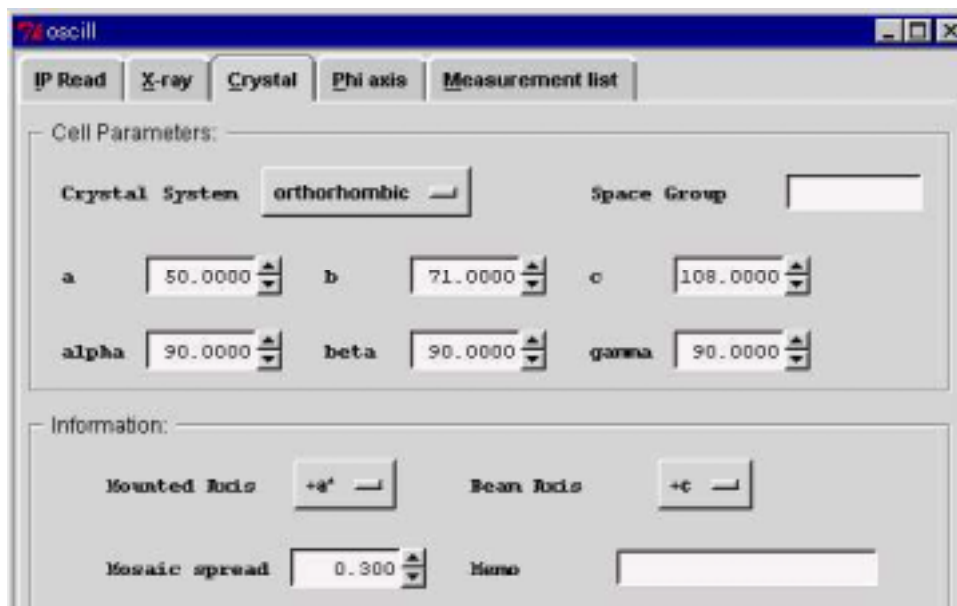


Fig.7 Measure - Crystal 画面

)- 4 : Phi axis ( 軸の制御条件) : ( Fig.8)

Number of Photos : 測定するイメージ数の指定 (最大 200 枚)

Start File No. : 1 枚目のイメージに付加する番号。その番号から連番でイメージに番号が振られる。

OSC. Overlap : 部分反射を少なくするため、振動をオーバーラップさせながら測定する際のオーバーラップ角度

Fig.11- a) について

Phi (deg) : Phi 軸の角度の入力

Delta : Phi 軸の振動角の入力

Time : 露光時間の入力

\* 1 枚目に上記の 3 パラメータを入力すると 2 枚目以降の Phi 軸の角度は計算されます。振動角、露光時間は 1 枚目の値が自動的に入力されます。(変更可)

