



topspin

Bruker BioSpin



● 納入講習 トレーニング マニュアル

TopSpin 3.2

Version 1.0

think forward

NMR Spectroscopy

---

=====

# TopSpin3.5 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 10 月 30 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

## 【資料の記述上の注意】

 ワンポイント, 補足

コマンド (青字斜体)

 その他の事項

 実例 (緑字)

 注意事項

ステータスメッセージ (赤文字斜体)



## 1章 TopSpin の起動と測定の準備

1. TopSpin3.5 の起動
2. NMR チューブのスピナーへの装着

# I. TopSpin の起動と測定の準備

## 1. TopSpin3.2 の起動

- ① デスクトップ上の Topspin3.5 のアイコン（図 1）をダブルクリックします。
- ② TopSpin3.5 が起動します。  
TopSpin3.5 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.

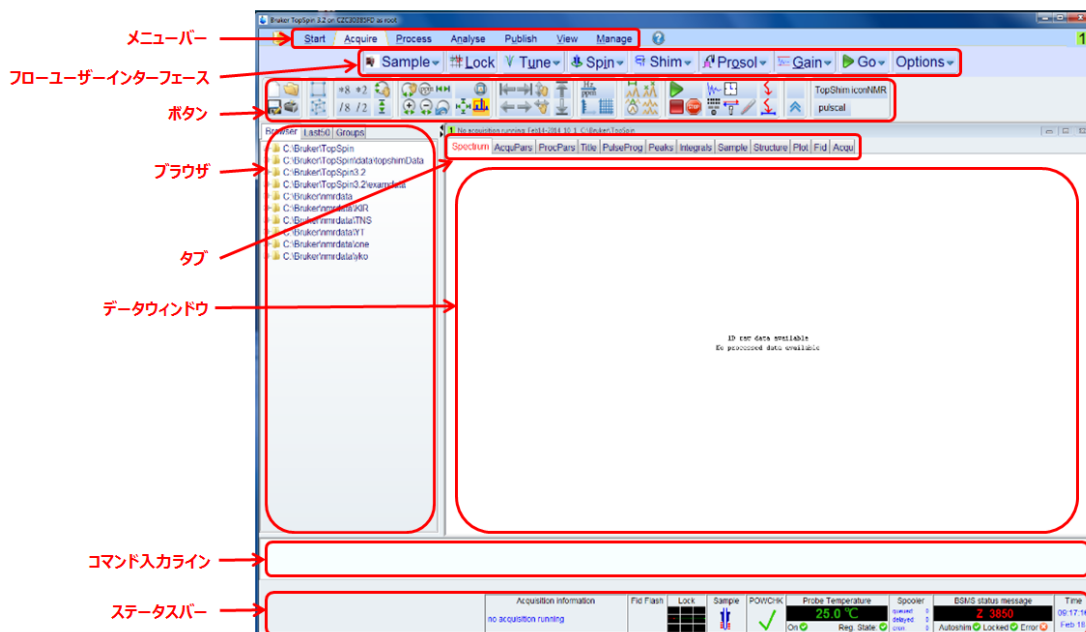


図 2. TopSpin ウィンドウと各部の名称.

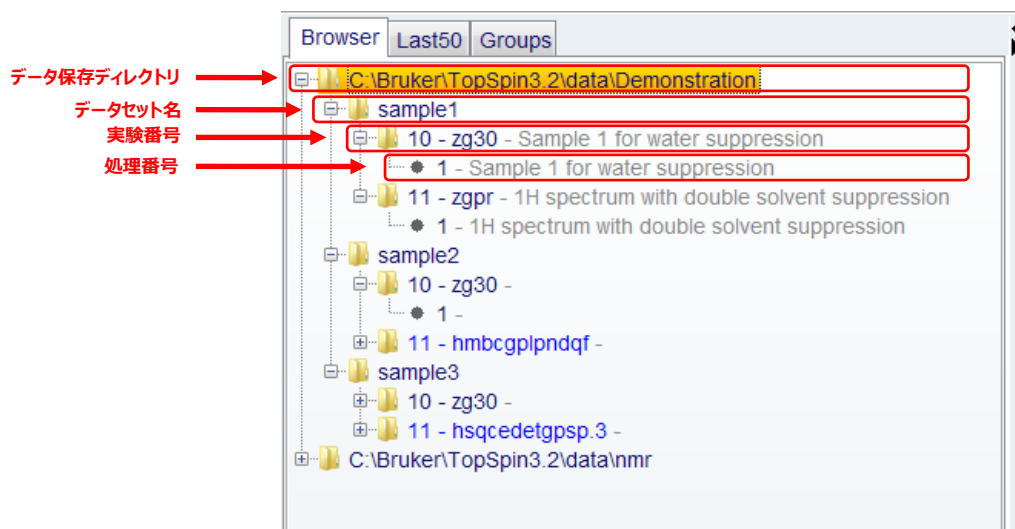


図 3. ブラウザ拡大図.



**データウィンドウにスペクトルを表示するには?**

- ① データブラウザで表示させたいデータの exp.No を選択します。
- ② データウィンドウにドラッグアンドドロップします

## 2. NMR チューブのスピナーへの装着

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 4）。

- 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。
- ② 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。）

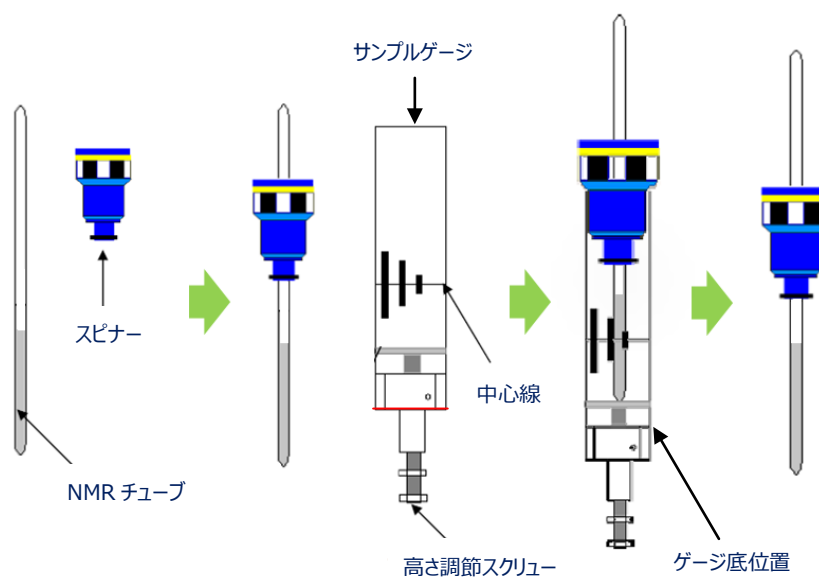


図 4. NMR チューブのセット.



- ✓ NMR チューブは必ずスピナーを装着してからマグネット内に挿入します。  
(マグネット内にゲージを入れないように注意してください。)
- ✓ ゲージ底位置はねじが緩み、正しい位置にない場合があります。目盛りを読んで確認を行います。
- ✓ 温度可変を行う場合はセラミックス製のスピナーを使用します。
- ✓ サンプルの液高は標準の 5mm 径試料管で 40mm ほどに調整します。



## 2章 **lcouNMR**による自動測定

1. lcouNMRの起動
2. 実験項目の設定
3. 連続自動測定の開始
4. 測定の途中経過の確認と中断
5. 測定結果の確認とデータの処理
6. スペクトルの印刷
7. 連続自動測定の終了
8. TopSpin3.5の終了

---

## II. IconNMR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・取り出しの操作はサンプルチェンジャーがある場合と異なります。

### 1. IconNMRの起動

- ① メニューバー **Acquire** の **Options** から **IconNMR Automation (iconmr)** を選択します。(図 5)



図 5. IconNMR の起動.

- ② **IconNMR** が起動します。図 6 はタスクバーに格納されます。



図 6. IconNMR の起動ウィンドウ.

次に図 7 の手順に従ってログインをおこないます。

- ③ ユーザーID を選択し  をクリックします。  
 ↳ ユーザ “training” を選択します。
- ④ パスワードを入力し Enter します。
- ⑤ 実験エントリー・履歴画面が表示されます。

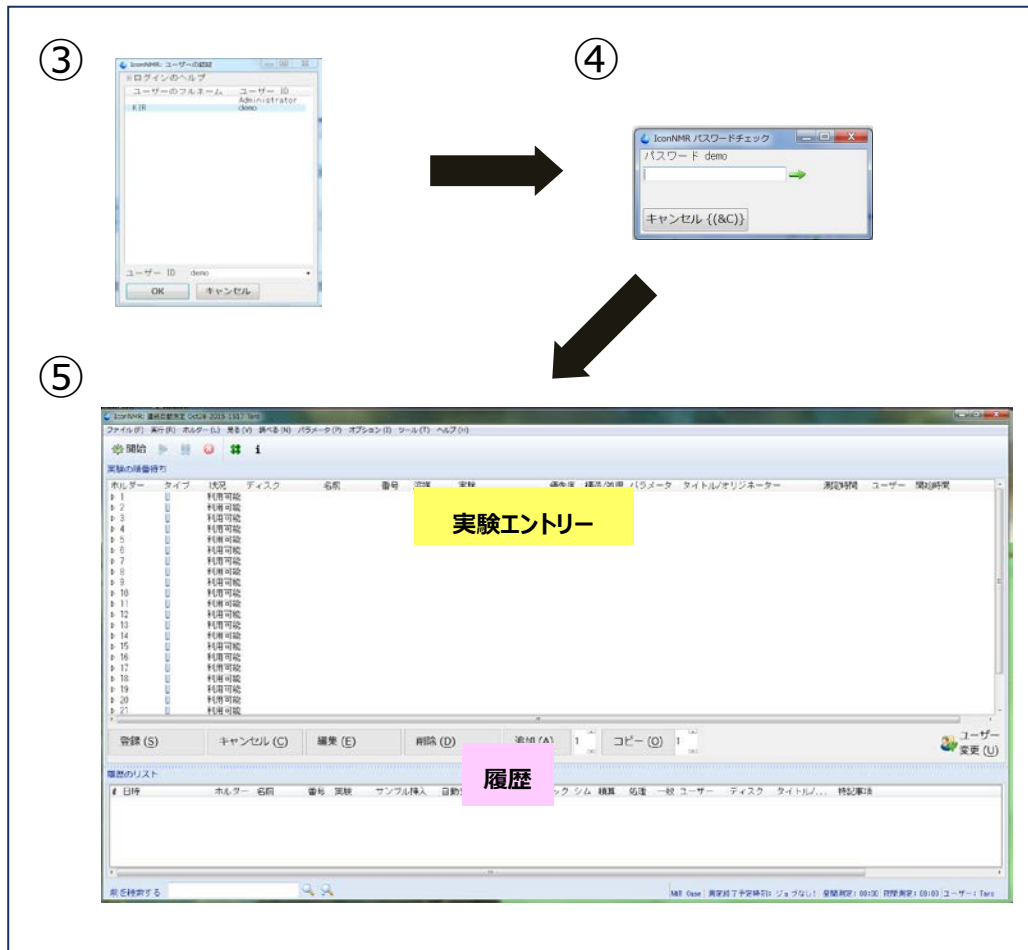


図 7. IconNMR にログインするための操作.

## 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取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 CDCl<sub>3</sub> を使用します。



10%エチルベンゼンなどの標準サンプルは必ず所定の箱にしまい、冷暗所で保管してください。保管条件が異なると経年劣化により標準品として使えなくなります。

### 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 8)

☞ 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。

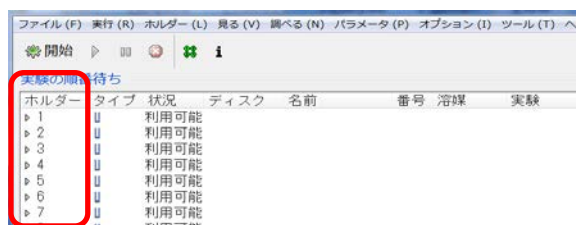


図 8. ホルダーの選択.

### ② 名前、番号、溶媒、実験等を設定します。(図 9)



図 9. 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。

実験名とパラメーターセットについては Appendix を参照。

[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]: <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。

[溶媒]: CDCl<sub>3</sub>

[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>



**ユーザーを切り替えて自動測定を使うには？**



:連続自動測定の中でユーザーの変更ができます。



✓ ディスク、名前、番号、溶媒、実験は入力必須項目です。

✓ 日本語入力は行えません。

③ 実験項目の設定が完了したら  ボタンをクリックします。(図 10)

ホルダー	タイプ	状態	ディスク	名前	番号	溶媒	実験	優先度	構造/処理	パラメータ	タイトル/オリジネーター	測定時間	ユーザー	開始時間
1	1	登録済	C:\data\training	Oct28-2015	10	CDCl <sub>3</sub>	N PROTON					00:01:07	training	15:38 Wed Oct 28 2015

状況が **利用可能** から **登録済** に変わります。

▶ 1 | || **利用可能** → ▼ 1 | || **登録済**

図 10. 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。

同一サンプルに対し、別の実験を追加する場合は、同一ホルダーをクリックし

 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 11)

☞ 2 つ目の実験項目の設定

[ディスク]: 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]: 11  
 [溶媒]: CDCl<sub>3</sub>  
 [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 11. 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 12 になります。

☞ 3 つ目の実験項目の設定

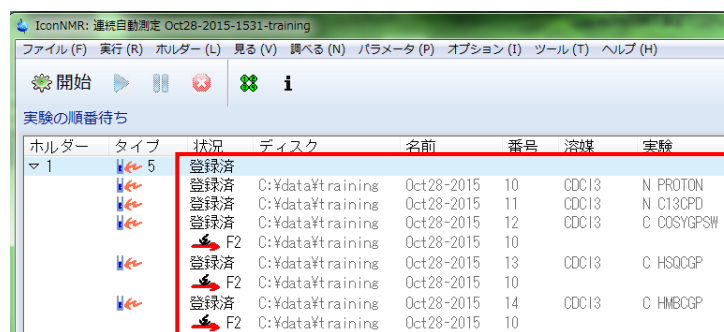
[ディスク]: C:¥data¥training  
 [名前]: <Month><date>-<year>  
 講習日の英語の月名 3 文字表記、日にち、年が入ります。  
 [番号]: 12  
 [溶媒]: CDCl<sub>3</sub>  
 [実験]: COSYGPSW (2D <sup>1</sup>H-<sup>1</sup>H COSY スペクトル)  
 [タイトル]: 10% Ethyl Benzene in CDCl<sub>3</sub>

☞ 4 つ目の実験項目の設定

[ディスク]: C:¥data¥training  
 [名前]: <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]: 13  
 [溶媒]: CDCl<sub>3</sub>  
 [実験]: HSQCGPSW (2D <sup>1</sup>H-<sup>13</sup>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¥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]:** 14  
**[溶媒]:** CDCl<sub>3</sub>  
**[実験]:** HMBCGP (2D <sup>1</sup>H-<sup>13</sup>C HMBC スペクトル)  
**[タイトル]:** 10% Ethyl Benzene 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	5	登録済	C:¥data¥training	Oct28-2015	10	CDCl <sub>3</sub>	N PROTON
		登録済	C:¥data¥training	Oct28-2015	11	CDCl <sub>3</sub>	N C13CPD
		登録済	C:¥data¥training	Oct28-2015	12	CDCl <sub>3</sub>	C COSYGPSW
	F2	登録済	C:¥data¥training	Oct28-2015	10	CDCl <sub>3</sub>	C HSQC
	F2	登録済	C:¥data¥training	Oct28-2015	13	CDCl <sub>3</sub>	C HSQC
	F2	登録済	C:¥data¥training	Oct28-2015	10	CDCl <sub>3</sub>	C HSQC
	F2	登録済	C:¥data¥training	Oct28-2015	14	CDCl <sub>3</sub>	C HMBCGP
	F2	登録済	C:¥data¥training	Oct28-2015	10	CDCl <sub>3</sub>	C HMBCGP

図 12. 5 つの実験項目の設定登録.



