

名城大学薬学部分子設計化学研究室
NMR マニュアル (処理編) 第 1.1 版

2015. 1. 30 坂井健男

第 1 部 : 処理に必要なソフトウェア	2
第 2 部 : NMR データのダウンロード	3
第 3 部 : 1 次元 NMR 処理(^1H NMR, ^{13}C NMR, DEPT, 差 NOE など).....	7
3-1 : フーリエ変換とフェーズ調整	7
3-2 : ベースライン調整 (^1H , 差 NOE のみ)	12
3-3 : リファレンス合わせ	15
3-4 : ピークピック	17
3-5 : インテグレーション(^1H , 差 NOE のみ).....	21
3-6 : 拡大図の作成	25
3-7 : 印刷・保存	30
第 4 部 : 2 次元 NMR 処理(COSY, HMQC, HSQC など).....	31
4-1 : フーリエ変換	31
4-2 : 対称化 (COSY, NOESY のみ)	33
4-3 : ボトムラインの調整	34
4-4 : 1 次元のチャートをつける。	36
4-5 : 等高線の密度の調整	39
4-6 : 印刷	40
第 5 部 : 特殊測定についての追加注意事項	42
5-1 : 差 NOE 測定	42
5-2 : DEPT 測定	43

第1部：必要なソフトウェア

NMR 処理に必要なソフトは、NMR 用パソコンからデータファイルをダウンロードするための「FTP クライアントソフト」およびデータ処理用の「NMR 測定データ処理ソフト」の二つです。



○ FFFTP (Windows 用、フリー)・・・Windows 用 FTP クライアントソフトの定番。以下のホームページのいずれかよりダウンロード出来ます。

作者ホームページ：<http://www2.biglobe.ne.jp/~sota/ffftp.html>

窓の杜：<http://www.forest.impress.co.jp/lib/inet/servernt/ftp/ffftp.html>

Vector：<http://www.vector.co.jp/soft/win95/net/se061839.html>

○ Fetch・・・(Mac 用、有償または教育機関無償)・・・FTP クライアントソフトの Mac 版。詳細はホームページまで。

ホームページ：<http://fetchsoftworks.com/>

○ ACD/NMR Processor Academic Edition・・・NMR 測定データ処理ソフト(大学での教育・研究に対する利用はフリー)。Windows 版のみ。以下のホームページよりダウンロードしてください。ACD 社に所属などの登録が必要です。(名城大のネットとの相性が悪いようなので、ダウンロードは家でやった方が賢明かもしれません)

ACD labs の該当ページ：http://www.acdlabs.com/resources/freeware/nmr_proc/

第2部：NMRデータのダウンロード



1. FFFTP を開く。
2. ホスト一覧から測定に用いた NMR を選択して、接続をクリック。
3. 読み込みに 30 秒ほど要する場合もあるので、辛抱強く待つ。
4. 表示される左側は自分が使っているパソコンの、右側は NMR のフォルダが表示される。
5. 自分の NMR のフォルダをダブルクリックし開く。
6. 自分の場所に実験番号のフォルダを作成する。(右クリック→フォルダ作成)
7. 作成したフォルダを開く。
8. 右側の一覧から、NMR のデータを探し、左側へドラッグ&ドロップする。

A-400, A-600 をプロトンのみ測定した場合

名前実験番号.NMD (例.mori01020ue.NMD)

A-400 のオートメジャーメントを使った場合

¹H NMR:名前実験番号 1NON_E1.NMF (例.mori01020ue1NON_E1.NMF)

COSY: 名前実験番号 2COSY_E1.NMF (例.mori01020ue2NON_E1.NMF)

¹³C NMR 名前実験番号 3BCM.NMF (例.mori01020ue3NON_E1.NMF)

ECP-500 の場合

名前実験番号.1、名前実験番号.2 など(例 mori01020ue.1)

ECA-500 の場合

名前実験番号-1.jdf、名前実験番号-2.jdf など(例 mori01020ue-1.jdf)

<参考> 新しくインストールした場合の FFFTP 設定法

AVANCE600 の場合

① 「新規ホスト設定」より新規ホスト作成

② 以下の情報を入力

(基本タブ)

ホストの設定名・・・AVANCE600 などの名前

ホスト名(アドレス)・・・172.19.54.63

ユーザー名・・・bruker (小文字で)

パスワード・・・topspin (小文字で)

ローカルの初期フォルダ・・・

ホストの初期フォルダ・・・

ECP500, ECA500 の場合

(基本タブ)

ホストの設定名・・・ECP500, ECA500 などの名前

ホスト名(アドレス)・・・ECP500 「172.19.10.77」 ECA500 「172.19.10.211」

ユーザー名・・・delta (小文字で)

パスワード・・・delta (小文字で)

ローカルの初期フォルダ・・・

ホストの初期フォルダ・・・/usr/people/delta/files

各ファイル・拡張子に関する説明

○AVANCE600

測定終了後は、NMRData フォルダ内の各研究室のファイル内に、自分が入力した名前のフォルダが作成されているので、FTP ソフトを使ってそのフォルダを丸ごとダウンロードしてください。フォルダの階層は、一次元、二次元両データとも基本的には、

(“Name”に入力した名前)→(“No.”に入力した番号)→pdata→1

となっています。

☆フーリエ変換前のファイルは、

(“No.”に入力した番号)内フォルダにある **fid**(一次元の時)、**ser** (二次元の時)です。

☆フーリエ変換後のファイルは

最下層の”1”フォルダ内にある **1r** (一次元の時)、**2rr** (二次元の時)です。

AVANCE600 の時は、**1r** もしくは **2rr** を読み込み、ベースライン調整(**3-2**)から行う方がお勧めです(各種処理パラメーターは TOPSPIN と連動しています)。なお、1r や 2rr だけをダウンロードしても処理できませんので注意してください。実験フォルダ全体をダウンロードする必要があります。

○ECA500, ECP500

ECA500：データファイルは data フォルダ内に存在します。拡張子は基本的に jdf です。このファイルはフーリエ変換前のファイルです。

ECP500：データファイルは data フォルダ内に存在します。拡張子は 1 や 2 などの番号がついています。基本的にフーリエ変換前のファイルです。

<(参考)ACD/NMR の各アイコンの意味(よく使うもののみ)>



ファイルを開く



ファイルを保存する



Chem Sketch にデータを書き出す



左より、「X 軸方向の拡大」「X 軸、Y 軸方向の拡大」「化学シフト値・強度の数値を指定して拡大縮小」「拡大・縮小操作を一つ前にもどす」



全画面表示



ピーク間距離の測定



変更を保存しセッション終了



変更を破棄しセッション終了


第3部：1次元 NMR 処理(^1H NMR, ^{13}C NMR, DEPT, 差 NOE など)

☆ ACD/NMR はデスクトップ上の「1D NMR Processor」というアイコンから開けます。「1D NMR Processor」から1次元・2次元両方の処理を行うことが可能です。

3-1：フーリエ変換とフェーズ調整

① データを開く



左上の  ボタンを押し、ファイルを選択してください。

② フーリエ変換

データファイルを開くと図1のようなフーリエ変換前の画面が表示されます。

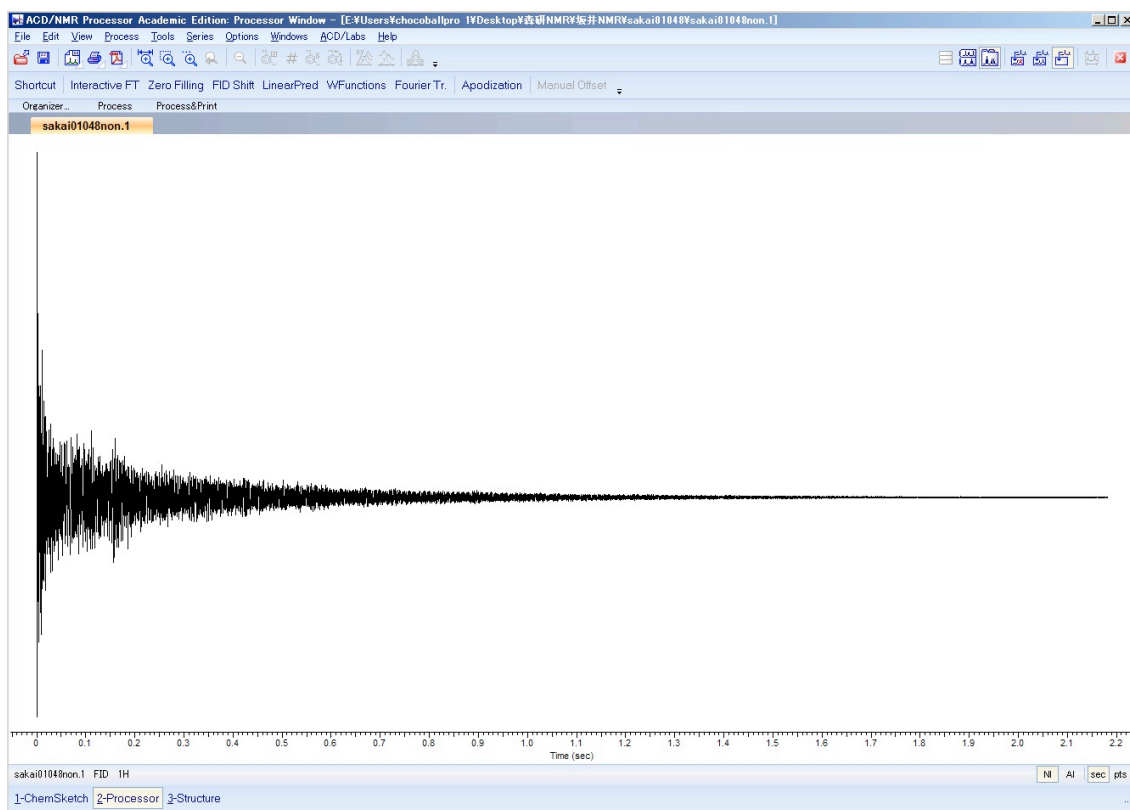
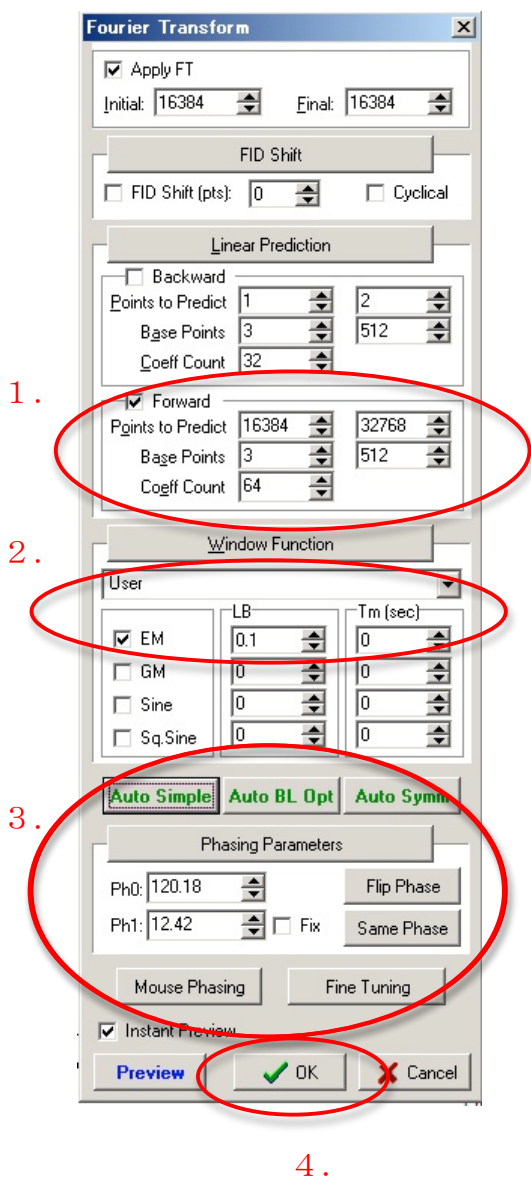


図1：フーリエ変換前

③ 左上の「Interactive FT」をクリックする。



④ Interactive FT の Window

1. Linear Prediction

Forward にチェックを入れる。

2. Window Function

○Default から User に変更する

○EM にチェックを入れる

○(^1H NMR のとき) LB の数字を 0.1 にする。

(^{13}C NMR, DEPT のとき) LB の数字を 0.5 にする。

(差 NOE のとき) LB の数字を 2.0 にする。

3. オートフェーズ調整

Auto Simple をクリックしてみて、ベースラインがまっすぐになることを確認して OK をクリックする。うまく行かない場合は Auto BL Opt も試して見る。

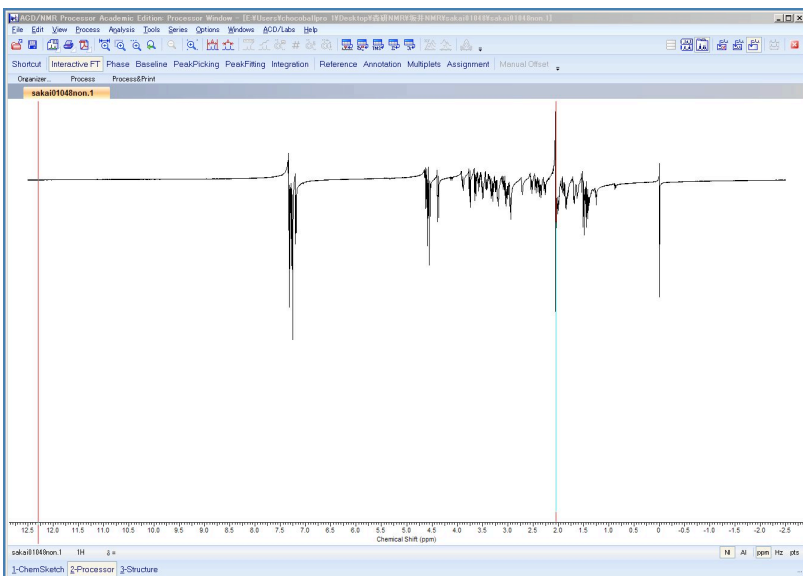
それでもフェーズが合わない場合はマニュアルで調整するとよい。マニュアルフェーズに関しては次ページ参照。

