地域イノベーション共用化装置

JNM-EX270 FT-NMR 使用マニュアル

(文書更新日:H24.03.15)

地域イノベーション技術支援スタッフ 正担当者:立中 咲樹

副担当者:松本 文子

JNM-EX270 FT-NMR (270MHz NMR)を使用するに当たり、

- 学生は**本マニュアル記載事項以外の操作を行わない**こと。
- エラー表示などトラブルが生じた際は、速やかに管理担当者まで連絡し、そのときの 状況を報告すること。
- 1. 装置予約

<u>http://www.nano.sojo-u.ac.jp/rsv_sys/</u>左記アドレスから装置予約システムへログイン (ログインユーザ「学生」、パスワード「student」を入力)し、装置の予約を行う。

- 使用記録簿(測定者名に使用登録許可のない者の名前を記載しないこと)
 使用記録簿に使用年月日、使用開始時刻、測定者名、指導教員名、内線番号を記入
- 3. 装置の起動

エアードライユニット、エアーコンプレッサーの電源(手前から順番に計4つ)、パソコン、 の電源を入れる。Windows が立ち上がったらデスクトップ上にあるアイコン より Excalibur を起動する。

補足:稀に、PC 画面上に「AQP エラー」と表示されることがある。その場合、Excalibur を 閉じ、PC の隣にある機械(AQP unit)の電源を OFF にし、数秒後に再び ON にした後、Excalibur を起動して操作を続ける。それでもエラー表示が出る場合は管理担当者に連絡すること。

4. **DEVIC** パターン

[DEVIC] ボタンをクリックし、装置が正常に動作 しているか(<u>画面上に赤点灯がないか</u>)確認する。

緑点灯:正常→装置が正常に作動。[Exit] で画面 を閉じる。

赤点灯:異常→何らかの故障が考えられるので管理 者へ報告(補足: Check を指定して [ON] をクリッ クするとエラーメッセージが表示される)。

8831	ALAITH	STATUS	1141	ALAER	STATUS		
068CY		¹⁵ Check	PANCE		C Otecii		
080007	17	Check	Sv1CI	m	C Disck		
08000		Check .	ATRCA .		C Okeck		
08061		Check	FORER	17	C Olack		
IRSE1		Check	#511CT	-	C Dieto		
18000		C theck	ATOST		C Otack		
IRSE TO		C there	The second se		and a second second		
180002		COatl	14 188.40	7 82	100.00 1		
LKKODE		Cichack		1			
LURCY		C. Check			1 Contractor Bar		
AUX	E	Check	SHET	CETTEN	1110		
Scen PGE		C Charl	tannal	Can of	A		
\$8180	-	C Check	Lanser				
See. 3	_	N 23					
5694	1		1		2		
-					Second C.	100	
1 1	品 十	公占打	LT1V2	5년종	け正堂		
	T L A				полет	100	Ent

5. **サンプルの調製**

- 5 mm φ 試料管の標準のサンプル液量は、4cm 程度にする。
- ローターと試料管はやわらかい布やキムワイプで綺麗に拭いておく。
- 試料管の底がサンプルゲージのストッパーに当たるように、ローターと試料管を調節する。
- ローターにサンプルを挿入したらオートサンプルチェンジャーにセットする。
- ADVANCE ボタンを押すとチェンジャーが時計回りに回転する。

注意:このとき ADVANCE ボタン左にある EMERGENCY ボタンは押さないこと!

→手順6へ

6. SAMPL パターン

メニューアイコンより [SAMPL] ボタンを押すと下図の SAMPL パターンが表示される。

EXcalibur for Windows -NMR DATA SYSTEM-	_ 8 ×
jile Screen Qommand Color Help	
Ite Screen Command Corr Help SAMPL Command SAMPL Command SLVNT CDCL3 Eject サンプル取り出し SLVNT CDCL3 Eject サンプル取り出し SNO 15 Auto set Manual set JD Pro. MENU Command サンプルセット MENU Command H EXMOD NON TIMES 20	
SAWTH	
COMNT CDCI3	
Accumulation Command	
Poleser 1. DownLoad	
Exit モニタウィンドウ(進行状況)	
ASCON:15 LOAD SPIN:15.0Hz LCKON:665 SHMON VTOFF:22.3c He:68.4% N2:100.0	J%
A 2 Kenne - A 2	« 📑 10:03