**F2 軸に 1 次元スペクトルの貼り付け**

 F2 のアイコンがある 2 次元測定では、処理後のデータで指定された 1 次元データセットが F2 軸の投影図として自動的に貼り付けられます。

### 3. 連続自動測定を開始



実験項目の設定登録が終わったら測定を開始します。



ボタンをクリックすると測定が開始され、図 13 または図 14 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  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 13）。

#### A) サンプルチェンジャーがある場合

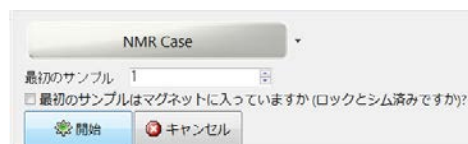






図 13. サンプルチェンジャーがある場合のダイアログ。

- 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。
- 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



図 14. サンプルチェンジャーがない場合のダイアログ。

- 図 14 のように  が選択されていることを確認し、 ボタンをクリックします。

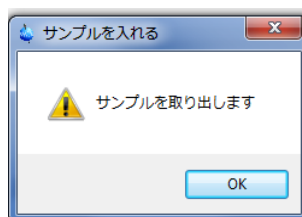


図 15. サンプルイジェクトを知らせるダイアログ。

b. 図 15 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。OK 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 16 のようにサンプルの挿入を促すダイアログが開きます。

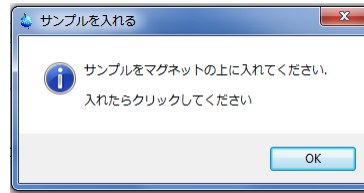


図 16. サンプル挿入を促すダイアログ.

d. サンプルをマグネットに置き OK 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. 測定の途中経過の確認と中断

 実行中の測定は測定制御ウィンドウから途中経過を確認します。また、必要に応じて中止することができます。

測定の途中経過を確認するにはプルダウンメニュー「見る」から「測定制御ウィンドウ」を選択すると(図 17)、測定制御ウィンドウが開きます(図 18)。

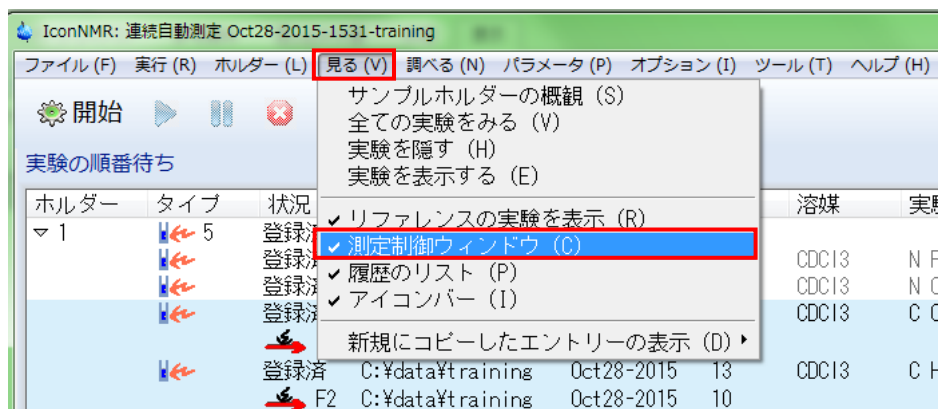


図 17. 測定制御ウィンドウを表示するプルダウンメニュー

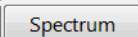
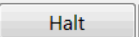
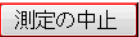
測定制御ウィンドウからは測定の途中経過の確認と測定の中止が行えます。測定の途中経過を確認するには  ボタンを押します。単体の測定を途中まで保存し中止するには  ボタンを押します。また、登録された自動測定を全て止めるには  ボタンを押します。



図 18. 測定制御ウィンドウ.

## 5. 測定結果の確認とデータの処理



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 (図 19)。

履歴のリスト												
#	日時	ホルダー	名前	番号	実験	サンプル挿入	自動チューニング	回転	ロック	シム	積算	処理
2	2014-02-12 12:13:32	1	Feb12-2014	11	C13CPD	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
1	2014-02-12 12:04:49	1	Feb12-2014	10	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓

図 179. 履歴のリスト.

TopSpin 上で表示されたスペクトルは必要に応じてデータの再処理を行うことができます。以下にその手順を示します。

### A) 一次元データの処理

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。

データ処理に際してのスペクトル表示範囲の拡大縮小方法を

図 20 に示します。

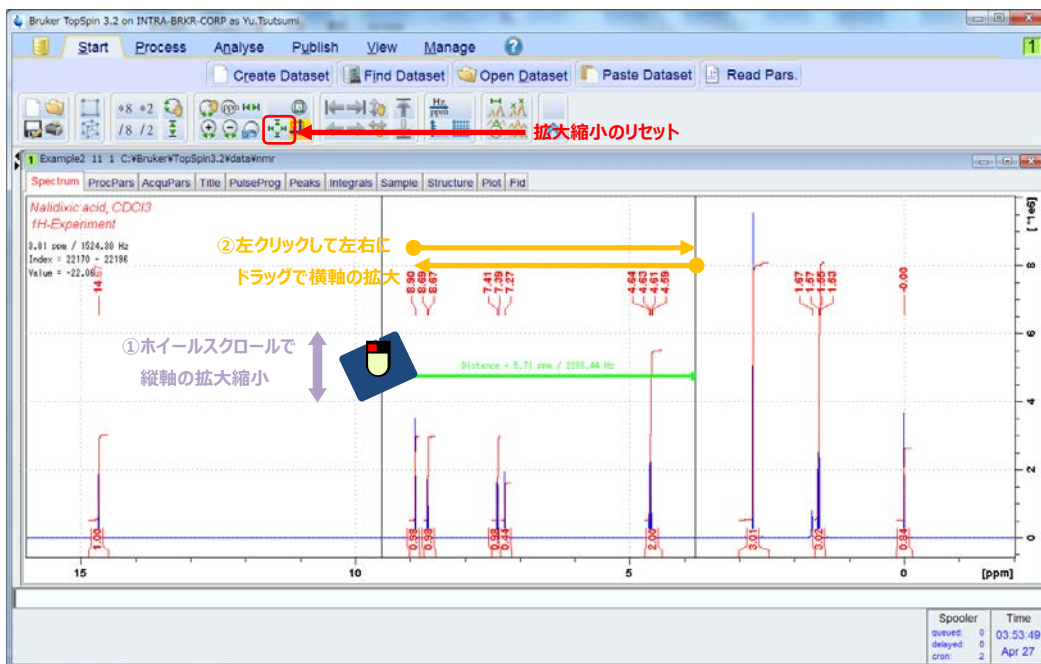


図 20. スペクトル表示範囲の拡大縮小操作.

- ① **Process** タブをクリックして、データ処理用のフローユーザーインターフェイスに切り替えます (図)。
  - ② **Prog. Spectrum** を選択し、自動データ処理を行います。
- ☞ 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

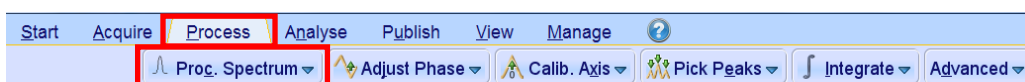


図 21. メニューバーの Process.

**自動データ処理で処理が不十分な場合には手順③に進みます。**

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。

- a. **Adjust Phase** をクリックして、データウィンドウを位相補正モードに切り替えます。
- 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 22)。

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は一番高磁場の信号に合わせて調整してください。

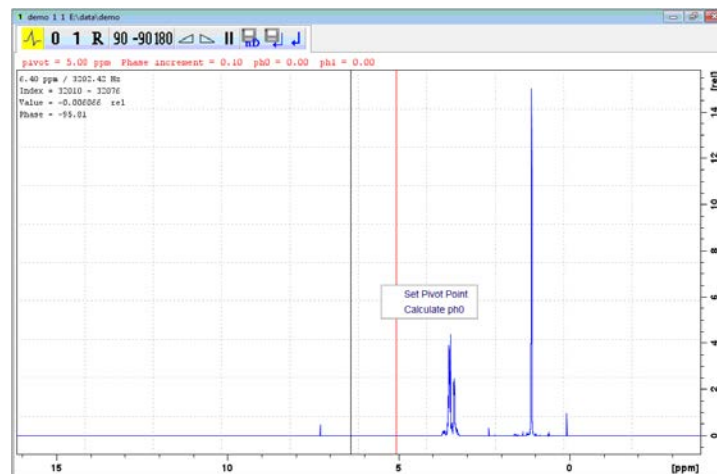


図 22. pivot point の設定.

- 画面左上にあるアイコン **0** 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 0 次の位相補正を行います (図 23)。

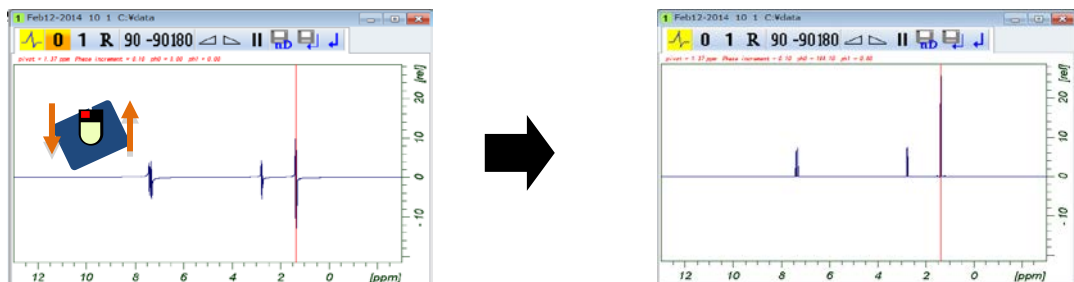


図 23. 位相補正モードのデータウィンドウ.

- 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。
- (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。

- をクリックして、データウィンドウを化学シフト補正モードに切り替えます (図 4)。
  - ☞ 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。
- 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、補正值を入力後、OK を選択し、化学シフト補正モードから抜けます。

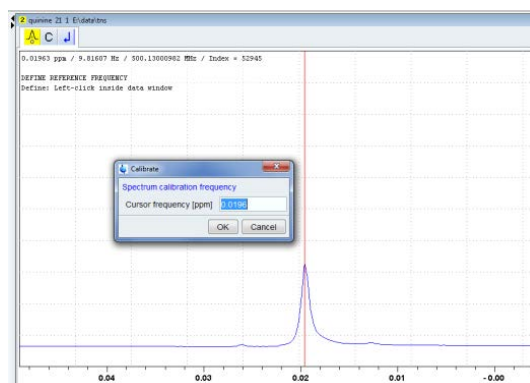


図 18. 化学シフト補正モードのデータウィンドウ。

⑤ ピークピックを行います。

- a. を選択し、クリックして、データウィンドウをピークピックモードに切り替えます（ 25）。
- 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 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、 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行えません。
  - ☞ 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。

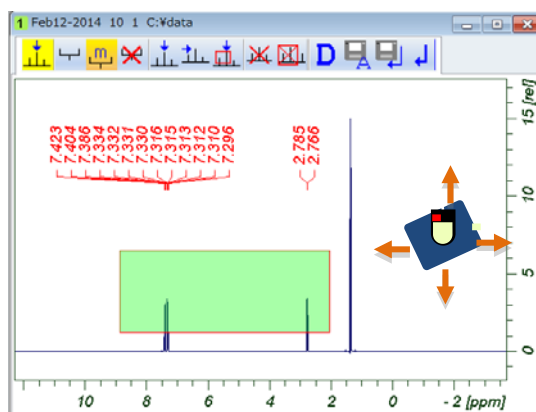



図 195. ピークピックモードのデータウィンドウ。

- 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. をクリックして、データウィンドウを積分モードに切り替えます（）。
- 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 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、 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行えません。

- ☞ 既に積分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。

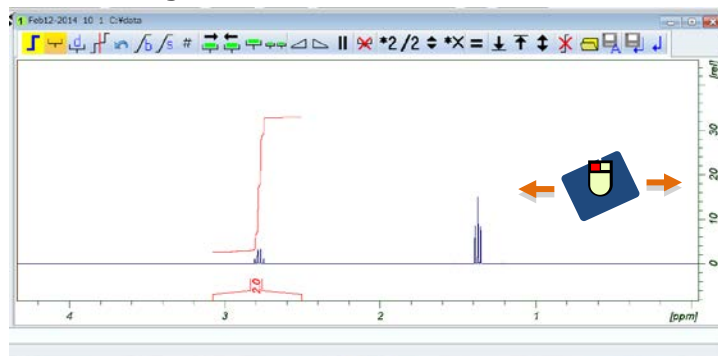



図 26. 積分モードのデータウィンドウ.

- 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 (図)。

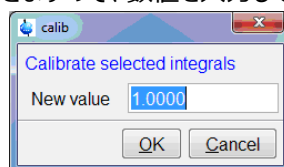



図 27. Calib ダイアログ.

- d.  (Save & return)を選択し、積分のモードを抜けます。



## B) 二次元データの処理

この節では二次元 NMR のデータ処理について説明します。

- ① A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.  クリックして、データウィンドウを位相補正モードに切り替えます (図)。  
b. スペクトルの右上や左下にあるピークを拡大します。  
☞ 二次元スペクトルにおいて離れた 2 つのシグナルを一次元に切り出し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  を選択します。

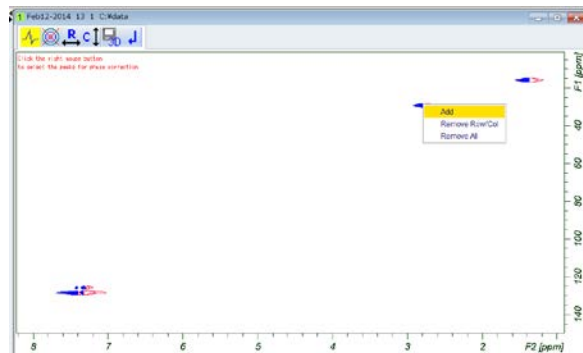


図 28. 二次元の位相補正モードのデータウィンドウ。

- d. b～c の操作を繰り返し、最初にしたピークから離れた位置になるピークをもう一つ選びます (図)。

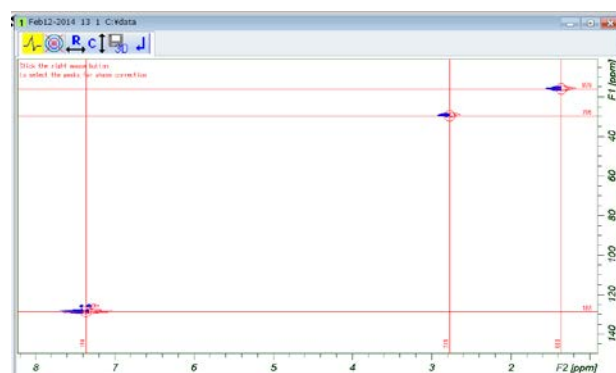


図 29. 複数のピークを選択した状態。

- e. 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)。

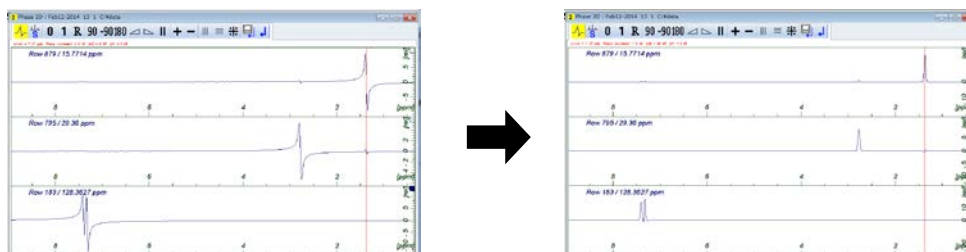


図 30. Row 方向のスライスを使った位相補正。

- 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 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。

## 6. スペクトルの印刷

 スペクトルの印刷には大きく分けて二つの方法があります。ここでそれぞれについて簡単に説明します。

### A) データディスプレイのまま印刷

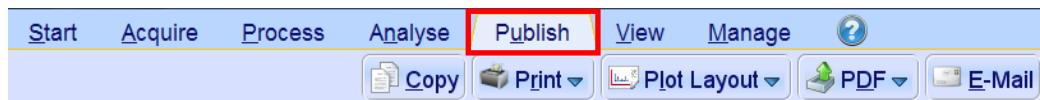







図 31. フローインターフェイス中の Publish タブの位置.

- 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)
- 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。  
 **PDF** をクリックすると PDF ファイル形式で出力できます。

### B) Plot editor を使って印刷

Plot editor を使うことで詳細にフォーマットを設定して印刷をおこなうことができます。またパラメータを表示した印刷をおこなう場合にもこの方法を使います。

ここでは Plot editor の起動と画面の簡単な説明をおこないます。Plot editor の詳細な操作については Appendix を参照ください。

- 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。  
 **Plot Layout** ボタンをクリックして、プロットレイアウト編集画面に移行します (

- ② 図 32) 。

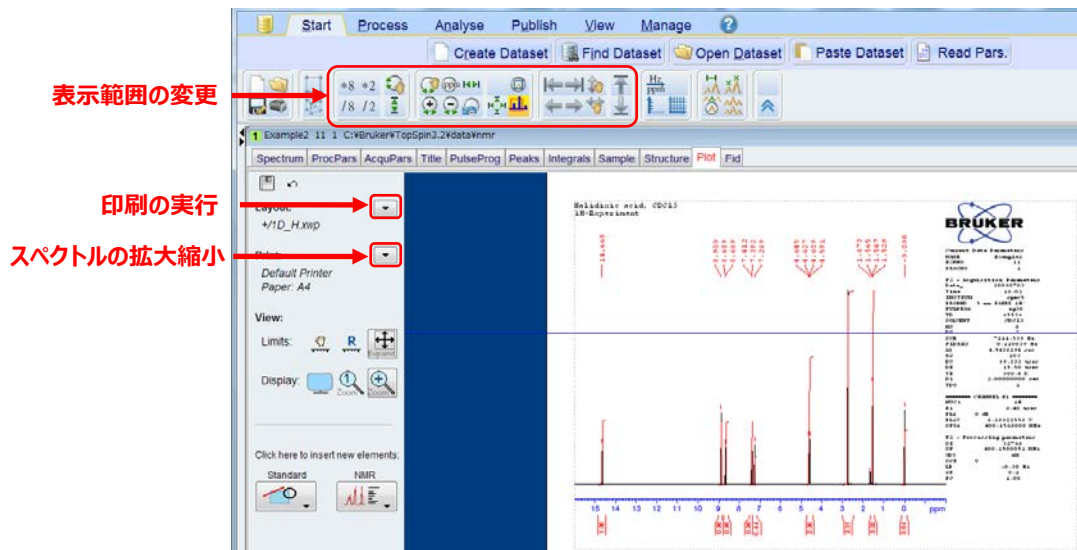


図 32. Plot editor 画面.



