

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

http://www.nano.sojo-u.ac.jp/rsv_sys/ 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。

2. 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。



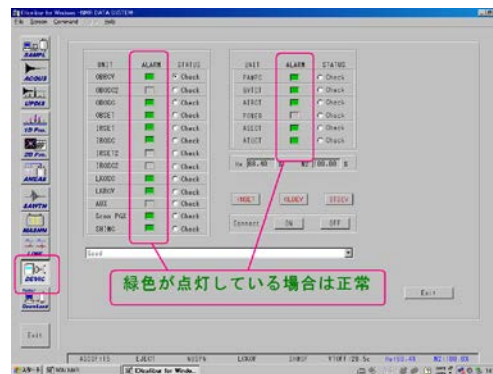
補足 : 稀に、PC 画面上に「AQP エラー」と表示されることがある。その場合、Excalibur を閉じ、PC の隣にある機械(AQP unit)の電源を OFF にし、数秒後に再び ON にした後、Excalibur を起動して操作を続ける。それでもエラー表示が出る場合は管理担当者に連絡すること。

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 (画面上に赤点灯がないか) 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)。



5. サンプルの調製

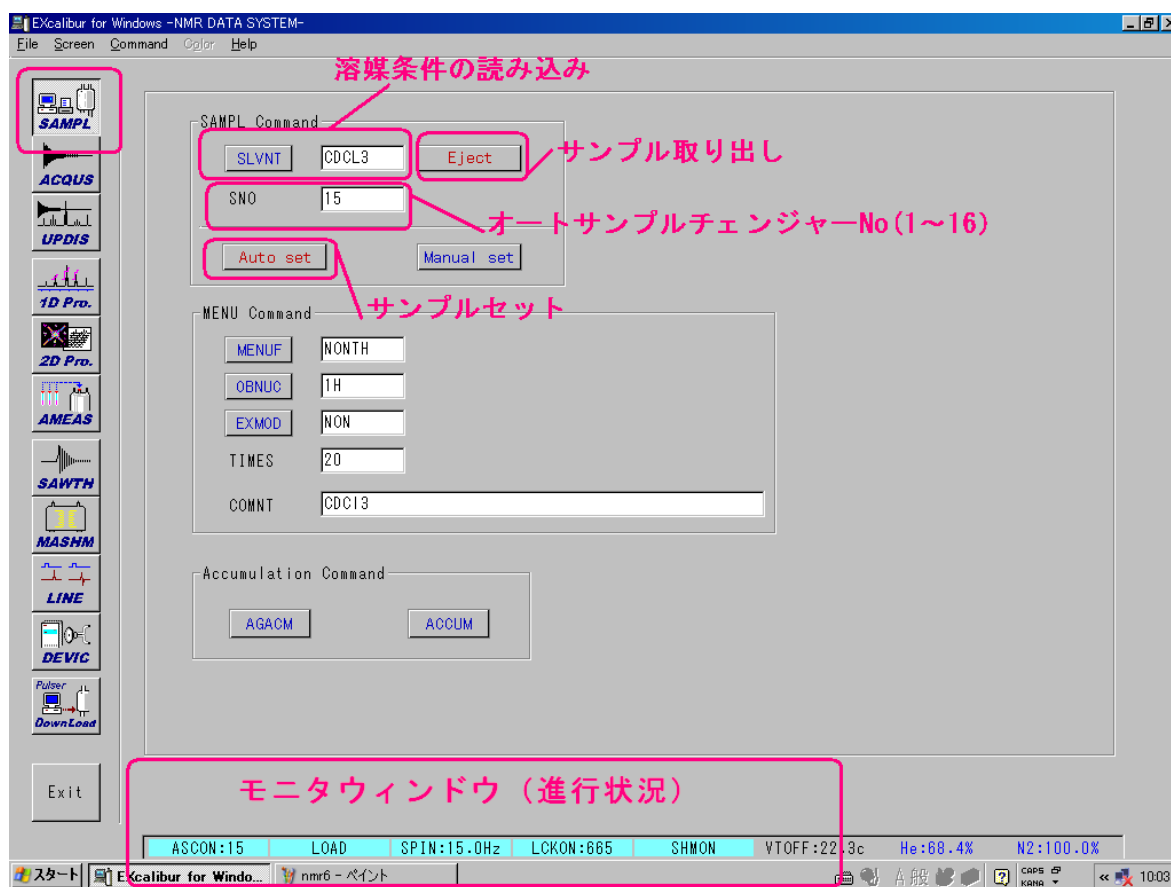
- 5 mm φ 試料管の標準のサンプル液量は、4cm 程度にする。
- ローターと試料管はやわらかい布やキムワイプで綺麗に拭いておく。
- 試料管の底がサンプルゲージのストッパーに当たるように、ローターと試料管を調節する。
- ローターにサンプルを挿入したらオートサンプルチェンジャーにセットする。
- ADVANCE ボタンを押すとチェンジャーが時計回りに回転する。

