

AVANCE NEO Beginners Guide

● Benutzerhandbuch

Version 001



© Bruker Corporation

Dieses Manual ist urheberrechtlich geschützt. Eine Reproduktion dieses Manuals oder einer entsprechenden Übersetzung ist, sei es im Ganzen oder auch nur auszugsweise, ohne schriftliche Zustimmung/Autorisierung durch Bruker untersagt. Bruker behält sich zu jedem Zeitpunkt vor, dieses Manual ohne vorherige Bekanntmachung/Ankündigung beliebig zu ändern.

© August 21, 2018 Bruker Corporation

Dokument-Nummer: 10000061273

T/N: H171804D

Inhaltsverzeichnis

1	Einführung	5
1.1	Gefahrenquellen	5
1.2	Softwareversion und Befehlssyntax.....	5
2	Sicherheit	7
2.1	Magnetische Sicherheit.....	7
2.1.1	Kryogen-Sicherheit	7
2.2	Elektrische Sicherheit	8
2.3	Chemische Sicherheit.....	8
2.4	CE-Zertifizierung	8
3	Einführung in Theorie und Terminologie	9
3.1	NMR-Analyse von Chloroform	11
3.2	Referenzverbindung, Hertz, ppm	13
3.3	Protonen-NMR – Chemische Verschiebung	14
3.4	Protonen-Spektrum von Benzol	15
3.5	Protonen-Spektrum von Benzylacetat	16
3.6	Protonen-Spektrum von Ethylbenzol mit Spin-Spin-Kopplung.....	18
3.7	Entkopplung	20
3.8	FID und Spektrum.....	21
4	Systembeschreibung	23
4.1	Übersicht über die AVANCE-Architektur.....	24
4.1.1	Bedienerkonsole und Verbindungen	24
4.2	Konsole	24
4.3	Verbindung zwischen dem Host-Computer und dem AQS.....	26
4.4	Magnet, Shimming-System, HPPR und Probenkopf	26
4.5	Der Magnet und das Magnet-Dewargefäß.....	27
4.5.1	Raumtemperatur-Probenschlacht.....	28
4.5.2	Heliumtank	28
4.5.3	Stickstofftank.....	29
4.6	Einführung in das Locking-System	29
4.7	Probenköpfe.....	30
4.8	Breitband-Probenkopf	32
4.9	iProbe.....	33
4.10	Wechseln eines Probenkopfs	34
5	Grundlegende Verfahrensschritte	35
5.1	Das TopSpin-Fenster	35
5.1.1	Erstellen eines neuen Datensatzes	36
5.1.2	Vorbereitung der Probe.....	38
5.2	Einführen der Probe samt Spinner in den Magneten.....	39
5.3	Locking der Probe.....	39
5.4	Tuning und Matching des Probenkopfs	41
5.4.1	Mit ATM ausgestattete Probenköpfe unter Verwendung der automatisierten Abstimmungsroutine	41

5.4.2	Mit ATM ausgestattete Probenköpfe unter Verwendung der manuellen Abstimmungsroutine	42
5.5	Spinning der Probe	45
5.6	Shimming	45
5.6.1	Routine-Shimming mittels TopShim	45
5.7	Einrichten der probenkopf-/lösungsmittelabhängigen Parameter	46
5.8	Anpassen der Empfänger-Verstärkung	46
5.9	Starten der Erfassung	46
5.10	Verarbeitung der Daten	47
6	Vorbereitung für die Erfassung, frequenzabhängige Parameter	49
6.1	Frequenz	49
6.2	Numerische Erklärung von Einstrahl-, Basis- und Offset-Frequenz	50
7	Die NMR-Probe	53
7.1	Wahl des Lösungsmittels	53
7.2	Probenröhrchen	54
7.3	Handhabung der Probe	55
8	Protonen-Spektrum	57
8.1	Konfiguration eines Experiments	57
8.2	Akquisition	61
8.3	Verarbeitung	62
8.4	Integration	63
8.5	Plotten des 1D-Protonen-Spektrums	66
8.6	Optimieren der Spektralbreite (Sweep Width)	67
9	¹³C-Spektrum mit Protonen-Entkopplung	69
9.1	Konfiguration eines Experiments	70
9.2	Akquisition	72
9.3	Verarbeitung	73
9.4	Peak Picking (Signalspitzenauswahl)	75
9.5	Plotten des 1D-Kohlenstoff-Spektrums	76
10	Kontaktinformationen	79
	Abbildung	81
	Tabellen	83
	Glossar	85
	Index	87

1 Einführung

Zielsetzung dieses Handbuchs ist die Beschreibung der Grundkomponenten eines Bruker Spektrometers, seines Funktionsumfangs und seiner Ansteuerung durch die TopSpin-Software zum Zweck der Akquisition von NMR-Daten. Dies sollte einen vergleichsweise unerfahrenen Anwender befähigen, eine Reihe von grundlegenden 1-D-High-Resolution-(HR-)NMR-Experimenten durchzuführen. Als Probensubstanz findet Menthylanthranilat Verwendung. Protonen-Beobachtungen wie auch Kohlenstoff-Beobachtungen mit Protonen-Entkopplung werden behandelt. Um den Anwender zu unterstützen, werden die mit dem TopSpin-Softwarepaket mitgelieferten Standard-Parametersätze verwendet. Dies minimiert die am Spektrometer selbst verbrachte Zeit, insbesondere wenn eine vergleichsweise große Zahl von Studenten im Grundstudium ausgebildet werden muss. In dem hier gewählten Szenario kann die Datenverarbeitung unter Verwendung der mit der Spektrometer-Dokumentation mitgelieferten Schulungsunterlagen mühelos auf einem separaten PC durchgeführt werden.

Für die Anleitung unter Verwendung dieses Handbuchs wird Folgendes vorausgesetzt:

- Der Anwender besitzt grundlegende Kenntnisse in der Verwendung des TopSpin-Softwarepakets.
- Der Anwender verfügt über einen oder mehrere Probenköpfe für die Beobachtung von Protonen und die Beobachtung von Kohlenstoff bei Protonen-Entkopplung.
- Der Anwender verfügt über grundlegende Kenntnisse in der Verwendung der Workflow-Registerkarten und Schaltflächen des TopSpin-Fensters.

Auch wenn größte Anstrengungen unternommen wurden, um eine wirkliche Schritt-für-Schritt-Beschreibung zu erstellen, werden bei neuen Anwendern unweigerlich gewisse Fragen auftreten, so dass diese von Zeit zu Zeit der Unterstützung durch einen erfahreneren Anwender bedürfen. Dieses Handbuch verfolgt das Ziel, Anwender soweit praktikabel zu einem unabhängigen Arbeiten zu befähigen und ihnen ein grundlegendes Verständnis für die Anwendung des Systems zu vermitteln. Die Autoren gehen davon aus, dass die Verwendung dieses Handbuchs in einer substantiellen Reduzierung des zeitlichen Aufwands für die Schulung neuer Anwender resultiert.

1.1 Gefahrenquellen

Das Kapitel „Sicherheit“ befasst sich detailliert mit Sicherheitsaspekten, jedoch sei bereits an dieser Stelle auf potenzielle Gefahren hingewiesen, die beim Umgang mit einem NMR-Spektrometer durch Anwender, die neu in das Gerät eingewiesen werden, auftreten können. Für ein derart hochentwickeltes Gerät gibt es für unerfahrene Anwender überraschend wenige Möglichkeiten, Schaden anzurichten, daher sollen hier nur die wichtigsten aufgeführt werden. Die wahrscheinlichsten Schadensursachen im normalen Betrieb sind:

- Entfernen einer Probe aus dem Magneten bei noch verschlossenem Probenschacht
- Einführen einer Probe in den Magneten, ohne dass ein unterstützendes Luftkissen vorliegt
- Nicht angeschlossene Kabel oder schlecht abgestimmte Probenköpfe

Neue Anwender sind angehalten, sich vor allen weiteren Schritten zunächst mit diesen potenziellen Gefahren vertraut zu machen. Systemverantwortlichen wird angeraten, sicherzustellen, dass neue Anwender die oben aufgeführten Probleme verstanden haben.

1.2 Softwareversion und Befehlssyntax

Dieses Handbuch wurde für TopSpin Version 4.0 erstellt. Im Verlauf des Handbuchs werden Verfahren für die Eingabe diverser Befehle skizziert.

2 Sicherheit

Der vergleichsweise starke Magnet ist der sicherheitsrelevante Aspekt, in dem sich NMR-Spektrometer von den meisten anderen Laborgeräten unterscheiden. Bei der Auslegung eines NMR-Labors oder der Ausbildung von Personal für die Arbeit im oder im Umfeld des Labors ist kein anderer Aspekt von größerer Bedeutung. Solange die korrekten Verfahrensweisen eingehalten werden, ist das Arbeiten in der Umgebung von supraleitenden Magneten absolut sicher und ohne bekannte schädliche medizinische Nebenwirkungen. Nachlässigkeiten können jedoch schwere Unfälle zur Folge haben.

Der Magnet stellt aus zweierlei Gründen eine potenzielle Gefahrenquelle dar:

- Er zieht ferromagnetische Objekte mit großer Kraft an.
- Er enthält große Mengen an flüssigem Stickstoff und flüssigem Helium.

2.1 Magnetische Sicherheit

Der Magnet ist in allen Richtungen von einem Magnetfeld umgeben. Dieses Feld (auch als Streufeld bezeichnet) ist unsichtbar, weshalb an entsprechenden Stellen unbedingt entsprechende Warnhinweise anzubringen sind. Aus ferromagnetischen Materialien (z. B. Eisen, Stahl usw.) bestehende Objekte werden vom Magneten angezogen. Gerät ein ferromagnetisches Objekt zu nah an den Magneten, kann es plötzlich und mit beachtlicher Kraft in den Magneten gezogen werden. Dies kann nicht nur den Magneten beschädigen, sondern auch bei in der Bahn des Objekts befindlichen Personen Verletzungen hervorrufen!

Im Umfeld des Magneten arbeitende Personen müssen sich der potenziellen Gefahren unbedingt vollumfänglich bewusst sein. Von besonderer Bedeutung ist es, Personen mit Herzschrittmacher oder metallischen Implantaten zu jeder Zeit vom Magneten fernzuhalten.

Da die Stärke des Streufelds mit zunehmender Entfernung vom Magneten deutlich nachlässt, müssen Aspekte der Arbeitsplatzsicherheit im Umfeld von Magneten unbedingt mit dem Systemverantwortlichen besprochen werden.

2.1.1 Kryogen-Sicherheit

Der Magnet enthält vergleichsweise große Mengen an flüssigem Helium und flüssigem Stickstoff. Diese als „Kryogene“ bezeichneten Flüssigkeiten dienen dazu, den Magnetkern auf einer sehr tiefen Temperatur zu halten.

Aufgrund der sehr tiefen Temperaturen, die beim Umgang mit Kryogenen auftreten können, ist dabei die Verwendung von **Handschuhen**, einem **langärmeligen Hemd oder Labormantel** und einer **Schutzbrille** unverzichtbar. Direkter Kontakt mit diesen Flüssigkeiten kann Erfrierungen zur Folge haben. Der Systemverantwortliche muss dafür Sorge tragen, dass verdampfende Gase frei aus dem Magneten entweichen können, d. h., die Ablassventile dürfen nicht blockiert sein. Dies ist regelmäßig zu kontrollieren. Versuchen Sie keinesfalls, ohne Schulung in der korrekten Vorgehensweise den Magneten mit Helium oder Stickstoff aufzufüllen.

Helium und Stickstoff sind nichttoxische Gase. Da es jedoch jederzeit zu einem **Quench** kommen kann, bei dem sich der Raum schlagartig mit verdampften Gasen füllt, muss stets für angemessene Belüftung gesorgt werden.

2.2 Elektrische Sicherheit

Die Spektrometer-Hardware ist nicht gefährlicher oder ungefährlicher als jede andere typische elektronische oder pneumatische Hardware und muss entsprechend behandelt werden. Nehmen Sie keinesfalls irgendwelche Schutzabdeckungen von den diversen Einheiten ab. Diese wurden zu Ihrem Schutz angebracht und dürfen nur durch qualifiziertes Servicepersonal geöffnet werden. Die Hauptabdeckung an der Rückseite der Konsole ist so konzipiert, dass sie durch Lösen von zwei Schnellverschlusschrauben abgenommen werden kann. Jedoch gilt auch hier, dass dies nur durch geschultes Personal erfolgen darf. Bitte beachten Sie, dass die Kühllüfter an der rückwärtigen Abdeckung auch nach Abnehmen der Abdeckung weiterlaufen, sofern sie nicht abgeklemmt werden.

2.3 Chemische Sicherheit

Der Anwender muss sich der etwaigen in den zu analysierenden Proben begründeten Gefahren vollumfänglich bewusst sein. Organische Verbindungen können leicht entzündlich, korrosiv, karzinogen usw. sein.

2.4 CE-Zertifizierung

Sämtliche Haupt-Hardwarekomponenten der AVANCE-Konsolen sowie Peripherie-Komponenten wie HPPR, Shimming-Systeme und Probenköpfe genügen der CE-Konformitätserklärung. Dies gilt für die Intensität möglicherweise ausgestrahlter elektromagnetischer Streustrahlung ebenso wie für konventionelle elektrische Gefahren. Beachten Sie bitte, dass die Türen der Konsole geschlossen und die hintere Abdeckung angebracht sein müssen, um das Austreten elektromagnetischer Strahlung zu minimieren.



Hinweis: Das auf der BASH-DVD enthaltene Handbuch *AVANCE Systems General Safety Considerations* (Teilenummer Z31836) enthält zusätzliche Sicherheitsinformationen zu AVANCE-Systemen.

3 Einführung in Theorie und Terminologie

Bei der NMR-Spektroskopie (kurz „NMR“) handelt es sich um eine Technik für die Analyse der Struktur von Molekülen (primär organische Verbindungen). Eine typische Verbindung könnte aus Kohlenstoff-, Wasserstoff- und Sauerstoffatomen bestehen.

In seiner einfachsten Form umfasst ein NMR-Experiment die folgenden drei Schritte:

1. Einsetzen der Probe in ein statisches Magnetfeld
2. Anregen der Kerne in der Probe durch einen Hochfrequenzimpuls
3. Messen der Frequenz der von der Probe ausgesandten Signale

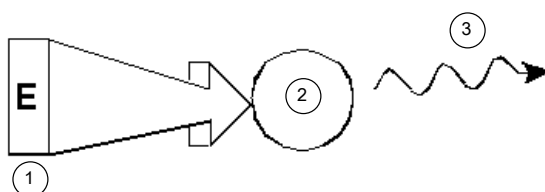


Abbildung 3.1: Anregung und Antwort

1.	Anregungsimpuls	2.	Atom
3.	Ausgesandtes Signal		

Aus den ausgesandten Frequenzen kann der Analytiker Informationen über die Bindungen und die Anordnung der Atome in der Probe ableiten. Die NMR-aktiven Kerne in der Probe schwingen bei unterschiedlichen Frequenzen, den so genannten **Resonanzfrequenzen**, mit. Hierbei handelt es sich um die von den Kernen nach Anregung durch einen Hochfrequenzimpuls ausgesandten Frequenzen. Der Wert der jeweiligen Resonanzfrequenz hängt von zwei Faktoren ab:

1) Art des Kerns:

Jedes Isotop weist in seinem Kern eine bestimmte Kombination von Protonen und Neutronen auf. Diese Kernstruktur bestimmt im Wesentlichen den Wert der Resonanzfrequenz. Jedes Isotop besitzt somit eine **Basis-Resonanzfrequenz**. ^{13}C -Kerne haben eine andere Basis-Resonanzfrequenz als ^1H -Kerne usw. Beachten Sie die in der nachstehenden Tabelle dokumentierte große Bandbreite der Basis-Resonanzfrequenzen verschiedener Isotope:

Kern	NMR-aktiv	Basis-Resonanzfrequenz (ca.) [MHz]	Natürliches Vorkommen [%]
^1H	ja	500	99.98
^2H	ja	77	0.015
^3H	ja	533	Spuren (ca. 10^{-18})
^{12}C	nein	---	98.89
^{13}C	ja	126	1.11
^{35}Cl	ja	49	75.77
^{37}Cl	ja	41	24.23

Tabelle 3.1: Datentabelle für verschiedene Isotope (Frequenzangaben für einen 11,7-T-Magneten)

2) Lokale atomare Umgebung:

Der Basis-Resonanzfrequenz überlagert ist ein Effekt, der auf die lokale atomare Umgebung, in der sich das Isotop befindet, zurückzuführen ist. Der präzise Wert der Resonanzfrequenz eines ^1H -Kerns in einer bestimmten Verbindung hängt davon ab, an welche Atome der Kern gebunden und von welchen Atomen er umgeben ist. Der Kern ist von Elektronen umhüllt, die als sich bewegende elektrische Ladungen mit zugehörigen Magnetfeldern angesehen werden können. Diese Elektronen bewirken eine magnetische Abschirmung des Kerns. Das Ausmaß dieser Abschirmung hängt von der exakten lokalen atomaren Umgebung ab. Das Ausmaß der typischen Abweichungen des lokalen Felds – die in einer Frequenzabweichung resultieren – hängt von dem jeweiligen Isotop und der Stärke des Magnetfelds, in das die Probe eingebracht wurde, ab. Die nachstehende Tabelle zeigt die typische Frequenzabweichung für zwei der gängigsten NMR-Kerne: ^1H und ^{13}C . Natürlich wirkt sich die lokale atomare Umgebung nur in vergleichsweise geringem Ausmaß auf die Basis-Resonanzfrequenz aus.

Kern	Durch die lokale atomare Umgebung hervorgerufene typische Abweichung der Basis-Resonanzfrequenz
^1H	6 kHz
^{13}C	30 kHz

Tabelle 3.2: Frequenzabweichungen (Angaben für einen 11,7-T-Magneten)

NMR-Signale werden üblicherweise als Spektren dargestellt und in Hinsicht auf die beiden Parameter **Frequenz** und **Intensität** analysiert. Konventionsgemäß wird die Frequenz bei NMR-Spektren auf der x-Achse und mit nach links zunehmenden Werten aufgetragen.

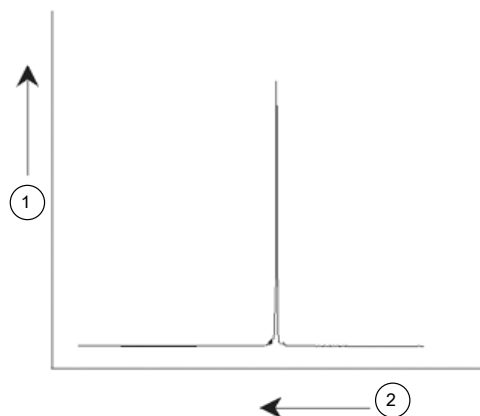


Abbildung 3.2: NMR-Spektrum

1.	Intensität
2.	Frequenz

Wie vorstehend bereits erwähnt liefert die Frequenz qualitative Informationen zur lokalen atomaren Umgebung. Das **Integral** der **Intensität** eines Signals, d. h. die Fläche unter dem Spektrum, ist ein **Maß** für die **Signalstärke**. Das Integral ist direkt proportional zur Anzahl der Kerne, die zu dem Signal bei einer bestimmten Frequenz beitragen (sofern alle Kerne gleichmäßig angeregt werden), und liefert damit quantitative Informationen zur chemischen Struktur.

Um im Rahmen eines NMR-Experiments einen bestimmten Kern anzuregen, muss die Frequenz des Anregungspulses möglichst nahe bei der Resonanzfrequenz dieses Kerns liegen. Diese Frequenz wird als **Trägerfrequenz** bezeichnet. Die Durchführung von Experimenten unter Verwendung eines 11,7-T-Magneten erfordert somit für ^1H -Kerne eine Trägerfrequenz von etwa 500 MHz, während die Trägerfrequenz für ^{13}C -Kerne möglichst nah bei 126 MHz liegen muss. Die Trägerfrequenz wird durch den Parameter SFO1 festgelegt. Der durch diese Trägerfrequenz angeregte Kern wird als „**beobachteter Kern**“ bezeichnet.

Beachten Sie bitte, dass bei manchen Experimenten mehr als ein Kern angeregt wird, beispielsweise bei einem Polarisationstransfer oder einer Entkopplung. In Fällen wie diesen liegen mehrere Trägerfrequenzen vor, jedoch nach wie vor nur eine beobachtete Frequenz.

Nicht alle **Isotope** antworten auf Hochfrequenzpulse, d. h. nicht alle sind **NMR-aktiv**. Das Element Wasserstoff ist in der Natur durch drei Isotope vertreten: ^1H (Wasserstoff), ^2H (Deuterium) und ^3H (Tritium, radioaktiv!). Der Anteil dieser Isotope an dem in der Natur vorkommenden Wasserstoff liegt bei 99,98 %, 0,015 % bzw. 0,005 %. Alle drei Isotope sind NMR-aktiv, obwohl sie, wie Tabelle 3.1 zu entnehmen ist, große Unterschiede in der Resonanzfrequenz aufweisen. Um eine Probe auf Wasserstoff zu analysieren, wird das Isotop ^1H angeregt, da dieses bei weitem am häufigsten auftritt. Von den in der Natur vorkommenden Kohlenstoff-Isotopen ist nur eines NMR-aktiv. Das bei weitem häufigste Isotop, ^{12}C (natürliches Vorkommen: 98,89 %) ist NMR-inaktiv. Die NMR-Analyse von organischen Verbindungen auf Kohlenstoff basiert somit auf dem vom Isotop ^{13}C , dessen natürliches Vorkommen bei 1,11 % liegt, ausgesandten Signalen. Offensichtlich ist die NMR-Analyse auf Kohlenstoff schwieriger als beispielsweise die auf ^1H . (Weitere sich auf die Empfindlichkeit auswirkende Faktoren werden in den nächsten Abschnitten dieses Kapitels besprochen).

Nach dieser kurzen Einleitung in die NMR-Analyse soll nun zu Übungszwecken erläutert werden, wie die Technik für die Analyse der Zusammensetzung einer einfachen organischen Verbindung eingesetzt werden kann: Chloroform (CHCl_3).

3.1 NMR-Analyse von Chloroform

Wie in der nachstehenden Abbildung skizziert können drei separate, auf die drei möglichen beobachteten Kerne ^1H , ^{13}C und ^{35}Cl abgestimmte Experimente durchgeführt werden.

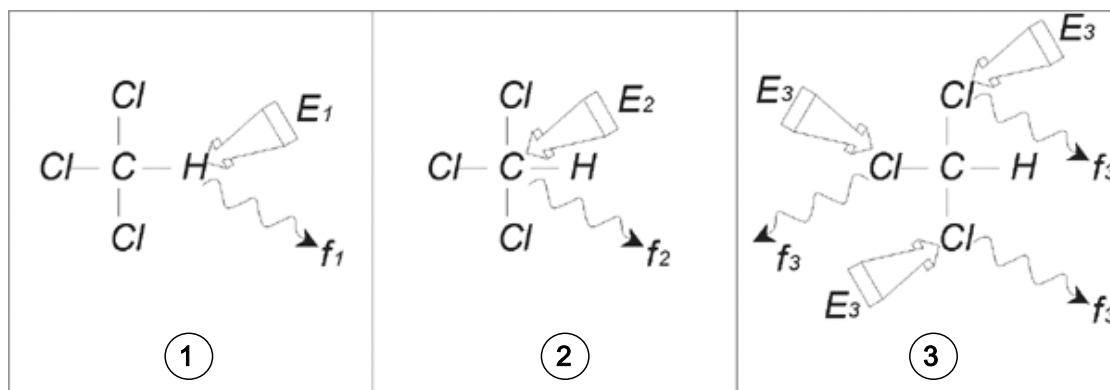


Abbildung 3.3: NMR-Analyse von CHCl_3

1	Anregung E_1
2	Anregung E_2
3	Anregung E_3

Drei Anregungspulse (E_1 , E_2 , E_3) mit entsprechender Trägerfrequenz werden auf die Probe gerichtet. E_1 entspricht der Resonanzfrequenz von ^1H , E_2 der Resonanzfrequenz von ^{13}C , und E_3 schließlich der Resonanzfrequenz von ^{35}Cl . Vorausgesetzt, die drei Isotope wurden erfolgreich angeregt, sendet die Probe Signale bei den drei Frequenzen f_1 , f_2 und f_3 , die in drei separaten Spektren aufgezeichnet werden. Werden die ausgesandten Signale in einem Diagramm dargestellt, ergibt sich ein der nachstehenden Abbildung ähnliches Spektrum (beachten Sie bitte, dass die dargestellten Signalfrequenzen für einen 11,7-T-Magneten gelten und dass sämtliche Signale als Singulett, d. h. mit einer einzigen Signalspitze aufgetragen wurden).

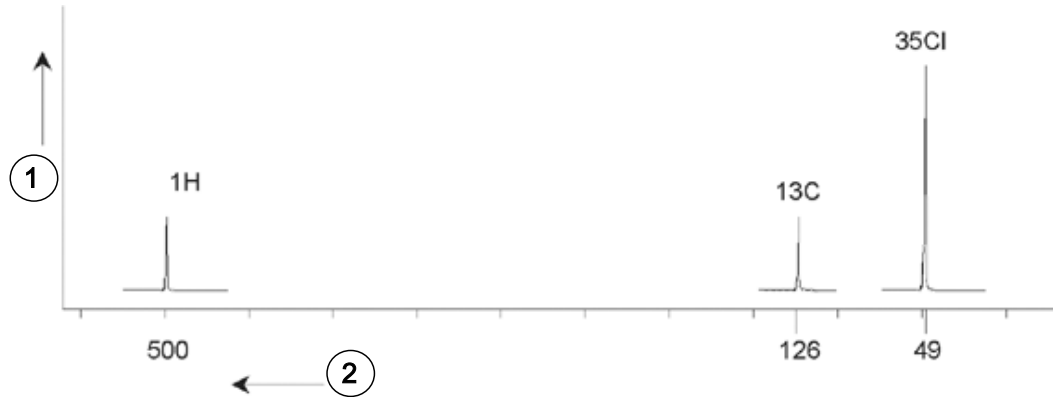


Abbildung 3.4: Von CHCl_3 ausgesandte NMR-Signale

1	Intensität
2	Frequenz (MHz)

Dieses künstliche Spektrum zeigt – den drei Isotopen entsprechend – drei Signalspitzen. Unter Berücksichtigung des relativen Anteils der drei Isotope in der Probe wäre eine Intensitätsverteilung der Signalspitzen von Chlor, Wasserstoff und Kohlenstoff im Verhältnis 3:1:1 zu erwarten. Da jedoch auch die natürliche Verteilung der drei Isotope zu berücksichtigen ist, ergibt sich ein Verhältnis von 227:100:1. Der Anwender wird jedoch feststellen, dass das experimentell ermittelte Verhältnis zwischen den Intensitäten der Signalspitzen nicht mit diesen Werten übereinstimmt. Ursächlich hierfür ist, dass jedes Isotop eine inhärente Empfindlichkeit für die NMR-Technik aufweist. ^1H ist 63-mal empfindlicher für die NMR-Technik als ^{13}C . Selbst wenn also eine Probe exakt dieselbe Anzahl an ^1H - und ^{13}C -Kernen aufweisen würde, wäre die Intensität des ^1H -Signals 63-fach höher als die des ^{13}C -Signals.

Mit einer Darstellung wie in der vorstehenden Abbildung gingen sämtliche Detailinformationen verloren, und die präzise Bestimmung einer Frequenz wäre unmöglich. Man spricht in diesem Zusammenhang von einem „Spektrum mit sehr schlechter Auflösung“ (die horizontale Auflösung eines Spektrums ist ein Maß dafür, wie gut das Spektrum zwei Signale mit dicht beieinanderliegender Frequenz trennt).

Eine weitere Komplikation ist der weitreichende Bereich bei der vertikalen Skalierung. Die Abweichungen in der inhärenten Empfindlichkeit für die NMR-Technik, gekoppelt mit den Abweichungen im natürlichen Vorkommen, machen die Darstellung der Signale verschiedener Isotope in einem einzigen Diagramm oftmals nicht praktikabel. Faktisch wäre die vertikale Auflösung des Spektrums sehr schlecht (die vertikale Auflösung, d. h. das Signal/Rausch-Verhältnis eines Spektrums, ist ein Maß für die Empfindlichkeit).

Wenn sich unsere Analyse von Chloroform als vergleichsweise kompliziert erweist, liegt dies daran, dass wir versuchen, die Signale von drei verschiedenen beobachteten Kernen in einem einzigen Spektrum miteinander zu vergleichen (hardware-/elektronik-bedingte Einschränkungen wollen wir hierbei ignorieren). In der Praxis werden NMR-Experimente daher mit nur einem einzelnen beobachteten Kern durchgeführt. Auch wenn bei Verwendung von mehr als einer Trägerfrequenz (z. B. bei Entkopplungs-Experimenten) mehrere Isotope simultan angeregt werden können, werden wir jeweils nur die Signale von einem einzelnen Isotop beobachten. Dies vereinfacht die Spektralanalyse erheblich.

Wie bereits erwähnt sind die auf die lokale atomare Umgebung zurückzuführenden Abweichungen in der Basis-Resonanzfrequenz tendenziell vergleichsweise gering, so dass nicht mit großen Spektralbereichen zu rechnen ist. Darüber hinaus sind das natürliche Vorkommen und die inhärente Empfindlichkeit für ein Isotop immer gleich. Die relative Intensität von beispielsweise zwei von ^1H -Isotopen ausgesandten Signalen in einem einzelnen Spektrum hängt somit ausschließlich von der Anzahl der zu dem Signal beitragenden Atome ab. Dieser Umstand vereinfacht die Analyse von Spektren auf quantitative Informationen erheblich. Bevor wir nun mit einer detaillierten Beschreibung der NMR-Technik fortfahren, muss sich der Leser mit dem Konzept der Quantifizierung von Signalen in *ppm* (parts per million) und bezogen auf ein Referenzsignal vertraut machen.

