

Wie messe ich manuell an einem Bruker NMR-Spektrometer?

1. Probe vorbereiten
2. Unter Zuhilfenahme der Tiefenlehre das Röhrchen in den Spinner geben (bei einem 5 mm-Röhrchen entspricht das 20 mm Tiefe)
3. Probe in einem freien Platz im Probenwechsler platzieren (Position notieren/merken!)
4. Topspin starten (wenn dies nicht bereits läuft) → Doppelklick auf Topspin-Icon
5. In der Eingabeleiste im Topspin sx <Holdernummer> eingeben und mit <Enter> bestätigen
6. Einen neuen Datensatz anlegen:
 - a) edc eingeben und mit <Enter> bestätigen
 - b) Im neuen Fenster NAME (Name des Datensatzes), EXPNO (Nr. des Experiments, z. B. 10), PROCNO eingeben (Nr. der Prozessierten Daten, z. B. 1)
 - c) Unter „Experiment“ mit „select“ einen Parametersatz auswählen (z. B. PROTON für ^1H , C13CPD für $\{^1\text{H}\}^{13}\text{C}$ -Experiment, usw.) und „set selected item in editor“ klicken
 - d) unter Options Lösungsmittel auswählen (Haken vor „set solvent“ nicht vergessen), Feld „Execute ,getprosol““ aktivieren
 - e) Titel eingeben → Experiment möglichst genau beschreiben
 - f) OK klicken
7. Den neu angelegten Datensatz im linken auswählen Browser-Fenster per Doppelklick auswählen. Dieser muss sich dann im rechten Fenster öffnen.
8. Im Reiter „AcquPars“ die Acquisition-Parameter wie NS, TD, SW, O1, etc. einstellen
9. Weitere Experimente für dieselbe Probe können folgendermaßen angelegt werden:
 - a) ie oder iexpno eingeben und mit <Enter> bestätigen (dies inkrementiert die EXPNO und kopiert die Parameter des vorher angewählten Experiments)
 - b) rpar eingeben und mit <Enter> bestätigen; einen Parametersatz auswählen und OK klicken
 - c) im nächsten Fenster das verwendete Lösungsmittel setzen und „execute ,getprosol““ aktivieren
 - d) Neues Experiment links anwählen (falls dies noch nicht sichtbar ist, muss mittels des „-“-Symbols der komplette Datensatz einmal geschlossen und dann über das „+“ wieder geöffnet werden.
 - e) Analog zum Punkt 8 die Aufnahme-Parameter eingeben
 - f) Das Ganze so oft wiederholen, bis man die gewünschte Zahl der Experimente festgelegt hat.
10. Nun muss man den Probenkopf auf die neue Probe für JEDEN zu messenden Kern EINMAL tunen und matchen. Diesen Vorgang startet man immer bei dem Kern mit der niedrigsten Frequenz (die Kern-Auswahl trifft Topspin üblicherweise automatisch).

Bitte beachten Sie, daß sie sich bei einem dualen BB-Probenkopf für einen Kern entscheiden müssen, auf den die X-Spule dann getuned wird.

Dazu:

 - a) eines der zuvor angelegten Experimente öffnen (dieses sollte aus Zeitgründen möglichst mehrere Kerne umfassen, da z. B. bei einem $\{^1\text{H}\}^{13}\text{C}$ -Experiment ^1H und ^{13}C getuned und gematched, während bei einem ^1H -Experiment nur ^1H getuned werden kann)
 - b) jetzt in der Eingabezeile atmm eingeben und mit <Enter> bestätigen; warten bis der ATMA-Server gestartet ist (dauert evtl. einige Zeit, in der Statusleiste kann man sehen, was Topspin gerade macht)
 - c) Im erscheinenden Kontrollfenster die oberen Knöpfe zum Tunen (Dip verschiebt sich nach

rechts bzw. links) und die unteren zum Matchen (Dip verschiebt sich nach oben bzw. unten) nutzen.

Ziel ist es, den Dip auf die rote Linie (Kern-Frequenz) und soweit wie möglich auf die x-Achse zu bringen. Dann ist die Probenkopf optimal auf die jeweilige Kernfrequenz getuned und auf eine Impedanz von 50 Ohm gematched.

- d) Bei einem Experiment mit mehreren Kernen kann man nun im oberen Bereich des Kontrollfensters den zweiten Kern aktivieren. Dieser wird dann analog zur o. g. Prozedur getuned und gematched
- e) Im Kontrollfenster dann File → Save Position wählen und das Fenster danach schließen
- f) Warten bis der ATMA-Server beendet ist
- g) den Vorgang evtl. für weitere Kerne wiederholen (es muss nur **EINMAL pro Kern** getuned und gematched werden, **nicht pro Experiment**)
- h) Der Vorgang kann auch automatisch mit dem Befehl atma + <Enter> gestartet werden. Es werden dann alle im gerade geöffneten Experiment verwendeten Kerne automatisch getuned und gematched

- 11.** Nun in der Eingabeleiste lock <Lösungsmittel> eingeben und mit <Enter> bestätigen (z. B. „lock CDCl₃“ oder „lock acetone“, lock ohne Angabe des LM öffnet ein Fenster in dem man sein LM auswählen kann).

