

# smile Q

SMILEQ plugin ユーザーガイド Ver 2.2

2024年3月作成

## はじめに

SMILEQ プラグインは、定量 NMR (qNMR) 解析のための JASON のプラグインです。JASON ver1.3 以降に対応しており、JASON のライセンスとは別に SMILEQ プラグインライセンスが必要です。

内標準法、外標準法、複数のスペクトルを一括で処理できる複数解析も可能です。また、JEOL NMR ソフトウェア Delta (V6.1 以降) と連携することで測定・解析・レポート作成のワークフローを自動でシームレスに実施することが可能です。

第 1 章では、SMILEQ プラグインのインストール方法及びライセンス認証方法について説明します。すでに作業が終わっている場合は第 2 章から読み進めてください。

第 2 章では、解析条件などを設定する SMILEQ パネルの概要を説明します。

第 3 章では、定量解析を実施するための準備について説明します。

第 4 章では、SMILEQ プラグインで実施可能な実際の解析手順例を説明します。

## Contents

1.	SMILEQ プラグインの有効化 .....	5
1.1.	プラグインマネージャーのスタート.....	5
1.2.	SMILEQ プラグインのインストール.....	5
1.3.	ダイアログの再起動 .....	6
1.4.	SMILEQ プラグインライセンスの有効化 .....	6
1.5.	有効化の完了 .....	8
2.	SMILEQ パネルの概要 .....	9
2.1.	分析モード .....	10
2.1.1.	内標準法 .....	10
2.1.2.	外標準法 - 分析対象 .....	12
2.1.3.	外標準法 - 標準物質 .....	13
2.2.	リファレンスエディター .....	14
2.3.	分析対象シグナルテーブルエリア .....	15
2.4.	計算オプションエリア .....	16
2.5.	Multiplespectrum SMILEQ.....	17
2.6.	その他 .....	18
3	qNMR 解析の準備 .....	19
3.1	ファイル.....	19
3.1.1	リファレンスファイルの作成.....	19
3.1.1	分析ファイルの作成 .....	20
3.2	設定.....	21
3.2.1	設定 (一般) .....	21
3.2.2	Seamless.....	22
3.2.3	Mapping .....	23
3.2.4	Parameter .....	23
4.	実際の解析手順.....	24
4.1.	内標準法 .....	24

4.1.1.	手動解析（分析ファイルを使わない手順） .....	24
4.1.2	自動解析（分析ファイルを使用した手順） .....	28
4.2	外標準法 .....	30
4.2.1	手動解析（分析ファイルを使わない手順） .....	30
4.2.2	自動解析（分析ファイルを使用した手順） .....	33
4.3.	複数スペクトル解析（MultiSpectrum SMILEQ） .....	35
4.3.1	内標準法の場合 .....	35
4.3.2	外標準法の場合 .....	36
4.4.	レポート作成 .....	38
4.4.1	個別レポート .....	38
4.4.2	サマリーレポート .....	39
4.4.3	不確かさレポート .....	40
4.4.4	標準物質レポート .....	41

本ドキュメントは、JASON ソフトウェアの SMILEQ プラグインの機能概要を説明し、基本的な操作を把握して使用できるようになることを目的としています。なお Windows OS で動作していることを前提としています。

## 1. SMILEQ プラグインの有効化

SMILEQ プラグインを使用するには、プラグインを有効化する必要があります。有効化とは、プラグインのインストールとライセンス認証を行うことです。

SMILEQ プラグインのライセンスキーとライセンス情報（Company Type, Term）を手元に用意して進めてください。

### 1.1. プラグインマネージャーのスタート

図 1 に示すように、メインメニューからプラグインマネージャーを選択します。

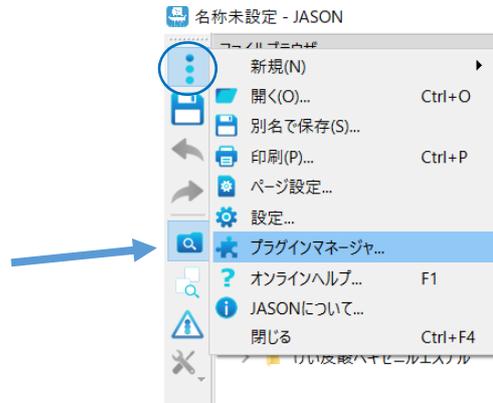


図 1 プラグインマネージャーのスタート画面

### 1.2. SMILEQ プラグインのインストール

図 2 に示すように、“SMILEQ プラグイン”チェックボックスをオンにして、[OK]ボタンをクリックします。

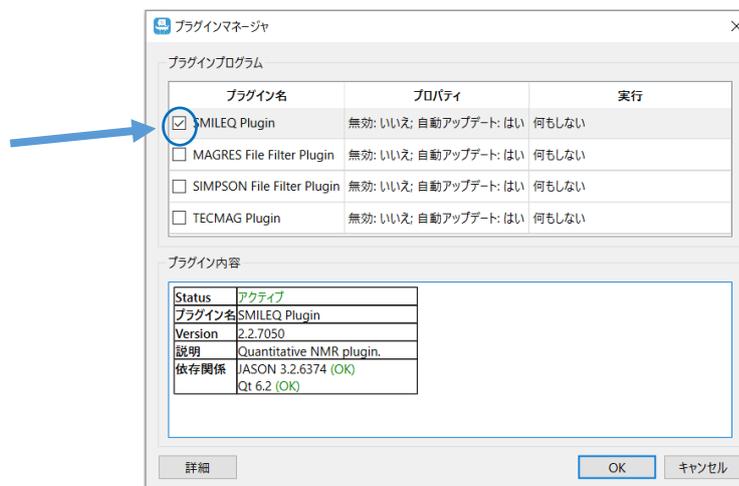


図 2 プラグインマネージャー

### 1.3. ダイアログの再起動

OK ボタンを押すと、以下のダイアログボックスが表示されます。[OK]をクリックして、JASON を再起動します。

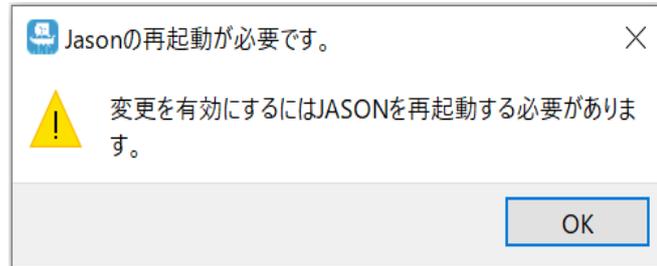


図 3 再起動ダイアログ

☞ JASONの新しいバージョンにアップデートした場合、プラグインマネージャーでSMILEQのフラグを一度OFFにして再起動し、再度プラグインマネージャーでSMILEQのフラグをONにすることで最新のSMILEQプラグインの使用環境となります。

### 1.4. SMILEQ プラグインライセンスの有効化

SMILEQ プラグインのインストール後に初めて JASON を開くと、図 4 に示すように、[JASON プラグインライセンスダイアログ]ウィンドウが開きます。

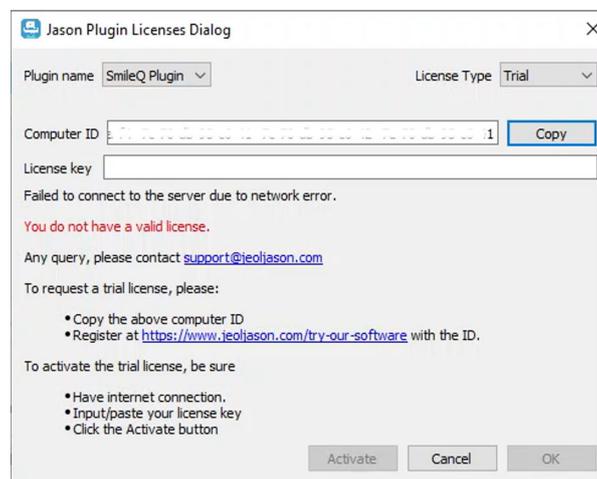


図 4 JASON プラグインライセンスダイアログ（設定前）

1. Plugin name(SMILEQ Plugin)と License Type(Commercial または Trial)を選択します。License Type で Commercial を選択した場合は、Company Type 及び Term のプルダウンメニューから適切な項目を選んでください。最後にライセンスキーをボックスに入力します。

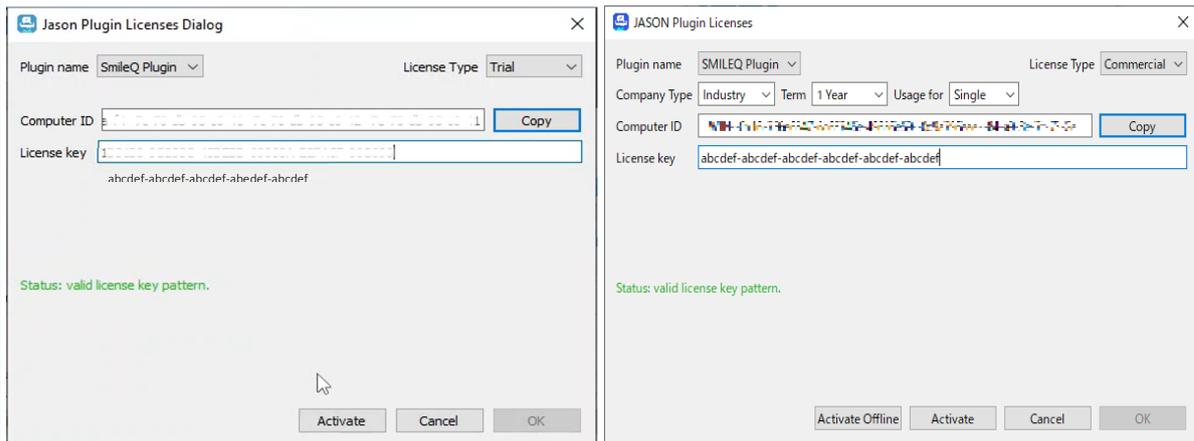


図 5 JASON プラグインライセンスダイアログ（設定後）  
 (License Type が 左図 : Trial , 右図 : Commercial)

-  ライセンスキーはコピー&ペーストをお勧めします。
-  有効なライセンスキーが入力されると、[Active]が有効になります。

2. [Active]ボタンをクリックして、ライセンスキーを有効化します。

 オンラインでのライセンス認証ができない場合はJASONプラグインライセンスダイアログに表示される「Activate Offline」を選択し、次に表示される画面の指示に従って“Request Token”を作成します。こちらをJASONサポート[support@jeoljason.com](mailto:support@jeoljason.com)までお送りください

(送付例)

件名 : Offline Activation Request (SMILEQ)

本文 : ライセンスキー 及び Request Token

 サポートから“Request Token”が届きます。メールで案内する手順でオフライン認証を進めてください。

## 1.5. 有効化の完了



図 6 コンテキストパネル一覧

SMILEQ プラグインの登録に成功すると、フレームの左端にあるコンテキストパネルの 1 つとして機能にアクセスできます。

他のツールパネル（表示や処理など）と同様に、SMILEQ パネルを利用するには NMR データを読み込むか、キャンバス上にある NMR スペクトルを選択しておく必要があります。

