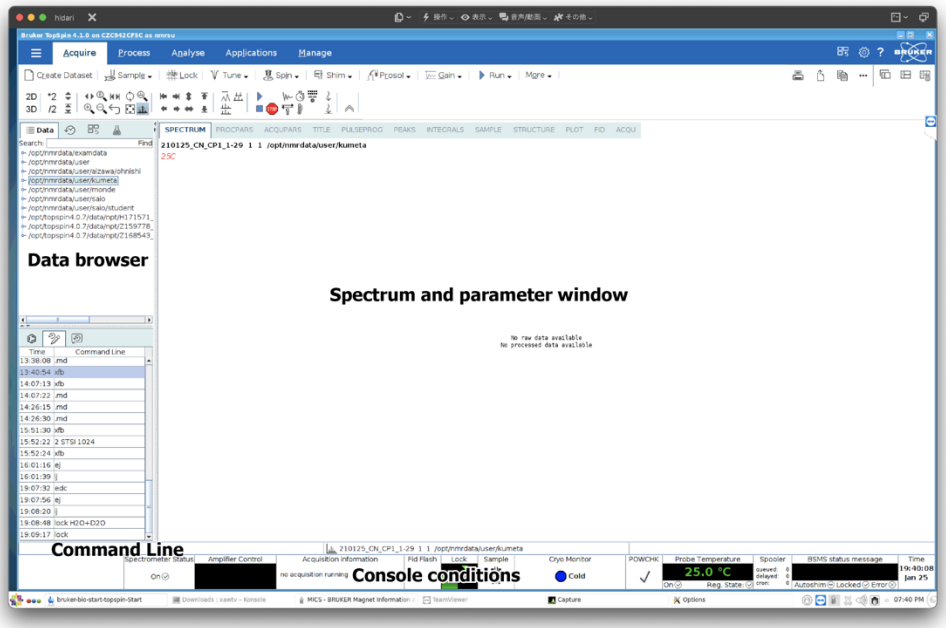
Quick Start Guide for TopSpin 4.1.1

1st draft 2021.1.25
last update 2021.8.13
H.Kumeta

1. TopSpin の起動と画面の説明
2. 温度設定（**edte**）
3. サンプルの出し入れ（**ej** / **ij**, **sx ej** / **sx 101**）
4. 実験領域の作成から ZGPR 選択（**edc**）
5. ロック（**lock H2O+D2O**）
6. 自動チューニング（**atma**）
7. シム調整（**topshim full** -> **autoshim on**）
8. ログブック用出力（**logbook**）
9. 90°パルス幅の自動設定（**pulsecal fast**）
10. 積算設定（**ns**）、測定（**rga** -> **zg**）
11. FT（**efp**）と位相補正（**.ph**）
12. [^{1}H-^{15}N] HSQC 測定の準備（**edc** (Use current) -> **nhsqc**）
13. パラメータ設定（**td** と **ns**）
14. 測定時間の確認（**expt**）と測定（**zg**）と FT（**xfb**）と位相補正（**.ph**）
15. その他のよく使うコマンド

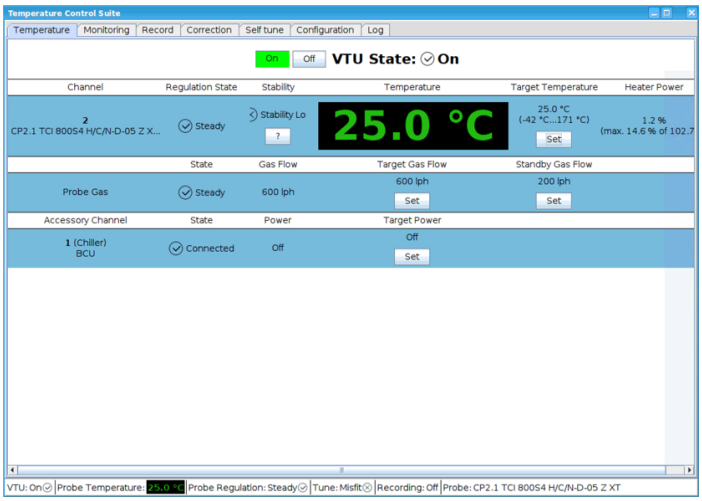
1. TopSpin の起動と画面の説明

   デスクトップ上の TopSpin 4.1.0 のアイコンをクリックすると TopSpin が起動する。



   以下、主に Command Line にて操作する。コマンドライン入力は、**courier** フォントで記述する。800 MHz の制御 PC は 2 画面あるので注意すること。Mac 版 Teamviewer での画面切り替えは、表示->有効なモニターから行える。

