







\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

# TopSpin3.2 溶液 NMR:導入講習マニュアル

ブルカー・バイオスピン株式会社

2015年3月6日作成

\_\_\_\_\_

- I. Topspin の起動と測定の準備
- II. IconNMR による自動測定
- III. フローユーザーインターフェイスを用いたマニュアル測定
- IV. TopShim による分解能調整





# 1章 TopSpinの起動と測定の準備

1. TopSpin3.2 の起動

2. NMR チューブのセット



# I. TopSpin の起動と測定の準備

### 1. <u>TopSpin3.2 の起動</u>

- ① デスクトップ上の Topspin3.2 のアイコン(図1)をダブルクリックします。
- ② TopSpin3.2 が起動します。 TopSpin3.2 が起動するとウィンドウ(図2)が開き、以降の操作がおこなえるようになります。



#### 図 1 デスクトップ上の TopSpin アイコン



図 2 TopSpin ウィンドウと各部の名称





#### 2. NMR チューブのセット

NMR チューブをスピナーに装着し、サンプルゲージを使って高さを調整する方法を説明します(図3)。

- ① NMR チューブの中央を持ち、回転させながらスピナーに挿入します。
- NMR チューブとスピナーをサンプルゲージに差し込みます。
- ③ NMR チューブの底をゲージ底位置に合わせます。
- ④ サンプルゲージから取り出し、NMR チューブとスピナーをマグネット内に挿入します。
   (オートサンプルチェンジャーがある場合はホルダーにセットします。)



図 3 NMR チューブのセット







- 1. CONNURの起動
- 2. 実験項目の設定
- 3. 連続自動測定の開始
- 4. 測定結果の確認
- 5. 連続自動測定の終了
- 6. opSpin3.2 の終了



# II. CONNMRによる自動測定

この章では IconNMR を使った測定について解説します。

IconNMR は TopSpin 上で動作する自動測定用のインターフェイスです。オートサンプルチェンジャーが利用 可能な環境では IconNMR を利用することで簡単に複数のサンプルに対して自動測定を設定し、実行すること ができます。

☞ IconNMRはオートサンプルチェンジャーがない環境でも利用することはできます。この場合は後述のようにサンプルの挿入・ 取り出しの操作がサンプルチェンジャーがある場合と異なります。

#### 1. CONNMRの起動

① メニューバー Acquire のOptions → から IconNMR Automation (iconnmr)を選択します。(図4)

<u>S</u> tart	<u>A</u> cqui	re <u>P</u> rocess	A <u>n</u> alyse	P <u>u</u> blish	<u>V</u> iew	Manage 🕜	)			_
	🕴 Sampi	e <del>√</del> ∰ Loci	: V T <u>u</u> ne <del>→</del>	🦺 Spin 🛩	Shim -	r	<u> </u>	Þ Go 🚽	Options 🗢	
	*8 *2		<b>Q</b> H	→ <b>1</b> 🍖 千	Hz ppm				IconNMR Autom	ation (iconnmr)
EE.	/8 /2		нĞн 🎹 🔶	⇒ <b>∀</b> ±					TopGuide (topg	uide)
								1	One-Click Exper	iments
									Shape Tool (std	isp)



(2) 1000 MMR が起動します。(図 5)



図 5 IconNMR の起動ウィンドウ



次に図6の手順に従ってログインをおこないます。

- ③ 連続自動測定を選択します。
- ユーザーID を選択し をクリックします。
- ⑤ パスワードを入力し Enter ます。
- 6 実験エントリー・履歴画面が表示されます。



図 6 IconNMR にログインするための操作

2. 実験項目の設定

この手順では実際に測定を仕掛けてデータをとりながら説明を進めていきます。 緑色の実例にしたがって設定を行ないます。 測定には標準試料の 10% Ethyl Benzene in CDCl3 を使用します。

- ① NMR チューブをセットしたホルダーの番号をダブルクリックします。(図 7)
  - ☞ サンプルチェンジャーを使用しない場合は任意の番号をダブルクリックします。



ファイル (F)	実行	(R)	ホル	/— (L)	見る	(V)	調べる (N	) パラメ-	-夕 (P)	7.	プション(I)	ツール (T)	$\sim$
畿開始	₽	88	٢	88	i								
実験の順都	待さ	5											
ホルダー	ター	19	状汤		ディ	スク	名前		番	号	溶媒	実験	
▶ 1	U		利用	可能									
▶ 2	Ű.		利用	可能									
▶ 3	Ű.		利用	可能									
▶ 4	Ú.		利用	可能									
▶ 5	Ű.		利用	可能									
▶ 6	Ú.		利用	可能									
▶ 7	U.		利用	可能									
	Ű.		TIL	THE									

図 7 ホルダーの選択

#### ② 名前、番号、溶媒、実験等を設定します。(図8)



図 8名前、番号、溶媒、実験等の設定

- [ディスク]: データの保存先
- [名前]: データセット名
  - ☞ 日付やサンプル名など任意の文字列を入力できます。
  - ☞ 特殊な記号、文字、スペースは使わないようにします。
- [**番号]:** 実験番号
  - ☞ 自動的に利用できる最小の番号が割り振られます。任意の番号(整数のみ)に変更可能です。
  - ☞ 任意に割り振られた番号に既にデータがある場合、既存のデータを消去し、上書きする可能性があります。環境設定→マスタースイッチ→データセット管理で上書き許可の設定が行えます。
- [**溶媒]:** 重溶媒名
  - ☞ 一覧リストから指定します。
- [**実験]:** 実験名
  - ☞ 一覧リストから指定します。
- [タイトル]: 任意のコメント
- [測定時間]: 測定時間
  - ☞ 測定時間の目安が示されます。 (ロックやシム等に要する時間は含まれません。)

☞1つ目の実験項目の設定

[ディスク]:	C:¥data¥training
[名前]:	<pre><month><date>-<year></year></date></month></pre>
	講習日の英語の月名3文字表記、日にち、年が入ります。
[溶媒]:	CDCl3
[実験]:	PROTON (1D <sup>1</sup> H スペクトル)
[タイトル]:	10% Ethyl Benzene in CDCl <sub>3</sub>





③ 実験項目の設定が完了したら ゴロックレます。(図 9)



図9名前、番号、溶媒、実験等の設定

#### ④ 2番目の実験項目を追加します。

<u>同一サンプル</u>に対し、別の実験を追加する場合は、<u>同一ホルダー</u>をクリックし ボタンをクリックします。新たに実験を設定したら ボタンをクリックします。(図10)

#### ☞ 2 つ目の実験項目の設定

[ディスク]: [名前]:	C:¥data¥training <i><month><date>-<year></year></date></month></i> 講習日の英語の月名3文字表記、日にち、年が入ります。
[番号]:	11
[溶媒]:	CDCl3
[実験]:	C13CPD (1D <sup>13</sup> Cスペクトル)
[タイトル]:	10% Ethyl Benzene in CDCl <sub>3</sub>



図 10 2 つ目の実験項目の設定登録



#### ⑤ ④を繰り返し、複数個の実験準備を行います。

ここでは例として二次元の測定を仕掛けます。二次元の測定も一次元と同様に設定します。 設定が完了したものが図 11 になります。

- ☞3つ目の実験項目の設定
  - [דֿרָגָסן: C:¥data¥training
  - [名前]: </month><date>-<year>
    - 講習日の英語の月名3文字表記、日にち、年が入ります。
  - **[番号]:** 12
  - [溶媒]: CDCl3
  - [実験]: COSYGPSW (2D  $^{1}$ H- $^{1}$ H COSY スペクトル)
  - **[ארא]:** 10% Ethyl Benzene in CDCl<sub>3</sub>

#### ☞ 4 つ目の実験項目の設定

[ディスク]:	C:¥data¥training
[名前]:	<b>&lt;</b> Month> <date>-<year></year></date>
	講習日の英語の月名3文字表記、日にち、年が入ります。
[番号]:	13
[溶媒]:	CDCl3
[実験]:	HSQCGPSW (2D $^{1}$ H- $^{13}$ C HSQC スペクトル)
[タイトル]:	10% Ethyl Benzene in CDCl <sub>3</sub>

