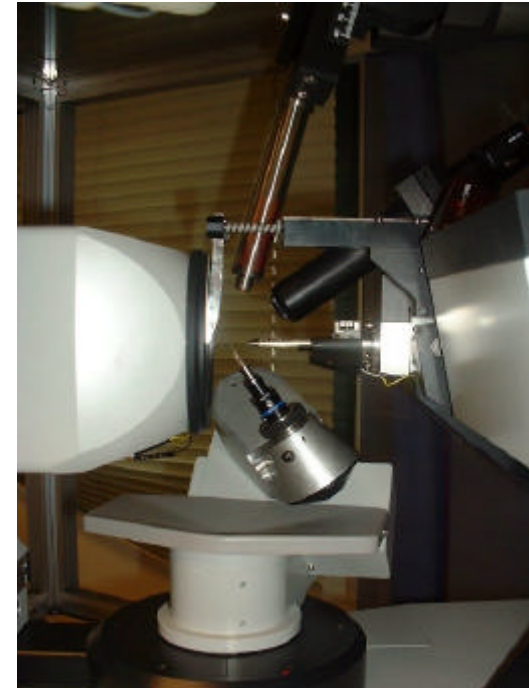
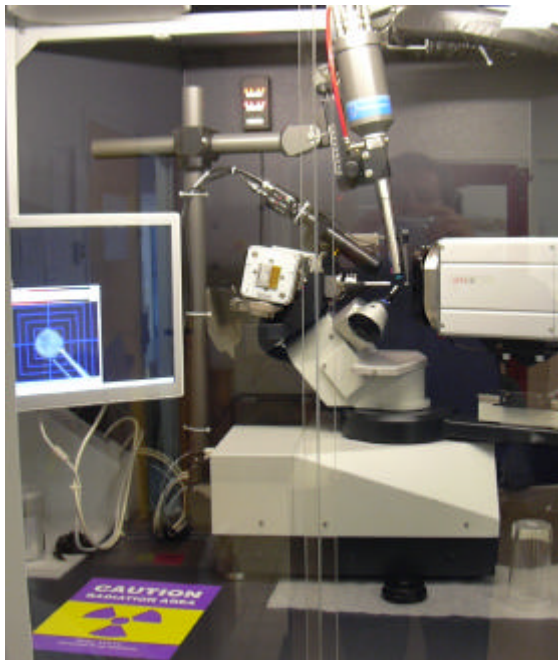
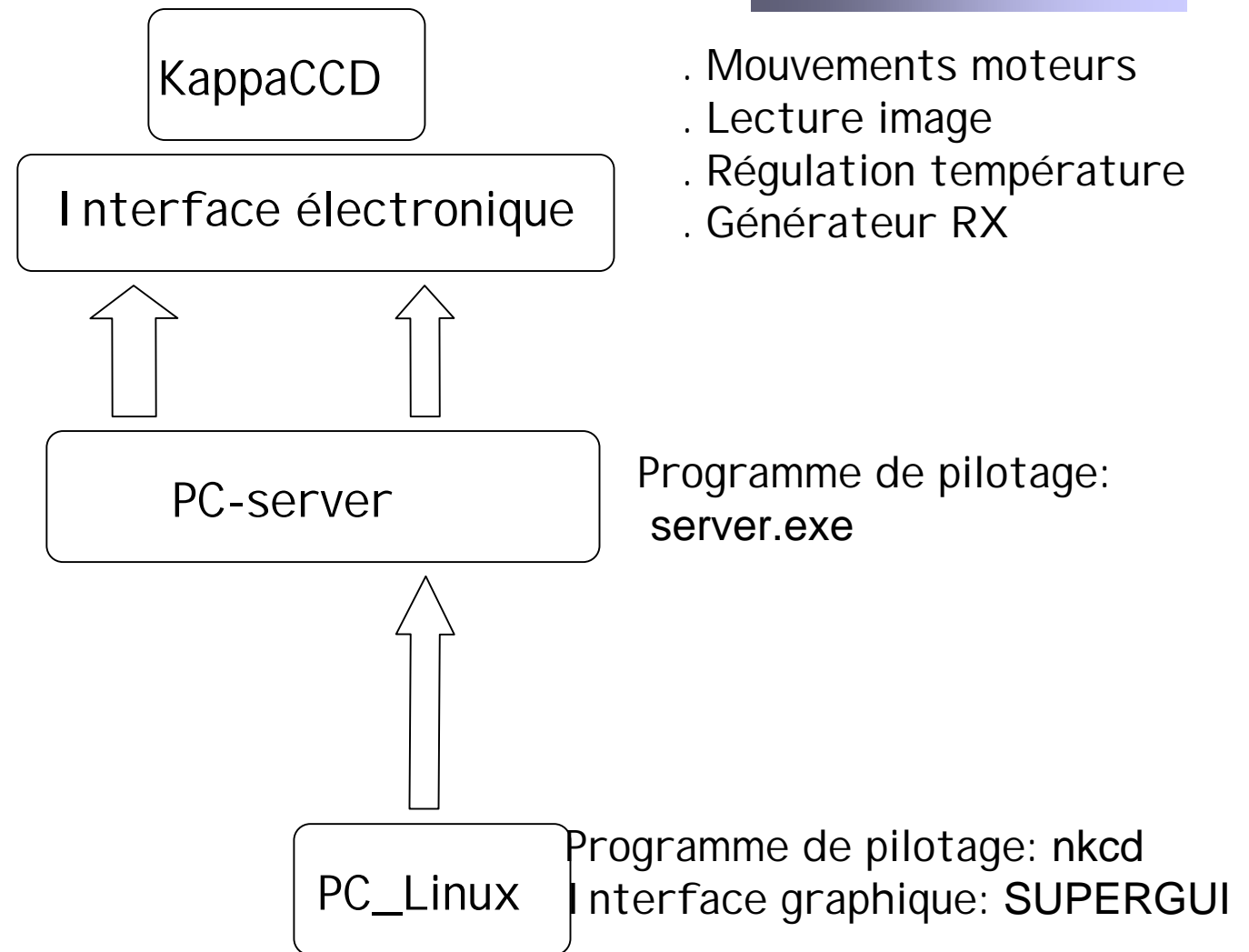