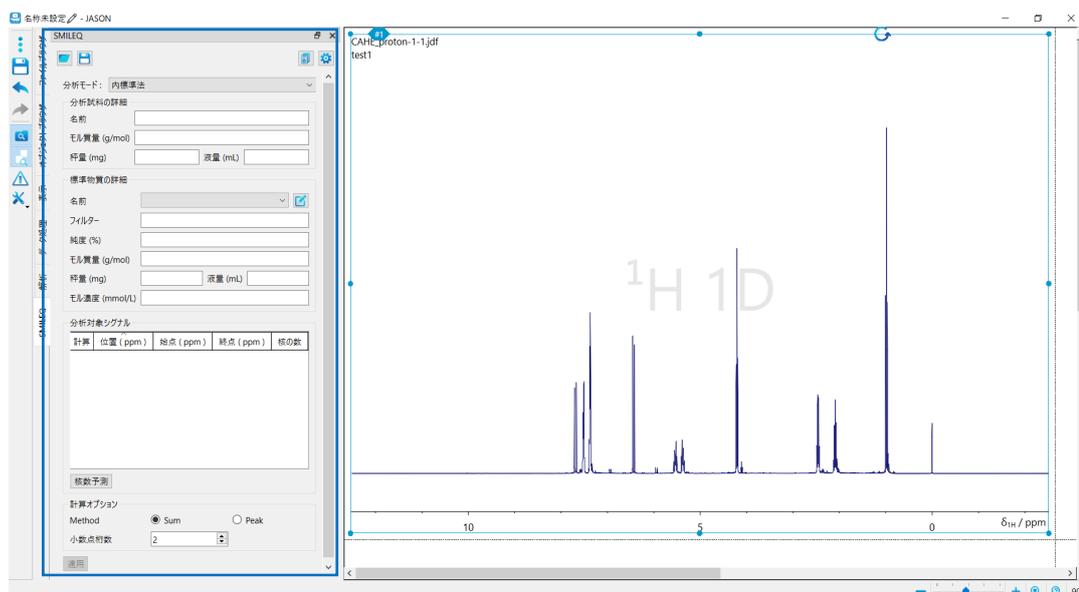


図 7 SMILEQ パネル

## 2. SMILEQ パネルの概要

SMILEQ パネルは、解析条件に関するパラメータを設定するために使用されます。

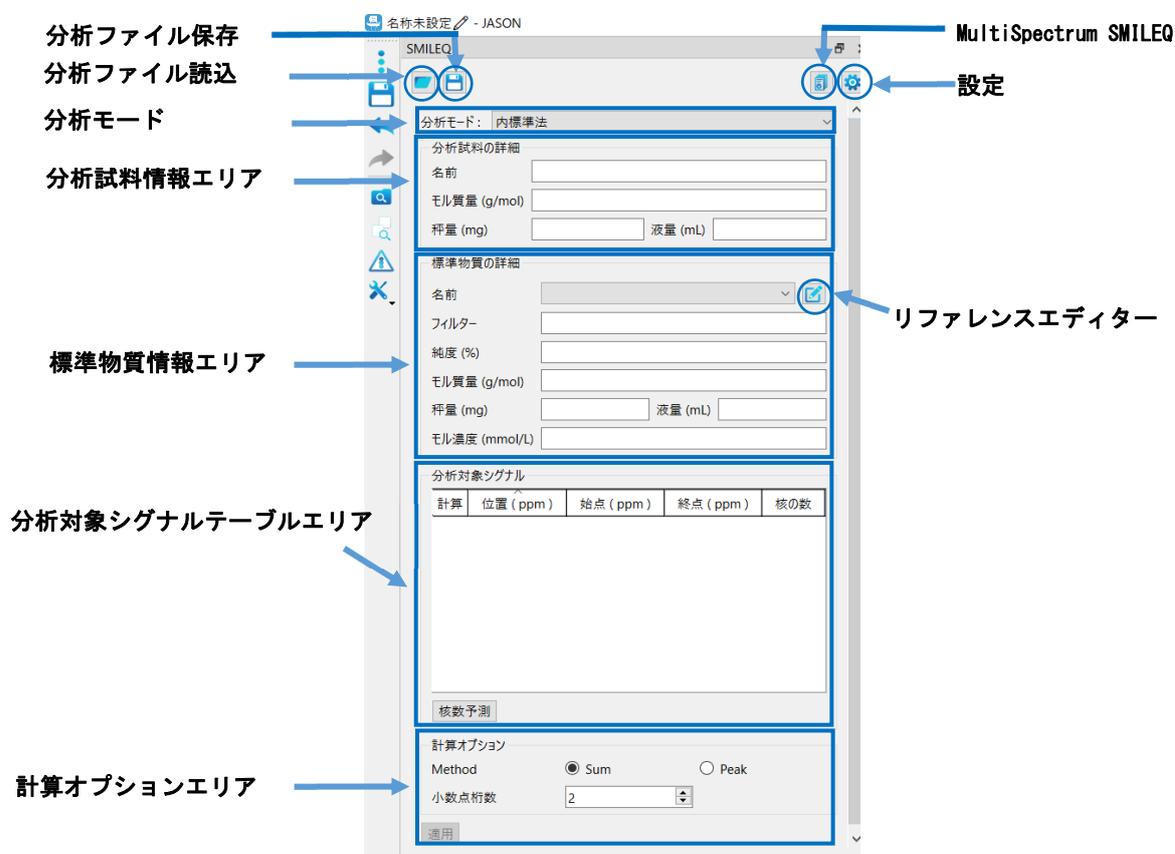


図 8 SMILEQ パネル (内標準法)

👉 分析モードによってSMILEQパネルで設定できるパラメータは変わります。詳しくは「2.1 分析モード」をご参照ください。

分析ファイル保存、読込	解析に使用する分析ファイルの読込・保存を行います。
MultiSpectrum SMILEQ	複数スペクトルの一括処理・解析を行います。 手順は「4.3 複数スペクトル解析」をご参照ください。
設定	SMILEQ プラグインで使用する各種ファイルが保存先などの設定を行います。
分析モード	対象スペクトルの解析手法を選択します。
分析試料情報の入力エリア	解析に必要な分析試料情報を入力する領域です。
標準物質情報の入力エリア	解析に必要な標準物質情報を入力する領域です。
リファレンスエディター	解析で使用する標準物質の情報を登録または編集します。
分析対象シグナルテーブルエリア	計算に使用する信号領域、核数、およびそれらが解析に使用するかどうかの定義を設定する領域です。
計算オプションエリア	計算のオプションパラメータを設定します。

## 2.1. 分析モード

SMILEQ プラグインでは、内標準法、外標準法の解析に対応しています。

分析モードで「内標準法」、「外標準法-分析対象」、「外標準法-リファレンス対象」から、解析目的に応じたモードを選択します。スペクトルごとに設定する必要があり、解析対象スペクトルを選択し、分析モードを選びます。

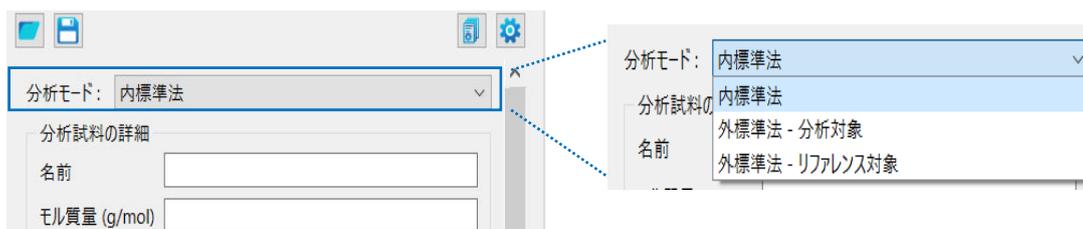


図 9 分析モード

### 2.1.1. 内標準法

解析対象のスペクトルを選択し、SMILEQ パネルの分析モードを「内標準法」にすると、SMILEQ パネルで分析物情報、標準物質情報、分析対象シグナル情報を設定することができます。

#### 2.1.1.1. 分析試料情報エリア



図 10 分析試料情報エリア

名前	サンプル名など識別できる情報を入力します。
モル質量	モル質量（分子量）を入力します。
秤量	重量を入力します。
液量	サンプル調製時の溶液量を入力します。（モル濃度が必要でなければ空欄で可）

☞ 解析を実行するには名前、モル質量、秤量を入力します。標準物質情報をもとにモル濃度を得るにはモル質量のみを入力します。読込んだNMRデータ（FID）に情報が入っていれば自動で設定されます。

### 2.1.1.2. 標準物質エリア

図 11 標準物質情報エリア

名前	ドロップダウンリストになっており、標準物質を選択します。このリストは「リファレンスエディタ」ボタンから編集できます。詳細はセクション「2.2 リファレンスエディタ」をご参照ください。標準物質名を選択すると設定されている標準物質の純度（Purity(%)）とそのモル質量の情報が自動的に設定されます。
秤量	重量を入力します。
液量	サンプル調製時の溶液量を入力します。（モル濃度が必要でなければ空欄で可）

☞ 解析を実行するには名前、モル質量、秤量を入力します。モル濃度を使用するときには秤量と液量の代わりにモル濃度を入力します。読込んだNMRデータ（FID）に情報が入っていれば自動で設定されます。

### 2.1.2. 外標準法 – 分析対象

解析対象のスペクトルを選択し、SMILEQ パネルの分析モードを「外標準法-分析対象」にすると、SMILEQ パネルで分析物情報フィールド、リファレンススペクトル、分析対象シグナルなどを設定することができます。

図 12 外標準法-分析対象情報エリア

名前	サンプル名など識別できる情報を入力します。
モル質量	モル質量（分子量）を入力します。
秤量	重量を入力します。
液量	サンプル調製時の溶液量を入力します。（モル濃度が必要でなければ空欄で可）
リファレンススペクトル	ドロップダウンリストから外標準法のリファレンスとして使用するスペクトルを選択します。キャンバス内のデータが一覧表示されます。データが参照条件を満たしている場合にチェックボックスが有効になります。
PULCON	ドロップダウンリストから PULCON で使用する補正パラメータを選択します。標準物質と分析物質でパラメータが異なる場合、そのパラメータのチェックボックスが有効になります。
溶媒ピークによる補正 (SOLCOR)	溶媒ピークによる補正を有効にします。リファレンスと分析対象スペクトルのそれぞれに補正用の溶媒ピーク（マルチプレート解析、信号タイプを溶媒に設定されている条件）がある場合のみ、チェックボックスが有効になります。こちらの機能は以下の文献に基づいた手法です。 文献：J.L.Ochoa, S.Germann, B.Conklin, K.Kurita, D.J.Russell, C.Yang, J.G. Napolitano, <i>Magn Reson Chem</i> , 2023, <b>5</b> , 1-7.

- ☞ 解析を実行するには名前、モル質量、秤量を入力します。標準物質情報をもとにモル濃度を得るにはモル質量のみを入力します。読込んだNMRデータ（FID）に情報が入っていれば自動で設定されます。

### 2.1.3. 外標準法 – 標準物質

解析対象のスペクトルを選択し、SMILEQ パネルの分析モードを「外標準法-リファレンス対象」にすると、SMILEQ パネルでは標準物質情報のみを設定することができます。

- ☞ この分析モードでは定量分析の「適用」ボタンは非表示です。

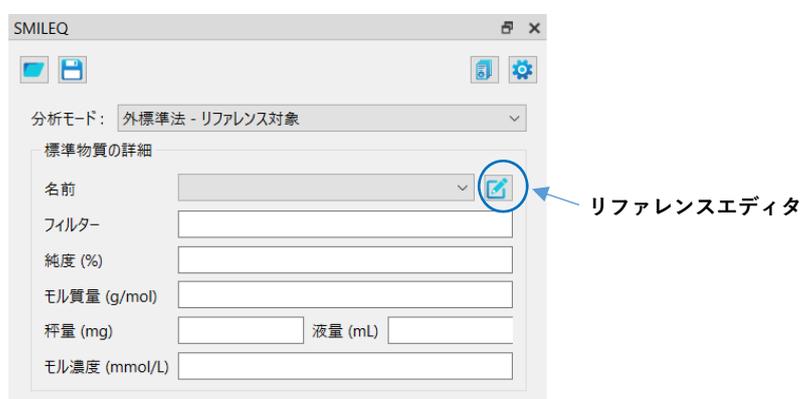


図 13 外標準法-標準物質情報エリア

名前	ドロップダウンリストになっており、標準物質を選択します。ドロップダウンリストは「リファレンスエディタ」ボタンで編集できます。詳細はセクション「2.2 リファレンスエディタ」をご参照ください。標準物質名を選択すると設定されている標準物質の純度（Purity(%)）とそのモル質量の情報が自動的に設定されます。
秤量	重量を入力します。
液量	サンプル調製時の溶液量を入力します。（モル濃度が必要でなければ空欄で可）