2. 温度設定（**edte**）



   edte によって Temperature Control Suite が立ち上がる。

   Target Temperature 下の[Set]にて、温度設定をする。設定のためのダイアログが出るが、他の画面に出ているかもしれないので注意すること。

   Chiller 設定（Target Power の下の[Set]）は設定したい温度により適宜変更する。

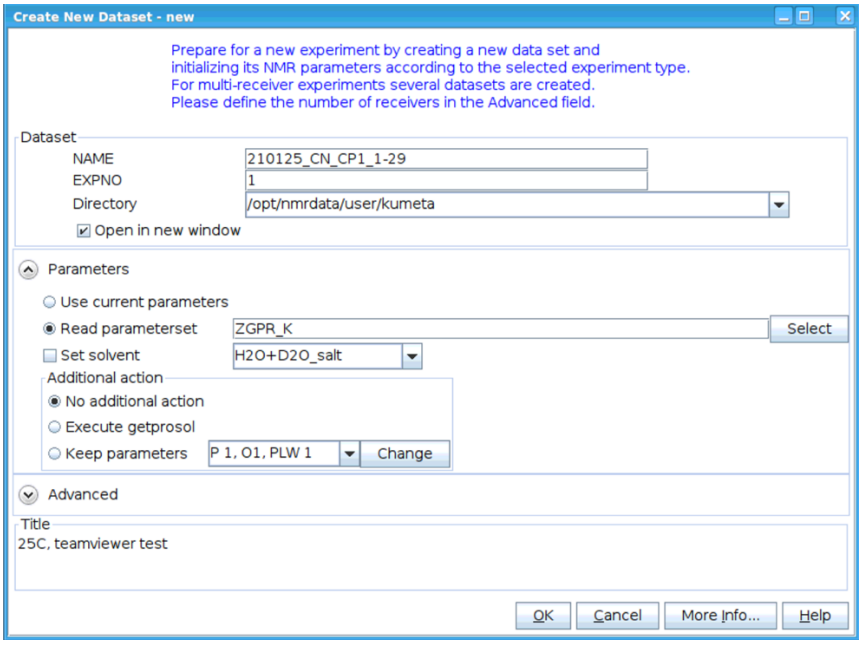
目安　　Off : over 30˚C
Low: 20-30˚C
Medium: 5-20˚C
Strong: below 5 ˚C

3. サンプルの出し入れ（**ej** / **ij**, **sx ej** / **sx 101**）
サンプルリフトエアー作動　**ej**（サンプルを磁石の上に浮かべる）
サンプルリフトエアー停止　**ij**（サンプルが磁石内に挿入される）

SampleJET を使用しているときは、
サンプル取り出し　**sx ej**
サンプル交換挿入　**sx 101**（ラック 1 番の A1 が挿入される。入っているサンプルがあれば、元の位置に戻される）

サンプルの挿入直後は温度が安定しないので、挿入後 5 分ほど待つと良い。

4. 実験領域の作成から ZGPR 選択（**edc**）



edc により実験領域を作成する。
NAME 欄は、日付_サンプル名の要領で記述する。
EXPNO は基本、 1 からスタートする。
Directory は割り当てられたものを使用すること。他人の Directory にはしないこと。

Parameters の部分は、既存のものを再利用する場合には既存の実験を読み出した後、
◉Use current parameters を使う。
まっさらな状態からスタートするときには、
◉Read parameterset から ZGPR_K を選択する。

Title 欄はメモなので、サンプル情報等を入れることが望ましい。
特に測定温度はいれておいた方が良い。Title 欄はあとからでも編集ができる。

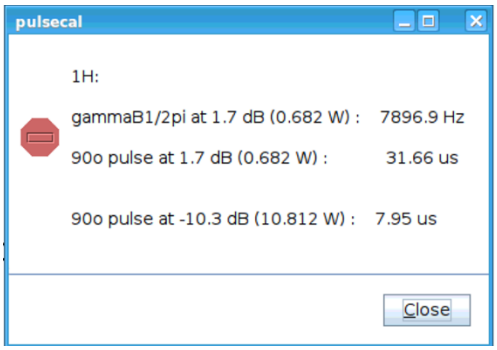
5. ロック（**lock H2O+D2O**）
   lock H2O+D2O にてロックをかける（1～2分程度)。

6. 自動チューニング（**atma**）
   atma にて自動チューニングを行う（1～2分程度)。

7. シム調整（**topshim full** -> **autoshim on**）
   topshim full にてシム調整をする。
   この **topshim full** は、TopSpin 4.1.0 から使用できる（5分から1 5分程度)。
   シム調整後は **autoshim on** とする。

8. ログブック用出力（**logbook**）
   logbook によりログブック用のテキスト出力を行う。
   デスクトップ上の LogBook フォルダに、
   日付_測定者名.txt の要領で保存する。追加項目等があれば適宜修正し上書き保存する。

9. 90°パルス幅の自動調整（**pulsecal fast**）
   pulsecal にて 90°パルス幅の自動調整を行う（1分程度)。
   溶媒が H2O+D2O の場合には、fast のオプションを使用する。



