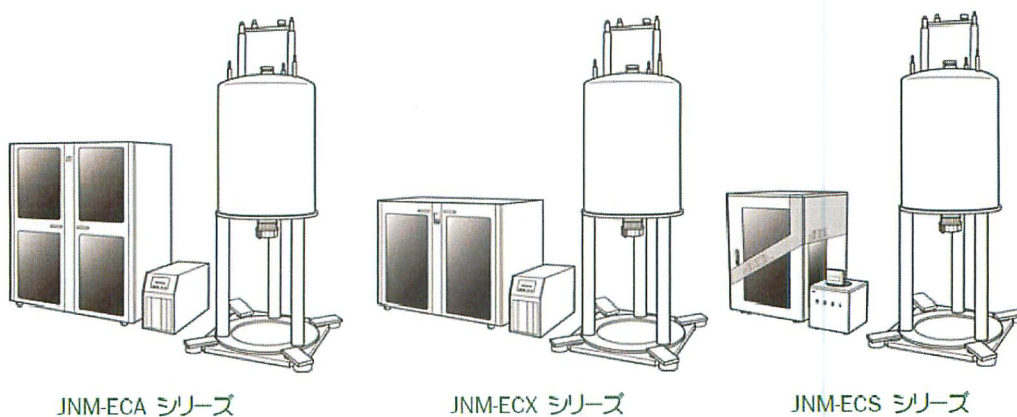


# ECA/ECX/ECS シリーズ納入取扱説明

## Delta V5

### 一般ユーザー用



JNM-ECA シリーズ

JNM-ECX シリーズ

JNM-ECS シリーズ

1.1	ログインからコネクトまで.....	3
1.2	サンプルのセット.....	5
1.3	サンプルの登録.....	6
1.4	Jobの作成.....	7
1.5	1H測定.....	8
1.6	1Hデータ処理.....	10
1.7	ポインターバー説明.....	15
1.8	Jobの取り扱い.....	16
1.9	13C.....	18
1.10	DEPT測定.....	18
1.11	COSY測定.....	19
1.12	COSYデータ処理.....	20
1.13	パルスシーケンスの保存と読み出し.....	23
1.14	オートメーションテンプレート.....	24
1.15	サンプル定義の説明.....	26
1.16	マニュアルでのサンプル操作.....	27
1.17	データの保存場所.....	29
1.18	付録.....	31

2010年7月12日

## ECA/ECXシリーズ納入取扱説明

### —取扱説明用資料—

#### はじめに

本資料は、納入時の一般ユーザーに対する装置取扱説明に使用します。本資料での説明は、装置の基本的な測定操作を理解していただくのが目的です。説明は2日間の予定で行います。装置管理の操作は、管理者用取説資料を参照ください。

装置を正常に運転し、出来るだけ長くご使用いただくようお願いいたします。

NMR測定操作詳細はオンラインマニュアル(ヘルプ)をご参照ください。

装置に関して不明な点がございましたら、担当サービスセンターまたは総合コールセンターまでご連絡ください。

日本電子株式会社

\_\_\_\_\_支店 担当\_\_\_\_\_

総合コールセンタ

0120-134-788 (月～金 8:30～19:00 土日、祝日、当社指定日を除く)


講習会のお問い合わせ

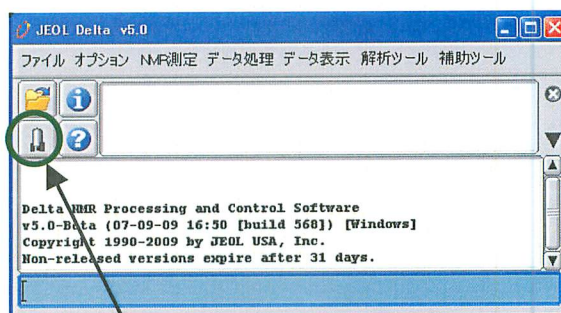
日本電子株式会社

データムソリューション事業部 R&B ビジネスサポート部 講習受付


042-544-8565 (月～金 8:30～19:00 土日、祝日、当社指定日を除く)

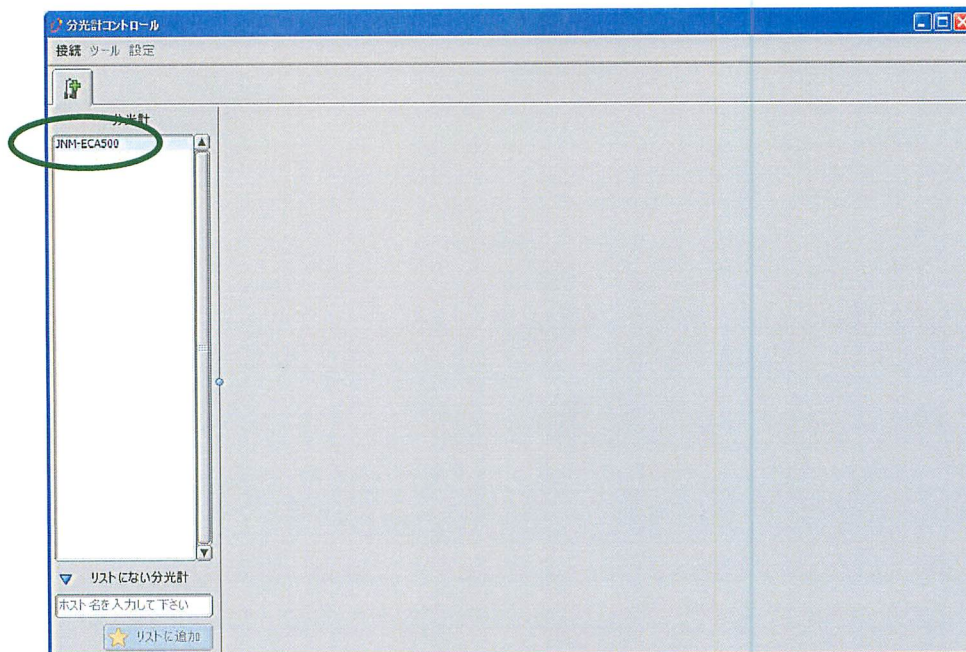
## 1.1 ログインからコネクトまで

- ① ワークステーションの電源スイッチをONにします。
- ② windowsのログイン画面にて、**Ctrl**キー、**Alt**キー、**Delete**キーを同時に押します。
  - ユーザー名 : delta
  - パスワード : delta (●●●●●表示になります)
- ③ ログイン完了後、デスクトップ上のDeltaアイコン  をダブルクリックします。
- ④ [Deltaコンソール]ウィンドウが開きます。



Deltaコンソールウィンドウ

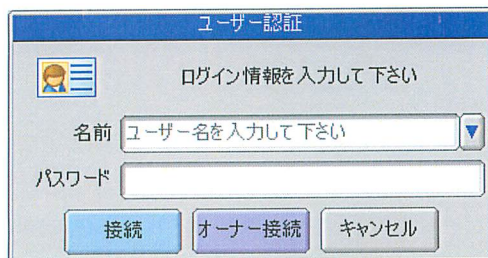
- ⑤ 上図の囲み部分のアイコン  をクリックします。
- ⑥ [分光計コントロール]ウィンドウが開きます。



分光計コントロールウィンドウ

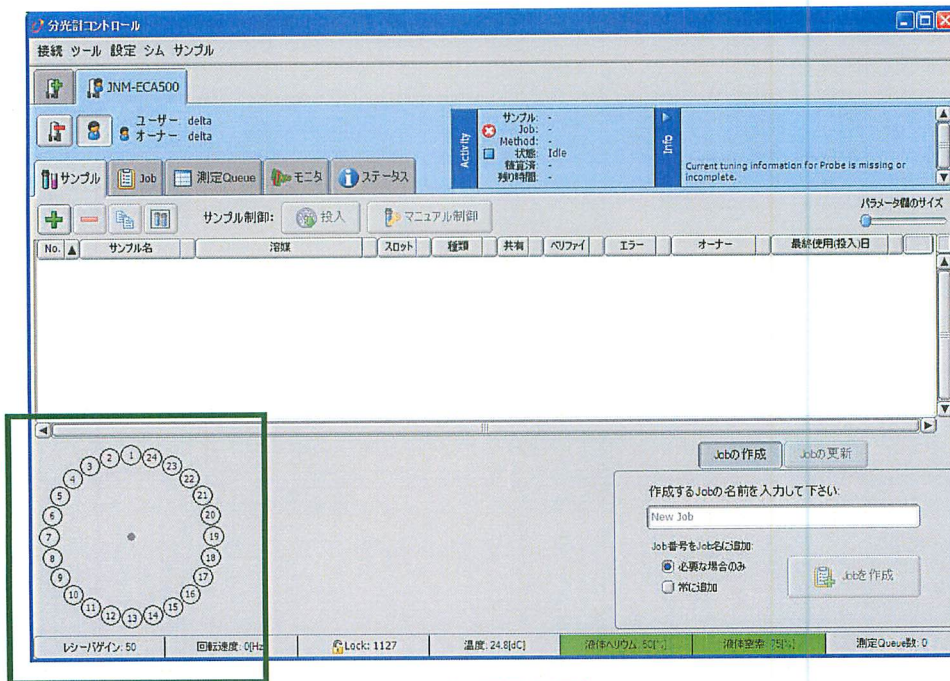


- ⑦ [分光計コントロール]ウィンドウに表示されている分光計の名前を選択します。
- ⑧ 表示される **+** 接続 をクリックすると[ユーザー認証]ウィンドウに切り替わります。



ユーザー認証ウィンドウ

- ⑨ 名前に[delta]、パスワード[delta](\*表示になります)を入力します。
- ⑩ **オーナー接続** アイコンをクリックします。
- ⑪ 画面が切り替わり、下図が表示されます。



ユーザー認証完了後

**\*注意\***

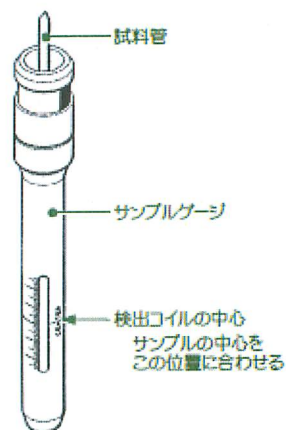
囲み部分はオートサンプルチェンジャが附属している場合に表示されます。



## 1.2 サンプルのセット

### ■ 測定サンプルをSCMへセットします

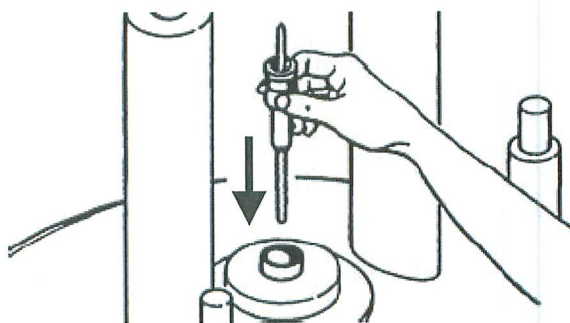
- ① サンプルロータ&ホルダに試料管を装着します。



サンプルの装着

- ◆ サンプル装着の詳細につきましては、インストラクションマニュアル[機器取扱マニュアル]の3章 3.2 サンプルの設定を参照してください。

- ② SCMへ試料管をセットしたサンプルロータ&ホルダを浮上状態にします。



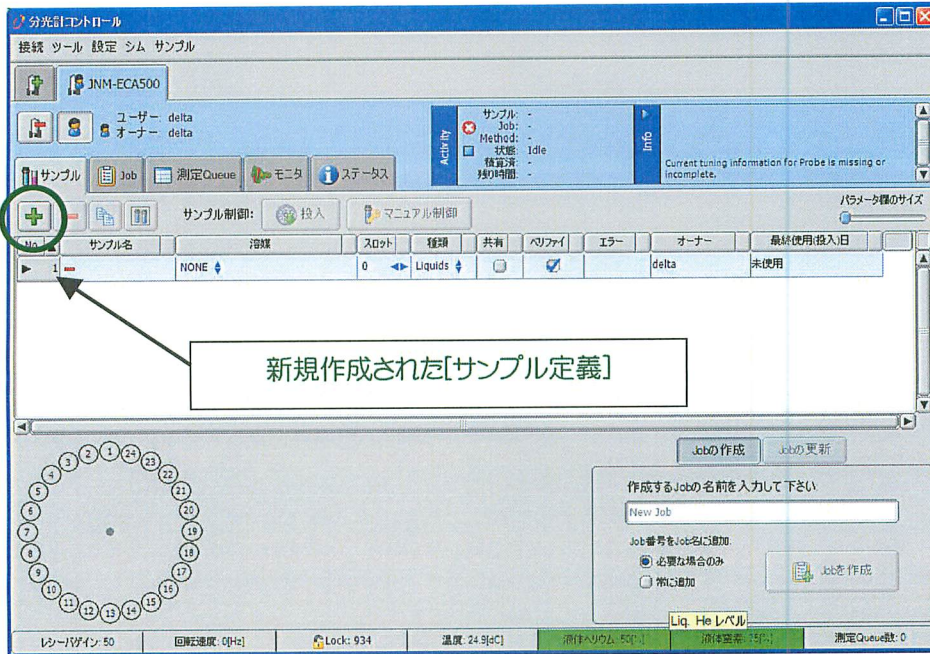
SCMへのセット

- 注意 SCMへ浮上させる前に、浮上エアが出ていることを確認してください  
 注意 SCM内にサンプルが入っていないことを確認してください  
 注意 試料管ガラス単体やロータ&ホルダ単体を入れないでください

