

- マウス
キーボード
説明

wft

varian GEMINI2000使用法 (主にプロトン 1 次元測定) 990427

1. コンプレッサーON

2. しばらく待ってから本体左側の黒ボタンで中のサンプルを取り出す。

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。焦って繰り返してもムダ。

3. ローターにセット、本体右側のゲージ (左側の図) で高さ調整 → インサート (黒ボタン使用)。

本体左側の緑ランプでspinしていることを確認。

4. $\sqrt{\text{Main menu}} \rightarrow \sqrt{\text{Setup}} \rightarrow$ 核種・溶媒の選択。

varian ACQUISITION

5. $\sqrt{\text{connect}} \rightarrow \sqrt{\text{LOCK}} \rightarrow$ ロックをかける。●マウス左で減る。右で増える。

※ロックがかかりにくい場合 (前の測定者と異なる溶媒で測定する場合)

1. lock $\sqrt{\text{off}}$.2. $\sqrt{\text{lock power}} = 40, \sqrt{\text{lock gain}} = 30$. → ギリギリまで上げろ3. Z0の値を変更し ($\sqrt{-16+}$ が適当)、規則正しい波の数が少なくなるようにする。4. lock $\sqrt{\text{on}}$.5. $\sqrt{\text{lock power}} = 22, \sqrt{\text{lock gain}} = 10$. ← 重クロ

●lock power値は溶媒による。D2Oなら12、DMSOなら4付近が適当。

6. それでもかからないなら、標準サンプルで1-5を試す (CDCl₃でのセットアップを忘れずに)。

7. それでもだめならNMR管理委員会にすぐに連絡する。最低50

→ 重クロ 22 - lock power
10 - lock gain
にある

→ 重クロ 0 - lock power
2-6 lock gain

12 acetone 8
10

6. $\sqrt{\text{SHIM}} \rightarrow$ シムを合わせる。●Z1C, Z2C, Z1, Z2のみでほとんどの場合十分。

Z1C 14
Z2C 14
Z1C 11
Z2C 11
重クロ
60分
あわらばいい

7. $\sqrt{\text{disconnect}}$ ●ACQUISITIONウィンドウ終了。8. $\text{nt}=\text{〇〇}$ ●積算回数の設定。省略すれば16回積算となる。

→ サンプルがあまりにうるさいとき
あわらばいい

9. ga ●測定開始。フーリエ変換まで。終了するとスペクトルが出る。

※サンプルが濃すぎてoverflowした場合

(autogain failure, gain ... 0, gain reduce pulse widthと表示された場合)

$\text{pw}=4 \text{ ga}$ ●pulse width(pw)を標準の9.5から4に変更。それでもoverflowしたら2に下げる。

CT 積算回数

10. aph ●オートフェイズ。不良の場合は、次の操作でマニュアルで合わせる。

main menu → $\sqrt{\text{Interactive}} \rightarrow \sqrt{\text{Phase}} \rightarrow$ スペクトル上でP1, P0をマウス左カーソルで合わせる。→ 45

display

左 入すかわる

↓ おわらばいい

11. dscale ●スケール表示。

左 入すかわる

↓ おわらばいい

Phase → Box → Cursor (170224)

12. 必要な部分を2本のカーソル (マウス左右ボタン) ではさみ、 $\sqrt{\text{Expand}}$ ●戻るときは $\sqrt{\text{Full}}$ 13. 基準ピークの近くにカーソルを持っていき、 nl → rl(0) (もしくは rl(〇〇p))

ppm
1ppm = 300 Hz

14. マウス中ボタンでスペクトルの縦拡大

真中を
とってねる

TMS

Ppt = (2.05 p)
5本のまん中

15. $\sqrt{\text{Full Integral}} \rightarrow \sqrt{\text{Part Integral}} \rightarrow \sqrt{\text{No Integral}}$ 選択。

●現在の状態を表すのではなく、ボタンを押せばその状態になるということなので要注意。

メニューになれば、 $\sqrt{\text{Main menu}} \rightarrow \sqrt{\text{Display}} \rightarrow \sqrt{\text{Interactive}}$ でメニューに表示される。

part Integral を設定

積分はこうする

② part Integral → Next → Resets → [Enter], bc

グラフがよくなる next を押しづければいい

16. $\sqrt{\text{Next}} \rightarrow \sqrt{\text{Reset}} \rightarrow$ マウス左ボタンで積分曲線を切る。

マウス中ボタンで積分の高さ調整。(スペクトルの大きさを変えたい場合、 $\sqrt{\text{No Integral}}$ にしてマウス中ボタンで調製する。積分が表示されていると積分曲線のスケール変更のみ有効となる。)

17. ※ベースライン補正する場合 ●すべてのピークに積分を表示させること。

bc ●結果が良くない場合は、wft $\rightarrow$ aph (10. からやり直し。)

フーリエ変換
測定後の状態にする

18. ※ピーク値を印刷したい場合

$\sqrt{\text{Th}}$ $\rightarrow$ マウス左ボタンでピーク値表示の高さ調整 $\rightarrow$ dpf

●この段階では画面表示のみ。ピークの本数を確認して threshold 値を調節する。

20~30
がよい

Interactive

右クリックで高さ調節

19. ※コメントを印刷したい場合

text('○○○○\ \○○○○') \ \ は改行。

20. pl pscale pir ppf pap (もしくは pll page) (print)

●不要なものは省く。

省くこと

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

●pap と pll は用紙の同じ部分に印刷されるので、両方一度にはできない。

測定終了時の時は

wft を押し直す。

※同じ紙に部分拡大したい場合

1. page コマンドを除いてフルスペクトルの印刷キュー。 ●画面左上に PLOT の表示が出る。

2. s1 ●スペクトルエリアのメモリー1への保存。 s3, s5 等も OK。 r1 で復帰。

3. 拡大したい部分を2本のカーソルではさんで、inset

4. inset スペクトルがでる。マウス左右ボタンで左右位置を決定。ベースラインの高さを変えたければ、vp=100 等で変更する。標準値は62。その後の左右位置の変更はできない。

5. フルスペクトルと同様に処理 (14-18etc)

print out 後

paper1 は必ず compounds の

name 実験番号と solvent を記入すること。

22. ※スペクトル保存する場合は別紙参照。

23. サンプルを取り出し、標準サンプルセット。

④ CDC13 以外の溶媒で測定した後は、 $\sqrt{\text{Main menu}} \rightarrow \sqrt{\text{Setup}} \rightarrow \sqrt{\text{H1, CDC13}}$

rts('cdcl3') su

この状態で待つこと多い

24. 次の予約者がいる場合には連絡。



25. コンプレッサー OFF ●次の予約者がいる場合には不要。

26. ノートに必要事項を記入して終了

●その日一番の測定者は本体左側の N2, He 流量 (玉の真ん中を読む) をノートに記載する。

【便利なコマンド】

☆ rts('cdcl3') su シム呼び出し

☆ キーボードの front キー カーソルのあるウィンドウを全面にもってくる。

☆ ds スペクトル表示

●画面が真っ黒になった時や、カーソルに対して画面が反応しなくなった時に有効。