

iconNMR を用いた自動測定に関するマニュアルです。

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。付属の 24 連オートサンプルチェンジャーと併用することで、複数のサンプルに対して自動測定を設定して実行可能です。

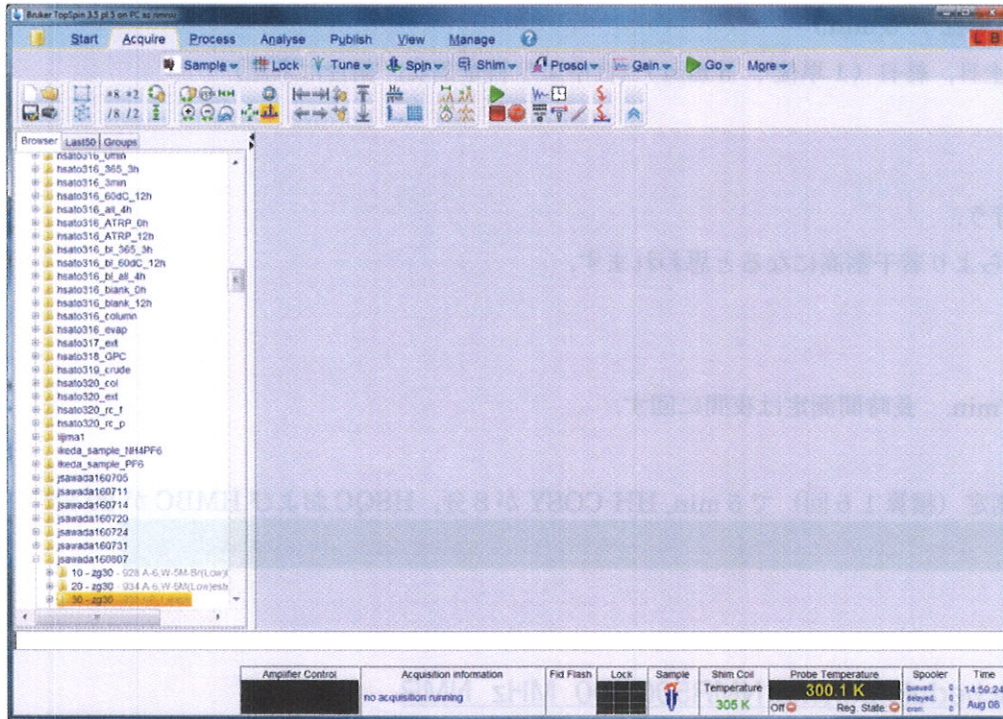


図 1. TopSpin ウィンドウ

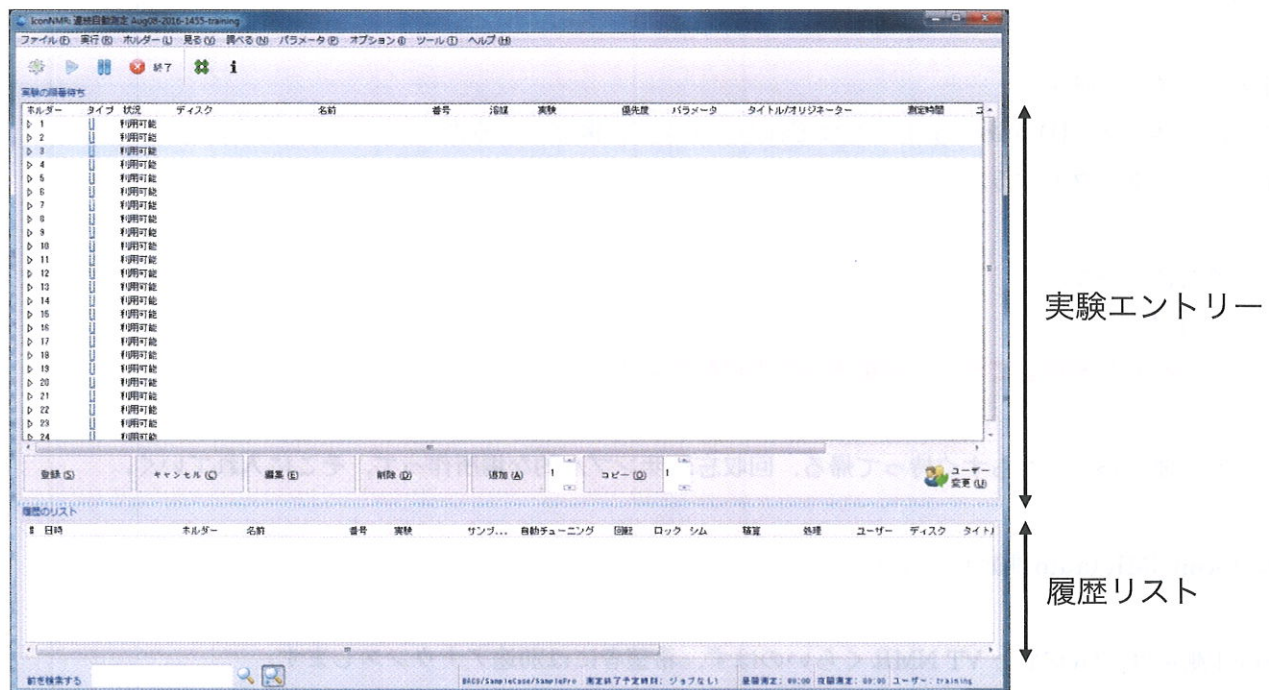
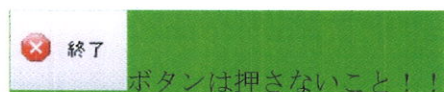


