

核磁気共鳴装置 (NMR) (ECA-500)

操作手順書

Delta 4 一般ユーザー用

横浜国立大学機器分析評価センター

作成日		
手順書 No.		
作成	承認	

※ 本書はJEOL RESONANCE(株)が作成したマニュアルを一部改編したものです。個人で利用する場合を除き、不特定多数への公開を禁じます。

目次

核磁気共鳴装置 (NMR) (ECA-500)	1
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 サンプルの設定 (サンプル定義)	7
1.4 ¹ H 測定 (マニュアル測定)	10
1.5 ¹ H データ処理 (Delta 5)	17
1.6 ポインターバー説明 (Delta 5)	26
1.7 ¹³ C 測定 (マニュアル測定)	27
1.8 DEPT 測定.....	27
1.9 COSY 測定.....	28
1.10 COSY データ処理 (Delta 5)	29
1.11 ワンボタン測定	32
1.12 ベーシック測定 (¹ H) の流れ	35

1.1 ログインからコネクトまで

注意！ 本システムにおいて文字や数字を入力するときは、必ず入力する欄にマウスカーソルを置き、キーボードから入力すること。カーソルが外れると、ロックされて入力できない。

■ ログインし、分光計に接続する

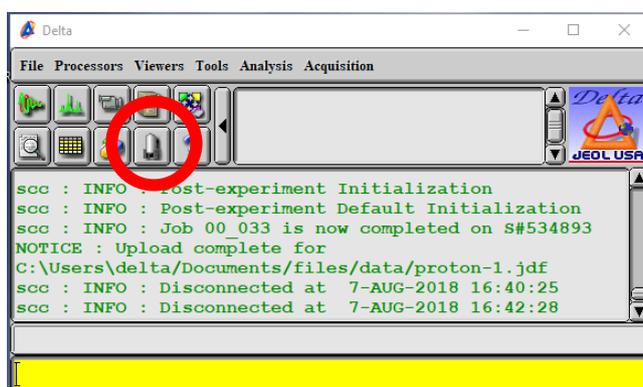
- ① [未起動なら] ワークステーション (PC) の電源スイッチをONにする。
- ② [未起動なら] windowsのログイン画面にて、**Ctrl**キー、**Alt**キー、**Delete**キーを同時に押す。
ユーザー名とパスワードを聞かれるので、
ユーザー名 : delta パスワード : delta (●●●●表示になる)
と入力し、ログインする。

- ③ [未起動なら] ログイン完了後、デスクトップ上のDeltaアイコン  をダブルクリックする。

補足： 通常は、①～③までは必要ない。もし電源などが切れていた場合のみ以上の操作を行う。

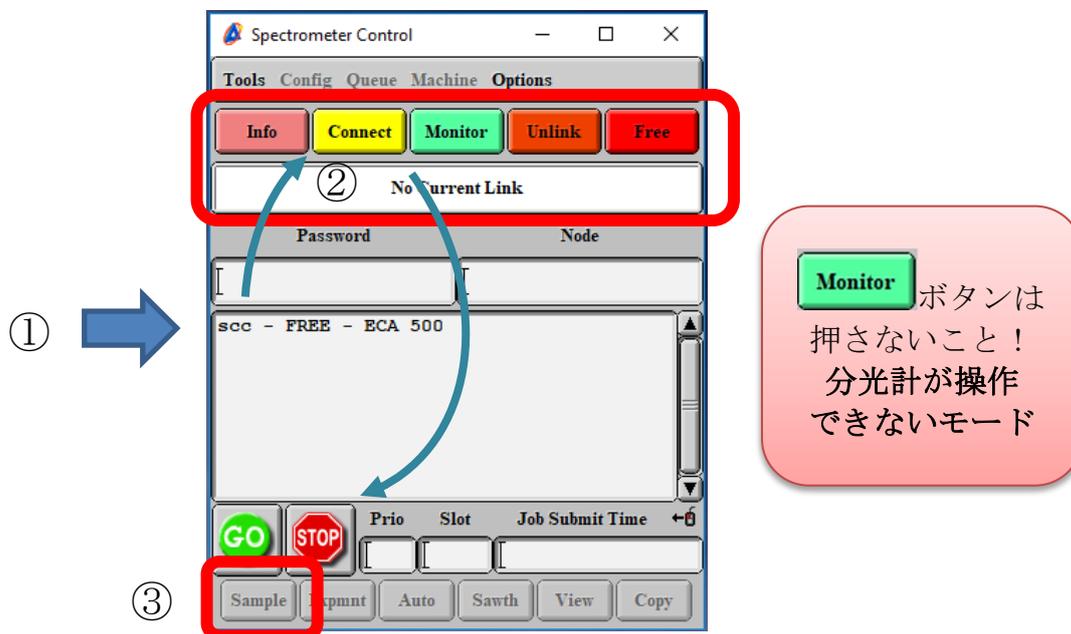
補足： Deltaコンソールは、画面奥に隠れている場合がある。コンソールを何個も開くと動作に影響が出るので、一つだけ開いた状態にすること。

- ④ [Deltaコンソール] ウィンドウが開く。

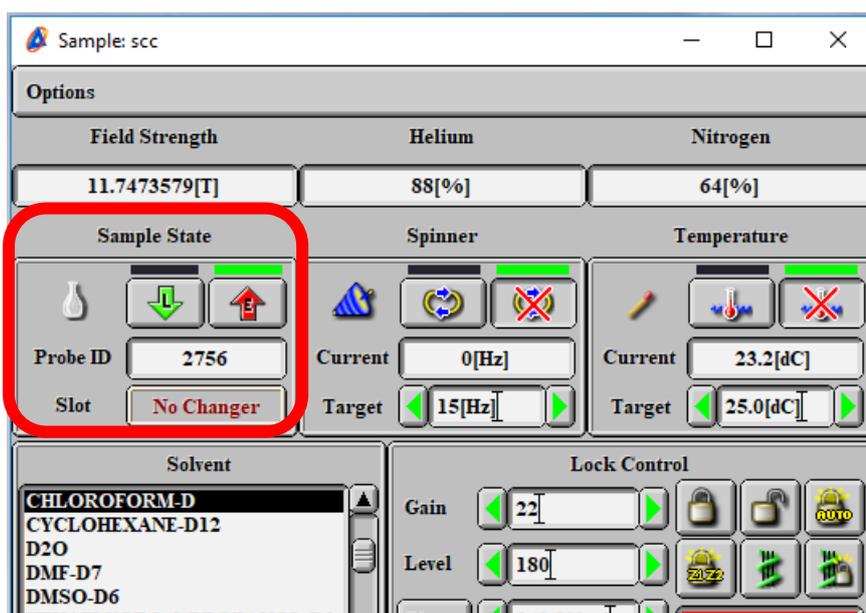


- ⑤ 上図の囲み部分のアイコン  をクリックすると、[Spectrometer Control] ウィンドウが開く。

- ⑥ [Spectrometer Control] ウィンドウに表示されている分光計の名前 ECA-500を選択する。



- ⑦ Connectボタン **Connect** を押して、No Current Link が **Connect scc (黄色)** になったことを確認する (ECA500をダブルクリックでも可)。
- ⑧ Sampleボタン **Sample** をクリックして、[Sample] ウィンドウを開く。Sample StateがE (Eject)  になっていることを確認する。