3.2 Referenzverbindung, Hertz, ppm

Wie bereits dargelegt wurde, werden NMR-Signale in Hinsicht auf zwei charakteristische Eigenschaften – Frequenz und Intensität – analysiert. Absolute Frequenzangaben erfolgen in Hertz (Hz, Schwingungen je Sekunde) oder Megahertz (MHz). Erfolgen alle Frequenzangaben unter Bezug auf eine Referenz, vereinfacht sich die Angabe von gemessenen Signalen. Für die ^1H -NMR-Spektroskopie wird als Referenzsubstanz die Verbindung Tetramethylsilan (TMS) empfohlen. Wird ein ^1H - oder ein ^{13}C -Spektrum erfasst, führt das Vorliegen von TMS in der Probe zu einer einzelnen, leicht identifizierbaren Signalspitze. Diese Signalspitze wird als Nullpunkt festgelegt, und die Frequenzen aller anderen Signalspitzen werden relativ zur TMS-Frequenz ausgedrückt. Auf diese Weise kann man beispielsweise sagen, dass ein Signal 2,5 kHz *oberhalb* der TMS-Signalspitze liegt. Dies ist der Angabe der absoluten Frequenz des Signals vorzuziehen, die beispielsweise „500,1325 MHz“ lauten könnte.

Durch die Referenzierung von Signalen auf die TMS-Signalspitze kann die Frequenz eines Signals mit einer deutlich geringeren Zahl von Ziffern ausgedrückt werden. Dies kann jedoch noch weiter vereinfacht werden, indem statt der Einheit „Hertz“ die Einheit „ppm“ genutzt wird. Die Einheit „ppm“ stellt Frequenzen als Bruchteil der von der Feldstärke des Magneten abhängigen absoluten Resonanzfrequenz dar. Bei Verwendung der Einheit „ppm“ ergibt sich der Vorteil, dass die Angabe von Frequenzen von der Feldstärke des Magneten unabhängig ist. Auf diese Weise können auf verschiedenen Spektrometern erfasste Spektren wesentlich leichter miteinander verglichen werden.

Die nachstehende Abbildung illustriert die Umrechnung zwischen den Einheiten „Hertz“ und „ppm“.

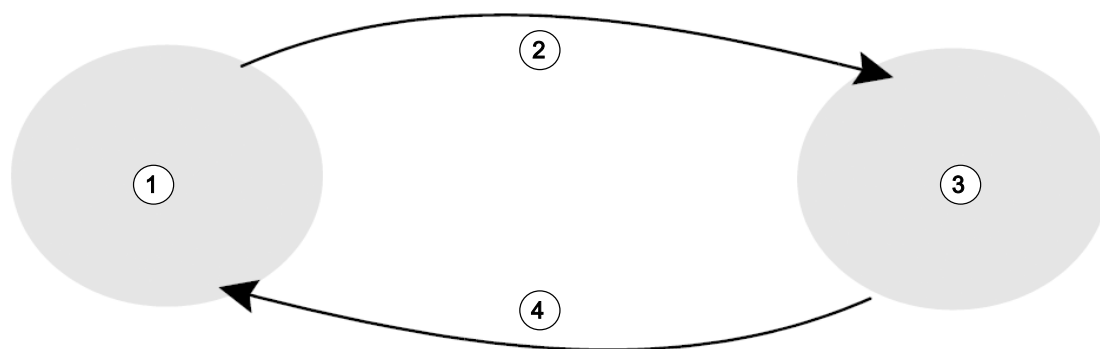


Abbildung 3.5: Umrechnung zwischen den Einheiten „Hertz“ und „ppm“

1	Hertz	3	ppm
2	Division durch die Trägerfrequenz (SFO1) [MHz]	4	Multiplikation mit der Trägerfrequenz (SFO1) [MHz]

Die Vorzüge der Verwendung der Einheit „ppm“ lassen sich am besten anhand eines praktischen Beispiels veranschaulichen.

Nehmen wir an, dass bei einer Trägerfrequenz (SFO1) von 500 MHz ein ^1H -Signal 2,5 kHz oberhalb der TMS-Signalspitze beobachtet wurde. Die Frequenz eines jeden ausgesandten NMR-Signals ist direkt proportional zur Feldstärke des Magneten. Bei einem 600-MHz-Spektrometer würde dasselbe Signal 3,0 kHz oberhalb der TMS-Signalspitze liegen, bei einem 400-MHz-Spektrometer hingegen 2,0 kHz oberhalb der TMS-Signalspitze. Eine einzelne Umrechnung wäre nicht besonders aufwändig, jedoch müsste diese für jede Signalspitze und für jedes System durchgeführt werden. Lassen Sie uns nun dasselbe Signal dargestellt in der Einheit „ppm“ betrachten.

Frequenz in Hertz dividiert durch SFO1 ergibt die Frequenz in ppm

Beispiele:

$$2500 \text{ Hz} / 500 \text{ MHz} = 5 \text{ ppm}$$

$$3000 \text{ Hz} / 600 \text{ MHz} = 5 \text{ ppm}$$

$$2000 \text{ Hz} / 400 \text{ MHz} = 5 \text{ ppm}$$

Das ^1H -Signal kann nun unabhängig von der Spektrometerfrequenz als 5 ppm *oberhalb* (d. h. links) der TMS-Signalspitze gelegen bezeichnet werden.

Erfahrene Anwender arbeiten ausschließlich mit der Einheit „ppm“, und bei in wissenschaftlichen Fachzeitschriften veröffentlichten Spektren weist die x-Achse eine „ppm“-Skalierung – d. h. keine „Hz“-Skalierung – auf.

Der Leser sollte sich gewisser Vereinfachungen im vorstehenden Beispiel bewusst sein. Der Wert der ^1H -Trägerfrequenz eines 500-MHz-Spektrometers beträgt nicht exakt 500 MHz. Die für die ppm-Umrechnung verwendete Trägerfrequenz muss stets dem exakten, dem Parameter SFO1 zugewiesenen Wert entsprechen. Gleiches gilt für 600-MHz- und 400-MHz-Spektrometer, bei denen die ^1H -Trägerfrequenz ebenfalls nicht bei exakt 600 MHz bzw. exakt 400 MHz liegt.

Beachten Sie bitte auch, dass ein positiver ppm-Wert eine über der Frequenz der TMS-Signalspitze, im Spektrum also *links* von dieser liegende Frequenz bezeichnet.

3.3 Protonen-NMR – Chemische Verschiebung

Da ^1H das bei NMR-Experimenten am häufigsten beobachtete Isotop darstellt, wollen wir uns nun detaillierter mit diesem befassen. Ein ^1H -Kern besteht aus einem einzelnen Proton. Spektren, in denen ^1H der beobachtete Kern ist, werden üblicherweise als Protonen-Spektren bezeichnet.

Wie bereits zuvor festgestellt, weist ein Proton in einem 11,7-T-Magneten eine Basis-Resonanzfrequenz von etwa 500 MHz auf, wobei jedoch die exakte Resonanzfrequenz von der lokalen atomaren Umgebung abhängt. Die Frequenz, mit der ein Proton in einem Chloroform-Molekül mitschwingt, unterscheidet sich leicht von der bei einem Proton in einem Benzol-Molekül (C_6H_6). Die ausgesandte Frequenz fungiert somit als Auszeichnung, die dem Analytiker qualitative Informationen zu der lokalen atomaren Umgebung liefert, in der sich ein Proton befindet. Genau dies stellt die Grundlage der NMR-Spektroskopie dar.

Die Abweichung in der präzisen Resonanzfrequenz wird als *Chemische Verschiebung* bezeichnet. Der Einfluss benachbarter Atome, insbesondere jedoch die bereits besprochene magnetische Abschirmung durch lokale Elektronen, bewirken eine Verschiebung der Resonanzfrequenz. Das Ausmaß der Verschiebung wird üblicherweise in ppm relativ zur TMS-Signalspitze angegeben, wobei letztere als Referenz mit 0 ppm festgelegt wird.

Unabhängig davon, an welche organische Verbindung sie gebunden sind, weisen Protonen im Normalfall eine chemische Verschiebung von maximal 14 ppm (relativ zur TMS-Signalspitze) auf. Die nachstehende Abbildung illustriert die typische chemische Verschiebung von Protonen in organischen Verbindungen.

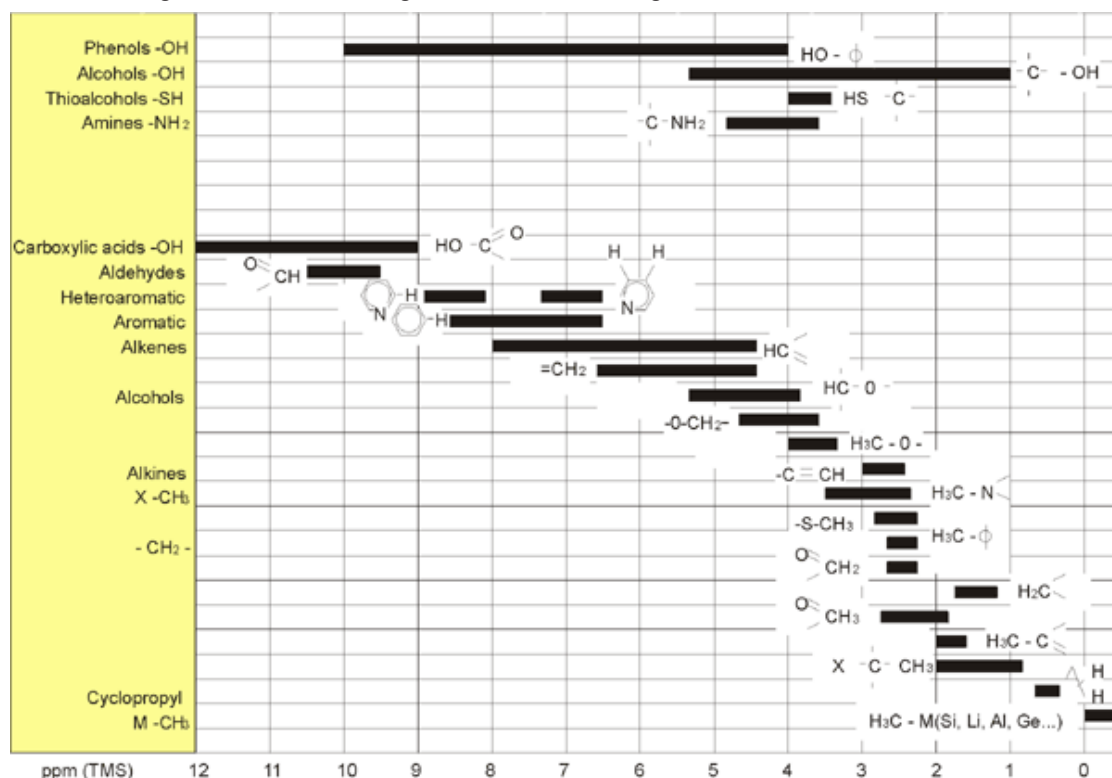


Abbildung 3.6: Chemische Verschiebung des ^1H -Signals in organischen Verbindungen

3.4 Protonen-Spektrum von Benzol

Die nachfolgende Abbildung zeigt die Struktur des Benzol-Rings:

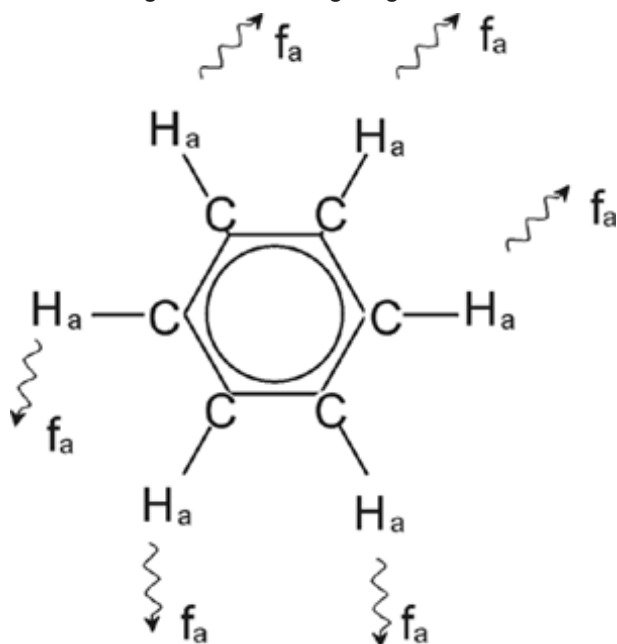


Abbildung 3.7: Benzol-Ring

Alle sechs Protonen (bezeichnet als H_a) können als identisch angesehen werden. Jedes der Protonen ist über eine Einfachbindung an ein Kohlenstoffatom gebunden. Jedes Kohlenstoffatom wiederum ist über jeweils eine aromatische Bindung an seine beiden benachbarten Kohlenstoffatome gebunden. Folglich befindet sich jedes der sechs Protonen in einer identischen chemischen Umgebung, und die Protonen werden als *chemisch äquivalent*, in diesem Fall sogar als *magnetisch äquivalent* bezeichnet. Bei Anregung werden sie alle auf exakt derselben Resonanzfrequenz f_1 mitschwingen, ohne ein Kopplungsmuster zu zeigen. Für reines Benzol können wir daher ein einzelnes Signal erwarten. Die nachstehende Abbildung zeigt ein Spektrum von Benzol in Aceton- d_6 ; das Signal liegt bei 7,5 ppm.

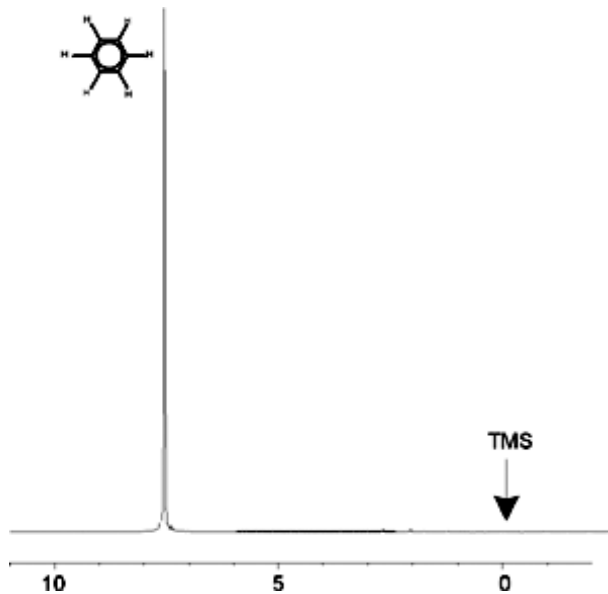


Abbildung 3.8: Benzol-Spektrum

3.5 Protonen-Spektrum von Benzylacetat

Benzylacetat ($C_6H_5-CH_2-O-CO-CH_3$, Strukturformel siehe nachstehende Abbildung) ist ein komplexeres organisches Molekül.

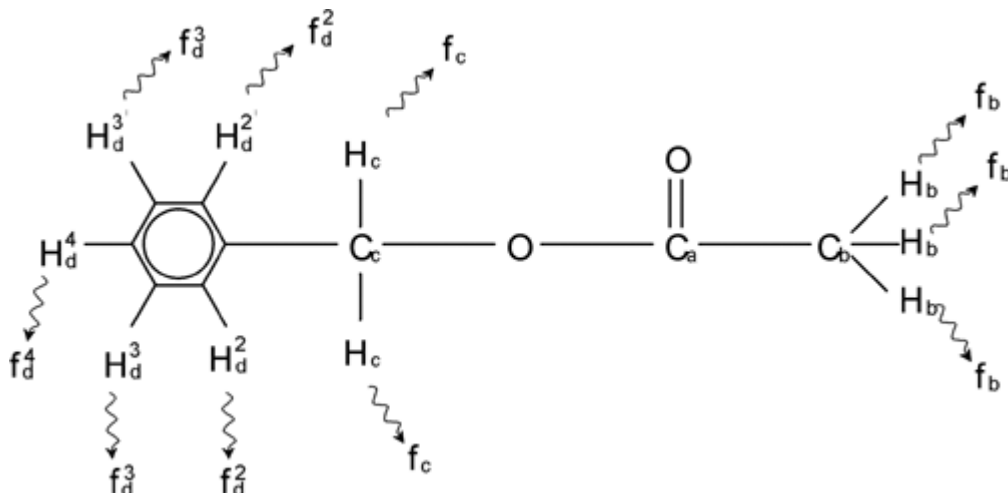


Abbildung 3.9: Benzylacetat

Hier können wir zwischen drei verschiedenen, entsprechend bezeichneten Gruppen von Protonen unterscheiden. Beispielsweise befinden sich die drei mit H_b bezeichneten Protonen eindeutig in einer anderen atomaren Umgebung als die beiden mit H_c bezeichneten Protonen.

Die drei H_b -Protonen sind an das Kohlenstoffatom C_b gebunden, das wiederum über eine Einzelbindung an ein weiteres Kohlenstoffatom C_a gebunden ist. Die beiden H_c -Protonen sind an das Kohlenstoffatom C_c gebunden, das selbst wiederum über jeweils eine Einzelbindung an den Benzol-Ring einerseits und an ein Sauerstoffatom andererseits gebunden ist. Die dritte Gruppe von Protonen besteht aus den fünf H_d -Protonen des Benzol-Rings selbst. Die nachstehende Abbildung zeigt das Protonen-Spektrum von Benzylacetat in Aceton- d_6 . In diesem Spektrum erwarten wir drei den drei Protonen-Gruppen entsprechende Signale.

Beachten Sie bitte, dass sich die Lage der den Protonen des Benzol-Rings entsprechenden Signale (in der nachstehenden Abbildung zu sehen) im Vergleich zur Situation beim reinen Benzol-Ring leicht von 7,5 ppm nach etwa 7,2 ppm verschoben hat.

Die Protonen des Benzol-Rings sind hier nicht mehr magnetisch äquivalent, ja in gewisser Hinsicht noch nicht einmal mehr chemisch äquivalent. Abbildung 3.10 lässt klar erkennen, dass es sich bei dem von den H_d -Protonen stammenden Signal um ein Multiplett handelt. Derartige Details wollen wir jedoch bis zum nächsten Abschnitt zurückstellen. Die drei in dieser Abbildung dargestellten Protonen-Signalspitzen weisen eindeutig unterschiedliche Intensitäten auf.

Die quantitative Analyse dieses Spektrums ist vergleichbar einfach, da alle Signale von demselben 1H -Isotop ausgesandt werden, d. h. natürliches Vorkommen und inhärente Empfindlichkeit für die NMR-Technik sind für alle Signalspitzen dieselben. Die Fläche unter den Signalspitzen für den Benzol-Ring, die CH_2 -Gruppe und CH_3 -Gruppe sollten entsprechend der Anzahl der jeweils beteiligten Protonen ein Verhältnis von 5:2:3 aufweisen.

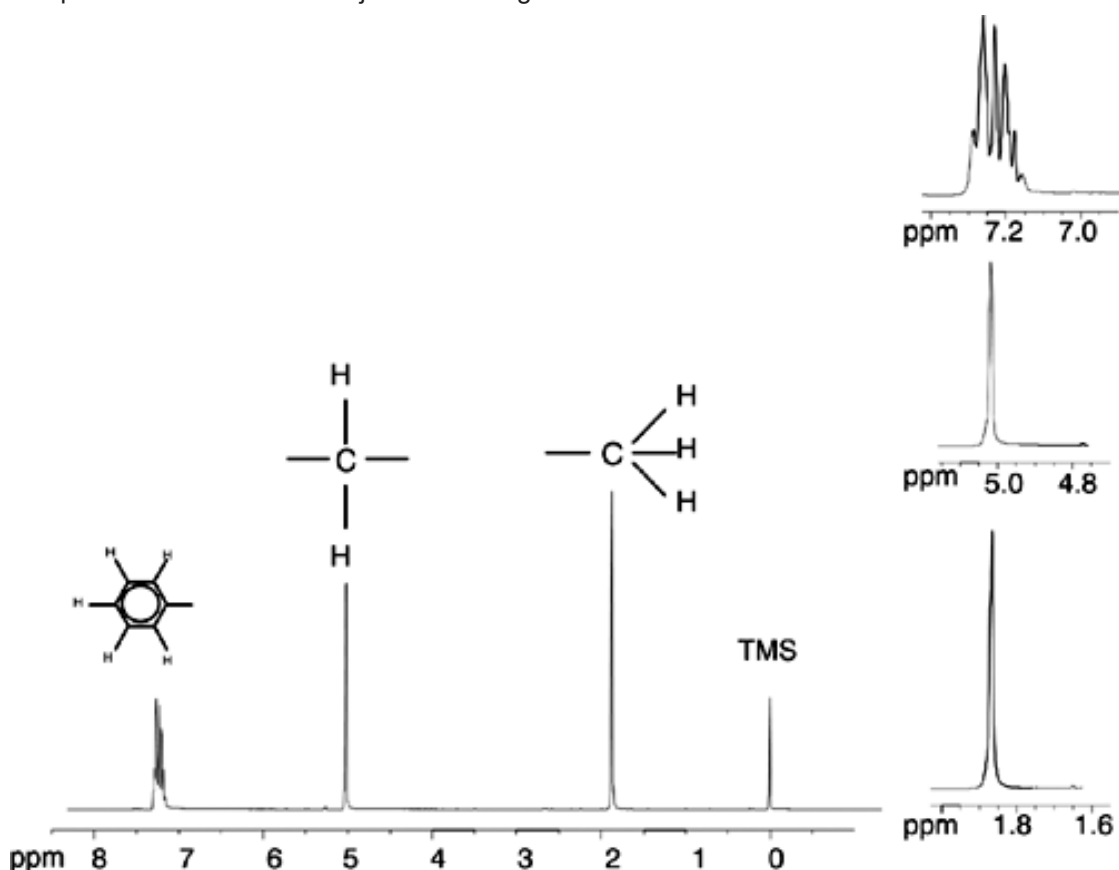


Abbildung 3.10: Protonen-Spektrum von Benzylacetat

3.6 Protonen-Spektrum von Ethylbenzol mit Spin-Spin-Kopplung

In den bisherigen Beispielen gestattete der Umstand, dass es sich bei allen Signalen – mit Ausnahme derer vom Benzol-Ring bei Benzylacetat – um Singulett handelte, eine besonders einfache Beschreibung der Protonen-NMR-Spektren. Die Abbildungen „Ethylbenzol“ und „Ethylbenzol-Spektrum“ zeigen die Struktur und das zugehörige Protonen-Spektrum der organischen Verbindung Ethylbenzol. Wie zuvor wurden die Protonen nach den drei grundlegenden atomaren Umgebungen in drei Gruppen unterteilt und entsprechend bezeichnet.

Der auffälligste Unterschied zwischen den Signalen in diesem Spektrum und denen im Benzylacetat-Spektrum ist die Aufspaltung in **Multipletts**. Bei dem von den CH₃-Protonen ausgesandten Signal handelt es sich um ein **Triplet**, bei dem von den CH₂-Protonen ausgesandten Signal gar um ein **Quartett**. Beachten Sie auch, dass die Signallagen nicht übereinstimmen. Beim Benzylacetat senden die CH₃-Protonen ein Signal bei 1,85 ppm aus, wohingegen die entsprechenden CH₃-Protonen von Ethylbenzol ein Triplet-Signal bei 1,25 ppm aussenden. Dies ist kaum verwunderlich, da sich die beiden CH₃-Gruppen in unterschiedlichen chemischen Umgebungen befinden.

Ursächlich für die Aufspaltung in Multipletts ist ein als Spin-Spin-Kopplung bezeichneter Effekt. Eine umfassende Behandlung dieses Effekts würde den Rahmen dieses Handbuch sprengen; der Leser sei hier auf die Standardtexte zur NMR-Spektroskopie verwiesen. Für unsere Zwecke soll ein kurzer Abriss zur Spin-Spin-Kopplung genügen.

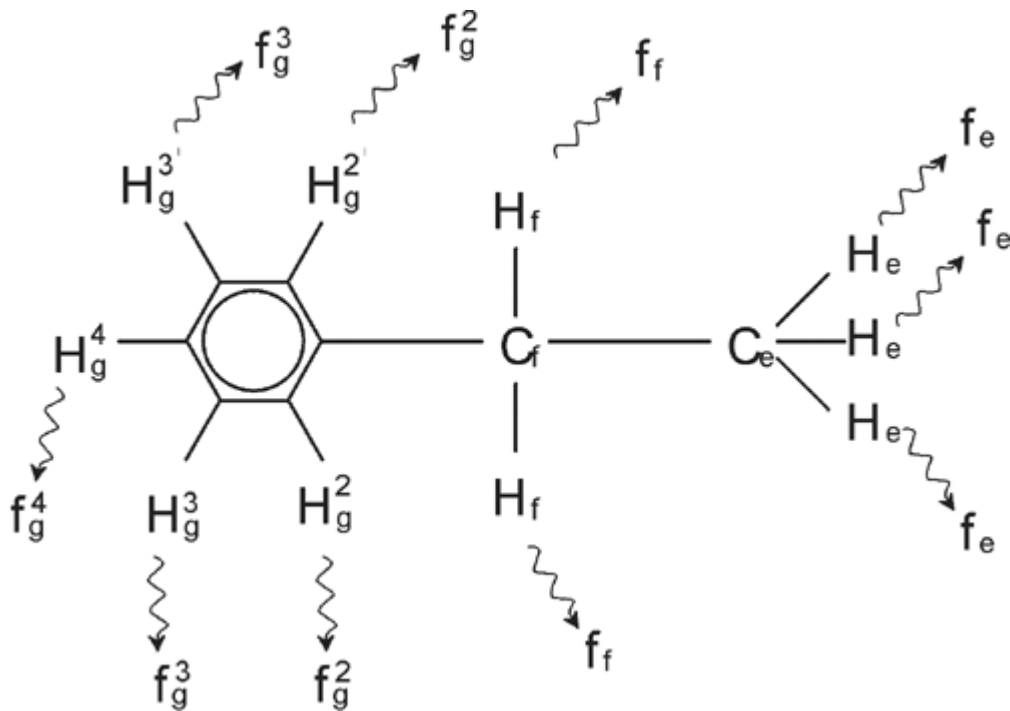


Abbildung 3.11: Ethylbenzol

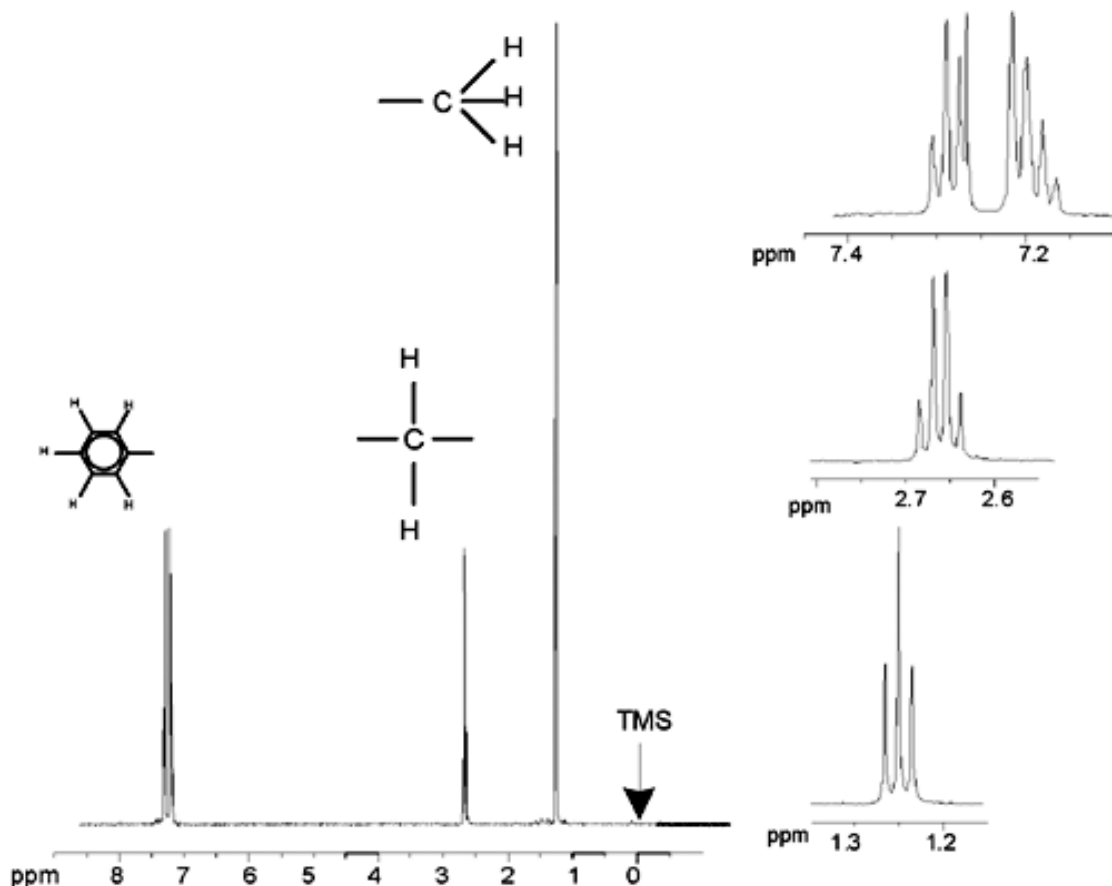


Abbildung 3.12: Ethylbenzol-Spektrum

Die in der Abbildung „Ethylbenzol-Spektrum“ erkennbare Aufspaltung der NMR-Signale resultiert aus einer magnetischen Wechselwirkung zwischen benachbarten Protonen. Die beiden H_b-Protonen sind magnetisch äquivalent und beeinflussen einander nicht. Ebenso sind die drei H_a-Protonen magnetisch äquivalent und beeinflussen einander nicht. Die beiden H_b-Protonen und die drei H_c-Protonen befinden sich jedoch in unterschiedlichen lokalen Umgebungen und „koppeln“ über die Bindungselektronen. Diese Kopplung führt letztlich dazu, dass die beiden Gruppen von Protonen einander beeinflussen, was die Aufspaltung der NMR-Signale zur Folge hat.

In Kombination können die beiden H_b-Protonen in drei möglichen magnetischen Konfigurationen vorliegen (dies ist eine Folge der Spin-Ausrichtung, daher auch die Bezeichnung „Spin-Spin-Kopplung“). Als Ergebnis dieser Kopplung schwingen die H_a-Protonen auf drei möglichen Frequenzen mit, so dass ein Triplet zu beobachten ist.

