サルでもやかう JEOL ECA-500/600 NMR 測定マニュアル ver. 3.1

- 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 ^{Delta} をクリックする。
- 3) Master Console ウインドウが開くので、超伝導マグネット(SCM)アイコンをクリックする。

🖉 Delta 💶 🔟 🔟
File Processors Viewers Tools Analysis Acquisition
Settings\delta/My Documents/files/data/ksatolab/ZAK20150421-haraguchi13-14_Me scc600 : INF : Post-experiment Default Initialization scc600 : INF : Job 03_091 is now completed on S#432694 NOTICE : Upload complete for C:\Documents and Sattings\delta/My
Documents/files/data/ksatolab/ZAK20150421-haraguchi13-14_Me scc600 : INFO : Changer Ejecting Sample scc600 : INFO : Disconnected at 21-APR-2015 11:21:15

4) Spectrometer Console ウイ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イ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。

	Spectrometer Control	
	Tools Config Queue Mach	ine Options
0	Connect Mo	nitor Unlink Free
	No Curr	rent Link
	Password	Node
]	scc600
(1)	172.20.1.211 - FREE -	- ECA500
	GO STOP Pris S	lot Job Submit Time ←Ó
	Sample Expmnt Auto	Sawth View Copy

5) 最下列の Sample をクリックし Sample ウインドウを表示する。 その最下列の Sample をクリ ックし Sample ウインドウを表示する。

	🖉 Spectrometer Control	
	Tools Config Queue Machine Options	
	Info Connect Monitor Unlink Free	
黄色に変わる	Connect : scc600	No Current Link
	Queue State : OWNED Selected Job : UNKNOWN	
3		
	CO STOP Prio Slot Joh Submit Time +6	
	Sample Expmint Auto Sawin View Copy	
	0 🔐 O[Hz] / 21.6[dC]	
	LOCK OFF 1 OFF	
	Iter 0 Scns 0	
液体ヘリウムと窒素の残量表示	He 94[%] N2 77[%] RG 10	

6) Sample ウイ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。

	🏉 Sample: scc600		
	Options		
	Field Strength	Helium	Nitrogen
	14.09636928[T]	94[%]	77[%]
	Sample State	Spinner	Temperature
5	5 🗣 🛧		
	Probe ID 2772	Current 0[Hz]	Current 21.6[dC]
4		Target 15[Hz]	Target 25.0[dC]
	Solvent	Lo	ock Control
2	CHLOROFORM-D CYCLOHEXANE-D12 D2O DMF-D7 DMSO-D6 HEXAFLUORO-2-PROPANOL	Gain 14 Level 180 Phase 277 D[de	
	CHLOROFORM-D	Offset 7.26 [ppn	
	User Shims System	Shims	Refresh Shims
	Shim Groups		Auto Shims
	[Z1 Z2 Z3 Z4 ♣] Rese		AUTOSHIM OFF
	SHIM_Z1 \$ -74.25[Hz] -3 +5x +10x +5x	Z2 \$ 0.11[Hz] \$HIM_Z3 19.97[Hz] +10x +50x +5x +10x	\$ \$ \$ \$
	-5x -10x -50x -5x	-10x -50x -5x -10x	-50x -5x -10x -50x

7) 自動的にスピンナーが 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。

7, 8 🛌	🕑 Sample: ECA600		_ _ ×
	Options		
ß	Field Strength	Helium	Nitrogen
	14.0x 228[T]	78[%]	62[%]
	Sample State	Spinner	Temperature
	Probe ID 2772		Current 24.2[dC]
	Solvent CHLOROFORM-D CYCLOHEXANE-D12 D20 DMF-D7 DMS0-D6 HEXAFLUOR0-2-PROPANOL CHLOROFORM-D User Shims System 5	Lo Gain 2d Level 180 Phase 315.0[de; Offset 7.26[ppm	ck Control
	Shim Groups		Auto Shims
	Z1 Z2 Z3 Z4	t 356 Re	acall AUTOSHIM OFF
	SHIM_Z1 \$ -64.74[Hz] -3 +5x +10x -5x -10x	Z2	\$ SHIM_Z4 \$ 21 85[Hz] \$ \$ +50x -5x +10x +50x -50x -5x -10x -50x

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 クを押す。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。

Are you sure you want to Load New System Shims?	Probe ID 2772 Slot 6 Target	t 16[Hz] Current 24.2[dC] Target 92.0[dC]
OK Cancel	Solvent CHLOROFORMED CYCLOHEXANE-D12 D20 DMF-D7 DMS0-D6 HEXAFLUORO-2-PROPANOL-D2	Lock Control Gain 26 26 26 26 26 26 26 26 26 26 26 26 26
	CHLOROFORM-D User Shims System Shims Shim Groups	Offset 7.26[ppm] OFF Refresh Shims

