

NMR Operátori Gyakorlat I.

A kurzus részletes tematikája:

- 1. hét:** Készülék és személyi védelem szabályainak ismertetése (fém tárgyak eltávolítása az öltözékből mérés előtt)
- 2. hét:** Készülék hardver és szoftver bemutatása, ismertetése. Topspin szoftver indítása. Kézi szabályzó hardver ismertetése (lock és shim opciók). Nyissuk meg a lock ablakot az ikonnal vagy lockdisp paranccsal.
- 3. hét:** Minta behelyezése a mágnesbe. 5mm-es mintacsőben az ajánlott oldat térfogat 5-600 μ l. Lockolás a deuterált oldószerre (lock parancs), a tér stabilizálása.
- 4. hét:** Új szén és proton file-ok generálása az edc paranccsal.
- 5. hét:** Mérőfej RF hangolása, illesztése a wobb parancs után, a mágnes alatti kezelőszervekkel (T=tuning, M= matching, először ^{13}C , majd ^1H).
- 6. hét:** A mágneses tér automatikus homogenizálása (shimmelés) topshim gui paranccsal. Ha ez sikeres, akkor az eredmény a report file-ban lesz. Ha a felbontás a 0.2-0.5 Hz tartományban van az nagyon jó, ha 1 Hz alatt van, még elfogadható. Ha rossz a felbontás, akkor ellenőrizni kell a mintát (viszkozitás, szilárd szennyező, minta pozíció).
- 7. hét:** Ha az ^1H impulzus kalibrációt nem ismerjük, akkor lehetőség van automatikus kalibrációra (pulsecal parancs) az adott teljesítmény szinten (p1). Az elfogadható tartomány 10-25 μ s a 90° -os ^1H impulzus hosszára.
- 8. hét:** A létrehozott új proton file-ból indíthatjuk majd a proton mérésünket. Ajánlott paraméterek: pulprog zg, p1 (30° -os), AQ= 3-4 s, NS=16, DS=2, D1=0.1 s, sw= 14 ppm, olp= 6.5 ppm. A vevő érzékenységét (rg) állítsuk be automatikusan az rga paranccsal.
- 9. hét:** A mérési paraméter listát megnézhetjük az ased (szűk lista) és az eda (bő lista) parancsokkal. Az adatfeldolgozási lista az edp paranccsal hívható.

10. hét: Minden mérést a zg paranccsal lehet elindítani, így a proton mérésünket is. Indítsuk el a proton mérést (zg). A hosszú mérések megállíthatók a halt paranccsal, adatvesztés nélkül. A stop azonnal megállítja a mérést, a kill pedig minden aktivitást azonnal megállít.

11. hét: A mérésből nyert FID-et Fourier transzformáljuk (ft). A kapott spektrumon automatikus fáziskorrekciót végzünk (apk). Ha ez nem jó, akkor a processing menüben kiválasztjuk a manuális fáziskorrekciót, amit a nulladrendűvel a spektrum egyik végén, az elsőrendűvel pedig a másik végén állítunk be. Ezután a processsing menüben manuális alapvonal korrekciót választjuk, és a polinomos alapvonalt úgy állítjuk, hogy az nagyjából a zérus vonalon legyen. Ez lényeges az integrálás pontosságához.

12. hét: A proton spektrum integráljai kvantitatívak kell legyenek, ha a korábbi szabályokat betartottuk. Az analízis rutinban kiválasztjuk az integrál opciót és a multipletteket lehetőleg külön integráljuk.

13. hét: A létrehozott új ^{13}C file-ból indíthatjuk majd a szén mérésünket. Ajánlott paraméterek a spin echo típusú méréshez: pulprog jmod, p1/p2(^{13}C , 90° -os/ 180° -os), AQ= 1 s, NS=1024, DS=8, D1=4 s, sw= 250 ppm, o1p= 120 ppm. A proton lecsatolás aktív, ennek a paramétereire ügyeljünk. Túl nagy lecsatoló teljesítmény melegíti a mintát, amit pl. a lock jel hulláma mutathat. A vevő érzékenységet (rg) állítsuk be automatikusan az rga paranccsal.

14. hét: ^{13}C mérés után a FID feldolgozása során az exponenciális zajszűrést alkalmazzuk, aminek szokásos paramétere LB=3Hz (lb 3). Az összevont parancs efp, exp. szűrés, Fourier transzformáció és fáziskorrekció. A ^{13}C jelek szinglettek: a CH és CH₃ csoportok pozitív, míg a CH₂ és C csoportok negatív előjelűek. Ez manuálisan beállítható a fáziskorrekciós rutinban. A ^{13}C spektrumok nem kvantitatívak, ezért csak csúcslistát kell csak készíteni a pp vagy pps parancsokkal. A spektrumok kalibrációja referencia anyag (TMS, DSS) hiányában az oldószer ^{13}C jelére megtehető.