Analog bewirken die H_c-Protonen eine Aufspaltung der H_b-Signale. Die drei H_c-Protonen können in Kombination in vier möglichen magnetischen Konfigurationen vorliegen. Folglich schwingen die H_b-Protonen auf vier möglichen Frequenzen mit, wodurch das Signal in ein Quartett aufgespalten ist.

Auch die von den Protonen des Benzol-Rings ausgesandten Signale sind aufgrund der magnetischen Nicht-Äquivalenz und der daraus resultierenden Spin-Spin-Kopplung aufgespalten. Es stellt sich nun die Frage, warum die CH₂- und CH₃-Protonen des Ethylbenzols einander beeinflussen, wohingegen die beiden vergleichbaren Protonen-Gruppen des Benzylacetats dies nicht tun. Die Antwort ist in der Anzahl der Bindungen, durch die die beiden Gruppen getrennt sind, zu finden. Bei Ethylbenzol sind die beiden Protonen-Gruppen an benachbarte Kohlenstoffatome gebunden, so dass eine hinreichende Wechselwirkung erwartet werden kann. Bei Benzylacetat hingegen liegen zwischen den beiden Kohlenstoffatomen C_α und C_β ein Sauerstoffatom und ein weiteres Kohlenstoffatom und damit zwei weitere Bindungen. Dies hat zur Folge, dass die beiden Protonen-Gruppen zu weit voneinander entfernt sind, um noch eine relevante Spin-Spin-Kopplung zu erfahren.

3.7 Entkopplung

Die Auswirkungen der Spin-Spin-Kopplung können durch eine als „Entkopplung“ bezeichnete Technik kompensiert werden. Praktisch hat diese Entkopplung zur Folge, dass das Vorliegen einer bestimmten Protonen-Gruppe wie beispielsweise der H_e -Protonen im Ethylbenzol maskiert wird. Das Spektrum wird so erfasst, als ob die H_e -Protonen völlig fehlten! Erreicht wird dies, indem eine Entkopplungs-Pulssequenz auf der H_e -Resonanzfrequenz f_e eingestrahlt wird, wodurch die Spin-Ausrichtung dieser Protonen dauerhaft geändert wird. Für das in der Abbildung „Ethylbenzol-Spektrum“ dargestellte Spektrum läge die Entkopplungsfrequenz 1,25 ppm oberhalb der TMS-Signalspitze.

Entkopplungspulse sind in der Regel länger und weniger energiereich als Anregungspulse. Die nachstehende Abbildung „Entkopplungsexperiment“ stellt das Schema eines Entkopplungsexperiments dar, die Abbildung „Ethylbenzol-Spektrum mit homonuklearer Entkopplung“ zeigt das zugehörige entkoppelte Spektrum. Das CH_2 -Quartett zeigt sich nunmehr als **Singulett**. Spektroskopiker sprechen davon, dass das Quartett zu einem Singulett „kollabiert“ ist. Weiterhin sollte die Fläche unter dem Singulett mit der unter dem ursprünglichen Quartett identisch sein (vergleichen Sie die relativen Größen der CH_2 - und der Benzol-Ring-Signalspitze in den beiden Abbildungen). Das Signal der CH_3 -Gruppe bei 1,25 ppm fehlt im entkoppelten Spektrum, da die Entkopplungspulse die auf die Anwesenheit der CH_3 -Protonen zurückzuführenden Effekte faktisch kompensieren.

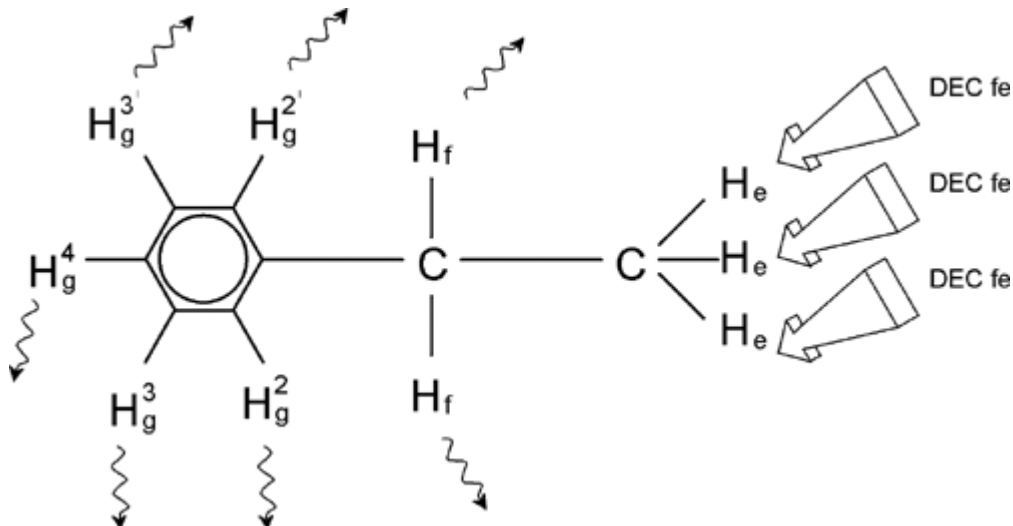


Abbildung 3.13: Entkopplungsexperiment

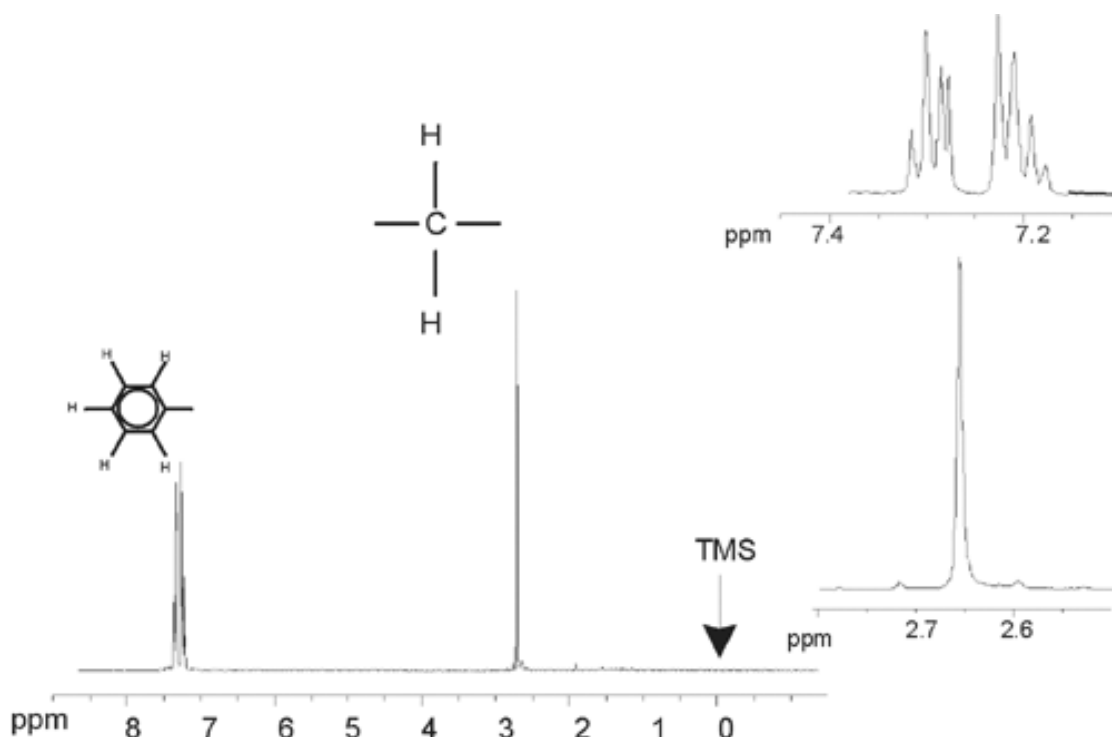


Abbildung 3.14: Ethylbenzol-Spektrum mit homonuklearer Entkopplung

Bei dem beschriebenen Element handelt es sich insofern um ein Beispiel für eine homonukleare Entkopplung, als dasselbe Isotop – ^1H – beobachtet und entkoppelt wird. Bei einer heteronuklearen Entkopplung unterscheidet sich das beobachtete Isotop vom entkoppelten Isotop. Im Abschnitt [\$^{13}\text{C}\$ -Spektrum mit Protonen-Entkopplung \[69\]](#) dieses Handbuchs werden Sie ein Experiment mit heteronuklearer Entkopplung kennen lernen, bei dem das Isotop ^{13}C beobachtet und das Isotop ^1H entkoppelt wird. Abhängig von der Anzahl installierter Kanäle ermöglichen AVANCE-Spektrometer die Durchführung ausgesprochen komplexer Experimente. Ein Vier-Kanal-Spektrometer kann beispielsweise eingesetzt werden, um einen Kern zu beobachten und zugleich drei weitere Kerne zu entkoppeln. Bis zu acht unabhängige Kanäle ermöglichen eine faszinierende Vielfalt von Experimenten. Der Anwender sollte sich bewusst machen, dass der derzeit limitierende Faktor nicht in der Erzeugung von HF-Anregungs- und HF-Entkopplungspulsen zu sehen ist, sondern in dem Umstand, dass diese Pulse über den Probenkopf in die Probe eingestrahlt werden müssen, sowie – in gewissem Ausmaß – im Leistungsvermögen der Vorverstärker. Die Einrichtung der Signalwege für das durchzuführende Experiment erfolgt unter Verwendung des Menüs „edasp“. Weitere Details sind dem Handbuch „Acquisition Commands and Parameters“ (Art.-Nr. H9775SA3) zu entnehmen.

3.8 FID und Spektrum

Die von den angeregten Atomen in der Probe ausgesandten Signale werden von dem Spektrometer empfangen und durch die Software des Data-Station-Computers einer Fourier-Transformation unterzogen. Der Empfang der NMR-Daten wird als „Akquisition“ oder „Erfassung“ bezeichnet, man spricht von der „Erfassung von Daten“. Zwei Begriffe gilt es zu unterscheiden: Den „FID“ (Zeit-Domäne) und das zugehörige „Spektrum“ (Frequenz-Domäne).

Wird eine Akquisition durchgeführt, werden so genannte „Rohdaten“ erfasst, wobei das empfangene Signal als ein „FID“ (Free Induction Decay, Freier Induktionszerfall) bezeichnet wird. Die nachstehende Abbildung zeigt einen typischen FID.

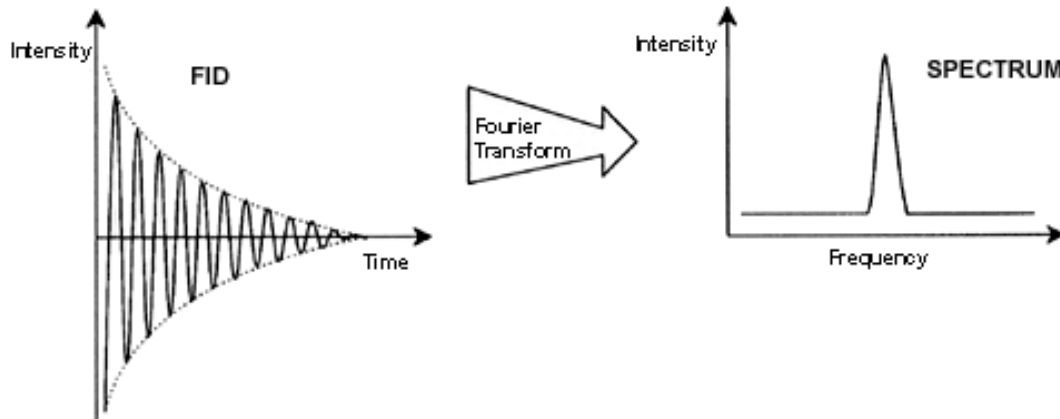


Abbildung 3.15: Fourier-Transformation

Bevor ein FID sinnvoll analysiert werden kann, muss er in die Frequenz-Domäne übertragen werden. Dies wird durch die Anwendung einer Fourier-Transformation erreicht. Bei der **Fourier-Transformation** handelt es sich um eine mathematische Operation, die den FID in ein Frequenzspektrum umwandelt. Ein **FID** ist ein Signal, dessen Intensität mit der Zeit variiert, wohingegen ein Spektrum angibt, wie die Intensität mit der Frequenz variiert. Die Fourier-Transformation ist der wichtigste in einer Reihe von Verarbeitungsschritten, denen die Rohdaten üblicherweise unterzogen werden.

4 Systembeschreibung

Das Spektrometer besteht aus den folgenden Untereinheiten:

- **Bedienerkonsole**, bestehend aus HostComputer, Monitor und Tastatur
- **Konsole** mit der ElektronikHardware
- **Magnetsystem** mit dem Shimming-System und dem Probenkopf



Abbildung 4.1: AVANCE NEO Konsole und Ascend Magnet

4.1 Übersicht über die AVANCE-Architektur

Die nachstehende Abbildung zeigt eine vereinfachte Darstellung der Architektur eines AVANCE NEO-Systems. Weitergehende Informationen zum AVANCE-System und der AVANCE-Hardware entnehmen Sie bitte dem Bruker Advanced Service Handbook (BASH).

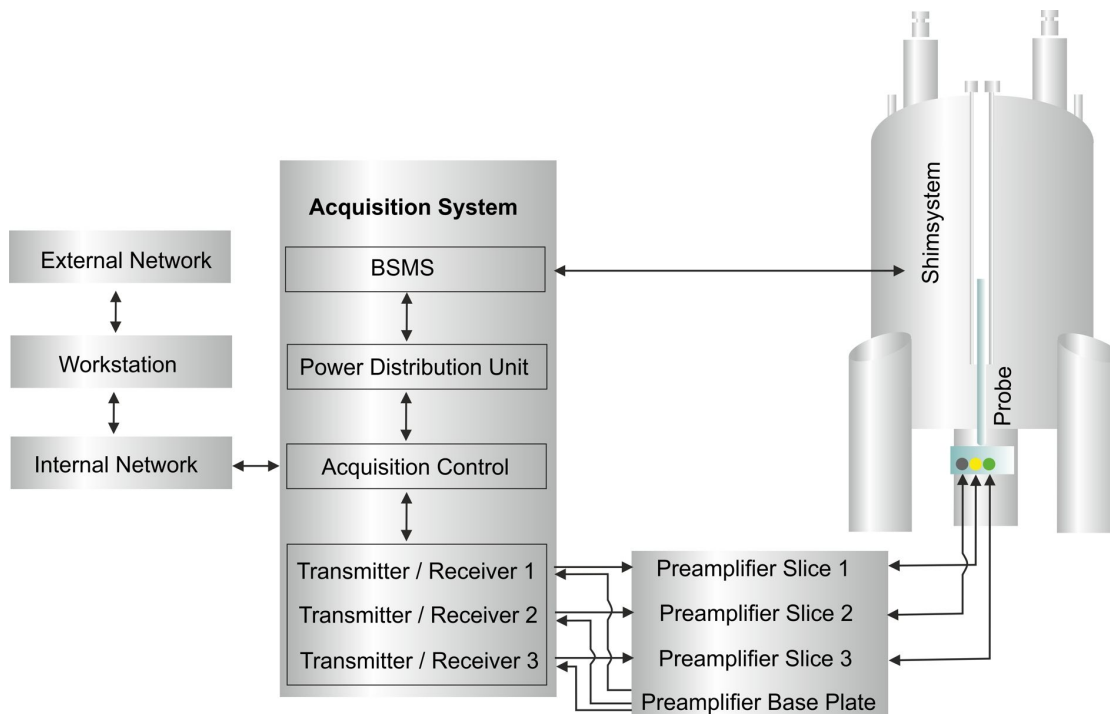


Abbildung 4.2: Übersicht über die AVANCE NEO-Architektur

4.1.1 Bedienerkonsole und Verbindungen

Sämtliche Aspekte des Spektrometerbetriebs werden von der Bedienerkonsole aus gesteuert. Das Aufsetzen und die Durchführung der Experimente sowie die Analyse der Daten werden durch Befehle gesteuert, die der Bediener an der Konsole eingibt. Die Bedienerkonsole umfasst die folgenden Unterkomponenten:

Host-Computer: Hierbei handelt es sich um einen Standard-Industrie-PC, auf dem das TopSpin-Programm läuft und der sämtliche im Zusammenhang mit der Analyse und Speicherung der Daten stehenden Aktivitäten übernimmt. Alle im Zusammenhang mit der Datenerfassung stehenden Aktivitäten werden von einem zweiten, in der Konsole selbst untergebrachten Computersystem namens AQS gesteuert.

Ethernetverbindung vom Host-Computer zum AQS: Diese Verbindung dient zur Übertragung von Daten und Anweisungen zwischen dem Host-Computer und dem AQS.

4.2 Konsole

Bei dieser Komponente handelt es sich je nach System um einen Schaltschrank in NanoBay-, OneBay- oder TwoBay-Ausführung, der den größten Teil der für ein modernes digitales Spektrometer benötigten elektronischen Hardware aufnimmt. Als Hauptkomponenten sind der **AQS**, das **BSMS** (Bruker Smart Magnet System) sowie verschiedene Verstärker und – bei einem MicroImaging oder Diffusion – Gradientenverstärker zu nennen.

AQS: Die verschiedenen AQS-Module erzeugen die HF-Pulse für die Anregung der Probe und empfangen, verstärken und digitalisieren die von der Probe ausgehenden NMR-Signale. Für jeden HF-Kanal gibt es einen Transceiver (**TRX 1200**), der das Puls-Programm interpretiert, in HF-Signale umwandelt, über einen Empfänger und einen Digitizer verfügt und digitale Filterung der Daten beinhaltet. Damit handelt es sich bei einer AVANCE Konsole um ein echtes Multi-Empfangssystem, das konzeptbedingt über ebenso viele Empfänger wie Pulserregungskanäle verfügt. Gepulste Feldgradienten werden durch eine zusätzliche Einheit namens **GTU** (Gradient and Timing Unit) erzeugt. Diese Einheit generiert auch Echtzeit-Trigger zur Synchronisation anderer Einheiten und empfängt Triggereingänge (z. B. den MAS-Rotor-Trigger). Die REF-Platine (Referenz) stellt ein gemeinsames Taktsignal für alle Kanäle bereit. Auf diese Weise werden alle Frequenzen in der HF-Kette von einem hochpräzisen Quarzoszillator abgeleitet, um die Gesamt-Synchronität und niedrige Rauschpegel zu gewährleisten. Das AQS beherbergt auch die **EPU**. Hierbei handelt es sich um einen leistungsfähigen Computer, der das AVANCE-Spektrometer verwaltet, die Puls-Programm-Informationen an die TRX- und GTU-Einheiten sendet, die Erfassungssteuerung übernimmt und mit externen Datenverarbeitungsarbeitsplätzen kommuniziert. Die letzte Stufe der digitalen Filterung sowie die Akkumulation der FID-Daten erfolgen in der EPU. Die Informationen werden dann zur weiteren Bearbeitung und Speicherung über Ethernet an einen externen Host-Computer übertragen. Beachten Sie bitte unbedingt, dass der EPU für die Dauer eines Experiments die vollständige Kontrolle über die Operationen des Spektrometers hat. Dies stellt einen unterbrechungsfreien Betrieb sicher und garantiert die Integrität der Signalerfassung.

BSMS: Dieses unter Verwendung des Befehls „bsmsdisp“ softwaregesteuerte System steuert das Locking- und das Shimming-System ebenso wie den Probenlift und die Probenrotation. Die **BSVT**-Einheit ist ebenfalls in das BSMS integriert. Sie hat die Aufgabe, die Probentemperatur kontrolliert zu variieren oder auf einem konstanten Wert zu halten. Zusätzlich kann das BSMS-Rack bis zu drei **GAB/3** aufnehmen. Diese liefern die gepulsten Feldgradienten für hochauflösende Probenköpfe und werden von der **GTU** gesteuert.

Verstärker (auch als **Transmitter** bezeichnet): Die Anregung der NMR-Probe erfordert oftmals Signale mit relativ großer Amplitude, was eine Verstärkung der von den TRX-Einheiten stammenden HF-Signale erforderlich macht. Es gibt sowohl interne (in den AQS-Schaltschrank integrierte) wie auch externe Verstärker (separate, eigenständige Einheiten). Direkt von den Verstärkerausgängen zum **HPPR** (High Performance Preamplifier) führende Kabel übertragen das HF-Signal zur Probe. Auch wenn eine große Anzahl an Verstärkern (einschließlich Verstärkern für Festkörper-NMR) zur Verfügung steht, sind diese meist doch einer der beiden folgenden Hauptkategorien zuzurechnen:

Selektive Verstärker (z. B. ^1H -, ^{19}F -, ^{13}C - oder ^{31}P -selektive Verstärker) sind speziell auf die Verstärkung der höheren Frequenzen, wie sie bei ^1H , ^{19}F , ^{13}C oder ^{31}P auftreten, ausgelegt.

Breitbandverstärker (auch als X-Verstärker bezeichnet) sind auf die Verstärkung eines weit gefassten Frequenzbereichs ausgelegt. Sie dienen zur Anregung der sogenannten X-Kerne (d. h. typischerweise alles außer ^{19}F und ^1H).

Bitte beachten Sie, dass die neuen Breitbandverstärker auch ^{19}F bis 600 MHz abdecken, was den Einsatz von SMART- und BBFO-Probenköpfen vereinfacht, bei denen die Breitband-X-Spule bis ^{19}F abgestimmt werden kann.

PDU: Eine Power Distribution Unit im hinteren Teil der Konsole dient zum kontrollierten Einschalten des Spektrometers. Das AVANCE kann durch einen Softwarebefehl der TopSpin-Software ein- und ausgeschaltet werden. Die PDU sorgt dafür, dass alle Einheiten in der richtigen Reihenfolge ein- und ausgeschaltet werden und dass Hochleistungsgeräte mit geeigneten Zeitverzögerungen eingeschaltet werden, um den Einschaltstrom des Systems zu begrenzen.

4.3 Verbindung zwischen dem Host-Computer und dem AQS

Auch wenn diese Verbindung während einer typischen TopSpin-Sitzung dauerhaft aktiv und für den Benutzer faktisch unsichtbar ist, wird die Verbindung jedes Mal unterbrochen, wenn entweder der Host-Computer oder die Konsole ausgeschaltet wird, und muss nach dem Wiedereinschalten erneut eingerichtet werden. Dies geschieht automatisch.

4.4 Magnet, Shimming-System, HPPR und Probenkopf

Der **Magnet** generiert das für die Induktion von NMR-Übergängen erforderliche Magnetfeld. Zur Aufrechterhaltung eines supraleitenden Systems wird der Magnetkern mittels flüssigem Stickstoff und Helium auf sehr tiefe Temperaturen abgekühlt (weitergehende Details finden Sie im Abschnitt [Der Magnet und das Magnet-Dewargefäß \[27\]](#)).

Das am unteren Ende des Magneten angebrachte Raumtemperatur-**Shimming-System** besteht aus einem Satz stromdurchflossener Spulen (als „Shimspulen“ bezeichnet), die eingesetzt werden, um etwaige bestehende Inhomogenitäten zu kompensieren und auf diese Weise die Feldhomogenität zu maximieren. Die durch diese Raumtemperatur-Shimspulen („Raumtemperatur“, da diese Spulen nicht durch Eintauchen in ein Bad aus flüssigem Helium gekühlt werden) fließenden Ströme werden vom BSMS gesteuert und können vom BSMS-Display aus angepasst werden, um das NMR-Signal zu optimieren. Dieses Verfahren hat substantielle Auswirkungen auf die Signalauflösung und -empfindlichkeit. Das Anpassen der Ströme in den Raumtemperatur-Shimspulen wird als **Shimming** des Magneten bezeichnet.

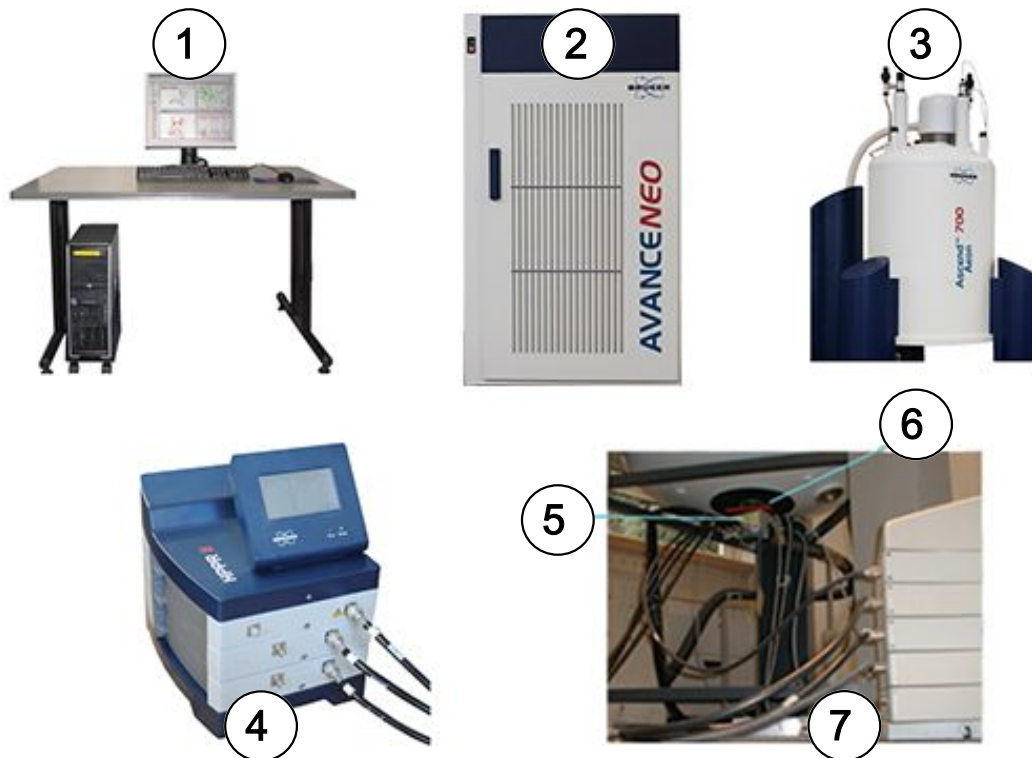


Abbildung 4.3: Magnet, Shimming-System, Probenkopf und HPPR

1	Bedienerkonsole	5	Probenkopf
2	Konsole	6	Shimming-System
3	Magnet	7	Probenkopf und Shimming-System
4	HPPR/2 Cover 2-Modul mit Leitungen zum Probenkopf		

Auch wenn der **HPPR/2** (High Performance Preamplifier) das ausgesendete Signal an die Probe überträgt, besteht seine Hauptaufgabe in der Verstärkung der von der Probe ausgesandten relativ schwachen Signale. Er befindet sich an der Basis des Magneten, um das Signal an der frühestmöglichen Stelle zu verstärken und auf diese Weise Leitungsverluste zu minimieren. Nachdem das Signal durch den HPPR/2 verstärkt wurde, sind nachfolgende leitungsbedingte Verluste weniger kritisch. Der HPPR/2 sendet und empfängt auch die Deuterium-Locking-Signale (oder Fluor-Locking-Signale) und wird in der Wobble-Routine eingesetzt. Es können bis zu 8 (**HPPR/2**) individuelle Module konfiguriert werden (ausgenommen das immer vorhandene Cover-Modul). Sehr gängig ist beispielsweise eine Konfiguration aus drei individuellen Modulen (**Proton**, **X-BB** und **2H**) zusammen mit einem Cover-Modul.

Der Probenkopf wird in das Shimming-System an der Basis des Magneten eingeführt. Er besteht im Wesentlichen aus verschiedenen Spulen für die Abstrahlung der Anregungspulse an die Probe und den Empfang des von der Probe ausgesandten Signals. Der Probenkopf sendet und empfängt außerdem das Locking-Signal.

4.5 Der Magnet und das Magnet-Dewargefäß

Es sind verschiedene Magnete mit unterschiedlicher Feldstärke verfügbar. Die Klassifizierung der **Stärke eines Magneten** richtet sich nach der Frequenz der von Wasserstoffatomen ausgesandten NMR-Signale. Je stärker das Magnetfeld, desto höher ist diese Protonenfrequenz. Bei einem 500-MHz-Magneten (11,7 T) beispielsweise senden die ^1H -Atome einer zur Analyse im Magneten platzierten Probe Signale mit einer sehr nahe bei 500 MHz liegenden Frequenz. Bruker bietet Magnete von 300 bis 1000 MHz an.

Supraleitende Magnete sind **Elektromagnete**, d. h. sie basieren auf dem physikalischen Prinzip, dass ein elektrischer Strom ein Magnetfeld verursacht. Der **Magnetkern** besteht aus einer großen Spule eines stromführenden Drahts in Gestalt einer Zylinderspule. Im Zentrum der Spule besteht ein sehr starkes statisches Magnetfeld. Die zu analysierende Probe wird in dieses Magnetfeld platziert.

Bei sehr tiefen Temperaturen weisen bestimmte Materialien Supraleitung auf – eine bemerkenswerte Eigenschaft. Durch supraleitende Drähte fließt Strom, ohne dass es einer speisenden Energiequelle (z. B. Batterie oder Netzanschluss) bedarf. Wurde eine supraleitende Schleife einmal unter Strom gesetzt, fließt dieser verlustfrei für alle Zeiten. Bruker-Magnete bestehen aus solchen supraleitenden Schleifen. Als einzige Wartungsmaßnahme ist bei solchen Magneten sicherzustellen, dass die Spule jederzeit in flüssiges Helium getaucht bleibt.

Der Magnet besteht aus verschiedenen Schichten. Das Außengehäuse des Magneten enthält ein Vakuum, die inneren Oberflächen sind verspiegelt (Thermoskannen-Prinzip). Die nächste Schicht bildet ein Stickstoffbad, das die Temperatur auf 77,35 K (-195,8 °C) absenkt. Ein Heliumtank, in den die supraleitende Spule eingetaucht ist, bildet die innere Schicht. Dieser Tank ist durch eine zweite Vakuumschicht gegenüber dem Stickstoffbad isoliert (siehe nachstehende Abbildung).

