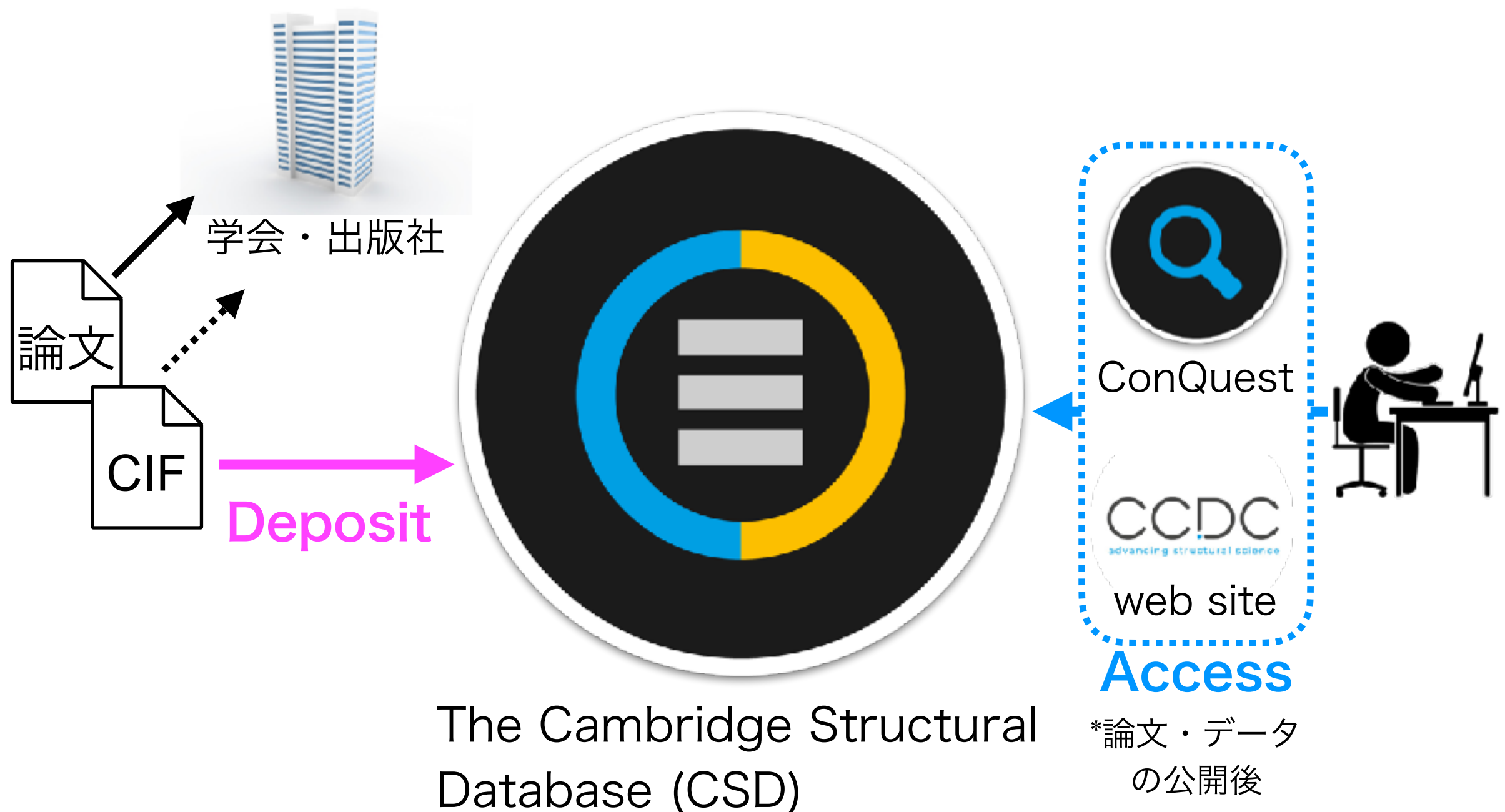


Deposit Structure + enCIFer

星野学（帝京大学）

hoshino.manabu.ly@teikyo-u.ac.jp

CIFのDeposit



いつ、Depositするのか

1. 投稿する論文に関連したデータとして
 2. CSD Communicationsとして
- ▶ 論文掲載に至らず、Depositを放置していると、CCDCからメールが届く

Dear Depositor,

Structures you have deposited with us have remained **unpublished for over a year** and we would like to know **if we can publish them directly through the Cambridge Structural Database** (CSD) as a [CSD Communication](#).