4. OK をクリックする。

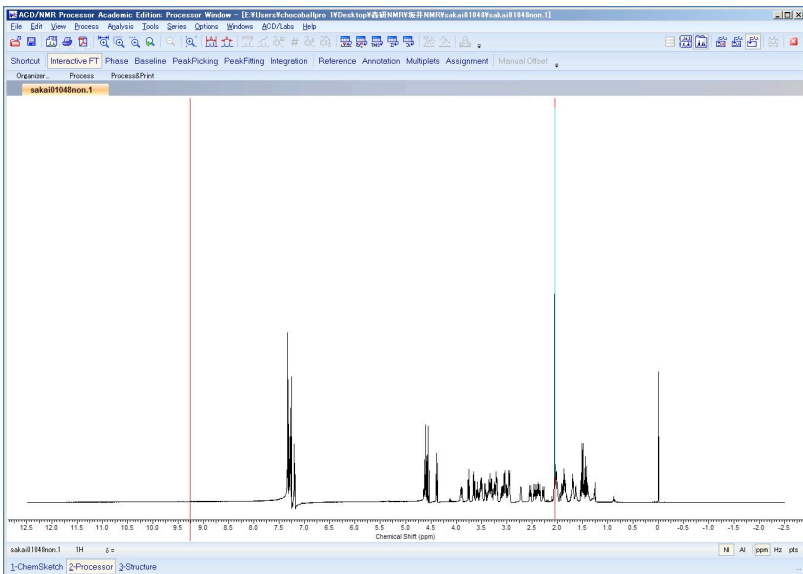
=====マニュアルでのフェーズ合わせ=====

マニュアルでのフェーズ調整は少なくとも1回は練習してみてください。

1. Auto Simple をクリックする前に Mouse Phasing をクリックすると、図のように赤い線が最も高いピークの位置にセットされます。これが、位相あわせの基準線になります。

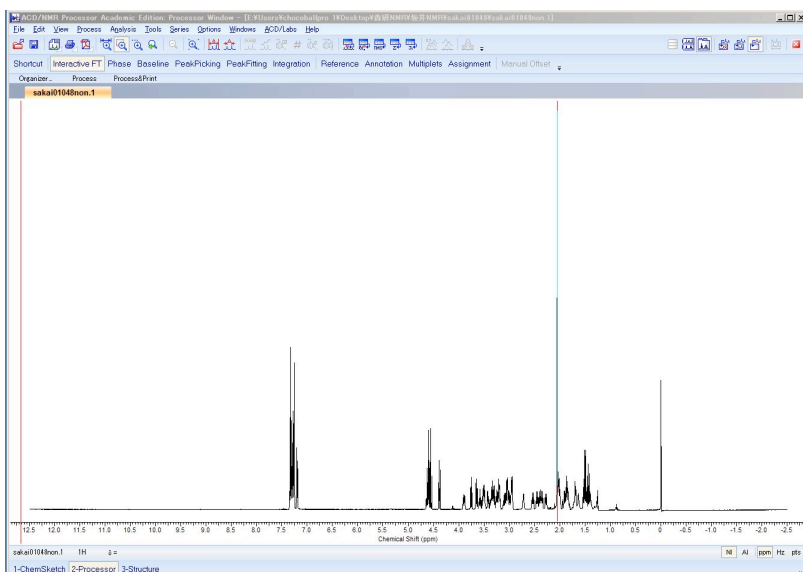




2. チャート上(どこでもよい)ので、マウスの左ボタンを押しながらドラッグすると、全体の位相が調整されますので、赤線(基準線)の付近のフェーズをまず合わせてください。(P0 調整)

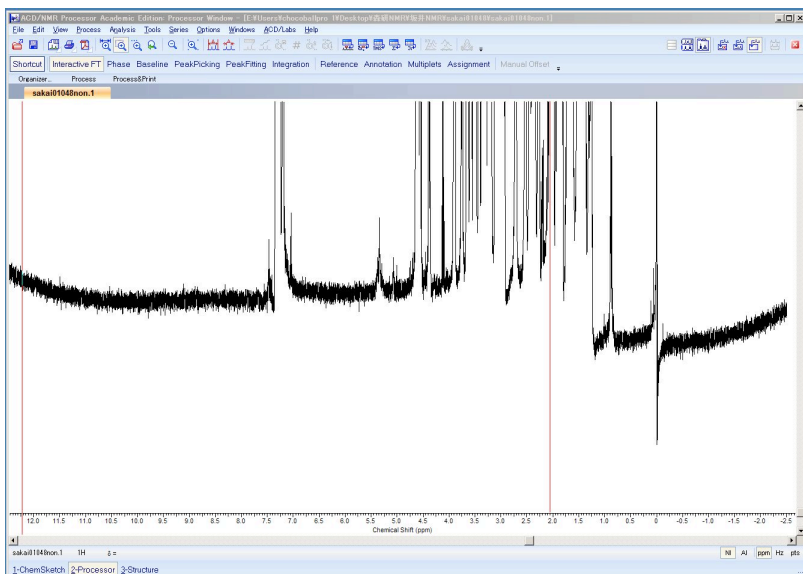


第3部：1次元 NMR 処理

3. 次に、右ボタンを押しながらドラッグすると、赤線(基準線)から遠い部分の位相が合います。



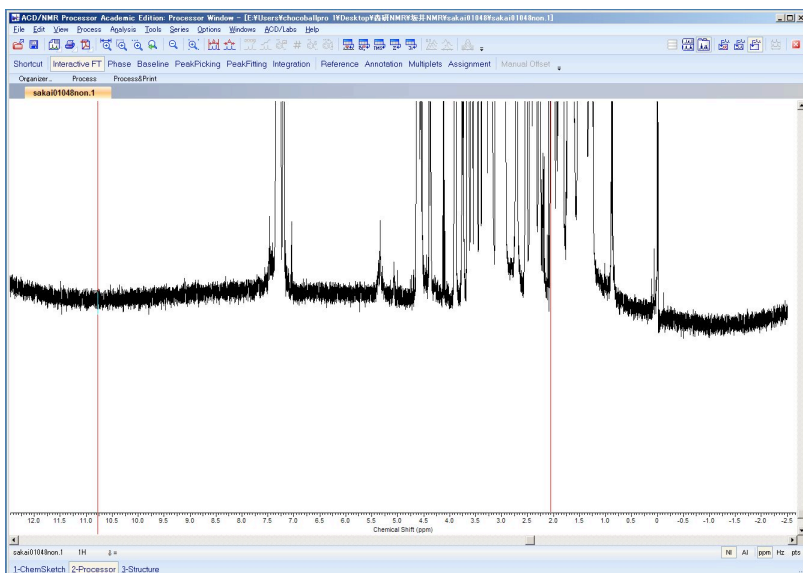
4. ベースライン付近を  および  ボタンを用いて大きく拡大し、位相を確認します。



5. 「Fourier Transform」 Window の「Fine Tuning」を選択した状態にします。

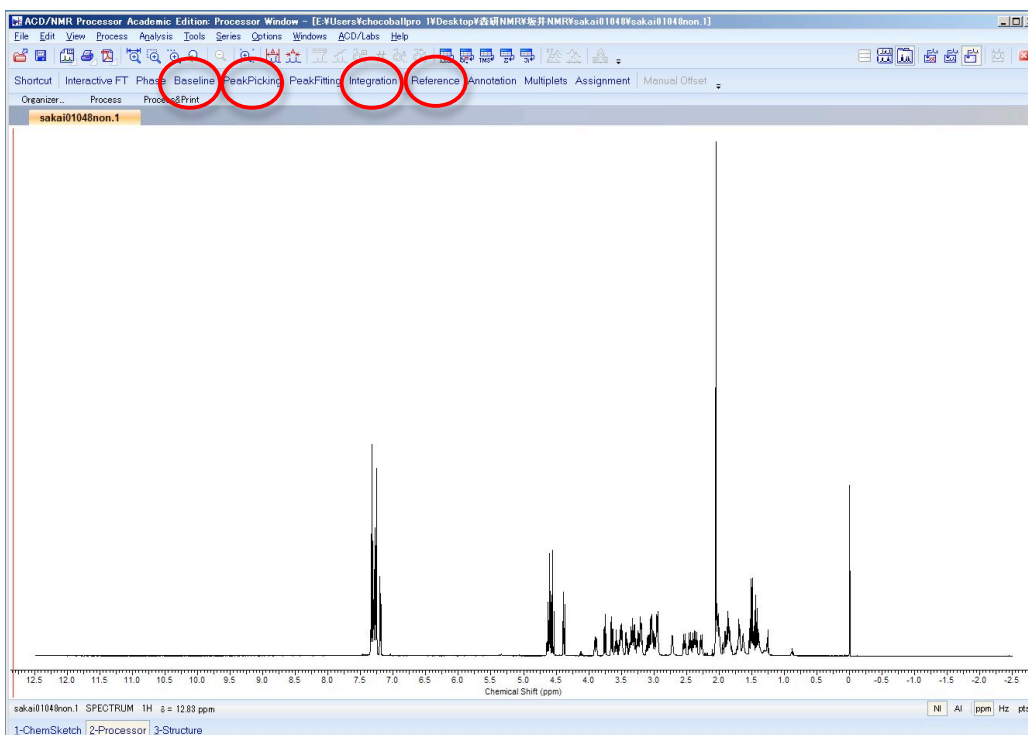
第3部：1次元 NMR 処理

6. 同様にマウス左のドラッグで全体のフェーズ微調整、マウス右のドラッグで基準より遠い位置のフェーズ微調整を繰り返し、なめらかなベースラインになれば OK です。



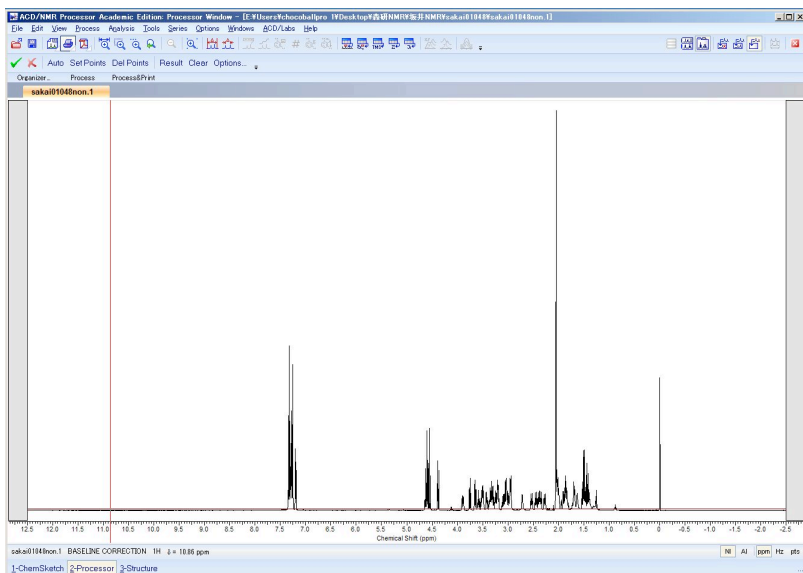
====マニュアルでのフェーズ終わり====

○フェーズ調整まで終了すると、次のようになります。この時表示されているメニューが「基本メニュー」です。この後は、赤丸で囲んだ部分を処理していきます。Baseline, Reference, Peak Picking, Integration の順に処理をしていきます。



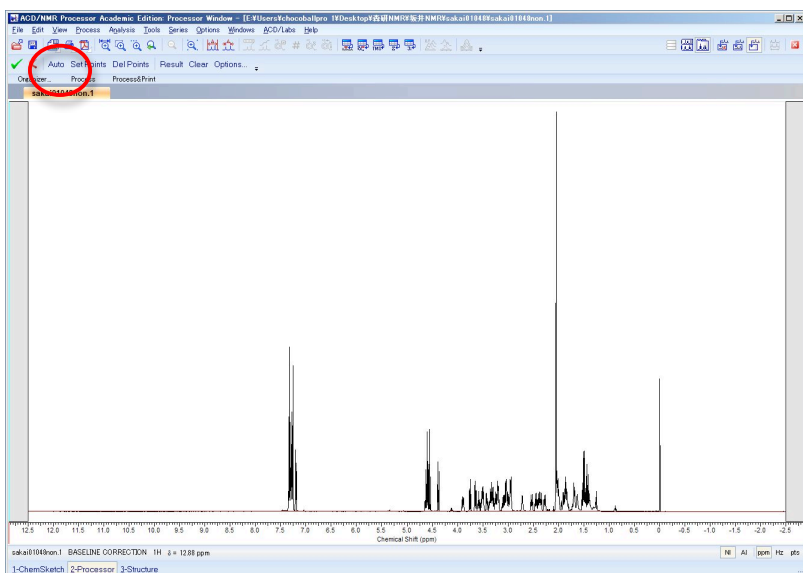
3-2：ベースライン調整 (^1H , 差 NOE のみ。 ^{13}C NMR、DEPT には不要)

- ① 「基本メニュー」から Baseline をクリックし、ベースラインモードに入る。
ここでは、積分値の基準となるベースラインを設定するので、 ^{13}C NMR や DEPT など積分値をとらない場合は不要です。





