

Laboration 1

Introduktion

¹H-NMR, tuning-matchning, shimming

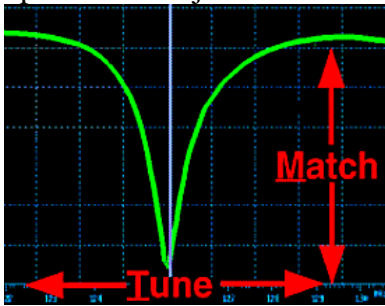
KR

Teori

Tuning/matching

Den centrala komponenten av en *probe* är en liten *spole*, i vilken provet hamnar när man haft ned det i magneten. För att spolen skall kunna sända ut och ta emot signaler på bästa möjliga sätt, så måste elektriska parametrar i kretsen, där spolen ingår, optimeras för varje prov.

Denna optimering kallas *tuning* och *matching*. Man kan enkelt säga att tuningen ställer in proben på rätt frekvens för den kärna man vill studera, som att ratta in en radiokanal. Matchingen går ut på att jämna ut impedansen i spolen/provet så att maximal energi kan överföras till provet. Tuning och matching är beroende av varandra och båda måste därför optimeras. Varje kärna som skall användas vid ett experiment måste tunas för sig.



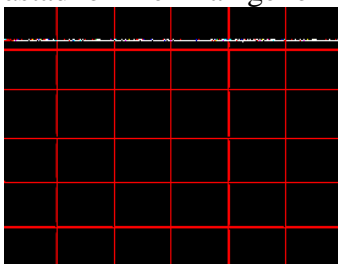
Temperatur, lösningsmedel och salthalt är några parametrar som påverkar tune och match.

Det man vinner med denna korrektion är optimal känslighet och minimering av pulslängden. Därför ska man alltid tuna innan man kör pulssekvenser där det är viktigt med en korrekt pulsvinkel (t ex INEPT, DEPT, 2D-exp.)

Låsning

De starka magnetfälten i NMR-spektrometrar förändras något med tiden. Detta påverkar upplösningen och känsligheten i ett experiment. I relativt korta experiment är detta försummbart, men om experimentet måste upprepas under en längre period, så krävs att man "låser". Detta kan göras genom att följa en speciell s.k. *låssignal*. Förändringar i magnetfältet kan på så sätt ses m.h.a. låssignalen och korrigeras, så att ett stabilt fält kan erhållas över längre perioder.

Det vanliga är att man låser på en deuteriumsignal från lösningsmedlet. Detta åstadkommer man genom att utföra ^2H -NMR kontinuerligt och följa ^2H signalen.

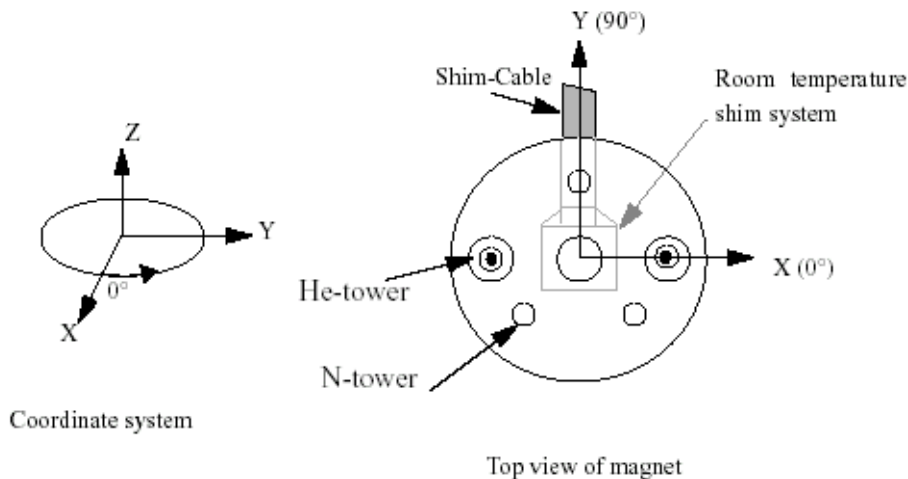


Shimming

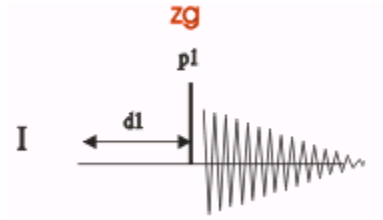
NMR-spektroskopi är mycket känsligt, där mycket små skillnader i t.ex. det yttre magnetfältet (B_0) kan orsaka fel som är större än signalerna som skall detekteras. Ett sådant fel är inhomogenitet av B_0 , som orsakar breda och förvrängda toppar, genom att olika delar av provet känner av olika magnetfält.

