
NMR 中文操作手册

VnmrJ 22C



VARIAN

目 录

第一章 软件使用入门

- 1.1 节 Menu Bar
- 1.2 节 Tool Bar and User Tool Bar
- 1.3 节 Locator
- 1.4 节 Holding Pen
- 1.5 节 Viewports Vertical Panel
- 1.6 节 Graphics Controls Bar
- 1.7 节 Advanced Function Bar
- 1.8 节 Graphics Canvas
- 1.9 节 Action Control
- 1.10 节 Parameter Panel
- 1.11 节 Hardware Bar

第二章 基本 1D NMR 实验的设定、采样、数据处理及绘图

- 2.1 节 实验前设定
- 2.2 节 选择实验
- 2.3 节 设定实验
- 2.4 节 采集 NMR 信号
- 2.5 节 Data 处理
- 2.6 节 图谱显示
- 2.7 节 绘图
- 2.8 节 保存与读取文件

第三章 基本 2D NMR 实验的设定、采样、数据处理及绘图

- 3.1 节 二维实验介绍
- 3.2 节 二维实验设定
- 3.3 节 二维实验参数设定
- 3.4 节 启动实验
- 3.5 节 实验图谱处理
- 3.6 节 互动式二维彩色谱图显示控制
- 3.7 节 二维谱图列印

附录 A 常用指令

附录 B 简易操作步骤

附录 C Walkup 使用简介

附录 D Chemical shift

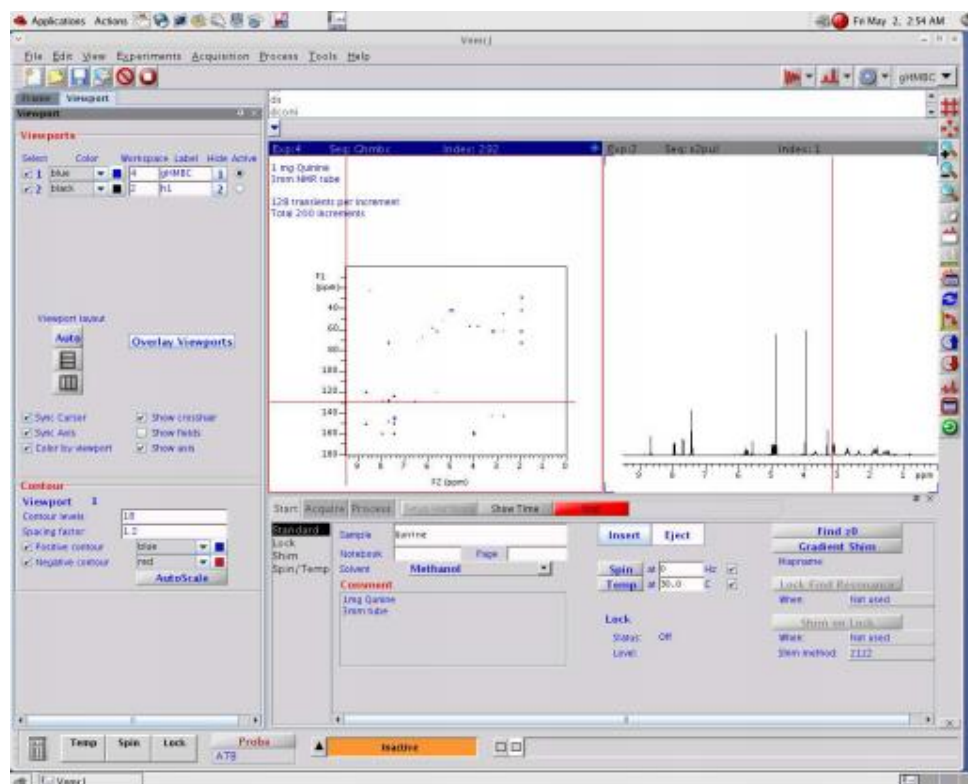
附录 E 设定转速与温度

附录 F 锁场

附录 G 匀场

第一章 软件使用入门

液体 NMR VnmrJ 操作界面如下图所示，此界面是一个互动操作区域，本章节将逐步针对不同互动区域进行说明。



- 1.1 节 介绍 Menu Bar
- 1.2 节 介绍 Tool bar and User tool bar
- 1.3 节 介绍 Locator
- 1.4 节 介绍 Holding Pen
- 1.5 节 介绍 Viewports Vertical Panel
- 1.6 节 介绍 Graphics Controls Bar
- 1.7 节 介绍 Advanced Function Bar
- 1.8 节 介绍 Graphics Canvas
- 1.9 节 介绍 Action Control
- 1.10 节 介绍 Parameter Panel
- 1.11 节 介绍 Hardware Bar

1.1 节 Menu Bar

File Edit View Experiments Acquisition Process Display Tools Help

Menu Bar 位于该操作界面的顶端，它包含多重功能。以下将针对各选项做介绍：
中文界面显示如下



File(文件)

文件的保存、读取与打印机的设定等功能。副选单选项有：

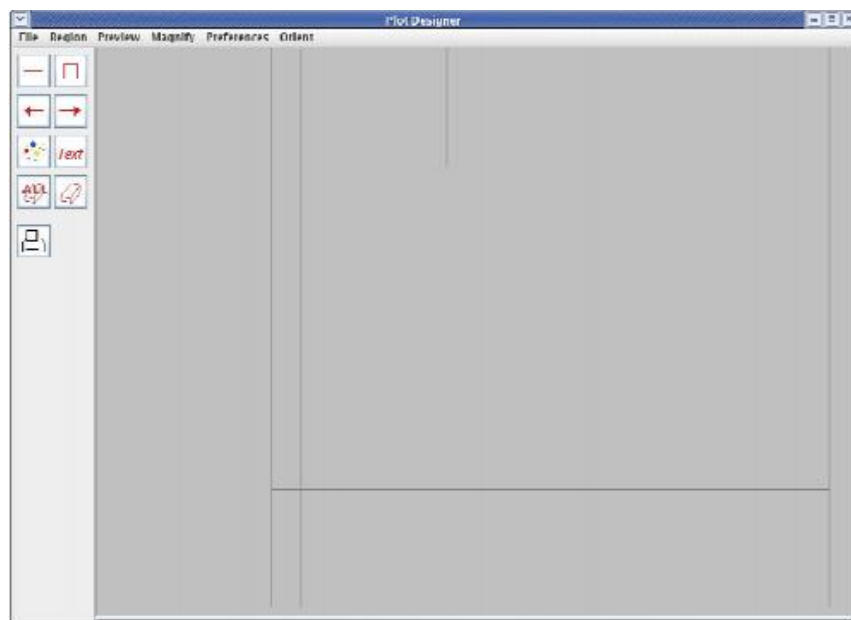
- **New Workspace** 建立新工作区
- **Open** 打开文件
- **Save as...** 文件另存为...
- **AutoSave** 依照设定的文件格式储存文件
- **Save Data setup** 保存数据格式设定
- **New automation run** 建立新的自动进样文件目录（walkup 界面）
- **Printers** 打印机设定

该选项视窗如下，在此可选择不同的输出。



- **Print Screen** 印屏幕
- **Auto Plot** 自动绘图
- **Create a Plot Design...** 开启绘图设计界面

开启 plot design 视窗来设计谱图输出格式，如下图：



■ **Switch Operators** 切换操作者(walkup 界面)

■ **Exit VnmrJ** 退出 VNMJRJ 软件

Edit (编辑)

提供不同工作区的文件转移及参数页面与工具列编辑功能,若要设定系统组态也在此列。副选单选项有:

■ **Move Parameters** 移动参数(相对应的指令: mp)

■ **Move FID** 移动 FID(相对应的指令: mf)

■ **Move Text** 移动注解

■ **Move Display Parameters** 移动显示参数

■ **New Pulse Shapes** 建立新的形状脉冲

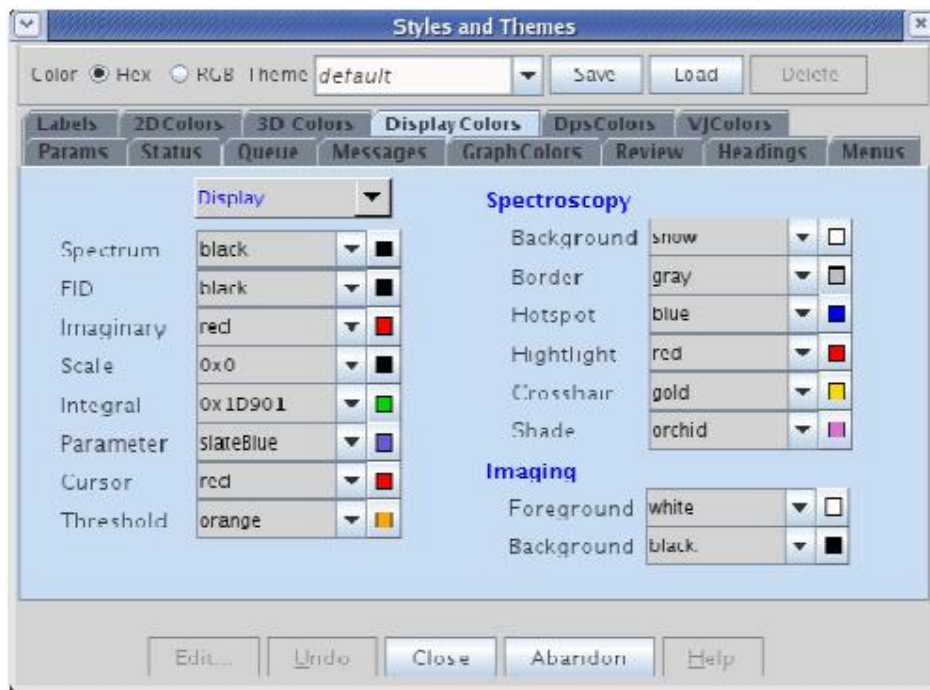
■ **View Pulse Shapes** 查看形状脉冲

■ **New/Edit Macro** 编辑巨集指令

■ **Tool Bar** 显示工具列

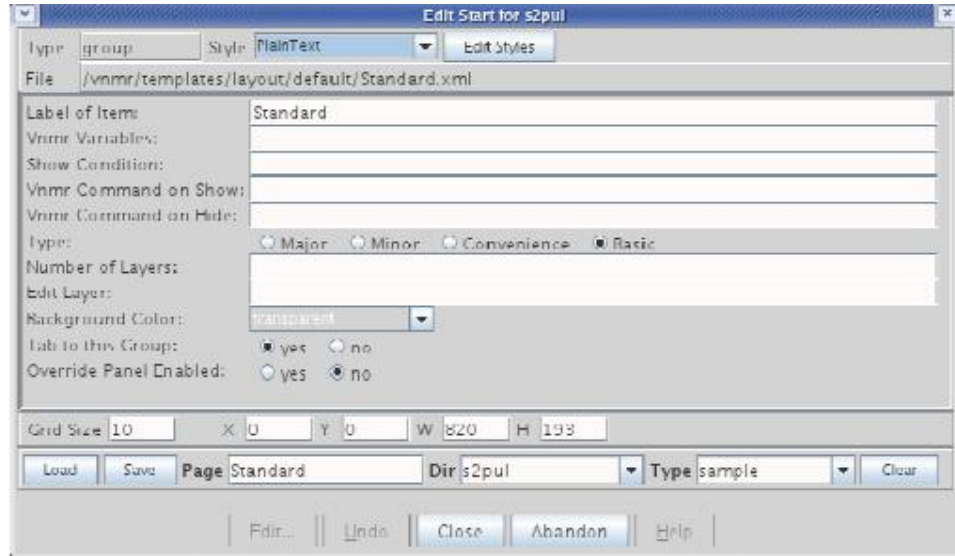
■ **Display Options** 显示软件颜色设定

该选项可进行 display 设定视窗,在此可依个人偏好进行视窗的色彩以及字体等设定。

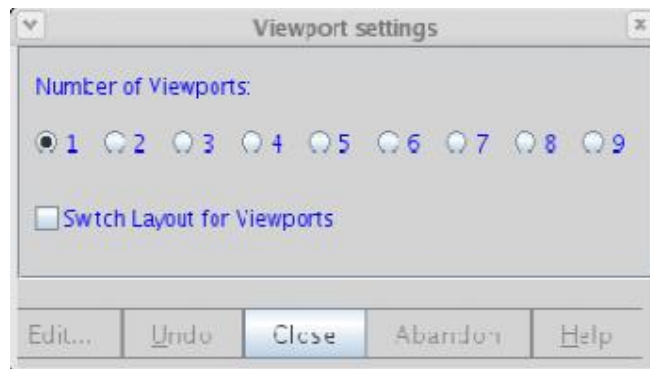


■ **Edit config profile...** 编辑系统文件

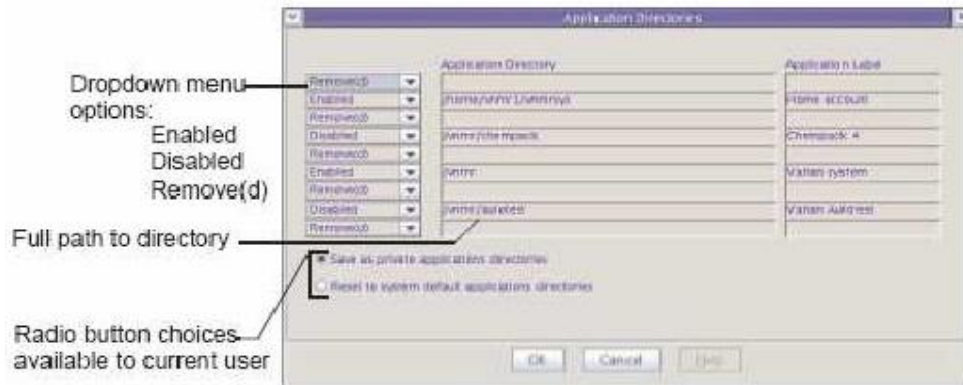
■ **Parameter Pages** 编辑参数页面设置



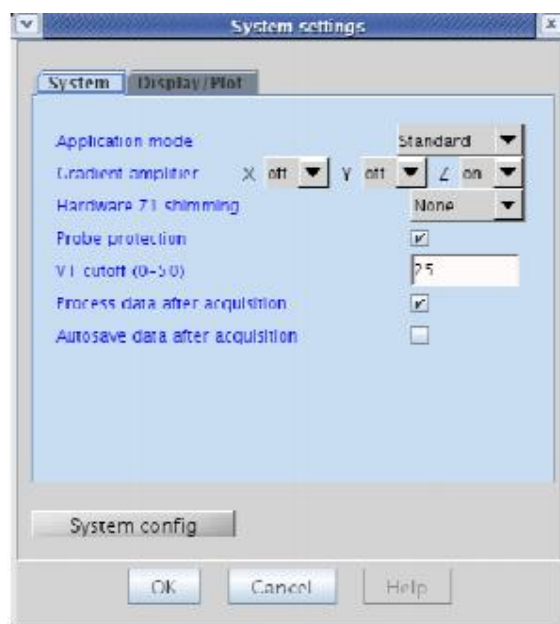
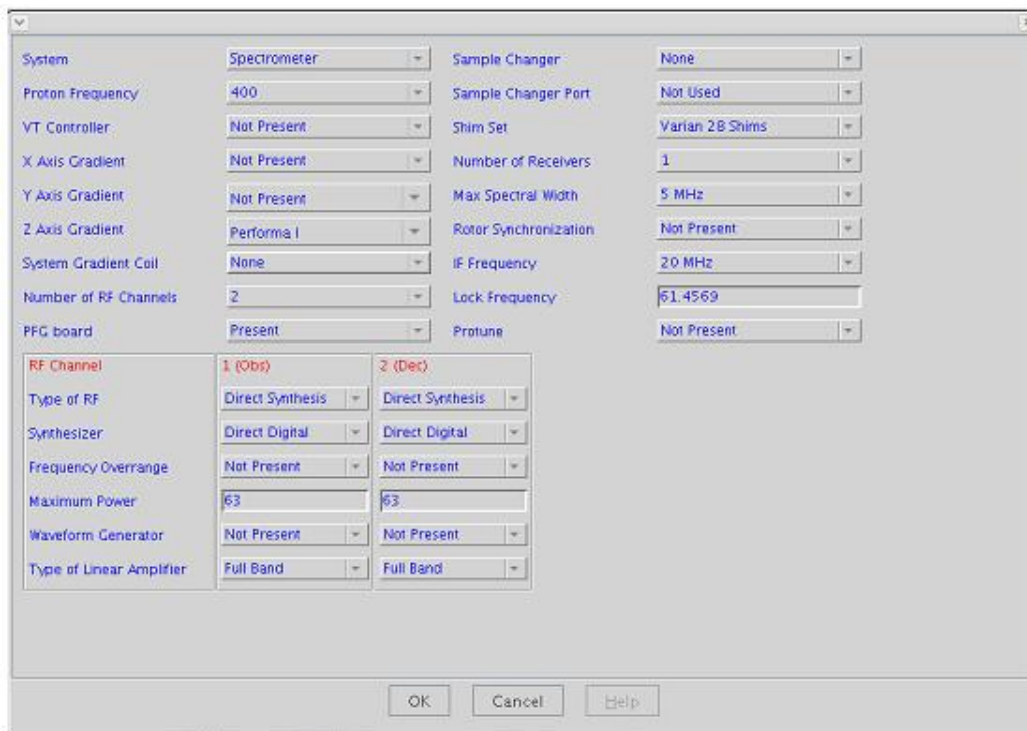
■ **Viewports** 设定图形界面显示视窗数目



■ **Applications** 包括 Autotest, chempack



■ **System Settings...** 系统设置...



View (视图)

显示或隐藏指令区，显示区工具列，实验区等功能。副选单选项有：

- **Command Line** 显示指令输入行
- **Experimental Panel** 显示实验协定界面 (Protocols)
- **Parameter Panel** 显示参数界面
- **Frame** 显示插图界面

■ Viewport

显示多图视窗

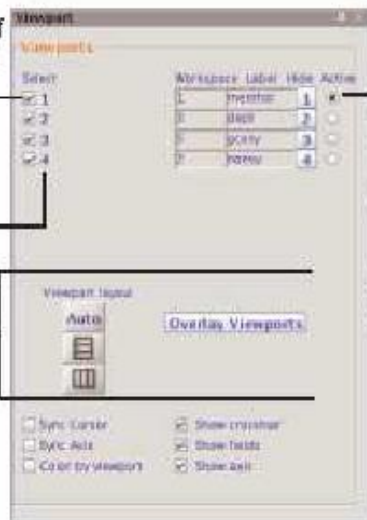
These controls are displayed if there are 2 or more viewports.

Click on the check box to display a viewport.

Grayed out viewports are not currently displayed.

The number of available viewports is set in the Viewports settings window.

Viewport layout options



Make a viewport active by clicking on the viewport's radio button. Grayed out viewports cannot be made active.

