

MQMAS 实验步骤

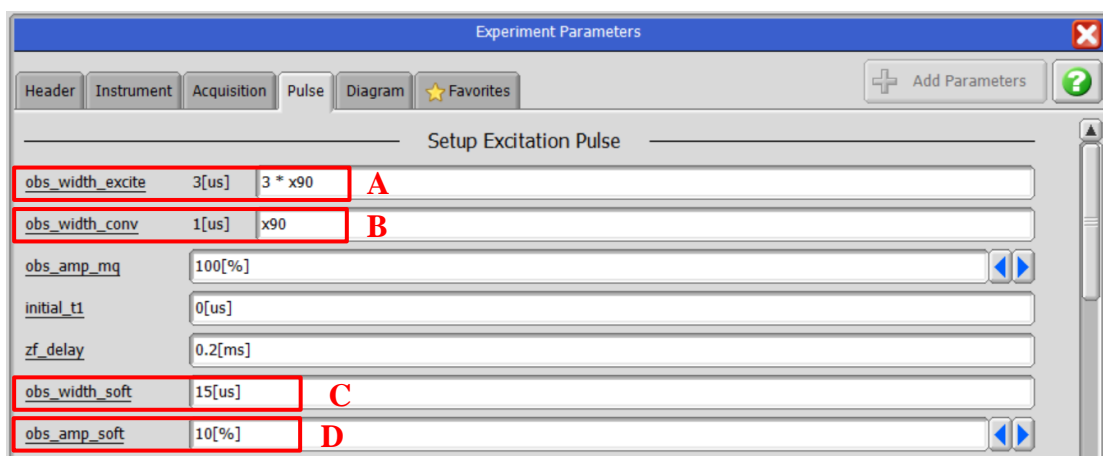
一、MQMAS 参数优化:

MQMAS 的测试中, 要得到更好的 MQMAS 测试结果, 参数优化尤为重要, 这里以 Na_2SO_4 , 使用带 Z 滤波的 3QMAS 方法为例说明。

参数优化前, 请先测试一维谱图, 完成调谐, 以及获取准确的 x_{offset} 、 x_{sweep} 、 recvr_gain 等信息。

参数优化具体步骤:

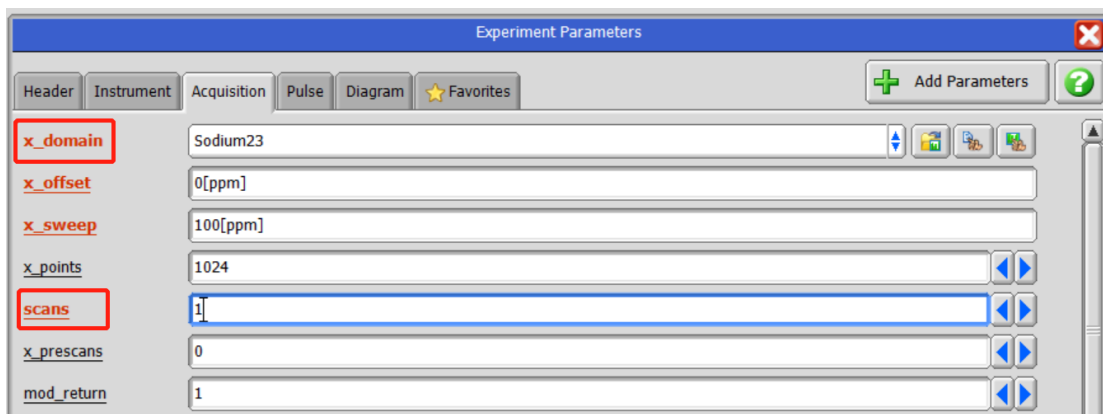
1. 调入 “mqmas_3Q_z_setup.jxp” 脉冲序列, 需要优化的参数如下:



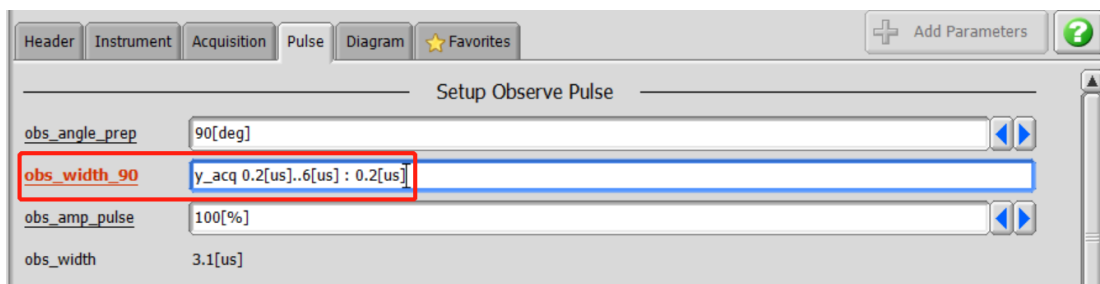
2. 先优化参数 **B** (90° 脉宽测定):

