

# リガク VariMax Dual

## Part 0 立ち上げおよび終了手順マニュアル

### (低分子およびタンパク質結晶)

Adobe Acrobat Reader DC (無料) での閲覧を推奨  
 東京大学工学系研究科 総合研究機構 ナノ工学研究センター X線実験室

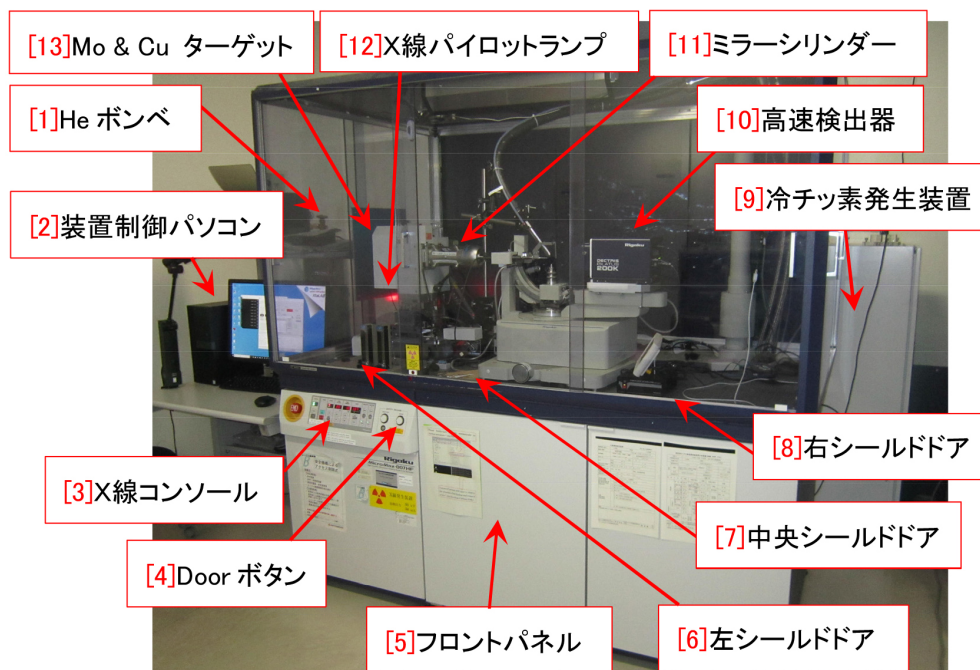


図0 装置全体図

このマニュアルでは、リガク VariMax Dual で低分子およびタンパク質結晶構造解析をするにあたり、これを立ち上げる手順、および実験終了後の手順を記述する。

立ち上げたあとの測定手順については、Part 1 マニュアルを、得られたデータから分子構造を決定する手順については、Part 2 マニュアルを参照。

リガク VariMax Dual は、図0 「[13] Mo & Cu ターゲット」上の  $70 \times 700 \mu\text{m}$  サイズの微小焦点から発生した Mo  $K\alpha$  ( $0.71069 \text{ \AA}$ ;  $17.4445 \text{ keV}$ ) または Cu  $K\alpha$  X線 ( $1.5418 \text{ \AA}$ ;  $8.04102 \text{ keV}$ ) を線源として使用している。焦点面から  $6^\circ$  (およそ  $0.1 \text{ rad}$ ) の方向にポイントフォーカス ( $70 \times 70 \mu\text{m}$  サイズ) のモードで取り出したX線を、人工多層膜ミラーで集光かつ単色化して、結晶に照射する。1.2kW という低出力ながら、結晶位置でのX線強度 (単位面積あたりのフォトンフラックス) は、従来の集光光学系を持たない装置と比較して数十倍に達し、第2世代の放射光に匹敵する。

従来の装置では  $100 \mu\text{m}$  以下のサイズの結晶では構造決定を事実上諦めなければならなかったのだが、この装置は、 $10 \mu\text{m}$  以下の微小結晶による分子構造決定の実績を持っている。結晶のスクリーニングも、従来の装置より数十倍の能率で行うことができる。2019年3月、CCD 検出器が新型高速検出器 PILATUS 200K に交換され、測定能率と精度が、さらに向上した。

付録 A [p.8] では、吹きつけ冷チツ素発生装置の操作法を、付録 B [p.10] では、実体顕微鏡の使い方を、記述する。

# 目次

<b>第 1 章</b>	<b>装置のエージング（測定の準備）</b>	<b>1</b>
1.1	冷チッ素発生装置のスタート	1
1.2	X線源の選択	1
1.3	X線ターゲットと集光ミラーの変更	2
1.4	X線源と結晶の距離の設定	2
1.5	X線の電圧，電流設定	3
1.6	He 置換の開始	4
<b>第 2 章</b>	<b>終了手順</b>	<b>5</b>
2.1	チッ素冷却装置の終了	5
2.2	X線のパワーオフ	5
2.3	He 供給バルブの閉鎖	6
2.4	結晶の回収	6
2.5	X線源の変更（または確認）	6
2.6	使用時間の記録	6
<b>付録 A</b>	<b>冷却器の温度調整の仕方</b>	<b>8</b>
A.1	設定温度の変更	8
A.2	低温への急速な冷却	9
<b>付録 B</b>	<b>顕微鏡の使い方</b>	<b>10</b>
B.1	基本的な使い方	10
B.1.1	照明の点灯と調整	10
B.1.2	対物レンズの選択と位置の調整	11
B.1.3	右目用接眼レンズ視度の調整	11
B.1.4	ズーム倍率の調整	12
B.1.5	ピントの調整	12
B.2	高度な使い方	12
B.2.1	偏光アナライザーの調整	12
B.2.2	明視野，暗視野モードの切り替え	13
B.2.3	対物レンズ絞りの調整	13
B.2.4	Web カメラの利用	13