# 1.3 サンプルの登録

## ■ 測定を行うサンプルに対して条件付けを行います

①  をクリックして、サンプル定義を新規作成します。(下図参照)

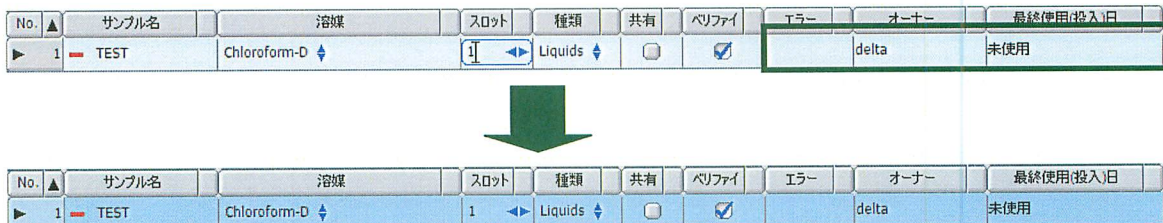


サンプル定義の作成

② 使用するサンプルの条件設定を行います。設定項目は下表です。

項目	内容
サンプル名	任意入力 保存名の一部に使用されます。
溶媒	溶媒を選択します。溶媒無しの場合は[NONE]を選択します。
スロット	サンプルのスロットを選択します(オートサンプルチェンジャ付属の場合のみ)
種類	溶液測定の場合=Liquid、固体測定の場合=Solidを選択します。
共有	他のユーザーアカウントへサンプルの共有化
ペリファイ	測定実行への許可(測定のために必ず必要です)

③ 測定に使用する[サンプル定義]を選択します。下図の囲み部分をクリックすることで、選択状態を示す青色に変化します。

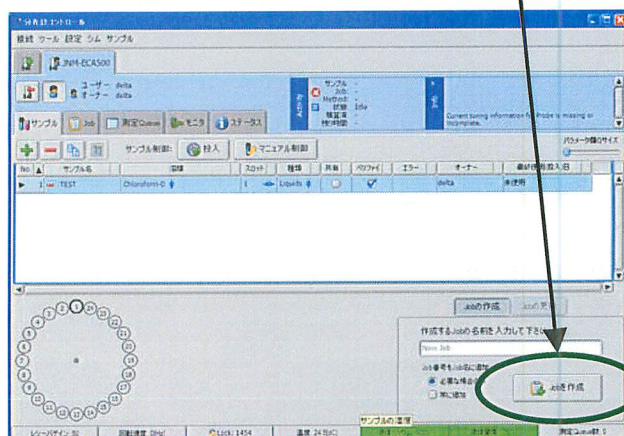




## 1.4 Jobの作成

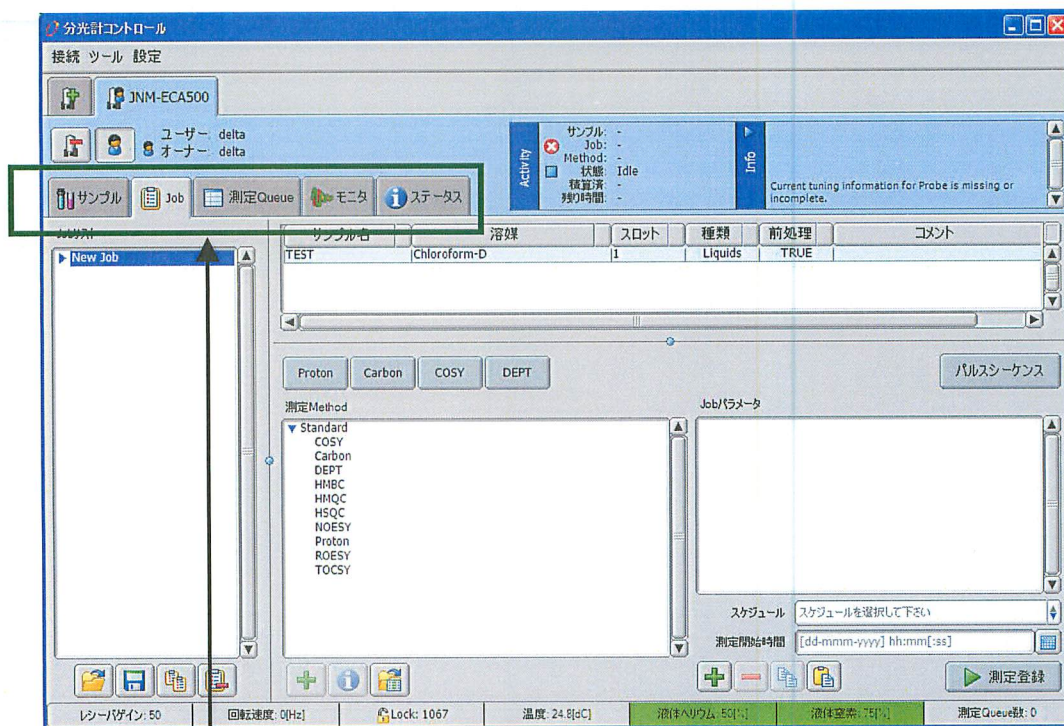
### ■ 測定条件を選択します

- ① [分光計コントロール]ウィンドウに表示されている  をクリックします。



分光計コントロールウィンドウ

- ② Jobタブに切り替わります。



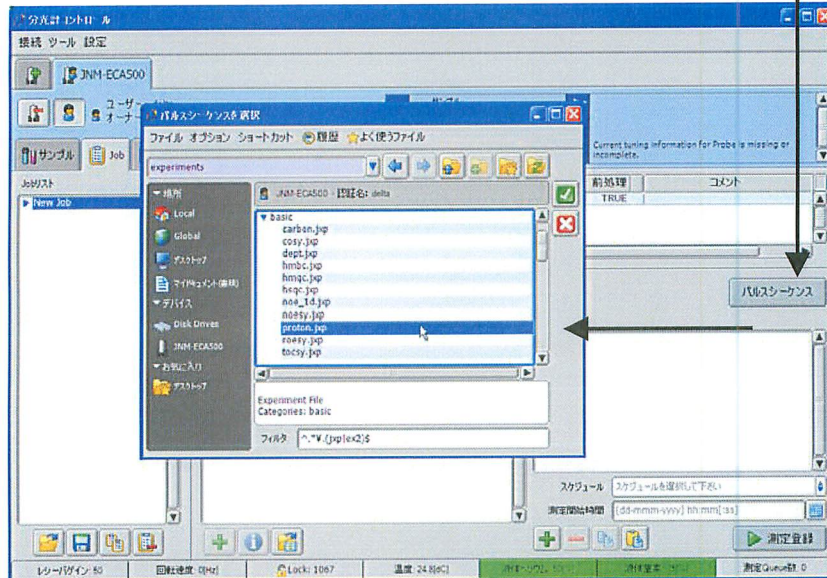
Jobタブ

- a. タブの切り替えは上図の囲み部分で切り替えが出来ます。



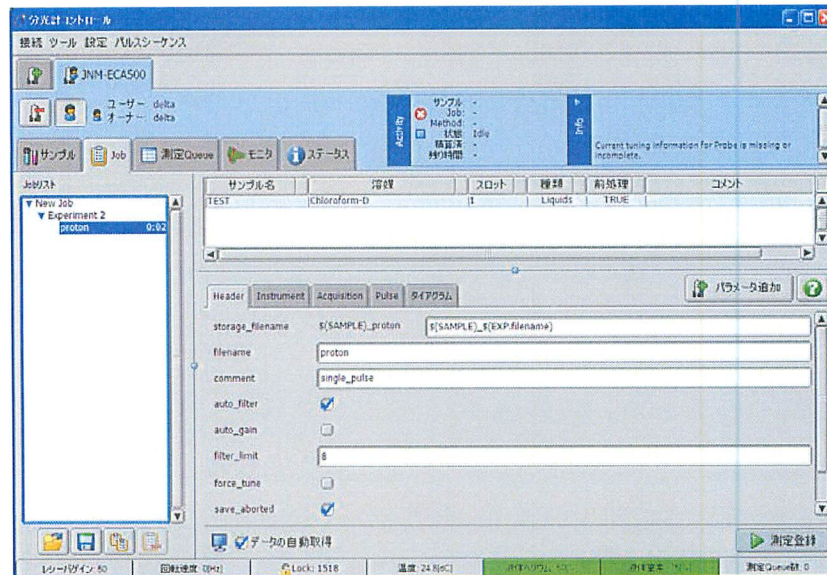
## 1.5 1H測定

- ① パルスシーケンスアイコンをクリックして、測定条件を選択します。



パルスシーケンスの選択

- ② basic/proton.jspを選択します。(見つからない場合は **Global** をダブルクリックして探します)
- ③ 使用するパルスシーケンスを選択後、 をクリックします。
- ④ パルスシーケンスが展開されます。



パルスシーケンス展開状態

- ⑤ 各パラメータを任意修正します。(下表は抜粋)  
変更が無い場合はfilenameの修正とauto\_gain、force\_tuneを選択します。

タブ	項目	内容
Header	strage_filename	データの保存名
	filename	データ保存名の一部に使用
	auto_gain	レシーバゲインの自動検出
	force_tune	チューニングの実行
Instrument	recvr_gain	レシーバゲイン値の任意設定
Acquisition	x_domain	観測核
	x_offset	観測中心
	x_sweep	観測幅
	scans	積算回数
	x_prescans	ダミー積算
Pulse	x_angle	フリップ角度
	relaxation_delay	パルス間隔

◆ データの保存名について

- ✗ サンプル定義で入力した[サンプル名]とパルスシーケンスの[filename]が組み合わせられます。
- ✗ [サンプル名]に『日付』、[filename]に『Proton』と入力した場合、この場合データの保存名は日付-Proton-番号で表示されます。

- ⑥  をクリックすることで測定が開始されます。

以下に自動動作を示します

- a. サンプルのロード
- b. サンプルスピニング
- c. Auto Lock
- d. Gradient Shimming

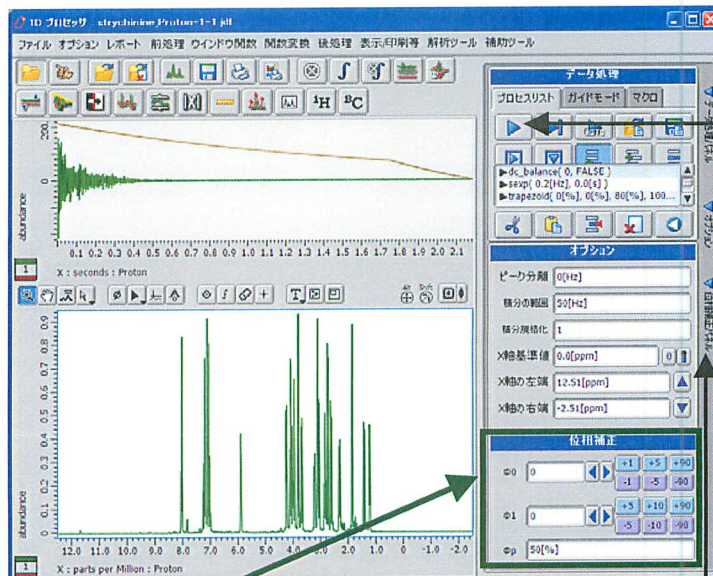
サンプル定義で事前登録されています

- e. チューニング (オートチューン使用時はオートチューン動作)
- f. オートゲイン
- g. 積算
- h. データの表示









## 1.6 1Hデータ処理

### ● 位相合わせ

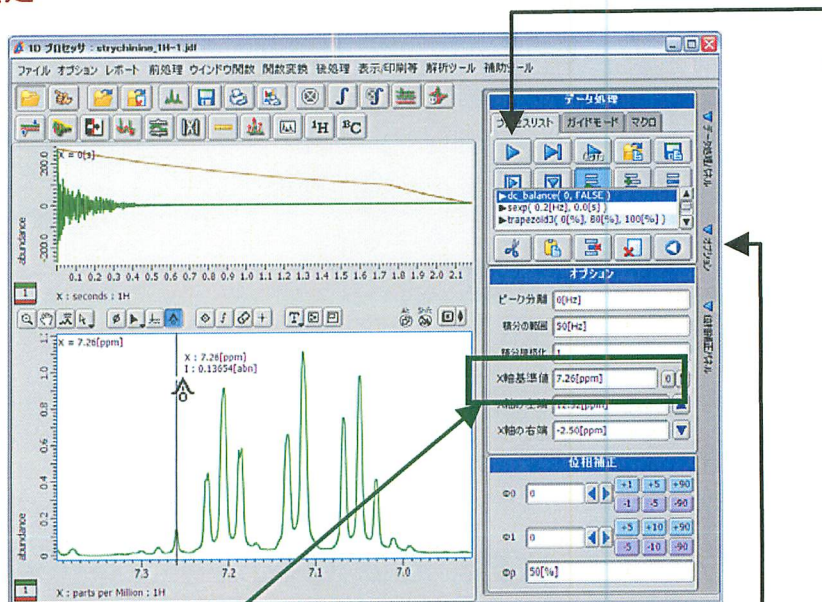


ストリキニーネ 1Hスペクトル




- ① 1Dプロセッサの右枠にある **位相補正パネル** パネルを開きます。
  - ② 自動位相補正アイコン  をクリックします。
  - ③ 最大信号を自動検出し、 $\phi P$ を設定します。  
グレー線がマーカーとして表示されます。
  - ④ 細かな位相補正は位相補正パネルにある、数値を変更して行います。
  - ⑤  をクリックして位相情報をProcess\_Listに登録します。
-   アイコンの場合、P0はスペクトル上の最大強度のピークに設定されます。
-   $\phi 0$  はP0設定されたピーク周辺の位相補正
  -   $\phi 1$  はP0から離れたピークに対する位相補正



