

NMR 装置

JNM-ECZ600R

一般ユーザーマニュアル

分析計測分野 kikibun@okayama-u.ac.jp

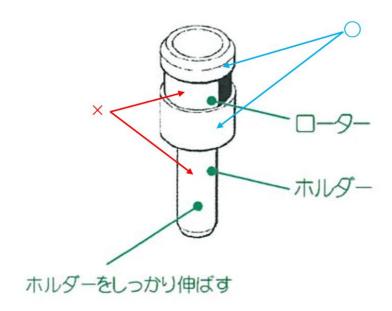
目次

スピナー&オートサンプラー取扱注意書き	2~3
JEOL JNM-ECZ600R ユーザーマニュアル	
ルーチン測定	
サンプル定義作成	4
Job の作成	5
データの保存と管理	6
測定パラメータの設定~測定登録	7~8
測定登録の削除 測定終了後	
データの引き上げ	12
一般的な測定登録	
サンプル定義作成	13
Job の作成	14
パルスシーケンスの選択	15
測定パラメータの設定~測定登録	16
Job の保存と読み込み	17~18
予約測定	
本測定登録	19~20
エチルベンゼンの登録	21
予約測定登録後	22~23

スピナー&オートサンプラー 取扱注意事項

・ <u>絶対に落とさないこと(</u>歪んでスピン不良の原因になります)

破損した場合は研究グループで補填する(¥5万/本) 高品質&特殊なものはさらに高価



直接手で触れてはいけない、溶媒等で拭いてはいけない部分

● 上部と中央部 :手で触れてよい

● 黒いテープの面(一周):手× 溶媒×(テープが溶ける)

● ホルダー :手× スピン不良時、汚れた時は拭くこと

● スピナー内 :溶媒× 汚さないこと

サンプルセット時の注意

- サンプルチューブとスピナーをセット前に布で拭く(布が汚れていたら分析計測分野まで連絡してください)。
- ホルダーはしっかり伸ばしてから使う
- <u>スピナーだけを</u>オートサンプラーに乗せないこと

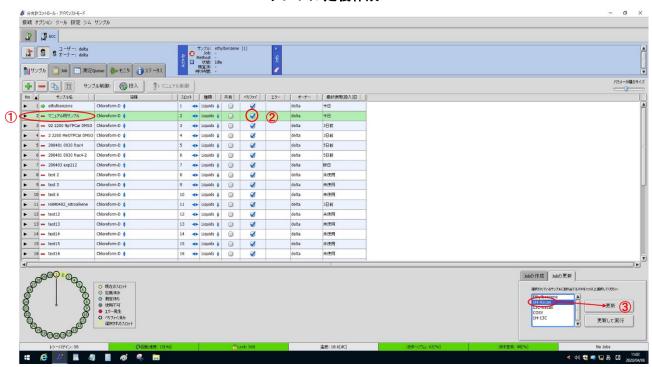
(空のスピナーがマグネットに入ると浮力が得られず取り出せなくなります)

- 使用後は分光計上のスピナー立てに戻すこと
- オートサンプラーのスロット 1 はエチルベンゼン(以下標準試料)専用のスロットとし、勝手にオートサンプラーから標準試料を外したり、マグネットに標準試料が入っている状態でスロット 1 に他のサンプルをセットしたりしないこと
- スロット 2~20 を日常の測定、21~30 を予約測定用のスロットとする
- 変温測定は-40°C~120°C(溶媒の<mark>凝固点、沸点</mark>に注意)とし、100°C以上は監守者に申し出て<mark>高温用スピナーの貸し出し</mark>を受け、使用後に返却すること
- マニピュレーター(下図 スピナーをオートサンプラーとマグネット上部間で運搬する部品)に無理な力を加えないように注意すること



JEOL 600 ユーザーマニュアル

サンプルを扱う前に2~3ページ目のスピナー&オートサンプラーの取り扱い注意書きを読むこと分光計の上にも同じ注意書き(裏表)があるので改めて一読のこと



サンプル定義作成

① サンプルスロット No.2~20 のいずれかにサンプルをセットし、サンプル情報(サンプル名、溶媒)を入力する (自分が分かるサンプル名であれば日本語、ローマ字何でも可。図中ではスロット2 に「マニュアル用サンプル」をセットしている)。1 度に複数のスロットにサンプルをセットすることも可。

