

## 1. 利用資格

利用を希望する研究室の主宰者は、使用責任者を指名し、使用責任者名を年度毎に運営責任者に連絡してください。

### ・溶液 NMR

研究室の使用責任者および講習会において講習を受けた教員、博士研究員、大学院生、卒研生とします（動画視聴による受講も含まれます）。

### ・固体 NMR

講習会において講習を受けた教員、博士研究員、大学院生、卒研生とします。依頼測定は要相談。

## 2. 予約に関して

### ・平日の昼間（午前 10 時から午後 10 時）

予約の必要なし。オートサンプラーを使用して測定をしてください。1 人あたりの連続測定時間は 30 分までとします（サンプルが Insert されてから Eject されるまでの時間）。混雑している時間帯は譲り合いながら測定をするようにしてください。自動制御ソフト (IconNMR) のログから課金をします。

### ・夜間（午後 10 時から午前 10 時）および土曜・日曜・祝日

予約の必要あり。予約システム (<https://tus-kikishinkyu.jp/index.do>) から課金をするため、必ず予約した上で測定してください。予約は利用の一週間前から可能です（オプションから溶液・固体を選択すること）。時間制限はありませんが、次が平日の場合 10:00 には現状回復させてください。予約者は、自動制御ソフト (IconNMR) の予約測定プログラムが使用可能です（夜 10 時の測定開始まで待っている必要なし）。

予約内容

利用時間 ●必須	開始日時	終了日時
	2021 年 4 月 24 日 13 時 00 分	2021 年 4 月 24 日 13 時 00 分
繰り返し	<input type="checkbox"/> 選択期間中に曜日を指定して繰り返し予約する	
利用予算区分 ●必須	---	
オプション設備	<input type="checkbox"/> 固体測定 (700 円 / 時間) 時間	
	<input type="checkbox"/> 溶液測定 (500 円 / 時間) 時間	
コメント		

液体窒素を使用した温度可変 NMR ( $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  以下) を測定する場合、事前に管理者 (河合・土戸) に許可を取った上で予約を行ってください。一方、装置付属の温調装置を使用する  $+100\text{ }^{\circ}\text{C} \sim -20\text{ }^{\circ}\text{C}$  の温度範囲の場合、自動測定が可能です。この場合、連絡する必要はありません。

固体 NMR に関しては、いずれの場合も事前に管理者 (河合・土戸) に許可を取った上で予約を行ってください。

## 3. 利用料金、測定時間

平日の昼間：オートサンプラーを使用した（予約を要しない）測定は、500 円/時間とします。

サンプル導入～測定終了までを測定時間（導入～シム調整約 5 分+積算時間）として自動集計  
夜間、土日祝日：予約システムにおける予約時間(30 分単位)あたり、溶液測定 500 円/時間、

固体測定 700 円/時間(プローブ交換時間も含む)とします。固体の依頼測定は 2000 円/時間

#### 4. 研究室の使用責任者

各研究室から1名使用責任者を選んでいただき、「研究室のデータフォルダの管理」および「軽度のトラブル」に対処していただきます。トラブル発生時は必ず以下に記した管理責任者に連絡の上、エラー画面を写真に撮り、提出してください。大きな事故の場合、事故報告書を提出してください。

#### 5. ファイルの管理

測定データは制御 PC に接続した **HDD (D ドライブ) および Box の 2 箇所に自動的に保存**されます。HDD 内のデータに関しては数年おきに消去する予定です (事前に通達します)。HDD 内のデータ破損時の責任は取れませんので、各自バックアップするようにしてください。測定データの取り出しは、Box を経由して行います。データは Box 上に自動保存されているため、データ取り出しのために制御 PC を操作する必要はありません。いかなる場合も **制御 PC に直接 USB メモリを挿さないでください**。もし USB メモリの使用が発覚した場合は、研究室単位で使用を禁止することもあります。

#### 6. サンプルの管理

測定データは自動的に Box に保存されるため、測定終了後、地下 2 階まで行かずとも研究室の自分の PC からデータを確認できるようになります。次の測定者のためにも測定が終了したことを確認したら、なるべく早くオートサンプラーからサンプルを回収するようにしてください。長期間サンプルが放置されている場合は、管理者がサンプルをオートサンプラーから回収することがあります。

#### 7. 可能な測定

**溶液測定** 下線は自動測定対応。点線は要予約 (計 30 分以内なら自動測定も可)

- ・  $^1\text{H}$  NMR
- ・ 多核 NMR  $^{11}\text{B}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{19}\text{F}$ ,  $^{31}\text{P}$ 。これ以外は要相談 (仕様では  $^{17}\text{O}$ ,  $^{15}\text{N}$ ~ $^{109}\text{Ag}$  まで可)
- ・ noD NMR 現状  $\text{C}_2\text{H}_2\text{Cl}_4$ ,  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ , DMF のプログラムを作成済み。これ以外は要相談
- ・ 温度可変測定  $+100\sim-20\text{ }^\circ\text{C}$  は通常装備の温調ユニット,  $-20\text{ }^\circ\text{C}$  以下は液体窒素使用
- ・ 二次元 NMR  $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$  COSY,  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  HSQC,  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  HMBC, INADEQUATE (長時間につき要相談), TOCSY, NOESY, ROESY (+EXSY), DOSY など,  $^1\text{H}$ - $^{19}\text{F}$  相関も可)
- ・ 同時測定による時短測定 UTOPIA (NOESY+ $^{13}\text{C}$  など), NOAH (HSQC-HMBC-COSY), NUS など

**固体測定** . . . 現在、プローブ調整中

- ・ CP-MAS  $^1\text{H}$ ,  $^2\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{15}\text{N}$
- ・ Static  $^2\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$

#### 解析ソフトウェア

- ・ TopSpin Bruker のホームページからダウンロード可能 (無料)

#### 8. トラブル発生時の連絡先 (緊急時は所属研究室の教員に連絡すること)

河合 英敏 (内線 5 7 2 7) . . . 管理責任者  
土戸 良高 (内線 5 8 4 3)