實驗種類	設定檔檔名	脈衝程式
1D Standard		
¹ H experiment	1H	zg30
¹ H homo-decoupling	1H_homo	zghd.2
¹³ C{ ¹ H} experiment	13C	zgpg30
Integral ¹³ C{ ¹ H}	13C_int	zgig30
DEPT45 experiment	13C_DEPT45	dept45
DEPT90 experiment	13C_DEPT90	dept90
DEPT135 experiment	13C_DEPT135	dept135
¹⁹ F{ ¹ H} experiment	F19{1H}	zgfhigqn.2
³¹ P{ ¹ H} experiment	P31{1H}	zgpg30
2D Standard		
COSY experiment	2D_COSY	cosygpppqf
TOCSY experiment	2D_TOCSY	dipsi2etgpsi
NOESY experiment	2D_NOESY	noesygpphpp
ROESY experiment	2D_ROESY	roesyphpp.2
HMQC experiment	2D_HMQC	hmqcgpqf
HSQC experiment	2D_HSQC	hsqcetgpsisp2.2
Editing-HSQC	2D_HSQCed	hsqcedetgpsisp2.3
HMBC experiment	2D_HMBC	hmbcgplpndqf
Phase Sensitive-HMBC	2D_HMBCet	hmbcetgpl3nd



NYMU BRUKER AVANCEIII 400MHz BBFO^{PLUS} PROBE

PART1:一般操作

1. 選擇 User ID 與 Password 登入 TopSpin

e	X
Please iden	tify yourself
User ID =	rezwave 🗸
Password =	
	<u>Q</u> K <u>C</u> ancel

- 2. 放置樣品:將樣品放置於 Sample Express Lite 上的轉盤中,並記憶 其位置編號(數字)
- 3. 置入樣品:鍵入"sx 數字"指令,將樣品置入磁鐵中
- 4. 開啟新檔案:鍵入"edc"指令或按下□或由"File"中選擇"New"
- 5. 於視窗中填入檔案資訊:

💩 New		×				
Prepare for a new of initializing its NMR p For multi-receiver of Please define the r	experiment by creating a new data set and barameters according to the selected experiment t experiments several datasets are created. number of receivers in the box below.	ype.				
NAME	←様品名稱					
EXPNO	←實驗序號(1~999999)					
PROCNO	1 ←勿更動					
DIR	實驗室目錄→→> D:\	~				
Solvent	樣品之溶劑→→ CDCI3	~				
Experiment Dirs.	C:\Bruker\TopSpin3.0\exp\stan\nmr\par\user	~				
Experiment	實驗參數設定檔→ Use current params.	~				
TITLE	ex. ¹ H exp. = 1 H					
實驗之 title 或說明 □ Show new dataset in new window						
1 Receivers (1,2,16)					
	OK Cancel More Info	lp				
	1 	有限公さ nology				

▶ 檔案位置與路徑:

D:\樣品名稱\實驗序號

- 6. 磁場自動鎖定: 鍵入"lock"指令, 並選擇樣品所用之溶劑
- 7. Tuning 與 Matching: 鍵入 atma 指令(選作項目,一般於更換核種 實驗時必須執行),或鍵入 atmm 指令,手動調整 Tuning 與 Matching
- 8. 進行自動勻場(topshim): 鍵入"topshim"指令
- 9. 手動勻場(shim):

使用 BSMS 控制視窗(按下 , 或鍵入"bsmsdisp"指令可開啟此視窗):於視窗中交互使用 Z¹和 Z²按鍵,並利用滑鼠滾輪之增減數 值進行勻場,將氘鎖定視窗中的線盡量調高(若氘鎖定視窗未開 啟,可於 TopSpin 按下 按鍵或鍵入"lockdisp"指令開啟此視窗), 若 Lock 線過高時,使用 LOCK 中的 Gain 按鍵將線降下(選作項目)



> 當按下按鍵,功能運作時,按鍵會顯示紅色 On-Off 。
 > 當功能運作完成時,按鍵會顯示綠色 On-Off 。
 > 當勻場功能鍵執行時,按鍵會顯示黑色 Z 。
 當磁場鎖定完成時 Lock Lost 會顯示為 Always Locked

