

土日祝日の10:00~22:00に「通常測定」を行う場合には、「研究設備オンラインシステム」で予約が必要です。
時間がかかる特殊測定は、時間指定での予約測定(夜間)が可能です(サンプルは事前においておける)。

1. NMR チューブをスピナーに差し込み、チューブの先端がデプスゲージの奥まで届くように長さを調整する。



補足事項:

- ・スピナーによって使用可能な温度範囲が異なる。
半透明(図中左): 0~100°C 青(図中右): 10~60°C
白(セラミック製:別の箱で保管): それ以上、以下の高温、低温 … 落とすと割れるので注意(高価)。
室温測定であれば青のスピナーでよい。
- ・NMR チューブをスピナーに差し込む際は、NMR チューブが自然落下しない程度にスピナーに固定されており、**デプスゲージの白い底面が下から 2 cm のラインに合わせてあることを確認**すること。また溶媒の揮発を抑えるため NMR チューブとキャップの間にパラフィルムを巻くこと。

2. 測定サンプルをオートサンプラーの空いているホルダーにセットする。



3. PC の画面右下にある「ユーザーの変更」より自分の研究室を選択する。



4. 測定登録画面でオートサンプラーにサンプルを入れた「ホルダー」番号を選択し、「保存先ディレクトリ」「フォルダ名」「測定番号」「測定溶媒」「測定メソッド」「パラメーター」「タイトル」を選択及び入力する。前の測定終了データの登録が残っている場合は「ホルダー」番号を右クリック→「削除」で測定登録データを消す。

連続測定を行いたい場合、画面下にある「追加」を押すことで測定内容を追加することができる。

(連続測定に関しては「[連続測定マニュアル](#)」を参照)

ホルダー	タイプ	ステータス	保存先ディレクトリ (disk)	フォルダ名 (name)	測定番号 (ex...)	溶媒
▽ 6	1	利用可能				
		利用可能	D:\nmrdata\Kawaih\free_folder			

測定	優先度	パラメーター	タイトル/オリジネーター

▼	★	☀	=	📊	🌲	📄
---	---	---	---	---	---	---

補足事項:

保存先ディレクトリ: 測定データの保存先を指定。基本的には自分の名前が付いたフォルダを選択。

フォルダ名: 測定データを入れておくフォルダに名前を付ける。デフォルトでは測定日の日付などが選択できるが**任意の名前(実験番号)を付けたほうがよい**。

測定番号: 同一フォルダに保存されたデータの区別のために付けられる番号。デフォルトでは 10 刻みで自動で付けられるが任意の番号を付けることも可能。ただし**同一フォルダ内で同じ番号を重複させないこと**。

測定溶媒: NMR チューブ内に入れた測定溶媒を選択。基本的には重溶媒だが軽溶媒を用いた noD 測定も可能 (non-deuterated と書かれた溶媒)。使いたい軽溶媒が一覧に無い場合、NMR 管理者に連絡。

測定メソッド: ^1H NMR、 ^{13}C NMR などの測定方法を選択。

例: PROTONRO はスピンあり、PROTON はスピンなし

(DOSY、ROESY などの特殊測定に関しては各「[特殊測定マニュアル](#)」を参照)

パラメーター: 積算回数(NS)や測定温度(TE)を変更可能。指定しなかった場合は 16 回積算(^1H NMR の場合)、298 K で測定が行われる。積算回数を指定した場合、右側に測定時間が表示される(^1H NMR 16 回積算で 1 分 30 秒)。ただしこれは積算時間であり**サンプル投入やロック、シム合わせの時間(計 7 分程度)は含まれていないことに注意**。

($-20^\circ\text{C}\sim+100^\circ\text{C}$ の温度可変測定に関しては「[温度可変\(チラー\)マニュアル](#)」を、液体窒素を用いた低温測定に関しては「[温度可変\(liq. \$\text{N}_2\$ \)マニュアル](#)」を参照)

タイトル: 何のサンプルを測定したか判別できるよう任意のタイトルを入力可能。

5. 深夜測定などで時間を指定して測定したい場合、測定登録画面の右側にある「開始時間の設定」を行う。

開始時間



- ・22 時以降の深夜測定の場合は(短時間でも)「研究設備オンラインシステム」での予約が必要。

¹H NMR の測定後、続けて ¹³C NMR を測定したいなど連続測定を行いたい場合、「22:00 から ¹H NMR 測定、22:01 から ¹³C NMR 測定」のようにセットすると ¹H NMR の測定後に ¹³C NMR の測定に移ることができる。