- ☞ 解析を実行するには名前、モル質量、秤量を入力します。モル濃度を使用するときには秤量と液量の代わりにモル濃度を入力します。読込んだNMRデータ（FID）に情報が入っていれば自動で設定されます。

## 2.2. リファレンスエディター

解析で使用する標準物質の情報はリファレンスファイルとして保存して使用します。このファイルはリファレンスエディターで登録、編集することができます。リファレンスエディターを開くためのボタンは分析モードで「内標準法」「外標準法-リファレンス対象」を選択した時に、SMILEQ パネルから選択できます。

リファレンスエディターのボタンをクリックすると、テーブルが表示され、定量解析に使用される特定の標準物質に関する情報を入力します。

選択しているスペクトルから情報の読み込み、複数の信号を使用する設定も可能です。

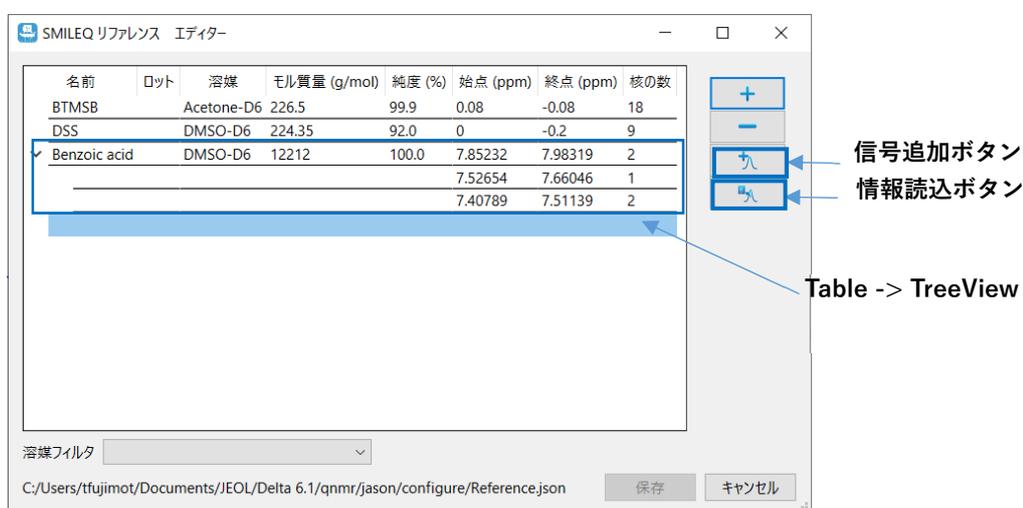


図 14 リファレンスエディター

名前	標準物質名の名称など識別できる名前
ロット	ロット番号などの情報
溶媒	使用想定 of 溶媒
モル質量 (g/mol)	標準物質のモル質量
純度 (%)	試薬純度、認証値
始点、終点 (ppm)	積分範囲
核の数	核の数 (例えばプロトン数)
+、-	行の作成・削除ボタン。新しく追加するときは + ボタンをクリックして、テーブルに行を追加して名前、溶媒などの情報を入力します。
信号追加ボタン	登録済みの行が選択されると有効になります。複数信号を使用する場合、ボタンをクリックすると行が追加され始点、終点、核の数を入力できます。
情報読みボタン	キャンバス上で選択しているスペクトルに積分/マルチプレート解析が実施されているときに有効になります。選択すると、スペクトルから積分/マルチプレートを反映した新しいエントリが追加されます。核の数は推定値またはユーザ

	一定義値が設定され、溶媒情報も反映されます。確認し修正が必要であれば行います。
溶媒フィルタ	設定した溶媒の標準物質が表示されます。
Table -> TreeView	複数信号が設定されている場合、「名前」の左側に展開アイコンが表示されます。このアイコンをクリックすると、情報の表示・非表示を切り替えられます。情報の入力・削除・編集を行うことができます。

- ☞ 行を追加して標準物質情報を設定する際、青いセルは情報が無効または欠落していることを意味し、これらが修正されるまで保存ボタンを押すことができません。
- ☞ 保存先は、リファレンスエディター左下に表示されています。保存先は設定（「3.2.1設定（一般）」をご参照ください）で定義されています。
- ☞ 「行を削除」ボタンをクリックすると、選択した行が削除されます。

### 2.3. 分析対象シグナルテーブルエリア

スペクトル上で定義されたすべてのマルチプレット解析または積分領域は分析対象シグナルテーブルに表示されます。分析対象シグナルテーブルエリアは分析モードで「内標準法」「外標準法-分析対象」を選択した時に、SMILEQ パネルに表示されます。

計算	位置 (ppm)	始点 (ppm)	終点 (ppm)	核の数
<input type="checkbox"/>	0.712	0.517	0.906	3
<input checked="" type="checkbox"/>	1.207	1.094	1.320	2
<input checked="" type="checkbox"/>	1.463	1.357	1.568	2
<input checked="" type="checkbox"/>	3.995	3.803	4.188	2
<input checked="" type="checkbox"/>	6.663	6.469	6.857	2
<input type="checkbox"/>	7.642	7.440	7.837	2

核数予測

計算チェックボックス

図 15 分析対象シグナルテーブル

計算チェックボックス	計算する信号を識別するために使用され、必要でない信号はチェックボックスを外します。
核の数	信号の核の数（例えばプロトン数）を入力します。
核数予測	積分/マルチプレットまたは積分の情報から核の数を予測し、「核の数」の欄に自動入力します。

- ☞ マルチプレート解析または積分領域が定義されたアクティブなスペクトル（キャンバス上で選択されているスペクトル）から、自動的にその情報（位置、始点、終点、核の数）が入力されます。また新しく定義された場合も自動で入力されます。

## 2.4. 計算オプションエリア

計算に使用する定量情報の選択、小数点桁数を設定することが可能です。計算オプションエリアは分析モードで「内標準法」「外標準法-分析対象」を選択した時に、SMILEQ パネルに表示されます。

図 16 計算オプションエリア

Method	分析対象物質の純度計算は Sum または Peak から選択できます。 Sum: 指定領域のポイントごとの合計を利用します。（積分） Peaks: 波形分離によって決定された領域のピーク面積の合計を使用します。
少数点桁数	結果表に表示される桁数を定義します。
適用	計算が実行され、キャンバス上のスペクトルに結果を表示します。

- ☞ 計算が実行されると適用ボタンは更新ボタンに変わります。条件を変更して更新ボタンをクリックすると再計算が可能です。

## 2.5. Multiplespectrum SMILEQ

複数スペクトルの一括処理・解析を行います。

No.	データファイル名	プロセッシングファイル名	分析ファイル名	分析試料名	分析試料分子量 (g/mol)	分析試料の秤量 (mg)	分析試料の液量 (mL)	標準物質の秤量 (mg)	標準物質の液量 (mL)	標準物質の純度 (%)	標準物質のモル濃度 (mmol/L)
#1	butylparaben_pBTMSBd4_acetoned6_...			butylparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no1	10.6336	1	1.121	1			
#2	butylparaben_pBTMSBd4_acetoned6_...			butylparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no1	10.6336	1	1.121	1			
#3	butylparaben_pBTMSBd4_acetoned6_...			butylparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no1	10.6336	1	1.121	1			
#4	butylparaben_pBTMSBd4_acetoned6_...			butylparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no2	10.5993	1	1.2903	1			
#5	butylparaben_pBTMSBd4_acetoned6_...			butylparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no2	10.5993	1	1.2903	1			
#6	butylparaben_pBTMSBd4_acetoned6_...			butylparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no2	10.5993	1	1.2903	1			
#7	butylparaben_pBTMSBd4_acetoned6_...			butylparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no3	9.9807	1	1.1254	1			
#8	butylparaben_pBTMSBd4_acetoned6_...			butylparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no3	9.9807	1	1.1254	1			
#9	butylparaben_pBTMSBd4_acetoned6_...			butylparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no3	9.9807	1	1.1254	1			

図 17 Multiplespectrum SMILEQ (内標準法)

データファイル名	選択されたスペクトルのファイル名が表示されます。
プロセッシングファイル名	使用する処理条件のファイルを選択します。
分析ファイル名	使用する分析ファイルを選択します。
データファイル名	自動で読み込まれます。
分析試料名	SMILEQ パネルの情報が読み込まれます。空欄の場合は入力します。
分析試料分子量	
分析試料の秤量値	
分析試料の液量	
標準物質分子量	
標準物質の秤量値	
標準物質の液量	
標準物質の純度	リファレンスファイルの情報が読み込まれます。純度のみ、こちらで編集が可能です。
標準物質のモル濃度	計算値が表示されます。
個別レポート	各スペクトルに結果を表示します。 「4.4.1 個別レポート」をご参照ください。
サマリーレポート	複数スペクトルの解析結果をまとめます。 「4.4.2 サマリーレポート」をご参照ください。
不確かさレポート	不確かさ計算結果を表示します。(内標準法) 「4.4.3 不確かさレポート」をご参照ください。
標準物質レポート	標準物質情報を表示します。(外標準法) 「4.4.4 標準物質レポート」をご参照ください。

## 2.6. その他

- 設定

SMILEQ プラグインで使用する各種ファイルが保存されるパスの定義、ファイル定義などの設定を行います。詳細は「3.2 各設定」をご参照ください。

- 分析ファイル保存

SMILEQ パネルで設定したパラメータをファイルとして保存します。詳細は「3.1.2 分析ファイルの作成」をご参照ください。以下の表に分析ファイルに保存される主なパラメータを記載します。

分析試料情報	名前、モル質量、液量
標準物質情報	名前、モル質量、液量、リファレンスデータファイル名（外標準-分析対象の時のみ）
分析積分情報	積分範囲、核の数、
分析関連情報	分析モード、計算オプション情報

- 分析ファイル読込

分析ファイルを読み込むことでパラメータを自動で設定することができます。

## 3 qNMR 解析の準備

SMILEQ プラグインでは、解析条件を最適化しながら解析を行う「手動解析」と、解析条件が保存された分析ファイルを使用する「自動解析」の2つが可能です。これらの実際の手順については、第4章で説明します。第3章では、解析を実施するための事前準備について説明します。

### 3.1 ファイル

自動解析を実行するには、分析を開始する前にリファレンスファイルと分析ファイルを準備する必要があります。「手動解析」を実行する場合は、リファレンスファイルのみ準備します。（分析ファイルは、必要ありません。）

#### 3.1.1 リファレンスファイルの作成

標準物質情報はリファレンスファイルとして保存して使用します。

1. 分析試料情報入力エリアにある「リファレンスディター」ボタンをクリックします。
2. 新しく行を追加して下記の情報を入力します。

名前	標準物質名などの識別できる名称
ロット	ロット番号などの情報
溶媒	使用想定 of 溶媒
モル質量	標準物質のモル質量
純度(%)	試薬純度、認証値
始点、終点 (ppm)	積分範囲
核の数	核の数 (例えばプロトン)

3. 「保存」ボタンをクリックします。



リファレンスエディターの詳細は「2.2 リファレンスエディター」をご参照ください。

### 3.1.1 分析ファイルの作成

SMILEQ プラグインでは解析条件を保存して実行することができます。解析に使用されるパラメータは分析ファイルとして Jason Quantitative Analysis File (.jqaf)として保存できます。

👉 作成手順は「4.1.1 手動解析（分析ファイルを使用しない手順）」または「4.2.1 手動解析（分析ファイルを使用しない手順）」に従ってください。



図 18 分析ファイルの保存と読込

## 3.2 設定

SMILEQ 個別の設定は、SMILEQ パネル右上の「設定」ボタン（歯車）から設定、編集できます。4 つのタブ「設定（一般）」、「Seamless」、「Mapping」、「パラメータ」があります。

