

teXsan/Shelx97/KenX を用いる X線構造解析入門

Windows - XWindows 端末ソフトを用いて

九州大学 大学院理学研究院 化学部門 教授 酒井 健

平成 16 年 12 月

IRIX/teXsan サイドでの準備：

teXsan/extras/shelx97 フォルダに、IRIX用のSHELXSとSHELXLをインストールする。

Shelxl97 がインストールされていない場合、ライセンス契約とダウンロードを行う必要がある。 <http://www.ucg.ie/cryst/shelx.htm> を訪れる。ライセンス契約書は <http://shelx.uni-ac.gwdg.de/SHELX/applfrm.htm> にあるので、それをプリントアウトして、Sheldrick 博士あてに郵送する。そうすると、各種コンピュータに対応するバージョン別ファイルのFTPダウンロードサイトへの入り方を教えてもらえる。IRIX用のファイル各種をダウンロードし、上記フォルダ内に入れる。ただし、配布時の名前と上記名前が異なることに注意せよ。勿論、実行ファイル名は上記大文字6文字の名前に変更する必要がある。それにより、teXsanによる認識が可能になる。

Windows サイドでの準備：

Windows マシンを用意する。比較的計算速度の速いものが良いであろう。巨大分子を取り扱うのであれば、CPUとメモリに関してスペックの高いものが良いであろう。LANを構築し、IRIXとDos/VをLANでつながる状態にする。

ファイルのやり取りを行うためのFTPソフトを何かインストールする。WS_FTP.EXEなどのソフトが良いであろう。

X-Win32などのXwindow 端末ソフトを購入し、全ての解析作業を複数のWindows上でやっているが、なくても仕事はできる。しかし、複数の教員・学生が同時進行で仕事を行う場合には、あると便利である(US\$100-200程度で購入できる)。

<http://www.starnet.com/>

ORTEP.psの描画をteXsanで行い、それをWindowsに転送し、JPEGなどの形式に変換して用いるためには、*.ps(Post Script File)を開くソフトが必要である。この目的には、GSView(Ghost View)というソフトがお勧めだ。ダウンロードサイトは、<http://www.cs.wisc.edu/~ghost/gsview/> だと思う。

Shelxl97 がインストールされていない場合、ライセンス契約とダウンロードを行う必要がある。ライセンス契約書については上記同様であるので省略する(重複して行う必要はないことに注意せよ)。Windows用のソフトは、<http://www.ucg.ie/cryst/shelx.htm> でSHELXLのボタンを押す。それで何も変化がなかったら、<http://www.ucg.ie/cryst/shelxl.htm> と変更して、リターンを入れる。実は、ちょっと細工がしてあるのかも?(Sheldrickのいたずら??)。うまく入れないことがあるが、.htmのまえにlの字があるか否かの違いである。直接法プログラムshelxs.htmについても同様である。また、Shelxlのマニュアルは、<http://shelx.uni-ac.gwdg.de/SHELX/shelx.pdf> にあるので、pdfでダウンロードし、プリントアウトし製本するなどして参照する。細かいディスオーダー構造を解析したい場合には、やはりフリーエマップを良く観察す

る必要がある。実測の F(obs)マップの観察が非常に重要である。また、斜方晶系などで空間群を取り違えやすいような場合には、空間群判定プログラムにアクセスする必要がある。この目的には、PLATON (Platon for Windows) がお勧めである。<http://www.chem.gla.ac.uk/~louis/software/platon/>へ行き、三つのファイルをダウンロードする。三つ目の Readme に従い、インストールを行う。使い方： PWT (Platon Taskbar) を起動し、File の SelectFile により、解析中の*.ins ファイルを選択し、タスクバー左から3番目のトライアングルのボタンを押し、実行ジョブを選択する。

この他、ORTEP 描画ソフトの入手も可能であるが、著者らは teXsan の操作に慣れているので、解析の間ちょっと分子をながめる程度の用途に用いている。温度因子の異状がないか否かの判定にはな。Win 用のソフトである ORTEP3 のダウンロードサイトは <http://www.chem.gla.ac.uk/~louis/software/> である。ライセンス契約の必要があるが、自動返信システムを採用しているので、email だけで迅速に契約を交わすことができる。勿論、ただのソフトである