Une souris est-elle indispensable pour
travailler sur le KappaCCD ?

- 1 diffractomètre 4-cercles à détecteur bidimensionnel (KappaCCD Nonius)
- 1 diffractomètre X8 APEX2



Pilotage du KappaCCD



Programme **nkcd** (PC_linux)

. Positionnement moteurs:

Pos [Om=pos] [Th=pos] [Ph=pos] [Ka=pos] [Dx=pos]

EX: POS ph=0.000 dx=25.000 ka=0.000 th=0.000 om=160.000

. Définition du nom d'un fichier image:

Filename [filename]

EX: FILENAME i01f0001.kcd

. Scan:

Scan scan-time [number-of-slots]
[Sc (shutter closed)]
[Rep=nr (number of repeats)]
[Th=width] [Ph=width] [Om=width]
[Ka=width] [DX=distance]

EX: SCAN 5.00 10 REP=1 PH=1.0000

Programme **nkcd** (PC_linux)

. Régulateur de température (Oxford):

Cryo RAMP finaltemp ramprate [wait] : program ramp

ex: CRYO RAMP 100 360

. Générateur RX:

Generate [kV=nr] [mA=nr]

ex: GENE mA=10 kV=30

- Exemple 1: test rapide de cristaux
- Exemple 2: Résolution structurale en cours d'acquisition
- Exemple 3: Expériences en fonction de la température

1. test rapide de cristaux

Opérations à réaliser:

- Générateur à puissance nominale

nkcd: GENE kV=55 mA=10

- Scan (ex: phi scan de 10 sec/image)

➤ positionner le goniomètre:

nkcd: POS ph=0.000 dx=25.000 ka=0.000 th=0.000 om=160.000

➤ définir un nom de fichier pour les images:

nkcd: FILENAME i01f0001.kcd

➤ définir les conditions d'enregistrement des images:

nkcd: SCAN 5.00 10 REP=1 PH=1.0000

➤ 'dark' image:

nkcd: FILENAME i01fdrk.kcd
SCAN 5.00 1 REP=1 SC

1. test rapide de cristaux

Toutes les commandes de **nkcd** peuvent être regroupées dans un 'script' exécutable par **nkcd** sous la forme d'une ligne de commande:

```
prompt> nkcd < phi10.s
```


1. test rapide de cristaux

Opérations à réaliser:

- Affichage des images en cours d'enregistrement

ndisp: `ndisp i01f0001.kcd follow &`

Charge automatiquement le dernier fichier .kcd présent dans le répertoire de travail