To publish your structures directly as a CSD Communication or if you have already published your data and need to update the publication details we have a number of instructional videos:

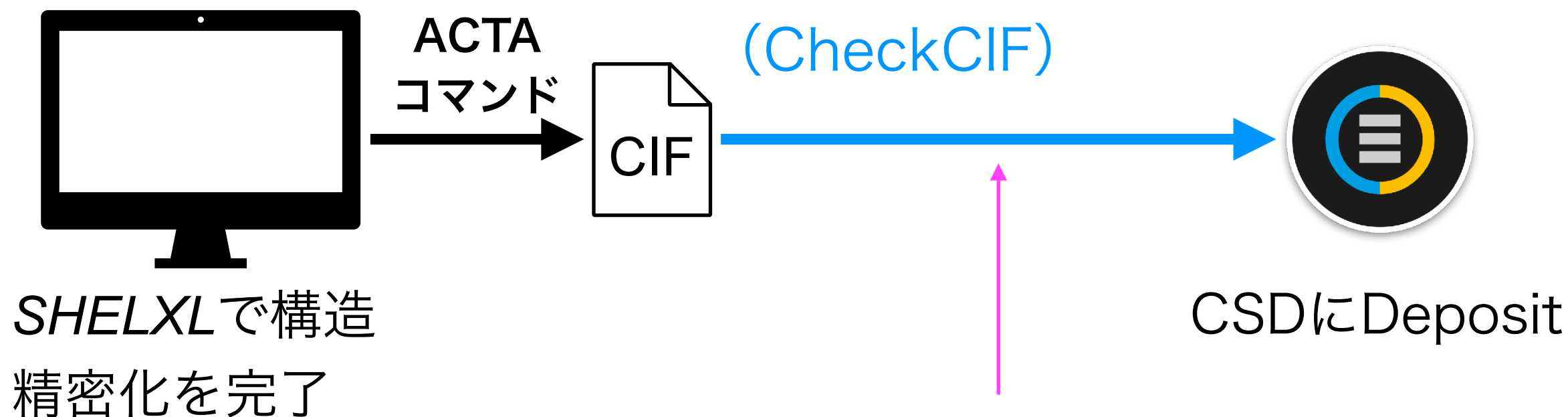
- **How to publish CSD Communications-** an [English language video](#) and [a step by step guide in English and Mandarin language](#)
- **How to update publication details** - an [English language video](#) and a [Chinese language video \(中文/普通话教程视频\)](#)

Or follow these instructions:

1. Sign in (or register) on the CCDC website ...

解析からCIFのDepositまで

- ・ 試料や実験の情報を入力
- ・ 解析結果が適切か検証
(CheckCIF)



このプロセスについて、お話しします
* CheckCIFについては大原先生からも
ご説明いただきます

CIFの出力に関わるtips

SHELXLでCIFを作成するときの入力ファイル

```
TITL Cu2(NCS)2(PPh3)4
exp_159_a.res
created by SHELXL-2018/3 at 18:01:49 on 14-Sep-2023
CELL 1.54184 10.166504 12.998398 13.323765 114.8541 92.8131 100.6164
ZERR 1.00 0.000114 0.000142 0.000158 0.0011 0.0009 0.0009
LATT 1
SFAC C H N P S CU
UNIT 74.60 2.4 2.2
TEMP -173
SIZE 0.08 0.16 0.23
CONF
BOND $H
HTAB C3 N1
HTAB C27 N1
ACTA
L.S. 10
LIST 4
FMAP 2
PLAN 20
WGHT 0.030400 1.313200
FVAR 0.45193
CU1 6 0.655569 0.555733 0.696611 11.00000 0.01368 0.01838 =
0.01355 0.00819 -0.00045 0.00222
```

TEMP: 測定温度 (°C単位)
SIZE: 結晶の大きさ (mm単位)
CONF: ねじれ角を出力
BOND \$H: 水素を含む結合を含む
HTAB: 水素結合を出力

CIFを作成するので、これは必ず必要

私は入力しています

作成されたCIFの中身

data_exp_159_a

_audit_creation_method 'SHELXL-2019/3'
_shelx_SHELXL_version_number '2019/3'
_chemical_name_systematic ?
_chemical_name_common ?