最後に、KenX を著者 HP よりダウンロードし、インストールする。フォルダ全体の圧縮 ZIP が用意されている。ZIP をダウンロードし、c:\Program Files\KenX という名前のフォルダを作成し、全てをそこに入れ、用いる Windows のバージョンに合わせた実行ファイルを選択し、ショートカットを作成し、実行しやすいところへそのショートカットを設定しておけば良い。なお、KenX は既に更新を停止したソフトであり、過去2年間は内容的には全く変更していない。著者の所属が変更したことや、文字を外国の Windows でも対応できるようにするために、従来の MS P ゴシック体に換え、Arial フォントに変更したことである。

teXsan のデータを Shelxl97 で精密化し、再度 teXsan に戻して、ORTEP、平面計算を行う方法：

- (1) 既存の解析データフォルダで teXsan を起動し、LS/Fourier から Shelxl97 を選択し、Shelxl 最小二乗計算を実行する。
- (2) これにより、実行フォルダ内に、shelxl.hkl 及び shelxl.ins(及び他)が作成される。
- (3) Q u i t で抜けると、teXsan の原子座標データ atoms.dat は更新されず、Exit で抜けると atoms.dat は更新される (どちらを選んでも良い)。
- (4) shelxl.hkl と shelxl.ins を自分の Windows マシンに F T P で転送する。ファイルは、新しいフォルダを作成し、入れる。名前の変更を行う。例えば、shelxl.hkl → complex1.hkl & shelxl.ins → complex1.ins 。拡張子名のみ異なることに注意せよ。同一のファイル頭部であることにより、Shelxs, Shelxl, Platon, ORTEP3 などは二つのファイルをセットで認識するのである。
- (5) WSXL97.EXE を実行する。
- (6) ファイル名を聞いてくるので、先に命名したファイルの頭部のみを入力する (この場合、complex1 のみを入力する)。OK を押すと、ファイル・フォルダ選択用のダイアログが現れるので、作業フォルダを選択し開く。そうすると、ファイル名の部分は自動的に、complex.ORT と表示される。そのまま、OK を選択すると Shelxl 最小二乗計算が実行される。Ins を Overwight (上書き)保存すること。

【注】teXsan で作成した ins file (=instruction file) は、WSXL97 で実行可能であるが、KenX は Win 版の WSXL97 の出力ファイル形式に合わせてあるため、若干の不都合を生じる。そのため、一度 WSXL97.EXE をここで実行し、その結果をセーブしてから KenX による解析モードに入る必要がある。また、水素原子座標については、予め全て削除しておく方が良い。TeXsan の出力では、水素原子を全て固定しているが、Windows 版では、HFIX コマンドを用いて水素原子を理想位置に自動発生させ、その後、AFIX コマンドで規制をかけ、いわゆる riding model refinement を行う。従って、teXsan での水素原子情報は通常必要ない。重原子をあまり多く含まない有機物結晶の場合には、全てを精密化することがしばしばあるが、金属錯体などの場合には通常 HFIX/AFIX の適用対象となる。有機物の構造中で水素原子を精密化する場合には、自動発生させた水素原子を精密化するモードに切り替えてからさらに精密化を行えばよい。

- (7) KenX を起動し、ins を開く。OK を押す。
- (8) まず、空間群を設定する。画面左上に水色のボックスで「Choose!!」と表記されているものがある。その二つ左隣のやはり水色数値ボックスを上下矢印で変える。この番号は、空間群番号である。その右側がセッティング番号である。いじれば分かる。これにより、KenX は ins ファイル内にその情報を書き込む。その情報は WSXL97 に読み飛ばされるように REM の書き出しで書き込まれる。KenX のテキストエディター、あるいは秀丸などのテキストエディターで開いて見れば分かる。また、ins ファイル内の原子座標より上部に書き込まれているジョブ指令は、KenX 上にて Commands/Edit_Shelxl-97_Commands を選択することによっても行える。

後者は、ジョブ指令内容のチェックと修正に頻用することになる。

(9) KenX の簡易説明 :

分子の回転法には 2 種類有り。二種は Rotate ボタンのチェックで切り替え。画面ダブルクリックでも切り替え可。あとは、teXsan 同様。

Expand は、対称操作により結合しうる隣接原子団をサーチし描画する。計算実行後に表示されるのは、見つかった操作のうち第一番目のもののみである。2 番目以降の表示には、黄色ボックスの数値を 2, 3, ... と変化させることにより行う。対象操作が同時にその右隣のボックスにない表示される。操作は画像上 * 1、* 2 などの記号を原子名に付記される。

