

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

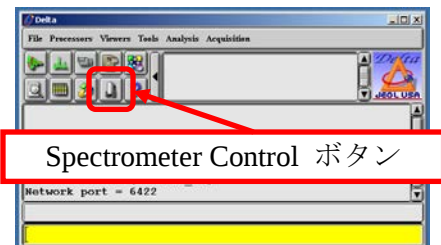
http://www.nano.sojo-u.ac.jp/rsv_sys/ 左記アドレスから装置予約システムへログイン
(ログインユーザ「学生」、パスワード「student」を入力) し、装置の予約を行う。

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

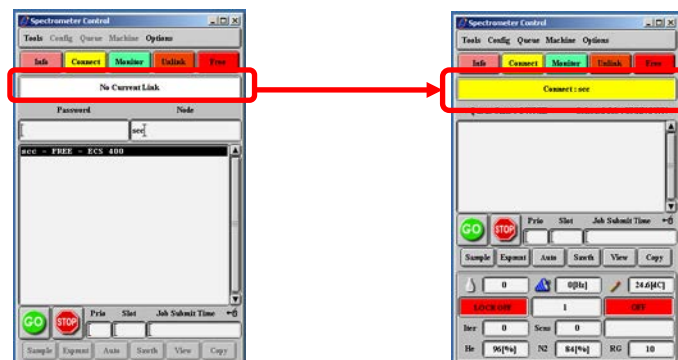
3. コンプレッサーの電源を「On」にし、表示圧が「0.6Mpa」を超えたら、コンプレッサーの青色バルブ、バッファータンクの青色バルブの順に開く。
4. PC の電源を入れ、「Welcome to Windows」ウィンドウが開いたら、「Ctrl + Alt + Delete」キーを同時に押し、開いた「Log On to Windows」ウィンドウに、User name: 「delta」、Password: 「 delta 」を入力後 OK クリックすると Windows が起動する。

5. デスクトップ上にある「 Delta」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。



6. 「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。

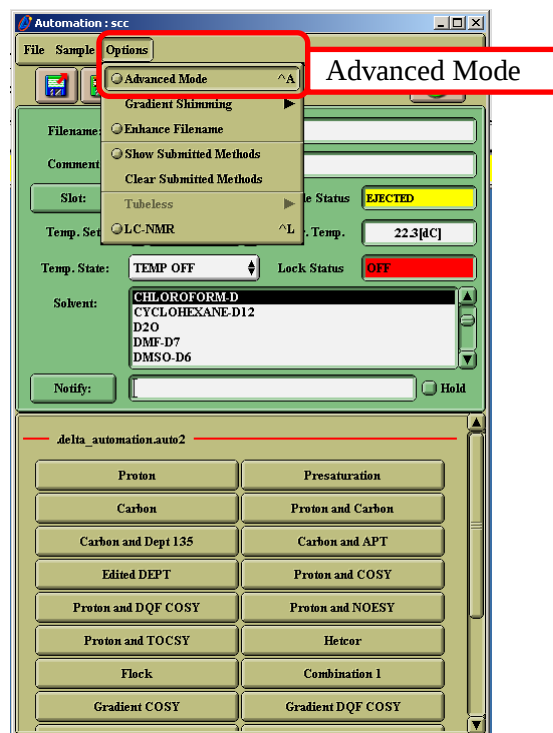
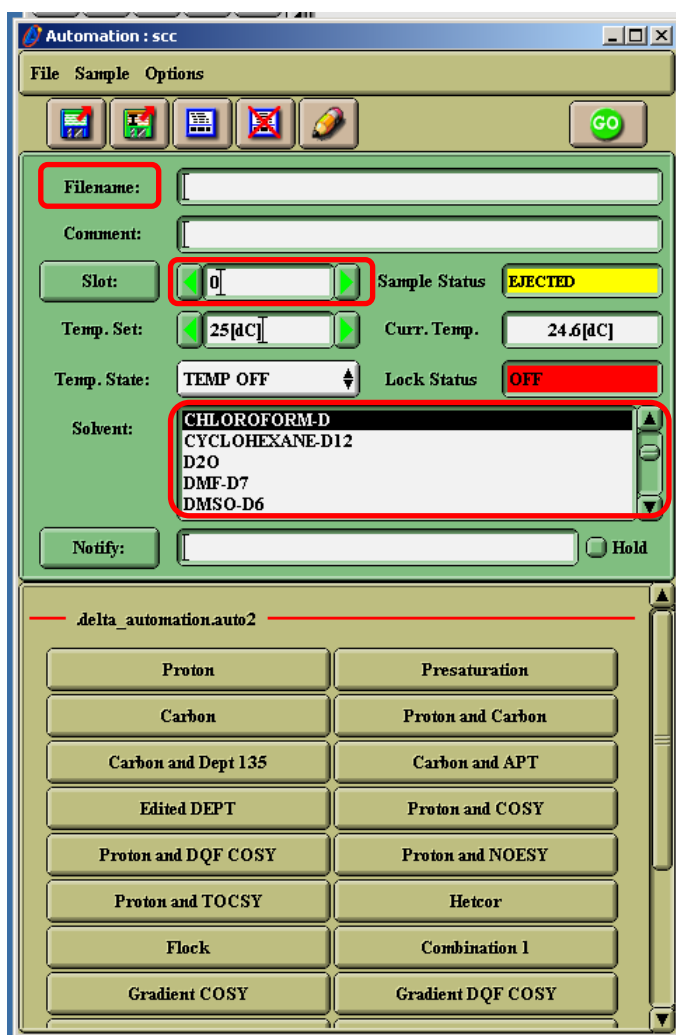
注 3：特に下部の細い部分とその付け根部分は念入りに拭くこと