# 目次

0	装置全体図 . . . . .	i
1.1	冷チッ素発生装置操作パネル . . . . .	1
1.2	X線源設定パネル . . . . .	1
1.3	X線源付近 . . . . .	2
1.4	ミラーシリンダー . . . . .	2
1.5	コリメーターとドライバー . . . . .	2
1.6	サンプル結晶付近 . . . . .	3
1.7	X線設定コンソール . . . . .	3
1.8	X線発生装置コントロールソフトウェア JXG . . . . .	3
1.9	He ボンベレギュレーター . . . . .	4
1.10	He 流量計 . . . . .	4
2.1	X線設定コンソール . . . . .	5
2.2	X線発生装置コントロールソフトウェア JXG . . . . .	5
A.1	図 1.1[p.1] の温度設定ユニットを拡大したところ . . . . .	8
A.2	図 A.1 で「[1] [MODE] ボタン」を 1 回押したところ . . . . .	8
A.3	図 A.2 で「[2] [SEL] ボタン」を 1 回押して設定温度を $-120^{\circ}\text{C}$ に変更したところ . . . . .	8
A.4	図 A.3 で「[7] [ENT] ボタン」を押すとオレンジおよび水色で表示された温度が、 $-120^{\circ}\text{C}$ に向けて上昇してゆく . . . . .	8
B.1	ニコン SMZ1500 顕微鏡全体図 . . . . .	10
B.2	照明スイッチと明るさ調整ノブ . . . . .	11
B.3	対物レンズ&レボルバー . . . . .	11
B.4	接眼レンズ . . . . .	11
B.5	$300\mu\text{m}$ マイクロマウント (倍率 10 倍) . . . . .	11
B.6	ズーム倍率調整ノブ . . . . .	11
B.7	スクロースの結晶。(a) パラレル (平行) ニコル。(b) クロス (直交) ニコル . . . . .	12
B.8	明視野-暗視野切り替えノブ . . . . .	12
B.9	(a) 明視野像, (b) 暗視野像, (c) 中間像 . . . . .	13
B.10	対物レンズ絞り . . . . .	13
B.11	Web カメラを取り付けたところ . . . . .	13

# 第1章

## 装置のエージング（測定の準備）



図 1.1 冷チッ素発生装置操作パネル

実験開始の2時間前に、冷チッ素発生装置スタート (§1.1)、1.5時間前に、X線の出力をセット (§1.5 [p.3])、30分前に、He置換の開始 (§1.6 [p.4]) をする必要がある。

### 1.1 冷チッ素発生装置のスタート

実験を開始する2時間前に、装置の右にある冷チッ素発生装置の図 1.1 「[1] Start ボタン」を押す。「[2] Stop ボタン」の赤いランプが消え、「[1] Start ボタン」の緑のランプが点灯する。常温の測定を行う場合は、この操作は必要ない。吹き付けチッ素の温度は、 $-180^{\circ}\text{C}$  に設定されている。この温度が推奨されているのだが、設定を変えたり、温度を急速に変化させたりするには、付録 A [p.8] を参照。 $-180^{\circ}\text{C}$  まで下がらないときは装置管理者（沖津;27470,090-2203-8789）に連絡を下さい。

### 1.2 X線源の選択

2019年9月から、予約カレンダーに、ユーザーが最初に使うX線源 (Mo\_ないしは Cu\_) を表記

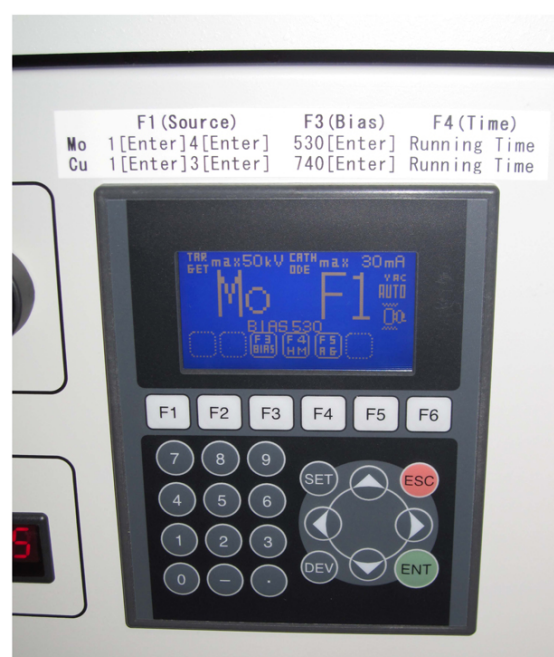


図 1.2 X線源設定パネル

し、装置を使い終わったあと、前のユーザーが次のユーザーが使うX線源に切り換えておくよう、予約ルールを改めた。しかし、最初のX線源にセットされていることは、実験を始めるユーザー自身が、改めて確認をしなければならない。

まず、銅ないしはモリブデンのターゲットを選択する。装置左下、表紙図0 「[5] フロントパネル」のドアを開けると、図 1.2 のようなX線源設定パネルがある。テプラのラベルにあるように、X線源、バイアス、運転時間の表示を切り替えられる。テプラの値と一致していれば、問題ない。F4 キーで、フィラメント通電時間を表示させ、これを実験ノートに記入する。バイアスの値は、装置調整の度に変更される。調整の度ごとにテ