7. 溶媒条件の読み込み

[SAMPL] Command 枠内にある [SLVNT] ボタンをクリックすると、リストボックスが現れる。

リストボックスから溶媒名を選び [LDSET] をクリックするとリストボックスが閉じ設定が完 了する。補足:この操作は溶媒に [CDCl₃] を使用する場合も必ず行う。

8. サンプルのセット

[SNO] のテキストボックスには「サンプルを入れたオートサンプルチェンジャーの No」を 入力後、[Auto set] をクリックする。しばらく待つとオートサンプラーが作動し、サンプル の挿入が始まる。

画面下にあるモニタウィンドウが進行状況に合わせて、

「ASCON \Rightarrow LOAD \Rightarrow SPIN \Rightarrow LCKON \Rightarrow SHMON」と、順に水色に変化する。 SHMON に水色のマーカーが点灯し、SHMON の表示が点滅から点灯へと変わったら終了とな る。<u>補足:稀に、LOCK と SHIM が正常にかからないことがある。その場合、一旦サンプルを</u>取り出し(Eject ボタン)、手順 8 のサンプルのセットをやり直すこと。

→手順9へ

9. ACQUS パターン

メニューアイコンより [ACQUS] ボタンを押すと下図の ACQUS パターンが表示される。

EXcalibur for Wind Eile Screen Comr	lows=1MR DATA SYSTEM- mand Cglor Help
E.	Acquisition Parameter
	EXMOD NON EXPCM NON:Single.coupled:PW1_ACQTM_PD:1H,13C,17O,2H,14N,19F,etc
ACOUS	MENUF NON VARPM © BUTWT © BESEL © INIAC © CONAC SETIN
Lin Land	1) 標準条件の読み込み
UPDIS	OBNUC 1H OBS SET Memo TUNE Auto Filter
10 Pro.	
2D Pro.	POINT 16384 PW1 6-0 us PULSE SET
	SANPO 16384 RGAIN 12
AniEAS	FREUD (3401.6 Hz FILTR 2700 Hz
SAWTH	ACQTM 3.03309 sec RESOL 0.33
	PD 3.987 sec TIMES 8 のUNWAY 1 3) 測定条件の入力
MASHM	COMNT [CDC13
1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1	
	Accumulation Command
DEVIG	
Pulser	
DownLoad	RESOL ¹⁸ ,33Hz EXPTM : O day O hour 1 min 3 sec
	4) 積算の開始
Exit	
	ASCON:15 LOAD SPIN:14-0Hz LCKON:663 SHNON VTOFF:21.9c He:68.4% N2:100.0%
- スタート (ST) FXe	calibur for Windo 🦉 無明 - 水介小 👝 🔍 小田 🖉 🖉 🖉

10.標準条件の読み込み

Proton (1H) 測定の場合→手順 10.1 へ
 Carbon (13C) 測定の場合→手順 10.2 へ

10.1. **Proton (1H) 測定を行う場合**

【ACQUS】 パターン Acquisition Parameter 枠内にある [MENUF] ボタンをクリックする と、右図のダイアログボックスが表示される。 次に、リストボックスより「NON.par」を選ぶ。

File Mane: NON.par		Directories: c:Vvinner¥common		RDMNU	
NON. PAR OBS90. PAR OFR. PAR P1std. Par PSTMAS. PAR PWBCM. PAR OBCM. PAR OECHO. PAR	1 1	COMMON	× .	Cancel	
List Files of Iyr	e:	Driges:			
WENUF (*.par)		ind c:			

注:次のボタンは絶対にクリックしないこと!! [WTMNU] ボタン(赤色×印)

【RDMNU】 ボタン(青枠内)をクリックするとダイアログボックスが閉じ、標準条件が読 み込まれる。→手順 11 へ

10.2. Carbon (13C) 測定を行う場合

【ACQUS】 パターン Acquisition Parameter 枠内にある [MENUF] ボタンをクリックすると、上図のダイアログボックスが表示される。次に、リストボックスより「BCM.PAR」あるいは「DEPT.PAR」を選ぶ。

注:次のボタンは絶対にクリックしないこと!! [WTMNU] ボタン(赤色×印)

