


1) Login

モニターを ON すると Login 画面が立ち上がるので、以下を入力する。

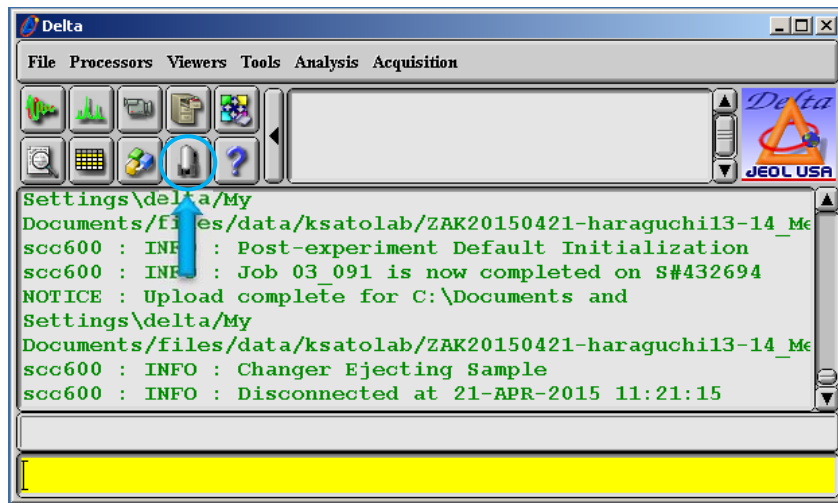
**ID** delta

**PASSWORD** delta

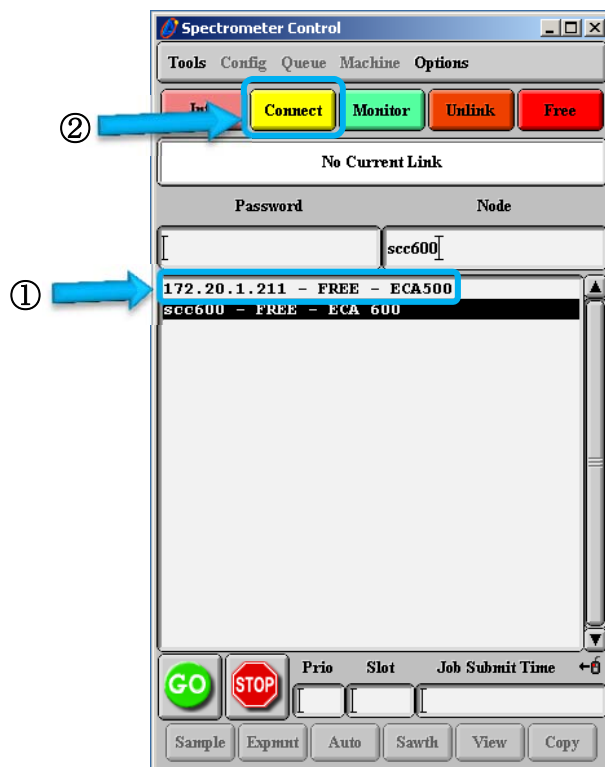


2) モニター左中央の delta アイコン  をクリックする。

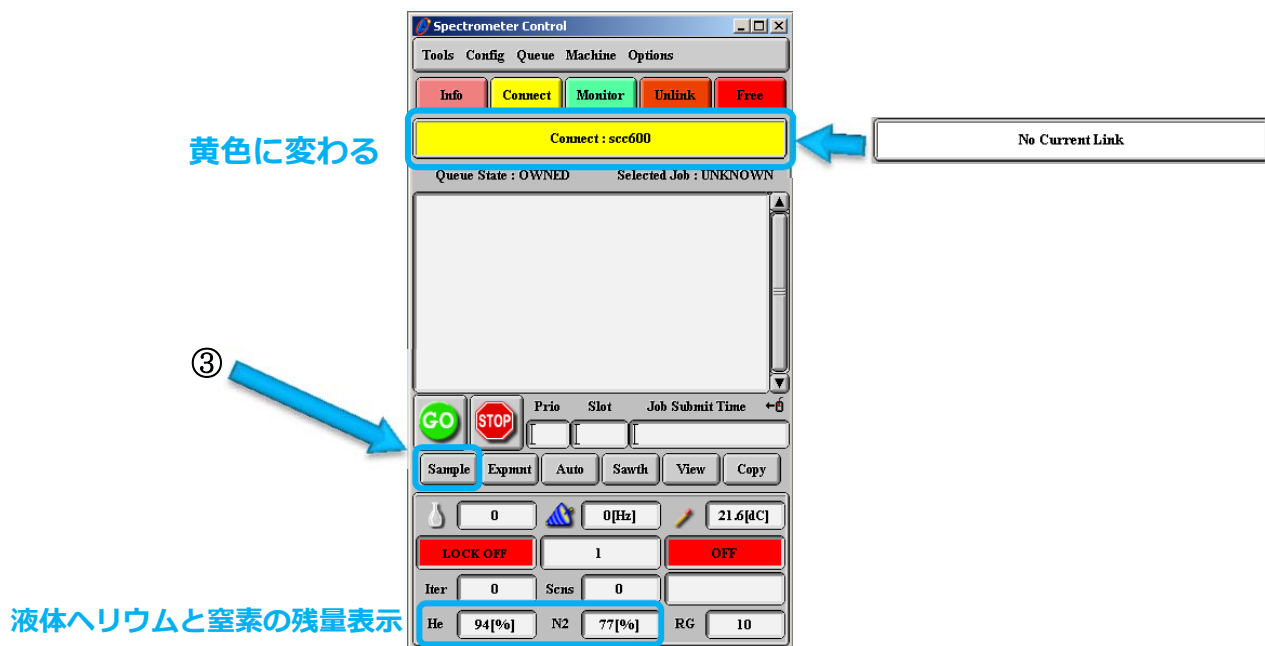
3) Master Console ウィンドウが開くので、超伝導マグネット(SCM)アイコンをクリックする。