- Détermination de la maille

denzo: `denzoindex i*.kcd`

1. test rapide de cristaux

'Script' final à exécuter:

```
Prompt> phi10 ↵
```

```
cp /mnt/sdb1/ccd_data/roisnel/scripts/phi10.s1 phi.s1
cp /mnt/sdb1/ccd_data/roisnel/scripts/phi10.s2 phi.s2

clear ; echo ' ' ; echo ' '
echo '          *****'
echo '          *                                     *'
echo '          *          Unit cell determination:          *'
echo '          *          . phi scan: nkcd < phi.s          *'
echo '          *          . denzindex i*.kcd                *'
echo '          *                                     *'
echo '          *          (script by T.R./CDIFX 2002)          *'
echo '          *****'
echo ' '
nkcd < phi.s1
ndisp i01f0001.kcd follow &
nkcd < phi.s2
cp /mnt/sdb1/ccd_data/roisnel/scripts/mount.s .
nkcd < mount.s
denzindex i*.kcd
```

2. Résolution structurale en cours d'enregistrement

. Intégration des images: programme **nprocess**

```
Prompt> nprocess nogui noxdisp s*.kcd i01f0001.x ↵
```

Pas d'interface graphique

Pas de
visualisation
graphique du
déroulement de
l'intégration

Liste des
images à
intégrer

Matrice
d'orientation

Autres arguments utiles:

- . resolution=low,high
- . together=n
- . spotradius=s

2. Résolution structurale en cours d'enregistrement

- . Mise à l'échelle: programme **makescalein + scalepack**

```
Prompt> makescalein nogui s*.x spacegroup=P212121 merge ↵
```

Pas d'interface graphique

Liste des
fichiers .x

Groupe
ponctuel

Mise à
l'échelle

Autres arguments utiles:

- . Norun (par défaut, scalepack est exécuté)
- . system=xxx
- . resolution=low, high
- . defaultscale=number

2. Résolution structurale en cours d'enregistrement

. Création du fichier import.cif: programme **cifin**

```
Prompt> cifin nogui scale_all.sca import.cif formula="C4 H9 O6 N" ↵
```

Pas d'interface
graphique

Fichier d'entrée
(= sortie de scalepack)

Fichier crée

Formule
brute

3. Expériences en fonction de la température

. Création de scripts: programme **acq_ccd.exe** (PC_Windows)

définition des conditions expérimentales pour des scans en fonction de la température:

Ex. de fichier d'entrée:

```
descente      ! experiment title
260           ! initial temperature (90-370 K)
120           ! final temperature (90-370K)
-2            ! temperature step
30            ! temperature ramp speed (1-360 K/h)
1             ! Scan type (1: omega / 2: phi)
25            ! crystal-detector distance (mm)
1.            ! frame width (deg.)
10            ! total scan width (deg.)
10            ! time per frame (1-120 sec.)
n             ! shutdown temperature controller
y             ! unit cell determination
y             ! continue process
P2            ! space group
```

3. Expériences en fonction de la température

script pour **nkcd**:

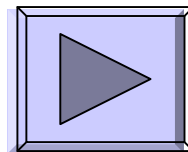
```
POS PH=0.000 DX=165.000 KA=60.000 TH=0.000 OM=158.959
CRYO RAMP 260.00 30.00 WAIT
POS PH=0.000 DX= 25.00 KA=60.000 TH=0.000 OM=158.959
FILENAME 260K_0001.kcd
SCAN 5.00 10 REP=1 OM=1.00
FILENAME 260K_drk.kcd
SCAN 5.00 1 REP=1 SC
```

```
POS PH=0.000 DX=165.000 KA=60.000 TH=0.000 OM=158.959
CRYO RAMP 258.00 30.00 WAIT
POS PH=0.000 DX= 25.00 KA=60.000 TH=0.000 OM=158.959
FILENAME 258K_0001.kcd
SCAN 5.00 10 REP=1 OM=1.00
FILENAME 258K_drk.kcd
SCAN 5.00 1 REP=1 SC
```

...