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. サンプル口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。

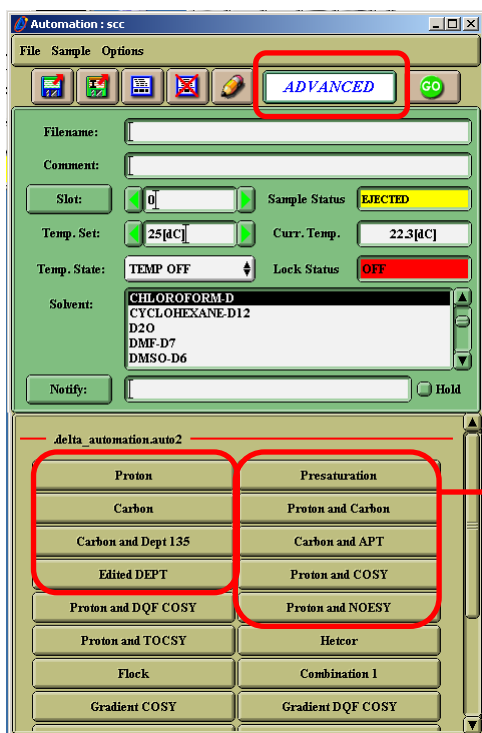
8. 「Spectrometer Control」 ウィンドウ内の「Auto」ボタン  をクリック
9. 「Automation: scc」ウィンドウが開く
10. 「Automation: scc」ウィンドウ内、「Filename」を入力する。必要があれば「Comment」を入力。**注：文字や数字を入力する際には、入力欄の枠内にマウスカーソルが入っている状態では、入力出来ません。**
11. 「Automation: scc」ウィンドウ内、「Slot」に、測定したいサンプルをセットしたオートサンプラーの番号を入力する
12. 「Automation: scc」ウィンドウ内、「Solvent」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」 をクリック