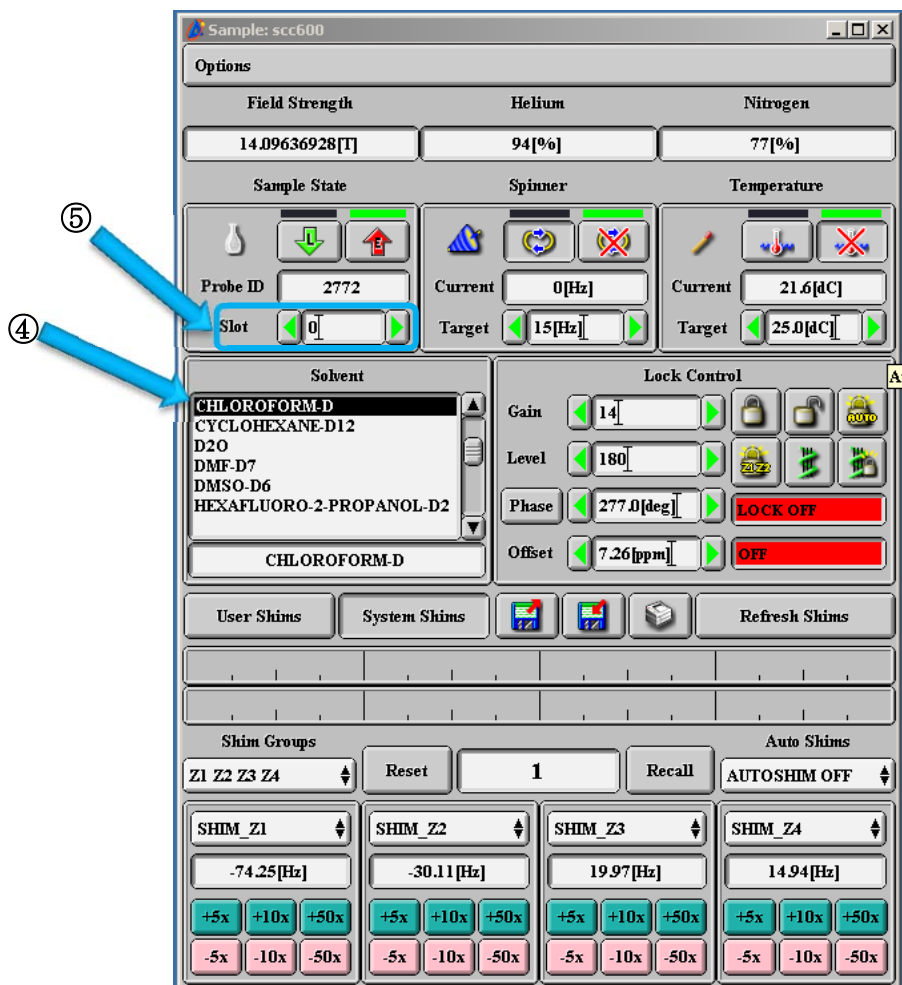
4) Spectrometer Console ウィンドウに表示される 500/600MHz の表示をクリックして反転表示させた後、Connect をクリックするとウィンドウの最下列が選択可能になり、液体ヘリウム残量などが表示される。



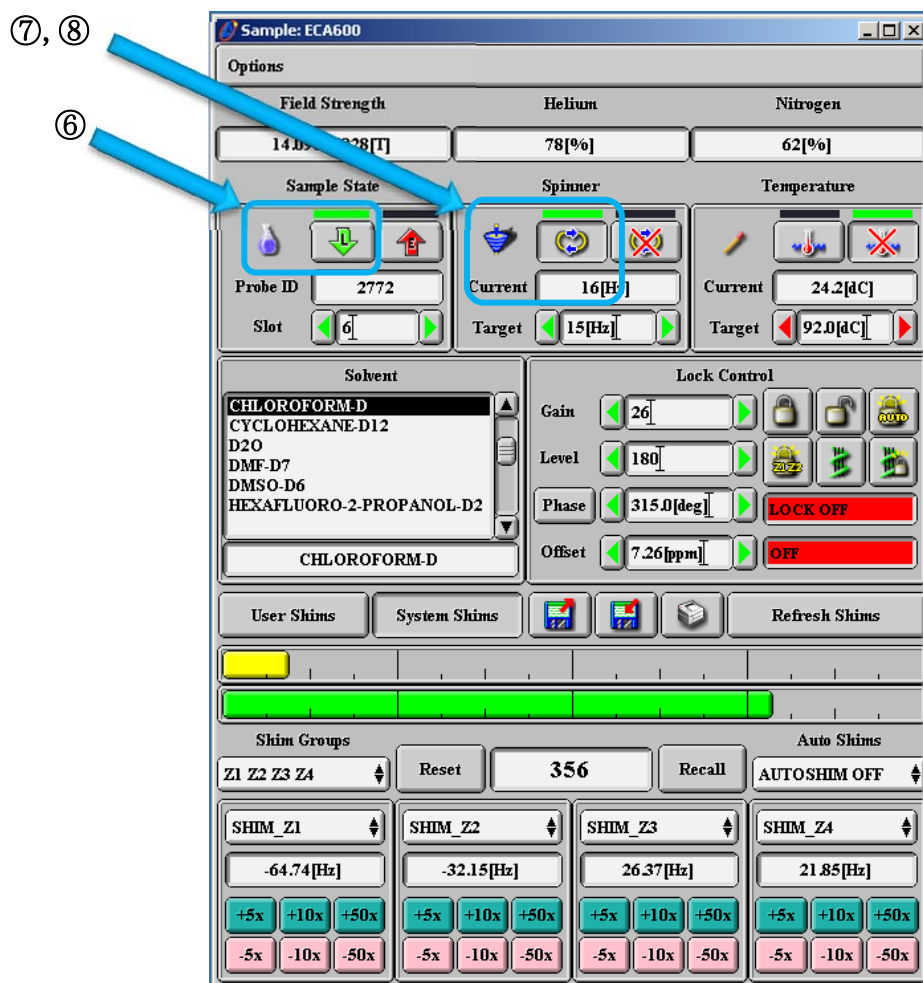
- 5) 最下列の **Sample** をクリックし Sample ウィンドウを表示する。その最下列の Sample をクリックし Sample ウィンドウを表示する。