スロット1には常にエチルベンゼン標準サンプルをセットし、他のサンプルをセットしない。

スロット1のサンプル定義を変えない。

また、スロットの指定は以下の通りである。

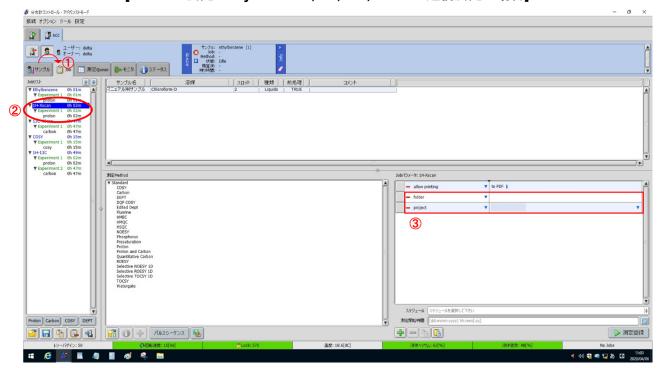
1: ethylbenzene

2~20:ユーザーの通常サンプル

21~30:予約測定

- ② 「ベリファイ」にチェックが入っていることを確認し、入っていなければ入れる。
- ③ 画面右下の Job の更新タブに一般的な測定の Job が用意されているので、測定したい Job を選び(図中では一次元プロトン測定のための Job「1H-Xscan」)、更新を押す。

Job の作成 [ルーチン測定: ethylbenzene, 1H,13C, 1H-13C 連続測定の場合]



- 画面中央のタブがサンプルから Job に自動で移る。
- ② ウィンドウ左に先ほどの Job が選択されている。
- ③ データ保存ファイルを選択する。保存場所とデータ保存に関する注意点は次ページを参照。 project → 研究グループフォルダ(初めてフォルダを作成するときは入力、次回以降はプルダウンから選択)

folder → 個人名フォルダ(入力)

project のプルダウンは<mark>左クリックしたまま</mark>選択する。プルダウンメニューは開きっぱなしではないので注意。

入力後は必ずエンターキーを押すこと。

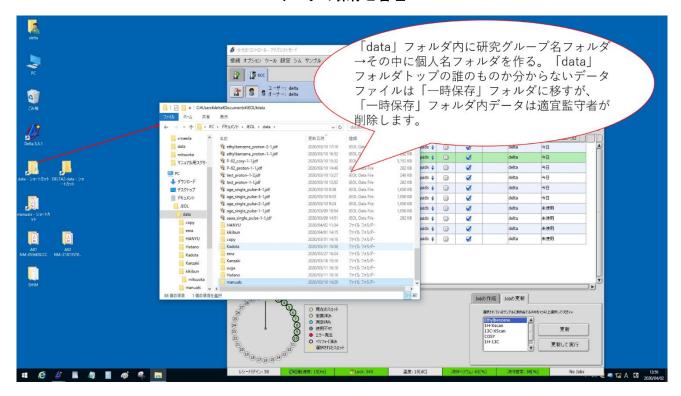
押さずに job タブ内で移動(2で示す 1H-scan 下の Experiment1 や proton をクリック)すると入力内容が確定しないため、フォルダ名が前測定者の名前に戻る。

例

自分が「××研究グループの A」,前測定者が「他研究グループの B」の場合 project のプルダウンから××を選択し、folder に個人名 A を入力する。

