## 地域イノベーション共用化装置

## JEOL ECS400 (400MHz 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

JEOL ECS400 (400MHz 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許可無く行わない**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。

- 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
- コンプレッサーの電源を「On」にし、表示圧が「0.6Mpa」を超えたら、コンプレッサーの青 色バルブ、バッファータンクの青色バルブの順に開く。
- PC の電源を入れ、「Welcome to Windows」ウィンドウが開いたら、「Ctrl + Alt + Delete」 キーを同時に押し、開いた「Log On to Windows」ウィンドウに、User name:「delta」、 Password:「 delta 」を入力後 OK クリックすると Windows が起動する。
- 5. デスクトップ上にある「<sup>Pete</sup>」アイコンをダブルクリックし、 「Delta」ウィンドウを開き、ウィンドウ内にある 「Spectrometer Control」ボタン をクリックし、 「Spectrometer Control」ウィンドウを開く。

<b>O</b> Delta	
File Processors Viewers Tools Analysis Acquisition	
	AND USA
	Ą
Spectrometer Control	ボタン
Network port = 6422	Ť
1	

 「Spectrometer Control」ウィンドウ内の「scc - Free - ECS 400」をクリックして表示を 反転させたのち、「Connect」ボタン(黄色) をクリックする。
 このとき「No Connect Link」(白)から「Connect: scc 」(黄)へと表示が変わったことを確 認する。



- 7. サンプルをセットするに当たり下記の点については特に注意すること
  - 注 1:測定開始時に、必ずエアーが出ていることを確認し、さらに NMR チューブをセットしたサンプルローターが浮くことを確認する。
    - 注2:サンプルローターは、絶対に落としたり、横置きしたりしないこと。 置く場合は専用のホルダーか、頭の大きい方を下にして置くこと。
    - 注3:特に下部の細い部分とその付け根部分は念入りに拭くこと
  - 注4: 5 mm φ 試料管のサンプルの液の高さは 4cm 以上(4~5cm) に すること
    - 7.1. NMR チューブ、サンプルローターをキムワイプできれいに拭く
    - 7.2. サンプルローターの細い部分を下まで引っ張る。
    - 7.3. サンプルロに置いてある白い蓋をサンプルローターから下ろす。
    - 7.4. サンプルローターに NMR チューブを差し込み、サンプルゲージにローターをセット。
    - 7.5. NMR チューブを底に着くまで押し込む。このとき。底まで押し込まれていることを確認。
    - 7.6. サンプルゲージからサンプルローターを取り出す。
    - 7.7. 取り出したサンプルローターを、エアーが出ているホルダーにセットする。このときサン プルが浮いていることを確認する。
    - 7.8. セットしたオートサンプラーの番号を控えておく。



- 8. 「Spectrometer Control」ウィンドウ内の「Auto」ボタン Auto をクリック
- 9. 「Automation: scc」ウィンドウが開く
- 10.「Automation: scc」ウィンドウ内、「Filename」を入力する。必要が有れば「Comment」を 入力。注:文字や数字を入力する際には、入力欄の枠内にマウスカーソルが入っている状態で なければ、入力出来ません。
- 11. 「Automation: scc」ウィンドウ内、「Slot」に、測定したいサンプルをセットしたオートサン プラーの番号を入力する
- 12. 「Automation: scc」ウィンドウ内、「Solvent」に、サンプルで使用している溶媒を選択する (反転表示されている)。
- 13. [Automation: scc] → [Option] → [Advanced Mode]  $\pounds$   $\psi$

	Automation : scc
Automation : scc	File Sample Options
File Sample Options	Advanced Mode
	Filename O Enhance Filename O Show Submitted Methods
Filename:	Clear Submitted Methods Slot: Tubeless EStatus EJECTED
Comment:	Temp. Set OLC.NMR ^L . Temp. 22.3[dC]
Slot:	Solvent: Cfl/OROFORM4D
Тенф. Set: <u>25[dC]</u> Сигг. Тенф. <u>24.6[dC]</u>	D20 DMF-D7 DMS0-D6
Temp. State: TEMP OFF 🔶 Lock Status OFF	Notify: Description I hold
Solvent: CHLOROFORM-D CYCLOHEXANE-D12	delta_automation.auto2
D2O DMF-D7	Proton Presaturation
DMSO-D6	Carbon Proton and Carbon
Notify: Hold	Carbon and Dept 135 Carbon and APT
	Edited DEPT Proton and COSY
delta automation.auto2	Proton and DQF COSY Proton and NOESY
	Proton and TOCSY Hetcor
Proton Presaturation	Flock Combination 1
Carbon Proton and Carbon	
Carbon and Dept 135 Carbon and APT	
Edited DEPT Proton and COSY	
Proton and DQF COSY Proton and NOESY	
Proton and TOCSY Hetcor	
Flock Combination 1	
Gradient COSY Gradient DQF COSY	