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



目的の測定ボタンをクリック

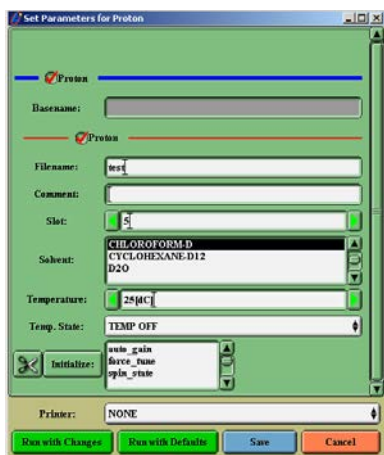


使用可能測定メソッド

[Proton]
[Carbon]
[Proton and Carbon]
[Carbon and DEPT135]
[Edited DEPT]
[Proton and COSY]
[Proton and NOESY]

これ以外の測定メソッドを希望する場合は
装置管理者へ相談すること

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



17. 測定溶媒

CDCl₃で測定する場合、操作 21 へ

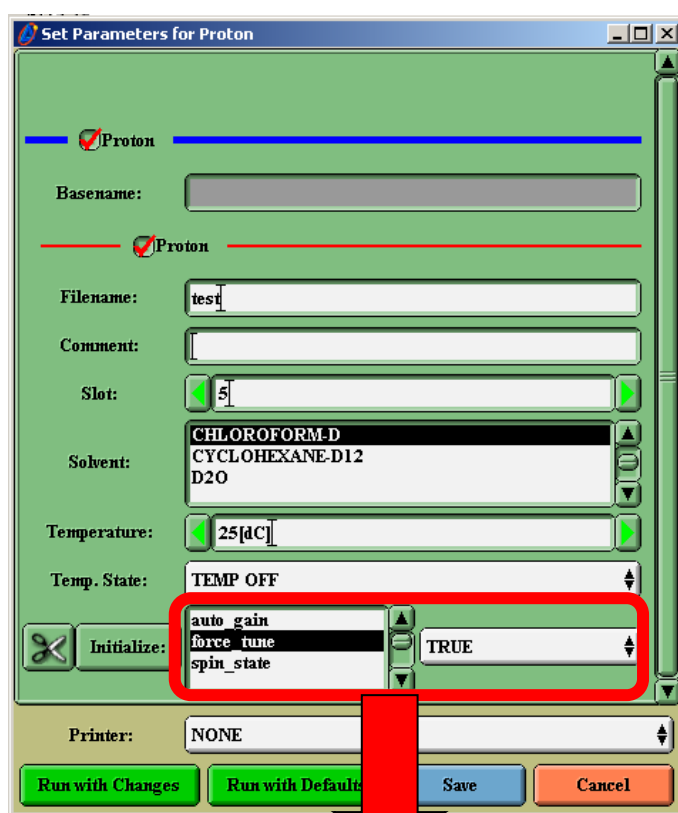
その他の溶媒で測定する場合、次ページの操作 18 へ

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 ○○」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



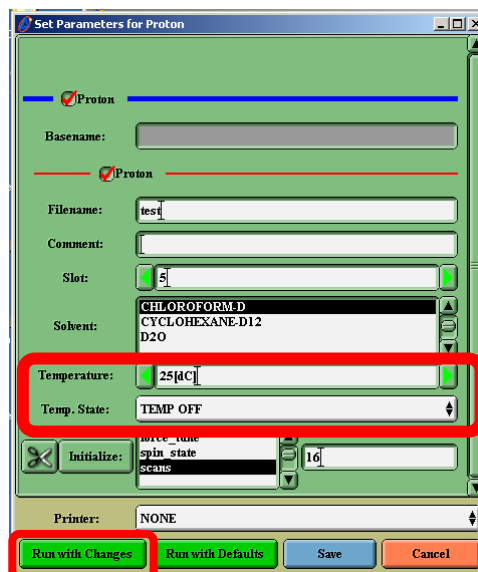
15) force tune 「TRUE」
16) scans 「積算回数」

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
力する



21. 「Set Parameters for ○○」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。