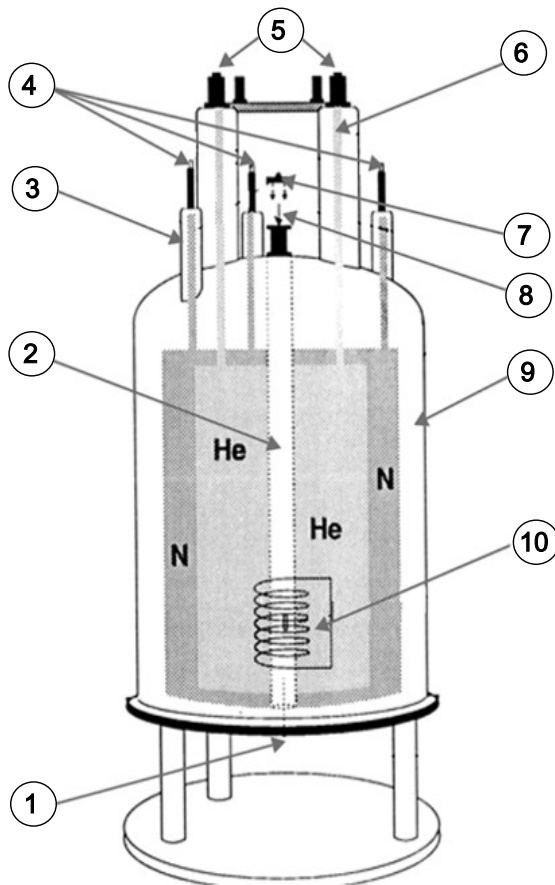


Abbildung 4.4: Supraleitender Magnet

1	Hier Probenkopf einführen	6	Heliumturm
2	Probenschacht	7	Metalldeckel
3	Stickstoffturm	8	Hier Probe einführen
4	Stickstoffstutzen	9	Vakuumkammer
5	Heliumstutzen	10	Magnet

4.5.1 Raumtemperatur-Probenschacht

Der Helium- und der Stickstofftank sind um eine zentrale „Säule“ angeordnet, die als „Magnetöffnung“ oder „Probenschacht“ bezeichnet wird. Ein Metalldeckel schließt diesen Schacht normalerweise nach oben ab. Magnete sind mit Standard-Probenschacht (54 mm) oder mit weitem Probenschacht (89 mm) verfügbar. Die zu analysierenden Proben werden durch den oberen Zugang zum Probenschacht in den Magnet eingeführt. Probenköpfe, die die Probe tragen und Signale zur und von der Probe übertragen, werden durch den unteren Zugang zum Probenschacht eingeführt.

4.5.2 Heliumtank

Bei einem Standardmagneten hängt der Heliumtank an zwei „Hälsen“, die als „Heliumturm“ weit über den Magneten nach oben hinausragen. Zwei Stutzen bieten einen Zugang zum Heliumtank. Einer dieser Stutzen ermöglicht das Nachfüllen von flüssigem Helium. Durch diesen Stutzen kann auch ein **Heliumspiegelsensor** eingeführt werden. Der andere Stutzen wird nur genutzt, wenn der Magnet aufgeladen oder entladen wird. Die „Heliumhalse“ können verschiedene Ventile aufweisen, die die Freisetzung der kleinen Mengen Helium kontrollieren, die unweigerlich verdampfen.



Hinweis: Der Umgang mit den Ventilen und das Füllen des Magneten mit flüssigem Helium ist geschultem Personal vorbehalten.

4.5.3 Stickstofftank

Die drei kürzeren, über den Magneten nach oben hinausreichenden „Hälse“ („Stickstoffurm“) bieten einen Zugang zum Stickstofftank.

4.6 Einführung in das Locking-System

Dieser Abschnitt wurde aufgenommen, um dem Anwender ein grundlegendes Verständnis der Prinzipien des Locking-Systems zu vermitteln. Informationen zu praktischen Aspekten wie dem konkreten Locking einer Probe finden sich im Abschnitt Locken der Probe.

Die Intention des Locking-Systems ist es sicherzustellen, dass die Stärke des die Probe umgebenden Magnetfelds sich für die Dauer des Experiments nicht ändert bzw. dass das Feld nicht durch externe Störeinflüsse moduliert wird. Die NMR-Analyse beruht auf der exakten Messung der Frequenz der von der Probe ausgesandten Signale. Die Frequenzen dieser Signale sind direkt proportional zur magnetischen Feldstärke. Variiert also die Feldstärke, variiert auch die Frequenz der ausgesandten Signale. Der Anwender muss daher sicher sein können, dass das Magnetfeld stets dieselbe Stärke aufweist. Das hierfür eingesetzte Verfahren wird als „**Locking**“ der Probe bezeichnet. Bei dem **Locking-System** handelt es sich im Wesentlichen um ein auf die Beobachtung von Deuterium-Signalen ausgelegtes separates Spektrometer. In diesem Zusammenhang sei darauf hingewiesen, dass die von Deuterium ausgesandten Signale normalerweise weit von den interessierenden Frequenzen entfernt liegen. Sollte die Deuterium-Frequenz jedoch ungeeignet sein, kann auch ein **Fluor-(19F)-Locking** genutzt werden. Da es sich beim Deuterium-Locking um das bei weitem gängigste Verfahren handelt, wird nur dieses hier behandelt. Der Leser sei jedoch darauf hingewiesen, dass Deuterium- und Fluor-Locking vom Prinzip her identisch sind.

Bei AVANCE-Systemen umfasst das BSMS die für die Implementierung des Locking-Systems benötigte Hardware, und ein separates Deuterium-Modul im HPPR sendet und empfängt die Locking-Signale. Zur Nutzung dieses Verfahrens müssen die zu analysierenden Proben natürlich mit etwas Deuterium versetzt werden. Auf einfachste Weise erfolgt dies durch Auflösen der Probe in einem deuterierten Lösungsmittel. Bei einem *deuterierten Lösungsmittel* ist ein großer Prozentsatz der Wasserstoffatome durch Deuterium ersetzt. Häufige Anwendung finden die deuterierten Lösungsmittel Aceton-d₆, Benzol-d₆, Chloroform-d und DMSO-d₆, jedoch ist eine Vielzahl weiterer Lösungsmittel verfügbar. Bei der in diesem Handbuch für die Illustration gewisser grundlegender NMR-Techniken verwendeten Probe handelt es sich um Menthylantranilat in DMSO-d₆.

Die Frequenz der von Deuterium bei einem Magnetfeld bestimmter Stärke ausgesandten Signale ist mit größter Präzision bekannt. Stimmt daher die Feldstärke des Magneten, sollten alle Deuterium-Kerne in der Probe Signale mit exakt dieser Frequenz aussenden. Weicht die Feldstärke des Magneten ab, wird auch die Deuterium-Frequenz dies tun. Das Locking-System verwendet einen Empfänger (im BSMS-Schaltschrank untergebracht), um diese Deuterium-Frequenz zu überwachen und entsprechende Anpassungen der Feldstärke des Magneten vorzunehmen.

Der Empfänger des Locking-Systems ist so ausgelegt, dass bei korrekter Feldstärke – d. h. bei Empfang der Deuterium-Signale mit korrekter Frequenz – keine Anpassungen am Feld vorgenommen werden. Sollte die Feldstärke jedoch abweichen (Drift), wird an eine spezielle Spule („H₀-Spule“) im Shimming-System des Magneten ein Strom angelegt, was zur Folge hat, dass die Feldstärke wieder den korrekten Wert annimmt. Die Deuterium-Frequenz wird mehrere tausend Male je Sekunde gemessen. Solange das System somit im Locking-Zustand ist, kann der Anwender sicher sein, dass das Feld während der Akquisition auf konstanter Stärke gehalten wird.

4.7 Probenköpfe

Der Probenkopf hat die Aufgabe, die Probe zu tragen, die die Probe anregenden HF-Signale abzustrahlen und die ausgesandte Antwort zu empfangen. Senden und Empfangen erfolgen mittels speziell dafür ausgelegter HF-Spulen.

Der Probenkopf wird an der Unterseite des Magneten eingeführt und sitzt innerhalb der Raumtemperatur-Shimspulen. Koaxialkabel übertragen die Anregungssignale von den Konsolenverstärkern zum Probenkopf und das NMR-Signal von der Probe zurück zum Empfänger. Die Kabel werden durch einen Vorverstärkersatz (HPPR) geleitet, der sich unmittelbar an der Basis des Magneten befindet bzw. bei NanoBay-Systemen in die Konsole integriert ist. Die **Vorverstärker** sind für die Anhebung der üblicherweise sehr schwachen NMR-Signale unverzichtbar.

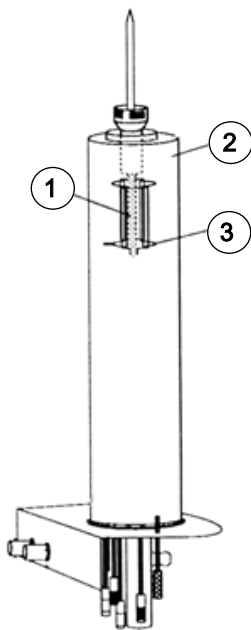


Abbildung 4.5: Probe im Probenkopf

1	Probenvolumen	3	Spulen
2	Probenkopf		

Probenköpfe stehen in verschiedenen Größen und Ausführungen zur Verfügung. Größenangaben richten sich bei Probenköpfen nach dem Durchmesser des für die Verwendung mit dem jeweiligen Probenkopf vorgesehenen Probenröhrchens, wobei 5 mm und 10 mm die bei weitem gängigsten Maße sind. Je nach Art des Experiments finden unterschiedliche Arten von Probenköpfen Anwendung. **Selektive Probenköpfe** sind auf die Beobachtung spezifischer Kerne wie ^{13}C ausgelegt, während multinukleare Probenköpfe (X-BB- oder Breitband-Probenköpfe) für die Analyse einer Vielzahl von Kernen eingesetzt werden können. Die physikalischen Unterschiede zwischen verschiedenen Probenköpfen lassen sich auf die Anzahl und die Konstruktion der internen Spulen reduzieren. Zusätzlich richten sich Außendurchmesser und Länge des Probenkopfs nach den Spezifikationen des jeweiligen Magneten (weiter Probenschacht oder Standard-Probenschacht, unterschiedliche Distanz von der Unterseite des Magneten bis zum Zentrum des Magnetfelds bei Magneten unterschiedlicher Feldstärke).

4.8 Breitband-Probenkopf

Nachfolgend finden Sie exemplarisch eine Beschreibung des 5-mm-BBO-Smart-Probenkopfs. Wie sein Name anklingen lässt, ist dieser Probenkopf für die Analyse von Proben mit den verschiedensten Kernen vorgesehen. Der X-Frequenzbereich reicht typischerweise von ^{15}N bis ^{31}P (einschließlich ^{19}F).

Der linke BNC-Anschluss ist mit „ ^2H “ beschriftet (siehe nachstehende Abbildung) und wird für das Locking-Signal verwendet. Die beiden anderen Anschlüsse sind für das ^1H - und das X-Nukleus-Signal vorgesehen und entsprechend beschriftet. Die an die BNC-Anschlüsse ^1H , X und ^2H angeschlossenen Kabel führen zu den Vorverstärkern.



Abbildung 4.7: Exemplarischer Breitband-Probenkopf

Vom Konzept her ermöglichen die Probenköpfe die Regulierung der Temperatur der NMR-Probe unter Verwendung eines **Heizelements** und einer Luft/**N₂-Zuführleitung**. Die Überwachung der Probentemperatur erfolgt mithilfe eines als Thermometer fungierenden **Thermoelements**. Alle diese Komponenten sind an der Basis des Probenkopfs angebracht und leicht zugänglich. Die in die Konsole integrierte **VTU** (Variable Temperature Unit) überwacht kontinuierlich den Messwert des Thermoelements und reguliert die Leistung des Heizelements entsprechend, um die erforderliche Temperatur beizubehalten.

Bis auf einige wenige hochauflösende Probenköpfe sind alle Probenköpfe mit Gradientenspulen ausgestattet; der entsprechende Anschluss findet sich an der Seite der Probenkopfbasis.

Der schwarze Kasten an der Unterseite der Probenkopfbasis schließlich umfasst die Tuning- und Matching-Komponenten, die eine Feinabstimmung – und damit Leistungsoptimierung – des Probenkopfs ermöglichen. Bei der Analyse einer Verbindung wird diese mit Signalen einer exakt festgelegten Frequenz (Resonanzfrequenz) angeregt. Unterschiedliche Kerne werden durch unterschiedliche Frequenzen angeregt, und durch das Tuning wird der Stromkreis im Probenkopf so abgestimmt, dass er bei der interessierenden Frequenz die maximale Empfindlichkeit aufweist. Das Matching des Probenkopfs stellt sicher, dass der geringstmögliche Teil der Anregungssignale und des FID reflektiert werden (d. h. verlorengehen). Tuning und Matching sind „interaktiv“ in dem Sinne, dass sie nicht unabhängig voneinander durchgeführt werden können.

Bei jedem Wechsel der Probe im Magneten müssen Tuning und Matching des Probenkopfs erneut durchgeführt werden. Tuning und Matching erfolgen – unter Verwendung einer der im Abschnitt [Tuning und Matching des Probenkopfs \[41\]](#) beschriebenen Routinen „atma“ oder „atmm“ – für jede Spule des Probenkopfs separat.

Bei einem Wechsel eines Probenkopfs muss der Probenkopf neu an die Vorverstärker angeschlossen werden.

4.9 iProbe

Ein weiterer Probenkopftyp ist die neue iProbe-Plattform, eine SmartProbe™ der nächsten Generation für die NMR-Detektion. Diese neuartige NMR-Probenkopf-Architektur ermöglicht nicht nur eine Steigerung des Signal/Rausch-Verhältnisses und eine schnellere und genauere HF-Abstimmung, sondern bietet auch ein flexibleres Design, das eine einfachere Anpassung der NMR-Probenköpfe für spezielle Anwendungen ermöglicht. Zu den ersten vorgestellten Probenköpfen dieser Plattform gehören die branchenführenden SmartProbe iProbes, die jetzt von 400 Mhz bis 600 MHz erhältlich sind und eine bis zu 10 % höhere Empfindlichkeit bieten.



Abbildung 4.8: Die iProbe-Plattform von Bruker

4.10 Wechseln eines Probenkopfs

Muss der Probenkopf gewechselt werden, ist wie nachstehend beschrieben zu verfahren. Probenköpfe sind empfindlich und teuer, daher sollten Sie sich mit dem Systemverantwortlichen absprechen, bevor Sie versuchen, einen Probenkopf zu wechseln. Der Magnet – und insbesondere Wirbelströme – wirken sich maßgeblich auf die mechanische Bewegung des Probenkopfs aus. Seien Sie beim Entfernen des Probenkopfs aus dem Magneten darauf gefasst, dass der Probenkopf unerwartet beschleunigt („ruckt“), wenn er das untere Ende der Magnetöffnung erreicht. Rechnen Sie auch mit einem gewissen Widerstand, wenn Sie den Probenkopf in den Magneten einführen.

Vorgehensweise zum Wechseln eines Probenkopfs:

1. Stellen Sie sicher, dass keine Akquisition läuft, indem Sie auf die Schaltfläche „STOP“ in der oberen Symbolleiste des TopSpin-Fensters klicken oder in der Kommandozeile den Befehl „stop“ eingeben.
2. Schalten Sie eine etwaige **Beheizung** oder **Kühlung** des Systems aus. Verwenden Sie zum Ausschalten des Heizelements den Befehl „edte“. Lassen Sie dem Probenkopf Zeit, Raumtemperatur anzunehmen. Schalten Sie das System selbst nicht aus!
3. Nehmen Sie die an der Basis des Probenkopfs angeschlossene Luft/N₂-Zuleitung ab.
4. Stellen Sie sicher, dass die Magnetöffnung nicht abgedeckt ist; entnehmen Sie dann etwaige im Magneten befindliche Proben, indem Sie im BSMS-Fenster die Schaltfläche **LIFT** betätigen.
5. Schalten Sie den LIFT aus.
6. Lösen Sie alle BNC-Kabel von der Probenkopfbasis.
7. Lösen Sie etwaige Thermoelement-, Heizelement-, Gradientenspulen- und PICS-Verbindungen.
8. Lösen Sie unter Verwendung des mitgelieferten Schraubendrehers die beiden Schrauben, die den Probenkopf im Magneten fixieren.
9. Lassen Sie den Probenkopf gerade nach unten ab, und entfernen Sie ihn aus dem Magneten.
10. Setzen Sie den neuen Probenkopf ein, und fixieren Sie ihn mit den beiden Schrauben.
11. Schließen Sie die Koaxialkabel wieder an, und stellen Sie die Thermoelement-, Heizelement-, Kühlleitungs- und sonstigen Verbindungen wieder her.
12. Schalten Sie das Heizelement wieder ein.

Ein Film, der dieses Verfahren zeigt, ist auf der Bruker [Website verfügbar](#)..

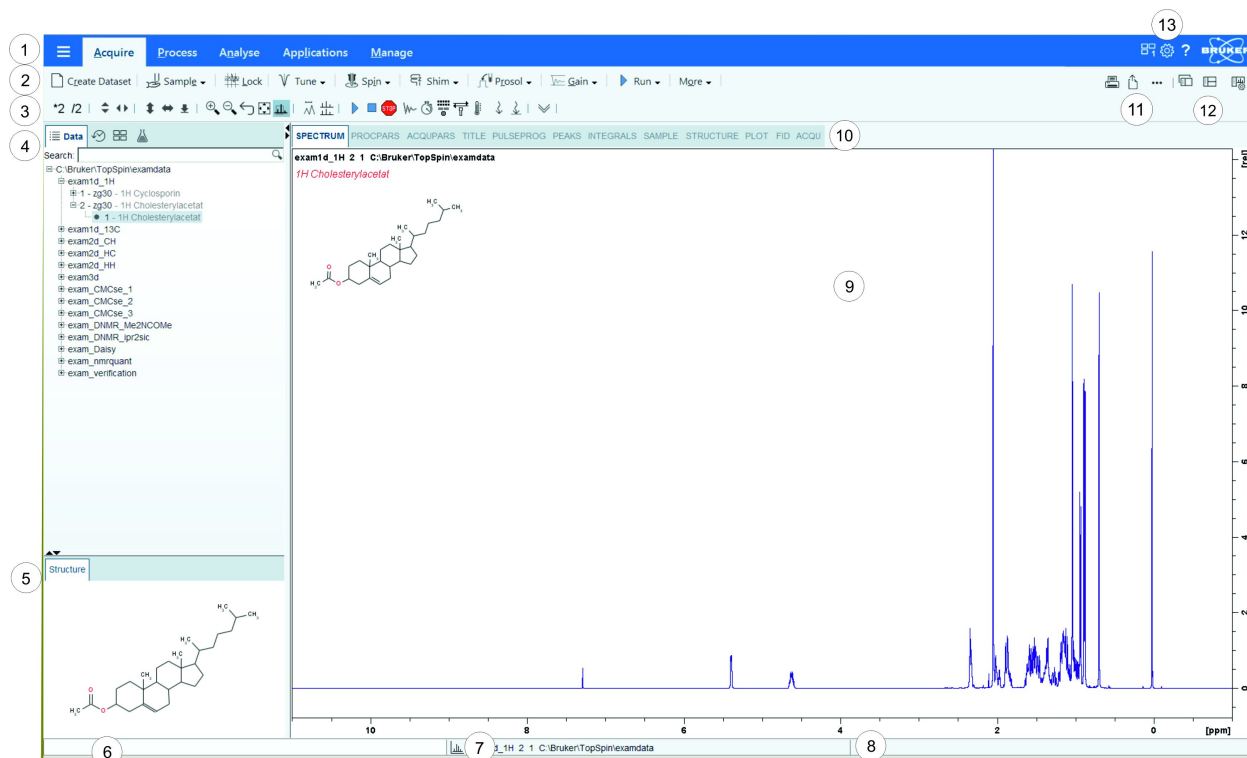
5 Grundlegende Verfahrensschritte

Dieses Kapitel skizziert die grundlegenden Verfahrensschritte, die bei jeder Erfassung eines Spektrums zur Anwendung kommen. Die TopSpin-Software verfügt über eine anwendungsfreundliche, workflow-basierte Oberfläche, die den Anwender durch sämtliche für die Erfassung eines Spektrums erforderlichen Schritte leitet. Alle Operationen sind softwaregesteuert und können auf den Workflow-Registerkarten („1“ in der Abbildung „Die TopSpin-Benutzeroberfläche“), die eine Reihe von Workflow-Schaltflächen („2“ in der Abbildung „Die TopSpin-Benutzeroberfläche“) enthalten, mit einem Mausklick aufgerufen werden.

Ist der Leser bereits mit diesen Operationen vertraut, kann er dieses Kapitel übergehen.

5.1 Das TopSpin-Fenster

Die nachstehende Abbildung zeigt das Layout der TopSpin-Haupt-Benutzeroberfläche.



1	Menüleiste	8	Statusanzeigeleiste
2	Workflow-Schaltflächenleiste	9	Datensatz-Fenster
3	Symbolleiste	10	Registerkarten des Datensatz-Fensters
4	Browser- und Such-Fenster	11	Drucken, Exportieren und Ausgeben
5	Fenster „Structure“ (Struktur)	12	Anzeigeoptionen
6	Kommandozeile	13	Fensterumschalter, Einstellungen und Hilfe
7	Leiste mit Angaben zum aktuellen Datensatz		

5.1.1 Erstellen eines neuen Datensatzes

Der regelmäßige Einsatz eines Spektrometers führt über kurz oder lang dazu, dass sich große Datenmengen ansammeln. Der Anwender sollte diese Daten in zweckmäßig benannten Dateien speichern, um später mühelos auf seine Daten zugreifen zu können. Dies ist insbesondere dann wichtig, wenn das System von mehreren Anwendern genutzt wird. Erfasste Daten können in so genannten **Datensätzen** gespeichert werden. Jeder Datensatz muss einen eindeutigen Deskriptor (Bezeichner) besitzen, damit unterschiedliche Datensätze voneinander unterschieden werden können. Ein voll qualifizierter Deskriptor für einen Datensatz erfordert die Verwendung der folgenden drei Parameter: NAME, EXPNO und Verzeichnis.

- Klicken Sie in der Menüleiste auf **Acquire | Create Dataset** (Erfassen | Datensatz erstellen), um das Fenster „Create New Dataset“ (Neuen Datensatz erstellen) zu öffnen.

Create New Dataset - new

Prepare for a new experiment by creating a new data set and initializing its NMR parameters according to the selected experiment type. For multi-receiver experiments several datasets are created. Please define the number of receivers in the Options.

Dataset

NAME: Proton_exp

EXPNO: 1

Directory: C:\Data

Open in new window

Parameters

Use current parameters

Read parameterset

Set solvent: DMSO

Additional action

Do nothing

Execute getprosol

Keep parameters: P 1, O1, PLW 1

Advanced

Number of datasets (receivers): 1

Title

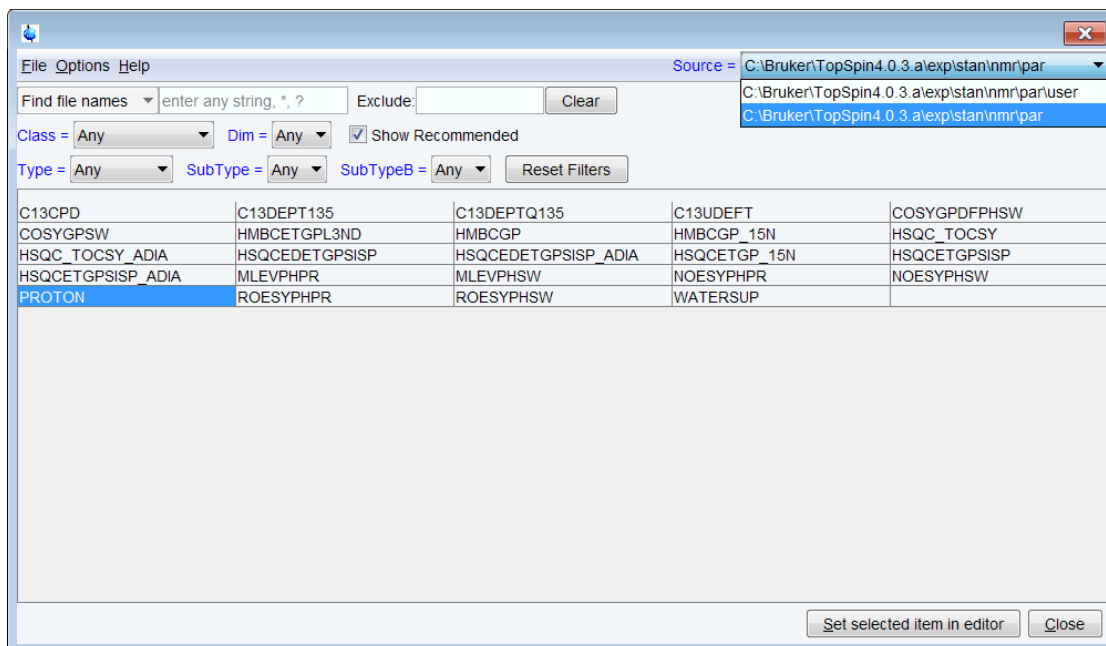
Menthyl Anthranilate in DMSO

Proton

OK Cancel More Info... Help

- Sie können nun Ihren eigenen Datensatz erstellen. Geben Sie unter NAME eine beliebige Zeichenfolge aus bis zu 13 Zeichen ein. Geben Sie für EXPNO „1“ oder eine beliebige passende Zahl ein. Wählen Sie den Ordner aus (z. B. „C:\Data“).

- Klicken Sie in der Gruppe „Parameter“ auf **Read parameterset** (Parametersatz lesen) und **Select** (Auswählen), um das Fenster „rpar“ zu öffnen.



- Aktivieren Sie **Show Recommended** (Empfohlene anzeigen), um die Liste der gebräuchlichsten Experimente mit kleinen Molekülen zu erhalten.
- Stellen Sie sicher, dass das Quellverzeichnis wie folgt lautet:
`<Topspin>\exp\stan\nmr\par`
 und nicht:
`<Topspin>\exp\stan\nmr\par\user`
- Wählen Sie das Experiment aus (z. B. Proton), und klicken Sie auf **Set selected item in editor** (Ausgewählten Eintrag im Editor festlegen).
- Aktivieren Sie im Fenster „Create New Dataset“ (Neuen Datensatz erstellen) die Option **Set solvent** (Lösungsmittel festlegen), und wählen Sie in der Dropdown-Liste das Lösungsmittel Ihrer Probe aus (z. B. DMSO).
- Klicken Sie auf **OK**.



Hinweis: Ihr neu erstellter Datensatz ist nun der aktuelle Datensatz, und die Details des Deskriptors werden auf der Festplatte im Ordner DIR\NAME\EXPNO abgelegt, wobei jeder Wert von EXPNO einem vollständig unabhängigen Datensatz entspricht. In diesem Beispiel werden die Daten im Ordner **C:\Data\Proton_exp\1** gespeichert. Diese Ordnerangabe erscheint auch in der Titelleiste des TopSpin-Datenfensters.

5.1.2 Vorbereitung der Probe

- Verwenden Sie ausschließlich saubere und trockene Probenröhrchen.
- Verwenden Sie Probenröhrchen von mittlerer bis hoher Qualität.
- Filtern Sie die Probenlösung immer.
- Beachten Sie stets das Probenvolumen bzw. den Lösungsfüllstand im Röhrchen.
- Bei einem 5-mm-Röhrchen beträgt das Füllvolumen 0,6 ml (Lösungsfüllstand: 5 cm).
- Bei einem 10-mm-Röhrchen beträgt das Füllvolumen 4 ml (Lösungsfüllstand: 5 cm).
- Verwenden Sie die Proben-Tiefenlehre zur Anpassung der Probentiefe.

Probenröhrchentyp	CryoProbe	RT Probe	RT Probe (alt)
Standard-5-mm-Probenröhrchen mit rundem Ende	19 mm	20 mm	18 mm
Bruker Shigemi Probenröhrchen	17 mm	20 mm	18 mm

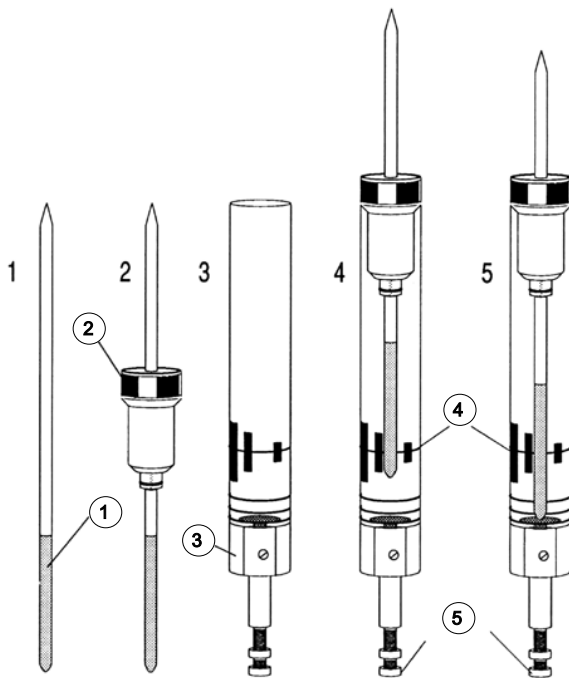


Abbildung 5.1: Einsetzen der Probe in den Spinner

1	Probe	4.	Mittellinie
2	Spinner	5.	Tiefenanpassungsschraube
3	Tiefenlehre		

- Das Probenröhrchen muss straff im Spinner sitzen.
- Wischen Sie das Probenröhrchen vor dem Einführen in den Magneten sauber.

5.2 Einführen der Probe samt Spinner in den Magneten

Das Anheben und Absenken der Probe erfolgt mittels eines Druckluftstroms. Stellen Sie sicher, dass der Druckluftstrom aktiv ist (dieser ist klar und deutlich zu hören), bevor sie eine Probe in den oberen Zugang des Probenschachts einsetzen, und entfernen Sie vorher eine möglicherweise zuvor analysierte Probe, die aus dem oberen Zugang des Probenschachts herausragt.