- 14. 「Automation: scc」ウィンドウに「ADVANCED」と表示されていることを確認
- 15.「Automation: scc」ウィンドウの下部にある「測定メソッド」ボタン



16. 「Set Parameters for 〇〇 (測定メソッド名)」 ウィンドウが起動

Set Parameters	for Proton	LO X
		Â
- ØProton		
Basename:		
ØPr	moton	-
Filename:	lest	
Comment:	[	
Slot:	<u> </u>	
Solvent:	CHLOROFORMAD CYCLOHEXANE D12 D20	
Temperature:	25[4C]	<u></u>
Tenq. State:	TEMP OFF	•
K Initialize:	spin_state	Ţ
Printer:	NONE	+
Ran with Change	s Run with Defaults Save Canc	a

17. 測定溶媒

CDCl<sub>3</sub>で測定する場合、操作 21 へ

その他の溶媒で測定する場合、次ページの操作18へ

18. その他の溶媒で測定する場合

「Set Parameters for ○○」ウィンドウ中にある Initialize ボタン右枠内にある「force tune」 をクリック(反転表示に)後、その右に表示されている「FALSE」を「TRUE」へ変更し、表示 が「TRUE」となったことを確認する。

19. スキャン回数の変更を行う場合(default scans: 16)(変更しない場合は操作 21 へ) 「Set Parameters for 〇〇」ウィンドウ中にある Initialize ボタン右枠内にある「scans」を クリック(反転表示に)し、その右に表示されている枠内に積算回数を入力する

💋 Set Parameter	s for Proton		
— ØProton			-
Basename:			
Ø	Proton		-
Filename:	test		
Comment:	[		ווכ
Slot:	<u>_</u> 5]		
Solvent:	CHLOROFORM-D CYCLOHEXANE-D12 D2O		
Temperature:	25[dC]		
Temp. State:	TEMP OFF		ŧ
Initialize	auto gain force_tune spin_state		¢ ₹
Printer:	NONE		¢
Run with Chang	es Run with Default	Save Canc	el
	15) force tune	「TRUE」	
	16) scans	「積算回数」	

20. 温度可変測定を行う場合(行わない場合は操作 21 へ) 注意:温度可変測定の範囲は原則として「室温~60℃」 かつ、溶媒の沸点以下とします。

「60℃~80℃」で測定を行う場合は、事前に管理担当者 へ連絡を入れておくこと。

「Set Parameters for ○○」ウィンドウ中にある 「Temp. State: 」の右にある「TEMP OFF」を「TEMP ON」 へと変更した後、「Set Parameters for ○○」ウィンド ウ中にある「Temperature : 」の右に「測定温度」を入 カする

💋 Set Parameters	for Proton
	A
- Proton	
<b>•</b>	
Basename:	
	oton
Filename:	test
Comment:	
Slot:	
Solvent:	CHLOROFORM-D CYCLOHEXANE-D12 D20
Temperature:	25[4C]
Temp. State:	TEMP OFF 🔶
MInitialize:	spin_state
Printer:	NONE
Run with Change	Run with Defaults Save Cancel

21. 「Set Parameters for 〇〇」ウィンドウ下部にある「Run with Changes」ボタンをクリック すると、測定開始

注: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。

- 22. 測定開始と同時に「Automation Queue: scc」ウィンドウ が開く
- 23. 測定中に、次の測定サンプルをセットし、連続サンプル測定 を行うことが可能です。

操作手順

空いているサンプルホルダーにサンプルをセットし、7~21 までの操作を繰り返し行う。

7~21の操作を繰り返すたびに、「Automation Queue : scc」 ウィンドウ内に、測定開始待ちのサンプル情報が追記される。

- [Automation Queue] ウィンドウで、測定終了(Automation Queues Complete と表示)を確認後、「Close」ボタンをクリ ックし、ウィンドウを閉じる。
- 25. 測定終了後

その他の溶媒で測定、操作29へ

CDCl₃で測定した場合、次ページ操作 26 へ

Options
METHOD Proton [Gradient Shim] GROUP Proton ( est. time 0:01:47 ) —> EXPERIMENT Proton ON SLOT 12 <file: c<="" th=""></file:>
このウィンドウ内に「測定メソッド」や「測定中の Slot 番号」な どの情報が表示される
Cut Buffer:
Empty Cut Buffer
Empty Cut Buffer
Empty Cut Buffer



26. 測定終了後:「CDCI3で測定した場合」

「Automation: scc」ウィンドウ内のツールバーにある 「Sample」→「Eject Sample」をクリックして、サン プルを取り出す。注:サンプルが排出されてもすぐに取 り出さないこと。エラーの原因になります。

27. オートサンプラーからサンプル (ローター) を取り出し、 サンプルローターから NMR チューブを取り出す。柔ら かい布やキムワイプでサンプルローターを拭いた後、専 用ホルダーに戻す。



- 28. 白い蓋をサンプルロにのせる。
- 29. 「Automation :scc」ウィンドウの「×」クリックし、ウィンドウを閉じる
   →操作 41 へ
- 30. 測定終了後「その他の溶媒で測定した場合」