データウィンドウの Plot タブをクリックすることにより、Plot Editor へ移動することができます。

## 7. 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、

b. 図 33 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。

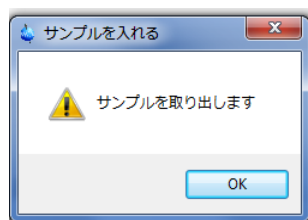


図 33. サンプルイジェクトを知らせるダイアログ。

c. マグネットからサンプルを取り出します。

d.

e. 図 4 のようにダイアログが開くので、 をクリックします。

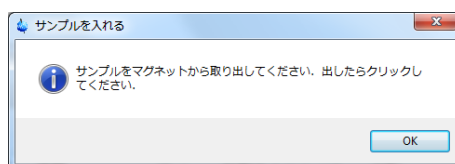


図 34. サンプル取り出し完了を知らせるダイアログ。

f. 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  ボタンをクリックします。(図 5)

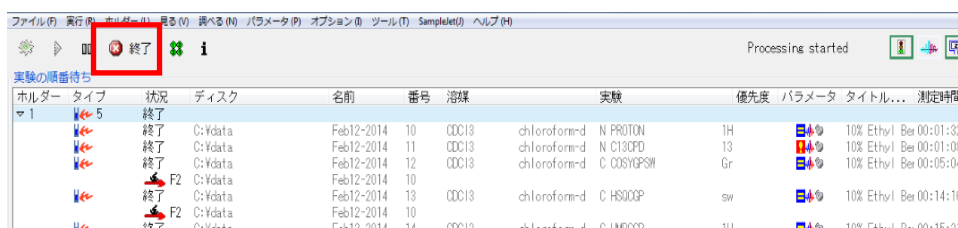


図 35. 連続自動測定の終了。

③ 図 6 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。

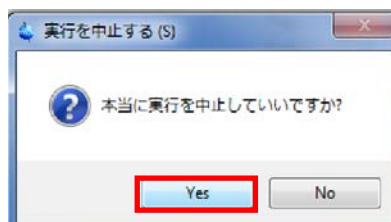


図 36. 実行の中止 確認ダイアログ。

④ 図 37 のように  を選択し  をクリックします。

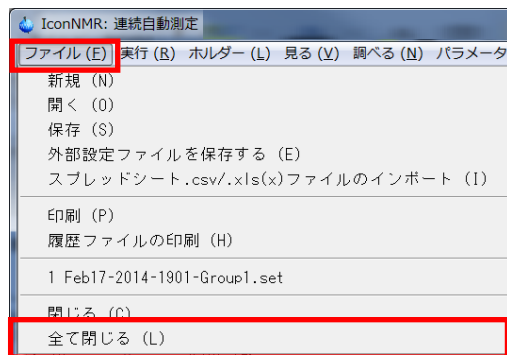



図 37. IconNMR の終了手続き.

- ⑤ 図 38 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。

ボタン または  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。 を選択すると履歴は消去されます。

IconNMR 終了後も使用履歴を残したい場合には保存をおこなってください。

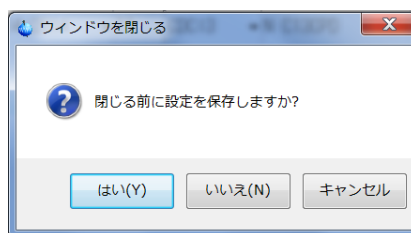



図 38. 測定履歴保存の確認ダイアログ.

## 8. TopSpin3.5 の終了

TopSpin3.5 を終了するには  を選択し、 をクリックします (図 39)。

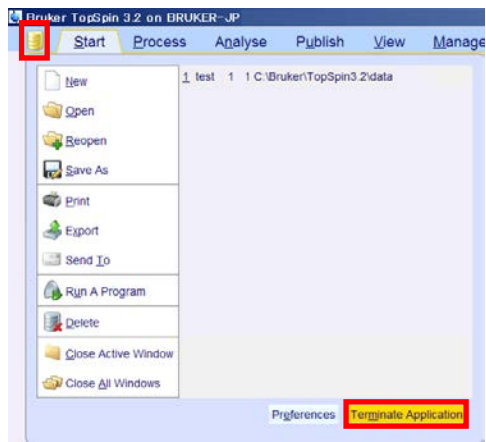


図 39. TopSpin3.5 の終了手続き.



## 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が表示されます。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。



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 Bruker 標準試料の 10% Ethyl Benzene in CDCl<sub>3</sub> を使用します。



✓ IconNMR を使っていた場合には II-4 の手順により IconNMR が終了させなければ、フローユーザーインターフェイスは使えません。

#### 1. データセットの作成とパラメーターセットの選択

① **Start** 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(図 40)。

**Create Dataset** ボタンをクリックすると、図 41 のようにデータセット作成用のダイアログが開きます。

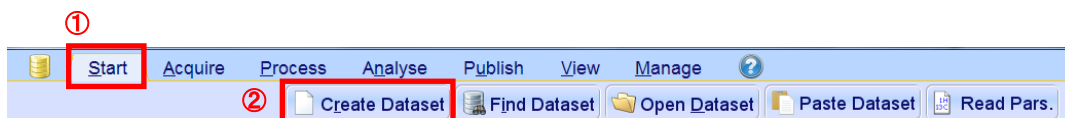


図 40. フローユーザーインターフェイス

<b>[Name]:</b>	データセット名
<b>[EXPNO]:</b>	実験番号
<b>[Experiment]:</b>	実験パラメーターセット
	☞ パラメータセットとパルスプログラムの関係については Appendix を参照。 また Bruker の推奨するパラメータセットについては Appendix を参照。
<b>[DIR]:</b>	データの保存先ディレクトリ
<b>[Title]:</b>	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項目は次のとおりです。

**[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。

**[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>

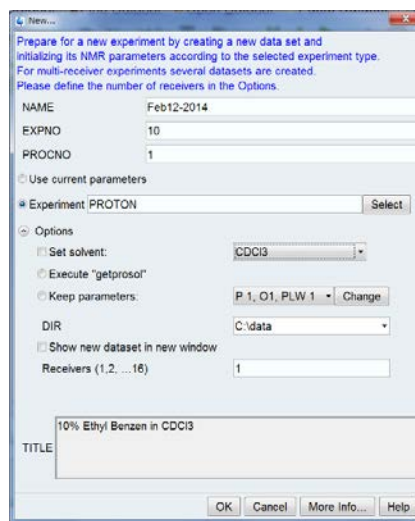


図 41. データセット作成用のダイアログ。

- ② 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。

☞ まずは次の 3 つの項目を入力します。

**[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]:** 110

**[Title]:** 10% Ethyl Benzene in CDCl<sub>3</sub>

- ③ 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) 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。

☞ 希望のパラメーター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パラメータ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)。

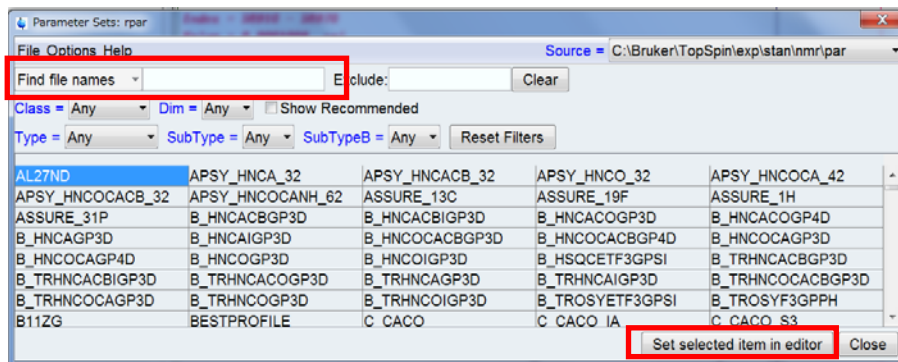


図 42. Experiment 選択用のダイアログ.

☞ 続いて、実験パラメーターは次のように設定します。

**[Experiment]:** PROTON

④ 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

OK をクリックすると、図 43 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。

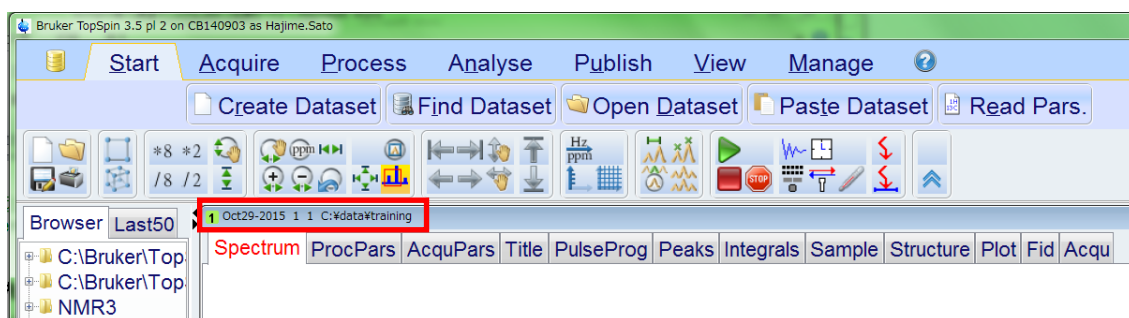


図 43. 新規データウィンドウ.

## 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。

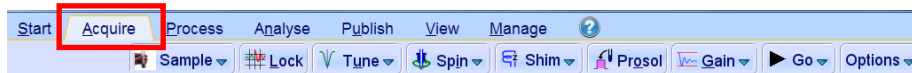




図 44. フローインターフェイス中の Acquire タブの位置.

- 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 44)。
- 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。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。  
 Sample 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 (図 45)、Insert sample with sample changer (sx) を選択します。ついで、ホルダーの番号を入力します。または、コマンド入力ラインに、sx n と入力します (n はホルダーの番号です)。
- b. コマンドが実行されるとサンプルチェンジャーがサンプルをマグネットに挿入します。  
 サンプルがすでにマグネットに入っている場合にはサンプルは自動的に入れ替わります。

### g. サンプルチェンジャーがない場合

- a. サンプルエアをオンにしてサンプルをマグネット上部にセットできる状態にします。  
 Sample 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 (図 45)、Eject sample manually (ej) を選択すると、サンプルエアがオンになり、マグネット上部からエアが噴き出します。
- 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  Sample 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、Insert sample manually (ij) 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。

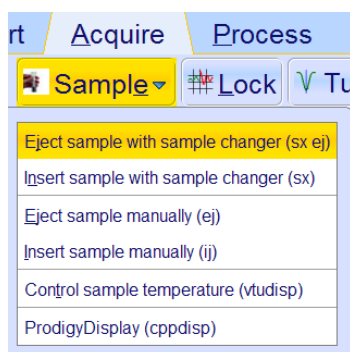


図 45. サンプルエアの操作メニュー.



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れているか否かはステータスバー上の Sample アイコン (図 46) で確認できます。

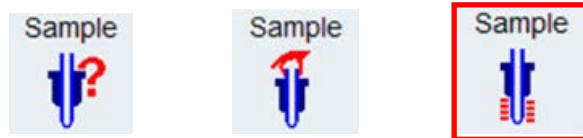


図 46. サンプルの位置を示す GUI。左：サンプルの位置が不明、中央：サンプルエアが出ている状態、右：サンプルがマグネット内の定位置に挿入されている。

③ ロックをかけます。

Lock 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(図 47)。

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 CDCl<sub>3</sub> を選択します。

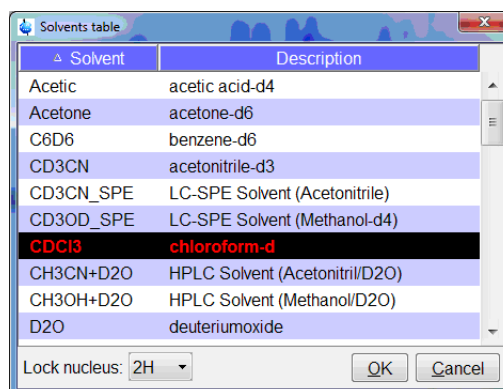


図 47. 重溶媒リスト。

操作が完了するとオートロックの動作が始まります。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 BSM 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 48)。



図 48. lock 時のステータスバーの状態。

ロックがかかったことを確認して、次のステップに進みます。

④ プロブのチューニングおよびマッチングを行います。

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 49)。

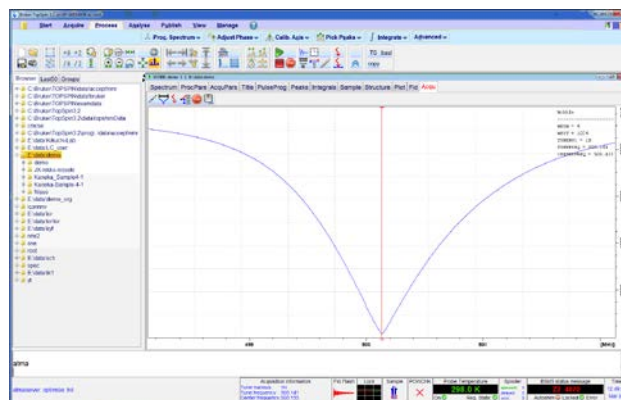


図 49. オートチューニング中の Wobb 画面。

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。



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。

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 50)。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。

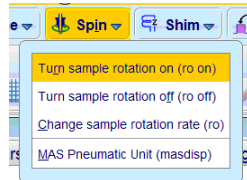


図 50. サンプル回転のプルダウンメニュー。

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 51)。所望の回転数をボックスに入力し、 Start rotation をクリックするとサンプルの回転が始まります。

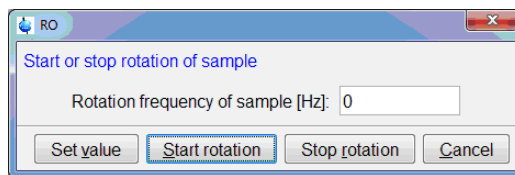


図 51. サンプル回転数設定用のダイアログ。

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。

サンプルのスピニングがきちんと開始されているか否かはステータスバー上の Sample アイコン (図 52) で確認できます。



図 52. 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。

 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 53 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。

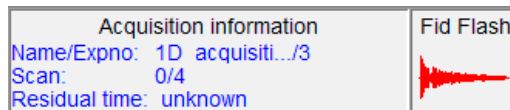



図 53. 測定中のステータスバーの表示.

シム調整が完了するとス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 プロープに応じたパルス幅とパワー値の読み込みをします。

 ボタンをクリックするとプロープ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。

⑧ レシーバーゲイン自動設定を行います。

 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程度です。

測定中は図 53 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ス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。

⑨ 測定を開始します。

 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 53 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。

またデータ処理に際してのスペクトル表示範囲の拡大縮小方法を図 54 に示します。

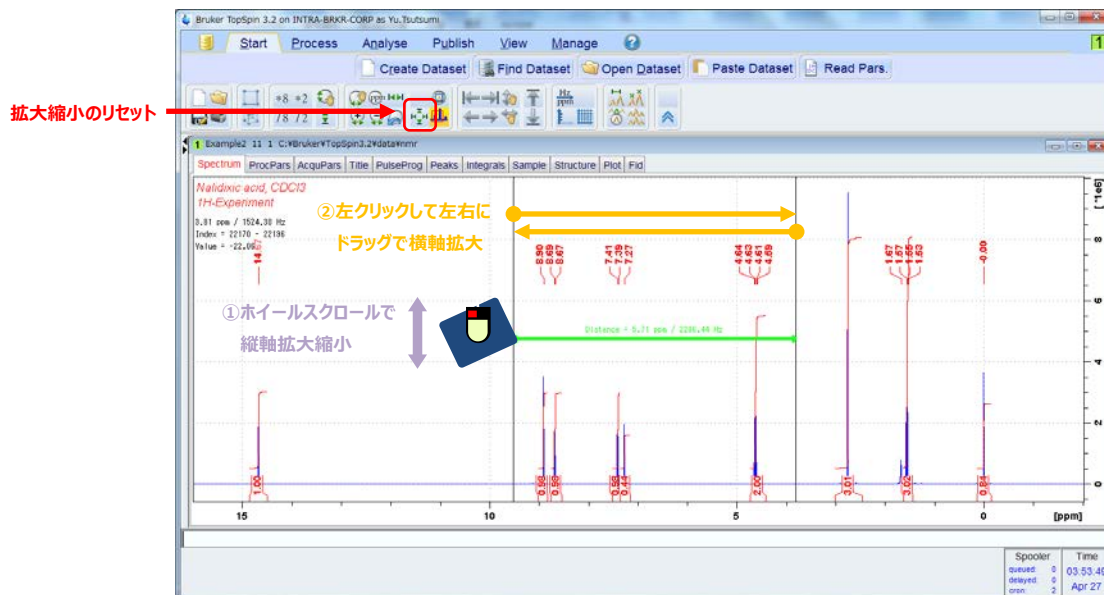


図 54. スペクトル表示範囲の拡大縮小操作.

