

## 標準參數設定檔

實驗種類	設定檔檔名	脈衝程式
<b>1D Standard</b>		
$^1\text{H}$ experiment	1H	zg30
$^1\text{H}$ homo-decoupling	1H_homo	zghd.2
$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ experiment	13C	zpgg30
Integral $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$	13C_int	zgg30
DEPT45 experiment	13C_DEPT45	dept45
DEPT90 experiment	13C_DEPT90	dept90
DEPT135 experiment	13C_DEPT135	dept135
$^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ experiment	F19{1H}	zgfhiqn.2
$^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ experiment	P31{1H}	zpgg30
<b>2D Standard</b>		
COSY experiment	2D_COSY	cosygpppqf
TOCSY experiment	2D_TOCSY	dipsi2etgpsi
NOESY experiment	2D_NOESY	noesygpphp
ROESY experiment	2D_ROESY	roesyphp.2
HMQC experiment	2D_HMQC	hmqcgpqf
HSQC experiment	2D_HSQC	hsqcetgpsisp2.2
Editing-HSQC	2D_HSQCed	hsqcedetgpsisp2.3
HMBC experiment	2D_HMBC	hmbcgplndqf
Phase Sensitive-HMBC	2D_HMBCet	hmbcetgpl3nd

# NYMU BRUKER AVANCEIII 400MHz BBFO<sup>PLUS</sup> PROBE

## PART 1：一般操作

1. 選擇 User ID 與 Password 登入 TopSpin



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：

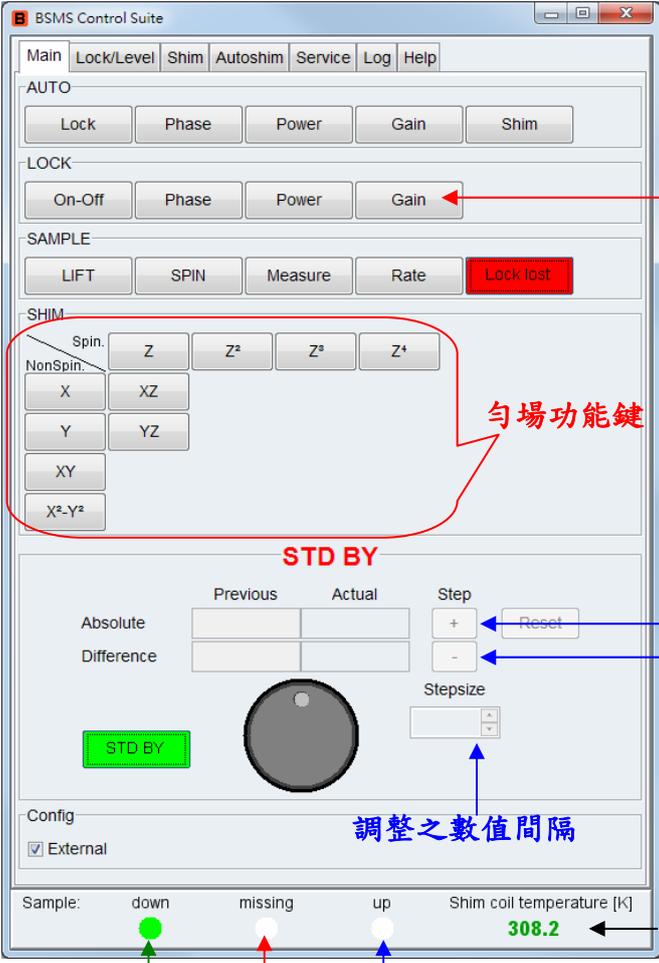


➤ 檔案位置與路徑：

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  $Z^1$  和  $Z^2$  按鍵，並利用滑鼠滾輪之增減數值進行勻場，將氬鎖定視窗中的線盡量調高(若氬鎖定視窗未開啟，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)



The screenshot shows the BSMS Control Suite interface with the following labels:

- 調整 Lock 線的高度** (Adjust Lock line height): Points to the Gain button in the LOCK section.
- 勻場功能鍵** (Shimming function keys): Points to the Z, Z<sup>2</sup>, Z<sup>3</sup>, Z<sup>4</sup>, X, XZ, Y, YZ, XY, and X<sup>2</sup>-Y<sup>2</sup> buttons in the SHIM section.
- 增加或減少數值** (Increase or decrease value): Points to the + and - buttons in the Step section.
- 調整之數值間隔** (Adjust numerical interval): Points to the Stepsize dropdown menu.
- 勻場線圈溫度** (Shimming coil temperature): Points to the Shim coil temperature [K] display showing 308.2.
- 磁鐵內有樣品** (Sample in magnet): Points to the 'down' indicator.
- 磁鐵內無樣品** (No sample in magnet): Points to the 'missing' indicator.
- 樣品於磁鐵上方** (Sample above magnet): Points to the 'up' indicator.

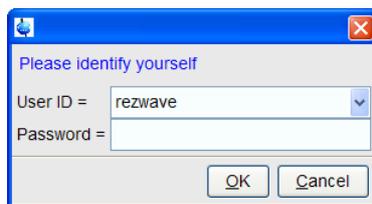
- 當按下按鍵，功能運作時，按鍵會顯示紅色 。
- 當功能運作完成時，按鍵會顯示綠色 。
- 當勻場功能鍵執行時，按鍵會顯示黑色 。

當磁場鎖定完成時  會顯示為 

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，停止氬鎖定，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

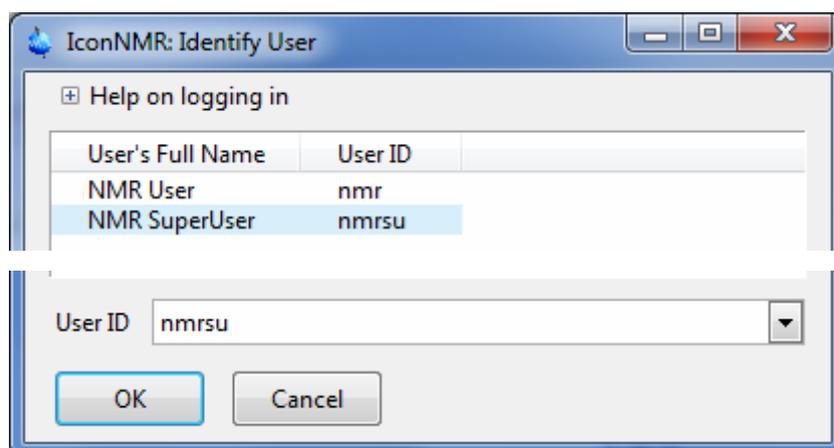
1. 選擇 User ID 與 Password 登入 TopSpin



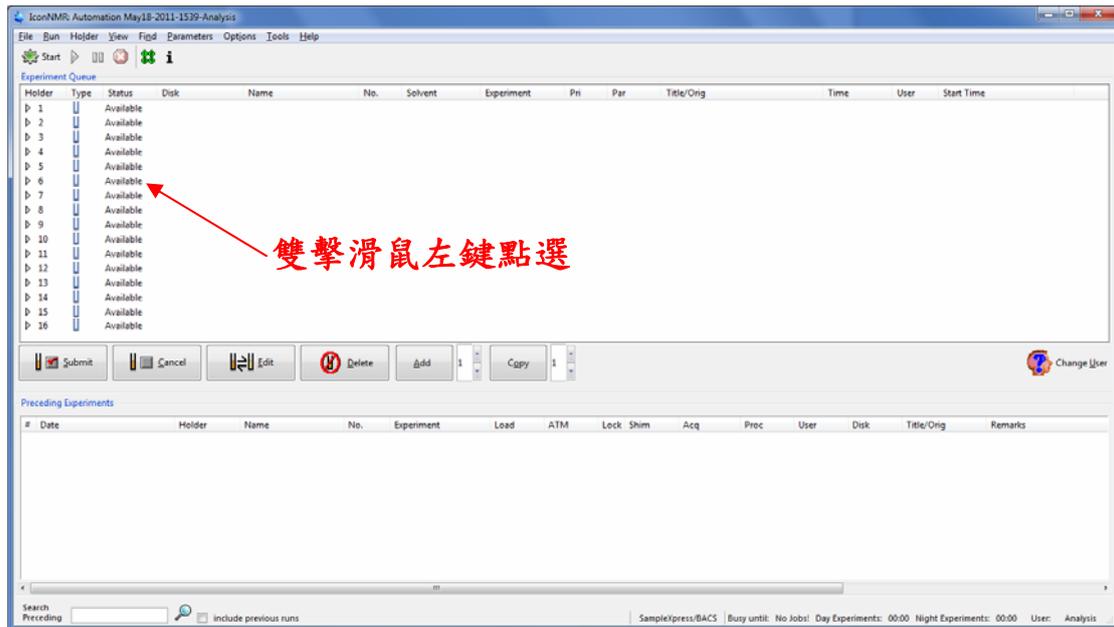
2. 放置樣品：將樣品放置於 Sample Express Lite 上的轉盤中，並記憶其位置編號(數字)
3. 鍵入 **iconnmr** 指令，進入 ICON-NMR 程式