図 2. iconNMR ウィンドウ

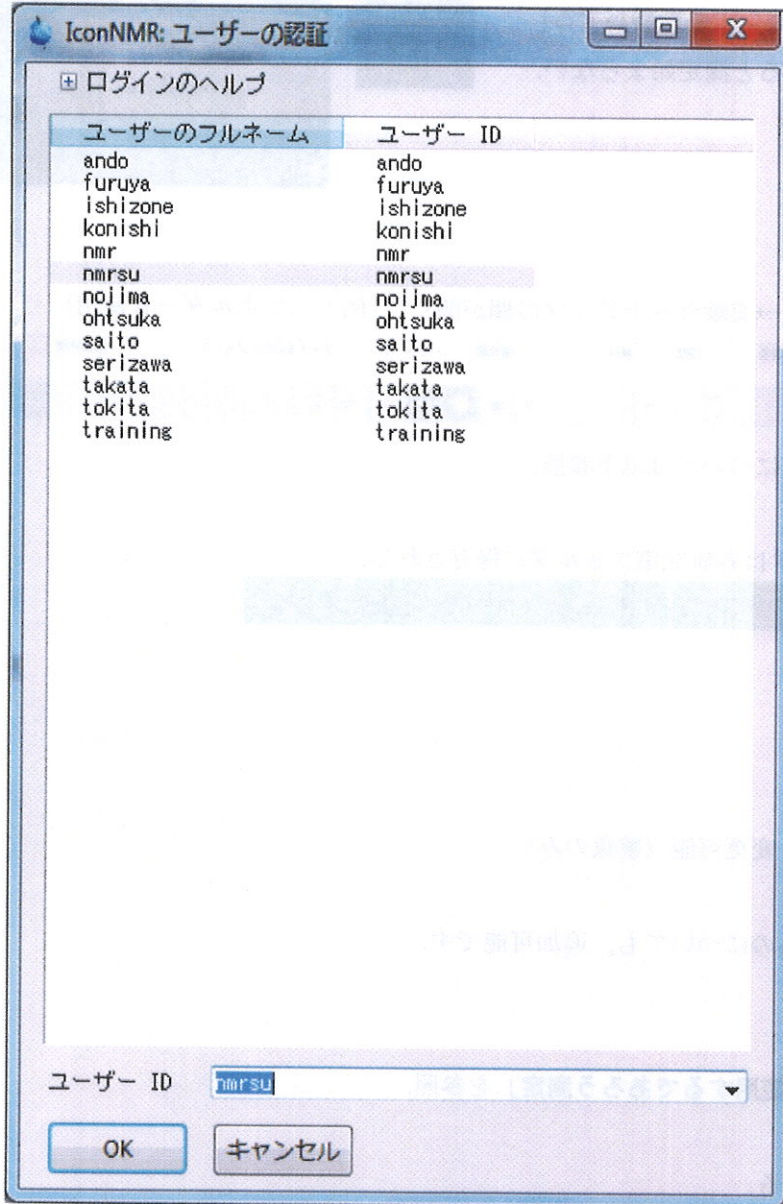


1. iconNMR の起動（普段はすでに起動している）

①メニューバー →Acquire →Options →iconNMR

②iconNMR, ログインの window が出る.

普通はここから

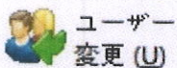


③研究室のユーザ ID を選択 →OK（現在, password の設定はしていない。）

各研究室 ID（50音順）；安藤研：ando, 石曾根研：ishizone, 大塚研：ohtsuka, 小西研：konishi, 齋藤研：saito, 芹澤研：serizawa, 高田研：takata, 戸木田研：tokita, 野島研：nojima, 古屋研：furuya,

④実験エントリー・履歴画面が開く.

※測定を仕掛けて NMR 室を離れる時は, iconNMR ウィンドウの右下のユーザ変更を押して, ログアウトしておく. 次の測定者のためにも, この操作を徹底してください.



2. 測定

①NMR チューブをスピナーに挿入して、サンプルゲージで高さ調節。

- ・NMR チューブをキムワイプ等で拭いて、清浄な状態で使用する。
- ・スピナーの右図の部分に触らない。触ったら拭く。

(ここが汚れると、NMR 内に汚れがたまり、スピンの悪影響がでる)
チューブ高さに注意。安全ストッパーに引っかかると測定始まらない。

- ・オートサンプラーは時計周りにしか動きません。