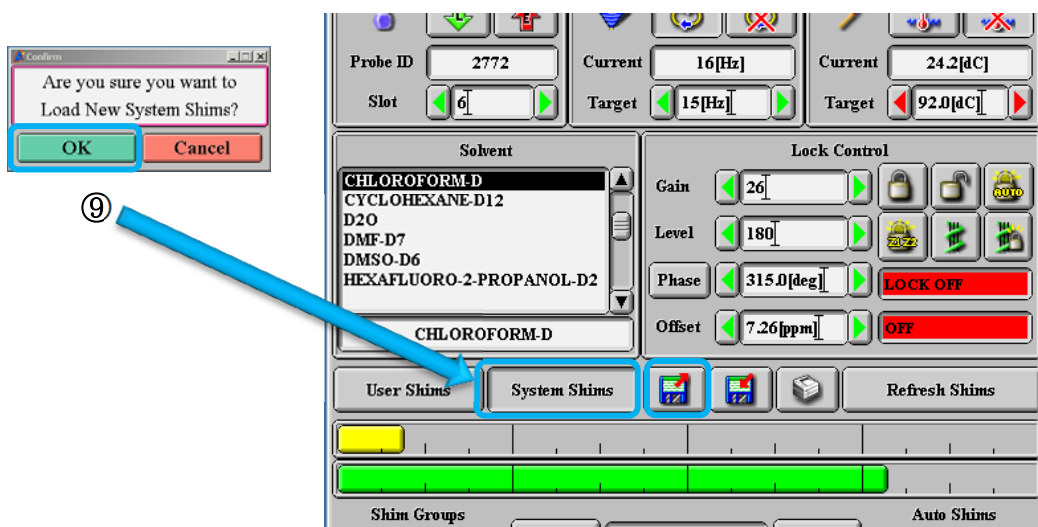
- 6) Sample ウィンドウが表示されたら、④測定溶媒、⑤試料管を乗せたオートサンプラーの番号 (Slot) をそれぞれ選択入力する。



- 7) 自動的にスピナーが SCM 内に load(導入)され、⑥Sample State の瓶の絵に液が充たされ、  
⑦Spinner のコマが立ち上がり、⑧回転数(Current)が増加する。