この時エンターキーを押さないと、folderがBに戻り、××研究グループフォルダ内にBの個人名フォルダが作成され、その中にデータが保存される。

データの保存と管理



初めて測定するときは「data ショートカット」アイコンから研究グループ名フォルダを作り、その中に個人名フォルダを作ること。

保存場所の指定履歴はそのまま残る。そのため、保存場所はしっかり確認しないと前の測定者のフォルダに保存される可能性があるので注意する。

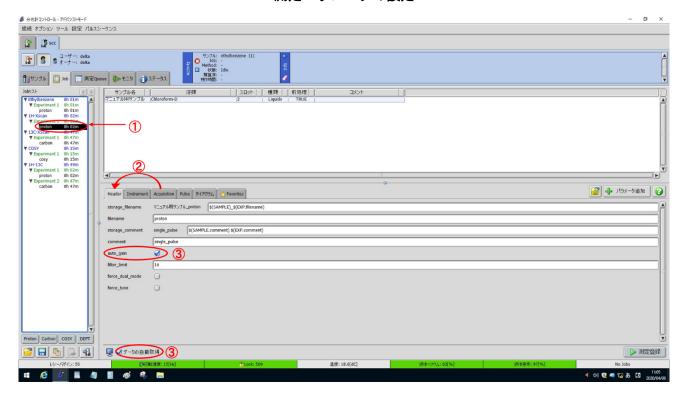
また、保存場所を指定しないと「data」フォルダのトップに測定データが溜る。

「data」フォルダのトップに保存されているデータは「一時保存」フォルダに監守者が移し、個々人が 自分のフォルダに移す猶予を設けるが、それでも移さない場合は、ハードディスク容量確保のため、

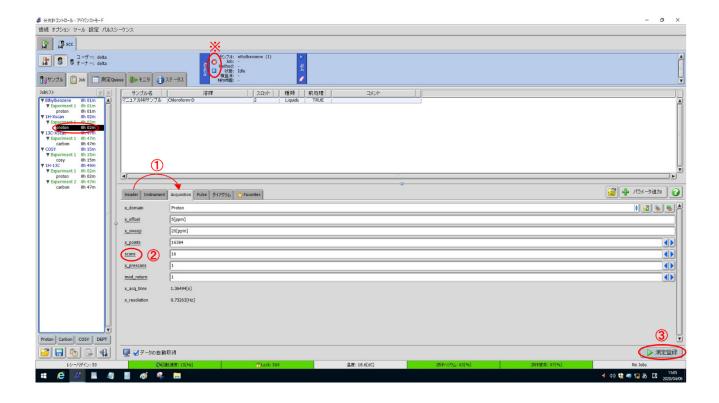
「一時保存」フォルダの内に保存されているデータは適宜、監守者が削除します。

必要なデータが消去された場合は、監守者へ連絡する。

測定パラメータの設定



- ① 画面左の測定 Job リストタブの黒字(本マニュアルではマニュアル 4 ページ目のサンプルタブからの Job の更新から 1H-Xscan を選んだため「1H-Xscan の proton」)をクリック(上図はクリックした結果の白黒反転)。
- ② クリック後の画面は中央のタブが「Acquisition」になっているため「Header」タブに移動。
- ③ 「データの自動取得」と「auto gain」にチェックが入っていることを確認する。



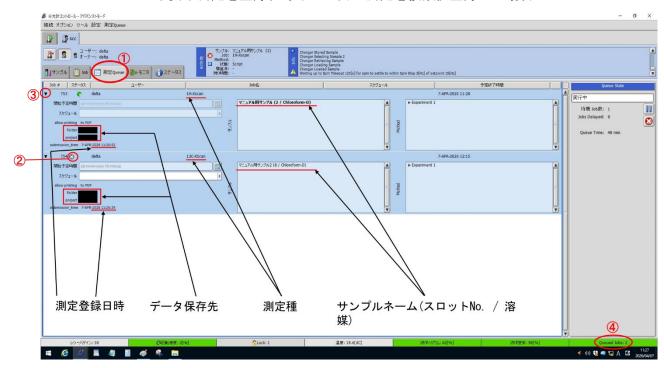
- 「Header」タブから「Acquisition」タブに戻り、
- ② 必要に応じて scan(積算回数)の値を変更する。変更した場合はエンターキーを押す。(scan の文字 が赤くなり左の Job リストの測定時間が変わる) ここまで終えたら準備完了。
- ③ 右下の測定登録をシングルクリックすると測定が開始される (複数回クリックすると同じ測定が複数個登録される。誤って複数個同じ測定を登録した場合、登録数を確認したい場合は次ページを参照)。