②NMR チューブをサンプルホルダーにセット。

以降は iconNMR ウィンドウ上の操作。

③セットしたホルダーの番号をダブルクリック。→実験セットアップの欄が開く。(例としてホルダー6使用)

ホルダー	タイプ	状況	ディスク	名前	番号	溶媒	実験	優先度	パラメータ	タイトル/オリジネーター	測定時間
▼ 6		← 1 利用可能									
		← 利用可能	C:\data\training								

④名前、番号、溶媒、実験等を設定する。各内容については以下参照。

[ディスク]: データの保存先

→C:\data¥[研究室フォルダ]になっている。データは各研究室フォルダに保存される。

個人フォルダに直接保存する場合は、C:\data¥[研究室フォルダ]¥[個人フォルダ]に変更する。

[名前]: データセット名

- ・日付、サンプル名などの任意の文字列
- ・特殊文字、記号やスペースは使わない

[番号]: 実験番号

- ・勝手に割り振ってくれる。デフォルトは10。変更可能(整数のみ)

[溶媒]: 重溶媒名。

- ・一覧リストから選択する。記載されていないものについても、追加可能です。

[実験]: 実験名

- ・一欄リストから選択する。

使用頻度の高そうな測定の実験名は「S3. よく使用するであろう測定」を参照。

[タイトル]: 任意のコメント

[パラメータ]: 実験のパラメータセットを変更する。

- ・積算回数、回転数が変更可能。

回転数: 1D 実験: 20 Hz, 2D 実験: 0 Hz(回さない)