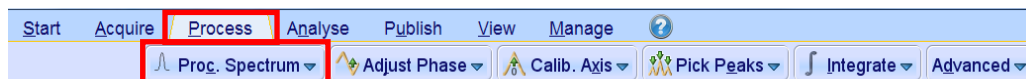


図 55. フローインターフェイス中の Process タブの位置.

- ① メニューバーの **Process** をクリックして、データ処理用にフローユーザーインターフェイスを切り替えます (図 55)。
- ② フローユーザーインターフェイスの **Proc. Spectrum** をクリックし、自動データ処理を行います。  
 ☞ 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

**自動データ処理で処理が不十分な場合には手順③に進みます。**

- 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。
  - f. **Adjust Phase** をクリックして、データウィンドウを位相補正モードに切り替えます。
  - g. 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 56）。

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は一番高磁場の信号に合わせて調整してください。

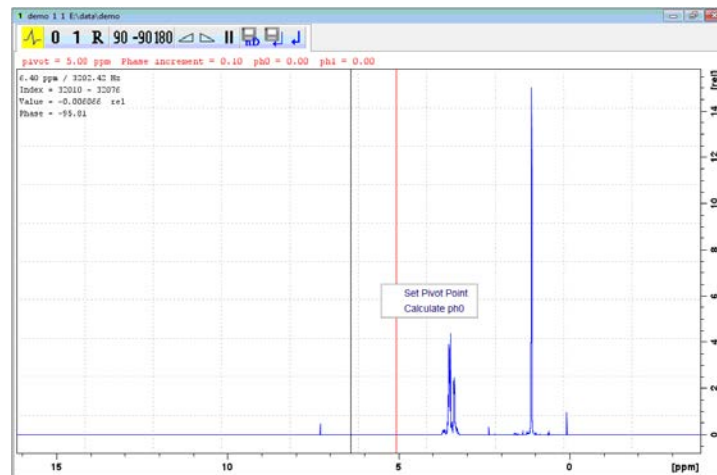


図 56. pivot point の設定.

- h. 画面左上にあるアイコン **0** 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 0 次の位相補正を行います（図 57）。

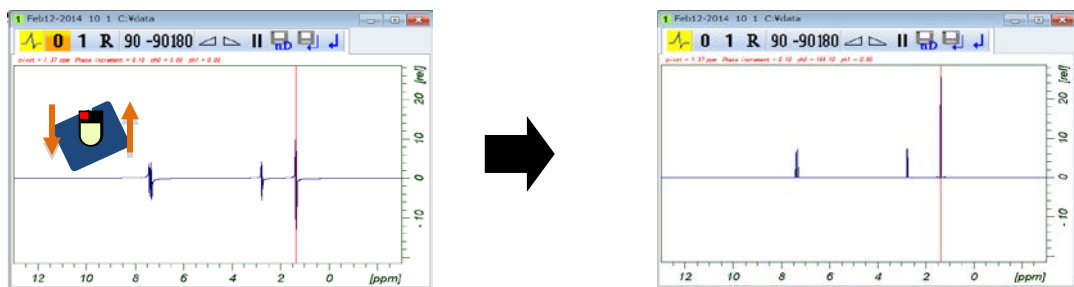
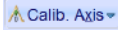


図 57. 位相補正モードのデータウィンドウ.

- i. 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。
- j. (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。

- c.  をクリックして、データウィンドウを化学シフト補正モードに切り替えます (図 58)。
- ☞ 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。
- d. 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。

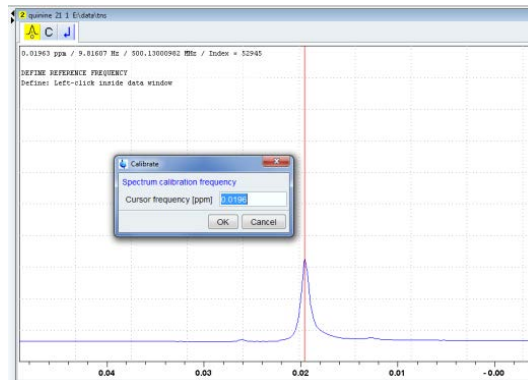






図 58. 化学シフト補正モードのデータウィンドウ。

#### ⑤ ピークピックを行います。

- d.  を選択し、クリックして、データウィンドウをピークピックモードに切り替えます (図 59)。
- e. 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  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、 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行えません。
- ☞ 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。

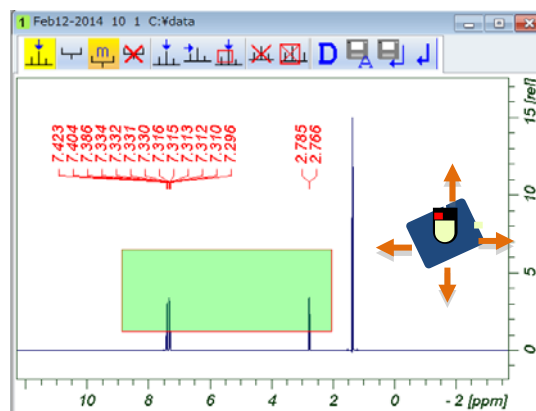







図 59. ピークピックモードのデータウィンドウ。

- f.  (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。

- e.  をクリックして、データウィンドウを積分モードに切り替えます (図 60)。
- f. 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  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、 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行えません。
  - ☞ 既に積分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。

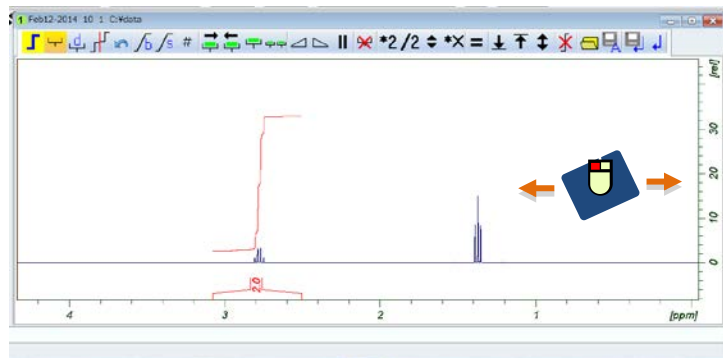



図 60. 積分モードのデータウィンドウ。

- g. 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(図 61)。

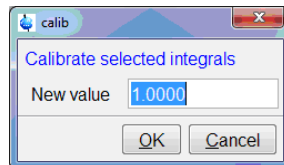



図 61. Calib ダイアログ。

- h.  (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




スペクトルの印刷には大きく分けて二つの方法があります。ここでそれぞれについて簡単に説明します。

### A) データディスプレイのまま印刷




図 62. フローインターフェイス中の Publish タブの位置.

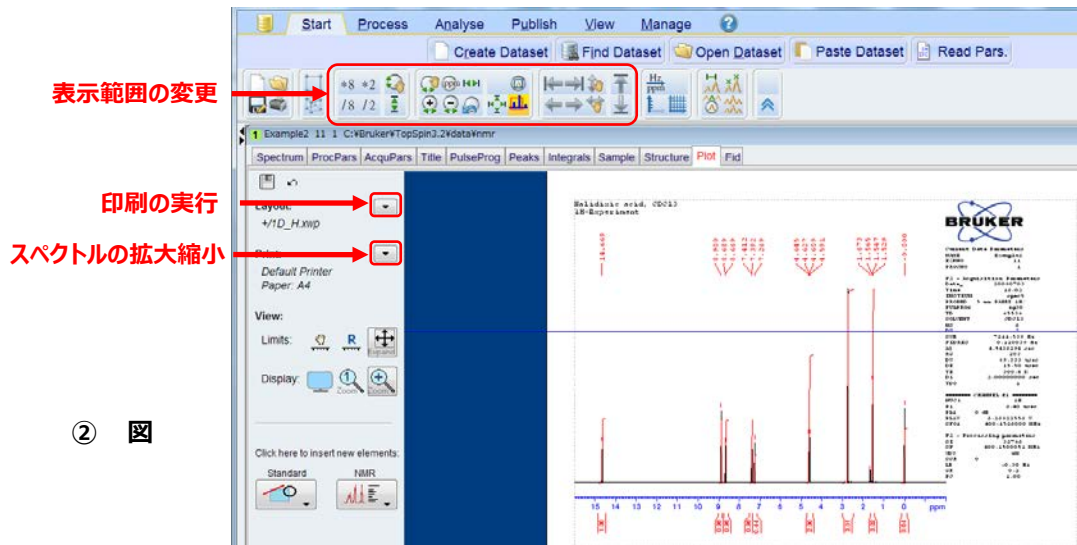
- ① **Publish** タブをクリックして、データ処理用にフローインターフェイスを切り替えます (図 62)
- ② **Print** ボタンをクリックして、表示されている画面をそのまま印刷します。  
 をクリックすると PDF ファイル形式で出力できます。

### B) Plot editor を使って印刷

Plot editor を使うことで詳細にフォーマットを設定して印刷をおこなうことができます。またパラメータを表示した印刷をおこなう場合にもこの方法を使います。

ここでは Plot editor の起動と画面の簡単な説明をおこないます。Plot editor の詳細な操作については Appendix を参照ください。

- 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。  
 ボタンをクリックして、プロットレイアウト編集画面に移行します (



- ② 

63)。

図 63. Plot Editor の画面


 データウィンドウの Plot タブをクリックすることにより、Plot Editor へ移動することができます。

## 5. 二次元 NMR 測定

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  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  HSQC スペクトル)

**[DIR]:** C:¥data¥training

**[Title]:** 10% Ethyl Benzene in  $\text{CDCl}_3$


### 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  $\text{CDCl}_3$  を選択します。

サンプルがすでに挿入されロックが済んでいる場合にはスキップします。

### 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 を測定するので必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行ってください。

- 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。

☞ グラジエ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。


また一度シム調整をおこなってから回転を止めた場合には再度シム調整が必要になるのでご注意ください。

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。**

 ボタンをクリックすると装着された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 **観測範囲と中心周波数の設定を行います。**

 **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.  ボタンをクリックすると setlimits ダイアログが開きます (図 64)。

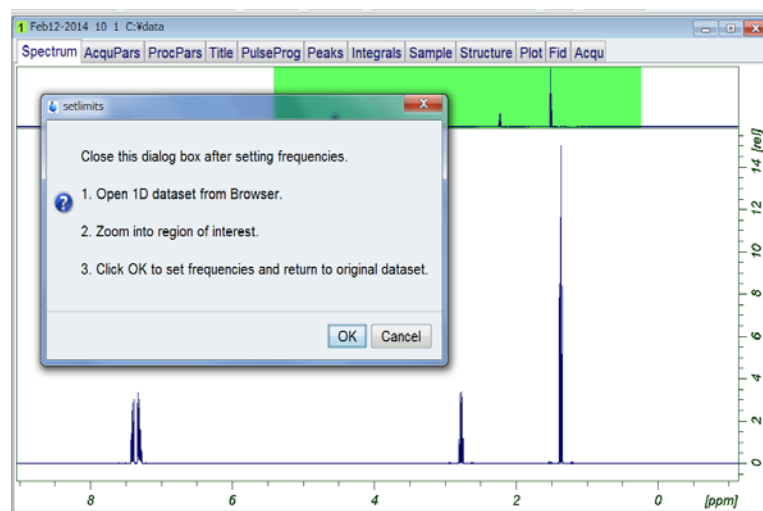


図 64. Setlimits ダイアログ

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  $^1\text{H}$  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。

d.  をクリックします。

☞ HSQC のようにヘテロの二次元測定の場合には  $^{13}\text{C}$  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  $^{13}\text{C}$  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。



Setlimits を使用して F2 側の観測範囲を設定した場合には、観測範囲が極端に狭くならないように注意ください。  
観測範囲が極端に狭い場合には測定時間が長くなると同時に HSQC のように多核のデカップリングがあるパルスシーケンスでスペクトルの質の低下につながる場合があります。

⑧ **レシーバーゲイン自動設定を行います。**



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。

⑨ **測定を開始します。**



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。


## 6. 二次元 NMR のデータ処理

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行います。


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.  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 65)。

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において、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  を選択します。

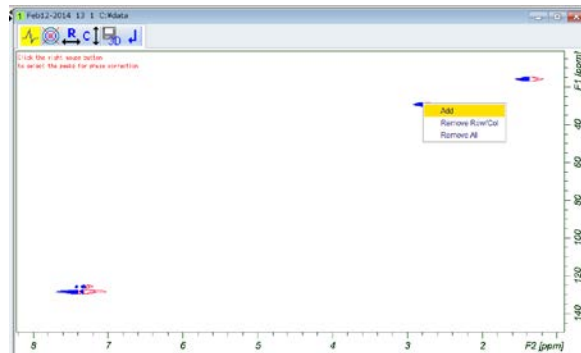


図 65. 二次元の位相補正モードのデータウィンドウ。

d. b～c の操作を繰り返し、最初に選んだピークから離れた位置になるピークをもう一つ選びます (図 66)。

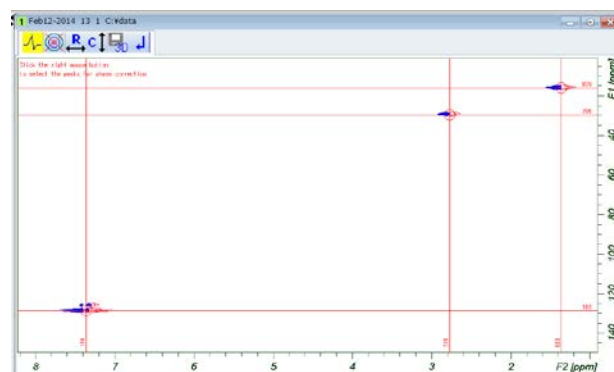



図 66. 複数のピークを選択した状態。

- e.  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(図 67 左)。
- f. 3 節の③の要領で位相を補正します(図 67 右)。

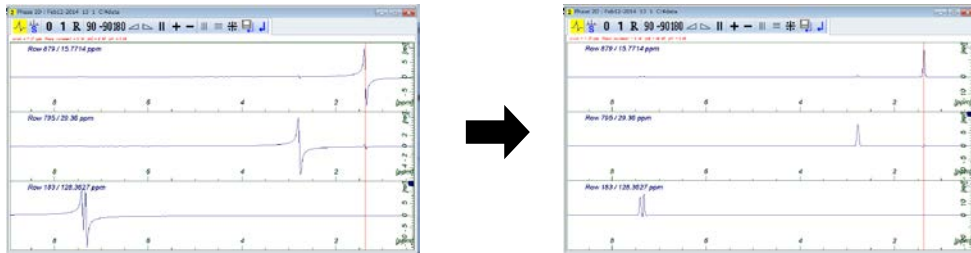





図 67. Row 方向のスライスを使った位相補正.