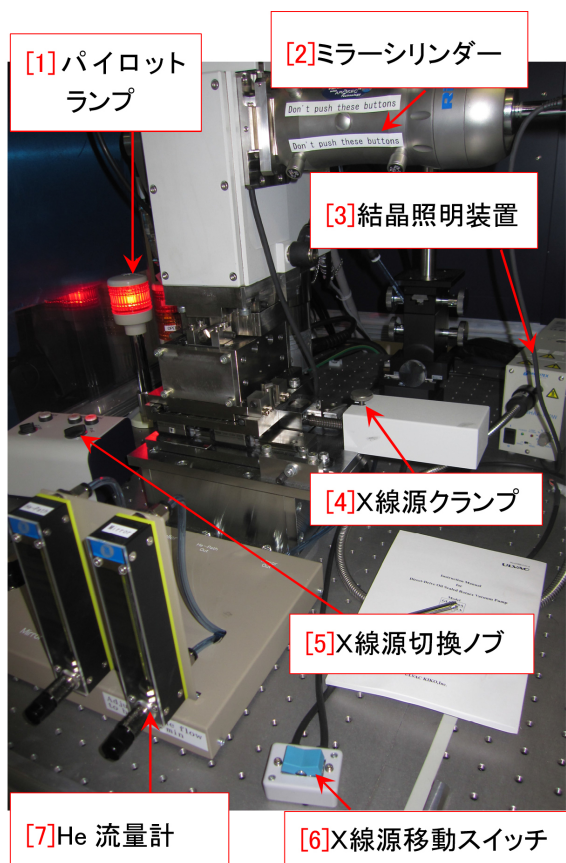


図 1.3 X線源付近

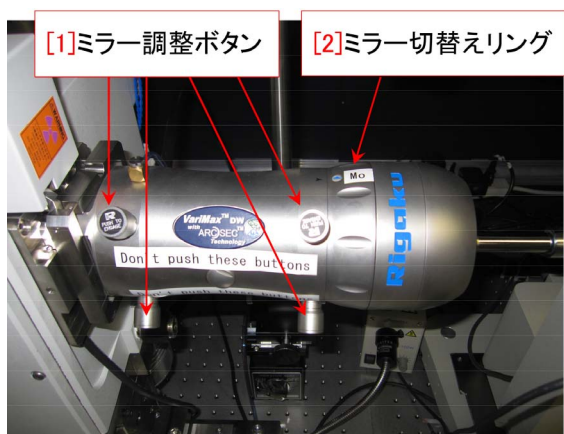


図 1.4 ミラーシリンダー

プラを貼り替えておくので、テプラの値に合わせて。F3やF4キーが反応しにくいときは、一旦F1キーを押してから、F3ないしはF4キーを押すとうまくゆく。

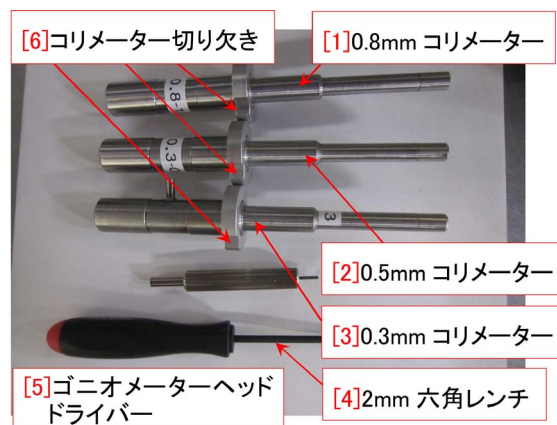


図 1.5 コリメーターとドライバー

### 1.3 X線ターゲットと集光ミラーの変更

図 1.3 の「[5] X線源切換ノブ」を回すことにより、Mo( $0.7107 \text{ \AA}$ ;  $17.4435 \text{ keV}$ ) ないしは Cu( $1.5418 \text{ \AA}$ ;  $8.0408 \text{ keV}$ ) のX線源を選択できる。X線源の切換は、必ずX線を発生させる前、すなわち、図 1.8 (a) 「[1] X-ray Generator Control」アイコンをクリックする前に行わなければならない。

X線源の切り替えがうまくいかないときは、装置管理者(沖津;27470,090-2203-8789)に連絡を下さい。図 1.3 「[2] ミラーシリンダー」付近を拡大した写真が、図 1.4 である。この写真では、Mo線源用コーンフォーカルミラーが選択されている。X線源を切り替えるときには、「[2] ミラー切り替えリング」を、小さな三角形のマークが示す方向に、180度回転させて、CuないしはMoのラベルが貼ってある位置に合わせる。「[2] ミラー切り替えリング」を回転させるには、かなり握力が必要だが、「[1] ミラー調整ボタン」には決して触れないよう、注意する必要がある。また、図 1.4 ミラーシリンダーには、なるべく横向きの力をかけないようにする。

### 1.4 X線源と結晶の距離の設定

図 1.3 「[4] X線源クランプ」をゆるめて、「[6] X線源移動スイッチ」(青色)を押すことにより、

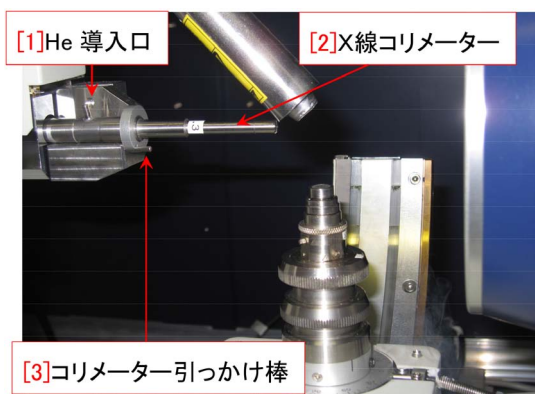


図 1.6 サンプル結晶付近

X線源と結晶の距離を変えることができる。X線源が一番左に寄った時、結晶位置でのX線焦点サイズは、およそ  $250\mu\text{m}$  である。この位置は、 $200\mu\text{m}$  以下の微小結晶に最適で、単位面積あたりのフォトンフラックスが最も高くなる。いちばん右に寄せたときのサイズは、およそ  $400\mu\text{m}$  である。この位置は、 $250\mu\text{m}$  より大きな結晶に適している。低分子の単結晶構造解析では、結晶がX線に完浴になっている必要があるため、原則として結晶サイズは  $400\mu\text{m}$  以下でなければならない。タンパク質結晶の場合は、焦点サイズより大きくても構わない。X線源と結晶の距離を変えた後は、図 1.3 「[4] X線源クランプ」を必ず閉める必要がある。

ビーム径  $250\mu\text{m}$  の時は、図 1.5 「[3]  $0.3\text{mm}$  コリメータ」を、ビーム径  $400\mu\text{m}$  の時は、図 1.5 「[2]  $0.5\text{mm}$  コリメータ」を、図 1.6 のように取り付ける。図 1.6 「[3] コリメータ引っかけ棒」に、図 1.5 「[6] コリメータ切り欠き」を引っかけて、磁石によって取り付けるようになっている。図 1.5 「[3]  $0.3\text{mm}$  コリメータ」を使う場合は、図 1.6 「[1] He 導入口」に、シリコンゴムのチューブを差し込む。図 1.5 「[2]  $0.5\text{mm}$  コリメータ」には、図 1.6 「[1] He 導入口」がなく、チューブはぶら下げておく。

