

Varian Gemini 2000 (300 MHz) NMR

簡易測定マニュアル

奈良女子大学理学部化学科棚瀬研究室

2003.2.15 Eri Goto

装置概要

- ・ Varian 製パルスフーリエ変換核磁気共鳴分光装置
- ・ OS; UNIX, SORARIS (Sun Microsystems)
- ・ 低温装置 (AIR-JET)
- ・ 高温装置

機能

- ・ 代表的な核種の NMR スペクトルが測定可能。重水素 NMR も測定可能。
- ・ 温度可変 NMR の測定が可能。
- ・

Varian Gemini 2000 (300 MHz) NMR

簡易測定マニュアル

^1H , ^{13}C NMR 測定編

奈良女子大学理学部化学科棚瀬研究室

2003.2.15 Revised by Eri Goto

§1. はじめに

1-1 サンプルについて

- ・ サンプルの量：NMR チューブの底 5.2 ± 0.5 cm の範囲がベスト。
- ・ 個体不純物が混入していないかチェック。
混入している場合は、石英グラスウールをつめたパスツールピペットでろ過する。
これらを満たしていないと、分解能が著しく低下するので注意！

1-2 一般的注意事項

- ・ 装置は強力なマグネットなので、金属製のものや磁気製品（鍵や携帯電話、クレジットカードやコインなど）を本体に近づけないこと！
- ・ He 蒸発圧と N_2 蒸発圧を常にチェックすること。異常が認められた場合は、担当者に報告する。

§2. ^1H NMR (1D) 測定

2-1 測定の流れ

1. サンプルのセット
2. セットアップ
3. ロック、シム調整
4. 測定
5. 得られたスペクトルの修正
6. プロット

2-2 測定

(i) コンプレッサーを ON

- (ii) マグネット左側、SPIN のランプが緑色に点灯したら本体左側の黒ボタンを押し、標準サンプル（ethylbenzene/ CDCl_3 ）を取り出す。スピナーが上がってこない場合は、空気圧が上がるまでしばらく待つ。スピナーから標準サンプルをはずし、測定サンプルをスピナーにセット。このばあい、マグネット本体右側の NMR チューブの高さを参考にする。
スピナーを汚したり、傷を付けたりしないように！

(iii) セットアップ

測定するサンプルにあわせて実験エリア、核種、溶媒についてセットアップする。

通常、 ^1H NMR 測定はデフォルトの実験エリア 1 (jexp1) で行うので、変更はいらない。

- ・ **Main Menu** 左クリック
- ・ **Set Up** 左クリック
- ・ **Nuc, Sol** 左クリック→核種 **^1H** 、溶媒の選択

su<Return>→♪ピ→セットアップ完了

(iv) ロック、シム調整

Varian acquisition ウィンドウを表示させる。

デフォルトは、 CDCl_3 の設定。最初の設定をメモするのがおすすめ。

マウスの使い方：右は値を増加、左は減少させる。

- **connect** → **Lock**
- マウスを使って lock power = 40, lock gain = 30 にし、わざと波を振り切らせる。
- Lock **off** をクリックし、Lock をはずす。
- 上段 Z0 の値を、マウスを使って変更する。
D シグナルの真ん中を探す
→ 波の振幅の最も大きいところ、すなわち振り切ったところを探す。
- Lock **on** をクリックし、Lock をかける。
- **SHIM** をくりくし、シム調整のウィンドウへ。
通常、上 2 つの Z1C, Z2C (粗い調整) の値を変更させて、最適化する。
マウスを使って、もっともゲインが大きくなる場所 (マウスをクリックしても値がほとんど変動しない最高値) を探す。この際、Lock ウィンドウへもどって Lock level, Lock power を適宜調整し、波が飽和していないことを確認しながら、Lock level が 70 ~ 80 位にキープできればよいデータがとれる。

Z1, Z2 は細かい調節、Z3, Z4 はサンプル量が多すぎる、または少なすぎる時に変更すると有効だが、通常は変更しない。

- **disconnect** をクリック。acquisition ウィンドウ終了。

(v) 実際の測定

- 積算回数の設定：デフォルトでは 16 回になっている。
nt = ○ ○ で入力。4 の累乗の値が良い。
- スペクトル幅の設定：ヒドリド領域など、広域で測定したい場合は、
sw = ○ ○ で入力。単位は Hz。20000 位で -15 ppm 位まではとれる。
- 測定開始 ga <Return> (フーリエ変換まで終わらせる場合)
フーリエ変換まで終わらせたくない場合は、go <Return>、測定後 wft <Return>。通常はこの操作は行わない。

積算がおわるまで待つ。ステータスの ct の部分に積算回数が表示される。

16 回以上の測定をした場合：16 回で 1 タームの測定のため、16 回積算後、「BS1 Completed」と表示される (32 回終了後は BS2、48 回では BS3、といった具合)。この表示の後には、wft <Return> で、スペクトルを見ることができる (後述)。