Packing も Expand 同様である。格子も描画には ShowCell を、格子軸名の描画には LabAxis をチェックすることにより行う。

時間の都合上、本稿ではその他の詳細使用法の説明はこれ以上行わない。詳細は、KenX フォルダ内の KenxMan.doc ファイル (英語マニュアル) を参照していただきたい。

(10) 解析のポイント :

非水素原子を精密化する。WSXL97.EXE を実行、KenX で開き、MovePeaks を実行し、おかしな原子を削除し(delete)、大きなピークに原子名をつけ(name)、numbering を修正し、XYZUij and Others で異常原子の有無を確認し、XYZUij and Others で原子のソートを行い、Ellipse で異方性温度因子の対角項の大きさをながめ認識する。最小二乗計算の計算回数は L.S. n の n を変更することにより行う。計算後に出力するピークの数に PLAN x の x を変更することにより行う。X にはマイナス記号をつける場合とつけない場合のセクションがあるが、どちらでも良さそうである。

原子の修正を行い、Save_Ins する。WSXL97 を実行し、Ins を Overwright する。ReOpen し、再度修正を行い、SaveIns する。SaveIns の際に、KenX は最小二乗重みの係数の修正も行っている (Shelxl が報告してくる値を更新している)。従って、原子修正操作を行わなくても、ReOpen → SaveIns → WSXL97 → Overwright の操作を繰り返すだけでも意味がある。最小二乗計算中の表示で R 1 (all data) が表示されるが、R 1 (all data) が劇的に高くなる場合には、ins の修正が理にかなっていなかったことを意味するので、エスケープし、ジョブを中止し、Overwright しないで WSXL97 を抜ける。

KenX は SaveIns するたびに、バックアップファイルを同一フォルダ内に保存しているが、その情報ファイルでは、拡張子数値とファイル内先頭行の KENX 008 などの書き込みにおける数値がちょうど一つづれている。従って、バックアップファイルを開いて再度解析対象とする場合には、既存のバックアップファイルの拡張子番号を確認の上、KENX XXX なる一行目の書き込み値を大きめの値に設定してから、Save_As で拡張子を.ins に変更し上書き保存すると良い。これにより、ファイルの混乱を防ぐことができる。例えば、既存バックアップファイル数が 20 個である場合、*.000 ~ *.019 が存在し、*.019 ファイル中の先頭行には KENX 018 の書き込みがあるはずである。そこで、この書き込みを KENX 021 などと 3 つ足した値に変更し、Save_As (秀丸) で拡張子を ins に修正し保存する。

OMIT HKL を *.lst の情報をもとに設定する。低角度領域の粗悪反射の削除を行う。Omit HKL using *.lst を commands から選ぶことにより resolution の大きさを確認する。通常、resolution > 10 の反射データを add しておく。これにより、ジョブ指令内に OMIT 1 0 0 などと一行書き加えられる。最近では、SHEL 10.00 0.75 という一行を入れ、低角と高角の限度を指定するのが良いことが分かり、それを用いている。特に、0.75 の部分を少しずつ変更し、見かけの Completeness を改善するよう努力すべきである。具体的には、Shelxl で ACTA 指令を入れ、CIF ファイルを出力させ、その最終行に出力される、_diffn_measured_fraction_theta_full が 1 に近い値となるように、0.75 部分を少しずつ小さく

