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。
- 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)

Factor Rectat	Parameters, Palo
Reme Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford Hereford	Conset
944 <u>1</u>	Funderial

- 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。
- 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。

Presentes dels	Routine New Chart S
	Parameters rate
Acquisitor completed	iii? bestCert
Correct Separament Anto	Costand Incontrol For
Nare. 2 m01-2003-04.c	Lock CE Comment. Stand Ey
Ne: La	Potation Of Deat
Tite Penaltiky Appears have	
Career Eight: CL38407150	Creawite
CT3 Bept CHienty	Manual Sample Diarges
Designation	Def Get - Territer
View TD Lock Spectrum	le set likev Sangle
Controle That Antigati Continue	and the second second
See Seen	Use Same /Continue Look/Shan
Chart in Program Window	
	Sunt Change Sample

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

- 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)。
- 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 オ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。