温度の項目があるが、絶対に変えないこと。

[測定時間]: 目安測定時間が表示される。(ロック, シムに要する時間は含まれていないので注意) ⑤実験項目の

登録 (S)

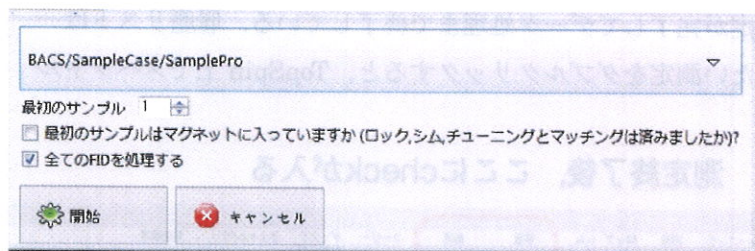
設定が完了したら、登録(S)をクリック。

→状況欄が**利用可能**から**登録済**に変わる。測定を行っていない状態ならば、**測定中**に変わり、オートサンプラーが起動して、測定が始まる。



- ・測定が始まらないときは、開始 ボタンをクリック。

測定開始の下記 window が出る。→開始ボタンをクリック。



測定中に変わり、オートサンプラーが起動して、測定が始まる。

3. 2番目の実験項目の追加

3a. 同一サンプルに対して、別の実験を追加したいとき。

追加 (A)

① サンプルが入った同一ホルダーをクリックして追加 (A) ボタンをクリック
→実験セットアップ欄が新たに追加される。

② 2-④の要領で、実験の設定。

登録 (S)

③ 登録 (S) ボタンをクリック。

状況欄が**利用可能**から**登録済**に変わる。1つ目の測定が終わると、**測定中**に変わり測定が始まる。

3b. 別のサンプルに対して、実験を行いたいとき。

① 2-②とは別の番号のサンプルホルダーに、サンプルをセット

② 以下、2-③~⑤と同じ要領で実験をセットアップ。

4. 測定の途中経過の確認と中断

①測定制御ウインドウ (右図, IconNMR: auto Online Controls)より途中経過の確認および中断が可能。

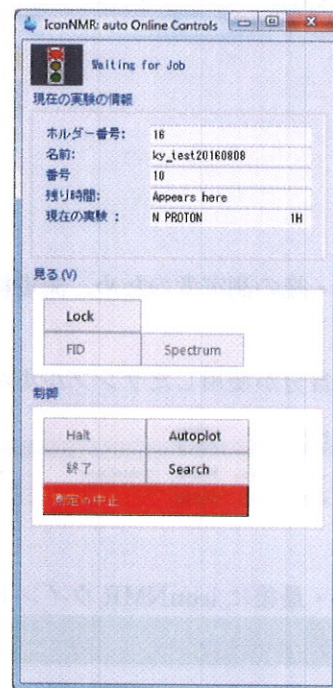
ウインドウが開いていないときは

iconNMR の「見る」タブ → 「測定制御ウインドウ」を選択 →ウインドウ出る

測定の途中経過: 「見る」の Spectrum

1D 測定の中断: 「制御」の Halt

2D 測定の中断: 「制御」の 終了



5. 測定結果の確認とデータ処理

履歴リストで処理までチェックが入った実験は、測定が完了してデータ処理まで終了している。履歴リストは一つの実験について必ず一つ自動作成される。確認したい測定をダブルクリックすると、TopSpin 上でスペクトルが表示される。

測定終了後、ここにcheckが入る

1	日時	ホルダー	名前	番号	実験	サンプ...	自動チューニング	回転	ロック	シム	精査	処理	ユーザー	ディスク	タイトル/オリ...	特記事項	
2	2016-09-08 15:13:27	16	ky_test20160808	10	PROTON	✓	✓	✓	✓				training	C:\data\laka	laka\kyan...		
1	2016-09-08 15:01:26		Start-1b														自動測定は止まりました

