QOne 仪器¹H 90°脉冲宽度测试

用到的标准样品: 0.1 mg/ml GdCl₃ in 1% H₂0 in D₂0

一. 粗测脉宽

1. 放入标样

在命令行输入 *aij(int)*进样(配备自动进样器)。在弹出的对话框中,Sample 栏输入样品信息,Solvent 栏选择样品溶剂 D2O。

Samp	le	>
Sample		
Solvent	D2O	~
	OK	Cancel

2. 新建实验

菜单栏点击 Acquire,在弹出的下拉菜单中点击 New Experiment,在右侧子菜单中点击 Create。

File	Acq	uire	Process	Analysis	V	iew	Ор	tions	To	ols	Help	ß	_
Et.	1	Sam	nple		>	1	٢	NE	+Ant	14m	Ah	*	(1
-	Ē	Nev	v Experime	ent	>	0	Cr	eate				Ctrl+N	1
A A	×	Tun	ing and M	atching		B	Ne	ew fro	om Te	mpla	te		
	Ę	Shin	n		>			4	-	-	_		_
2	-0-	Loc	k		>	dm	in]						
	ф	Spir	n			ι.							
	m	Acq	uisition		>	ι.							
	۵	Auto	omation			ι.							

此时软件界面弹出新建实验(New Experiment)对话框,填入或选择以下内容:

Dir:数据存放目录,点击右侧 指定存储路径,例如 admin/H1 PULSECAL。

Exp Name:填入实验名称,例如1。

Params Type:选择 template,点击右侧 ,在弹出的 Templates 对话框中 Include 栏输入 H1,取消勾选

Show Recommended,选择 PW90-H1,点击 Select。

Solvent: 点击右侧下拉箭头选择 D2O。

Title: 填入针对当前实验的说明信息。

点击 Advanced >>,	勾选 🗹 Get Probe Parameters
-----------------	---------------------------

Experiment					Include	e: H1					
Now Export	mont				Dim:	Any	~	Type: Any	~	Reset Fi	ilters
New Experi	nent				🗌 Sho	w Recommended	• O Syst	tem O User			
Dir	admin/H1 PULSECAL				name E19(H	113		description Standard E19 experime	nt with		
Exp Name	1				H1 Ba	ickground		H1 background test wit	hout sa		
Params Type	template	V P	W90-H1		H1 De H1 Lir	ecoupling Pulse C neshape Non-Spir	alibration nning	H1 90 degree pulse cali H1 lineshape without sa	bration imple ro		
Columnt	D2O		1000 111		H1 Lir	neshape Spinning	1	H1 lineshape with samp	le rotati	•	
Title	020	Ŷ			H1 FL	NO		H1 sensitivity	bration		
nue				-	H1(F1	9}		Standard H1 experimen	t with F		
				w	SH1P	UL		Standard single shaped	pulse e		
<< Advance	d										
Get Prob	e Parameters										
Copy Par	rameters										
Add Passw	ord										
					D:\NM	IR Software\SpinS	Studio/\Spir	Studi6.1\svstem\data	template	\PW90-H	1.ia

点击 Finish 按钮。此时软件主界面显示新建的1工作区。 仅供内部使用



3. 调谐

选择刚刚新建的1工作区,在命令栏输入命令 stm,等待自动调谐结束。

4. 锁场

在命令栏输入命令 alock, 等待锁场结束。

5. 匀场

在命令栏输入命令 smartshim, 等待匀场结束。

6. 参数设置与采样

在命令栏输入命令 getprobe, 读取探头参数;

输入 *d1=5*;

输入 parray, 在弹出的对话框中填入以下信息:

🧐 Array —	o ×
Parameter name:	p1
Initial value:	2
Increment:	2
Step numbers:	30
ОК	Cancel

输入命令go,开始采样。

7. 数据处理

采样完成后在命令栏依次输入命令 wft, aph, dc (必要时需进行手动相位调节)。

8. 查看谱图中由负转正的两个峰对应的脉宽值

点击工具栏 ▲ 图标将基线移至谱图中央,点击工具栏 ▲ 图标打开阵列管理器,滚动鼠标滑轮将第一 个谱纵向缩放至合适大小,点击阵列管理器的格式刷图标,使所有谱用相同倍数进行缩放。找到谱峰由负 转正的两条,记下对应的编号,如图为 22 和 23。在命令行分别输入 *p1[22]*和 *p1[23]*,得到对应的值分别 为 46 和 48。



二. 细测

9. 新建实验

在软件左侧 NMR Navigator 的 1号实验节点点击鼠标右键,选择 New Experiment。在弹出的 New Experiment 对话框只需填入 Exp Name 如 2。确认 Params Type 为 current node parameters。点击 Finish 按钮。软件主界面显示 2 工作区。



....

		New Experiment - 🗆 🗙	<
		Experiment New Experiment	
AMR Data Na	vigator 🛛	Dir admin/H1 PULSECAL	
🗸 🚢 H1 PULSE	CAL	Exp Name 2	
~ 🖴 1.nmr 🛙	s1pull	Params Type current node parameters \vee	
🖬 acqı	🐸 Open	Solvent D2O ~	
islop	New Folder	Advanced >>	
~ ≜ 2.nmr	C New Experiment		
acqi	Password	Finish Cancel	

New Experiment

10. 参数设置与采样

输入 parray, 在弹出的对话框中填入以下信息:

🧐 Array —		×
Parameter name:	p1	
Initial value:	46	
Increment:	0.2	
Step numbers:	11	

输入命令 p1, 查看设置的 p1 数值;

输入 p1=[1, 46, 46.2, 46.4, 46.6, 46.8, 47, 47.2, 47.4, 47.6, 47.8, 48];

输入命令go,开始采样。

2024-01-02 15:15:34 054 [INFO] >> parray 2024-01-02 15:15:50 272 [INFO] >> p1 2024-01-02 15:15:50 275 [INFO] [46, 46.2, 46.4, 46.6, 46.8, 47, 47.2, 47.4, 47.6, 47.8, 48

p1=[1,46, 46.2, 46.4, 46.6, 46.8, 47, 47.2, 47.4, 47.6, 47.8, 48]

采样完成后在命令栏依次输入命令 ft, aph, dc。

11. 查看谱图中信号强度最小的谱对应的脉宽值。

将基线移至谱图中央,使用相同的倍数缩放谱图。找到谱图中信号强度最小的谱,记下对应的编号, 如图为 6。在命令行分别输入 p1/6/,得到对应的值为 47。即为 360°脉宽。将此值除以 4 即为 90°脉宽, 也就是 11.75us。命令行输入 plvl1 查看对应的功率。



仅供内部使用



三. 写入探头参数

12. 写入探头参数

在命令栏输入命令 syscf。在弹出的对话框中输入管理员密码。

🔅 NMR Password	×
NMR Password:	
	Cancel

在弹出的 System Configuration 中,点击 Probe 打开相应选项。

Component	Automation	Others
 Component 	 Lock and Gain 	 Data Service
 Global 	 Auto Shim 	 Exp Catalog
• Probe	• STM	 Remote Monitoring

点击 Nucleus,将测得的 90°脉宽和对应的功率值分别填入 pw90 和 plvl90,点击 ok。

8			. <u> </u>		×
Info	Nucleus				
nucleus	H1				~
pulse	decpulse	compositepulse	shapedpulse		
	pw90 [u	s]	plvl90 [dB]		
11.75		54			
			ОК	Can	cel
				com	