User defined label or file name
Workspace number

■ Study Queue

显示实验序列 (Walkup 界面)

■ 1D

显示一维谱图处理垂直菜单

■ 2D

显示二维谱图处理垂直菜单

■ Cryo

低温探头状态显示区

■ Arrayed Spectra

显示序列图谱显示菜单



■ Toolbars

显示多种工具列

- Graphics Toolbar** 显示图形工具列
- Hardware Toolbar** 显示硬件状态工具列
- System Toolbar** 显示系统快捷工具列
- User Toolbar** 显示使用者自定义工具列

Experiments (实验菜单)

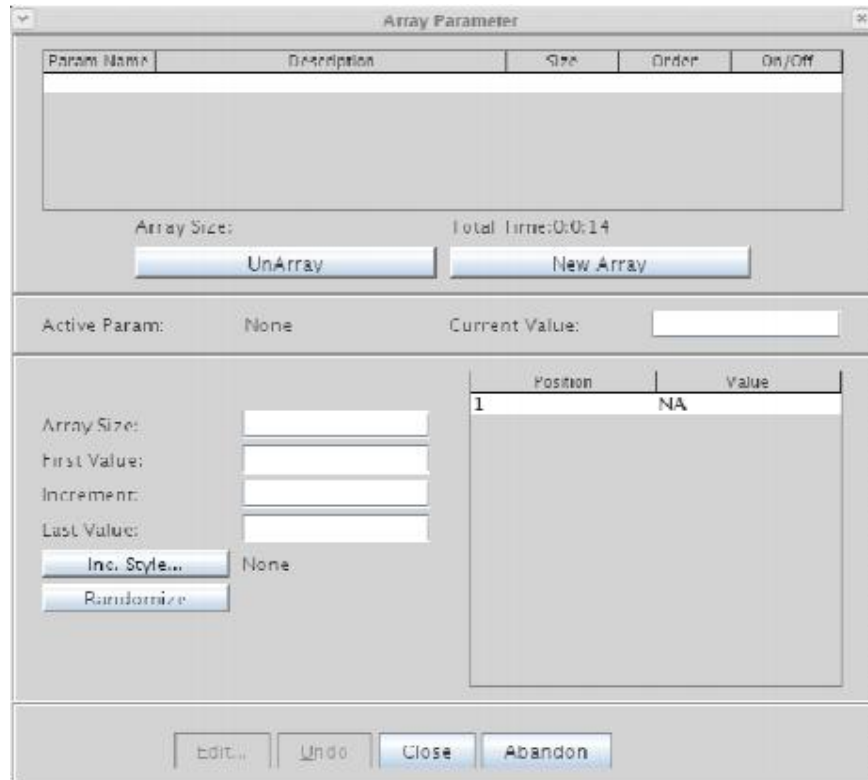
在该选项内包含一些可用的脉冲序列明细，可进行相关的各种实验。若为 walkup 界面则使用 Protocol 垂直选单。

Acquisition (信号采集)

该选项可以执行下列 acquisition 相关的一些动作。副选单选项有：

- **Use Study Queue check box** 选择使用/不使用实验序列界面 (walkup 界面)
- **Parameters Arrays** 参数排序设定

该选项的选择将会开启 Array Parameter tool 如下图：



界面上方为目前被 array 的一些参数，内容包括参数的名称(Param Name)，参数的含义(Description)，array 大小(Size)，array 的顺序(Order)以及 on/off 的状态。可通过点选 New Array 来增加要被 array 的参数或通过 UnArray 来移除。对于 array 的开关可以鼠标双击 On/Off 达到切换目的，对于 array 作用的先后顺序则可通过 array order 来完成对于平行同步进行的

array 则需在 array size 一致下才可执行。以鼠标点 array 选参数表中任一 array 参数, 则该 array 参数的内容就会显示于控制台中段, 此时即可针对 Array Size, First Value, Increment, Last Value 来进行设定, 在界面中也包含 Inc.Style, 可选择 array 数值增加的方式, 比如 linear exponential 或 Randomize。

在 Current Value 栏位可手动输入该参数数值, 一旦该参数 unarray 或开闭时, 它将自动恢复为 Current Value 栏位所设定的数值。

Abandon 按钮用以将控制台内恢复成该视窗初启动时候的数值, Close 按钮将会储存目前的设定及关闭该视窗。

| | |
|-----------------------|-----------------------|
| ■ Acquire Data | 采集数据 (但不进行信号处理) |
| ■ Acquire and WFT | 采集信号并进行傅立叶转换和进行加窗函数 |
| ■ Acquire and Process | 采样于实验完成时显示频谱 (用于排序实验) |
| ■ Pause Automation | 暂时中止自动实验 |
| ■ Resume Automation | 继续暂时中止自动实验 |
| ■ Pause Acquisition | 暂时中止采样 |
| ■ Resume Acquisition | 续暂停的实验 |
| ■ Abort Acquisition | 终止 (结束) 实验 |
| ■ Abort Automation | 终止 (结束) 自动实验 |

Process (数据处理)

该菜单提供以下的选项供数据处理时使用。副选单选项有:

| | |
|---|-------------------------|
| ■ Process and Display 1D | 执行一维的傅立叶转换以及显示图谱 |
| ■ Full Process | 执行一维以及二维的全自动数据处理并显示结果 |
| ■ Drift correct Spectrum | 执行一维光谱漂移校正(相对应的指令: dc) |
| ■ Automatically Set Integrals | 针对一维光谱执行自动积分区设定 |
| ■ Baseline Correct | 执行一维光谱基线校正(相对应的指令: bc) |
| ■ Set Spectral Width Between Cursors | 设定光谱区域为两游标所在区间 |
| ■ Set Transmitter at Cursor | 移动光谱中心频率至游标所在处 |
| ■ Add and Subtract a 1D Data | 开启一维光谱加、减 |
| ■ Clear Buffer and add current spectrum | 清除 buffer(exp5)内容及加入新光谱 |
| ■ Add second Spectrum into Buffer | 将第二个光谱加入 buffer(exp5)中 |
| ■ Full Process 2D | 全自动二维傅立叶转换 |
| ■ Process 2D | 二维光谱处理, 二维傅立叶转换 |
| ■ Analyze | 图谱分析选项, 处理分析 T1,T2 等数据 |

Tools (工具)

该选单下包含以下的功能, 对于系统组态的设定及界面设定上非常有用。副选单有:

| | |
|---------------------------------|-----------------------|
| ■ Update night queue start time | 更新夜间排序开始时间(wakeup 界面) |
|---------------------------------|-----------------------|

■ Open Sample Tray

开启样品状态视窗(walkup 界面)



■ Create Protocols

增加实验协定

■ Probe Tuning

探头调谐(protune 选单)

■ Do Gradient Shimming

脉冲梯度匀场

■ Standard Calibration Experiments

标准校正实验

* Calibration Probe

探头参数校正

* Setup Gradient Shimming

设定脉冲梯度匀场功能

* Start Auto Test

执行自动实验

* Auto Test settings

设定 Console 自动测试功能

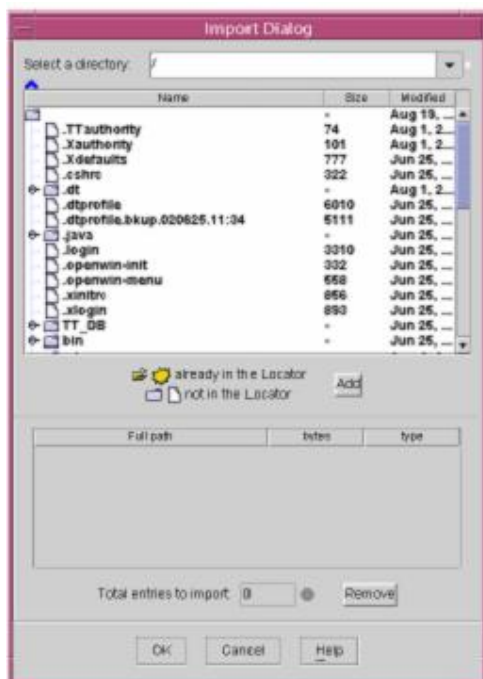
■ Update Locator

更新定位器内容

■ Import files to locator

输入文件于定位器内

该选项将开启如下视窗，可将文件传至 Locator 内。



- **Save custom locator statement** 保存用户定位器分类选单
- **Delect custom locator statement** 删除用户定位器分类选单
- **Molecular Structures** 开启绘制分子结构软件
- **Browser** 文件浏览
- **Locator** 数据管理器
- **Change Password** 更改密码

Help (帮助)

该菜单包含 VnmrJ 的所有在线说明



1.2 节 System Tool Bar and User Tool Bar



Tool Bar 位于 menu bar 正下方，这些按钮提供常用功能的快速提取。

| 工具图示 | 功能 | 工具图示 | 功能 |
|---|--------------|---|-----------|
|  | 建立一新工作区 |  | 显示 FID 选项 |
|  | 开启文件与文件浏览器功能 |  | 显示频率选项 |
|  | 开启文件浏览以保存文件 |  | 二维谱图显示选项 |
|  | 取消命令 |  | 终止实验 |
|  | 开启视窗可显示设定与颜色 | | |


User Tool Bar

| 工具图示 | 功能 | 工具图示 | 功能 |
|---|----------|---|----------|
|  | 储存显示格式 1 |  | 储存显示格式 2 |

1.3 节 Locator

Locator(数据管理器)提供文件，实验参数，匀场数值及命令等的查询结果。

| filename | time_saved | |
|--------------|--------------|-----------------|
| s2pul | sems_001 | 2006-10-19 09:5 |
| s2pul | QDC6 | 1999-10-18 08:2 |
| s2pul | mixture | 1999-10-18 08:2 |
| s2pul | NOED | 1999-10-18 08:2 |
| s2pul | menthol | 1996-10-30 11:3 |
| s2pul | fid1d | 1996-10-30 11:3 |
| s2pul | t1data | 1993-03-14 13:5 |
| goosy | goosy_01 | 2007-01-16 10:3 |
| sems | T1rat | 2006-07-20 14:4 |
| press | press_01 | 2001-11-26 15:4 |
| fsems | fsems_01 | 2001-11-26 15:4 |
| sems | sems_01 | 2001-11-26 15:4 |
| Dgostehmqc | Dgostehmqc | 2000-07-17 03:4 |
| Dgosteeosy | Dgosteeosy | 2000-07-17 03:4 |
| Dhppsteinept | Dhppsteinept | 2000-07-17 03:4 |
| DgosteSL | DgosteSL | 2000-07-17 03:4 |
| Dhppste | Dhppste | 2000-07-17 03:4 |
| noesy | fid2da | 1996-10-24 17:0 |
| goosy | fid2d | 1996-10-24 17:0 |
| sems | image.4T | 1995-11-07 14:5 |
| sh2pul | c13.4T | 1995-11-07 10:4 |
| sh2pul | p31.4T | 1995-11-07 09:5 |
| sh2pul | p31.invrw | 1995-11-06 17:2 |
| dept | dept | 1993-03-14 13:5 |

选择所要查询的关键字再点选放大镜 ，例如 Sort Workspace, Sort NMR data 查询结果将会显示在 Locator 视窗内，白色部分表示符合查询条件的文件列表；灰色部分表示不符合查询条件的其它文件；

| investigator | time_saved |
|--------------|---------------------|
| ky | 2007-01-16 21:40:01 |
| yang | 2007-01-10 03:13:02 |
| yang | 2007-01-17 00:55:07 |
| rian | 2007-05-27 03:09:31 |
| mr2 | 2008-04-21 06:07:17 |
| mr2 | 2008-04-21 06:07:37 |
| mr2 | 2008-04-21 06:09:09 |
| mr2 | 2008-04-21 06:10:15 |
| mr2 | 2008-04-21 06:58:57 |

点选 Locator 查询结果中的其中一项目，可以用鼠标将该项目拖拽至图形界面区或参数控制

台来使用。如将文件拖拽到图形界面区，系统会把文件放置在此实验区内，且显示该图谱；若将实验区（workspace）拖拽至图形界面区，系统将会做实验区切换。相同的功能可以通过双击 Locator 内的项目而达成。

1.4 节 Holding Pen

使用该 holding pen 可保存 Locator 中比较常用的项目，以方便取用，只要使用鼠标将所要的选项拖拽至 holding pen 区即完成保存动作。至于 holding pen 的内容并不会因 Locator 的内容改变而改变，holding pen 的内容就如同 Locator 的内容，拖拽或是双击该选项会产生同样的效果。

若要将 holding pen 的内容移除，只要将鼠标将要删除的项目拖拽至垃圾桶区即可。

1.5 节 Graphics Controls Bar


Graphics Controls Bar 位于图形界面区左侧，使用该区内的控制按钮即可达成图形界面中图谱的处理，当图谱或 FID 显示时，通过这些按钮将可提供互动式的图谱处理，而这些动作包括积分，相位调整，边界线的设定等，而按钮的功能也会依图形界面区所显示的内容而有所改变。如下图：



1.6 节 Advanced Function Bar

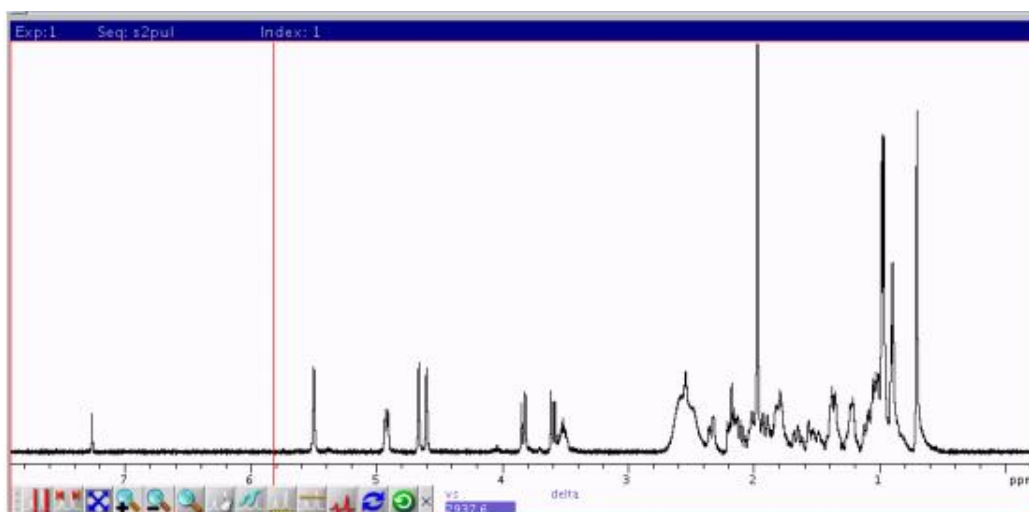


以鼠标点选并向下拖拽谱图视窗边框，该圆点将开启命令输入及文字输出列，任何命令或巨集指令可通过该命令输入行来输入，至于错误及相关信息，此时将会显示于命令输入列上方

文字输出视窗中，以鼠标点选命令列左方三角形图示 ，系统将会列出近期所键入的一些命令，只要点选该命令，然后点 Return 键即可执行命令。

1.7 节 Graphics Canvas

该图形界面区如下图所示，它的功能用于显示图形。谱图下方也会显示谱图信息，包括谱图高度显示数值(vs),垂直位置参数(vp)等。



- 通过 Edit 下拉菜单的 Viewports 选项，可将图形界面做切割
- 通过点选切割视窗上方的抬头可启动该 viewport
- 通过 Viewport Tab 的设定，可切换不同视窗做图谱比较

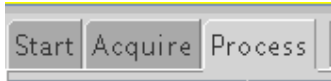
1.8 节 Action Controls

参数控制台左方是一系统的按钮，它的内容是随着 displayed panel 内容在做改变，如选择 Process 将会展示如下图的内容。



1.9 节 Parameter Panel

该图示如下图所示：



使用 Start(开始)主菜单, 可针对一个新的样品在此做一些基本的设定。

使用 Acquire 主菜单, 可设定一些数据采集的参数集。

使用 Process 主菜单, 可调整数据处理的一些参数。

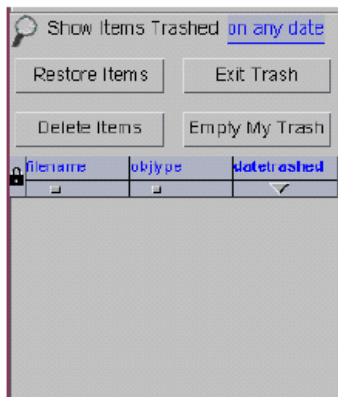
1.10 节 Hardware Bar



系统状态栏 系统信息史 系统信息史及系统现状信息

在 hardware bar 左边包含垃圾桶及硬件状态 (探头温度, 样品转速, Lock level), 右边则反映出数据采集、系统现况及系统信息。

Trash Can(必须与 Locator 一并使用)。使用拖拽的方式可将 Locator 内容或 Study Quene 内容移除至垃圾桶。只要双击垃圾桶同就可看垃圾桶有哪些 item, 若要恢复该垃圾桶内的 item 只要点选该 item 只要点选该 item 之后再点选 Restore items 即可完成恢复动作, 双击垃圾桶即可关闭该视窗。



Temp Button

点选该按钮可在开启的视窗中观测探头温度的长时间状况。

Spin Button

点选该按钮可在开启的视窗中观测样品的长时间旋转状态。

Lock Button

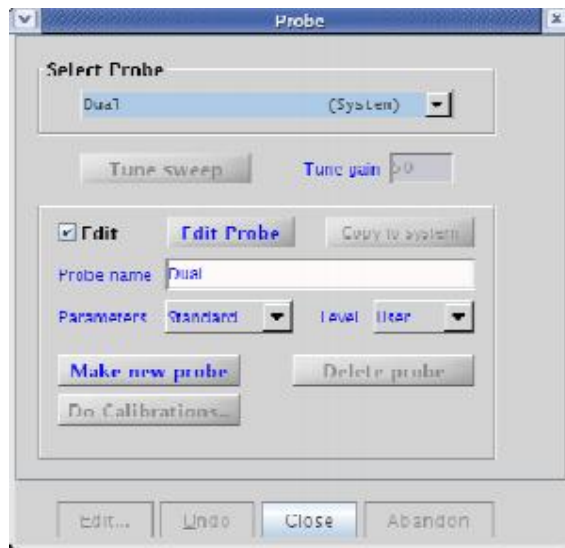
点选该按钮可在开启的视窗中观测 lock level 长时间状况。

Probe


点选该按钮会开启一个 probe 视窗, 可以使用该视窗执行

以下动作:

- 点选 Select Probe 按钮选择系统可用的探头
- 点选 Tune Sweep 可进行探头调谐动作 (调谐的相关指令: mtune)
- 点选 Edit Probe 可修改探头参数





Seeing Acquisition Status Details

点选  该按钮系统会开启如下视窗，通过该视窗可得知系统详细状态。




Seeing Remaining Experiment Time


  该采集状态列永远都会出现在 hardware bar 上，在数据采集过程它会显示剩余的执行时间，并以不同颜色显示不同状态。

- 黄色 Inactive 表示失去连线；
- 绿色 Idle 表示待机中，可随时进行实验；
- 橘色 Interactive 表示系统正以互动模式进行采集，例如 lock scan 状态；
- 蓝色 Acquiring 表示实验进行中；
- 红色 Abort Acquisition 表示实验终止。

Seeing a History of Acquisition Messages

 点选该按钮将会显示数据采集过程的任何信息。

Seeing a History of All Messages

 点选该按钮将会显示系统的任何信息。

Message Display



该视窗将展示最后发生的系统信息。

第二章 基本 1D NMR 实验的设定、采样、数据处理及绘图

此章节包含标准 NMR 实验的必备程序并针对各步骤作详细说明。

2.1 节 实验前设定

2.2 节 选择实验

2.3 节 设定实验

2.4 节 采集 NMR 信号

2.5 节 Data 处理

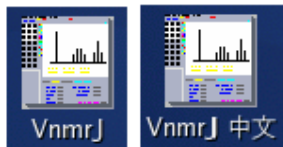
2.6 节 图谱显示

2.7 节 绘图

2.8 节 存储文件

2.1 节 实验前设定

1. 以 username, password 登录 Linux 系统



2. 开启 VnmrJ

3. 准备样品

● ^1H 1D Spectrum: 所需要的样品量为 3~10 毫克(mg)。 ^{13}C 1D Spectrum: 所需要的样品量为 20~50 毫克。

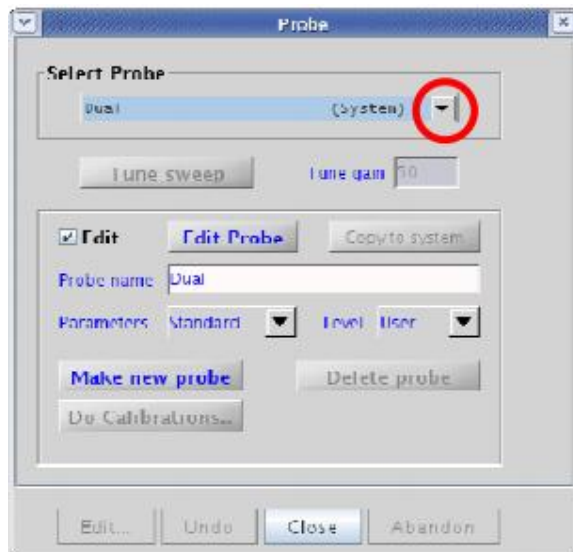
● 样品所需要的溶剂量约为 0.7 毫升 (ml), 距离 NMR tube 底部的高度介于 45mm~50mm 之间。不同直径的 NMR tube 所需要溶剂量不同, 高度也不一样。可参考下表:

| Volume | Length | Depth(range) |
|--------|--------|-----------------|
| 700 ul | 50 mm | 68 mm(65-69 mm) |
| 600 ul | 42 mm | 65 mm(63-67 mm) |
| 500 ul | 36 mm | 62 mm(60-64 mm) |
| 400 ul | 28 mm | 59 mm(58-62 mm) |