「Spectrometer Control」ウィンドウ内の「Sample」ボタン Sample をクリックすると「sample:scc」ウィンドウが開く

- 31. 標準試料 0.1% C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>/CDCl<sub>3</sub> をオートサンプラーにセット する。(標準試料はローターから外さないこと。また、ときどき 試料がきっちりセットできているかを確認すること)
- 32. 「sample:scc」ウィンドウ内の「Sample State」内「Slot」に 0.1% C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>/CDCl<sub>3</sub>をセットしたオートサンプラー番号を入 カし、サンプルをロードする。

注 1:「Slot」のオートサンプラー番号入力欄内からマウスが外

れると「サンプルのロード」が実行されますので、慎重に操作してください。

注 2:入力欄内にマウスカーソルがないと、数字入力は出 来ません。また、入力欄内からマウスが外れると「サンプ ルのロード」が実行されます。

33.「sample:scc」ウィンドウ内の



💋 Sample: scc		
сущина		
Field Strength	Helium	Nitrogen
9_389766[T]	87[%)	65[%6]
Sample State	Spinner	Temperature
	4 😨 💓	/ 👞 🐱
Probe ID 2756 Co	urrent 0[Hz]	Current 23.7[dC]
Slot 🚺 🕨 T	arget 15[Hz]	Target 425.0[4C]
Solvent	Lock Control	
CHLOROFORM-D CYCLOHEXANE-D12	- A Dain (21 ) 👌 💣 🚳	
D2O DMF-D7 DMSO D4	evel 180	<u> </u>
HEXAFLUORO-2-PROPANOL-D2 METHANOL-D3	Phase 118.1 [d	K
CHLOROFORM.D Offset		
User Skims System Skin	- 🛃 🛃 🕯	Refresh Shims
Shim Groups		Auto Shims
Z1 Z2 Z3 Z4 🔶 Reset	1 5	AUTOSHIM OFF



- 34. 「Spectrometer Control」ウィンドウ内の「Config」→「Probe Tune」 をクリックする
- 35. 「Probe Tune Tools」 ウィンドウが起動。

🔗 Probe Tu	ne Tool
Coil:	
Domain:	Aluminum27 🔶
Offset:	
	🗋 Force Tune
Tune No	w Abort Close

Config Queue Maci ted Job : UNKNO Shim on FID Gradient Skim Tool 💩 🛛 🚺 🥖 🚺 23.7 (aC) He 87[%) N2 65[%) RG

\_ 🗆 🗵

Close

\_ 🗆 🗙

Close

Tune Now

Abort

ŧ

ŧ

ŧ

ŧ



をクリックし、ウィンドウを閉じる。

8

39. サンプルの取り出し

注 1:「Slot」のオートサンプラー番号入力欄内からマウス が外れると「サンプルのロード」が実行されますので、慎重 に操作してください。

注2:入力欄内にマウスカーソルがないと、数字入力は出来 ません。また、入力欄内からマウスが外れると「サンプルの ロード」が実行されます。



「sample:scc」 ウィンドウ内の 「Sample State」 内 「Slot」

の をクリックしサンプルを取り出す。注:サンプルが排出されてもすぐに取り出さないこと。エラーの原因になります。

- 40. NMR 本体からサンプルが出てきたことを確認したら、オートサンプラーからサンプル[0.1% C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>/CDCl<sub>3</sub>]を取り外す。(標準試料はローターから外さないこと。また、ときどき試料が きっちりセットできているかを確認すること)
- 41. 白い蓋をサンプルロにのせる。
- 42.「sample:scc」ウィンドウの「×」をクリックし、「sample:scc」ウィンドウを閉じる。
- 43. 「Spectrometer Control」ウィンドウ内の「Free」(赤色)ボタン をクリックし、 「Connect: scc 」(黄)から「No Connect Link」(白)へと表示が変わったことを確認した後、 「Spectrometer Control」ウィンドウの「×」をクリックし、ウィンドウを閉じる。
- 44. 「Delta」ウィンドウの「×」クリックすると、「Confirm」ウィンドウが 開く。「Confirm」ウィンドウ内の「OK」ボタンをクリックすると、「Delta」 ウィンドウが閉じる。



- 45. デスクトップ上の「Short cut to data」フォルダをダブルクリックし、「data」フォルダを開く。
- 46. 専用の USB メモリを差し込み、「data」フォルダにある測定データ(filename-1.jdf)を USB メモリに移動する

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!!

- 47. モニタ右下の「Safety Remove Hardware」<sup>Se</sup>を利用して、USB メモリ取り外しの準備を行う。 **ジロン 1**9:40 AM
- 48. [Windows] をシャットダウンする。
- 49. バッファータンクの青色バルブ、コンプレッサーの青色バルブの順に閉じ、コンプレッサーの 電源を「Off」にする。
- 50. 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。

## 51. 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。