くし、CIF 中の値を再検討する必要がある。この値は、 $\lambda/\sin\theta$ に相当する。

異常原子の見極め方：温度因子の大きさを ORTEP 図で判定する。大きくなるような自由度の高い原子なのか否かを良く考え、吟味する。異常につぶれた楕円になっている場合は、もっと重い元素であることを示唆している。例えば、O 原子が存在するところに N 原子を locate した場合には同様な楕円のつぶれが観測される。他方、大きすぎるばあにはもっと軽い元素が実態であるという可能性について検討せよ。この場合には、より低い多重度で存在するという可能性も同時に合わせて検討せよ。Commands の Split_Atom_Using_*.lst を選択すると、正值条件を満たさない原子 (NON-POSITIVE DEFINITE) の有無、ならびに 2 つに分割して分けて locate すべきか否かの suggestion が見れる (Shelxl97 が出力する *.lst の情報を自動取得するように KenX がプログラムされている)。しかし、必ずしも Shelxl97 の Split の要請を受け入れる必要のないことを肝に命ぜよ。受け入れるのであれば、そのウインドウ内でその原子を選択し抜けることにより既存原子回り 2 箇所新しい等方性温度因子の原子 A 及び B を導入することができる。その後、それらの中心位置に置かれていた異方性温度因子の原子を削除し、適切な条件を設定 (多重度の精密化のための自由変数の追加など) を行った後、SaveIns し WSXL97 を実行し、ReOpen する。しかし、必ずしも良い結果とならない場合もしばしばあるので、現状で満足いく結果と判定されるのであれば、あえて無視するのも手である。あくまでも参考にする程度でよいと思う。経験を積みれば分かるようになるものである。水素原子を置く。HFIX を選択し、適切な mn 数値列を選択し、原子を選択し、Apply する。芳香環水素は 4 3、メチルは 1 3 7、OH は 1 4 7、メチレンは 2 3、メチンは 1 3、詳細は SHELXL のマニュアルを見よ。これも、やはり ins ファイルに情報を書き込む操作である。従って、直後に、SaveIns → WSXL97 → Overwright → ReOpen を実行する必要がある。開くと、水素原子が発生されたことに気付く。原子ファイル (ins) を開いてみると、どのように水素原子が認識されているかが分かるであろう。水素原子は AFX 43 及び AFIX 0 という行の間に定義されている。これは【 】の始まりと終わりを意味している。【 】内の水素を、4 3 の条件の水素として、その【 】の直前に置かれている炭素原子等に RIDE させない、ということの意味し、それを SHELXL に実行させている。

原子の locate と refinement がほぼ終了すると、残りのピークは全て強度 $1 \text{ e} / ^3$ 以下となる。これが理想であるが、重原子を含む化合物の場合には重原子回りに $2 \sim 3 \text{ e} / ^3$ の残差ピークを残す場合もしばしばある。しかし、それなら、それがその構造解析の限界と思ってほぼ間違いないであろう。問題となるのは、孤立した空間に (既存の原子からかけはなれた空間に) 比較的大きなピークが残っている場合である。また、CCD エリアディテクターを用いて収集したデータでは、その測定精度が高いがゆえに、以前のポイントディテクターでは見えなかったディスオーダー構造が見えてくる場合がしばしばである。皮肉なことに、それゆえ、最近の回折データで構造解析を行う方が、以前より大変な処理をしなければならないケースも少なくない。何も存在しない空洞領域にあまり大きくないが 1 以上のピークが見えたら、もしかするとディスオーダー原子団がボケて見えているのかもしれないと懸念せよ。その判定にはやはり PLATON による MAP 観察である。差フーリエのマップをみるのが良い。原子を間違えて locate している場合には、あやしい原子団をあえて消去してから、最小二乗計算をやり直し、その後差フーリエ合成のマップを観察するのが良いであろう。

上記のようなケースでは、単純には PLAN x の x を 50 とか 100 などと通常より大き目の値に設定することにより、Q ピークをより多く出力させ、それを KenX で良く吟味し、原子団を導入する。導入する前には、必ず PLATON で良く観察し、何がどのような状況でディスオーダーしているのかを良く吟味する必要がある。そして、導入すべき原子団が複雑なものである場合には、剛体モデルを予め直交座標で定義しておき (KenX フォルダ中の goups フォルダ内にファイルで定義する) それを Locate コマンドで読み込む。読み込んだあとは、Adjust モードで Q peaks の位置をもとに回転、シフト操作を施した後、Apply し、導入位置を決定

する。その後、SADI, PLAT 等のコマンドで剛体の構造に restraints (規制) を施し、占有率の定義 (Free Variable 21, 31, などで占有率を精密化?) を行ったり、また PART 指令で原子団の分類わけを明確化し、SaveIns し、最小二乗計算を実行する。最初は、全て等方性温度因子、しかも同一の等方性温度因子に設定し、精密化を行う。発散するばあには、占有率を適当な値に固定し、適当な値をサーチする。最終的には、可能な限り全ての原子を異方性で処理したいが、妥当な温度因子で精密できない場合には、当方性でよしとする。

