

10 回 折

1 X線回折実験装置……………1

1・1 X線の発生……………1

- X線発生の原理 (1)
- X線管球 (3)
- 回転対陰極型 X線発生装置 (5)
- シンクロトロン放射光 (6)

1・2 X線の単色化とコリメーション…7

- X線の単色化 (7)
- 波高分析器 (8)
- β -フィルター (9)
- バランスドフィルター (9)
- 単結晶モノクロメーター (11)
- コリメーション (12)

1・3 X線検出器……………13

- X線フィルム (14)
- カウンター (15)
- 2次元検出器 (15)
- イメージングプレート (16)

1・4 X線の防護……………17

- X線の人体への影響 (17)
- 回折実験における X線の防御 (18)
- X線の管理 (19)

2 単結晶による X線回折……………21

2・1 構造解析をどのように進めるか……………21

- 結晶による X線の回折 (21)
- 結晶の対称性 (30)
- 位相の求め方 (43)
- 解析の手順 (45)

2・2 単結晶のつくり方……………47

- 単結晶生成法の分類 (47)
- 気相からの方法 (48)
- 熔融相からの方法 (49)
- 溶液から析出させる方法 (52)
- ゲルの利用 (56)
- その他の問題 (56)

2・3 4軸型回折装置……………57

- 4軸型回折装置の概要 (57)
- 4軸型回折装置の測定手順と4軸角度値の計算 (59)
- κ 軸型4軸型回折装置 (63)
- UB行列の決定 (64)
- 4軸型回折装置の調整 (65)
- UB行列を決めた後に注意すべきこと (72)

2・4 X線写真法……………73

- 振動写真 (74)

	ワイセンベルグ写真 (77)
	プレセッション写真 (82)
2・5	格子定数の決定と空間群の判定86
	単結晶 X 線回折実験の作業手順 (86)
	単結晶試料の作成 (87)
	風解性や潮解性のある結晶および 化学的に不安定な結晶の取扱い (89)
	回折 X 線のサーチと結晶の良否 の判定 (90)
	単純格子の決定 (91)
	晶系と空間格子の判定 (93)
	反射強度の予備測定とラウエ対称 の判定 (96)
	消滅則と空間群 (98)
	結晶構造解析による空間群の決定 (101)
	格子定数の決定 (103)
2・6	回折強度データの収集と補正...105
	X 線強度測定 (105)
	強度補正 (111)
2・7	特殊条件下での回折実験.....117
	特殊条件下での回折実験の目的 (117)
	原子の熱振動の温度依存性 (119)
	窒素冷気吹付け型低温装置 (120)
	液体ヘリウムクライオスタット (124)
	結晶試料加熱装置 (125)
	高圧 X 線回折実験 (125)
	光照射下での構造解析 (127)

3	結晶構造解析129
3・1	近似構造の決定.....129
	直接法 (129)
	重原子法 (153)
	ベクトルサーチ法 (164)
3・2	構造の精密化.....174
	最小二乗法による構造の精密化 (175)
	完全行列法とブロック対角法 (177)
	重みの与え方 (179)
	特殊位置の扱い (180)
	原点の固定 (182)
	水素原子の扱いと D 合成 (182)
	異常散乱の扱い (184)
	不規則構造などの扱い (185)
	束縛条件下の最小二乗法 (186)
3・3	結果の評価.....187
	解析結果の診断 (187)
	原子配置 (189)
	温度因子 (192)
3・4	絶対構造の決定.....196
	絶対構造の決定とは (196)
	異常分散を利用する絶対構造決定 の原理 (197)
	絶対構造決定の実際 (199)
	絶対構造決定の実例 (202)
3・5	電子密度と熱振動の解析.....206
	はじめに (206)
	散乱因子の研究 (207)
	温度因子の研究 (209)
	精密測定実験法および解析法の実

	際 (210)	
	精密構造解析のためのプログラム システム (215)	
3・6	結果のまとめ方……………216	
	結晶データ (217)	
	回折強度データの収集と補正 (219)	
	解析法と精密化 (220)	
	解析結果の図および表 (222)	
3・7	データベースの利用……………225	
	構造情報 (225)	
	データベースの種類 (226)	
	CSD システムの検索機能 (229)	
	データベースの使用例 (231)	
4	生体高分子の構造解析 ……237	
4・1	解析のあらすじ……………237	
4・2	実験法……………239	
	結晶の調製 (239)	
	重原子導入法 (242)	
	回折強度測定 (245)	
4・3	解析法……………253	
	重原子同形置換法 (253)	
	分子置換法 (260)	
	位相角の決定と精密化 (262)	
4・4	モデル作成……………264	
	ミニマップの作成 (264)	
	ミニマップの解釈 (265)	
	グラフィックスプログラムによる モデルの作成 (267)	
	電子密度図をきれいにする方法 (268)	
4・5	構造の精密化……………271	