4. 设定探头参数

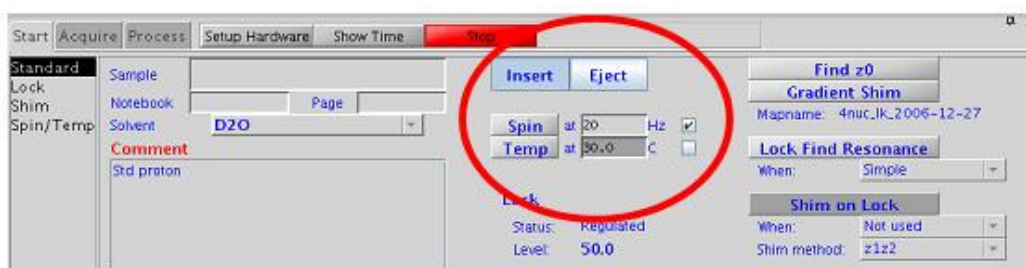
点选 VNMJR 界面左下角的探头选项 (如下图) 即出现探头选单。由下拉选单选择正确的探头名称, 点选 close 关闭视窗。





4. 放入样品并旋转

在 Start(开始) | Standard/Study(标准/研究) 页面中点选 Eject(弹出样品)开启载浮气体, 放入 sample 后点选 Insert(放入样品)将样品放入磁体中。同样地在此页面勾选 Spin(旋转)选项, 之后点选 Spin 按键设定转速 (一般 10-mm 的核磁管, 设定 spin=15Hz; 而对于 5-mm 的核磁管, 设定 spin=20-26Hz)。

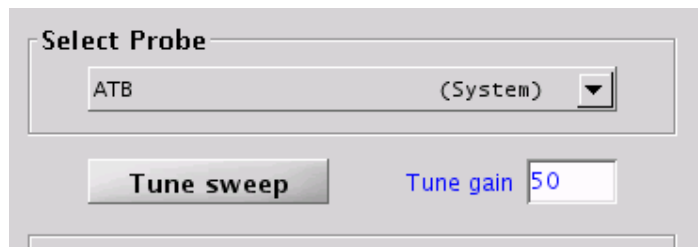


5. 调谐

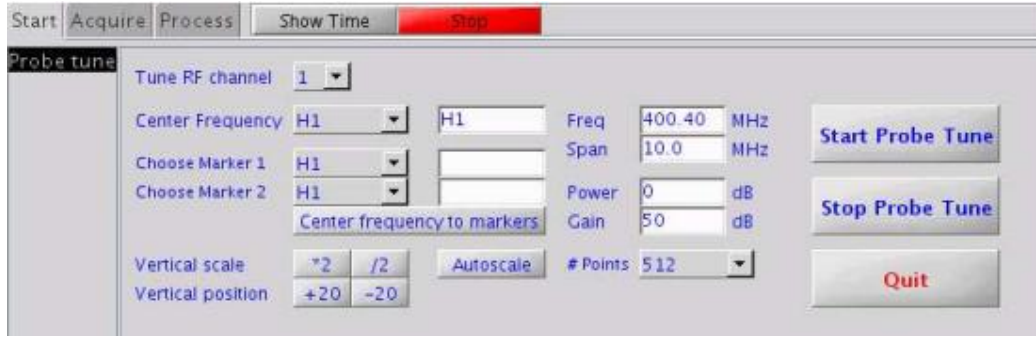
*若系统配置 AutoSwitchable 探头, 并调整至四核模式(4 Nucleus Mode), 并不建议进行调谐

*若系统配置 Auto-Tunable Broadband 探头, 并不建议做 1H 核调谐

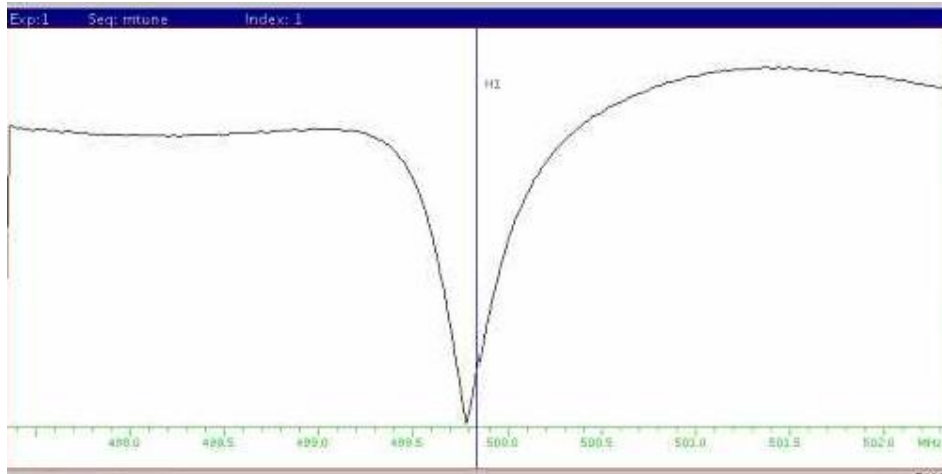
A. 点选 Probe(探头)视窗中的 Tune Sweep(探头调谐扫描)



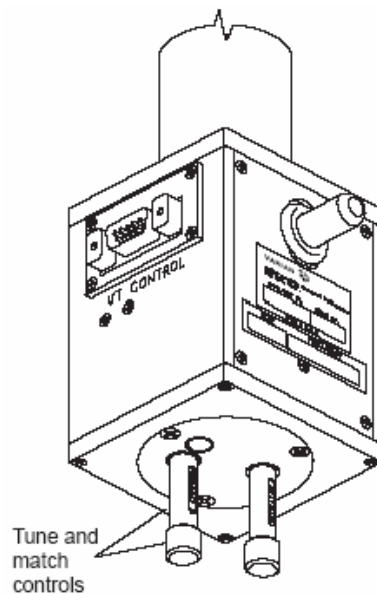
B. Probe Tune 页面如下



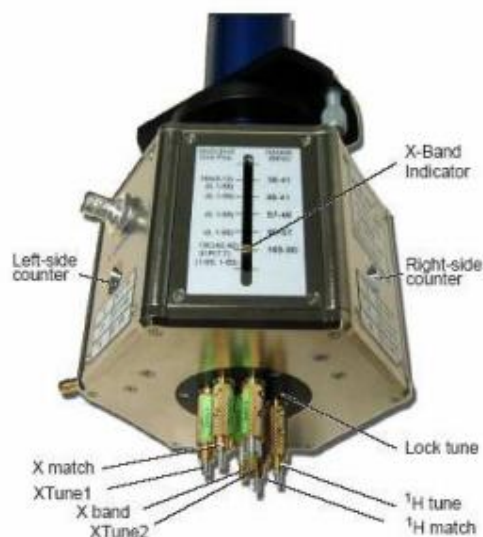
- C.选择 Tune RF channel(调整射频通道)为 1 时, Center Frequency 必须设为 H1 或是 F19
- D.点选 Start Probe Tune(开始探头调谐), 再点选 AutoScale(自动定标), 画面中出现的 Tune Dip (黑色) 必须在垂直基准线上, 并且此 Dip 越深越好。



- E.转动探头 H1(F19)核调谐杆 (红色) 与 Match 按钮 (调谐杆底部), 使 Tune Dip 的中心在基准线上同时 Dip 最底部



*若系统配置 AutoX DB 探头，高频与低频的调谐杆与 Match 调谐杆各自独立。1H tune 与 1H match 为红色调杆，C13 调杆以调整 Tune2 为主，为绿色。X match 为 C13 的 match 调杆。AutoX DB 探头如下图：



*若系统配置 AutoX ID 探头，调整方式与 AutoX DB 探头相同，详细内容请参考手册。

F.调整好 H1 核后，点选 Stop Probe Tune,停止扫描

G.选择 Tune RF channel 为 2，Center Frequency 必须设为 C13(或是其它异核)

H.点选 Start Probe Tune(开始探头调谐)，再点选 AutoScale(自动定标)，画面中出现的 Tune Dip 必须在垂直基准线上，并且此 Dip 越底部越好。

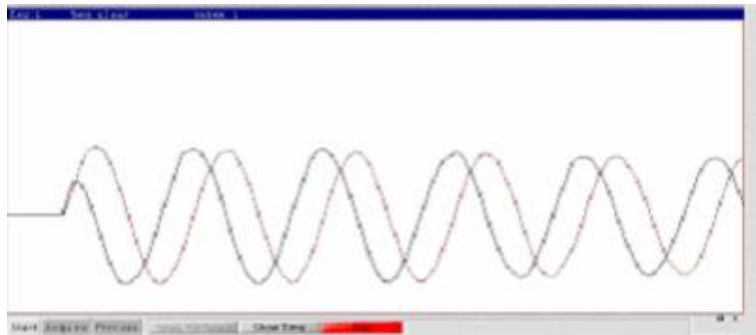
I.转动探头 C13(X channel)核调谐杆（绿色）与 Match 旋钮，使 Tune Dip 的中心在基准线上同时 Dip 达最底部。

J.调整后，点选 Stop Probe Tune,停止扫描

K.点选 Quit 推出 Probe Tune 画面。

6. 锁场

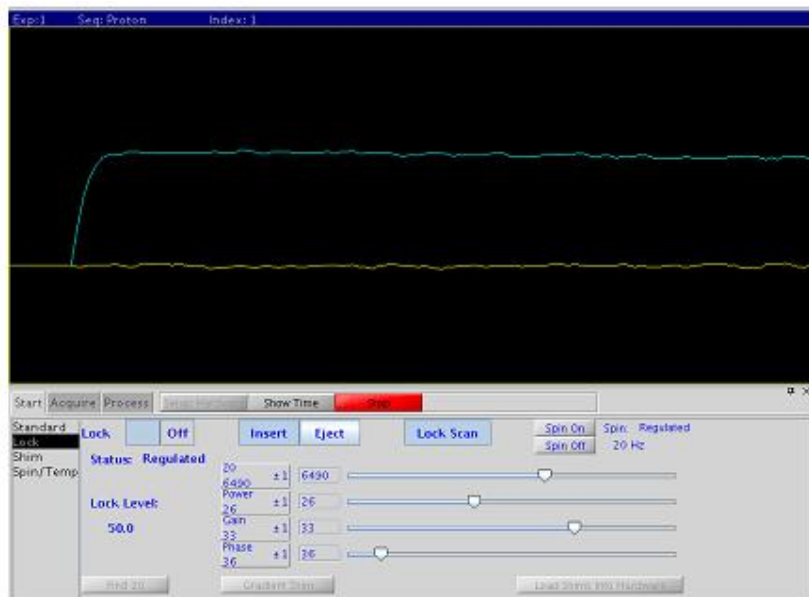
- 系统若配有脉冲梯度组可利用 Start | Standard(标准设置)页面中的 Find Z0 选项完成自动找寻 Z0 的功能
- 若为 Walkup 界面使用者，只需要在 Start | Study (研究) 页面中勾选 Auto Lock(自动锁场)
- 手动锁场依下列步骤进行：
 - a. 在 Start | Lock(锁场)页面中（如下图），点选 Lock Scan (锁场扫描)
 - b. 当锁场信号出现于图形界面中，红线代表真实锁场信号，而黑色线代表锁场信号的相位。



c. 在确定 lock 为 **Off** 的状态下以滑杆改变 Z0 值，或是利用鼠标右键点选 Z0 按钮，以加减 1、加减 10、加减 100 的固定间隔增加或减少 Z0 值寻找共振信号（如上如红色线），一旦找到共振信号后（如下图）即可点选 **Lock ON** 并点选 **Lock Scan** 关闭 Lock 信号画面。

相同方式应用于调整 lockpower(锁场功率), lockgain(锁场增益)与 lockphase(锁场相位)。

注：lockpower:0-68dB(步长 1 dB),lockgain: 0-48dB(步长 1 dB);lockphase:0-360(步长 1.4)



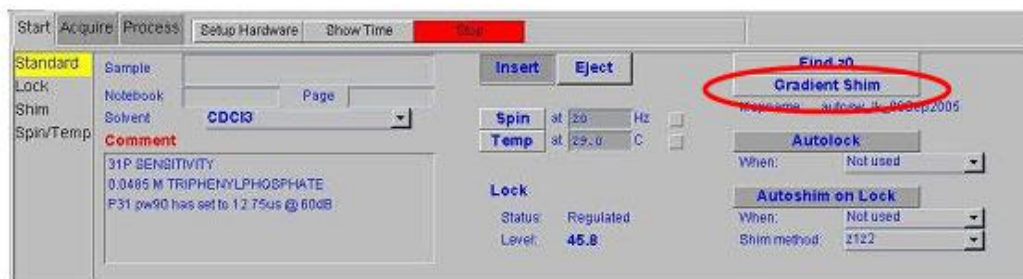
d. 调整 Z0/lockpower/lockgain/lockphase 时，其间隔可通过下列方法改变：

- 鼠标中键点 Z0 按键可改变间隔数值由加减 1 改变加减 10
- Shift+ 鼠标中键可输入间隔数值
- Shift+ 鼠标左键可直接输入数值

- e. 调整锁场时，注意 lockpower(锁场功率)的设置，不能使其过饱和。功率过饱和和所产生的现象是锁场信号上下震荡，无法匀场。
- f. 对于浓度较高的样品，可在锁场功率不过饱和的情况下增加 lockgain(锁场增益)，使锁场状态维持在 Regulated。

7. 匀场

- 对于系统配有脉冲梯度模组，在 Start | Standard 页面中点选 Gradient shim 即开始脉冲梯度匀场，脉冲梯度匀场数据可在 Message History 窗口中查看。



- 手动匀场可依以下步骤完成：

在 Start | Shim 页面中利用鼠标左右键单点 Z1 使 lock level 增加，再利用鼠标左右键单点 Z2 以及 Z3,Z4 使 lock level 达到最高值，调整顺序为 Z1 > Z2 > Z3 > Z4 > Z3 > Z2 > Z1。

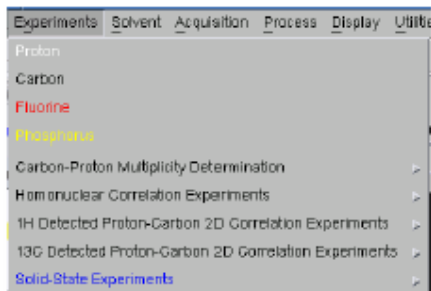
Start | Shim 页面画面如下。



若需要调整 XY 轴向(X1, Y1, XZ...),必须在样品静止（不旋转）的情况下进行调整。

2.2 节 选择实验

- 方法一： 由下拉菜单选取
- a.点选下拉菜单中的 Experiment, 如下图



b.再选取 NMR 各种实验

● 方法二： 由 Protocol Tab 直接选取（VnmrJ Walkup 界面），如右下图

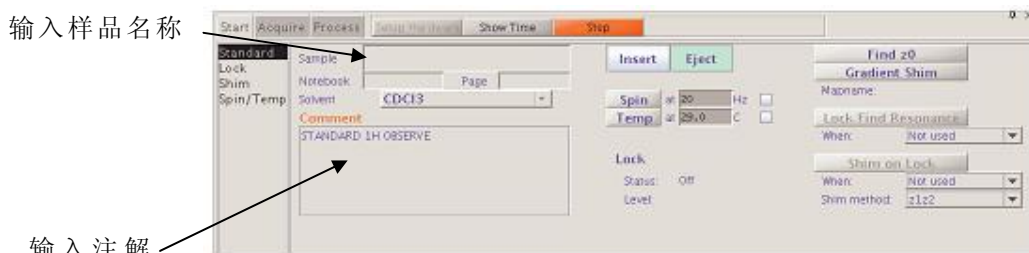


a.点选 Protocol Tab→Std 1D(一维), Homo2D(同核二维)等标记

b.以鼠标左键单点或拖拽至圆形界面或控制面板；或是 Study Queue 中

2.3 节 设定实验

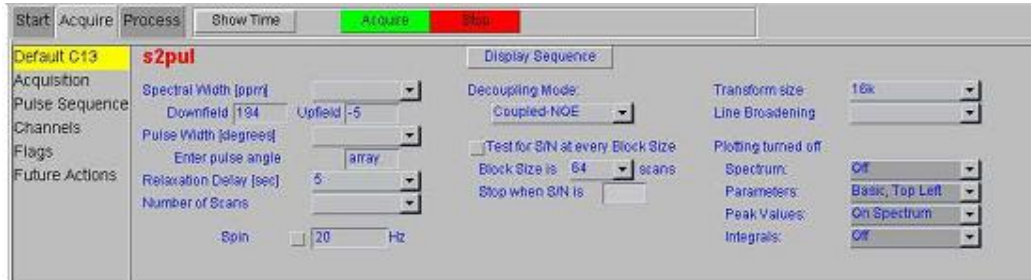
1.在 Start | Standard /Study 页面中输入 sample 名称与在 comment 空格中写入注解



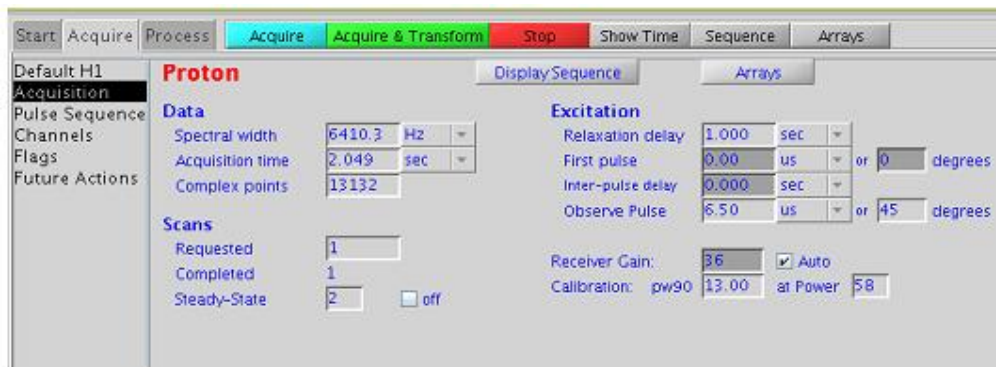
输入样品名称

输入注解

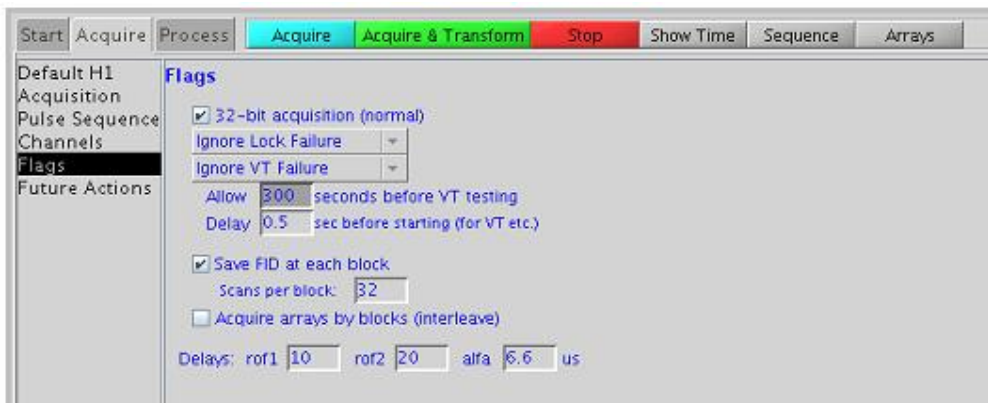
2. Acquire | Default Nuclear(标准设置)页面中选择谱宽（点选三角形下拉选单）或是在 start 与 end 空格中输入 downfield(低场)与 upfield(高场)的数值，并设定扫描数值（可下拉选单来设定采样次数）。下页为 H1, C13 的预设参数画面。