データ解析は TopSpin ウィンドウ上で行うことも可能。

※デフォルトで位相補正，ピークピック，積分の処理は施されている。

ケミカルシフト補正，ピークピック，積分は自分でやり直したほうがよい。

詳細は「S4. データ処理方法と印刷」の項目を参照してください。

(FTP によりデータ解析は各研究室で行うことを想定して，詳細は省略。)

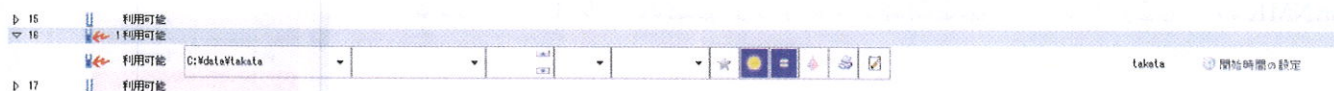
6. 測定終了後

・測定終了後，サンプルは自動的にマグネットから取り出され，サンプルチェンジャーの元ホルダーの位置に戻る。青い右矢印ボタンでチェンジャーを適当な位置まで回転させ（回転は時計周り），NMR チューブを回収する。

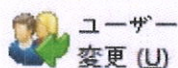


・後の測定者のため，測定終了後に自分の実験の情報を消しておく。

自分が使用したサンプルホルダーを選んで，**削除 (D)** を押すと消える。



・最後に iconNMR ウィンドウの右下のユーザ変更を押して，ログアウト。終了。 次の測定者のためにも，これらの操作を徹底してください。



7. FTP ソフトによるデータ転送

①測定用pcに保存されているデータを、隣のノートpcのデスクトップ上にあるショートカットフォルダ“500MHzデータ転送用”にドラッグ&ドロップで移動させる。

(*測定用pcの左下の方にカーソルを移動させると、隣のノートpcまでカーソルを移動させることができます。)

②ノートpcのデスクトップにあるWinSCPというソフトウェアを起動して、ID:**各研究室**が選択されていることを確認して、開始(接続?)ボタンを押す

③パスワードを聞かれるので、**各研究室のpassword**を入力

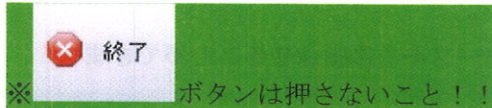
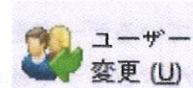
④左側にノートpcローカルのフォルダ、右側に400MHzNMRで何時も使用しているデータ転送用HDDのフォルダが開く。ここもドラッグ&ドロップでデータ転送。