上図※について

測定を途中で止めたい場合は「Activity」ウィンドウ上の⊗あるいは■で測定を中止できる。

- 参 データを保存せず破棄
- 測定したところまでのデータを保存

測定登録の削除 不要な測定を登録、あるいは同じ測定を複数個登録した場合



測定登録内容は測定 Queue(キュー)タブから確認できる(画面は測定中のサンプルの後に不要な登録を入れた状態)。不要な測定登録や誤って複数個同じ測定を登録した場合は

- ① 画面上の測定 Queue タブに移動し
- ② Job 横の ★ をクリックすると「本当に Job を削除しますか?」と確認されるので Yes をクリックすると選択した測定登録が削除される。
- ③ 測定登録の詳細は Queue ウィンドウ左上の▼から確認できる。 他人が予約測定登録をしている場合が考えられるので、測定登録の詳細をよく見て、他人の測定登録を消さないように要注意
- ④ また、測定登録の数は右下の「Queue Job」(緑色のバー)でも確認できる。

測定終了後



- ① スロット1の「ethylbenzene」を選択し、ウィンドウ右下の Job の更新タブから「ethylbenzene」 を選択し、
- ② 「更新して実行」をクリック。

エチルベンゼンが測定されるので、測定結果に異常がないことを確認したら終了。

後始末

・ 測定条件の変更はそのまま残るため、4 ページ目のサンプルタブから溶媒を変更した場合はクロロホルムに直し、8 ページの図の Job タブから測定条件を変更した場合は元に戻す。

以下、デフォルト値

(x offset 5 ppm) 測定中心

(x_sweep 20) 測定範囲

デフォルトの値では 5ppm を中心に 20ppm の範囲を測定するので測定領域は、-5~15ppm となる。 (scan プロトンは 16、カーボンは 1024)

積算回数

1H-Xscan:16

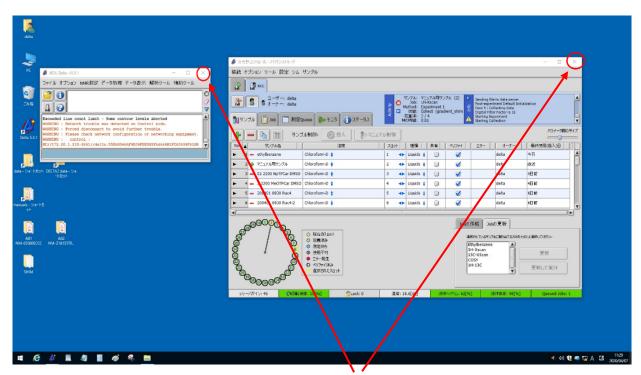
13C-Xscan:3000

Cosy:2

1H-13C

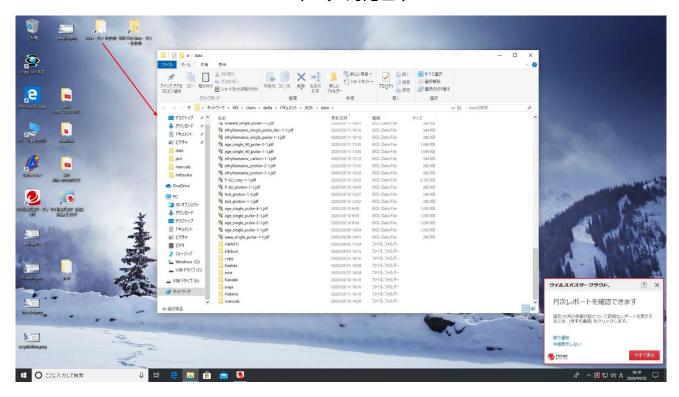
proton:8

carbon:2000



上図のウィンドウは閉じず、モニターだけオフにする。**メ**を押すとウィンドウを閉じるか確認されるので、間違って押した場合はキャンセルを選択。

データの引き上げ



「JEOL delta 解析用 PC」(窓際左の PC)を立ち上げる。

デスクトップの data ショートカットフォルダを開いて、引き上げたいデータを USB メモリーにコピーする。

引き上げたデータは delta のソフトウェアで編集できる。各研究室で編集する場合は https://www.jeol.co.jp/products/detail/Delta5.html のインストールガイドを参照。