## ● リファレンス設定

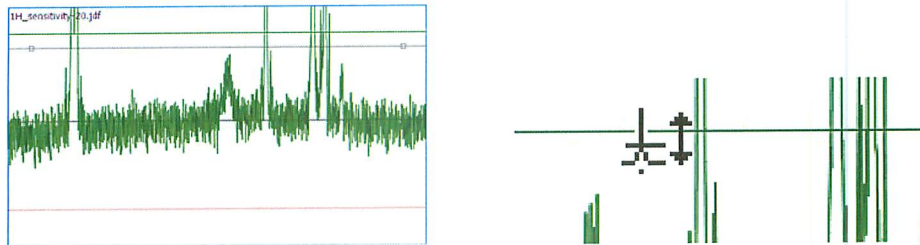



### リファレンス設定

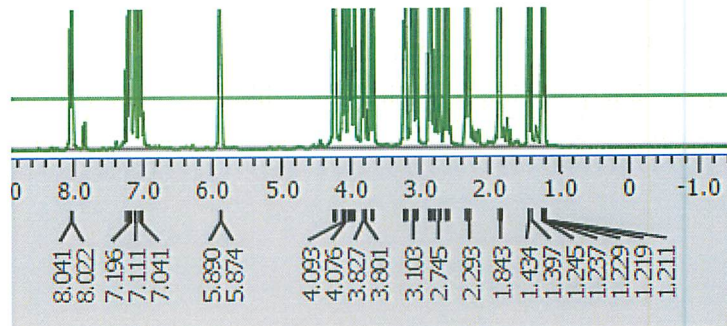
- ① 1Dプロセッサの右枠にある **▲ オプション** パネルを開きます。
- ② **X軸基準値**  に設定したい値を入力します。
- ③ リファレンス設定を行うピーク位置を拡大します。(拡大は )
- ④ ポインターバーの  を選択します。
- ⑤ 任意の場所をクリックすることで、リファレンス設定が行われます。
- ⑥  をクリックしてリファレンス情報をProcess\_Listに登録します。

● ピークピッキング



- ① ポインターバーの  を選択して、スレッシュホールドを決定します。





- ②  アイコンをクリックすることでピークピッキングが行われます。



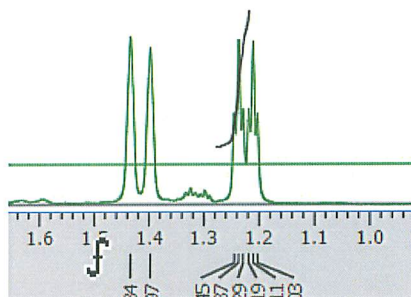
ピークピッキング後

- ③ 任意のピーク及び個別にピーク検出する場合は  を選択します。  
 ● スレッシュホールド以下のピークは検出できません。スレッシュホールドを再設定してください。
- ④ ピークピッキングされた値を選択する場合には  を選択します。
- ⑤ 選択後に消去する場合は **Delete** キーを押します。




 拡大を行う場合、**space** キーを押すと強制的に拡大ツール  に一時変更できます。  
 矢印キーを押すことで、スペクトルを左右に移動できます。

## ● 積分



- ①  アイコンをクリックすることで、自動検出します。
- ② 個別に積分曲線を描く場合には、 を選択します。
- ③ X軸上で任意の場所をドラッグすることで積分曲線が描かれます。





ドラッグしながら左右に動かす

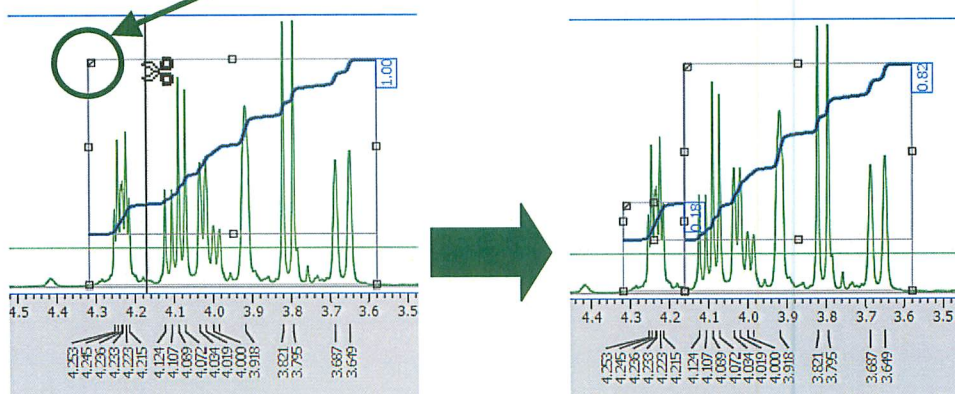
-  拡大を行う場合、`space`キーを押すと強制的に拡大ツール に一時変更できます。
-  矢印キーを押すことで、スペクトルを左右に移動できます。

### ④ 積分曲線の追加と削除

1. 追加は で追加を行います。
2. 削除は、選択した積分曲線 (または で選択)、キーボードの`Delete`キーで削除します。  
選択状態の積分曲線は、枠付きと積分値の色が青の時です。

### ⑤ 積分曲線の分割

1. 積分曲線を分割したい場合は、その積分曲線を選択します。
2. 積分枠の左上の 付近にマウスカーソルを合わせるとマウスカーソルが になります。

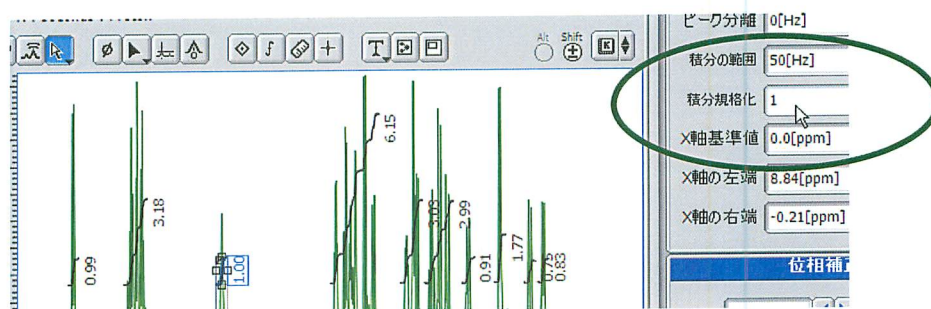


3. この状態のまま左右にドラッグして、任意の位置で指を離すとカットできます。



⑥ 積分の規格化

1. 任意の積分値を選択します (R または f)
2. 1D Processorウィンドウの右側にある ▲ オプション を展開します。
3. [積分規格化]へ任意の数値を入力し、Enterキーを押します。





積分の規格化

● 処理済データの保存

- ① 1Dプロセッサのプルダウンメニューの[ファイル]を選びます。
- ② [別名で保存]を選択し、名前を付けて保存することが出来ます。

ピークピッキングや積分処理を行ったデータは保存しなければ、処理情報が残りません。

● データの印刷

- ① 印刷アイコン  をクリックすることで印刷オプションが開きます。  
 印刷は表示されている状態を印刷します。
- ② 用紙設定、白黒/カラー、パラメータの有無などを選択して印刷を行います。

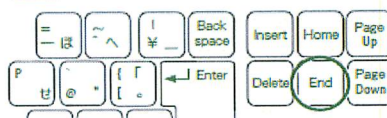
## 1.7 ポインターバー説明

項目	内容	備考
	拡大	リセット = [Home]キー
	スペクトル移動	Yゲイン調整 = [End]キー
	ゲイン調整	一つ戻す = [ ]キー
	選択	ピークピックや積分曲線などを選択
	位相補正	位相補正ツール
	ピーク位置コピー	選択照射で使用
	スレッシュホールド	ピークピック、積分時の閾値設定
	リファレンス設定	オプションパネルと併用
	ピークピッキング	ケミカルシフト値の描画
	積分	積分曲線の描画
	メジャー	スペクトル上にメジャーを描画
	十字カーソル	スペクトル上に十字カーソルを描画
	テキスト入力	スペクトル上にテキスト入力
	添付ファイル (molファイル)	事前に作成したファイルの添付、molファイルのみ
	別枠作成	スペクトルの部分拡大などを別枠表示

- ✗ ポインターバーは[Shift]キーや[Alt]キーと組み合わせることで、個別の機能があります。
- ✗ 積分やピークピックで選択する時に[Ctrl]キーを押すことで、選択モードになります。

- 表示されている最大ピークの強度調整

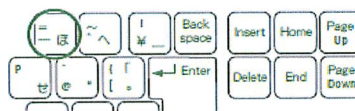
- ◆ キーボードの[End]キーを押す。



現在表示されているスペクトル範囲の最大ピークが、画面内に収まるように縦方向に拡大・縮小されます。

- 1つ前の状態に戻す

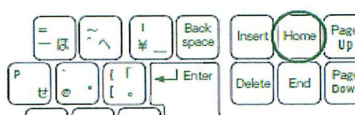
- ◆ キーボードの[ ]キーを押す。



✗ このとき、縦方向・横方向ともに、1つ前の状態に戻ります。縦方向だけまたは横方向だけを、元に戻すことはできません。

- すべてを初期状態に戻す

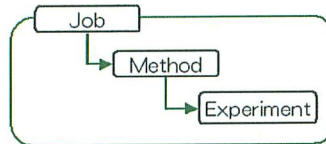
- ◆ キーボードの[Home]キーを押す。  
すべてが初期状態に戻ります。



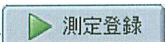
## 1.8 Jobの取り扱い

### ● Jobの基本

- Delta Version5ではJob単位で測定が行われます。
- Jobの基本構成は下図になります。

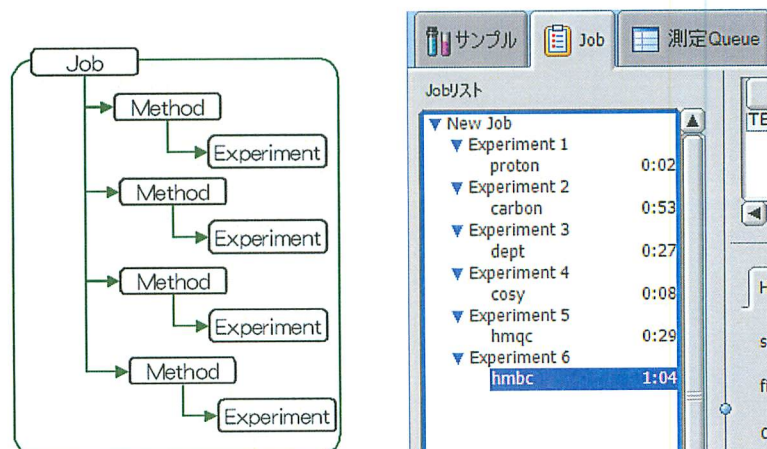


Job

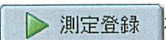
- Jobに対してそれぞれ  を行う必要があります。

### ● 1つのサンプルに対して複数の測定を連続して行う

- Jobの中に複数のExperimentを構成することで、1つのサンプルに対し連続して測定を行います。



Job構成の模式図、実際のJob作成例

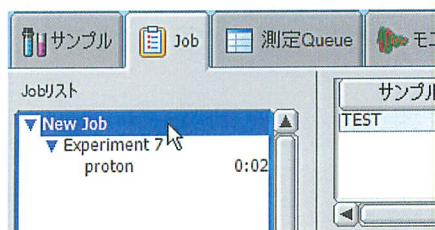
- 上図の場合、測定のパラメータ(積算回数など)は必要に応じて変更しなければなりません。測定登録  をクリックすると、連続して測定を行います。



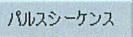
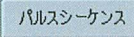
## ● Jobへのパルスシーケンス追加方法

