

# Mosflmによる回折強度データ処理

渡邊信久

December 9, 2002

## 1 MOSFLM

PF および SPring-8 で ADSC-CCD や Mar-CCD で回折強度データを収集して来た場合、通常は MOSFLM (現在の最新版は V6.2.1) でデータ処理を行っている。

最新版の on-line user guide は、以下の URL にある。

[http://www.mrc-lmb.cam.ac.uk/harry/mosflm/mosflm\\_user\\_guide.html](http://www.mrc-lmb.cam.ac.uk/harry/mosflm/mosflm_user_guide.html)

### 1.1 パラメタファイル init.inp

DPS-process による自動処理を行わない場合には、各自がパラメタファイルを作成しそれを MOSFLM に読み込ませて処理を行う。当研究室では init.inp としている場合が多いようである。

以下に必要な最少限のパラメタの例を示す。(例では、当研究室で現在一般的に使われている SCANNER パラメタでなく、DETECTOR パラメタを使っている。違いは Prediction してみれば分るが、**DETECTOR パラメタの方を使用することを勧める。**)

```
!-----
!                               init.inp の例 (必要最小限?) (注 1)
!-----
TITLE peak, frames 001 to 180      ! mtz file に出力される
IMAGE ./Img/cry1_pk_1_001.img      ! phi 範囲はデータから読み込まれる
!
!MATRIX cry1_pk_1.mat              ! MAD 法の時等、既に他の波長等で決っ
!                                  ! ているマトリクス、および
!SYMMETRY 154                      ! 空間群を使って処理する時に指定
!                                  ! (auto-index はやらないで処理する)
MOSAIC 0.5                          ! V 6.1 では後で見積もることが可能
! detector
DETECTOR MARCCD                     ! SCANNER パラメタよりずっと便利
DETECTOR REVERSEPHI                ! SP8 BL41XU では phi 軸が標準と逆回り
!                                  ! PF BL18B では標準方向のため不要
BEAM 78.97 87.44                    ! ダイレクトビーム位置 (一度 MOSFLM を
起動                                  ! して、実測する。
BACKSTOP RADIUS 5 CENTRE 78.97 87.44 ! CENTER 位置は BEAM と一緒
GAIN 1.000
DISTANCE 180.000                    ! イメージデータに書かれているので省略可
! beam parameter
SYNCHROTRON POLAR 0.89              ! ビームラインの人に聞く
```

```

WAVELENGTH 0.97908      ! イメージデータに書かれているので省略可
DIVE 0.006 0.006       ! 使用ビームラインに合わせる (注 2)
DISPER 0.0025
! integration parameters      ! 以下のパラメタを指定している場合が多い
! RESOLUTION 2.3            ! データの分解能
! DETECTOR パラメタで検出器を指定してお
け
! ば default は検出器の有功最外部まで。

! ADDPART                  ! 隣り合う 2枚 のイメージ上の partial 反
射
! を単純に足し合せて full 反射として、標
準
! プロファイル作成等に使用する。また、mtz
! ファイルには full 反射として出力する。

! スケーリングに scala を使うなら不要。
! POSTREF USEBEAM         ! post-refinement で 精密化した mosaic
! の値を使用する (radiation damage が
ある
! ような場合有功か。不安定な場合はやらな
! い方が無難。) (注 3)

GO
!-----

```

(注 1) この init.inp は

<http://castor.sci.hokudai.ac.jp/~watanabe/Manuals/DataProcess/init.inp>  
に置いてある。

(注 2) 渡邊の知っているものは

<http://castor.sci.hokudai.ac.jp/~watanabe/Miscellaneous/BeamDivergence.html>  
にまとめてある。間違っ (例えば 0.1 とかにして) もあんまり実害は無いよ  
うである。

(注 3) 標準では post-refinement で格子定数と結晶の方位を精密化してから積分を実行  
する。何らかの理由で例えば格子定数を固定したい場合は、POSTREF FIX ALL  
とする。

自分で作るのが面倒なら DPS-process を起動して必要な項目を選択すれば、index.inp  
というパラメタファイルを作ってくれるので、必要に応じてそれを変更してもよい。ただ  
し、DPS が作るパラメタファイルは DETECTOR ではなく SCANNER パラメタを使用  
している。DPS-process の起動は

```
% process
```