途中で測定を終わらせたい場合：aa <Return> (aa は、abort acquisition の略)

測定終了後、自動的にスペクトルが表示される。

(vi) スペクトルの加工

- スケール表示：dscale <Return>
- Phase あわせ：aph <Return> オートフェイズ。
不良の場合は、マウス中ドラッグでスペクトルの Y ゲインを拡大し、**Phase** をクリック、スペクトル左側の最も高いピークに照準を合わせてマウス左ドラッグでベースラインを平らにし、その後スペクトル右側の最も高いピークに照準を合わせてマウス右ドラッグでベースラインを平らにして Phase を合わせるとよい。
失敗した場合は、aph で戻るか、wft で再度フーリエ変換データを読み出すとよい。
- 内部標準 (溶媒のピーク) に基準を合わせる
スペクトルの拡大させたい範囲を、マウス右、左ボタンで 2 本のカーソルを表示させて挟み込み、**Expand** をクリックするとスペクトル拡大。
基準ピーク付近に右ボタンでカーソルを表示させ、nl <Return>
(ピークの中点をとらせる)。

ピークの値を代入→rl(○○p) <Return>

(「p」は、ppm を意味する。これを省くと Hz 換算になるので注意。)

例：acetone-d₆ ならば、5 本のピークの真ん中にカーソルを合わせ、nl <Return>、次いで rl(-5.65p) <Return> で完了。

- 積分値の表示：Part Integral をクリック。

Full Integral → Part Integral → No Integr をクリックすると各々の状態になる。

Next → Resets をクリックし、積分曲線を左クリックで適宜切る。

マウス中クリックで積分曲線の高さを調節する。

bc <Return> でベースライン補正が可能。ただし、積分曲線を細かく切った後だと、Phase がずれるので、見たい範囲を拡大して全体の積分曲線を切り、そのあと bc <Return> する。積分曲線は平らになり、その後、適宜積分曲線をカット。

基本的に、フーリエ変換データは wft コマンドで呼び出すことができる。突然画面が真っ黒になった場合や、Phase 合わせなどに失敗した場合に呼び出す。

- ピーク値の表示の調節：Th をクリック

クリックすると、画面上にカーソルが表示され、印刷の際にはその線以上のピークを拾ってピーク値が表示される。小さいピークの値も表示させたい場合、もしくは大きいピークの値のみでよい場合など、マウス左ボタンでカーソルを適宜移動させる。

dpr <Return> 実際のピーク値が表示される。不良の場合は Interactive をクリックして最初からやり直し（スケール表示はされないが、Phase は最初に合わせたとおりに表示される）

(vii) 印刷

- text('○○○○') でコメントを印刷できる
- 以下のコマンドを適宜入力し、印刷する。入力順序は関係ない。

pl	plot line	スペクトルと積分曲線の印刷
pscale	plot scale	スケールの印刷
pir	plot integral region	積分値の印字
ppf	plot peakfold	スペクトルのピーク上にピーク値の印字
pap	plot all parameters	測定条件の印字（紙の左側）
pll	plot line list	ピーク値を表の形で印字（表の左側）

pap と pll は同じ位置に表示されるので同時には無理。通常は pap を入力。

page <Return> 印刷命令コマンドを最後に入力する。これで印刷完了。

（スケールとスペクトルを分離させて印刷したいとき）

Y ゲインを拡大したときなど、スペクトルとスケールが重なると見にくくなることがある。この際は、まず、

pscale <Return> : vp = 12 のデフォルトの設定値でスケールを書かせる命令を送る。

次いで、vp = ○○ でスペクトルの位置を適宜移動させる。その後、

pl <Return> : スペクトルの印字コマンド

を入力し、適宜上記のコマンドを追加して印刷すれば、スケールとスペクトルを分離させて印刷することができる。

(viii) 測定終了

- (ii) と同様にして、試料を取り出し、スピナーに標準サンプルをセットする。
- 標準サンプルの溶媒は CDCl₃ なので、(iii), (iv) と同様にしてセットアップし、ロック、シム調整し、Lock level を 60 以上にして Acquisition window をとじ、コンプレッサーを OFF する。
- 測定条件、時間などを NMR 使用簿に記入する。

§3. ^{13}C NMR (1D) 測定

測定は、§2 の ^1H NMR 測定に準ずる。 ^{13}C NMR 測定も実験エリア 1 で行うので、実験エリアの変更もいらない。

セットアップにおいて、核種 ^{13}C を選択すればよい。

- ・ **Main Menu** 左クリック
- ・ **Set Up** 左クリック
- ・ **Nuc, Sol** 左クリック → 核種 ^{13}C 、溶媒の選択

以下、 ^1H NMR 測定と同じ。

スペクトルにおける溶媒の基準ピークはもちろん ^1H NMR の場合と異なるので注意。