重要です!必ず行ってください。

9) 分解能調整を行うた の絵) をクリックす	:め、⑪ <mark>グラジエ</mark> する。(2 分 30 種	ントシム&こ 少くらい待つ	<u>オートロ</u>))	<u>]ック</u> (Auto カ	ギマークの	下のグリー
Sample: ECA600						
Сорнонз	77.1					
Field Strength	непим	INITrogen				
14.09636928[T]	78[%]	62[%]				
Sample State	Spinner	Temperature				
4 🕂 🔶 🗇						
Probe ID 2772 Current	16[Hz] Curren	at 24.2[dC]			(II)	
Slot 6 Target	15[Hz] Target					
Solvent	Lock Contr	rol				(12)
CHLOROFORM-D CYCLOHEXANE D12	Gain 4 26	8 2 3				Ĭ
	Level					
DMSO-D6					-r	
HEXAFLUORO-2-PROPANOL-D2	Phase 315.0[deg			Solvent CHLOROFORM-D	Gain d 14	ck Control
CHLOROFORM-D	Offset 7.26[ppm]	OFF		CYCLOHEXANE-D12 D20 DME D7	Level	
User Shims System Shims		Refresh Shims		DMF-D7 DMSO-D6 HEXAFLUORO-2-PROPANOL-1	Phase 315.0[de;	
				CHLOROFORM-D	Offse 7.26 ppm	
		<u> </u>	5/	User Shims System		Refresh Shims
Shim Groups	356 Recall (Auto Shims	'			
		AUTUSHIM OFF 🛊		Shim Groups		Auto Shims
SHIM_Z1 \$ SHIM_Z2	♦ SHIM_Z3 ♦	SHIM_Z4		Z1 Z2 Z3 Z4	556 Re	AUTOSHIM OFF
-64.74[Hz] -32.15[Hz]	26.37[Hz]	21.85[Hz]		SHIM_Z1	\$ SHIM_Z3	\$ SHIM_Z4 \$
+5x $+10x$ $+50x$ $+5x$ $+10x$ $+6x$	50x +5x +10x +50x	+5x +10x +50x		-57.28[Hz] -26.6	2[Hz] 29.42[Hz]	25.69[Hz]
-5x -10x -50x -5x -10x -5	i0x -5x -10x -50x	-5x -10x -50x		+5x +10x +50x +5x +1 -5x -10x -50x -5x -1	10x +50x +5x +10x 0x -50x -5x -10x	+50x +5x +10x +50x -50x -5x -10x -50x

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

 Queue	St	ate : OWNED	Selected Job : UNKN	OWN
03_355 000:01 Н	*	delta S#405716 gradient 6-JUN-20	32 shimming homospoil 16 23:00:09	6

- 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<mark>赤</mark>から<mark>緑</mark>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 Consol ウインドウの^③Expmnt をクリックしてウィンドウを開く。

Spectrometer Control	
Tools Config Queue Machine Options	
Info Connect Monitor Unlink Free	
Connect : ECA600	
Queue State : OWNED Selected Job : UNKNOWN	(4)
13 13 13 13 14 15 16 17	Open Experiment Path: C: Decuments and Settings'delta/My Documents/d Format: Image: Comparison of the state of

13) Open Experiment ウインドウが表示されるので、中央のウイ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; ¹H: Proton.ex2 、 ¹³C: Carbon.ex2

«¹H NMR»

- 14) Experiment Tool ウイ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-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 ± 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
- 【/】 **Save abort**: 必すチェック (測定中止時でもデータ保存)
- 【8】automatic: さわらない

💋 Experiment Tool: I	Proton.ex2
File Tools View	Options
	Add 😰 🔡 🛃
Header Ins	trument Acquisition Pulse Favorites
filename	[1] Browse
sample_id	
comment	[3]
process	interactive_global 'std_proton_autophase.list']
auto_gain	Ø
force_tune	□ [5,6,7]
save_aborted	Ø
automatic	0
slot	
scc600 Total C	ollection Time: 00:01:52

15-2) **Instrument**(第 2 シート)

【1】 solvent:溶媒名の確認・選択

🔗 Experime	nt Tool: Proton.ex2
File Tools	View Options
	Co to the Acquisition Page
Header	Instrument Acquisition Pulse Favorites
solvent	CHLOROFORM-D CYCLOHEXANE-D12 D20 DMF-D7 DMSO-D6
recvr_gain	<u>50</u>
scc600	Total Collection Time: 00:01:52

15-3) Acquisition(第3シート) 【1] scans:測定回数(通常16、低試料濃度64)