⑤研究室に戻り、各部屋の共通pcにてftp経由で400MHz

NMRのデータ転送用フォルダにアクセスして、データをローカルに落とす

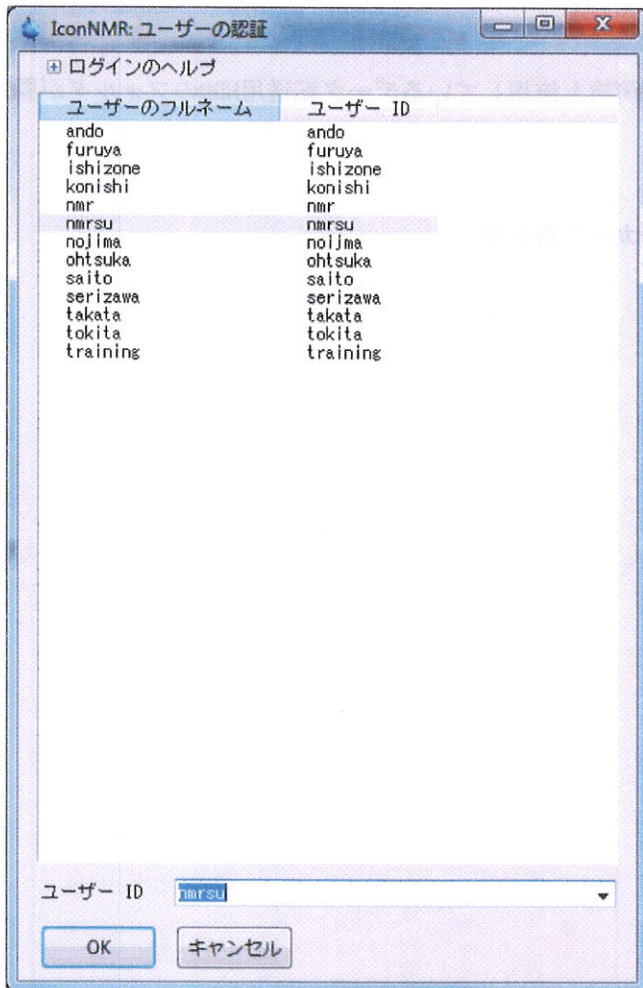
S 1. 前使用者（他研究室）が測定中に、自分の測定を仕掛けたい場合

① iconNMR ウィンドウの右下のユーザ変更を押して、ログアウト.

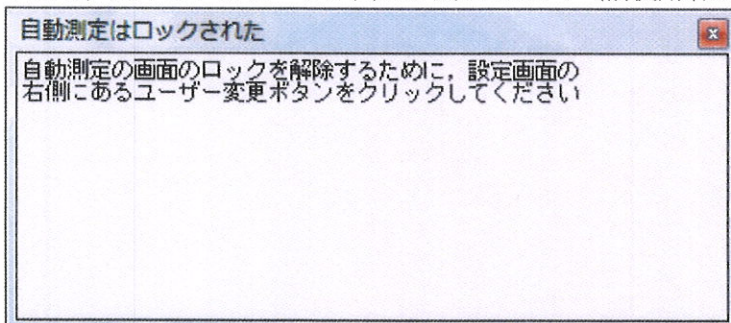


※ ボタンは押さないこと！！（前測定者の測定が止まる）

② ログインウィンドウが出る.



ここで、以下のメッセージが出るが気にしない。（前使用者の測定は続いている）



③ 自分の研究室 ID でログインして、測定を仕掛ける.

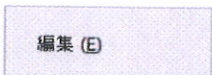
前使用者の測定が終わると、自分の測定が始まる.

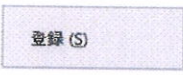
S2. 一度登録した実験を取り消したい or 変更したいとき

- ・測定が始まる前ならば可能。(測定中のものは変更できない)

①登録した実験を選んで、を押す。状況欄が**登録済**から**利用可能**に変わる。

②取り消したいときは、を押して、消す。

③変更したいときは、を選んで、内容を変更する。

→ ボタンをクリック。状況欄が**利用可能**から**登録済**に変わる。1つ目の測定が終わると、**測定中**に変わり測定が始まる。

S3. よく使用するであろう測定(実験タブの中にあります。ご参考ください。)

1D 測定

PROTON: 通常の ^1H 測定

C13CPD: 通常の ^{13}C 測定

F19: ^{19}F 測定 (No decoupling)

P31: ^{31}P 測定 (No decoupling)

2D 測定

COSYGPSW: ^1H - ^1H COSY

HSQCQP: HSQC

HMBCQP: HMBC

NOESYPHSW: NOESY

ROESYPHSW: ROESY

S4. データ処理方法と印刷

履歴リストで処理までチェックが入った実験は、測定が完了してデータ処理まで終了している。履歴リストは一つの実験について必ず一つ自動作成される。確認したい測定をダブルクリックすると、TopSpin 上でスペクトルが表示される。