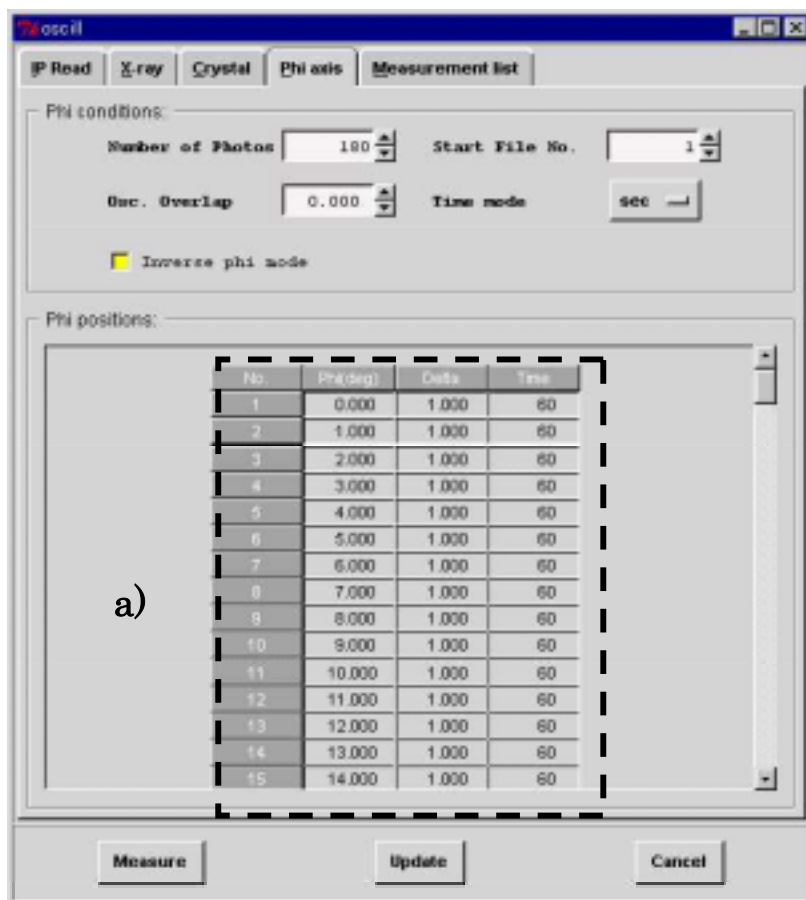


Fig.8  
Measure - Phi axis 画面

)- 5 : Measurement list : ( Fig.9)

測定リストが表示されています。  
ファイル名、振動角、露光時間の  
確認をしてください。

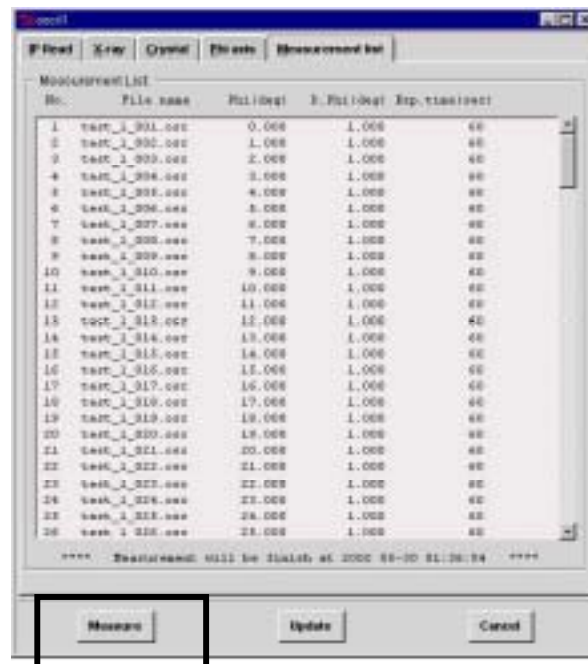