1.2 サンプルのセット

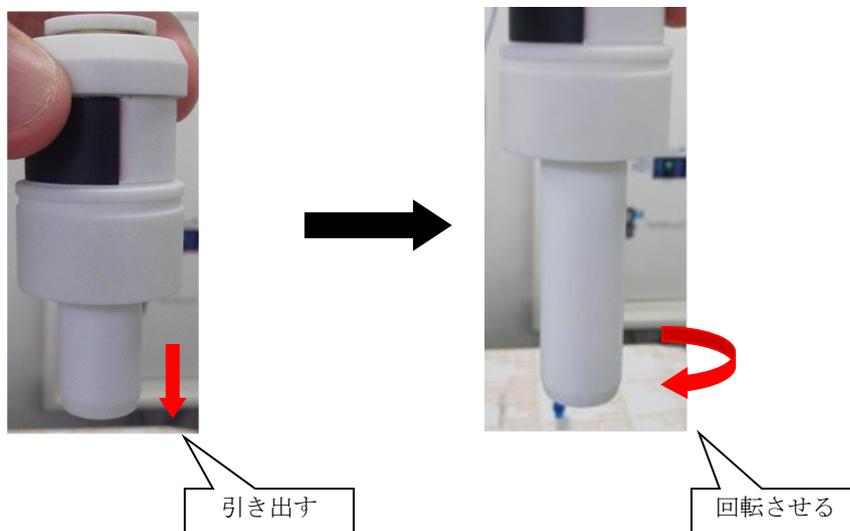
■ 測定サンプルをSCM（超電導磁石）へセットする

① あらかじめ、試料管をキムワイプ等で拭いておき、ホルダに差し込んだときに汚れが残らないようにしておく。

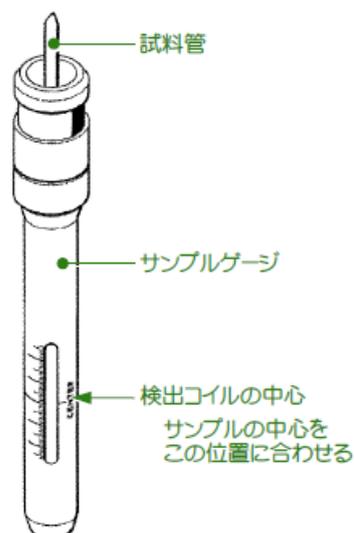
② 5 m φ サンプルロータ & ホルダに試料管を装着する。

注意： サンプルロータ & ホルダは、通常の測定では5 m φ を使う。

- 1 ロータからホルダを引き出す(下に伸ばす)。限界まで引き出した後、ホルダを半回転させ、O-リングの弛みを直す。



- 2 サンプルゲージにロータをセットする。



試料管をサンプルゲージに挿入

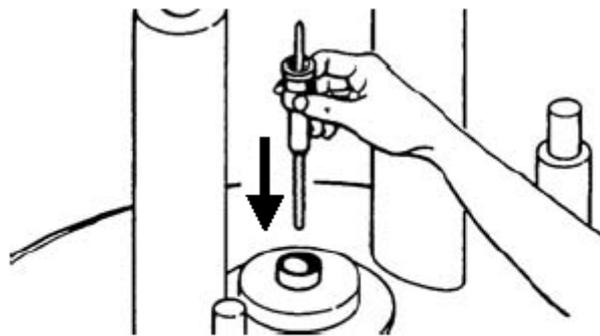
- 3 ロータに試料管を差し込み、サンプルゲージで試料の高さをあわせる。

注意： 試料管をロータにセットしただけでは、試料管の底がサンプルゲージのストッパから少し浮いてしまう。高さを合わせた後、試料管を半回転させて、O-リングの弛みをとることで、管とストッパがきちんと接触するようになる。

注意： 液量が少ないとき（液高4cm以下のとき）は、ゲージの最深の底面ではなく、コイルの中心線に合わせる。この場合はシムが合いにくいので、マニュアル設定のグラジエントシムを併用すること。

- 4 ロータおよびホルダに埃などの汚れが付着していないか目視で確認し、汚れていたら拭き取るか、エアダスターで吹き飛ばしておく。

③ SCMの試料投入口のフタを外し、エアーが出ていることを確認した後、試料管をセットしたサンプルロータ&ホルダを真っ直ぐに、ゆっくりと挿入し、浮上状態にする。



SCMへのセット

注意： SCM内に試料が入っていないことを確認する。

注意： 試料管ガラス単体、ロータ&ホルダ単体、サンプルゲージなどを入れないこと。

注意： 試料管をつまんで持つと位置合わせがずれてしまうので、ロータ部分を持つこと。ただし、白黒のラベルの部分は汚れると動作不良の原因となるので、その部分は素手で持たないようにすること。

1.3 サンプルの設定（サンプル定義）

- 測定を行うサンプルに対して条件の設定と調整を行う

この操作は、後のマニュアル測定の手順で automatic に設定するか、またはオート測定を使用すると省略することができる。

The screenshot shows the 'Sample: scc' window with the following settings:

- Sample State:** Probe ID: 2756, Slot: No Changer. A green lamp is lit above the Sample State section.
- Spinner:** Current: 0[Hz], Target: 15[Hz].
- Temperature:** Current: 23.2[dC], Target: 25.0[dC].
- Solvent:** CHLOROFORM-D (selected), D2O, DMF-D7, DMSO-D6, HEXAFLUORO-2-PROPANOL-D2.
- Lock Control:** Gain: 22, Level: 180, Phase: 241.8[deg], Offset: 7.26[ppm]. Lock state is OFF, Shim state is OFF.
- Shim:** SHIM_Z1: -352.61[Hz], SHIM_Z2: 127.47[Hz], SHIM_Z3: 87.89[Hz], SHIM_Z4: -146.26[Hz].

① [Sample State] のサンプルロードボタン  をクリックして、サンプルを装填する。正しく装填されれば、緑のランプが点灯する。

② [Spinner] のONボタン  が押されていた場合、自動的にスピナーの回転が始まる。OFFボタン  が押されていた場合、ONボタンをクリックする。しばらくして安定するとCurrentが15Hz前後になる。

補足： OFFにしたい場合は、OFFボタンを押されている状態にする。

- ③ [Temperature] において、室温で測定するときはTemp. OFFボタンを押された状態にする。温度を変更するときは、Targetに希望の温度 (°C [dC]) を入れ、Temp. ONボタンをクリックする。

注意： 利用者が担当者の許可なしに利用できる範囲は、室温～50℃までとする。それ以上、またはそれ以下の温度で測定するときは、温度可変の講習・説明などを受講すること。

- ④ [Solvent] において、使用する溶媒を選択する。ABC順に並んでいるが、リストにない場合は管理者に相談すること。

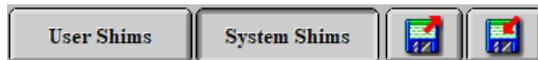
注意： 通常の測定においては、重水素化溶媒を使用すること。特殊な条件（ノーロック測定、混合溶媒）や二重管などで測定する場合は、不明な点があれば担当者に相談すること。

- ⑤ [Lock Control] のオートロックボタンをクリックする。**LOCK ON (緑)** になるまで待つ（手順を省略せずに確認するのが望ましい）。

注意： ここでロックに失敗するときや、ロックシグナル値が小さいときは、シム状態が悪い可能性がある。User/Systemのどちらかを選択し、シムファイルをロードしてリセットすると、直ることがある。

ユーザーシム： ユーザーが作成したシムファイル（ファイルを選択）

システムシム： 管理者が作成したシムファイル



- ⑥ (A) グラジエントシムを使用する場合 (標準) は、[Lock Control] のグラ

ジエントシムボタンをクリックして、赤色または黄色から**IDLE (緑)**

になるまで待つ。左側の鍵無しアイコンは、グラジエントシム後にオートロックをかけないので、ロックを外す特殊測定に限り用いられる。

(B) ロック後にオートシムを選んでかける場合 (特殊) は、右下のAuto shimsのプルダウンメニューを長押しクリックし、必要な軸を選ぶ（通常は「Z1 Z2」を選択する）。赤色または黄色から**IDLE (緑)** になるまで待つ。

ロックしていない場合 (特殊) は、オートロック&シムボタンをクリックすると、ロック後にZ1 Z2オートシムがかかる。

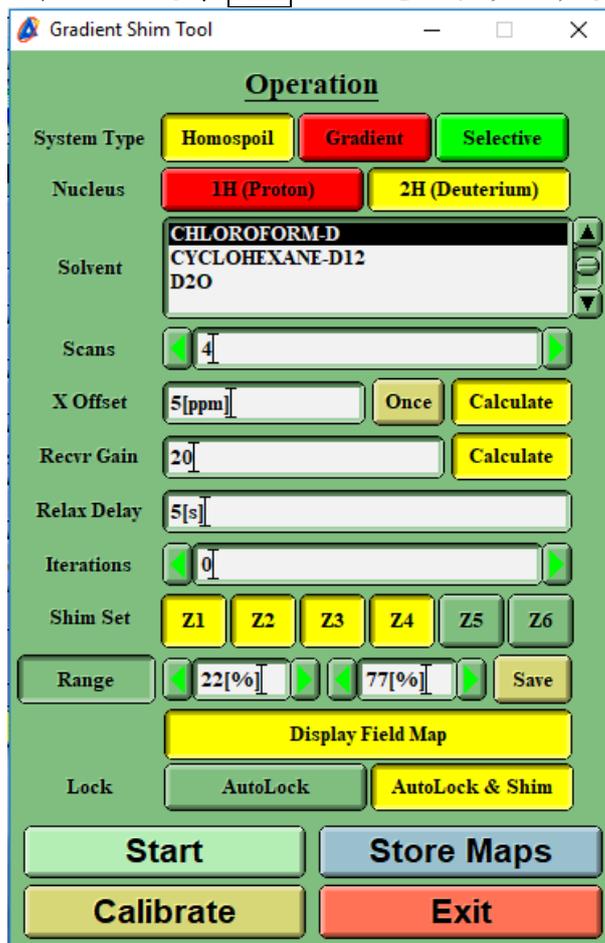
=====

グラジエントシムの補足

=====

グラジエントシムを専用コンソールを用いて詳細に行うには、Gradient Shim Toolウインドウから行う。

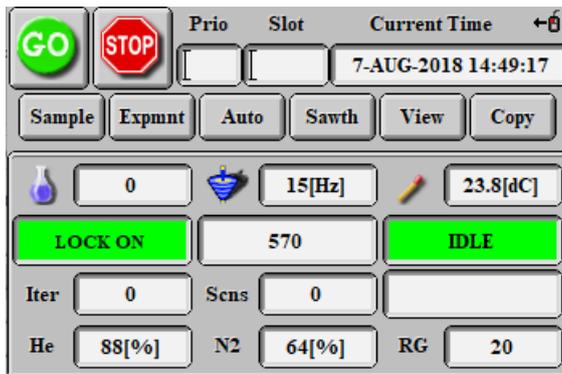
- ① [Spectrometer Control] – ConfigメニューのGradient Shim Toolを開く。
- ② System Type : Homospoil、Nucleus : 2H（重水素化溶媒を使っている場合）、Solvent : 測定する溶媒、X Offset : Calculate（不明な場合）、Recvr Gain : Calculate（不明な場合）とする。
- ③ Scans、Relax Delay、Iterations、ShimSetは好みの設定にする。Iterationsをゼロにすると、収束するまで測定を行う設定になる。
- ④ Rangeは、サンプルの液量に応じて調整する（4cm以上ならデフォルトのまままでよい）
- ⑤ 測定中のモニタを見るなら、Display Field Mapを選択する。
- ⑥ 測定後にロックやシムをかけるなら、AutoLockまたはAutoLock&Shimを選択する。
- ⑦ すべての設定が終わったら、Startボタンをクリックする。



