

NMR 測定マニュアル

【ECZ400R】

^1H & ^{13}C 測定編

基本事項

- サンプル管に傷や欠けがない
- サンプル管は汚れていない
- 重水素化溶媒で溶解した
- 液量は適量である (0.6mL が適量)
- サンプル管、ローターホルダをキムワイプで拭いた
- ローターは最下部まで引き伸ばしている
- サンプル管の高さを試料管ゲージに合わせてある
- 使用ノートに記録必須
- 異変を察知したら教員に報告するとともに、トラブル対策ファイルに記入
- 金属類やキャッシュカード等を NMR 室に持ち込まない
- 測定データは毎回持ち帰り、NMR 中に長期間保管しない
- 正規講習会受講修了者のみの測定許可制、学生間での技術伝承不可


(0) サンプル投入準備

- サンプルをオートサンプラーのターンテーブルにやさしく置く




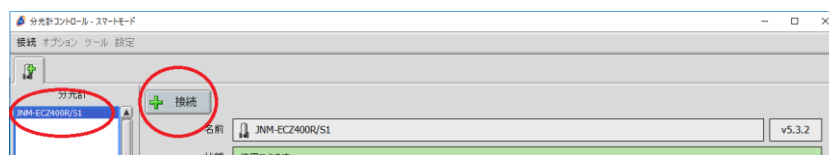
←このサンプルは8番スロットに置かれています


(1) 起動

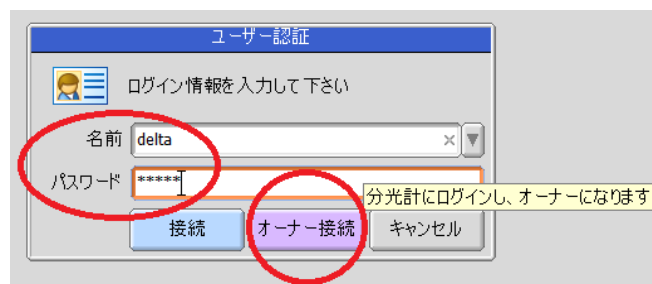
- 「Alt」「Ctrl」「Del」でロック解除
- ログイン ID : delta
- パスワード : delta
- デスクトップの Delta を起動し、SCM ボタンをクリック