- 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、位相のずれが確認された場合には、e の手順で  をクリックして、F1 軸のスライスデータで位相補正を行います。



## 4章 Appendix


1. 測定パラメーター一覧
2. IconNMR 上の詳細操作
3. フローユーザーインターフェイスの詳細操作
4. 二次元スペクトルの等高線表示の設定
5. Plot Editor の操作
6. スペクトル集

## IV. Appendix

### 1. 測定パラメーター一覧

#### ① 測定パラメータとパルスプログラム

TopSpin では測定方法を指定するとき、「パラメーターセット（実験名）」で指定する場合と「パルスプログラム」で指定する場合があります。ここではその違いについて説明します。

「パルスプログラム」は NMR の測定で使用されるパルスシーケンスそのものを指し、TopSpin の標準では アルファベット小文字 で表記されます。この「パルスプログラム」はデータセットごとに  68 のように測定パラメータ PULPROG として指定されます。

このパラメータは任意のタイミングで変更することができます。

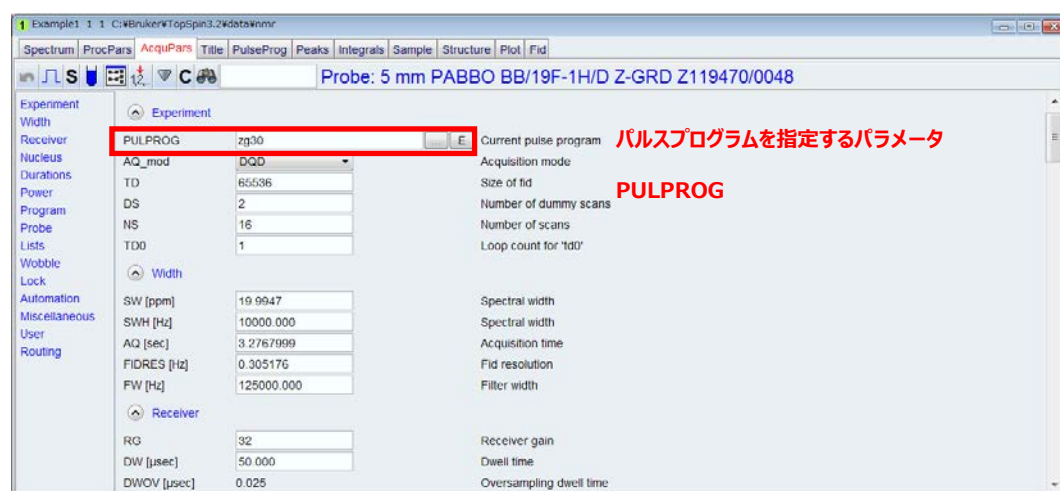


図 68. データセット内での PULPROG の指定.

☞ この例ではパラメータ PULPROG の値は 'zg30' となっており、フリップ角 30° の single pulse の測定が実行されます。

一方で「パラメーターセット」はこの PULPROG を含み、積算回数(ns)やパルス幅(p1)などの測定パラメータとウィンドウ関数で用いられるラインロードニング(lb)などの処理に必要なパラメータをまとめたものであり、文字通りパラメーターのセットです。「パラメーターセット」は TopSpin の標準では アルファベット大文字 で表記されます。

「パラメーターセット」以下のタイミングで指定/変更することができます。

- ☞ 自動測定 (IconNMR) で「実験名」を指定するとき
- ☞ マニュアル測定で  Create Dataset を使い、新規にデータセットを作るとき

- ☞ 作成済みのデータセットにおいて **Read Pars.** もしくはコマンド **rpar** を使って「パラメーターセット」の読み込みを行ったとき (図 69) の画面で「パラメーターセット」を指定する)
- ☞ 正確には他のタイミングや方法でも変更は可能

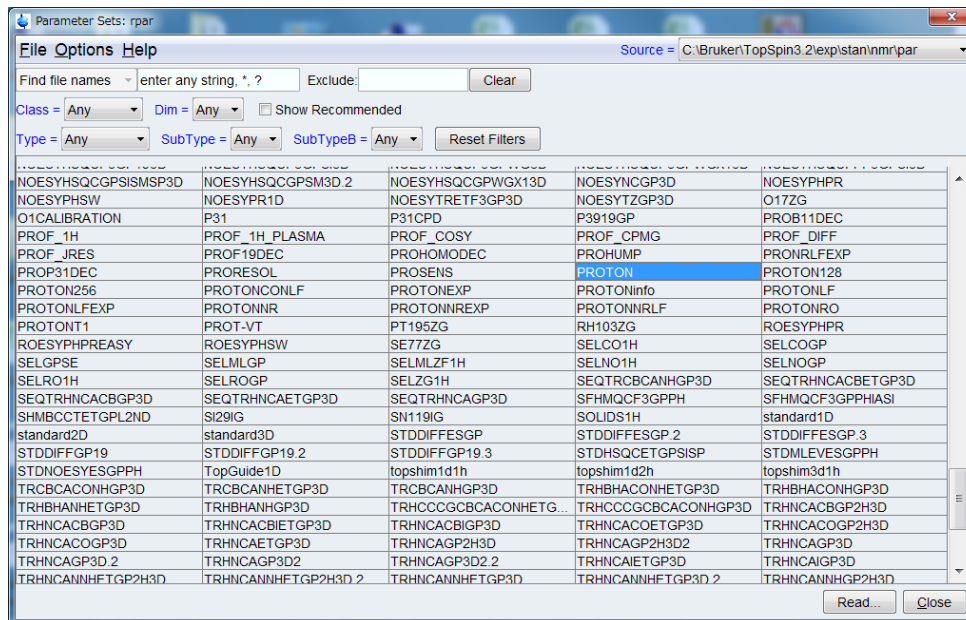


図 69. 実行時のパラメータの設定画面.

「パラメーターセット」は「パルスプログラム」を指定する PULPROG の他に表 1 のようなパラメータを含みます。

☞ 他にも多くのパラメータや設定を含むが詳細は割愛

この中には「パルスプログラム」を実行するのに必要なパラメータも含まれるため、一般的には PULPROG を変更して、「パルスプログラム」を変更しただけでは測定は正しく実行されません。例外を除いては必ず「パラメーターセット」を指定して測定の種類を変更してください。

測定パラメータ	TD	測定されるデータポイント数。
	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。
	O1 / O2	観測中心。O1 が直接観測軸 (F2)、O2 が間接観測軸側 (F1)。
	各種パルス幅	パルスプログラム内で使われるパルス幅。
	各種 delay	パルスプログラム内で使われる待ち時間。
処理パラメータ	SI	データ処理後のポイント数。
	SR	ケミカルシフト補正值。
	WDW	ウィンドウ関数。
	LB	Exponential 関数適用時に line broadning factor

表 1. パラメーターセットに含まれる代表的なパラメータ。

## ② 測定パラメーター一覧

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 2 に示します。ただし、CMC-se による (半)自動構造解析を行う場合には表 3 の CMC-se 用のパラメータセットを利用ください。

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	zpgg30	59min	1024	-
C13IG	1D <sup>13</sup> C	zgif30	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	cosygpmpfphp	39min	4	256
NOESYPHSW	NOESY	noesyphp	46min	4	256
ROESYPHSW	ROESY	roesyphp.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
HMBCGP	HMBC	hmbcgpplndqf	16min	4	128
HMBCGPND	HMBC	hmbcetgpl3nd	34min	8	128
INAD	INADEQUATE	inadqf	22h57min	128	128
CMCse_H2BC	H2BC	h2bcetgpl3	31min	4	256

表 2. 推奨パラメータセットの一覧表.

※  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)
CMCse_1H	1D <sup>1</sup> H	zg30	1 min 50sec	16	-
CMCse_13C	1D <sup>13</sup> C	zgpg30	14 m 30sec	256	-
CMCse_COSY	DQF-COSY	Cosygpmpfpqf	33 min	4	256
CMSse_HSQC	<sup>13</sup> C edited HSQC	hsqcedetgpsp.3	1 h 58 min	8	400
CMCse_HMBC	<sup>13</sup> C HMBC	hmbcetgpl3nd	2 h 13min	8	512
CMCse_INAD	INADEQUATE	inadphsp	2 days 11h	512	128
CMCse_ADEQ	ADEQUATE	adeq11etgprdsp	20 h 13min	128	256
CMCse_H2BC	H2BC	h2bcetgpl3	31 min	4	256
CMCse_15NHMBCf2	<sup>15</sup> N HMBC	hmbcgplpndqf	23 min	8	128
CMCse_15NHSQCf2	<sup>15</sup> N HSQC	hsqcetgp	21 min	8	128

表 3. CMC-se 用のパラメータセット.

## 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 70(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 70(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 70(iii))  
☞ ここでは NS を 1024 から 256 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 70(iv))

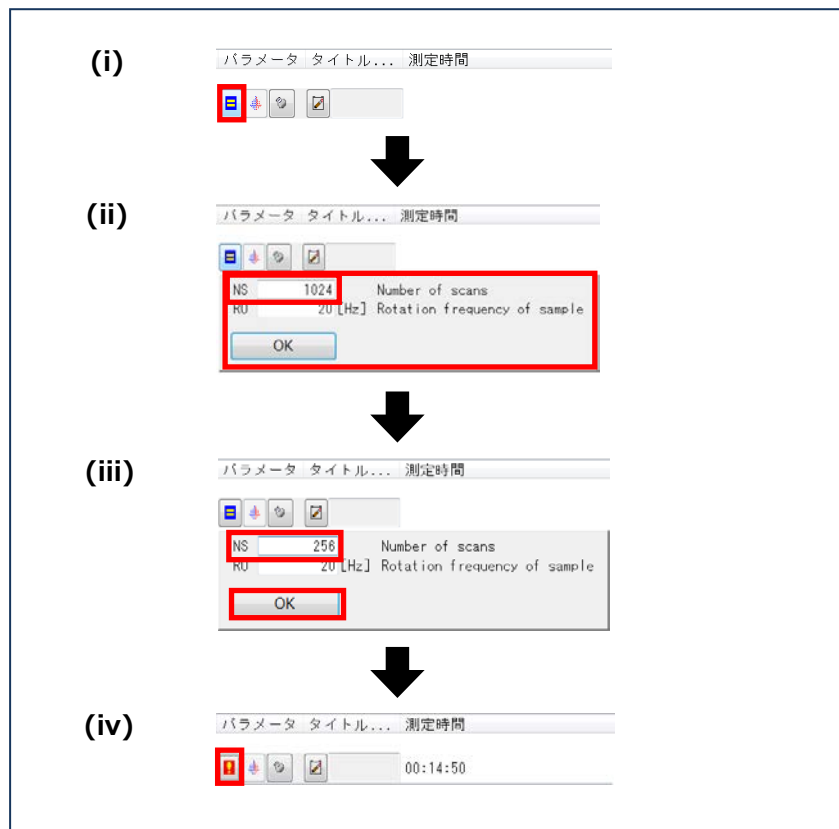



図 70. IconNMR 積算回数の変更方法.

## 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。

- a. IconNMR のウィンドウで、**図 71(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。
- b. TopSpin のウィンドウへ画面が自動で切り替わります。( **図 71(ii)** )
- c. 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 への変更例を示します。**
- d. **図 71(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。
- e.

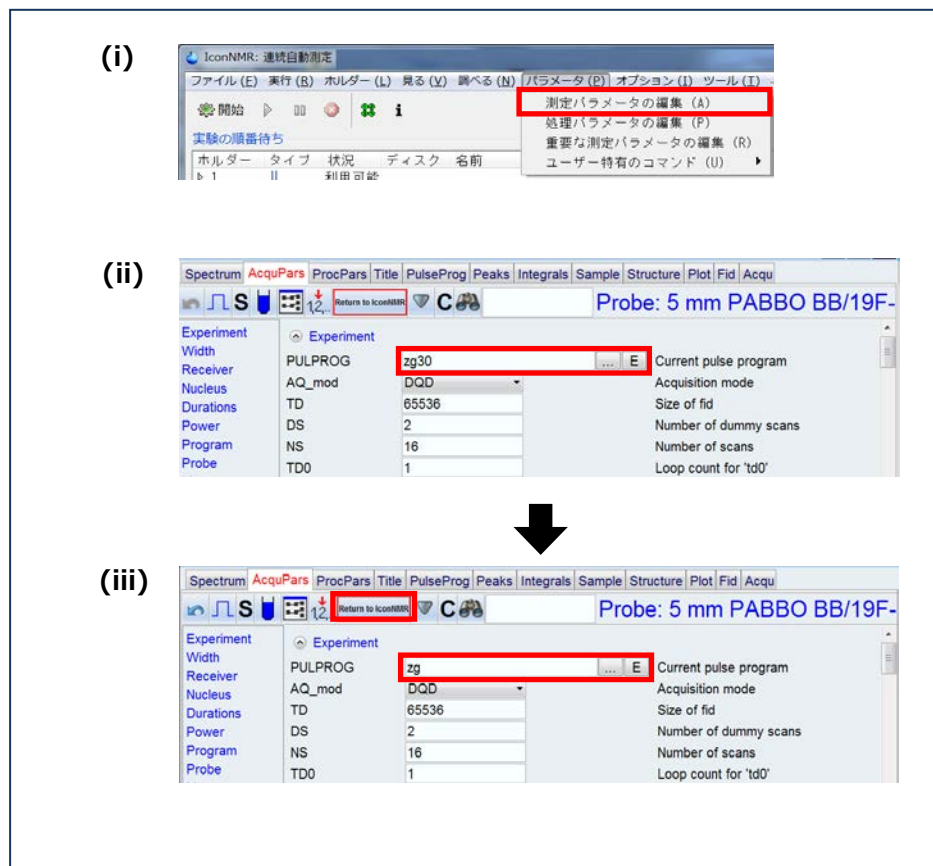





図 71. パラメータの設定変更.

### 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。

- 図 72(i) のように測定待機中の登録済実験を選択し、 ボタンをクリックします。
- 状況が登録済から利用可能に表示変更されます。(図 72(ii))
-  ボタンをクリックし編集します。(図 72(iii))
- 編集終了後  ボタンをクリックし再登録します

(i)

ホルダー	タイプ	状況	ディスク	名前	番号	溶媒	実験
1	3	測定中	C:\YBru				
		測定中	C:\YBru				
		登録済	C:\YBru				
		登録済	C:\YBru				
2	2	登録済	C:\YBruker\TopSpin\02212014	20		CDC13	N PROTON
		登録済	C:\YBruker\TopSpin\02212014	21		CDC13	C COSYGPSW
		登録済	C:\YBruker\TopSpin\02212014	20			
3		利用可能					

マウスのカーソルをあわせて左クリック

(ii)


ホルダー	タイプ	状況	ディスク	名前	番号	溶媒	実験
1	3	測定中	C:\YBruker\TopSpin\02202014	10		D2O	N PROTON
		測定中	C:\YBruker\TopSpin\02202014	11		D2O	N C13CPD
		登録済	C:\YBruker\TopSpin\02202014	12		D2O	C HSQCEDET
		登録済	C:\YBruker\TopSpin\02202014	10			
2	2	利用可能	C:\YBruker\TopSpin\02202014	20		CDC13	N PROTON
		利用可能	C:\YBruker\TopSpin\02202014	21		CDC13	C COSYGPSW
		利用可能	C:\YBruker\TopSpin\02202014	20			
3		利用可能					

(iii)

ホルダー	タイプ	状況	ディスク	名前	番号	溶媒	実験
1	3	測定中	C:\YBruker\TopSpin\02202014	10		D2O	N PROTON
		終了	C:\YBruker\TopSpin\02202014	11		D2O	N C13CPD
		測定中	C:\YBruker\TopSpin\02202014	12		D2O	C HSQCEDET
		登録済	C:\YBruker\TopSpin\02202014	10			
2	2	利用可能	C:\YBruker\TopSpin\02202014	11			
		利用可能	C:\YBruker\TopSpin\0220201	20		CDC13	N PROTON
		利用可能	C:\YBruker\TopSpin\0220201	21		CDC13	C COSYGP
3		利用可能	C:\YBruker\TopSpin\0220201	20			


図 72. 測定待機中実験の実験再編集。

#### ④ IconNMR 測定制御ウィンドウによる操作方法


測定制御ウィンドウを用いて、測定中のスペクトルの確認や、測定の中断を実行することができます。測定制御ウィンドウは連続自動測定を  すると同時に起動されます。\*


ここでは 図 (ii) に示す測定制御ウィンドウの主要なボタンについて説明します。

※ 測定制御ウィンドウが表示されていない場合は、 ボタンをクリックします。(図 73(i))

 ボタン : クリックした時点までに積算されたデータをディスクに保存します。




自動で TopSpin 画面へ移行し、スペクトルを表示します。

 ボタン : クリックした時点までに積算されたデータをディスクに保存し、測定を中断します。

 ボタン : クリックした時点で即測定を中断します。

積算されたデータをディスクに保存せず、測定を中断します。

誤って 2 次元測定を開始してしまった場合など、緊急時以外使いません。

 ボタンを測定中に一度クリックしたスペクトルについて、 ボタンをクリックした場合には、 ボタンをクリックし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。

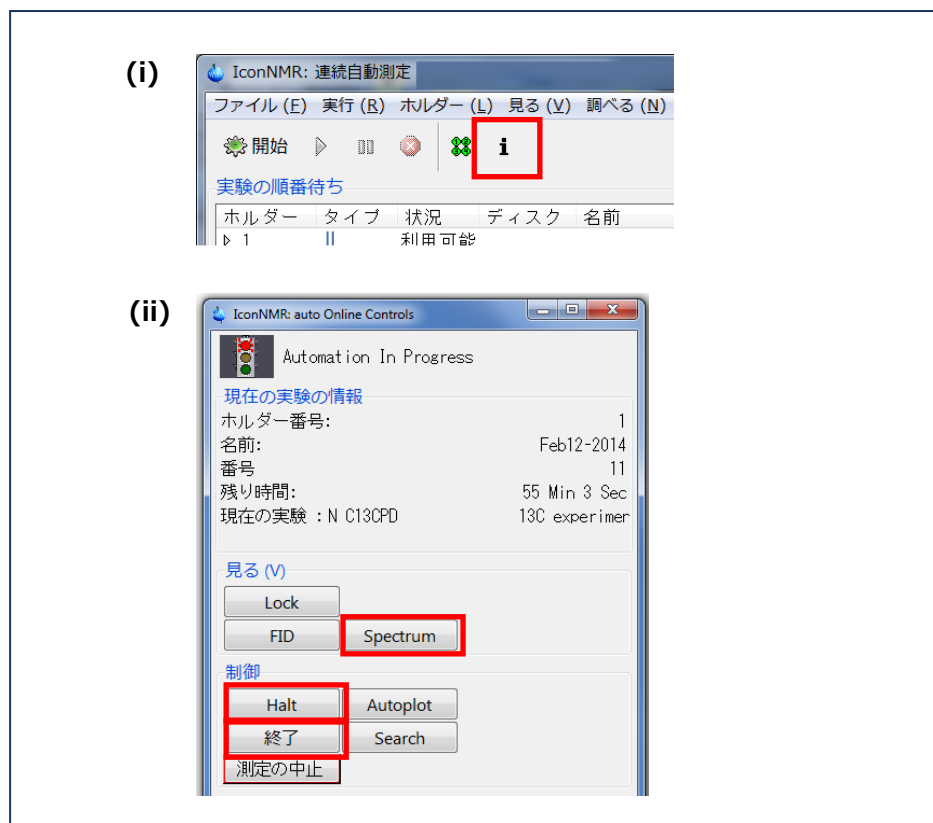


図 73. 測定制御ウィンドウによる操作.