1.4 1H 測定（マニュアル測定）

■ 測定条件を選択して測定する

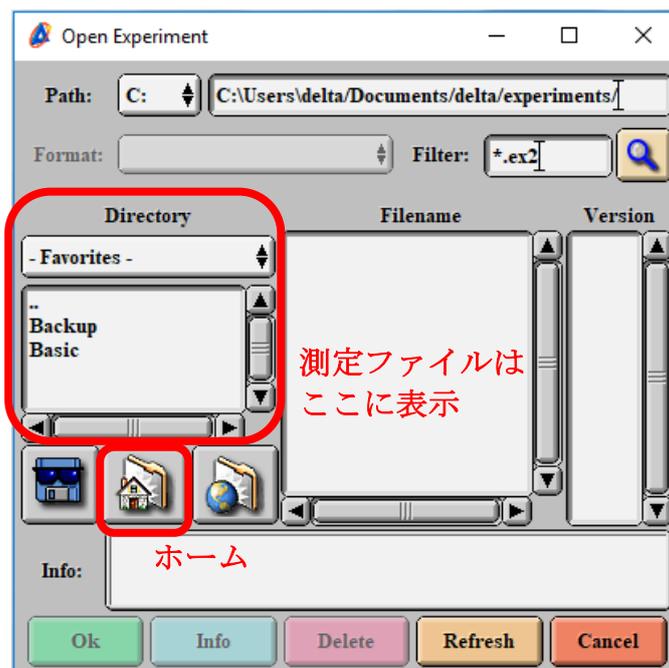
- ① [Spectrometer Control] ウィンドウに戻り、Expmutボタン  をクリックして、Open Experiment ウィンドウ (job) を開く。



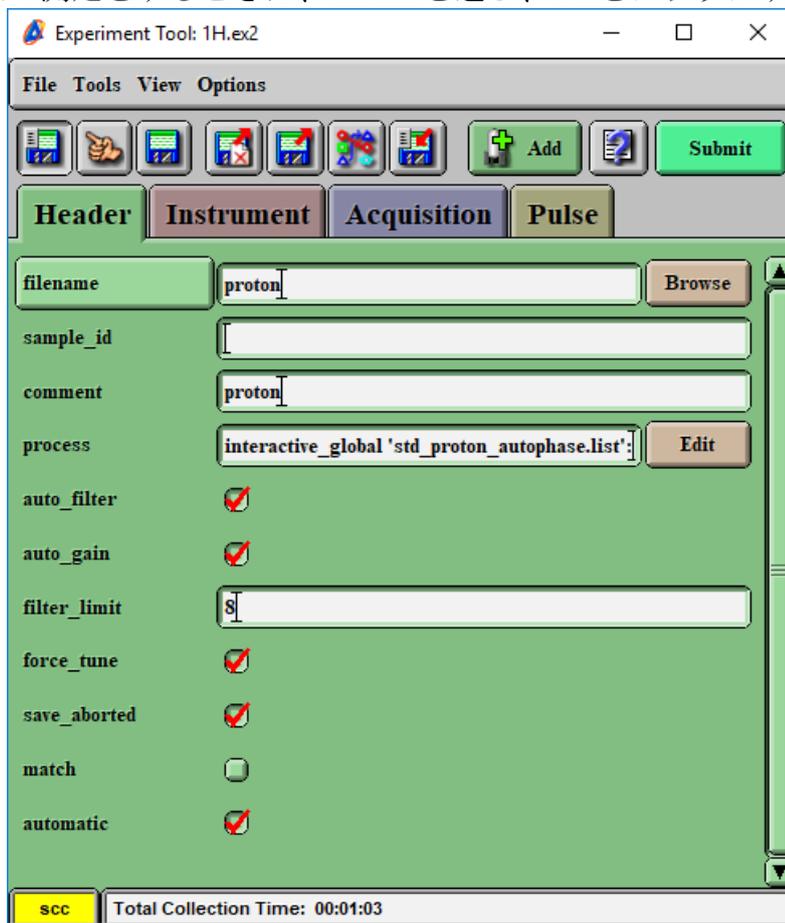
補足：Spectrometer Control ウィンドウは、Option メニューの Monitor Params を ON にすると、左図の下段のようなモニタ表示が増える。

- ② [Open Experiment] ウィンドウのDirectoryから必要な測定ファイルを探す。（「...」は一つ上のフォルダに移動。）Basicフォルダに主要な測定法のファイルが入っているが、見つからないときはホームボタンをクリックする。

注意： Backupフォルダには、globalフォルダ（全測定が含まれる初期フォルダ）に入っているデータがコピーされている。Basicにないものは、Backupから選択すること。ただし、これらは特殊測定となるため、必要に応じて担当者に講習や取扱説明について相談すること。



- ③ 1H核の測定をするときは、1H.ex2を選び、OKをクリックする。



- ④ Experiment toolウインドウが開くので、適切なパラメータを調整する。

タブ	項目	内容
Header	filename	データ保存名 (ほぼ必須)
	auto_gain	レシーバゲインの自動検出 (通常ON)
	force_tune	チューニングの強制実行 (任意)
	automatic	サンプル調整を自動で行うにはON (任意)
Instrument	solvent	溶媒を選択 (最後にした測定から読込)
	recvr_gain	レシーバゲイン値の任意設定 (auto_gain OFFの場合に設定)
Acquisition	x_domain	観測核
	x_offset	観測中心
	x_sweep	観測幅
	scans	積算回数 (任意)
	x_prescans	ダミー積算
Pulse	x_angle	フリップ角度
	relaxation_delay	緩和待ち時間 (1scan毎の待ち時間)

注意：たとえばHeaderのautomaticは、globalのファイル（初期のファイル）ではメニューになく、Basicフォルダに移したもののだけ追加されている。特殊機能を追加するには、Addボタンをクリックして行う。ただし、効果のわからないものは使用せず、管理者に確認すること。

注意： force_tune、scans、およびrelaxation_delayは、いずれも測定感度に影響する。感度が重要な測定は、適切に調整すると時間効率がよいデータ取得ができる。

【参考】

チューニング (force tune) を行った方がよい条件

- ① ^{13}C スペクトルなど、感度の悪い測定をする場合
- ② 最後にチューニングを実施したときと、測定したい試料の溶媒が異なる場合（誘電率が異なる場合）： 特に水系と有機溶媒系では大きく異なる。
- ③ 高濃度の塩類が入っている水溶液などの場合
- ④ 温度可変を ON にして、温度が大きく変わる場合

最適な積算回数 (scans) の推定方法の手順

1. 何かピークの痕跡が見える程度に、適当な回数でスペクトル測定を行う。
2. スペクトル全体表示（拡大無し）とし、このときのおよそのノイズ幅を求める。
3. 埋もれた他のピークが見えるためには、ノイズの幅を何分の 1 ($1/n$) にしなければいけないか、推定する。
4. 1 で設定した積算回数に、 n の二乗をかけて設定値とし、本測定する。

補足：

- sample_id は、オートサンプラーで試料管を区別するとき用いるので、通常は空欄にしておくこと。
- auto_filterはデジタルフィルターのことであり、通常は入れること。filter_limitは、0、4または8とし、通常は変更しないこと。
- auto_gainのチェックを外したときは、必ずInstrumentタブの Recvr_gainに適切な値を入力すること。測定中に設定されたゲイン値は、Deltaコンソール画面の履歴、またはSpectrometer Controlウィンドウに表示されるので、そちらから確認する。
- force_tuneを入れなかった場合でも、測定チャンネルの核種が異なる設定であると自動的にオートチューンがかかる。
- save_abortedにチェックを入れておくと、測定を中止したときにもデータが保存される。

- matchは、Sample設定とExperiment設定の情報（Solvent、Rotationなど）に間違いがないかの自動チェックを行う。チェックを入れると、Que StateがWAITING状態になる（後述）。

