3. Praktische NMR

3.1. Ziel und Übersicht

Ziel dieses Kapitels ist es, an Hand eines einfachen Spektrums die grundlegenden Funktionen des EM360/LaNMR Spektrometers (Tecmag) kennen zu lernen.

Als Vorbereitung sollten die Grundlagen des NMR-Experimentes bekannt sein. Die vorangegangenen Kapitel sollen es dem Praktikanten erleichtern sich diese Grundkenntnisse anzueignen. Sie ist bewußt möglichst kurz und einfach gehalten, damit keine größeren Probleme bei der Vorbereitung entstehen.

Um ein NMR-Spektrum zu messen sind folgende Schritte notwendig:

1. Computer, Spektrometer-Konsole und Kompressor anschalten.
2. Überprüfung des Magneten mittels Referenzprobe (2 Propanol)
3. die zu untersuchende Probe messen

Diese Schritte werden in den folgenden Kapiteln erläutert.

Wichtig: Alle in NTNMR auszuführenden Anweisungen sind ***kursiv*** gedruckt.

3.2. Spektrometer in Betrieb nehmen

Nachdem der Computer, der Kompressor und die LapNMR-Konsole (Schalter auf der Rückseite) angeschaltet sind, wird die Spektrometersoftware NTNMR gestartet.

Das Programm steuert das Spektrometer, zeichnet die NMR-Daten auf und ermöglicht die Bearbeitung sowie das Drucken und speichern der NMR-Messungen.

Das Programm startet mit dem letzten Datensatz.

3.3. Magnet überprüfen

Das Spektrometer benutzt einen thermostabilisierten Dauermagneten, dessen recht inhomogenes Feld durch geeignet angebrachte Zusatzspulen (Shimmspulen) korrigiert werden kann. Dies wird als „Shimmen“ bezeichnet. Ob das Magnetfeld optimiert werden muss erkennt man sehr gut an dem FID oder einem Spektrum von 2-Propanol. Um diesen Vergleich durch zuführen muss das entsprechende Spektrum von 2-Propanol erneut aufgenommen werden. Der Vergleich kann dann entweder durch abgleichen mit dem Printmedium oder durch die Vergleichsfunktion von NTNMR vorgenommen werden (letztere ist noch nicht ganz ausgereift!).

WICHTIG: Bitte sehr vorsichtig mit den NMR-Röhrchen umgehen, da diese sehr teuer sind und einige der enthaltenen Substanzen giftig sind! Vorsichtig in den Probenkopf (im Magneten) einführen.

Vorbereitung der Probe: Die NMR-Röhrchen werden ca. 3-5 cm hoch mit der zu untersuchenden Substanz befüllt und mit 3-5 Tropfen TMS versetzt (Am Kühlschrank!) Das Flügelrad wird vorsichtig aufgeschoben und die Höhe mit der Lehre eingestellt. Die NMR-Röhrchen können vorab zu Temperierung im Probenraum

des Magneten gelagert werden.

3.4. NMR Spektrum aufnehmen

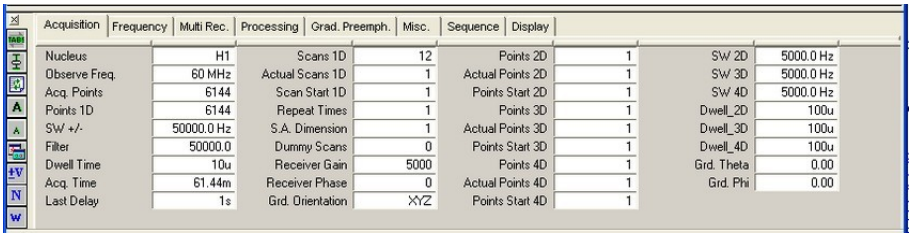
3.4.1. Grundsätzliches

Einheiten werden in NTNMR in folgender Weise abgekürzt:

Sekunde	s	z.B.	10s
Millisekunde	m	z.B.	5m
Mikrosekunde	u	z.B.	2u

Die wichtigsten spektralen Parameter im Überblick:

Parameter	**Name**	**Wo zu finden**	**Beschreibung/Wertebereich**
NMR Frequenz	F1 Freq	Dashboard / Frequency	ca. 60MHz
Pulslänge des HF Impulses:	pw	Dashboard / Sequence	darf nie größer als 30µs (30us) sein
Anzahl der Datenpunkte	Acq.Points	Dashboard/Acquisition	1-32k
Abstand der Datenpunkte	Dwell Time	Dashboard/Acquisition	Legt die spektrale Aufnahmebreite fest. 1us bis 1ms
Wiederholzeit des Experiments	Last Delay	Dashboard/Acquisition	100m bis 140s
Anzahl der zu wiedeholenden Experimente	Scans 1D	Dashboard/Acquisition	1 bis 10^6 sinnvoll is maximal 100
Signalverstärkung der Konsole	Receiver Gain	Dashboard/Acquisition	1 bis 10000



3.4.2. Das Experiment (FID aufnehmen)

Das NMR-Röhrchen mit der Probe in den Magneten einführen und „NMR Röhrchen drehen“ anschalten.

Öffnen eines allgemeinen Datensatzes für NMR-Messungen.

File - open: im Verzeichniss „Data“ den File setup.tnt auswählen.

Kontrollieren dass:

Pulslänge ca. 3µs

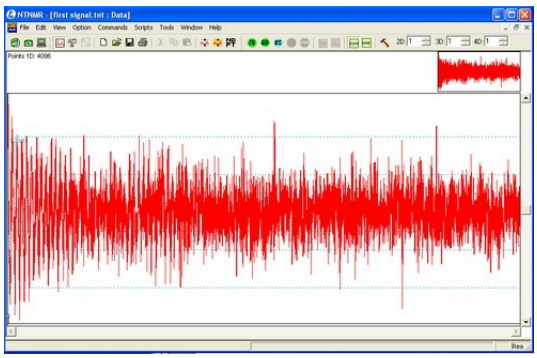
Receiver Gain ca. 100

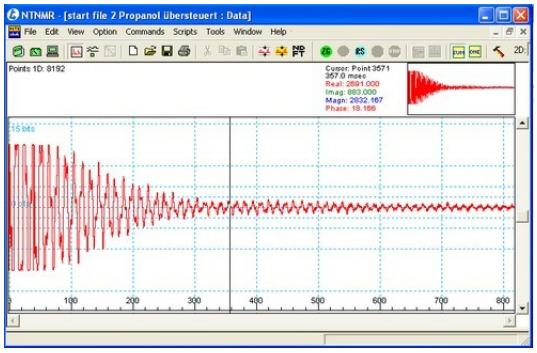
Scans 1D 1

Das Experiment mit ***ZG*** starten. ZG bedeutet: Zero Go (Datenspeicher löschen und Experiment starten)

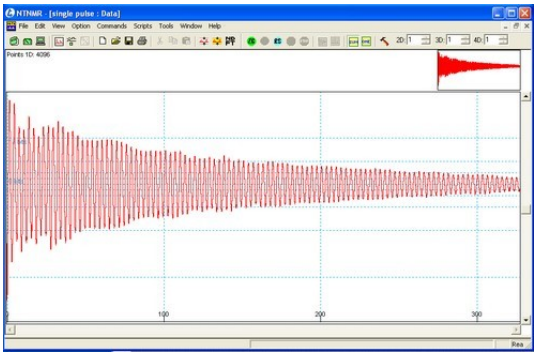
Das Resultat wird evtl. ein wahrscheinlich schlechter FID sein, da die experimentellen Parameter noch nicht optimiert wurden.