である。使い方は別項に示す (予定)。なお、process を起動すると、沢山のコマンドファ  
イルをカレントディレクトリーに作ってしまうので注意すること。process 上で scala、  
truncate までやれるので便利ではある。(ただ、Index: DPS (adxv) は MAR CCD に対  
応していないのではないだろうか。)

## 1.2 MOSFLM の起動

パラメタファイルを作成したら、ワークステーション上で

```

% ipmosflm
または
% ipmosflm_v61

```

として MOSFLM を起動する (2000.4. 現在, 田中研 WS 群上での場合). 前者は version 6.01 が立ち上がる. 参考文献等の情報表示の後, MOSFLM の入力プロンプト

```
MOSFLM =>
```

が表示されて, 入力待ちとなる.

```
MOSFLM => @init.inp (@の後にパラメタファイルの名前を入れる)
```

を入力すると 図1 のような MOSFLM のユーザーインターフェースが立ち上がる.

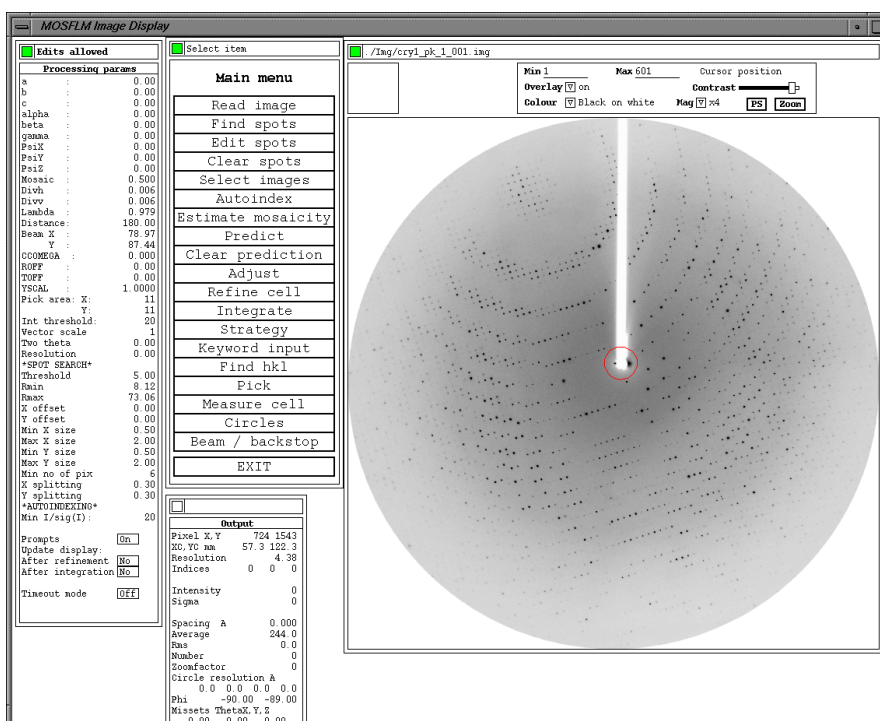


Figure 1: MOSFLM のグラフィカルユーザーインターフェース

なお, ダイレクトビーム位置をチェックしたい場合のように, 一連のデータ処理をするのではなく, ちょっとデータが見たいだけなら,

```
MOSFLM => DETECTOR MARCCD          <- 検出器に合せる
MOSFLM => image Img/cry1_pk_1_100.img <- 見たいイメージの場所と名前
MOSFLM => go
```

で, イメージをみることも出来る.