(i) 调入脉冲序列 “single_pulse_solid.jxp”。

(ii) Acquisition 中选择待测定的核 x_{domain} (此处以 ^{23}Na 为例), scans 为 1, 其他参数 (x_{offset} 、 x_{sweep} 、 recvr_gain) 参照一维谱图进行设定。



(iii) Pulse 中设置 array “obs_width_90”。

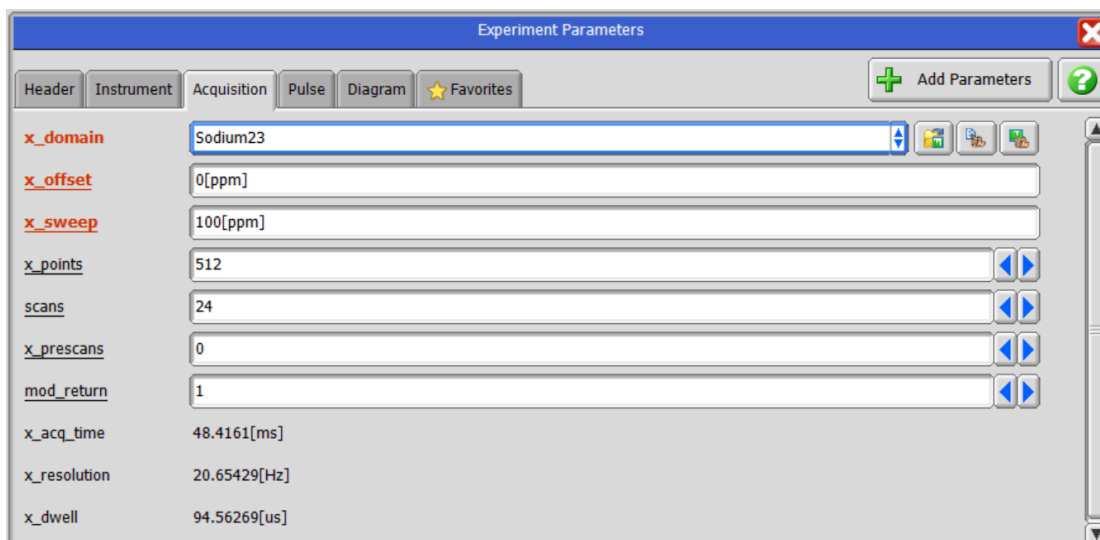


(iv) 其他参数使用默认值即可，设置完成，提交测试。

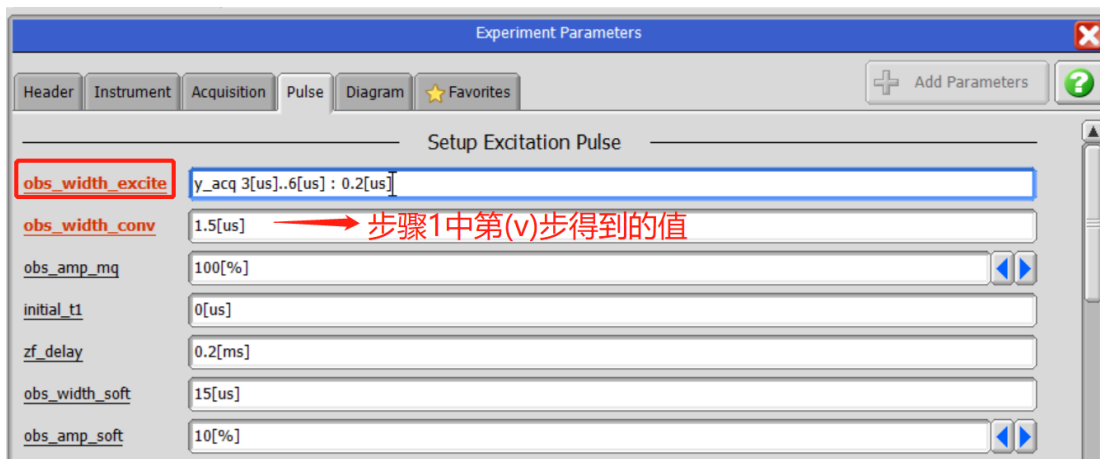
(v) 参考 90°脉宽测定资料中数据处理，得到 array 谱图中最大信号强度的“obs_width_90”值，将该值输入步骤 1 中的 B 处。