- 10. 聯繫軟體與硬體間的設定: 鍵入"ii"指令(選作項目,一般於更換 核種實驗時必須執行)
- 11. 獲取最新脈衝校正值:鍵入"getprosol"指令(選作項目)
- 12. 自動調整放大倍率: 鍵入"rga"指令
- 13. 調整掃瞄次數:鍵入"ns"指令,輸入掃瞄次數
- 14. 進行實驗:鍵入"zg"指令或於 TopSpin 中按下 > 按鍵
- 15. 取出樣品:於BSMS 視窗中按下 ○□-○□ 按鍵,停止氘鎖定,再 鍵入"sx 數字"指令(此數字為無樣品之位置編號)
- 16. 實驗完成後, 鍵入"logoff"指令, 登出 TopSpin



PART 2 : ICON-NMR

1. 選擇 User ID 與 Password 登入 TopSpin

6	
Please iden	tify yourself
User ID =	rezwave 🗸
Password =	
	<u>O</u> K <u>C</u> ancel

- 2. 放置樣品:將樣品放置於 Sample Express Lite 上的轉盤中,並記憶 其位置編號(數字)
- 3. 鍵入 iconnmr 指令,進入 ICON-NMR 程式

🖕 IconNMR: spect			
File Help			\sim
			BRUKER
			\sim
	~		
			and the second sec
Spectroscopy	Automation	Toolbox	Configuration
Routine	Automation	ToolBox	Configuration
spectroscopy			

- 4. 按下 Automation 按鍵
- 5. 選擇 NMR SuperUser 並按下 ___ OK

🖕 IconNMR: Ide	entify Use	er				
Help on log	ging in					
User's Full N	Vame	User ID				
NMR User		nmr				
NMR Super	User	nmrsu				
User ID nmr	su			•		
OK Cancel						



6. 進入 ICON-NMR 操作畫面

🖕 IconNMR	: Auton	hation May1	8-2011-1539-A	nalysis													
Eile Bun	Holder	View Fig	d <u>P</u> arameter	s Options <u>T</u> ools J	Help												
🎡 Start	⊳ u	u 🙆 😫	t i														
Experiment	Queue																
Holder	Туре	Status	Disk	Name	No.	Solvent	Experiment	Pri	Par	Title/Orig		Tin	ne	User	Start Time		
Þ 1	U	Available															
Þ 2	Ц	Available															
D 3	ü.	Available															
D 4	8	Available															
Þ 6	ii -	Available															
Þ 7	ŭ	Available															
D 8	ū	Available	\sim														
Þ 9	U .	Available		\sim													
Þ 10		Available		Att	• 奶、瓜	白上	18 BL	肥									
P 11	8	Available		~ 芰	学们	禹左 3) 廷	迭									
Þ 13	ŭ	Available				-		-									
Þ 14	ŭ	Available															
Þ 15	ū	Available															
▶ 16	U.	Available															
🖥 🗹 S	ubmit		Gancel	i≓ [dit	🕼 Delete	Add 1	Сдру	1								?	hange <u>U</u> ser
Preceding E	xperim	ents															
# Date			Holder	Name	No.	Experiment	Load	ATM	Lock Shim	Acq	Proc	User	Disk	Title/Ori	g Re	emarks	
fand			-														,
Preceding			🔎 👝	include previous runs					Sar	pleXpress/BACS	Busy until:	lo Jobs! Day E	periments:	00:00 Night	Experiments: 0	0:00 User:	Analysis

7. 輸入樣品名稱、選擇溶劑、實驗種類、輸入掃瞄次數與樣品說明

②輸入樣品名稱 ③選擇實驗種類 ⑤輸入樣品說明(title) Image: State of the	開始實驗	停止實驗		
Control May Lit 2013 3129 Analysis Control May Lit 2013 3129 Analysis Control		②輸入樣品名稱	④選擇實驗種類	⑥輸入樣品說明(title)
■ Submit ■ Creer 副 Edit @ Levier add = 3 Capy 1 3 Precedence Experiments ■ Date Holder Nerte No. Experiment Load ATM Lock Shim Acq Proc User Disk Tele/Orig Remarks ⑦取消、編輯、刪除、加入或複製實驗	ConvNMR: Automation May18:2011-15 Elle In Holder Y Figd Para Image: State Image: State	39-Analysis neters Options Iools Help Name No. Sc RdatalAn → DEMO →1 €CC ·選擇檔案路徑	sivent Eperment Pri Par Tetu/Org DCB chi • N114_BBFO • ■ ■ ● ● ▼ 114 DEMO# 3 選擇溶劑 ⑤輸入	Time User Start Time COCCB 0001.08 Analysis ③ Set Start Time 播瞄次數
	Submit Preceding Experiments ■ Date ● Date ● 按下 sub	时 Colore Nor Nurte No. Expe 以消、編輯、刪除 Omit	Add 1 Cary 1 ryert Lood ATM Lock Shim Acq 、加入或複製實驗 實驗進行顯示	Proc User Disk Title/Orig Remarks