⑤ Instrumentタブを開き、Solventが正しく設定されているか確認する。

補足： 通常、グラジエントシムをかけたときにSample設定が反映されているが、使用していない場合や、jobを作成したタイミングが前後する場合は、手動で変更する必要がある。

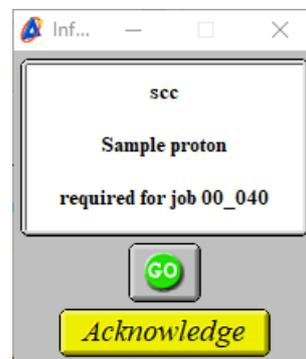
⑥ 前章の「サンプルの設定」を行っていない場合、Headerのautomaticにチェックを入れていることを確認する。すべて終わっていれば外してよい。

補足： グラジエントシムをここで追加するには、FileメニューのGradient shimのチェックをONにし、automaticをONにする（automaticを入れないと、このウインドウからでは走らないので注意）。

⑦ Submitボタン  をクリックし、測定を開始する（。

このとき、Spectrometer ControlウインドウのQue StateがOWNEDであれば自動で測定が開始する。Que StateがWAITINGであれば、右図のInfoウインド

ウが表示されるので、Goボタン  をクリックしてスタートする。Infoウインドウは一定時間で消えるので、その場合はSpectrometer ControlウインドウからGoボタンをクリックする。



補足： 測定中のモニタを出すときは、Viewボタン  をクリックする。また、測定中のデータを別名で保存する場合は、Copyボタン  をクリックする（新規ファイルができる）。

補足： 続けて追加の測定を行う場合は、1H測定と同様の手順によってExperimentを追加で用意して加えることができる（詳細は別項も参照すること）。Submitすると、Spectrometer Controlウインドウにjobが追加されるので、内容を確認できる。

◆ データの保存名・保存先について

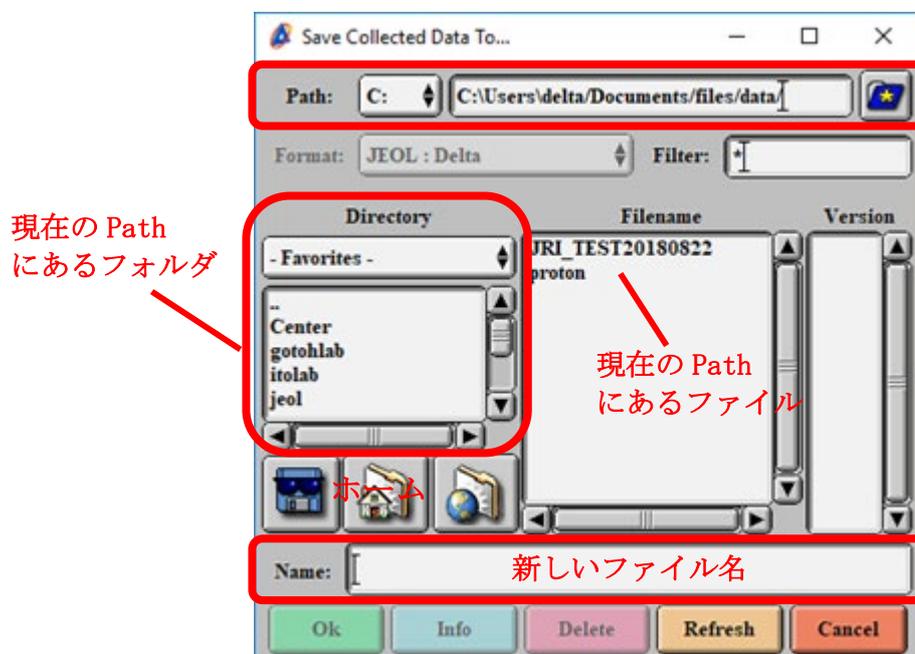
☞ ファイル名は、[filename] ー番号で表示される。「ー番号」は、後でデータ処理が入ると、自動付与されて新しい番号ができる（ファイルを保存しないで閉じると消える）。したがって、**複数のデータに重複したfilenameを設定しておく、混じりあって混乱してしまう可能性があるので注意すること。**Delta 4では、Delta 5と違って、必ずfilenameを変更して測定することが望ましい。

☞ データファイルの保存先（ホーム）は、
C: users / delta / Documents / files / data

ショートカットがデスクトップにある。Dataフォルダ以下には、研究室フォルダを作成して使用する。

Experiment toolウインドウのfilename欄の右にあるBrowseボタン  をクリックすると、ファイルの保存先と名前を指定できるので、事前に設定しておくことを推奨する。

【Browseの使い方】



- 1) Browseボタン  をクリックすると、Save Collected Data Toウインドウが表示される。
- 2) Directoryから保存するフォルダを選ぶ（「...」は一つ上のフォルダに移

動。)。プルダウンメニューにはいくつか主要なフォルダが入っているが、Dataがホームフォルダに相当する（ホームボタンを押すのと同じ）。

- 3) フォルダがない場合は、Pathのアドレスの末尾にフォルダ名を入力し、Create Newボタン  をクリックする。このボタンを押さないとフォルダができず、データがホームフォルダに入ってしまうので、注意すること。
- 4) Nameにファイル名を入力し、OKボタンをクリックする。

- ☞ Experimentファイルの保存先（ホーム）は、
[C: users / delta / Documents / delta / experiments](C:\users\delta\Documents\delta\experiments)

experimentsフォルダ以下には、研究室フォルダを新規に作成して保存してもよい。

- ☞ Delta 5ではサーバーにデータが保存された後にローカルフォルダに複製保存していたが、Delta 4では上記のローカルフォルダのみに保存される。したがって、ファイルを削除したときはバックアップがないので注意すること。

以下に実際の測定の流れをまとめた。Automatic測定では、実施されていないものが自動的に稼働する。

- 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（設定した場合）
- e. Fast Shimming
- f. オートチューニング
- g. オートゲイン
- h. 積算
- g. データの表示

終了操作

- ⑧ 測定が終了したら、Sampleウインドウのサンプルイジェクトボタンをクリックして、サンプルを取り出す。ロックやスピンなどは自動で停止するので問題ない。

注意 サンプルを取り出した後は、必ず試料投入口にフタをする。

注意 ローターから試料管を取り外す際、試料管を破損しないよう注意する。固い場合は試料管を回しながらゆっくり抜くこと。また、ローターは必ずケースに保管する。

※ 測定の中止について

測定を途中で中止するときは、Spectrometer Controlウインドウから進行しているQueを選び、Stopボタンをクリックする。

- ⑨ 不要なウインドウをすべて閉じる。
- ⑩ Spectrometer ControlウインドウのUnlinkボタンをクリックし、分光計の接続を解除する。
- ⑪ 必要なデータを、研究室フォルダまたはセキュリティUSBメモリに保存し、残りはDataフォルダから削除する。

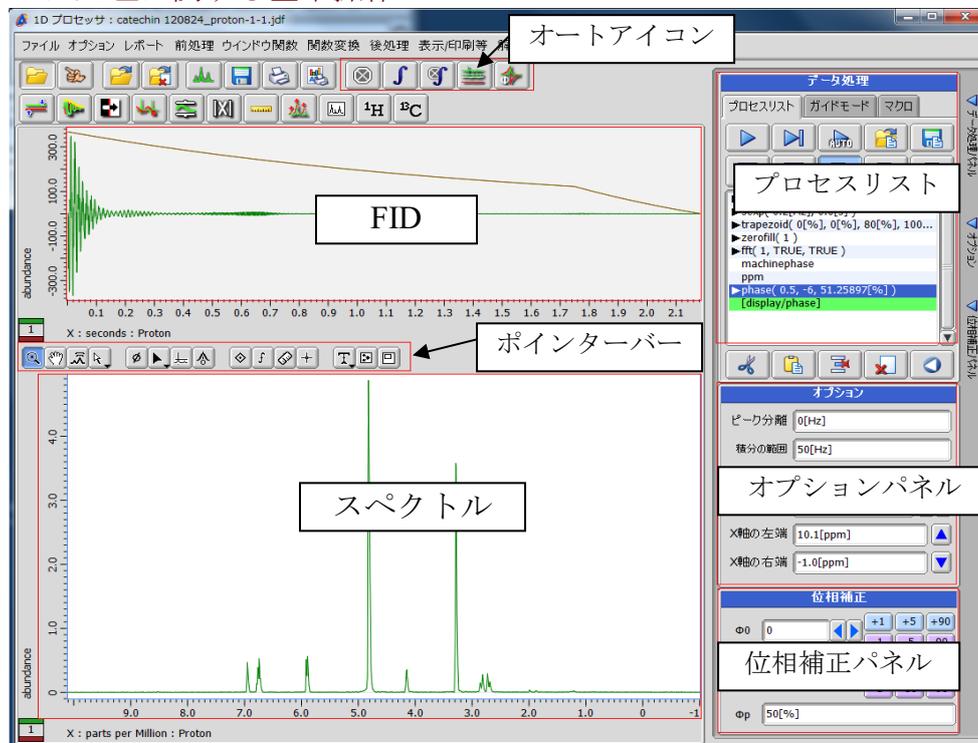
注意 セキュリティUSBメモリ以外のUSBデバイスの使用は許可しない。

補足： 基本的にここまででよいが、夜間または土日祝日に使用して次の利用者がいない場合は、追加としてDeltaシステムを閉じて、Windowsをシャットダウンしておく。また、解析用PCもシャットダウンしておく。
シャットダウンするときは、必ずDeltaシステムが停止していることを確認すること。

