



化學系 NMR 使用規則、方法及注意事項

目錄

1. NMR使用規則及表單。
2. 儀器設備、軟體介面。
3. 自動進樣系統。
4. 注意事項。
5. 其他。

1. NMR使用規則及表單

NMR使用規定

1. 儀器使用以預約該時段者為最優先使用者。若該時段無預約，則以先抵達者為優先次抵達者為後之操作順序；另外長時間檢測(例如碳譜或2D實驗)，盡量安排夜間或假日時段進行，以利儀器更有效率的運作 (請參照預約相關規則)。
2. 進入NMR時，請以自己學生證或實驗室門禁卡進入，不得使用其他人或實驗室之門禁卡進入，違者停權一個月。
3. 請正確的依照300NMR及400NMR的使用步驟，以維持NMR的正常運作。

4. 測完圖後請將Data上傳至化學系的雲端硬碟或是郵寄至自己的信箱，方便日後備份或看圖用。
5. NMR電腦主機**嚴禁使用USB及上網瀏覽網頁**，如有中毒或損毀現象，會請該實驗室負責修繕。
6. 請確實填寫使用**時間記錄表**，違規者第一次停權一星期、第二次停權兩星期、並以此類推。
7. 每週四下午(15:00~17:00)為儀器維護時間，請使用者請盡量排開此段時間。
8. 請維持儀器室環境之整潔，並將帶來的物品自行帶走勿製造多餘的垃圾。

新增規定(400NMR)

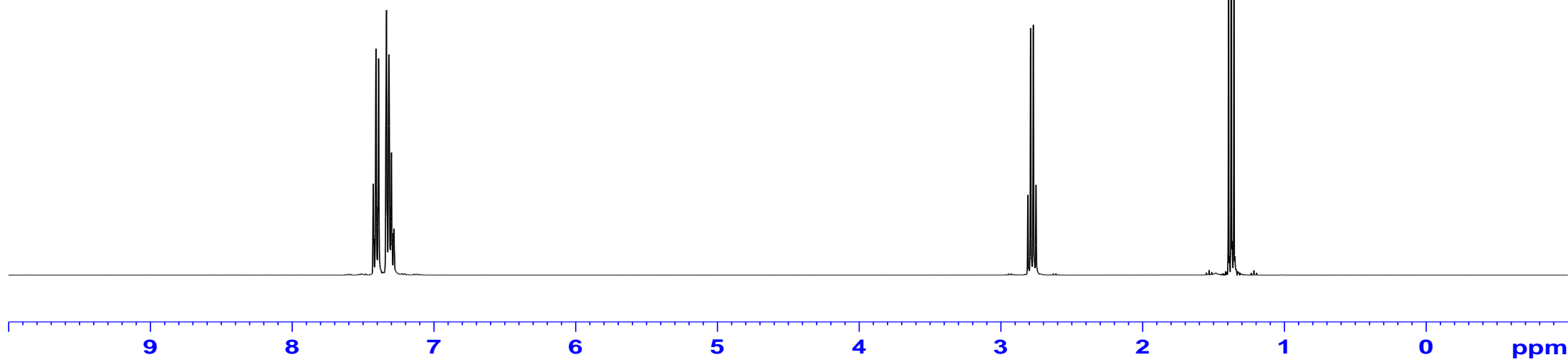
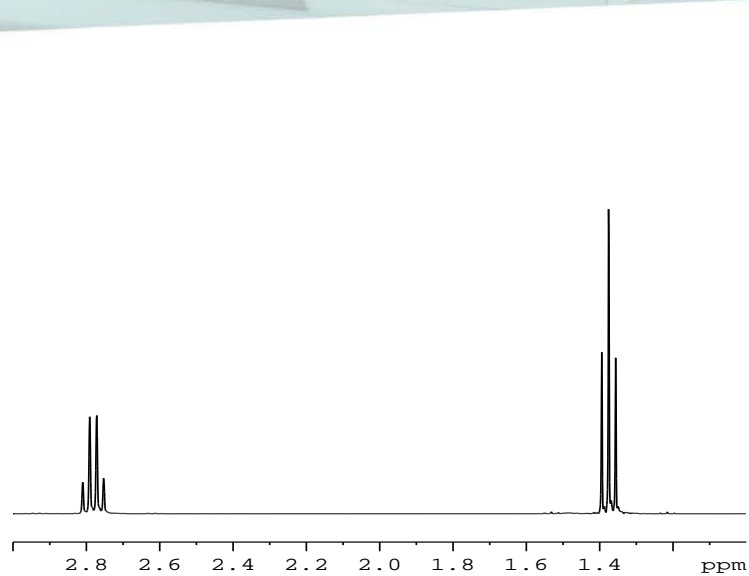
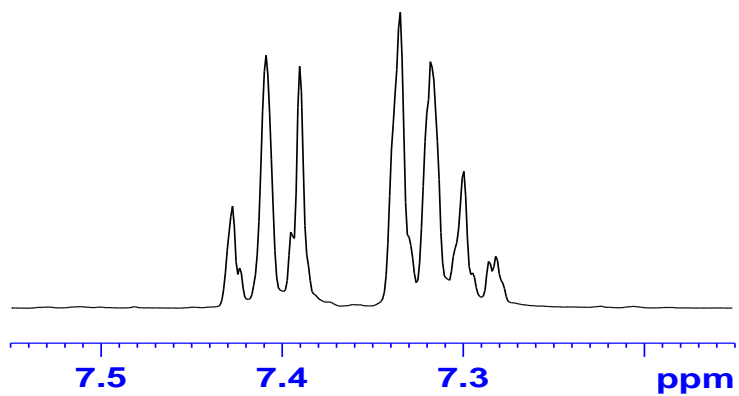
1. 為維護檢測品質及確保下一位使用者的權利，敬請您於樣品檢測完畢後，將1號位置的標準樣品(10% Ethyl benzene in CDCl₃)置入儀器中進行測量以復歸磁場，所量測之圖譜需符合標準品氫譜之品質，才能填寫使用紀錄表離開。
2. 若您為下一位使用者，請您留意開始畫面是否為標準氫譜圖譜，若不是則請您採下列方法告知管理者(擇一)
 - 方法1，直接至隔壁告訴甘先生。
 - 方法2，以手機擷取螢幕及登記簿畫面並EMAIL給甘先生或周老師。經調查後若違規情形屬實，則將註記該同學未盡到維護儀器磁場之責。

3. 若未復歸磁場達三次，將暫停該生NMR使用執照一個月。若再有第四次，則吊銷該生NMR執照，並於兩個月後才能重新再考取執照。

標準氫譜圖譜

10% Ethyl benzene

CDCl₃



NMR使用時間紀錄表

日期	時間	使用時間	使用者	實驗室	件數				備註
					H	C	P	其他	
	~								
	~								
	~								
	~								
	~								
	~								
	~								
	~								
	~								

※以15分鐘為一單位，未滿15分鐘以15分鐘計算。

NMR使用計費方式

1. 以15分鐘為一單位，未滿15分鐘以15分鐘計算。
2. 白天時段：早上九點至晚上九點(09：00～21：00)每15分鐘25元。此時段最多連續兩個單位即30分鐘上限。
3. 若實驗須於白天做長時間追蹤，請三天前於NMR室公告欲使用的時間，白天以4小時為上限。
4. 夜間時段：晚上九點至隔天早上九點(21：00～09：00)每15分鐘15元，若須OVERNIGHT也請事先於NMR室公告。
5. 星期日全天以夜間時段計費。
6. 若需更長時間請直接送測貴儀。

星期日	星期一	星期二	星期三	星期四	星期五	星期六
00：00 09：00	00：00 09：00	00：00 09：00	00：00 09：00	00：00 09：00	00：00 09：00	00：00 09：00
09：00 21：00						
21：00 00：00	21：00 00：00	21：00 00：00	21：00 00：00	21：00 00：00	21：00 00：00	21：00 00：00

灰色部分：夜間時段
白色部分：白天時段

雲端硬碟操作說明

1. 打開桌面Google Chrome
2. 輸入網址 140.116.23.246
3. 輸入帳號：nmruser

密碼：nmr61365

到upload 上傳Data

400NMR之Data 放在F:\Bruker Data裡

300NMR之Data 放在E:\裡

皆可於該資料夾下找到屬於自己實驗室的名稱，並找到屬於自己使用者的資料夾。

使用者與練習者規定

※使用者為經認證核可後，具獨力自行操作者。

※練習者則為欲取得使用執照者。

- ◆ 使用者必須經由考試認證，並由管理員登記核可後始可自行操作，並遵守一切NMR使用相關規定。
- ◆ 練習者每次必須由一位使用者陪同，方可練習及操作儀器，違者將永不發予操作許可。此外練習總時數需大於兩小時，方可向管理者申請考試認證。
- ◆ 管理者有權對所有使用者及練習者，給予操作核可及違規停權之處分。
- ◆ 若因違規而遭停權者，嚴禁操作任何儀器，若再違規自行使用則將永久停權。

管理者認證表

老師實驗室

分機：

認證日期	姓名	學年度	E-mail	備註



2.儀器設備、軟體介面

300NMR儀器設備、軟體介面



300 NMR 工作站



300 NMR 磁鐵

UPS(不斷電系統)