8. 設定實驗進行方式

SampleXpress/BACS	──首先做的樣品編號
First sample 1 + First sample in the magnet (locked and shimmed)? + Start Cancel	 點選:表示樣品已於 磁場中,則不會進行 lock 與 shim 等動作
⑨開始進行實驗	不點選:表示樣品未 在磁場中,會進行 lock 與 shim 等動作

- 9. 實驗完成後,按下 🙆 stop 並關閉 ICON-NMR 操作畫面
- 10. 取出樣品:於 BSMS 視窗中按下 On-Off 按鍵,停止氘鎖定,再 鍵入"sx 數字"指令(此數字為無樣品之位置編號)
- 11. 於 TopSpin 中鍵入"logoff"指令,登出 TopSpin



PART 3:光譜處理(1D experiments)

光譜處理:點選主功能表中的 Process 頁面

- 博立葉轉換:鍵入"efp"指令
 ("efp"指令包含"em", "ft", "pk"三項指令,執行"efp"前,可鍵入"lb"
 指令,修改 line broadening 視窗函數)
- 相位自動校正:鍵入"apk"指令,或按下[▲]Adjust Phase▼</mark>進行手動相位 校正
- 基線自動校正:鍵入"abs"指令(選作項目)
 此時會自動進行積分,若不需自動積分,則鍵入"abs n"指令
- 化學位移校正:按下▲Calib. Axis▼,選擇已知化學位之 peak,輸入其值
- 5. 定義譜峰標定範圍:按下 號Pick Peaks▼,進入譜峰標定模式
 →建立範圍, 與調整範圍, 與存檔並離開此模式
- 6. 積分:按下∫Integrate▼,進入積分模式
 ▶定義積分範圍,♥選擇所有已積分範圍,♥刪除所選擇之積分
 ▶
 ₽存檔並離開此模式
- 7. 列印圖譜:按下戰進入列印視窗

🥃 Print [Ctrl+P] 🕘 plot -r -Options-O Print active window [prnt] 選擇此項 Print with layout - start Plot Editor [plot] O Print with layout - plot directly [autoplot] Required parameters 選擇圖形輸出至 LAYOUT ~ Use plot limits Fill data set list TopSpin-Plot 之模式 O from screen / CY from your default portfolio from Plot Editor Reset Actions ⊖ from portfolio saved in data set ○ as saved in Plot Editor Override plotter saved in Plot Editor: CURPLOT Adobe PDF <u>o</u>k <u>C</u>ancel <u>H</u>elp

選擇結束後,進入 TOPSPIN Plot 程式進行繪圖

二 磊藏科技股份有限公司 Rezwave Technology Inc. LAYOUT 模式選擇:

- 1D¹H 光譜:1D_H1.xwp
- 1D¹³C 光譜: 1D_X1.xwp

1D DEPT 疊圖(¹³C, DEPT90, DEPT135): 1D_DEPT3.xwp

2D 同核光譜(COSY, TOCSY, NOESY): 2D_HH.xwp

2D 異核光譜(HMQC, HSQC, HMBC): 2D_CH.xwp

8. 登出 TopSpin: 鍵入"logoff"指令

PART 4:常用指令與參數說明

- ▶ at:設定一指令於一個 EXPNO 在某一時間開始執行,設定之指 令數目會顯示在狀態列中"Spooler"的"delayed"
- ▶ expt:計算實驗所需時間,或按下□按鍵
- ▶ go:將停止的一維實驗予以繼續執行
- halt:暫停實驗的執行並會將目前已收集的訊號儲存於硬碟 halt+數字:將累積至設定數字掃瞄次數的FID內容予以暫停執行 並會將目前已收集的訊號儲存於硬碟
- ▶ stop:停止實驗的執行(不會記錄),或按下 → 按鍵
- ▶ tr:將目前剛執行到某一掃瞄次數的FID內容予以複製並取出 tr+數字:將累積至設定數字掃瞄次數的FID內容予以複製並取出

Rezwave Technology Inc.

8