	PROLSQ による精密化 (271)	
	X-PLOR (273)	
	分析能の拡大 (275)	
4・6	結果の整理と実例……………275	
	解析の限界, 信頼度および制度 (275)	
	解析結果の表現 (277)	
	タンパク質の構造研究のためのソ フトウェア (280)	
	実例 (281)	
5	X線粉末回折法 ……287	
5・1	粉末回折法の原理……………287	
	はじめに (287)	
	粉末回折法の原理 (288)	
	解析の手順 (290)	
5・2	粉末回折装置……………291	
	粉末回折計 (291)	
	放射光と平行ビーム法 (297)	
	エネルギー分散型および PSPC/ PSD (300)	
	カメラ法 (301)	
5・3	実験法……………305	
	試料の作成 (305)	
	強度データの測定 (307)	
	特殊条件下での測定 (309)	
5・4	パターンフィッティング法……………309	
	プロファイル強度計算 (310)	
	プロファイルフィッティング法 (313)	
	Pawley 法 (315)	
	Rietveld 法 (317)	
	最小二乗法と R 因子 (317)	

5・5 格子定数および空間群決定……319

格子決定 (319)

空間群の決定 (320)

格子決定の精密測定 (320)

試料成分のチェック (324)

5・6 結晶構造解析……325

未知結晶構造の決定 (325)

構造の精密化 (326)

おわりに (332)

6 非晶質 X 線回折 ……335

6・1 非晶質 X 線回折の原理と手順
……335

はじめに (335)

非晶質系における原子分布の記述
(335)非晶質系の構造解析の基本原則
(337)非晶質系の X 線回折実験の基本的
手順 (339)

6・2 融体およびガラス……347

金属・合金の融体およびガラス構
造の解析例 (347)酸化物融体およびガラス構造の解
析例 (352)X 線異常 (共鳴) 散乱法の利用
(359)

今後の課題 (369)

6・3 液体と溶液 ……371

はじめに (371)

角度分散法による実験と解析
(372)

エネルギー分散法による実験と解

析 (375)

液体や溶液からの X 線散乱強度
とフーリエ変換 (383)液体の構造モデルとシミュレーシ
ョン (388)

解析例 (391)

6・4 気 体 ……392

はじめに (392)

実験と解析 (393)

7 X 線小角散乱 ……397

7・1 X 線小角散乱法の生体試料への応
用 ……397

X 線小角散乱の基礎 (397)

小角散乱装置 (399)

試料槽 (405)

データ処理について (406)

生体高分子試料への応用の例
(406)7・2 非晶質系 (液体およびガラス)
……410X 線小角散乱法による非晶質系
の構造解析の主目的 (410)X 線小角散乱法による非晶質系
の解析例 (412)

X 線異常散乱法の利用 (419)

7・3 低分子溶液とゆらぎ ……420

低分子溶液の小角散乱実験の目的
(420)

基本的原理および理論 (421)

実験上の特殊問題 (425)

解析例 (430)

8 電子回折.....433

8・1 固体からの電子回折.....433

電子回折図形の観察 (433)

固体からの電子回折の特徴と解析
手順 (436)

透過電子回折の波動力学 (445)

固体1次構造解析への応用 (451)

8・2 気体電子回折.....458

はじめに (458)

基本原理 (458)

実験方法 (461)

写真装置と実験操作 (465)

直接測定装置と実験操作 (471)

分子の構造解析 (473)

分子内電子分布の研究 (478)

9 中性子回折.....481

9・1 概 要.....481

回折結晶学における中性子回折の
位置づけ (481)

中性子と物質との相互作用 (482)

中性子回折の特徴 (486)

9・2 中性子源.....486

放射性同位元素 (RI) を用いた中

性子源 (486)

原子炉 (487)

加速器 (488)

冷中性子源とガイド管 (490)

9・3 測定装置と実験法.....492

中性子の検出 (492)

定常中性子による実験 (497)

パルス中性子による実験 (499)

中性子小角散乱法 (508)

9・4 測定結果の解析.....514

Rietveld 法 (514)

ダイナミックマスク法 (515)

各種補正について (517)

9・5 凝集体の構造研究.....522

結晶構造解析 (522)

液体による散乱 (526)

磁性体による散乱 (528)

生体物質による散乱 (531)

非弾性散乱 (535)

9・6 中性子回折実験を行うための諸手続
き.....538**付 録**.....549

主な市販機器のリスト (549)