- Klicken Sie in der Menüleiste auf **Acquire** (Erfassen).
- Klicken Sie auf den **abwärts gerichteten Pfeil** in der Schaltfläche **Sample** (Probe), um weitere Optionen anzuzeigen.
- Wählen Sie in der Liste die Option **Eject sample manually (ej)** (Probe manuell auswerfen). Der Probenlift wird aktiviert.



Warten Sie, bis die Luft für den Probenlift aktiviert ist, und entnehmen Sie die Probe, die sich möglicherweise im Magneten befindet.

- Setzen Sie die Probe samt Spinner auf den oberen Zugang des Probenschachts.
- Klicken Sie auf den **abwärts gerichteten Pfeil** in der Schaltfläche **Sample** (Probe), um weitere Optionen anzuzeigen.
- Wählen Sie in der Liste die Option **Insert sample manually (ij)** (Probe manuell einsetzen).

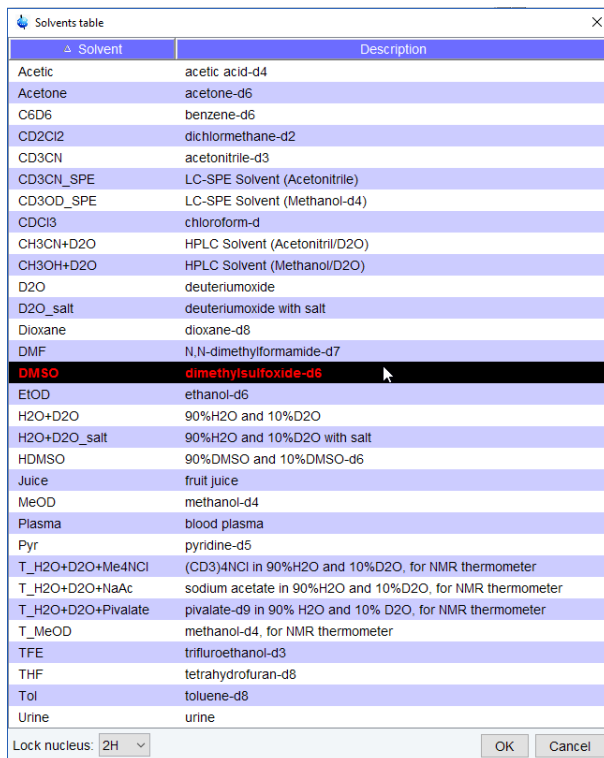
5.3 Locking der Probe

Für die Generierung des durch das Locking-System detektierten und überwachten Signals werden deuterierte Lösungsmittel eingesetzt. Die Frequenz und die Stärke dieses Signals hängen von dem verwendeten Lösungsmittel ab. Hauptaufgabe der TopSpin-Locking-Routine ist das Festlegen von Parametern wie Locking-Leistung, -Verstärkung und -Frequenz auf für das Lösungsmittel geeignete Werte. Sind für diese Parameter dem jeweiligen Lösungsmittel möglichst genau entsprechende Werte festgelegt, kann das BSMS das Lösungsmittelsignal beim Durchsuchen eines Frequenz- oder Feldstärkenbereichs schnell bestimmen und auf diesem „einrasten“. Die lösungsmittelspezifischen Parameter werden der Tabelle „edlock“ entnommen.

- Klicken Sie in der Workflow-Schaltflächenleiste auf **Lock** (Einrasten).

Grundlegende Verfahrensschritte

- Wählen Sie aus der Liste „Solvents table“ (Lösungsmitteltabelle) **DMSO** aus, und klicken Sie auf **OK**.



Solvent	Description
Acetic	acetic acid-d4
Acetone	acetone-d6
C6D6	benzene-d6
CD2Cl2	dichlormethane-d2
CD3CN	acetonitrile-d3
CD3CN_SPE	LC-SPE Solvent (Acetonitrile)
CD3OD_SPE	LC-SPE Solvent (Methanol-d4)
CDCI3	chloroform-d
CH3CN+D2O	HPLC Solvent (Acetonitril/D2O)
CH3OH+D2O	HPLC Solvent (Methanol/D2O)
D2O	deuteriumoxide
D2O_salt	deuteriumoxide with salt
Dioxane	dioxane-d8
DMF	N,N-dimethylformamide-d7
DMSO	dimethylsulfoxide-d6
EtOH	ethanol-d6
H2O+D2O	90%H2O and 10%D2O
H2O+D2O_salt	90%H2O and 10%D2O with salt
HDMSO	90%DMSO and 10%DMSO-d6
Juice	fruit juice
MeOD	methanol-d4
Plasma	blood plasma
Pyr	pyridine-d5
T_H2O+D2O+Me4NCl	(CD3)4NCl in 90%H2O and 10%D2O, for NMR thermometer
T_H2O+D2O+NaAc	sodium acetate in 90%H2O and 10%D2O, for NMR thermometer
T_H2O+D2O+Pivalate	pivalate-d9 in 90% H2O and 10% D2O, for NMR thermometer
T_MeOD	methanol-d4, for NMR thermometer
TFE	trifluoroethanol-d3
THF	tetrahydrofuran-d8
Tol	toluene-d8
Urine	urine

Lock nucleus: 2H

Abbildung 5.2: Lösungsmitteltabelle



Hinweis: Bei erfolgreichem Locking sollte das Signal als horizontale Linie mit einem gewissen Rauschen dargestellt werden (siehe nachstehende Abbildung). Die Höhe dieser Linie wird als „Locking-Niveau“ bezeichnet.

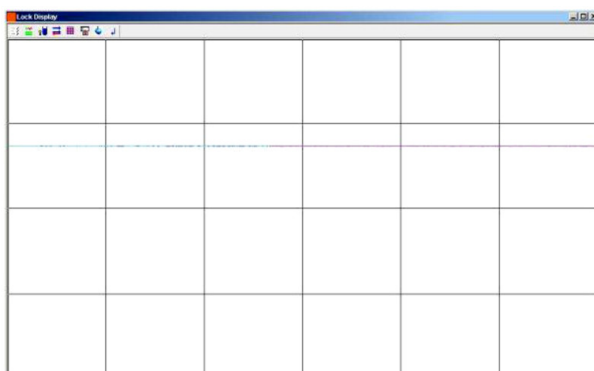


Abbildung 5.3: Fenster „Lock Display“ (Locking-Anzeige) nach erfolgreichem Locking der Probe

5.4 Tuning und Matching des Probenkopfs

Die Empfindlichkeit eines jeden Probenkopfs variiert mit der Frequenz des eingestrahlten Signals, wobei es eine Frequenz gibt, bei der der Probenkopf die größte Empfindlichkeit aufweist. Durch Abstimmung von in den Stromkreis des Probenkopfs integrierten Kondensatoren kann diese Frequenz innerhalb eines gewissen Bereichs eingestellt werden. **Tuning** bedeutet, den Stromkreis des Probenkopfs so abzustimmen, dass die jeweils relevante eingestrahlte Frequenz (SFO1, SFO2 usw.) der Frequenz entspricht, bei der der Probenkopf die größte Empfindlichkeit aufweist. Tuning (und Matching) erfolgen für jede Spule des Probenkopfs separat. Bei einem Wechsel des Probenkopfs oder einer substanziellen Änderung der eingestrahlten Frequenz muss der Probenkopf möglicherweise neu abgestimmt werden. Bei Routinetätigkeiten mit selektiven Probenköpfen und unter Verwendung organischer Lösungsmittel sind größere Schwankungen der eingestrahlten Frequenzen eher unwahrscheinlich. Nach der initialen Abstimmung des Probenkopfs machen leichte Abweichungen der Frequenzen somit keine erneute Abstimmung erforderlich. Eine erneute Abstimmung wird typischerweise erst bei Änderungen der eingestrahlten Frequenz von mindestens 100 kHz erforderlich. Bei Breitband-Probenköpfen variiert die eingestrahlte Frequenz jedoch von Kern zu Kern deutlich, so dass der Probenkopf bei jeder Änderung des ausgewählten Kerns neu abgestimmt werden muss. Bei jeder Abstimmung des Probenkopfs muss auch ein Matching durchgeführt werden. Durch das **Matching** wird sichergestellt, dass ein Maximum der an der Probenkopfbasis ankommenden Energie an die an der Oberseite des Probenkopfs liegende Spule übertragen und nur ein Minimum der an der Probenkopfbasis ankommenden Energie in die Verstärker reflektiert wird (und folglich verlorengeht).



Hinweis: Bruker bietet zwei unterschiedliche Arten der Durchführung von Tuning- und Matching-Anpassungen an. Ergänzend zu der manuellen Abstimmung der Tuning- und Matching-Kondensatoren können Probenköpfe mit einem ATM (Automatic Tuning Module) ausgestattet sein. Gehen Sie je nach Ausführung wie nachstehend dargestellt vor.

5.4.1 Mit ATM ausgestattete Probenköpfe unter Verwendung der automatisierten Abstimmungsroutine

- Klicken Sie in der Workflow-Schaltflächenleiste auf **Tune** (Abstimmen).

Die Anzeige wechselt automatisch zum Erfassungsfenster und zeigt die Wobble-Kurve an. Tuning und Matching werden automatisch durchgeführt. Werden in einem Parametersatz wie C13CPD usw. verschiedene Frequenzen verwendet, beginnt ATMA mit dem Tuning der niedrigsten Frequenz und schaltet automatisch in aufsteigender Reihenfolge auf die höheren Frequenzen um.

5.4.2 Mit ATM ausgestattete Probenköpfe unter Verwendung der manuellen Abstimmungsroutine

- Klicken Sie auf den **abwärts gerichteten Pfeil** in der Schaltfläche **Tune** (Abstimmen), um weitere Optionen anzuzeigen.
- Wählen Sie in der Liste die Option **Tune/match ATM probe manually** (Manuelles Tuning/Matching des Probenkopfs).



Hinweis: Das Fenster „ATMM Probe Tuning/Matching“ (ATM-Probenkopf – Manuelles Tuning/Matching) (siehe nachstehende Abbildung) sowie ein die Wobble-Kurve darstellendes Fenster werden geöffnet.

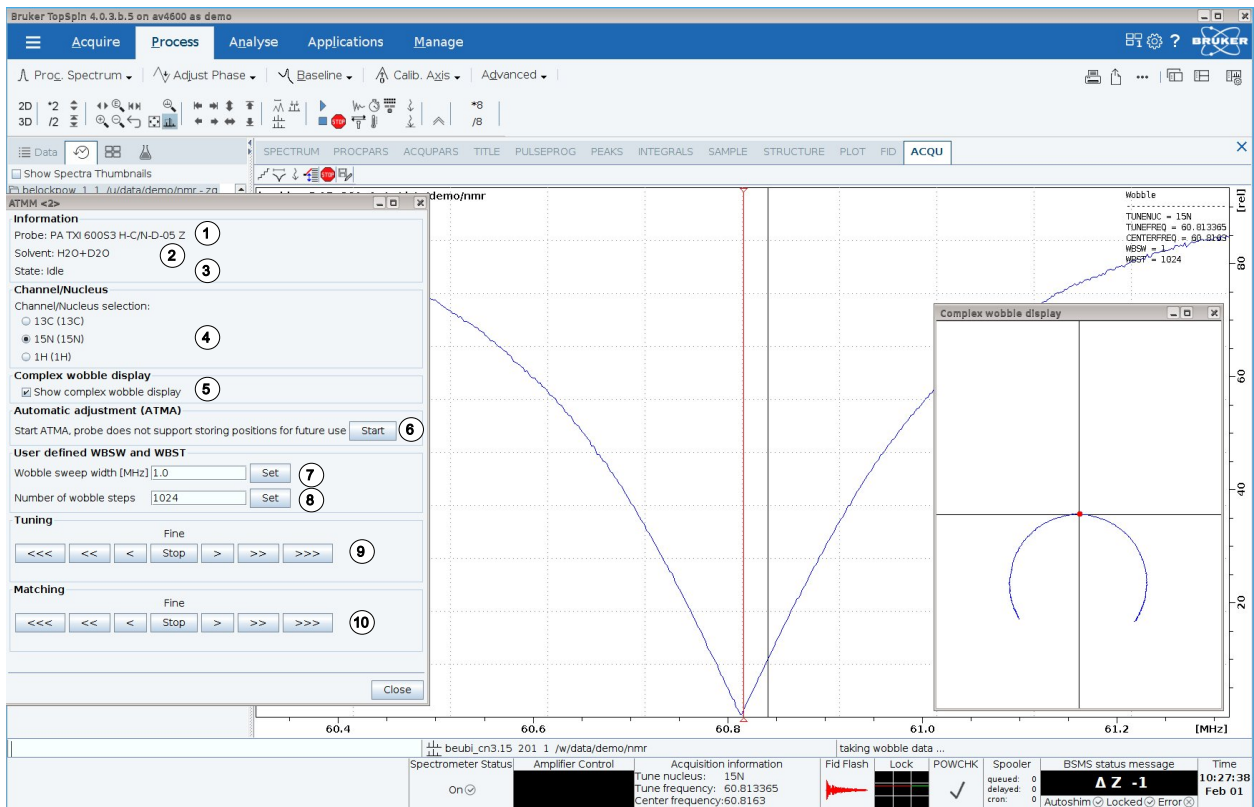


Abbildung 5.4: Fenster „ATMM Probe Tuning/Matching“ (ATM-Probenkopf – Manuelles Tuning/Matching)

1.	Probenkopftyp
2.	Verwendetes Lösungsmittel
3.	Aktueller Status
4.	Kanal-/Kern-Auswahl
5.	Aktivieren Sie dieses Kontrollkästchen, um ein komplexes Wobble-Display anzuzeigen.
6.	Klicken Sie hier, um ATMA zu starten, wobei die optimalen Positionen für die spätere Verwendung gespeichert werden.
7.	Benutzerdefinierte Wobble-Spektralbreite
8.	Benutzerdefinierte Anzahl von Wobble-Schritten
9.	Schaltflächen zum Verschieben und zentrierten Anzeigen der Wobble-Kurve.
10.	Schaltflächen zum Absenken des Pols der Wobble-Kurve an die unterste Position.

- Verschieben Sie die Wobble-Kurve mithilfe der Schaltflächen-Gruppe **Tuning** im Dialogfeld „ATMM“ so, dass sie zentriert angezeigt wird.
- Verschieben Sie den Pol der Wobble-Kurve mithilfe der Schaltflächen-Gruppe **Matching** im Dialogfeld „ATMM“ an die unterste Position.

Das komplexe Wobble-Display ermöglicht die komfortable Durchführung von Tuning und Matching. Passen Sie zuerst das Matching an, wenn der Kreis mit dem roten Punkt zu groß oder zu klein ist. Sobald der Kreis durch die Mitte des Koordinatensystems verläuft, bringen Sie den roten Punkt durch Anpassen des Tunings in die Mitte. Im Wesentlichen informiert Sie die Kurve darüber, in welcher Reihenfolge Sie Tuning und Matching anpassen müssen.

Hinweis: Durch einen Klick auf die Schaltfläche **Start** werden die Tuning/Matching-Einstellungen gespeichert.



Da sich die Einstellungen von Tuning und Matching wechselseitig auf einander auswirken, ist für ein perfektes Tuning und Matching eine Wiederholung aller Schritte notwendig. Wenn in einem Parametersatz wie C13CPD mehrere Frequenzen verwendet werden, verwenden Sie die Optionsfelder **Nucleus Selection** (Kernauswahl) im Dialogfeld „ATMM“, um zu einem anderen Kern zu wechseln und Tuning und Matching für diesen zu wiederholen.

Die **Wobble**-Routine basiert auf der Ausstrahlung eines schwachen Signals an den Probenkopf. Dabei wird die Impedanz von Probenkopf und Kabel mit einer im HPPR integrierten 50-Ohm-Referenz verglichen. Die ausgestrahlte Frequenz ist auf SFO1, SFO2 usw. zentriert, sie streicht jedoch einen durch den Wert des Parameters WBSW (siehe unten) bestimmten Bereich ab. Die sich ergebende Kurve ist die vertraute Antwortkurve eines Resonanzkreises und stellt lediglich ein Maß für die entlang der Frequenz (x-Achse) aufgetragene Amplitude des reflektierten Signals (y-Achse) dar.

Beim **Matching** wird der Probenkopf so justiert, dass das Minimum der Wobble-Kurve den unteren Rand des Darstellungsbereichs (d. h. die x- oder Frequenz-Achse) erreicht. Dies repräsentiert ein Minimum an Reflexion des ausgestrahlten Signals.

Durch das **Tuning** wird erreicht, dass der Berührungspunkt der Wobble-Kurve mit der Frequenz-Achse bei der Frequenz des ausgestrahlten Signals liegt. Diese ist in der Mitte der horizontalen Frequenz-Achse zu finden. Wie Sie sehen werden, beeinflussen die Anpassungen der Tuning- und Matching-Einstellungen einander und müssen daher gemeinsam durchgeführt werden. Ein optimales Tuning und Matching des Probenkopfs ist dann gegeben, wenn das Minimum der Wobble-Kurve in der Mitte der Frequenz-Achse liegt und diese berührt.

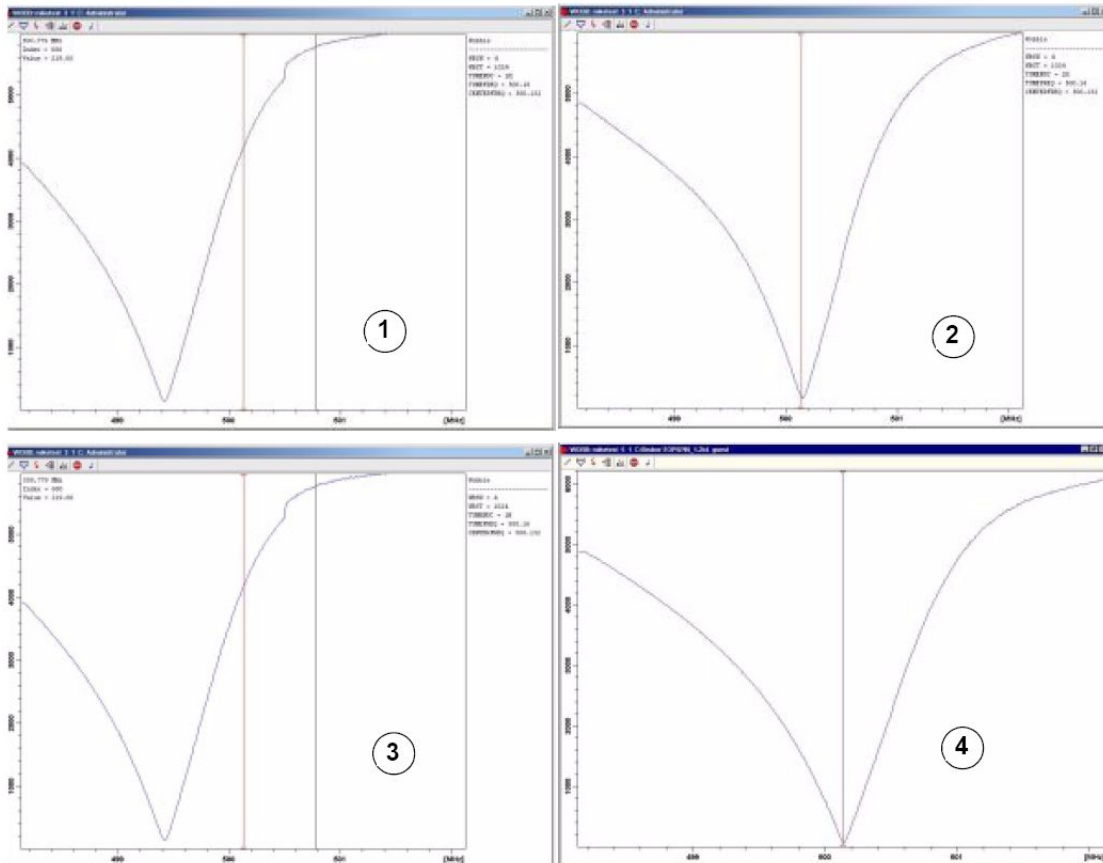


Abbildung 5.5: Beispiele für Wobble-Kurven mit unterschiedlichen Tuning- und Matching-Ergebnissen

1.	Schlechtes Matching / schlechtes Tuning	3.	Gutes Matching / schlechtes Tuning
2.	Schlechtes Matching / gutes Tuning	4.	Gutes Matching / gutes Tuning

Wenn Sie den Probenkopf für verschiedene Kerne (z. B. für Entkopplungs-Experimente) optimieren möchten, können Sie im Fenster „ATMM Probe Tuning/Matching“ (ATM-Probenkopf – Manuelles Tuning/Matching) den nächsten Kern auswählen.

5.5 Spinning der Probe

Als zweite Funktion ermöglicht die Druckluft im Probenschacht ein Rotieren der Probe. Das Rotieren („Spinning“) der Probe dient dazu, gewisse der möglicherweise bestehenden Inhomogenitäten des Magnetfelds im Zentrum des Magneten auszugleichen.



Hinweis: Mit Experimenten wie 2-D, 3-D, SELECTIVE, NOEDIFF, T1 sowie sämtliche unter Verwendung von Invers-Probenköpfen untersuchte Proben werden üblicherweise nicht rotiert.

Empfohlene Spinning-Raten sind:

- 20 Hz bei einem 5-mm-Probenkopf
- 12 Hz bei einem 10-mm-Probenkopf
- Klicken Sie auf den **abwärts gerichteten Pfeil** in der Schaltfläche **Spin** (Spinning), um weitere Optionen anzuzeigen.
- Wählen Sie in der Liste die Option **Turn sample rotation on (ro on)** (Probenrotation ein).

5.6 Shimming

Shimming ist ein Prozess, bei dem so lange kleinere Anpassungen am Magnetfeld vorgenommen werden, bis eine optimale Feldhomogenität (Uniformität) vorliegt. Die Steigerung der Homogenität resultiert in einer besseren spektralen Auflösung. Bei jedem Wechsel eines Probenkopfs oder der Probe muss das Shimming erneut durchgeführt werden. Der Systemverantwortliche hat in so genannten Shimming-Dateien für jeden Probenkopf passende Shimming-Werte abgelegt, was den Zeitaufwand für das erneute Shimming nach einem Probenkopfwechsel beträchtlich reduziert.

5.6.1 Routine-Shimming mittels TopShim

Dieses Routine-Shimming muss zu Beginn einer jeden NMR-Sitzung und bei jedem Wechsel der Probe im Magneten durchgeführt werden. Beim Routine-Shimming werden Feinabstimmungen der Shim-Spulen Z , Z^2 , Z^3 , Z^4 und Z^5 durchgeführt. Bei bestimmten Magneten mit höherer Feldstärke müssen möglicherweise weitere Shim-Spulen höherer Ordnung abgestimmt werden. Der Systemverantwortliche hat TopShim so programmiert, dass vollautomatisch die für jede Probe optimale Homogenität erzielt wird.

TopShim beruht im Wesentlichen auf einem Gradienten-Shimming. Ein Qualitätskriterium für die finale Kurvenform gewährleistet optimale Ergebnisse für alle Situationen.

Für alle deuterierten Lösungsmittel verwendet TopShim das ^2H -Gradienten-Shimming-Verfahren, für alle anderen Lösungsmittel – insbesondere H_2O – das ^1H -Gradienten-Shimming-Verfahren.

- Klicken Sie in der Workflow-Schaltflächenleiste auf **Shim** (Shimming).

Der Shimming-Vorgang startet sofort und sollte weniger als eine Minute in Anspruch nehmen.

5.7 Einrichten der probenkopf-/lösungsmittelabhängigen Parameter

Parameter wie die Länge des 90°- oder auch des Entkoppler-Pulses samt der zugehörigen Leistungsstufen können für jeden gegebenen Kern auf jedem verfügbaren Kanal gespeichert werden. Diese Werte wurden durch den Installationsingenieur oder den Systemverantwortlichen eingegeben und werden bei Nutzung der Schaltfläche „Prosol“ (Probenkopf-/Lösungsmittel-Parameter) automatisch geladen.

- Klicken Sie in der Workflow-Schaltflächenleiste auf **Prosol** (Probenkopf-/Lösungsmittel-Parameter).

5.8 Anpassen der Empfänger-Verstärkung

Die Verstärkung des Empfängers ist ein äußerst wichtiger Parameter, der für den Abgleich der FID- Amplitude mit dem dynamischen Bereich des Digitizers genutzt wird. Die Verstärkung wird mithilfe der Schaltfläche „Gain“ (Verstärkung) automatisch festgelegt.

- Klicken Sie in der Workflow-Schaltflächenleiste auf **Gain** (Verstärkung).

Die Anpassung der Empfänger-Verstärkung startet sofort und sollte weniger als eine Minute in Anspruch nehmen.

5.9 Starten der Erfassung

Der Empfang der NMR-Daten wird als „Akquisition“ oder „Erfassung“ bezeichnet, man spricht von der „Erfassung von Daten“. Wird eine Akquisition durchgeführt, werden so genannte „Rohdaten“ erfasst, wobei das empfangene Signal als ein „FID“ (Free Induction Decay, Freier Induktionszerfall) bezeichnet wird. Die digitale Punktgröße des FID wird als „TD“ (Time Domain, Zeit-Domäne) bezeichnet.

- Klicken Sie in der Workflow-Schaltflächenleiste auf **Run** (Ausführen).

Je nach ausgewähltem Experiment führt das Spektrometer eine Anzahl von Dummy-Scans durch, bevor es mit den eigentlichen Erfassungs-Scans beginnt.

5.10 Verarbeitung der Daten

Mittels Fourier-Transformation wird der FID in ein Frequenzspektrum umgewandelt. Die Anzahl der für die Bildung des resultierenden Spektrums verwendeten Punkte wird durch den Parameter SI (Size, Größe) bestimmt. Der FID wird in ein aus SI Datenpunkten im Real-Teil und SI Datenpunkten im Imaginär-Teil bestehendes Spektrum umgewandelt. Die übliche Einstellung für SI ist TD/2. Wenn Sie den Parametersatz „PROTON“ geladen haben, können Sie mühelos verifizieren, dass TD = 64K und SI = 32K gilt.

- Klicken Sie in der Menüleiste auf **Process** (Verarbeiten).
- Klicken Sie auf den **abwärts gerichteten Pfeil** in der Schaltfläche **Proc Spectrum** (Spektrum verarbeiten), um weitere Optionen anzuzeigen.
- Wählen Sie in der Liste die Option **Configure Standard Processing (proc1d)** (Standard-Verarbeitung konfigurieren).

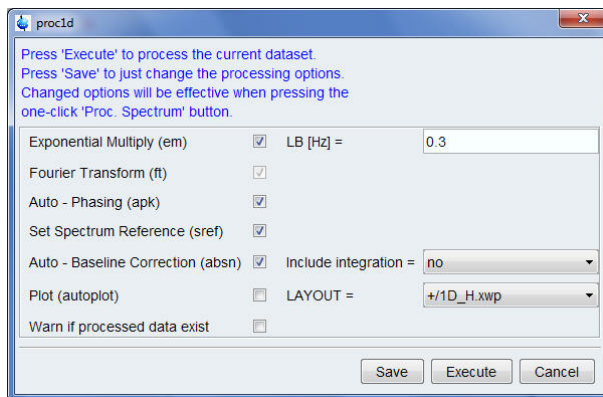


Abbildung 5.6: Das Fenster „proc1d“

- Wählen Sie im Fenster „proc1d“ die folgenden Optionen:
Exponential Multiply (em) (Exponentielle Multiplikation)
Auto – Phasing (apk) (Automatisch – Phasing)
Set Spectrum Reference (sref) (Spektrum-Referenz festlegen)
Auto – Baseline Correction (absn) (Automatisch – Grundlinienkorrektur)
- Klicken Sie im Fenster „proc1d“ auf **Execute** (Ausführen).
- Klicken Sie im Fenster „proc1d“ auf **Save** (Speichern), um die ausgewählten Verarbeitungseinstellungen zu speichern.

6 Vorbereitung für die Erfassung, frequenzabhängige Parameter

In diesem Kapitel werden zwei der wichtigsten Parameter für die Beobachtung eines NMR-Spektrums erläutert. Bevor verschiedenen Parametern Werte zugewiesen werden, muss der Anwender unbedingt das Konzept „Datensätze“ verstanden haben, da Parametergruppen untrennbar mit diesen verbunden sind.

6.1 Frequenz

Die Frequenzen der eingestrahltten Signale auf den Kanälen 1, 2, 3 usw. werden durch die Parameter SFO1, SFO2, SFO3 usw. bestimmt. Diese Frequenzen können jedoch nicht direkt festgelegt werden (Sie werden feststellen, dass Sie sie mit der Maus nicht markieren können).

Die Regelung der eingestrahltten Frequenzen erfolgt durch Festlegung von Offsets auf die Basisfrequenzen BF1, BF2, BF3 usw.

Für den beobachteten Kanal gilt:

- $SFO1 = BF + \text{Offset (O1)}$

Die eingestrahltte Frequenz wird automatisch durch den Anwender festgelegt.

Gleiches gilt für die beiden nächsten (Entkopplungs-)Kanäle:

- $SFO2 = BF2 + \text{Offset (O2)}$
- $SFO3 = BF3 + \text{Offset (O3)}$

Wird ein konkreter Kern ausgewählt, wird automatisch die passende Basisfrequenz eingestellt. Nach Einlesen eines Standard-Parametersatzes wird die Basisfrequenz korrekt eingestellt, und nur die Offset-Werte müssen angepasst werden.

Wie bereits erwähnt handelt es sich bei SFO_x um den wichtigsten Parameter, da dieser die tatsächlich an die Probe abgestrahltte Frequenz bestimmt. Beachten Sie außerdem, dass die Offsets auch auf null gesetzt werden können. In diesem Fall gilt $SFO_x = BF_x$. Im nächsten Abschnitt finden Sie eine detailliertere Beschreibung hierzu.

6.2 Numerische Erklärung von Einstrahl-, Basis- und Offset-Frequenz

Betrachten wir ein 600-MHz-Spektrometer für die Beobachtung von Protonen. Die Basisfrequenz BF1 dieses Spektrometers ist auf 600,13 MHz konfiguriert (ein 500-MHz-Spektrometer besitzt normalerweise eine BF1 von 500,13 MHz, bei einem 400-MHz-Spektrometer beträgt sie 400,13 MHz usw.).