アルキル鎖がディスオーダーしている場合には、PART 1 と PART 2 の部位でそれらディスオーダー構造を分類する。母体の PART はジョブ指令中では省略されているが、省略されていることはそれがゼロ番 (PART 0) であることを意味している。二つの構造部位にディスオーダーしている場合、水素原子は最初削除しておき、それぞれに PART 1 及び PART 2 を割り当てる。温度因子が最初一つの自由変数 (FVAR) で定義する。多重度は、片方に 31 などの自由変数 (fv(3)) を割り当て、他方に $-31 = 1 * (1 - fv(3))$ を意味する。従って、 $-30.5 = 0.5 * (1 - fv(3))$ を意味する。このような条件のもと、ディスオーダー構造の解析するための初期構造を可能な限り reasonable に設定することが要求される。初期構造があまりにも真の構造からかけはなれている場合には、最小二乗計算で修正される数値は発散してしまう。最初は規制を厳しくし、精密化することに規制を外し、理想的には何も規制をつけないで最終データを得るのが望ましい。

精密化が終わりそうになったら、まず元素組成のチェックを行う。置いていない水素原子も含む真の元素組成に修正する。組成は、比重、X線吸収係数などの結晶学的パラメーターの算出の根拠となるため、間違えがないようにする。そうしないと、下記の ACTA コマンドによって書き出される CIF ファイル内の結晶学的データに誤りを生じることになる。従って、最終精密化時に気をつけなければならないのは、原子名の整理とソート、それからこの組成の問題である。

最後に、ACTA, BOND \$H, CONF など publication 用データの出力に関する指令を加える。ここで、BOND \$H の \$H は水素原子の距離角度も CIF に書き出すことを指定している。ACTA の基準では水素原子の結合距離角度 (計算であったも) も入れることが要求される。従って、ここは \$H を付けるほうが良い。これらは、解析の途中段階でどこでいれてもかまわない。最初から入れておく習慣をつけるのも良い。さらに、対象操作で発生する隣接原子との結合を意図的に計算させておきたい場合には、EQIV \$2 -x, 1-y, -z などの対称操作指定カードと BIND PT2 PT4_\$2 を入れる。これにより、この操作で結合している PT2 と PT4_\$2 の間の結合と角度、あるいは torsion 等が CIF に計算出力される。平面計算については、MPLA という Shelxl のコマンドがあるのでそれを用いて指定し、最小二乗計算を実行することによって計算を実行する。その結果は LST の拡張子を持つファイル中に書き出される。距離角度の計算は teXsan でもできるので、そちらで contacts.tbl を作成したり、Find Hydrogen Bonds を実行することにより水素結合、ファンデルワールス接触を算出するのが安易である。しかし、注意しなければならないことは、標準偏差の見積もり方である。通常、標準偏差の見積もりには最小二乗計算時に作成されるパラメーターの相関行列を用いている。teXsan の場合には、matrix.dat なるファイルがフォルダ内に出力されているが、それがこの相関行列である。これに対し、Shelxl97 はそのような情報を内部で処理し、データをいちいち出力していない。また、teXsan 上で全く同一条件で最小二乗計算を試行することができればよいのであるが、それも不可能である (できないから、Windows 上で仕事をするわけだから、、、)。従って、適切な距離角度の計算値は SHELXL のみによって行うことができることになる。最終的に不足する距離、角度、ねじれ角、平面計算は、Shelxl で決定した原子座標、温度因子、及び標準偏差を teXsan へ逆輸入することにより行う場合もあるが、あまり勧めない。teXsan 上での計算値に対する標準偏差にはパラメーターの標準偏差と格子定数の標準偏差が用いられる。従って、厳密には正しくないということを記憶にとどめつつ用いる必要がある。また、場合によ

っては全く unreasonable な標準偏差を与えているケースもこれまでに体験したので、偏差として reasonable な値がどのような値かというセンスを身につけることも重要である。

- (1 1) teXsan への逆輸入は以下の方法により行う。最終精密化が終了したら、ReOpen し、File から Save_teXsan.ins/atoms.dat/atoms.pks を選択し、実行する。エラーが出なければ、三つのファイルを作成したことを伝えるダイアログが現れるのでOKで抜ける。

