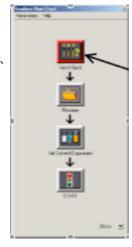
ICONNMR 使用方法 (v. XWIN-NMR3.5)

■完全自動測定の場合

- 1) Identify user をクリックし、**所属する研究室名**を選択後、**パスワード**を入力して ICONNMR にログインします。
- 2) Inject/Eject ボタンを押した後、Insert new sample を選択します。サンプルをプローブに入れるよう指示するウィンドウが表示されたら、サンプルをプローブに入れます。

(注意:NMR チューブがスピナーに対し深く 入りすぎていると、プローブヘッドを破損する 可能性があります。NMR チューブは適切な深 さでスピナーに刺してください)





- 3) Filename を決定後、Continue ボタンを押して Solvent choice→Experimental choice へと進みます(これら 2 項目には適当な溶媒および測定方法をプルダウンメニュー 形式で選択入力)。ついで Set title をクリックして、タイトルを入力し、Continue→Start と進めて、測定をスタートさせます。
- 4) 測定が終了すると、自動的にスペクトルがプリントアウトされます。
- 5) Continue ボ タ ン を 押 し た 後 、 **Eject&Terminate** ボタンを押し、プローブからサンプルを取り出します。
- 6) 画面がログイン前の状態 (Identify user の画面) に戻っていることを確認し、測定終了となります。





* 引き続き同じサンプルについて、別の 測定を行わせる場合*

上記項目 5)のところで、**Eject&Terminate** ボタンを選ばず、**Use same/continue** ボタンを押します。その後は画面の指示に従って測定して下さい。

■シム合わせのみをマニュアルで行う場合

- 1) 完全自動測定の方法に従って、測定をスタートさせると、ICONNMR の右上に Exec、Locking field、Shimming などの測定状況を知らせるアイコンが現れます。測定段階が Locking field から Shimming に移ったところで、**Stop** ボタン(このボタンは Routine flow chart ウィンドウ内にある)を押し、測定を一旦止めます。
- 2) **Lock** ボタン (このボタンも Routine flow chart ウィンドウ内にある) を押し、Lock ウィンドウを表示させた後、BSMS キーボード上の Z1、Z2 ボタンおよびダイアルを使って、Shim の状態を最適化します。
- 3) Lock ウィンドウを最小化させた後(注:終了させないこと)、Routine flow chart ウィンドウに 戻り、Continue→Use same と進みます。新たに Experimental No.が自動で割当てられ(ログイン時の Experimental No.に+1)、再び Experimental Choice に適当な測定方法を入力します。
- 4) Continue→Start で測定を再スタートさせます。

■XWIN-NMR 上からのスペクトルの書き出し (XWINPLOT を使用しない方法)

- 1) 測定終了後、XWIN-NMR のウィンドウを開きます(画面下のタスクバー内に XWIN-NMR の タブがありますので、これをクリックします)。
- 2) 開いたウィンドウ内には測定されたスペクトルが表示されます。このスペクトルを加工後、 XWIN-NMR ウィンドウ下のコマンド入力スペースに **view** と入力し、プリントアウトされる スペクトルをプレビューします。
- 3) **Quit** を押すことでプレビュー画面を終了し、XWIN-NMR ウィンドウのコマンド入力スペースに **plot** と入力し、スペクトルをプリントアウトさせます。

スペクトルを加工する際に便利なメニューボタンおよびコマンド

DP1 (メニューボタン):スペクトルの書き出し範囲を指定できます。

cy (コマンド):数値を大きくすることによって小さなピークを大きく書かせることができます。この数値はスペクトル中の最大のピークの高さを cm で表しています。

■セカンドステーションからのスペクトルの書き出し

セカンドステーションでは、XWIN-NMR 上での plot コマンドおよび XWIN-PLOT を使ったスペクトルの印刷が可能です。XWIN-NMR 上から直接スペクトルを印刷する際には以下の点に注意してください。