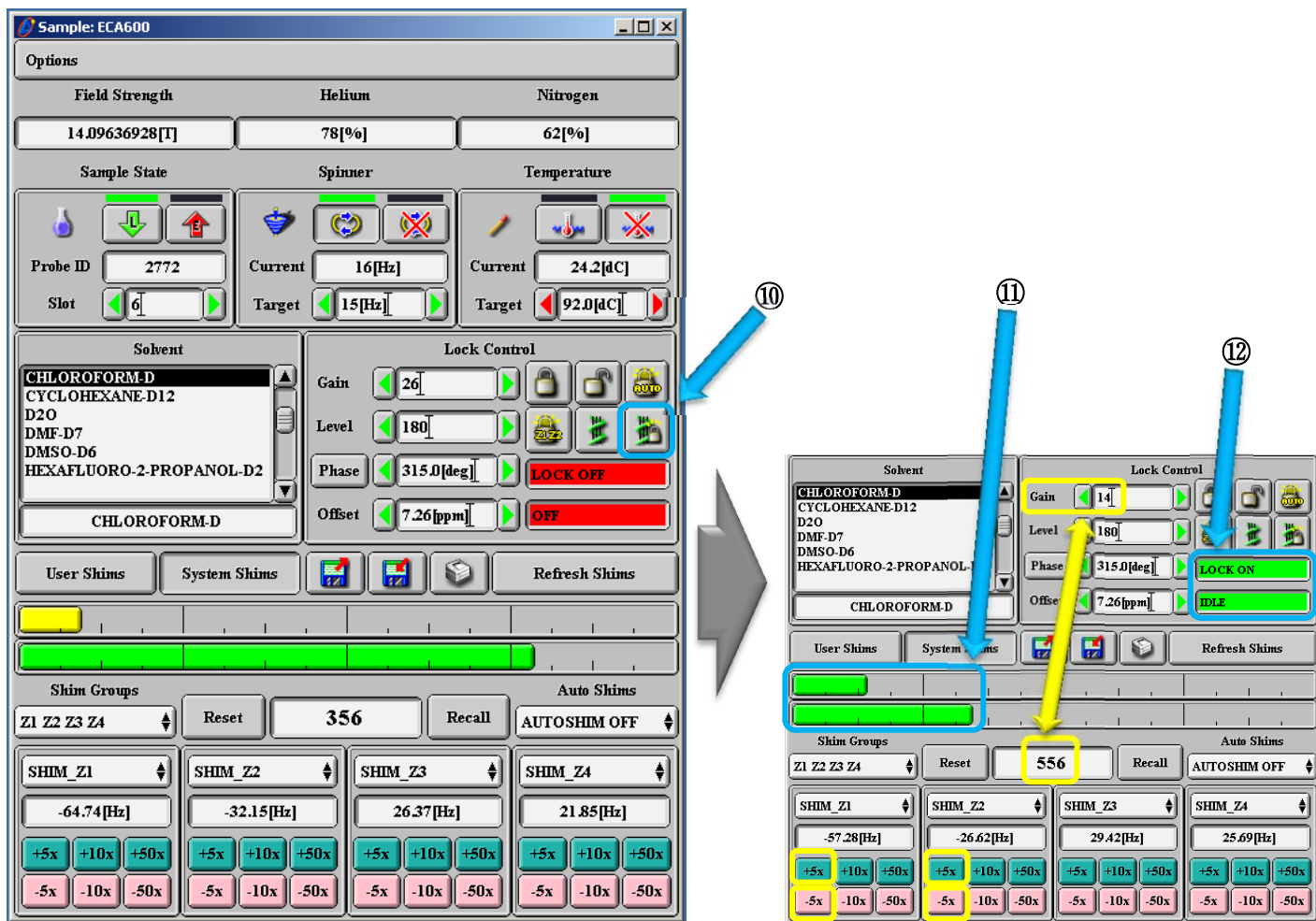


- 8) コマが立ち上がったら、**必ず初めに**⑨測定溶媒における標準測定条件を、次のようにして読み込む。System Shim を押し、次いで左の FloppyDisk を押す。この時、確認のメッセージが表示されるが、もちろん OK を選択する。



**重要です！必ず行ってください。**

9) 分解能調整を行うため、⑩ **グラジエントシム&オートロック** (Auto カギマークの下のグリーンの絵) をクリックする。(2分30秒くらい待つ)



※Spectrometer Consol ウィンドウにはこのように Job が送られたことが表示される。



10) NMR 信号がロックされると⑪バーレベルが大きくなり、⑫LOCK ON と IDLE が赤から緑に変わる。

11) 測定溶媒が重クロロホルムの場合、**Shim 値 約 600 前後**、**Gain 15(14)**であることを確認する。また必要に応じ、Shim 値がさらに大きくなるように SHIM Z1 と Z2 を **±5x** ボタンで微調整を行う。

※できる限り大きな Shim 値の方が良い。

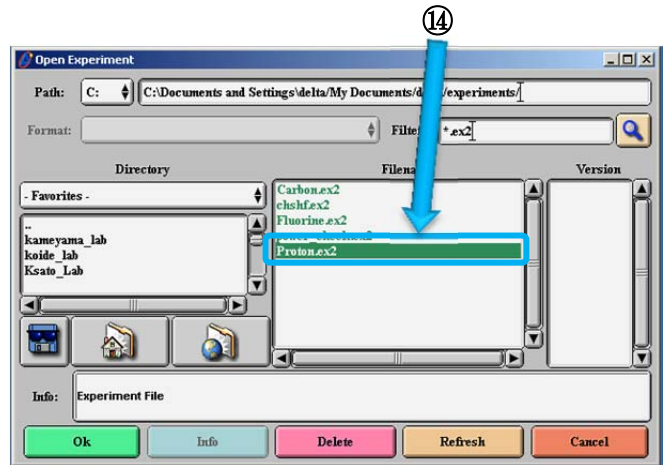
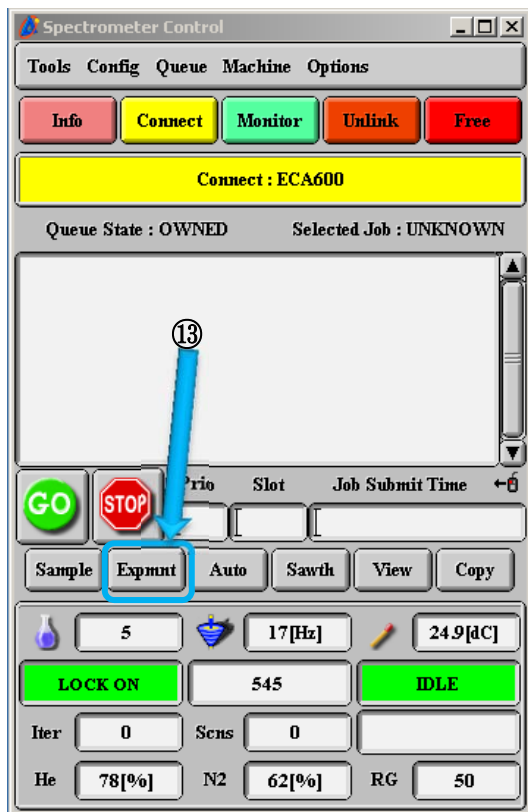
※Shim の変化には時間差を伴い、Z3,Z4 はさわらない。

※試料溶液(重水素化溶媒)が同種で、試料液高 40-42mm であり、かつ試料濃度(数 mmol/L 程度)が適切であるならば、シム調整は所定時間内で終わる。

※試料溶液の高さは、非常に重要です。測定ゲージで確認してから行うが 35mm 以下または 50mm である場合、データの質は保証できない。

12) 測定条件の設定を次のように行う。

Spectrometer Control ウィンドウの⑬Expmnt をクリックしてウィンドウを開く。



13) Open Experiment ウィンドウが表示されるので、中央のウィンドウより目的の測定法 (Proton.ex2 あるいは Carbon.ex2) を選択し Ok をクリックする。

ファイル;  $^1\text{H}$  : Proton.ex2 、  $^{13}\text{C}$  : Carbon.ex2

### 《 $^1\text{H}$ NMR》

14) Experiment Tool ウィンドウが表示される。

(4 or 5 つのシートで構成されている)

15-1) Header (第 1 シート)