### 1.3 指数付けから積分まで

Auto-indexing で指数付けを実行し, パラメタの精密化後, 反射強度を積分する. なお, Trigonal や Tetragonal で, MAD の異なる波長データを処理する場合に,

それぞれの波長のデータ毎に新しく auto-indexing を行なうと、同じ結晶でもデータセット毎に  $a$ ,  $b$  軸を入れ換えた指数付けをやってしまうことがある。これを避けるには MATRIX と、SYMMETRY を使って最初のデータセットを処理して決めたパラメタを読み込んで refine cell から実行した方がよい。

### 1.3.1 指数付け - Autoindexing

Main menu の Autoindex をクリックして選択する (現在表示中の一枚のイメージのみで indexing をやるのであれば事前に Find spots をやらなくても勝手に Find spots のルーチンに進む)。

いろいろ条件等を入力 (ほとんどの場合は標準値でいいはず) していけば、DPS indexing (FFT based algorithm) が働き、以下のようなテーブルが表示される。

```
-----
List of possible Laue groups, sorted on penalty index.
The lower the PENALTY, the better
Only solutions with PENALTY less than 200 are listed, a complete list is given in the terminal window
No PENALTY LATT a b c alpha beta gamma Possible spacegroups
17 10 hR 133.89 135.73 167.33 89.9 89.7 119.8 R3,R32
16 10 cP 95.59 95.78 96.10 90.4 90.2 91.2 P23,P213,P432,P4232,P4332,P4132
15 9 tP 95.78 96.10 95.59 90.2 91.2 90.4 P4,P41,P42,P43,P422,P4212,P4122,P41212,P4222,P42212 P4322,P43212
14 9 tP 95.59 95.78 96.10 90.4 90.2 91.2 P4,P41,P42,P43,P422,P4212,P4122,P41212,P4222,P42212 P4322,P43212
13 8 oP 95.59 95.78 96.10 90.4 90.2 91.2 P222,P2221,P21212,P212121
12 7 hR 136.75 135.73 164.31 90.6 90.0 120.1 R3,R32
11 7 mC 136.75 133.89 96.10 89.6 90.1 90.1 C2
10 6 oC 133.89 136.75 96.10 90.1 90.4 89.9 C222,C2221
9 5 mC 133.89 136.75 96.10 90.1 90.4 89.9 C2
8 5 mP 95.78 96.10 95.59 90.2 91.2 90.4 P2,P21
7 4 mC 136.75 133.89 96.10 89.6 90.1 90.1 C2
6 4 mP 95.59 96.10 95.78 90.4 91.2 90.2 P2,P21
5 3 oC 133.89 136.75 96.10 90.1 90.4 89.9 C222,C2221
4 2 mP 95.59 96.10 95.78 90.4 91.2 90.2 P2,P21
3 2 mC 133.89 136.75 96.10 90.1 90.4 89.9 C2
2 1 aP 95.59 95.78 96.10 89.6 90.2 88.8 P1
1 0 aP 95.59 95.78 96.10 90.4 90.2 91.2 P1
-----
Select a solution AND a spacegroup from list above (eg 3 p42) or 0 to abandon or T to change min I/sig(I):
-----
```

対称性が高くかつ PENALTY の低い解を選択し、入力する。この例の場合は PENALTY が一番低くないが PENALTY 10 の 16 p213 を選択している。(結晶のモルフォロジー等の情報も参考にする。なお、実際はこの時点では p23 か p213 かは分らない。)

選択した解の妥当性を確認するには、Main menu の Predict をクリックし、解から計算したスポットをイメージに重ねてみる。

ここで、それらしい解が見つからない場合

- BEAM 位置がずれていないかを確認して、ずれていたら修正する。
- I/sig(I) の制限を調整してみる。(標準では I/sig(I) が 20 以上の反射を使用している。)
- スポットサーチの閾値を調整してみる。(Find spots が 200 個程度の反射を拾ってくれない場合、Processing params の \*SPOT SEARCH\* の Threshold を少し下げると良いかもしれない。通常は 10 くらいまでの範囲で実施する。それ以上かなり低くしなければならぬような場合は基本的には露光不足だろうから、可能ならば露光時間を延した方がよい。)
- 別のイメージを使ってみる。(1 枚目でやっただめなら、50 枚目とか。)
- 数枚のイメージを使ってみる。(Main menu の Read image、Find spots を繰り返して、数枚分のスポットサーチをしてから Autoindex を実行する。)

等、試行錯誤してみることになる。

### 1.3.2 モザイク角の見積もり - Estimate mosaicity

MOSFLM v6.1 以降では、Main menu の Estimate mosaicity をクリックすることにより、モザイク角の見積もりが可能である。

この場合も、推定されたモザイク角が妥当かどうか、Predict で計算スポットを重ねてみて評価する。(通常は 0.5 を越えることはあまりない。)

