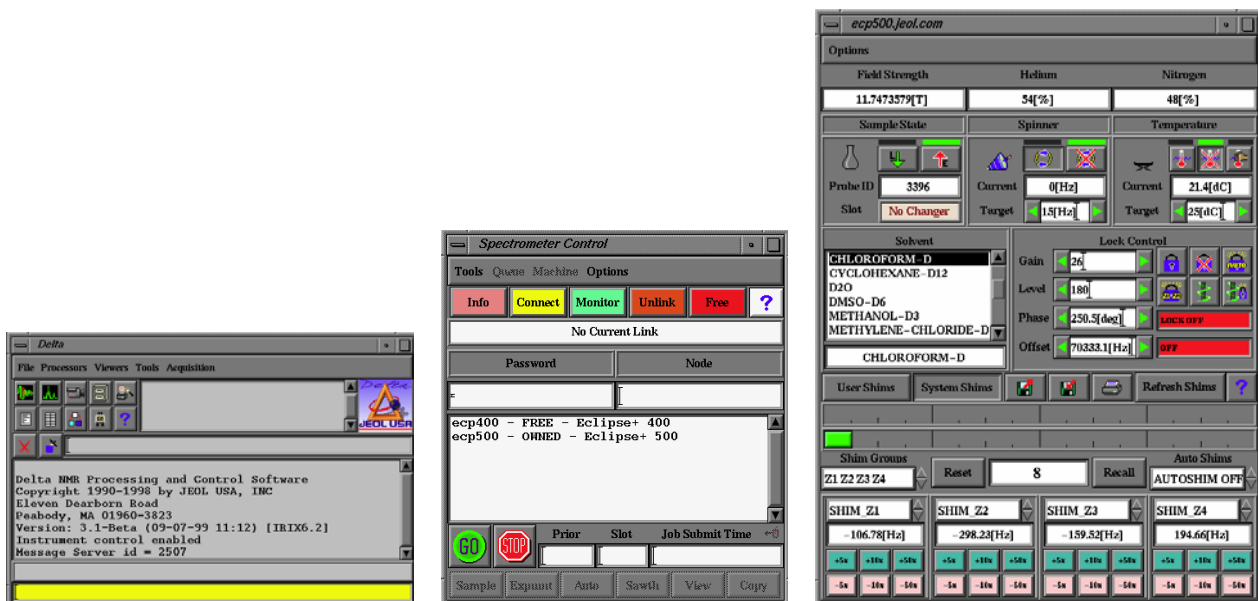


通常測定(<sup>1</sup>H, <sup>13</sup>C, <sup>31</sup>P, <sup>11</sup>B, 各種二次元, FG 測定など)

1. NMR サンプルの外側を拭き、ロータにセットする。このときロータの内筒部分が最下限まで下がっていることを確認してからサンプルをセット、その後ガイドを用いてサンプルの高さを調整。
2. 超伝導磁石の上のサンプル投入口からエアーが吹き出していることを確認してサンプルを乗せる。
3. 測定ノートに研究室名・名前・測定開始時刻・溶媒・測定核種・測定温度を記入。
4. マウスを動かすと画面が明るくなり、画面内に Delta コンソール・Spectrometer Control・Sample Tool の三つのウィンドウが開いていることを確認。



Delta コンソール

Spectrometer Control

Sample Tool

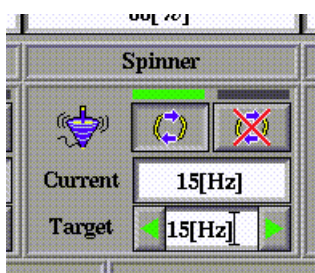
これらが開いていない場合はデスクトップの delta アイコンをダブルクリック。出てくる Delta コンソールのボタンのうち、2 段目右から 2 番目(ロケットの形)を押す。さらに出てきた Spectrometer Control の下の ecp500 をクリックして、上部黄色の Connect を押す。緑色の Go の下の Sample を押すと Sample Tool が開く。