Fig.9  
Measurement list 画面

(6) Fig.9 : Measure で測定を開始する。

### 3. データ処理

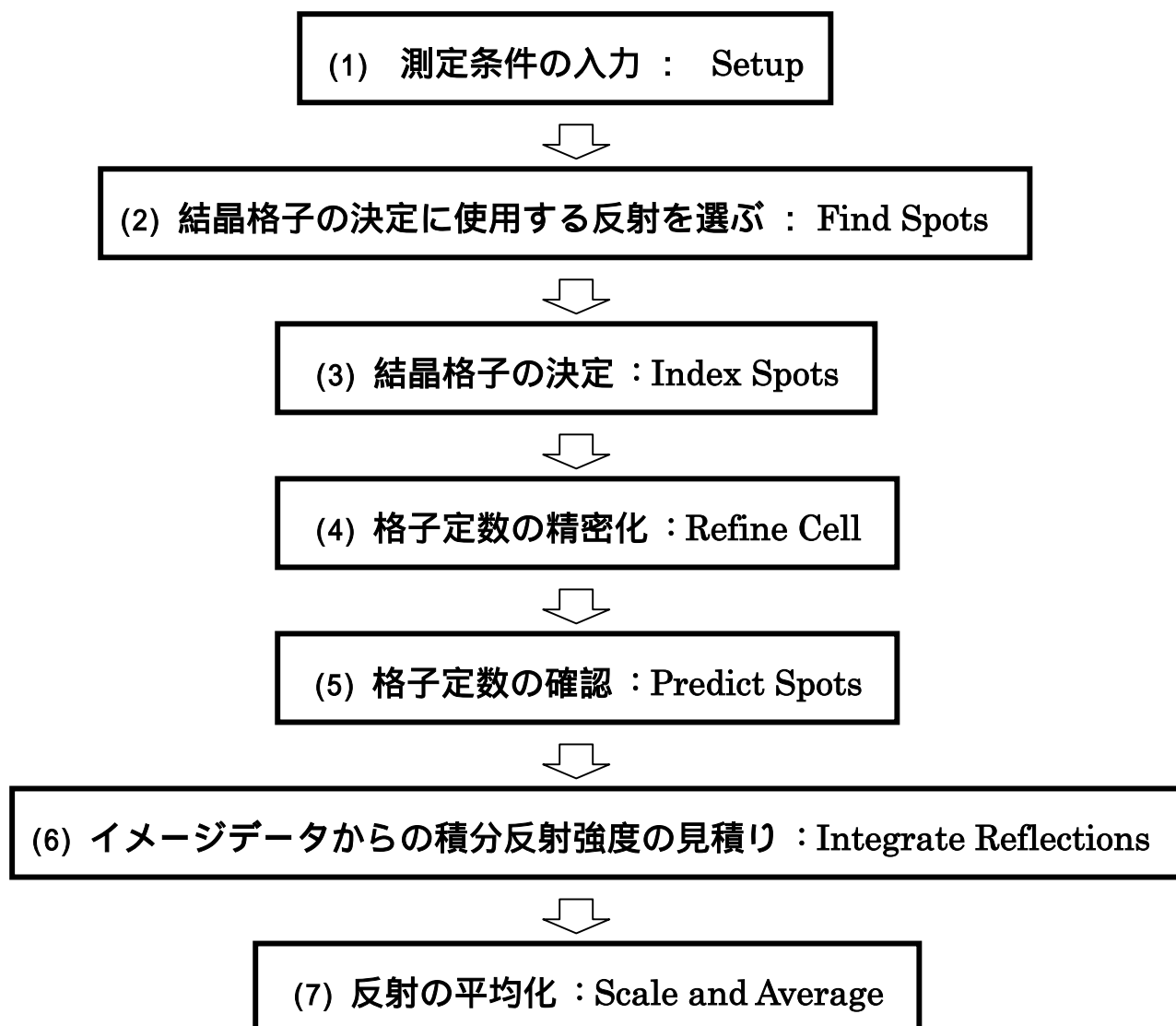
ホストコンピュータにはデータ処理ソフトとして Crystal Clear がインストールされています。