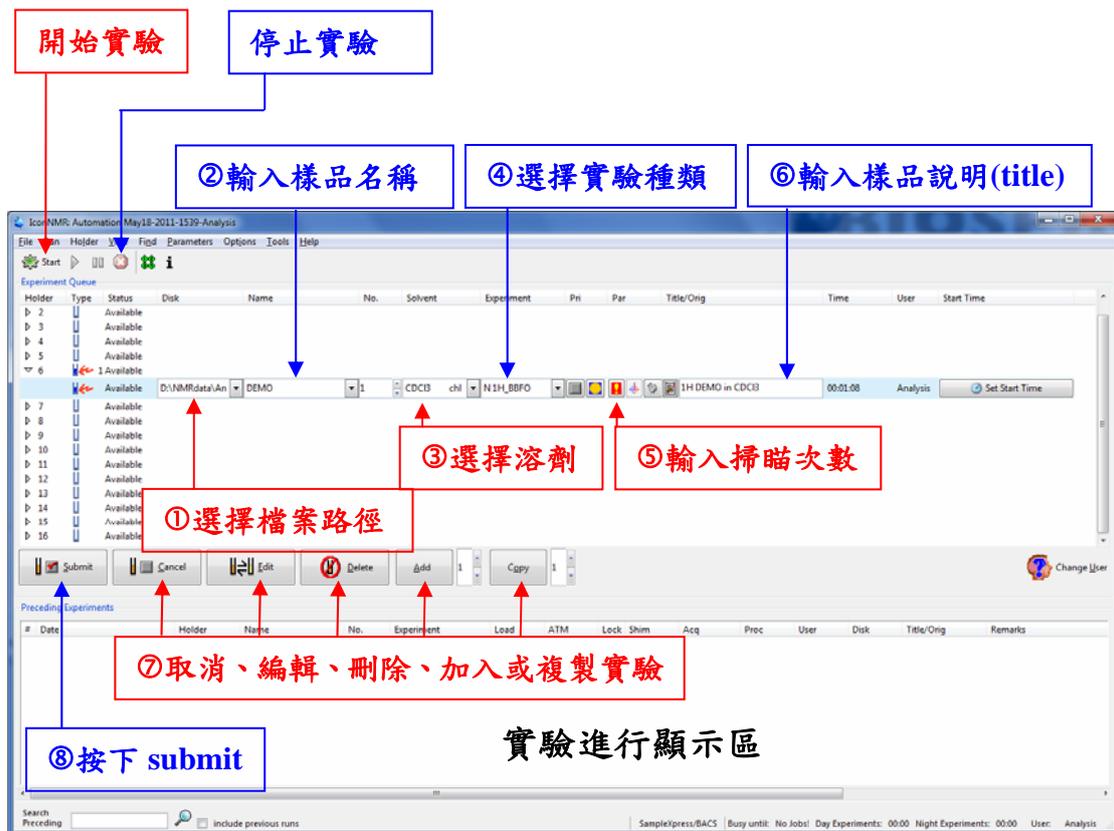
4. 按下 Automation 按鍵
5. 選擇 NMR SuperUser 並按下