5. Sample Tool 中で下図緑の矢印ボタンを押してサンプルをロードする。

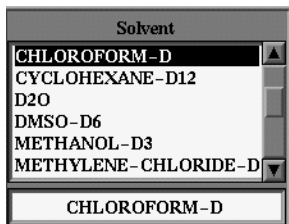


フラスコの絵に液体が満たされればサンプルはロードされている。

6. サンプルが回転することを確認。コマの絵が立って回っていれば良い。スピンがかからない場合は 5.の赤い上向き矢印ボタンを押してサンプルを一度出し、再度緑の下向き矢印ボタンを押してサンプルを入れてみる。ダメならロータの外筒の底面をエタノールで湿らせたキムワイプで拭く。



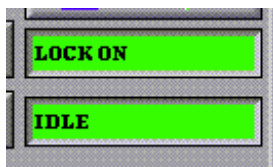
7. 使用している重水素化溶媒をリストから選択する。 $^{31}\text{P}$ ,  $^{11}\text{B}$  核などの測定時に重水素ロックをかけないのであれば、NO LOCK を選択すること。



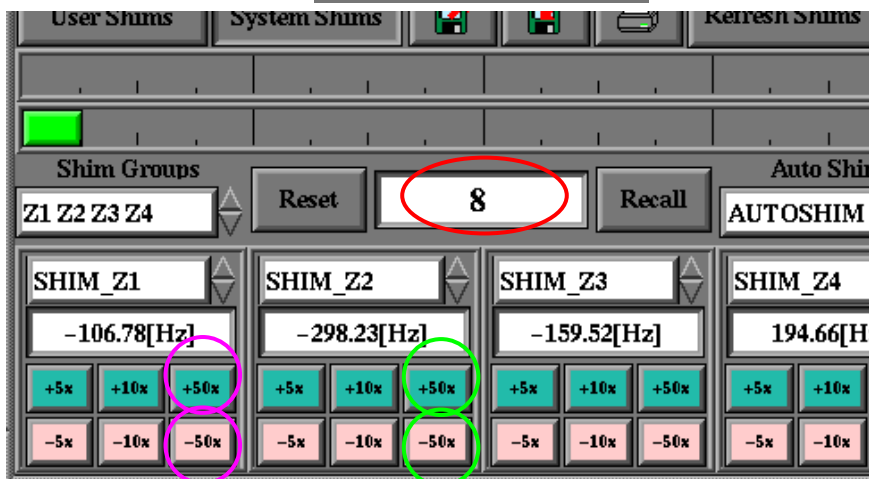
8. 重水素ロックをかけるため、右図のボタンを押す。



9. ロックがかかると先のボタン下が緑の表示に変わる。



10. shim 調整：ロックシグナルの値(赤丸内の数字、上の緑色棒グラフも同じ意味)が最大になるように、ピンクの○で囲んだボタンで Z1 の値を調整する。次いで緑の○で囲んだボタンで同様に Z2 を調整してロックシグナルの値を最大に。以降ピンク・緑・ピンク・・・とロックシグナルの値が上がらなくなるまで調整。 $\pm 5$  と  $\pm 10$  は調整せずとも十分 shim 合わせは可能。ただし Z3 と Z4 は触らないこと。目安としては Gain 20, Level 180 でロックシグナル 1000 程度。オートシムは使わないこと。ここで Gain/Level の値とロックシグナルの値をノートに書き込む。ただし軽溶媒を用いて no lock で取る場合は不要。



※重要：Z3 と Z4 は使用しないこと。また、AutoShim は行わないこと。

11. FG(field gradient)測定を行いたい場合はここでスピンを止め、gradient shim & rock ボタンを押す。



Spectrometer Control にジョブが表示されるのでそれが消えるまで少し待つ。また、FG でなくとも、測定に際してスピンを止める方がよい場合もあるのでスタッフに相談するか” 200 and More NMR Experiments”という本を参照。