300 NMR Console(機櫃)

NMR主機電源

Console

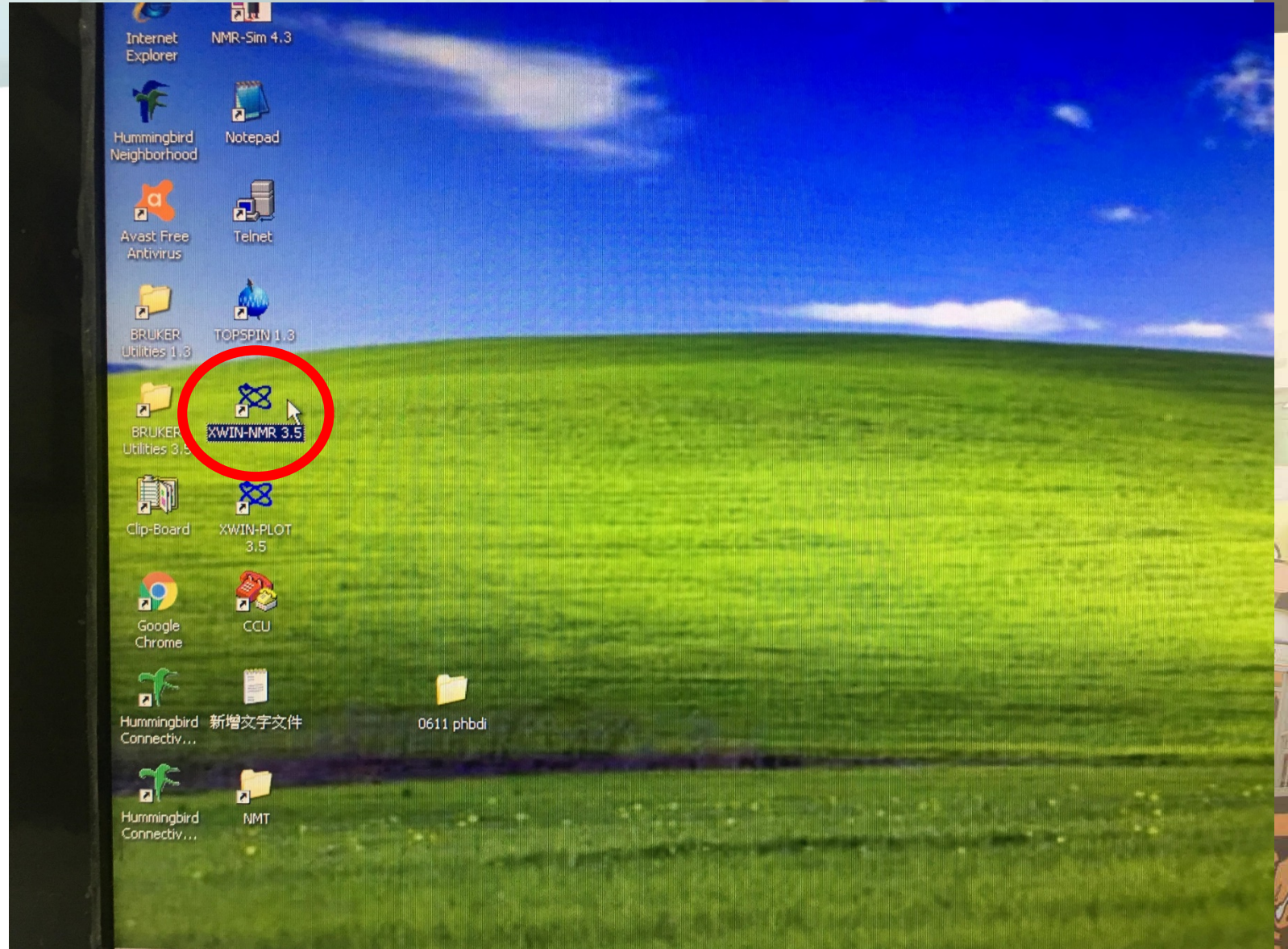


300 NMR Console 內部

300NMR使用軟體 為XWIN-NMR3.5。

什麼時候會開軟體？

1. 開始使用。
2. 有問題重開時。



400NMR儀器設備、軟體介面及注意事項



400 NMR 工作站



400 NMR 磁鐵



自動進樣裝置



400 NMR
UPS(不斷電系統)



400 NMR Console(機櫃)

NMR主機電源

Post Code

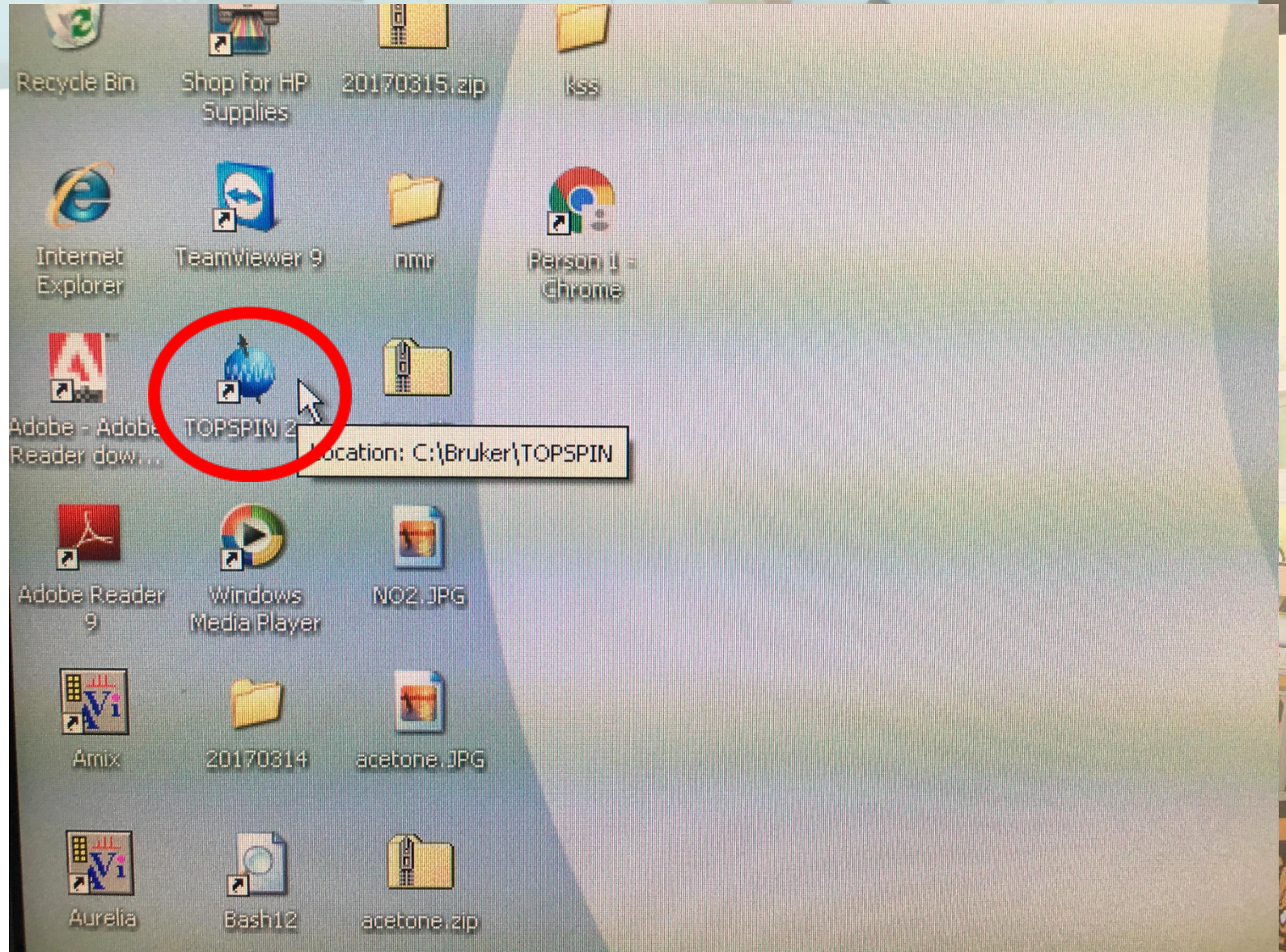


400 NMR Console 面板

400NMR使用軟體
為TOPSPIN2.1。

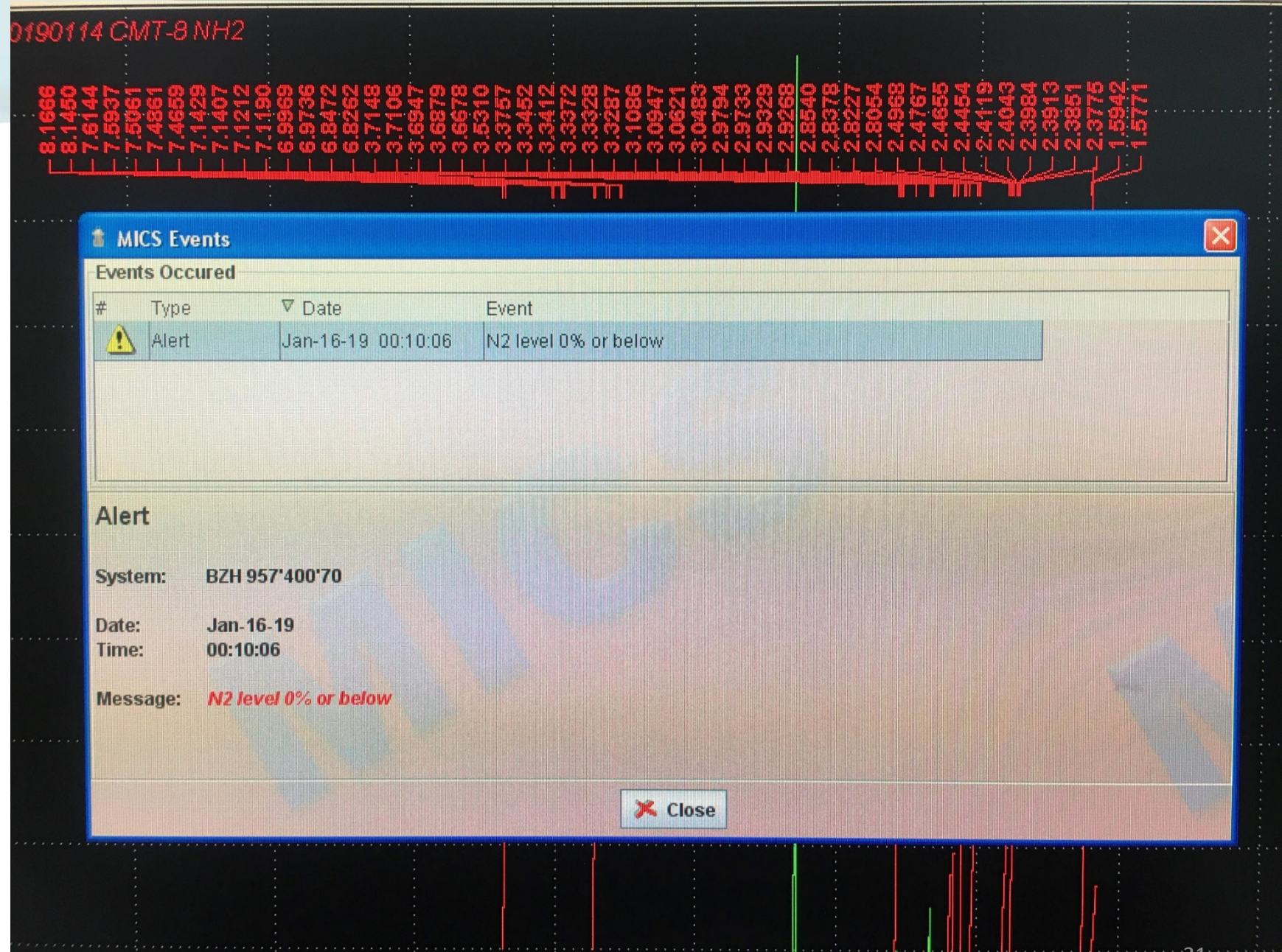
什麼時候會開軟體？

1. 有問題重開時。



出現N₂過低此訊息時，關掉即可。