初見の方、お疲れ様でした。

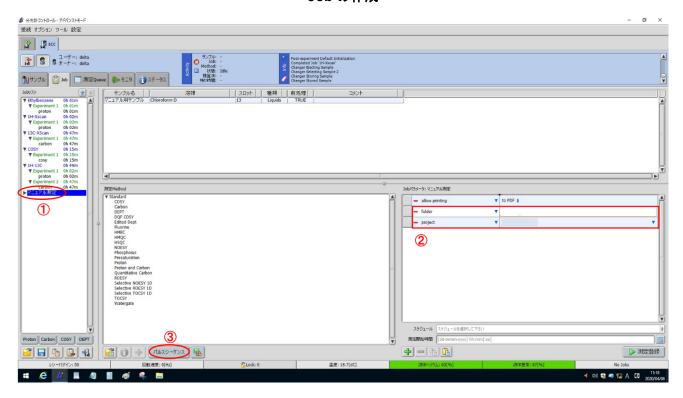
一般的な測定登録(参考 ルーチン測定以外の場合) サンプル定義作成



サンプルタブを開き

- ① サンプル定義 No.2~20 の任意のスロットを選び(21~30 は予約測定用)、サンプル情報(サンプル 名、溶媒)を入力する。
- ② ベリファイにチェックが入っていることを確認し、入っていなければチェックを入れる。 (サンプルタブ下の+ボタンからサンプル定義を追加することもできるが、オートサンプラーに乗せられるサンプル定義 No.30 まで普段は作成され、かつベリファイにもチェックが入っているため、新たに 31 番目以降を作ってもベリファイにチェックが入れられず、あまり意味はない)
- ③ ウィンドウ右下の「Job の作成」タブから任意の Job 名を入力(入力しなくても問題ない。空欄の場合は Job 名が New Job になる)し
- ④ 「Job を作成」をクリック。

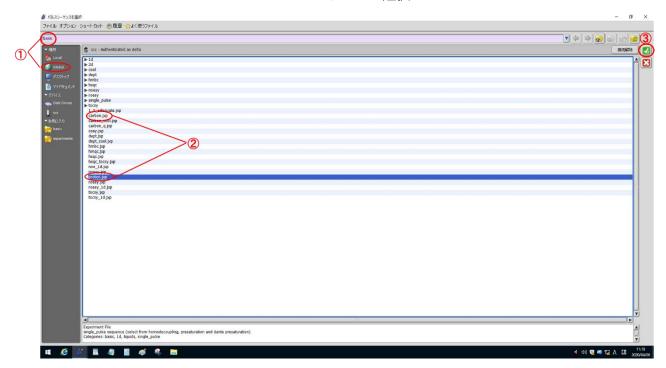
Job の作成



Job タブに自動で変わり

- ① 入力した Job 名の Job が作成される。
- ② ウィンドウ右の「project」に研究グループ名をプルダウンから選択し、「folder」に個人名を入力して保存場所を指定する。
- ③ ウィンドウ下のパルスシーケンスをクリック

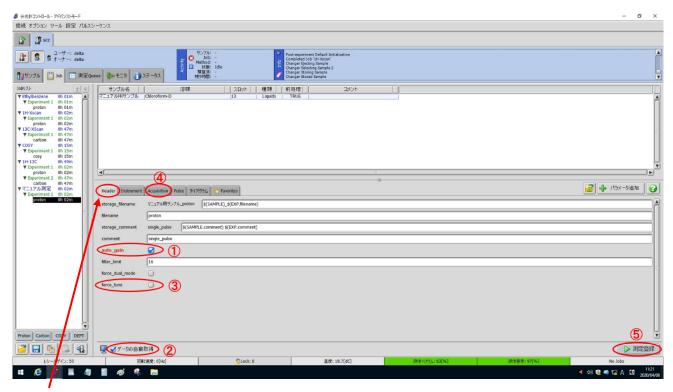
パルスシーケンスの選択



パルスシーケンス選択画面が表示される。

- ① ウィンドウ左から「global」→「basic」を選択(普段ここまではパルスシーケンス選択画面を開いたときに選択されているため、ウィンドウ上のタブに「basic」と表示されている)。
- ② そこから測定したいシーケンス(proton,carbon 等)を選択し
- ③ 右上のチェック ✓ をクリックする。