【1】 filename : 研究室のフォルダー (ディレクトリ) 名/データファイル名を記入

例 1) ksatomlab/ZAK20160809-tanaka-088\_oxidation-1

【2】 sample ID : 記入不要

【3】 comment : サンプル番号等を記入

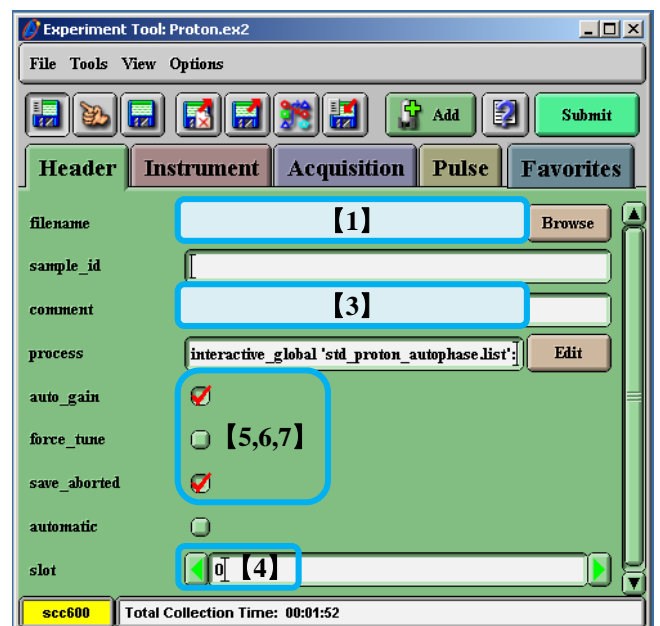
【4】 slot : 番号入力(0 ゼロでも良い)

【5】 auto gain : 必ずチェック  
(測定感度の自動設定)

【6】 force tune : 前測定者と溶媒が  
異なっているときはチェック  
(自動チューニング)

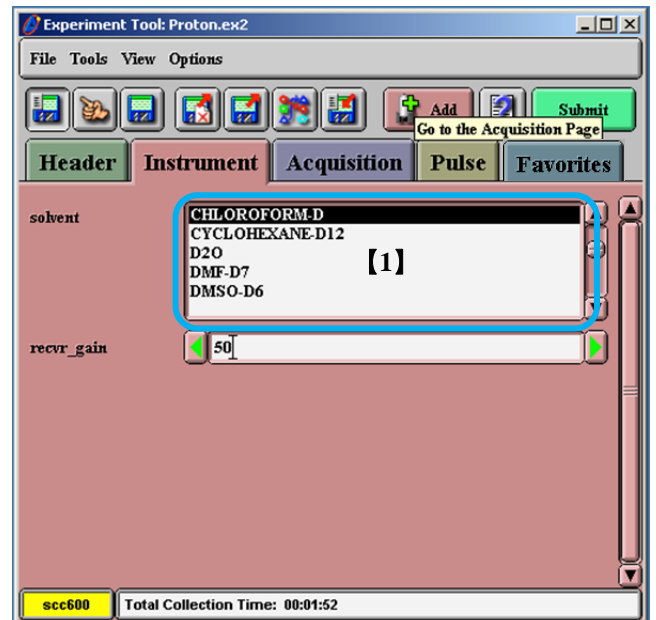
【7】 save abort : 必ずチェック  
(測定中止時でもデータ保存)

【8】 automatic : さわらない



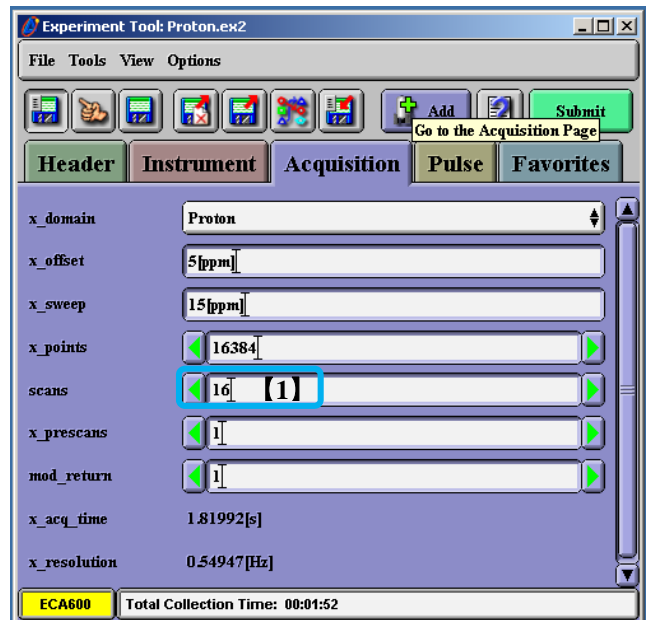
### 15-2) Instrument (第2シート)

【1】 solvent : 溶媒名の確認・選択



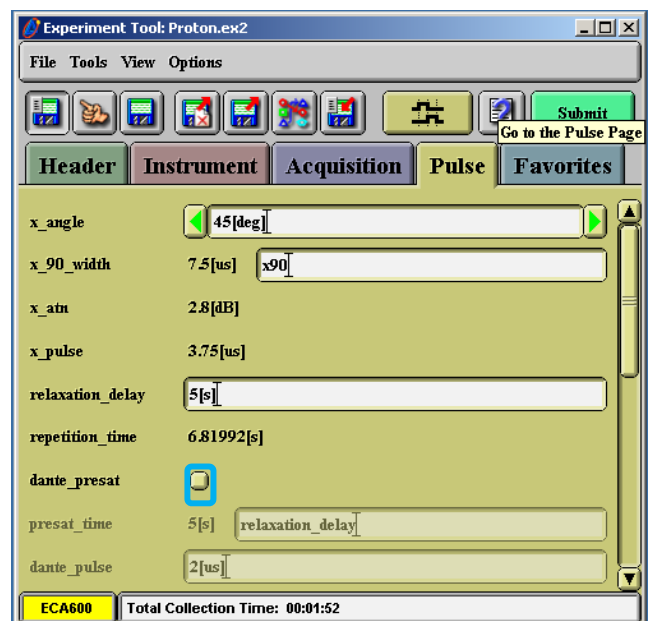
### 15-3) Acquisition (第3シート)