### 3. フローユーザーインターフェースの詳細操作

#### ① フローユーザーインターフェースを用いた自動処理条件の変更方法

フローユーザーインターフェース上で **Proc. Spectrum** 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. **Proc. Spectrum** 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。このメニューの中から **Configure Standard Processing (proc1d)** を選択します (図 74)。

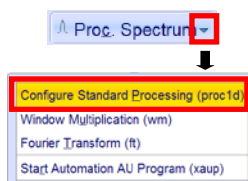


図 74. 処理条件変更のプルダウンメニュー。

- 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(図 75)。

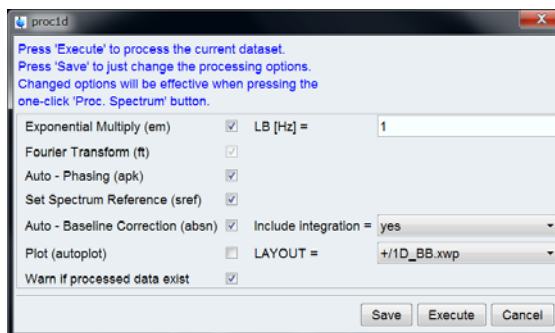


図 75. 処理条件変更ダイアログ。

変更可能な条件は次の通りです。


- 【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。この値が大きいか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)】** : フーリエ変換を行います。
- 【Auto - Phasing (apk)】** : チェックが入っていると自動位相補正を行います。
- 【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 0ppm に自動補正を行います。  
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)】** : チェックが入っていると自動ベースライン補正を行います。


- 
- 【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を行います。
- 【LAYOUT】 :** 自動印刷で使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場合に上書きの警告が表示されます。

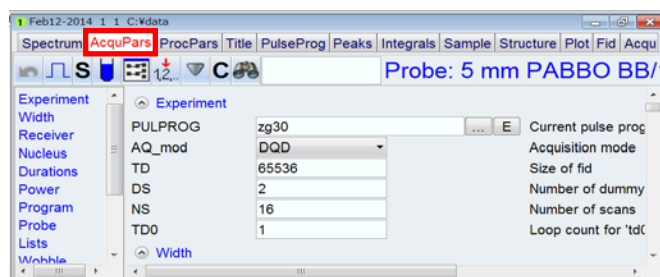


自動処理条件の変更はすべてのユーザーのすべてのデータセットに及ぶため  
変更の際はご注意ください。

## ② フローユーザーインターフェイスを用いた測定条件の変更方法

フローユーザーインターフェイスで  ボタンをクリックして測定を開始する前に測定条件（パラメータ）を詳細に設定することができます。ここではその方法と代表的な測定パラメータの説明をします。

- 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 76**）。
  - ☞ 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。**A** 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 4 に示します。



**図 76. AcquPars タブ.**

PULPROG	パルスプログラム名
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。
AQ	FID 取り込み時間。TD と SWH で自動的に決まります。
D1	待ち時間。D1 + AQ がパルス繰り返し時間になります。
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。
O1 / O2	観測中心。O1 が直接観測軸（F2）、O2 が間接観測軸側（F1）。








**表 4. 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行うことができます。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









-  測定を開始します。
-  測定を停止します（データは保存されます）。
-  測定を直ちに中断します（データは保存されません）。
-  測定ウィンドウを開きます。
-  BSMSコントロール画面を表示します。
-  実験時間を表示します。
-  ロックディスプレイを開きます。

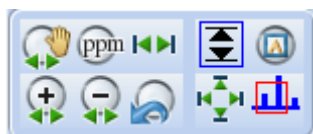
#### ii. データ処理や表示に関するボタン



##### 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]
-  縦軸のスケールを 2 倍にします[\*2]
-  縦軸のスケールを 1/2 倍にします[/2]
-  マウスでクリックしたまま上下にドラッグすることで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]

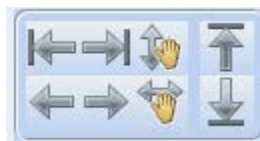
##### b. 拡大縮小












-  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)
-  値を入力して拡大します[.zx]

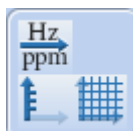
-  横軸をフルスケールにします[.hr] (2D,3D のときは[.f2r])
-  横軸のスケールを拡大します[.zi]
-  横軸のスケールを縮小します[.zo]
-  ひとつ前の拡大率に戻します[.zl]
-  選択範囲を拡大します(1D のみ)[.zoommode]
-  全領域を表示します[.all]
-  データセットを変えてもスケールを現在の状態に保ちます[.keep]




### c. 表示部位の移動



-  スペクトルを左端に合わせます[.sl0] (1D のみ)
-  スペクトルを右端に合わせます[.sr0] (1D のみ)
-  スペクトルを左にシフトします[.sl]
-  スペクトルを右にシフトします[.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 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]
-  スペクトルのベースラインを中心に合わせます[.su] (1D のみ)
-  スペクトルのベースラインを下端に合わせます[.sd] (1D のみ)
-  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]
-  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]
-  Multiple Display を起動してスペクトルの比較を行います[.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. 二次元スペクトルの等高線表示の変更

- ① スペクトル内で右クリックしメニューを表示し、**Edit Contour Levels...** を選択すると等高線表示ウィンドウが開きます (図 77)。

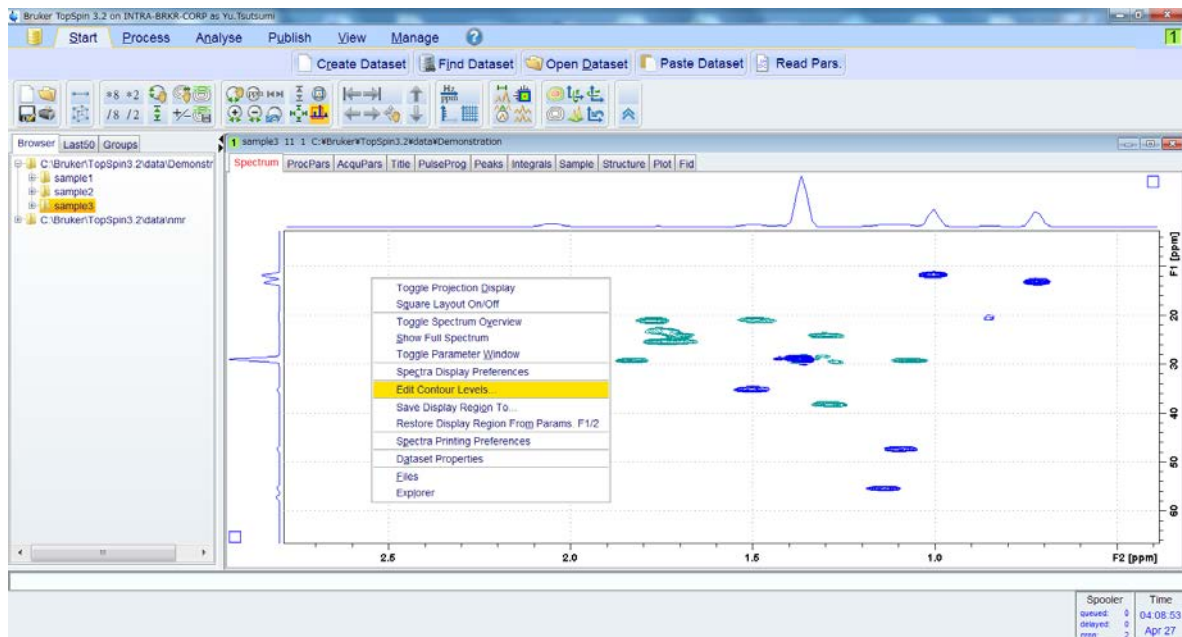


図 77. **Edit Contour Levels...** メニューの選択.

- ② 等高線表示ウィンドウ内で **Level Increment** と **Number of Levels** を適切な値に設定し、

**Fill** ボタンをクリックし等高線を計算し、**Apply** をクリックしスペクトルに反映させます。最後に

**OK** ボタンをクリックして等高線表示ウィンドウを閉じます (図 78)。

- ☞ **Level Increment** は値が小さいほど等高線の間隔が密になります。**Calculation method** で **Multiply by increment** が選択されているときには、**Level Increment** は等高線間隔に比になります。また正負それぞれに設定することができます。

**Number of Levels** は値が大きいほど描画に使用される等高線の数が大きくなります (最大 64)。

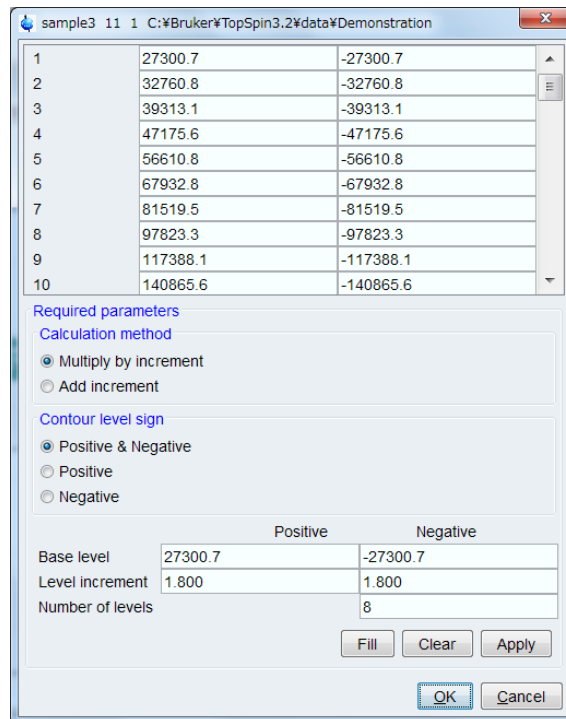


図 78. 等高線表示ウィンドウ.

## 5. Plot editor の基本操作

### ① オブジェクトが選択されていないとき

スペクトルのディスプレイ内でオブジェクトが選択されていない状態では Plot editor 内のメニューは図 79 のようになっています。この画面では保存済みのレイアウトの選択やサブメニューを使った新規オブジェクトの挿入、印刷の実行を行うことができます。

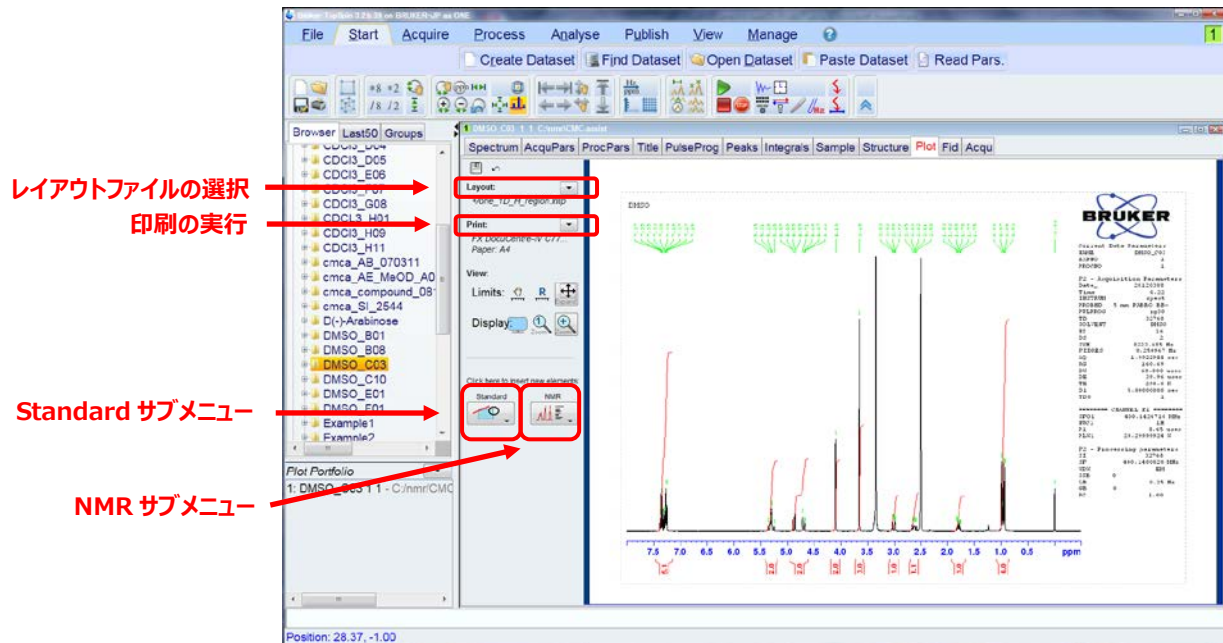


図 79. オブジェクトが選択されていないときの Plot editor の画面。

Standard サブメニューでは図形や文字のような基本的なオブジェクトを描くことができます(図 80)。

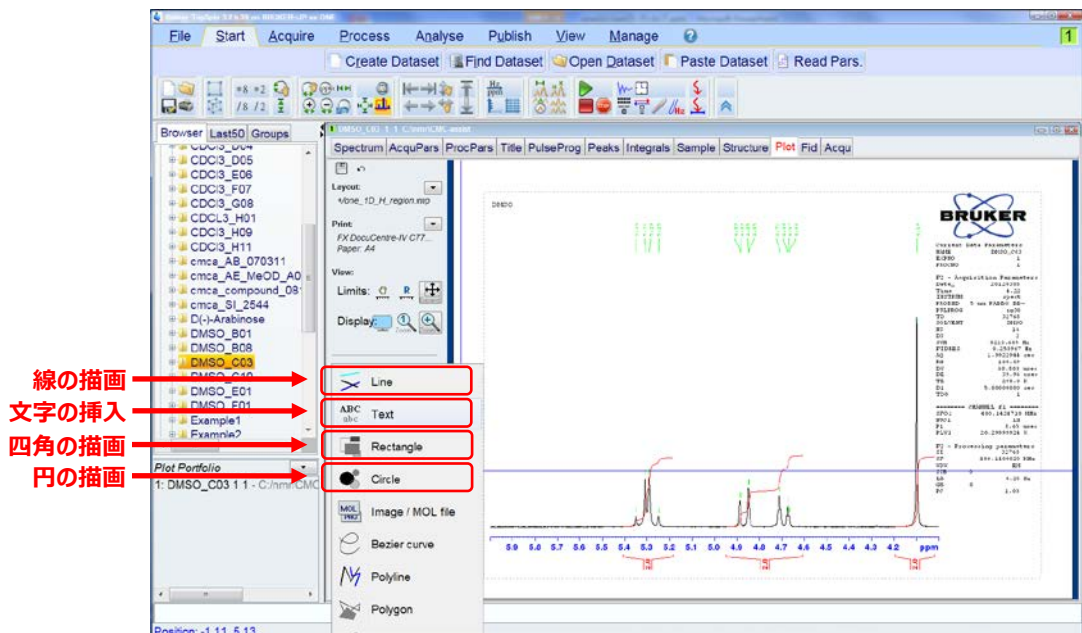


図 80. Standard サブメニュー選択時の画面。

NMR サブメニューでは一次元および二次元スペクトルの追加とパラメータリストの追加を行うことができます(図 81)。

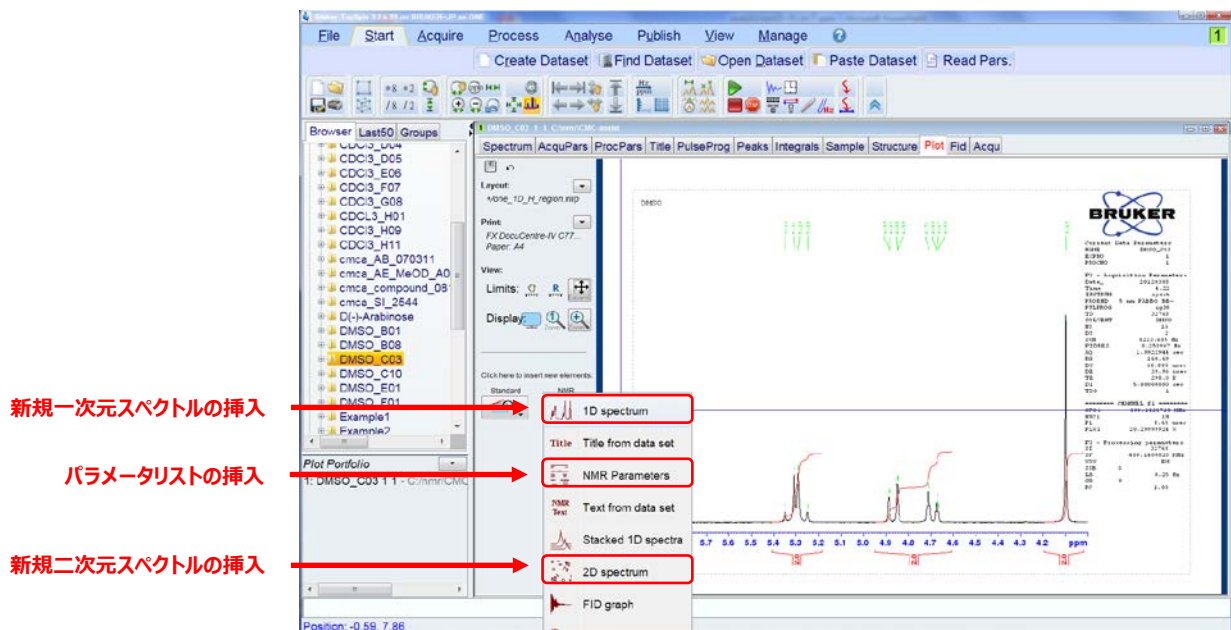


図 81. NMR サブメニュー選択時の画面。

## ② オブジェクトが選択されているとき

スペクトルのディスプレイ内でオブジェクトを左クリックすると緑色の四角いドラッグポイントが表示され、選択された状態となります（図 82）。ドラッグポイントはマウスで左クリックしたままドラッグすることでオブジェクトを拡大縮小することができます。またオブジェクトが選択された状態では、サブメニューを選ぶことで軸の設定やピークピックと積分曲線の表示の変更などがおこなえます。