### 3.2.1 設定（一般）

「設定（一般）」タブではファイルの指定、または参照先を設定します。

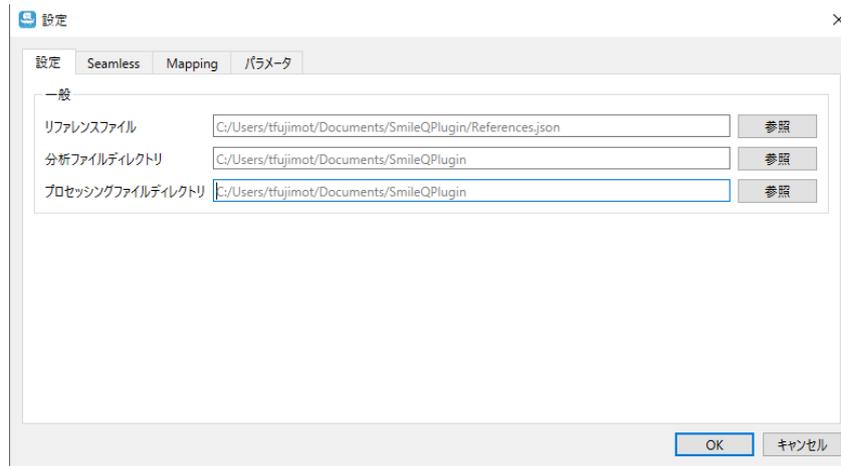


図 19 設定 - 設定（一般）

リファレンスファイル	リファレンスファイルを指定します。
分析ファイルディレクトリ	分析ファイルの参照先を指定します。
プロセッシングファイルディレクトリ	プロセッシングファイルディレクトリの参照先を指定します。

### 3.2.2 Seamless

SMILEQ プラグインでは、Delta(JEOL NMR 標準ソフトウェア)と JASON と連携して、定量 NMR 測定、演算処理、及びレポート作成を自動で行うことができます。

この処理には、構成ファイル（Jason Quantitative Configuration File 拡張子：.jqcf）が必要です。構成ファイルには分析ファイルの参照先、結果の保存先などが記録されています。

「Seamless」タブでは、構成ファイルの作成とエクスポートを行います。Delta と連携しない場合、この設定は必要ありません。

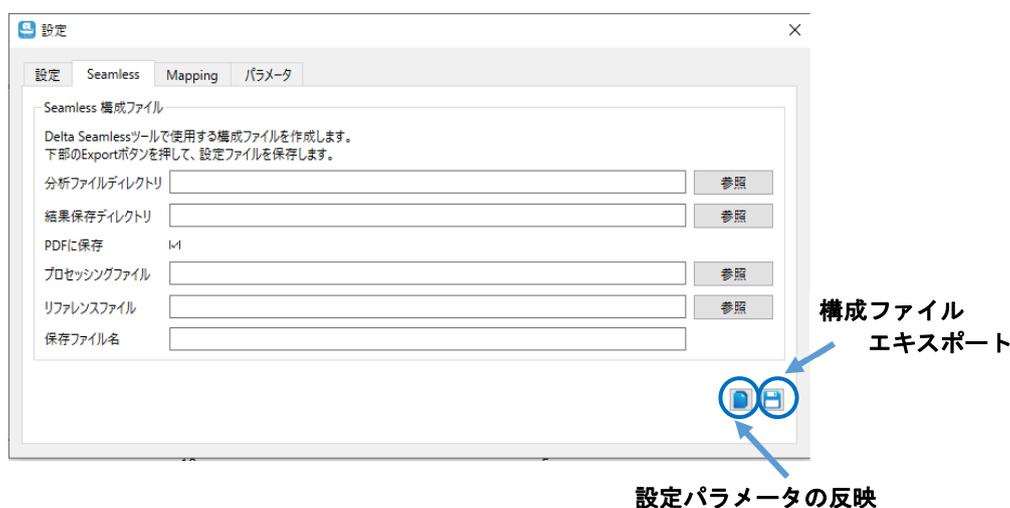


図 20 設定 - Seamless

分析ファイルディレクトリ	分析ファイル (.jqaf)の参照先を指定します。
結果保存ディレクトリ	結果の保存先を指定します。
PDF に保存	結果の pdf として出力するか選択します。
プロセッシングファイル	プロセッシングファイルの参照先を指定します。
リファレンスファイル	リファレンスファイルを指定します。
保存ファイル名	結果ファイルの名前を指定します。結果ファイルは“保存ファイル名+日付時刻”の形式で保存されます
設定パラメータの反映ボタン	「設定（一般）」タブの内容を、「分析ファイルディレクトリ」と「リファレンスファイル」に反映します。
構成ファイルエクスポートボタン	内容を構成ファイル(.jqcf)として出力します。

### 3.2.3 Mapping

「Mapping」タブでは、SMILEQ のパラメータと測定データのパラメータの対応を設定します。

SMILEQ のパラメータと測定データのキー名との対応を、データフォーマットごとに設定可能です。対応付けが行われたフォーマットのデータを読み込んだ場合、SMILEQ パネルの項目が自動で入力されます。

デフォルトで JEOL\_Delta フォーマットに対応しています。

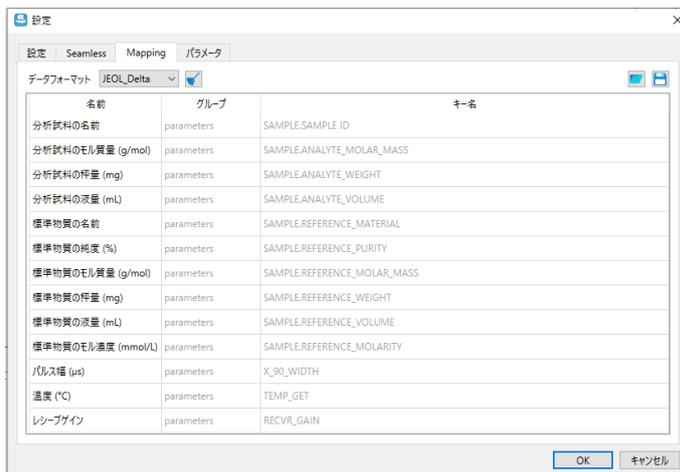


図 21 設定 - Mapping

### 3.2.4 Parameter

「Parameter」タブ個別レポートの結果表で表示されるパラメータを設定できます。

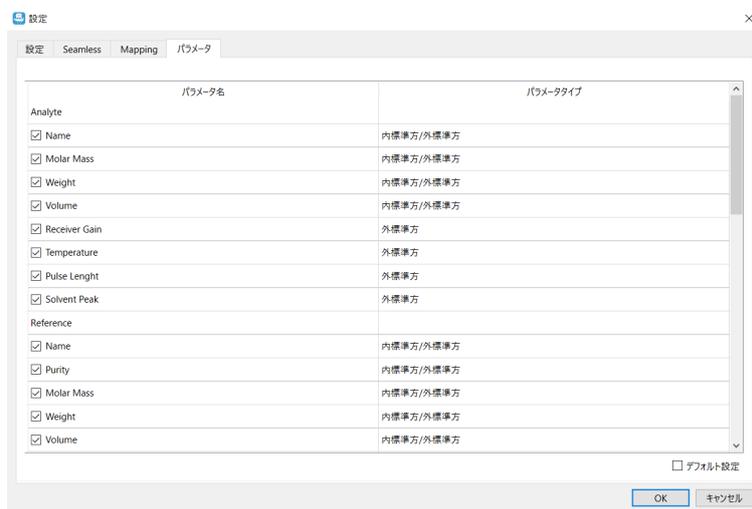


図 22 設定 - Parameter



OKボタンを押すと、JASON設定だけでなく、キャンバス上で選択されている結果にも反映されます。また、「デフォルト設定」にチェックを入れてOKボタンを押すと、設定がデフォルトとして保存されます。

## 4. 実際の解析手順

SMILEQ プラグインでは、取得した FID に対して、内標準法、外標準法を選択し、「手動解析」または「自動解析」を行うことができます。この章では各手順例を説明します。

### 4.1. 内標準法

#### 4.1.1. 手動解析（分析ファイルを使わない手順）

この手順はパラメータなどを最適化しながら設定し、特定のスペクトルの結果を報告します。

SMILEQ パネルで解析を進める前に NMR データ（FID）のデータ処理（FFT, アポダイゼーション、ゼロファイリング、位相調整、ベースライン補正、リファレンス設定など）を実施しておきます。