- JEM-ECZ400R/S1 を選択し、 接続 をクリック

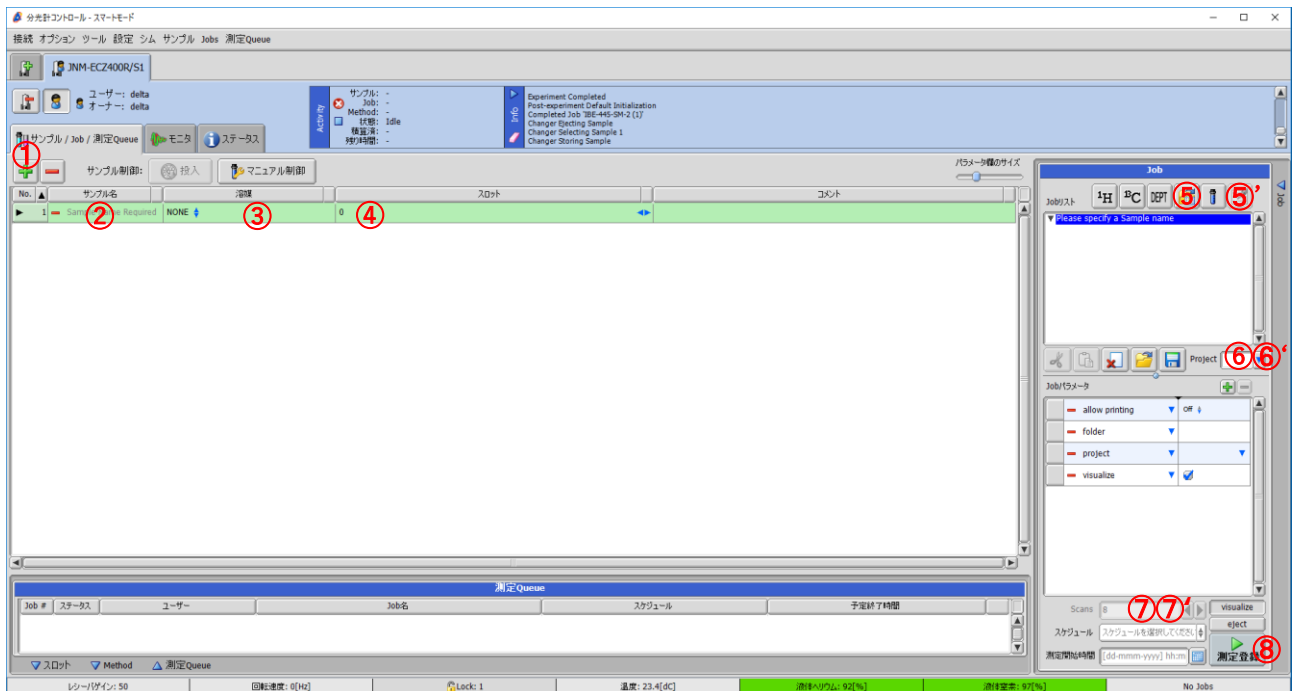


- ユーザー認証で、名前に delta、パスワードに delta を入力し  オーナー接続 をクリック

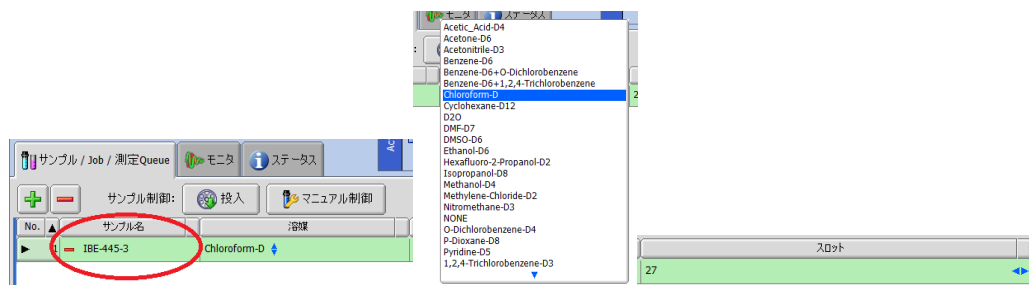




(2) $^1\text{H-NMR}$ 測定 & $^{13}\text{C-NMR}$ 測定

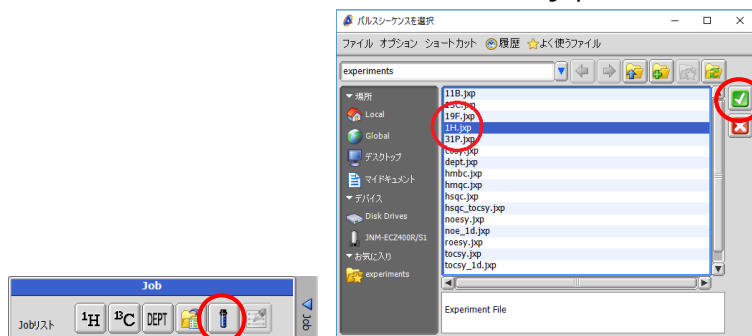
分光計コントロールウィンドウが開きます



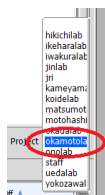
- ① **+** をクリックし、サンプルをエントリーさせます
- ② 「サンプル名」を入力【注意：サンプル名には「;」、「:」、「/」は使えません】
- ③ 「溶媒」を選択
- ④ 「スロット」にサンプルのスロット番号を入力【注意：スロット番号は絶対に間違えないよう細心の注意を】



- ⑤ 右側の Job からサンプル管マーク  をクリック、パルスシーケンスより「1H.jxp」を選択しチェックマーク  をクリック





⑥Project から研究室を選択する **【注意：選択を忘れると測定後ファイルは存在しませんので必ず選択する】**

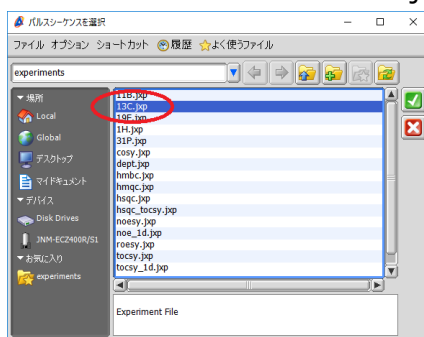


⑦積算回数を入力（2ⁿ 倍の数）（16 回で 3 分程度）

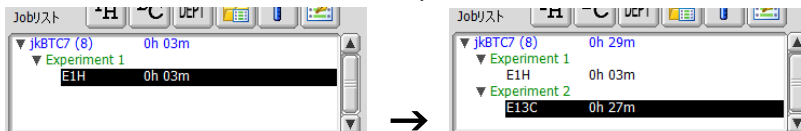


続けて ¹³C の測定登録を行う

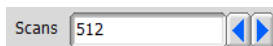
⑤右側の Job からサンプル管マーク  をクリック、パルスシーケンスより「13C.jsp」を選択しチェックマーク  をクリック