⋮

_shelx_res_file

;

TITL Cu₂(NCS)₂(PPh₃)₄

exp_159_a.res

created by SHELXL-2019/3 at 17:42:00 on 01-Aug-2025

CELL 1.54184 10.166504 12.998398 13.323765 114.8541 92.8131 100.6164

ZERR 1.00 0.000114 0.000142 0.000158 0.0011 0.0009 0.0009

LATT 1

⋮

_shelx_res_checksum 76861

_shelx_hkl_file

;

0 0 1 3.87 0.35

0 0 -1 3.81 0.35

0 0 1 4.08 0.33

0 0 -1 4.22 0.36

⋮

_shelx_hkl_checksum 5840

CIFの本体

この必要な箇所を編集します

CIFを作成したときの
*SHELXL*の出力ファイル

チェックサム（改ざんすると簡単にバレます）

CIFを作成したときに*SHELXL*で読み込んだ
回折データファイル

CIFのチェックサム

***SHELX*付属の*SHREDCIF*を使用**

```
% shredcif exp_159_a.cif
```

```
exp_159_a.res extracted, checksum O.K.
```

```
exp_159_a.hkl extracted, checksum O.K.
```

▶ **0 0 1の回折強度を0.00に編集すると**

```
exp_159_a.res extracted, checksum O.K.
```

```
exp_159_a.hkl extracted, ** bad checksum **
```

▶ **TITLを別のものに編集すると**

```
exp_159_a.res extracted, ** bad checksum **
```

```
exp_159_a.hkl extracted, checksum O.K.
```

* R-facforを編集してもチェックサムはOKですがCheckCIFで警告がでます

CIFの編集の基本

data_exp_159_a

_audit_creation_method	'SHELXL-2019/3'
_shelx_SHELXL_version_number	'2019/3'
_chemical_name_systematic	?
_chemical_name_common	?
_chemical_melting_point	?
_chemical_formula_moiety	?
_chemical_formula_sum	'C74 H60 Cu2 N2 P4 S2'
_chemical_formula_weight	1292.32

SHELXLが自動的に出力

→ **確認**

「？」を編集（入力）

SHELXLがRESファイルを
参考に出力 → **そのまま**



data_[Cu(NCS)(PPh3)2]2

← データ名称は適宜変更可能（32文字以内）

_audit_creation_method	'SHELXL-2019/3'
_shelx_SHELXL_version_number	'2019/3'
_chemical_name_systematic	?
_chemical_name_common	?
_chemical_melting_point	?
_chemical_formula_moiety	'C74 H60 Cu2 N2 P4 S2'
_chemical_formula_sum	'C74 H60 Cu2 N2 P4 S2'
_chemical_formula_weight	1292.32

未編集でも悪くはないが、

検索にひっかからない

← 入力した
位置を変えても良い

CIFの編集につかうソフトウェア

CIFの編集はテキストファイルを編集できるソフトウェアならなんでも良いが・・・

メモ帳 (WIN)