\* R-AXIS ++で得られたイメージは Mosflm でも処理できます。

<注意> Mosflm で detector に R-AXIS4 と指定した場合、default で 軸方向が =90 の vertical にセッティングされています。そのため、Mosflm 起動時の detector の指定の際、以下のセッティングで 軸方向を horizontal に変更してください。

> detector RAXIS4 omega=180

Clystal Clear は以下に示すフローチャートに従ってデータの処理を進めます。



**< 準備 >**

- (1) データ処理用コンピュータにログインする。 (Login : raxis4 , Pass : raxis4)
- (2) Clystal Clear にログインする。 (Login : raxis4 , Pass : raxis4)
- (3) Fig.10 の画面で New Project に Check を入れ、Project 名、Sample 名を入力する。Task は Process、Image Directory は測定時に作製したフォルダーを選択する。

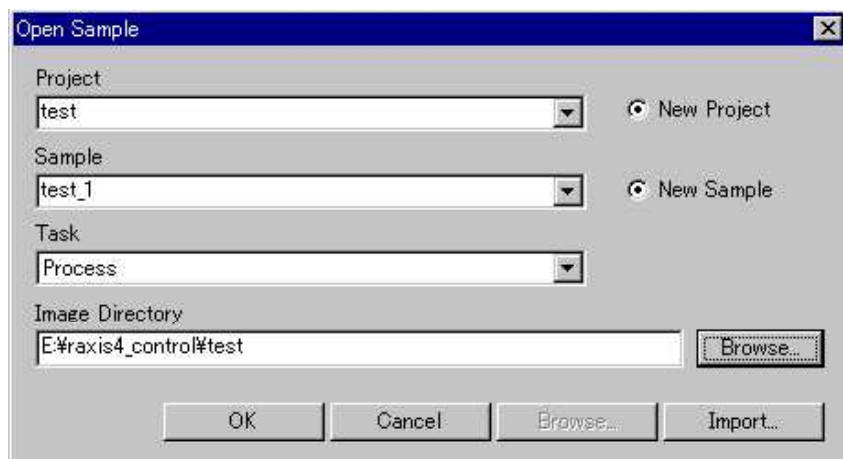
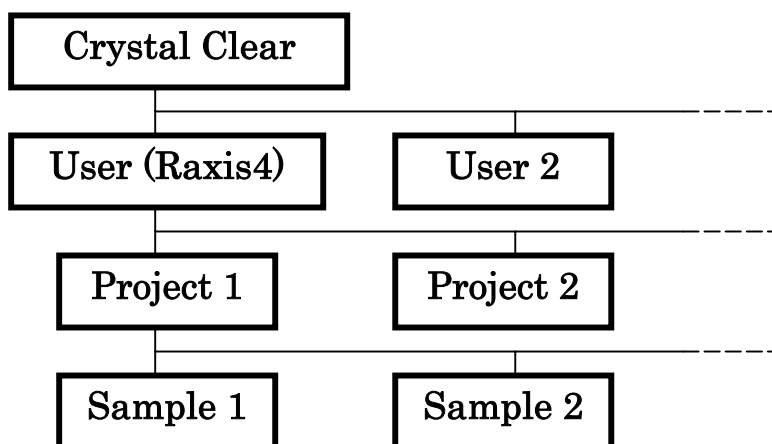