如果出現液氦
He液位過低時，
應馬上通知管理者
進行處理。





3. 自動進樣系統

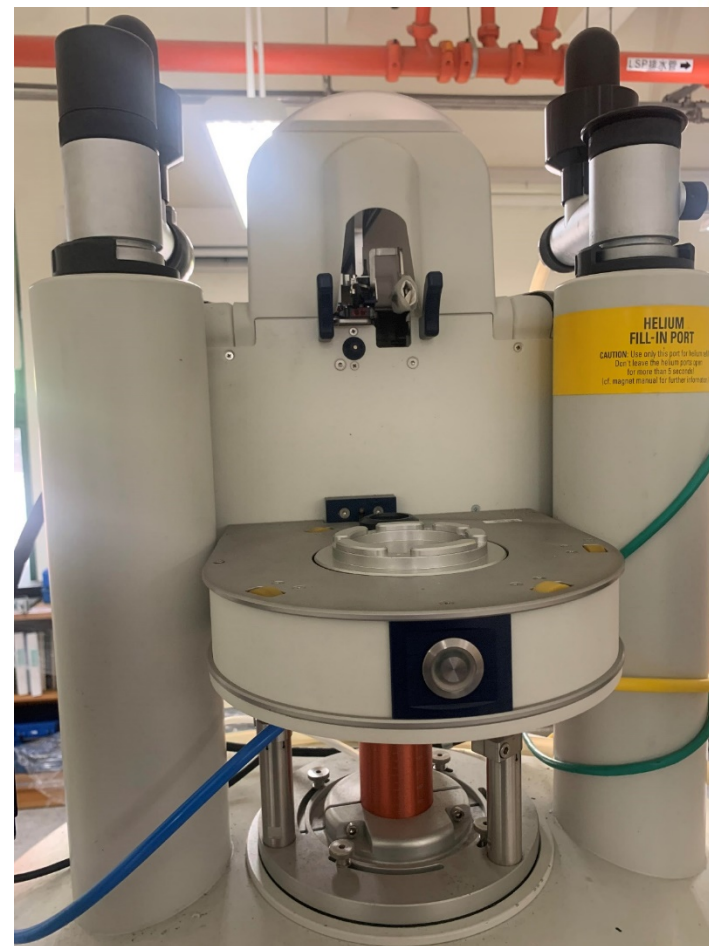
運作模式



全自動進樣模式



半自動進樣模式

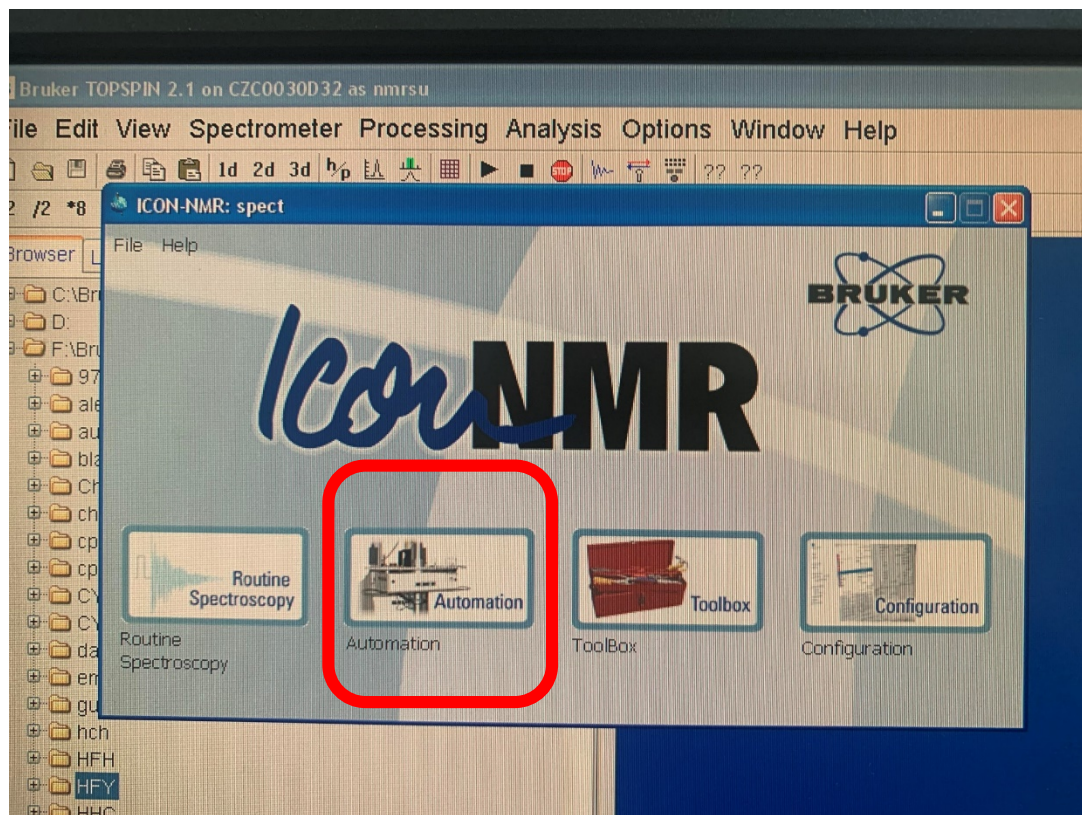


全手動進樣模式

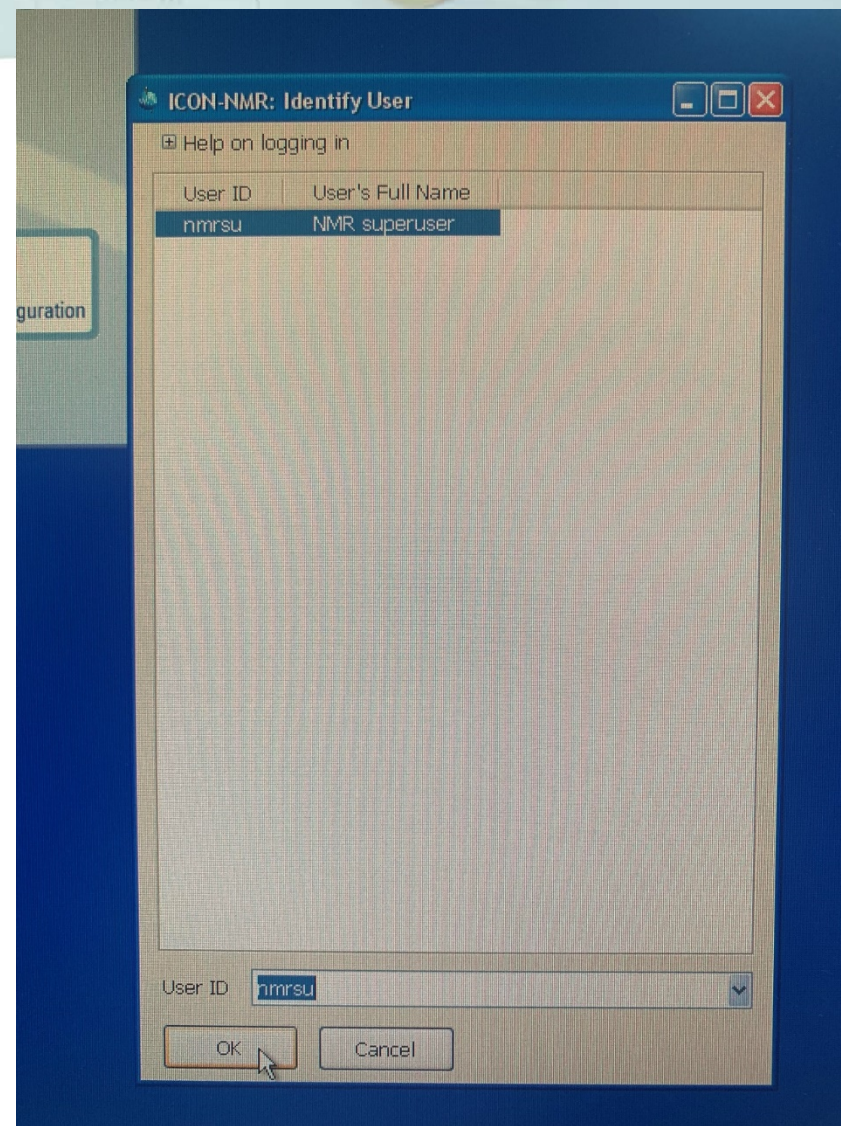
全自動進樣模式步驟

1. 將樣品高度量測好，並依序排進樣品盤上。
2. 在指令列輸入“icon”。
3. 待icon NMR出現後，點選Automation，並選擇nmrsu，輸入密碼“topspin”即可進入自動進樣系統之操作介面。
4. 進入系統後，依照樣品放置位置設定路徑、參數及實驗，完成後先進行連線，並選取需進行的實驗，並按下submit，開始實驗。
5. 待實驗結束後，將icon斷線，並在指令列輸入“sx 1”，將標準品放入，並確認shimming。

icon 系統