Job リスト内は ¹H と ¹³C のふたつの Experiment になっていることを確認する



⑦積算回数を入力（2ⁿ 倍の数）（512 回で 27 分程度）



⑥Project は、すでに選択されている

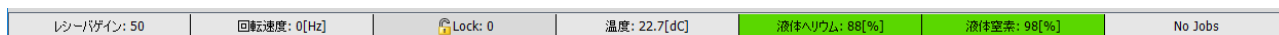
⑧測定登録をクリックで登録完了



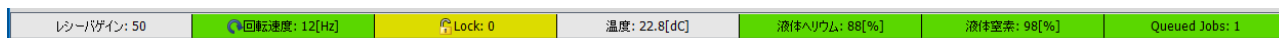
オートサンプラーのターンテーブルが回り、サンプルが自動投入され測定が開始します。

* ①～⑧の操作を繰り返すことで複数のサンプル（job）登録が可能

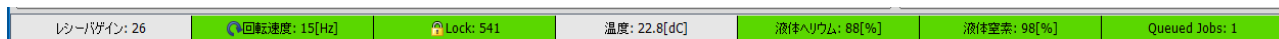
（測定開始前）



（測定開始直後の調整中の表示例）

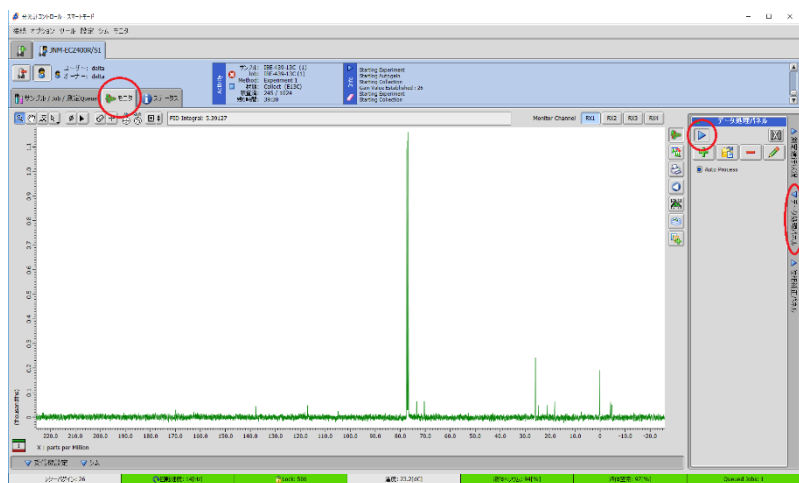


（測定中の表示例）



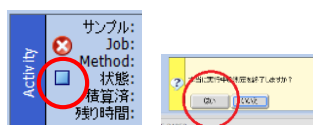
測定ノートにはここを確認して液体ヘリウムと液体窒素量を記録します

(途中経過を見たい場合) モニタタブをクリックし、右側の「データ処理パネル」をクリックし、▶️をクリック

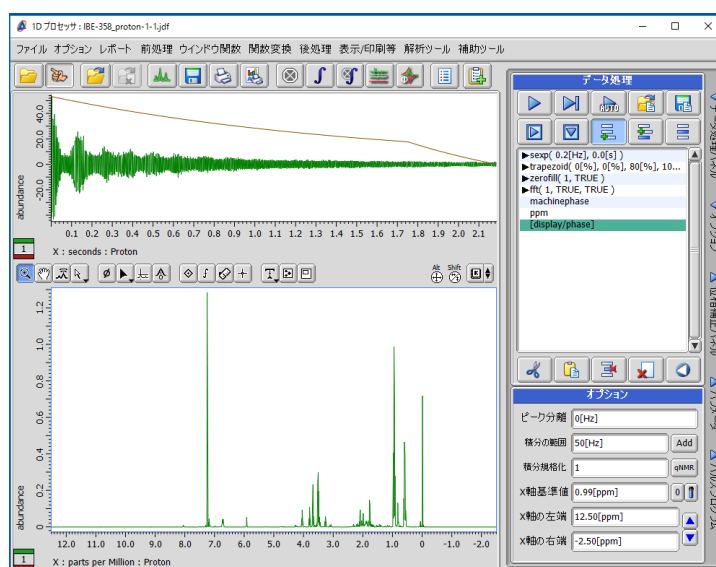


(途中で測定を止めたい場合)