Genom att ha spolar inne i magneten så kan man, genom att lägga spänning över spolarna, inducera små magnetfält för att korrigera oregelbundenheter i B_0 . Dessa spolar kallas för shimmar. I en NMR-spektrometer finns en mängd olika shimmar som påverkar B_0 på olika sätt.

De shimmar som påverkar magnetfältets lodräta utbredning, längs z-axeln, dvs. längs NMR-röret kallas för z-shimmar eller "on-axes" shimmar. De övriga kallas följaktligen x- resp. y-shimmar eller off-axes shimmar och är orienterade längs shimsladden.



Optimering av magnetfältets homogenitet fås genom att ändra de olika shimmarerna tills maximal låssignal fås, samt att studera topparna och fid:en. Se, bilaga "1.3 Shimming"

^1H puls program

För att få en maximal signal i ett 1-D-experiment används en 90° puls. Denna puls maximerar även den tid det tar för provet att relaxera.

Om man istället använder en $30\text{--}60^\circ$ puls kommer varje enskild signal vara svagare men provet behöver inte lika lång tid för relaxation. Vilket p.g.a att man inte behöver en lika lång delaytid och därmed kan ta upp fler scan under samma tid ändå ger en ökad känslighet.

Det finns två standard pulsprogram, "zg" för en 90° excitations puls och "zg30" för en 30° excitations puls.

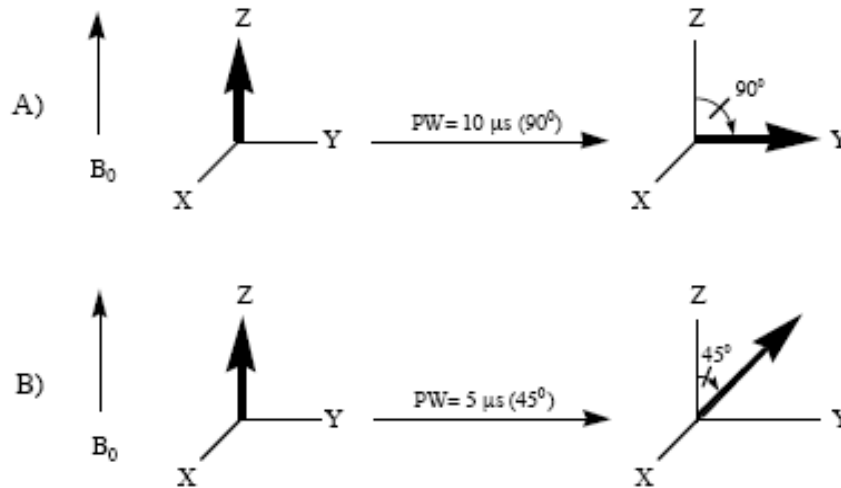


Figure 2. The average nuclear spin magnetization (bold arrow) for an NMR sample placed in a magnetic field aligned along the Z-axis before and after application of a pulse.

Utförande

¹H

1. Kör ett ¹H spektra enligt instruktionerna i bilagan ”Bruker manual for the 500 MHz NMR”.

Titta speciellt på parametrarna.

- a. Kontrollera att pulprog (pulsprogrammet) är zg
- b. Välj lämplig sw (frekvensfönster, ca 16 ppm)
- c. Välj lämplig o1p (mitten på frekvensfönstret)
- d. Sätt lämpligt antal scans, ns,
- e. Välj lämplig d1(väntetid)

**Varför ställer man in gain (rga) dvs. hur påverkar det resultatet om gain ligger på en för hög resp. för låg nivå?*

2. Processa spektrat se bilaga ”Bruker 1D processing NMR-manual för ¹H and ¹³C”

**Vad händer och hur påverkar en zerofilling ditt spektrum?*

**Hur kan du manipulera ditt spektrum med fönsterfunktioner?*

**Vad påverkar noggrannheten på dina integraler?*