icon NMR，點選Automation



選擇nmrsu，輸入密碼“topspin”

icon 連線

實驗完後將icon 斷線

點選樣品所
放置的編號

檔案路徑

實驗編號

實驗項目

實驗title

實驗參數設定

樣品配置溶劑

排序列

開始執行實驗

編輯實驗內容

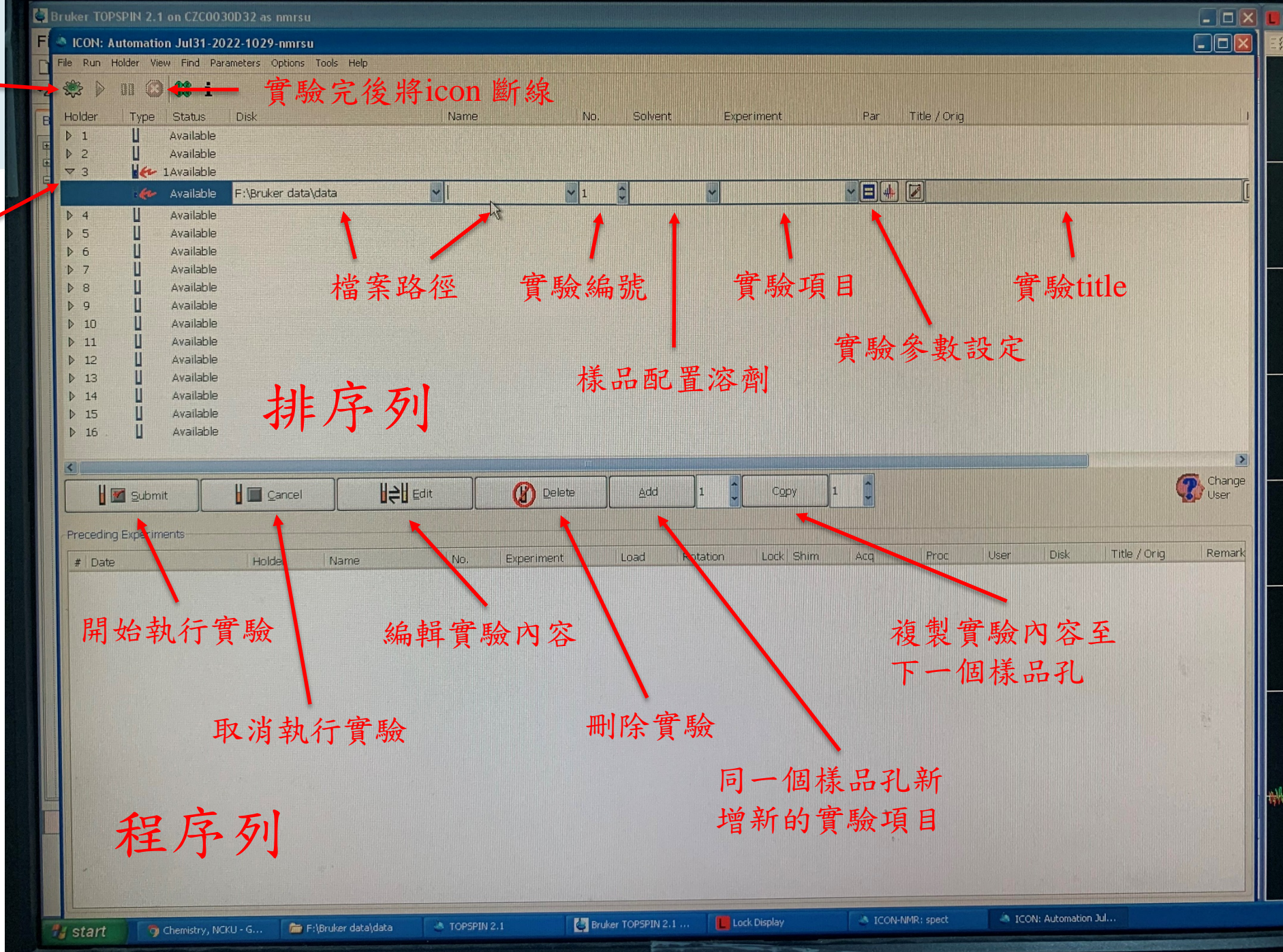
複製實驗內容至
下一個樣品孔

取消執行實驗

刪除實驗

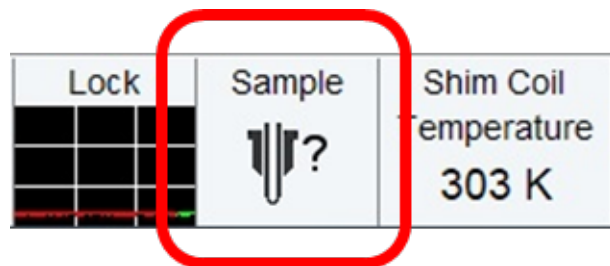
同一個樣品孔新
增新的實驗項目

程序列

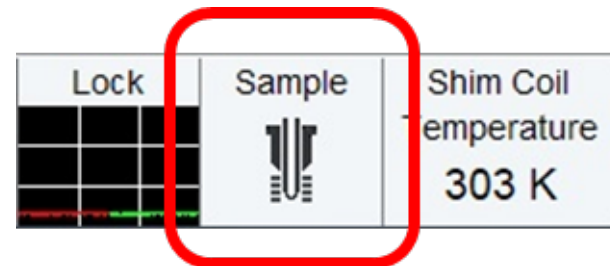


半自動進樣模式步驟

1. 將樣品高度量測好，並依序排進樣品盤上。
2. 在指令列輸入“SX □”。(□為樣品所放置位置)
3. 待樣品到磁鐵內部定位後，即可進行檢測。
4. 待實驗結束後，在指令列輸入“SX 1”，將標準品放入，並確認shimming。