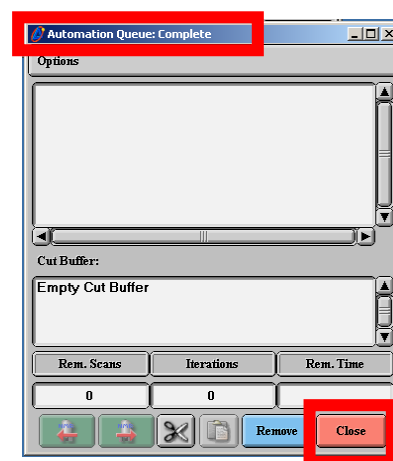
7～21 の操作を繰り返すたびに、「Automation Queue : scc」
ウィンドウ内に、測定開始待ちのサンプル情報が追記される。

24. 「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

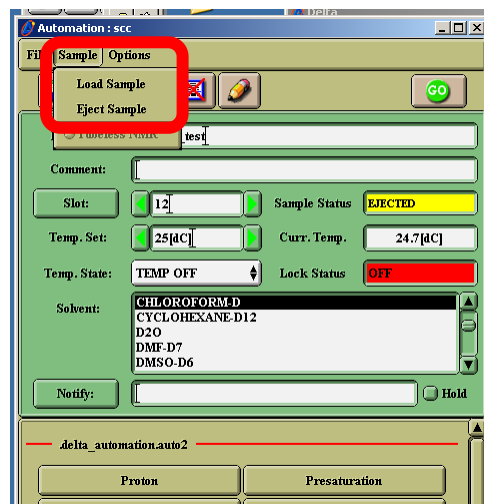
その他の溶媒で測定、操作 29 へ

CDCl₃で測定した場合、次ページ操作 26 へ



26. 測定終了後：「CDCl₃」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ブでサンプルローターを拭いた後、専用ホルダーに戻す。

28. 白い蓋をサンプル口にのせる。

29. 「Automation :scc」ウィンドウの「×」をクリックし、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% C₆H₅C₂H₅/CDCl₃ 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）

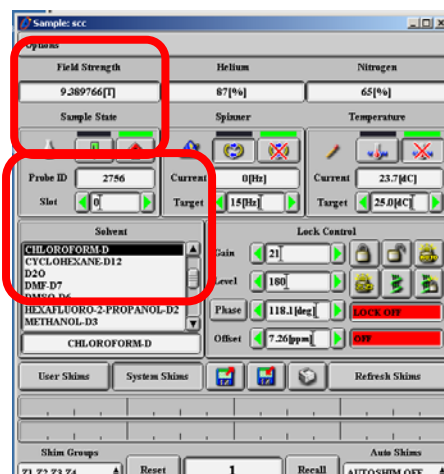
32. 「sample:scc」ウィンドウ内の「Sample State」内「Slot」に 0.1% C₆H₅C₂H₅/CDCl₃ をセットしたオートサンプラー番号を入力し、サンプルをロードする。

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。

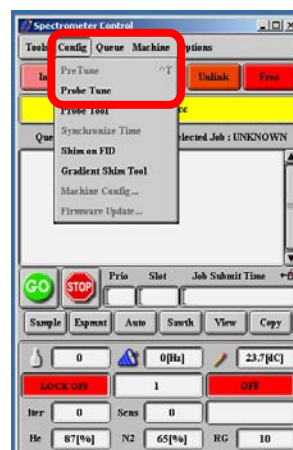
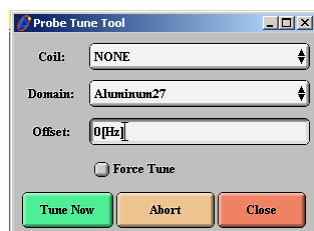
33. 「sample:scc」ウィンドウ内の