Ist die Offset-Frequenz O1 auf null gesetzt, gilt: $SFO1 = 600,13 \text{ MHz} + 0 \text{ Hz} = 600,13 \text{ MHz}$

Das Zentrum des Spektrums läge in diesem Fall bei 600,13 MHz. Unter der Annahme, dass SWH auf 20 kHz eingestellt ist, könnte das Spektrum wie in der nachstehenden Abbildung aussehen.

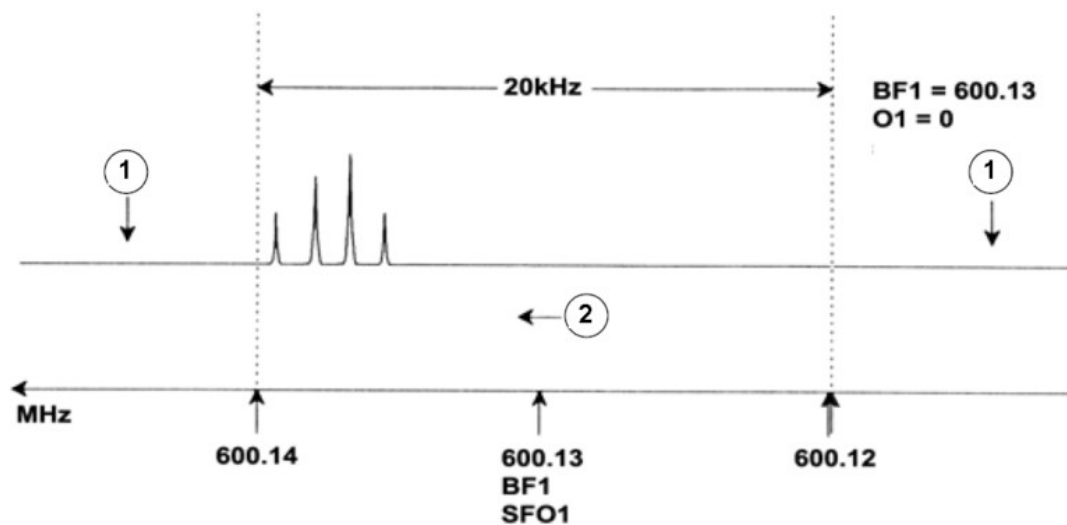


Abbildung 6.1: Spektrum mit $BF1 = 600,13 \text{ MHz}$, $O1 = 0 \text{ Hz}$

1.	Herausgefilterte Signale	2.	Frequenz
----	--------------------------	----	----------

Unser hypothetisches Spektrum lässt erkennen, dass alle NMR-Signale zum linken Rand des Spektrums (mit den höheren Frequenzen) hin liegen. Darüber hinaus ist es möglich, dass auch oberhalb von 600,14 MHz noch gewisse Signale auftreten. Da diese Signale außerhalb des Spektralfensters liegen, wurden sie herausgefiltert und werden nicht beobachtet. Das Vorliegen derartiger Signale kann auf zweierlei Weise geprüft werden:

- Zum einen kann die Spektralbreite erhöht werden, so dass das Spektrum etwaige bislang fehlende Signale einschließt. Dies ist jedoch mit Nachteilen verbunden, beispielsweise für die FID-Auflösung (je kleiner der Wert von FIDRES, desto besser die Auflösung).
- Die bevorzugte Lösung ist, die Spektralbreite unverändert zu lassen und O1 einen Wert zuzuweisen, um das Zentrum des Spektralfensters zu verschieben.

In unserem Beispiel liegen die detektierten Signale sämtlich in dem Bereich um 600,138 MHz, und wir wollen das Spektrum um diese Frequenz zentrieren.

$$\Rightarrow SFO1 = 600,138 \text{ MHz} = BF1 + O1$$

$$\Rightarrow 600,138 \text{ MHz} = 600,13 \text{ MHz} + O1$$

$$\Rightarrow O1 = 0,008 \text{ MHz} = 8 \text{ kHz}$$

Vorbereitung für die Erfassung, frequenzabhängige Parameter

Wird folglich die Offset-Frequenz O1 auf 8 kHz gesetzt, wird das Spektralfenster so verschoben, dass es wie in der nachstehenden Abbildung aussieht.

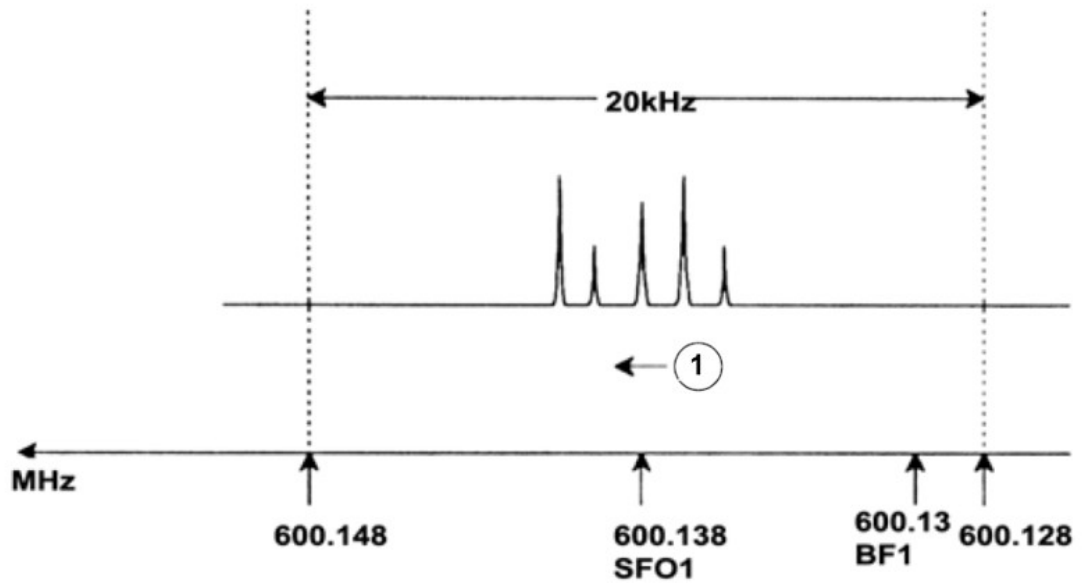


Abbildung 6.2: Spektrum mit BF1 = 600,13 MHz, O1 = 8 kHz

1.	Frequenz		
----	----------	--	--

Die vorstehende Abbildung lässt nun klar erkennen, dass die von den Protonen in unserer hypothetischen Probe ausgesandten NMR-Signale nur einen Teil der Spektralbreite belegen. Die Spektralbreite kann somit ohne relevanten Datenverlust reduziert werden. Ein Vorteil der Reduzierung der Spektralbreite ist die Verbesserung der spektralen Auflösung. Der Nachteil ist, dass der Zeitaufwand für die Erfassung der Daten proportional ansteigt.

Im Abschnitt [Einführung in Theorie und Terminologie \[9 \]](#) wurde konstatiert, dass die chemische Verschiebung von Protonen selten 14 ppm übersteigt. Bei einem 600-MHz-Spektrometer entspricht dies 8,4 kHz. Die nachstehende Abbildung zeigt das neu gezeichnete hypothetische Spektrum, nachdem der dem Parameter SWH zugewiesene Wert von 20 kHz auf 8,4 kHz reduziert wurde.

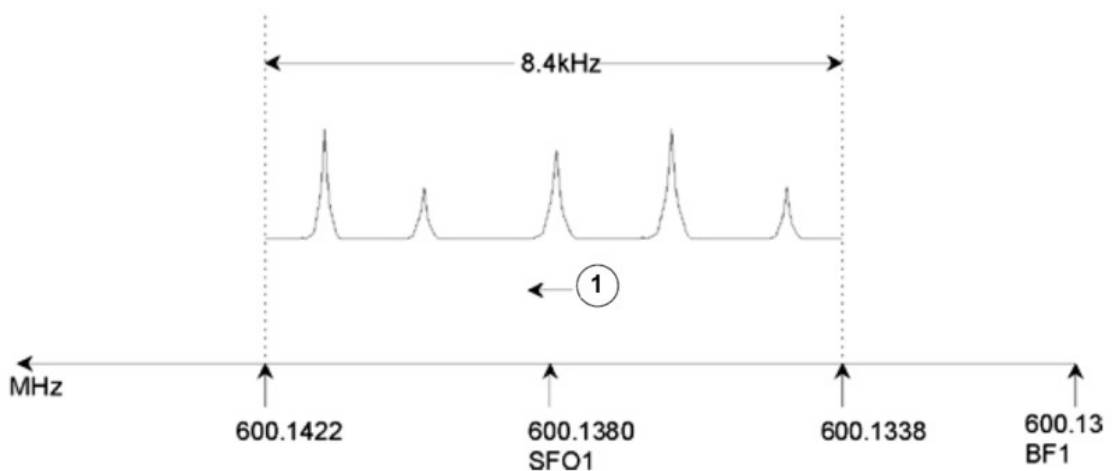


Abbildung 6.3: Spektrum mit BF1 = 600,13 MHz, O1 = 8 kHz, SWH = 8,4 kHz

1.	Frequenz		
----	----------	--	--

Es sei darauf hingewiesen, dass der bei einem beliebigen Experiment verwendete Wert für SWH lediglich durch die zu analysierende Probe und die erforderliche spektrale Auflösung bestimmt wird. Ein Wert von 14 ppm für Protonen-Spektren stellt sicher, dass die meisten Protonen-Signale detektiert werden. Für eine detaillierte Analyse eines bestimmten Signals können jedoch auch wesentlich kleinere Werte für SWH gewählt werden.

Die nachstehende Abbildung illustriert den generellen Zusammenhang zwischen SFO1, BF1 und O1 (hier an einer anderen Probe gezeigt).

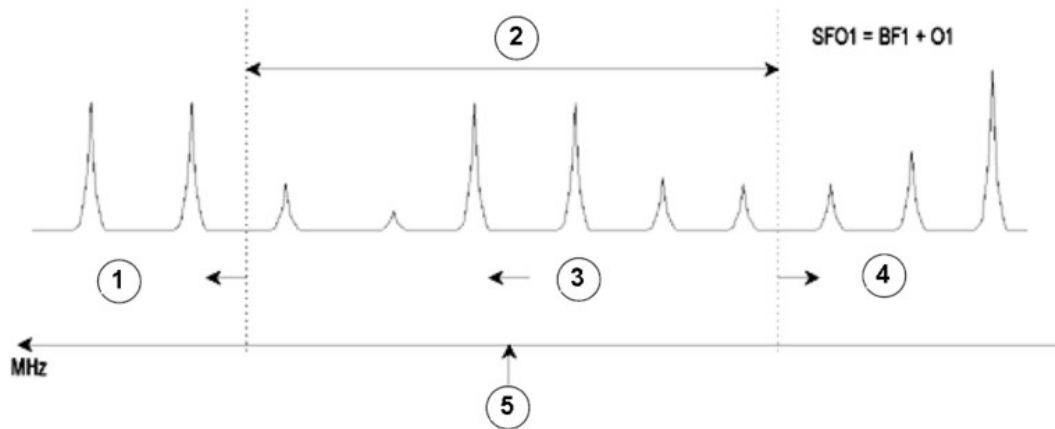


Abbildung 6.4: Zusammenhang zwischen SFO1, BF1 und O1

1.	Wird O1 auf einen positiven Wert gesetzt, wird das Spektralfenster zu den höheren Frequenzen hin verschoben.
2.	SW bestimmt die Breite des Fensters.
3.	Frequenz
4.	Wird O1 auf einen negativen Wert gesetzt, wird das Spektralfenster zu den niedrigeren Frequenzen hin verschoben.
5.	SFO1 definiert das Zentrum des Spektrums.

7 Die NMR-Probe

Wird ein **Feststoff** unter Verwendung der NMR-Technik untersucht, ergeben sich tendenziell breite Signale, und die den Wissenschaftler am meisten interessierende Feinstruktur kann nicht aufgelöst werden. Proben von Feststoffen werden daher üblicherweise vor der Erfassung in einem geeigneten Lösungsmittel aufgelöst. Gleiches gilt für **flüssige Proben**. Organischen Lösungsmitteln können geringe Mengen einer Referenzverbindung zugefügt werden. Um optimale Ergebnisse zu erzielen, sollte die Probe jedoch so rein wie möglich sein. Durch **Verunreinigungen** hervorgerufene Signale machen das Spektrum im besten Fall unnötig kompliziert; im schlimmsten Fall können sie echte Signale maskieren. Es sollte darauf geachtet werden, dass die Probe frei von **magnetischen Verunreinigungen** ist, da diese das Magnetfeld verzerren und damit die spektrale Auflösung herabsetzen können. Verunreinigungen durch Feststoffe lassen sich am einfachsten durch Filtration entfernen. Bei Proben in **organischen Lösungsmitteln** kann gelöstes Wasser weitgehend entfernt werden, indem die Probe vor dem Auflösen gründlich getrocknet wird.

7.1 Wahl des Lösungsmittels

Nachdem die Probe ausreichend gereinigt und getrocknet wurde, steht die Wahl eines geeigneten Lösungsmittels an. Da als Locking-Kern mit Abstand am häufigsten Deuterium genutzt wird, wird die Probe üblicherweise in einem deuterierten Lösungsmittel aufgelöst (bei einem deuterierten Lösungsmittel ist ein großer Prozentsatz, typischerweise mehr als 99 %, der Wasserstoffatome durch Deuterium ersetzt). Häufige Anwendung finden die **deuterierten Lösungsmittel** Benzol-d₆, Aceton-d₆ und Chloroform-d, jedoch ist eine Vielzahl weiterer Lösungsmittel verfügbar. Bei der Auswahl eines Lösungsmittels sind die folgenden Faktoren zu berücksichtigen:

1. **Löslichkeit:** Es liegt auf der Hand, dass einer möglichst guten Löslichkeit der Probe im Lösungsmittel der Vorzug zu geben ist. Dies maximiert die Probenmenge innerhalb des sensitiven Volumens, was wiederum die Empfindlichkeit des Experiments steigert. Speziell wenn nur geringe Mengen der Probe verfügbar sind, ist eine hohe Löslichkeit von besonderer Bedeutung.
2. **Störungen des Probenspektrums durch Lösungsmittelsignale:** Das Lösungsmittel generiert unvermeidlicherweise selbst NMR-Signale, die Abschnitte des Spektrums verschleiern. Diese „Lösungsmittelrestsignale“ dürfen von der Probe stammende Signalen nicht überlappen.
3. **Temperaturabhängigkeit:** Bei oberhalb oder unterhalb der Raumtemperatur durchgeführten Experimenten sind auch der Schmelz- und der Siedepunkt des Lösungsmittels von Bedeutung. Zudem variiert die Löslichkeit der Probe mit ziemlicher Sicherheit mit der Temperatur.
4. **Viskosität:** Die Auflösung des Experiments ist umso besser, je geringer die Viskosität des Lösungsmittels ist.
5. **Kosten:** Logischerweise stellen in der Routine-NMR, in der viele Proben gemessen werden müssen, auch die Kosten der Lösungsmittel einen zu berücksichtigenden Faktor dar. Als Faustregel gilt, dass die Kosten mit dem Grad der Deuterierung steigen.
6. **Wassergehalt:** Nahezu alle NMR-Lösungsmittel enthalten Spuren von Wasser. Manche sind zudem hygroskopisch, nehmen also Wasser aus der Umgebungsluft auf. Je länger diese gelagert werden, desto mehr Wasser enthalten sie logischerweise. Das Vorliegen einer Wasser-(HDO-)Signalspitze führt nur zu einer Verschlechterung der Qualität eines NMR-Spektrums. Durch Filtration über ein Trockenmittel oder die Zugabe von Molekularsieben bei der Lagerung des Lösungsmittels kann der Wassergehalt des Lösungsmittels substanziell reduziert werden.

Die Auswahl eines Lösungsmittels für eine Probe stellt sich stets als Abwägung zwischen den verschiedenen Vor- und Nachteilen der einzelnen Lösungsmittel dar. Präzise Informationen zu einem bestimmten Lösungsmittel sind heutzutage mühelos im Internet zu finden.

7.2 Probenröhrchen

Bei der Analyse der Probe kann diese je nach Art des Probenkopfs oder Experiments im Probenschacht rotiert werden. Das **Spinning** (Rotieren) der Probe hebt Feldinhomogenität in X- und Y-Richtung auf und verbessert folglich die spektrale Auflösung. Ein Nachteil des Spinnings ist, dass es zum Auftreten von **Rotationsseitenbändern** führen kann. Hierbei handelt es sich um Störsignale, die auf die Modulation des Magnetfelds mit der Spinning-Frequenz zurückzuführen sind. Diese Signalspitzen treten auf beiden Seiten von großen echten Signalen auf, wobei der Abstand von diesen exakt der Spinning-Frequenz entspricht. Die Intensität dieser Seitenbänder ist proportional zur Intensität der eigentlichen Signalspitze. Beträgt die Spinning-Rate beispielsweise 20 Umdrehungen je Sekunde (= 20 Hz), sind 20 Hz oberhalb und unterhalb der Resonanzfrequenzen der eigentlichen Signale Rotationsseitenband-Signale zu beobachten.

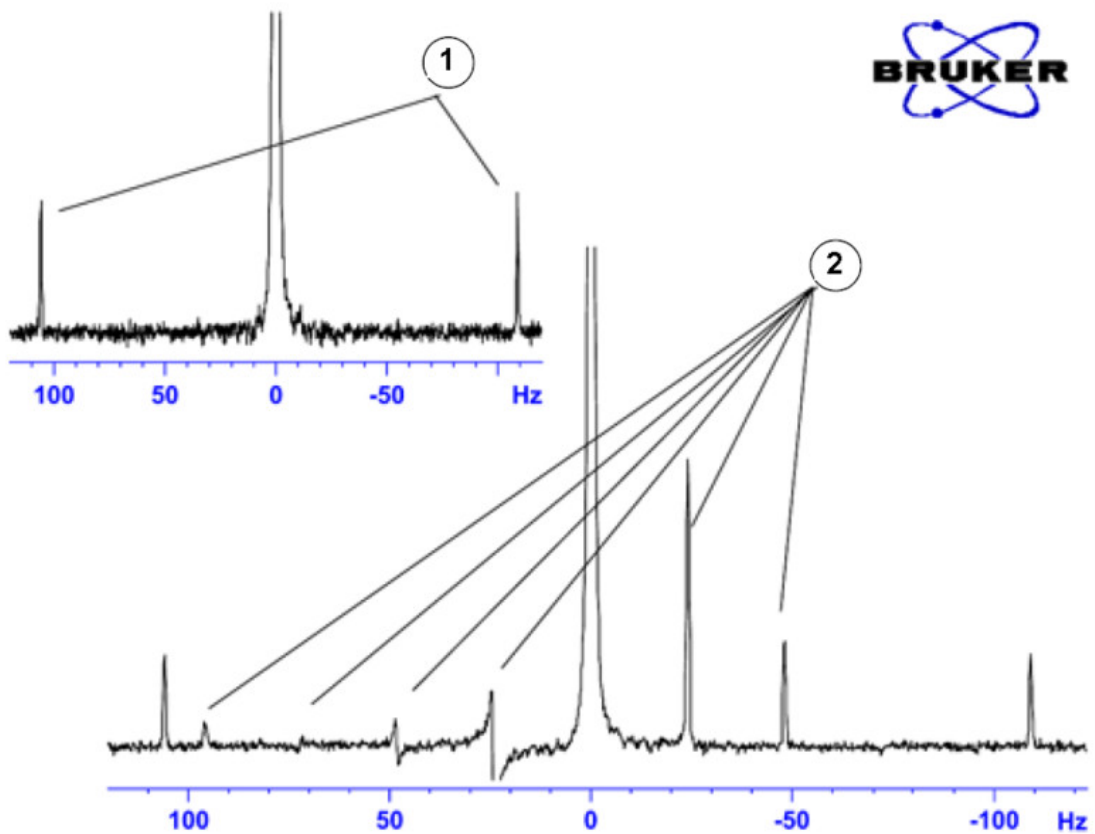


Abbildung 7.1: Spektrum mit Rotationsseitenbänder

1.	^{13}C -Satelliten	2.	Rotationsseitenbänder
----	-----------------------------	----	-----------------------

Auch wenn sich das Auftreten von Rotationsseitenbändern möglicherweise nicht vermeiden lässt, hängt ihre Größe oftmals von der Qualität des Probenröhrchens ab. Idealerweise sollte ein Probenröhrchen eine perfekte zylindrische Symmetrie aufweisen. Ungewöhnlich große Seitenbänder können auf eine unzureichende **Symmetrie des Probenröhrchens** hindeuten und die Verwendung von Probenröhrchen höherer Güte (und natürlich höherer Kosten) rechtfertigen.

Probenröhrchen müssen jederzeit sauber und frei von Staub und Kratzer gehalten werden. Probenröhrchen dürfen nicht mit Reagenzglasbürsten gebürstet werden. Beachten Sie bitte, dass neue NMR-Probenröhrchen nicht notwendigerweise sauber sind. Probenröhrchen können mit Azeton oder destilliertem Wasser gereinigt werden. Flüssige Reinigungsmittel können verwendet werden, sofern sie innerhalb einiger weniger Minuten abgespült werden, um ein Anätzen des Probenröhrchens zu vermeiden. Eine Ultraschallreinigung in einer geeigneten Lösung ist ebenfalls zulässig. Sollten die aufgeführten Maßnahmen nicht zum Erfolg führen, müssen die Probenröhrchen für bis zu zwei Tage in AQUA REGIA eingeweicht und vor dem Trocknen gründlich gespült werden. NMR-Probenröhrchen können im Trockenschrank getrocknet werden, dürfen jedoch keinen Temperaturen über 100 °C ausgesetzt werden, da sie sich hierbei verformen könnten, wodurch sie nicht mehr rotiert werden können. Zum Trocknen wird idealerweise gefilterter Stickstoff durch das Probenröhrchen geleitet.

7.3 Handhabung der Probe

Es empfiehlt sich, NMR-Lösungen direkt in das Probenröhrchen zu filtrieren, um die Lösung frei von Staub und anderen Verunreinigungen zu halten.



Hinweis: Probenröhrchen dürfen nur am oberen Rand gehalten werden!

Eine typische Vorgehensweise für die Vorbereitung einer Probe könnte wie folgt aussehen:

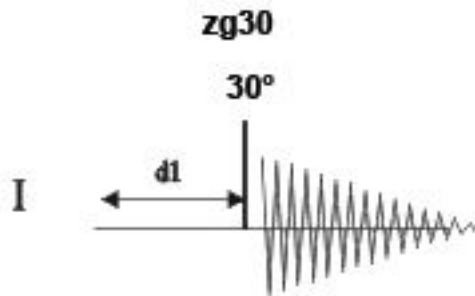
1. Lösen Sie bei einer Feststoffprobe unter Verwendung eines 5-mm-Probenröhrchen bis zu 20 mg der Probe in etwa 0,6 ml des gewählten Lösungsmittels (bei 10-mm-Probenröhrchen: Lösen Sie 80 mg in 2,5 ml Lösungsmittel). Bei einer flüssigen Probe werden bei der Durchführung von Protonen-Experimenten üblicherweise 20 % Probe in 80 % deuteriertem Lösungsmittel gelöst.
2. Geben Sie eine kleine Menge (etwa 0,1 %) der Referenzverbindung Tetramethylsilan (TMS) zu. Stellen Sie sicher, dass das TMS-Signal kleiner als das stärkste Proben- oder Lösungsmittelsignal ist, da andernfalls das Signal-Rausch-Verhältnis aufgrund der niedrigen Empfänger-Verstärkung vergeudet wird.
3. Filtrieren Sie die Lösung mit einer Pasteur-Pipette mit einem kleinen Kimwipe-Stopfen in das Probenröhrchen.
4. Filtrieren Sie 0,2 ml der Lösung durch den Filter in das Probenröhrchen. Die Lösung sollte nun drei bis vier Zentimeter hoch im Probenröhrchen stehen.
5. Verschließen Sie das Probenröhrchen mit einer Kappe, versiegeln Sie den oberen Teil mit Parafilm, um die Verdunstung zu reduzieren, und beschriften Sie es am oberen Teil. Achten Sie sorgfältig darauf, dass Kappe, Parafilm und Etikett konzentrisch angebracht werden, da sonst das Spinning des Probenröhrchens beeinträchtigt wird.



Hinweis: Bei Verwendung von Glaswolle für das Filtrieren der Probe können gewisse Probleme auftreten, speziell dann, wenn Sie T_1 -Messungen durchführen möchten.

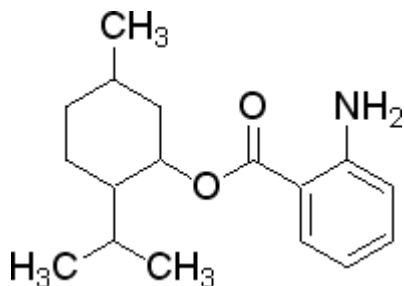
8 Protonen-Spektrum

Dieses Kapitel beschreibt die Erfassung und Verarbeitung eines eindimensionalen ^1H -NMR-Spektrums unter Verwendung des Standard-Parametersatzes **PROTON** von Bruker. Die Pulssequenz **zg30** (siehe nachstehende Abbildung) umfasst die Wiederholverzögerung (Recycle Delay), den HF-Puls und die Erfassungszeit, in der das Signal aufgezeichnet wird. Der dargestellte Pulswinkel beträgt 30° . Die beiden Parameter **d1** und **p1** bezeichnen die Länge der Wiederholverzögerung bzw. die Länge des 90° -HF-Pulses.



Die im Pulssequenz-Diagramm dargestellten Zeitintervalle sind nicht maßstabsgemäß. So beträgt **d1** typischerweise einige Sekunden, während **p1** typischerweise nur einige wenige Mikrosekunden lang ist.

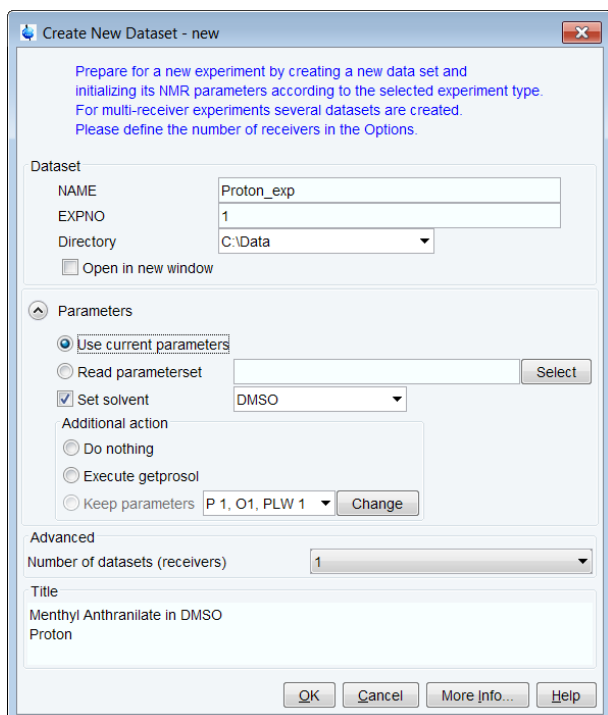
Bei der verwendeten Probe handelt es sich um **30 mg Menthylantranilat in DMSO- d_6** .



8.1 Konfiguration eines Experiments

Erstellen eines neuen Datensatzes

- Klicken Sie in der Menüleiste auf **Acquire | Create Dataset** (Erfassen | Datensatz erstellen), um das Fenster „Create New Dataset“ (Neuen Datensatz erstellen) zu öffnen.



- Nehmen Sie im Fenster „Create New Dataset“ (Neuen Datensatz anlegen) die folgenden Eingaben oder Auswahlen vor:

NAME = **Proton_exp**

EXPNO = **1**


Directory = z. B. *C:\Data*

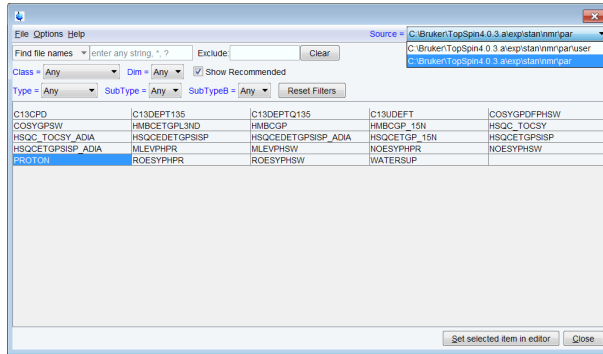
Directory, **NAME** und **EXPNO** bestimmen, wo der Datensatz für das neue Experiment auf dem Computer gespeichert wird:

Der Name des entsprechenden Verzeichnisses ergibt sich zu „Directory\NAME\EXPNO“, für das Beispiel also: *C:\Data\proton_exp\1*



Directory (Verzeichnis) kann aus der Dropdown-Liste ausgewählt werden, alternativ können Sie ein neues Verzeichnis in das Textfeld eingeben. **NAME** ist ein Unterverzeichnis von **Directory**, und **EXPNO** ist ein Unterverzeichnis von **NAME**. **EXPNO** muss eine positive ganze Zahl sein. Dieser Parameter ermöglicht es, mehrere zusammengehörige Datensätze unter demselben **NAME** (Namen) zu speichern.

- Klicken Sie in der Gruppe „Parameters“ (Parameter)  **Parameters** auf **Read parameterset** (Parametersatz lesen) und **Select** (Auswählen), um das Fenster „rpar“ zu öffnen.



- Aktivieren Sie **Show Recommended** (Empfohlene anzeigen), um die Liste der gebräuchlichsten Experimente mit kleinen Molekülen zu erhalten.
- Stellen Sie sicher, dass das Quellverzeichnis wie folgt lautet:
`<Topspin>\exp\stan\nmr\par`
 und nicht:
`<Topspin>\exp\stan\nmr\par\Anwender`
- Wählen Sie in der Tabelle **PROTON** als Experiment aus, und klicken Sie auf **Set selected item in editor** (Ausgewählten Eintrag im Editor festlegen).
- Aktivieren Sie im Fenster „Create New Dataset“ (Neuen Datensatz erstellen) die Option **Set solvent** (Lösungsmittel festlegen), und wählen Sie in der Dropdown-Liste **DMSO** aus.
- Geben Sie im Feld „TITLE“ (Titel) einen Text ein, der Angaben zum Experiment, der Probe, dem Lösungsmittel sowie weitere nützliche Informationen enthält. Die Titelinformationen können für die Suche nach einem Datensatz verwendet werden.
- Klicken Sie im Fenster „Create New Data Set“ (Neuen Datensatz erstellen) auf **OK**.
- Klicken Sie in der Menüleiste auf **Acquire** (Erfassen).

