© Lauri Toom

¹H ja ¹³C TMR spektrite mõõtmine automaatrežiimis ICON-NMR programmi abil

- **(COLNMR**-iga on võimalik panna automaatseks mõõtmiseks järjekorda kuni 16 proovi spektrite mõõtmised. Samas ei anna see programm kasutajale eriti võimalusi mõõtmise ajal sekkuda nt shimmimise parandamisse. Samuti ei saa seda meetodit kasutades olemasolevale varem mõõdetud spektrile skänne juurde mõõta, et paranda spektri signaal-müra suhet.
- 2.1. TMR-ruumi tulles logi end 200 MHz-se TMR spektromeetri arvutisse (kasutajanimi on *nmr*, salasõna *topspin*).



- 2.2. Eemalda oma TMR katseklaasilt paberist sildid (juhul, kui see seal oli). Pane oma TMR katseklaasi külge üks laual karbis olevatest sinistest turbiinidest ning fikseeri laual oleva abivahendi abil katseklaasi kõrgus turbiinis:
- 2.3. Vali TMR spektromeetri automaatsel proovivahetaja karusellil tühi pesa, kuhu oma proov asetada. Jäta selle pesa number meelde ja kirjuta see näiteks eelnevalt TMR katseklaasilt eemaldatud sildile.
- 2.4. Kui programm ICON-NMR ei tööta (vaadake, kas leiate Windowsi tegumiribalt programmi [▲] ¹⁰⁰⁰⁰⁰⁰⁰ siis tuleb see TopSpin programmis käivitada. Selleks vajutage TopSpin peaaknas kas üleval tööriistaribal olevale nupule ^{ICON-NMR}, trükkige TopSpin peaaknas all olevale käsureale **icona**, või valige *Spectrometer* menüüst *ICON-NMR* • *Automation* :



2.5. Avaneb aken, millest tuleb valida enda kasutajanimi:



Kasutajanimede loend Identify User aknas

Seejärel tuleb sisestada salasõna ning vajutada klaviatuuril *Enter* klahvi. Kui teie kasutajanimele pole salasõna määratud, siis jätke vastav väli tühjaks ja vajutage lihtsalt *Enter*'it.

ICON-NMR Password Check	
Check Additional-User Password	
Please enter password for LauriT	
1	
Cancel	

2.6. Avaneb jä	rgnev aken:
pesa number karusellis	LCON: Automation Aug15-2013-0836-LauriT
	Submit Cancel Image Change Preceding Experiments Image Image Image Image Image Holder Name No. Experiment Image Image Holder Name No. Experiment Load Rotation Lock Shim Search Preceding Image Image <t< td=""></t<>

2.7. <u>TÄHTIS!</u> Juhul, kui programm ICON-NMR varem ei töötanud, siis peaksite automaatse kasutusrežiimi ise sisse lülitama nupust (*"Set Automation mode and start the run*"):

٩	🍓 ICON: Automation Aug15-2013-0836-LauriT									
Ei	е	<u>R</u> un	Hoļder	View	Fi <u>n</u> d	Parameters	Options	Tools	Help	
4	ŝ		00		88	i				
F	Hi <mark>Set Automation mode and start the run</mark> a No. 9									
	>	1	11	Availa	ahle					

Avaneb väike aken, millel tuleb vajutada nupule Start:

e Ri	JN	Holder	View	Find	Parameters	Options	Tools	Help
\$ 3	Þ	00		**	i			
Aut	Automation Mode Standard BACS							
Firs	First sample 1							
	First sample in the magnet (locked and shimmed)?							
	ŝ	🕏 Star	rt		🗿 Cancel			

2.8. Edasi tuleb ära määrata need parameetrid, mis puudutavad proovi paiknemist karusellis ning soovitud TMR mõõtmisi. Näiteks, kui panite proovi karuselli pessa nr. 2, siis valige vastaval real parema hiire-klahviga klikkides avanevast hüpikmenüüst "Add" või kasutage ICON-NMR akna keskel eraldiseisvat nuppu "<u>A</u>dd":



Add	1	*

2.9. Tekkinud uuel real tuleb ära täita või selekteerida järgnevad kastid:

▶ 2	🎸 1Available							
	🛃 Available	C:\ 💙 LT-498	~ 1	CDC13	c 🔽 N PROTON	🗸 🚺 👍 📓 LT-498, product	00:05:30	LauriT