#### ☞ 5 つ目の実験項目の設定

[ディスク]:	C:¥data¥tra	ining
[名前]:	<b>&lt;</b> Month> <date< th=""><th>e&gt;-<year></year></th></date<>	e>- <year></year>
	講習日の英語の	月名3文字表記、日にち、年が入ります。
[番号]:	14	
[溶媒]:	CDCI3	
[実験]:	HMBCGP	(2D <sup>1</sup> H- <sup>13</sup> C HMBC スペクトル)
[タイトル]:	10% Ethyl B	enzene in CDCl <sub>3</sub>

ホルダー	タイプ	状況	ディスク	名前	番号	溶媒		実験
▽ 1	<b>6</b> 5	登録済						
	1 fr	登録済	C:¥data	Feb12-2014	10	CDC13	chloroform-d	N PROTON
	the	登録済	C:¥data	Feb12-2014	11	CDC13	chloroform-d	N C13CPD
	1 the	登録済	C:¥data	Feb12-2014	12	CDC13	chloroform-d	C COSYGPSW
		🚣 F2	C:¥data	Feb12-2014	10			
	the	登録済	C:¥data	Feb12-2014	13	CDC13	chloroform-d	C HSQCGP
		🚣 F2	C:¥data	Feb12-2014	10			
	the	登録済	C:¥data	Feb12-2014	14	CDC13	chloroform-d	C HMBCGP
	-	🚣 F2	C:¥data	Feb12-2014	10		041-02-0-00-0-00-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0-0	
> 2	U	利用可能						
> 3	L	利用可能						

#### 図 11 5つの実験項目の設定登録



#### 3. 連続自動測定の開始

# 実験項目の設定登録が終わったら測定を開始します。 <sup>●開始</sup> ボタンをクリックすると測定が開始され、図 12 または図 13 のように測定開始のダイアログが

開きます。これ以降の操作はサンプルチェンジャーがある場合とない場合で操作が異なります。それぞれ説明しますので環境に応じて操作を使い分けます。

- ① \* 開始 ボタンを選択すると測定開始のダイアログが開きます (図 12)。
  - A) サンプルチェンジャーがある場合

-	NMR Case	•
最初のサンブル	1	A.V.
= = +I out -f	ルはマグネットに入って	こいますか (ロックとシム済みです
一 最初のサンフ		

#### 図 12 サンプルチェンジャーがある場合のダイアログ

- a. 正しいサンプルチェンジャー名が表示されていることを確認し、 \*\*\*\*\* ボタンをクリックします。
- b. サンプル挿入後に登録済の実験が順次測定されます。

☞ 複数のホルダーに実験をセットした場合、サンプルの入れ替えは自動で行われます。

#### B) サンプルチェンジャーがない場合

		手動     最初のサシブルはマグネットに入っていますか (ロックとシム済みですか)?     タ全てのFIDを処理する     参開始     シキャンセル     S     13 サンプルチェンジャーがない場合のダイアログ
a.	図 13 のように 📕 す。	●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●●
		▲ サンブルを入れる ▲ サンブルを取り出します OK

図 14 サンプルイジェクトを知らせるダイアログ



- b. **図 14** のようにサンプルのイジェクトを知らせるダイアログが開きます。 **ベ** をクリックします。 サン プルエアーが出てマグネットにサンプルをロードできる状態になります。
- c. 図 15 のようにサンプルの挿入を促すダイアログが開きます。



図 15 サンプル挿入を促すダイアログ

d. サンプルをマグネットに置き をクリックするとマグネットにサンプルが挿入されます。 ☞ このサンプルについて、一つのホルダーに設定した登録済の実験が順次測定されます。

#### 4. 測定結果の確認

~ 履歴のリストで処理まで√が入った実験は測定が終了し、データの処理まで完了しています。履歴のリストの項目は一つの実験について必ず一つ自動作成されます。測定結果の確認を行いたい、対応する履
歴の行をダブルクリックすると TopSpin 上でスペクトルが表示されます。

☞ データ処理の操作は自動測定とマニュアル測定で共通のため、III 章の3節で説明します。

履歴のリスト										
# 日時	ホルダー	名前	番号	実験	サンブル技	■入 自動チューコ	シグ 回転	ロック シム	積算	処理
2 2014-02-12 12:13:32	1	Feb12-2014	11	C13CPD		~	~	1		
1 2014-02-12 12:04:49	1	Feb12-2014	10	PROTON	1	✓	1	1 1	1	✓

#### 図 16 履歴のリスト

#### 5. 連続自動測定の終了

) 測定が終了したらサンプルを回収します。サンプルの回収はサンプルチェンジャーがある場合とない場合で 操作が異なります。それぞれ説明しますので環境に応じて操作を使い分けます。また、自動測定終了の手 続きを行います。これにより連続自動測定が終了します。





① NMR チューブをとり出します。

#### A) サンプルチェンジャーがある場合

測定後サンプルはマグネットから自動で取り出され、サンプルチェンジャーの元ホルダーの位置に戻り ます。サンプルチェンジャーから NMR チューブを回収します。

- B) サンプルチェンジャーがない場合
- a. 測定終了後図 17 のように、サンプルイジェクトを知らせるダイアログが表示されます。 をクリックするとサンプルエアが出てマグネットから NMR チューブを取り出せる状態になりま す。



図 17 サンプルイジェクトを知らせるダイアログ

- b. マグネットからサンプルを取り出します。
- c. 図 18 のようにダイアログが開くので、 c. をクリックします。

サンプルを入れる	
サンブルをマグネットから取り出してください. てください.	出したらクリックし
	ОК

図 18 サンプル取り出し完了を知らせるダイアログ

- d. サンプルエアが止まります。
- ② 全ての連続自動測定が終了したら 3 #7 ボタンをクリックします。(図 19)



🤲 🖗	00 🔕	終了 👪	i						Proce	ssing starte	ed 🚺 🦀 🛱
夫妻の)頃産	タイプ	状況	ディスク	名前	番号	溶媒		実験	優先度	バラメータ	タイトル 測定時間
⊽ 1	1 5	終了									
	the	終了	C:¥data	Feb12-2014	10	CDC13	chloroform-d	N PROTON	1H	849	10% Ethyl Ber 00:01:32
	the	終了	C:¥data	Feb12-2014	11	CDC13	chloroform-d	N C13CPD	13	040	10% Ethyl Ber 00:01:08
	the	終了	C:¥data	Feb12-2014	12	CDC13	chloroform-d	C COSYGPSW	Gr	340	10% Ethyl Ber 00:05:04
		🚣 F2	C:¥data	Feb12-2014	10						
	the	終了	C:¥data	Feb12-2014	13	CDC13	chloroform-d	C HSQCQP	SW	<b>=</b> 43	10% Ethyl Ber 00:14:18
		🚣 F2	C:¥data	Feb12-2014	10						
	40	407	O.V.J.L.	F.L10 0014	14	00010	difference of	C LINDOOD	111	- A 65	100 Fil. 1 D. 00.15.01

#### 図 19 連続自動測定の終了

③ 図 20 のように自動測定終了の確認ダイアログが開きます。 ===== ボタンをクリックします。



④ 図 21 のように ファイル(E) を選択し 全て閉じる (L) をクリックします。

1	IconNMR: 連続自動測定
	ファイル (E) <mark>実行 (<u>R</u>) ホルダー (L) 見る (V) 調べる (<u>N</u>) パラメータ</mark>
	新規(N)
	開< (0)
	保存(S)
	外部設定ファイルを保存する(E)
	スプレッドシート.csv/.xls(x)ファイルのインボート(I)
	ED刷 (P)
	履歴ファイルの印刷(H)
	1 Feb17-2014-1901-Group1.set
	聞じる (0)
	全て閉じる (L)