測定パラメータの設定~測定登録



「Header」タブから

- 1 auto gain と
- ② データの自動取得にチェックを入れる。
- ③ force tune にも必要に応じてチェックを入れる(測定前にオートチューニングを行う。プロトンのみの時は基本的に不要)。
- 4 「Acquisition」タブから scan 値を必要に応じて変更する。

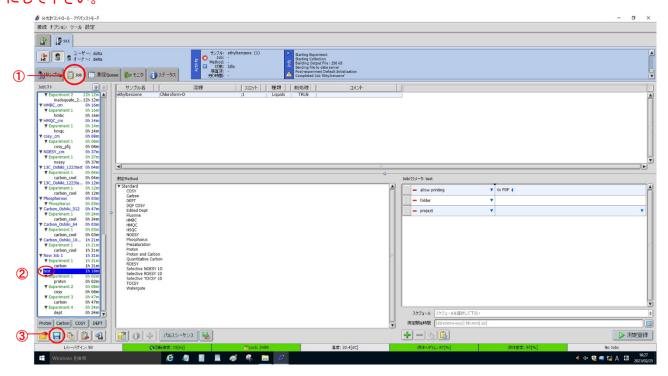
測定登録を押すと測定が開始される。

測定が終わったら、Job タブから入力した Job 名を選択し、Delete キーで登録した Job を削除しておく。

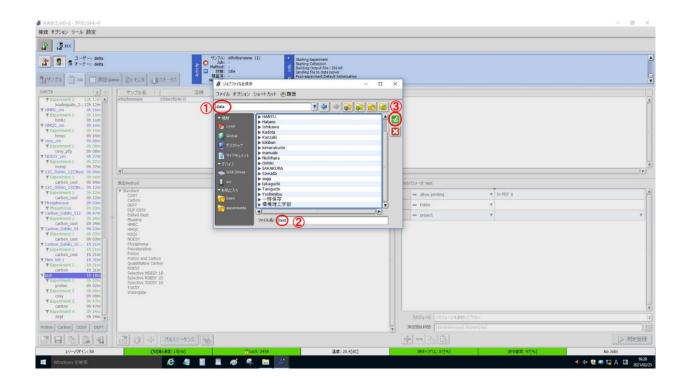
(例として、図中の Job リストの「マニュアル測定」をクリックし、Delete キーで削除する) それ以外の測定終了後の後始末は 10 ページ目と同じなので 10 ページを参照。

Job の保存と読み込み

個人や研究室で独自に作成した Job は下記の手順で保存等し、使用時以外は Job リストに残さないようにして下さい。



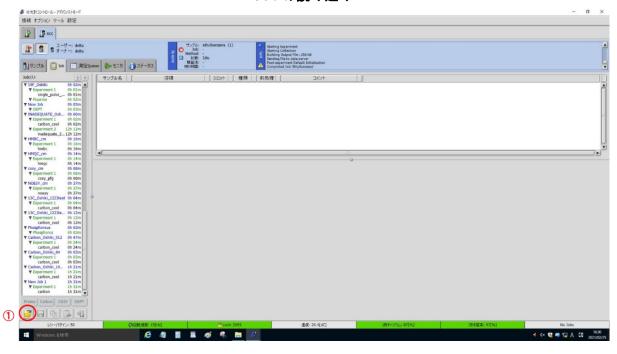
- ① Job タブを表示する。
- ② 保存したい Job をクリックして選択する。上図では例として「test」Job を選択している。
- ③ フロッピーディスクのアイコンをクリックする。



保存場所の選択画面が表示されるので

- ① data タブから研究室フォルダ or 個人フォルダを選択する。
- ② ファイル名を変更したい場合はファイル名を入力する(デフォルトでは選択した Job の名前が入力 されている)。
- ③ ✓ をクリックすると Job が保存される。