- ⑫ 使用簿に記入して、終了。

1.5 1H データ処理 (Delta 5)

● データ処理に関する基本操作



この節では特に注意が無い場合、のようなアイコンはウィンドウ中ほどのポインターバーのアイコンを指す。また  で囲ってある文字は、キーボードのキーを指す。

■ [モードの切り換え] 各モードでは、**Space** キーを押している間は [Zoom] モード  に、**Ctrl** キーを押している間は [Select] モード  に一時的に切り替わる。

■ [Y 軸方向の拡大] Y 軸方向に拡大するときは、ポインターバーの Y ゲインの調整  にしてスペクトルをドラッグして上下させる。また、拡大ツール  でスペクトル枠の目盛り部分を使って、XY 軸のみを拡大することもできる。

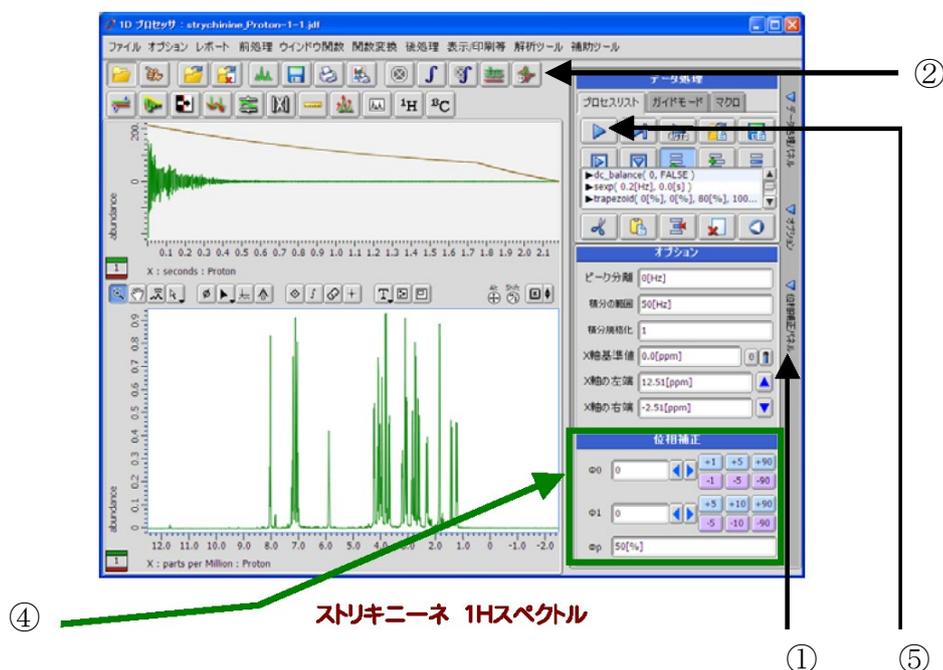
■ [拡大の取り消しと初期化] スペクトルの拡大・縮小を一段階戻したいときは **←** キー、初期段階に戻したいときは **Home** キーを押す。

■ [Y 軸表示の最適化] 表示しているピークの Y 軸方向を画面内に収めるように調整するなら、キーボードの **End** キーを押す。

■ [スペクトルの移動] 矢印キーを押すことで、スペクトルを左右に移動できる。スペクトルの移動ツール  を使うこともできる。

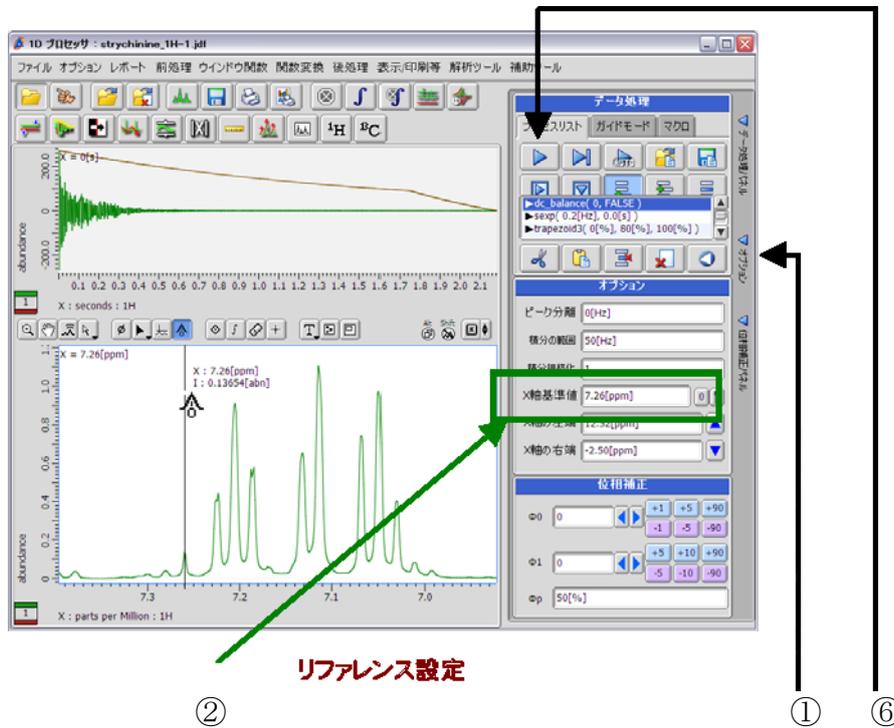
その他、詳細は 1.7 ポインターバーの説明も参照のこと

● 位相合わせ



- ① もし、位相補正パネルが閉じていたら、1Dプロセッサの右枠にある
▽ 位相補正パネル パネル(縦書き)を開く。
 - ② オートアイコンの、自動位相補正アイコン  をクリックする。
 - ③ 最も強度の大きいピークを自動検出し、 ϕP が設定される。(グレーの縦線がマーカーとして表示される。)
 - 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う。最初にP0を調整し、次にP1を調整する。
 - ⑤ プロセスリストの  をクリックして位相情報をProcess_Listに登録する。
- ☞  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る。
 - ☞ ポインターバーの  アイコンで、任意にP0を設定することもできる。
 - ☞ $\phi 0$ 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

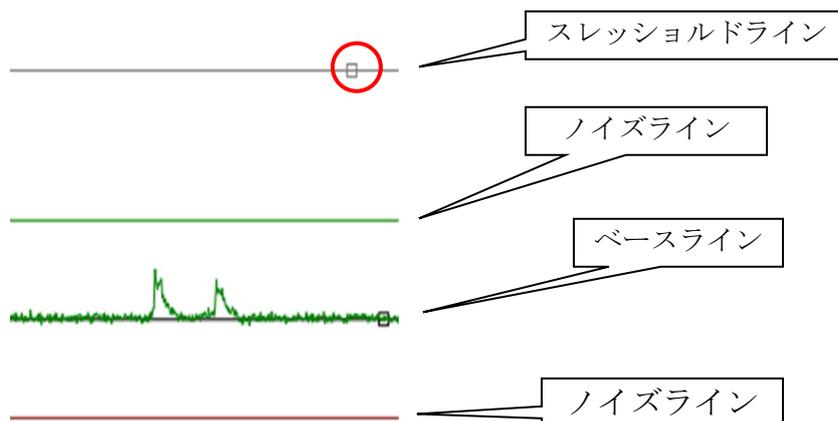
● リファレンス設定



- ① ウィンドウを最大化し、1Dプロセッサの右枠にある オプション パネルを開く。
 - ② X軸基準値の、 のアイコンを押せば、サンプル定義で設定した溶媒の化学シフト値が自動で入力される。(例:登録した溶媒がクロロホルム-dなら7.24 ppm) また、溶媒がTMS入りなら、 を押せば基準値は0.0 ppmになる。手動で入力しても良い。
 - ③ リファレンス設定を行うピーク位置を拡大する。(拡大はポインターバー)
 - ④ ポインターバー を選択する。
 - ⑤ ピークの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る。
- 注意** クリックは一回だけ押すこと、もし間違っって複数回押してしまったら、Process_List (画面右上) に表示されている二番目以降のReferenceを選択状態にし、下の アイコンで消去する。
- ⑥ をクリックしてリファレンス情報をProcess_Listに登録する。
- 注意** これ以降の操作では、 を押さないこと。押すとこの段階まで情報が戻ってしまう。

● ピークピッキング

- ① ポインターバーのアイコンを選択すると、ベースライン付近に4本の線が現れる。緑と赤のラインはノイズライン、灰色のラインはスレッシュホールドライン、黒のラインはベースラインを意味している。