赤線がベースラインより少し浮いている

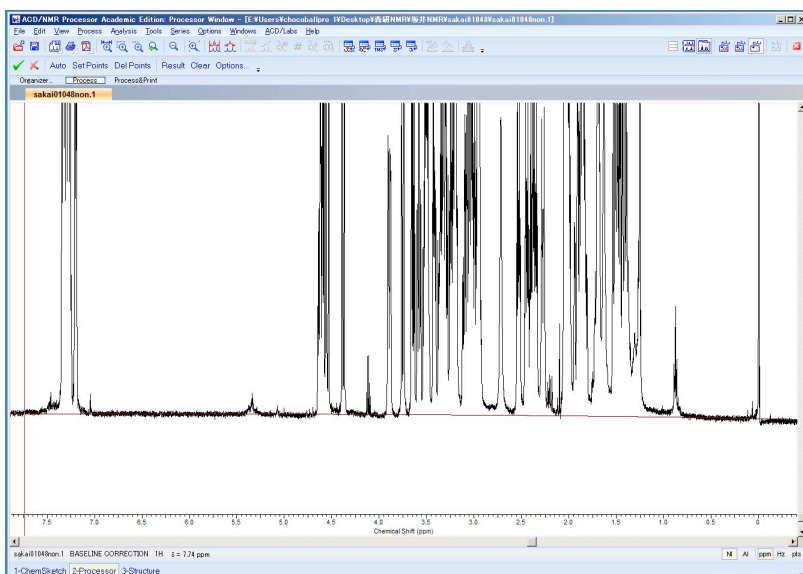
- ② Auto を押す。




赤線がベースラインに揃う。

第3部：1次元 NMR 処理

③ ベースライン付近を  および  ボタンを用いて大きく拡大し、ベースラインにあっていることを確認します。

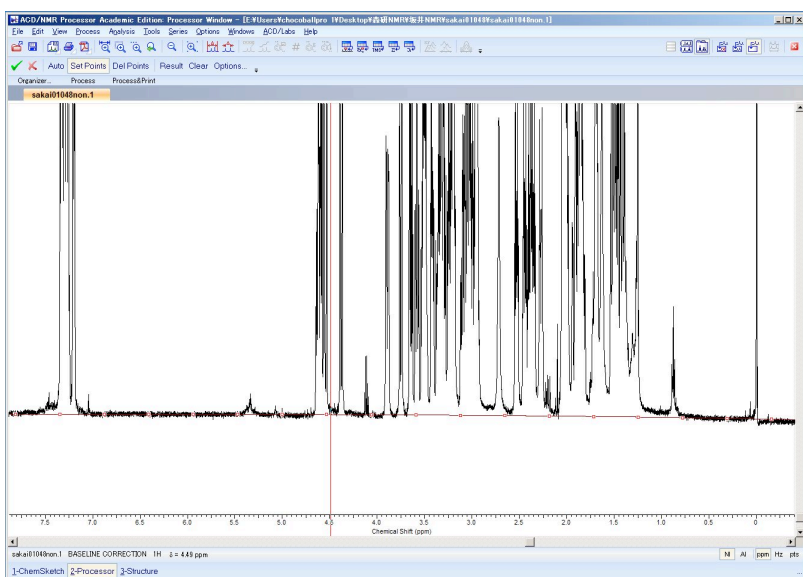


④  をクリックして、ベースラインの補正は終了。

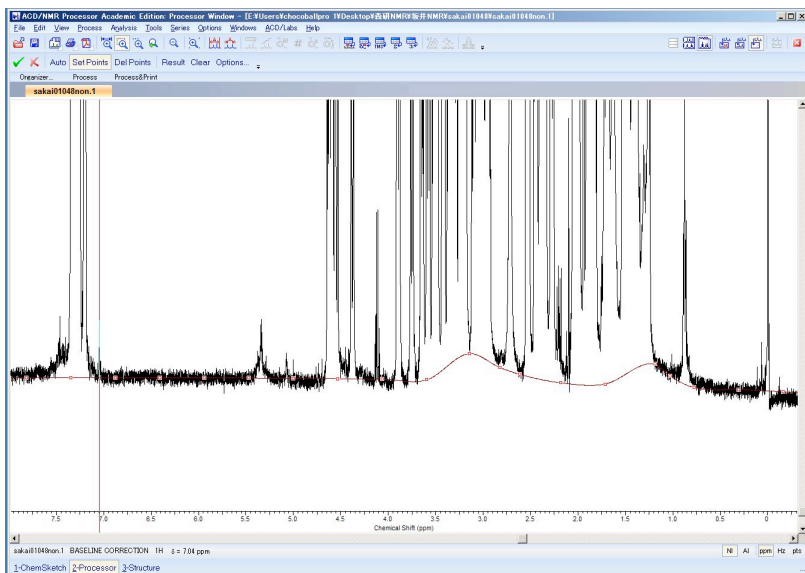
=====マニュアルでのベースライン調整=====

通常の処理では以上の **Auto** を用いたベースライン調整で問題ないですが、ジアステレオマーの比率を出したいときなど、積分値を厳密に比べたいときは、上記③以降、さらに次のようにして厳密に調整を行ってください。

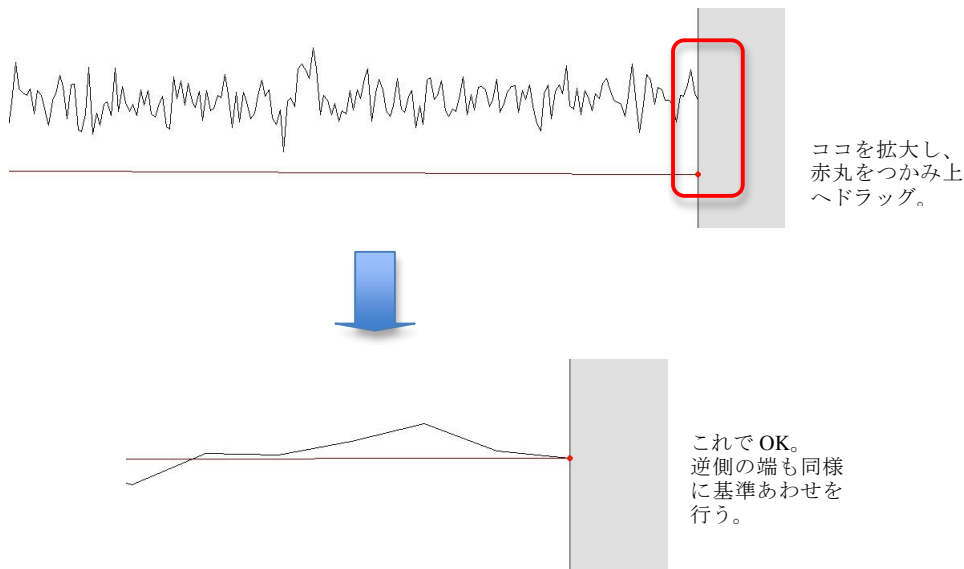
⑤ **Set Points** を選択すると、下図のように、ベースライン上に小さな口が表示されます。



⑥ □をドラッグし、ベースラインとしたい場所に移動させると以下の様にベースラインの赤線が曲がります。また、この基準点(□)は追加することも可能で、何もない場所をクリックすると追加されます。(消したいときは、Del Points から消せる)



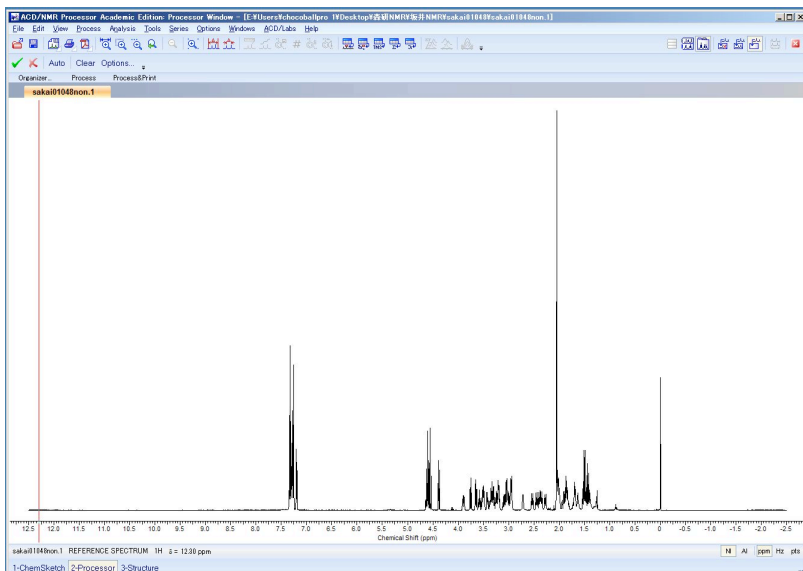
⑦ 次に、チャートの両端の基準位置合わせを行います。両端は、通常下図のようにほんの少しだけずれていますので、この赤丸の近くをできる限り大きく拡大し、この赤丸をクリックし、真のベースライン上にドラッグしてください。逆側の端も同様に行ってください。



====マニュアルでのベースライン調整これまで====

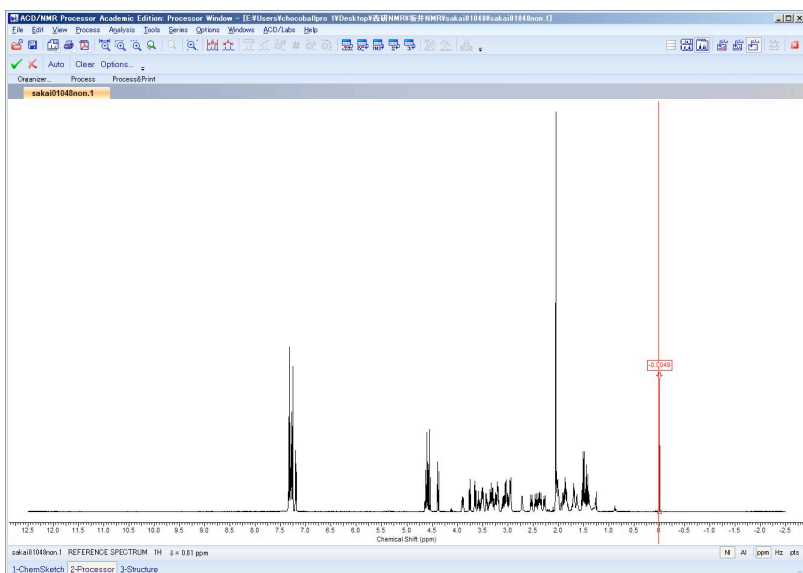
3-3：リファレンス合わせ (^1H 、 ^{13}C NMR、DEPT, 差 NOE 全てに必要)

① 「基本メニュー」から Reference をクリックし、基準ピーク合わせモードに入る。

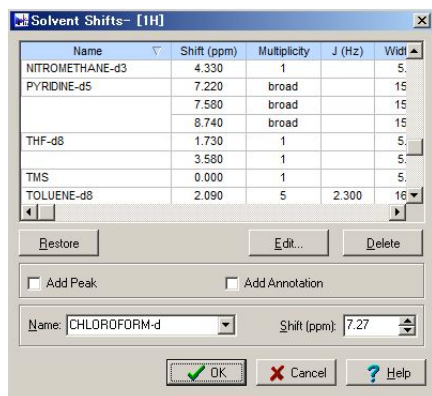


② 何も選択していない状態で、0 ppm 付近にある、TMS(テトラメチルシラン： $\text{Si}(\text{CH}_3)_4$)のピークを選択する。

TMS のピークが低いときは選択できないので、TMS 付近を拡大して Shift を押しながらかピーク頂上を選択する。



③ クリックすると以下のウインドウが現れるので、一覧より TMS を選ぶ。すると、Name が TMS に変わり、Shift (ppm) が 0.00 になるので、そのまま OK を選ぶと、②で選んだピークが 0.00 ppm となる。



☆ ^{13}C NMR の時は、 CDCl_3 の三重線のうち中央を 77.0 MHz に合わせること。DEPT、差 NOE など、基準となるべきピークが消えている場合は元の ^1H NMR, ^{13}C NMR 中のいずれかのピークを参照に基準を合わせること。

(重要)リファレンス合わせを終了する前のチェックリスト

化合物が 0 ppm 付近にピークを持つ場合、間違えたピークを基準にしていませんか？迷った場合は、 CHCl_3 のピークが 7.27 ppm 付近に出ているので、そちらで基準を合わせてもよいです。

	^1H NMR(multiplicity)	^1H NMR(H_2O)	^{13}C NMR (multiplicity)
CDCl_3	7.27 (singlet)	約 1.5	77.0 (triplet)
C_6D_6	7.16 (singlet)	約 0.4	128.39 (triplet)
Acetone- d_6	2.05 (quintet)	約 2.8	29.92 (septet) 206.68 (singlet)
Acetonitrile- d_3	1.94 (quintet)	約 2.1	1.39 (septet) 118.69 (singlet)
DMSO- d_6	2.50 (quintet)	約 3.3	39.51 (septet)
Methanol- d_4	3.31 (quintet)	約 4.8	49.15 (septet)

表：(参考) NMR 測定によく用いる溶媒の化学シフト (単位：ppm)

multiplicity・・・多重度、quintet・・・五重線、septet・・・七重線

☆ D に近接する、H や C のピークはスピン量子数 1 の D とカップリングをするため、D 一つにつき 3 つに分裂します(教科書を参照すること)。では、Acetone- d_6 の 2.05 ppm のプロトンのピークは 5 重線なのに、29.92 ppm のカーボンのピークは 7 重線なのはなぜなのか考えてみよう。

3-4：ピークピック(^1H 、 ^{13}C NMR、DEPT、差 NOE 全てに必要)

- ① 「基本メニュー」から Peak Picking (Peak Fitting ではないので注意)をクリックし、ピークピックモードに入る。
- ② Peak Level を選択肢、図2のように水平方向の赤線をノイズに被らないギリギリのラインでクリックする。

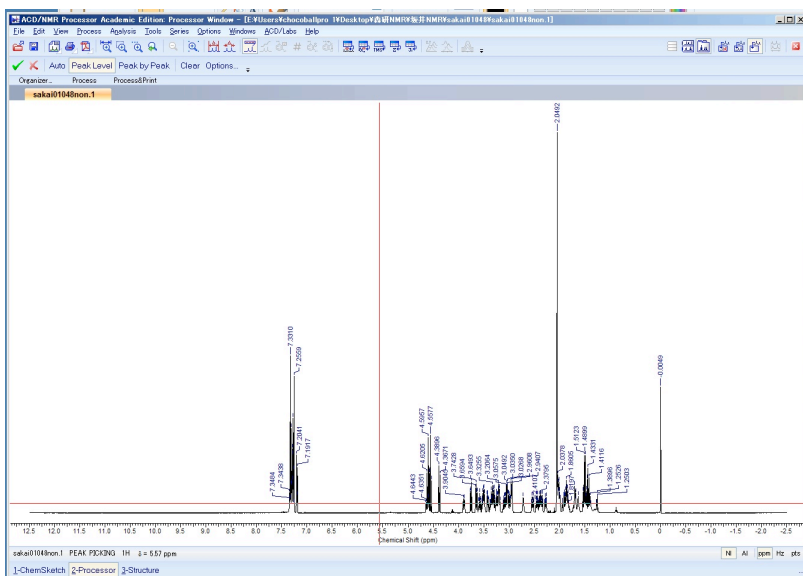






図2：ピークピックモード

- ③ ピークが出ている、各部位を  および  ボタンを用いて適切な範囲に拡大して、ピークの取り忘れがないかを全てのピークに対して確認する。

注：Peak Level と  ボタンの両方を選択した状態にすることも可能です。その場合、チャートの拡大の方が優先されます。

第3部：1次元 NMR 処理

- ④ もし、図3のように、拡大したのちピークの取り忘れが確認された場合は、
( ボタンを選択解除し、Peak Level を選択した状態にした上で)それぞれのピークよりも下に、赤線を持って行きクリックします。