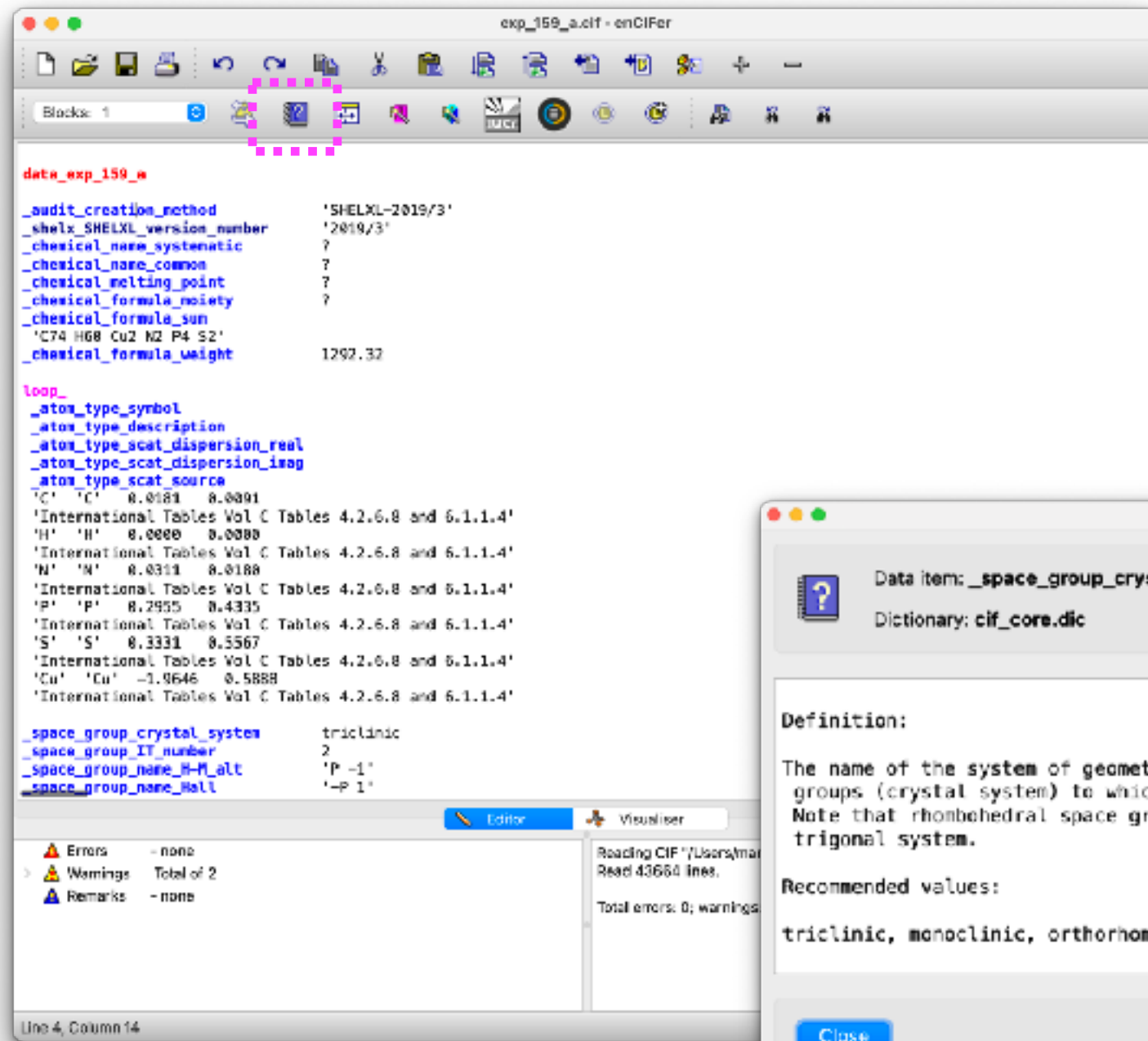
テキストエディット
(mac)