LT-498 V	Sinna kirjutage oma proovi nimetus. Sellest saab spektreid sisaldava kataloogi nimi. Kasutage vaid inglise tähestiku tähti, numbreid ning märke - ja
1	Sinna lahtrisse võib sisestada ainult positiivseid täisarve. Sellest saab ühteainukest spektrit sisaldava alamkataloogi nimi.
CDCI3 c 💙	Sealt nimekirjast valige see deutereeritud solvent, mida te oma proovi lahustamisel kasutasite.
N PROTON	Sealt nimekirjast valige mõõdetava TMR spektri tüüp. Näiteks: tavalise ¹ H TMR spektri jaoks valige PROTON tavalise ¹³ C{ ¹ H} TMR spektri jaoks valige C13CPD

	N C13CPD V Laurit N C13APT Attached Proton Test using mod pulse program N C13APT Attached Proton Test using mod pulse program N C13CPD C13 exp. comp. pulse dec. 1024 scans N C13CPD32 C13 exp. comp. pulse dec. 32 scans N C13DEPT135 C13 dept CH,CH3 pos. CH2 neg. N PROTON N H experiment 16 scans N PROTON128 1H experiment 128 scans
🔳 või ઘ	 Sellele nupule vajutamine avab eraldi väikese akna, kus saab muuta üksikuid kõige põhilisemaid spektri mõõtmise parameetreid: TD 65536 1024 01 5032.57 [Hz] SW 238.818 [ppm] DI 2 [sec] DS 4 [sec] DS - kogutava <i>fid</i> andmepunktide arv (sõltub spektri laiusest ja ühe <i>fid</i> kogumisajast). NS - kogutavate <i>fid</i>'ide korduste arv (¹H spektri jaoks võiks see olla nt. 16, 32 või ka suurem 16-ga jaguv number; ¹³C {¹H} spektri jaoks võiks see olla nt. 128, 256, 512, 1024 või suurem paarisarv, soovitavalt ka 16-ga jaguv). O1 - kogutava spektri keskpunkt hertsides (muutke seda, kui soovite mõõta standardist erinevat spektri vahemikku). SW - kogutava spektri laius ppm-ides (muutke seda, kui soovite mõõta standardist erinevat spektri vahemikku). D1 - relaksatsiooniaeg (ooteaeg) <i>fid</i>'ide korduste vahel sekundites. DS - <i>dummv scans</i>'ide arv
Click here to control Locking Shimming and ATM	ATM (<i>automatic tuning and matching</i>) ja täiendava shimmimise nupp, mis pole siin aga aktiivne.
LT-498, product	Sinna võite trükkida pikema proovi või spektri kirjelduse. Kasutada võite kõiki tähemärke, sest siin pole selliseid piiranguid, mis kehtivad katalooginimede puhul. Kirjeldust saate muuta ka pärast spektri kogumist TopSpini peaaknas spektri järeltöötlemisel.
🔲 või 🗹	Vajutage sinna, kui soovite antud mõõtmist järjekorras ettepoole tõsta.
🔲 või 🔲	Vajutage sinna, kui soovite antud mõõtmist jätta öisele ajale.
00:05:30 LauriT	Siin on info mõõtmiseks kuluva aja ja mõõtmise ülesseadnud kasutaja nime kohta.

2.10. Kui soovite samast proovist mõõta rohkem spektreid, siis lisage iga mõõtmise jaoks uus rida (kasutage nuppu



Edasi muutke uuel real ära vastava lahtri sisu (nt. kui soovite mõõta lisaks ¹H spektrile ka ¹³C{¹H} spektrit, siis muutke ära vaid eksperimendi tüüp – PROTONi asemel C13CPD ja vaadake üle ka selle uue mõõtmise parameetrid nupust \square või \square).

₽ 2	🎸 2Available							
	🗤 🕹 🕹 🕹	C:\ 🔽 LT-498	▶ 1	CDCI3	Y PROTON	🗸 🚺 🚸 📓 LT-498, product	00:05:30	LauriT
	🗤 Available	C:\ 💙 LT-498	∨ 2	CDCI3	V C13CPD	🔽 🚺 🞄 📓 LT-498, product	01:22:03	LauriT

2.11. Juhul, kui soovite üle vaadata või muuta ka muid mõõtmisparameetreid, kui 🔳 nupp võimaldas, siis valige ICON-NMR akna menüüst *Parameters* valik *Edit all Acquisition parameters*.