- 複数のパルスシーケンスを登録する場合、以下の方法で行います。




- ① 既に1つ(または複数)パルスシーケンスが登録されている場合は下図のように、[Job]の部分を選択(青色に反転)します。

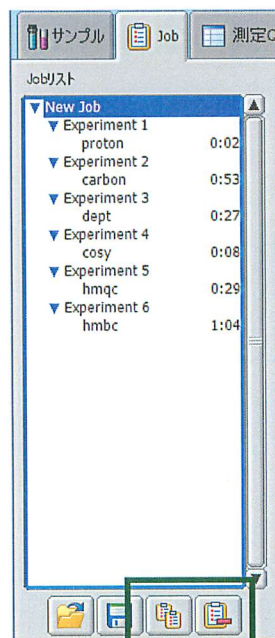


Jobの選択

- ②  アイコンをクリックしてパルスシーケンスを追加します。  
~~上図の場合、[proton]と表示されている部分でパルスシーケンスの構成になりますので、~~  
 アイコンが表示されません。

## ● Jobの追加と削除

- ① Jobを追加する場合は  をクリックします。
  - ② 選択したJobを削除する場合には  をクリックします。
- ☞ 複数のJobまたは、パルスシーケンスを選択する場合は、**Shift**キーを押したまま選択します。
- ☞  アイコンが使えない場合には、キーボードの **Delete** キーを押してください。




Jobの追加、削除

## 1.9 13C測定

### ● 測定

- ① Jobを新規作成または追加します。
- ②  をクリックして、basic/carbon.jspを選択します。  
(見つからない場合は  をダブルクリックして探します)
- ③ 必要なパラメータを変更します。
- ④  をクリックすることで、測定が開始されます。

### ● データ処理


- ① 得られたスペクトルに対して処理を行います。  
 手順は1H測定と同様です。
  - 位相補正
  - リファレンス設定
  - ピークピッキング

## 1.10 DEPT測定

### ● 測定

- ① Jobを新規作成または追加します。
- ②  をクリックして、basic/dept.jspを選択します。  
(見つからない場合は  をダブルクリックして探します)
- ③ 必要なパラメータを変更します。  
 [Pulse]タブ:selection\_angle=135[deg]  
このパラメータを45[deg]、90[deg]、135[deg]に変更できます。
- ④  をクリックすることで、測定が開始されます。

## 1.11 COSY測定

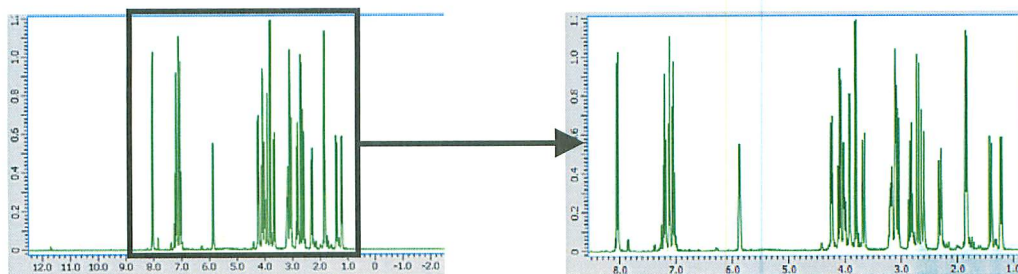
- ① 1H高分解能スペクトルの測定を行います。  
 これまでの手順と同様の測定方法です。
- ② Jobを新規作成または追加します。
- ③ **パルスシーケンス** をクリックして、basic/cosy.jxpを選択します。(見つからない場合は **Global** をダブルクリックして探します)

-  basic/cosy.jxpはpfg測定です。
-  pfgはPulse Field Gradientの略です。


- ④ 必要なパラメータ(積算回数など)を変更します。

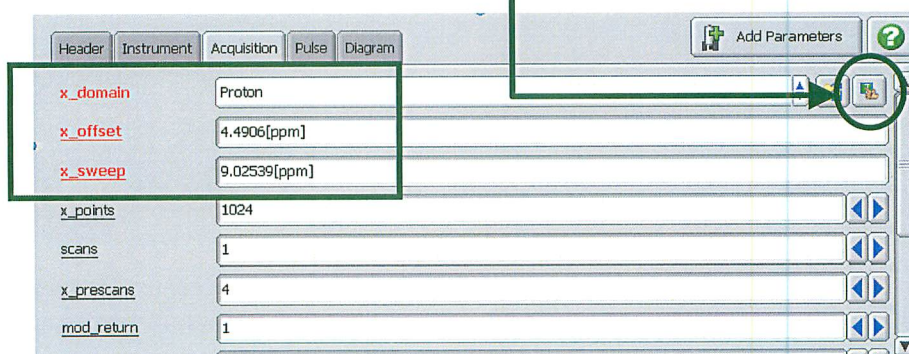
### ◆ 観測範囲の変更方法

1. 1次元の1Hスペクトルから任意の範囲に拡大します。



1Dスペクトルの拡大(選択範囲)

2. 1次元の1Hスペクトルは画面上(モニター上)に残しておきます。
3. 『Acquisition』タブの右側にある  アイコンをクリックして、先ほど拡大した1Dデータを選択すると、『x\_offset』と『x\_sweep』の値が自動入力されます。



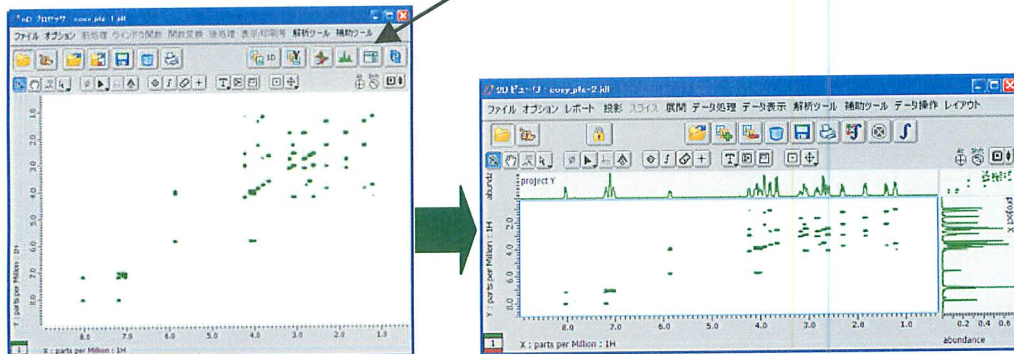
- ⑤  **測定登録** をクリックすることで、測定が開始されます。



## 1.12 COSYデータ処理


### ● 高分解能データの貼付

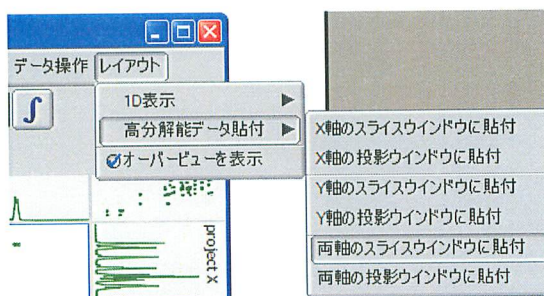
- ① 測定が終了すると下図が表示されます。をクリックして高分解能データ貼り付けウィンドウを表示させます。



nDプロセッサと2Dビューフウィンドウ

☞ 標準状態では投影データが貼り付けられています。

- ② 2Dビューフウィンドウのアイコンをクリックします(アイコンが凹む)  
 ③ プルダウンメニューの[レイアウト]⇒[高分解能データ貼付]⇒[両軸のスライスウィンドウに貼付]を選択します。

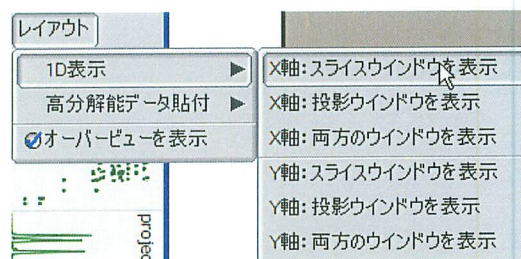


高分解能データの貼付

☞ HMQCなど $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ の場合などは、個々の軸に高分解能スペクトルを貼り付けます。

- ④ マウスカースルが指マークに変化します。  
 ⑤ 1次元の $^1\text{H}$ スペクトルを選択します。

- ⑥ プルダウンメニューの[レイアウト]⇒[1D表示]⇒[X軸:スライスウィンドウを表示]を選択します。

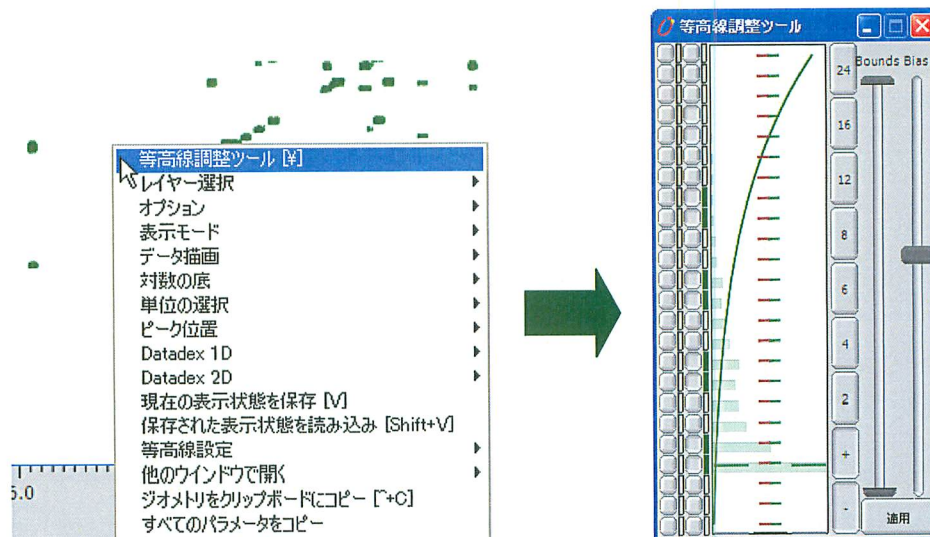


スライスウィンドウの選択

- ⑦ プルダウンメニューの[レイアウト]⇒[1D表示]⇒[Y軸:スライスウィンドウを表示]を選択します。  
 ⑧ 表示されている2Dビューフに高分解能データが張付きます。

### ● 等高線表示の変更

- ① 2Dビューフのスペクトル上で、マウスを右クリック(長押し)します。  
 ② 表示されるメニューから[等高線調整ツール]を選択します。



等高線調整ツールの読み出し

- ③ 等高線調整ツールを使用して、適切な表示を行います。

## ● 2Dデータのリファレンス設定

- 2Dスペクトルと高分解能スペクトルの信号位置がずれた場合の位置合わせ方法です。
- ネイティブスケールの場合はこの操作は不要です。

- ① 1次元の高分解能スペクトルを貼り付けた、2Dビューフのプルダウンメニューから [補助ツール]⇒[ジオメトリツール]⇒[リファレンスのコピー]を選択します。



リファレンスコピー


- ② 新たに開いた[化学シフト基準のコピー]ウィンドウで以下の操作を行います。
1. コピー元データ をクリックして基準となるスペクトルを選択します。  
この場合、2Dビューフに貼り付けたf2側(またはf1側)スペクトルを選択します。
  2. コピー先データ をクリックして、対象の2Dスペクトルを選択します。
  3. 適用軸をクリックします。  
 拡大がリセットされます。
  4. 元に戻す場合には、[取消]をクリックします。

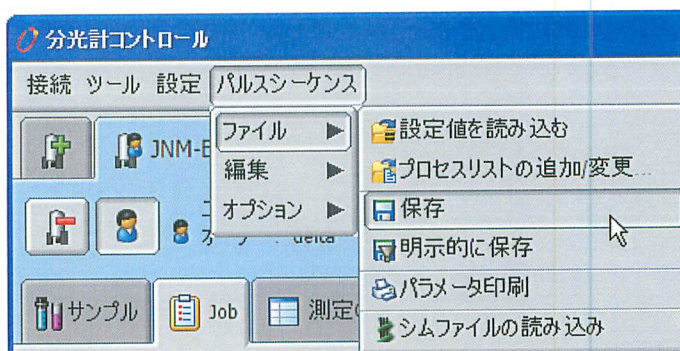


## 1.13 パルスシーケンスの保存と読み出し

### ● パルスシーケンスの保存

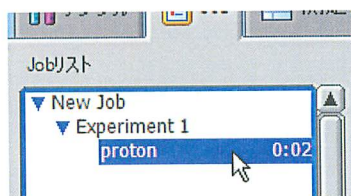
- 積算回数や、auto\_gain、force\_tuneなどの測定パラメータを個別に変更したパルスシーケンスを保存することが出来ます。

- ① サンプル登録を行い、Jobを作成します。  
 測定を実行しないので、サンプルをSCMへセットする必要はありません。
- ② パラメータ変更したパルスシーケンスを作成する。
- ③ プルダウンメニューの[パルスシーケンス]⇒[ファイル]⇒[保存]を選択します。