## 1.5 X線の電圧, 電流設定

旧システムでは、図 1.7 のX線設定コンソールでX線の ON,OFF を手動で行っていた。新シ

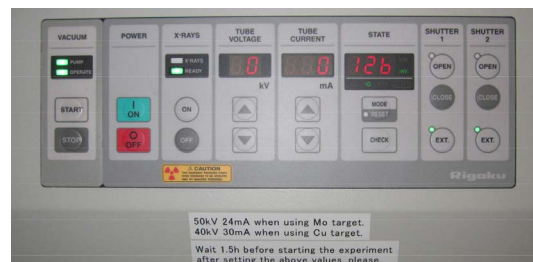


図 1.7 X線設定コンソール

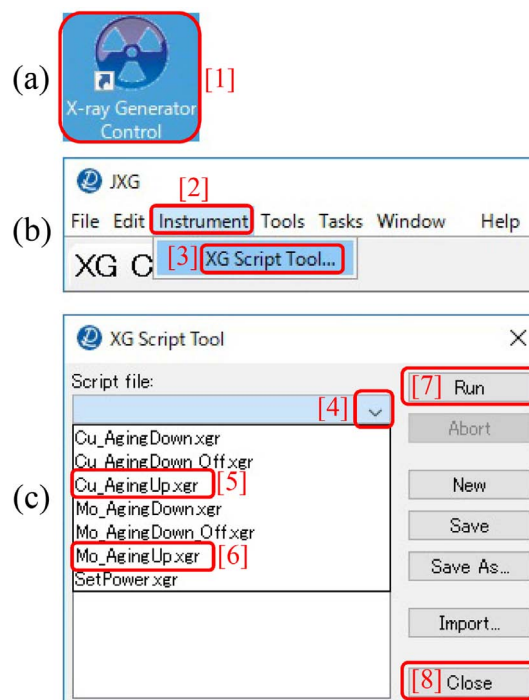


図 1.8 X線発生装置コントロールソフトウェア JXG

ステムではこれを一切操作せず、図 1.8 (a) 「[1] X-ray Generator Control」のアイコンをダブルクリックして、専用ソフトウェア JXG を立ち上げて、自動エイジングするようになった。ただし、前のユーザーが JXG による自動終了をして、図 1.8 (b) の画面がすでに立ち上がっているときは、以下の操作から開始する。

図 1.8 (b) 「[2] Instrument」メニューの「[3] XG Script Tool ...」をクリックすると、図 1.8 (c) が開くので「[4] プルダウンメニュー」をクリックし、銅線源を使う場合は「[5] Cu\_AgingUp.xgr」を、モリブデン線源を使う場合は「[6] Mo\_AgingUp.xgr」を選択したあと、図 1.8 (c) 右上「[7] Run」をクリックしてX線を発生



図 1.9 He ボンベレギュレーター

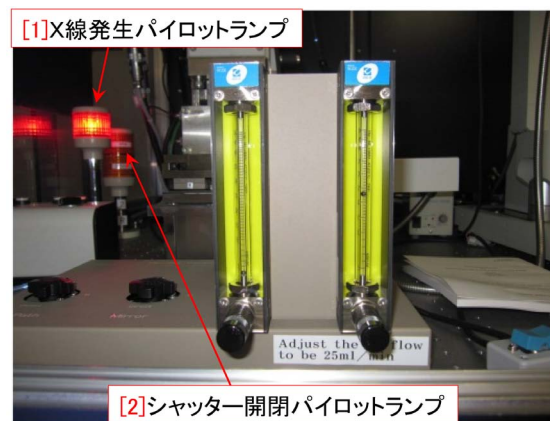


図 1.10 He 流量計

させる。1.5h 程度でX線の出力が安定する。定格電圧と電流は、銅線源の場合 40kV, 30mA, モリブデン線源の場合 50kV, 24mA である。この電圧電流以外での動作は保証されない。

## 1.6 He 置換の開始

実験開始の 30 分前に、装置の左側奥にある、図 1.9 「[1] He 供給バルブ」を開けて、

He ガスを出す。その他のバルブは、原則として触れない。必要ならば、図 1.10 右側の流量を調整して、22 ~ 25ml/min にする。左側の流量計は、ゼロのまま構わない。30 分で、図 1.4 [p.2] ミラーシリンダーの内部が、He 置換される。

結晶のマウントとそのあとの操作については、Part 1 マニュアルを参照。



## 第2章

# 終了手順

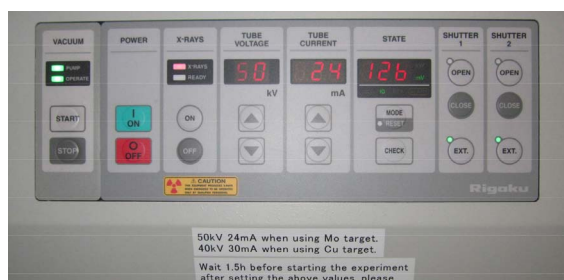


図 2.1 X線設定コンソール

### 2.1 チッ素冷却装置の終了

図 1.1[p.1] の「[2] Stop ボタン」を押す。その他のスイッチは触る必要はない。サンプル結晶付近の温度は徐々に常温に戻ってゆく。

ただし、次のユーザーの予約がすぐに入っている場合は、「[2] Stop ボタン」を押さず、そのまま次のユーザーに引き継ぐ。

### 2.2 X線のパワーオフ

次のユーザーが、すぐに同じX線源を使う場合は、X線のパワーは落とさない。20kV, 10mAの状態では放置せず、実験を行う電圧、電流のまま (Mo の場合、50kV, 24mA, Cu の場合 40kV, 30mA) X線の強度が安定した状態で次のユーザーに引き継ぐ。

次のユーザーが別のX線源を使うか、次のユーザーの利用まで時間が空く場合は、以下の終了手順を実行する。

旧システムでは、図 2.1 「X線設定コンソール」を手動で操作してX線の電圧、電流値を設定していたが、新システムでは図 2.2 (a) 「[1] X-ray Generator Control」アイコンをダブルクリック

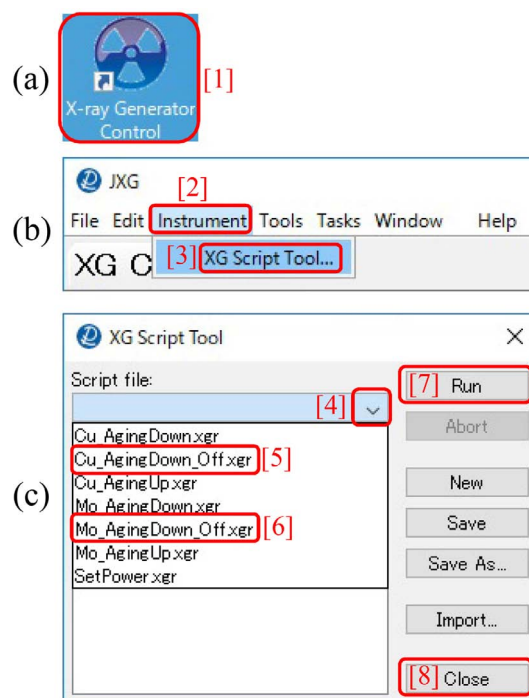


図 2.2 X線発生装置コントロールソフトウェア JXG

して立ち上げ、自動終了するようになった。図 2.2 (b) 「メニューバー」の「[2] Instrument」メニューで「[3] XG Script Tool ...」をクリックすると図 2.2 (c) 「[4] プルダウンメニュー」が開く。開いたメニューから、銅線源の場合は図 2.2 (c) 「[5] Cu\_AgingDown\_off.xgr」を、モリブデン線源の場合は「[6] Mo\_AgingDown\_off.xgr」を選択したあと右上「[7] Run」をクリックすると終了操作がスタートする。時間をかけて段階的にX線の電流、電圧を下げてゆき、電源は自動的に切れる。