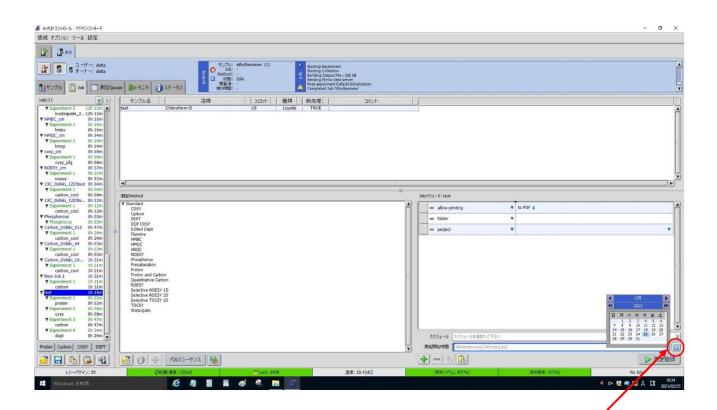




① Job タブのフォルダアイコンをクリックし、Job を保存したときと同様に保存先のフォルダから読み込むと、読み込んだ Job が表示される。

予約測定

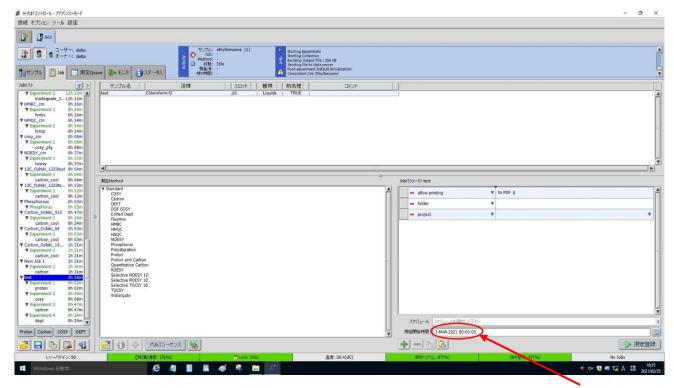
予約測定を行う場合は測定登録を行う時間と実際に測定する時間の両方のマシンタイムを予約して下さい。



サンプル定義の作成はルーチン測定と同様のため、該当部分 (4 ページ①,②)を参照 Job の取り扱いは以下の 3 通りがあるため該当ページを参照

- ・ルーチン測定用の Job を使用する(4 ページ③)
- ・新たに Job を作成する(13 ページ3~16 ページ4)
- ・保存した Job を読み込んで使用する(18 ページ Job の読み込み①) 例としてここでは「test」Job を作成して使用している。

Job タブで測定に使用する Job 名を選択し、カレンダーのアイコンをクリックすると日にちが表示されるので、予約したい日をクリックする。



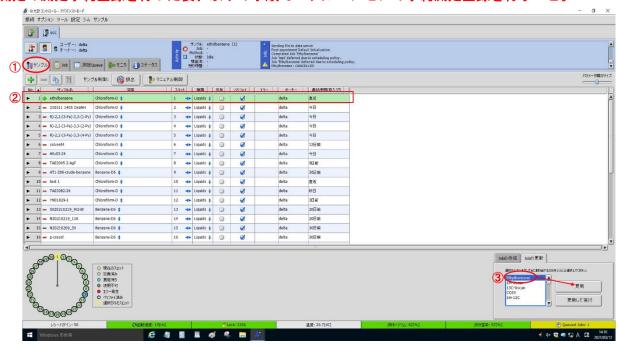
選択した日にちが表示され、時刻が「00:00:00(時:分:秒)」と表示されるので、測定開始時刻を 24 時間表記で入力する。

例:17時30分なら17:30:00と入力

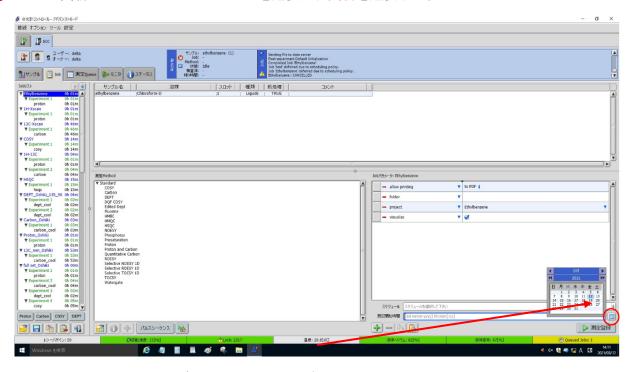
ルーチン測定と同様に保存先の指定、積算回数等を設定し、測定登録をクリックすると、指定した日時に測定が開始される。