図 21 IconNMR の終了手続き

⑤ 図 22 のように、連続自動測定の履歴保存について、確認ダイアログが開きます。

**エレビア** ボタン または **レリス(N)** ボタンをクリックします。

- ☞ 「☆ を選択すると履歴は保存されます。
- ☞ 「いいえ(N)」を選択すると履歴は消去されます。





#### 図 22 測定履歴保存の確認ダイアログ

### 6. <u>TopSpin3.2 の終了</u>



図 23 TopSpin3.2 の終了手続き



# 3章 フローユーザーインターフェイスを 用いたマニュアル測定

1. データセットの作成と実験パラメーター

# セットの選択

- 2. 測定の準備と開始
- 3. データ処理
- 4.スペクトルの印刷
- 5. 二次元 NMR 測定
- 6. 二次元 NMR のデータ処理



# III. フローユーザーインターフェイスを用いたマニュアル測定

この章ではフローユーザーインターフェイスを使って測定をおこなう際の操作について説明します。オートサンプル チェンジャーを使用しない環境やユーザーが手動でパラメーターを調整する場合にはこのインターフェイスを使うこ とが推奨されます。

TopSpin ウィンドウ上のタブをクリックすると、それぞれの機能に関連するフローユーザーインターフェイスに表示 されます。左から順にフローユーザーインターフェイス内のボタンをクリックしていけば、測定と処理を進めていくこと ができます。

ごの手順では実際に測定を仕掛けてデータをとりながら説明を進めていきます。
 緑色の実例にしたがって設定を行ないます。
 測定には Bruker 標準試料の 10% Ethyl Benzene in CDCl3 を使用します。

#### 1. データセットの作成と実験パラメーターセットの選択

- ① <u>Start</u>タブをクリックし、フローインターフェイスを切り替えます。
- ② Create Dataset ボタンをクリックすると、図 24 のようにデータセット作成用のダイアログが開きます。



[Name]:	データセット名
[EXPNO]:	実験番号
[Experiment]:	実験パラメーターセット
	☞ Brukerの推奨するパラメーターセットについては Appendix を参照。
[DIR]:	データの保存先ディレクトリ
[Title]:	任意のコメント欄。印刷時に表示されます。
☞ この講習でデータセット	を作成する際に入力する頂日は次のとおりです
<b>「名前]:</b>	<pre>(Month)</pre> date>-
[]	講習日の英語の月名3文字表記、日にち、年が入ります。
[EXPNO]:	110
[Experiment]:	PROTON (1D <sup>1</sup> H スペクトル)
[DIR]:	C:¥data¥training
[Title]:	10% Ethyl Benzene in CDCl <sub>3</sub>



	Eab12.20	014	
	1-6012-20	v14	
EXPNO	10		
PROCNO	1		
OUse current para	meters		
Experiment PRO	DTON		Select
Options			
Set solvent:		CDCI3	•
© Execute "ge	tprosol"		
C Keep param	eters:	P 1, 01, PLW 1	Change
DIR		C:\data	-
Show new d	ataset in new wi	ndow	
Receivers (1,	2,16)	1	
10% Ethyl	Benzen in CDCI3	3	

図 24 データセット作成用のダイアログ

 ③ データセット名([NAME])と実験番号([EXPNO])および必要に応じてタイトル([Title])を 入力します。

タイトルの入力は任意です。

æ	まずは次の 3 こ	の項目を入力します。
	[Name]:	<b>&lt;</b> Month> <date>-<year></year></date>
		講習日の英語の月名3文字表記、日にち、年が入ります。
	[EXPNO]:	110
	[Title]:	10% Ethyl Benzene in CDCl <sub>3</sub>

④ 実験パラメーターセットを設定します。

Experiment の select をクリックすると、実験パラメーターセット一覧表(図25)が開きます。必要な 実験パラメーターセットを選択して(青く反転)、 set selected item in editor をクリックします。

 希望のパラメータセットが見つからない場合には Find file namesの横のボックスに探したい実験パラ メーター名を入力すると検索できます('\*'(アスタリスク)を使用したワイルドカード表現も利用でき ます)。



File Options Help			Source = C:\Bruker\To	pSpin\exp\stan\nmr\par
Find file names *	Ē	clude:	Clear	
Class = Any • Dir Type = Any • S	n = Any • Show Reco ubType = Any • SubTyp	eB = Any  Reset Fi	ilters	
AL27ND	APSY_HNCA_32	APSY_HNCACB_32	APSY_HNCO_32	APSY_HNCOCA_42
APSY_HNCOCACB_32	APSY_HNCOCANH_62	ASSURE_13C	ASSURE_19F	ASSURE_1H
ASSURE_31P	B_HNCACBGP3D	B_HNCACBIGP3D	B_HNCACOGP3D	B_HNCACOGP4D
D UNICA ODDD	B_HNCAIGP3D	B_HNCOCACBGP3D	B_HNCOCACBGP4D	B_HNCOCAGP3D
B_HNCAGP3D	D UNICOODED	B HNCOIGP3D	B_HSQCETF3GPSI	B_TRHNCACBGP3D
B_HNCOCAGP4D	B_HNCOGP3D			
B_HNCOCAGP3D B_HNCOCAGP4D B_TRHNCACBIGP3D	B TRHNCACOGP3D	B TRHNCAGP3D	B TRHNCAIGP3D	B TRHNCOCACBGP3D
B_HINCAGP3D B_HNCOCAGP4D B_TRHNCACBIGP3D B_TRHNCOCAGP3D	B_TRHNCACOGP3D B_TRHNCACOGP3D B_TRHNCOGP3D	B_TRHNCAGP3D B_TRHNCOIGP3D	B_TRHNCAIGP3D B_TROSYETF3GPSI	B_TRHNCOCACBGP3D B_TROSYF3GPPH

図 25 Experiment 選択用のダイアログ

☞ 続いて、実験パラメーターは次のように設定します。
 [Experiment]: PROTON

⑤ データの保存先ディレクトリを設定します。

データの保存先はプルダウンから選択する、もしくは手で直接保存先のディレクトリのパスを入力することで 設定できます。

☞ 最後に保存先ディレクトリを次のように設定します。
 [DIR]: C:¥data¥training

をクリックすると、図 26のようにデータセットが作成され、TopSpin ウィンドウ上に新規のデータウィンドウが表示されます。この時新しいデータウィンドウの名称が入力したデータセット名になります。



#### 図 26 新規データウィンドウ



#### 2. 測定の準備と開始

この節ではまず一次元の NMR の測定を中心に説明します。 二次元 NMR 固有の操作については 5 節 で説明します。



図 27 フローインターフェイス中の Acquire タブの位置

- ① Acquire タブをクリックして、フローインターフェイスを切り替えます(図 27)。
- ② サンプルを挿入します。

これ以降の操作はサンプルチェンジャーのある場合とない場合で操作が異なります。それぞれ説明していきますので環境に応じて操作を使い分けて説明します。

#### A) サンプルチェンジャーがある場合

- a. サンプルをサンプルチェンジャーのホルダーに置きます。

#### B) サンプルチェンジャーがない場合

- b. サンプルエアがきちんと噴出していることを確認し、サンプルをマグネットのボアに差し込みます。
- c. 再度<sup>■ Sample ▼</sup>をマウスでクリックし、サンプルエア操作メニューを表示し、Turn off sample lift air を選択するとサンプルエアが止まり、サンプルがマグネット内に挿入されます。





サンプルチェンジャーがない環境では必ずサンプルエアが噴き出したことを確認してから サンプルをマグネットのボア内に置いてください。 サンプルエアがオフの状態でサンプルを挿入すると NMR 試料管を破損するようなトラ ブルや二重にサンプルを挿入するなどのミスの原因となります

サンプル挿入後、サンプルが定位置に挿入されたことを確認後、次のステップに進みます。 サンプルが定位置にきちんと挿入さているか否かの確認はステータスバー上の Sample アイコン(図 29)で行えます。



図 29 サンプルの位置を示す GUI。左:サンプルの位置が不明、中央:サンプルエアが出ている状態、右:サンプルがマグネット内の定位置に挿入されている。

③ ロックをかけます。

☆ しっと をクリックすると、重溶媒の一覧表のダイアログが開きます。
使用する重溶媒を選択し、 をクリックします。

☞ この講習の例では CDCl3 を選択します。



図 30 重溶媒リスト

操作が完了するとオートロックの動作が開始します。完了までには数十秒程度かかる場合があります。ロッ クが完了するとステータスバーの左下に *lockn: finished*、右下 BSMS status message のインジケー タが緑色(Locked ♀ ➡ Locked ♀) になり、ロックがかかったことを示します(図 **31**)。