12. Spectrometer Control window の Expmnt ボタンを押し、家のマークのアイコンをシングルクリック、希望の測定条件ファイルを選択後 OK を押す。以下に比較的使用頻度の高い測定条件の名前を示す。

1H\_std: 通常の  $^1\text{H}$  NMR

1H\_hydrize: 測定範囲が  $-45\sim 15$  ppm の  $^1\text{H}$  NMR

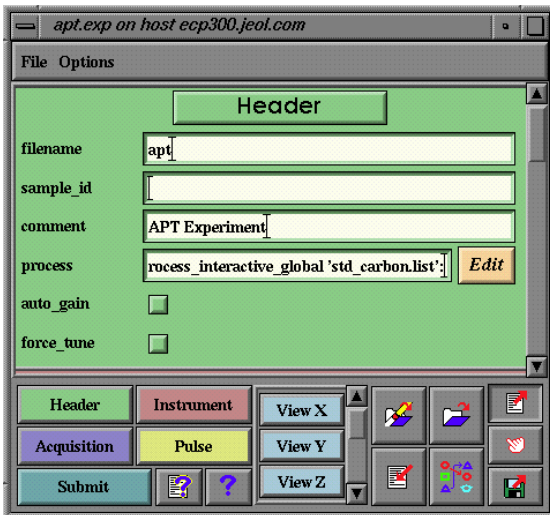
HHCOSY: $^1\text{H}$ 同士の相関を見る二次元	$^1\text{H\_dec31P}$ : $^{31}\text{P}$ 核をデカップルした $^1\text{H}$ NMR
$^{13}\text{C\_std}$ : 通常の $^{13}\text{C}$ NMR	$\text{dept135}$ : $^{13}\text{C}$ DEPT 測定( $\text{CH}, \text{CH}_3$ は $\uparrow$ , $\text{CH}_2$ は $\downarrow$ , 4 級は見えず)
$\text{fg-HMQC}$ : FG 条件での $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ 相関	$\text{fg-HMBC}$ : FG 条件での長距離 $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ 相関
$\text{fg-NOESY}$ : FG 条件での二次元 NOE	$^{31}\text{P\_dec}$ : 通常の $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ NMR
$^{31}\text{P\_non}$ : $^{31}\text{P}$ - $^1\text{H}$ がカップリングする	$^{11}\text{B\_dec}$ : 通常の $^{11}\text{B}\{^1\text{H}\}$ NMR
$^{11}\text{B\_non}$ : $^{11}\text{B}$ - $^1\text{H}$ がカップリングする	$^{19}\text{F\_dec}$ : 通常の $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ NMR

13. 測定条件の詳細が示されるため、条件設定を行う。最初は緑色の **Header** というエリアが表示されているが、スクロールバーを下げていくことでいくつかの条件設定を行うことが可能。

**[Header]**

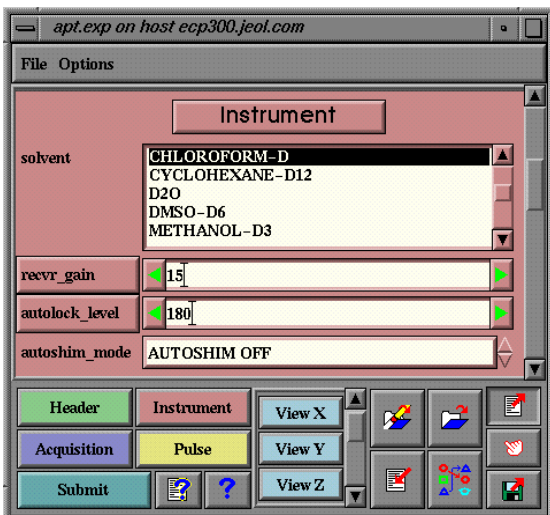
前の方が最後に測定した  $^1\text{H}$ ,  $^{19}\text{F}$  以外の多核と自分が測定したい多核が同じ場合は **force tune** のチェックを外すと測定が早く終わる。1 次元 NMR 測定の際は常に **auto gain** にチェックを入れる。filename に XX/sampleA (XX は研究室名) と入れると、測定終了後に **sampleA** というファイルが研究室のフォルダ内に自動で保存される。

豆知識：複数の測定において **sample\_id** を同じにしておくと、複数の測定条件ウィンドウから **submit** を複数回押すことで、複数の測定が連続測定として処理される。一晩で  $^1\text{H}$ , HHCOY,  $^{13}\text{C}$ , DEPT, HMQC, HMBC を連続測定したい時などに便利。



**[Instrument]**

**solvent** の箇所の右側にあるスクロールバーを移動させて自分の使用している重水素化溶媒を選択する。スクロールバーを使う代わりに、溶媒名が書かれている白いエリアにマウスカーソルを持って行き、使用する溶媒の頭文字をタイプすることで表示を移動させることも可能。