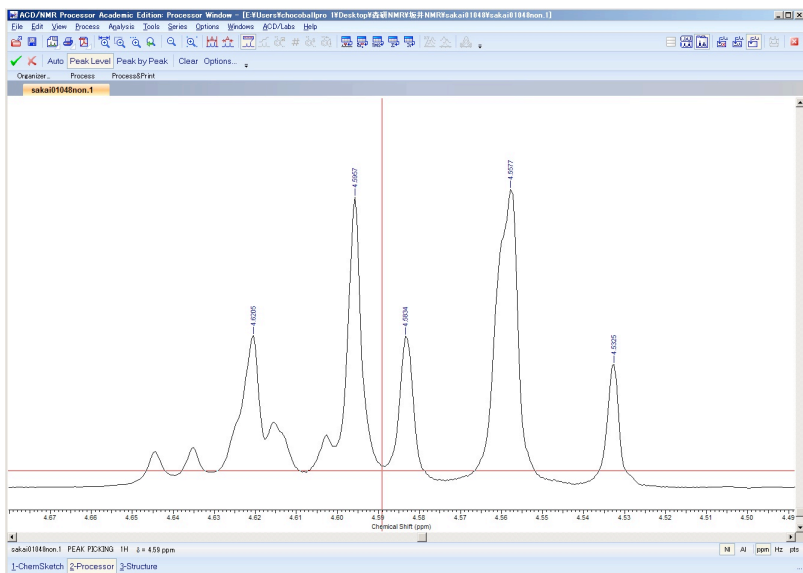


図3：拡大後の図

- ④ すると、図4のように、ピークが表示されます。どうしても、肩に出ているピークを拾ってくれない場合は、Options...を押して、Noise Factor を下げても効果的です。

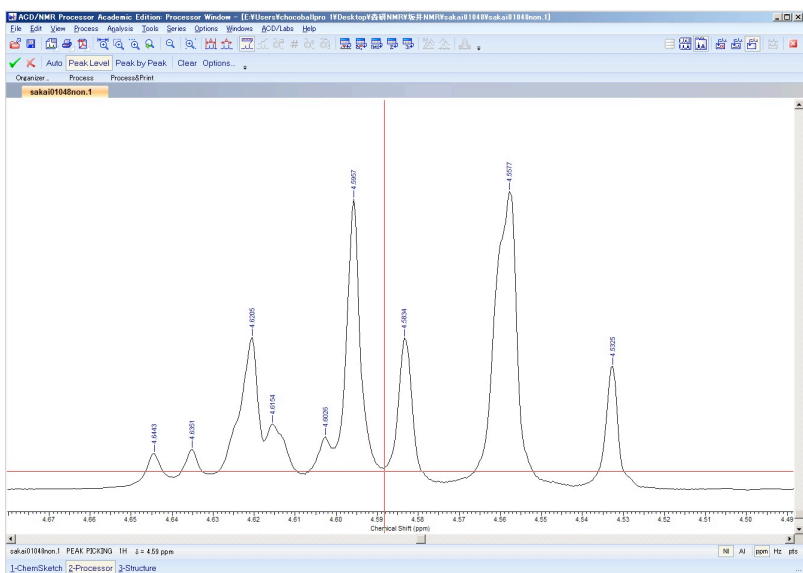


図4：拡大後、Peak Level 処理後

⑤ (どうしても Peak Level では拾ってくれなかったピークがある場合) Peak by Peak を選択した後、Shift キーを押しながら該当部分に持って行くことで、図5のように、選択可能な状態になります。クリックすると、ピークを拾うことが可能です。Peak by Peak で全てのピークを拾うのは時間がかかるので、できるだけ最小限の利用にとどめましょう。

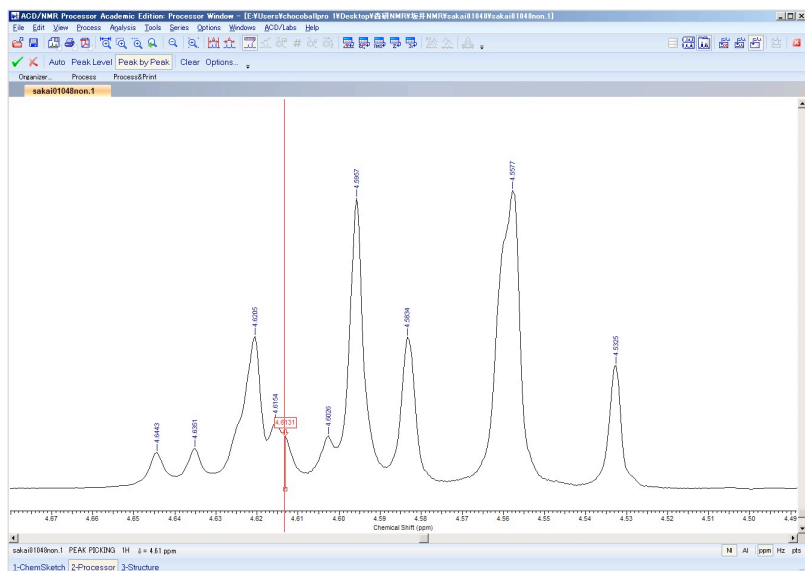


図5：Peak by Peak (Shift を押しながら選択する)

⑥ 最後に  をクリックして、Peak Picking モードを終了します。

(重要)ピークピッキングのを終了する前のチェックリスト

<¹H NMR 処理時>

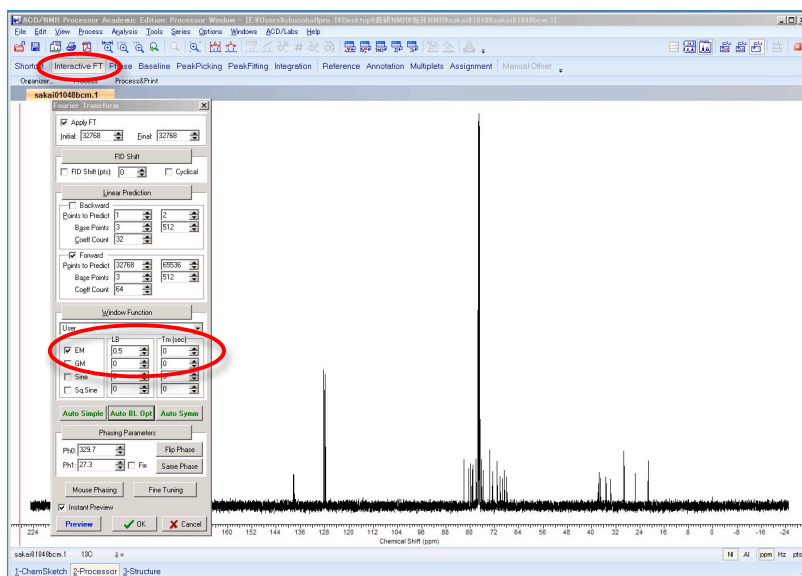
大きなピークのそばにある小さなピークや肩に出ているピークもしっかりと拾いましたか？(カップリングのパターンを意識しながらピークを拾おう。)

<¹³C NMR 処理時>

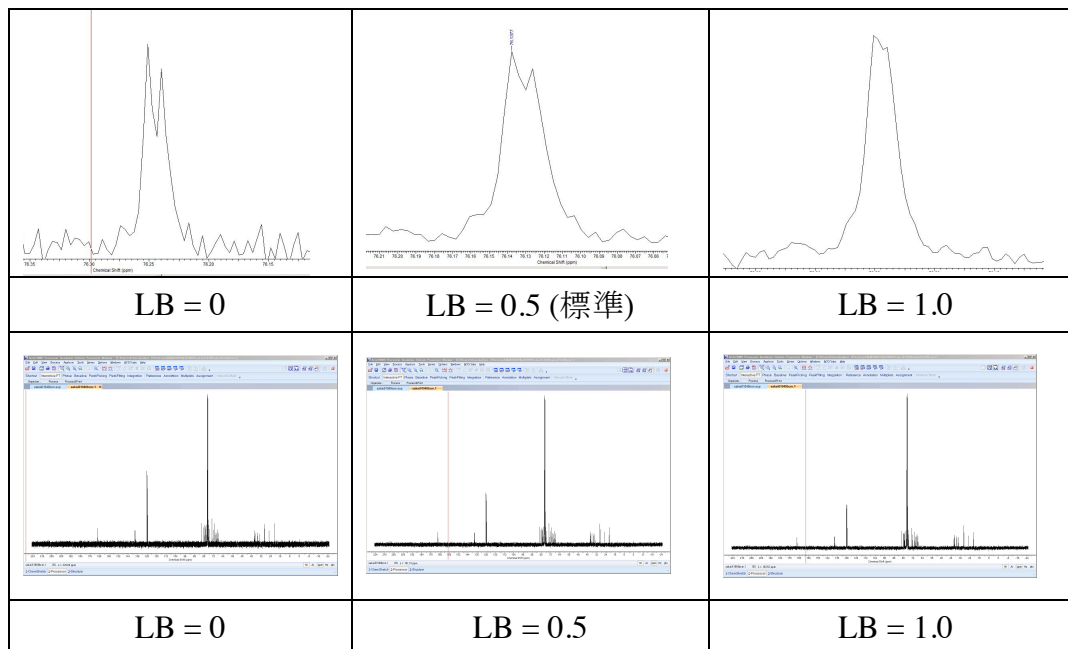
各ピークを拡大して本数を数え、確かに自分の化合物とあっているか確認しましたか？。(77.0 ppm 付近の CDCl₃ の三重線をカウントしないように！)

—————¹³C NMR 処理時に本数が足りない場合—————

本数が足りない場合は、重なっているピークがある可能性があるため、「Interactive FT」の Window 関数の EM の LB 値を 0 にして再び確認すると分かれて見えることがあります。






下図で分かるように、LB 値を下げると、ベースライン付近のノイズが大きくなる代わりにピークの先端が大きく割れているのが分かると思います。



→LB 値を下げてもおよ、本数が足りない場合は完全に化学シフトが同じで重なっているかもしれない。おおよそ、重なっているピークの予想がつく場合はよいが、そうでないなら、DEPT や HMQC を測定し確認しておこう。

3-5：インテグレーション(1H, 差 NOE のみ。13C NMR、DEPT には不要)

- ① 「基本メニュー」から「Integration」をクリックし、インテグレーションモードに入る。
- ② ピークが出ている、各部位を  および  ボタンを用いて拡大する。
- ③ 「Manual」を選択し  の選択を解除した状態にする。その後、ドラッグで範囲指定しながら、手動で積分を設定していく(図6)。

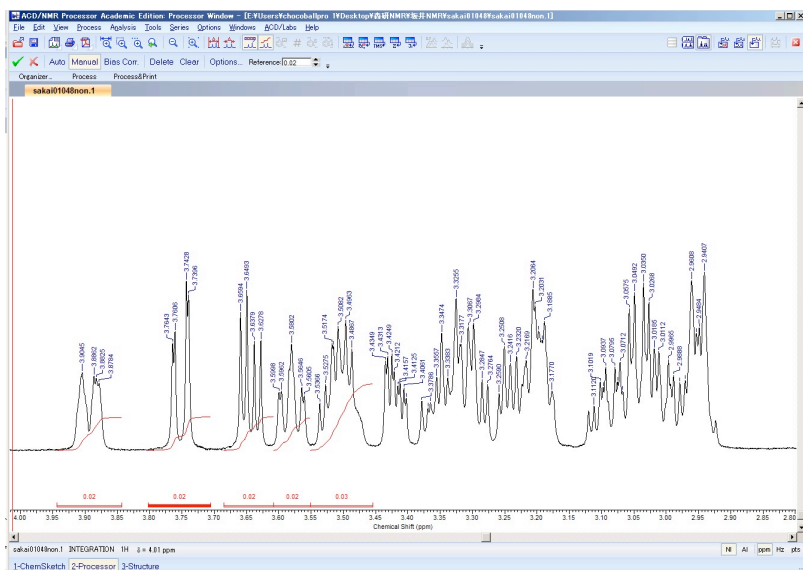


図6：Integration 処理

- ④ 図7のように一つのピークを分けて積分してしまった場合は、その上から積分し直すことで、訂正ができる。

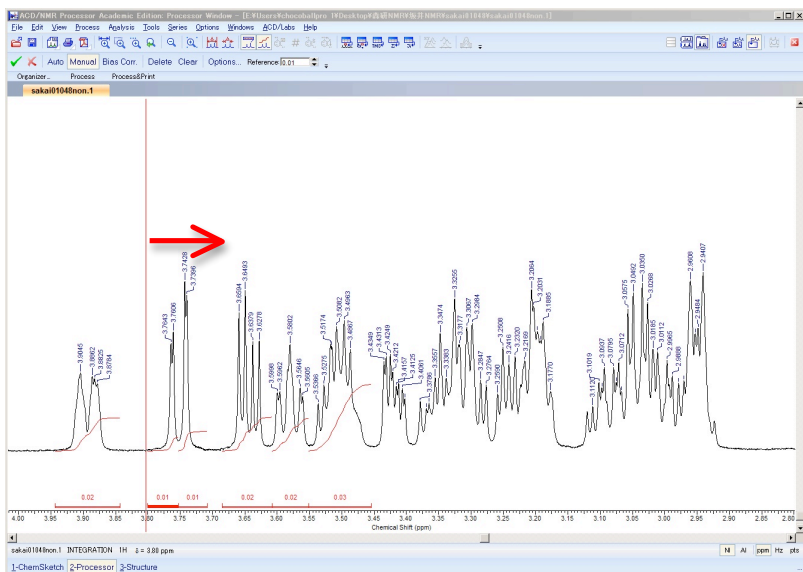


図7：積分を分けてとった場合はその上から積分し直せばOK。

第3部：1次元 NMR 処理

⑤ 図8のように、余計な積分をとってしまっていて消したい場合は、何も選択していない状態(🔍 と Manual の選択を解除した状態)で、消したい積分を選択し(選択された積分値は太線になる)、「Delete」ボタンをクリックする。注：「Clear」は積分の全消しです。