6. 画面左下の「登録」を押して測定を開始する。(オートメーション処理により登録された順にスタート)



補足事項:

- ・測定の状態は測定登録画面のステータスで確認可能。

利用可能: サンプルの測定設定ができる状態
 登録済: サンプルの測定を待機している状態
 測定中: 現在測定中の状態
 測定終了: 測定が終了した状態
 測定失敗: 測定は行ったがエラーなどにより失敗した状態

- ・測定時間の目安は、¹H NMR 16 回積算で約 10 分、¹³C NMR 1024 回積算で約 1 時間。
(サンプル投入、ロック、シム合わせなどの時間込み)

- ・測定中及び測定後のデータ(スペクトル)は、画面下の履歴データをダブルクリックすることで、TopSpin 上に表示される(途中経過も確認可能)。

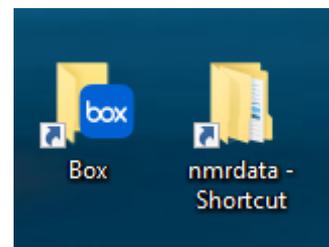
履歴

#	日時	ホルダー (U)	フォルダ名 (name)	測定...	溶媒	測定	サンプ...	自動チューニング	スピニング	ロック	シム	積算	処理
207	2021-04-30 14:48:54	1	pinB-Ph2-Bpin	10	CDCl3	PROTONRO	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
206	2021-04-28 21:34:08	7	KRT09	10	CDCl3	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
205	2021-04-28 20:41:18	1	MAT123	81	C2D2Cl4	DOSY	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
204	2021-04-28 20:27:08	1	MAT123	80	C2D2Cl4	PROTONRO	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
203	2021-04-28 19:54:04	18	KRT08	10	CDCl3	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
202	2021-04-28 17:15:06	13	Apr28-2021	10	CDCl3	PROTONRO	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
201	2021-04-28 12:14:55	11	NK09	20	CDCl3	PROTONRO	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
200	2021-04-28 12:08:28	10	NK09	10	CDCl3	PROTONRO	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
199	2021-04-28 12:00:34	2	TM19 crude	10	CDCl3	PROTONRO	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
198	2021-04-28 11:57:50	1	MAT123	71	C2D2Cl4	F18CPD	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓

7. 測定が終了した場合、IconNMR 上で「測定終了」と表示される。
オートサンプラーの青いボタンを押してホルダーを回しサンプルを回収、スピナーを元のケースに戻す。
測定登録時の登録データは、削除せずにそのままにすること(後で使用する人が必要に応じて削除)。



8. 測定したデータは PC の HDD (Dドライブ)とクラウド上の「Box」のフォルダの両方に自動で保存される。
HDD 側はデスクトップの「nmrdata-Shortcut」→「保存先ディレクトリで指定したフォルダ」→「フォルダ名で指定したフォルダ」内に保存される。
Box 側はデスクトップの「Box」→「NMR data」→「自分の研究室のフォルダ」→「測定登録時の[フォルダ名]で指定したフォルダ」内に保存される。
Box 側では出現したフォルダを後で自分のフォルダに移す必要がある。



TopSpin 上でのスペクトル解析は、別途行われる講習資料を参照してください。
(TopSpin はブルカーのホームページから無料ダウンロード可能)

トラブルシューティング:

・TopSpin 及び IconNMR がデスクトップ画面に表示されていない場合

1. デスクトップより「TopSpin4.1.1」を起動する
2. TopSpin 上に表示されている「ICONNMR」ボタンをクリックする
3. 新たにウィンドウが開かれるので「連続自動測定」を選択する
4. ユーザー選択画面になるので自研究室を選択、IconNMR が起動する
5. IconNMR 左上の歯車マークを押して NMR 装置の制御を開始する
6. 以降、通常の測定を行う

その他のトラブル発生時(エラー表示など)は、河合(英)研究室に連絡 (内線番号: 5843, 5727)