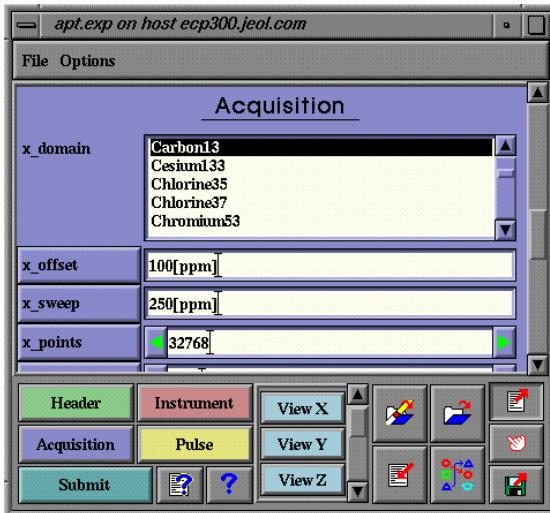


## [Acquisition]

多核 NMR 測定などで積算回数を増やしたい時は **scans** を増やす。測定時間は[Pulse]を参照。

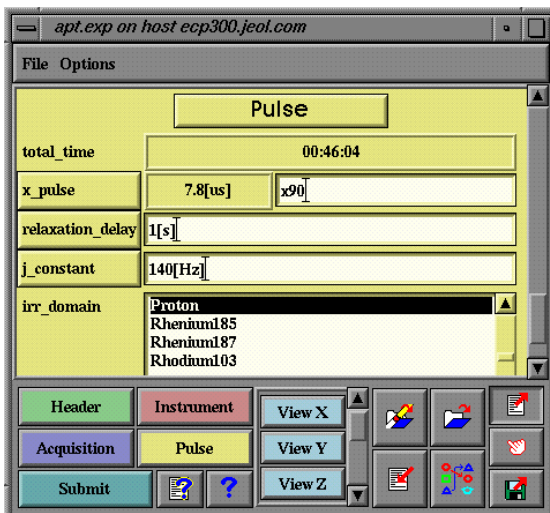
分解能を向上させたい時は **x\_points** を  $2^n$  倍にする。

測定範囲を変えたい場合は **x\_offset** (測定範囲の中心化学シフト)と **x\_sweep** (測定範囲の広さ)を設定する。

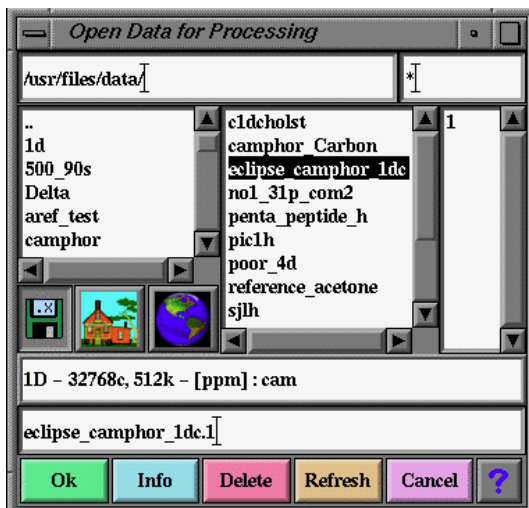


## [Pulse]

この数字は上級者以外の人を変えてはいけない。total\_time という箇所に測定時間が出るので参考にすること。



- 測定条件ウィンドウの左下の **submit** ボタンを押す。Go というボタンを押せと指示が出るので押すと測定が始まる。
- 測定終了までの間に途中経過を見たければ(=多核 NMR の長い測定途中にシグナルが十分に出たかどうかチェックしたければ)、Spectrometer Control ウィンドウの **Copy** というボタンを押す。
- 測定終了または 15.で **Copy** を押すと、ウィンドウ関数をかけてフーリエ変換されたスペクトルが表示される。その場で解析しないのであれば、出てきた 1D Processor (または nD Processor) ウィンドウのファイルメニューから、file をクリック、メニューが表示された中から **change working filename** を選ぶと、ファイルの保存場所を聞かれるので、家のマークのアイコンをシングルクリック、その上にフォルダのリストが表示されるため、自分の研究室の名前をシングルクリック、自分の名前をシングルクリック、適切な名前をつけてデータを保存する。なお、上記フォルダリストの中で..は一つ上の階層に上がるという命令になっている。