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。



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 $[\text{CDCl}_3]$ 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、

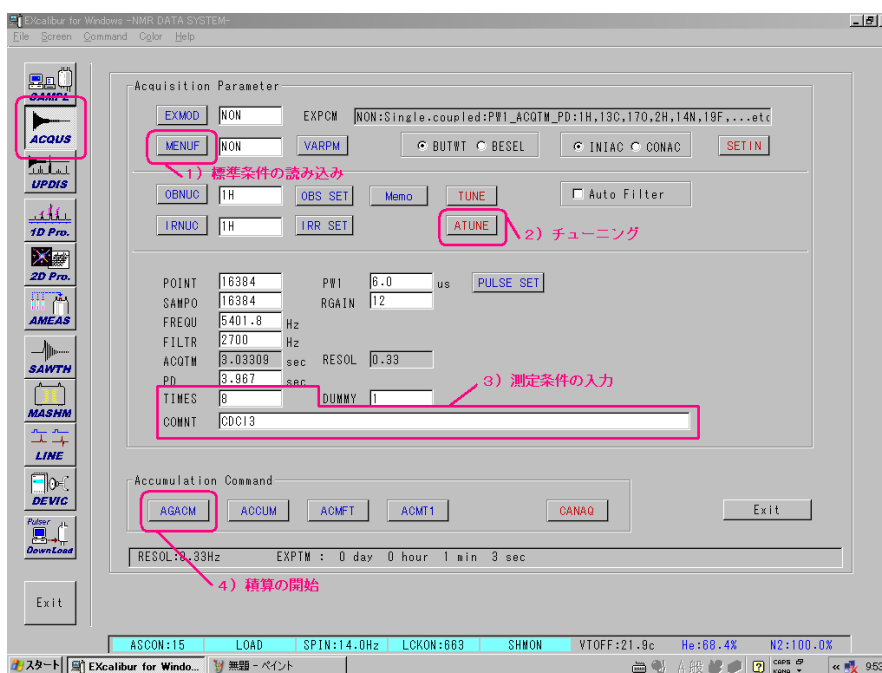
「**ASCON** ⇒ **LOAD** ⇒ **SPIN** ⇒ **LCKON** ⇒ **SHMON**」と、順に水色に変化する。

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。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。



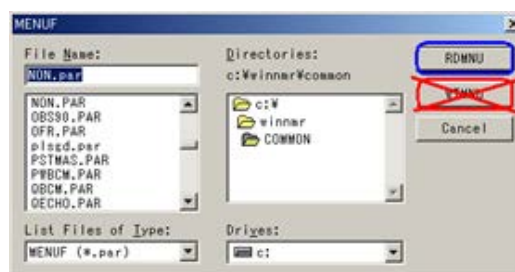
10. 標準条件の読み込み

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。



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「 CDCl_3 」の場合→手順 14 へ、測定溶媒が「 CDCl_3 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]。



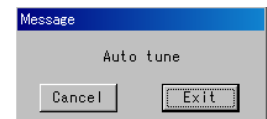
チューニング核の変更

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] へ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 (^{13}C) 測定の場合→手順 13 へ

13. Carbon (^{13}C) 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「 ^{13}C 」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] へ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

14. 測定条件入力

[TIMES] 入力ボックスに**積算回数**を入力する。

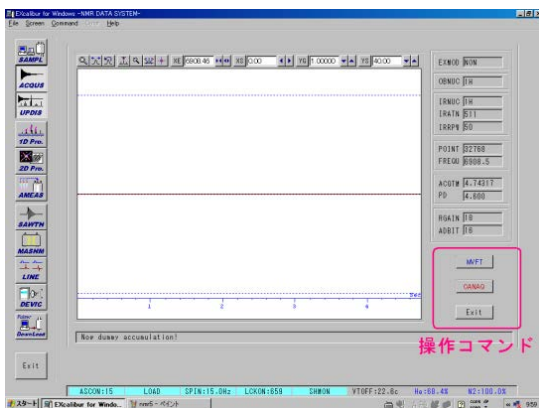
注：積算回数は4の倍数とすること!! (12, 16, 20, ..., 64, 128, 256 など)

[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。

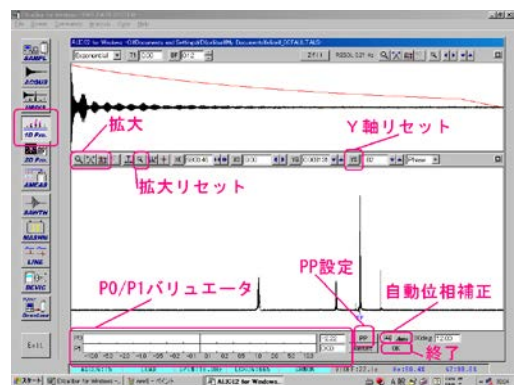
17. 保存の仕方

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

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」へチェックを入れ [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**」へチェックを入れ [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。