樣品未定位於磁鐵內



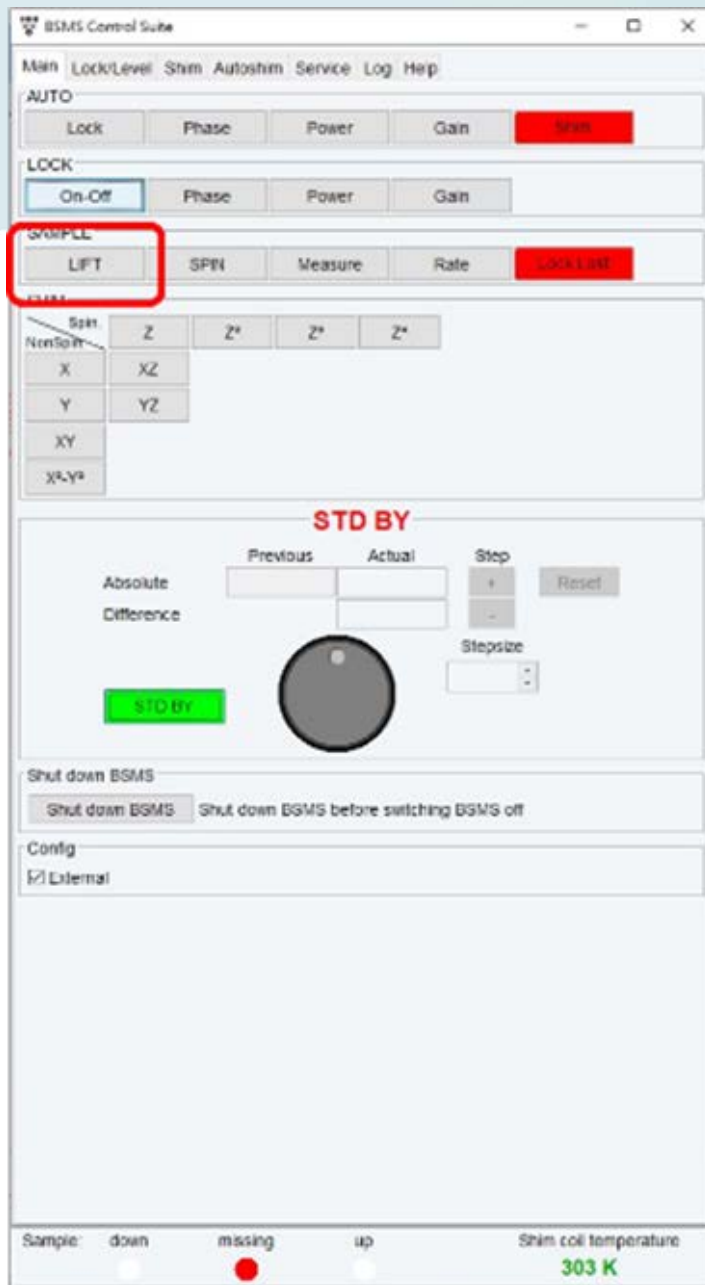
樣品已定位於磁鐵內

全手動進樣模式步驟

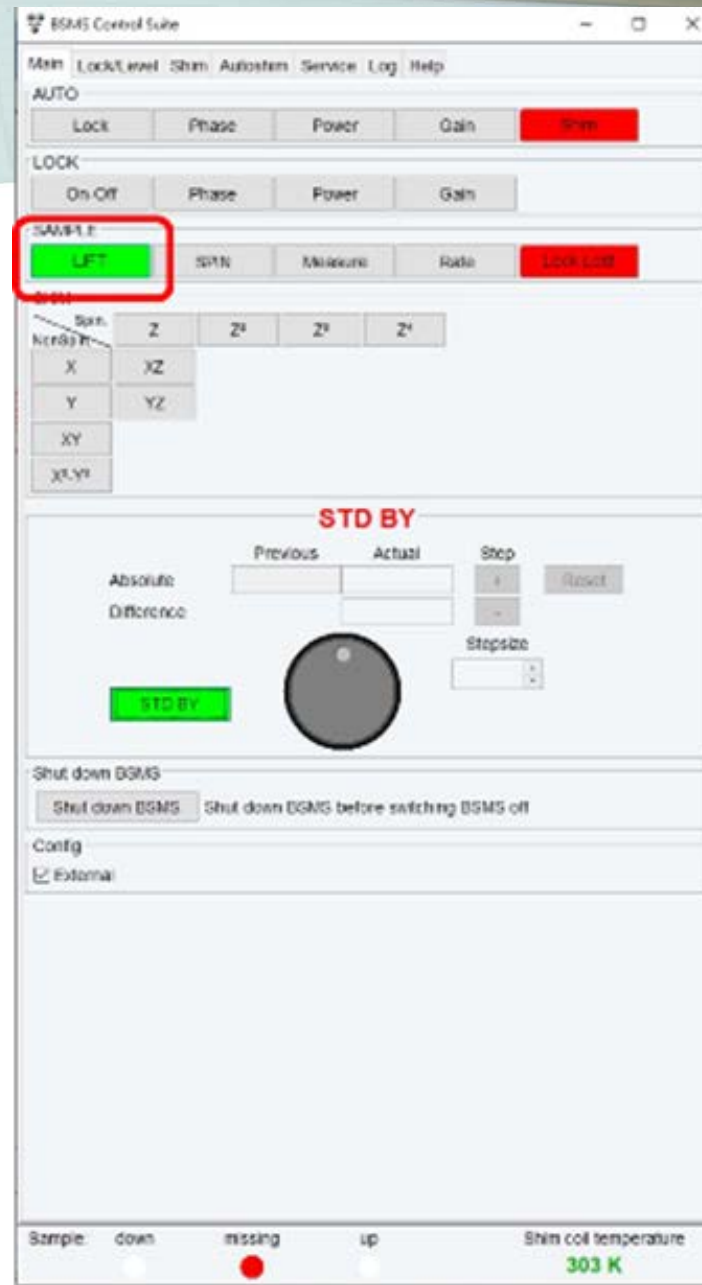
1. 務必確認自動進樣系統電源為關閉狀態，且樣品盤已移除。
2. 將樣品高度量測好，並於BSMS控制介面按下Lift。
3. 聽到氣體聲音，並明顯有感受到進樣口有氣體吹出時，將樣品小心放置進樣口，並按下BSMS控制介面的Lift。
4. 待樣品到磁鐵內部定位後，即可進行檢測。
5. 待實驗結束後，依照上述步驟將標準品放入，並確認shimming。

※務必小心及注意，磁鐵內只能放置一隻tube，請勿重覆將tube置入。





BSMS控制介面(Lift開啟)



BSMS控制介面(Lift關閉)

自動進樣系統常見問題及故障排除

當自動進樣系統顯示燈號亮紅燈時，可嘗試依照以下步驟進行故障排除。

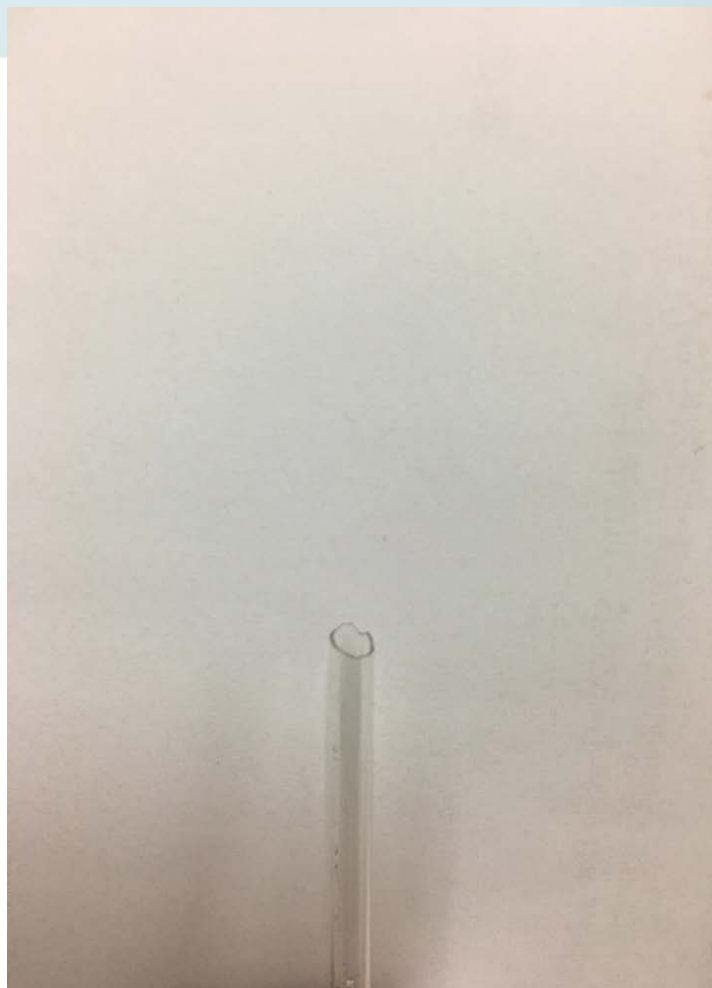
1. 將自動進樣電源關閉。
2. 將樣品盤先行移出自動進樣系統。
3. 關閉topspin軟體。
4. 開啟topspin軟體，並利用手動模式將樣品退出。
5. 開啟自動進樣系統裝置電源，待亮藍燈後，在將樣品座放回自動進樣系統裝置。
6. 待顯示燈號亮綠燈時，進行測試。

4. 注意事項

樣品前置處理

1. 嚴禁使用變形或是有破損之NMR試管。
2. 樣品溶液需清澈無懸浮物。(會影響Shimming)
3. 如有標籤紙貼於管壁上，務必固定好或使用膠帶將其再固定，避免標籤紙掉落於磁鐵內。
4. 液體於NMR試管中高度應高於4 cm，避免影響shimming，導致探頭溫度上升而損傷儀器，若配置太短，建議手動進行shimming。