パルスシーケンスの保存

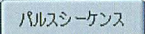
-  パルスシーケンスの保存の時には、下図の状態で行います。



-  Jobリスト上のパルスシーケンス部分を選択した状態で行います。

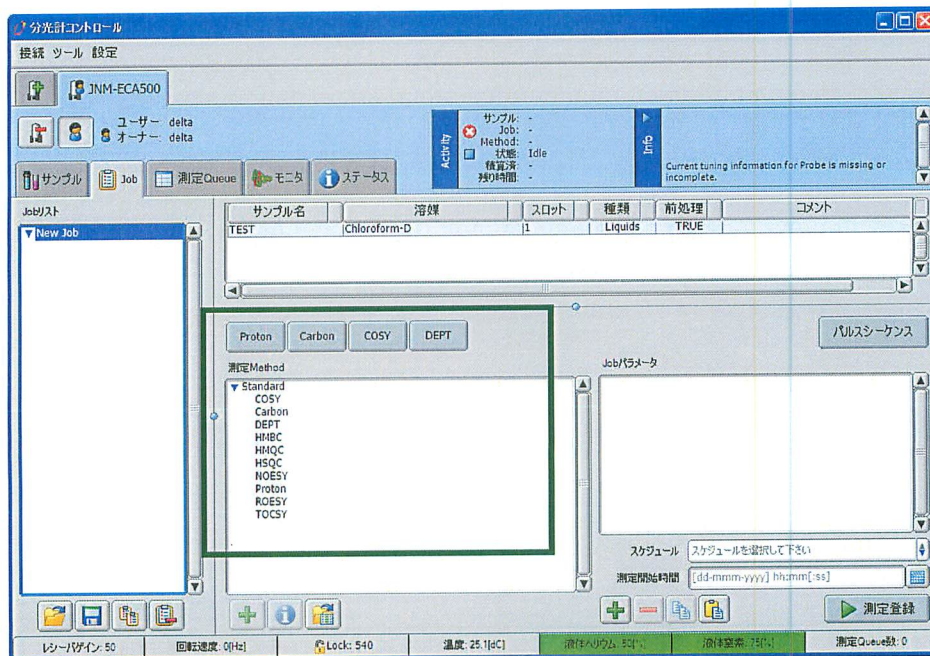
- ④ [パルスシーケンスを保存]ウィンドウが開きますので、名前を付けて保存します。
- ⑤ 保存先は任意ですが、デスクトップ上にフォルダを作成して保存することをお勧めします。

### ● 読み出し

- ① Jobを作成した段階で、 パルスシーケンス をクリックします。
- ② 保存先を選択し、パルスシーケンスを読み出します。

## 1.14 オートメーションテンプレート

- ◆ [オートメーションテンプレート]とは[Job]作成時に表示されている簡易アイコンや標準的な測定です。



オートメーションテンプレート

- ◆ [オートメーションテンプレート]を使用した測定の場合は以下の動作が自動で行われます。(設定変更可能です。詳細はサービス員にお問い合わせください)

項目	設定	備考
自動印刷	ON/OFF可能	管理者扱い
ピークピッキング	1H, 13Cの1次元スペクトル	印刷時
積分曲線	1Hの1次元スペクトル	印刷時
ディスプレイへの表示無し	ON/OFF可能	測定登録前

- ◆ ディスプレイへの表示を行う場合には下記の設定を行います。

- 各パルスシーケンスにて、データの自動取得に『チェック』を入れます。


データの自動取得
 ▶ 測定登録

☞ オートメーションテンプレートでは、データの自動取得を標準設定では行われません。

- ◆ それぞれの測定において、測定パラメータを変更することができます。

## ● オートメーションテンプレートの測定内容

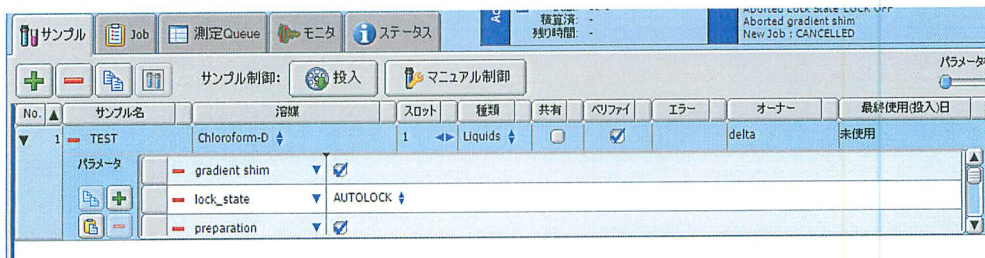
Method	測定内容	種類	積算回数	測定時間
Proton	$^1\text{H}$ 測定	1次元	8	約2分
Carbon	$^{13}\text{C}$ 測定		1024	約49分
DEPT	DEPTによる $^{13}\text{C}$ 原子判別		512	約24分
COSY	$^1\text{H}$ 観測同種核シフト相関(絶対値)	2次元	1	約8分
TOCSY	$^1\text{H}$ 観測同種核シフト相関(位相検波)		4	約29分
NOESY	$^1\text{H}$ 観測同種核NOE相関(位相検波)		4	約1時間
ROESY	$^1\text{H}$ 観測同種核ROE相関(位相検波)		4	約1時間
HMQC	$^1\text{H}$ 観測異種核シフト相関(絶対値)		4	約1時間
HSQC	$^1\text{H}$ 観測異種核シフト相関(位相検波)		2	約1時間
HMBC	$^1\text{H}$ 観測ロングレンジ異種核シフト相関(絶対値)		8	約1時間

 測定時間は標準設定の場合です。



## 1.15 サンプル定義の説明

- ◆ サンプル定義には試料管のLoadから分解能調整などがパラメータ設定されています。下表にデフォルト設定を記載します。
- ◆ サンプル定義の確認方法は下図を参照してください。
- ◆ サンプル定義の展開方法はサンプル定義の左端の▶をクリックします。



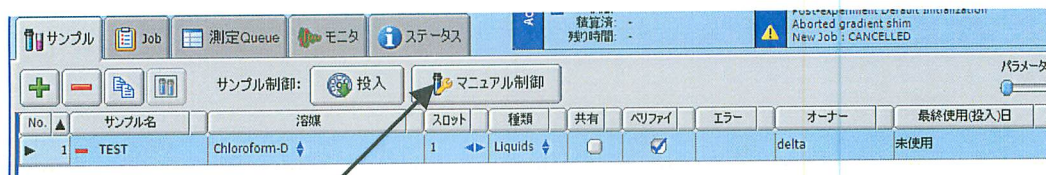
サンプル定義の展開

項目	内容	デフォルト	備考
gradient shim	自動分解能調整	ON	測定前に実行
lock_state	ロック動作	AUTO LOCK	測定前に実行
preparation	動作の許可	ON	
spin_set	設定回転数	15[Hz]	
spin_state	試料管回転動作	ON	Load後に試料管回転
temp_set	設定温度	25[dC]	
temp_state	温度可変動作	OFF	測定前に実行

## 1.16 マニュアルでのサンプル操作

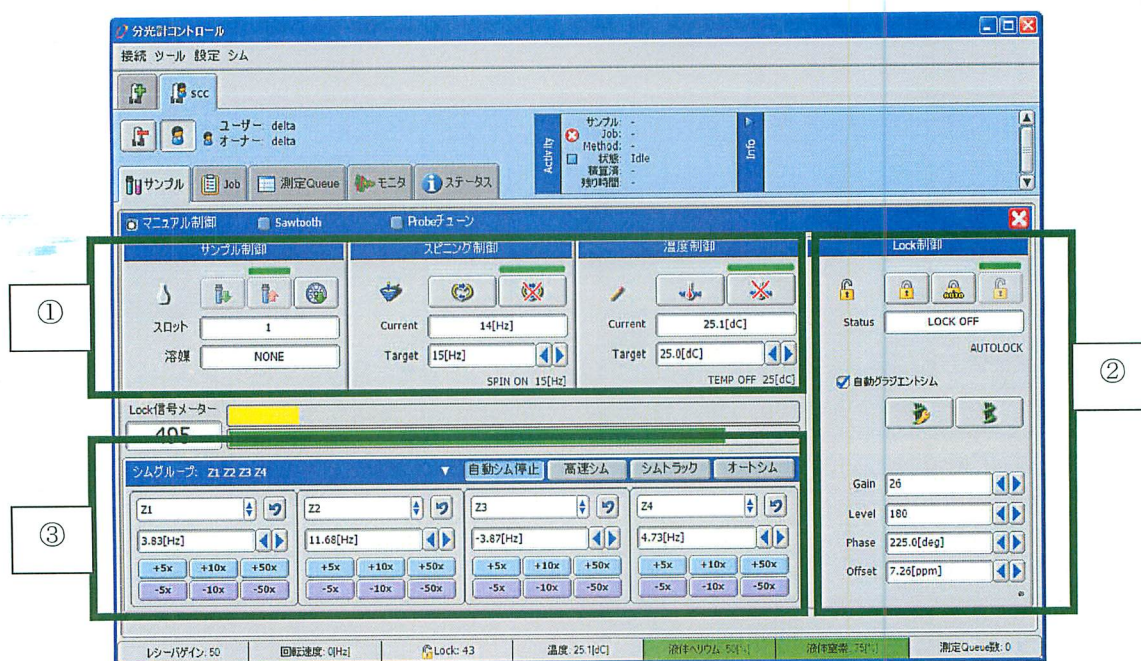
### ■ サンプルのLoad/Eject、SPIN、Lock、分解能調整

① サンプル定義を作成し、選択状態にします。



サンプル定義の作成と選択

② **マニュアル制御** アイコンをクリックし、マニュアル制御パネルを開きます。



マニュアル制御パネル

エリア	項目	動作	備考
①	サンプル制御	サンプルのLoad/Eject	サンプルロード後、溶媒認識
	スピニング操作	試料管の回転、回転数	
	温度制御	温度可変、温度設定	
②	Lock制御	オートロック、ロック、ロックオフ	サンプル定義と連動
		グラジエントシム	
③	シムグループ	オートシム	注意あり以降参照
		マニュアルシムパネル	



● オートシム実行時の注意点

- ◆ オートシム実行前に[シムグループ]を必ず選択してください。  
シムグループ表示されているシム項が動作します。
- ① オートシムを実行するシム項を選択します。



- ② シムグループをリストの中から選択し、**高速シム** **シムトラック** **オートシム** のいずれかのアイコンを押します。
- ③ 停止する場合は**自動シム停止**を押します。

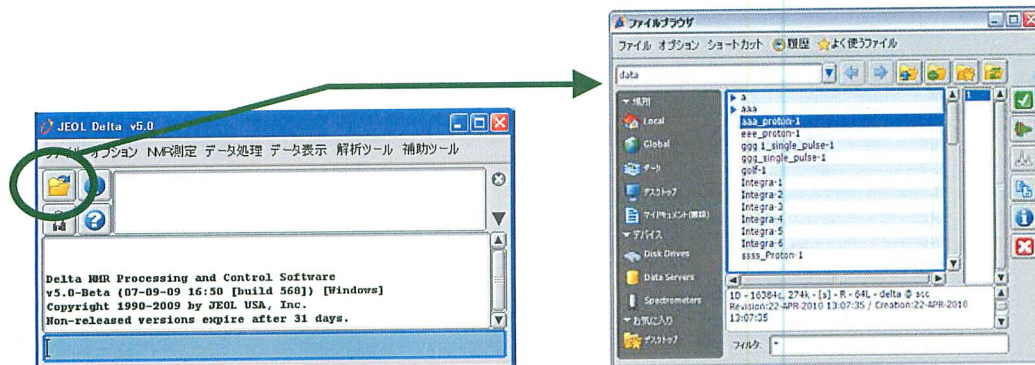
例：シムグループにてZ1、Z2を設定した場合の動作です。

- **高速シム**：およそ2～3分でZ1、Z2の分解能調整を行います。  
分解能調整終了後、**高速シム**は停止します。
- **シムトラック**：700MHz以上の高磁場SCM対応用です。
- **オートシム**：およそ4～5分でZ1、Z2の分解能調整を行います。  
分解能調整終了後も**オートシム**を継続して分解能調整を行います。






## 1.17 データの保存場所


### ● 過去のデータを開く



deltaコンソール と ファイルブラウザ ウィンドウ

- ① [deltaコンソール]ウィンドウの  アイコンをクリックします。
- ② [ファイルブラウザ]ウィンドウが開きます。
- ③  をクリックします。
- ④ 任意のデータを選択して、 をクリックするとデータが開きます。

保存先を任意変更されたデータは個別に保存先を指定してください。

 の保存データは一度、ディスプレイ表示されたデータになります。

### ● データの説明




- ◆ データを選択すると、[ファイルブラウザ]下部に情報が出ます。


① ② ③ ④ ⑤ ⑥  
 ⑦ 1D - 16384c, 289k - [s] - R - 64L - datum @ ECX 400P  
 Revision:29-MAR-2007 11:32:48 / Creation:29-MAR-2007  
 11:33:35