測定終了後、ここにcheckが入る

1	日時	ホルダー	名前	番号	実験	サンプ...	自動チューニング	印刷	ロック	シム	検査	処理	ユーザー	ディスク	タイトル/オリ...	特記事項
2	2018-08-08 15:13:27	16	ky_test20180808	10	PROTON	✓	✓	✓	✓				training	C:\Kds\kita\kita\kyamak	00	
1	2018-08-08 15:01:26		Start-Up													自動測定は止まりました

以降は TopSpin ウィンドウ上で行う。

※デフォルトで位相補正、ピークピック、積分の処理は施されている。

ケミカルシフト補正、ピークピック、積分は自分でやり直したほうがよい。

Process

タブに変えたのち、

Proc. Spectrum

: ウィンドウ関数、フーリエ変換、自動位相補正を行う。

Adjust Phase

: マニュアルで位相補正を行う。

Calib. Axis

: ケミカルシフト補正をマニュアルで行う。



Pick Peaks

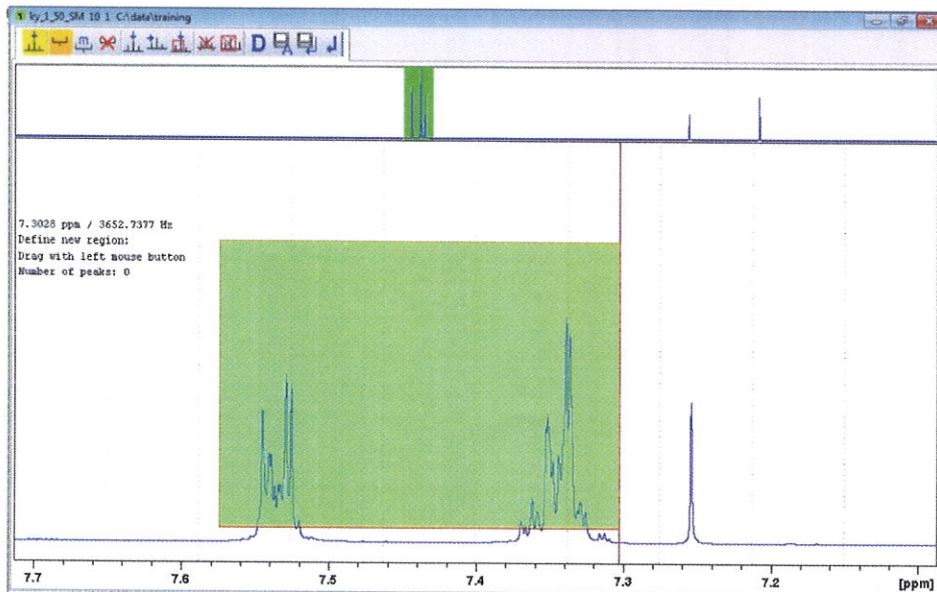
: ピークピックをマニュアルで行う。

Integrate

: 積分をマニュアルで行う。

Pick Peaks 操作方法


- ①  を選んで、ピークピックを初期化する。
- ②  を選んで、ピッキングを行いたい範囲をスペクトル上で緑の四角に選択。マウスを放すと選択範囲のケミカルシフト値が表示される。ピークピックしたいピークを同様に選ぶ。



③必要なピークピックが終わったら、 を押して保存してピークピックモードを終了。

Integrate 操作方法

①  を選んで、積分を初期化する。

②  を選んで、積分を行いたいピークの左から必要な区間まで右にドラッグさせ積分範囲を決定。マウスを放すと、積分値が表示される。積分したい区間を同様に行う。

③積分値を校正するには、基準となる積分上でマウスを右クリック。メニューが開く。

「Calibrate current integral」を選択すると、選択した積分値を入力するウインドウが開くので、校正したい積分値を入力。→OK。

④必要な積分処理が終わったら、 を押して保存して積分モードを終了。

結果の印刷（必要ならば）

Plot タブを選ぶと、印刷用のウインドウに切り替わるので必要な処理をしたのちに印刷。Spectrum タブで元に戻る。