1. 対象スペクトルを選択し、解析パネルでマルチプレット解析または積分でシグナルの定量情報（積分値）を取得します。

 マルチプレット解析または積分結果のうち、標準物質、溶媒、不純物などの分析対象ではないシグナルの定量情報は予め削除します。

2. SMILEQ パネルで、分析モードが内標準法であることを確認し、分析試料情報エリアに必要なパラメータを入力します。

 FIDに秤量や液量などの情報が入っている場合、データを読み込んだ時に自動で設定されます。

 モル濃度が必要でない場合は容量の入力は必須ではありません。入力する場合は、標準物質情報エリアにも同じ値を入力します。

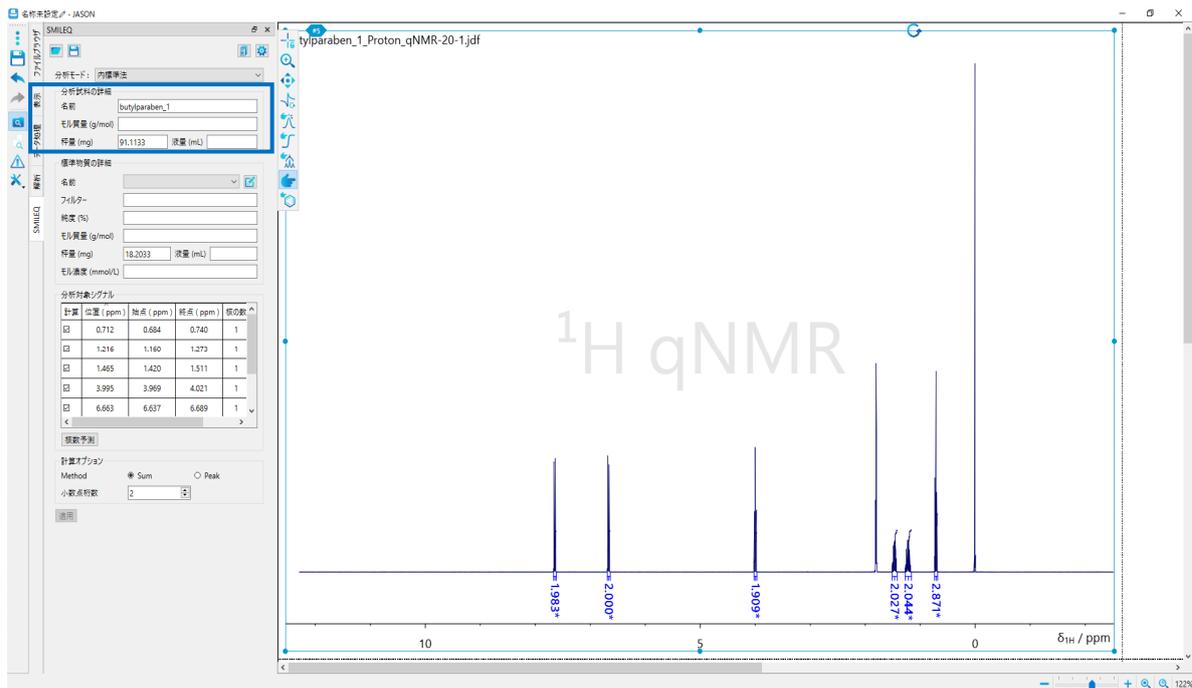


図 23 SMILEQ パネル（分析試料情報設定画面）

3. 標準物質情報エリアに必要な情報を入力します。予め登録されている標準物質情報を「名前」のプルダウンメニューから選択します。

 FIDに秤量や液量などの情報が入っている場合、データを読み込んだ時に自動で設定されます。

 モル濃度が必要でない場合は容量の入力は必須ではありません。入力する場合は、分析試料情報エリアと同じ値を入力します

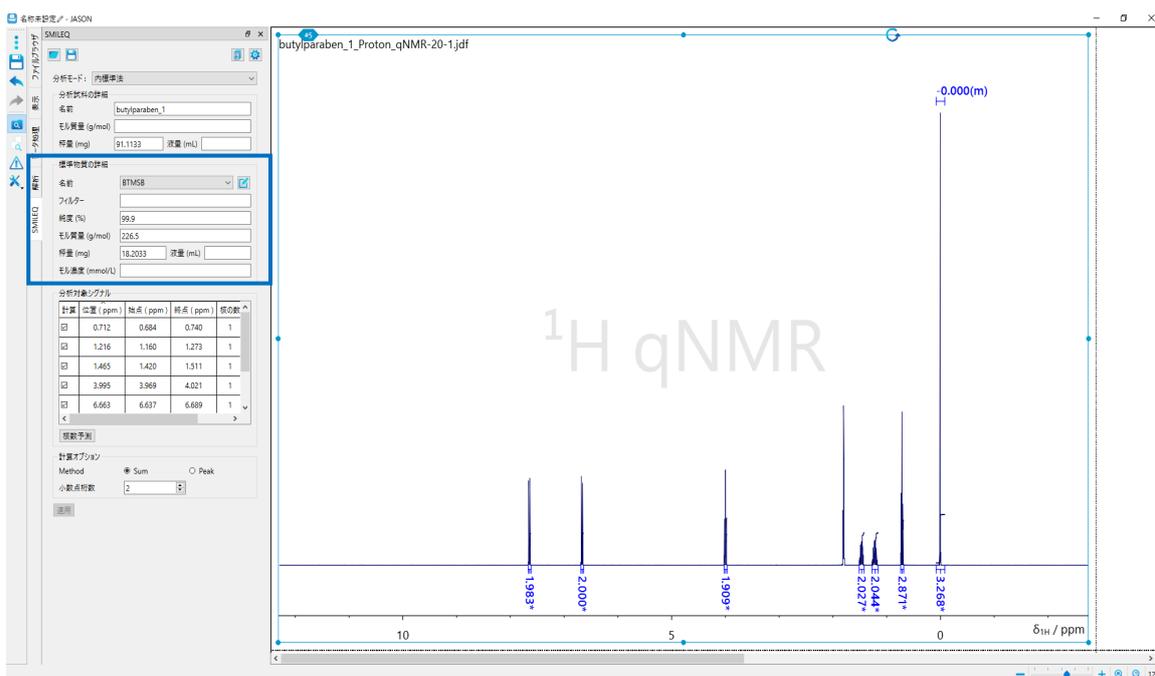


図 24 SMILEQ パネル（標準物質情報設定画面）

4. 分析対象シグナルエリアの詳細を確認します。必要に応じて、分析対象シグナルの追加、積分範囲の調整、核の数を入力または修正します。

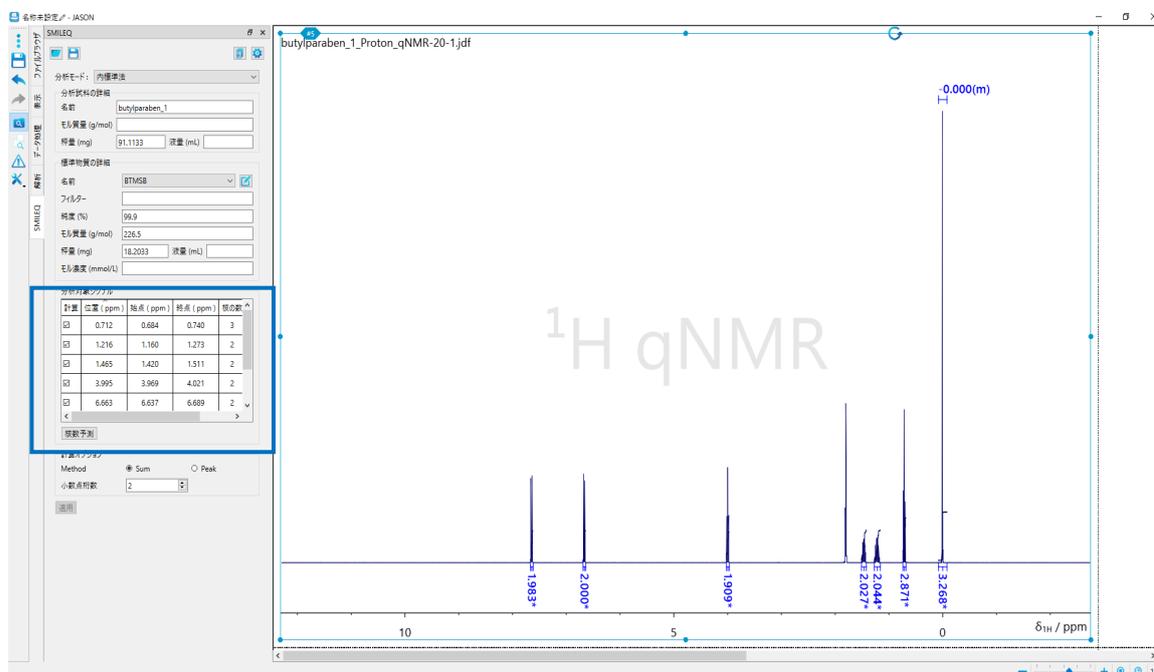


図 25 SMILEQ パネル（分析対象シグナル確認画面）

5. 計算オプションを設定した後、「適用」ボタンをクリックして結果を表示します。

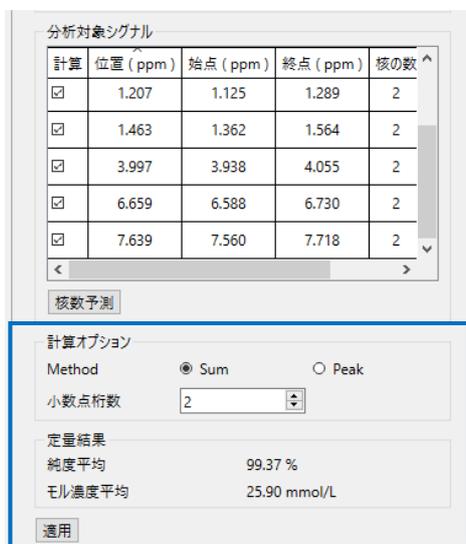


図 26 SMILEQ パネル (計算オプション)

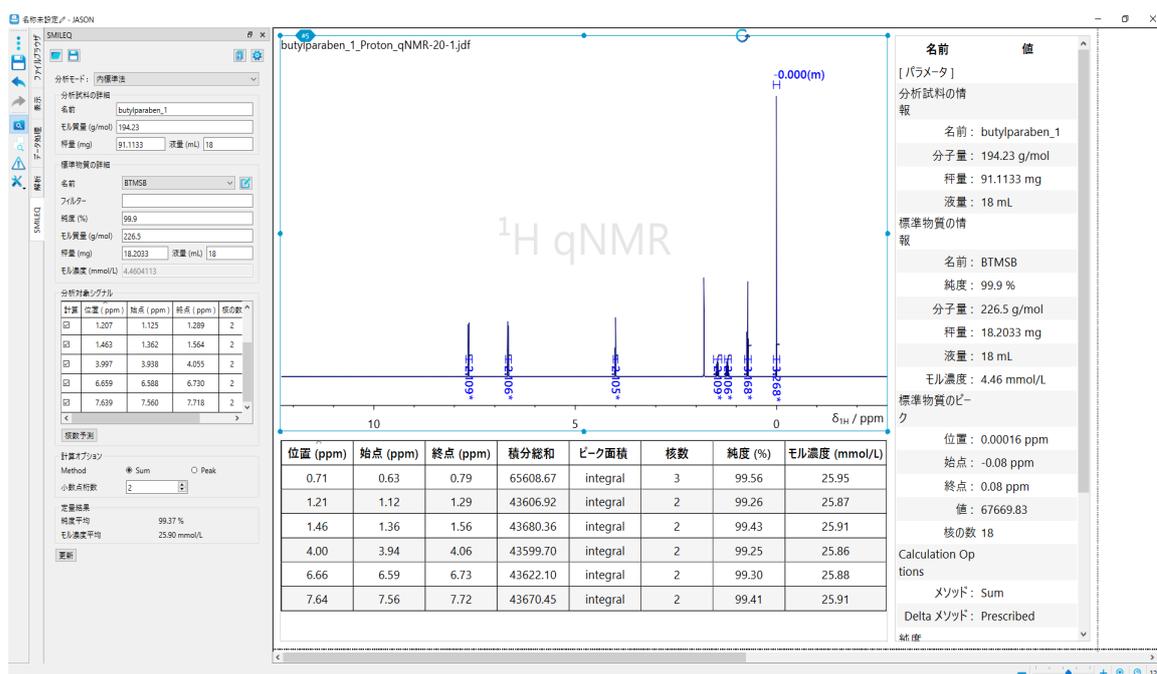


図 27 定量解析結果例

解析条件（積分範囲、標準物質、モル質量など）は分析ファイルとして保存可能です。この分析ファイルは4.1.2「自動解析（分析ファイルを使用した手順）」で説明されている手順に必要です。

 「適用」ボタンはクリックすると「更新」ボタンに変わります。条件の修正があった場合はこのボタンで再解析できます。

#### 4.1.2 自動解析（分析ファイルを使用した手順）

この手順は分析ファイル（重量以外の情報が保存されたもの）を使用して、定量解析を実施し、特定のスペクトルの結果を報告します。同一条件で解析を行うケースに活用できます。

SMILEQ パネルで解析を進める前に、NMR データ（FID）のデータ処理（FFT, アポダイゼーション、ゼロフィリング、位相調整、ベースライン補正、リファレンス設定など）を実施しておきます。

1. SMILEQ パネルで、分析ファイルの読みボタンから分析ファイルを読み込みます。

 分析ファイルの作成は「4.1.1 手動解析（分析ファイルを使わない手順）」をご参照ください。

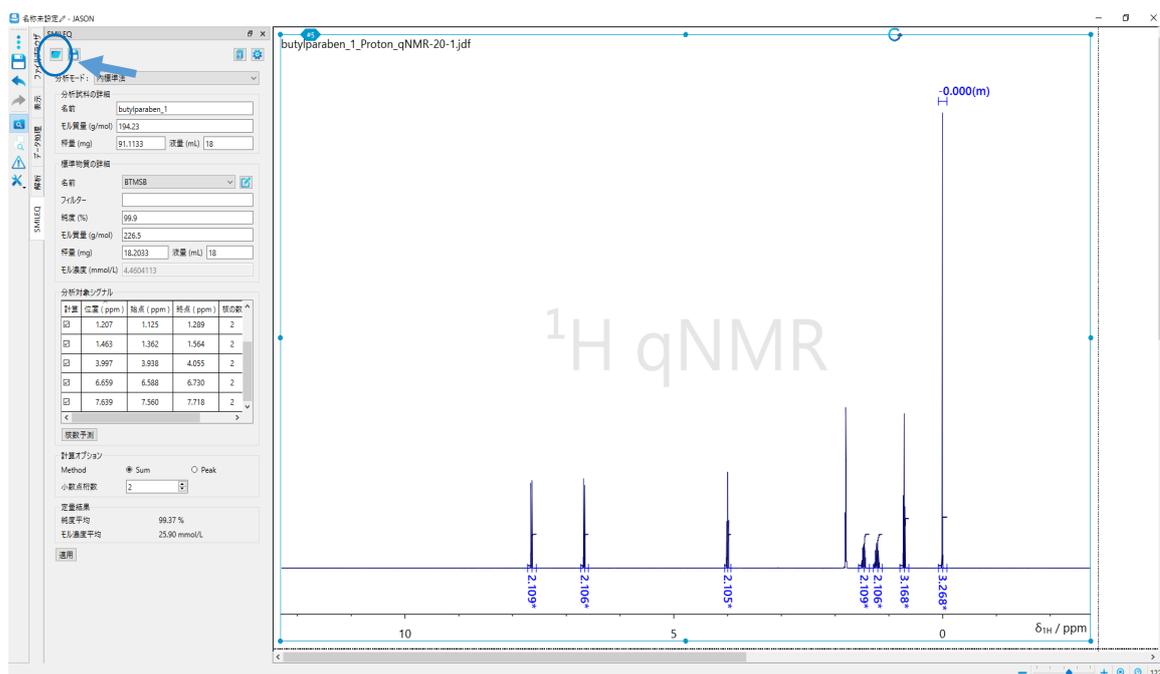


図 28 分析ファイルの読み込み

2. 分析試料情報エリアと標準物質情報エリアの空白欄を入力します。また、必要に応じてその他の設定条件を確認します。

- ✎ FIDに秤量や液量などの情報が入っている場合、データを読み込んだ時に自動で設定されます。
- ✎ モル濃度が不要でない場合は容量の入力は必須ではありません。入力する場合は、分析試料情報エリア、標準物質情報エリアに同じ値を入力します。