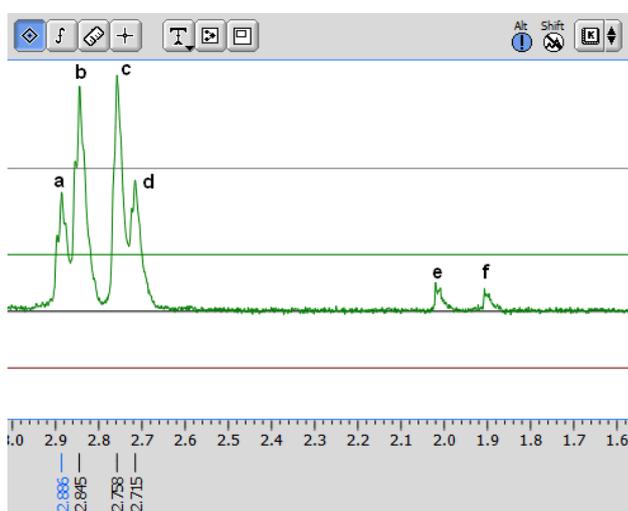


スレッシュホールドラインにカーソルを合わせ、ドラックして上下させ、スレッシュホールド値を決定する。

注意 ラインが分かれなときは、ライン上の□(図の○参照)をクリックすることで選択しやすくなる。

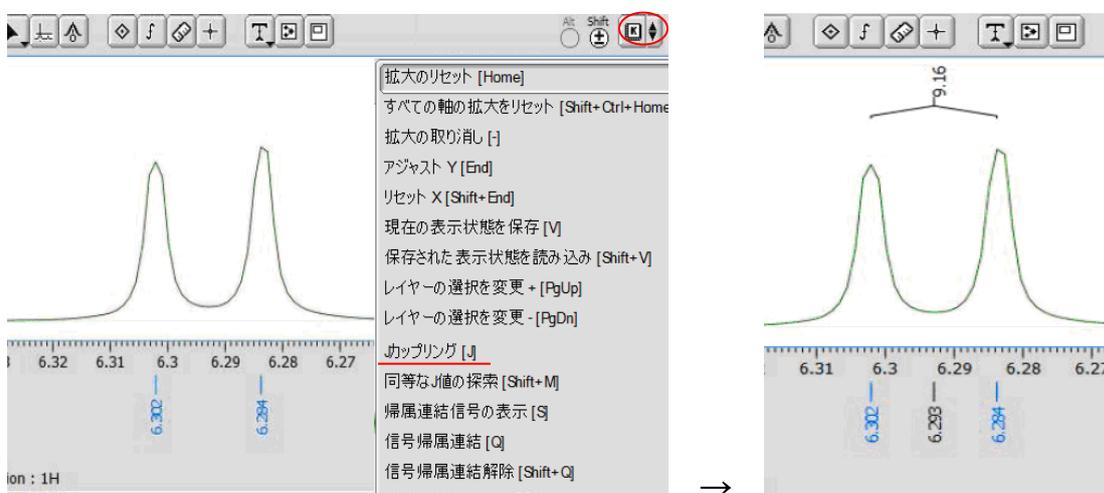
- ② オートアイコンのアイコンをクリックすることでピークピックが自動で行われ、ピークトップがスレッシュホールド値より高いピークをピークとして認識する。
- ③ 任意のピーク及び個別にピーク検出する場合は、で選択する。

注意 このモードでは二つのノイズライン間の外側のピークが検出できる。ノイズライン範囲内のピークを検出するには、ベースラインとノイズラインを再設定する必要がある。



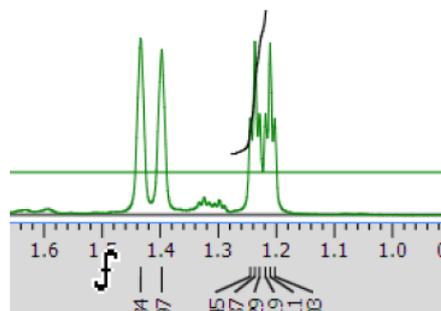
例 上の図では、bとcのピークのみ、で検出できる。aとdはで手動で検出する必要がある。eとfはノイズラインを再設定しなければ、ピークとして検出することは出来ない。

- ④ ピークピックされた値を選択する場合には、で選択する。
- ⑤ 選択後に消去する場合はDeleteキーを押す。
- ⑥ ピーク間の J 値(距離)を表示したい場合は、距離を測りたい二つのピークを選択し、カーソルツールの ボタンをクリックし続けると表示されるプルダウンメニューから、[J カップリング[J]]の位置にカーソルを合わせ、ボタンを離す。選択されたピーク間の J 値と中間の波長が表示される。



● 積分

- ① オートアイコンの \int をクリックすることで、自動検出する。
- ② 個別に積分曲線を描く場合には、 \int を選択する。
- 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る。



ドラッグしながら左右に動かす

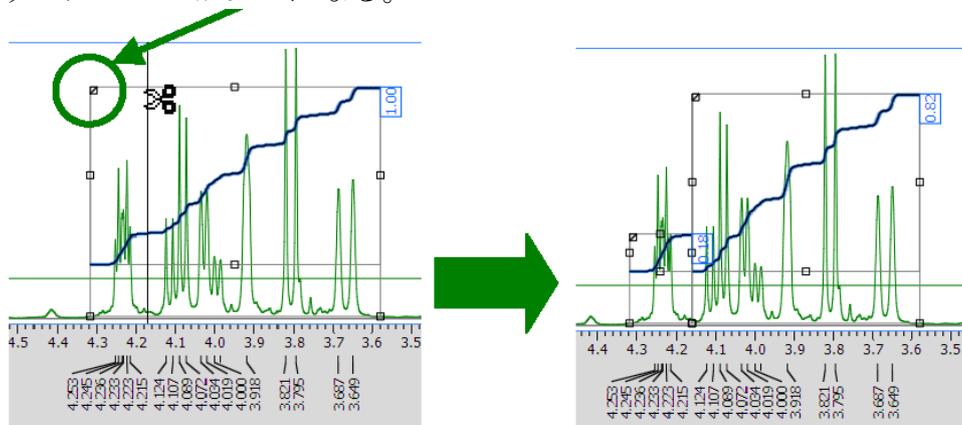
☞ クリックした位置の周辺にすでに積分曲線がある場合などには、積分の追加ではなく、存在している積分区間を選択してしまうことがある。その場合には **Alt** キーを押しながらクリックすることで、積分区間を選択することなく追加することが出来る。

④ 積分曲線の追加と削除

1. 追加は \int で行う。
2. 削除は、積分曲線を選択後 (\int または \leftarrow で選択)、**Delete** キーで行う。選択状態の積分曲線は、枠付きと積分値の色が青に変わる。

⑤ 積分曲線の分割

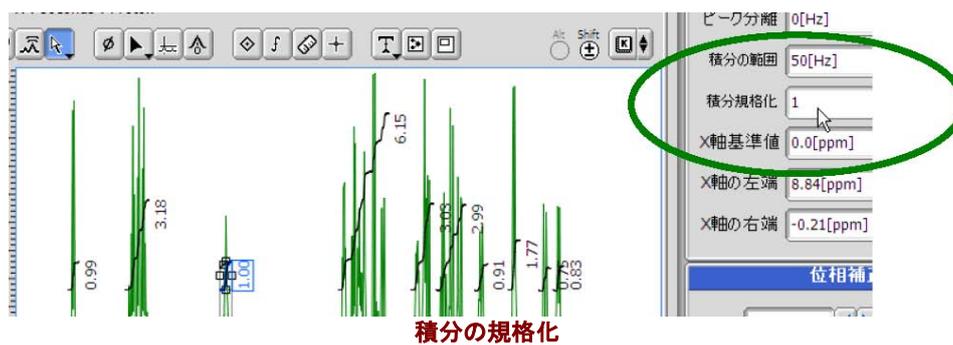
1. 積分曲線を分割したい場合は、その積分曲線を選択する。
2. 積分枠の左上の \square 付近にマウスマウスカーソルを合わせると、マウスマウスカーソルが \leftarrow になる。



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る。

⑥ 積分の規格化

1. 任意の積分値を選択する。(\int または \int)
2. 1D Processor ウィンドウの右側にある Δ オプション を展開する。
3. [積分規格化] へ任意の数値を入力し、**Enter** キーを押す。



● 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] を選ぶ。
- ② [別名で保存] を選択し、名前を付けて保存する。
- ③ [データの自動取得] を選択しているので、データフォルダ (マイ ドキュメント-JEOL-data) にfidデータが入る。タスクバーのエクスプローラーアイコンを右クリックすると、 [いつも表示] の欄からdataフォルダにつながる。
- ④ fidデータと処理済データを、自分の研究室のフォルダに移動させる。もしくは自分のUSBに保存する。

注意 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らない。また、フーリエ変換したデータは、上書き保存するとFIDに戻らない。

注意 データファイルの末尾に付く「-○.jdf」 (○は数字) を消すとファイルが開けなくなる。ファイルを閉じている状態であれば、名前の変更で数字を変えることはできる。