図 31 Lock 時のステータスバーの状態

ロックかかったことを確認して、次のステップに進みます。

#### ④ プローブのチューニングおよびマッチングを行います。

义 Tune ▼ ボタンをクリックするとオートチューニングが開始され Wobb 画面が表示されます。



図 32 オートチューニング中の Wobb 画面

オートチューニングが完了するとステータスバーの左下に Job succeeded (Command 'atma' on data object 'C:¥data¥training¥Feb12-2014¥10¥pdata¥1 と表示されます。

☞ オートチューニング完了後のメッセージのデータセット名は今使用しているデータセットの名前になります。

チューニングが正常に完了したことを確認して、次のステップに進みます。



#### ⑤ サンプルの回転をします。

▲ Spin ▼ をマウスでクリックするとプルダウンメニューが展開されます(図 33)。メニューから Turn sample rotation on (ro on)を選択すると回転を開始します。

☞ デフォルトの回転数の設定値 = 20 Hz です。





#### 図 33 サンプル回転のプルダウンメニュー

回転数を変更したい場合にはプルダウンメニューから Change sample rotation rate (ro)を選択し、サンプル回転 数設定用のダイアログを開きます(図 34)。所望の回転数をボックスに入力し、Start rotation をクリック するとかサンプルの回転が始まります。



図 34 サンプル回転数設定用のダイアログ

回転が指定の回転数で安定したら次のステップに進んでください。 サンプルが定位置にきちんと挿入さているか否かの確認はステータスバー上の Sample アイコン(図 35)で行えます。



図 35 サンプルの回転状態を示す GUI。右:サンプルが回転していない、左:サンプル が安定して回転している

#### ⑥ シム調整をします。

Stand ボタンをクリックすると自動シム調整が開始されます。 シム調整が開始されるとステータスバーの左下に *topshim in progress* と表示されたのち測定が開始さ れます。シム調整に要する時間は数十秒から2分程度です。 測定中は**図 36**のようにステータスバーの中央部にある Acquisition Information に積算回数が表 示され、隣の FID Flash 内で赤い FID の模式図が点滅します。







シム調整が完了するとテータスバーの左下に Job succeeded (Command 'topshim' on data object 'C: ¥data¥training¥Feb12-2014¥10¥pdata¥1 と表示され、測定が完了します。

☞ シム調整完了後のメッセージのデータセット名は今使用しているデータセットの名前になります。

シム調整が完了したことを確認して、次のステップに進みます。

#### ⑦ プローブに応じたパルス幅とパワー値の読み込みをします。

#### ⑧ レシーバーゲイン自動設定を行います。

<sup>▶</sup> Gain ▼ ボタンをクリックするとレシーバーゲインの自動調整が開始されます。 レシーバーゲインの自動調整が開始されるとステータスバーの左下に rga in progress と表示されたのち 測定が開始されます。レシーバーゲインの自動調整に要する時間は数十秒から2分程度です。 測定中は**図 36**のようにステータスバーの中央部にある Acquisition Information に積算回数が表 示され、隣の FID Flash 内で赤い FID の模式図が点滅します。 レシーバーゲインの自動調整が完了するとテータスバーの左下に Job succeeded (Command 'rga' on data object 'C: ¥data¥training¥Feb12-2014¥10¥pdata¥1 と表示され、測定が完了します。

レシーバーゲインの自動調整が完了したことを確認して、次のステップに進みます。

1

#### ⑨ 測定を開始します。

▶ Go▼ ボタンをクリックすると測定が開始されます。

測定が開始されるとステータスバーの左下に *zg acquisition running* と表示されたのち測定が開始されます。

測定中は図 36 のようにステータスバーの中央部にある Acquisition Information に積算回数が表示され、隣の FID Flash 内で赤い FID の模式図が点滅します。



#### 3. データ処理

この節ではまず一次元の NMR のデータ処理を中心に説明します。 二次元 NMR の測定とデータ処理に 固有の操作については6節で説明します。

<u>S</u> tart	<u>A</u> cquire	Process	A <u>n</u> alyse	P <u>u</u> blish	<u>V</u> iew	<u>M</u> anage	0			
	A	Pro <u>c</u> . Spectr	um 🚽 🐴 /	Adjust Phase	-	Calib. Axis 🔻	trick Peaks →	∫ Integrate <del>→</del>	Advanced 🛩	

#### 図 37 フローインターフェイス中の Process タブの位置

Process タブをクリックして、データ処理用にフローインターフェイスを切り替えます(図 37)。

#### ▲ Proc. Spectrum を選択し、自動データ処理を行います。 (2)

- ③ 位相補正を行います。
  - 自動データ処理で位相補正が実行されますが、不十分な場合には手動で調整します。 Ŧ
  - ▲Adjust Phase→をクリックして、位相補正モードにデータウィンドウを切り替えます。 a.
  - b. Pivot point を合わせます。

位相補正モードに入ると Pivot point(赤い線)が表示されます。 1 次補正の pivot point を変更したい場合、ピークの上で右クリックし、サブメニューの「Set Pivot Point」を選択します(図 38)。

マウスのカーソルのあった位置に pivot point が移動します。

Pivot point はデフォルトでは一番大きな信号に合います。この状態で位相を合わせづらい場合に  $\triangleright$ は一番高磁場の信号に合わせて調整してください。



図 38 pivot point の設定

画面左上にあるアイコン O を左クリックしながら、マウスを上下に動かし、Pivot Point の近傍で O c. 次の位相補正を行います(図 39)。

処理の条件を変更したい場合には Appendix の V章 2節の項目⑤参照 F





図 39 位相補正モードのデータウィンドウ

- d. 次に画面左上にあるアイコン 1 を左クリックしながら,マウスを上下に動かし1次の位相補正を 行います。1 次補正は、Pivot Point からもっとも離れたシグナルを見ながら補正を行います。
- e. 🖳 (Save & return)をクリックし、位相補正のモードを抜けます。
- ④ 化学シフト補正を行います。
  - a. ▲ Callb. Axis をクリックして、化学シフト補正モードにデータウィンドウを切り替えます(図 40)。
    - ☞ データウィンドウを切り替える前に補正したいピークを拡大表示しておくとのちの操作が楽になります。
  - b. カーソルを補正したいピークトップに合わせ、左クリックをします。Calibrate ダイアログが開きますの で、補正値を入力後、OKを選択し、化学シフト補正モードから抜けます。

	$\mathbb{A}$		

図 40 化学シフト補正モードのデータウィンドウ

- ⑤ ピークピックを行います。
  - a. ▲Pick Peaks を選択し、クリックして、ピークピックモードにデータウィンドウを切り替えます(図 41)。
  - b. データウィンドウ内でマウスを左クリックしながらドラッグすると緑色のボックスが描かれます。
     ボックス内のピークトップがピークピックされます。
    - ☞ データウィンドウ左上 Pイコンが黄色に選択されていないとボックスは描けません。また、 Pアイコンが黄色に選択されている状態ではマウスによる拡大縮小がおこなえません。
    - ☞ 既にピークピックされた情報をすべて削除したい場合は、 ¥を選択します。





図 41 ピーピックモードのデータウィンドウ

C. 📮 (Save & return)を選択し、ピークピックのモードを終了します。

#### ⑥ 積分を行います。

- a. 「Integratev をクリックして、積分モードにデータウィンドウを切り替えます (図 42)。
- b. データウィンドウ内でマウスを左クリックしながらドラッグすると積分曲線が描かれます。
  - ☞ データウィンドウ左上 2 アイコンが黄色に選択されていないとボックスは描けません。また、 2 アイコンが黄色に選択されている状態ではマウスによる拡大縮小がおこなえません。
  - ☞ 既にピークピックされた情報をすべて削除したい場合は、 ★を選択します。
     一つずつ消したい場合には積分曲線の上にマウスのカーソルを置き、右クリックメニューから Delete
     Current Integral を選択します。