Sollte ein LM nicht angelegt sein, bitte bei uns melden!

Warten, bis das LM gefunden wurde und das Locksignal stabil ist. Falls das Lockfenster nicht offen ist, kann dieses mit dem Befehl lockdisp + <Enter> geöffnet werden (alternativ kann auch auf das Lock-Symbol in der Topspin-Statusleiste doppelgeklickt werden).

- 12.** Nun kann die Shim-Prozedur eingeleitet werden. Dies kann manuell (a) oder automatisch (b) erfolgen:

a) Wenn das BSMS-Fenster noch nicht geöffnet ist, bsmsdisp + <Enter> in der Eingabezeile eingeben (Alternativ: Doppelklick auf das BSMS-Symbol in der Statusleiste).

Im BSMS-Fenster dann den jeweiligen Shim anwählen (klick auf den Shim-Knopf) und den Shim-Wert mittels Mausrad verändern.

Wichtig ist dabei, daß sich der Mauszeiger im BSMS-Fenster befindet.

Lock dabei beobachten und Shim evtl. korrigieren. Durch Klick auf „Reset“ kann die aktuell durchgeführte Änderung rückgängig gemacht werden.

Erst die On-Axis-Shims (Z, Z¹, Z², Z³, etc.) und dann die Off-Axis-Shims (X, Y, XY, XZ, YZ, X²-Y², etc.) einstellen. Wichtig ist, daß alle Shims zusammenhängen, d. h. ändert man einen, muß man die anderen meist nachregeln.

(Gute Shim-Strategien findet man z. B. in: Berger, Braun, 200 and more NMR experiments, Wiley-VCH)

b) Einfacher ist die automatische Shimprozedur des Topspins.

Hierzu in der Eingabezeile topshim gui oder tsg + <Enter> eingeben (dies ist ein von uns erstelltes Makro auf den ersten Befehl).

Die Dimension muss 1D sein, bei „Optimization“ „Solvent's default“ und für „Optimize for“ „1H“ wählen.

Im Block TUNE bei „After“ den letzten Eintrag „Z-X-Y-XZ-YZ-Z“ wählen und dann auf Start klicken.

Warten bis die Shim-Prozedur beendet ist (kann mehrere Minuten dauern).

Bei einem Fehler muss diese evtl. wiederholt oder manuell (siehe 12 a)) durchgeführt werden.

13. Zuletzt muss für JEDES aufgesetzte Experiment noch der Receiver Gain eingestellt werden. Dies sollten Sie Topspin automatisch durchführen lassen. Hierzu Experiment per Doppelklick auswählen rga + <Enter> in der Eingabezeile eingeben und warten bis der rg-Wert ermittelt wurde. Sollte während des Experiments dennoch eine Fehlermeldung erscheinen, daß es zu einem DRU-Overflow kam, konnte Topspin den rg-Wert nicht korrekt ermitteln. Dieser muss dann über rg + <Enter> manuell so lange in kleinen Schritten verringert werden, bis der Fehler nicht mehr auftritt.

14. Nun kann das / können die Experimente gestartet werden. Hierzu in der Eingabezeile entweder zg + <Enter> (für ein einzelnes, das gerade aktive Experiment) oder multizg + <Enter> eingeben. Bei zg startet die Messung sofort, bei multizg öffnet sich ein Fenster, in dem die Anzahl der durchzuführenden Experimente anzugeben ist. Für multizg ist wichtig, daß Sie das erste zu messende Experiment aktiv geöffnet haben und die folgenden Experimente eine um 1 inkrementierte EXPNO besitzen. Ist dies nicht der Fall, werden evtl. zusätzlich Experimente eingefügt und andere nicht gemessen.

Beispiel: Sie legen die Experimente 10, 11, 12, 14 an (13 fehlt versehentlich) und geben bei multizg 4 ein. Nun wird das Experiment 12 zweimal gemessen (das zweite wird auf EXPNO 13 abgelegt) und 14 gar nicht.

Wenn Sie bei multizg mehr Experimente angeben, als aufgesetzt sind, wird das letzte Experiment so oft wiederholt, bis die Anzahl der angegebenen Experimente erreicht ist.

Beispiel: Sie setzen drei Experimente mit den EXPNO's 10, 11, 12 auf und geben bei multizg 5 ein. Hier wird das Experiment 12 jetzt insgesamt dreimal gemessen und mit den EXPNO's 13 und 14 angehängt.