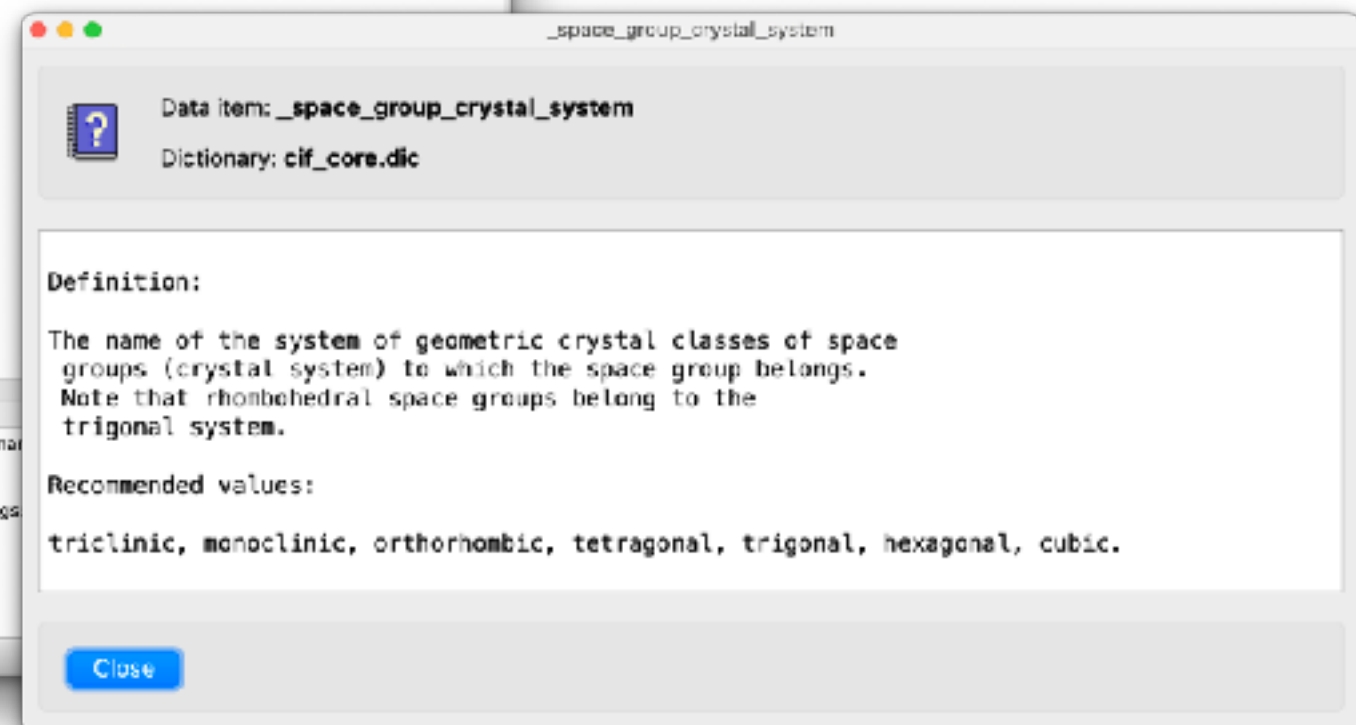
enCIFer



enCIFerの機能例



- データブロックなどの強調表示
- エラーの検出
- 各データブロックの内容説明



CIF編集のルール

```
_space_group_crystal_system  
_space_group_IT_number  
_space_group_name_H-M_alt  
_space_group_name_Hall
```

```
triclinic  
2  
'P -1'  
'-P 1'
```

）テキストデータは引用符（'）でくくる
スペース無しなら引用符は省略可

```
_shelx_space_group_comment
```

```
;  
The symmetry employed for this shelxl refinement is uniquely defined  
by the following loop, which should always be used as a source of  
symmetry information in preference to the above space-group names.  
They are only intended as comments.  
;
```

```
loop_
```

```
_space_group_symop_operation_xyz
```

```
'x, y, z'  
'-x, -y, -z'
```

```
_cell_length_a  
_cell_length_b
```

```
10.16650(11)  
12.99840(14)
```

）数値データは標準偏差を括弧で示す

1行は80文字以内
複数行になる場合は前後を
セミコロン（;）で挟む

* データブロックはイギリス英語表記、編集で入力する
英語はアメリカ英語でも良い（例：colour/color）

装置付属ソフトの出力を利用

*SHELXL*で出力するので構造解析（精密化）の情報は入力済み
編集する必要があるのは、主に実験やデータ処理の情報

*SHELXL*の出力

```
_cell_measurement_temperature      100(2)
_cell_measurement_reflns_used       ?
_cell_measurement_theta_min         ?
_cell_measurement_theta_max         ?

_exptl_crystal_description          ?
_exptl_crystal_colour               ?
```

注意：

*SHELXL*の出力の温度の
標準偏差は意味がない

CrysAlisPro（リガク）の出力

```
_cell_measurement_temperature      100.00(10)
_cell_measurement_reflns_used       29557
_cell_measurement_theta_min         3.6590
_cell_measurement_theta_max         72.1760
```

自分で入力

block, prism, plate, needleなど

自分で入力

red, orange-red, 'dark red'など

多くの「？」はCopy & Pasteで埋まります

その他、自分で入力する項目①

使用したプログラムについて

<code>_computing_data_collection</code>	?	回折強度測定
<code>_computing_cell_refinement</code>	?	格子定数精密化
<code>_computing_data_reduction</code>	?	回折強度積分などのデータ処理
<code>_computing_structure_solution</code>	'SHELXT 2018/2 (Sheldrick, 2018)'	
<code>_computing_structure_refinement</code>	'SHELXL-2019/2 (Sheldrick, 2019)'	
<code>_computing_molecular_graphics</code>	?	分子構造図の作画
<code>_computing_publication_material</code>	?	CIFの作成



(入力例)