【1】 scans : 測定回数 (通常 16、低試料濃度 64)

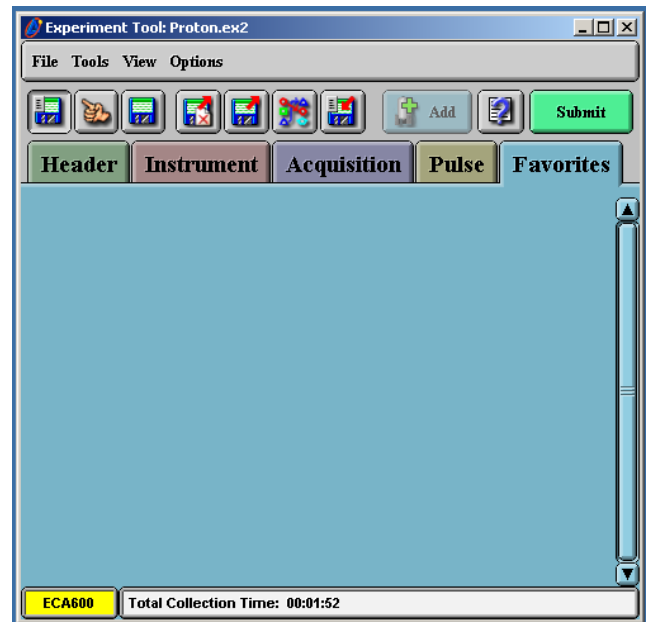


### 15-4) Pulse (第4シート)

【1】 dante\_presat : 基本さわらない  
(重水/重メタノールの時使うことがある)



- 15-4) Favorites (第5シート)  
 さわるところがない  
 500 MHz では、表示されない。

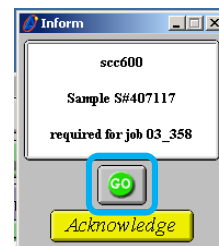


- 16) Headerシートに戻り、  
 Submitで測定を開始する。

※測定に要する時間

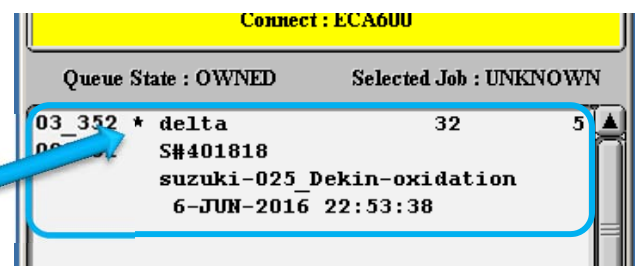


- 17) 測定して良いか？しつこく聞いてくるが  
 もちろんGO



- 18) 測定が開始されると Spectrometer Consol ウィンドウに表示される。

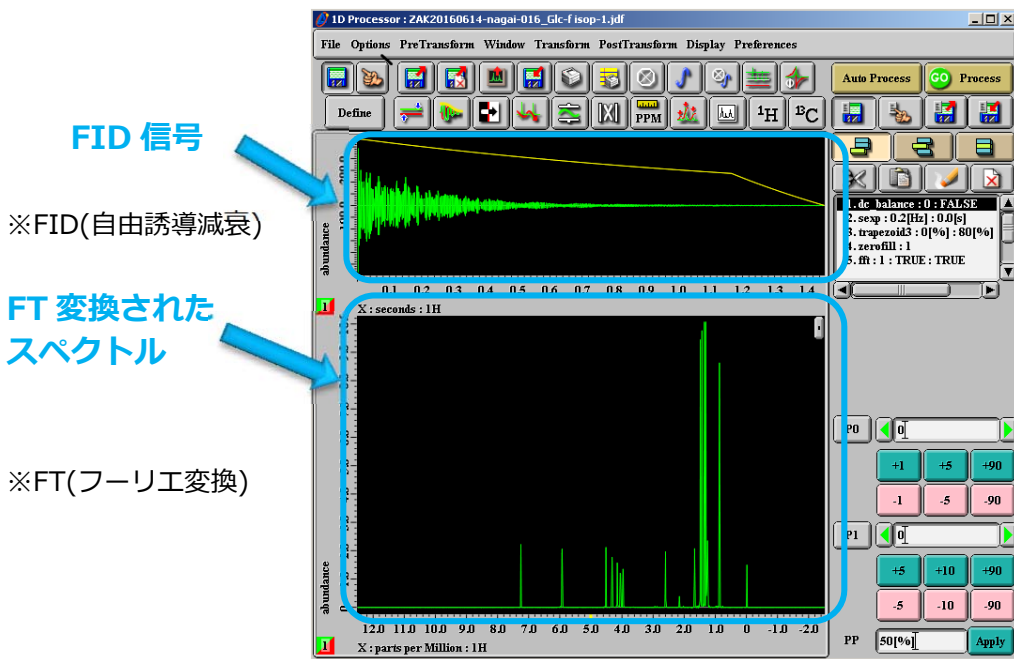
※アスタリスクが測定中の目印





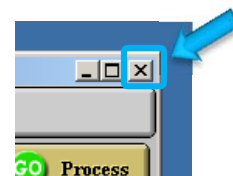
- ※測定が開始される前に Lock が外れる場合は、測定溶媒が誤っていることが原因。
- ※測定の中断は Spectrometer Consol ウィンドウで測定中の Job をクリックして反転させ、STOP ボタンをクリックする。