### 2.3 He 供給バルブの閉鎖

図 1.9[p.4] 「[1] He 供給バルブ」を閉じる。図 1.10[p.4] 右の He の流量は自然に下がってゆく。流量計下のノブは回す必要はない。

ただし、次のユーザーにすぐに引き継ぐ場合には、He の供給をそのままにする。

### 2.4 結晶の回収

結晶を取り外して、333 号室のとなり 332 号室で、マウントツールを水洗いしたあとアルコールをかけて洗浄してから元に戻しておく。結晶は、持ち帰らなければならない。

### 2.5 X線源の変更（または確認）

予約カレンダーを参照し、次のユーザーが最初に使う X 線源を確認して、必要ならば X 線源を切り換える。装置前面左下のパネルを開け、図 1.2[p.1] の X 線源選択

パネルで、Mo(0.7107 Å; 17.4435 keV) または Cu(1.5418 Å; 8.0408 keV) の設定（テプラで示した値）に切り換える。また前述のように、図 1.3[p.2] 「[5] X線源切換ノブ」で X 線源を切り換え、図 1.4[p.2] 「[2] ミラー切り替えリング」を 180° 回転させて Mo または Cu の位置にセットする。この際かなり握力が必要だが、図 1.4[p.2] 「[1] ミラー調整ボタン」に触れないよう気をつける。また、ミラーシリンダーにはなるべく横方向の力をかけないようにする。

### 2.6 使用時間の記録

図 1.2 [p.1], X線源選択パネルで、F4 キーを押して、フィラメント通電時間を読み取り実験ノートに記録する。F3 と F4 キーが反応しにくい場合は、一度 F1 キーを押してから、F3 ないしは F4 キーを押す。

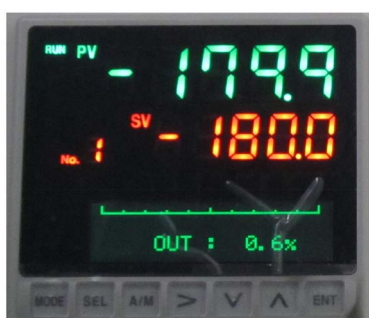
何か異常があった場合は、その旨を実験ノートに記入する。

---

To be continued

## 付録 A

# 冷却器の温度調整の仕方



[1][2][3][4][5][6][7]

図 A.1 図 1.1[p.1] の温度設定ユニットを拡大したところ



[1][2][3][4][5][6][7]

図 A.3 図 A.2 で「[2] [SEL] ボタン」を 1 回押して設定温度を  $-120^{\circ}\text{C}$  に変更したところ



[1][2][3][4][5][6][7]

図 A.2 図 A.1 で「[1] [MODE] ボタン」を 1 回押したところ



[1][2][3][4][5][6][7]

図 A.4 図 A.3 で「[7] [ENT] ボタン」を押すとオレンジおよび水色で表示された温度が、 $-120^{\circ}\text{C}$  に向けて上昇してゆく

この冊子 §1.1 [p.1] で、冷チッ素吹き付け装置の設定について記述したが、この装置にはさらに高度な使い方がある。任意の温度に設定する方法について記述する。

### A.1 設定温度の変更

図 A.1 は、図 1.1[p.1] 左の温度設定ユニットを拡大して示している。図 1.1 [p.1] の「[1] Start

ボタン」を押してから 2 時間以上経過し、オレンジ色の、設定温度  $-180^{\circ}\text{C}$  に対して、水色の、センサーによる計測温度  $-179.9^{\circ}\text{C}$  が表示されている。

図 A.1 の「[1] [MODE] ボタン」を押すと図 A.2 のように表示され、さらに図 A.2 で「[2] [SEL] ボタン」を押すと図 A.3 が表示され、設定温度を変えることができる。図 A.3 で「[4] [>] ボタン

を押すことにより、緑色で表示される設定温度の桁 (アンダーハイフンの付いた桁) を変えることができる。指定された桁の設定値を「[5] [V] ボタン」または「[6] [Λ] ボタン」を押すことにより、設定温度を下降または上昇させる。

図 A.3 のように温度を指定したあと「[7] [SET] ボタン」を押すとオレンジで表示される設定温度が、およそ 2°C/sec で変化し、水色で表示される、センサーによる計測温度が、ほぼ同じ速度で追隨する。設定温度に達したあと計測温度はしばらく上下するが、2～3分程度で、設定温度近傍で安定して図 A.4 のようになる。ここで「[1] [MODE] ボタン」を 2 度押して図 A.1 のように表示させて実験を行う (温度は任意)。

温度の設定範囲は -180 ~ 25°C である。25°C より高温での実験はできない。-180°C 以下に設定しても、その温度には到達しない。

実験を終了したあと、原則として設定温度を

-180°C に戻す。次のユーザーの利用開始まで時間が空くときは、図 1.1 [p.1] の「[1] Stop ボタン」を押して冷却機能を止める。

## A.2 低温への急速な冷却

図 1.1 [p.1] の「[1] Start ボタン」を押すと、水色で表示されるセンサーによる計測温度は、およそ 2 時間かけて -180°C に冷えてゆくが、常温からなるべく速く -180°C に冷やした方がよいのではないか、という意見がある。これの効果に関しては装置管理者は未確認だが、方法は以下のとおりである。

図 A.1 の状態から、前節 §A.1 に記述したのと同様な方法で、設定温度を常温 (25°C 程度) にする。「[7] [ENT] ボタン」を押すとおよそ 2 分で常温になる。この状態でしばらく放置してから再び -180°C に設定して「[7] [ENT] ボタン」を押すと、およそ 3 分でセンサーによる計測温度が -180°C になる。



## 付録 B

# 顕微鏡の使い方

この章では、顕微鏡の使用方法について記述する。

図 B.1 は双眼実体顕微鏡ニコン SMZ1500 の全体図である。図 B.2, B.3, B.4, B.6, B.8 [p.12], B.10 [p.13] は、これの一部を接写したものである。旧式のタンパク質結晶構造解析装置のそばに置いてあるニコン SMZ1000 の使い方とほぼ同じなので、この章の記述を参照して使うことができる。

ただし、右目で見えるスケールの最小目盛りが、SMZ1500 では、ズーム倍率 1 のとき  $100\mu\text{m}$ 、ズーム倍率 10 のとき  $10\mu\text{m}$  なのに対して、SMZ1000 では、ズーム倍率 0.8 のとき  $100\mu\text{m}$ 、ズーム倍率