Zum Erfassen eines Spektrums verwenden Sie die Workflow-Schaltflächen in der Workflow-Schaltflächenleiste von links nach rechts (siehe nachstehende Schritte). Alternativ können Sie auch die Befehle, die in den verschiedenen Popup-Fenstern in Klammern angezeigt werden (z.B. **ej**, **ij**, **edte** usw.), in die TopSpin-Kommandozeile eingeben.

- Klicken Sie auf den **abwärts gerichteten Pfeil** in der Schaltfläche **Sample** (Probe), um weitere Optionen anzuzeigen.
- Wählen Sie in der Liste die Option **Eject sample manually (ej)** (Probe manuell auswerfen).



Warten Sie, bis die Luft für den Probenlift aktiviert ist, und entnehmen Sie die Probe, die sich möglicherweise im Magneten befindet.

Laden der Probe

- Setzen Sie die Probe mit dem Spinner auf den oberen Zugang zum Probenschacht.
- Klicken Sie auf den **abwärts gerichteten Pfeil** in der Schaltfläche **Sample** (Probe), um weitere Optionen anzuzeigen.
- Wählen Sie in der Liste die Option **Insert sample manually (ij)** (Probe manuell einsetzen).



Warten Sie, bis die Probe in den Probenkopf abgesenkt und die Luft für den Probenlift deaktiviert wurde. Möglicherweise ist ein Klicken zu hören.

Locking des Lösungsmittels

- Klicken Sie in der Workflow-Schaltflächenleiste auf **Lock** (Einrasten).
- Wählen Sie im Fenster „Solvents table“ (Lösungsmitteltabelle) das Lösungsmittel (z. B. **DMSO**) aus. Klicken Sie auf **OK**.

Solvent	Description
Acetic	acetic acid-d4
Acetone	acetone-d6
C6D6	benzene-d6
CD2Cl2	dichlormethane-d2
CD3CN	acetonitrile-d3
CD3CN_SPE	LC-SPE Solvent (Acetonitrile)
CD3OD_SPE	LC-SPE Solvent (Methanol-d4)
CDCl3	chloroform-d
CH3CN+D2O	HPLC Solvent (Acetonitril/D2O)
CH3OH+D2O	HPLC Solvent (Methanol/D2O)
D2O	deuteriumoxide
D2O_salt	deuteriumoxide with salt
Dioxane	dioxane-d8
DMF	N,N-dimethylformamide-d7
DMSO	dimethylsulfoxide-d6
EtOD	ethanol-d6
H2O+D2O	90%H2O and 10%D2O
H2O+D2O_salt	90%H2O and 10%D2O with salt
HDMSO	90%DMSO and 10%DMSO-d6
Juice	fruit juice
MeOD	methanol-d4
Plasma	blood plasma
Pyr	pyridine-d5
T_H2O+D2O+Me4NCl	(CD3)4NCl in 90%H2O and 10%D2O, for NMR thermometer
T_H2O+D2O+NaAc	sodium acetate in 90%H2O and 10%D2O, for NMR thermometer
T_H2O+D2O+Pivalate	pivalate-d9 in 90% H2O and 10% D2O, for NMR thermometer
T_MeOD	methanol-d4, for NMR thermometer
TFE	trifluoroethanol-d3
THF	tetrahydrofuran-d8
Tol	toluene-d8
Urine	urine

Lock nucleus: 2H [v] [OK] [Cancel]

Tuning und Matching des Probenkopfs

- Klicken Sie in der Workflow-Schaltflächenleiste auf **Tune** (Abstimmen).

Dies führt ein **atma (automatisches Tuning und Matching)** durch und erfordert einen mit einem automatischen Tuning-Modul ausgestatteten Probenkopf. Für weitere Optionen klicken Sie auf den **abwärts gerichteten Pfeil** in der Schaltfläche **Tune** (Abstimmen).

Spinning der Probe (optional)

- Klicken Sie auf den **abwärts gerichteten Pfeil** in der Schaltfläche **Spin** (Spinning), um weitere Optionen anzuzeigen.
- Wählen Sie in der Liste die Option **Turn sample rotation on (ro on)** (Probenrotation ein).



Für Probenköpfe wie **BBI**, **TXI** und **TBI** sowie für Probenköpfe für kleinvolumige Proben kann die Rotation auf **OFF** (AUS) gesetzt werden.

Shimming der Probe

- Klicken Sie in der Workflow-Schaltflächenleiste auf **Shim** (Shimming).

Dies führt den Befehl **topshim** aus. Der Shimming-Vorgang startet sofort und sollte weniger als eine Minute in Anspruch nehmen. Klicken Sie auf den **abwärts gerichteten Pfeil** in der Schaltfläche **Shim** (Shimming), um weitere Optionen anzuzeigen.

Laden der prosol-Parameter (Probenkopf-/Lösungsmittel-Parameter)

- Klicken Sie in der Workflow-Schaltflächenleiste auf **Prosol** (Probenkopf-/Lösungsmittel-Parameter).

Dadurch werden die Pulsbreiten und Leistungsstufen in den Parametersatz geladen.

8.2 Akquisition

Festlegen der Empfänger-Verstärkung

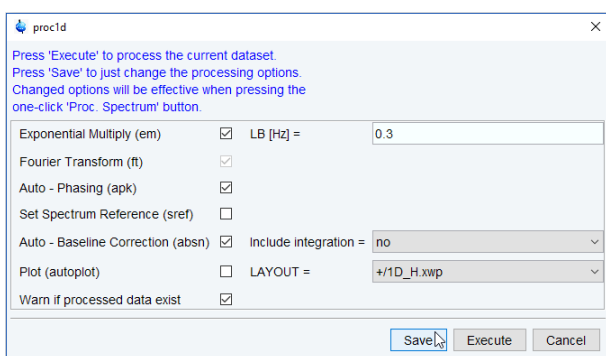
- Klicken Sie in der Workflow-Schaltflächenleiste auf **Gain** (Verstärkung).
- oder
- Klicken Sie auf den abwärts gerichteten Pfeil in der Schaltfläche „Gain“ (Verstärkung), um die Verstärkung des Empfängers manuell anzupassen.

Starten der Datenerfassung

- Klicken Sie in der Workflow-Schaltflächenleiste auf **Run** (Ausführen).
- oder
- Klicken Sie auf den **abwärts gerichteten Pfeil** in der Schaltfläche **Run** (Ausführen), um weitere Optionen anzuzeigen.

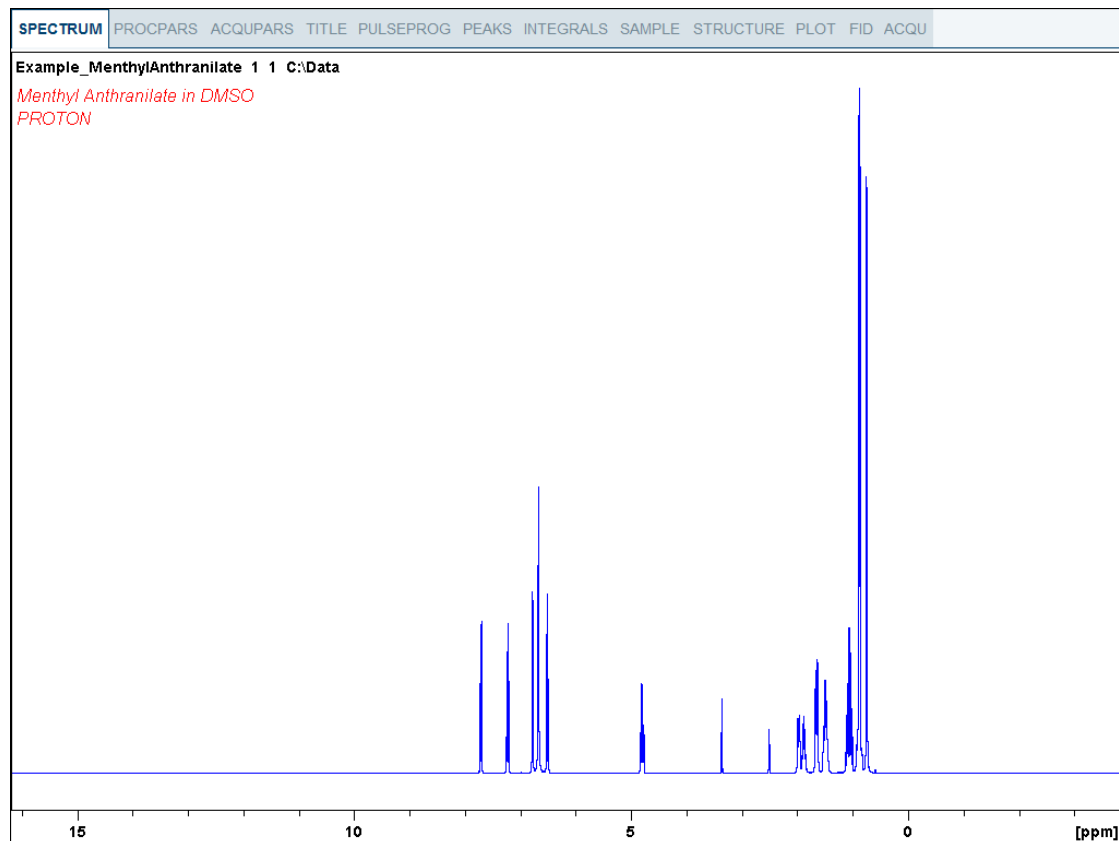
8.3 Verarbeitung

- Klicken Sie nach Abschluss der Akquisition auf die Schaltfläche **Process** (Verarbeiten) in der Menüleiste.
- Klicken Sie auf den **abwärts gerichteten Pfeil** in der Schaltfläche **Proc Spectrum** (Spektrum verarbeiten), um weitere Optionen anzuzeigen.
- Wählen Sie in der Liste die Option **Configure Standard Processing** (proc1d) (Standard-Verarbeitung konfigurieren).
- Aktivieren Sie im Fenster „proc1d“ die folgenden Optionen:
 - Exponential Multiply (em) (Exponentielle Multiplikation)
 - Auto – Phasing (apk) (Automatisch – Phasing)
 - Auto – Baseline Correction (absn) (Automatisch – Grundlinienkorrektur)



- Aktivieren Sie **Set Spectrum Reference (sref)** (Spektrum-Referenz festlegen), wenn der Probe TMS als Referenzsubstanz zugegeben wurde.
- Klicken Sie im Fenster „proc1d“ auf **Execute** (Ausführen) und anschließend auf **Save** (Speichern), um die ausgewählten Einstellungen für die Verarbeitung zu speichern.

Nun können alle zukünftigen Datensätze mit einem Klick auf **Proc Spectrum** (Spektrum verarbeiten) mit den definierten Aktionen bearbeitet werden.

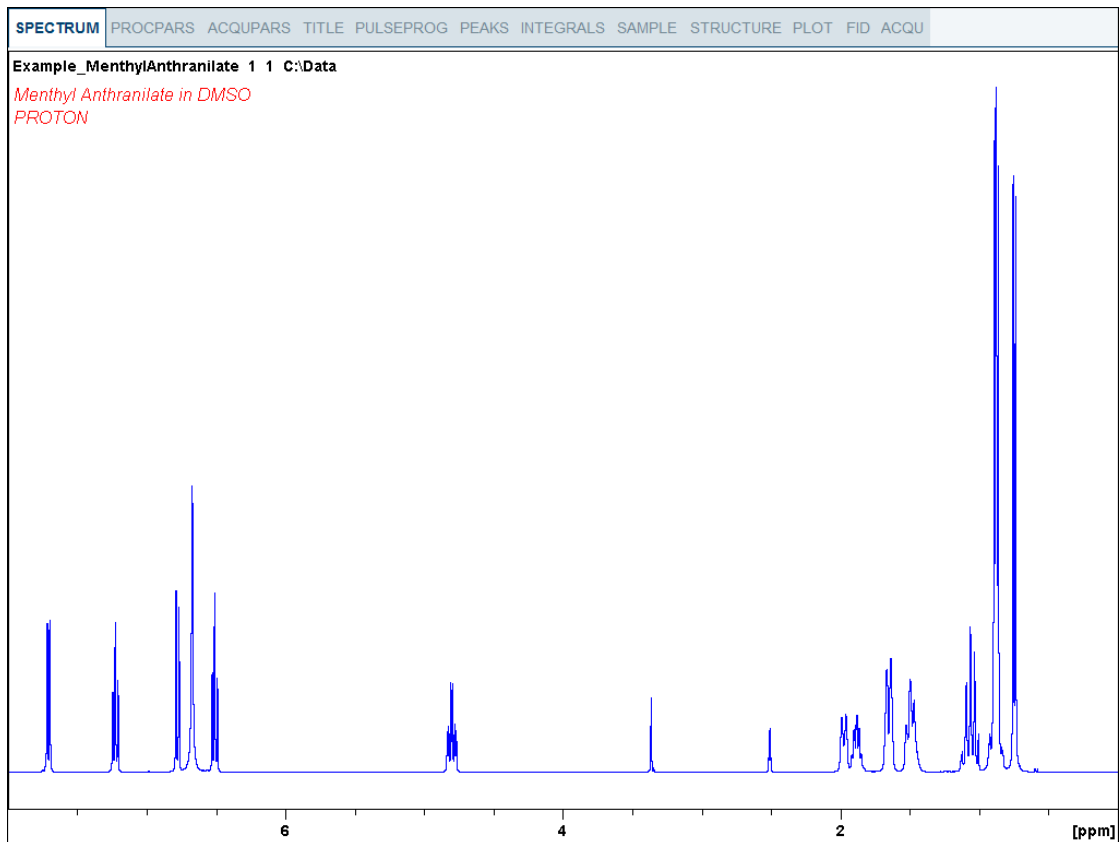


8.4 Integration

Für die quantitative Analyse eines beobachteten Protonensignals werden die Integrale der Signalspitzen miteinander verglichen. Es ist gängige Praxis, ein Protonenspektrum zu integrieren, um die Zahl der Protonen im analysierten Molekül zu berücksichtigen.

Informationen dazu, wie Sie genauere quantitative Integrationsergebnisse erhalten, entnehmen Sie bitte dem Handbuch **Quantitative NMR**.

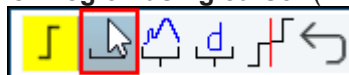
- Expandieren Sie das Spektrum so weit, dass es alle Signalspitzen enthält.



- Klicken Sie im Menü auf **Analyse | Integrate** (Analysieren | Integrieren).

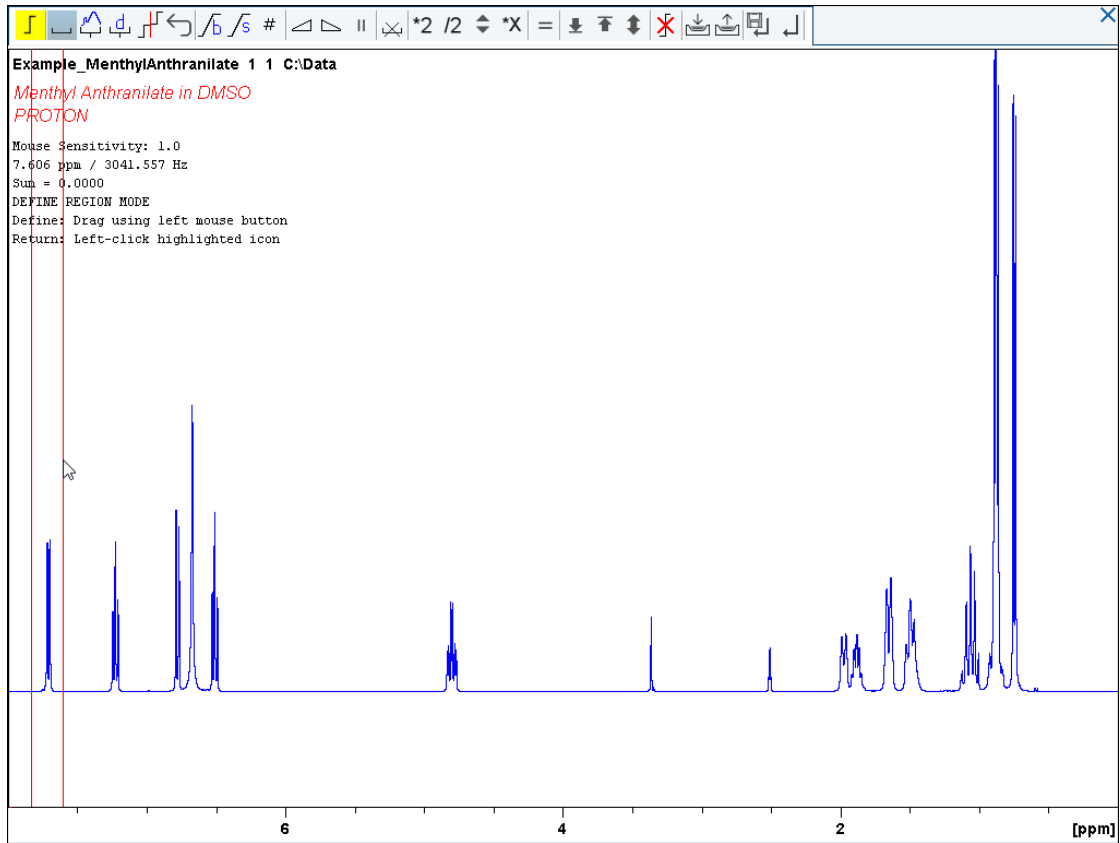
Auf diese Weise gelangen Sie in den manuellen Integrationsmodus. Die Registerkartenleiste **Dataset** (Datensatz) wird durch die Symbolleiste **Integration** ersetzt.

- Wählen Sie die Schaltfläche **Define new region using cursor** (Neue Region unter

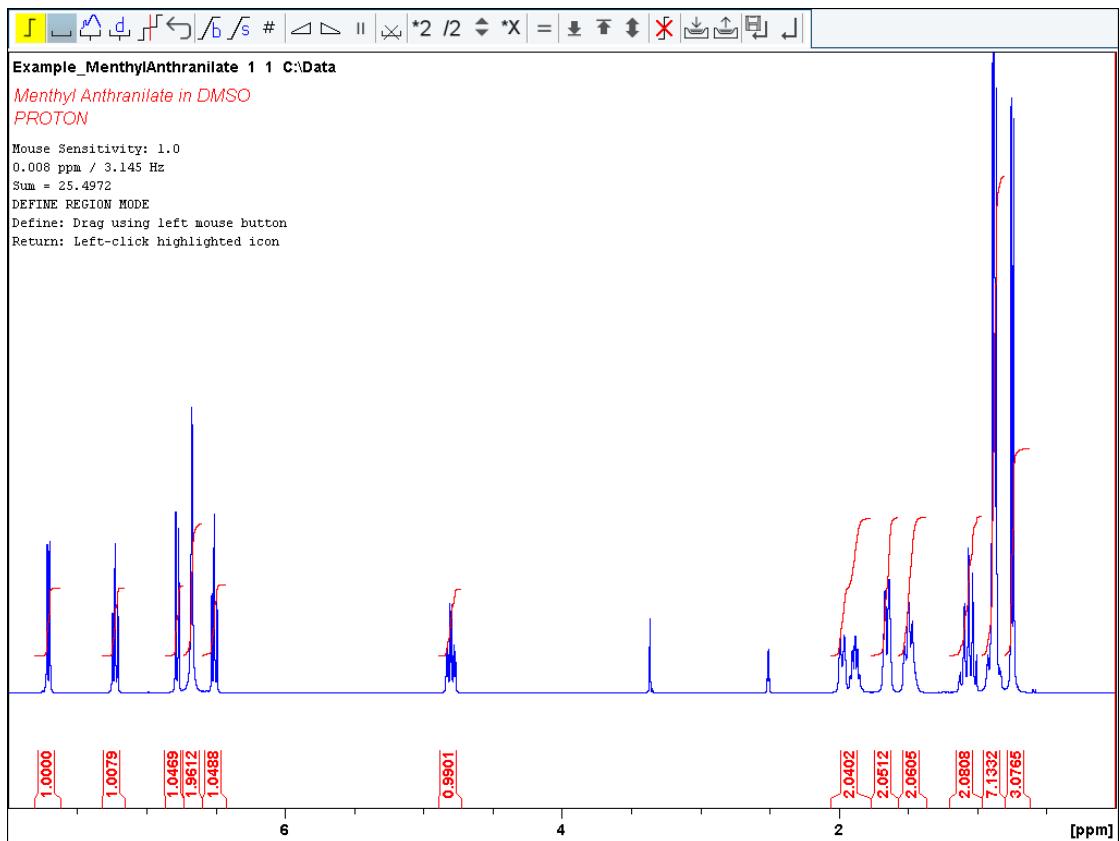


Verwendung des Cursors festlegen).

- Setzen Sie die Cursorlinie links von der ersten zu integrierenden Signalspitze. Klicken Sie mit der linken Maustaste, ziehen Sie die Cursorlinie nach rechts von der Signalspitze, und geben Sie die Maustaste dann frei.



- Wiederholen Sie den letzten Schritt für alle Signalspitzen von Interesse.



- Klicken Sie in der Symbolleiste „Integration“ auf das Symbol **Return, save region**

(Zurück, Region speichern), um die Integrations-Regionen zu speichern.



8.5 Plotten des 1D-Protonen-Spektrums

- Expandieren Sie das Spektrum so weit, dass es alle Signalspitzen enthält.
- Klicken Sie in der Symbolleiste auf **Retain expansion and scale** (Expansion und

Skalierung beibehalten).



Durch einen Klick auf **Print active window** (Aktives Fenster drucken) kann das Spektrum so gedruckt werden, wie es in der Registerkarte „SPECTRUM“ angezeigt wird.



Durch einen Klick auf **Export active data or plot window as PDF** (Aktive Daten exportieren oder Fenster als PDF plotten) kann das Spektrum auch mit einem vordefinierten Layout gedruckt werden.



Über die Schaltfläche **Show more Publish Options** (Weitere Veröffentlichungsoptionen anzeigen) in der Menüleiste

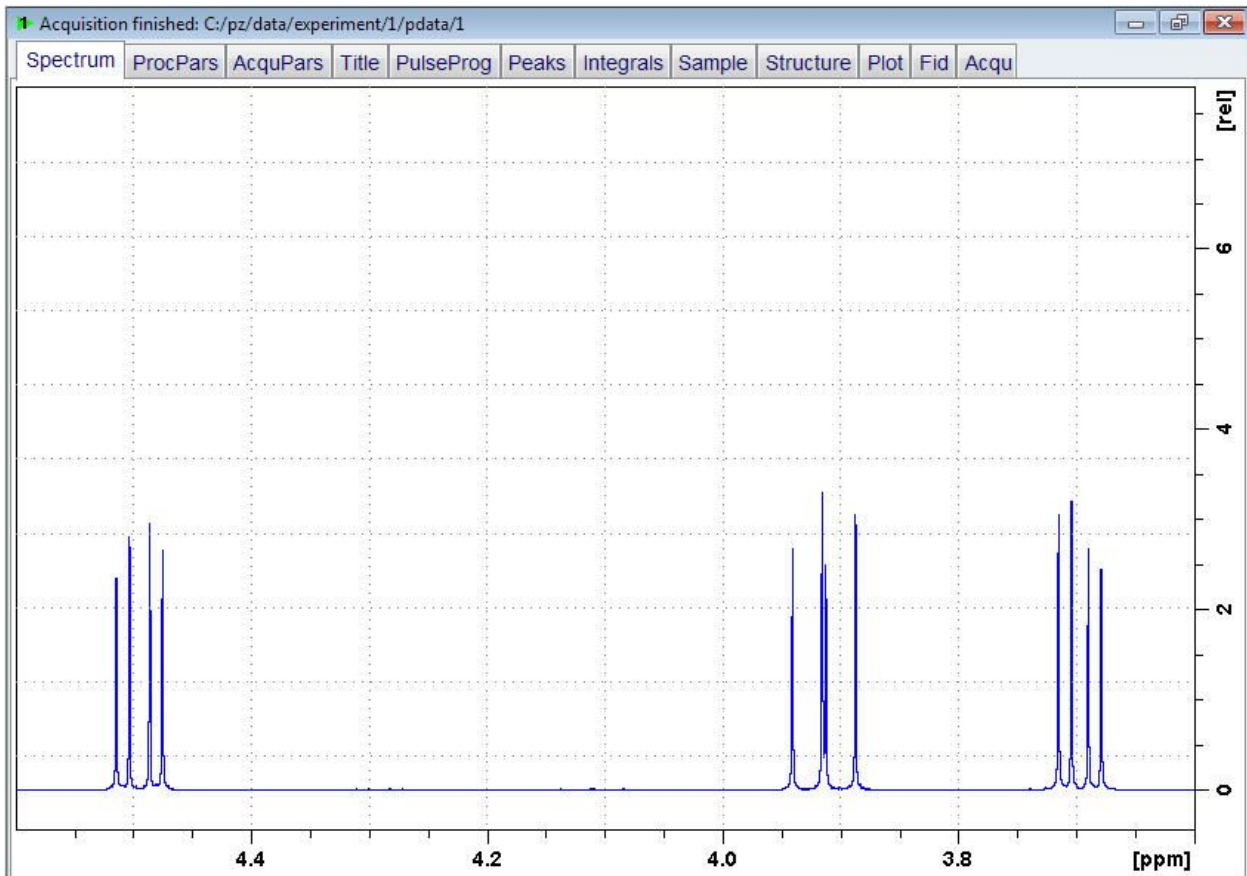


zusätzliche Optionen verfügbar. Durch Klicken auf die Registerkarte **Plot** in der Registerkartenleiste des Fensters „Dataset“ (Datensatz) können Sie auch in den interaktiven Plot-Editor wechseln (siehe nachstehende Abbildung).

Details zum Arbeiten mit dem Plot-Editor und zum Ändern von Layouts finden Sie im



Handbuch **Data Publishing** im Hilfe-Menü.  Klicken Sie auf **Help | Manuals | Automation and Data Publishing | Data Publishing** (Hilfe | Handbücher | Automation and Data Publishing | Data Publishing).



- Klicken Sie in der Symbolleiste auf **Set SW to current region and SFO1 to center of region** (Spektralbreite auf aktuelle Region und SFO1 auf Zentrum der Region setzen).



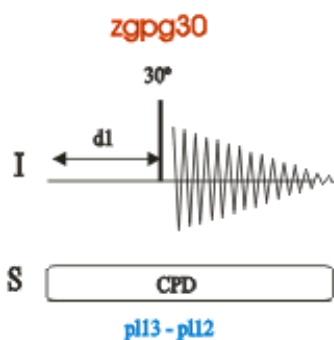
- Klicken Sie im Fenster „New setting of SW“ (Neue Einstellung der Spektralbreite) auf **Close** (Schließen).
- Klicken Sie in der Workflow-Schaltflächenleiste auf **Run** (Ausführen).
- Klicken Sie in der Menüleiste auf **Process** (Verarbeiten).
- Klicken Sie in der Workflow-Schaltflächenleiste auf **Proc Spectrum** (Spektrum verarbeiten).



Hinweis: Dies führt die gespeicherten Verarbeitungsparameter des Fensters „proc1d“ aus.

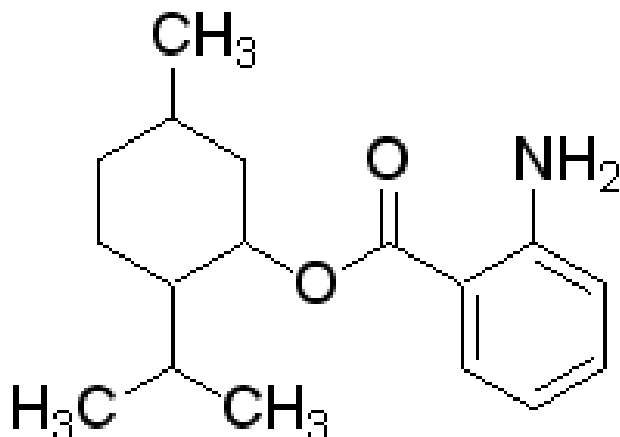
9 ^{13}C -Spektrum mit Protonen-Entkopplung

Dieses Kapitel beschreibt die Erfassung und Verarbeitung eines eindimensionalen ^{13}C -NMR-Spektrums. Der Standard-Parametersatz **C13CPD** von Bruker umfasst die nachstehend dargestellte Pulssequenz **zpgg30**. Der ^{13}C -Kanal umfasst die Wiederholverzögerung (Recycle Delay), einen HF-Puls und die Erfassungszeit, in der das Signal aufgezeichnet wird. Der dargestellte Pulswinkel beträgt 30° . Die beiden Parameter **d1** und **p1** bezeichnen die Länge der Wiederholverzögerung bzw. die Länge des 90° -HF-Pulses. Der ^1H -Kanal besteht aus zwei Entkopplungs-Pulsen mit optionalem Power-Gating. Der erste Puls, ein NOE-Buildup-Puls während der Wiederholverzögerung, kann schwächer ausfallen als der zweite, während der Erfassung abgegebene Puls, bei dem es sich um den eigentlichen Entkopplungs-Puls handelt. Dies kann sich zur Vermeidung einer HF-Erwärmung bei salzreichen Proben oder bei Probenköpfen, bei denen höhere Entkopplungsenergien problematisch sein können, als hilfreich erweisen.



Die im Pulssequenz-Diagramm dargestellten Zeitintervalle sind nicht maßstabsgemäß. So beträgt **d1** typischerweise einige Sekunden, während **p1** typischerweise nur einige wenige Mikrosekunden lang ist.

Bei der verwendeten Probe handelt es sich um **30 mg Menthylantranilat in DMSO- d_6** .