「Sample State」がに
「Spinner」がになっていることを
確認し、「Solvent」→「CHLOROFORM」を選択する。



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。

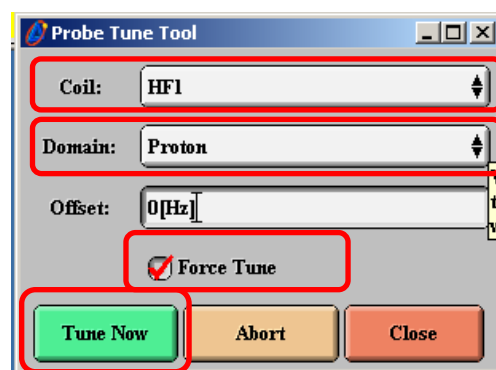


36. 「Probe Tune Tools」ウィンドウに従ってチューニング項目を選択する。

まず、HF-Proton のチューニングを行う。

Coil を「HF1」、Domain を「Proton」、Force Tune

に「レ」を入れ、「Tune Now」をクリックすると、「Inform」ウィンドウが起動し、チューニングが開始される。終了すると、このウィンドウが閉じる。



A) プロトン (^1H) を測定した場合：操作 37 へ

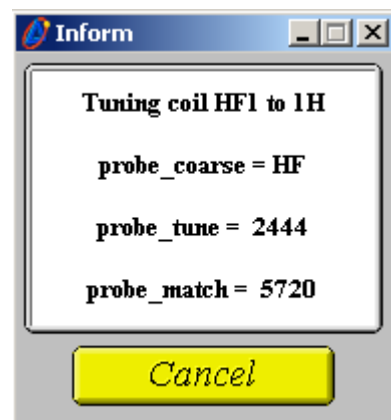
B) カーボン (^{13}C) を測定した場合：操作 36 へ

37. カーボン (^{13}C) を測定した場合

次に、LF-Proton のチューニングを行う。

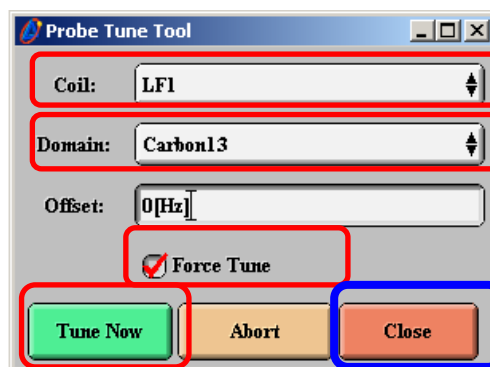
Coil を「LF1」、Domain を「Carbon13」、Force Tune

に「レ」を入れ、「Tune Now」をクリックすると、「Inform」ウィンドウが起動し、チューニングが開始される。終了すると、このウィンドウが閉じる。→操作 37 へ



38. 「Probe Tune Tools」ウィンドウの「Close」

をクリックし、ウィンドウを閉じる。



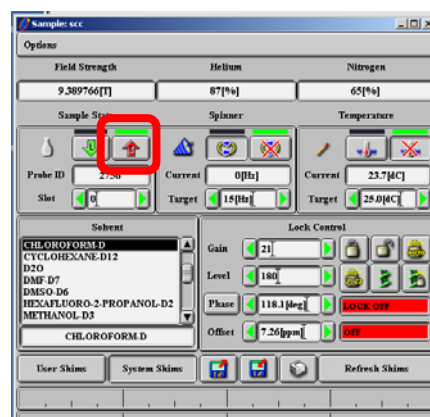
39. サンプルの取り出し

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」

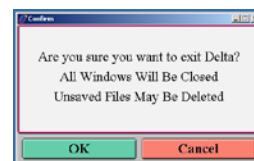
の  をクリックしサンプルを取り出す。注 : サンプルが排出されてもすぐに取り出さないこと。エラーの原因になります。



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% $C_6H_5C_2H_5/CDCl_3$]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. 白い蓋をサンプル口にのせる。
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「×」をクリックすると、「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」を利用して、USB メモリ取り外しの準備を行う。

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。