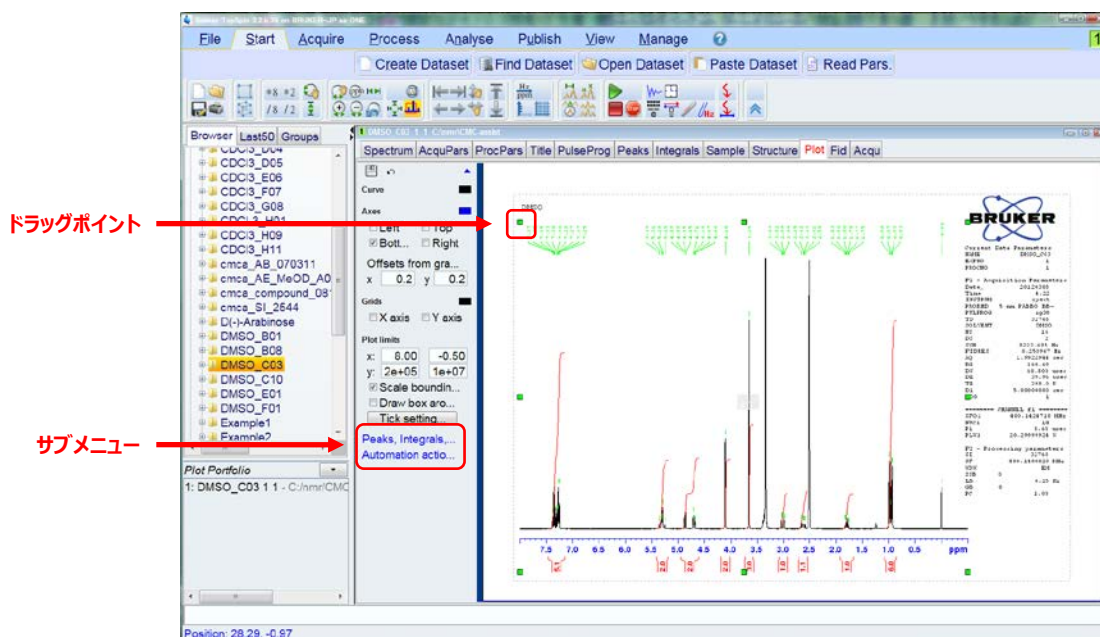


図 82. オブジェクトが選択されているときの Plot editor の画面。

**Axes, Grids, Curve...** のサブメニューを選択するとスペクトル曲線の色や太さの変更、縦軸・横軸の表示の変更、グリッドの有無の変更、スペクトルの表示範囲の微調整などが行えます(図 83)。

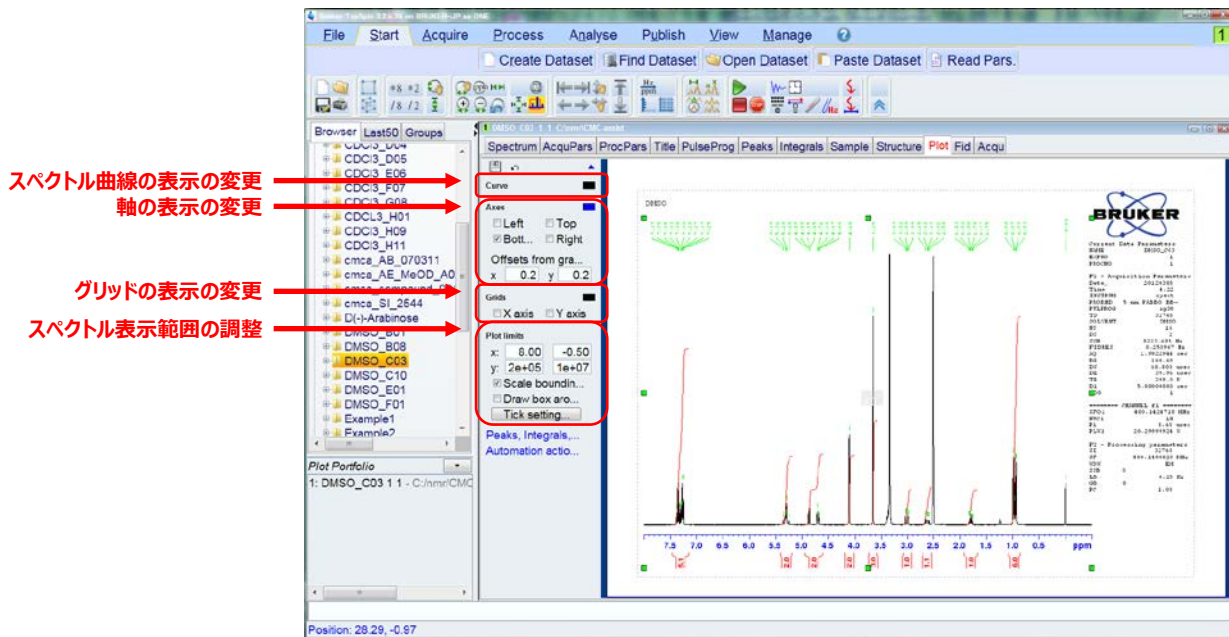


図 83. **Axes, Grids, Curve...** サブメニューでの Plot editor の画面。

**Peaks, Integrals,...** のサブメニューを選択するとピークピックの色や太さの変更、および桁数などを変更することができます(図 84)。

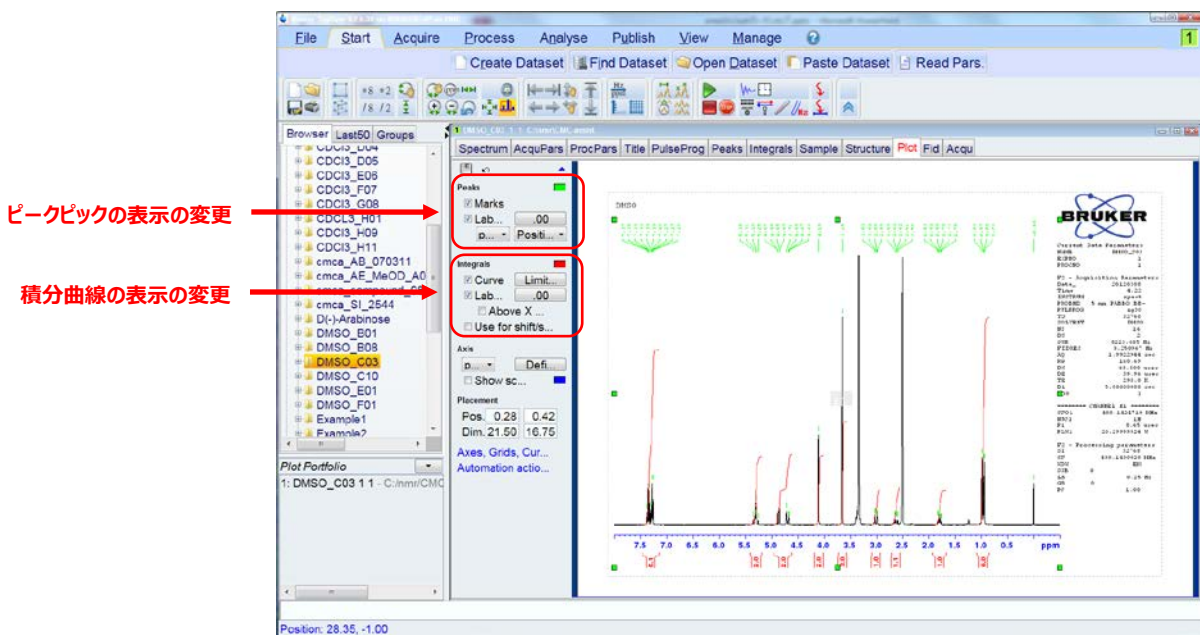
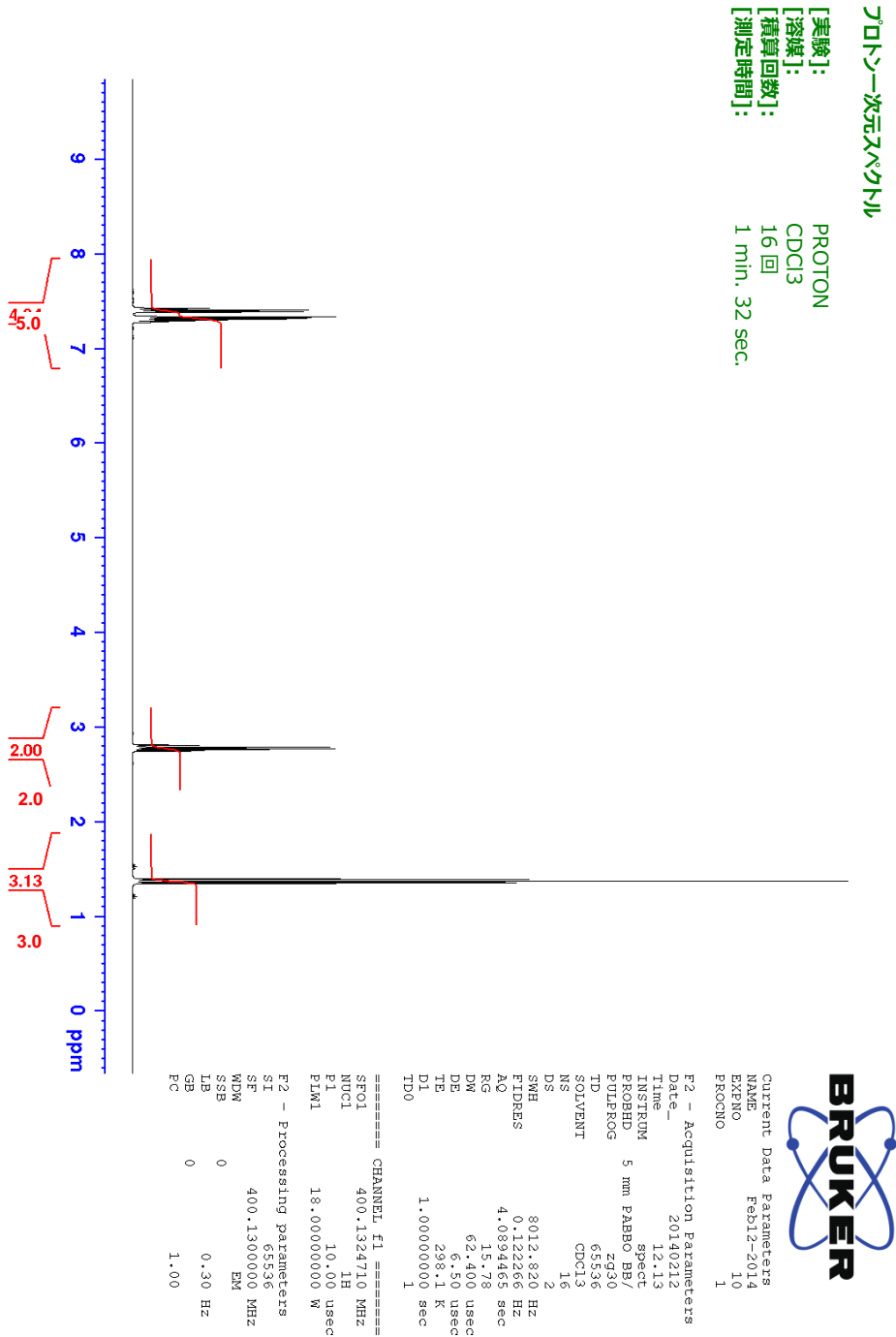


図 84. **Peaks, Integrals,...** サブメニューでの Plot editor の画面。

## 6. スペクトル集

ここでは実際に Bruker の標準試料である 10% Ethyl Benzene in  $CDCl_3$  と標準パラメータセットで測定した 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。





カーブ一次元スペクトル  
(power gated decoupling)

[実験]: C13CPD  
 [溶媒]: CDC13  
 [積算回数]: 1024 回  
 [測定時間]: 58 min. 42 sec.

127.95  
 125.91  
 125.69

77.43  
 77.11  
 76.80

28.99

15.71



Current Data Parameters  
 NAME Feb12-2014  
 EXPNO 11  
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters

Date\_ 20140213  
 Time\_ 19:41  
 INSTRUM spect  
 PROBD 5 mm EBBB0 BB/  
 PULPROG zgpg30  
 TD 65536  
 SOLVENT CDC13  
 NS 1024  
 DS 4  
 SRH 24038.461 Hz  
 FIDRES 0.36788 Hz  
 AQ 1.382188 sec  
 RG 204.89  
 DM 20.800 usec  
 DE 20.80 usec  
 TE 298.1 K  
 D1 2.0000000 sec  
 D11 0.0300000 sec  
 ID0 1

==== CHANNEL f1 =====

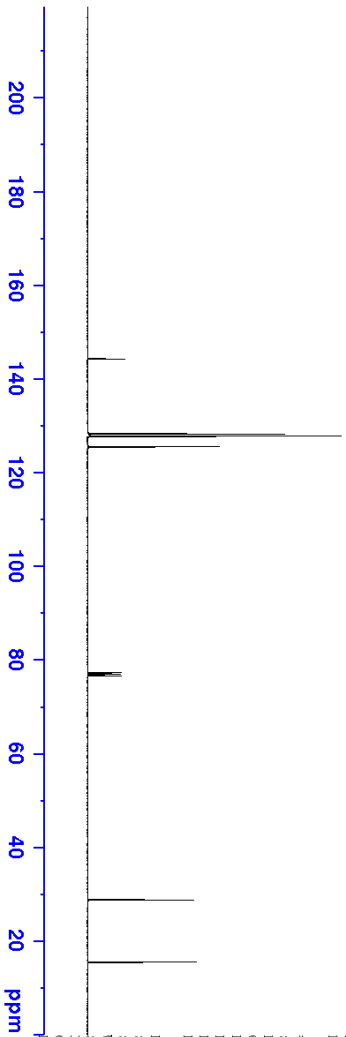
SFO1 100.6228293 MHz  
 NUC1 13C  
 P1 10.00 usec  
 PLW1 76.00000000 W

==== CHANNEL f2 =====

SFO2 400.1316005 MHz  
 NUC2 1H  
 CEPRG[2] waltz16  
 PCPD2 100.00 usec  
 PLW2 18.00000000 W  
 PLW12 0.18000001 W  
 PLW13 0.18000001 W