Fig.10  
Project 選択画面

- \* Crystal Clear は以下のような構成でファイルの管理を行うことで他のユーザーとの間でのファイルの交錯や消去を防いでいます。



- (4) OK を選ぶと Image directory 内のイメージファイルが認識される。

- \* これ以降の処理には、このとき認識されたイメージファイルしか使用できません。処理するイメージファイルを追加したい場合は、新しく Sample を作成してください。



## <データ処理>

Project、Sample が設定すると、メイン画面と Setup 画面が立ち上がります。  
( Fig.11 )

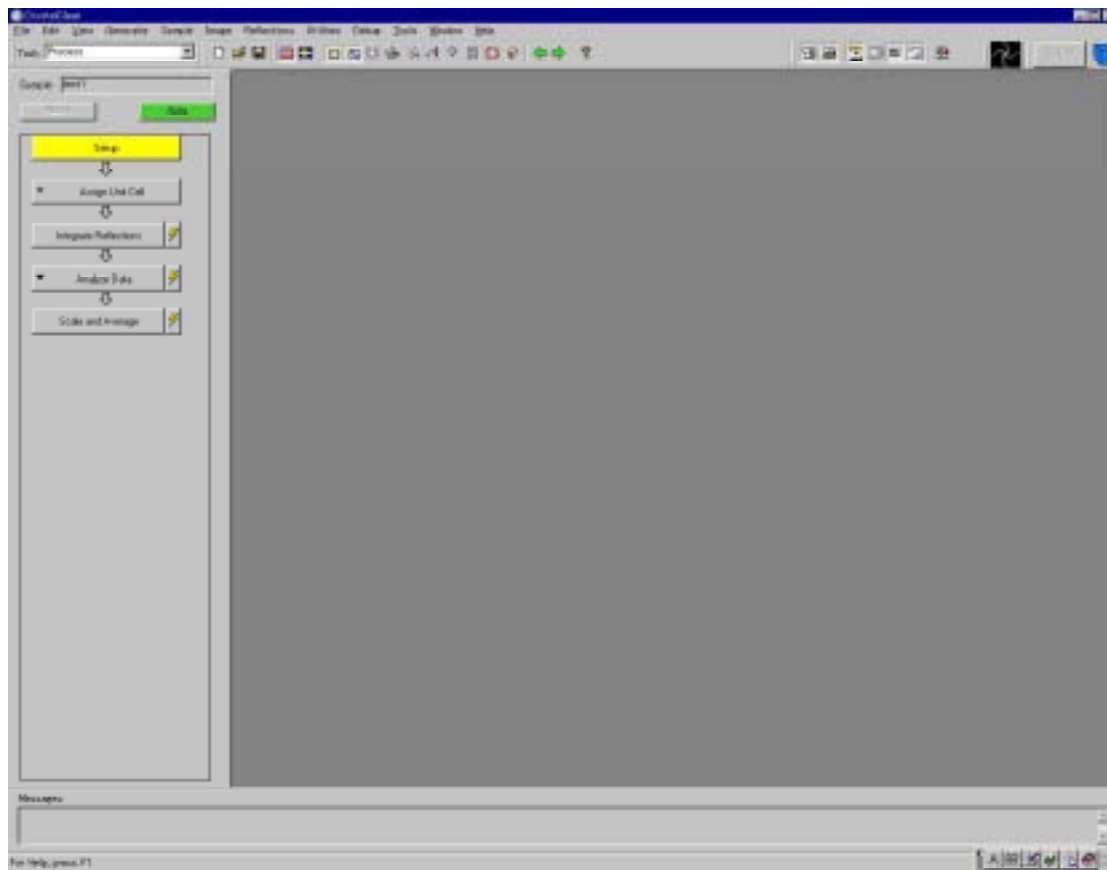


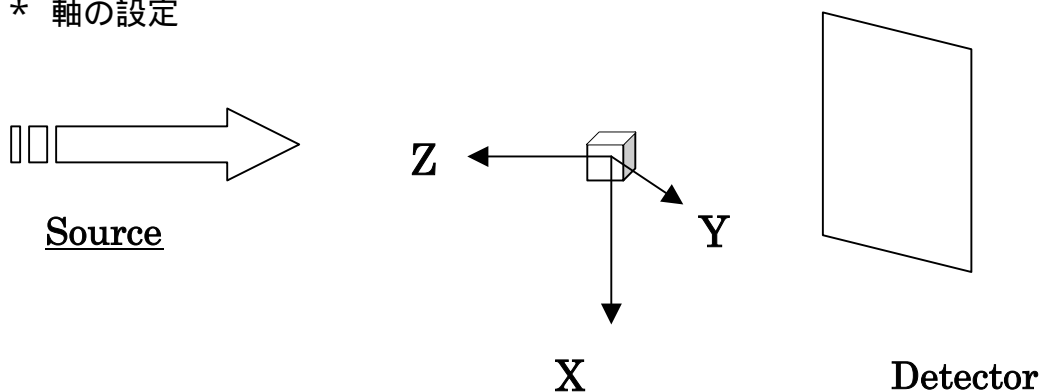
Fig.11 メイン画面

### <データ処理を行う前に>

6月4日現在、CrystalClear での  $\phi$  軸方向の設定が ( 1,0,0 ) で vertical にセッティングされています。

そのため、処理を行う前にメイン画面の Utilities – Header/Database-Editor で ROTATION\_VECTOR、および SCAN\_ROTATION\_VECTOR の値を ( 0, -1,0 ) に変更してください。

\* 軸の設定



## (1) Setup

ここでは測定条件等を入力します。( Fig.12 )

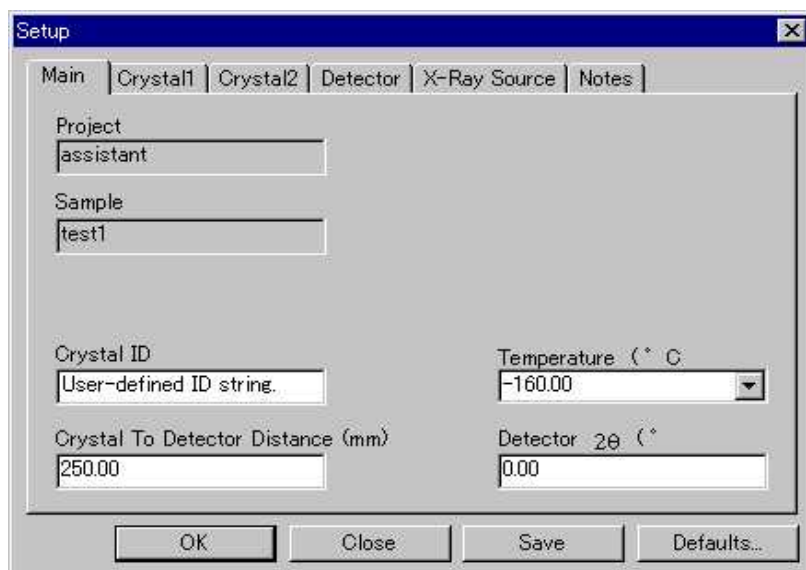


Fig.12 Setup  
メイン画面

- Main : 測定条件の入力
- Crystal1 : 結晶の外観等についての入力
- Crystal2 : 空間群などの入力
- Detector : 検出器についての情報の入力
- X-ray Source : 線源についての情報の入力
- Notes : メモの入力