3. 計算オプションを設定した後、「適用」ボタンをクリックして結果を表示します。

- ✎ 「適用」ボタンはクリックすると「更新」ボタンに変わります。条件の修正があった場合はこのボタンで再解析できます。

## 4.2 外標準法

### 4.2.1 手動解析（分析ファイルを使わない手順）

この手順はパラメータなどを最適化して定量解析を実施し、特定のスペクトルの結果を報告します。

SMILEQ パネルで解析を進める前に、NMR データ（FID）のデータ処理（FFT, アポダイゼーション、ゼロフティング、位相調整、ベースライン補正、リファレンス設定など）を実施しておきます。外標準法では分析試料、標準物質スペクトルすべてをキャンバス上に読み込んでおきます。

1. 標準物質スペクトルを選択し、SMILEQ パネルで、分析モードのプルダウンメニューから「外標準法-リファレンス対象」を選択します。

標準物質情報エリアに必要な情報を入力します。予め登録されている標準物質情報を「名前」のプルダウンメニューから選択します。

-  FIDに秤量や液量などの情報が入っている場合、データを読み込んだ時に自動で設定されます。
-  モル濃度が不要でない場合は容量の入力は必須ではありません。
-  複数スペクトルを使用する場合は、すべてのスペクトルに対して設定をしておきます。

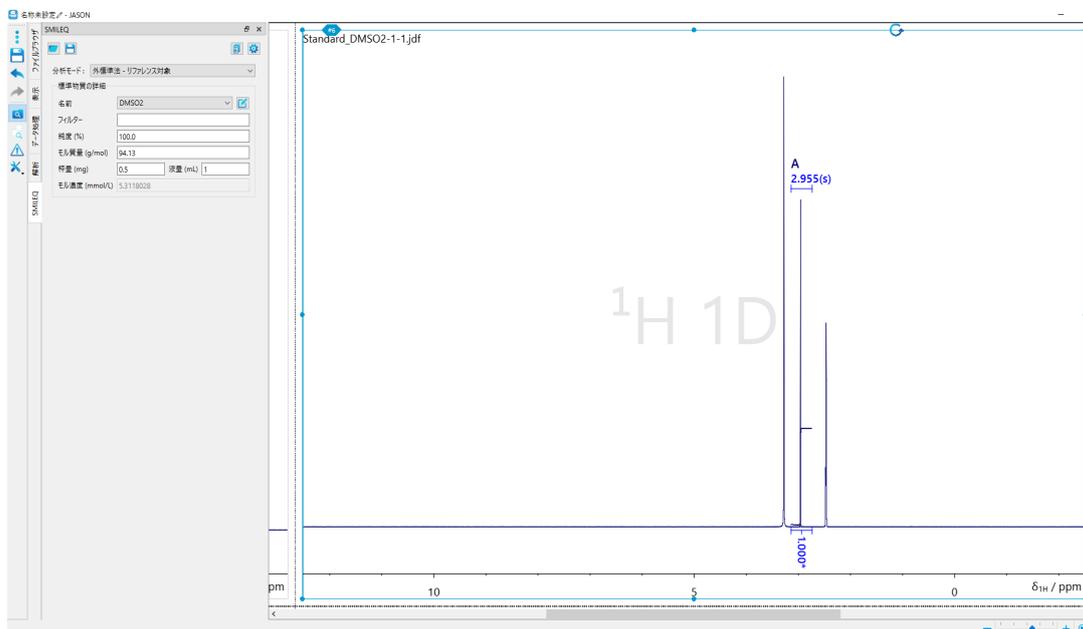


図 29 SMILEQ パネル 外標準法（リファレンス対象設定画面）

2. 分析対象スペクトルを選択し、SMILEQ パネルで、分析モードのプルダウンメニューから「外標準法-分析対象」を選択します。解析パネルでマルチプレット解析または積分でシグナルの定量情報（積分値）を取得します。

 マルチプレット解析または積分結果のうち、標準物質、溶媒、不純物などの分析対象ではないシグナルの定量情報は予め削除します。

3. 分析試料情報エリアの情報を入力します。

 FIDに秤量や液量などの情報が入っている場合、データを読み込んだ時に自動で設定されます。

 モル濃度が必要でない場合は容量の入力は必須ではありません

4. リファレンススペクトルエリアではどのスペクトルを使用するか選択します。

 複数使用する場合、平均値または個別に計算をすることができます。それぞれ、定量テーブルオプションの平均または個別のどちらかを選択します。

5. 補正エリアで、PLUCON で使用する校正パラメータを選択します。

 標準物質と分析試料のスペクトルでパラメータが異なる場合、そのパラメータのチェックボックスが有効になります

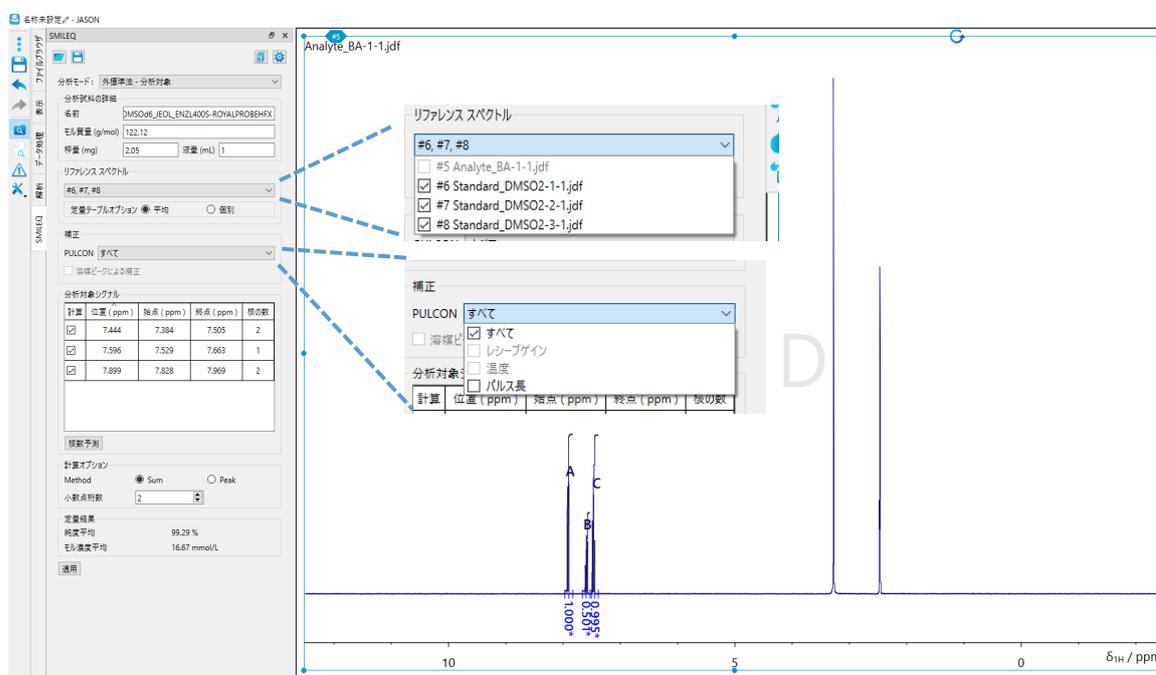


図 30 SMILEQ パネル 外標準法-分析試料除法設定画面

6. 分析対象シグナルエリアの詳細を確認します。必要に応じて、分析対象シグナルの追加、積分範囲の調整、核の数を入力または修正します。

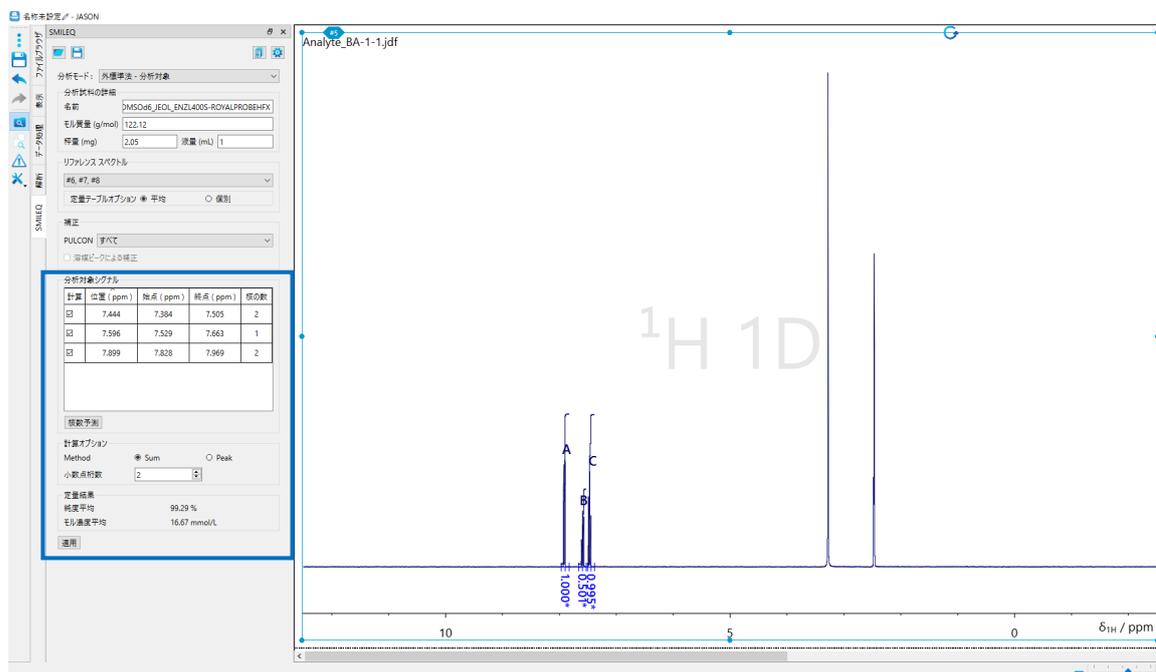


図 31 SMILEQ パネル 分析対象シグナルテーブル / 計算オプション

7. 計算オプションを設定した後、「適用」ボタンをクリックして結果を表示します。

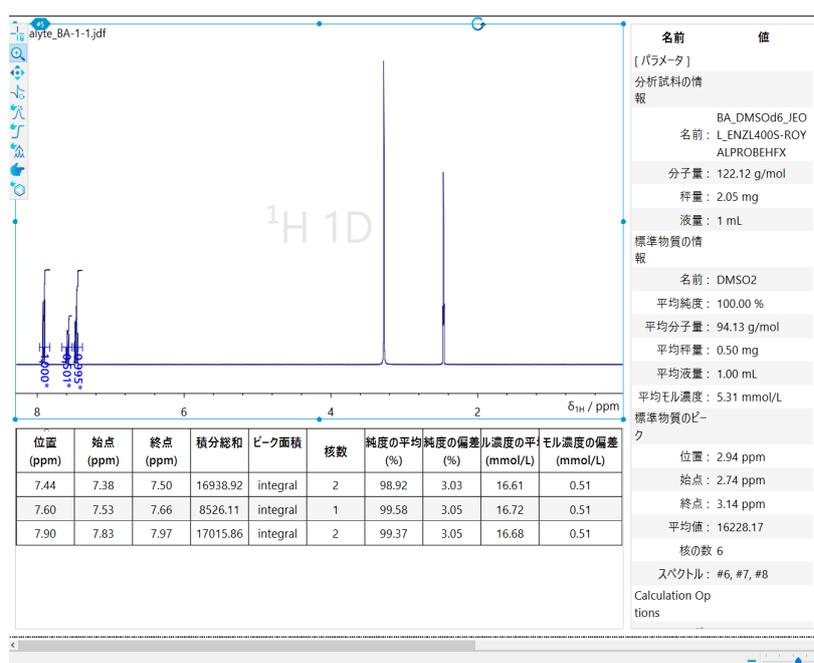


図 32 定量解析結果例

- ✎ 解析条件（積分範囲、標準物質、モル質量など）は分析ファイルとして保存可能です。この分析ファイルは4.2.2自動解析（分析ファイルを使用した手順）で説明されている手順に必要です。外標準法では、分析対象とリファレンス対象のそれぞれで分析ファイルの作成が必要です。
- ✎ 「適用」ボタンをクリックすると「更新」ボタンに変わります。条件の修正があった場合はこのボタンで再解析できます。

