

AVANCEIII 500 核磁共振仪操作规程

一、开机前准备

1. 实验室温度应保持在 15°C~30°C 之间，相对湿度小于 70%。
2. 检查空气压缩机是否正常，输出压力约为 0.55Mpa。
3. 检查机柜 AQS、BSMS 以及 BLAX 开关处于关闭状态。

二、开机

1. 打开电脑，然后打开 Tospin 3.2 软件。
2. 打开机柜外面的绿色按钮，打开 AQS，等待直到左边显示数值为 98，灯为绿灯，然后依次打开 BSMS、BLAX 功效（间隔为 30s 左右）。
3. 把自动进样器放入磁体上，慢慢旋转直到完好契合，打开进样器前面的开关，进样器后面的灯变绿即装好。
4. 键入 “cf” 命令，检查谱仪配置并连接谱仪。在出现对话框的窗口输入密码 bruker。选 500 → exit next（如果界面上出现 Warning power fail in……. 的提示，属于正常出错）（注：观察 HPPR Preamplifier 1 选项，如果不是 tty10，需改为 tty10）。单击 next，选中 Enable peak check 选项（提示功率是否过大，防止烧坏探头）和 Should the sample changer control the lift, next, 会出现 loading boss ……please wait 的提示框，点击 close，close（出现 Error ……not error 的提示框，不是错误），再点击 close，会出现 Edit muder table 语言框，点击 save 按钮，然后再点击 next，出现谱仪连线图，点击 save 按钮，再点击 next 选 next finish。
5. 再次键入 “cf” 命令，按以上操作进行。此次不应再有错误报告→（注：在谱仪连线图中，[H] 值和 [X] 值应已改变为正确值）最后按 finish 按钮结束。
6. 调出最近谱图，然后键入 “ii” 命令，按回车键，如显示 finished，说明操作正确。
7. 键入 “edhead” 命令，选择正确的探头。
8. 键入 “rsh” 命令，选择 read 按钮，读入当前探头最近文件。
9. 打开控温：键入 “edte” 命令，在 probe heater 选项选 on 按钮。一般 Target temp 为 298.0 k 左右，绿色表示温度已稳定。
10. 输入 “atma” 命令，开机第一次 atma 时间会稍微变长。

三、测试

1. 键入 “ej”，当吹出气流时取出原样品以及装好待测样品，再键入 “ij”，关闭气流把待测样品放入磁体。
2. 键入 “edc” 命令，建立新文件。
Name 样品名；expno 实验号；user 操作者名字；solvent 选择相应的溶剂；Title 中写入其他信息。
3. 键入 “edhead” 命令，选择试验所用的探头 (BBO/TXI)。（注：不用每次选

择)

4. 键入“**rpar**”命令，读标准参数。例如[H]选 proton (copy all)
5. 键入“**lockdisp**”命令，显示锁场界面。(注：操作中该窗口不用关闭，下次进样该命令不用再次输入)，键入“**lock**”命令，选择所用溶剂。即可自动锁场。
6. 匀场，键入“**tospin**”命令进行自动匀场。
7. 设置频率参数：键入“**getprosol**”命令，自动设置参数。可以键入“**ased**”命令，读取详细参数(可不操作)。可对采样次数 NS 项进行修改。[H]谱一般采样 8 次即可。
8. 调探头(Matching-调谐, Tuning-匹配):键入“**atmm**”命令,进行手动调节。(也可输入“**atma**”命令,使谱仪进行自动调节。)
9. 自动调节接收机增益:键入“**rga**”命令。
(注:接收机增益值RG中 [H]谱的RG<1K [C]谱的RG>1K 接收机如有不适,可通过修改衰减时间DE 值进行调整)。
10. 采样:键入“**zg**”命令或按 开始 按钮,即开始自动采样。

四、数据处理

1. 傅立叶变换:键入“**fp**”命令(注:因[H]谱显示灵敏度比较高,所以无需加 e 再进行灵敏度校正,且键入“**efp**”会使峰形变宽)。
2. 调相位:键入“**apk**”命令,自动调节。手动调节先选“0”,按住鼠标进行调节(调节的最高峰)至两端在同一水平线上;再选“1”,按住鼠标调节到两端在同一水平线上。
3. 调基线:键入“**abs**”命令,也可手动调节,但一般比较少用。
4. 校正化学位移:可用 TMS 值来校正 0 点。右击鼠标在出现的相应对话框中设置为 0 值。或输入“**edlock**”命令,在 Distance 中查询溶剂峰对应值,用溶剂峰来进行校正。
5. 选定峰范围:键入“**pp**”命令或选择菜单 Analysis ... 中的 peak picking 选项,选定需要的峰范围,然后按“返回”按钮。
6. 积分:键入“**int**”命令或选择菜单 Analysis ... 中的 intergratation 选项。
积分完毕,按“保存”退出。
7. 画图:键入“**xwinplot**”命令。编辑图表,右击鼠标选 edit 修改图形,右击鼠标选 1D/2D edit,选择完先 apply 再 OK。
8. 如要关闭程序,可键入 kill 命令,在弹出的对话框中删掉想关闭的程序即可。

五、关机前应检查

- 1、有没有采样(关掉采样)
- 2、有没有在做自动匀场(关掉匀场)
- 3、有没有控温(关掉温控)
- 4、有没有把样品从磁体中拿出来(拿出样品)

六、关机

- 1、关掉 Topspin 软件
- 2、依次关掉机柜内 BLAX 功放、BSMS 键盘以及 AQS

- 3、关掉工作站电脑，关闭插排，关掉机柜外面的总电源
- 4、空压机关闭（首先关闭气路阀，然后关闭电源开关）