注意 各研究室フォルダに移動されていないデータは、逐次消していくので、忘れずに移動しておくこと。

● 他フォーマットへのデータ変換

- ① 1Dプロセッサのプルダウンメニューの [ファイル] を選ぶ。
- ② [保存] → [別名で保存] を選択し、ウインドウを開く。
- ③ プルダウンメニューの [ファイル] → [出力フォーマット] から保存したいフォーマットを選ぶ。
- ④ 通常の操作にしたがって、ファイルを保存する。

● 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く。
☞ 印刷は表示されている状態が印刷される。
- 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う。

● Deltaと各種ソフトの互換性について

- (○) [Delta] ← [Topspin 一次元 (fid は可、1r は不可)] ※1
- (×) [Delta 二次元] ⇔ [Topspin 二次元]
- (○) [Delta] ← [ALICE 一次元 (フーリエ変換前)]
- (△) [Delta (フーリエ変換前)] → [ALICE 一次元] ※2
- (×) (フーリエ変換後) [Delta] ⇔ [ALICE 一次元]
- (○) [Delta 一次元・二次元] → [ACD Spectrus 一次元・二次元]
- (△) [Delta 一次元・二次元] ← [ACD Spectrus 一次元・二次元] ※2
- (○) [Delta 一次元・二次元] → [Mnova 一次元・二次元]
- (△) [Delta 一次元・二次元] → [Mnova 一次元・二次元] ※2

※1 Topspinのデータを開くときは、フォルダごと必要。データファイル単体では開くことは出来ない

※2 変換が必要

詳しくは、1.8 付録 TOPSPIN 1.3とのデータ互換を参照

1.6 ポインターバー説明 (Delta 5)

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
	ピークピックング	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

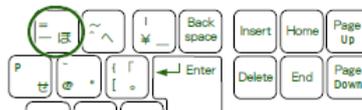
- ◆ キーボードのEndキーを押す。



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

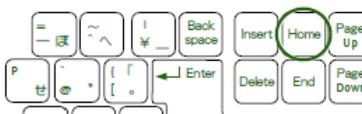
- ◆ キーボードのキーを押す。



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。



1.7 13C 測定 (マニュアル測定)

● 測定

- ① Experiment  を新規作成する。
- ② Basicフォルダから、13C.ex2を選択して開く。
- ③ 必要なパラメータを変更する。
- ④ Submit  をクリックすることで、測定が開始される。

補足：

- 13C測定は感度が悪いので、Force tuneの設定や、scan回数などを適切な設定にすること。
- 1H測定において調整が終わっていれば、automaticのチェックは外してよい。

● データ処理

- ① 得られたスペクトルに対して処理を行う。
- ☞ 手順は 1H測定と同様である。積分はしない。
- 位相補正
 - リファレンス設定
 - ピークピッキング

1.8 DEPT 測定

● 測定

- ① Experiment  を新規作成する。
 - ② Basicフォルダから、DEPT135.ex2を選択して開く。
 - ③ 必要なパラメータを変更する。
- ☞ [Pulse] タブ : selection_angle=135[deg]
このパラメータを45[deg]、90[deg]、135[deg]に変更できる。
- ☞ [Header] タブの auto gainを外し、[Instrument] タブのrecvr_gainを13C測定と同等か少し小さくする（面倒ならauto gainを入れても問題はない）。
- ④ Submit  をクリックすることで、測定が開始される。

● データ処理

13Cと同様であるが、位相の向きに注意すること。

1.9 COSY 測定

● 測定

- ① SampleウインドウのLock ControlにあるGainを1～5程度引き上げておく。
- ② Experiment  を新規作成する。
- ③ Basicフォルダから、COSY.ex2を選択して開く。
- ④ パラメータを必要に応じて変更する。
 - A) COSYの場合、レシーバーゲインは、事前に測定した1H測定の値から参照して設定した方がよい。
 - B) InstrumentタブのSpin stateはOFFにする。ただし、ロックゲインが低いとロックが外れてしまうので、事前に調整が必要（ロックシグナルが1000程度を推奨）。
 - C) 事前に1H測定し、任意の範囲（シグナルが見える範囲）に拡大して観測中心と範囲を求める。中心にはT字のゲージがあるので、それを目安にする。求めた値は、AcquisitionタブのX_offsetとX_sweepに入力する。
 - D) 積算回数をAcquisitionタブのScansに入力する。

補足： (C)については、ワンクリックで設定する方法もあるが、その詳細は、据付のチュートリアルマニュアルを参照すること。

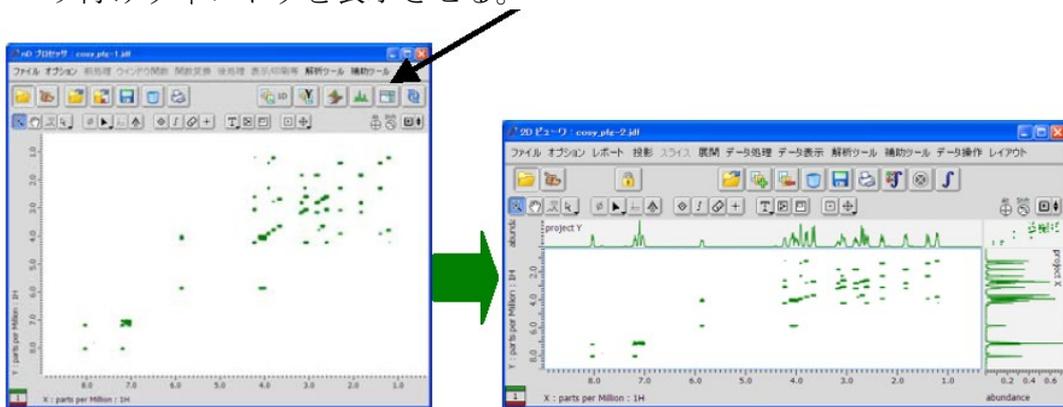
- ⑤ Submit  をクリックすることで、測定が開始される。

☞ その他の2次元測定は、ベーシックな部分では同じである。ただし、使用するパルスプログラムによっては注意を要する測定もある。詳しいことがわからない場合は、担当者に相談すること。

1.10 COSY データ処理 (Delta 5)

● 高分解能データの貼付

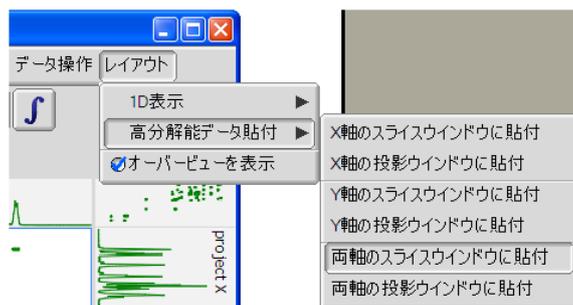
- ① 測定が終了すると下図が表示される。 をクリックして高分解能データ貼り付けウィンドウを表示させる。



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る。

- ② 2Dビューフウィンドウの  アイコンをクリックする。(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] を選択する。

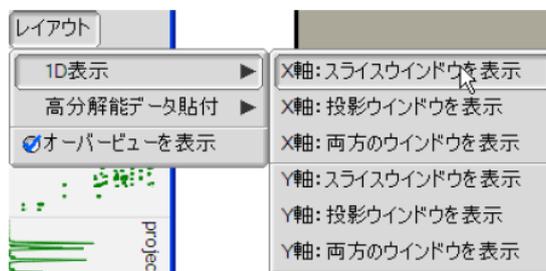


高分解能データの貼付

- ☞ HMQCなど ^1H 観測の ^1H - ^{13}C 二次元の場合は、X軸に ^1H 、Y軸に ^{13}C の高分解能スペクトルを貼り付ける。

- ④ マウスカーソルが指マークに変化する。
⑤ 1次元の ^1H スペクトルを選択する。

- 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] を選択する。

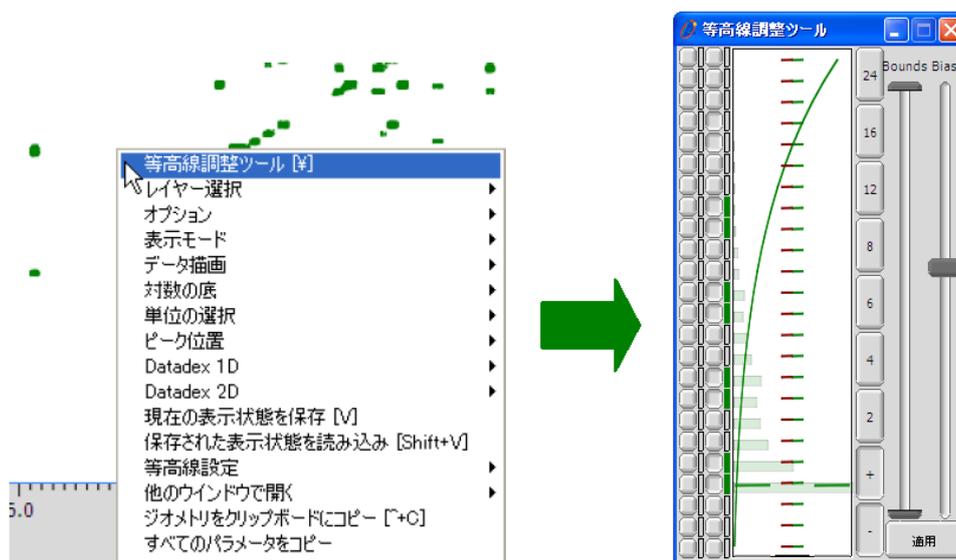


スライスウィンドウの選択

- 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] を選択する。
 ⑧ 表示されている2Dビューワに高分解能データが張付く。