エチルベンゼンの予約測定登録

本測定の測定予約登録を行った後、以下の手順でエチルベンゼンの予約測定登録を行うこと。



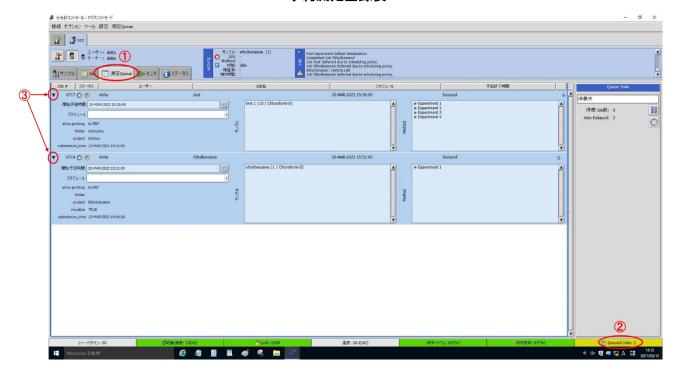
- ① サンプルタブを表示する。
- ② エチルベンゼンのサンプルエントリを選択する
- ③ Job の更新からエチルベンゼンの Job を選択し、更新を選択する。



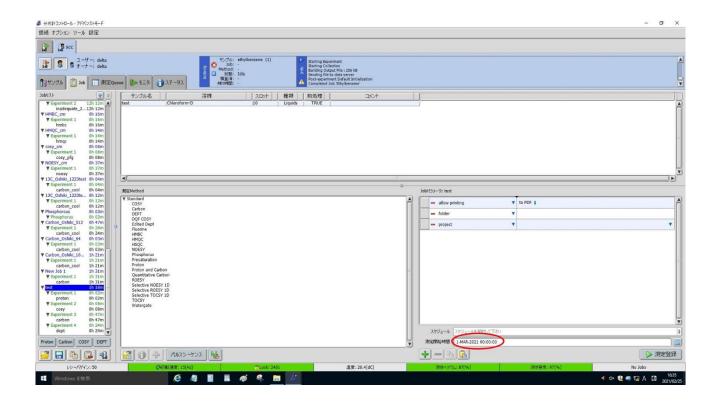
本測定の予約と同様に Job タブ画面右下のカレンダーアイコンをクリックし、測定開始時刻を入力する。

本測定開始時刻の直後にエチルベンゼンの測定時刻を設定すれば本測定が終了次第、エチルベンゼンの測定が開始される(例:18:30 に本測定の予約を入れ、エチルベンゼンの予約時刻を 18:31 に設定する等)。

予約測定登録後



- ① 予約登録が登録されると画面下部の Queued Job のバーが黄色になり、時計のアイコンが表示される。
- ② 測定 Queue タブに登録された Job 左の ▶ をクリックすると上図のように測定内容の詳細(データの保存先・測定開始日時・Job 名・サンプルスロット・溶媒等)が展開されるので慣れないうちは確認することを推奨する。



本測定とエチルベンゼンの予約登録を行った後、Job タブ画面を表示する。測定登録に使用した Job を選択し、測定開始時間で入力した日時を back pace キー等で削除する。

(消し忘れると後からその Job を使用する人がリアルタイムで測定できなくなるおそれがあるため)

消し忘れが不安な人は本測定とエチルベンゼンの予約測定用に各自で Job を作成し、測定登録を行った後、作成した Job を削除することを推奨する(測定が開始される前に測定登録に使用した Job を削除、Job の内容を変更等しても測定に影響がないことは本マニュアル作成者が確認済み)。

NMR 装置 一般ユーザーマニュアル JEOL JNM-ECZ600R

発行日: 2021年5月14日

発行者: 岡山大学自然生命科学研究支援センター 分析計測分野

URL: https://dia.kikibun.okayama-u.ac.jp

連絡先: kikibun α okayama-u.ac.jp(メールをお送りの際はαを@に変更してお送りください)

(本マニュアルファイルの無断での再配布は、ご遠慮ください)