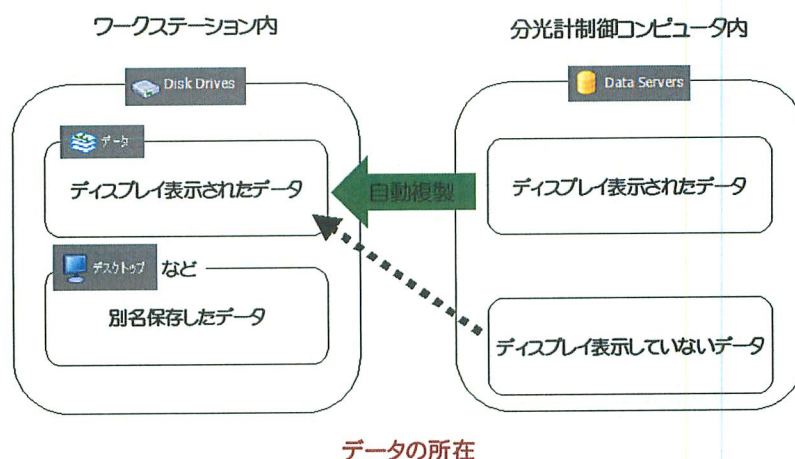
ファイル情報


番号	項目	意味
①	次元	1D=1次元、2D=2次元、3D=3次元
②	ポイント数	データのポイント数
③	データ容量	289k=289kバイト
④	時間/周波数	s=時間領域データ(FIDデータ)、 Hz, ppmなど=周波数領域データ(フーリエ変換データ)
⑤	データ並び	R=Ranged、S=Sparsed
⑥	測定者	
⑦	データ取得時間	


● ディスプレイ表示していないデータの保存先

- ① [deltaコンソール]ウィンドウの  アイコンをクリックします。
- ② [ファイルブラウザ]ウィンドウが開きます。
- ③  Data Servers をクリックします。
- ④ 任意のデータを選択して、 をクリックするとデータが開きます。

 Data Servers には、すべてのデータが保存されています。  
 また、一度もディスプレイ表示していないデータの一時保管先です。  
 (主に、オートメーションテンプレートを使用した測定+自動印刷のデータです)



- ◆ ディスプレイ表示されたデータはワークステーション内のハードディスクに保存されます。
- ◆ オートメーションテンプレートで測定し、ディスプレイ表示されなかったデータは[分光計制御コンピュータ]内部に保存されています。
- ◆  Data Servers から読み出すことで、ワークステーション内に自動的に複製保存します。

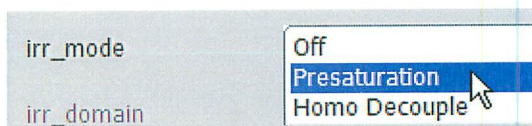
 Data Servers から、同じデータを何度も読み出すと、同じデータが何度も複製されます。  
 上書き保存ではなく、データの管理番号をその都度繰り上げになります。

## 1.18 付録

### ■ 1H Presaturation測定

#### ◆ 手順

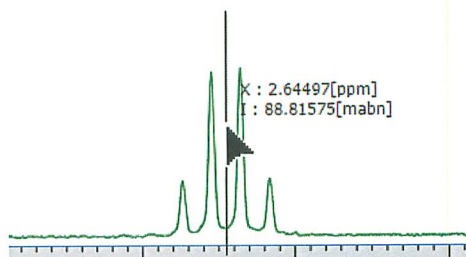
- ① 1次元の1H測定を行います。  
パルスシーケンス: global/basic/proton.jxp
- ② Jobを新規作成し、指定のパルスシーケンスを開きます。  
パルスシーケンス: global/1d/All Files/single\_pulse.jxp
- ③ 各種パラメータを任意に変更します。
- ④ [Pulse]タブの[irr\_mode]から[Presaturation]を選択します。



irr\_mode選択

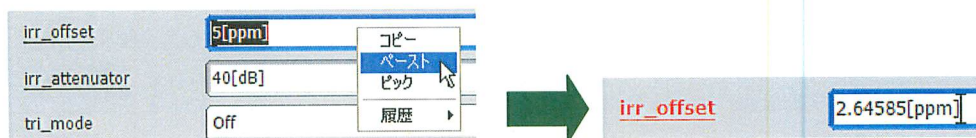
- ⑤ irr\_offsetに1H測定データから照射位置を選択します。

1. 1H測定データの任意のピークを拡大します。
2. を選択し、任意ピークの中心でクリックします。



照射位置の認識

3. パルスシーケンスの[Pulse]タブのirr\_offsetにカーソルを合わせて、マウスの右クリック(長押し)して、[ペースト]を選択すると照射位置が入力されます。



- ⑥ [Pulse]タブの[irr\_attenuator]の値を設定します。

irr\_attenuatorの値に注意してください

照射の出力パワーに該当します

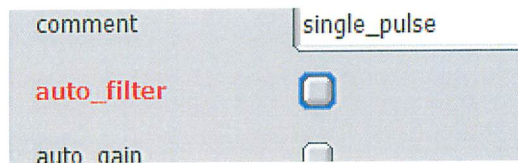
40[dB]より、数値を小さくしないでください。0[dB]でフルパワーになります



## ■ 1H Homo Decoupling測定

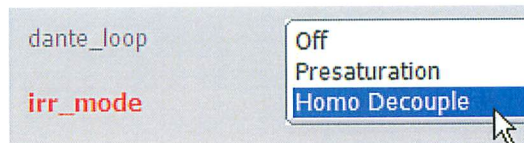
### ◆ 手順

- ① 1次元の1H測定を行います。  
パルスシーケンス: global/basic/proton.jxp
- ② Jobを新規作成し、以下の指定のパルスシーケンスを開きます。  
パルスシーケンス: global/1d/All Files/single\_pulse.jxp
- ③ [Header]タブにある[auto\_filter]をOFFにします。



auto\_filter = OFF


- ④ 各種パラメータを任意に変更します。
- ⑤ [Pulse]タブの[irr\_mode]から[Homo Decouple]を選択します。



irr\_mode選択

- ⑥ 以降の設定は、前述『1H Presaturation測定』と同じ方法です。

irr\_attenuatorの値に注意してください  
照射の出力パワーに該当します  
40[dB]より、数値を小さくしないでください。0[dB]でフルパワーになります

 照射位置のコピー&ペーストを使用することで、差NOE測定などで、選択励起測定などに応用できます。

ROYAL\_HFX プローブ簡易マニュアル  
2ch 構成装置向け  
(ECZ シリーズ、NMR ソフトウェア Delta\_v5.2 以降)



2017年4月12日版

## 目次

<b>1. ROYAL HFX プローブの装置構成と特徴</b> .....	<b>3</b>
1.1. ROYAL HFX プローブの装置構成 .....	3
1.2. ROYAL HFX プローブの特徴.....	3
<b>2. 測定前の確認</b> .....	<b>4</b>
2.1. マニュアル制御画面でのプローブチューニングについて.....	4
2.2. チューニングの基本動作：測定時の HF 1 の設定について .....	5
<b>3. 三重共鳴測定用パルスシーケンス</b> .....	<b>6</b>
3.1. 用意された測定シーケンス.....	6
3.2. 測定目的： .....	6
<b>4. ROYAL HFX プローブによる 1 次元 NMR 測定例</b> .....	<b>7</b>
4.1. $^1\text{H}$ NMR、 $^1\text{H}\{^{19}\text{F}\}$ 測定： tfh_1d_proton.jsp .....	8
4.2. $^{19}\text{F}$ NMR、 $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ 測定： tfh_1d_fluorine.jsp.....	9
4.3. $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ 、 $^{13}\text{C}\{^{19}\text{F}\}$ 、 $^{13}\text{C}\{^1\text{H}, ^{19}\text{F}\}$ 測定： tfh_single_pulse_triple_dec.jsp .....	10
<b>5. ROYAL HFX プローブによる 2 次元 NMR 測定例</b> .....	<b>11</b>
5.1. $^{19}\text{F}$ _cosy 測定： 19f_cosy_pfg.jsp .....	11
5.2. $^{19}\text{F}$ - $^{13}\text{C}$ hmqc： 13c-19f_hmqc_pfg.jsp.....	11
5.3. $^{19}\text{F}$ - $^{13}\text{C}$ hmbc： 13c_19f_hmqc_pfg.jsp .....	12
<b>6. 付録：</b> .....	<b>12</b>
6.1. 測定モード名と目的.....	12
6.2. ご使用に際してのお願い .....	12

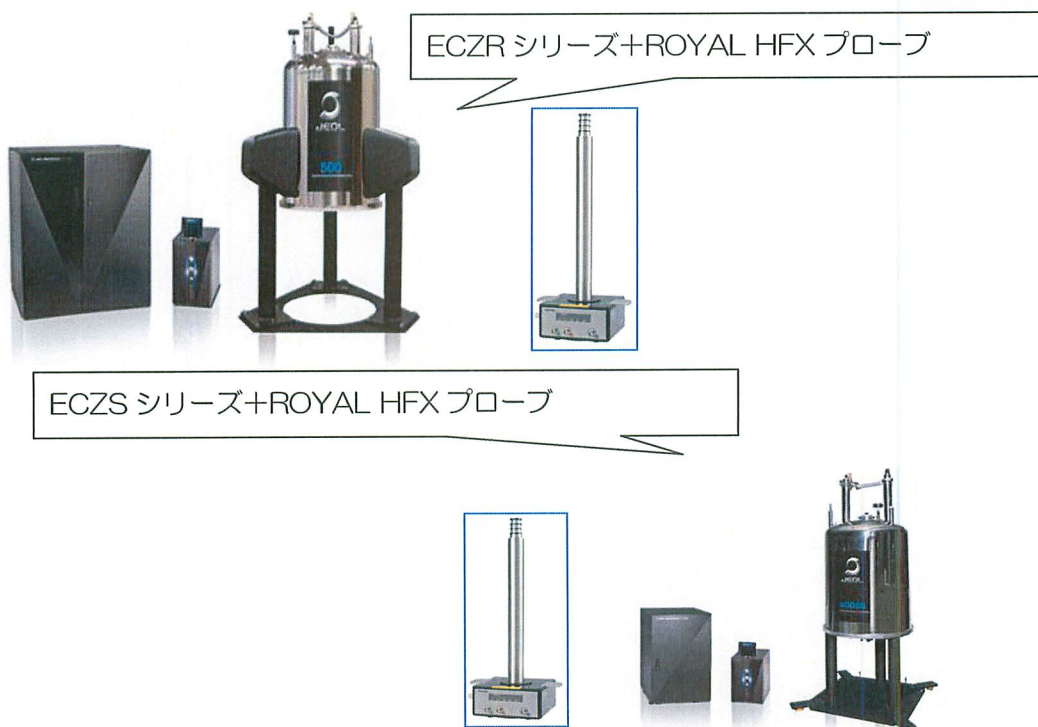


## 1. ROYAL HFX プローブの装置構成と特徴

### 1.1. ROYAL HFX プローブの装置構成

ECZR、ECZS シリーズの標準装置構成で三重共鳴測定可能です。

- ・ ECZR の標準構成：HF 1ch+LF 1ch の合計 2ch
- ・ ECZS の標準構成：HF 1ch+LF 1ch の合計 2ch



### 1.2. ROYAL HFX プローブの特徴

ROYAL HFX プローブは、高感度 2ch プローブである ROYAL プローブ(X,  $^1\text{H}$  or  $^{19}\text{F}$ )に加え、さらに、三重共鳴測定が可能なプローブ機能 (HFX) を持つプローブとして開発されたプローブです。

本資料では、そのうちの 2ch 構成の分光計で 3 重共鳴測定を可能にした HFX 測定に  
いてまとめています。

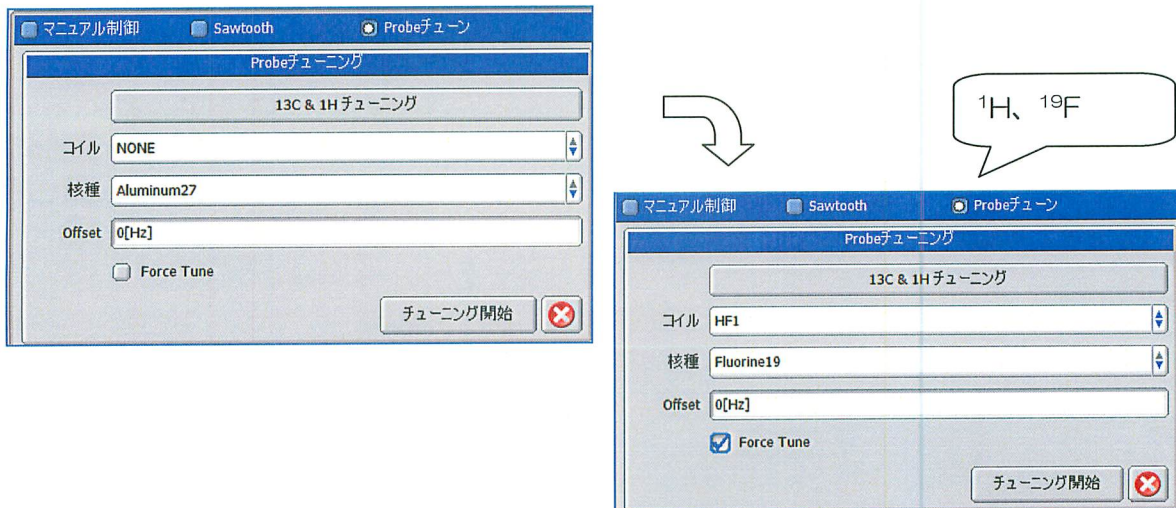
その特徴は、

オートチューニングユニット付きで、 $^1\text{H}\{^{19}\text{F}\}$ 、 $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ 、 $^{13}\text{C}\{^{19}\text{F}, ^1\text{H}\}$ 、 $\text{X}\{^{19}\text{F}, ^1\text{H}\}$  測定が可能です。尚、 $^{19}\text{F}$  核のケミカルシフトの広い範囲の照射には、複数の位置を照射可能にしています。