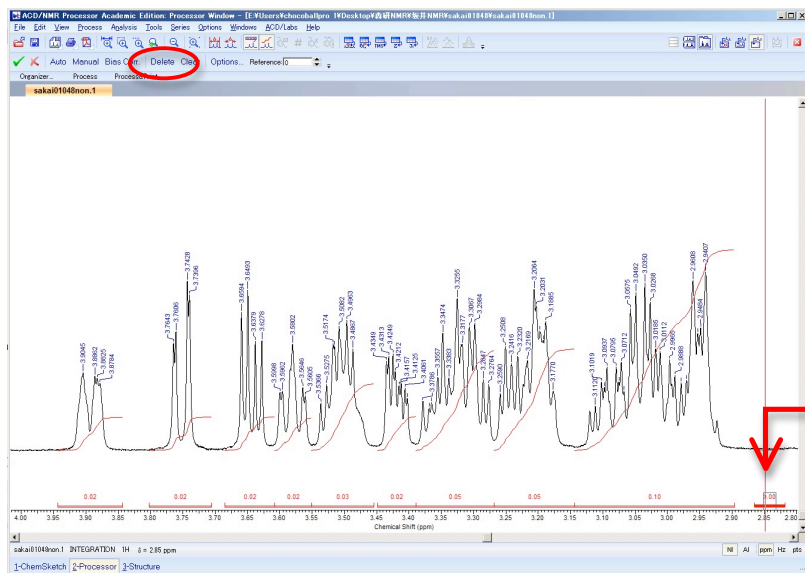


図8：余計な積分の削除

⑥ 綺麗に積分が終わった後は、🔍 および 🔄 ボタンを用いて、それぞれのピークを拡大して、全範囲に積分をつける。

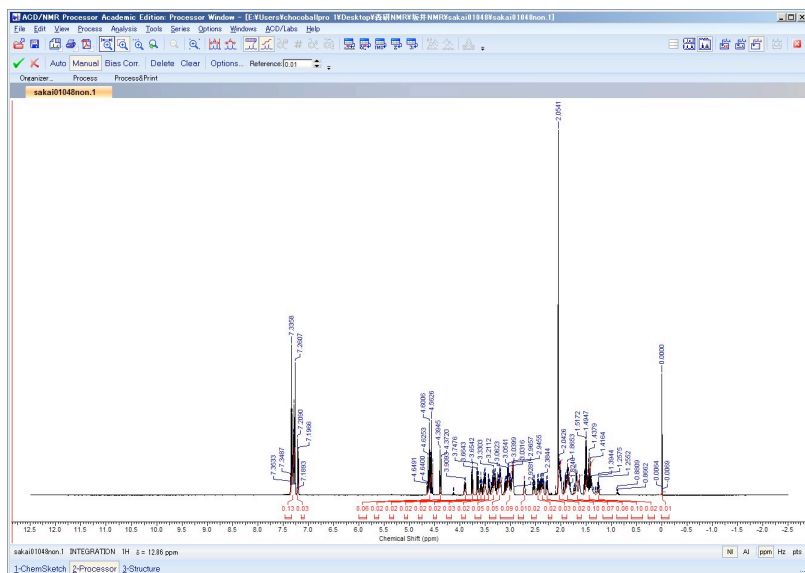


図9：全てのピークに積分をつけた後

⑦ 積分の基準値を決定する。図9のように、何も選択していない状態で基準となるピークを選び、Reference のところに「1」(H が1個分のピークの場合)と入力し、キーボードの Enter(Return)キーをタイプする。

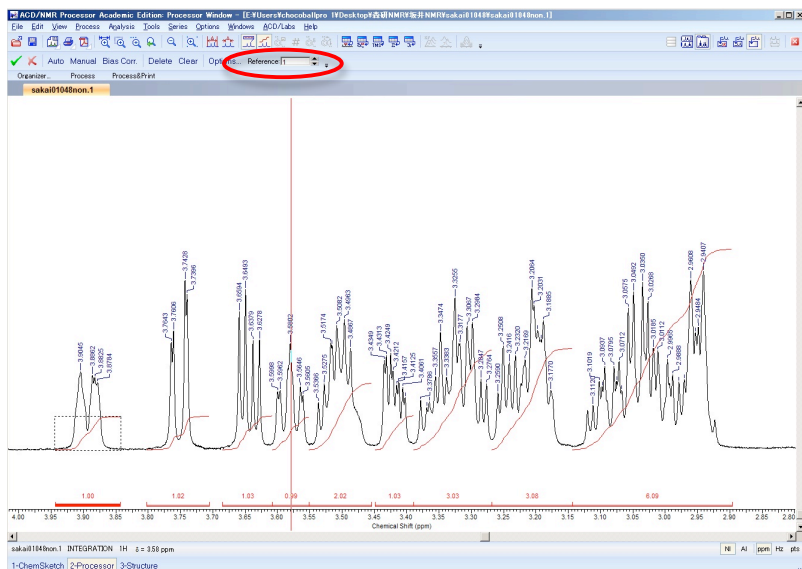


図9：積分基準値の設定

⑧ 最後に  をクリックして、Integration モードを終了します。

(重要)インテグレーションの終了前のチェックリスト

一つのピークのもの、分けて積分していませんか？ 初心者はダブルット(二重線)やトリプレット(三重線)を分けて積分してしまいやすいので、よく注意するように。

基準のピークの積分数を間違えていませんか？

分かりにくい場合は、メチル基やt-ブチル基など強いシングレットに出るピークや、芳香族の部分など、分かりやすいピークに積分数を合わせてから、プロトン1つ分となっているピークを探すとよい。ただし、(可能な限り)プロトン1つ分のピークを基準にすること。複数のプロトンが重なっている部分は誤差が大きいことが多い。

(重要)インテグレーションの終了前のチェックリスト(つづき)

- 積分をとった際、積分の線の最初と最後がきちんと水平になっていますか？
以下の図の通り、最後が斜めになっている場合は、ずれた積分値になってしまっているのので、3-2のベースライン調整(本マニュアル p.11)をやり直すこと。




よい

よくない

- 積分値の合計数が自分の化合物と合っているか、確認しましたか？

3-6：拡大図の作成 (^1H , 差 NOE, ^{13}C , DEPT 全てのチャートに必要)

① 左上の  を押して、全画面表示にする。

もし、濃度が薄いために溶媒のピークや TMS のピークが強く出ている場合は、それ以外のピークが画面半分程度の強度になるように、 を用いて、Y 軸方向を拡大しておくこと。

② 左上の  を押して、Report Page Setup の Window を出す(図 10)。

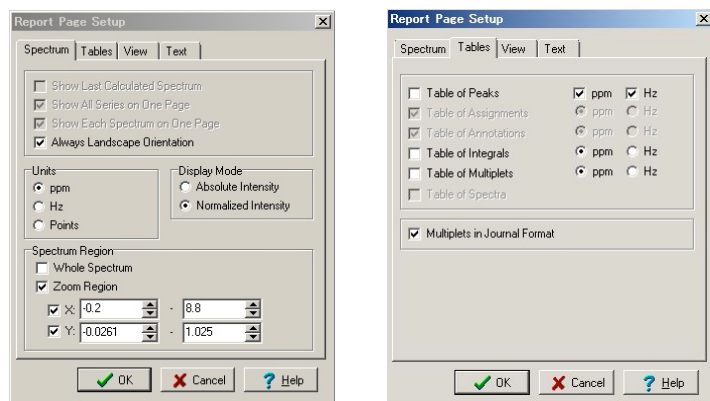
1. Whole Spectrum のチェックを外す。
2. Zoom Region にチェックを入れる。
3. X 軸の拡大範囲を以下の様に設定する。

^1H NMR, 差 NOE の場合：-0.2 ~ 8.8

^{13}C NMR, DEPT の場合：-20 ~ 180

ただし、この範囲を超えてピークが存在する場合は、そのピークがおさまるように拡大範囲を指定すること。

4. Tables タブを押して、Table of Peaks, Table of Integral などのチェックを外しておく。



Spectrum タブ

Tables タブ

図 10：Report Page Setup

5. OK をクリック。

第3部：1次元 NMR 処理

③ Report Page が開くので、拡大サイズを「Fit All」に変更し、全ての範囲が表示されるようにする。

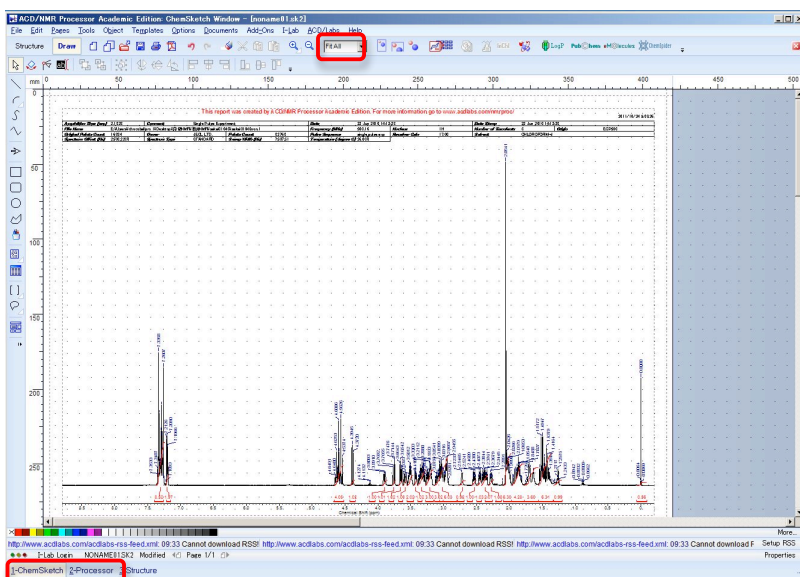
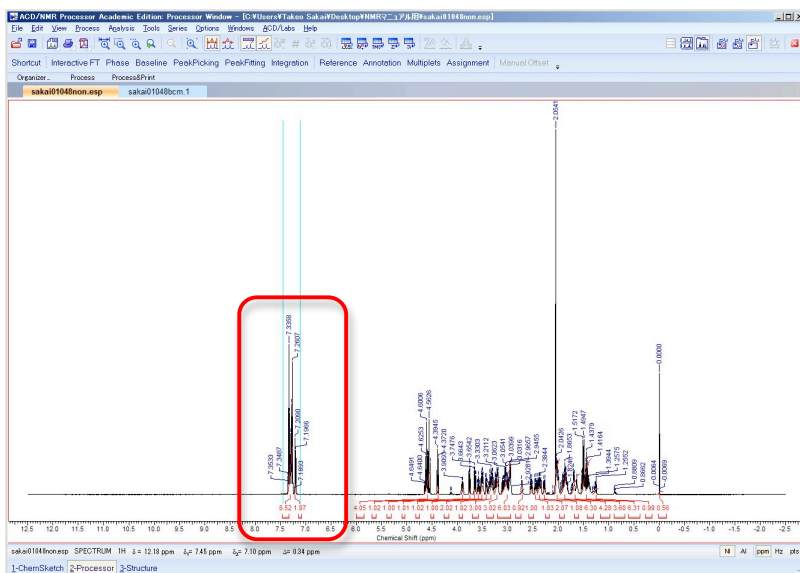


図 1 1 : Report Page

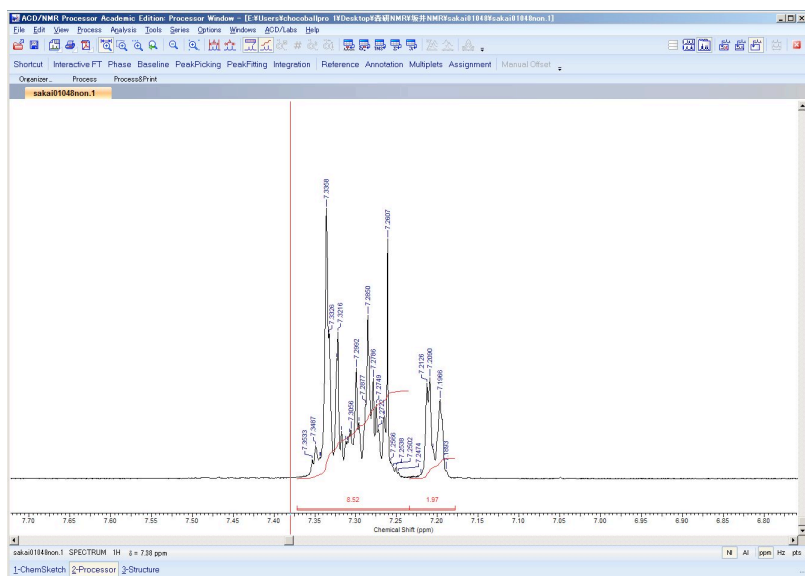
④ Report Page の左下にある、「2-Processor」をクリックして、スペクトル処理画面へ戻る。



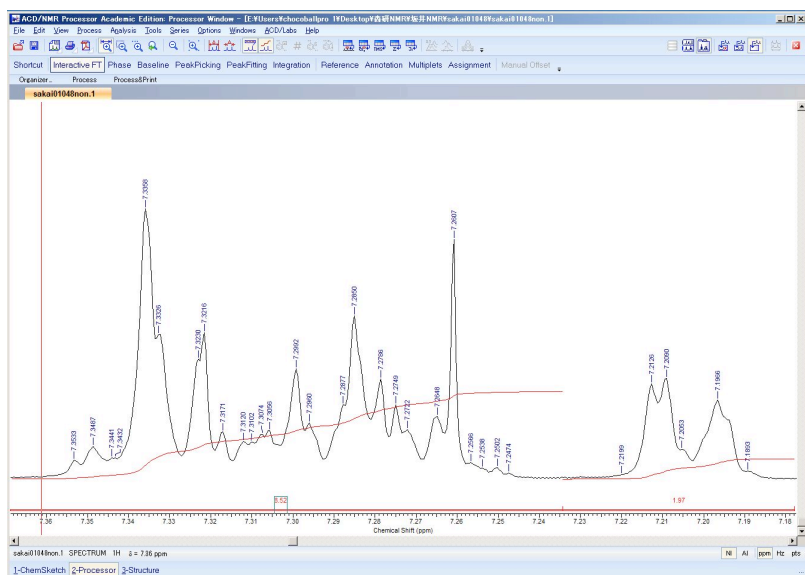
ココを拡大したとする。

そして、拡大図を書き出したい部分を拡大する。基本的に狭い領域にごちゃごちゃと出ている部分は全て拡大図を貼り付けてください。

第3部：1次元 NMR 処理



⑤ ここからさらに目一杯拡大する。余計な余白はなるべく少なくするように。

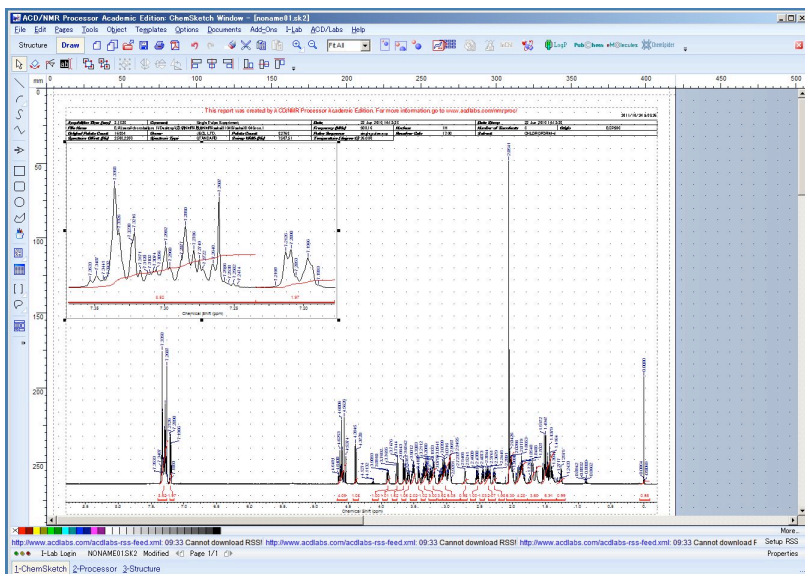


⑥ Control + C でクリップボードにコピーする。

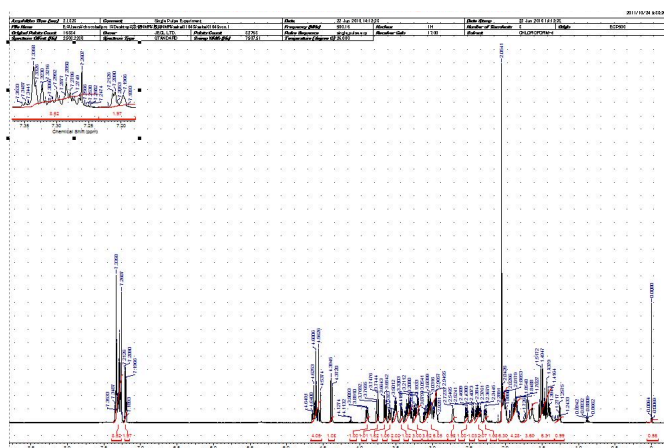
⑦ 左下の 1-ChemSketch をクリックして Chem Sketch に戻る。