💋 Experiment Tool: I	Proton.ex2
File Tools View	Options
	Add Submit
Header Ins	Acquisition Pulse Favorites
x_domain	Proton 🔶
x_offset	[5[ppm]
x_sweep	[15[ppm]
x_points	
scans	
x_prescans	
mod_return	
x_acq_time	1.81992[s]
x_resolution	0.54947[Hz]
ECA600 Total C	Collection Time: 00:01:52

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)

💋 Experiment Tool: F	Proton.ex2	
File Tools View Options		
Co to the Pulse Page		
Header Instrument Acquisition Pulse Favorites		
x_angle	45[deg]	
x_90_width	7.5[us] x90]	
x_atn	2.8[dB]	
x_pulse	3.75[us]	
relaxation_delay	5[9]	
repetition_time	6.81992[s]	
dante_presat	0	
presat_time	5[s] [relaxation_delay]	
dante_pulse	2[us]	
ECA600 Total Collection Time: 00:01:52		

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。	File Tool: Proton.ex2
	ECA600 Total Collection Time: 00:01:52
16) Header シートに戻り、 Submit で測定を開始する。	Experiment Tool: Proton.ex2 File Tools View Options File Tools View Options Image: Second Sec
※測定に要する時間	automatic slot 0 ECAB: Total Collection Time: 00:01:52
17) 測定して良いか?しつこく聞いてくるが もちろん GO	Sec600 Sample S#407117 required for job 03_358

18) 測定が開始されると Spectrometer Consol ウインドウに表示される。



※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 ウインドウで測定中の 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インドウを消してゆく。 (ウインドウの右上の×をクリック)



Cancel

- 22) Spectrometer Consol ウインドウは、 Unlink あるいは Free ボタンをクリックしてから、 ウインドウを閉じる。(どちらでも OK!)
- 23) 最後に Master Console ウインドウを消す。 この時 Sure?と表示されるが気にしない。 OK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。



OK

«¹³C NMR»

- 14) Experiment Tool ウイ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: shignal/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 (¹H 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。)

🖉 Experiment Tool: Carbon.ex2		
File Tools View Options		
Le la		
Header Instrument Acquisition Pulse Favorites		
filename	[1]	rowse 🛔
sample_id		
comment	[3]	
process	nteractive_global 'std_carbon_autophase.list']	Edit
sn_ratio	<u>[]</u> [4]	
auto_gain	Ø	
force_tune	0[5678]	
save_aborted	V V	J
automatic		
ECA600 Total Collection Time: 00:22:40		

💋 Experiment Tool:	Carbon.ex2	×	
File Tools View Options			
Le De			
Header	strument Acquisition Puise Favorites		
solvent	CHLOROFORMAD CYCLOHEXANE-D12 D20 DMF-D7 DMS0-D6		
recvr <u>g</u> ain	50		

🖉 Experiment Tool: Carbon.ex2		
File Tools View Options		
Co to the Instrument Page Submit		
Header Instrument Acquisition Pulse Favorites		
x_domain	Carbon13 🔶	
x_offset	[100[ppm]]	
x_sweep	[250[ppm]]	
x_points	32768	
scans	500	
x_prescans		
mod_return		
x_acq_time	0.86852[s]	
x_resolution	1.15138[Hz]	
ECA600 Total Collection Time: 00:22:40		

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)

🙆 Experiment Tool: C	arbon.ex2	
File Tools View Options		
	Submit	
Header Ins	trument Acquisition Pulse Favorites	
x_angle	30[deg]	
x_90_width	11.8[us] x90]	
x_pulse	3.93333[us]	
x_atn	53[dB]	
relaxation_delay	2[5]	
repetition_time	2.86852[s]	
ное	ø	
irr_atn_noe	22.054[dB] irratn_lo]	
noe_time	2[s] relaxation_delay	
decoupling	ø	
irr_atn_dec	22.054[dB]	
irr_domain	Proton 🔶	
irr_pwidth	76[us] [irr90_hi]	
irr_offset	[5[ppm]	
irr_noise	WALTZ	
ECA600 Total Collection Time: 00:22:40		

- 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。
- File Tools View Options
- 16)_Header シートに戻り、 Experiment Tool: Carbon.ex2 _ 🗆 🗡 Submit で測定を開始する。 File Tools View Options 🐌 🔜 🛃 🛃 🎇 🎽 Add 📝 Submit Header Instrument Acquisition Pulse Favorites Browse filename sample_id comment Edit process nteractive_global 'std_carbon_autophase.list': sn_ratio Ø auto_gain Ο force_tune save_aborted Ø ※測定に要する時間 matic ECA600 Total Collection Time: 00:22:40

17) ¹H NMR と同様。