図 42 積分モードのデータウィンドウ

c. 積分値のキャリブレーションを行います。

カーソルを積分曲線の内側で右クリックし、メニューから Calibrate Current Integral を選択すると Calib ダイアログが開きますので、数値を入力して をクリックします。

🧉 calib
Calibrate selected integrals
New value 1.0000
<u>O</u> K <u>C</u> ancel

図 43 Calib ダイアログ



d. 月 (Save & return)を選択し、積分のモードを抜けます。

#### 4. スペクトルの印刷

<u>S</u> tart	<u>A</u> cquire	<u>P</u> rocess	A <u>n</u> alyse	P <u>u</u> blish	<u>V</u> iew <u>M</u> anage	2	
			<u>C</u> opy	🗳 P <u>r</u> int マ	₽lot Layout <del>▼</del>	<u> </u>	📑 <u>E</u> -Mail

図 44 フローインターフェイス中の Publish タブの位置

① Publish タブをクリックして、データ処理用にフローインターフェイスを切り替えます(図 44)

#### ② ●Print、ボタンをクリックして、表示されている画面をそのまま印刷します。

☞ ■Plot Layout をクリックするとプロットレイアウト編集画面に移行し、詳細な設定で印刷物を書きだすことができます。

詳細についてはマニュアルを参照。

☞ ●PDF▼をクリックすると PDF ファイル形式で出力できます。



#### 5. <u>二次元 NMR 測定</u>

この節では二次元 NMR の測定について説明します。

新規データセットの作成については1節、一次元 NMR の測定と共通の操作については2節を参照。

- ① 1節の①~⑥にしたがって新規データセットを作成します。
  - この講習でデータセットを作成する際に入力する項目は次のとおりです。
     [Name]: 〈Month〉〈date〉-〈year〉 講習日の英語の月名 3 文字表記、日にち、年が入ります。
     [EXPNO]: 120
     [Experiment]: HSQCGP (2D<sup>1</sup>H-<sup>13</sup>C HSQC スペクトル)
     [DIR]: C:¥data¥training
     [Title]: 10% Ethyl Benzene in CDCl<sub>3</sub>
- ② 2節の①~③にしたがってサンプルを挿入し、ロックをかけます。
  - ☞ この講習の例では CDCl3 を選択します。
- ③ 2節の④にしたがってプローブのチューニングおよびマッチングを行います。 チューニングが正常に完了したことを確認して、次のステップに進みます。
  - ☞ この講習の例では HSQC を測定するのでかならずチューニングします。

次の場合は必ずチューニングの操作をおこなってください。

- 新しいサンプルを挿入した
- 測定に使用する核種が変更された
- チューニングのとれていないまま測定を実行すると故障の原因となります。

#### ④ 2節の⑤にしたがって、サンプルを回転します。

回転が指定の回転数で安定したら次のステップに進んでください。

- ☞ グラジェントを使った測定はサンプルの回転は通常おこないません。
- 5 2節の⑥にしたがってシム調整をします。

シム調整が完了したことを確認して、次のステップに進みます。

☞ すでに一次元スペクトルを測定してシム調整が終わっていればこの項目はスキップします。

⑥ プローブに応じたパルス幅とパワー値の読み込みをします。

▲ Prosol▼ ボタンをクリックするとプローブに応じて設定された適切なパルス幅とパワー値が読み込まれます。

⑦ レシーバーゲイン自動設定を行います。

└── Gain ▼ ボタンをクリックするとレシーバーゲインの自動調整が開始されます。

レシーバーゲインの自動調整が完了したことを確認して、次のステップに進みます。



#### ⑧ 観測範囲と中心周波数の設定をおこないます。

★ ここでは 2~3 節で一次元 NMR のデータを測定して、処理したとして説明をします。 測定と処理をおこなっていない場合はスキップします。

a. 
SetLimits ボタンをクリックすると setlimits ダイアログが開きます(図 45)。



#### 図 45 Setlimits ダイアログ

- b. 二次元 NMR のレファレンスとしたい一次元 NMR のデータをデータウィンドウに開きます。
  - ☞ この講習の例では2節で測定した<sup>1</sup>H 1D スペクトル (C:¥¥data¥training

¥ Feb12-2014¥10¥pdata¥1)を開きます。

- c. 2D で観測範囲としたい領域を拡大表示します。 表示された範囲を観測範囲として、表示された範囲の中心が中心周波数として設定されます。
- - ☞ HSQC のようにヘテロの二次元測定の場合には<sup>13</sup>C 1D のスペクトルなどを利用して F1 軸の観測範囲 と中心周波数の設定をおこなえます。

この場合は a~d の操作を繰り返し<sup>13</sup>C 1D のスペクトルを選択すると、ソフトウェアが一元のスペクトルの種類を認識して自動的に F2/F1 軸のうち適切なものに観測中心と中心周波数を設定します。

⑨ 測定を開始します。

▶ Go▼ ボタンをクリックすると測定が開始されます。

測定が開始されるとステータスバーの左下に zg acquisition running と表示されたのち測定が開始されます。

測定中は図 36 のようにステータスバーの中央部にある Acquisition Information に積算回数が表示され、隣の FID Flash 内で赤い FID の模式図が点滅します。



#### 6. <u>二次元 NMR のデータ処理</u>

この節では二次元 NMR のデータ処理について説明します。 一次元 NMR の処理と共通の操作については 3 節を参照。

- 1 3節の1~2にしたがってデータの処理をおこないます。
- 2 位相補正を行います。
  - ☞ 自動データ処理で位相補正が実行されますが、不十分な場合には手動で調整します。
  - a. Majust Phase クリックして、位相補正モードにデータウィンドウを切り替えます(図 46)。
  - b. スペクトルの右上や左下にあるピークを拡大します。
    - ☞ 二次元のスペクトルの対角線上に離れた2つの信号を使って位相補正をします。
  - c. ピークの中央にカーソルを合わせて、右クリックし Add を選択します。



図 46 二次元の位相補正モードのデータウィンドウ

d. b~cの操作を繰り返し、最初に選んだピークから対角線上に離れた位置になるピークをもう一つ 選びます(図47)。





- e. ふボタンをクリックして、Row (F2 軸) 方向のスライスデータを表示します。
- f. 3節の③の要領で位相を補正します。



図 48 Row 方向のスライスを使った位相補正

- g. ・ 「「」を選択して位相補正を保存して位相補正モードから抜けます。
  - ☞ F1 軸の位相補正はほとんどの二次元測定で必要ありませんが、位相ずれが確認された場合には、eの手順で で をクリックして、F1 軸のスライスデータで位相補正をおこないます。



# 4章 TopShimを用いた分解能調整

- 1. <u>事前準備</u>
- 2. TopShim3D によるシム調整と
  - シムファイルの保存
- **3.** Shim ファイルの読み込み



# IV. TopShim による分解能調整

この章では特に TopShim を用いた三次元のシム調整について解説します。

三次元のシム調整は毎日行っていただく必要はありませんが、定期的に行っていただくことで分解能を良好 な状態で維持することができます。シム調整には Bruker 標準試料の <u>Water Suppression (2mM</u> <u>Sucrose, 0.5mM DSS, 2mM NaN3 in 10% D2O / 90% H2O)</u>を使用します。 シム調整後はシムファイルとして調整後の良好なシムの値を保存しておくことができます。複数プローブをご

使用の場合のプローブ交換時、あるいは停電後の再起動時などにファイルを読み込み直すことで分解能の 再調整に時間をかけずに実験を開始することができます。

#### 1. 事前準備

- ① NMR チューブをマグネット内にセットします。
  - ☞ III-2 ①参照
- ② 図 49 のように、新しくデータセットを作成し \_\_\_\_ をクリックします。
  - ☞ 測定の種類などは任意のもので構いませんが、今回 PROTON を使用します。その他データセット作成時の値は任意のもので構いません。

🖕 New	×
Prepare for a new experiment by creating a initializing its NMR parameters according to For multi-receiver experiments several dat. Please define the number of receivers in the initialized of the initialized of the initialized of the init	a new data set and b the selected experiment type. asets are created. ne Options.
NAME	opshim
EXPNO 1	
PROCNO 1	
O Use current parameters	
Experiment PROTON	Select
Options	
Set solvent	H2O+D2O •
Execute "getprosol"	
Keep parameters:	P 1, O1, PLW 1  Change
DIR	C:\Bruker\TopSpin3.2\data\bruker
🖺 Show new dataset in new window	
Receivers (1,2,16)	1
TITLE	
	QK Cancel More Info Help