## 2. 測定前の確認

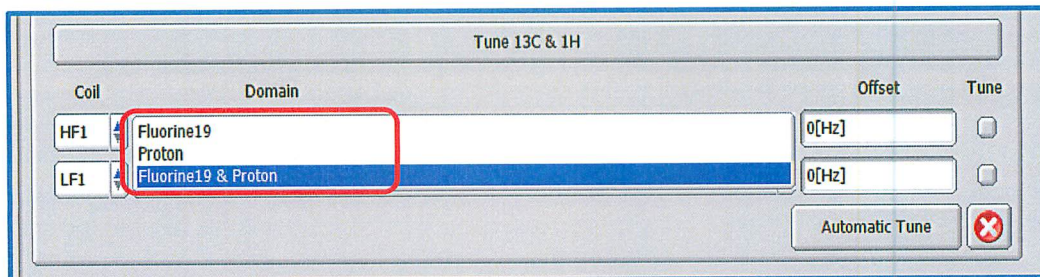
### 2.1. マニュアル制御画面でのプローブチューニングについて

①通常のマニュアル・プローブチューン・・・通常のプローブとして使用



②ROYAL HFX プローブでの Dual プローブチューン (1H と 19F のため)

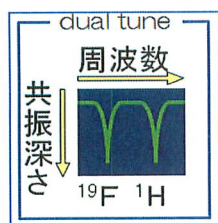
・ **Fluorine19& Proton** が追加されました。



◇動作：

2ch 構成時 HF1 で、Proton または Fluorine19 を選択時は single tune モードを選択したことを示し、Fluorine19& Proton を選択時は dual tune モードを選択したことを示します。

Dual\_tune の動作時の模式図



Fluorine19& proton モニター画面

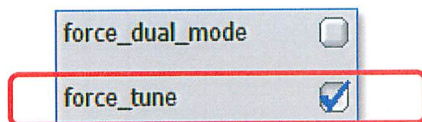


2.2. チューニングの基本動作：測定時の HF 1 の設定について  
その設定は下記の通りです。

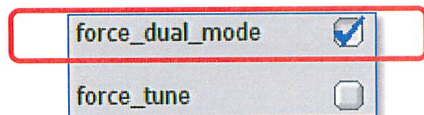
- a) HF1 :  $^1\text{H}$  : Single tune mode
- b) HF1 :  $^{19}\text{F}$  : Single tune mode
- c) HF1 :  $^{19}\text{F}$  &  $^1\text{H}$  : Dual tune mode

\*force dual mode と force tune について

a)、b)の場合、experiment の header タブにありますパラメータ、「force tune」は従来のプローブと同様に、測定開始時に強制的にプローブチューニングが行われます。



c)の  $^{19}\text{F}$  &  $^1\text{H}$  の測定のために、header タブには「force\_dual\_mode」が用意されました。force\_dual\_mode チェックマークがある場合は、いずれの測定の場合にも  $^{19}\text{F}$  &  $^1\text{H}$  の Dual\_tune mode が維持されます。

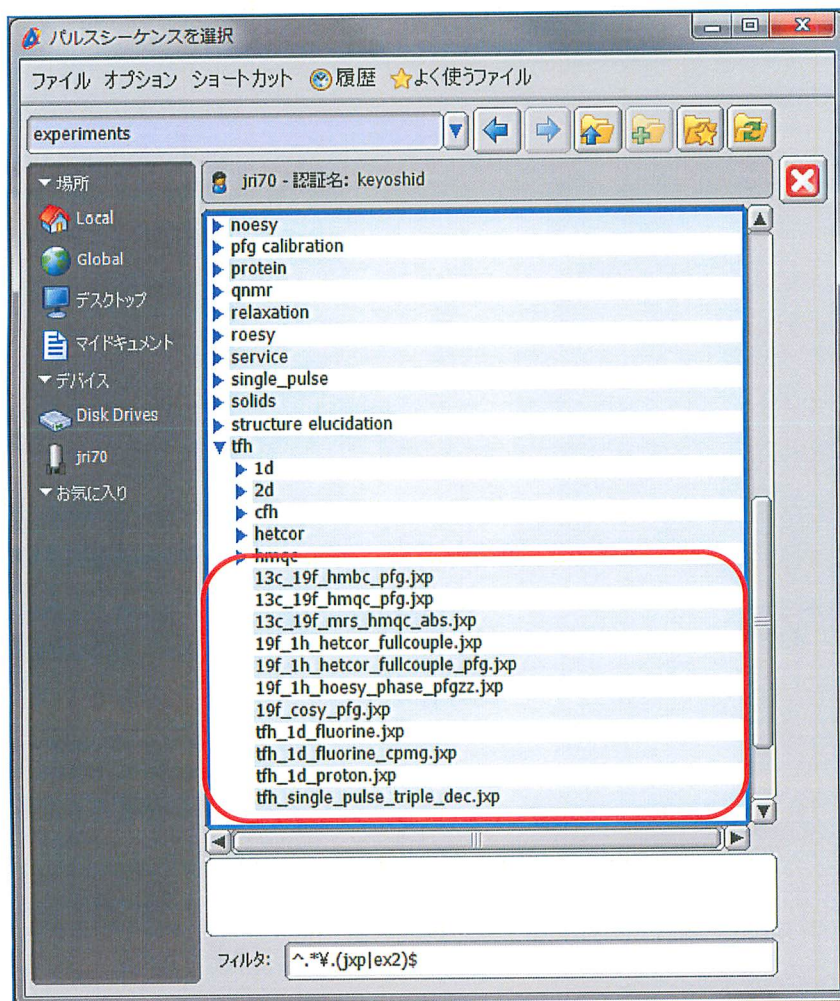


尚、「force tune」と「force\_dual\_mode」を交互に利用したい場合は、再度チューニングの操作が行われます。



### 3. 三重共鳴測定用パルスシーケンス

#### 3.1. 用意された測定シーケンス



#### 3.2. 測定目的：

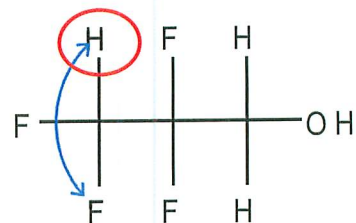
- 1次元 NMR 測定
  - ① tfh\_1d\_proton.jxp :  $^1\text{H}$ -NMR、 $^1\text{H}\{^{19}\text{F}\}$
  - ② tfh\_1d\_fluorine.jxp :  $^{19}\text{F}$ -NMR、 $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$
  - ③ tfh\_single\_pulse\_triple\_dec.jxp :  
 $^{13}\text{C}\{^1\text{H}, ^{19}\text{F}\}$ 、 $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ 、 $^{13}\text{C}\{^{19}\text{F}\}$
- 2次元 NMR 測定
  - ② 19f\_cosy\_pfg.jxp :  $^{19}\text{F}$ \_cosy
  - ② 13c\_19f\_hmqc\_pfg.jxp :  $^{19}\text{F}$ - $^{13}\text{C}$ hmqc
  - ③ 13c\_19f\_hmbc\_pfg.jxp :  $^{19}\text{F}$ - $^{13}\text{C}$  hmbc

#### 4. ROYAL HFX プローブによる1次元 NMR 測定例

◇本資料で使用するデータのサンプル情報です。

サンプル名,2,3,3,-TetraFluoro-1-propanol

- $\text{CHF}_2\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OH}$
- MW: 132
- mp :  $-19^\circ\text{C}$  、 mp : bp:  $107^\circ\text{C}$
- 20 wt % TFP/ $\text{CDCl}_3$

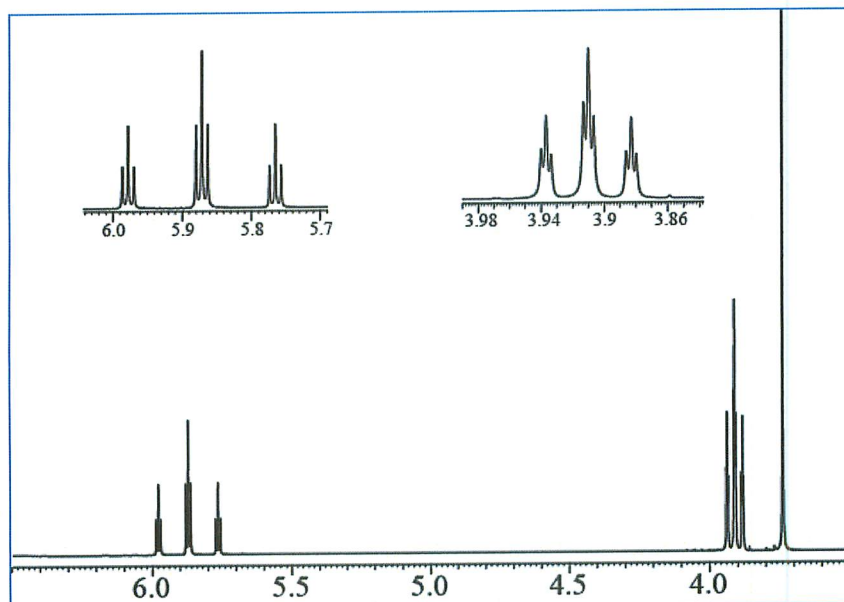


${}^2\text{J}_{\text{HF}}=53\text{Hz}$ で ${}^2\text{J}$ ですが大きな  
ロングレンジカップリングです。

4.1.  $^1\text{H}$  NMR、 $^1\text{H}\{^{19}\text{F}\}$ 測定：tfh\_1d\_proton.jxp

◇ $^1\text{H}$  NMR 測定

測定条件：積算回数：8回

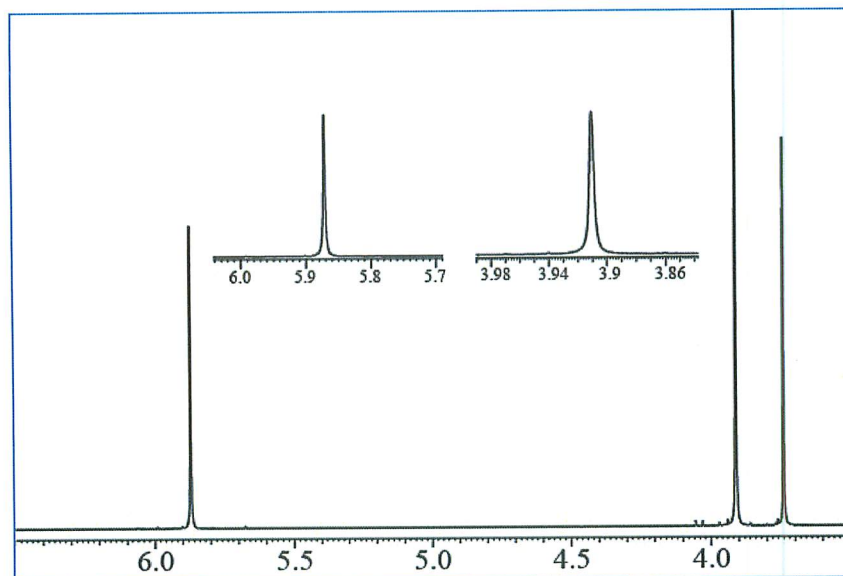


◇ $^1\text{H}\{^{19}\text{F}\}$ 測定：

測定条件：積算回数：8回、

① 照射モード：WALTZ、 $^{19}\text{F}$ 照射位置：-133[ppm]

② 照射モード：CW、 $^{19}\text{F}$ 照射位置：-139[ppm]