通常、 Main 以外に特に入力する必要はありません。

## (2) Find Spots

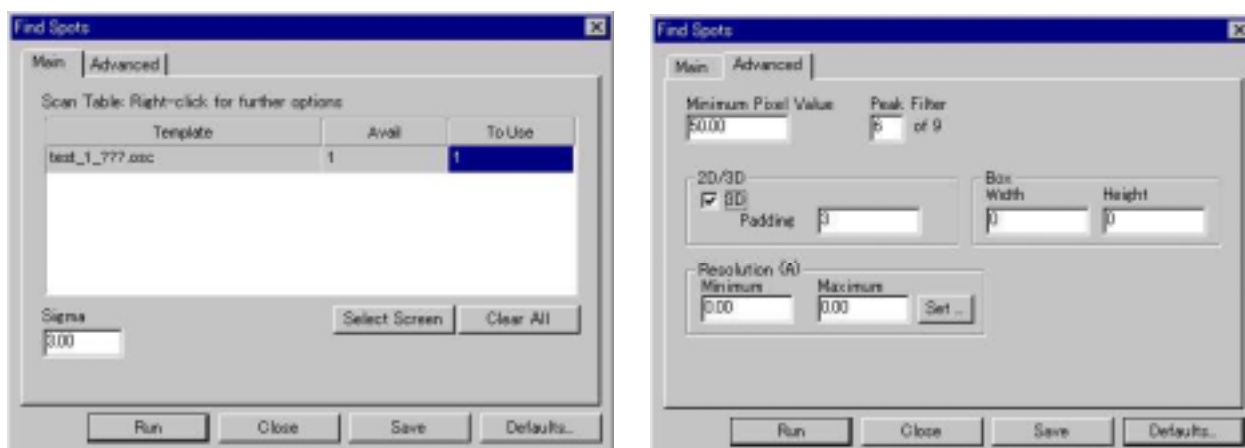


Fig.13 Find Spots 画面

結晶格子の決定に使用する反射を選びます。( Fig.13 )

- Scan table : 使用するイメージの選択  
 Sigma : Intensity / background の入力  
 2D / 3D : 連続測定のイメージを用いる際は 3D を用いる。その際、Padding を通常 3 に設定しておく。  
 ( Padding : 3 D profile 作成に用いるイメージ数。3 なら前後あわせて 7 枚のイメージで 3D profile を作成 )  
 Resolution : 反射を選ぶ範囲の指定。0,0 と入力した場合、検出面積全面が選択される。

### (3) Index Spots

結晶格子を決定します。( Fig.14 )

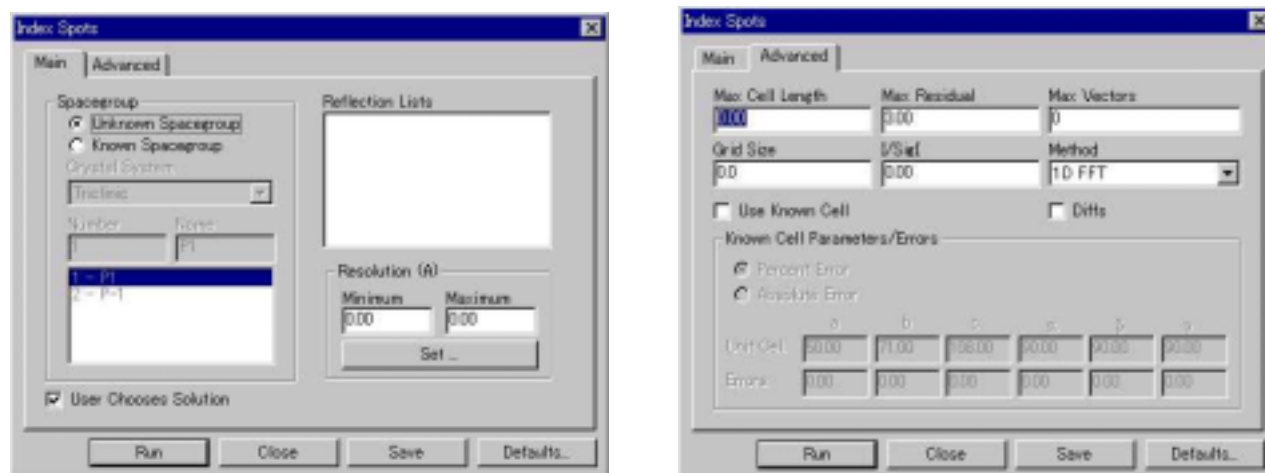


Fig.14 Find Spots - Advanced 画面

- Spacegroup : 空間群が既知の場合は入力する。  
 Resolution : 結晶の外観等についての入力  
 Cell parameter : Cell parameter が既知の場合、入力できる。

### (4) Refine Cell

格子定数等の精密化を行います。( Fig.15 )

- Crystal : 格子定数の精密化に用いるパラメータの選択  
 Detector : 検出器に関する精密化に用いるパラメータの選択  
 Source : X 線源に関する精密化に用いるパラメータの選択  
 Resolution : 精密化に用いる範囲の入力。0,0 で検出面積全面の選択。  
 I /  $\sigma(I)$  : I /  $\sigma(I)$  の値を入力。Cycles で最小二乗法の回数を入力。  
**Mosacity の精密化は 2 通りの方法があります。**

) Refine on: に Images を選択し、用いるイメージを指定する。Test Mosacity にチェックをして Run をクリックすると Mosacity の精密化が始まる。