#### 4.2.2 自動解析（分析ファイルを使用した手順）

この手順は分析ファイル（秤量以外の情報が保存されたもの）を使用して、定量解析を実施し、特定のスペクトルの結果を報告します。同一条件で解析を行うケースに活用できます。

SMILEQ パネルで解析を進める前に、NMR データ（FID）のデータ処理（FFT,アポダイゼーション、ゼロファイリング、位相調整、ベースライン補正、リファレンス設定など）を実施しておきます。外標準法では分析試料、標準物質スペクトルすべてをキャンバス上に読み込んでおきます。

1. SMILEQ パネルで、分析ファイルの読みボタンから分析ファイルを読み込みます。

- ✎ 分析対象と標準物質スペクトルはそれぞれ対応した分析ファイルを読み込みます。
- ✎ 分析ファイルの作成は「4.2.1 手動解析（分析ファイルを使わない手順）」をご参照ください。

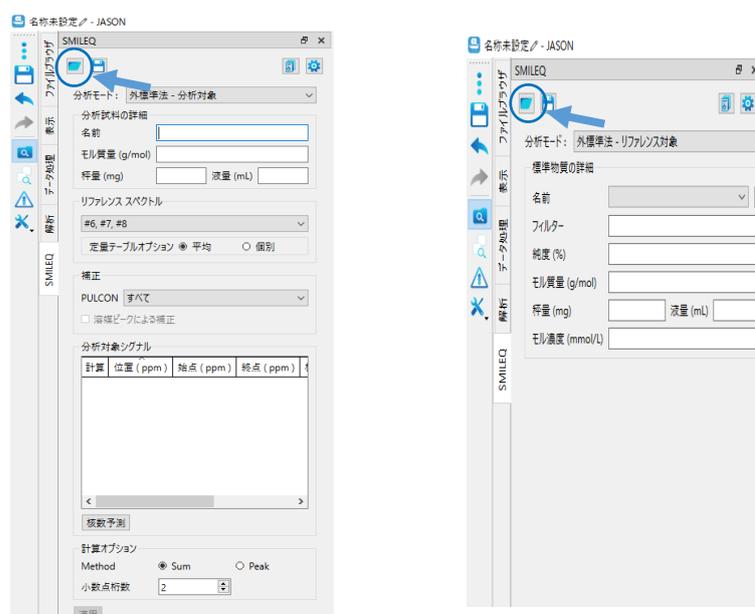


図 33 分析ファイルの読み込み

2. 空白覧を入力します。また必要に応じて設定条件を確認します。

 FIDに秤量や液量などの情報が入っている場合、データを読み込んだ時に自動で設定されます。

 モル濃度が不要でない場合は容量の入力は必須ではありません。入力する場合は、分析試料情報エリア、標準物質情報エリアに同じ値を入力します。

3. 計算オプションを設定した後、「適用」ボタンをクリックして結果を表示します。

 「適用」ボタンはクリックすると「更新」ボタンに変わります。条件の修正があった場合はこのボタンで再解析できます。

### 4.3. 複数スペクトル解析 (MultiSpectrum SMILEQ)

複数スペクトル解析とは複数の FID を一度に処理・解析を実行することをさします。実行するためには事前に、使用するファイルの指定、参照するディレクトリの指定、使用するプロセッシングファイル（「3.解析の準備」）及び、分析ファイルを準備する必要があります。

複数スペクトル解析は内標準法、外標準法に対応しています。

#### 4.3.1 内標準法の場合

1. キャンバスに解析を行うデータを読み込みます。
2. 読み込まれたスペクトルに対し、それぞれ選択して SMILEQ パネルの分析モードをプルダウンメニューから選択します。
3. キャンバス上のスペクトルをどれか一つ選択し、SMILEQ パネルの MultiSpectrum SMILEQ ボタンをクリックします。

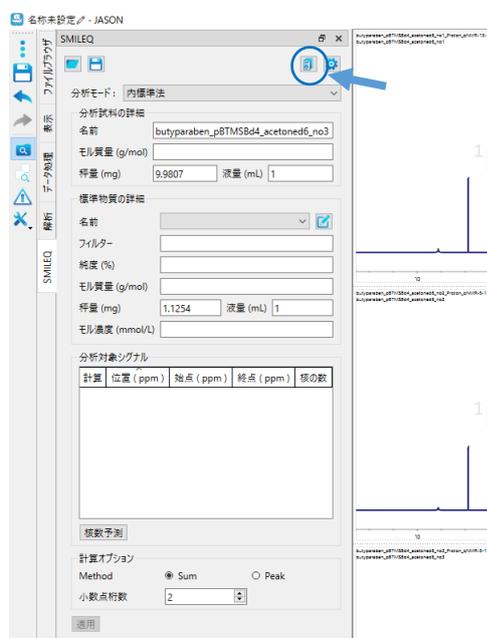


図 34 MultiSpectrum SMILEQ ボタン

4. MultiSpectrum SMILEQ ツールで、プロセッシングファイル、分析ファイルをそれぞれプルダウンメニューから選択します。分析試料、標準物質の秤量値などを入力します。

- ✍ FIDに秤量や液量などの情報が入っている場合、データを読み込んだ時に自動で設定されます。
- ✍ モル濃度が不要でない場合は容量の入力は必須ではありません。入力する場合は、分析試料、標準物質に同じ値を入力します。

 標準物質の純度 (%) は変更することが可能です。



No.	データファイル名	プロセッシングファイル名	分析ファイル名	分析試料名	分析試料分子量 (g/mol)	分析試料の秤量 (mg)	分析物質の濃量 (mL)	標準物質の秤量 (mg)	標準物質の濃量 (mL)	標準物質の純度 (%)	標準物質のモル濃度 (mmol/L)
#1	<input type="checkbox"/> butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_...			butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no1	10.6336	1	1.121	1	1.121		
#2	<input type="checkbox"/> butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_...			butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no1	10.6336	1	1.121	1	1.121		
#3	<input type="checkbox"/> butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_...			butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no1	10.6336	1	1.121	1	1.121		
#4	<input type="checkbox"/> butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_...			butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no2	10.5993	1	1.2903	1	1.2903		
#5	<input type="checkbox"/> butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_...			butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no2	10.5993	1	1.2903	1	1.2903		
#6	<input type="checkbox"/> butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_...			butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no2	10.5993	1	1.2903	1	1.2903		
#7	<input type="checkbox"/> butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_...			butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no3	9.9807	1	1.1254	1	1.1254		
#8	<input type="checkbox"/> butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_...			butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no3	9.9807	1	1.1254	1	1.1254		
#9	<input type="checkbox"/> butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_...			butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no3	9.9807	1	1.1254	1	1.1254		

図 35 MultiSpectrum SMILEQ ツール (内標準法)

5. 入力後、適用ボタンをクリックします。

 計算が実行され、純度結果、モル濃度結果（容量が設定されている場合）がタブの切り替えで表示されます。

6. レポートを作成します。

 個別レポートのチェックボックスをチェックし、適用ボタンをクリックすると、各スペクトルにレポートが作成されます。

 サマリーレポート、不確かさレポートはチェックボックスを選び、レポートの作成ボタンをクリックします。キャンバス上にレポートが作成されます。

 標準物質レポートは対象外です。

#### 4.3.2 外標準法の場合

1. キャンバスに解析を行うデータを読み込みます。

2. 読み込まれたスペクトルに対し、それぞれ選択して SMILEQ パネルの分析モードをプルダウンメニューから選択します。

 分析試料スペクトルは外標準法-分析対象、標準物質スペクトルは外標準法-リファレンス対象と設定します。

3. キャンバス上のスペクトルをどれか一つ選択し、SMILEQ パネルの MultiSpectrum SMILEQ ボタンをクリックします。

4. MultiSpectrum SMILEQ ツールで、プロセッシングファイル、分析ファイルをそれぞれプルダウンメニューから選択します。分析試料、標準物質の秤量値などを入力します。

-  FIDに重量や体積などの情報が入っている場合、データを読み込んだ時に自動で設定されます。
-  モル濃度が必要でない場合は容量の入力は必須ではありません。入力する場合は、分析試料、標準物質に同じ値を入力します。
-  標準物質の純度 (%) は変更することが可能です。



図 36 MultiSpectrum SMILEQ ツール（外標準法）

5. 入力後、適用ボタンをクリックします。

-  計算が実行され、純度結果、モル濃度結果（容量が設定されている場合）がタブの切り替えで表示されます。

6. レポートを作成します。

-  個別レポートのチェックボックスをチェックし、適用ボタンをクリックすると、各スペクトルにレポートが作成されます。
-  サマリーレポート、標準物質レポートはチェックボックスを選び、レポートの作成ボタンをクリックします。キャンバス上にレポートが作成されます。
-  不確かさレポートは対象外です。

## 4.4. レポート作成

解析結果は個別レポート、サマリーレポート、不確かさレポート（内標準法のみ対応）、標準物質レポート（外標準法のみ対応）で出力することができます。

この章ではそれぞれのレポートについて説明します。

### 4.4.1 個別レポート

SMILEQ パネルまたは MultiSpectrum SMILEQ ツールの適用ボタンで各スペクトルに結果を表示する個別レポートの作成ができます。内標準法、外標準法に対応しています。

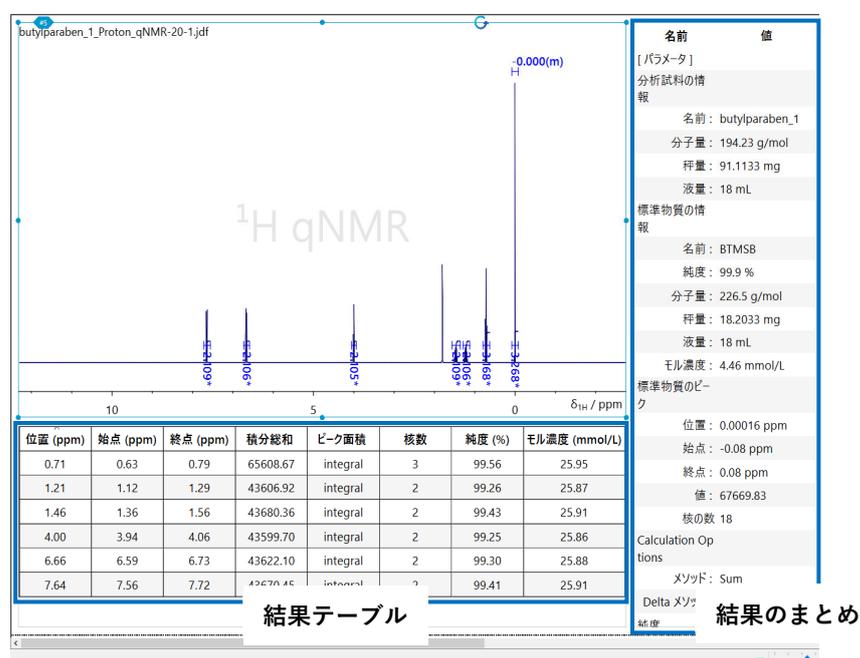


図 37 SMILEQ パネル（分析試料情報設定画面）

結果テーブル	各分析対象シグナルの純度またはモル濃度の結果が報告されます。
結果のまとめ	分析結果の概要を表示しています。

- ☞ 定量化に使用される分析対象シグナルの定量情報がマルチプレット解析を使用して定義されている場合、計算オプションのピーク（ピーク面積の推定値）が利用可能になります。ただし、積分として定義されている場合、ピーク面積の計算を使用することができません。
- ☞ 結果テーブルは、テーブルが選択された時に表示されるテーブルパネルを使用して各パラメータを表示または非表示にしたり、テーブルの色を表示したりするように変更できます。
- ☞ 結果テーブルには「計算」チェックボックスが選択されている分析対象シグナルエリアで定義されたシグナルの結果のみが表示されます。
- ☞ 液量を入力すると、モル濃度の列が結果テーブルに自動的に追加され、モル濃度の平均と偏差が結果のまとめに追加されます。