※有任何狀況，請務必立即通知管理者，一個錯誤的動作，是幾十萬起跳。



有破損之tube嚴禁使用



使用外觀良好之tube



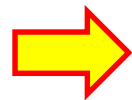
樣品溶液需清澈無懸浮物

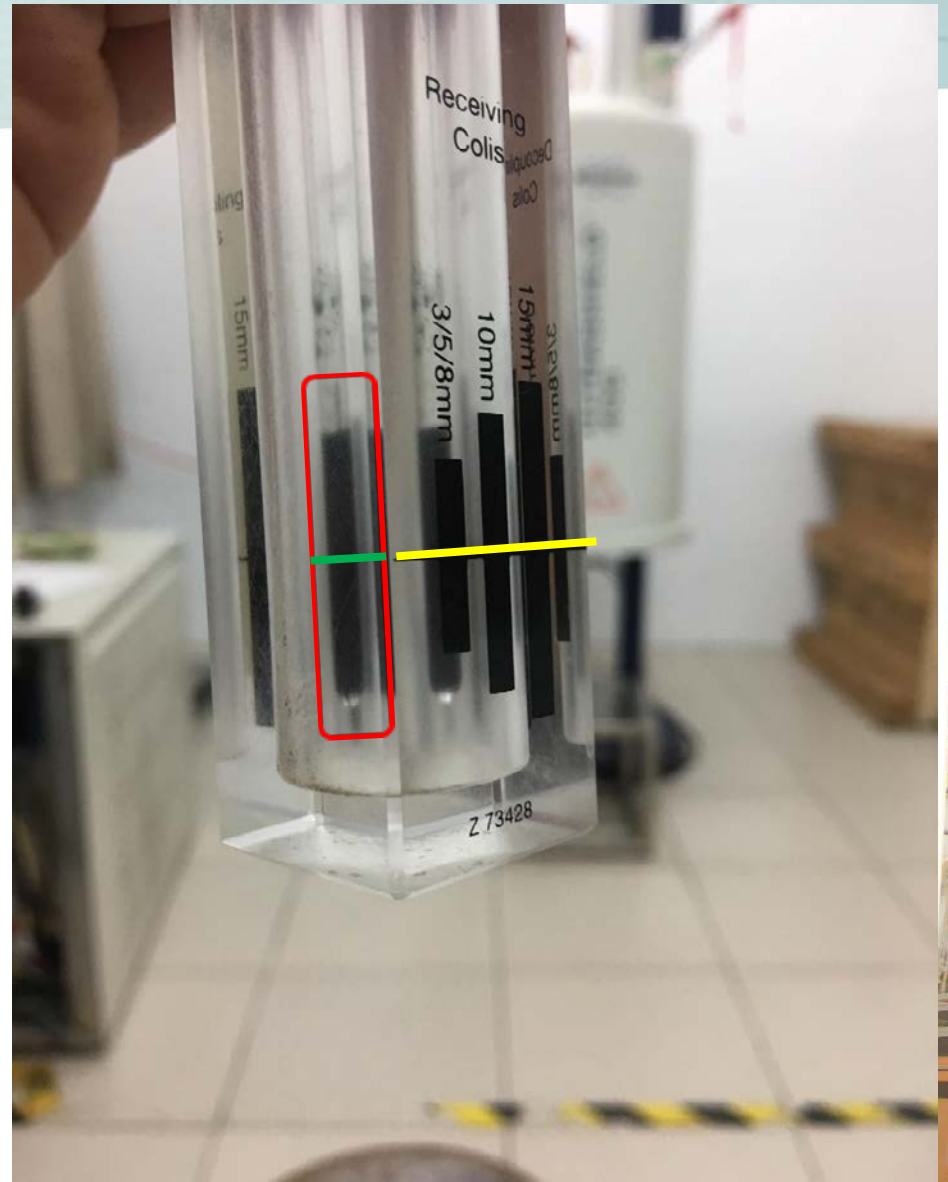
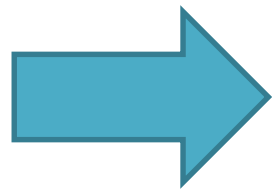
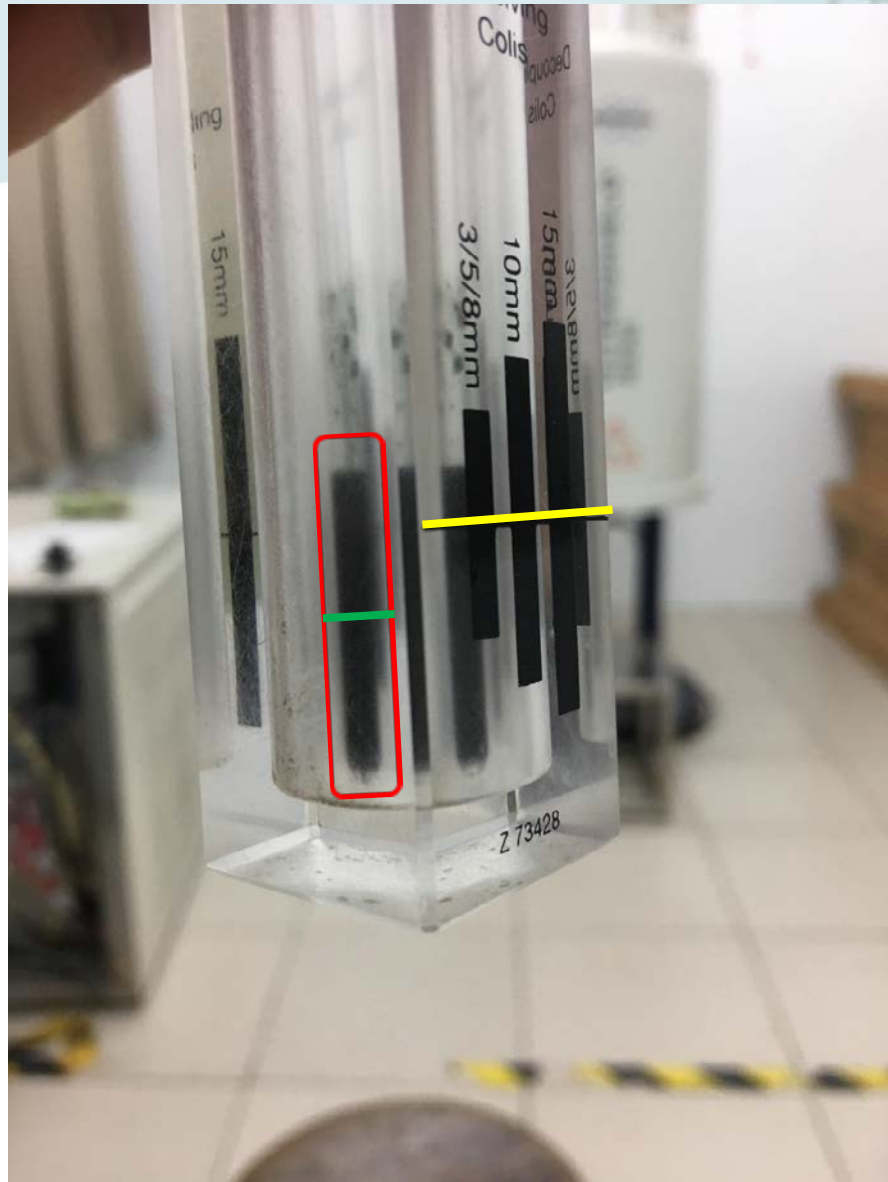
樣品量測高度及放樣注意事項

1. NMR試管旋入spinner前，應先使用拭淨紙將試管擦乾淨，避免污垢累積於探頭中，導致靈敏度下降。
2. Spinner及量測器務必保持乾淨，並**嚴禁使用有機溶劑擦拭或重摔**。
3. 樣品溶劑太短時，務必將溶劑中點位置對準量測器中心點，以免影響shimming及機台。
4. 請勿將不必要的物體或磁性物質放入儀器內。
5. 請勿將spinner或NMR試管直接放入儀器內。
6. 請勿重複放入樣品。
7. 使用手動模式，務必確認進樣口有氣體吹出，在將試管放置其中。