- 1) XWIN-NMR ウィンドウのコマンド入力スペースに edo と入力します。
- 2) 開いたウィンドウの CURPLOT および CURPRIN 項目のプリンター名をプルダウンメニューから"hp deskjet 5100 series"に変更する。[初期状態ではDPX-400側のプリンタ (PX-G5000) となっているはずです]
- 3) あとは普通に使用できます。

400MHz NMR(DPX-400 および全自動)のファイルネームおよびデータ保存に関する 注意事項

現在、2 台の 400MHz NMR は、セカンドコンピュータと共有接続されており、どちらの NMR からも Z ディスク(Z:/)として認識されています。このため、測定時に D ディスクではなく、Z ディスクを選択すると、測定データは自動的にセカンドコンピュータの次のフォルダに保存されます。

C:/bruker/35/data/data/data/username/nmr

セカンドステーション上でスペクトルの加工、書き出しを行うためには以下の手順に従って、目的のスペクトルを見つけるようにして下さい。

- 1) File→Search を選択
- 2) Username から自分の研究室名を選択
- 3) Directory から C:/bruker/35/data/data を選択し、目的のファイルネームを選んで下さい。
- * Directory で C:/bruker/35/data/data が見つけられない場合、File→Search と進んだあと、Edit→Edit directory list を選択し、Directory 欄に C:/bruker/35/data/data とタイプし OK をクリックして下さい。

なお、DPX-400 と全自動 NMR で設定されるファイルネームが同じにならないよう(ぶつからないよう)、DPX-400 側では Dec02-2005 のように測定日のみが、全自動 NMR 側では Dec02-2005-yoshino のように測定日に username が付加されたファイルネームが自動で割り当てられるように設定しました。

不明な点がありましたら、C近藤(内線 5733)までご連絡ください。

トラブルシューティング

■ICONNMR のログイン画面が表示されていない場合

- 1) XWIN-NMR3.5 のアイコンをクリックして、XWIN-NMR を立ち上げます。
- 2) コマンド入力スペースに ICONNMR と入力します。
- 3) 開いたウィンドウ内の Routine spectroscopy ボタンをクリックします。

■NMR チューブがプローブ内でスピンしない

NMR チューブがスピナーに対し、深く入りすぎています。一旦測定を止め、スピナーセッターを使って、NMR チューブをスピナーに適切に刺してください。

(注意: NMR チューブがスピナーに対し深く入りすぎていると、プローブヘッドを破損する可能性があります。 NMR チューブは適切な深さでスピナーに刺してください)

■Lock がかからない

溶媒量が少ない場合に起こりやすい現象です。溶媒量は0.6 ml 程度が適当と思われます。

■セカンドステーションからのスペクトルの書き出せない

セカンドステーションでは、XWIN-NMR 上での plot コマンドおよび XWIN-PLOT を使ったスペクトルの印刷が可能です。XWIN-NMR 上から直接スペクトルを印刷する際には以下の点に注意してください。

- 1) XWIN-NMR ウィンドウのコマンド入力スペースに edo と入力します。
- 2) 開いたウィンドウの CURPLOT および CURPRIN 項目のプリンター名をプルダウンメニューから"hp deskjet 5100 series"に変更する。[初期状態では DPX-400 側のプリンタ (PX-G5000) となっているはずです]
- 3) あとは普通に使用できます。

■PX-G5000 の印刷がかすれる

以下の手順でプリンタヘッドのクリーニングを行ってください。

- 1) プリンタの電源がオンになっていることを確認して、インクボタンを 3 秒間押したままにします
- 2) 電源ランプが点滅して、約1分間ヘッドクリーニングが行われます。電源ランプの点滅が 点灯に変わったら、ヘッドクリーニングは終了です。
- 3) この操作を行っても印刷状態が改善されない場合は、上記 1) および 2)の操作を繰り返してください。

■NMR チューブをプローブに挿入したのに、BSMS キーボード上で、Down ランプが点灯せず、Missing ランプが点灯したままである

NMR チューブがスピナーに対し、深く入りすぎているか、浅すぎるために起こります。一旦 測定を止め、スピナーセッターを使って、NMR チューブをスピナーに適切に刺してください。