図 49 TopShim の為のデータセットの作成準備



- ③ データセットの作成完了後(図 50)、ロックを H2O+D2O でかけます。
  - ☞ III-2 ②参照

Bruker TopSpin 3.2 on CZC442332M as root	
Jart Acquire Process Analyse Publish View Manage	1
💐 Sample 👻 🗰 Lock 🛛 Tune 👻 🔱 Spin 💌 🛱 Shim 👻 👫 Prosol 💌 🚾 Gain 💌 🌔 Go 💌 Options 💌	
1 topshim 1 1 C-\Bruke\TopSpin3.Z\data\bruke	
Spectrum ProcPars AcquPars Title PulseProg Peaks Integrals Sample Structure Plot Fid Acqu	
Wo saw data availadle Wo processed data availadle	
Acquisition information Fid Flash Lock Sample POVCHK Prote Temperature Spooler BSMS status message Control Con	Time 10:36:44 Mar 06

#### 図 50 データセットの作成

- ④ プローブのチューニングおよびマッチングを行います。
  - ☞ III-2 ③参照



## 2. TopShim3D によるシム調整とシムファイルの保存

TopShim3D を用いたシム調整には数分~数十分を要します。 TopShim3D 実行後は、シムマップの補正を行います。

 コマンド入力ラインに、topshim gui と入力し、Enter します。 TopShimGUI が起動します(図 51)。

im Deport	Sonrico	
interport	Gervice	
SHIM	_	_
Dimension	0 1D 0 3D	
Optimisation	solvent's default	t 💌
Optimise for	1H	•]
Use Z6		
TUNE		
Before	off	•
After	off	-
Only	<b></b>	
STATUS		
not running		
CONTROL	Stop Help	Close

図 51 TopShimGUI の起動

② TopShim 3D を実行するオプション(図 51 の赤い四角の中のチェックボックス)をオンにして三次 元のシミングを実行します。

startを押すとシミングを開始します。

- ☞ NMR チューブはスピニングさせない状態で TopShim3D を実行します。
- ☞ 待っている間に Report タブをクリックします。

#### ③ Topshim の完了と結果を確認します。

Report タブ内、Results 項目に shim changes が表示されれば完了です(図 52)。 分解能調整の結果を確認します。

+分に分解能が上がっていることを確認してください。 この後におこなわれるシムマップの補正には高い分解能が必要になります。 完全に分解能を上げるためには improvement=1.0 になることを確認します(図 53)。 improvement=1.0 とならなかった場合は、②~③を再度実行します。



Shim Re	port Service	
3D SHIMI	MING	_
Paramete	ers:	
maximum	order = 6 / 7	
probehea	ad = Z116098_0352	
solvent =	H2O+D2O	
shim nuc	eus = 1H	
nucleus (	ptimised for = 1H	
onp (fron	1 lock) = 4.70 ppm	
optimisat	on parameters = ss	
inewidin	TH = 0.30 HZ	1 75 / 500
envelope	shape / strictness =	1.757500
Deculte		
rga perfo	rmed > ra = 10.0	
initial B0	stdDev = 30 16 Hz	
final B0 s	tdDev = 0.20 Hz > in	provement = 152.5
envelope	width = 0.92 Hz	
shim cha	naes:	=
Z	+953	
Z2	-2	
Z3	+83	
Z4	+582	
Z5	-79	
Z6	-907	
Х	+62	
XZ	-16	
XZ2	-32	
XZ3	-25	
Y	-98	
YZ VZO	+02	
1 / Z	+14	
120 ducation	-0	
uurduuri	- 0 1111 47 560	

図 52 TopShimGUI Report タブ(TopShim3D 完了後)

S TopShim	
Shim Report Service	
3D SHIMMING	
Parameters:	
maximum order = 6 / 7 probehead = Z116098 0352	
solvent = H2O+D2O	
shim nucleus = 1H nucleus ontimised for = 1H	
o1p (from lock) = 4.70 ppm	
optimisation parameters = ss linewidth 1H = 0.30 Hz	
envelope shape / strictness = 1.75 / 500	
Desults:	
rga performed > rg = 10.0	
initial B0 stdDev = 0.21 Hz	10
envelope width = 0.96 Hz	
shim changes: none	
completed successfully	
finished Mon Mar 09 16:38:28 2015	

図 53 TopShimの結果の収束の確認



#### シムマップのキャリブレーションを行います。

図 54 の赤い四角の中のように GUI の設定を行い、 Start ボタンをクリックします。 図 55 の 2 つの警告メッセージの両方に対してそれぞれ、 QK と Close をクリックするとキャリブレーションが開始します。

☞ PARAMETERS 欄のチェックボックスをオンにして、入力ボックスに'cal'と設定します。

TopS	him		
Shim	Report	Service	
SHIN	л		
Dim	ension	● 1D ◎ 3D	
Opt	imisation	solvent's default	
Opt	imise for	1H •	
Use	Z6		
TUN	E		
Befo	ore	off	
Afte	r	off	
Only	/		
	cal	1	
STA	TUS		
not	running		
CON	ITROL		
5	Start	Stop Help Clos	se

#### 図 54 TopShimGUI correctionの実施



#### 図 55 Calibration 開始前の警告

⑤ 補正結果を Report タブで確認します。(図 56)



Shim	Report	Service		
1D S	HIMMING			
-				
Para	meters:			
maxii	num orde	714000	0050	
prop	enead = .	2116098	_0352	
chim	nuclous	- 10		
SHIIH	nucleus	icod for -	- 40	
010	from lock	r = 4.70	nom	
optim	isation n	aramete	S = SS	
-puin		anamoto		
Resu	ilts:			
polar	ity calibra	ation dor	e	
shift	calibratio	n done		
prob	e position	n = 0.02 (	:m	
initial	B0 stdD	ev = 0.28	i Hz	
shift	calibratio	n done		
prob	e positior	1 = 0.03	:m	
samp	ole size =	3.04 cm	position = -0.03 cm	
corre	lation ca	libration	done	
B1 Ca	alibration	done	1 la	
inai	BU SIQDE	V = 0.13	Hz > improvement = 1.9	
chim	changes	н = 0.55		
7	changes	-1		
72		+9		
Z3		-20		
Z4		-95		
Z5		+38		
Z6		+197		
dura	tion = 1 n	nin 35 se	C	
comp	pleted sur	cessfully	1	
finish	ed Mon	Mar 09 1	5:40:49 2015	

図 56 TopShimGUI Report タブ(キャリブレーションの結果)

#### ⑥ キャリブレーションファイルが更新されたことを確認します。

コマンド入力ラインに *topshim calinfo* と入力し、Enter します。図 57 のようなダイアログが開きます。赤い四角の中の日時を確認し、キャリブレーションが更新されたことを確認します。



図 57 キャリブレーションファイルの更新時間の確認



#### ⑦ シムファイルを保存します。

コマンド入力ラインに wsh と入力し、Enter します。図 58 のダイアログが起動します。

Write shim values to disk:	select a file from the table or type a new file	name	4	
A File name	Date	ID	Info	
BBFO_150127_rsh	Tue, 27 January 2015 11:40:26	2	5 mm PABBO BB/19F-1H/D Z-GRD Z116098	/0352
BBFO_150127_snc	Tue, 27 January 2015 18:07:35	2	5 mm PABBO BB/19F-1H/D Z-GRD Z116098	/0352
BBFO_150129WS	Thu, 29 January 2015 11:11:38	4	5 mm PABBO BB/19F-1H/D Z-GRD Z116098	/0352
BBFO_150206ASTM	Fri, 6 February 2015 10:54:56	4	5 mm PABBO BB/19F-1H/D Z-GRD Z116098	/0352 -
4	m			•
	Filename: BB	FO_15	0306	
			Read Write View Delete	Close