【注意】うまく作成されていない場合は次のことについて検討せよ。この操作では、作業フォルダ内に存在する*.lst ファイルにアクセスし情報を入力し、ファイルの作成を行っている。各パラメーターの標準偏差の詳細については、*.lst 内のデータを採用している。従って、*.lst が存在しないとこの操作はできないことになる。場合によっては、*.cif にもアクセスしているかもしれない。うまく出力されない場合には、これらのファイルがあるか否か、また内容が適切であるか否かをチェックする必要がある。

- (1 2) FTP ソフトを起動し、atoms.dat を teXsan の作業フォルダに戻す。

【注釈】atoms.pks は最後の WSXL97 実行後に検出された差フーリエのピークである。また、当初著者らは、teXsan.ins を逆輸入に用いていたので、このファイルが作成される。このファイルは WSXL97 と teXsan の読める ins ファイルの形式に互換性がないことにより生じる。teXsan のプログラマーは FORTRAN 的にデータの読み込みプログラムを作成したため、数値のカラムが少しずれるだけで、エラーを生じバグってしまうのが現状である。従って、teXsan の読めるフォーマットの ins ファイルの作成を行う必要があった。しかし、それでもなおエラーを生じる場合があるため、最近では、atoms.dat を作成し、逆輸入に用いている。cif を逆輸入に用いることもできるが、ここでは省略する。

- (1 3) teXsan を起動する。
(1 4) ORTEP を作成する。FTP で Windows に*.ps を転送し、出力する。
(1 5) Tables の distances and angles で contact.tbl, plane.tbl など不足するデータの計算を行い、出力ファイルを Windows に転送する。しかし、極力 Shelxl での計算結果を用いるようにすること。
(1 6) 主だった数値データテーブルの作成は Windows 上で作成した*.cif を用いる。酒井作成の cif のコンバーター (CifConv.exe)、結晶学テーブルの作成ソフト (Crystab.exe)、hkl data の列入れかえソフト (HKLConv.exe) などは、KenX フォルダ内にあるので適宜用いることを勧める。

【注意事項】teXsan と Shelxl97 は異方性温度因子の序列が異なりますので、互いのデータを混同・混用しないように十分に気を付けてください。

Shelx197 で精密化したデータを新規に teXsan 上にロードする方法 :

- (1) Xwindows 端末ソフトを起動し、IRIX のアカウントに login し、UNIX SHELL を立ち上げる。
- (2) **mkdir forldername[return]**で新しいフォルダーを作成する。IRIX は大文字と小文字の区別をつけていることに注意せよ (MS-DOS では区別がない)。

【参考】フォルダの削除には、**rmdir foldername[return]**を用いる。ただし、中味がないことが条件となる。ディレクトリーの移行には、**cd foldername[return]**を用いる。アクセス中のフォルダ内のファイル及びディレクトリー名の表示には、**ls[return]**をも用いる。現在のアクセス先を表示するのは、**pwd[return]**である。また、フォルダの逆戻りには、**cd ../[return]**を用いる。H D の空き容量は **df[return]**により確認する。現在実行中のジョブを表示させるには、**ps -e[return]**などを実行する。ジョブを止めるのは、**kill jobnumber[return]**を実行する。ただし、別のアカウントで流れているジョブの停止は、そのアカウントに login してから、あるいは superuser (root) に login してからでなければ停止命令は拒否される。アカウントの移行、つまり別ユーザーへの login は、**su accountname[return]**により行う。当然、パスワードを聞かれるので、適切なパスワードを入力する (つまり、**passwd[return]**を実行する)。そうすると、そのユーザーが放置してしまった、意味不明の実行ジョブを停止させ、CPU を開放させることができる。勿論、そのようなケースでは慎重に判断し、行う必要がある。しかし、無駄なジョブのために自分の計算が非常に遅くなってしまうことがあるので、その辺は確認し停止させなければならないケースもしばしばあるので注意せよ。