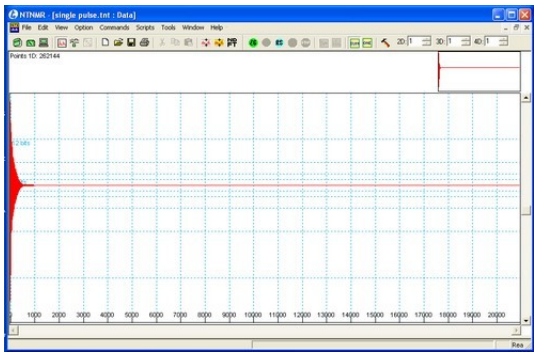
Im folgenden wird gezeigt wie der FID durch Ändern der spektralen Parameter optimiert werden kann.

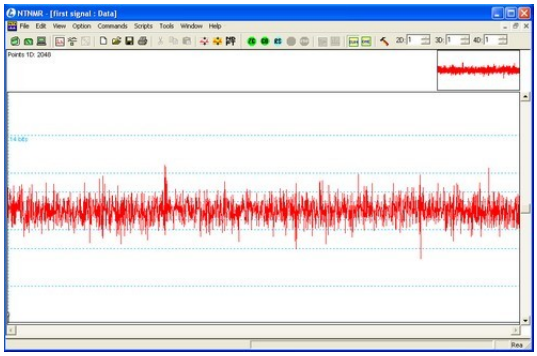
1. Intensität des FID ist zu gering	
	Receiver Gain erhöhen Pulslänge in Schritten von 1u ändern Anzahl der Scans erhöhen Probenkopf neu tunen Konzentration der Probe erhöhen

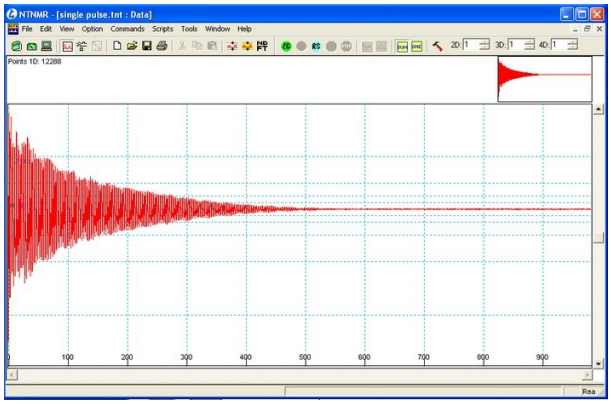
2. Die Intensität des FID ist zu groß	
	Receiver Gain verkleinern (Signal muß kleiner als 15Bit sein)

3. FID ist zu lang und wird abgeschnitten	

	Dwell Time vergrößern Acq. Points erhöhen

4. FID ist zu kurz	
	Dwell Time verkleinern Points 1D verkleinern

5. Kein FID	
	Signal liegt außerhalb des spektralen Bereiches Dwell Time verkleinern Probenkopf neu tunen **Für Experten:** Loopback Test

6. FID OK! Mit den optimierten Einstellungen kann der FID gemessen werden.	

Alternativ kann das Aussehen des 2-Propanol-Spektrums genutzt werden.

3.4.3. Datenverarbeitung

Der gemessene FID ist als erstes unter einem eindeutigen Namen zu speichern! Die weitere Bearbeitung kann auf einen beliebigen Computer mit NTNMR erfolgen

Um ein Spektrum zu erhalten muss der FID wie folgt bearbeitet werden:

Fouriertransformation	*Commands – Transforms – Fourier Transformation*
Phasenkorrektur	*Option - Phase Adjustment*
Referenz festlegen	*mit dem Cursor auf die Spitze des TMS-Signal klicken.*
	Dann: rechte Maustaste–Processing–Set Reference: Reference
Value:	*0*
	Units: ppm
Peak Picking	*Option - Peak Pick*
Integration	*Option - Integrals*
Archivierung/Druck	*File – Print (Setup)*

Danach muss das Spektrum wiederum unter einem eindeutigen Namen gespeichert werden.

Die Vorgehensweise beim Integrieren ist als Online-Tutorial im Programm verlinkt.