図 58 シムファイル名の決定

図 58 のように、Filename に任意のファイル名を設定し Wite ボタンをクリックします。
 図 59 のように、作成したファイルが保存されます。

☞ ここでは Filename を BBFO\_150306 (Probe 名\_日付) としました。

352 352
352
352
352
Þ

図 59 作成されたシムファイルの一覧

- 3. <u>シムファイルの読み込み</u>
  - ① コマンド入力ラインに rsh と入力し、Enter します。
  - ② 読み込みを行いたい File name を選択し、 Read ボタンをクリックします。(図 60)

A File name	Date	ID	In	
BBFO_150127_snc	Tue, 27 January 2015 18:07:35	2	5 mm PABBO BB/19F-1H/D Z-GRD	Z116098/0352
BBFO_150129WS	Thu, 29 January 2015 11:11:38	4	5 mm PABBO BB/19F-1H/D Z-GRD	Z116098/0352
BBFO 150206ASTM	Fri. 6 February 2015 10:54:56	4	5 mm PABBO BB/19F-1H/D Z-GRD	Z116098/0352
BBF0_150306	Fri, 6 March 2015 12:30:22	4	5 mm PABBO BB/19F-1H/D Z-GRI	D Z116098/0352
•	m.			•
	Set also lo	ock para	ameters	

図 60 シムファイルの読み込み画面







- 1. 測定パラメーター覧
- 2. IconNMR 上の詳細操作
- **3.** フローユーザーインターフェイス上の詳 細操作
- 4.<u>スペクトル集</u>



# V. Appendix

# 1. <u>測定パラメータ一覧</u>

頻繁に使われる測定のうち、推奨されるパラメータセットを表 1 に示します。

※□は edasp 画面で F3 チャンネルを OFF にしていただき、ased 画面で ZGOPTNS を空欄に設定し、測定ください。

パラメータセット名	パルスシーケンス	パルスプログラム	時間 (目安)	積算回数	TDF1 (2D測定のみ)
PROTON	1D <sup>1</sup> H	zg30	1 min 32sec	16	-
C13CPD	1D <sup>13</sup> C	zgpg30	59min	1024	-
C13IG	1D <sup>13</sup> C	zgig30	58min	1024	-
C13DEPT45	dept45	dept45sp	15min	256	-
C13DEPT90	dept90	dept90sp	15min	256	-
C13DEPT135	dept135	dept135sp	15min	256	-
COSYGPSW	COSY	cosygpppqf	5min	1	128
COSYGPDFPHSW	DQF-COSY	cosygpmfphpp	39min	4	256
NOESYPHSW	NOESY	noesyphpp	46min	4	256
ROESYPHSW	ROESY	roesyphpp.2	44min	4	256
HSQCGP	HSQC	hsqcetgpsi2	15min	2	256
HSQCEDETGP	Edited-HSQC	hsqcedetgp	15min	2	256
HSQCEDETGPSP.3_ADIA	Edited-HSQC	hsqcedetgpsp.3	56min	8	256
HSQCETGPSP.3_ADIA	HSQC	hsqcetgpsp.3	55min	8	256
HSQCDIETGPSISP.2_ADIA	HSQC-TOCSY	hsqcdietgpsisp.2	1h56min	16	256
HSQCETGPNOSP_ADIA	HSQC-NOESY	hsqcetgpnosp	3h55min	32	256
HSQCETGPROSP.2_ADIA	HSQC-ROESY	hsqcetgprosp.2	4h6min	32	256
НМВССР	НМВС	hmbcgplpndqf	16min	4	128
HMBCGPND	НМВС	hmbcetgpl3nd	34min	8	128
INAD	CC correlation	inadqf	22h57min	128	128
CMCse_H2BC	Н2ВС	h2bcetgpl3	31min	4	256

#### 表 1 推奨パラメータセット



## 2. IconNMR上の詳細操作

#### ① IconNMR 特定パラメータの変更方法 その1

積算回数を既定の値から変更したい場合の設定方法を説明します。

- a. 図 61 (i)のようにパラメータの 📮 ボタンをクリックします。
- b. パラメータ設定のウィンドウが開きます(図 61 (ii))
- c. 積算回数 (NS)を入力し直し ボタンをクリックします。(図 61 (iii))
   GP ここでは NS1024 から NS256 に変更します。
- d. 積算回数を既定の回数から変更すると ボタンが へ表示変更されます。 (図 61 (iv))

(i)	バラメータ タイトル 測定時間 ■ ◆ ②
(ii)	バラメータ タイトル 測定時間 ■ ● ② ② NS 1024 Number of scans RU ZU[Hz] Rotation frequency of sample OK
(iii)	バラメータ タイトル 測定時間 NS 256 Number of scans RU 20[Hz] Rotation frequency of sample OK
(iv)	バラメータ タイトル 測定時間 1 ◆ ② 2 00:14:50

図 61 IconNMR 積算回数の変更方法



#### ② IconNMR 特定パラメータの変更方法 その 2

■ ボタンに表示されるパラメータ以外の特定パラメータを変更したい場合の操作を説明します。

- e. IconNMR のウィンドウで、図 62 (i) のようにパラメータのプルダウンメニューから、測定パラメー タの編集をクリックします。
- f. 自動で TopSpin のウィンドウへ画面が切り替わります。(図 62 (ii))
- g. パラメータを変更します
  - ☞ ここではパルスプログラム(PULPROG)を zg30 から zg へ変更例を示します。
- h. 図 62 (iii)のように変更後、Return to IconNMR ボタンをクリックし、IconNMR の画面に戻ります。

```
i.
```

	ファイル (E) ※開始 実験の順番行 ホルダー ▶ 1	実行(B) ポルダー( ● 111 ④ ■ ● ■ 等ち タイプ 状況 Ⅲ 利用可能	L) 見る (Y) 調べる (N) // i ディスク 名前	ラメータ(P) オブション(I) ツール(I) / 測定パラメータの編集(A) 処理パラメータの編集(P) 重要な測定パラメータの編集(R) ユーザー特有のコマンド(U) ◆
(ii)	Spectrum Ac	quPars ProcPars T	itle PulseProg Peaks Inte	grais Sample Structure Plot Fid Acqu Probe: 5 mm PABBO BB/19
	Experiment Width Receiver Nucleus Durations Power Program Probe	© Experiment PULPROG AQ_mod TD DS NS TD0	Zg30 DQD ▼ 65536 2 16 1	Current pulse program Acquisition mode Size of fid Number of dummy scans Number of scans Loop count for 'td0'
(iii)	Spectrum Ac	equPars ProcPars	Title PulseProg Peaks Inte	egrals Sample Structure Plot Fid Acqu Probe: 5 mm PABBO BB/19
	Width Receiver Nucleus Durations Power Program Brobe	PULPROG AQ_mod TD DS NS	zg DQD • 65536 2 16	E Current pulse program Acquisition mode Size of fid Number of dummy scans Number of scans

図 62 パラメータの設定変更



#### ③ IconNMR 測定待機中実験項目の再編集方法

測定中の実験については編集できませんが、測定待機中の登録済実験は再編集が可能です。以下に その操作方法を説明します。

- a. 図 63 (i) のように測定待機中の登録済実験を選択し、 I= キャンセル ボタンをクリックします。
- b. 状況が登録済から利用可能に表示変更されます。(図 63 (ii))
- c. ボタンをクリックし編集します。(図 63 (iii))
- d. 編集終了後 📲 🕮 💷 ボタンをクリックし再登録します



図 63 測定待機中実験の実験再編集





```
たところまでの積算されたデータがディスクに保存されます。
```

(i)	<ul> <li>✓ IconNMR: 連続自動測定</li> <li>ファイル(E) 実行(R) ホレダー(L) 見る(Y) 調べる(N)</li> <li>※開始 ▷ □ ② 詳 i</li> <li>実験の順番待ち</li> <li>ホルダー タイブ 状況 ディスク 名前</li> <li>▶ 1 Ⅱ 利用可能</li> </ul>	
(ii)	IconNMR: auto Online Controls       Automation In Progress       現在の実験の情報       ホルダー番号:     1       名前:     Feb12-2014       番号     11       残り時間:     55 Min 3 Sec       現在の実験:N C13CPD     13C experiment	
	見る (V) Lock FID Spectrum 制御 Halt Autoplot 終了 Search 測定の中止	