※有任何狀況，請務必立即通知管理者，一個錯誤的動作，是幾十萬起跳。

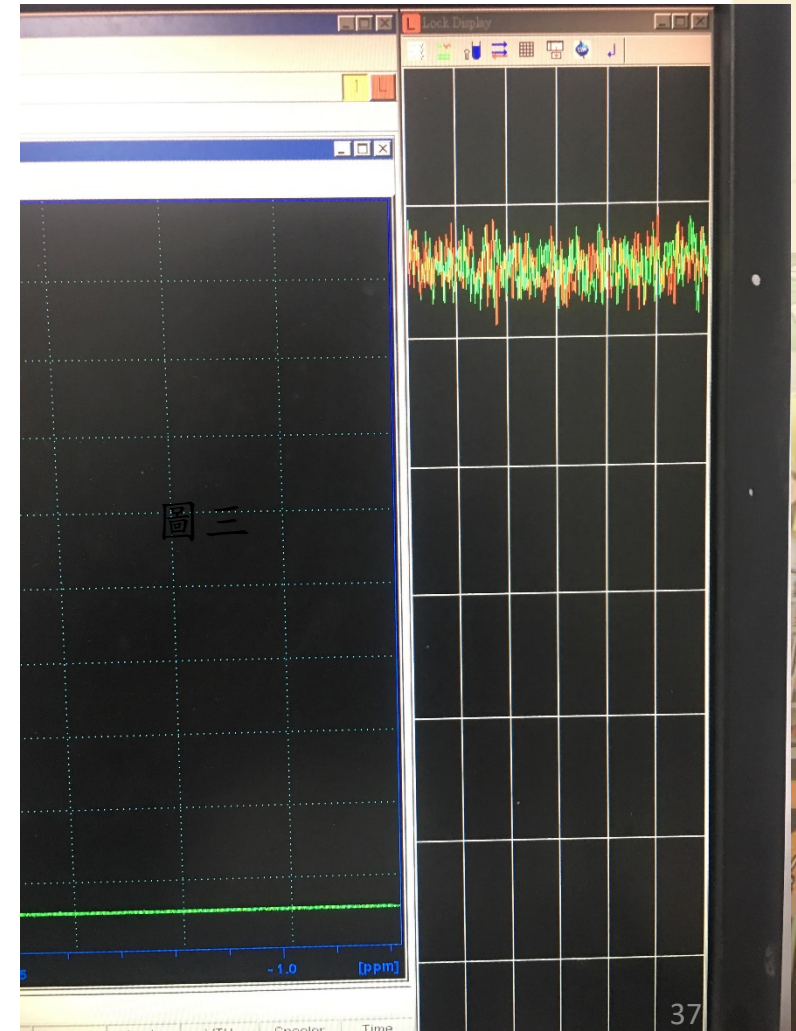
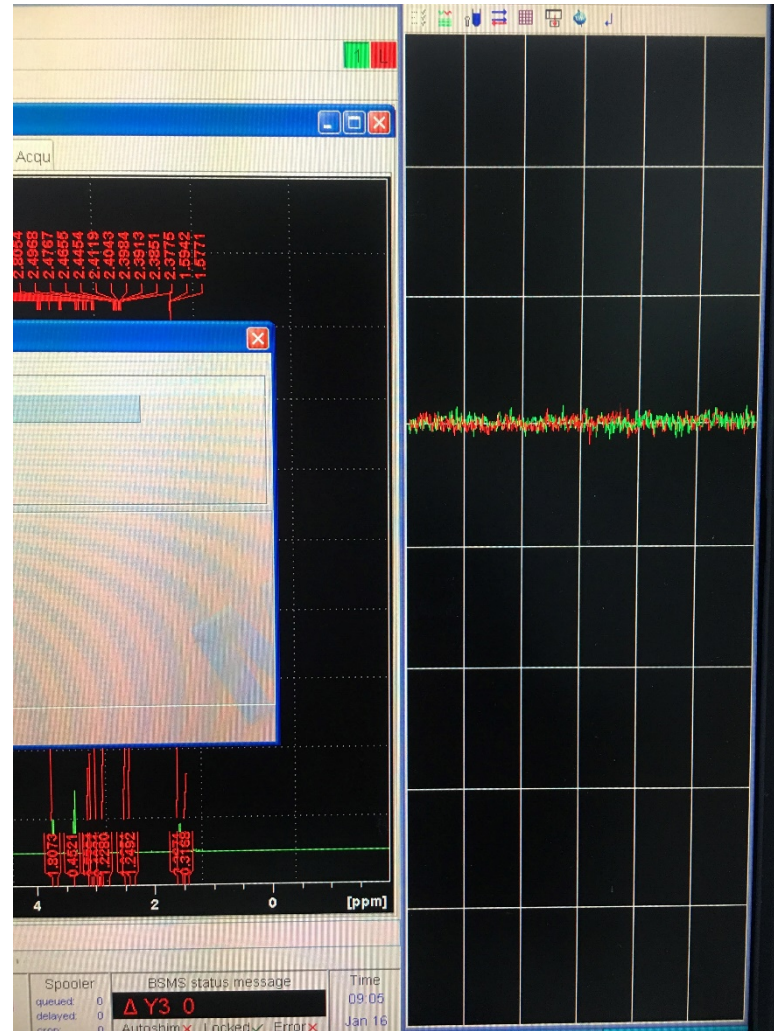
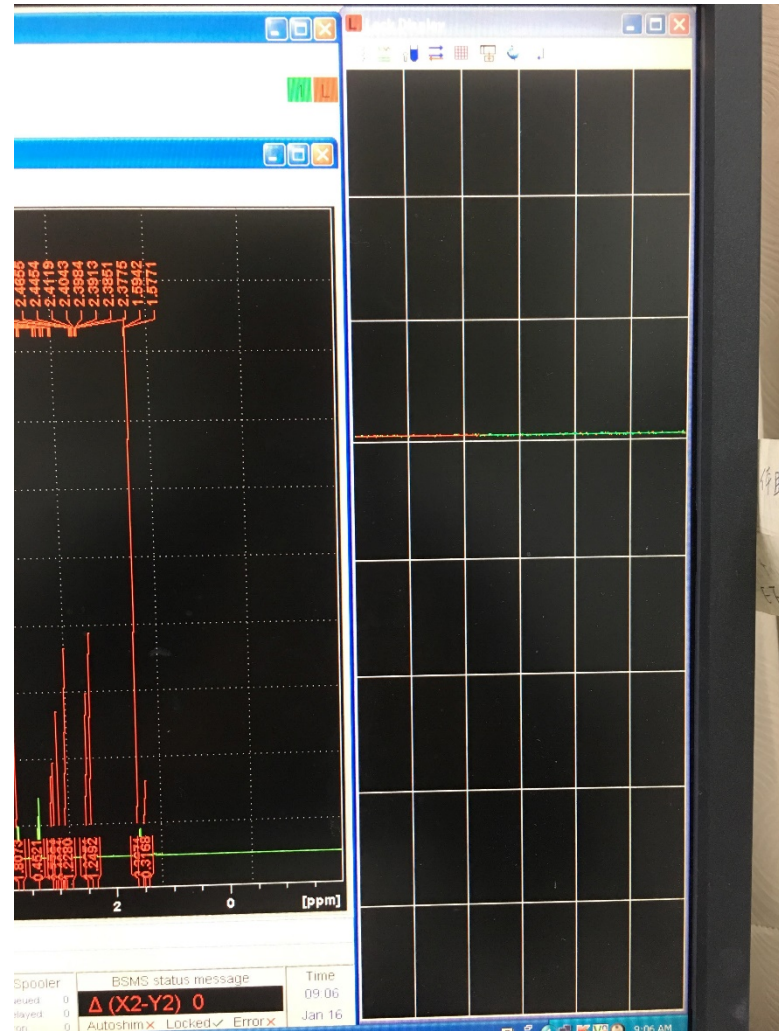
請勿碰處Spinner上頭的黑白條紋及黃色記號





※樣品溶劑太短時，請將中點位置對準量測器的中心位置(很重要)。

Shimming



Shimming注意事項

在進行lock動作時，發現無法lock，或是Shim變很差時請檢查：

1. 是否選對D-solvent。
2. 配製的濃度是否太濃。
3. 配製的高度是否太短。
4. 放置的位置是否正確。
5. 是否有加入D-solvent。
6. 樣品是否有放入儀器內。
7. 樣品特性。(請手動shim磁場，千萬不要一直topshim)。
8. 是否已經進行rsh。

Shimming 異常

如發現圖譜品質不如預期，可嘗試以下方法：

1. 輸入“rsh”並讀取最新shim file。
2. 進行手動shimming，以 Z 及 Z2 優先調整。
3. 請將樣品升起，並再次確認樣品位置。
4. 請確認近期是否有添加液氮或液氦。

如嘗試過以上方式都不能將圖譜解析度調整好，請聯絡500NMR技術員協助處理，並解決問題，謝謝。

5. 其他

異核圖譜及2D圖譜

異核圖譜：

注意事項：由於探頭的6號馬達故障，無法進行ATMA，因此更換核種須由管理者或是高階認證過的同學進行調諧，勿自行ATMA，以免造成儀器損傷。目前大多維持在碳譜。

檢測方式：一樣先檢測一張氫譜確認濃度及shimming，如果沒問題，建立一張異核圖譜檔案後，進行rga，最後輸入次數後就可進行實驗，圖譜作圖與氫譜雷同；DEPT的檢測方式亦相同，為節省時間，可將DEPT的D1改為1秒，次數為碳譜的一半。

2D圖譜：

注意事項：請確認要進行的實驗，2D實驗不能累加，且大多實驗時間相當久，務必利用夜間或假日時段進行，以免影響其他同學及實驗室的檢測。

檢測方式：一樣先檢測一張氫譜確認濃度及shimming，如果沒問題，建立一張2D圖譜檔案後，進行rga，設定參數後方可進行實驗。

作圖：輸入xfb，abs2d，校正phase(NOESY及QC才需要進行)，輸入sym or syma (COSY及NOESY才需要)，將1D圖譜輸入，校正SR值，調整訊號深淺後方可將圖譜輸出。

學生常會遇到的問題

Q1. 為什麼下達指令都沒回應，或是一直都在同一個狀態停留很久沒有繼續實驗？

A：有可能連線出問題或是軟體出錯，可先將執行的動作先刪除，輸入“ii”重新連線，或將軟體關閉重開。

Q2. 不能lock 怎麼辦？

A：請參考投影片第38張。

Q3. 300NMR的BSMS及lock displa怎麼不見了？

A：分別在 windows 選項裡的 BSMS panel 及 lock ，調磁場的介面在BSMS display 裡的Shim。

Q4. tube放進spinner時太鬆或太緊了，怎麼辦？

A：請先檢查spinner是否有損壞，如果沒有，建議換一隻tube再進行檢測，拜託，樣品進磁鐵裡，最先接觸的是探頭石英管，如果打破我也沒辦法，只能請工程師來換，不只燒錢也浪費時間。

常用指令

edc：建立一個新的目錄。

lock：設定樣品內氬溶劑的種類。

rga：命令系統自行做“接收器增益值(rg)”的設定。

topshim：自動Shim磁場。

ns：設定實驗掃描次數。

zg：執行目前收訊參數的實驗。

efp：快速Fourier轉換。

ft：進行傅立葉轉換(1D)

apk：執行自動相位校正的動作。

abs n：基線的相位修正。

atma：自動調整共振頻率及探頭的阻抗。

dpa：顯示已執行過實驗的收訊參數檔內容。

halt/stop：暫停實驗的執行。(halt會儲存檔案，
stop不會儲存檔案。)

go：繼續執行一維實驗。

ii：聯繫軟體與硬體的設定。

lb：設定peak的寬化值。

o1/o1p：設定圖譜的中央位置。(o1單位為Hz，
o1p單位為ppm。)

rsh：讀取一個先儲存的勻場檔案。

sr：設定內部的頻率參考值。

sw: spectral width 設定光譜量測範圍

如操作時有任何狀況，請依以下順位聯絡相關人員：

※拜託!! 有任何狀況或出現錯誤訊息時，千萬不要慌張，也不要緊張，請務必立即通知管理者，一個錯誤的動作，是幾十萬起跳。

1. 500NMR及700NMR 管理者 甘宗倫 先生
(61365) (0975622132)

2. 化學系 周鶴軒 老師 (65350)

謝謝!!!