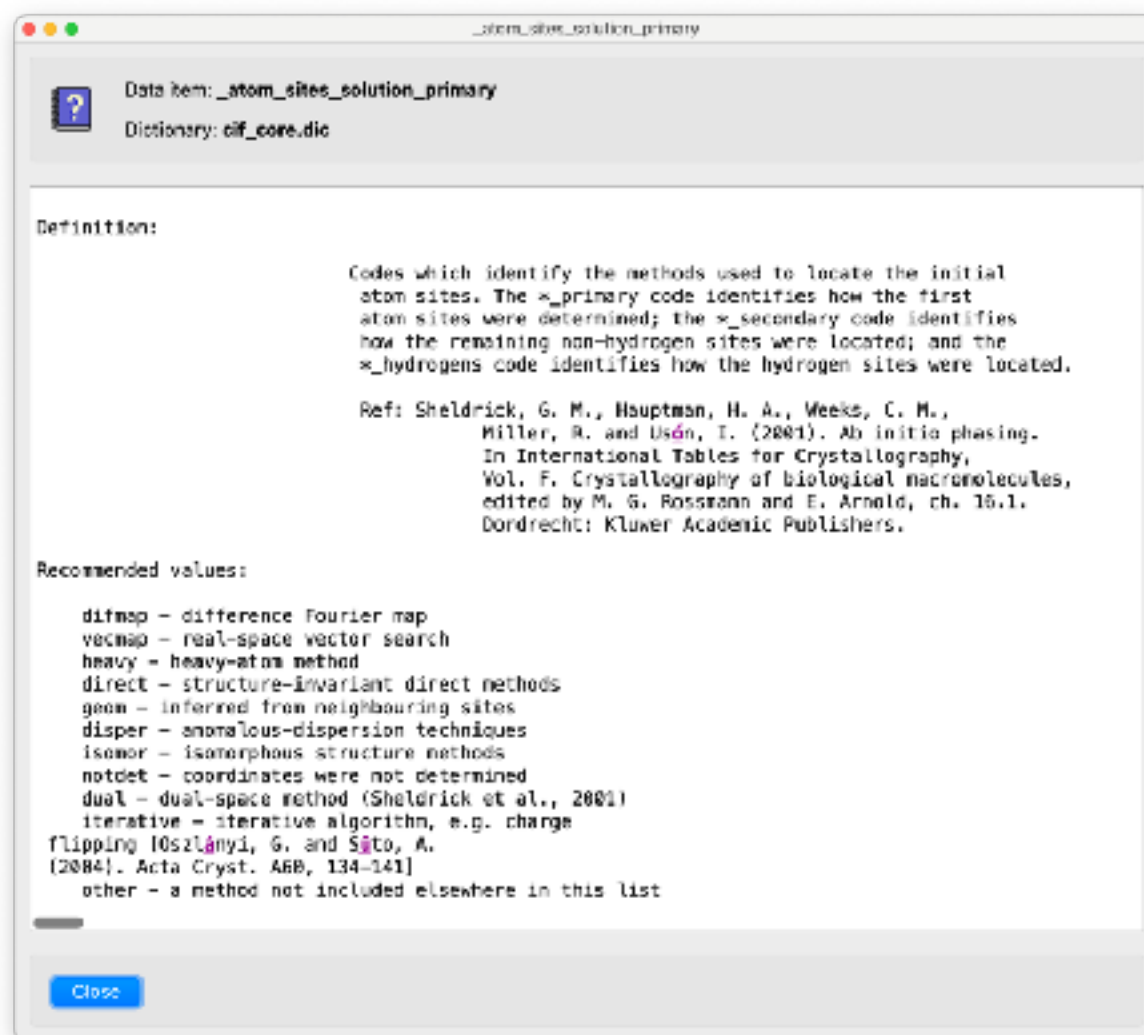
<code>_computing_data_collection</code>	'CrysAlisPro 1.171.41.93a (Rigaku OD, 2020)'
<code>_computing_cell_refinement</code>	'CrysAlisPro 1.171.41.93a (Rigaku OD, 2020)'
<code>_computing_data_reduction</code>	'CrysAlisPro 1.171.41.93a (Rigaku OD, 2020)'
<code>_computing_structure_solution</code>	'SHELXT 2018/2 (Sheldrick, 2018)'
<code>_computing_structure_refinement</code>	'SHELXL-2019/2 (Sheldrick, 2019)'
<code>_computing_molecular_graphics</code>	'Mercury 2025.1.1 (CCDC, 2025)'
<code>_computing_publication_material</code>	'SHELXL-2019/2 (Sheldrick, 2019)'

その他、自分で入力する項目②

原子位置の決定方法について

`_atom_sites_solution_primary`
`_atom_sites_solution_secondary`

? 最初 (Primary)
? 残り (Secondary) の原子位置



分子性結晶の多くは…

Primary →

Direct (*SHELXS*)

Dual (*SHELXT*, *SHELXD*)

Iterative (*Charge Flipping*)