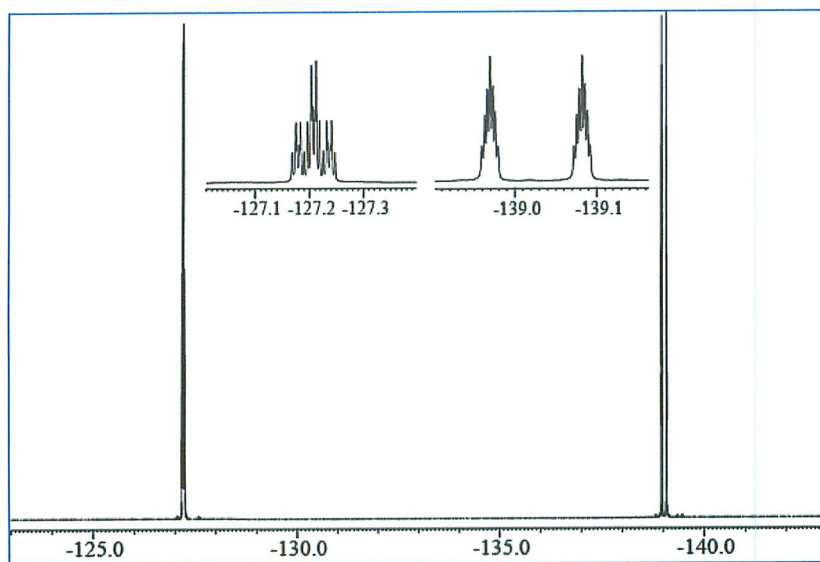




#### 4.2. $^{19}\text{F}$ NMR、 $^{19}\text{F}$ { $^1\text{H}$ } 測定 : tfh\_1d\_fluorine.jxp

◇  $^{19}\text{F}$  NMR 測定

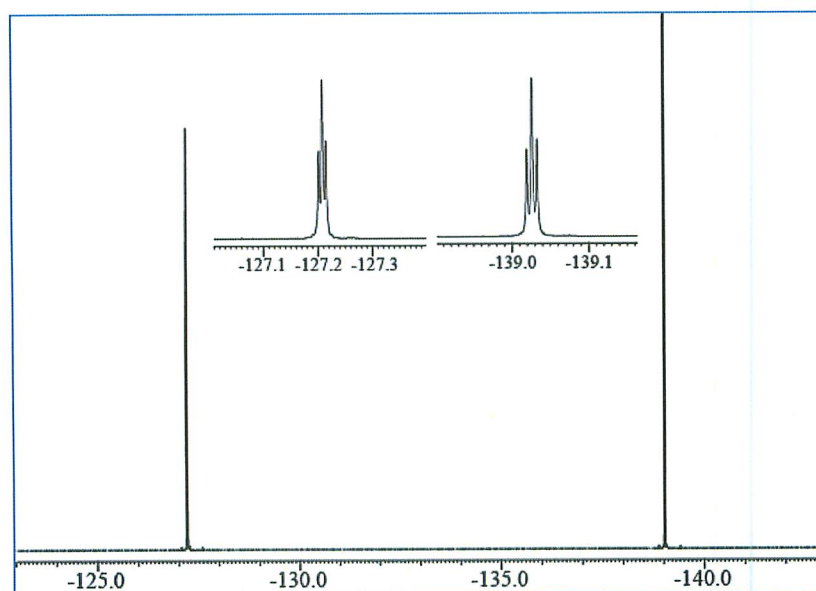
測定条件 : 8 回積算、 $x_{\text{offset}} : -133[\text{ppm}]$ 、 $x_{\text{sweep}} : 20[\text{ppm}]$



◇  $^{19}\text{F}$  { $^1\text{H}$ } 測定

測定条件 : 8 回積算、

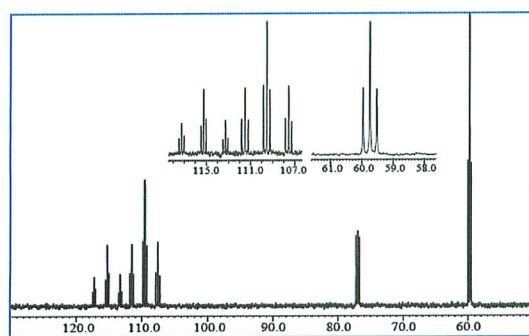
- ① 照射モード : WALTZ 、 $^1\text{H}$  照射位置 : 5[ppm]
- ② 照射モード : CW 、 $^1\text{H}$  照射位置 : 5.87116[ppm]



4.3.  $^{13}\text{C}$  {  $^1\text{H}$  }、 $^{13}\text{C}$  {  $^{19}\text{F}$  }、 $^{13}\text{C}$  {  $^1\text{H}$ 、 $^{19}\text{F}$  } 測定：  
tfh\_single\_pulse\_triple\_dec.jpz

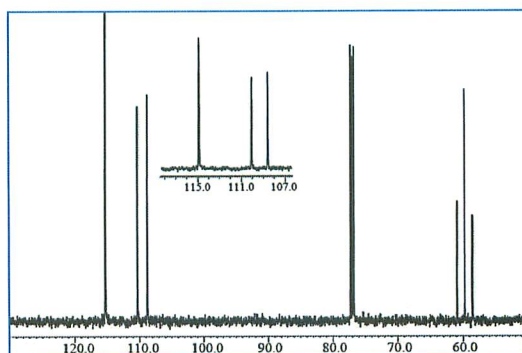
◇ $^{13}\text{C}$  {  $^1\text{H}$  } 測定

測定条件：16回積算、照射モード：WALTZ、 $^1\text{H}$ 照射位置：5[ppm]



◇ $^{13}\text{C}$  {  $^{19}\text{F}$  } 測定

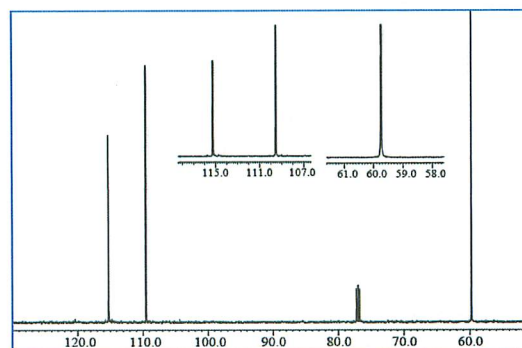
測定条件：16回積算、照射モード：MPF5、 $^{19}\text{F}$ 照射位置：-133[ppm]



◇ $^{13}\text{C}$  {  $^1\text{H}$ 、 $^{19}\text{F}$  } 測定

測定条件：16回積算、

- ① 照射モード：WALTZ、 $^1\text{H}$ 照射位置：5[ppm]
- ② 照射モード：MPF5、 $^{19}\text{F}$ 照射位置：-133[ppm]

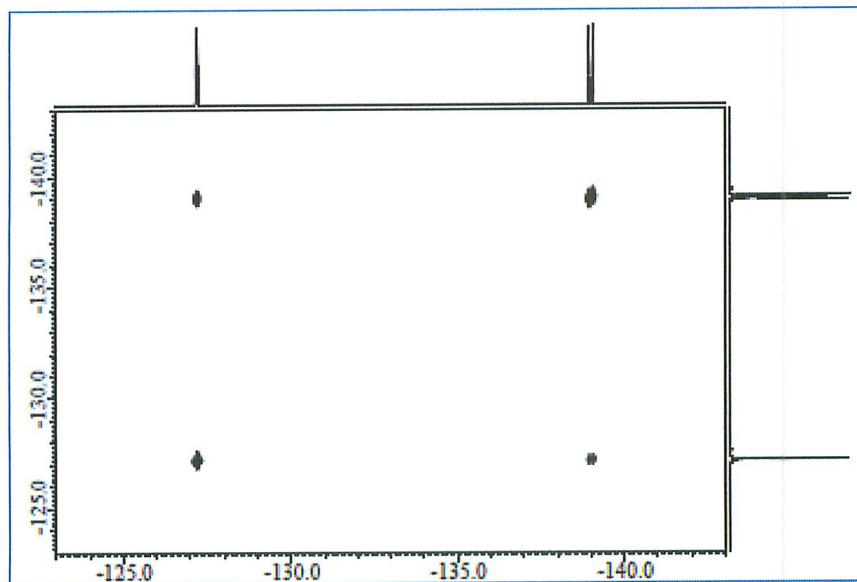


## 5. ROYAL HFX プローブによる 2 次元 NMR 測定例

### 5.1. $^{19}\text{F}$ cosy 測定 : 19f\_cosy\_pfg.jxp

◇ $^{19}\text{F}$  cosy 測定

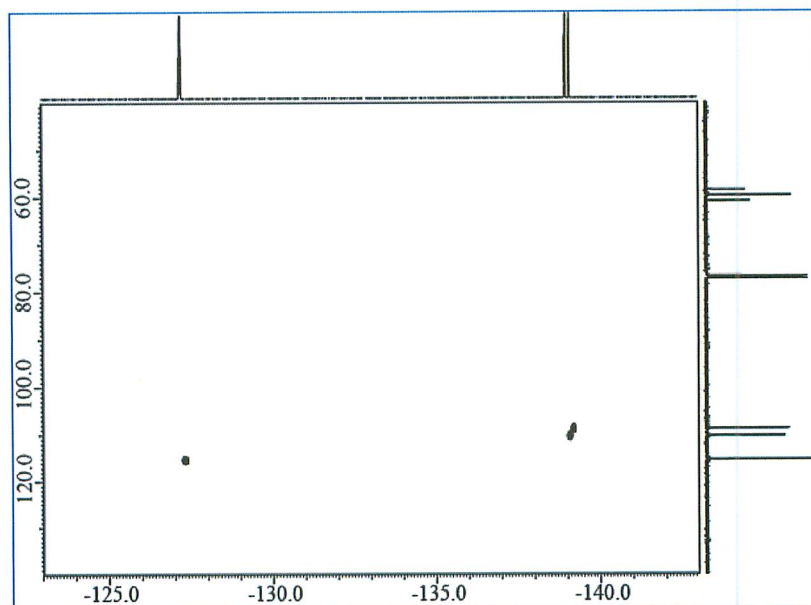
測定条件 : 4 回積算、



### 5.2. $^{19}\text{F}$ - $^{13}\text{C}$ hmqc : 13C-19F\_hmqc\_pfg.jxp

◇ $^{19}\text{F}$  - $^{13}\text{C}$  hmqc 測定

測定条件 : 4 回積算、

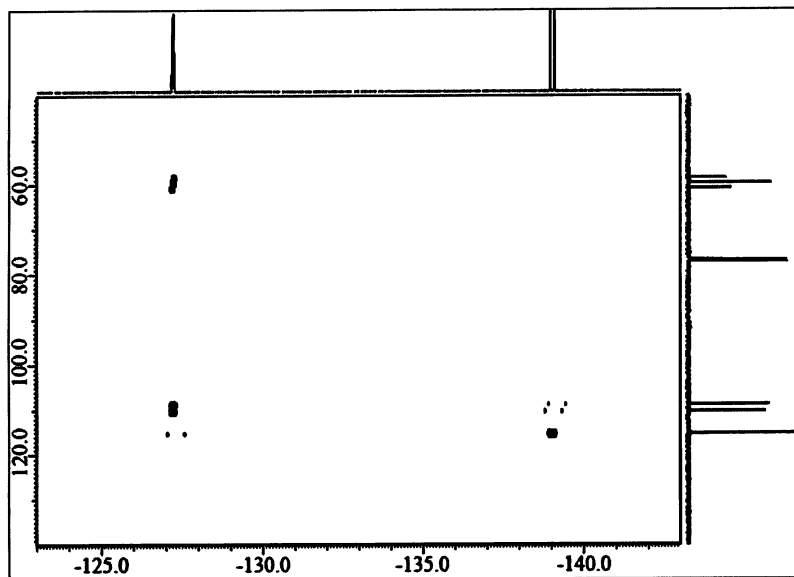




### 5.3. $^{19}\text{F}$ - $^{13}\text{C}$ hmbc : 13c\_19f\_hmac\_pfg.jxp

◇  $^{19}\text{F}$ - $^{13}\text{C}$  hmbc

測定条件：4回積算、



## 6. 付録：

### 6.1. 測定モード名と目的

No.	測定モード名(v5.2)	目的
1	tfh_1d_proton.jxp	$^1\text{H}$ NMR、 $^1\text{H}\{^{19}\text{F}\}$
2	tfh_1d_fluorine.jxp	$^{19}\text{F}$ NMR、 $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$
3	tfh_single_pulse_triple_dec.jxp :	$^{13}\text{C}\{^1\text{H}, ^{19}\text{F}\}$ 、 $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ 、 $^{13}\text{C}\{^{19}\text{F}\}$ $\text{X}\{^1\text{H}, ^{19}\text{F}\}$ 、 $\text{X}\{^1\text{H}\}$ 、 $\text{X}\{^{19}\text{F}\}$ 注： $\text{X} = ^{15}\text{N} \sim ^{31}\text{P}$
4	19f_cosy_pfg.jxp	$^{19}\text{F}$ cosy
5	13c_19f_hmac_pfg.jxp	$^{19}\text{F}$ - $^{13}\text{C}$ hmac
6	13c_19f_hmbc_pfg.jxp	$^{19}\text{F}$ - $^{13}\text{C}$ hmbc

### 6.2. ご使用に際してのお願い

- Single tune mode - Dual tune mode間チューニングの際にldelerコイルが動作する事により少し分解能が低下することがあります。  
必要があれば再度、分解能調整を行うようお願いいたします。
- 2chプローブとして使用される場合には、従来のROYALプローブと同等の性能でお使いいただけます。