3. 若下拉选项中没有理想数值，则可至 Acquire | Acquisition(数据采集)页面中，在 Scans-Requested(扫描，设定扫描次数)栏位中输入数值。



4. 在 Acquire | Flags(切换参数)页面中可进阶设定 block size 与 interleave 功能，可勾选 Save FID at each block(在每个数据组框保存 FID)。



5. 在 Acquire | Future Action 页面中可设定当实验完成时保存文件或其它功能，若需要每一区段次数 (bs) 完成时作 FT，可在 when block finish 栏位内输入 wft



2.4 节 采集 NMR 信号

方法一：在 Acquisition(数据采集)下拉菜单中点选 Acquire and wft

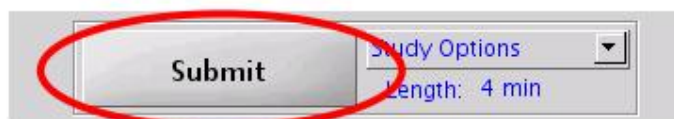
方法二：在参数控制面板中 (Parameter panel) 点选 Acquire 标记里的 Acquire 按键 (Action Button) 即开始采集 data



此时 Hardware tool bar 中显示完成次数并倒数计时，若开启 Acquisition status 视窗可见详细信息画面如下：



方法三：在 Walkup 界面中点选 Submit(提交)开始采集讯号



2.5 节 Data 处理

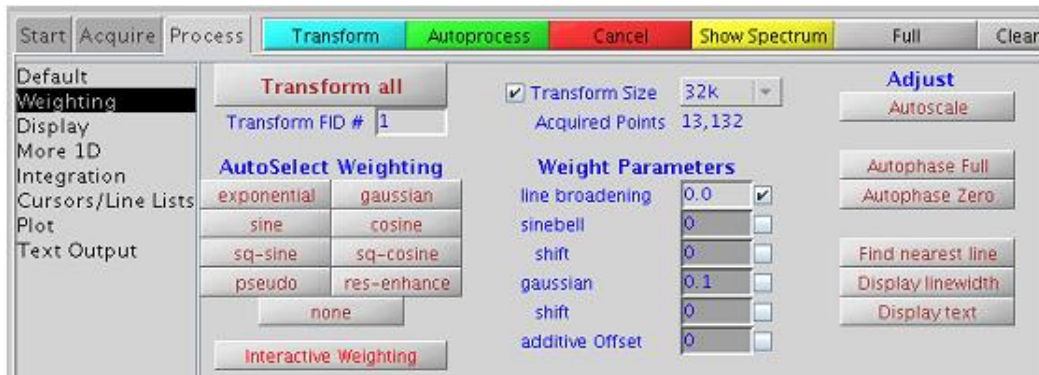
1. 傅立叶转换

方法一：在 Process(数据处理)下拉菜单中选择 Process and Display 1D(数据处理并显示一维)


方法二：在 Process Tab 中点选按键 (Action Button) **Autoprocess**

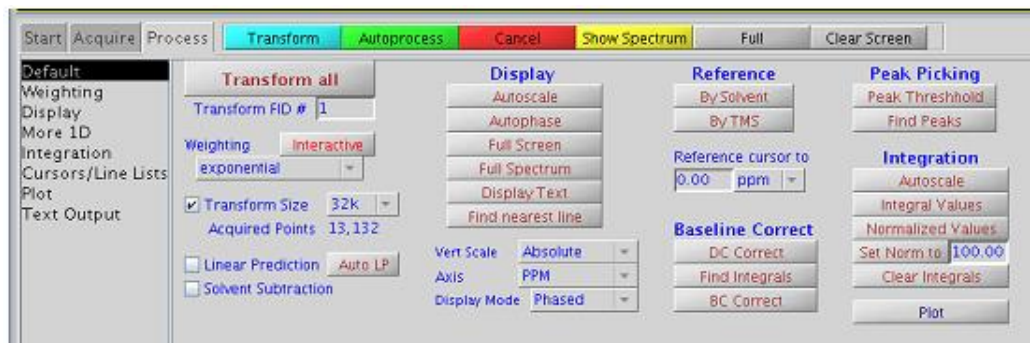


2. 若需进一步设定加权函数，傅立叶转换数目可在 Process | Weighting(窗函数)页面中设定，如下图所示：

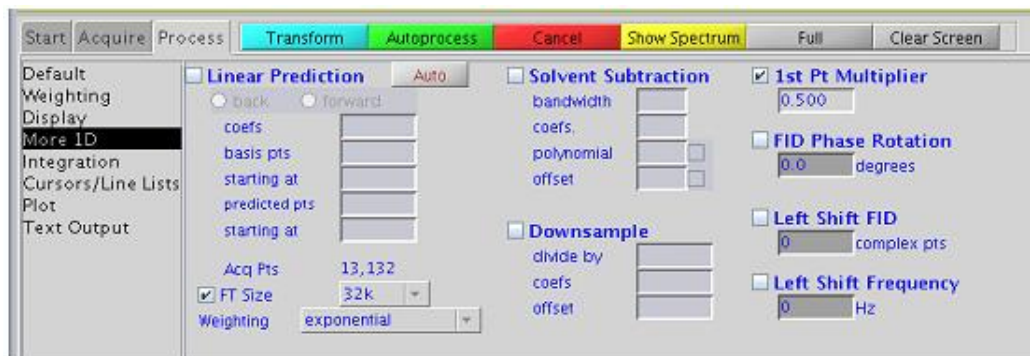


3. 相位校正

在 Process | Default(标准设置)页面中，Display 区域中点选 **Autophase**。或是点选图形界面左侧图示工具列 ，其后先调整图谱右侧的基线（调整 rp 值），再调整左侧信号峰的基线（调整 rp+lp 值,如果无法调整相位，可将 rp=0, lp=0 规零化在重新进行相位校正）



4. 其它进阶处理，例如线性预测、扣除溶剂吸收峰等功能可在 Process | More 1D(更多的一维)中设定，如下图所示



2.6 节 图谱显示

当采集信号结束，软件自动做傅立叶转换，图形界面也显示 NMR 图谱时，界面左侧会显示图谱处理的图示工具列，次工具列提供图谱区域放大、积分、相位调整等功能。下表列出了工具列的功能。

| 工具图示 | 相对应选单 | 功能 | 循环图示 | 注解 |
|---|-------------------------------|------------|---|-----|
|  | Cursor | 单一游标或是双游标 |  | |
|  | Full Spectrum | 显示全频谱 | | |
|  | Full Screen/ Full Spectrum | 以全屏幕显示全频谱 | | |
|  | Expand | 区域放大 | | |
|  | | 缩小（回复上一步骤） | | |
|  | Zoom | 拖拽区间放大 | | |
|  | Part Integral | 积分 | | 注 1 |
|  | dscale | 显示坐标 | | |
|  | sp wp | 拖拽与移动频谱 | | |
|  | th | 设定标示门栏 | | |
|  | Phase | 相位调整 | | |
|  | Redraw | 重新显示图谱 | | |
|  | return | 回到上层 | | 注 2 |

注 1： 积分工具列中包含以下图示

| 图示 | 相对应选单 | 功能 |
|---|---------------|-------|
| | Full Integral | 全积分 |
|  | Resets | 切割区域 |
|  | Lvl/Tlt | 积分线水平 |

| | | |
|--|-------|-----------|
| | 指令 cz | 清除所有积分切割点 |
|--|-------|-----------|

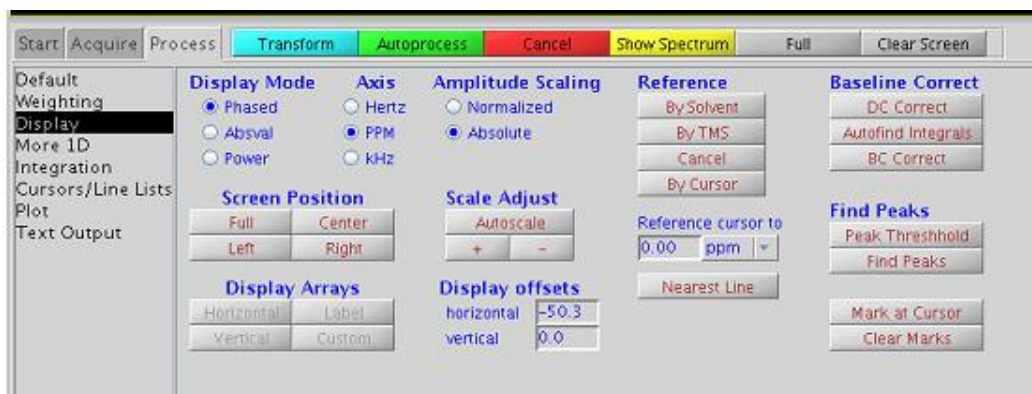
注 2: 上层图示为

| 图示 | 对应指令 | 功能 |
|---|------|--------|
|  | df | 显示 FID |
|  | ds | 显示图谱 |

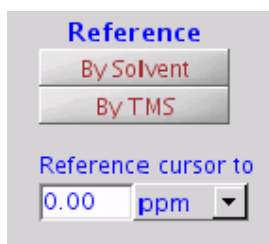
其它图谱处理功能，例如设定参考化学位移、显示吸收峰的化学位移等功能可在 Process-Display 页面中完成。以下针对常用功能作说明

1. 谱峰高低显示:

可点选 Process | Default(标准设置)页面的 scale adjust 栏位中 Autoscale 来自动调整图谱信号高低或是单点+ -选项。调整信号高低。



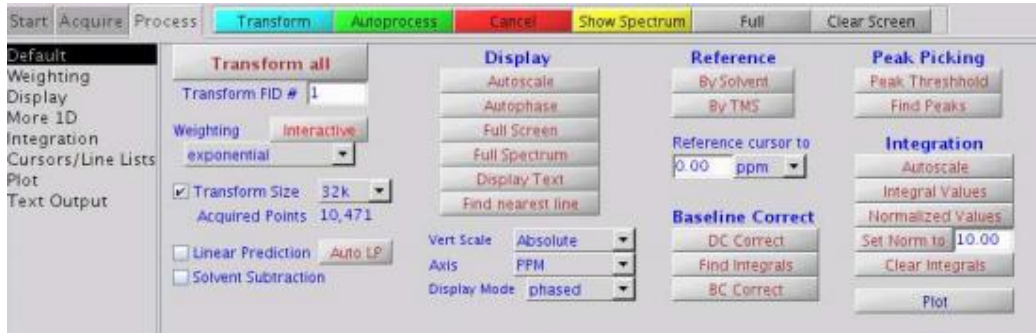
2. 定化学位移:



可点选 Reference 栏位中 **By Solvent** 选项;或是将游标至标定吸收峰上, 在 Reference cursor to 栏位输入数值(或下拉选取), 之后点 **By Cursor**。或是输入指令: rl(xxp)(xx 表示其溶剂峰的化学位移值)

3. 设定标示化学位移门槛:

可点选 Find Peaks 栏位中 **Peak Threshold**; 或是以图示工具列中的图示  设定门槛。

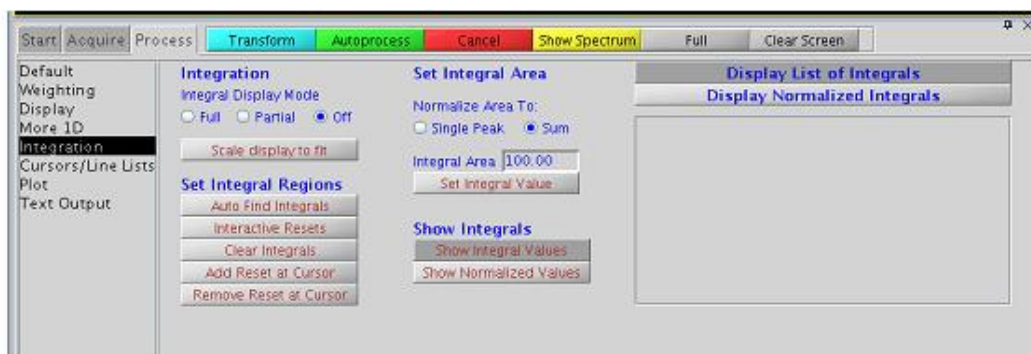


4. 若需显示所有门槛以上吸收峰化学位移，点选 **Find Peaks**。若需更进一步了解信号的详细信息，例如每一吸收峰显示，可进入 Process | Cursors/Line Lists(光标谱线列表)页面，点选 **Display Line Lists**，所有信息将表列于其下。




5.积分:

a. 自动积分: 在 Process | Intergration(积分)页面点选 **Auto Find Integrals**。软件自动依标定吸收峰切割积分区域。



b. 手动积分:

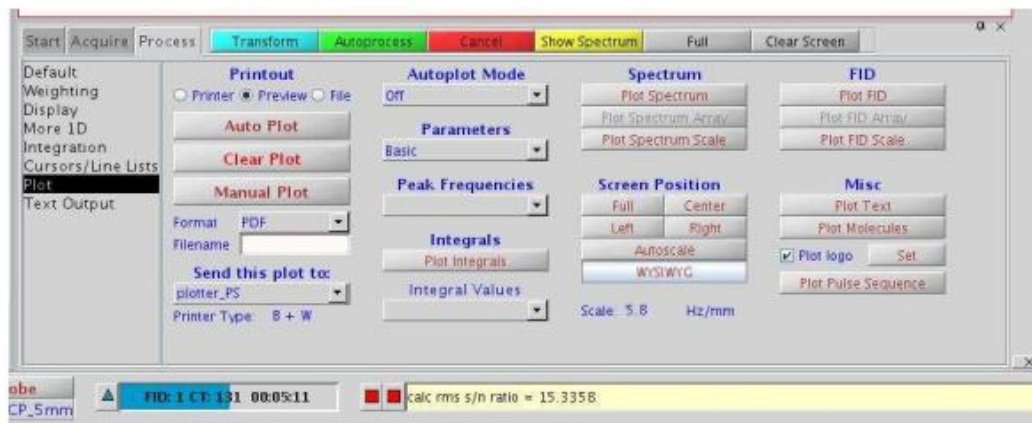
I. 必须先点选图示工具列的图示(Part integral), 如右  图谱中将出现绿色积分线

II. 再点选图示工具列中的 Lvl/Tlt 图示, 如右所示  先以鼠标左右键调整左侧吸收峰 lvl 积分线水平, 其后调整垂直游标线外的区域积分线水平 (调整 lvl、tlt 参数)

III. 点选图示工具列的 Resets, 如右图之后以鼠标左键切割积分区域

- a. 在 Process | Integrations 页面点选 Integration 栏位中的 **Show Normalized Values** 选单或是 **Show Integral Values** 可显示积分值 (dpir, dpiv 分别表示积分值水平, 竖直显示)。
- b. 若需设定特定区域的积分数值, 先将游标移至积分区域内, 之后在 Process | Integrations 页面中 Integral Value 空格中输入积分数值, 之后点选 **Set Integral Value** 即可。
- c. 若欲清除所有积分区域或是部分区域, 可利用 Process-Integration 页面中的 **Clear Integration** 或是 **Remove Reset at Cursor** 选项 (或在命令行打指令: cz)。

2.7 绘图



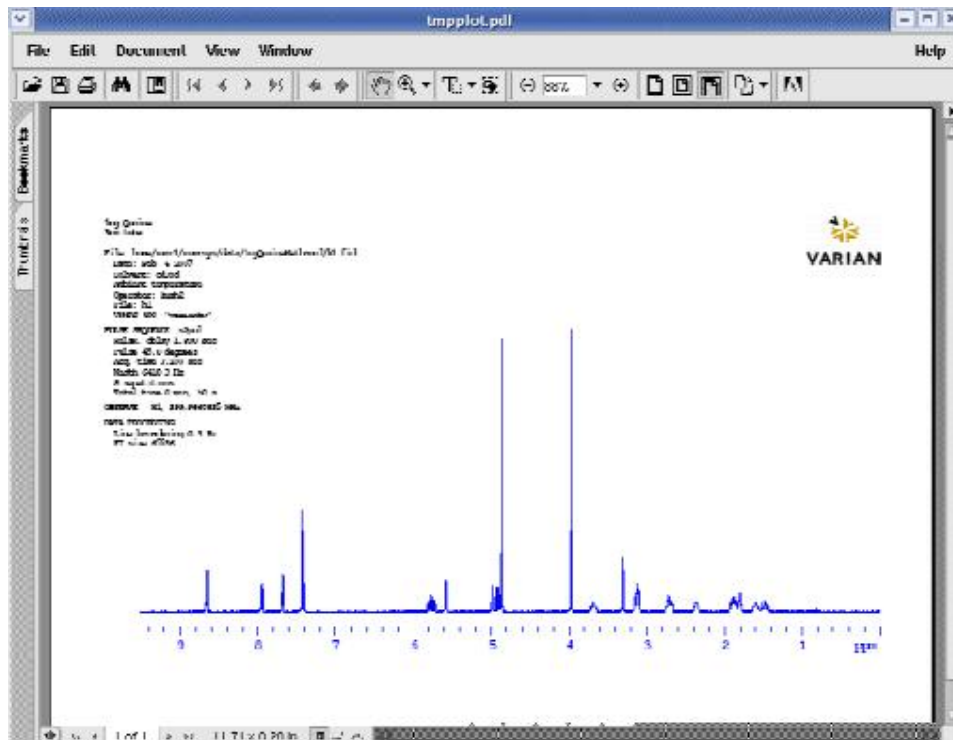
在 Process | Plot 页面中可依不同需求点选所需绘制的选项, 完成绘图。画面如上图:

1) 先于 Printout 选区中选择输出模式:

Printer:为直接由打印机输出

Preview:为输出至 Acrobat Reader 预览谱图, 视窗中菜单选择存储为 PDF 文件或是将其打印出

File:为直接输出电子档, 在 Format 栏位中选择格式, 在 Filename 后输入文件名。



2)选择 Autoplot Mode:

As Displayed:画出与屏幕显示相同区域频谱

Full:画出全频宽图

From Region:画出 cursor 所在的频谱区域

Off:关闭 auto plot 功能

3)选择参数打印:

Basic:基本参数

Full: 全部参数

Horiz Box:于频谱图下方以方框打印参数

Vert Box:于频率图左侧方框打印参数

None:不打印参数

4)选择标出化学位移格式:

On Peaks, var, ppm:于 peak 上方标出以 ppm 为单位的化学位移

On Peaks, var, Hz:于 peak 上方标出以 Hz 为单位的化学位移

On Peaks, top, ppm:将 peak 以 ppm 为单位的化学位移标于纸张最上方

On Peaks, top, Hz:将 peak 以 Hz 为单位的化学位移于纸张最上方

As a list:将 peak 以 ppm 为单位的化学位移以表列打印

On Peaks, var, & list:于 peak 上方标出与表列以 ppm 为单位的化学位移

On Peaks, top, & list:将 peak 的化学位移标于纸张最上方并加上表列

None:不标出化学位移

5)选择积分数值打印格式:

Scaled, Horiz:以水平方式打印积分数值

Scaled, Vert:以垂直方式打印积分数值

Normalized, Hor:以水平方式打印归一化积分数值

Normalized, Vert:以垂直方式打印归一化积分数值

None:不打印积分值

6)点选 **Auto Plot** 绘图

例如若只需图谱与坐标可点选 **Automatic Plot Page**, 若需要画出图谱坐标、参数、积分、化学位移, 则必需点选 **Plot Spectrum**, **Plot Spectrum Scale**, **Plot Text**(需选参数形式), **Plot Integrals**, 选择 **Plot Peak Frequency** 的形式, 之后点选 **Plot Page**。(指令 **dpiv** 积分竖着显示)