なお、全イメージを積分した後で SUMMARY を見ると、イメージ毎 (つまり結晶方位毎) の mosaic 角の変化も見る事が出来る。

### 1.3.3 格子パラメタの精密化 - Refine cell

Main menu から Refine cell をクリックして、強度積分を実施する前に、Autoindex で決めた格子パラメタを精密化する。この際、精密化に使用するセグメントを二カ所以上を選択することが出来る。結晶の空間群によっては一カ所でも良い。Post-refinement のために、例えば 1 枚目から 10 枚と 90 枚目から 10 枚の二カ所を使用する場合は以下のようなになる。

```
For this spacegroup one segment is usually sufficient
but two segments may give improved accuracy.

Give number of segments (1) :2                <- 二カ所のセグメントを使用
Image number for first image of segment 1 (1) : <- 一カ所目は 1 枚目から
Image identifier (cry1_pk_1) :

Use phi values from image header ? (Y):
Number of images in this segment (2) :10      <- 10 枚のイメージを使用する
Use the current crystal orientation (Y) :
Image number for first image of segment 2 (1) :90 <- 二カ所目は 90 枚目から
Image identifier (cry1_pk_1) :

Use phi values from image header ? (Y):
Number of images in this segment (2) :10      <- 10 枚のイメージを使用する
Use the current crystal orientation (Y) :
Filename for final orientation matrix (cry1_pk_1.001.mat):

Post refining cell using 2 segments
Segment 1 images 1 to 4 Starting phi -90.0 0sc angle 1.00
Image identifier cry1_pk_1
Segment 2 images 90 to 93 Starting phi -1.0 0sc angle 1.00
Image identifier cry1_pk_1

Do you want to proceed (Y):
```

Waiting for input と表示が出るので、Continue をクリックして 1 ステップずつ進めるか、Processing params の一番下の Timeout mode off をクリックして on にする。小ウィンドウが開き、各イメージの処理毎にプロファイルが以下のように表示される。

```
Central profile:cry1_pk_1.001.ing
-0*0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0*0*0
-0*0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0
-0*0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0
-0*0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0
-0-0-0-0-0-0-0*0*0*0*0*0*0-0-0-0-0-0-0-0
-0-0-0-0-0*0*0*0*0*0*0*0*0*0-0-0-0-0-0-0-0
-0-0-0-0-0*0*0*1 1 2 2 2 1*1*0*0-0-0-0-0-0
-0-0-0*0*0*1 1 3 5 7 5 2 1*0*0-0-0-0-0-0
-0-0-0*0*0*1 2 7 H M E 5 2*1*0*0-0-0-0-0
-0-0-0*0*0*1 3 A R Z L 7 2*1*0*0-0-0-0-0
-0-0-0-0-0*0*1 2 8 J N E 5 2*1*0*0-0-0-0-0
-0-0-0*0*0*1 1 4 7 8 5 2 1*1*0*0-0-0-0-0
-0-0-0-0-0*0*0*1 1 2 2 2 1*1*0*0-0-0-0-0
-0-0-0-0-0*0*0*1*1*1*1*1*1*0*0*0-0-0-0-0
-0-0-0-0-0-0*0*0*0*0*0*0*0*0*0-0-0-0-0-0
-0-0-0-0-0-0*0*0*0*0*0*0*0*0*0-0-0-0-0-0
-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0
-0-0*0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0
-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0
Rms residual 0.02mm, weighted residual 1.4
```

このうち、数値 0-9 および A-Z が反射のプロファイルを示している。また - で示されている部分がバックグラウンドとして評価され、\* で示されている部分は評価されない。このプロファイルが変な形状であったり、Rms residual (0.02 - 0.03 が標準的である) が 0.07 - 0.08 を越えるようだと、格子パラメタ等がおかしい可能性がある。