⑧ Control + V でクリップボードから貼り付ける。

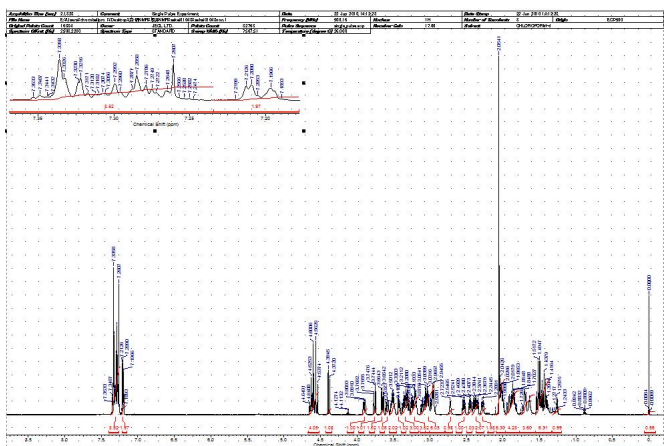
第3部：1次元 NMR 処理



⑨ 上図では、拡大図が大きすぎるのでその他の部分の拡大図が入らない。そこで、この拡大図をマウスを用いて、ちょうどよい大きさに拡大・縮小・移動を行う。



左図は、拡大図が小さすぎて、ラベルが表示されていないピークが多いのであまりよくない。



左図くらいの横幅に拡大すれば、ピークラベルは表示される。

⑩ ④～⑨を繰り返し、拡大が必要な部分を全てコピー&ペーストする。



○ 狭い領域に複数のピークが並んでいる場合は、一つ一つ拡大する必要はありません。上図のように横長に拡大すれば OK です。溶媒、水、*t*-Bu が強すぎる場合は、それをまたいで拡大図を貼り付けても OK です。拡大図が優先して表示されます。

(重要)拡大図を貼り付ける際に注意する点

拡大図を貼り付ける際は、全てのピークラベルが印刷後に読めて、後で、カップリングパターンを解析する際に楽に読解できるよう留意しなければならない。


- ピークラベルはきちんと全て読めますか？読めないピークが多い場合は、全てのピークラベルが表示されるまで横方向に拡大すること。
- 溶媒のピーク・微量の不純物や酢酸エチルまで拡大していませんか？

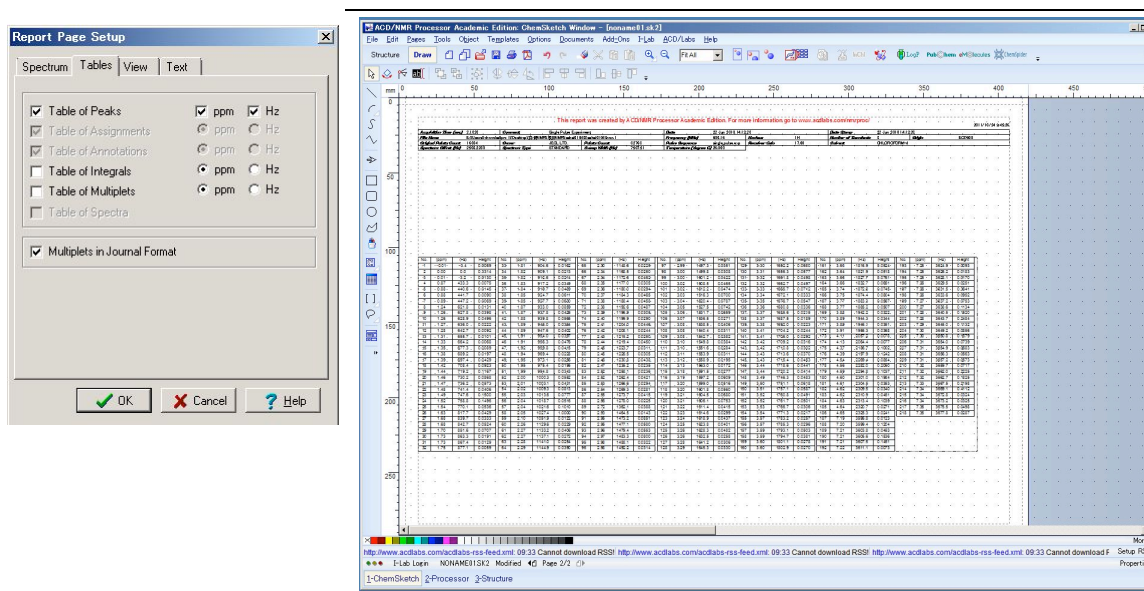
3-7：印刷・保存

<チャートの印刷>


① Report Page を表示した状態で、File から Print を選択し、プリントする。

<ピークテーブルの印刷(¹H NMR のみ)>

- ② 「2-Processor」 からチャート処理画面へもどる。
- ③ 左上の  を押して、Report Page Setup の Window を出す。
 1. Whole Spectrum および Zoom Region のチェックを外す。
 2. Tables タブを押して、Table of Peaks にチェックを入れる。
 3. OK をクリックすると Report Window が開く。
 4. 印刷する。



<処理後のデータの保存 (¹H NMR のみ)>

④ 「2-Processor」 をクリックして、スペクトル処理画面へ戻った後、 を使って保存してください。拡張子は.esp で OK です。保存したスペクトルはこの後の2D 処理(COSY)の時に用います。

もし、HMQC や HMBC を測定した場合は、それぞれ DEPT135 や ¹³C NMR のチャートも保存してください。

第4部：2次元 NMR 処理(COSY, HMQC, HSQC など)

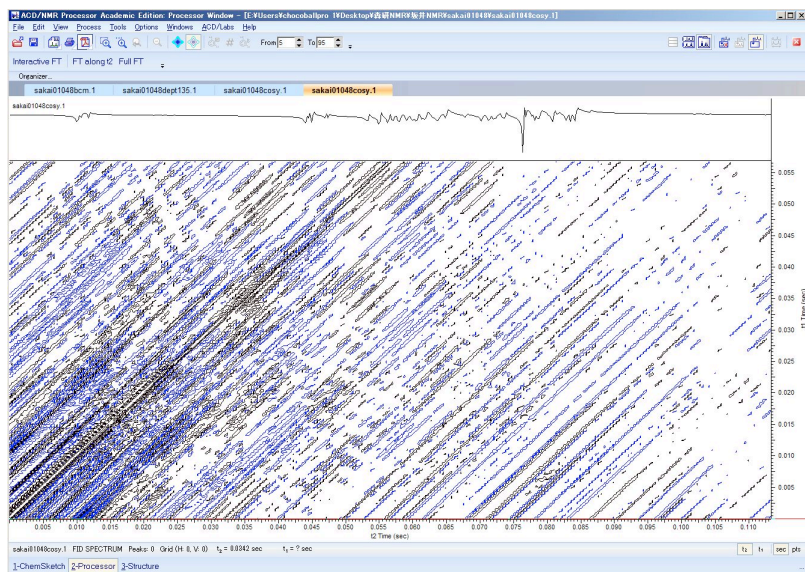
4-1：フーリエ変換

① データを開く

左上の  ボタンを押し、ファイルを選択してください。

② フーリエ変換

データファイルを開くと図 X のようなフーリエ変換前の画面が表示されます。

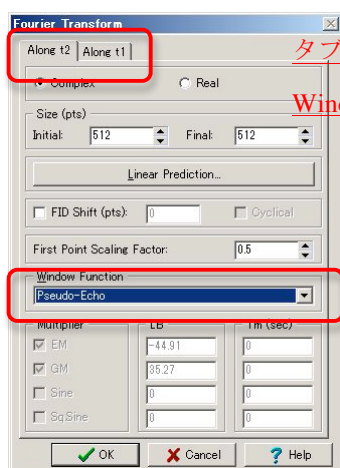


③ Full FT をクリックする。

④ Window Function から Along T1, Along T2 とともに

COSY のとき・・・Pseudo-Echo (Sinebell, Square Sinebell でも可)に変更して OK。

HMQC, HMBC のとき・・・Sinebell に変更して、OK (C-H の2次元で強度が弱い場合は、Default のままの方が見やすいこともある)。

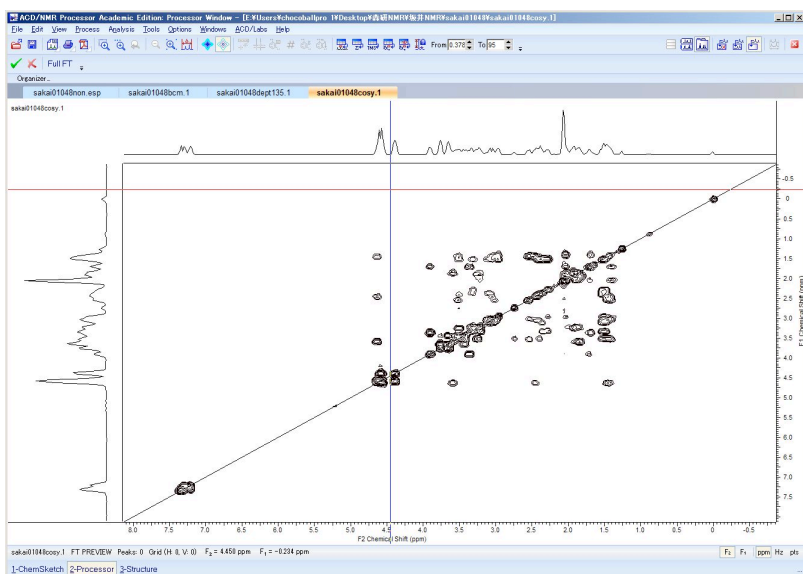


タブが二カ所あるので注意。Along t2, Along t1 共に

Window Function を変更する。

第4部：2次元 NMR 処理

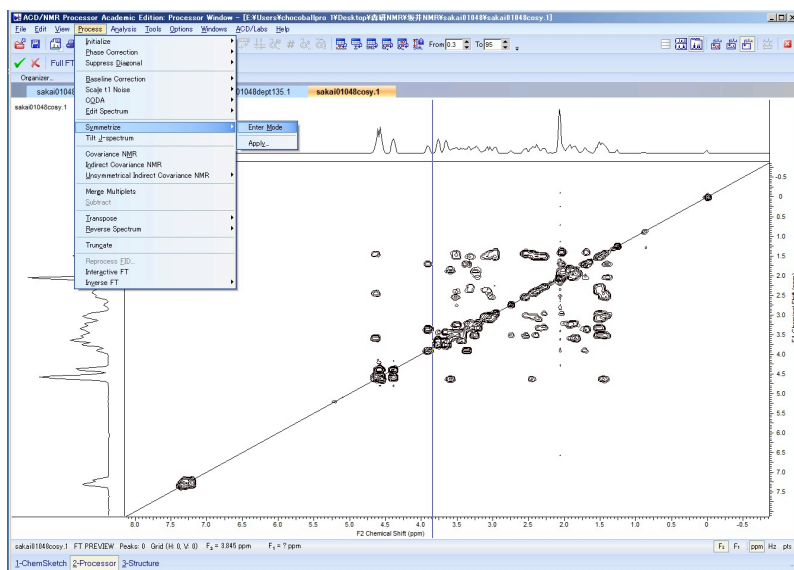
- ⑤ フーリエ変換後のチャートが出てくるので、をクリックして確定。



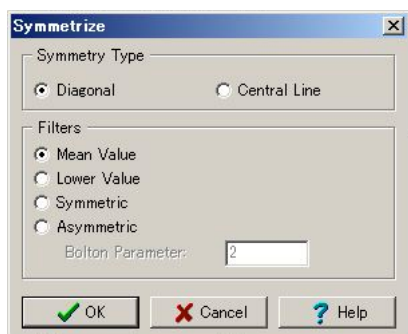
4-2：対称化 (COSY, NOESY のみ)



COSY や NOESY のように f1, f2 両軸とも同じチャートが並べている場合、ノイズを平均化するために対称化を行うことができる。が、対称化してしまうことでピークが潰れて見づらくなることもあるので、やってみて見づらくなったら感じれば、元に戻した方がよい。