【RDMNU】 ボタン(青枠内)をクリックするとダイアログボックスが閉じ、標準条件が読 み込まれる。→手順 11 へ

11. 測定溶媒の確認

測定溶媒が「CDCl3」の場合→手順14へ、測定溶媒が「CDCl3以外」の場合→手順12へ

12. **Proton (1H) のチューニング**

[ACQUS] パターン Acquisition Parameter 枠内にある [ATUNE] をクリックすると Auto tune 画面が現れる。

注1:次の数値は絶対に変更しないこと!! [LF Tune, LF Match, HF Match, HF Tune]。

注2:次のボタンは絶対にクリックしないこと!! [Set up]。

チューニング核の変更

まず **[TUNUC]** をクリックすると、リストボックスが表示されるので「1H」を選択した 後、**[LDOBS]** をクリックすると、リストボックス画面を抜ける。

「Quick」ヘチェックを入れた後、[Tune] ボタンをクリックする。 ここで右図の ATUNE 画面が現れ「Execute auto tune ok」と表示さ れるので[OK] をクリックする。

次に右図の Message 画面が現れ「Auto tune」、[Cancel]、[Exit] を聞かれるが、そのまま待つとチューニングが始まる。チューニングが 終了すると Message 画面が消える

A) Proton (1H) 測定の場合: Auto tune 画面の [Close] をクリックした後、手順 14 へ

B) Carbon (13C) 測定の場合→手順 13へ

13. Carbon (13C) のチューニング

[ACQUS] パターン Acquisition Parameter 枠内にある **[ATUNE]** をクリックすると Auto tune 画面が現れる。

注1:次の数値は絶対に変更しないこと!! [LF Tune, LF Match, HF Match, HF Tune]。

注2:次のボタンは絶対にクリックしないこと!! [Set up]。

チューニング核の変更

まず **[TUNUC]** をクリックすると、リストボックスが表示されるので「**13C」**を選択した後、**[LDOBS]** をクリックすると、リストボックス画面を抜ける。

「Full」 ヘチェックを入れた後、[Tune] ボタンをクリックする。ここで ATUNE 画面が 現れ「Execute auto tune ok」と表示されるので [OK] をクリックする。

次に Message 画面が現れ「Auto tune」、[Cancel]、[Exit] を聞かれるが、そのまま待つ とチューニングが始まる。チューニングが終了すると Message 画面が消える。

Auto tune 画面の [Close] をクリックして画面を抜ける。→手順 14へ





Execute auto tune o

キャンセル

14. 測定条件入力

[TIMES] 入力ボックスに積算回数を入力する。

注:積算回数は4の倍数とすること!! (12, 16, 20,…,64, 128, 256 など)

[COMNT] 入力ボックスに**サンプル名**を入力する。

補足:コメントには大文字、小文字が 64 文字以内で使用できる。但し、*や/は使用してはいけない。

15. 積算の開始

[ACQUS]パターン Acquisition Parameter 枠内左下 [AGACM] ボタンをクリックする。 「UPDIS パターン」(下図)へ移行し、オートレシーバゲインコントロールが行われ積算が 開始する。しばらく待つと積算が完了し [ACQUS] パターンへと戻る。



UPDIS パターン内の主な表示 [TIMES]:設定した積算回数 [SCANS]:現在の積算回数 [REMTM]:積算の残り時間 UPDIS パターン内の主な操作機能 [CANAQ]:積算停止命令 [EXIT]:[UPDIS]パターンから抜ける

16. 1D Pro パターン

測定終了後、**[1D Pro.]** をクリックし、1D Pro.パ ターン(右図)が表示される。

17.保存の仕方

専用の USB メモリを差し込んだ後、メニューバー

[File] ⇒ **[Save]** を選択する。

保存先を専用の USB メモリへと変更し、サンプル名

を入力して保存する(.als 形式)。

注1: NMRのPCにデータは残さないこと、通達無しにデータ消去を行う場合があります)

注 2:私物の USB メモリを NMR の PC と接続しないこと!!

18. 測定サンプルの取り出し

メニューアイコンより [SAMPL] ボタンをクリックすると、[SAMPL Command] が表示されるので、その中にある [Eject] ボタンをクリックする。しばらく待つとサンプルが取り出される

→手順 19 へ

	onertal 2 71 000 10 000 2	10000000000000000000000000000000000000	Zf(1) 8250, 027 42	প্ৰায় জন্ম নাৰ্	
	拡大	*****	Y	リセット	
	拡大リセ	<u> サヨッ サ</u> ット	nicora 44 milio	Taplace 1	0
LANE Definetion	P0/P1バリュコ	-9	PP設定	自動位相補正	E
E+IL PO	-20'-22'-22'-40'-58'-62'-61'-0		2 12 12 12 12 12 12 12 12 12 12 12 12 12		_