### 1.3.4 反射強度積分 - Integrate

格子パラメタ等の精密化が終了したら、Main menu で Integrate をクリックし、全データの積分を行う。この場合も Processing params の一番下の Timeout mode off をクリックして on にすると自動で処理が進む。

```
Give first, last image numbers (1,1) :1,180  <- 積分するイメージの範囲
Give oscillation angle (1.00) :
Give starting phi (-90.00) :

Give BLOCK and/or ADD keywords if required
(These are subkeywords of PROCESS keyword):

Refine cell parameters (best done before integration) ? (N):

Write a new MTZ file for each block of data ? (N) :
MTZ filename (cry1_pk_1_001.mtz) :

Integrating images 1 to 180
Starting phi -90.00 oscillation angle 1.00
Images will be integrated in blocks of 9
MTZ filename: cry1_pk_1_001.mtz
Batch numbers will be image number plus 0
Do you want to proceed (Y):
```

### 1.3.5 結果のチェック

積分結果は、最終的には scala 等でスケールリングしてみて統計値を見ると評価出来るが、MOSFLM の出力でも、ある程度の評価は出来る。

通常、ログが mosflm.lp に、サマリーが SUMMARY に出力されている。例えば

```
% xloggraph SUMMARY
```

として、CCP4 の xloggraph を使えばグラフィカルにチェックすることも可能である。

Refined detector parameters 中の Rsym v image や I/sig(I) overall and output v image、Post refinement 中の Mosaic spread v image 等、一連のグラフを見て、妙な挙動をするイメージがあれば、そのイメージのみを再度手でパラメタの精密化や積分を行う。例えば図 2 の例 では 103 枚目のイメージで I/sig(I)

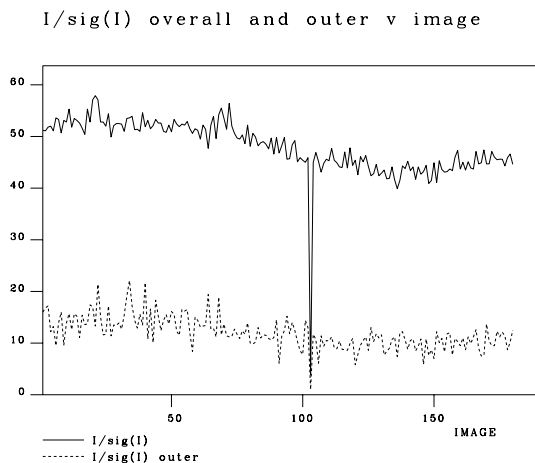


Figure 2: SUMMARY の表示例 (I/sig(I))

の挙動がおかしいのでそのデータは再処理するか、以後のスケールリングでは使用しない方が良く分る。実はこの 103 枚目のイメージは、図 3 のように、CCD の読み出し時に何らかのトラブルがあったらしく、不良データであった。

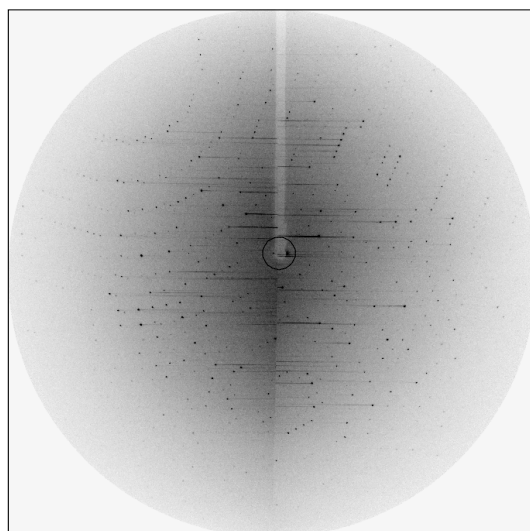


Figure 3: 挙動がおかしかった 103 枚目のイメージ

## 1.4 ビームラインでの使い方

### 1.4.1 Strategy の利用

データ収集を行う際には、収集したデータの完全性 (completeness) が高く、反射間の重なり (overlap) が少ないことが重要である。従って、結晶をゴニオメータヘッド上にマウントした後、その結晶のどの方位からどれだけの角度範囲を、どれだけの振幅で撮影していけば最適かを見積もることが必要になる。

ある結晶で一枚イメージを撮影し、Autoindexing を行って解が得られたら、STRATEGY オプションを使用して、その結晶でどのような振動条件・撮影範囲のデータ収集を行えば最適かを見積もることが出来る。