107年

XWIN-NMR Version 3.5 on NCKUPCNAME started by user

File Acquire Process Analysis Output Display Windows Help

Dataset: < wxp 10205 1 E:/y kss >

Title:

10 abs y7

1.4e+07

1.2e+07

1.0e+07

8.0e+06

6.0e+06

4.0e+06

2.0e+06

0.0e+00

Hz/ppm

phase

calibrate

integrate

utilities

dual

autoplot

dp1 dp2 dp3

PlotReg

Y YU dot

Re Im Fid

Sh Ush

2D 3D

sw-sfo1

ppm -0.002 -0.004 -0.006 -0.008 -0.010 -0.012 -0.014 -0.016 -0.018

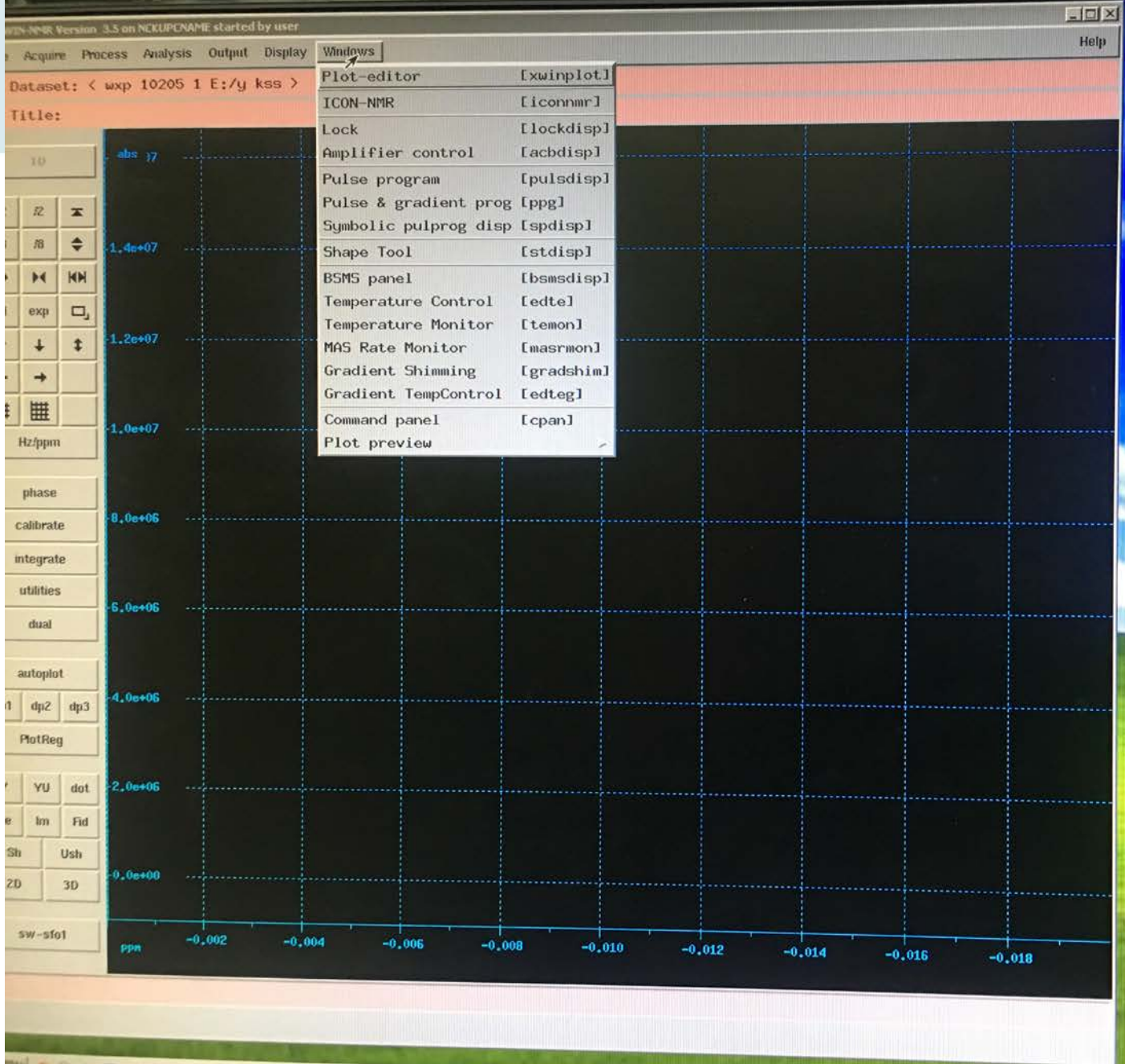
8 : finished

lock

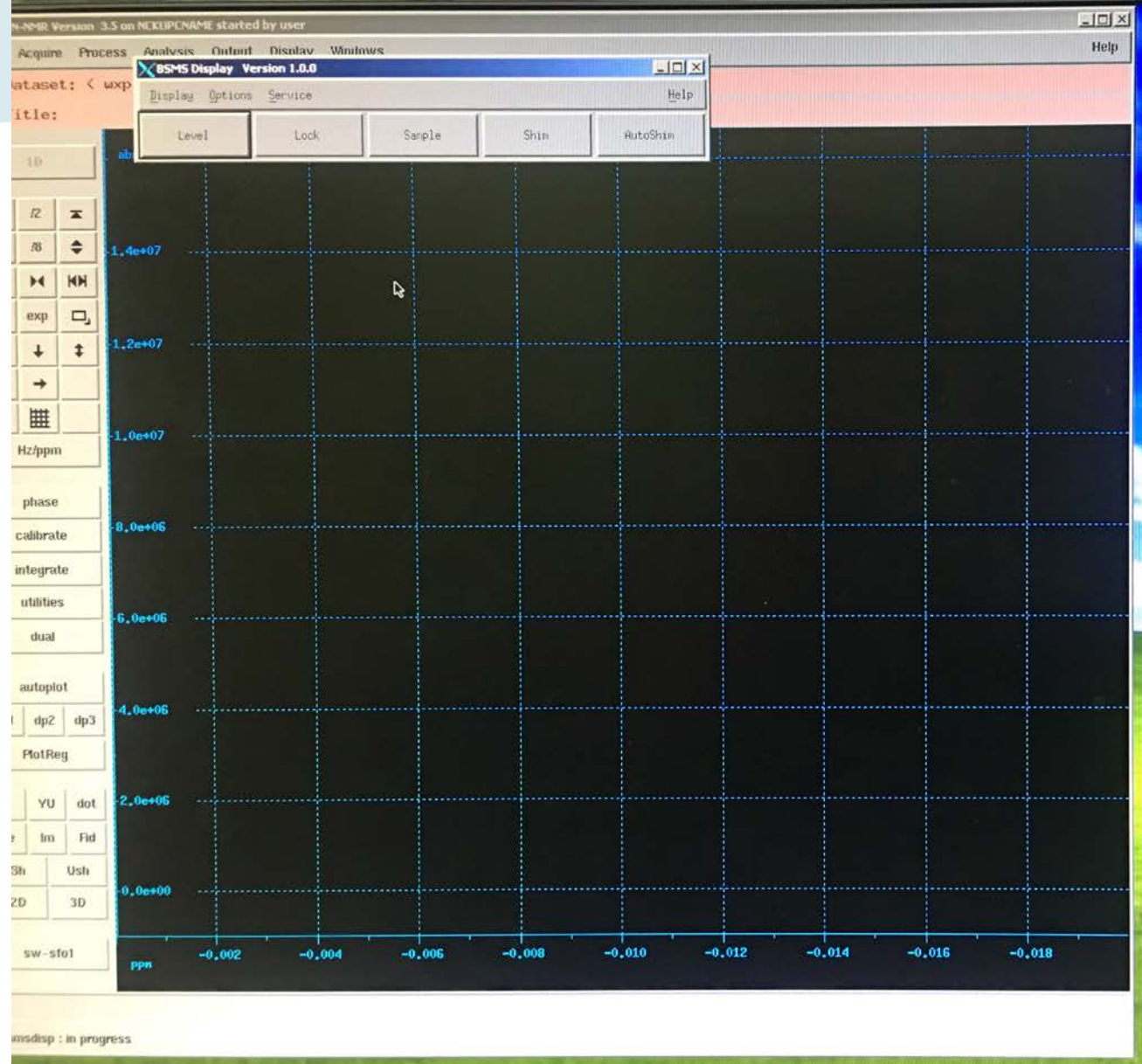
grid node store read quit

ViewSonic

107#



107年



BSMS Display Version 1.0.0

Display Options Service Help

Level Lock Sample Shift AutoShift