) Integrate Reflections の後、dintegrate.ref を用いて Mosaicity だけを精密化する。

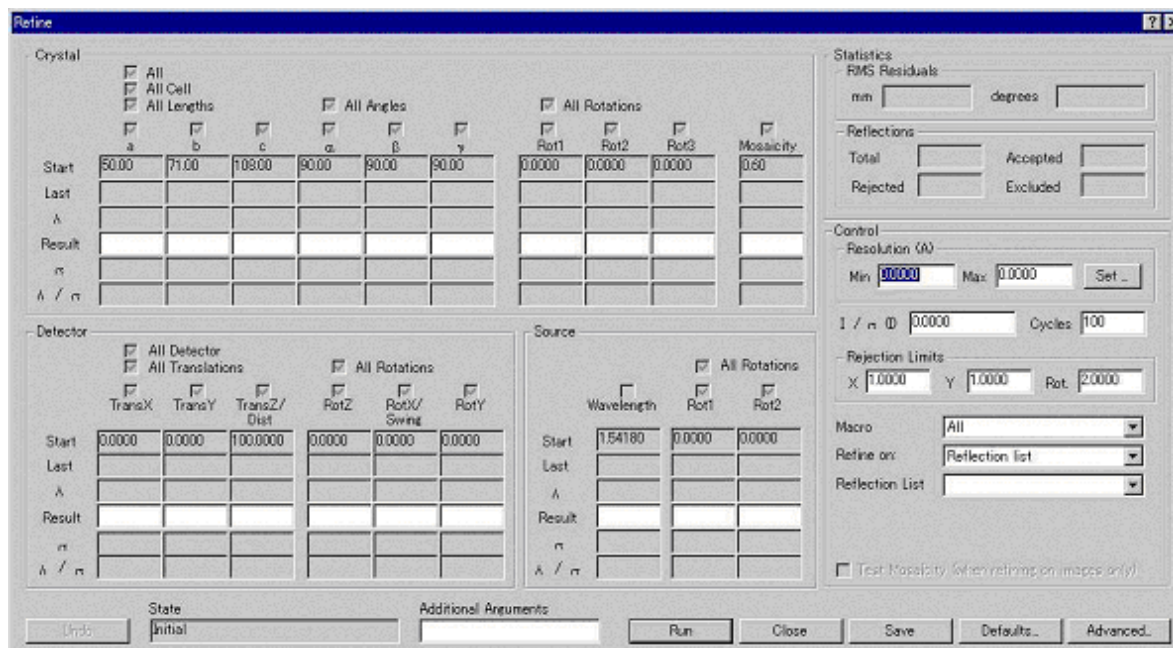


Fig.15 Refine Cell 画面

## (5) Predict Spots

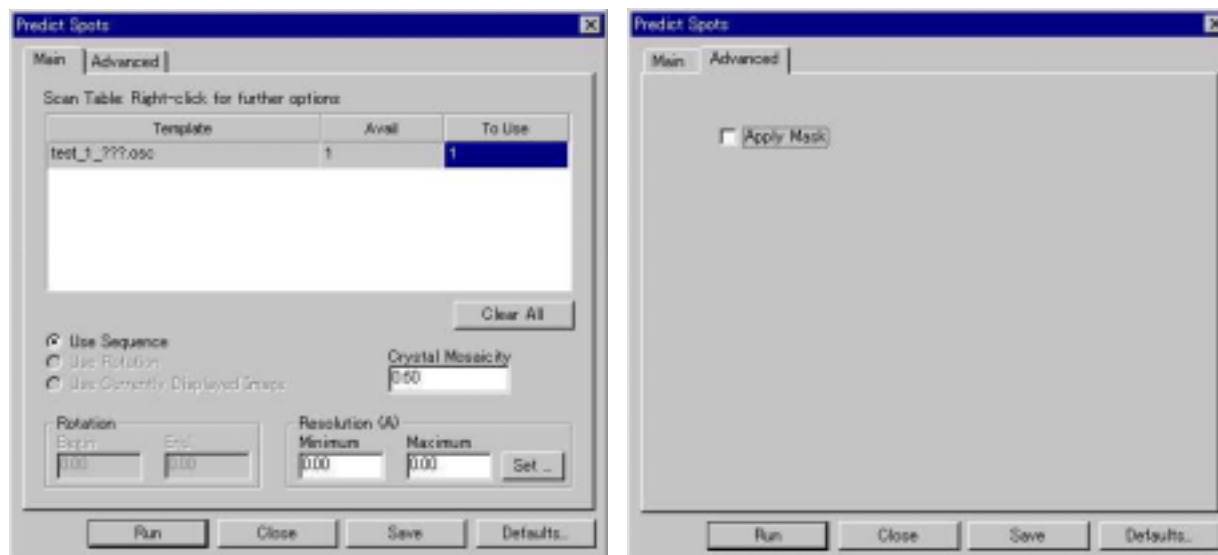


Fig.16 Predict Spots 画面

格子定数、結晶方位の確認を行います。( Fig.16)