#### 4.4.2 サマリーレポート

MultiSpectrum SMILEQ ツールで、サマリーレポートを作成することができます。

複数スペクトルを使用した場合の各パラメータの統計解析結果をレポートとして出力します。内標準法、外標準法に対応しています。

Sample name	Pos (ppm)	Run 1	Run 2	Run 3	Ave (%)	SD (%)	RSD (%)	Ave (%)	SD (%)
butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no1	1.46	99.68	99.60	99.63	99.63	0.04	0.04	100.04	0.30
	4.00	100.24	100.42	100.43	100.36	0.11	0.11		
	6.66	100.32	100.27	100.24	100.28	0.04	0.04		
	7.64	100.00	100.23	100.17	100.13	0.12	0.12		
	1.21	99.65	99.87	99.87	99.79	0.13	0.13		
butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no2	1.46	99.81	99.72	99.79	99.77	0.04	0.04	100.15	0.24
	4.00	100.37	100.40	100.49	100.42	0.06	0.06		
	6.66	100.23	100.18	100.34	100.25	0.08	0.08		
	7.64	100.16	100.44	100.25	100.28	0.14	0.14		
	1.21	100.06	100.06	99.99	100.04	0.04	0.04		
butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no3	1.46	99.73	99.76	99.76	99.75	0.02	0.02	100.11	0.23
	4.00	100.35	100.29	100.40	100.35	0.05	0.05		
	6.66	100.15	100.21	100.21	100.19	0.03	0.03		
	7.64	100.17	100.31	100.33	100.27	0.08	0.08		
	1.21	99.97	99.91	100.11	100.00	0.10	0.10		

図 38 サマリーレポート（純度）例

Sample name	Pos (ppm)	Run 1	Run 2	Run 3	Ave (mmol/L)	SD (mmol/L)	RSD (mmol/L)	Ave (mmol/L)	SD (mmol/L)
butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no1	1.46	54.57	54.53	54.54	54.55	0.02	0.04	54.77	0.17
	4.00	54.88	54.98	54.98	54.95	0.06	0.11		
	6.66	54.92	54.90	54.88	54.90	0.02	0.04		
	7.64	54.75	54.87	54.84	54.82	0.07	0.12		
	1.21	54.56	54.67	54.67	54.63	0.07	0.13		
butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no2	1.46	54.47	54.42	54.46	54.45	0.02	0.04	54.65	0.13
	4.00	54.77	54.79	54.84	54.80	0.03	0.06		
	6.66	54.70	54.67	54.75	54.71	0.04	0.08		
	7.64	54.66	54.81	54.71	54.72	0.08	0.14		
	1.21	54.60	54.60	54.56	54.59	0.02	0.04		
butyparaben_pBTMSBd4_acetoned6_no3	1.46	51.25	51.26	51.26	51.26	0.01	0.02	51.44	0.12
	4.00	51.57	51.54	51.59	51.57	0.03	0.05		
	6.66	51.46	51.49	51.49	51.48	0.02	0.03		
	7.64	51.48	51.55	51.55	51.53	0.04	0.08		
	1.21	51.37	51.34	51.44	51.38	0.05	0.10		

図 39 サマリーレポート (モル濃度) 例

#### 4.4.3 不確かさレポート

MultiSpectrum SMILEQ ツールで、不確かさレポートを作成することができます。

内標準法のみに対応しています。

不確かさレポートは ISO24583 の算出方法を採用しています。

包含係数、表示桁数や値の丸め方などの設定は、MultiSpectrum SMILEQ ツールの不確かさレポートチェックボックスの下の詳細ボタンから可能です。標準物質の拡張不確かさ (%) の値はレポート作成に必須です。

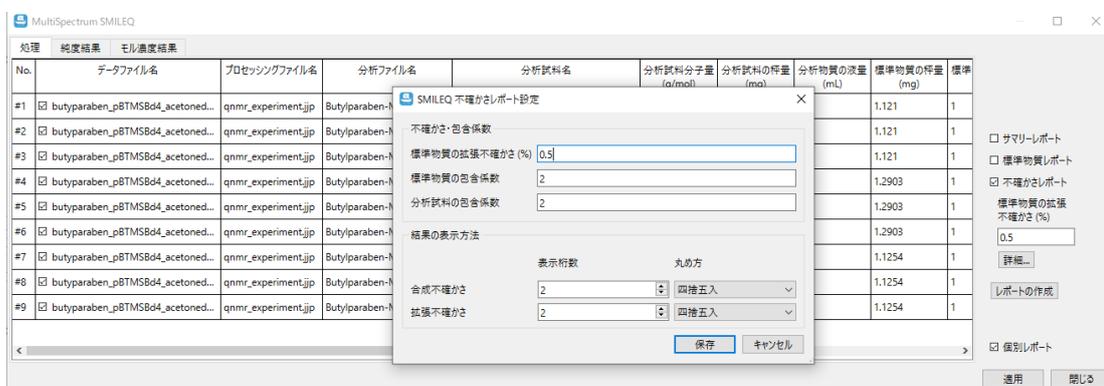


図 40 不確かさレポート パラメータ設定画面

Uncertainty of the Purity (according to ISO 24583)										Uncertainty Budget (according to ISO 24583)						
Sample		Run 1 (%)	Run 2 (%)	Run 3 (%)	Signals		Sample solutions		All Sample solutions		Source of uncertainty	Unit	Value	Standard uncertainty	Sensitivity coefficient	Relative standard uncertainty
Sample name	Pos (ppm)				Ave (%)	SD (%)	Ave (%)	SD (%)	Ave (%)	SD (%)						
butyparaben_pBTMS 8d4_acetoned6_no1	1.46	99.68	99.60	99.63	99.63	0.04	100.04	0.31	100.10	0.06	NMR experiments	%	100.28	0.14	1.00	0.14
	4.00	100.24	100.42	100.43	100.36	0.11							100.04	0.31	1.00	0.31
	6.66	100.32	100.27	100.24	100.28	0.04							100.10	0.06	1.00	0.06
	7.64	100.00	100.23	100.17	100.13	0.12										
	1.21	99.65	99.87	99.87	99.79	0.13										
butyparaben_pBTMS 8d4_acetoned6_no2	1.46	99.81	99.72	99.79	99.77	0.04	100.15	0.25			The purity of the internal standard used	%	99.90	0.3	1.00	0.25
	4.00	100.37	100.40	100.49	100.42	0.06										
	6.66	100.23	100.18	100.34	100.25	0.08										
	7.64	100.16	100.44	100.25	100.28	0.14										
	1.21	100.06	100.06	99.99	100.04	0.04										
butyparaben_pBTMS 8d4_acetoned6_no3	1.46	99.73	99.76	99.76	99.75	0.02	100.11	0.24			Combined standard uncertainty (%)		0.43			0.43
	4.00	100.35	100.29	100.40	100.35	0.05										
	6.66	100.15	100.21	100.21	100.19	0.03										
	7.64	100.17	100.31	100.33	100.27	0.08										
	1.21	99.97	99.91	100.11	100.00	0.10										
											Coverage factor				2	
											Expanded uncertainty (%)					0.86

図 41 不確かさレポート例

☞ Uncertainty of the Purity表の濃いブルーで色付けされたカラムの値は、Uncertainty Budgetの結果を算出する際に使用された値です。

#### 4.4.4 標準物質レポート

MultiSpectrum SMILEQ ツールで、標準物質レポートを作成することができます。

外標準法のみに対応しています。

標準物質の情報と複数スペクトルを使用した場合の各パラメータの統計計算結果をレポートとして出力します。

External Reference						
Sample name	Pos (ppm)	start (ppm)	end (ppm)	proton	integral	solvent?
EC_DMSOd6_JEOL_ENZL400S-ROYALPROBEHFX	2.95	2.74	3.14	6	16021.26	n
EC_DMSOd6_JEOL_ENZL400S-ROYALPROBEHFX	2.95	2.74	3.14	6	16695.71	n
EC_DMSOd6_JEOL_ENZL400S-ROYALPROBEHFX	2.95	2.74	3.14	6	15967.53	n

External Reference Summary															
sample name	reference integral	reference proton	solvent integral	weight	volume	molarity	area/proton	ccf	dccf	ave (ccf)	SD (ccf)	RSD (ccf)	ave (dccf)	SD (dccf)	RSD (dccf)
EC_DMSOd6_JEOL_ENZL400S-ROYALPROBEHFX	16021.26	6	0.00	0.50	1.00	5.31e-03	2670.21	1.99e-06	0.00	1.96e-06	4.84e-08	2.47	0.00	0.00	nan
EC_DMSOd6_JEOL_ENZL400S-ROYALPROBEHFX	16695.71	6	0.00	0.50	1.00	5.31e-03	2782.62	1.91e-06	0.00						
EC_DMSOd6_JEOL_ENZL400S-ROYALPROBEHFX	15967.53	6	0.00	0.50	1.00	5.31e-03	2661.26	2.00e-06	0.00						

図 42 標準物質レポート例

## 参考情報：積分値を取得するためのベースライン設定について

取得する定量情報（積分値）はベースラインによるバイアスを最小限に抑えることが必要です。JASONでは処理によるベースライン補正と自動積分ベースライン（設定）のどちらかで行うことが可能です。

積分の始点をベースラインの位置をゼロにして行う場合：

自動積分ベースラインは OFF にして、処理でベースラインを実施します。

（工場出荷時はこの設定です。）

任意の場所を積分の始点にする場合：

自動積分ベースラインを ON にします。積分範囲の始点と終点は設定されている平均化点数で計算した点を起点とします。この場合は処理でベースライン補正はしません。

（任意の場所で積分の始点と終点を設定できます。）

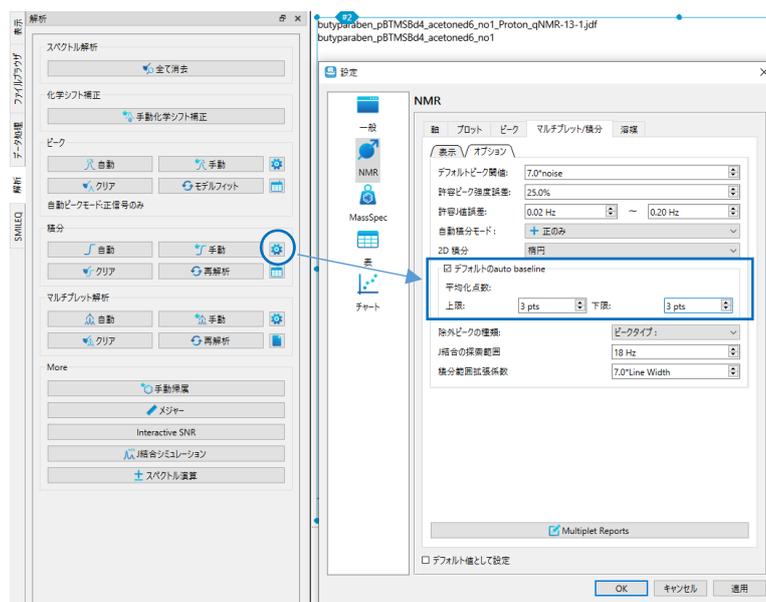


図 43 積分設定画面（ON にした場合）

☞ 自動積分ベースラインのON/OFF、平均化点数はスペクトル上の積分を選択して、個別に設定することも可能です。

お問い合わせ先

---

[support@jeoljason.com](mailto:support@jeoljason.com) (JASON サポート) 日本語対応可能です。