19. 標準設定の復帰

メニューアイコンより[SAMPL]ボタンをクリック、SAMPL Command 枠内にある[SLVNT] ボタンをクリックし [CDCL3] を選択後、[LDSET] をクリックする。

メニューアイコンより **[ACQUS]** パターン Acquisition Parameter 枠内にある **[MENUF]** ボタンをクリック後、リストボックスより **「NON.par」**を選ぶ。

注:次のボタンは絶対にクリックしないこと!! [WTMNU] ボタン(赤色×印)

[RDMNU] ボタン(青枠内)をクリックするとダイアログボックスが閉じ、標準条件が読み 込まれる。

20. 測定した溶媒の確認

CDCl₃で測定した場合→手順 26 へ

CDCl₃以外の溶媒で測定した場合→手順 21 へ

21.標準サンプルのセット

標準サンプルの 0.1%エチルベンゼン/CDCl₃がオートサンプルチェンジャーの「No.15」 にセットされていることを確認する。

メニューアイコンより [SAMPL] ボタンをクリックし、「SNO」に「15」を入力し [Auto set] をクリックする。標準サンプルがセットされ、SHMON の表示が点滅から点灯へ変わる までしばらく待つ。

[ACQUS] パターン Acquisition Parameter 枠内にある **[ATUNE]** をクリックすると Auto tune 画面が現れる。

注1:次の数値は絶対に変更しないこと!! [LF Tune, LF Match, HF Match, HF Tune]。

注2:次のボタンは絶対にクリックしないこと!! [Set up]。

Carbon (13C) 測定した場合→手順 22 へ

Proton (1H) 測定した場合→手順 23 へ

22. Carbon (13C) のチューニング

まず【TUNUC】をクリックし、リストボックスから「13C」を選択した後、【LDOBS】 をクリックする。つぎに「Full」ヘチェックを入れ【Tune】ボタンをクリックする。ここで ATUNE 画面が現れ「Execute auto tune ok」と表示されるので【OK】をクリックする。 このあと Message 画面が現れ「Auto tune」、[Cancel]、[Exit】を聞かれるが、そのまま待 つとチューニングが始まる。チューニングが終了すると Message 画面が消える。

→手順 23 へ

23. Proton (1H) のチューニング

まず [TUNUC] をクリックし、リストボックスから「1H」を選択した後、[LDOBS] をクリックする。つぎに「Quick」ヘチェックを入れ [Tune] ボタンをクリックする。 ここで ATUNE 画面が現れ「Execute auto tune ok」と表示されるので [OK] をクリ ックする。このあと Message 画面が現れ「Auto tune」、[Cancel]、[Exit] を聞かれる が、そのまま待つとチューニングが始まる。チューニングが終了すると Message 画面が 消えるので、その後、Auto tune 画面の [Close] をクリックして画面を抜ける。

24. 標準サンプルによる確認(絶対に行う必要は無いが、可能であれば行うこと)

[ACQUS] パターン Acquisition Parameter 枠内、[TIMES] 入力ボックスに積算回数を入 力する。つぎに、[AGACM] ボタンをクリックし、積算を開始する。しばらく待つと積算が完 了し ACQUS パターンへと戻る。測定終了後、[1D Pro.] をクリックし、0.1% エチルベン ゼン/CDCL₃ がきちんと測定されていることを確認する。

25. 標準サンプルの取り出し

メニューアイコンより [SAMPL] ボタンをクリックすると、[SAMPL Command] が表示されるので、その中にある [Eject] ボタンをクリックする。しばらく待つと標準サンプルが取り出される。

26. Excalibur の終了

溶媒条件、標準条件を測定前の状態へと戻したら [EXIT] ボタン(または右上の [X] ボタン)で Excalibur を終了する。

27. 専用の USB メモリの取り外し

専用の USB メモリを取り外す。

28. Windows の終了

パソコンの電源を落とし、**エアーコンプレッサー、エアードライユニットの電源(奥から順 番に計4つ)を落とし**て終了となる。最後に ADVANCE ボタンを押して、オートサンプルチェ ンジャーを回転させローターを取り除く。

29. 使用記録簿

使用記録簿に使用終了時刻 、サンプル名、測定本数、測定モード、使用溶媒、その他事項を 記入する。

30. NMR 解析: データ解析用 PC で行うこと。

別紙の Alice マニュアルを参照すること。