指令: **pl pscale ppf pir pap pltxt**

若在 **Plot Page** 前更换绘图内容, 可先点选 **Clear Plot** 清除所选择的选项, 再重新点选内容。

● 若在 **Plot Page** 前更换绘图内容, 可先点选 **clear-Plot** 清楚所选的选项, 再重新点选内容。

● 制作插图

I.先点选 **Plot Spectrum** 绘制全图

II.以游标框住区域图谱

III.进行 **Process | Cursor/LineLists** 页面点选 **Insert Spectrum**. 其后图形界面左侧会出项如下工具列

| 工具图示 | 功能 | 工具图示 | 功能 |
|---|------|---|-----------|
|  | 放大区域 |  | 移动插图位置 |
|  | 移动图谱 |  | Plot 绘制插图 |
|  | 展开全图 | | |

IV.利用图示移动或放大插图

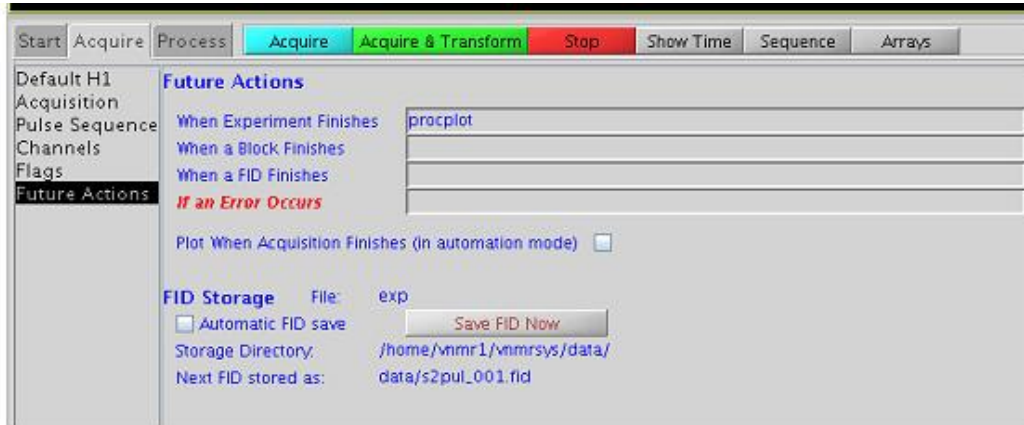
V.当插图位置与大小都调整完成, 即可点选 **Plot** 图示绘制插图

VI.若此时要标注插图的化学位移或积分值, 可至 **Process-Plot** 页面中点选欲绘制选项

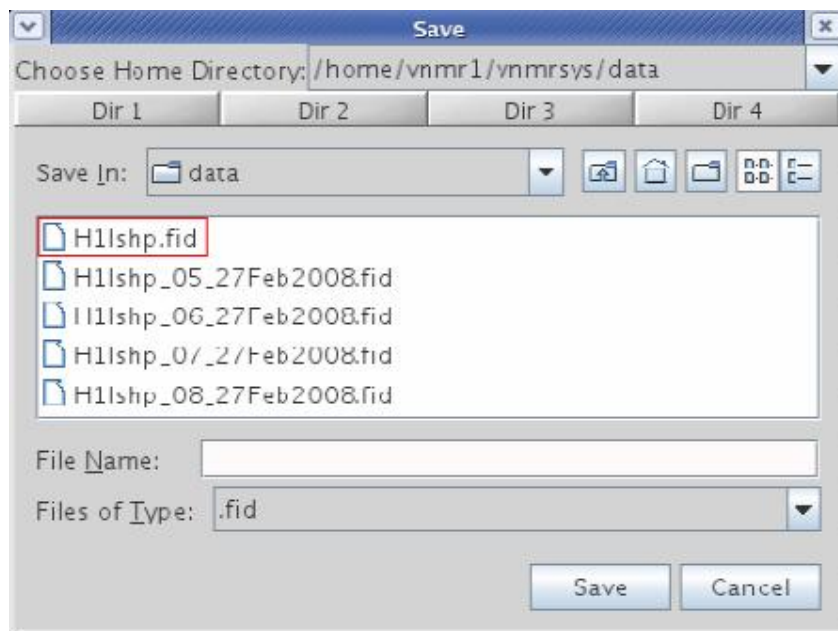
VII.点选 **Plot Page** 将包含插图的图谱送出

2.8 节 保存与读取文件

1.下拉 **File(文件)**菜单, 选择 **Save data setup** (保存数据设置), 在选项视窗中设定 **data** 保存路径与文件保存格式。用户可自行设定文件保存格式, 可选择是以日期或是 **sample** 名称等来命名。在 **Acquire | Future Action** 页面中点选 **Save FID Now** 来保存文件 (画面如下)。同时于此页面中显示 **Data** 保存路径与保存文件名。



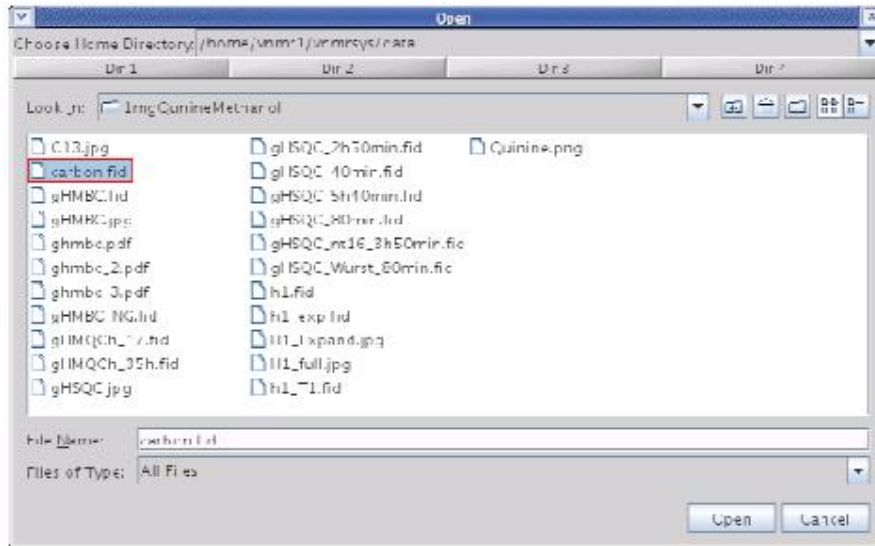
2. 下拉 File(文件)选单, 选取 Save as..., 在出现的视窗中变更目录输入文件名即可保存文件



3. 另一保存文件的方法为直接在指令列输入 svf('filename')来保存文件。

读取文件的方式可分为下列两种:

1. 下拉 Edit, 點選 Open, 在出现的视窗中变更目录读取文件



2.由 Locator 的放大镜以 NMR data 的”用户定义范畴 (by user defined attribute)”分类搜寻 (Sort NMR data), 搜寻结果将表列于 Locator 区域。点选文件并拖拽至图形界面, 即能读出 NMR 文件并显示傅立叶转换的图谱。

第三章 基本 2D NMR 实验的设定、采样、数据处理及绘图

3.1 节 二维实验介绍

3.2 节 二维实验设定

3.3 节 二维实验参数设定

3.4 节 启动实验

3.5 节 实验图谱处理

3.6 节 互动式二维彩色谱图显示控制

3.7 节 二维谱图列印

3.1 节 二维实验介绍

^1H - ^1H COSY: Correlation Spectroscopy 谱中的相关峰表示与该峰相交的两个峰之间有自旋-自旋偶合(J-Coupling)存在。通常在化学结构上,两个峰之间有自旋-自旋偶合表示产生该两个峰的原子之间相隔的化学键数在三键以下。(当它们之间有双键或三键存在时,四键或五键之间的原子也会有 J 偶合存在)相关峰的强弱(高低)与偶合常数 J 值的大小有关, J 值越大相关峰越强。有没有相关峰,只取决于有没有 J 偶合,并不在乎相隔的化学键多少。当偶合常数(J 值)很小时,一维谱上可能表现不出峰的偶合裂分,但二维谱上仍可能表现出相关峰。COSY 检测三个键左右(3-15Hz),共轭时可达 4-6 个键。

^1H - ^1H NOESY: Nuclear Overhauser Effect Spectroscopy 二维 NOE 谱。NOE 主要用来确定两种质子在分子立体空间结构中是否距离相近。要求两种质子的空间距离小于 5Å。NOE 和空间因素有关系,和相隔的化学键数无关,所以在分析 NOE 谱图时候,一定要能画出结构的立体构型以便解析。对于混合时间的设定, mix 是一个混合时间。生物大分子可以设置为 100-200ms,也有的设置成 300-500ms,小分子的要大一些。对于小分子其混合时间一般为 0.75-1.25s。要依据样品和做出的图来看的。通常来说其混合时间的设定在其 0.5-0.8s,这和分子量大小有关,大分子一般在这个范围,小分子在 0.8s 以上,这是因为分子越大弛豫时间越短。一般来说,分子量小于 400 或 600 的小分子,混合时间设 0.8s;而大分子混合时间设为 0.5 或 0.6 秒。

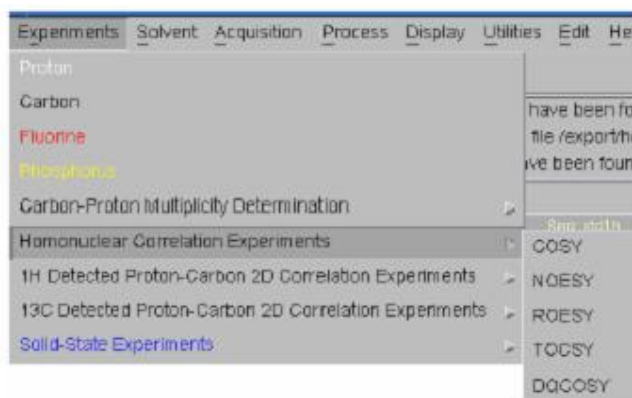
^1H - ^{13}C HSQC: Heteronuclear Single Quantum Coherence 实验是异核二维谱,碳氢直接相关异核单量子相关实验,没有对角线峰。每个相关峰表示相交的氢、碳峰所对应的氢、碳原子是直接(一键)相连的。HSQC 实验可以使氢谱和碳谱中的谱峰指认信息相互利用、相互印证。当 CH_2 上两个氢的化学位移不等时,HSQC 谱上,一个碳峰就会与两个氢峰有相关峰。其 $J_{\text{C-H}}$ 的值 140; 五元芳杂环 160-200Hz。

^1H - ^{13}C HMBC: Heteronuclear Multiple Bond Correlation 是异核二维谱,远程相关实验,没有对角线峰。每个相关峰表示相交的氢、碳峰所对应的氢碳原子是以两键、三键或四键相

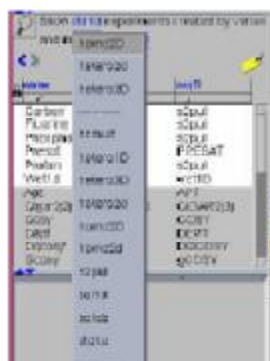
连的。HMBC 谱上是否出峰与氢、碳原子相隔几键没有直接关系，只与实验参数设置中所设的 J 值有直接关系。氢碳两键、三键或四键的 J 值范围有很大部份是重叠的。由于脉冲序列的关系，HMBC 谱中有时也会出现一键耦合的峰，是以一对相隔一百多 Hz 的小峰出现在对应氢峰的化学位移两边。HMBC 通常测试的是 2J 到 4J 范围内的 H-C 连接关系。经常出现的情况是能看到 1J，即直接连接，但是表现形式是 1J 连接处是两个对称的卫星峰出现，因此非常容易判断。由于长程耦合常数设置的不同，所能测试的 J 的范围也不同。一般仪器考虑到通常情况，长程耦合常数为 8Hz，基本上可以满足一般的测试，如果要跨越杂原子，或者要看到远程，长程耦合常数设置为 4Hz 为好，但这时需要增加扫描次数，因为随着链的延长，信号会迅速衰减。同样的道理，为了看到自己想要的峰，应该修改相应的参数。如果在解谱时候不考虑参数影响，会经常产生错误的判断。脂环上多表现出 2J，芳香区多体现为 3J。长程耦合的 J=8Hz。如跨越杂原子 J=4Hz。

3.2 节 二维实验设定

1. 先读出一维 ^1H 谱或是 ^{13}C 谱
2. 读出二维实验参数。有以下三种方式：
 - a. 利用下拉选单选取实验：下拉 Experiments 选单，选取实验类别后再选择特定实验。如图：



- b. 利用定位器 (locator) 列出所有二维实验：
 - I. 开启 Locator, 先点选 locator 左上角的放大镜并选择 Sort Protocols for Experiments(以 NMR 实验种类分类查询)，出现的视窗中点选所需实验。或是设定栏位显示项为 name, aptype 与 seqfil



II. 以鼠标右键选择 Show Homo2D or Hetero2D 实验

III. 利用鼠标左键拖拽选择实验名称至图形界面或是参数界面即可读出实验参数与脉冲序列；以双击方式点选实验名称也能执行

c. 开启 Protocol Tab 区域，拖拽实验协议的图形界面，既能读出实验参数；或是拖拽实验行至 study queue 中，也能读取参数

3.3 节 二维实验参数设定

下表列出所有二维实验的重要参数设定

同核二维实验：

| 实验名称 | 参数 | 建议数值 |
|--------|-------------------------|----------------------------|
| COSY | Scans per increment(nt) | 4(min),multiple of 4(max) |
| | Number of increment(ni) | 128 or more |
| NOESY | Scans per increment(nt) | 8(min),multiple of 32(max) |
| | Number of increment(ni) | 128 or more |
| | Mixing time(mix) | |
| DQCOSY | Scans per increment(nt) | 8(min),multiple of 32(max) |
| | Number of increment(ni) | 128 or more |
| TOCSY | Scans per increment(nt) | 8(min),multiple of 32(max) |
| | Number of increment(ni) | 128 or more |
| | Mixing time(mix) | 0.08, range:0.03~0.1 |
| ROESY | Scans per increment(nt) | 8(min),multiple of 8(max) |
| | Number of increment(ni) | 128 or more |
| | Mixing time(mix) | 0.3, range:0.1~0.8 |
| gCOSY | Scans per increment(nt) | 4(min),multiple of 4(max) |
| | Number of increment(ni) | 128 or more |

异核二维实验：

| 实验名称 | 参数 | 建议数值 |
|------|--------------------------------|-----------------------------|
| HMQC | Scans per increment(nt) | 4(min),multiple of 4(max) |
| | Number of increment(ni) | 128 or more |
| | C13 Spectral Width [ppm] (sw1) | 160ppm~-10ppm, selectable |
| HSQC | Scans per increment(nt) | 4(min),multiple of 4(max) |
| | Number of increment(ni) | 128 or more |
| | C13 Spectral Width [ppm] (sw1) | 160ppm~-10ppm, selectable |
| | C-H Multiplicity Edit(mult) | Mult=2(CH,CH3 up, CH2 down) |

| | | |
|-------|---|--|
| HMBC | Scans per increment(nt) Number of increment(ni) C13 Spectral Width [ppm] (sw1) Coupling constang(jnxh) | 8(min),multiple of 4(max) 128 or more 225ppm~-15ppm, selectable 8,range 5-10Hz |
| GHMQC | Scans per increment(nt) Number of increment(ni) C13 Spectral Width [ppm] (sw1) | 4(min),multiple of 4(max) 128 or more 160ppm~-10ppm, selectable |
| gHSQC | Scans per increment(nt) Number of increment(ni) C13 Spectral Width [ppm] (sw1) C-H Multiplicity Edit(mult) | 4(min),multiple of 4(max) 128 or more 160ppm~-10ppm, selectable mult=2(CH,CH3 up, CH2 down) |
| gHMBC | Scans per increment(nt) Number of increment(ni) C13 Spectral Width [ppm] (sw1) Coupling constang(jnxh) | 8(min),multiple of 4(max) 200 or more 225ppm~-15ppm, selectable 8,range 5-10Hz |

gCOSY 实验参数界面



设定 Scan per increment 与 Number of increments,可参考上表的设置即可。

NOESY 实验参数界面



设定 Scan per increment 与 Number of increments, mixing time 即可

TOCSY 实验参数界面



设定 Scan per increment 与 Number of increments, mixing time 即可。

gHSQC 实验参数界面



设定 Scan per increment 与 Number of increments 即可。

gHMBC 实验参数界面



设定 Scan per increment 与 Number of increments 即可。

3.4 节 启动实验

可以以下三种方式启动实验

1. 下拉 Acquisition 选单，点选 Acquire

2. 在 Acquire Tab 下，点选快速工作按钮 **Acquire** 来启动实验；若是在 Walkup 模式下，则必



须点选 **Submit** 来启动实验。

3.5 节 实验图谱处理

当实验完成时，点选 Process Tab，再点选快速动作按钮 **AutoProcess**，既能完成图谱处理，并显示二维图谱在图形显示区中。

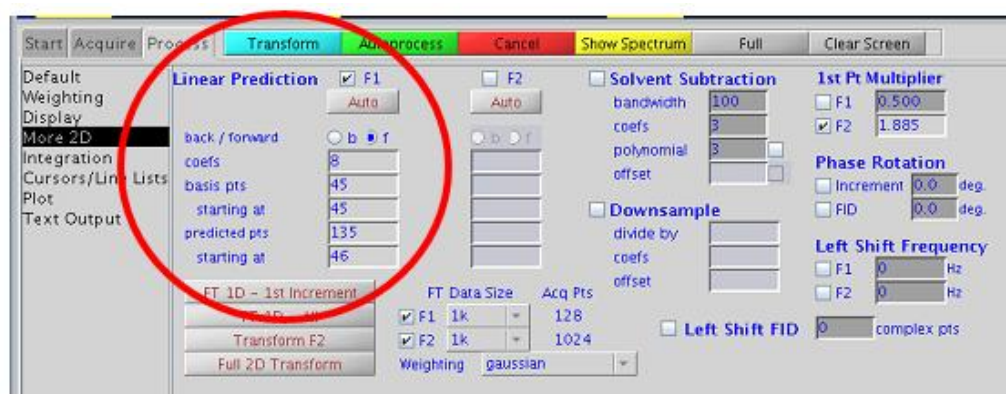


VNMRJ 软件在读取实验参数时也会一并将图谱处理参数读出，经由 Autoprocess 步骤放置合适的线性预测与加权函数。

若需中途视图谱，可直接点选 Autoprocess, 软件会自行侦测完成 FID 个数，并放置适当的线性预测与加权函数做二维傅立叶转换。当然也可以以 **Process | Default, Weighting** 的页面自行设定线性也曾与加权函数。

线性预测：

这种处理方式能增加交叉信号的解析度。通常线性预测的设定为完成 FID 个数的两倍，亦即在 F1 轴完成的 FID 个数再向前（Forward）加入相同点数。使用者可在 Process | More 2D 页面中的线性预测部分点选 **Auto** 选项，或是在此按钮下方输入基本 FID 个数，与线性预测个数。



coefs 线性方程式的系数

basis pts 完成的 fid 个数

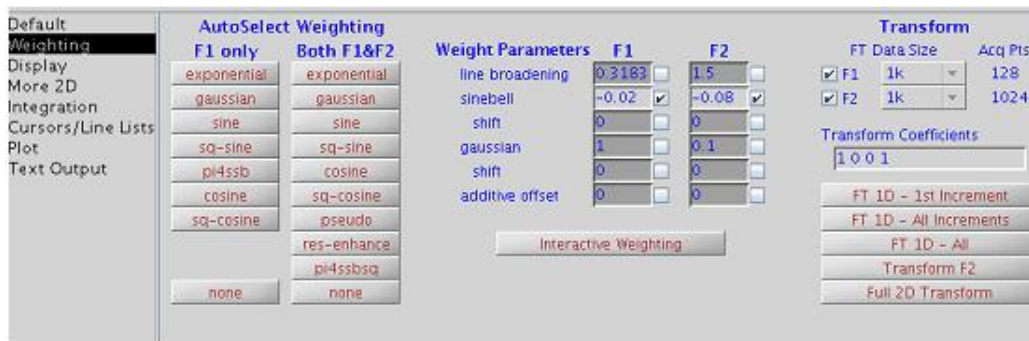
starting at 在原有 fid 个数的第几个 fid 承接增加的个数

predicted pts 增加的 fid 个数

starting at 增加的 fid 个数的起始点
若为两倍的线性预测，basis tps 与 predicted pts 的数值相同。

加权函数设定:

不同的二维实验必须设定不同的加权函数才能得到正确的交叉信号。在 Process | Weighting 页面中提供不同的加权函数供点选。通常相敏实验使用 gaussian 加权（如 NOESY 等），而非相敏实验使用 sinebell 或是 sqsinebell 增加信号强度（cosy, HMBC 等）。加权函数设定界面如下:



图谱相位校正:

此相位校正步骤用于同核或是异核相敏实验(Phase Sensitive), 包括 NOESY, TOCSY, ROESY, HSQC, HMQC, gHSQC, gHMQC 等皆可使用, 以下为 NOESY 图谱为例, 介绍相位调整步骤:

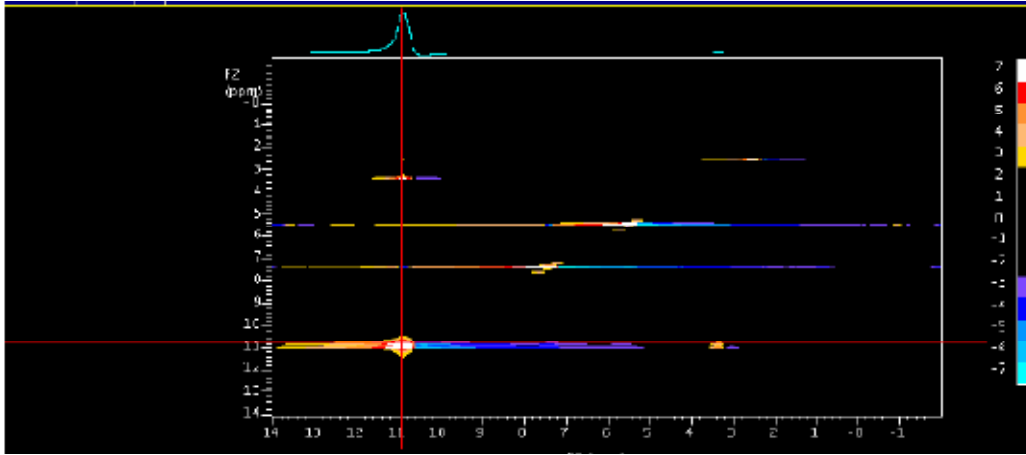
调整相位:




1. 点选图形工具列的 


2. 调整相位的副选单即出现如下

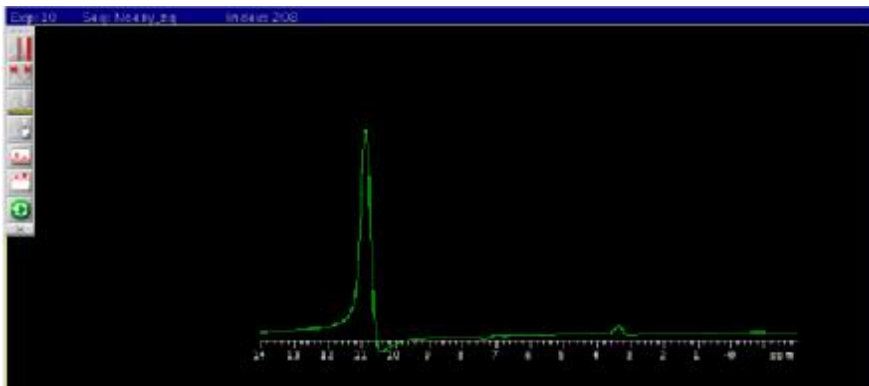



3. 将 cursor 向上移至图谱右上方 cross peak 上, 并点选副选单的图示




 (Trace), 利用显示于二维图谱上方蓝色频谱, 找寻相位差较大的信号。如图所示, 选好信号后, 将此信号记录成 spectrum1, 点选 ; 再将 cursor 向左移至图谱作下方的 cross peak 上, 利用 Trace 选取相位较大的信号, 将其记录成 spectrum2, 点选 。

4.点选 , 屏幕立即显示 spectrum 1 并进入相位调整模式, 利用鼠标的左右键调至基线平整, 如下图所示:



5.点选 , 屏幕立即显示 spectrum2 并进入相位调整模式, 同样利用鼠标的左右键调至基线平整。

6.再次点选 , 检查是否受 spectrum2 的相位影响而导致相位变化。若相位扭曲, 必须反复调整 spectrum1 与 spectrum2 的信号, 取得一平衡点。

7.当二频谱的相位皆平整, 即点选 , 能显示校正完成的二维图。

8.若是 F2 轴向的相位也须做调整, 点选  (Rotate), 将 F2 dimension 至于水平轴, 并重复上述步骤, 反复调整相位即可。(此时若是出现 **Can not phase this data**, 输入 `pmode='full'`)

wft2da 后即能以相同的步骤校正相位)

进阶图谱处理:

1.若图谱出现漂移现象, 如某一信号拖拽成长条带状信号, 这时就可用 Process | Default

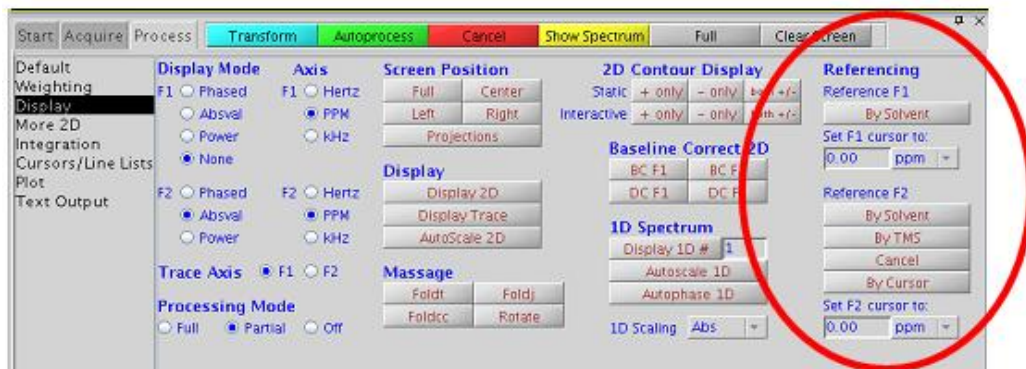


页面中的 DC correction 来做校正。点选如下图的 DC correct(F1,F2)。

2.若图谱出现条状杂信号, 可利用 Process | Default 中的 **FT 1D - 1st Increment** 先转换第一 fid, (可现对此 1D 做相位校正), 做积分线切割后, 点选 **Full 2D Transform**。所得的 2D 图谱再以 **BC Correct (F1,F2)** 做基线校正, 消除杂信号。

2D 的参考化学位移标定:

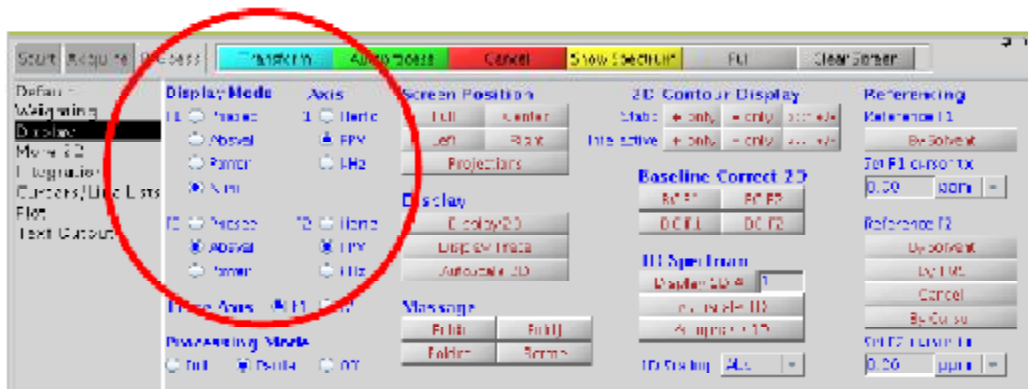
在 Display 页面中 Referencing 按钮来设定 2D 的参考指标。初始状态是软件利用所设的核种频率来定参考化学位移, 若必须重新设定参考线, 必须将游标移至交叉信号所在位置, Set F2(or Set F1)cursor to: 的栏位后输入以 Hz 或 PPM 为单位的数值。或通过指令的方式:



3.6 节 互动式二维彩色图谱显示控制

显示模式 (Display Modes)

在 Process 标记下的 Display 页面中可选择显示相位模式 (phased, Power, Absval) 或是坐标显示单位。



Center, left, right, full 功能在于设定二维图谱摆放在屏幕中间, 左边, 右边或是全屏幕。图谱于屏幕上的相对位置与最后绘图于纸张上的相对位置有关。



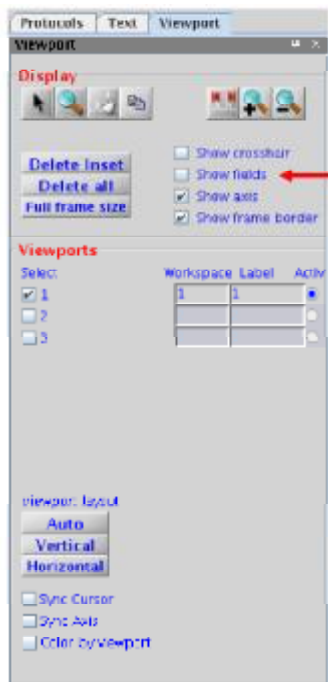
自动调整交叉峰信号

在 Display 菜单中的 **AutoScale 2D** 按钮是用以自动方式调整 2D 光谱的垂直高度 (vs2d) 及显示门槛 (th)。



二维光谱的显示图形工具列

图形显示工具列可以自由放置于图谱视窗中, 以横向或是纵向排列。在 Viweport 界面中可选择是否显示图谱信息。






- cr 显示游标目前的位置
- cr1 显示另一轴向上游标所在的位置
- delta 显示两游标间的间隔距离
- delta1 显示只一轴向上两游标间的间隔距离
- vs2d 显示垂直方向的高度
- vsproj 显示投影方向的垂直高度

只需勾选 **show fields**, 互动式显示参数即位于图形视窗底部, 以下为显示参数的说明:






互动式二维显示控制按钮

每一个在图形控制界面的按钮均显示于下并做一说明:

图示一

| 图示 | 功能 | 相对应指令 |
|---|-------------|-------|
|  | 进入 FID 显示选单 | df |
|  | 进入频谱显示选单 | ds |
|  | 进入二维图谱显示选单 | dcon |

图示二





| 图示 | 功能 | 相对应指令 |
|---|-------------------------|--------------|
|  | 以图素形式显示 2D 图谱并列出显示控制菜单 | dcon |
|  | 以等高线形式显示 2D 图谱并列出显示控制菜单 | dpcon |
|  | 以堆积形式显示 2D 图谱 | dcon('ds2d') |
|  | 以灰阶图素显示 | |
|  | 回上层 | return |

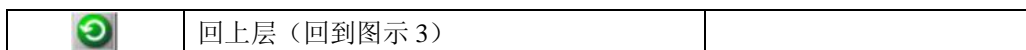
图示三

| 图示 | 功能 | 相对应指令 |
|----|----|-------|
| | | |

| | | |
|---|---|--------------------------|
|  | 显示游标线或框线，该选钮用以切换单一游标或者是双游标的显示，若显示 box 表示目前是处于单一游标模式 | dconi('toggle') |
|  | 显示全图的功能键 | dconi('full') |
|  | 放大区域图谱 | dconi('expand') |
|  | 回复放大区域或图谱 | |
|  | 即使区域放大功能 | zoom |
|  | 移动图谱 | |
|  | 显示游标所在位置的单一频谱 | dconi('trace') |
|  | 显示图框尺规 | dscale |
|  | 进入投影显示菜单（图示四） | dconi('proj') |
|  | 再次显示图谱 | dconi('again') |
|  | 图谱 F1 与 F2 轴向切换 | trace='f1' trace='f2' |
|  | 垂直高度增加 20% | vs2d=vs2d*1.2 |
|  | 垂直高度降低 20% | vs2d=vs2d/1.2 |
|  | 进入交叉峰标定选单 | ll2d |
|  | 回上层（回到图示 2） | |

图示四

| 图示 | 功能 | 相对应指令 |
|---|----------------|--------------------|
|  | 水平投影图示显示，显示最大值 | dconi('hproj_max') |
|  | 水平投影图示显示，显示加和值 | dconi('hproj_sum') |
|  | 垂直投影图示显示，显示最大值 | dconi('vproj_max') |
|  | 垂直投影图示显示，显示加和值 | dconi('vproj_sum') |



多视窗显示 (Viewports) :

VNMRJ 可将谱图视窗分成 9 个窗口, 每个窗口可分别载入一维或是二维谱图。并依据要求将窗口的谱图做重叠比对或是二维谱图相对应于一维谱图的放大比对。

步骤:

1. 下来 Edit(编辑)→Viewports(视窗)
2. 在 Viewports Setting(视窗数量)中选择欲分割的窗口数量

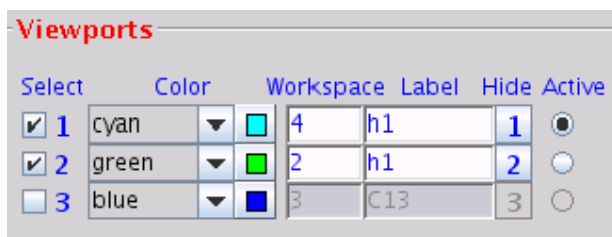


3. 在垂直工具列的 Viewport 中会出现如下菜单

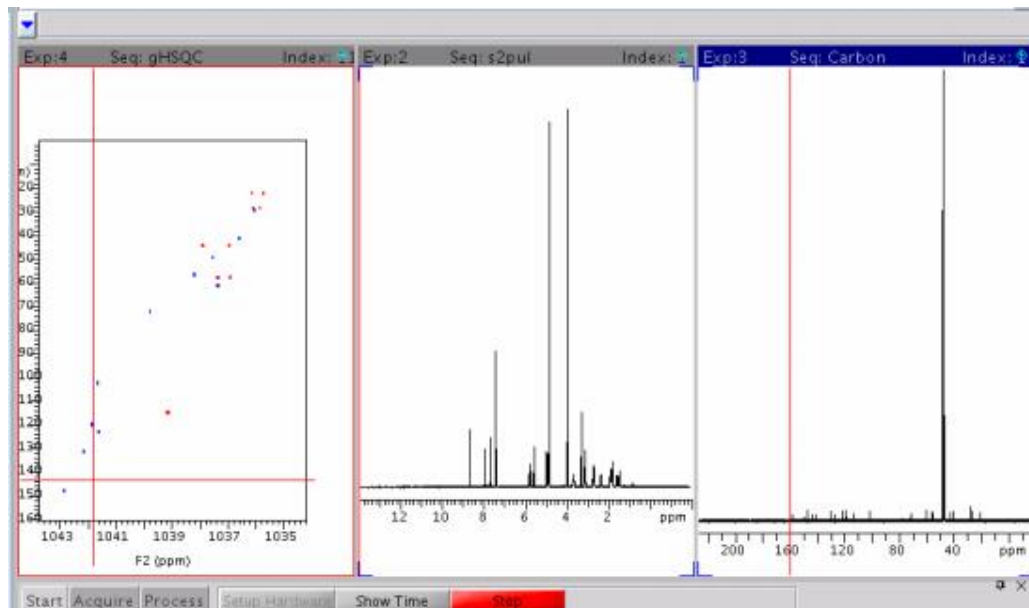


4. 点选 Viewport Layout(视窗布局)的 **Auto**, 谱图视窗会自动垂直切割谱图视窗。以上图为例, 所选视窗数量为 3, 在垂直工具列中的视窗选项就有最多 3 个工作区(workspace)可供选择。

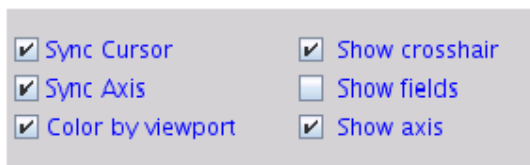
当选择(Select)处勾选 1,2，则启动分割谱图视窗为二。



5.谱图视窗分割画面如下



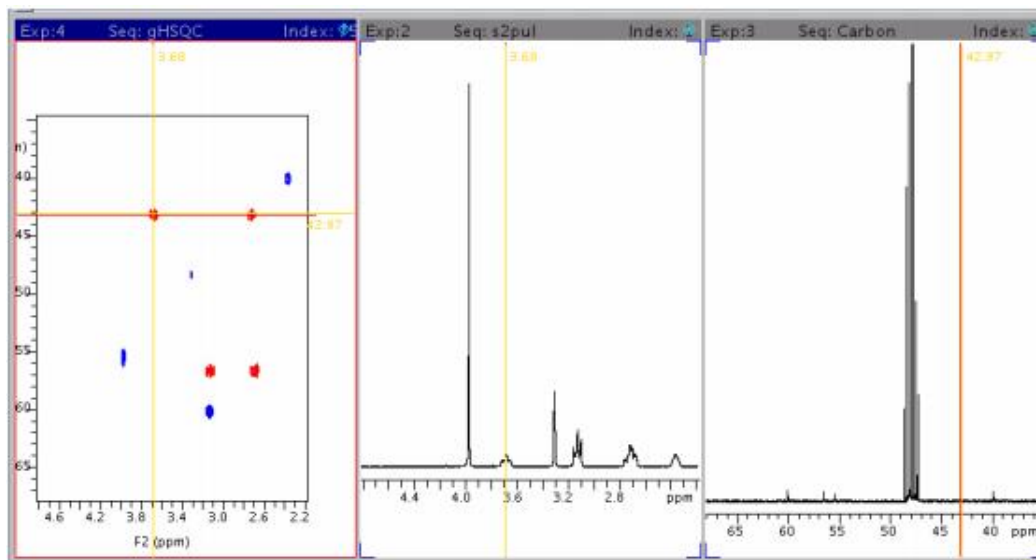
6.若勾选 Sync Cursor, Sync Axis, Show cross hair 则可使游标与坐标轴于三窗口中同步。亦即在二维谱图中放大某区域，其相对应的氢谱或是碳谱的区域也会跟着变动



若点选的窗口为二维图，工具列下方可选择正向与反向正交信号的显示颜色



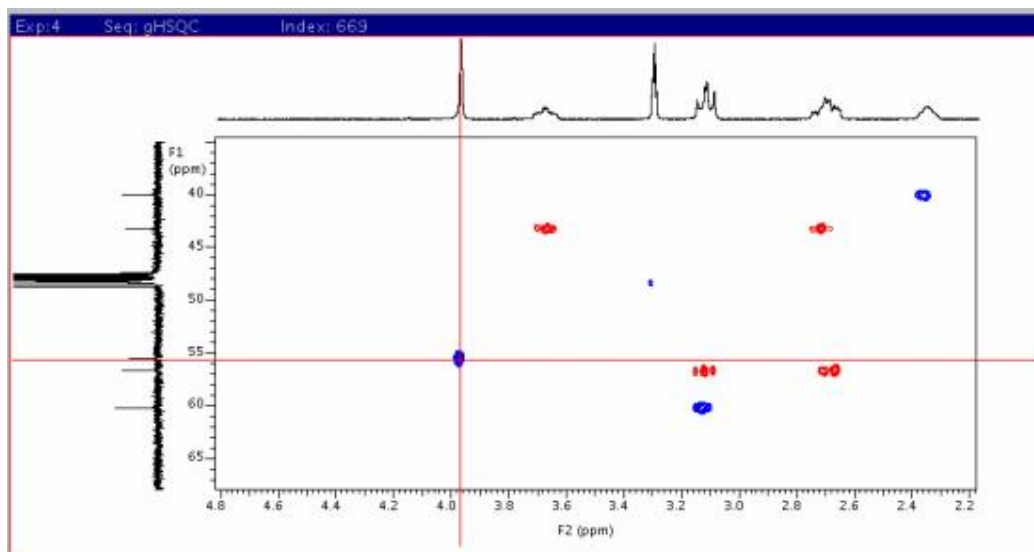
7.下图所示为由游标与坐标轴同步时所显示的谱图



8. 点选 **Overlay Viewports**(重叠视窗)与 **Align Spectra**(对准谱图)