3. Expériences en fonction de la température

script à exécuter sous forme de ligne de commande (PC_Linux):



3. Expériences en fonction de la température

. Lecture des fichiers résultats (PC_Windows):

Si omega scans: programme **read_denzo_out**

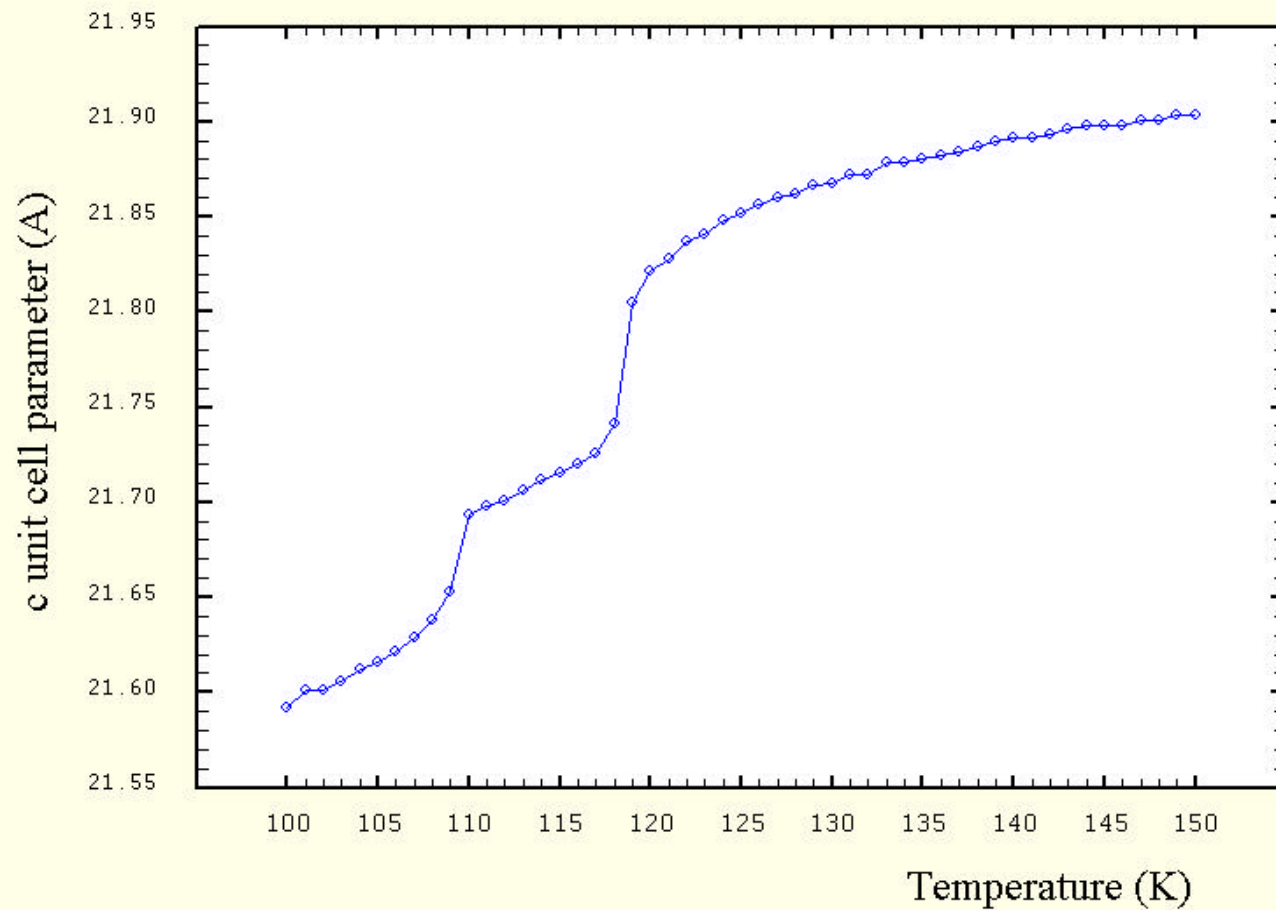
- . Lecture fichiers créés par denzo (`denzoindex TK*.kcd > TK*_cell.out`)
- . Extraction des paramètres de maille, volume de maille, mosaïcité, Chi2, ...

Si Phi-Chi scans: programme **read_dirax_out**

- . Lecture fichiers créés par denzo (`phichi TK*.kcd > TK*_dirax_cell.out`)
- . Extraction des paramètres de maille, volume de maille, symétrie ...

↳ Visualisation de l'évolution thermique de paramètres structuraux

3. Expériences en fonction de la température



Conclusion

Une souris est-elle indispensable pour travailler sur le KappaCCD ?

NON

Quid de l'APEX2 ?