17. 他にも測定したい核がある場合は 12-16 を繰り返す。
18. 測定が終了したらサンプルを取り出す。Sample Tool ウィンドウの左上、赤い上向き矢印を押すとサンプルが超電導磁石の上から出てくるので取り出し、フタをしておく。



19. 測定ノートに終了時刻、積算時間、液体窒素およびヘリウム量など必要事項を書いて終了。ログアウトはしない。
20. 次の人がいれば電話をかける。いなければ電気を消して退出。



## 温度可変測定(低温測定)

1. 通常測定 of 6.までを行う。
2. 液体窒素を充填したデュワー瓶の上部にデュワーヒーターの細い方がデュワー内部に入るよう接続し、緑の丸の箇所にあるネジでデュワーヒーターを固定する。



デュワー瓶      デュワーヒーター      接続した状態

3. デュワー瓶を超電導磁石の近くへ移動させ、周りのケーブルの中から **Dewar Heater** と書かれたケーブルを探してデュワーヒーター上部のコネクタへ接続。ケーブルの向きが決まっているので入らない場合は無理に入れないこと。



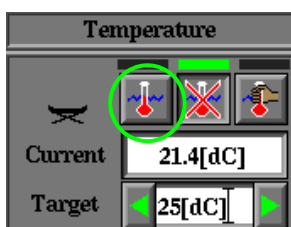
ケーブルの先      コネクタ接続後

4. 超電導磁石下の VT-air と書かれたホースの先の灰色部位(緑の丸)をゆっくり抜く。この際赤丸部位の金属パイプに力がかからないように気をつけること。蛇腹の先のテフロン部位を超電導磁石下部につなぐ。

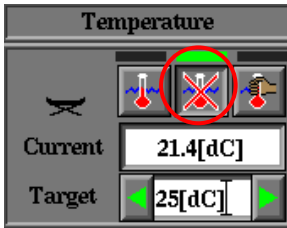


VT-air ホースの位置      つないでいる様子      つなぎ終わった後

5. **Sample Tool** ウィンドウ内の **Temperature** の箇所 **Target** に **0[dC]** を入力。緑の丸で囲んだ温度計アイコンのボタンを押すと温度が変わっていく。デュワーが冷えるまではエラーが出ることもあるが、その場合は温度計アイコンを押して待つことを何度か繰り返す。



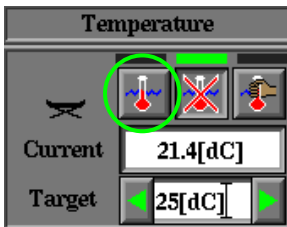
6. 温度が下がってきたら、目的の温度まで順次 20 °C くらいずつ下げていく。
7. ロックおよびシム合わせを行い、目的の測定を行う。
8. 測定終了後、温度調整の Target を 25 °C に設定して、温度が上がるまで待つ。
9. 赤の丸で囲んだボタンを押して温度制御を止める。



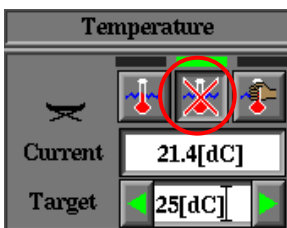
10. 4.と逆の手順でデューワーヒーターを外す。この際ヒーターの先が入っているゴム管が冷えることで固くなっているのので、その際は手で少し温めながら外す。VT-air ホースの先の灰色部位をゴム管に差し込んで元に戻す。
11. デューワーヒーターのネジをゆるめてデューワー瓶から外す。この際、デューワー便の内部に入っているヒーターの先端が引っかかって抜ける事故が多いので、ゆっくりと引っかからないように気をつけて抜くこと。デューワー便にフタをする。
12. 通常測定 of 18.以降を行って終了。

### 温度可変測定(高温測定)

1. 通常測定 of 6.までを行う。
2. Sample Tool ウィンドウ内の Temperature の箇所ので Target に目的の温度[dC]を入力。緑の丸で囲んだ温度計アイコンのボタンを押すと温度が変わっていく。



3. ロックおよびシム合わせを行い、目的の測定を行う。
4. 測定終了後、温度調整の Target を 25 °C に設定して、温度が下がるまで待つ。
5. 赤の丸で囲んだボタンを押して温度制御を止める。



6. 通常測定 of 18.以降を行って終了。