8 のとき  $10\mu\text{m}$  なので、注意を要する。

### B.1 基本的な使い方

#### B.1.1 照明の点灯と調整

図 B.2 は、図 B.1 「[12] 照明装置スイッチ」付近を右側から接写したものである。「[2] 明るさ調整ノブ」を最小の値に回したあと、「[1] 照明スイッチ」を ON にし、「[2] 明るさ調整ノブ」で明るさを調整する。消灯するときには、「[2] 明るさ調整ノブ」を最小の値に回したあと、「[1] 照明スイッチ」を OFF にする。

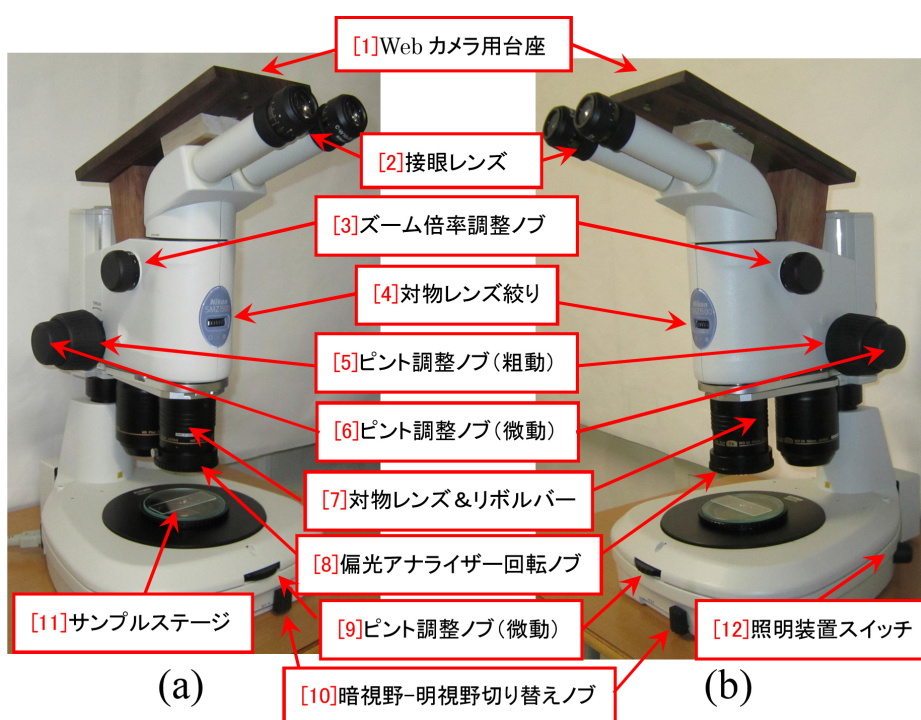


図 B.1 ニコン SMZ1500 顕微鏡全体図



図 B.2 照明スイッチと明るさ調整ノブ

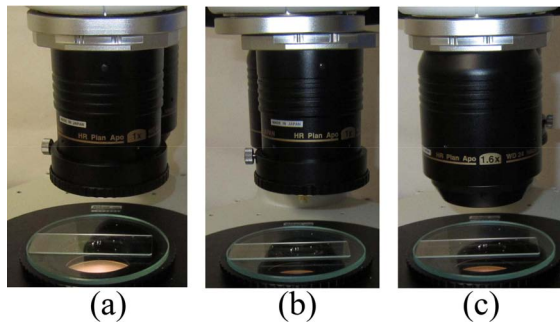


図 B.3 対物レンズ&amp;レボルバー



図 B.4 接眼レンズ

### B.1.2 対物レンズの選択と位置の調整

図 B.3 は、図 B.1 「[7] 対物レンズ&レボルバー」を接写したものである。(a), (b) では倍率 1 倍の対物レンズが選択されており、(c) では、レボルバーを 180° 回転させて倍率 1.6 倍の対物レンズが選択されている。1 倍の対物レンズでピントを合わせた後、レボルバーを回転させるだけで 1.6 倍の対物レンズでもピントが合うわけではないことに注意を要する。

1 倍の対物レンズを選択した場合、図 B.3 (a), (b) のような 2 カ所で止まるようになっている。(a) は、対物レンズが鏡筒の軸線上にあり、双眼で

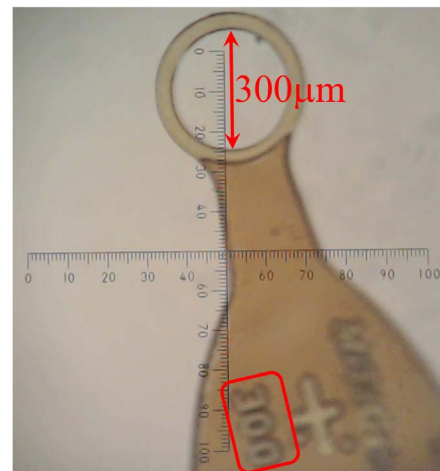
図 B.5 300 $\mu$ m マイクロマウント (倍率 10 倍)

図 B.6 ズーム倍率調整ノブ

オブジェクトを観察するときの位置である。(b) では、対物レンズが鏡筒の軸線からやや右にずれており、右目単眼で観察するときの位置である。(b) の位置は、右接眼レンズをデジタルカメラや Web カメラで覗き、顕微像を撮影するのに適している。

対物レンズを選択したら、図 B.1 「[5] ピント調整ノブ (粗動)」を調整して、対物レンズがオブジェクトに近づくように鏡筒を下げる。

### B.1.3 右目用接眼レンズ視度の調整

図 B.4 は、接眼レンズを接写したものである。左右の接眼レンズ鏡筒間の距離は、これを開くか閉じるかして調整することができる。双眼で最も見やすくなるようにする。

右目には、図 B.5 のように十字線とスケールが見える。これが最もはっきり見えるように図 B.4 「[2] 右目視度調整リング」を回して調整する。十字線の角度は図 B.4 「[2] 十字線回転リング」で

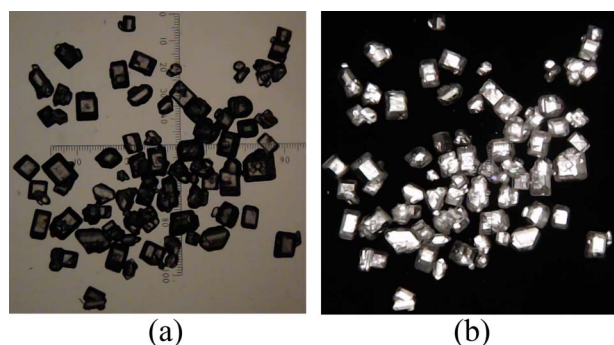


図 B.7 スクロースの結晶。(a) 平行 (平行) ニコル。(b) クロス (直交) ニコル

調整できる。

#### B.1.4 ズーム倍率の調整

図 B.1 [p.10] 「[3] ズーム倍率調整ノブ」を接写したのが図 B.6 [p.11] である。倍率は 0.75~11.25 の範囲で可変だが、最初は 0.75~1 倍程度の低倍率で、図 B.1 [p.10] 「[11] サンプルステージ」上の広範囲を観察できるようにする。