19) 測定終了あるいは中断すると FID 信号とスペクトルが表示されるので、データを確認する。

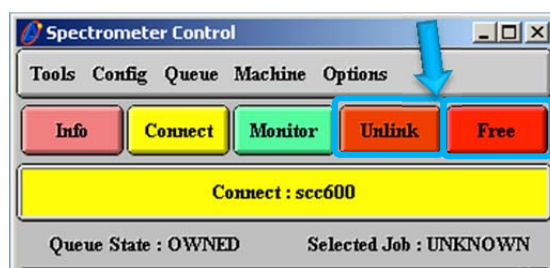


20) 試料管の交換は、slot に 0 (ゼロ) を入力すると測定した試料管が排出される。次の試料に交換する場合は、オートサンプラー上その番号を入力すると自動的に排出と再装填が行なわれるので再装填した後、6) からの手順を同様に行なう。

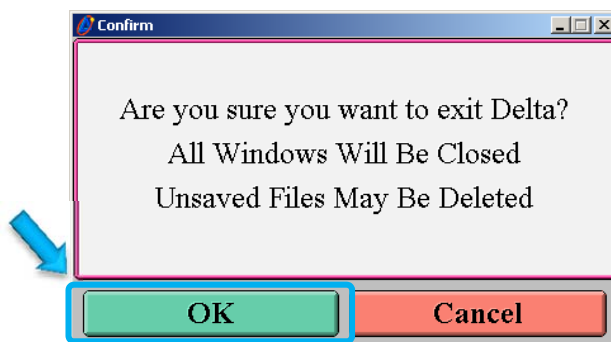
21) 起動時とは逆に表示された各ウィンドウを消してゆく。  
(ウィンドウの右上の  をクリック)



22) Spectrometer Consol ウィンドウは、  
 あるいは  ボタンをクリックしてから、  
ウィンドウを閉じる。(どちらでも OK!)



23) 最後に Master Console ウィンドウを消す。  
この時 Sure? と表示されるが気にしない。  
 を押して、パスワード入力画面まで戻し、  
液晶モニターの電源スイッチを切り終了。





## 《<sup>13</sup>C NMR》

14) Experiment Tool ウィンドウが表示される。  
(4 or 5 つのシートで構成されている)

15-1) **Header** (第 1 シート)

【1】 **filename** : 研究室のフォルダー (ディレクトリ) 名/データファイル名を記入

例 1) ksatolab/ZAK20160809-tanaka-088\_oxidation-13C

【2】 **sample ID** : 記入不要

【3】 **comment** : サンプル番号等を記入

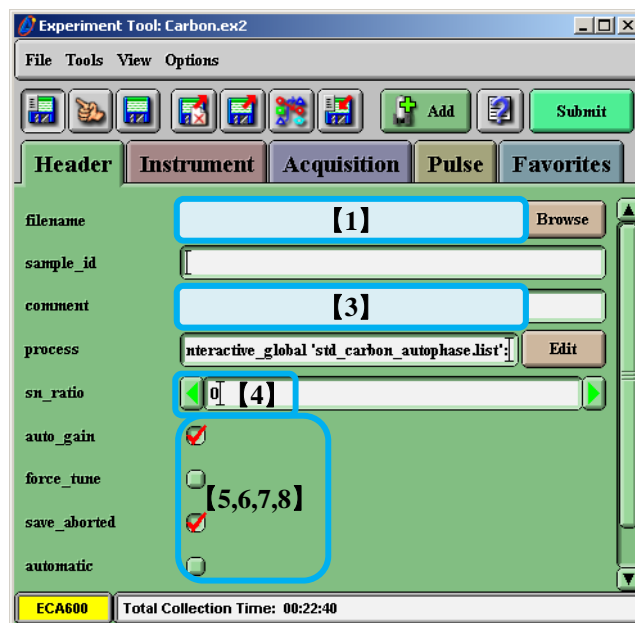
【4】 **sn ratio** : signal/noise 比 (通常 0)

【5】 **auto gain** : 必ずチェック  
(測定感度の自動設定)

【6】 **force tune** : 前測定者と溶媒が  
異なっているときはチェック  
(自動チューニング)

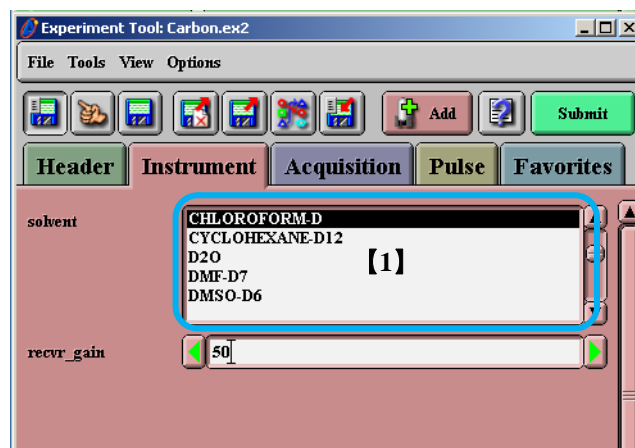
【7】 **save abort** : 必ずチェック  
(測定中止時でもデータ保存)

【8】 **automatic** : さわらない



15-2) **Instrument** (第 2 シート)

【1】 **solvent** : 溶媒名の確認・選択  
(<sup>1</sup>H NMR と同じ)