● 等高線表示の変更

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



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、適切な表示を行う。

● 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ある。
- ネイティブスケールの場合はこの操作は不要である。

① 1次元の高分解能スペクトルを貼り付けた、2Dビューワ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] を選択する。



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う。

1.  をクリックして基準となるスペクトルを選択する。この場合、2Dビューワに貼り付けたf2側（またはf1側）スペクトルを選択する。
2.  をクリックして、対象の2Dスペクトルを選択する。
3. 適用軸をクリックする。
☞ 拡大がリセットされる。
4. 元に戻す場合には、[取消] をクリックする。

1.11 ワンボタン測定

Delta4 におけるベーシックな測定手順は、以下の 3 通りがある。

A. サンプル装填 → サンプル設定 → Experiment

Delta5 : 「サンプル定義」で調整し、job を選択して測定

B. サンプル装填 → Experiment (automatic)

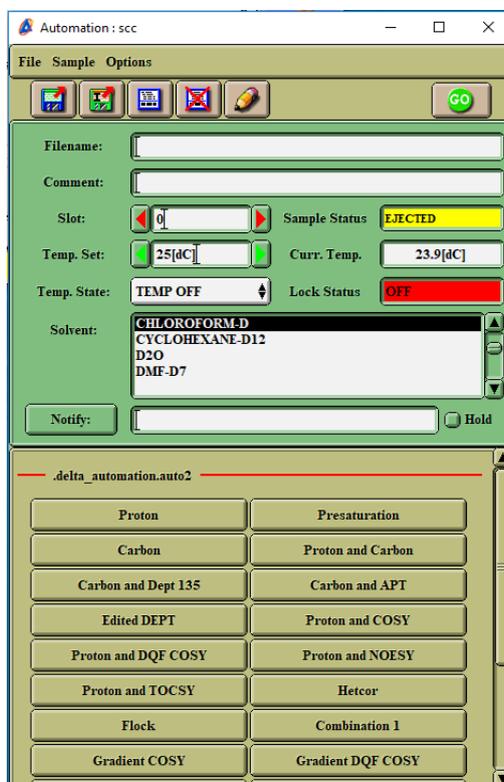
Delta5 : job を選択して測定 【標準手順】

C. サンプル装填 → ワンボタン測定

Delta5 : オートメーションテンプレートから測定
(主にオートサンプラー用)

■ 自動テンプレートを使用して測定する。

① 「サンプルのセット」までの手順を行い、SCMにサンプルを乗せるところまで進める。



② Spectrometer ControlウインドウのAutoボタン  をクリックする。

③ 必要事項を入力する。

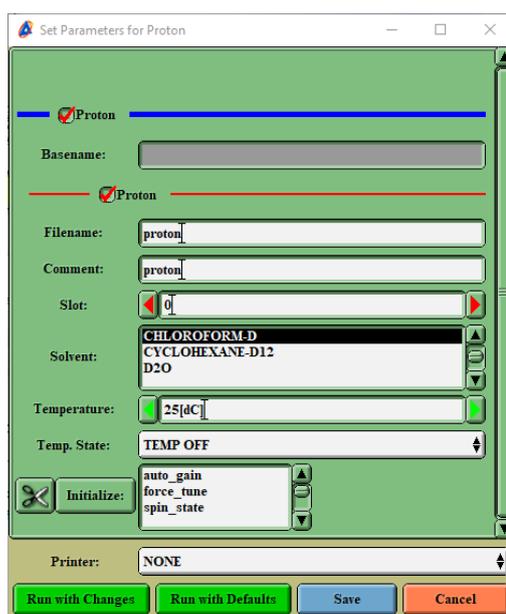
項目	内容
Filename	データ保存名 (必須)
Comment	コメント (任意)
Slot	オートサンプラー用のため不要
Temp set	温度可変の温度 (Temp ONにした場合)
Temp state	温度可変使用の有無 (任意)
Solvent	使用する溶媒 (必須)
Notify	メール送信用 (使用不可)

④ 測定のパラメータを自分で変更したい場合は、OptionメニューのAdvanced modeを選択し、ADVANCED  に設定しておく。

⑤ グラジエントシムを入れる場合は、OptionメニューのGradient Shimmingを選び、必要な項目をチェックする。Gradient Optimizationを入れると「初回またはサンプルを入れ替えたときのみ」実行する。

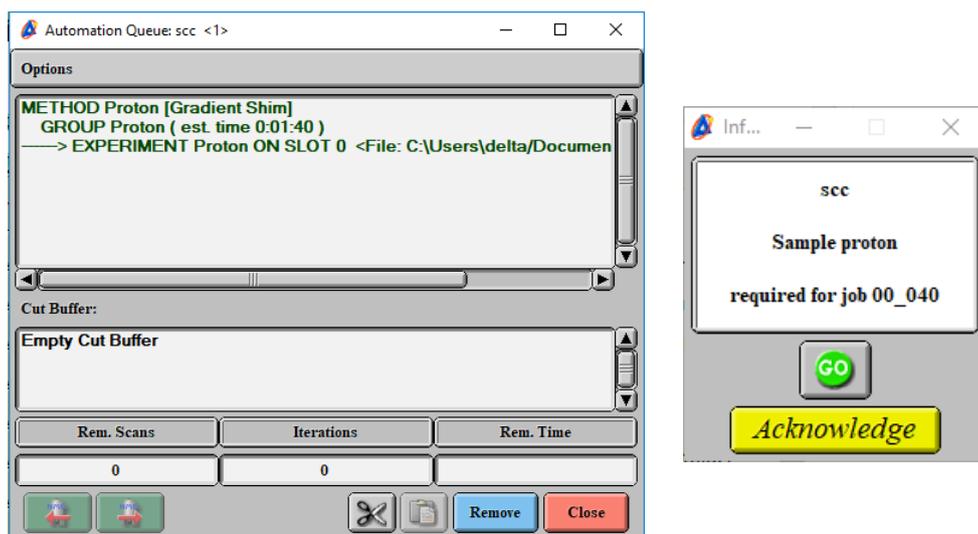
⑥ 測定したい核種やプログラムをメニューから選ぶ。モード設定により、次の項だけ作業が異なる。

⑦ Advanced modeにした場合は、下図のようなメニューが表示されるので、必要に応じて設定を変更する。変更して測定する場合は 、変更せずに測定する場合は  を選択する。



補足： その他の詳細を変更したい場合は、据付のマニュアルを参照すること。

- ⑧ Automation Queueと、Infoウインドウが開く。ただし、Infoウインドウは、一定時間経つと自動で閉じる。



- ⑨ 問題なければ、Goボタン  をクリックし、後は全自動で測定が行われる。Infoウインドウが消えていたら、Spectrometer ControlウインドウのGoボタンをクリックする。

補足： オートメーションを起動すると、自動的にQueue StateがWAITINGになるので、Goボタンをクリックする必要がある。

補足： オートメーションの場合、Automation QueueからSpectrometer Controlに情報を送っている形となる。そのため、停止するときはAutomation QueueをRemoveして停止する必要がある。

以降の手順は、1H測定と同様に行う。

1.12 ベーシック測定（1H）の流れ

■ 簡易版として、ベーシックな手順を以下にまとめた。

- ① システムが起動していなければ、PCとDeltaシステムを起動する。
- ② Deltaシステムにログイン（分光計を選んで、コネク特 ）する。
- ③ Sampleボタン  でウインドウを開く。
- ④ 試料管をロータにセットし、マグネットに装填する。
- ⑤ サンプルをLoad  する。Spinnerが止まっていればON  にする。
- ⑥ Solventを選択する。
- ⑦ オートロックボタン  をクリックして、ロックをかける。
- ⑧ グラジエントシムボタン  をクリックして、シム調整をする。
- ⑨ Experimentボタン  からウインドウを開き、Basicフォルダの1Hを開く。
- ⑩ Filenameを設定する。
- ⑪ その他、パラメータ（Force tune、Solvent、Scan 等）をセットする。
- ⑫ Submitボタン  をクリックし、測定をスタートする。
- ⑬ サンプルをEject  する。
- ⑭ Deltaシステムをログアウト（アンリンク ）する。
- ⑮ セキュリティUSBメモリを使用し、データを移動する。
※ 場合により、データ保存後にシステムを必要なところまで停止する。
- ⑯ 使用簿に記載する。