- (3) FTP ソフトを起動し、先に作成したフォルダーに向け、Windows 上作業フォルダ内の **complex1.hkl** と **complex1.ins** を転送する。前者のファイル名を **f2.dat** という名前に変更する。ファイル名の変更は、FTP ソフト上から Rename するか、あるいは、IRIX 上 Shell から **mv complex1.hkl f2.dat[return]**を実行するかのいずれかの方法で行う。また、UNIX SHELL 上で **cp complex1.hkl f2.dat[return]** と実行し、ファイルのコピーを行った後、元のファイルを **rm complex1.hkl[return]**を実行することにより消去しても良い。後者 ins ファイルについては、格子定数の **information** を同一画面の最上部に表示しておき、後述の操作で手入力するのに用いる。用いない場合は転送は不要である。なお、teXsan は起動時にアクセスフォルダ内に **f2.dat** が存在し、かつ **texray.inf** ファイルが存在しないときに、外部データの F_0^2 データのインポートプロセスに入るようになっている。従って、**texray.inf** が間違っていて同居している場合には以降のインポート操作を行うことができないので注意を要する。
- (4) Ins ファイルを表示する。その方法は二通りある。一つ目の方法とし、UNIX SHELL をもう一つ立ち上げ、先の IRIX 作業フォルダにアクセスを移行する。その後、**asedit complex1.ins[return]**を実行する。そうすると、IRIX 上のエディターである **asedit** が起動されファイルが表示されるので、それを画面最上部に配置させ、格子定数、標準偏差、空間群、X線波長等の上方が見えるようにしておく。もう一つの方法と

- し、Windows 上の ins ファイルを秀丸などのテキストエディターにて開き、表示させておく方法もある。後者については、Xwindows 端末ソフトを用いている場合のみ限られる。
- (5) Aseedit を起動している場合には、もう一つ別の UNIX SHELL を立ち上げる。そこで、先と同様に IRIX 作業フォルダにアクセスを以降し、**texsan[return]**を入力する (texsan の x が小文字であることに注意せよ)。
 - (6) 起動直後に、まず晶系を聞いてくる。TeXsan プログラムメインウインドウを少し下にずらす。それから、ins ファイルが見える状態にし、空間群情報を確認する。三斜晶系 (No.1 P1, No. 2 P1-) の場合には、tirclinic, 1-, P を選択し、Exit する。単斜晶系 (No.3-No.15?) の場合は、通常 monoclinic, 2/m, P または C を選択し Exit する (空間群記号で P か C かは分かる)。斜方晶系の場合には、通常 orthrohmbic, mmm, P? などを選択し、Exit する。これを間違えると、後に Process をかけたところで適切な結果が得られないので注意を要する。
 - (7) 格子定数入力画面などのウインドウを少し下方にずらし、先に表示済みの格子定数ファイル (ins ファイル) が見えるようにする。そして、間違えないように慎重に格子定数とその標準偏差を手入力し、Exit とする。ここで間違えると、以下の操作で結合距離などの計算結果がでたらめな値となるので、極めて慎重に行う必要がある。
 - (8) 測定に用いた X 線波長の設定を行う。Mo K α の場合、当然、まず Mo ボタンを押して選択する。つぎに、平均波長 (average) の値が 0.710690 となっているが、Shelxl で利用した波長 0.710730 に修正し、Exit で抜ける。
 - (9) 元素組成 (formual) と Z 値 (単位格子中に含まれる formula ユニットの数) を入力する。この入力値は適当でも良いが、最低含有元素には全て 0 以上の値を入力しなければならない点に注意せよ。大した労力でもないのに、きちんと入れることを推奨する。
 - (10) 最後に残るウインドウはこのデータの認識用のタイトルに過ぎないので、適当な語句を入力して、OK ボタンを押して抜ける。何も変更せずに OK しても良いが、その場合、「A texray.inf file is not present in this directory」というデータセットタイトルとなる。
 - (11) teXsan メインウインドウ上部 pull_down メニューの左から 2 番目の Process から process_raw_data を選択し、hkl データの自動解析、空間群決定、teXsan 用反射データファイル (hkl.dat) の作成を行う。この操作を実行することにより、各種操作を行うことが可能となる。
 - (12) Windows 側から、FTP ソフトを立ち上げ、Windows 再度にて Shelxl で精密化した構造パラメーターファイル (atoms.dat, texsan.ins, *.cif など) を上記 IRIX 側作業フォルダ内に転送する。Atoms.dat の作成法は、上記同様であり、KenX 上で

ins ファイルを読み、Save_atoms.dat/texsan.ins/atoms.pks を実行することにより作成する。

(1 3) あとは、teXsan の Model/Graphics Edit に入れば、原子団が現れるであろう。

国立大学法人 九州大学
大学院理学研究院 化学部門
教授 酒井 健

〒812-8581 福岡市東区箱崎 6-10-1
電話 / Fax: 092-642-2596

E-mail: ksakaiscc@mbox.nc.kyushu-u.ac.jp