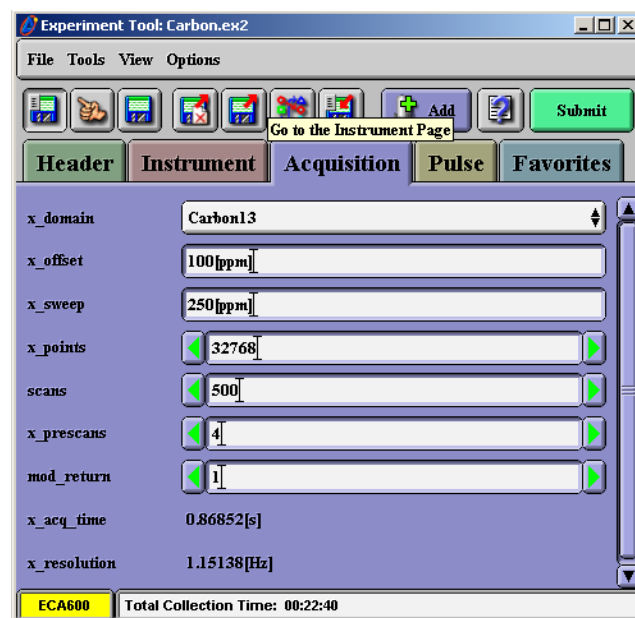
15-3) **Acquisition** (第 3 シート)

【1】 **scans** : 測定回数

(通常 500、23 分)

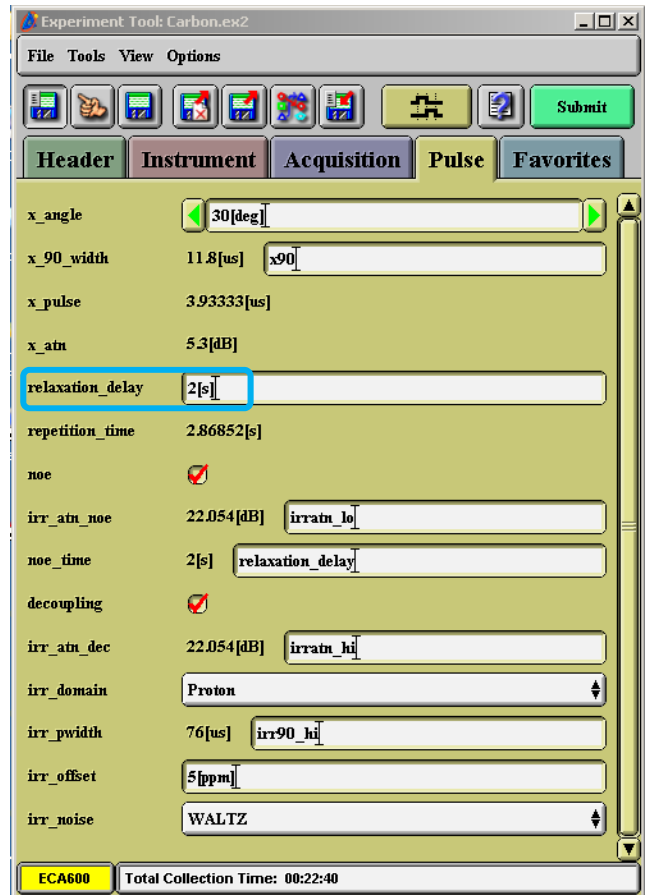
(低試料濃度 >1000、40 分以上)

(但し、途中で測定を止めることができるので、  
view 画面で確認して測定。)



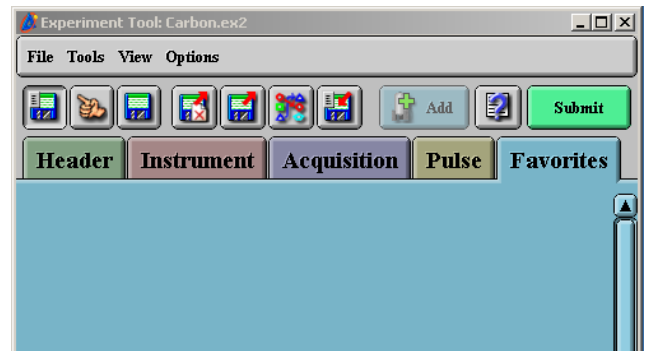
15-4) **Pulse** (第4シート)

- 【1】 **relaxation\_delay** : 基本さわらない  
(特異なカルボニル炭素の測定など)

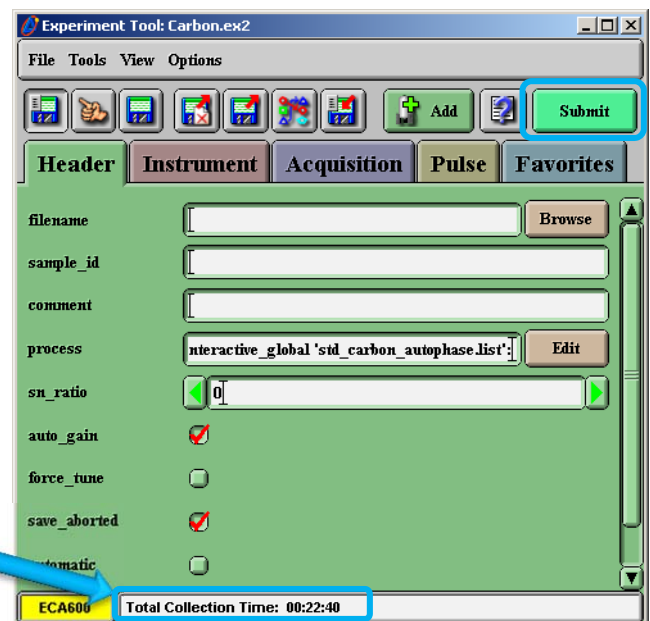


15-4) **Favorites** (第5シート)

- さわるところがない  
500 MHz では、表示されない。



- 16) Header シートに戻り、**Submit** で測定を開始する。



- 17)  $^1\text{H}$  NMR と同様。