Scan table : 使用するイメージの選択

Resolution : 表示する範囲の入力。0,0 で検出面積全面の選択。

\* prediction による確認は、複数枚のイメージで行なって下さい。

## (6) Integrate Reflections

格子定数、結晶方位の確認を行います。( Fig.17)

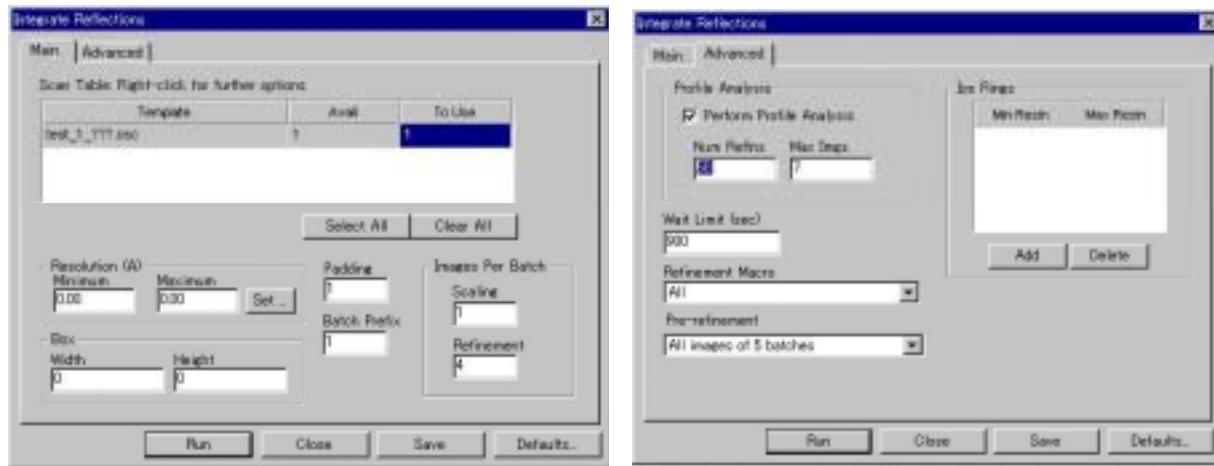


Fig.17 Integrate Reflections 画面

- Scan table : 使用するイメージの選択
- Resolution : 積分する範囲の入力。0,0 で検出面積全面の選択
- Box : 積分反射強度を見積もる際に用いる測定箱の大きさを指定する。0を入力すると自動的に値が設定される。
- Padding : Padding は通常3に設定しておく。
- Image Per Batch : Scaling は で指定した枚数、Refinement は 1~2° 毎に設定する。
- Refinement Macro : ALL にすると Mosacity、UB マトリックス、X 線の入射角まで精密化する。Single Step Refine を指定すると精密化するパラメータを選択できる。
- Pre-refinement : Integration の前に簡易の精密化を行うかどうかの選択

## (7) Scale and Average



Fig.18 Scale and Average 画面

格子定数、結晶方位の確認を行います。( Fig.18)

- Reflection Lists : dtintegrate.ref :  
3 D profile を使わず integrate したデータ。  
dtprofit.ref :  
3 D profile を使って integrate したデータ。  
低分子は dtintegrate.ref を選ぶ。蛋白は、dtprofit.ref  
の方が良い場合が多い。必要なら両方で処理を行って  
みて、統計値が良い方を選ぶ。
- Error Model : Auto のチェックをはずし、Weight Multiplier は  
Explicit を選択。
- Correction : ここではBatch Scale、および Absorption Correction  
を選択する(低分子)。蛋白の場合は吸収補正を行な  
わないことが多い。
- Exclude Sigma For Refinement  
: 通常3に設定しておく。  
等価反射同士の強度のズレにより求められた偏差を  
使い、等価な反射の強度差が閾値×偏差より大きい  
場合その反射を除いて処理する。
- Scale Anomalous : Scaling 時にバイフットペアを独立に扱うか平均し  
て使うかを選択する。
- Normal Output : output ファイル名などを指定する。
- Resolution : Scaling 範囲の入力。0,0 で検出面積全面の選択