**撮影範囲の決定** Autoindex 後、Predict で解の妥当性を確認後 Main menu の Strategy をクリックすることで、STRATEGY がスタートする。まず、必要な撮影範囲を見積もる。

```

数行の説明の後、以下のような表示になる。
Do you want to proceed (Y):
MOSFLM =>strategy                ! 標準モードで実行する
Running strategy in default mode. Type GO to continue or ABORT to stop.
MOSFLM =>go

SPEEDUP factor set to 27.0
Angles between a axis and X,Y,Z axes 105.233 107.633 156.360
Angles between b axis and X,Y,Z axes 82.271 162.114 73.972
Angles between c axis and X,Y,Z axes 162.833 92.904 73.095
The a axis is closest to the rotation axis (angle 23.64)
Rotation angle to get the b axis in XZ plane 81.96
Rotation angle to get the c axis in XZ plane -3.03
Unique axis is: c
Rotation angle to get the unique axis into the YZ plane: 267.0
Generating reflection list

Generated reflections for phi range -123.0 to -18.0
Sorting the generated list.
Generating the list of unique reflections.
Merging the generated and unique reflection list.

Checking completeness of data          <- この結晶は cubic
Optimum rotation gives 95.5% of unique data. <- なので、247 度から
This corresponds to the following rotation range(s): <- 292 度の範囲を測定
From 247.0 to 292.0 degrees          <- すれば 95.5% となる。
Type "STATS" at prompt for full statistics.

```

**振動角の決定** 次に反射の overlap を避けながらデータ収集を行うには、一枚あたりどの程度の振動角が可能かを TESTGEN で見積もる。

例えば、247 度から 292 度までの範囲を overlap を 4% 以下にするという条件で、5 度毎に可能な振動角の条件を見積もると、

```
STRATEGY =>testgen start 247 end 292 step 5 overlap 4
STRATEGY =>go

TESTGEN OPTION
Generating from phi = 247.00 (START) to 292.00 (END)
testing overlaps every 5.00 degrees (STEP).
At each phi value, the oscillation angle which results in less than
4.0% overlaps (OVERLAP) will be determined, subject to a minimum
oscillation angle of 0.20 degrees (MINOSC) and a maximum of 5.00 (MAXOSC)
Testing at phi 247 degrees
(数行省略)
Testing at phi 292 degrees

Suggested data collection strategy for a maximum spot overlap of 4.0%

Phi start  Phi end  no of images  oscillation angle  %age overlaps  %age fulls
247.0      252.0          5           1.00             2.8             17.1
252.0      257.5          5           1.10             3.8             19.2
257.5      261.4          3           1.30             3.0             25.5
261.4      266.8          3           1.80             3.9             40.5
266.8      271.6          4           1.20             4.0             22.9
271.6      276.6          5           1.00             2.5             17.3
276.6      282.1          5           1.10             3.7             20.0
282.1      287.3          4           1.30             3.5             26.7
287.3      292.5          2           4.60             2.7             69.5
条件検討範囲          可能な振動範囲  overlap の割合  完全反射率
```

のように Phi 軸の位置毎に可能な振動範囲の最大値を見積もることが出来る。

もっとも、この値は「最大値」であり、振動範囲を大きくするとバックランドの値も大きくなり S/B が小さくなってしまふこと等を考慮して、実際の振動範囲を決定する。この例の場合は 1 度の振動角でデータ収集を行えば、どの方位でも 3% 以下の overlap のデータを収集することが出来ることが分る。

#### 1.4.2 露光条件の決定

振動角や撮影範囲と同様、どのくらいの露光時間 (X 線照射量) でデータ収集を行えば精度の良いデータ収集が出来るかをチェックしておくことも重要である。

これを見積もるには、最初の数枚のイメージを積分してみて、SUMMARY や mosflm.lp をチェックして、最外郭の  $I/\text{sig}(I)$  が十分大きい (高角側でも 3 くらいあるか。) SDratio が大きくないか (マニュアルでは 1 - 3 くらいの範囲になると書いてあるが、4 - 5 くらいか?) 等をチェックする。

もっとも、実際には、結晶が極端に小さいとか、放射線損傷を受けやすいとか、割り当てマシンタイムが残り少ないとか、その他の要因も考慮して露光時間を決定することになる。