#### B.1.5 ピントの調整

右目で覗きながら図 B.1 [p.10] 「[5] ピント調整ノブ (粗動)」を右から見て時計回りに回すと鏡筒が持ち上がり、対物レンズがオブジェクトから離れていく。図 B.1 [p.10] 「[11] サンプルステージ」上のオブジェクトに右目のピントを合わせる。その後、左目のピントを図 B.4 [p.11] 「[1] 左目視度調整リング」で調整する。

両目でピントが合ったら図 B.6 [p.11] 「[1] ズーム倍率調整ノブ」で倍率を調整する。高倍率におけるピントは図 B.1 [p.10] 「[6] ピント調整ノブ (微動)」または「[9] ピント調整ノブ (微動)」を回転させて微調整できる。右目で見えるスケールの最小目盛りは、SMZ1500 では、倍率が 1 倍のとき  $100\mu\text{m}$ 、10 倍のとき  $10\mu\text{m}$  である。SMZ1000 の場合は、倍率が 0.8 倍のとき  $100\mu\text{m}$ 、8 倍のとき  $10\mu\text{m}$  である。

図 B.5 [p.11] は、SMZ1500 で、一番大きな結晶マイクロマウントを倍率 10 倍で撮影したものである。図 B.5 [p.11] 下に「300」の数字が見られ、リング内径が 30 目盛りであることから  $300\mu\text{m}$  であることがわかる。

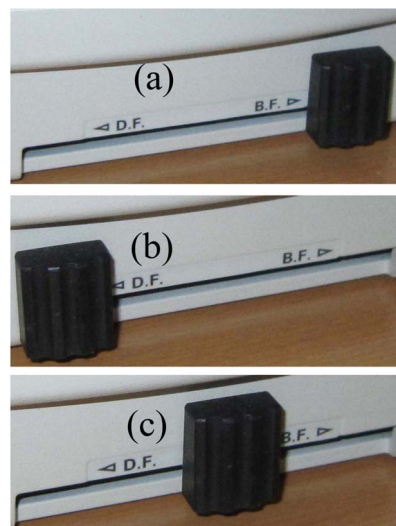


図 B.8 明視野-暗視野切り替えノブ

## B.2 高度な使い方

### B.2.1 偏光アナライザーの調整

図 B.1 [p.10] 「[11] サンプルステージ」の下には偏光子 (偏光板) が入っており、オブジェクトは直線偏光の光で照らされている。1 倍対物レンズの下には偏光アナライザー (検光子) が入っており、図 B.1 「[8] 偏光アナライザー回転ノブ」でこれを回転させることができる。

図 B.7(b) のように、暗い視野の中に結晶が輝いて見えるのが、クロスニコル (直交ニコル)、偏光アナライザーをそこから  $90^\circ$  回転させたのが、図 B.7(a) 平行ニコル (平行ニコル) の状態である。

立方晶以外の結晶は、一軸ないしは二軸の光学異方性を持っており、光が複屈折する。このため下からの照明光の偏光状態が変化し、クロスニコルの状態で結晶が輝いて見えるのである。結晶が浸されている溶液や、結晶を取り付けるための流動パラフィンや真空グリスなどには、光学異方性がないため偏光状態が変化せず、クロスニコルの状態では真っ暗に見える。溶液や流動パラフィンの中に無色透明な微小結晶が沈んでいる場合でも、クロスニコルの状態では、結晶が明瞭に輝いて見える。複屈折の度合いは、照明光の偏光方向と結晶の光学軸 (Optic axis) の角度関係に依



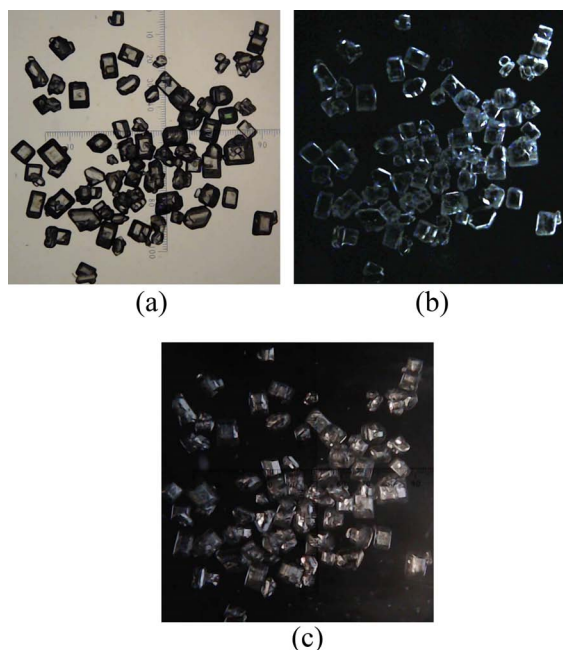


図 B.9 (a) 明視野像, (b) 暗視野像, (c) 中間像

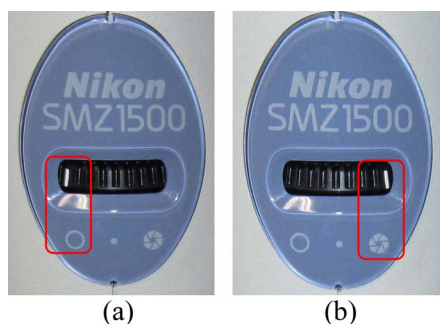


図 B.10 対物レンズ絞り

存するので、結晶を顕微鏡の光軸周りに回転させるとコントラストが変化する。クロスニコルの状態で用いた後には必ず、平行ニコルの状態に戻しておかなければならない。

### B.2.2 明視野, 暗視野モードの切り替え

図 B.1 [p.10] 「[10] 明視野-暗視野切り替えノブ」を接写したのが図 B.8 である。(a) は明視野, (b) は暗視野のモードに切り替えたところである。本来の使い方ではないものの、明視野と暗視野の中間の (c) のような設定で、特徴的なコントラストが見られる場合もある。図 B.9 (a), (b), (c) は、図 B.8 (a), (b), (c) の状態で撮影された結晶の顕微像である。