Sealt suunatakse teid ümber TopSpini Acquisition parameters'i aknasse, kus saate muudatusi teha. Muudatuste salvestamiseks vajutage TopSpini aknas vilkuvale nupule Return to ICON-NMR: $\circ \pi s i i i k Return to ICON-NMR \lor A$

2.12. Selleks, et paikaseatud mõõtmisi automaatsesse mõõtmiste järjekorda lisada, selekteerige vastavad read ja vajutage nupule *Submit*:

			© Lauri Toom							
2.13.	ICON-NMR teostab ise järgmised protseduurid: proovi sisestamine karuselli ettemääratud pesast, proovi pöörlema panemine, automaatne lukustamine deuteeriumi signaalile, shimmimine, vastuvõtja tundlik- kuse määramine (<i>rga</i>), automaatne spektrite mõõtmine ning proovi tagastamine karuselli samasse pesasse. • Mõõdetavad spektrid salvestatakse kataloogi "D:\Spectra200\". Otsi TopSpin 2.1 programmi aknas kataloogipuust oma spektri kataloog ja laadi see parempoolsesse aknasse (nt. vea hiirega).									
	Käimaalava mõõtmiga ajal kagutud fidi galvastamiselta armuti mälust armuti kõvalesttele en susis									
	TonSpin 2.1 programmi aknas kä	sureale trükkida käsk $\pm r$.	i kovakettale oli vaja							
	 I opSpin 2.1 programmi aknas kasureale trukkida kask tra. Seda käsku kasuta vaid poolelioleva mõõtmise ajal spektri kontrollimise ettevalmistamiseks. Pärast mõõtmise lõppu see käsk enam mingit mõju ei avalda. Kui leiad et signaal-müra suhe on juba piisavalt hea siis võid spektri kogumise ära katkestada – 									
	käsk halt.									
2.14.	Spektri nägemiseks TopSpin 2.1 j teha <i>Fourier</i> ' teisendus, milleks v	Processing Analysis Options V Process / Plot Current Data Data Processing Guide								
	efp;apk;bas++	Window Multiplication [wm] Fourier Transform [ftf] Phase Correction [ph]								
	 või vali <u>Processing</u> menüüst järge <i>Window Multiplication [wm]</i> funktsiooniga, 	emööda: $\leftarrow fid$ 'i läbikorrutamine matemaatilise	Add / Subtract / Mult. [adsu] Serial Processing							
	 Fourier Transform [ftf] Phase Correction [ph] Baseline Correction [bas] 	 ← Fourier' teisendus, ← spektri faasi korrigeerimine, ← spektri baasjoone korrigeerimine. 	More Transforms Miscellaneous							
2.15.	 ¹H TMR spektrite töötlemise juures vii läbi ka: spektri faasi täiendava käsitsi korrigeerimise (Interactive phase correction), sest alati ei pruugi automaatne apk piisavalt head tulemust anda; keemilise nihke skaala kalibreerimise (Spectrum calibration); signaalide integreerimise (Interactive integration); signaalide kohale väärtuste näitamise (Manual peak picking). 									
2.16.	 ¹³C{¹H} TMR spektrite töötlemise juures võid läbi viia ka: spektri faasi täiendava käsitsi korrigeerimise (Interactive phase correction); keemilise nihke skaala kalibreerimise (Spectrum calibration); signaalide kohale väärtuste näitamise (Manual peak picking). NB! Erinevalt ¹H TMR spektritest, ¹³C{¹H} TMR spektrite signaale üldiselt ei integreerita. 									

- Tekitage nii ¹H kui ¹³C{¹H} TMR spektritest *.pdf fail. Pdf faili tekitamine käib läbi printimise 2.17. funktsiooni, kasutades arvutisse installeeritud pdf printerit. Salvestage oma *.pdf failid näiteks kataloogi "D:\Spectra200\".
- Kui olete lõpetanud mõõtmiste parameetrite sisestamise ja lisanud mõõtmised järjekorda, võite 2.18. ICON-NMR'ist välja minna, kasutades nuppu Change User:
 - Change User

- Pärast mõõtmiste lõppemist eemalda proovivahetaja karussellist oma proovid. Aseta turbiinid nende 2.19. karpidesse tagasi. Samuti kustuta ICON-NMR aknast vastavatelt ridadelt enda mõõtmiste seaded. Seadete kustutamiseks, et järgmised kasutajad saaksid mugavamalt samu ridu kasutada, selekteeri esmalt vastav rida ning vajuta nupule Delete:
- Enne lahkumist kirjuta päevikusse: kes, millal ja kui kaua spektromeetri aega kasutas ning milliseid 2.20. TMR tuumasid (¹H, ¹³C, ¹⁹F, ³¹P jne) mõõtis. Ruumist lahkudes kustuta laetuli ja sulge uks.