则可将一维谱图放置于二维谱图两旁，显示如下



3.7 二维图谱列印

在 **Process | Plot** 页面中点选 **Auto Plot**，即能绘制出二维谱图。

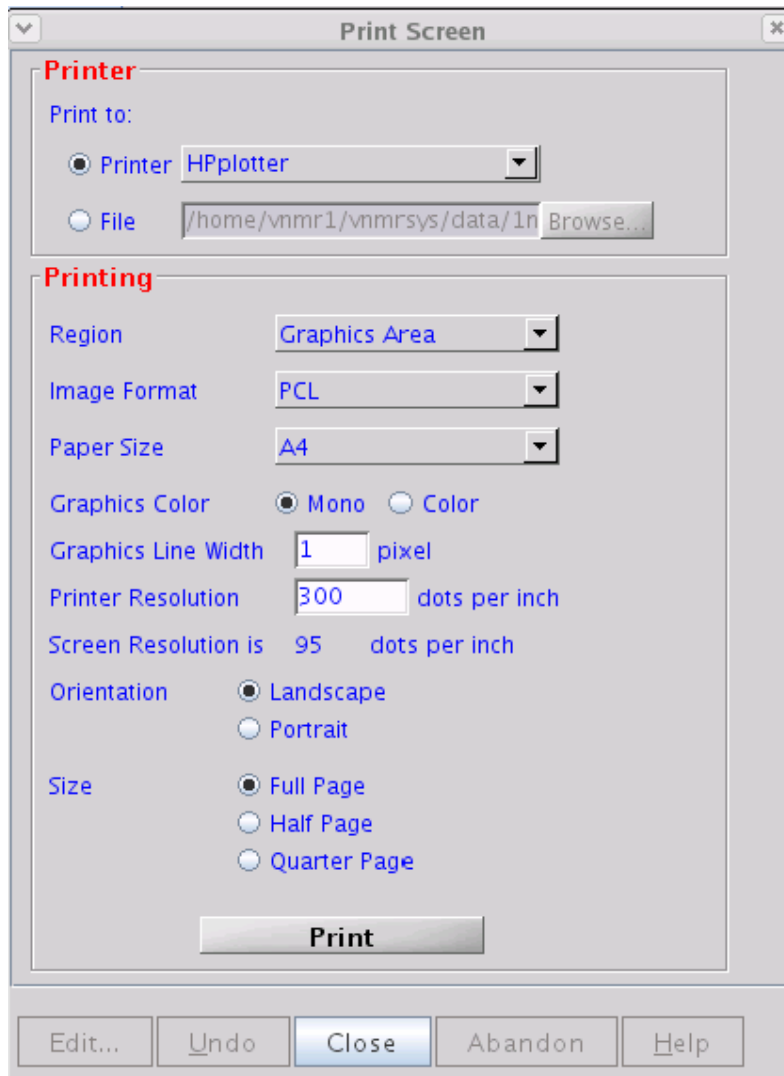


若需依需求绘图，可利用其页面中的 Contour Plot 选单绘图。可利用 Custom Hires Spectra 来完成。先将 1D 图谱于某一工作区，在进入 2D 工作区中点选 Custom Hires Spectra，在出现的视窗中（如下图）输入上方与左侧 1D 的工作区号码，再点选 Plot 2D with Top+Side 即可。



若需绘制真实 1D 于二维图谱两侧，可利用指令来完成。先进入某一实验区将 1D 图谱读出，之后进入二维图谱实验区键入 `plcosy(15,1.2,#noh)` 或是 `plhxcor(15,1.2,#noh,#nox)`。15 为等高曲线间距，#noh 为 1D ¹H 实验区号码，#nox 为 1D ¹³C 实验区号码。也可利用 `plhh` 或是 `plhc` 来完成绘图，此巨集指令会以问答形式完成绘图。

如需于重叠视窗显示下直接绘图，可利用 Print Screen(屏幕列印)直接绘图。下拉 File→Print Screen...在视窗中设定如下：



既能点选 **Print** 直接打印。

附录 A 常用指令

常用指令

| | |
|-------------|---|
| aa | 停止采集数据，重新开始后，原有采集过程无效 |
| aph | 对谱图自动进行相位校正 |
| at | 采样时间，以 at?查看，at=n 设定（n 为时间参数） |
| axis | 轴的类型，可以 axis?查看 axis='h'或 axis='p'设定 |
| bc | 基线校准，对碳谱中间突起现象，可以积分后键入此命令 |
| bs | 积分打包次数，以 bs?查看，bs=n 设定（n 为参数） |
| cd | 改变目录路径 |
| cexp | 产生新的实验区 |
| cz | 清除以前的积分 |
| da | 显示阵列 |
| delta | 两光标间的距离 |
| df | 显示 FID 信号 |
| dg | 显示实验区内的参数组 |
| dir | 显示当前目录下的文件名 |
| dm | 去偶模式，可以 dm=?查看，dm='nny'设定 |
| dscale | 显示谱图的刻度 |
| dpf | 显示峰频率值 |
| dpir | 显示积分值（水平显示） |
| dpiv | 显示积分值（垂直显示） |
| dps | 显示脉冲序列图 |
| ds | 显示图谱 |
| f | 显示全谱 |
| ft | 对氢谱的 FID 信号进行傅立叶变换 |
| ga | 在匀场，锁场后，该命令开始测试，相当于命令 go 和 ft 的组合 |
| gm(gmapsys) | 自动匀场 |
| jn(jexpn) | 跳入第 n 个实验区（此处 n 是一个数字） |
| load='y' su | 参数的匀场文件调入后，键入此命令可以将内含参数传送到谱仪 |
| mf | 移动谱图，如 mf(1,2)命令将实验区 1 的图谱移动到实验区 2 |
| mp | 移动参数，如 mp(1,2)命令将实验区 1 的参数移动到实验区 2 |
| nt | 扫描次数，可用 nt=?查看当前的设定，以 nt=n 改变设定（此处 n 是参数） |
| pfgon | 打开脉冲场梯度，可以 pfgon?查看，以 pfgon='nny'设定 |
| plot | 打印图谱 |
| pwd | 显示当前目录路径 |

| | |
|--------------|--|
| ra | 继续采集数据，可以在暂停数据采集后，键入该命令 |
| res | 显示选定峰的分辨率、线宽、半高宽等参数 |
| rts | 读出匀场文件 |
| sa | 暂停采集数据，键入命令 sa 后，原有采集数据仍然有效 |
| su | 将计算机中存储的参数设定送到谱仪中 su acqproc 在非工作区右击鼠标，依次点击 tools、terminal，在弹出窗口中键入该命令，可以改变谱仪的状态（Inactive,Idle），重复键入则恢复原状态 |
| svf | 将所得图谱存入计算机，应根据提示输入文件名 |
| svp | 保存测试参数 |
| svs | 保存匀场参数 |
| text（'标记内容'） | 在打印图谱上做标记 |
| time | 显示实验时间 |

附录 B 简易操作步骤

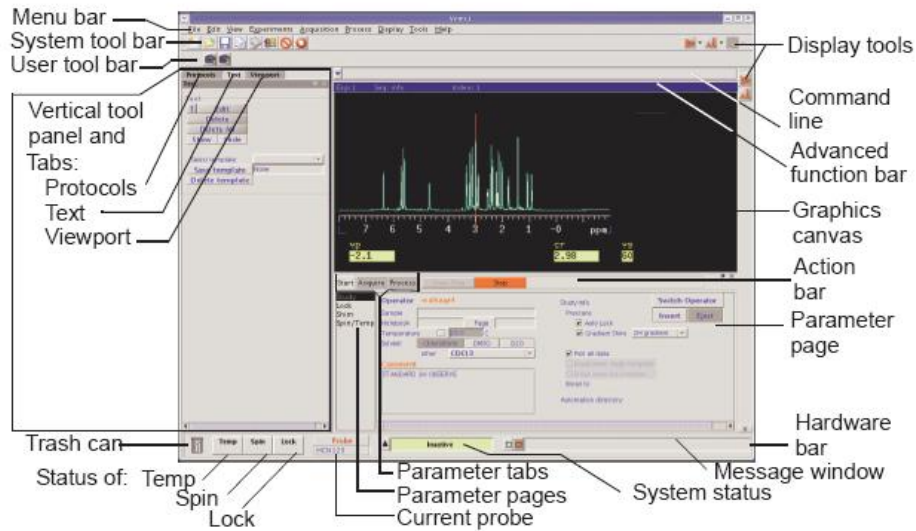
- 1.以 username, password 登入系统
- 2.开启 VNMRJ 软件
- 3.放入样品，并读取正确探头参数
- 4.选择 1D 或 2D 实验，并设定氘代试剂与样品名称
- 5.设定转速与温度
- 6.锁场(Find Z0)
- 7.匀场
- 8.设定实验参数与采集信号后处理功能
- 9.采样
- 10.谱图处理，显示，绘图并储存档案
- 11.终止或暂停

附录 C Walkup 使用简介

操作界面简介

Walkup 系统管理者的操作界面模式分为以下三种:

Walkup 系统管理员操作画面 (不使用自动进样系统时):



Walkup 系统管理员操作画面 (操作自动进样系统时):

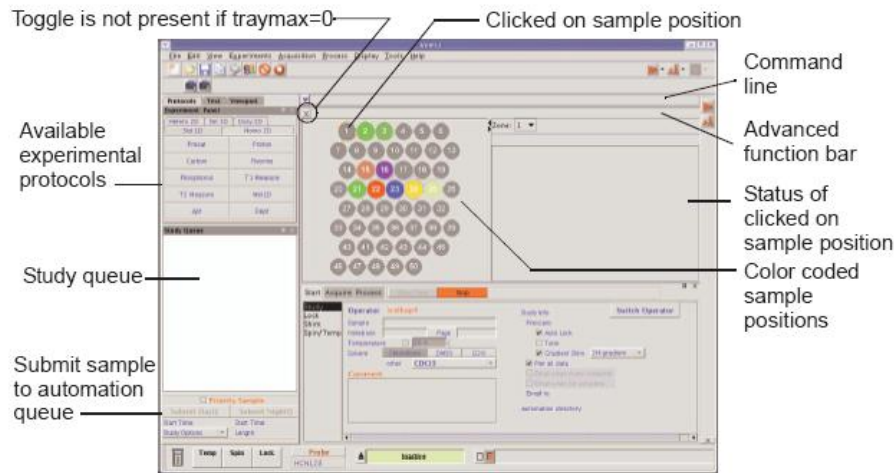
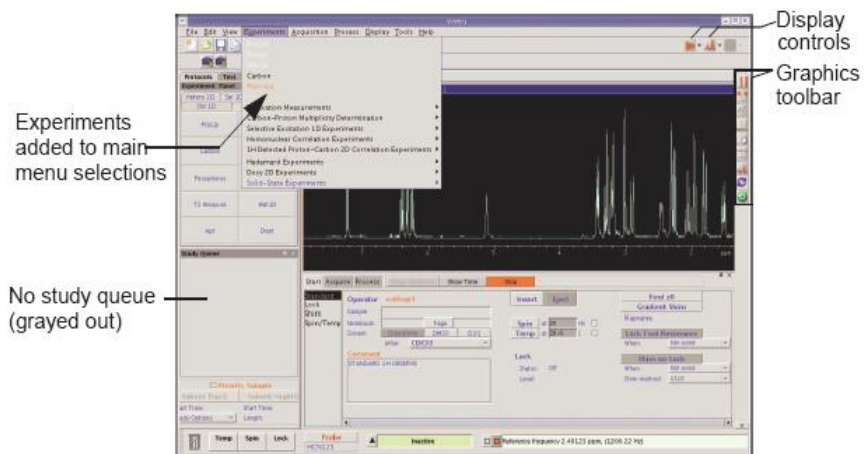


Figure 2. *VnmrJ* Walkup Account Administrator Interface - Sample Handler

直接采样模式 (Direct Acquisition Mode), 无 Study Queue 功能区, 使用者改用下拉式菜单来选取实验。



界面选项功能说明:

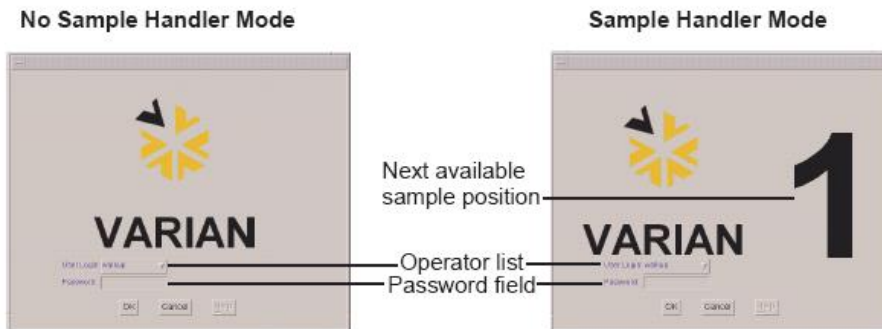
| 控制选项 (Control) | 说明 (Description) |
|-------------------------------|---|
| Menu Bar | 位于 VnmrJ 介面上方，下拉式菜单提供不同功能 |
| System tool Bar | 位于 Menu Bar 下方，此选项提供一般常用指令执行按键 |
| User Tool Bar | 位于 System tool bar 下方，使用者可自行编辑常用按键 |
| Vertical Tool Panel | |
| Protocols tab | 包含所有实验 protocols 与 Study queue 区域 |
| Experiment panel | 包含已分类的实验 protocols |
| Study Queue | 用于建立一序列的 protocol 实验，同一样品或多个样品检测 |
| Frame Tab | 文字注解与插图工具列 |
| Viewport Tab | 多重视窗显示工具列 |
| 1D | 一维图谱处理工具列 |
| 2D | 二维图谱处理工具列 |
| Advanced Function Bar | 位于 User Toolbar 下方，显示当下实验区信息与列印状态 |
| Graphics canvas | 位于 Advanced Function bar 下方，频谱显示区 |
| Sample position canvas | 位于 advanced function bar, 提供图形界面供使用者选择样品置入位置 |
| Graphics toolbar | 位于 graphics canvas 右方，此工具列提供图谱处理使用 |
| Action bar | 位于 graphics canvas 下方，依照参数标记所停留的选项而改变。 |
| Parameter tabs | 位于 graphics canvas 下方与 action bar 的左侧。内容包含所选实验协定的所有参数控制。分类为三大项： Start :显示并可填入样品信息 Acquire :显示采样参数控制页面 Process :显示图谱处理相关控制参数页面 |
| Hardware bar | 位于 VnmrJ 介面下方，显示系统状态和系统信息 |
| Trash can | 位于 Hardware bar 的左侧，study queue 与 locator 中删除文 |

件可丢此。当编辑参数页面或工具列，其中欲删除的选项也可以置于 Trash can 中。当然，置于此的资料是可恢复的！

实验步骤分为两种形式：(1)未使用自动进样系统模式(No Sample Handler Mode)；(2)使用自动进样系统模式(Sample Handling Mode)：

未使用自动进样模式(No Sample Handler Mode)：

1.当登入 walkup 帐号后，点击桌面 VnmrJ 图示，即可见以下画面。



2.在 operator 菜单中选择 operator 名称

3.输入 operator 密码，点选 ok 键进入操作界面

4.点选 Start(开始)标识

5.点选 Study(研究)页面内 Eject(弹出样品)按钮移除目前样品

6.将样品放入 spinner 並调整高度

7.将样品置入进样系统 upper barrel 上

8.点选 Insert 按钮,将样品送入磁体中心

9. (选项)于 Sample, Notebook, Page 空格中填入样品信息

10.由 Solvent 下拉视窗中选取该样品所使用的氘代溶剂

11.在 Study Info 栏位中勾选 Find z0 及 Gradient Shim 的选项，可启动系统自动进行 Lock 及 Shimming；也可以通过手动方式进行 Lock 及 Shimming，只需进入 Lock 或是 Shim 的手动控制页面（同一 Start 标记下）调整后于此页面下去除 Study Info 的 Find Z0 与 Gradient Shim 即可；若只需系统完成自动 Lock 功能，可只勾选 Find Z0 即可于实验进行前完成 Lock；若只勾选 Gradient shim 即可于实验进行前完成梯度匀场

12.在 Plot all data 选项上打勾，该选项将启动系统于 fid 采集完成后自动打印的功能；若不希望自动打印，可于信号采集完成后由 Process 标记来进行信号处理

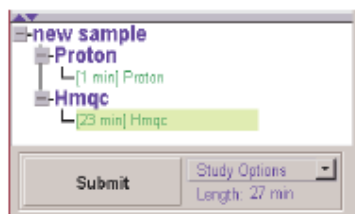
13.进入 Spin/Temp 设定页面设定样品转速及实验温度

14.点选 Protocols 标记，可选取所要进行的实验类型

15.选取实验协定或是选取序列式实验协定(protocols)，以单点选方式或是拖曳方式进行：一个实验协定可包含多个 NMR 实验。所有实验协定一旦被点选，会以表列形式呈现于 Study queue 视窗中。部分实验协定包含两个 NMR 实验。以 Hsqc 为例，点选 Hsqc 实验协定时，系统会自动加上一维氢谱实验于 study queue 中；若是序列协定中包含 Hsqc 与 Cosy 实验，则在一开始启动序列时加入一位氢谱实验，就如同组合式协定一样。同一序列的二维实验皆



以相同氢谱(或碳谱)参数进行实验。



Study queue

| Std 1D | Hetero 2D | Hetero 2D | Std 1D |
|-----------|-----------|-----------|----------|
| Hsqc | | | Ghsqc |
| Hmqc | | | Ghmqc |
| Hmbc | | | Ghmhc |
| Hmqctoy | | | Ghmqctoy |
| Hsqctoy | | | Ghsqctoy |
| Hsqcad | | | Ghsqcad |
| Cigar2(3) | | | |

Protocol type tabs
Protocols

16.点选 Submit, 送出所有协定并开始采样

17.登出 Walkup 帐号。下拉 File 菜单, 选取 Switch Operators

未使用自动进样模式(Sample Handling Mode):

登入 walkup 帐号后, 点选桌面 VnmrJ 图示, 即可见以下画面: 视窗中显示的帐号为下次可进行实验的位置



1.将样品置入 spinner 并调整高度

2.将样品放置视窗中所显示的自动进样系统号码位置(所有显示灰色的样品位置皆可)

3.在 operator 选单中选择 operator 名称并输入 operator 密码,点选 ok 键进入操作界面

4.点选样品标号 (显示灰色)

项目 说明

样品位置显示的颜色表示不同的状态



灰色(Gray)

空位

绿色(Green)

已完成

蓝色(Blue)

实验进行中

黄色(Yellow)

已送出实验协定至 Day Queue

| | |
|---------------------|---------------------|
| 紫色(Purple) | 送出实验协定至 Night Queue |
| 红色(Red) | 错误 |
| 淡灰色(Gray out, 无法点选) | 样品位置已被其它使用者使用 |

5.由 Solvent 下拉视窗中选择所使用的氘代溶剂

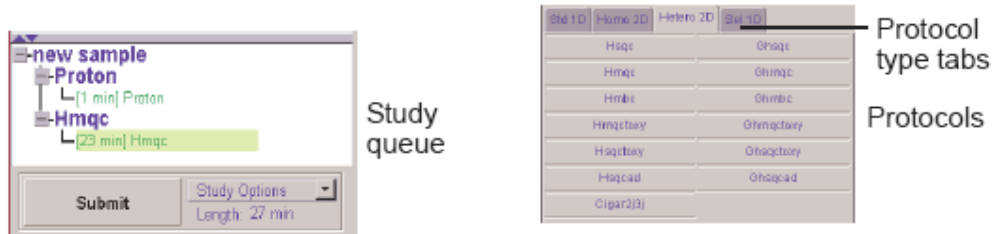
6.在 Study Info(研究资料)栏位中勾选 Find z0(自动锁场)及 Gradient Shim(梯度匀场)的选项, 可启动系统自动进行 Lock 及 Shimming