F2 - Processing parameters

SI 32768  
 SF 100.6127685 MHz  
 WDW EM  
 SSB 0  
 LB 0  
 GB 1.40

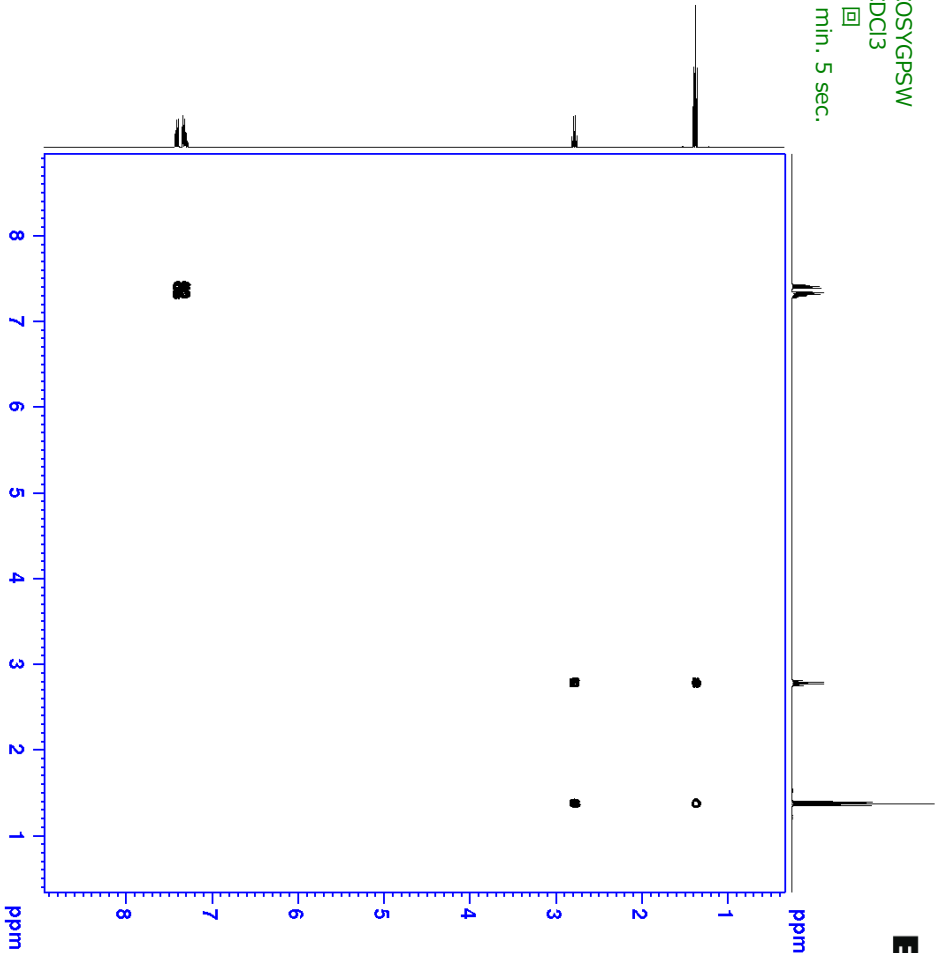




COSY スペクトル

[実験]:  
[溶媒]:  
[積算回数]:  
[測定時間]:

COSYGPSW  
CDCl3  
1回  
5 min. 5 sec.



```

Current Data Parameters
NAME      F812-2019
EXPNO    1
PROCNO   1

E2 - Acquisition Parameters
-----
Date_         2012.12.27
Time                12.27
INSTRUM      spect
PROBHD      5 mm PABBO BB/
PULPROG     zgpg30
TD          65536
AQ          0.2969600 sec
RG          14200
DE          5.50 usec
TE          298.1 K
D0          0.04000000 sec
D1          1.34000000 sec
D11         0.03000000 sec
D12         0.00020000 sec
D13         0.00000000 sec
D14         0.00000000 sec
D15         0.00020000 sec
D16         0.00020000 sec
D17         0.00020000 sec
D18         0.00020000 sec
D19         0.00020000 sec
D20         0.00020000 sec
D21         0.00020000 sec
D22         0.00020000 sec
D23         0.00020000 sec
D24         0.00020000 sec
D25         0.00020000 sec
D26         0.00020000 sec
D27         0.00020000 sec
D28         0.00020000 sec
D29         0.00020000 sec
D30         0.00020000 sec
D31         0.00020000 sec
D32         0.00020000 sec
D33         0.00020000 sec
D34         0.00020000 sec
D35         0.00020000 sec
D36         0.00020000 sec
D37         0.00020000 sec
D38         0.00020000 sec
D39         0.00020000 sec
D40         0.00020000 sec
D41         0.00020000 sec
D42         0.00020000 sec
D43         0.00020000 sec
D44         0.00020000 sec
D45         0.00020000 sec
D46         0.00020000 sec
D47         0.00020000 sec
D48         0.00020000 sec
D49         0.00020000 sec
D50         0.00020000 sec
D51         0.00020000 sec
D52         0.00020000 sec
D53         0.00020000 sec
D54         0.00020000 sec
D55         0.00020000 sec
D56         0.00020000 sec
D57         0.00020000 sec
D58         0.00020000 sec
D59         0.00020000 sec
D60         0.00020000 sec
D61         0.00020000 sec
D62         0.00020000 sec
D63         0.00020000 sec
D64         0.00020000 sec
D65         0.00020000 sec
D66         0.00020000 sec
D67         0.00020000 sec
D68         0.00020000 sec
D69         0.00020000 sec
D70         0.00020000 sec
D71         0.00020000 sec
D72         0.00020000 sec
D73         0.00020000 sec
D74         0.00020000 sec
D75         0.00020000 sec
D76         0.00020000 sec
D77         0.00020000 sec
D78         0.00020000 sec
D79         0.00020000 sec
D80         0.00020000 sec
D81         0.00020000 sec
D82         0.00020000 sec
D83         0.00020000 sec
D84         0.00020000 sec
D85         0.00020000 sec
D86         0.00020000 sec
D87         0.00020000 sec
D88         0.00020000 sec
D89         0.00020000 sec
D90         0.00020000 sec
D91         0.00020000 sec
D92         0.00020000 sec
D93         0.00020000 sec
D94         0.00020000 sec
D95         0.00020000 sec
D96         0.00020000 sec
D97         0.00020000 sec
D98         0.00020000 sec
D99         0.00020000 sec
D100        0.00020000 sec

===== CHANNEL f1 =====
NUC1       13C
P1         12.00 usec
FO         101.626120 MHz
E1         10.00 usec
E2         18.00000000 usec
E3         18.00000000 usec
E4         18.00000000 usec
E5         18.00000000 usec
E6         18.00000000 usec
E7         18.00000000 usec
E8         18.00000000 usec
E9         18.00000000 usec
E10        18.00000000 usec
E11        18.00000000 usec
E12        18.00000000 usec
E13        18.00000000 usec
E14        18.00000000 usec
E15        18.00000000 usec
E16        18.00000000 usec
E17        18.00000000 usec
E18        18.00000000 usec
E19        18.00000000 usec
E20        18.00000000 usec
E21        18.00000000 usec
E22        18.00000000 usec
E23        18.00000000 usec
E24        18.00000000 usec
E25        18.00000000 usec
E26        18.00000000 usec
E27        18.00000000 usec
E28        18.00000000 usec
E29        18.00000000 usec
E30        18.00000000 usec
E31        18.00000000 usec
E32        18.00000000 usec
E33        18.00000000 usec
E34        18.00000000 usec
E35        18.00000000 usec
E36        18.00000000 usec
E37        18.00000000 usec
E38        18.00000000 usec
E39        18.00000000 usec
E40        18.00000000 usec
E41        18.00000000 usec
E42        18.00000000 usec
E43        18.00000000 usec
E44        18.00000000 usec
E45        18.00000000 usec
E46        18.00000000 usec
E47        18.00000000 usec
E48        18.00000000 usec
E49        18.00000000 usec
E50        18.00000000 usec
E51        18.00000000 usec
E52        18.00000000 usec
E53        18.00000000 usec
E54        18.00000000 usec
E55        18.00000000 usec
E56        18.00000000 usec
E57        18.00000000 usec
E58        18.00000000 usec
E59        18.00000000 usec
E60        18.00000000 usec
E61        18.00000000 usec
E62        18.00000000 usec
E63        18.00000000 usec
E64        18.00000000 usec
E65        18.00000000 usec
E66        18.00000000 usec
E67        18.00000000 usec
E68        18.00000000 usec
E69        18.00000000 usec
E70        18.00000000 usec
E71        18.00000000 usec
E72        18.00000000 usec
E73        18.00000000 usec
E74        18.00000000 usec
E75        18.00000000 usec
E76        18.00000000 usec
E77        18.00000000 usec
E78        18.00000000 usec
E79        18.00000000 usec
E80        18.00000000 usec
E81        18.00000000 usec
E82        18.00000000 usec
E83        18.00000000 usec
E84        18.00000000 usec
E85        18.00000000 usec
E86        18.00000000 usec
E87        18.00000000 usec
E88        18.00000000 usec
E89        18.00000000 usec
E90        18.00000000 usec
E91        18.00000000 usec
E92        18.00000000 usec
E93        18.00000000 usec
E94        18.00000000 usec
E95        18.00000000 usec
E96        18.00000000 usec
E97        18.00000000 usec
E98        18.00000000 usec
E99        18.00000000 usec
E100       18.00000000 usec

===== GRADIENT CHANNEL =====
GR11       5000.00 usec
GR12       10.00 %
GR13       1000.00 usec
GR14       10.00 %
GR15       1000.00 usec
GR16       10.00 %

E1 - Acquisition parameters
-----
TD          128
SFO1       400.1319 MHz
FIDRES     26.939655 Hz
AQ          8.14 usec
RG          8.14 usec
DE          5.50 usec
TE          298.1 K
D0          0.04000000 sec
D1          1.34000000 sec
D11         0.03000000 sec
D12         0.00020000 sec
D13         0.00000000 sec
D14         0.00000000 sec
D15         0.00020000 sec
D16         0.00020000 sec
D17         0.00020000 sec
D18         0.00020000 sec
D19         0.00020000 sec
D20         0.00020000 sec
D21         0.00020000 sec
D22         0.00020000 sec
D23         0.00020000 sec
D24         0.00020000 sec
D25         0.00020000 sec
D26         0.00020000 sec
D27         0.00020000 sec
D28         0.00020000 sec
D29         0.00020000 sec
D30         0.00020000 sec
D31         0.00020000 sec
D32         0.00020000 sec
D33         0.00020000 sec
D34         0.00020000 sec
D35         0.00020000 sec
D36         0.00020000 sec
D37         0.00020000 sec
D38         0.00020000 sec
D39         0.00020000 sec
D40         0.00020000 sec
D41         0.00020000 sec
D42         0.00020000 sec
D43         0.00020000 sec
D44         0.00020000 sec
D45         0.00020000 sec
D46         0.00020000 sec
D47         0.00020000 sec
D48         0.00020000 sec
D49         0.00020000 sec
D50         0.00020000 sec
D51         0.00020000 sec
D52         0.00020000 sec
D53         0.00020000 sec
D54         0.00020000 sec
D55         0.00020000 sec
D56         0.00020000 sec
D57         0.00020000 sec
D58         0.00020000 sec
D59         0.00020000 sec
D60         0.00020000 sec
D61         0.00020000 sec
D62         0.00020000 sec
D63         0.00020000 sec
D64         0.00020000 sec
D65         0.00020000 sec
D66         0.00020000 sec
D67         0.00020000 sec
D68         0.00020000 sec
D69         0.00020000 sec
D70         0.00020000 sec
D71         0.00020000 sec
D72         0.00020000 sec
D73         0.00020000 sec
D74         0.00020000 sec
D75         0.00020000 sec
D76         0.00020000 sec
D77         0.00020000 sec
D78         0.00020000 sec
D79         0.00020000 sec
D80         0.00020000 sec
D81         0.00020000 sec
D82         0.00020000 sec
D83         0.00020000 sec
D84         0.00020000 sec
D85         0.00020000 sec
D86         0.00020000 sec
D87         0.00020000 sec
D88         0.00020000 sec
D89         0.00020000 sec
D90         0.00020000 sec
D91         0.00020000 sec
D92         0.00020000 sec
D93         0.00020000 sec
D94         0.00020000 sec
D95         0.00020000 sec
D96         0.00020000 sec
D97         0.00020000 sec
D98         0.00020000 sec
D99         0.00020000 sec
D100       0.00020000 sec

E2 - Processing parameters
-----
SI          32768
SF          400.130000 MHz
WDW         EM
SSB         0
GB          0
PC          1.40

E1 - Processing parameters
-----
SI          32768
SF          400.130000 MHz
WDW         EM
SSB         0
GB          0
PC          1.40
  
```





<sup>1</sup>H-<sup>13</sup>C HMBC 20210114

【実験】:

HMBCGP

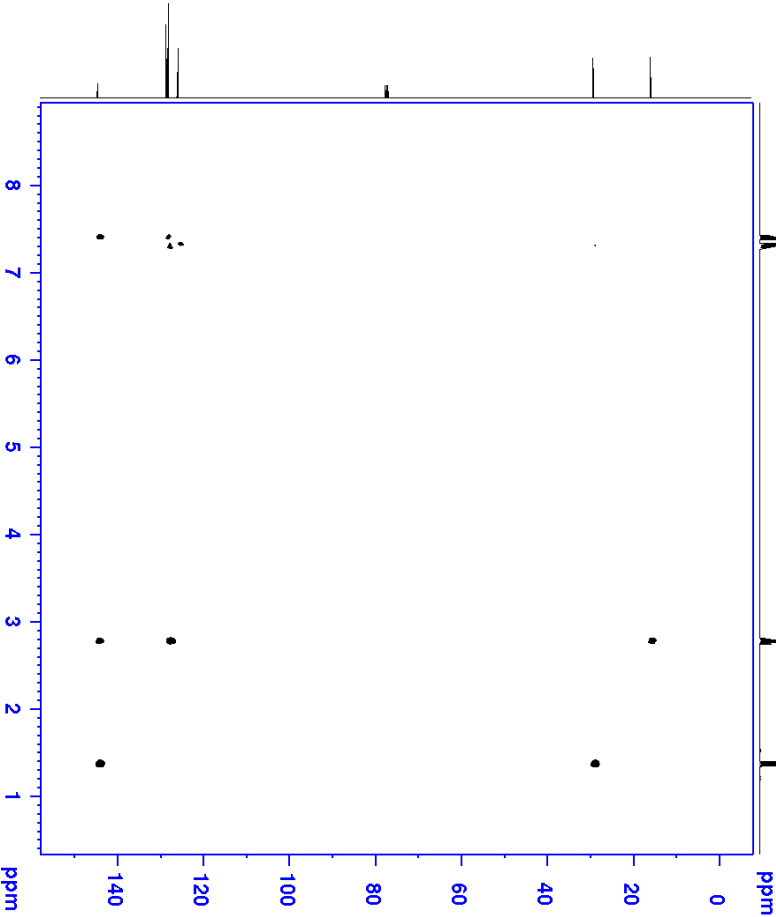
【溶媒】:

CDCl<sub>3</sub>

【積算回数】:

4回

15 min. 31 sec.



```

===== CHANNEL F1 =====
SFO1 400.1348773 MHz
NUC1 13C
P1 10.00 usec
SFO2 100.6281333 MHz
NUC2 1H
P2 20.00 usec
PL1 18.00000000 M
PL2 18.00000000 M
===== CHANNEL F2 =====
SFO2 100.6281333 MHz
NUC2 1H
P2 10.00 usec
PL1 76.00000000 M
PL2 76.00000000 M
===== GRADIENT CHANNEL =====
GRMN11 50.000 100
GRMN12 50.000 100
GRMN13 50.000 100
GRMN14 50.000 100
GRMN15 50.000 100
GRMN16 50.000 100
GRMN17 50.000 100
GRMN18 50.000 100
GRMN19 50.000 100
GRMN20 50.000 100
GRMN21 50.000 100
GRMN22 50.000 100
GRMN23 50.000 100
GRMN24 50.000 100
GRMN25 50.000 100
GRMN26 50.000 100
GRMN27 50.000 100
GRMN28 50.000 100
GRMN29 50.000 100
GRMN30 50.000 100
===== Acquisition parameters =====
TD 65536
SFO1 400.1348773 MHz
SFO2 100.6281333 MHz
AQ 1.683728 Hr
DE 6.50 usec
TE 300.2 K
===== Processing parameters =====
SI 32768
SF 400.1348773 MHz
WDW EM
SSB 0 Hz
GB 0
PC 1.40
===== F1 - Processing parameters =====
SI 32768
SF 400.1348773 MHz
WDW EM
SSB 0 Hz
GB 0
PC 1.40
===== F2 - Processing parameters =====
SI 65536
SF 100.6281333 MHz
WDW EM
SSB 0 Hz
GB 0
PC 1.40
===== F1 - Processing parameters =====
SI 32768
SF 400.1348773 MHz
WDW EM
SSB 0 Hz
GB 0
PC 1.40
===== F2 - Processing parameters =====
SI 65536
SF 100.6281333 MHz
WDW EM
SSB 0 Hz
GB 0
PC 1.40

```