図 64 測定制御ウィンドウによる操作



## 3. フローユーザーインターフェイス上の詳細操作

① フローユーザーインターフェイスでの自動処理条件の変更方法

フローユーザーインターフェイス上で <sup>A Proc. Spectrum・</sup>をクリックしたときに実行される、処理の条件を変更する ことができます。以下にその手順を示します。

a. <sup>▲ Proc. Spectrum→</sup>右端の▼をマウスでクリックするとプルダウンメニューが出ます。このメニューの中らから Configure Standard Processing (proc 1d)を選択します(図 **65**)。



図 65 処理条件変更のプルダウンメニュー

b. データ処理条件変更用のダイアログが開くので必要に応じて条件を変更します。

Press 'Execute' to process the curre Press 'Save' to just change the pro Changed options will be effective w one-click 'Proc. Spectrum' button.	ent d cess /hen	ataset. ing options. pressing the	
Exponential Multiply (em)	1	LB [Hz] =	1
Fourier Transform (ft)			
Auto - Phasing (apk)	~		
Set Spectrum Reference (sref)	V		
Auto - Baseline Correction (absn)	1	Include integration =	yes 🔹
Plot (autoplot)		LAYOUT =	+/1D_BB.xwp -
Warn if processed data exist	V		

図 66 処理条件変更ダイアログ

変更可能な条件は次とのとおりです。

[Exponential Multiply (em) ] :	チェックが入っていると指数関数の窓関数が FID に適用されます。			
[LB (Hz)]:	emのLine Broadening Factor。この値が大きいほど強い窓関			
	数がかかり、S/N が改善し、線幅が太くなります。			
[Fourier Transform (ft)]:	チェックが入っているとフーリエ変換をおこないます。			
[Auto – Phasing (apk) ]:	チェックが入っていると自動位相補正をおこないます。			
[Set Spectrum Reference (sref)]:				
	チェックが入っていると TMS や DSS などの基準物質を使った Oppm			
	の自動補正ケミカルシフト補正をおこないます。ただし基準物質の信			
	号がない場合には機能ません。			
[Auto – Baseline Correction (absn)	1:			
	チェックが入っていると自動ベースライン補正をおこないます。			



[Include Integration] :	Yes で自動ベースライン補正時に積分を実行します。	
[Plot (autoplot) ] :	チェックが入っていると自動で印刷がおこないます。	
[LAYOUT] :	自動印刷でつかわれるレイアウトを選択します。	
[Warn if processed data exist] :	チェックが入っていると、すでに処理済みのデータがあるデータセット	
	ある場合には上書きの警告が表示されます。	

#### ② フローユーザーインターフェイスでの測定条件の変更方法

- a. データウィンドウ内で AcquPars タブを選択し測定パラメータを表示します (図 67)。
  - タブを切り替えた時点ではすべての測定パラメータが表示されており、必要なパラメータを探すことが場合によっては容易ではありません。
     AcquPars
     上部にある
     ボタンを押すと、今使用しているパルスシーケンスで使われる測定パラメータのみを表示することができて便利です。
     ボタンを押すと再びすべての測定パラメータが表示されます。
- b. 変更が必要なパラメータ横の入力ボックスの中の値を変更します。代表的な測定パラメータを表 2 に示します。

1 Feb12-2014 Spectrum A	11 cqu	C:¥data Pars ProcPar	s Title	PulseProg	Peaks	Integrals	Sample	Struct	ure Plot F	id Ac	au
юЛS	U	1,2, 🖤	C 🚜		1	Prob	e: 5 m	im F	ABBC	BE	3/1
Experiment Width Receiver Nucleus Durations	• 10	<ul> <li>Experime</li> <li>PULPROG</li> <li>AQ_mod</li> <li>TD</li> <li>DS</li> </ul>	ent	zg30 DQD 65536				E C	Current puls Acquisition r Size of fid	e prog node	
Power Program Probe Lists Wobble	•	NS TD0 Width		2 16 1				N L	lumber of c lumber of s .oop count	for 'td	ر ج

図 67 AcquPars タブ

TD	測定されるデータポイント数。		
	二次元の測定の場合に、F1 軸の観測範囲は測定パラメータを		
	すべて表示した状態でなければ表示されません。		
DS	ダミースキャンの回数。		
NS	積算回数。		
SWH	観測範囲。左は側の入力ボックスは Hz 単位、右の入力ボックス		
	は ppm 単位。		
	二次元の測定の場合に、F1 軸の観測範囲は測定パラメータを		



	すべて表示した状態でなければ表示されません。		
01 / 02	観測中心。O1 が直接観測軸(F2)、O2 が間接観測軸側		
	(F1) 。		

表 2 代表的な測定パラメータ

#### ③ フローユーザーインターフェイス上のボタンの説明

フローユーザーインターフェイス上のボタンを使うことで様々な操作をおこなうことができます。データウィンドウ 上でのデータの拡大縮小などにはこの操作は必須となります。ここでは各ボタンの役割について説明しま す。

i. 装置の制御に関するボタン



- ii. データ処理や表示に関するボタン
  - a. 縦軸スケール



- 🛐 縦軸のスケールを8倍にします[\*8]
- 🚯 縦軸のスケールを 1/8 倍にします[/8]
- ② 1 縦軸のスケールを2倍にします[\*2]
- ② 縦軸のスケールを 1/2 倍にします[/2]
- リアルタイムに縦軸のスケールを増減させます
- ₹ 縦軸のスケールをリセットします[.vr]
- b. 拡大縮小





マウスでクリックしたまま左右にドラッグすることで横軸のスケールを増減させます(1Dのみ)

- ⑩ 値を入力して拡大します[.zx]
- ➡ 横軸をフルスケールにします[.hr] (2D.3D のときは[.f2r])
- 🙀 横軸のスケールを拡大します[.zi]
- 🙀 横軸のスケールを縮小します[.zo]
- 😞 ひとつ前の拡大率に戻します[.zl]
- 選択範囲を拡大します(1Dのみ)[.zoommode]
- ▲ 全領域を表示します[.all]
- 山 データセットを変えてもスケールを現在の状態に保ちます[.keep]

#### c. 表示部位の移動

K	1	Ŧ
4	*	T

- 🔚 スペクトルを左端にあわせます[.sl0] (1D のみ)
- ➡】 スペクトルを右端にあわせます[.sr0] (1D のみ)
- ᆕ スペクトルを左にずらします[.sl]
- ➡ スペクトルを右にずらします[.sr]
- 🕺 マウスでクリックしたまま上下にドラッグすることでスペクトルのベースラインを移動させます
- (1D,3D のみ)[.sud]

マウスでクリックしたまま左右にドラッグすることでスペクトルを横軸方向に移動させます(1Dのみ)[shift-lr]

- 元 スペクトルのベースラインを中心にあわせます[.su] (1D のみ)
- 物 スペクトルを任意にずらします(2D,3Dのみ)

#### d. 軸の設定



➡ X 軸の単位を Hz から ppm(あるいはその逆)に切り替えます[.hz]

Y 軸の単位を abs, rel, off に順々に切り替えます[.y]



IIII グリッドの表示を切り替えます[.gr]

e. データウィンドウの表示



- 🕅 スペクトルの全体表示の切り替えを行います[.ov]
- 2ペクトルの比較[.md]
- プロジェクションの表示の On/Off を切り替えます[.pr] (2D,3D のみ)
- 📑 等高線の間隔を変えます(2D,3Dのみ)
- └── 正負の表示を切り替えます[.lit] (2D,3Dのみ)
- 🐻 等高線のレベルを編集します[.lv] (2D,3Dのみ)
- 等高線のレベルを保存[.ls] (2D,3D のみ)
- Pseudo 表示にします[.im] (2D,3D のみ)
- カウンター表示にします[.co] (2D,3D のみ)



# 4. <u>スペクトル集</u>

ここでは実際に Bruker の標準試料である 10% Ethyl Benzene in CDCl<sub>3</sub>と標準パラメータセットで 測定することができる NMR データを掲載します。講習の中の実例で測定するデータの参照となります。

















