

Gebrauchsanweisung für das Messen an der NMR-Konsole

1. DIE MESSUNG

Hinweis: Die **violett** gekennzeichneten Befehle werden mit der Tastatur im Konsolenfenster eingegeben und mit durch Drücken der "Return" Taste bestätigt. Schaltflächen sind **braun** gekennzeichnet und werden mit der linken Maustaste aktiviert.

Die Messung erfolgt anhand folgender Befehle:

e	Eject-Luft einschalten und Probe einführen
i	Eject-Luft ausschalten
spinx	Drehzahl setzen (spin12 für 3 mm- und spin16 für 5mm-Probenröhrchen)
setxy	Parameter und Shimsatz laden
[setxy('LM')]	x : Kern ($p=^{31}\text{P}$, $h=^1\text{H}$) y : Probendurchmesser (3, 5) LM : Lösungsmittel (dmso, cd3od, acetone, c6d6, d2o, cd2cl2) Bsp.: seth5 , setp3 , seth3('dmso') , seth5('c6d6') . Wenn kein Lösungsmittel eingegeben wird, wird der Parametersatz von CDCl_3 geladen.
su	Parameter und Shimsatz werden in die Konsole geladen und ausgeführt.
setlk	Lockparameter für das Lösungsmittel werden geladen.

Aqui anklicken.

a) **LOCK**: Falls der „Lock“ nicht gleich gefunden wird, „Lock-Power“ um den Wert 16 erhöhen und gleich danach auf den Ursprungswert verringern. Im Diagramm sollte man eine Linie mit einer Stufe auffinden. Das LOCK-LEVEL sollte zwischen 20 und 50 liegen. Falls zu niedrig, mit „Lock-Gain“ erhöhen. Wenn zu hoch, „Lock-Power“ verringern.

b) **SHIM**: In den Feldern **Z1C** und **Z2C** die Werte so verändern, bis beim LOCK-Level das Maximum gefunden wurde. (ggf. muß „Lock-Power“ verringert werden, da sonst eine „Übersättigung“ stattfindet.)

c) **CLOSE**: 1x Anklicken.

start Die Messung wird gestartet. (**starts**: vor der Messung werden die Shimwerte automatisch optimiert)
Außerdem werden Sie aufgefordert, die Daten **Probe**, **Name**, **Abteilung**, und **Lösungsmittel** einzugeben.

label Startet erneut die Datenabfrage, falls Korrekturen vorgenommen werden.

Eine korrekte Eingabe, insbesondere der Abteilungsname, ist notwendig, damit die Daten vom Server richtig verteilt werden.

send Die Daten werden zum Server gesendet. Eine Bearbeitung des Spektrums kann am Arbeitsplatz mit den verfügbaren Programmen durchgeführt werden.

e Eject-Luft einschalten und Probe entnehmen

i Eject-Luft ausschalten

spinoff Pressluft für den Spinner ausschalten.

Wenn mehrere Messungen mit gleichem Lösungsmittel und Röhrchendurchmesser durchgeführt werden, kann die erneute Eingabe mit Abschnitt II beginnen. Abschnitt III erfolgt am Ende der Messzeit.

2. SPEKTRUM BEARBEITEN (GRUNDLEGENDE FUNKTIONEN)

Beim Bearbeiten der Spektren werden auch die Maustasten benötigt. Die Funktion der einzelnen Maustasten stehen unten im Spektrum am Monitor in gelber Schrift in der Reihenfolge linke Maustaste/mittlere Maustaste/rechte Maustaste.

ft	Fourier-Transformation des gemessenen FIDs
aph	Automatische Phasenkorrektur
f	zeigt das komplette Spektrum an
d	blendet die Skala ein
nh	Es wird der Bereich von -0.05 bis 7.95ppm angezeigt. (empfehlenswert, damit ein Vergleich mit anderen Spektren leichter ist).
nh10	Es wird der Bereich von -0.05 bis 9.95ppm angezeigt.
sp=Xp	Die rechte Grenze des Spektrums beginnt bei X ppm (Bsp.: sp=1.5p)
wp=Xp	Es wird der Bereich von sp bis (sp+X)ppm angezeigt (Bsp. wenn sp=1.5p und wp=10p, Spektrum von 1.5 – 11.5 ppm)
nref, nref(x), nrefs	Der nächsthöchste Peak zum Liniencursor wird auf folgenden Wert eingestellt: nref : 0.0 ppm; nref(x) : x ppm; nrefs : vorprogrammierter Wert des Lösungsmittels aus den letzten Messparametern
x2 (x5)	vergrößert die Peaks um den Faktor 2 (5)
d2 (d5)	verringert die Peaks um den Faktor 2 (5)
regp	Führt zu einem Reset der Integrale und setzt diese erneut. Falls nicht alle Integrale gefunden wurden, sollte RESETS anklicken, um die nicht gefunden Integrale manuell zu integrieren. (Maustasten: add reset/Integralhöhe ändern(IS)/remove reset)
bc	Basislinienkorrektur. Die Basislinie wird zwischen den Integralen so weit korrigiert, dass die Fläche gleich Null wird. Falls Peaks nicht integriert wurden, werden diese so verändert, dass in der Summe das Integral Null wird. Also gehen diese auch in den negativen Bereich.
plot	Sie werden aufgefordert, das Senden der Daten zum Server durch CONFIRM in der Infobox zu bestätigen. Erst danach wird das Spektrum ausgedruckt.
plot(x)	bestimmt die Position des Parameterblocks als Abstand (in mm) vom linken Rand

3) BEARBEITUNG DES SPEKTRUMS (ERWEITERTE FUNKTIONEN)

Damit das Spektrum immer die gleiche Skalenweite hat und es vorkommen kann, dass Peaks außerhalb der Skala liegen, können diese in einem sogenannten OFFSET abgebildet werden.

s1	speichert das aktuelle Abbild des Spektrums
offsh [offsh(1)]	bildet im Fenster das OFFSET ab, beginnend von der linken Grenze des gespeicherten Spektrums. 1 bedeutet eine Skalenweite von 1ppm (Standard 2ppm).
sp=xp	Startpunkt bei x ppm, falls das OFFSET nicht direkt an der linken Grenze des gespeicherten Spektrums beginnen soll (Bsp.: sp=9.5p)
vp=x	Entfernung des Offsetspektrums von der Grundlinie in mm (Bsp.: vp=30)
sc=x	Entfernung des Offsetspektrums vom rechten Rand in mm (Bsp.: sc=30)
sc?	Abfragen der aktuellen Position vom rechten Rand in mm
s2	speichert das aktuelle Abbild des Spektrums
dcomp	Setzt die gespeicherten Spektren aus dem Speicher S1 und S2 zusammen.
plcomp(x)	Falls es zu einer Überlagerung des Spektrums mit dem Text kommt, kann dieser um x mm nach rechts verlagert ausgedruckt werden. (wie bei Plot(x))
prll	Druckt eine Peakliste aus. Es werden alle Peaks aufgelistet, die über den festgelegten TH-Wert liegen. (TH , dann den Wert durch verschieben des horizontalen Liniencursors einstellen)