9.1 Konfiguration eines Experiments

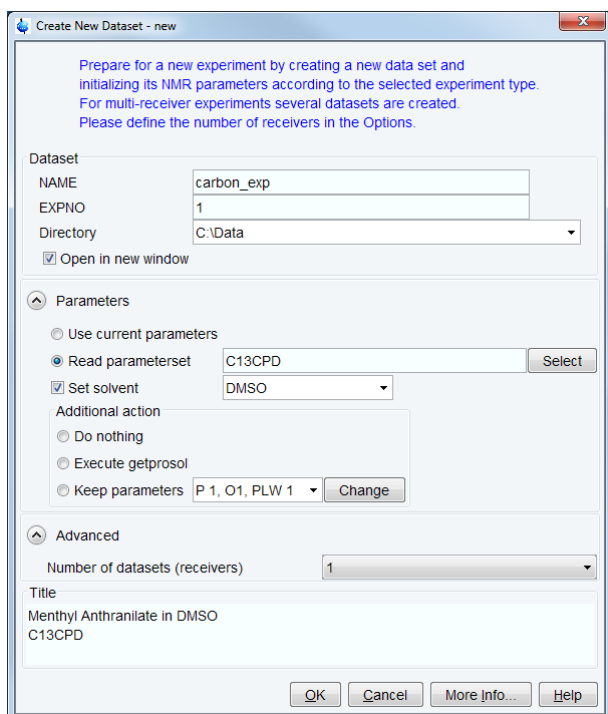
- Klicken Sie in der Menüleiste auf **Acquire | Create Dataset** (Erfassen | Datensatz erstellen), um das Fenster „Create New Dataset“ (Neuen Datensatz erstellen) zu öffnen.
- Nehmen Sie im Fenster „Create New Dataset“ (Neuen Datensatz anlegen) die folgenden Eingaben oder Auswahlen vor:

NAME = **carbon_exp**

EXPNO = **1**

Directory = z. B. C:\Data

- Klicken Sie in der Gruppe „Parameters“ (Parameter)  auf **Read parameterset** (Parametersatz lesen), und wählen Sie das Experiment **C13CPD** aus.
- Aktivieren Sie im Fenster „Create New Dataset“ (Neuen Datensatz erstellen) die Option **Set solvent** (Lösungsmittel festlegen), und wählen Sie in der Dropdown-Liste **DMSO** aus.



- Geben Sie im Feld „TITLE“ (Titel) einen Text ein, der Angaben zum Experiment, der Probe, dem Lösungsmittel sowie weitere nützliche Informationen enthält. Die Titelinformationen können für die Suche nach einem Datensatz verwendet werden.
- Klicken Sie im Fenster „Create New Data Set“ (Neuen Datensatz erstellen) auf **OK**.
- Wählen Sie im Datensatz-Fenster die Registerkarte **AcquPars** (Akquisitionsparameter).
- Nehmen Sie die folgende Änderung vor:
NS = **128**
- Klicken Sie in der Menüleiste auf **Acquire** (Erfassen).



Zum Erfassen eines Spektrums verwenden Sie die Workflow-Schaltflächen von links nach rechts.

- Klicken Sie auf den **abwärts gerichteten Pfeil** in der Schaltfläche **Sample** (Probe), um weitere Optionen anzuzeigen.
- Wählen Sie in der Liste die Option **Eject sample manually (ej)** (Probe manuell auswerfen). Der Probenlift wird aktiviert.



Warten Sie, bis die Luft für den Probenlift aktiviert ist, und entnehmen Sie die Probe, die sich möglicherweise im Magneten befindet.

- Setzen Sie die Probe samt Spinner auf den oberen Zugang des Probenschachts.
- Klicken Sie auf den **abwärts gerichteten Pfeil** in der Schaltfläche **Sample** (Probe), um weitere Optionen anzuzeigen.
- Wählen Sie in der Liste die Option **Insert sample manually (ij)** (Probe manuell einsetzen).



Warten Sie, bis die Probe in den Probenkopf abgesenkt und die Luft für den Probenlift deaktiviert wurde. Möglicherweise ist ein Klicken zu hören.

- Klicken Sie in der Workflow-Schaltflächenleiste auf **Lock** (Einrasten).
- Wählen Sie aus der Liste „Solvents table“ (Lösungsmitteltabelle) **DMSO** aus, und klicken Sie auf **OK**.

Solvent	Description
Acetic	acetic acid-d4
Acetone	acetone-d6
C6D6	benzene-d6
CD2Cl2	dichlormethane-d2
CD3CN	acetonitrile-d3
CD3CN_SPE	LC-SPE Solvent (Acetonitrile)
CD3OD_SPE	LC-SPE Solvent (Methanol-d4)
CDCl3	chloroform-d
CH3CN+D2O	HPLC Solvent (Acetonitril/D2O)
CH3OH+D2O	HPLC Solvent (Methanol/D2O)
D2O	deuteriumoxide
D2O_salt	deuteriumoxide with salt
Dioxane	dioxane-d8
DMF	N,N-dimethylformamide-d7
DMSO	dimethylsulfoxide-d6
EtOD	ethanol-d6
H2O+D2O	90%H2O and 10%D2O
H2O+D2O_salt	90%H2O and 10%D2O with salt
HDMSO	90%DMSO and 10%DMSO-d6
Juice	fruit juice
MeOD	methanol-d4
Plasma	blood plasma
Pyr	pyridine-d5
T_H2O+D2O+Me4NCl	(CD3)4NCl in 90%H2O and 10%D2O, for NMR thermometer
T_H2O+D2O+NaAc	sodium acetate in 90%H2O and 10%D2O, for NMR thermometer
T_H2O+D2O+Pivalate	pivalate-d9 in 90% H2O and 10% D2O, for NMR thermometer
T_MeOD	methanol-d4, for NMR thermometer
TFE	trifluoroethanol-d3
THF	tetrahydrofuran-d8
Tol	toluene-d8
Urine	urine

Lock nucleus: 2H

- Klicken Sie in der Workflow-Schaltflächenleiste auf **Tune** (Abstimmen).



Dies führt ein **atma (automatisches Tuning und Matching)** durch und erfordert einen mit einem automatischen Tuning-und-Matching-Modul ausgestatteten Probenkopf. Das Tuning beginnt immer mit der niedrigsten Frequenz, in diesem Fall Kohlenstoff, und geht dann zu den höheren Frequenzen über, in diesem Fall Proton. Klicken Sie auf den **abwärts gerichteten Pfeil** in der Schaltfläche **Tune** (Abstimmen), um weitere Optionen anzuzeigen.

- Klicken Sie auf den **abwärts gerichteten Pfeil** in der Schaltfläche **Spin** (Spinning), um weitere Optionen anzuzeigen.
- Wählen Sie in der Liste die Option **Turn sample rotation on (ro on)** (Probenrotation ein).



Für Probenköpfe wie **BBI**, **TXI** und **TBI** sowie für Probenköpfe für kleinvolumige Proben kann die Rotation abgeschaltet werden.

- Klicken Sie in der Workflow-Schaltflächenleiste auf **Shim** (Shimming).

Dies führt den Befehl **topshim** aus. Klicken Sie auf den **abwärts gerichteten Pfeil** in der Schaltfläche **Shim** (Shimming), um weitere Optionen anzuzeigen.

- Klicken Sie in der Workflow-Schaltflächenleiste auf **Prosol** (Probenkopf-/Lösungsmittel-Parameter).

Dadurch werden die Pulsbreiten und Leistungsstufen in den Parametersatz geladen.

9.2 Akquisition

- Klicken Sie in der Workflow-Schaltflächenleiste auf **Gain** (Verstärkung).

oder

- Klicken Sie auf den **abwärts gerichteten Pfeil** in der Schaltfläche **Gain** (Verstärkung), um die Verstärkung des Empfängers manuell anzupassen.
- Klicken Sie in der Workflow-Schaltflächenleiste auf **Run** (Ausführen).

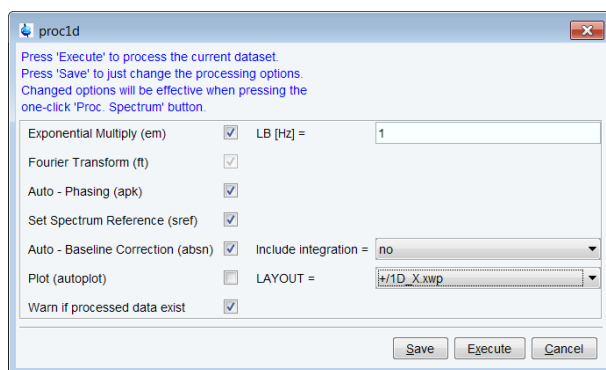
oder

- Klicken Sie auf den **abwärts gerichteten Pfeil** in der Schaltfläche **Run** (Ausführen), um weitere Optionen anzuzeigen.

9.3 Verarbeitung

Wenn die Akquisition abgeschlossen ist:

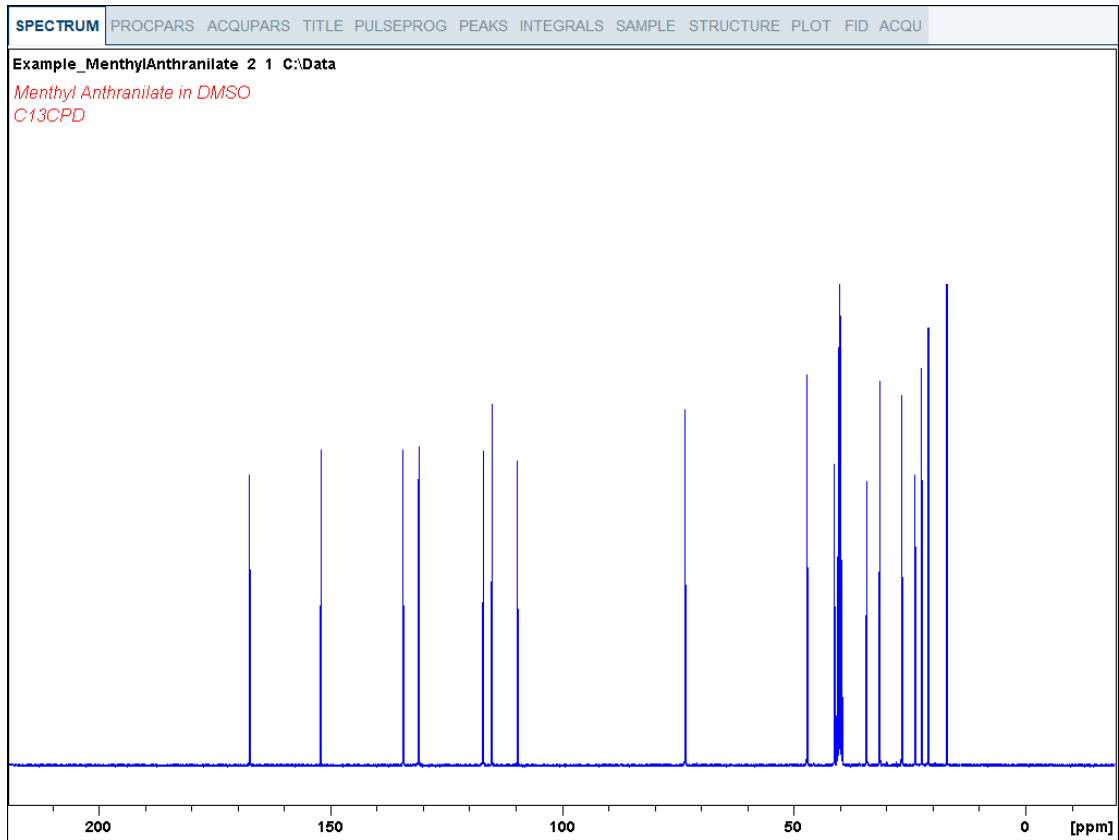
- Klicken Sie in der Menüleiste auf **Process** (Verarbeiten).
- Klicken Sie auf den **abwärts gerichteten Pfeil** in der Schaltfläche **Proc Spectrum** (Spektrum verarbeiten), um weitere Optionen anzuzeigen.
- Wählen Sie in der Liste die Option **Configure Standard Processing** (proc1d) (Standard-Verarbeitung konfigurieren).
- Wählen Sie im Fenster „proc1d“ die folgenden Optionen:
Exponential Multiply (em) (Exponentielle Multiplikation)
Auto – Phasing (apk) (Automatisch – Phasing)
Set Spectrum Reference (sref) (Spektrum-Referenz festlegen)
Auto – Baseline Correction (absn) (Automatisch – Grundlinienkorrektur)



- Klicken Sie im Fenster „proc1d“ auf **Execute** (Ausführen).
- Klicken Sie im Fenster „proc1d“ auf **Save** (Speichern), um die ausgewählten Verarbeitungseinstellungen zu speichern.

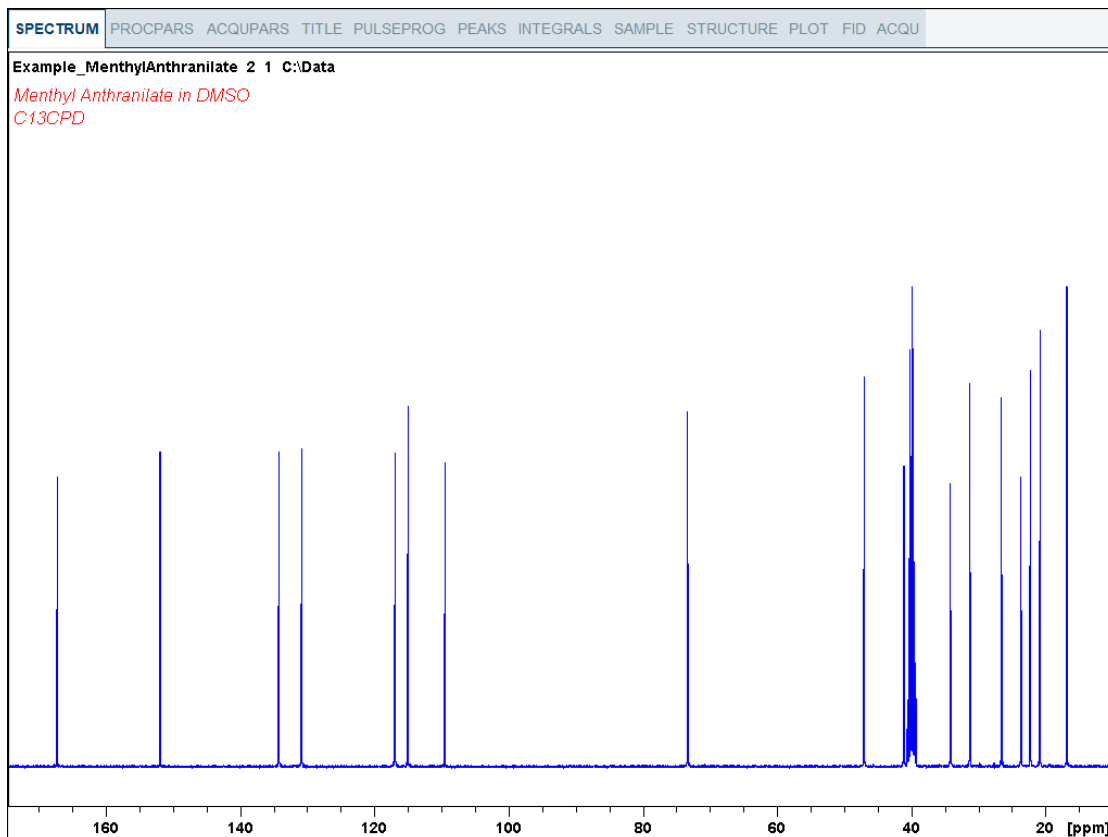


Nun können alle zukünftigen Datensätze mit einem Klick auf **Proc Spectrum** (Spektrum verarbeiten) mit den definierten Aktionen bearbeitet werden.



9.4 Peak Picking (Signalspitzenauswahl)

- Expandieren Sie das Spektrum so weit, dass es alle Signalspitzen enthält.



- Klicken Sie in der Menüleiste auf **Analyse** (Analysieren).
- Klicken Sie in der Workflow-Schaltflächenleiste auf **Pick Peaks** (Signalspitzenauswahl).

oder

- Klicken Sie auf den **abwärts gerichteten Pfeil** in der Schaltfläche **Pick Peaks** (Signalspitzenauswahl), um weitere Optionen anzuzeigen.

Auf diese Weise gelangen Sie in den manuellen Signalspitzenauswahlmodus.

Die **Dataset**-(Datensatz-)Registerkarten werden durch die Symbolleiste **Peak Picking** (Signalspitzenauswahl) ersetzt:

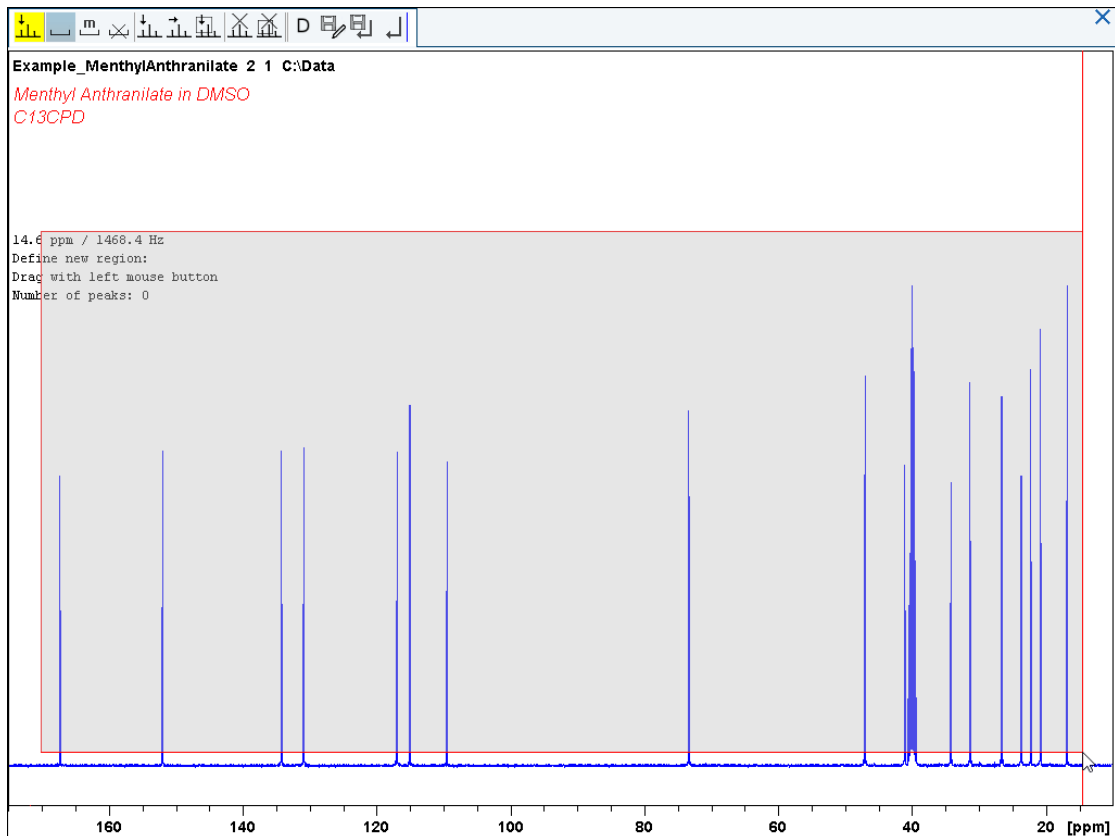


Standardmäßig ist die Schaltfläche **Define new peak picking range** (Neuen Signalspitzenauswahlbereich definieren) aktiviert.

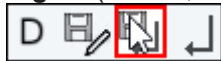
- Klicken Sie mit der linken Maustaste, und ziehen Sie die Cursorlinie vom linken zum rechten Rand des Spektrums, wobei Sie einen Rahmen ziehen.



Mit der Schaltfläche **Modify existing peak picking range** (Bestehenden Signalspitzenauswahlbereich modifizieren) können Sie den unteren Rand des Signalspitzenauswahlbereichs anheben oder den oberen Rand des Signalspitzenauswahlbereichs absenken, um Rauschen oder Lösungsmittel auszuschließen.



- Klicken Sie in der Symbolleiste „Peak Picking“ (Signalspitzenauswahl) auf **Return, save region** (Zurück, Region speichern), um die Signalspitzenwerte zu speichern.



- Zur Anzeige der Spitzenauswahl-Beschriftungen klicken Sie mit der rechten Maustaste in das Spektrum-Fenster und wählen **Spectra Display Preferences** (Voreinstellung für Spektrenanzeige). Aktivieren Sie in den Spektrumkomponenten **Peak labels** (Signalspitzenbeschriftungen) und **Peak annotations** (Signalspitzenanmerkungen). Klicken Sie auf **Apply** (Anwenden) und **Close** (Schließen).

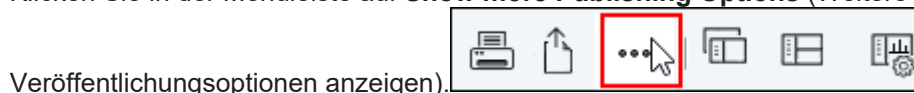
9.5 Plotten des 1D-Kohlenstoff-Spektrums

- Expandieren Sie das Spektrum so weit, dass es alle Signalspitzen enthält.
- Klicken Sie in der Symbolleiste auf **Retain expansion and scale** (Expansion und



Skalierung beibehalten).

- Klicken Sie in der Menüleiste auf **Show more Publishing Options** (Weitere



Veröffentlichungsoptionen anzeigen).

- Wählen Sie **Switch to plot editor (plot)** (Zum Plot-Editor wechseln).



10 Kontaktinformationen

Hersteller:

Bruker BioSpin NMR
Silberstreifen
D-76287 Rheinstetten
Deutschland
Tel.: +49 721-5161-6155
<http://www.bruker.com>
WEEE DE43181702

NMR-Hotlines

Wenden Sie sich an unsere NMR-Service-Center.

Bruker BioSpin NMR unterhält dedizierte Hotlines und Service-Center, so dass unsere Spezialisten so schnell wie möglich auf alle Ihre Service-Anfragen, Fragen zu Anwendungen, Software- und Hardware-Bedarf usw. eingehen können.

Auf der folgenden Webseite finden Sie eine Liste unserer Ihnen zur Verfügung stehenden NMR-Service-Center und -Hotlines:

<http://www.bruker.com/service/information-communication/helpdesk.html>

Abbildung

Abbildung 3.1: Anregung und Antwort	9
Abbildung 3.2: NMR-Spektrum	10
Abbildung 3.3: NMR-Analyse von CHCl_3	11
Abbildung 3.4: Von CHCl_3 ausgesandte NMR-Signale	12
Abbildung 3.5: Umrechnung zwischen den Einheiten „Hertz“ und „ppm“	13
Abbildung 3.6: Chemische Verschiebung des ^1H -Signals in organischen Verbindungen	15
Abbildung 3.7: Benzol-Ring	15
Abbildung 3.8: Benzol-Spektrum	16
Abbildung 3.9: Benzylacetat	16
Abbildung 3.10: Protonen-Spektrum von Benzylacetat	17
Abbildung 3.11: Ethylbenzol	18
Abbildung 3.12: Ethylbenzol-Spektrum	19
Abbildung 3.13: Entkopplungsexperiment	20
Abbildung 3.14: Ethylbenzol-Spektrum mit homonuklearer Entkopplung	21
Abbildung 3.15: Fourier-Transformation	22
Abbildung 4.1: AVANCE NEO Konsole und Ascend Magnet	23
Abbildung 4.2: Übersicht über die AVANCE NEO-Architektur	24
Abbildung 4.3: Magnet, Shimming-System, Probenkopf und HPPR	26
Abbildung 4.4: Supraleitender Magnet	28
Abbildung 4.5: Probe im Probenkopf	30
Abbildung 4.6: Typische HPPR-Verkabelung	31
Abbildung 4.7: Exemplarischer Breitband-Probenkopf	32
Abbildung 4.8: Die iProbe-Plattform von Bruker	33
Abbildung 5.1: Einsetzen der Probe in den Spinner	38
Abbildung 5.2: Lösungsmitteltabelle	40
Abbildung 5.3: Fenster „Lock Display“ (Locking-Anzeige) nach erfolgreichem Locking der Probe	40
Abbildung 5.4: Fenster „ATMM Probe Tuning/Matching“ (ATM-Probenkopf – Manuelles Tuning/Matching)	42
Abbildung 5.5: Beispiele für Wobble-Kurven mit unterschiedlichen Tuning- und Matching-Ergebnissen	44
Abbildung 5.6: Das Fenster „proc1d“	47
Abbildung 6.1: Spektrum mit $\text{BF1} = 600,13 \text{ MHz}$, $\text{O1} = 0 \text{ Hz}$	50
Abbildung 6.2: Spektrum mit $\text{BF1} = 600,13 \text{ MHz}$, $\text{O1} = 8 \text{ kHz}$	51
Abbildung 6.3: Spektrum mit $\text{BF1} = 600,13 \text{ MHz}$, $\text{O1} = 8 \text{ kHz}$, $\text{SWH} = 8,4 \text{ kHz}$	51
Abbildung 6.4: Zusammenhang zwischen SFO1 , BF1 und O1	52

Abbildung 7.1: Spektrum mit Rotationsseitenbänder..... 54

Tabellen

Tabelle 3.1: Datentabelle für verschiedene Isotope (Frequenzangaben für einen 11,7-T-Magneten) ..	9
Tabelle 3.2: Frequenzabweichungen (Angaben für einen 11,7-T-Magneten)	10

Glossar

AQS

Akquisitionssystem

BSMS

Dem BSMS (Bruker Smart Magnet control System) obliegt die Computersteuerung verschiedener im Zusammenhang mit dem Magneten, dem Magnetfeld und der Probe stehenden Funktionen.

BSVT

Bruker Smart Variable Temperature System

Chemische Verschiebung

Die Abweichung von der exakten Resonanzfrequenz.

Deuteriertes Lösungsmittel

Bei einem deuterierten Lösungsmittel ist ein großer Prozentsatz der Wasserstoffatome durch Deuterium ersetzt. Häufige Anwendung finden die deuterierten Lösungsmittel Aceton-d₆, Benzol-d₆, Chloroform-d und DMSO-d₆, jedoch ist eine Vielzahl weiterer Lösungsmittel verfügbar.

EPU

Embedded Processing Unit (Integrierte Verarbeitungseinheit)

GAB/3

Gradient Amplifier Board 3

GTU

Gradient and Timing Unit

HPPR

High Performance Preamplifier

ppm

Teile pro Million

Index

A

Absolute Frequenzen	13
AQS	24
AVANCE NEO	24

B

BASH	24
Bedienerkonsole	24
Beobachteter Kern	10
Beobachtungsspule	
I	31
BF	49
Breitband	
Spule	31
Bruker Smart Magnet System	24
BSMS	24, 26

C

CE	
Konformitätserklärung	8
Chemisch äquivalent	16
Chemische Sicherheit	8
Chemische Verschiebung	14

D

Datensatz	36
Deuterierte Lösungsmittel	53
Deuteriertes Lösungsmittel	29
Drift	29

E

edlock	39
Elektrische Sicherheit	8
Elektromagnete	27
Empfindlichkeit	12
Entkopplungspulse	20
Ethernetverbindung	24
EXPNO	36

F

Feldhomogenität	45
Feststoffe	53
FID	
Definition	22
Fluor-Locking	29
Flüssige Proben	53
Fourier-Transformation	47

Frequenz	10
----------------	----

H

Helium	
Flüssiges Helium	7
Heliumspiegelsensor	28
Hertz	
Umrechnung	13
Herzschrittmacher	7
Heteronukleare Entkopplung	21
HF-Spulen	30
High Performance Preamplifier	25
Horizontale Auflösung eines Spektrums	12
Host-Computer	24
HPPR	25, 27, 29
HPPR/2	27

I

Intensität	10
Intensität	
eines Signals	10
Intensitätsintegral	10
Isotop	
Basis-Resonanzfrequenz	9
Isotope	11

K

Konformitätserklärung	8
-----------------------------	---

L

Locking der Probe	29
Locking-System	
Empfänger	29
Zweck	29
Lösungsmittel	
Faktoren für Auswahl	53
Löslichkeit	53
Temperaturabhängigkeit	53
Viskosität	53
Wassergehalt	53

M

Magnet	26
Sicherheit	7
Systembeschreibung	27
Magnetisch äquivalent	16
Magnetische Abschirmung	10
Magnetische Verunreinigungen	53
Magnetkern	27
Matching	43
Metallische Implantate	7
Multiplets	18

N

N ₂ -Zuführleitung	32
NAME	36
Natürliche Verteilung	12
NMR-aktiv	11

O

Organische Lösungsmittel	53
--------------------------------	----

P

Parafilm	55
Parameter:SFO1	10
PDU	25
Power Distribution Unit	25
ppm	13
Probenkopf	30
Wechseln eines Probenkopfs	34
Probenköpfe	
Beobachtungsspule	31
Breitband-Spule	31
Heizelement	32
Selektiv	30
Probenröhrchen	55
Proben temperatur	32
Protonen-Spektren	14

Q

QNP-Probenkopf	32
Quartett	18
Quench	7

R

Resonanzfrequenz	32
Resonanzfrequenzen	9
Rotationsseitenbanden	54

S

Seitenbanden	
Intensität von Seitenbanden	54
Selektiv	
Probenköpfe	30
SFO1	49
Shimming	26, 45
Shimming-System	26
SI Datenpunkten	47
Sicherheit	7
Chemisch	8
Magnetfelder	7
Signalstärke	
Maß	10
Singulett	11, 20
Spektrale Auflösung	45

Spinning	54
Spin-Spin-Kopplung	
Auswirkungen	20
Stickstoff	
Flüssiger Stickstoff	7
Streuelder	7
Supraleitende Magnete	27
Symmetrie des Probenröhrchen	54

T

TD	47
Thermoelement	32
TopShim	45
Trägerfrequenz	10
Transmitter	25
Triplett	18
Tuning	43

V

Variable Temperature Unit	32
Verstärker	25
Breitband	25
Selektiv	25
Verunreinigungen	53
Vorverstärker	30
VTU	32





Bruker Corporation

info@bruker.com
www.bruker.com

Order No: H171804D