Secondary → Difmap

注) 講演後、赤字に訂正

その他、自分で入力する項目③

絶対構造の判定（決定）について

```
_refine_ls_abs_structure_details  
;  
Flack x determined using 797 quotients [(I+)-(I-)]/[(I+)+(I-)]  
(Parsons, Flack and Wagner, Acta Cryst. B69 (2013) 249-259).  
;  
_refine_ls_abs_structure_Flack 0.07(6)  
_chemical_absolute_configuration ?
```

*SHELXL*の出力で既に記載済み

解析結果における絶対配置判定の状況を示す

rm: 結晶構造中に共存する絶対配置既知の分子を参考に判定

ad: 異常分散効果で判定（Flackパラメータ、Parsons法）

rmad: 絶対配置既知の参考分子と異常分散効果の両方で判定

syn: 異常分散効果で判定できないが、合成手順から判定

unk: 異常分散効果で判定できず、化学的な知見もない

CheckCIF: CIFの検証

IUCrのCheckCIFのサイトにアクセス



<https://checkcif.iucr.org/>

enCIFerのツールバー



CheckCIFの
サイト

CIFのDeposit
のサイト



A service of the
International Union of Crystallography

checkCIF reports on the consistency and integrity of crystal structure determinations reported in CIF format.

Please upload your CIF using

File name:
ファイルを選択 ファイルをアップロード

検証するCIFを選択

Select form of checkCIF report

☒ HTML
☐ PDF
☐ PDF email (recommended for CIFs that

論文投稿時にPDFの提出
が必要なこともある

Select validation type

☒ Full validation of CIF and structure factors
☐ Full IUCr publication validation of CIF and structure factors
☐ Validation of CIF only (no structure factors)

通常は一番上だと
思います

Output Validation Response Form

☐ Level A alerts only
☒ Level A and B alerts
☐ Level A, B and C alerts
☐ None

私は「A and B」を
選んでいます

Send CIF for checking

CheckCIFによる検証結果

● Alert level B

PLAT084_ALERT_3_B High wR2 Value (i.e. > 0.25) 0.37 Report

● Alert level C

PLAT031_ALERT_4_C Refined Extinction Parameter Within Range of ... 3.286 Sigma

PLAT082_ALERT_2_C High R1 Value 0.12 Report

PLAT088_ALERT_3_C Poor Data / Parameter Ratio 9.98 Note



Alert A:

深刻な問題

Alert B:

潜在的に深刻な問題

Alert C:

要確認

Alert G:

予期せぬ事態でないか確認

Alertへの対応

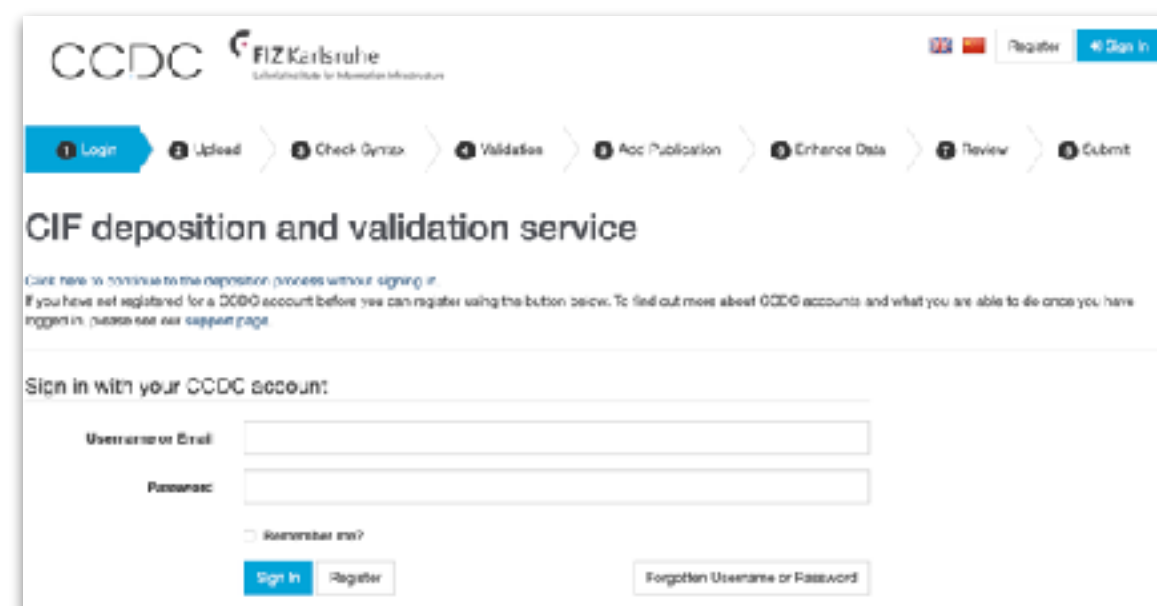
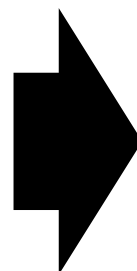
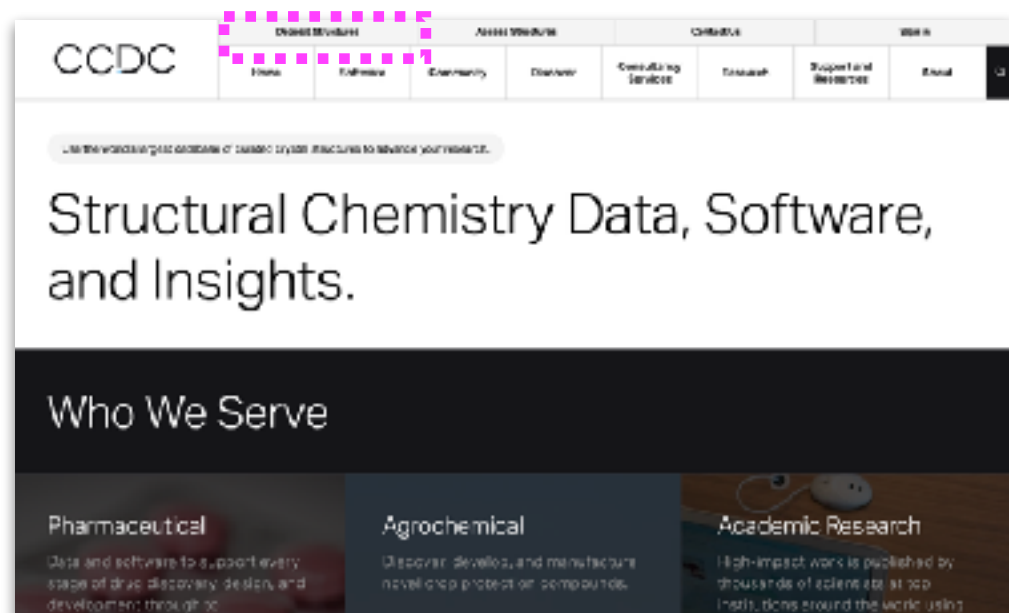
- Alert AとBは理想的にはゼロにしたい
 - ▶ 試料の結晶性が良く、問題なくデータが収集できていれば、多くの場合でAlert AとBはゼロにできる
- Alert AとBの対処のヒントは、アラートをクリックして表示されるポップアップに書いてある
- それでも消えないAlertはある！
 - ▶ 研究であれば、データや解析に難があることもしばしば…
 - ▶ CIFの中にvrfを記入する

```
# start Validation Reply Form
_vrf_PLAT084_Test_Crystal
;
PROBLEM: High wR2 Value (i.e. > 0.25) ..... 0.37 Report
RESPONSE: ...
;
# end Validation Reply Form
```

CheckCIFで出力される
vrfの雛形を利用する

ここにコメントを記入

CSDへのDeposit



<https://www.ccdc.cam.ac.uk/>

アカウントを作成してログイン

画面のフローに従って必要な項目を入力する

CIFへの入力やCheckCIFの実行があるが、既に済ませているはずなので、そのまま進める

おわりに

Depositが完了するとCCDCからメールで連絡が届く

Dear Depositor,

Thank you for depositing your crystal structure(s) via the joint CCDC/FIZ Karlsruhe deposition service.

The data have been assigned the following deposition numbers which can either be quoted as CCDC Numbers or CSD Numbers. A CCDC Number is usually quoted for an organic or metal-organic structure, whereas a CSD Number is usually quoted for an inorganic structure.

CCDC XXXXXXXX-YYYYYYYY (generally used for organic and metal-organic structures)

CSD XXXXXXXX-YYYYYYYY (generally used for inorganic structures)

Deposition Number 2376127

Summary of Data - Deposition Number 2376127

Compound Name:

Data Block Name: data_ZnPor_AzoPy-coexist

Unit Cell Parameters: a 16.6319(7) b 16.5786(5) c 23.8663(17) P2/m

← CCDC Number

やることが多く感じるかもしれませんが、やってみると
Routineで進められます

ただし、[CheckCIFのAlert対応とvrf記入は、注意して
行う必要があります](#)