7.在 Plot all data(所有数据绘图)选项上打勾, 该选项将启动系统于 fid 采集完成后自动打印的功能; 若不希望自动打印, 可在信号采集完成后由 Process 标记内来进行信号处理

8. (选项)于 Sample(样品), Notebook(笔记本), Page(页码)空格中填入样品信息

9.點選 Protocols(协议)标记, 可选择所要进行的实验类型

10.选取实验协定或是选取序列式实验协定(protocols), 以单點選方式或是拖曳方式进行一个实验协定可包含多个 NMR 实验。所有实验协定一旦被點選, 会以表列形式呈现于 Study queue 视窗中。



部分实验协定包含两个 NMR 实验。以 Hsqc 为例, 點選 Hsqc 实验协定时, 系统会自动加上一维氢谱于 study queue 中; 若是序列协定中包含 Hsqc 与 Cosy 实验, 则在一开始启动程序时加入一维氢谱实验, 就如同组合协定一样。同一序列的二维实验皆以相同氢谱(或碳谱)参数进行实验。

11.调整并更改采样参数

12.點選 Submit DayQ(日提交)或是 Submit NightQ(夜提交), 送出所有协定; 若是实验总的的时间超过 DayQ 或是 NightQ 的时间, 此实验协定是不能被启动的。

13.加入其它样品的实验设定

14.登出 Walkup 帐号。下拉 File 选单, 选取 Switch Operators

Protocol Type 包含 Std1D, Homo2D, Hetero 2D, Std 1D, 各类型实验所包含的实验表列如下:

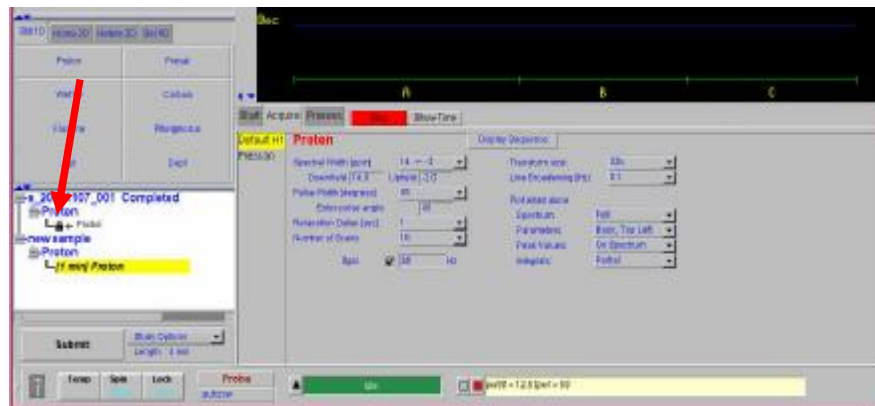
| Protocol Tab | Protocol |
|--------------|------------|
| Std 1D | Apt |
| | Dept |
| | Phosphorus |
| | Proton |
| Hetero 2D | Ghmqc |
| | Ghsqc |
| | Carbon |
| | Fluorine |
| | Presat |
| | Wet1d |
| | Hmqc |
| | Hsqc |

| | | |
|----------------|------------------|-----------------|
| | Ghsqcad | Hsqcad |
| | Ghmbc | Hmbc |
| | Ghsqctoxy | Hsqctoxy |
| | Cigar2j3j | Hmqctoxy |
| Homo 2D | Cosy | Gdqcosy |
| | Gcosy | Dqcosy |
| | Noesy | Roesy |
| | Tocsy | Noesy_zq |
| Sel 1D | Noesy1D | Tocsy1D |
| | Roesy1D | |

以下即针对一维 NMR 实验与二维 NMR 实验的操作流程分别做说明：

利用 Study Queue 进行一维 NMR 实验设定：

1. 下拉 File 选单，点选 New Automation Run(新的自动运行)
2. 选择 Std 1D 标记，点选 Proton 实验(或是通过鼠标拖曳 Proton 协定至 study queue 中。此时 Study Queue 区域会出现 New Sample 並于显示 Proton



3. 双击 Study Queue 区域中出现的[1 min] Proton 文件夹(以蓝色显示)，读取 Proton 参数。使用者可以以 Acquire 标记下的页面(pages)更改参数，更改中的档案以黑色粗斜体显示，並以黄色打亮，若想删除所选取的部分实验，可利用鼠标拖曳功能，将该实验拉至垃圾桶内删除。

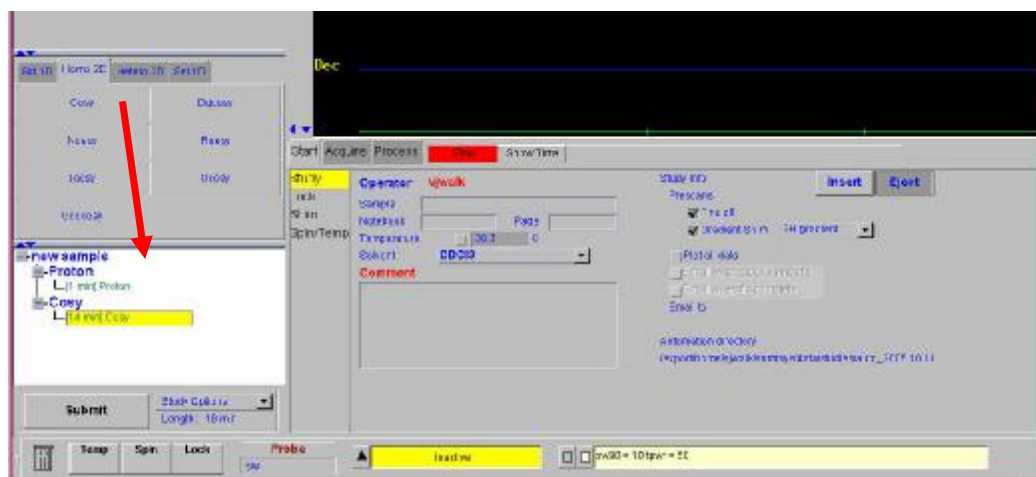


- 4.点选 Start(开始) 标记中的 Stud(研究)y 页面， 並设定 D-Solvent
- 5.输入样品信息 (samplename, notebook, page)
- 6.勾选 Find Z0 与 Gradient Shim。 也可勾选 Plot all data
- 7.完成各项设定后， 点选 Submit 按钮即可启动采集， 並將完成的图谱显示于图谱界面中， 与储存 data 于指定目录下。



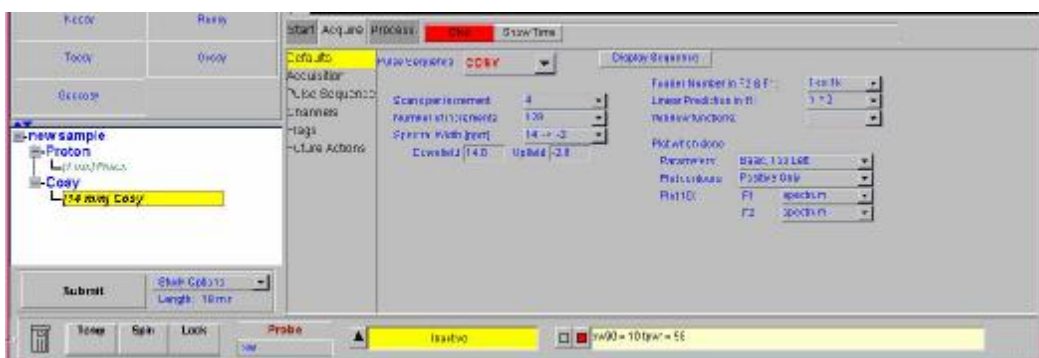
利用 Study Queue 进行 Proton, COSY NMR 实验设定:

- 1.点选 Study Options 中的 New Sample 选项
- 2.点选 Homo 2D 标记， 并点选 Gcosy
- 3.将所要进行的实验通过鼠标点选 Homo2D, Hetero2D 的标记， 开启二维实验表单。利用鼠标拖拽功能， 将所要进行的实验拖拉到 study queue 中。当此动作完成后可见于 Study 区域中出现两个文件夹， 一为 1D Proton 文件夹(以蓝色显示)与 Proton 参数档案 (以绿色显示); 另一为 2D Cosy 资料夹(蓝色)与 Cosy 参数档(绿色)。动作完成后， 软件会读出系统中的预设参数与脉冲序列。



- 4.若需更改参数,如 1D 扫描次数与 2D 累加 fid 数目,可双击点选 Study 区域中出现 在 Proton 文件夹(以蓝色显示)中的 Proton 档案(以绿色字体显示), 或是 Cosy 文件夹中的 Cosy 参数档

(绿色字体), 再由 Acquire 内的 Default 页面根据个人所需更改资料获取细项参数。更改其中档案以黑色粗斜体显示, 並以黄色打亮 (如下图), 而更改完的参数以绿色斜字体表示。下图为 COSY 的 Acquire 标记下的 Defaults 页面。



5. 若想删除所选取的部分实验, 只要通过鼠标拖拽的功能, 将该实验拉至垃圾桶内即可。
6. 完成各项设定后, 点选 Submit 按钮即可启动采集, 系统将先完成 1D 氢谱后启动 2D Cosy 采样, 并将最后完成的谱图显示于图谱界面中并储存所有 data 于指定目录下。
7. 点选 Utilities 内 Switch Operators 退出操作界面。

附录 D Chemical shift

| Compound | Molecular formula | mp | bp | δ H | δ C |
|------------------------------|---|-------|-------|------------------------|---------------------------------|
| Acetic Acid-d4 | CD ₃ CO ₂ D | 17 | 118 | 11.53;2.03 | 178.4;20.0 |
| Acetone-d6 | CD ₃ COCD ₃ | -94 | 57 | 2.04 | 206.0;29.8 |
| Acetonitrile-d3 | CD ₃ CN | -45 | 82 | 1.93 | 118.2;1.3 |
| Benzene-d6 | C ₆ D ₆ | 5 | 80 | 7.15 | 128.0 |
| Chloroform-d | CDCl ₃ | -64 | 62 | 7.24 | 77.0 |
| Cyclohexane-d12 | C ₆ D ₁₂ | 6 | 81 | 1.38 | 26.4 |
| Deuterium Oxide | D ₂ O | 3.8 | 101.4 | 4.63;4.67 | |
| 1,2-Dichloroethane-d4 | CD ₂ CICD ₂ Cl | -40 | 84 | 3.72 | 43.6 |
| Diethyl-d10 Ether | (CD ₃ CD ₂) ₂ O | -116 | 35 | 3.34;1.07 | 65.3;14.5 |
| Dimethylformamide-d7 | DCON(CD ₃) ₂ | -61 | 153 | 8.01;2.91;2.74 | 162.7;35.2;30.1 |
| p-Dioxane-d8 | C ₄ D ₈ O ₂ | 18 | 189 | 2.49 | 39.5 |
| Ethyl Alcohol-d4 | CD ₃ CD ₂ OD | <-130 | 79 | 5.19;3.55;1.11 | 56.8;17.2 |
| HMPT-d18 | CD ₁₈ N ₃ PO | 7 | 196 | 2.53 | 35.8 |
| Methyl Alcohol-d4 | CD ₃ OD | -98 | 65 | 4.78;3.30 | 49.0 |
| Methylene Chloride-d2 | CD ₂ Cl ₂ | -95 | 40 | 5.32 | 53.8 |
| Nitrobenzene-d5 | C ₆ D ₅ NO ₂ | 6 | 211 | 8.11;7.67;7.50 | 148.6;134.8 129.5;123.5 |
| Nitromethane-d5 | CD ₃ NO ₂ | -29 | 101 | 4.33 | 62.8 |
| Isopropyl Alcohol-d8 | (CD ₃) ₂ CDOD | -86 | 83 | 5.12;3.89;1.10 | 62.9;24.2 |
| Pyridine-d5 | C ₅ D ₅ N | -42 | 116 | 8.71;7.55;7.19 | 149.9;135.5;123.5 |
| Tetrahydrofuran-d8 | C ₄ D ₈ O | -109 | 66 | 3.58;1.73 | 67.4;25.3 |
| Toluene-d8 | C ₆ D ₅ CD ₃ | -95 | 111 | 7.09;7.00;6.98 2.09 | 137.5;128.9 128.0;125.2;20.4 |
| Trifluoroacetic Acid-d | CF ₃ CO ₂ D | -15 | 72 | 11.5 | 164.2;116.6 |
| 2,2,2-Trifluoroethyl Alcohol | CF ₃ CD ₂ OD | -44 | 75 | 5.02;3.88 | 126.3;61.5 |

附录 E 设定转速与温度

在 Start-Spin/Temp 页面下可设定样品转速与实验温度，利用滑杆或是直接输入的方式设定所需转速与温度后点选 Regulate Spin/Regulate Temp.



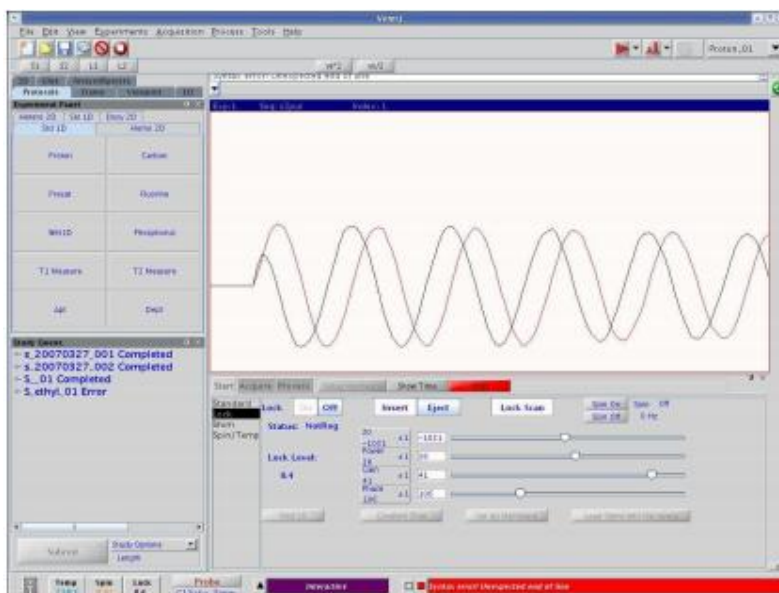
进阶设定选项：

- 若勾选 control spinner/temp from setup panel only.
转速只能通过此页面控制
- 若勾选 Abort after spinner/temp error
系统将定时检查转速/温度，一旦转速低于或高于设定转速立即中止实验
- 若勾选 warm after spinner/temp error
系统在检查转速/温度时，一旦超出设定值，log file 将记录下错误但实验持续进行
- 若勾选 Ignore spinner/temp error
系统不执行检查转速/温度的指令
- Reset Pneumatic Router 为重新启动气动控制器。当动力控制模组的其它流量闪灯就必须重新启动，不然无法进行实验。
- Reset VT Controller 为重新启动温度系统。一旦发现系统无法控制温度时必须先点选此键重置后方能再进行加热或降温。

附录 F 锁场

1. 手动锁场

在 Start | Lock 页面中，点选 **Lock Scan**。



在确定 Lock 为 **Off** 的状态下以滑杆改变 Z0 值，或是利用鼠标左右键点选 Z0 按钮，在加减 1，加减 10，加减 100 的固定间隔增加或减少 Z0 值寻找共振信号。一旦找到共振信号后即可点选 Lock **On** 并点选 Lock Scan 关闭 Lock 信号画面。相同方式用于调整 lockpower, lockgain 与 lockphase 上。

调整 Z0 时其间隔可通过下列方法改变：

- 鼠标中键单点 Z0 按钮可改变间隔数值
- Shift+ 鼠标中键可输入间隔数值
- Shift+ 鼠标左键可直接输入数值

2. 自动锁场

系统若配有脉冲梯度模组可利用 start-satandard 页面中的 Find Z0 选项完成自动寻找 Z0 的功能；或是利用 Autolock 选单完成自动锁场。

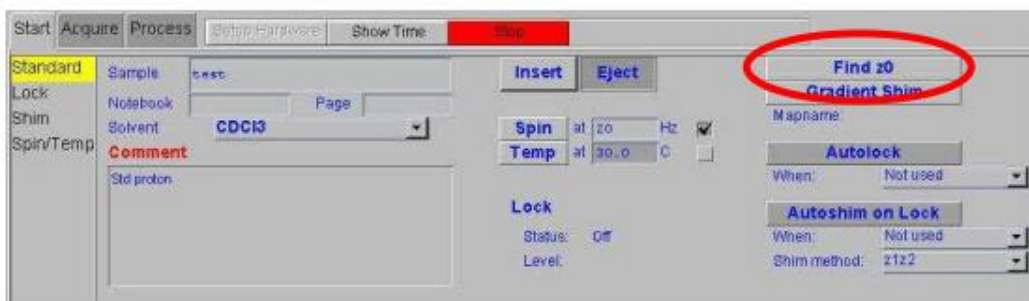
Autolock 的选项有下列：

- Never 选项表示不作任何调整
- Unlocked 选项表示在不锁定磁场的状况下进行实验
- Sample 选项表示若 Lock 为 off 时将执行调整 Z0 值，但 lock phase 及 lockgain 不作任何改变
- Every Exp 选项表示在每个实验进行前调整 Z0, lockphase 及 lockgain
- Every sample 选项表示在每次样品更换均执行 Z0 调整



3.以脉冲梯度调整 Z0 值

若配有脉冲梯度模组与梯度线圈的探头皆可使用此功能。此项功能为系统以脉冲梯度序列采集-2H 信号，所得的 2H 信号与 D₂O 的 Z0 值作比对计算（探头参数的 LOCK 参数必须建立），最后将运算出 Z0 值置入。系统在采集时会将转速至 0 并将 LOCK 切换至 Off 采集信号，也可以将 SPIN 切换至 ON 后以手动方式匀场，或是直接以 SPIN OFF 的状态作脉冲梯度匀场。此时不必考虑 NMR 实验时 LOCK 与 SPIN 皆处于 OFF 的位置，事实上标准参数已经设定为 alock='y',spin=20,也就是当用户键入 ga(go or au)指令时，系统将自动将 LOCK 切至 ON 并启动转速。以脉冲梯度调整 Z0 值得使用方法，进行 Start-Standard 页面后，点选 Find Z0 即可，画面如下：



附录 G 匀场

1. 自动匀场

对于系统配有脉冲梯度模組的用户，可用下方式启动梯度匀场(Gradient Shimming):

- 在 Start | standard 页面中点选 Gradient shim 即开始脉冲梯度匀场，脉冲梯度匀场数据可在 Message History 视窗中查看。
- 下拉 Acquisition 菜单，选择 Do Gradient Shimming. 此时脉冲梯度匀场数值被读出并开始匀场（转速自动停止），当匀场完成后，当下实验区即自动回复至原始设定值。
- 直接输入 gmapshim 指令启动脉冲梯度匀场(相当于点选 Gradient Autoshim on Z 的选项)
- 若需终止脉冲梯度匀场，可进入 Acquire-Gradient Shim 页面中点选 Quti Gradient Shim 选项，当下实验区即可回复至先前的参数值；或是以指令 aa 终止脉冲梯度匀场，之后键入 gmapshim('quit'), 退出匀场参数回复当下实验区参数值。

3. 对于系统或使用的探头无脉冲梯度模組或线圈的用户，可利用 start | standard 页面中的 Auto Shim on Lock 切换菜单来完成自动匀场。画面如下：



- ◆ 若选择 Not used, 系统忽略 Lock 直接进行自动匀场或是进行实验
- ◆ 若选择 Simple, 系统在进行实验前先检查 LOCK 是否为 ON, 若不是在 on-resonance 情况则进行调整, 除了 Z0 被校正外, 此时 lockpower 与 lockgain 也会达最佳化
- ◆ 若选择 Every Sample, 系统将执行类似 Simple 的功能但是只有当重新置入样品是才会启动
- ◆ Shim method 为选择自动匀场的轴向（建议以 z1z2 为起始值）。若选择 z1z2, 只有 z1z2 轴向会做更正变动