明視野は、照明からの光が顕微鏡の光路に直接

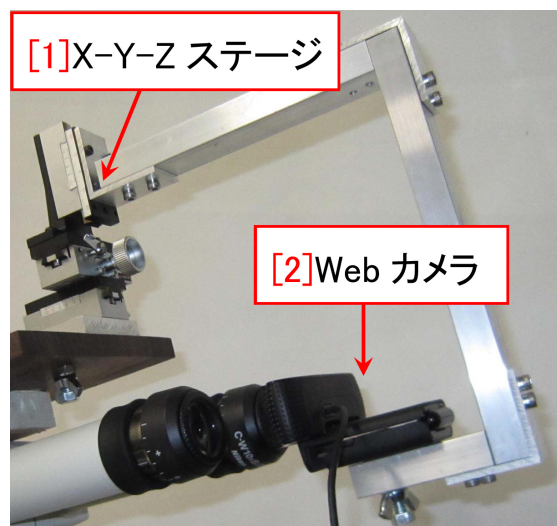


図 B.11 Web カメラを取り付けたところ

入射するように、暗視野は、直接入射しないように結晶を照らすモードである。通常は、明視野のモードで結晶を観察する。暗視野のモードでは、結晶のエッジの部分で大きく屈折した光が顕微鏡の光路に入射することになるので、結晶の輪郭を観察するのに適している。

### B.2.3 対物レンズ絞りの調整

図 B.1 [p.10] 「[4] 対物レンズ絞り」の部分正面から接写したのが図 B.10 である。顕微鏡の解像度は開口数 (Numerical aperture) が大きいほど高くなる。したがって絞りを図 B.10(a) のように全開にすると最も高い解像度が得られる。しかし高倍率で比較的大きな結晶を観察すると、ピントが合った高さ以外の部分はピンボケになって観察される。図 B.10(b) のように対物レンズ絞りを絞ると、ピントが合った部分の解像度は損なわれるものの、結晶の高さによるピンボケの問題を、ある程度緩和することができる。

### B.2.4 Web カメラの利用

図 B.1 [p.10] 「[1] Web カメラ用台座」には、図 B.11 のように Web カメラを取り付けることができる。

顕微像は、接眼レンズを Web カメラで覗かせることにより撮影することができる。この際、カメラの対物レンズが顕微鏡の射出瞳 (しゃしゅつどう, しゃしゅつひとみ) を捉えていないと、視

野が欠けたり，けられたりする。

射出瞳は，接眼レンズによる対物レンズの虚像である。対物レンズで見ている全視野からの光は，すべてこの射出瞳の部分を通る。顕微鏡を覗いたときに，観察者が顔を上下左右，ないしは前後に動かすと視野が欠けたり，けられたりするのには，観察者の瞳孔と射出瞳の位置がズレるためである。

図 B.11 [p.13] 「[\[1\]](#) X-Y-Z ステージ」は，Web カメラの対物レンズの位置を射出瞳に正確に合わせるためのものである。図 B.5 [p.11]，B.7 [p.12]，

B.9 [p.13] は，いずれも，図 B.11 [p.13] のように Web カメラを固定して撮影したものである。

顕微像を静止画や動画で撮影するのに，図 B.11 [p.13] の装置は大変有効である。顕微像を大人数で見ることにもできる。この装置一式は，右下から 2 番目のロッカーに収納してある。撮影用ソフトウェアをインストールしたパソコンと一緒に貸し出すことができるので，必要なときは装置管理者（沖津；27470, 090-2203-8789）まで，連絡をください。



# 索引

## C

CuK $\alpha$  線の波長と光子エネルギー i, 2, 6

## H

He 供給バルブの閉鎖 6

He 置換 1, 4

## M

Mo K $\alpha$  線の波長と光子エネルギー i, 2, 6

## N

Numerical aperture(開口数) 13

## O

Optic axis(光学軸) 13

## P

PILATUS 200K i

## S

SMZ1000 10, 12

SMZ1500 10, 12

## W

Web カメラ 11, 13, 14

## X

X-Y-Z ステージ 14

X線源と結晶の距離 2

X線焦点サイズ 3

X線源の切り替え 2

X線の電圧, 電流設定 3

X線源の Cu への変更 1

X線のパワーオフ 5

X線源の変更 6

X線源の Mo への変更 1

X線集光ミラー 2

## あ

暗視野像 12, 13

一軸異方性 13

X線源と結晶の距離 2

X線源の切り替え 2

X線の電圧, 電流設定 3

X線源の Cu への変更 1

X線のパワーオフ 5

X線源の変更 6

X線源の Mo への変更 1

X線集光ミラー 2

X線焦点サイズ 3

## か

開口数 (Numerical aperture) 13

クロスニコル 11, 12

結晶サイズ 3

結晶の写真の撮影 14

検光子 12

顕微鏡の使い方 10

光学異方性 13

光学軸 (Optic axis) 13

コーンフォーカルミラーの切り替え 2

コリメータ 3

## さ

最小目盛り 10

視度調整リング 12, 13

絞り 12, 13

射出瞳 (しゃしゅつどう) 14

射出瞳 (しゃしゅつひとみ) 14

十字線 11

十字線回転リング 12

終了手順 5

ズーム倍率 10

ズーム倍率調整ノブ 11, 12

スケール 11

スケールの最小目盛り 12

接眼レンズの鏡筒間の距離 11

接眼レンズ視度の調整 11

設定温度の変更 8

装置管理者の連絡先 1, 2, 14

## た

対物レンズ 11

対物レンズ絞り 12, 13

対物レンズの虚像 14

対物レンズレボルバー 11

チッ素冷却装置の終了 5

直交ニコル 11, 12

低温への急速な冷却 9

銅 K $\alpha$  線の波長と光子エネルギー i, 2, 6

## な

ニコン SMZ1000 10, 12

ニコン SMZ1500 10, 12

二軸異方性 13

## は

パラレルニコル 11, 12

ピント調整 11

ピント調整ノブ (粗動) 11

ピント調整ノブ (微動) 12

複屈折 13

平行ニコル 11, 12

ヘリウム供給バルブの閉鎖 6

ヘリウム置換 1, 4

偏光アナライザー 12

偏光アナライザー回転ノブ 12

偏光子 (偏光板) 12

ポイントフォーカス i

## ま

マイクロマウント 11, 12

明視野-暗視野切り替えノブ 12, 13

明視野像 12, 13

モリブデン  $K\alpha$  線の波長と光子エネルギー

i, 2, 6

冷却器の温度調整の仕方

8

冷チッ素発生装置

1

ら

レボルバー

11