上記の例では、7.95 us が P1 値になる（あとで確認するのでメモっておく)。

10. 積算設定（**ns**）、測定（**rga** -> **zg**）

ns で積算回数を設定する（最初は 4 回積算くらいから始める）。

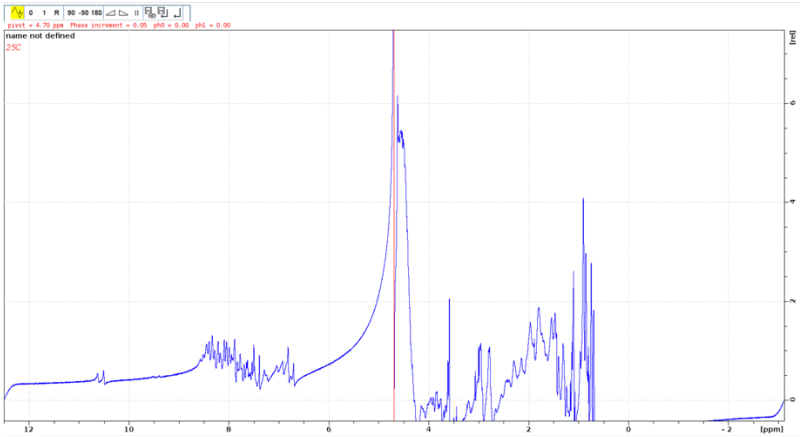
rga でレシーバーゲインを自動調整し、**zg** で測定を開始する。

11. FT（**efp**）と位相補正（**.ph**）

測定完了後、**efp** により 1 次元 NMR スペクトルにする。

.ph により位相補正モードとして位相補正する。

シグナル強度が十分にあれば **apk0** でよい。



左上の［0］［1］［R］の［0］にマウスカーソルを合わせて上下にドラッグすると位相補正できる。位相補正後は、**.sret** で保存しつつ、モードを終了する。

ここで得られた 1 次元 NMR スペクトルについて十分に確認する。

線形は良いか、水消えは十分かを確認すること。

12. [^{1}H-^{15}N] HSQC 測定の準備（**edc** (Use current) -> **nhsqc**）

edc により新しい EXPNO で実験領域を作成する（NAME 欄は変更しない）。

Use current parameters にチェックが入っていることを確認する。

nhsqc により [^{1}H-^{15}N] HSQC 実験の設定を行う。

P1 の値が pulsecal のときの値と一致していることを確認する。

P1 が 8、PLdb1 が 1000 のときは、Use current parameters のチェックが入っていないので、この EXPNO は delete して、**edc** から作り直すこと。

Choose type は［Fast HSQC］か［watergate］（もしくは［wg］や［wgHD］）がオススメ。

13. パラメータ設定（**td** と **ns**）

1 td 64 により ^{15}N 軸のポイント数設定をする。64 がポイント数、最大の目安は 512。

ns 4 で積算回数を 4 回にする。

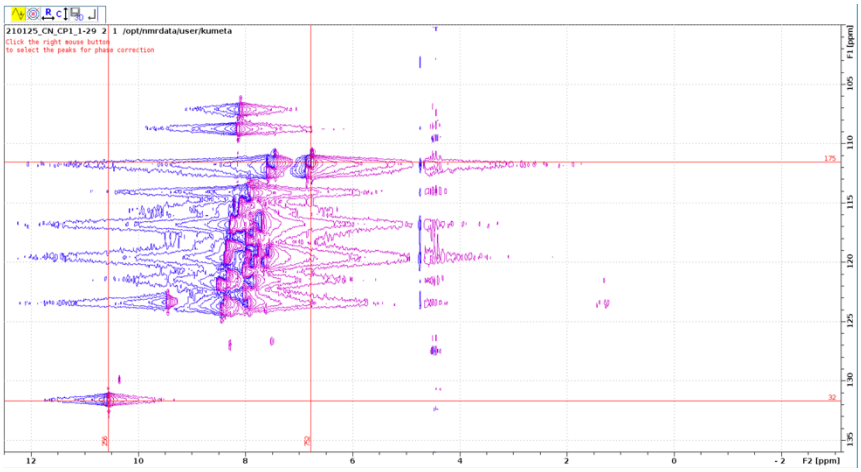
14. 測定時間の確認（**expt**）と測定（**zg**）と FT（**xfb**）と位相補正（**.ph**）

expt で測定時間を確認する。上記の設定で１０分程度。

zg で測定を開始する。

測定終了後、**xfb** コマンドでスペクトルにする。

.ph で位相補正モードとし補正する。シグナル強度が十分にあれば **apk2d** でよい。



シグナルがある適当な場所について、右クリックし[add]をする（２箇所くらい）。

（add された箇所を中心に縦と横の赤い線が追加される）

[R]を押して、横方向の位相補正モードに移行する。１次元のときと同じように位相補正する。

位相補正後は**.sret** で２次元スペクトルの見た目を確認する。

.ret で２次元の位相補正モードを終了する。

15. その他のよく使うコマンド

.md	マルチディスプレイモードへの移行
abs / abs2	自動ベースライン補正
at	時間指定のコマンド実行
new	edc と同じ
rsh / wsh	シムファイルの読み出し／書き込み
stop	測定停止
stsr / stsi	スペクトル表示の開始点と表示幅の設定
zgefp	測定終了後、efp を行う。
quit	TopSpin の終了