① メニューの、Process→Symmetrize から Enter Mode を押す。



② Diagonal, Mean Value を選び OK。

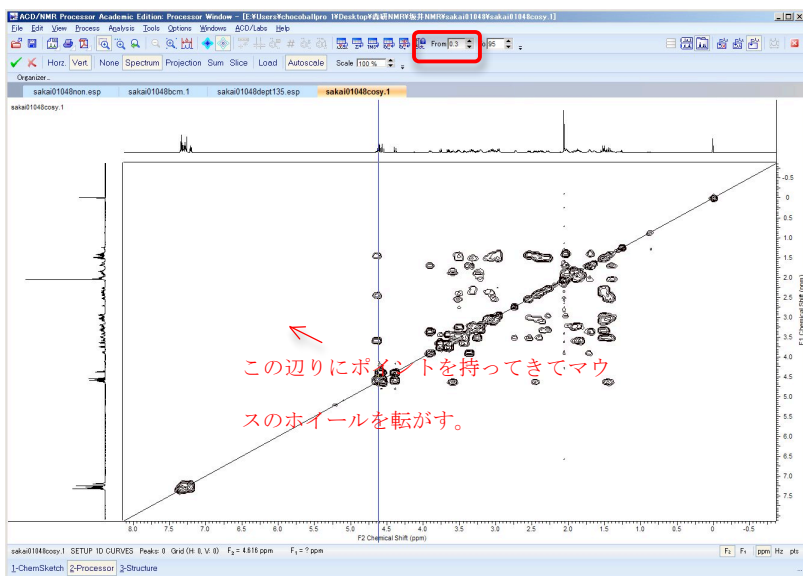


③ チャート確認後、ノイズが消えて見やすくなったと感じたら  で確定する。逆にピークが潰れて見にくくなったと感じたら  でキャンセルする。

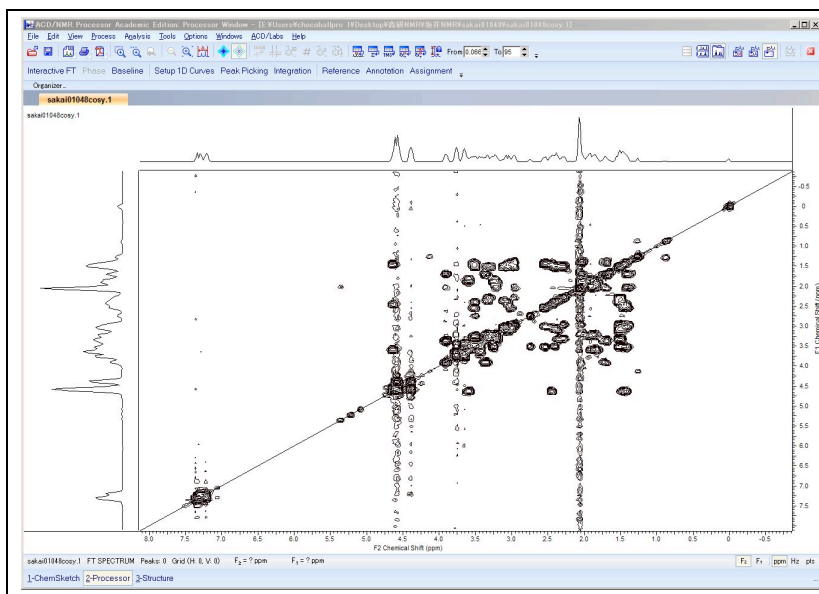
4-3：ボトムラインの調整

ボトムラインより強度が低いピークはノイズとしてチャートに表示しません。ボトムラインは、ノイズギリギリに調整する必要があります。

- ① マウスのポインターをチャートの中央に持ってきて、マウスのホイールを転がして、2次元チャートのボトムラインの調整を行う。微調整は、下図の赤四角囲みの「From」の数字を微調整して調整する。

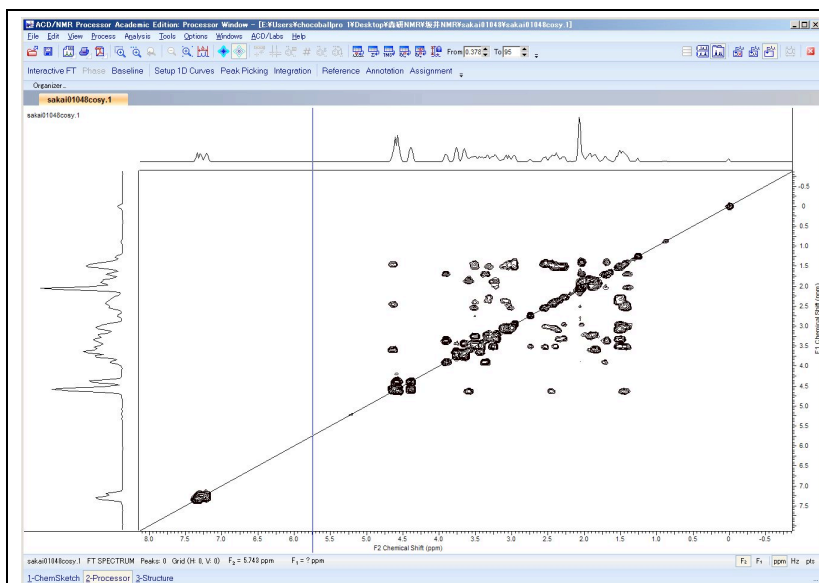


この辺りにポイントを持ってきてマウスのホイールを転がす。

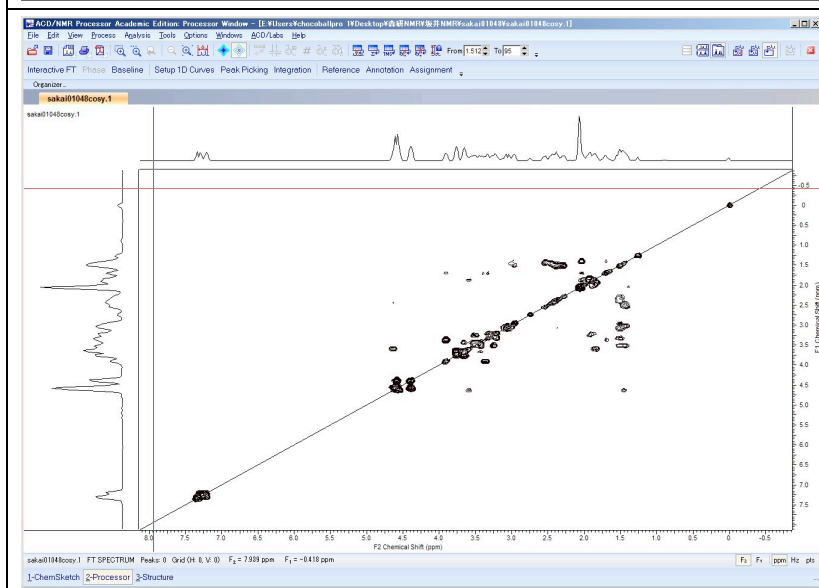


ボトムライン低すぎる
(ノイズが多く入りすぎ)

第4部：2次元 NMR 処理



適正な
ボトムライン



ボトムライン高すぎ
(必要なピークが見えない)

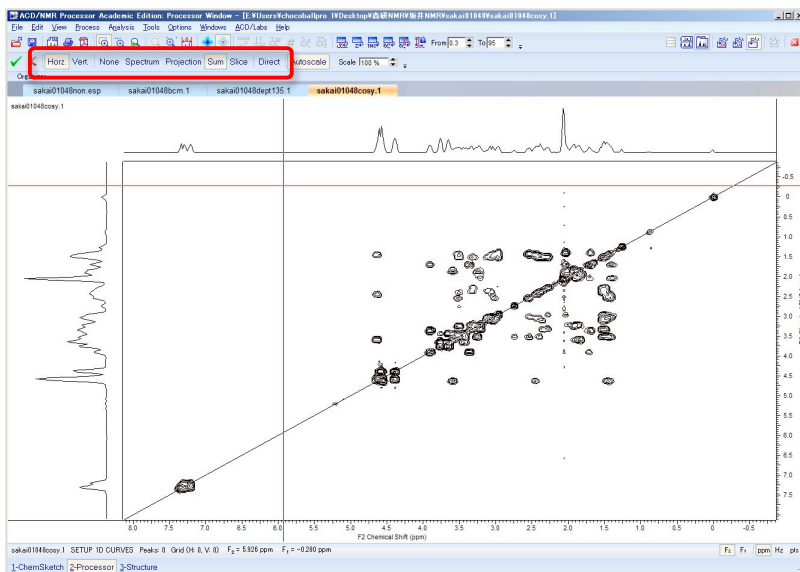
注) このソフトではトップライン(T_o の数字)は 95% のままで OK です。

4-4：1次元のチャートをつける。

① 基本メニューの「Setup1D Curves」より入る。



② Horz.を指定した状態で、Spectrum を選ぶ。



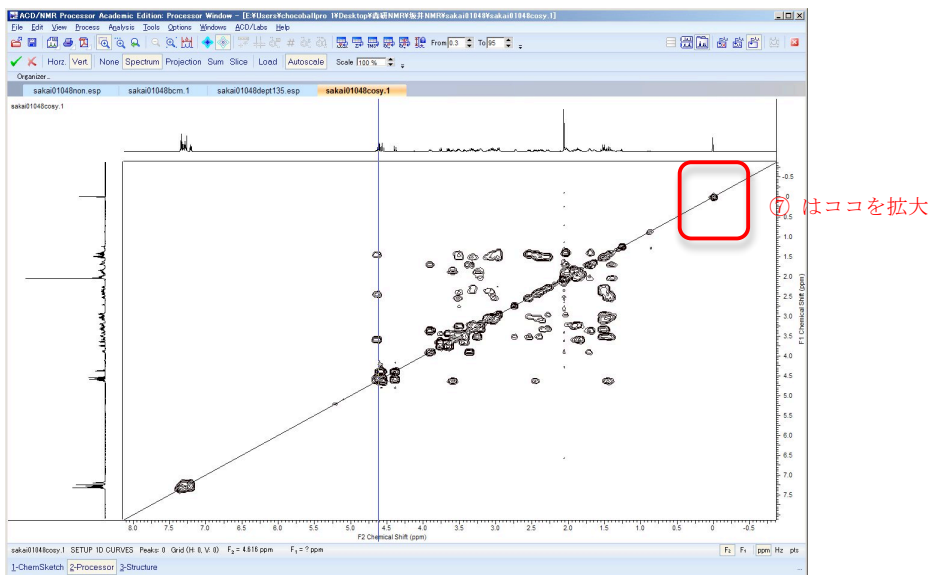
③ ファイル選択画面が出てくるので、一次元処理で保存しておいた ^1H NMR のチャート(拡張子が .esp のファイル)を選択する。



④ Vert.を指定した状態で、Spectrum を選ぶ。

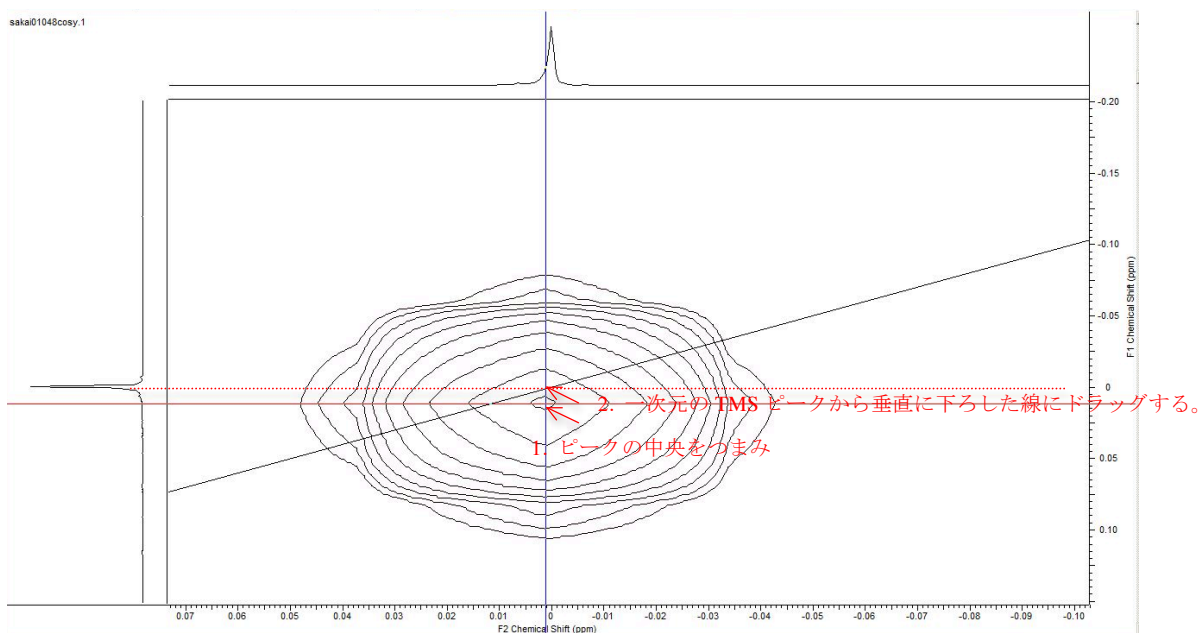
⑤ ファイル選択画面が出てくるので、
COSY、NOESY の時は、 ^1H NMR のチャート
HMQC の時は、DEPT135 のチャート
HMBC の時は、 ^{13}C NMR のチャート
を選択する。

第4部：2次元 NMR 処理

⑥ 全て完了すると以下の様に、横軸(f1 軸)と縦軸(f2 軸)に、1次元の NMR チャートが現れた状態になる。



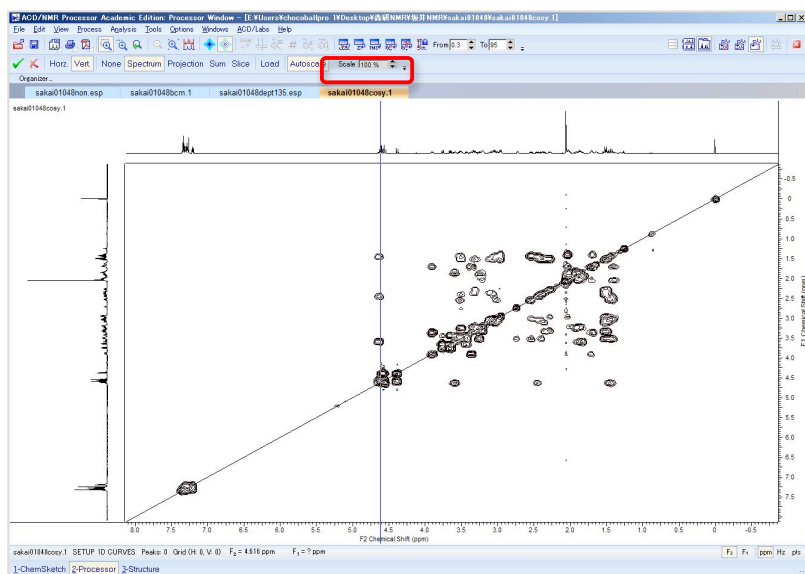
⑦ 0 ppm の TMS のピーク付近を  で拡大する。次に、 の選択を外して、基準あわせを行う。図は Vert. 選択時。さらに、Horz. を選択し、横方向も同様にしても合わせること。