測定を途中でとめたい場合は、Activityの□を押す。本当に実行中の測定を終了しますかと聞かれるので、はいをクリック。❌で測定中止をすると強制終了のためデータは残りません。



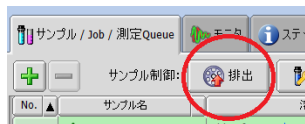
● $^1\text{H-NMR}$ 測定および $^{13}\text{C-NMR}$ 測定が終了したらそれぞれ 1D プロセッサが自動で開きます。確認したらこのウィンドウをとじます。




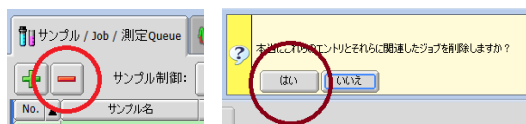
(3) 終了操作


【注意：いきなりウィンドウを閉じないでください】

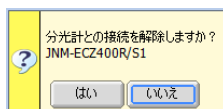
- 分光計コントロールウィンドウで、排出ボタン  をクリック（SCM からサンプルが出てきます）



- サンプル No. を選択し、マイナスボタン  を押して Job を解除、「はい」と回答し、ジョブを削除（登録したサンプル全ての job を解除すること）

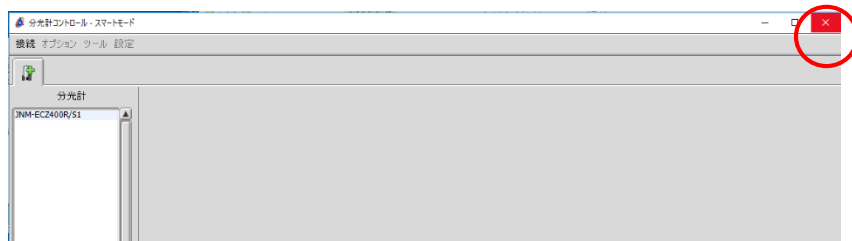


-  をクリックし接続を解除

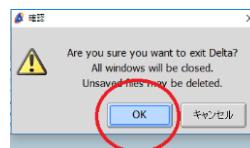
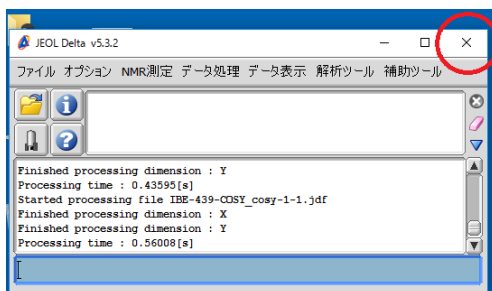


の問いに、「はい」を選択

- ウィンドウを閉じる

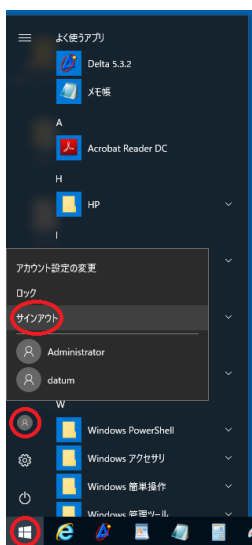


- Delta のウィンドウを閉じると、本当に終了するか聞かれるので OK をクリックし終了



【注意：PCの電源は絶対にシャットダウンしません】

●Windows マークから  をサインアウトして終了



(4) サンプル回収と後片付け

【注意：サンプルキャッチャーの真下付近での取出しは禁止です】


●オートサンプラーの MANUAL ADVANCE ボタンを押してターンテーブルを回転させサンプルを取り出す



(ターンテーブルは時計回り・反時計回りどちらにも回転します)

**サンプルが装着されていないローターホルダは
絶対にターンテーブルに置かない**

(5) データ回収

- データ抽出用 PC に、各研究室名でログインし、データを取得
- Windows マークから  をサインアウト (PC のシャットダウンはしません)

【注意：ウイルスに感染した USB メモリを装着した場合は責任を取ってもらいます。常時ウイルススキャンした安全な USB メモリを各研究室で管理し使用して下さい】

2021/4/23 初版

2021/5/11 改訂

ECZ400R 立ち上げチーム

伊部公太

太田佳宏

貝掛勝也

山田健