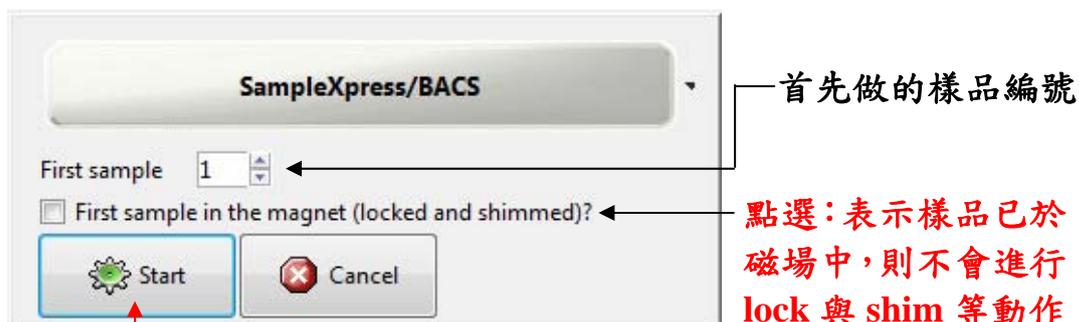
## 6. 進入 ICON-NMR 操作畫面



## 7. 輸入樣品名稱、選擇溶劑、實驗種類、輸入掃描次數與樣品說明



## 8. 設定實驗進行方式



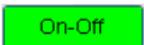
首先做的樣品編號

點選：表示樣品已於磁場中，則不會進行 lock 與 shim 等動作

◎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  按鍵，停止氬鎖定，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

### 1. 傅立葉轉換：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)

### 2. 相位自動校正：鍵入"apk"指令，或按下 **Adjust Phase** 進行手動相位校正

### 3. 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

### 4. 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 **Pick Peaks**，進入譜峰標定模式

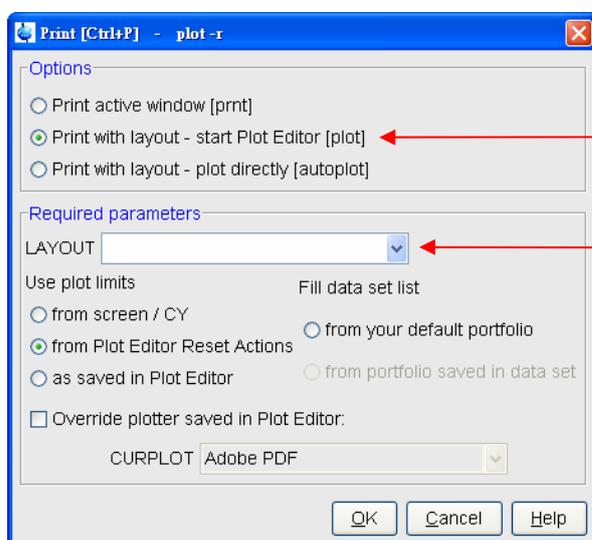
 建立範圍， 調整範圍， 存檔並離開此模式

### 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 進入列印視窗

選擇結束後，進入 TOPSPIN Plot 程式進行繪圖



選擇此項

選擇圖形輸出至  
TopSpin-Plot 之模式

LAYOUT 模式選擇：

1D <sup>1</sup>H 光譜：1D\_H1.xwp

1D <sup>13</sup>C 光譜：1D\_X1.xwp

1D DEPT 疊圖(<sup>13</sup>C, 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描次數的 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
- **qu**：將指令使一個 EXPNO 佇列等候執行，佇列之指令數目會顯示在狀態列中 "Spooler" 的 "queued"
- **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描次數的 FID 內容予以複製並取出  
**tr+數字**：將累積至設定數字掃描次數的 FID 內容予以複製並取出

By Casper Wu, Rezwave Technology Inc.