注) HSQC、HMBC の時は、TMS のピークが見えないが、どれか分かりやすいピークに合わせれば OK。

第4部：2次元 NMR 処理

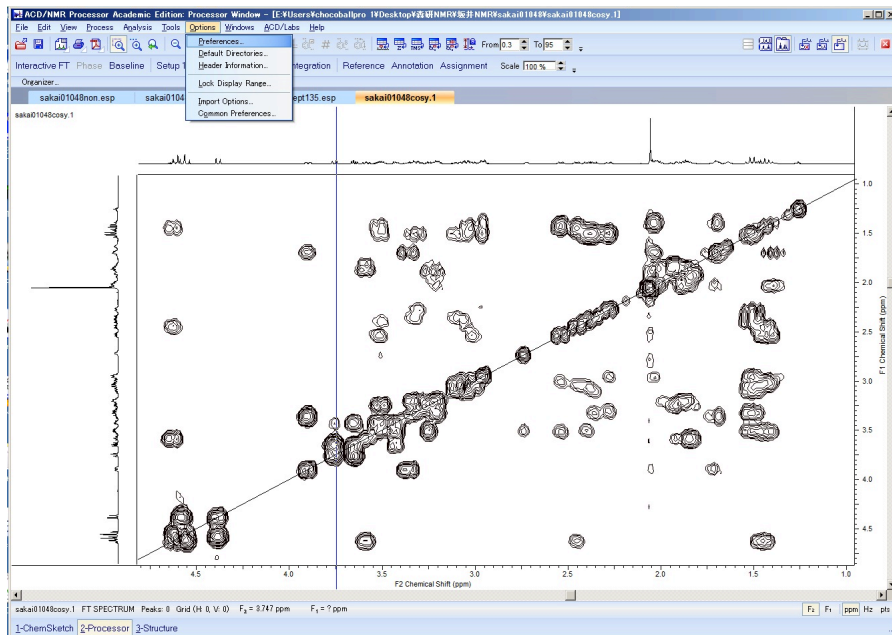
⑧ Scale のパーセンテージを大きくし、1次元のチャートを引き延ばす。Horz.、Vert.の両方に対し行う。



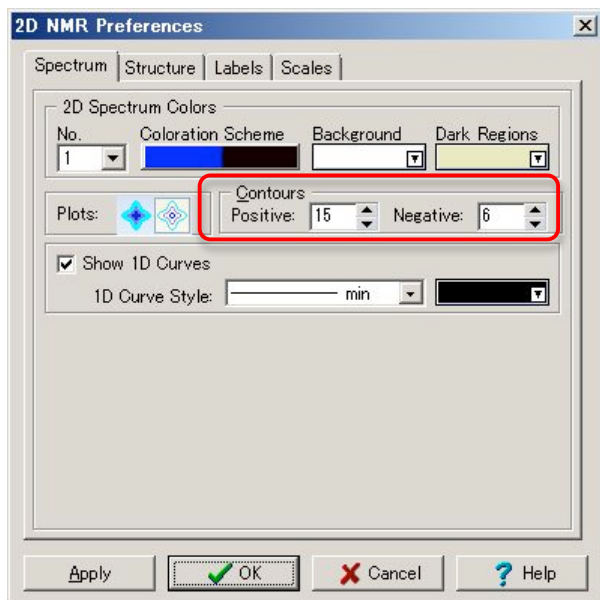
⑨ をクリックして、1次元のチャート貼り付けを確定する。

4-5：等高線の密度の調整


① 等高線の密度を変更するため、Options から Preferences... を選択する。

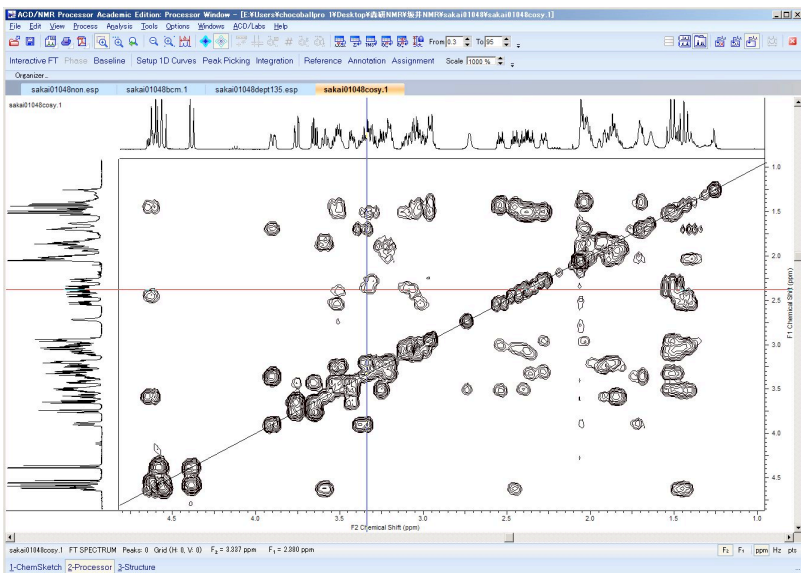


② Contours の、Positive の数字を 15 くらいにするとよい。見やすいように合わせること。



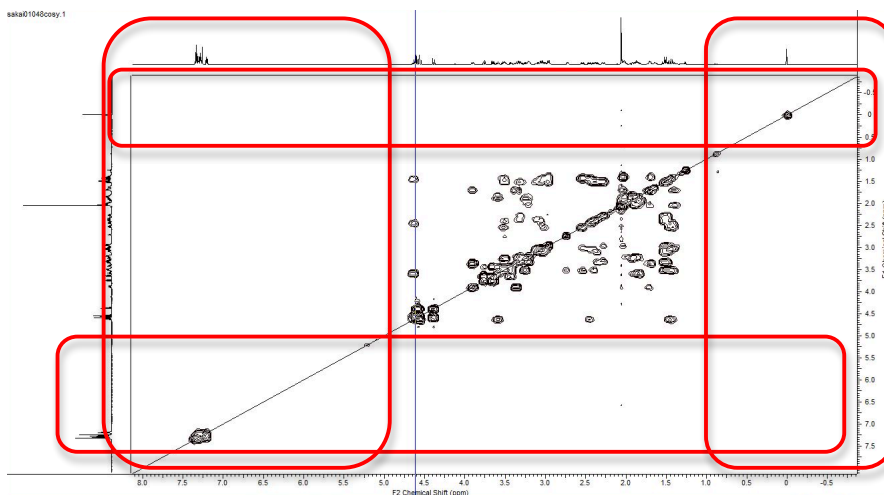
4-6：印刷

① 下図のように**相関関係が見やすいように、重要な交差ピークが現れている部分のみを拡大し、**をクリックする。特に変更なしで OK を押し ChemSketch へレポートしてよい。



(重要) 印刷時の注意

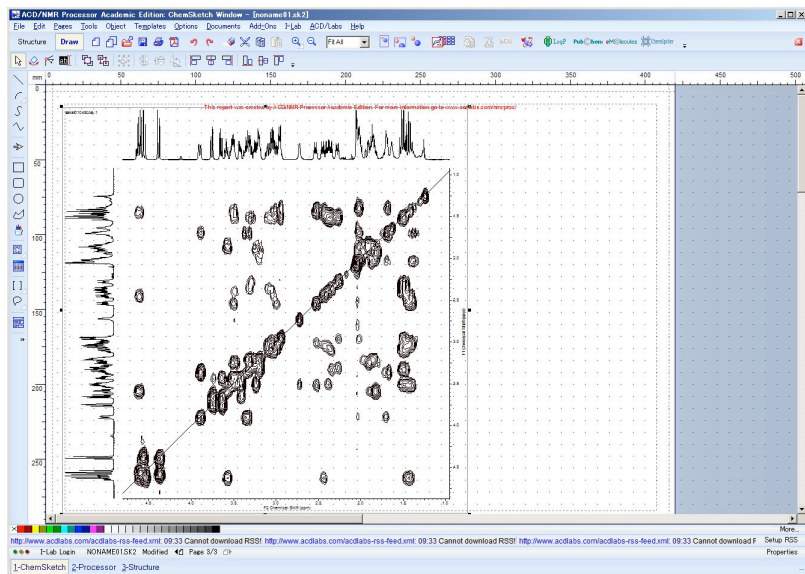
下図の赤で囲った領域に一次元のピークは存在するものの、2次元では重要な交差ピークは存在しない。二次元は重要な部分をできるだけ拡大して、交差ピークを確認したいので、不要な部分は決して印刷に含めてはいけない。



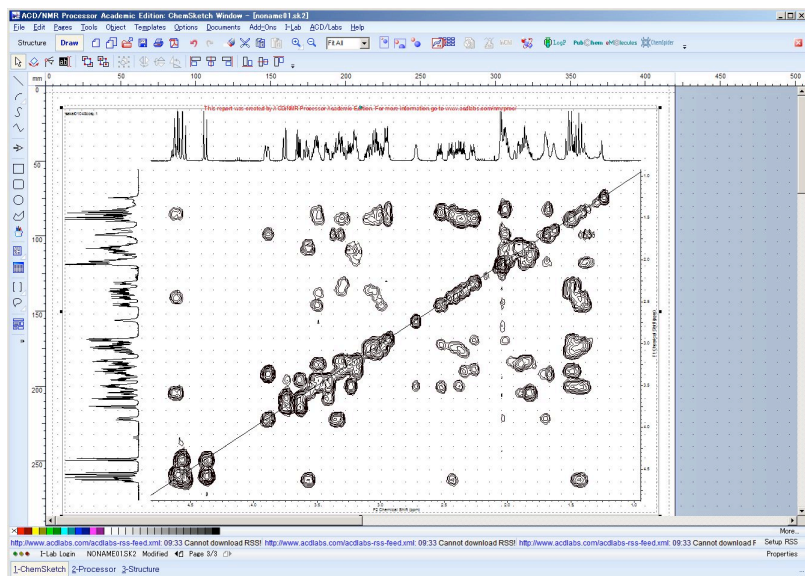
重要でない領域は印刷しないこと！

第4部：2次元 NMR 処理

② 次のようにレポート画面に表示されるので、紙面いっぱいに拡大する。



③ File から print を選び印刷する。



☆ 処理後の2次元チャートは特に保存する必要はありません。元ファイルがあればOKです。

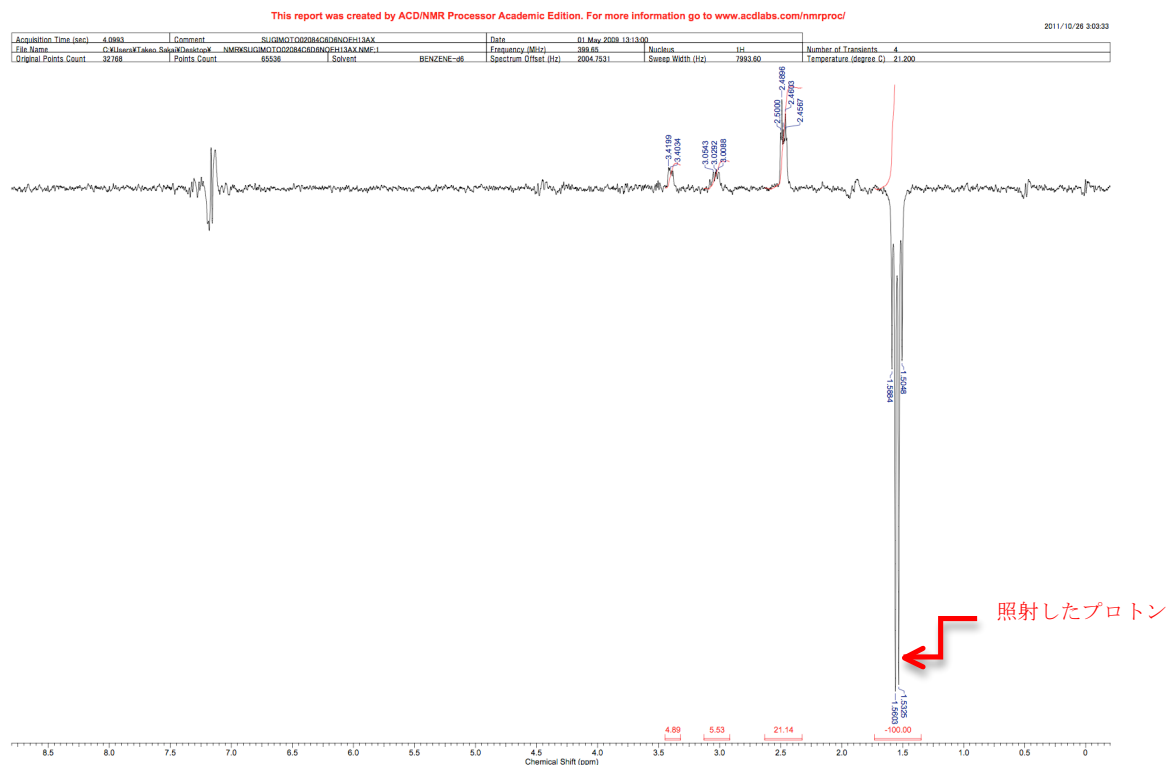
第5部：特殊測定についての追加注意事項

5-1：差 NOE 測定

一般的に差 NOE スペクトルはノイズが大きくなる傾向にあるので、Window 関数の LB 値は大きめ(2.0 程度)に設定してください(本マニュアルの p.7 参照)。

差 NOE の処理時は、照射したプロトンが下向きに、NOE が観測されたピークが上向きになるようにフェーズを調整してください。さらに、ベースラインの補正は慎重に行ってください(積分のはじめと終わりが水平になるように！)。

そして、照射したプロトンの積分値を「-100」に合わせてください。NOE が観測されたピークの積分値が正に出ますので、その数値が NOE の%になります。(メチル基に照射した場合は積分値を-300 に合わせる。また、メチル基に NOE が観測された場合は、現れた積分値を 3 で割ったのが NOE の%です)



図：差 NOE スペクトル