3. 优化参数 A: (在步骤 1 中打开的“mqmas_3Q_z_setup.jxp”脉冲序列中优化)

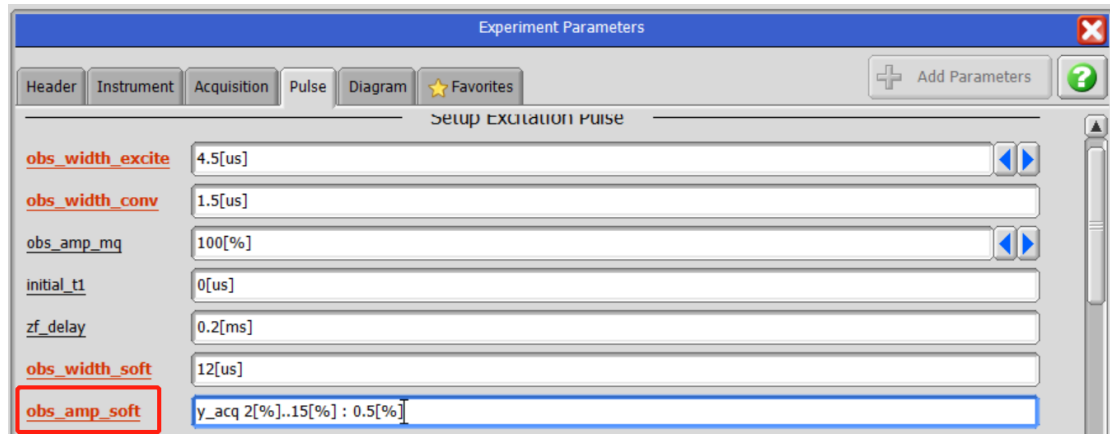
(i) 在 Acquisition 中选择 x_domain, scans 值为 24 次 (3QMAS 的扫描次数为 6 的倍数, 5QMAS 的扫描次数为 10 的倍数)。



(ii) 在 Pulse 中设置 array“obs_width_excite”, 设置的范围大概在 obs_width_conv 的 3 倍值附近。



- (iii) 其他参数使用默认值即可，设置完成，提交测试。
- (iv) 参考上述处理，得到最大信号强度对应的“obs_width_excite”值，将该值输入步骤 1 中的 A 处。
4. 设定参数 C: 取 12us~15us 范围中任一值即可。
5. 优化参数 D:
- (i) 设置 array“obs_amp_soft”（大约为 10%左右），其余参数同步骤 3。

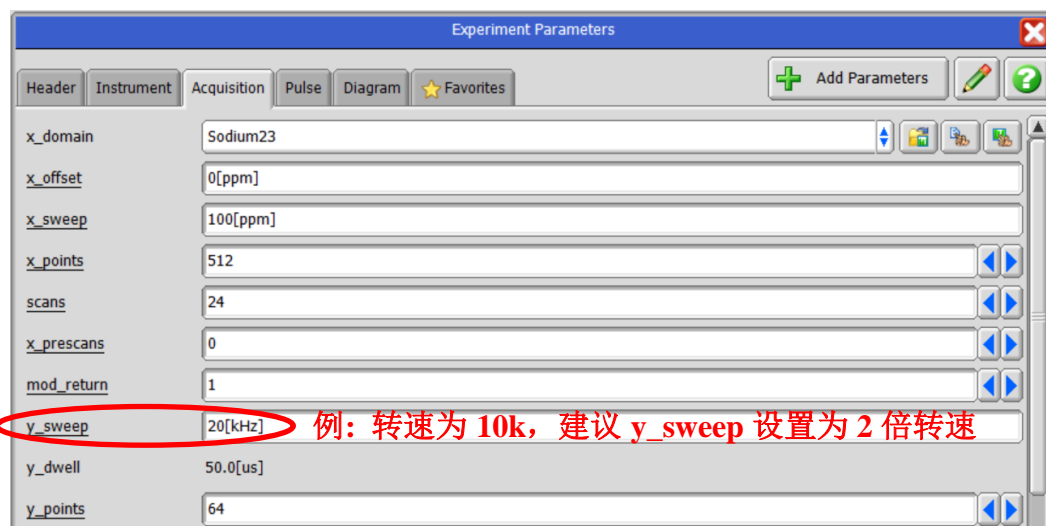


- (ii) 提交测试，结果处理与上述步骤中相同，得到最大信号强度对应的 obs_amp_soft 值。

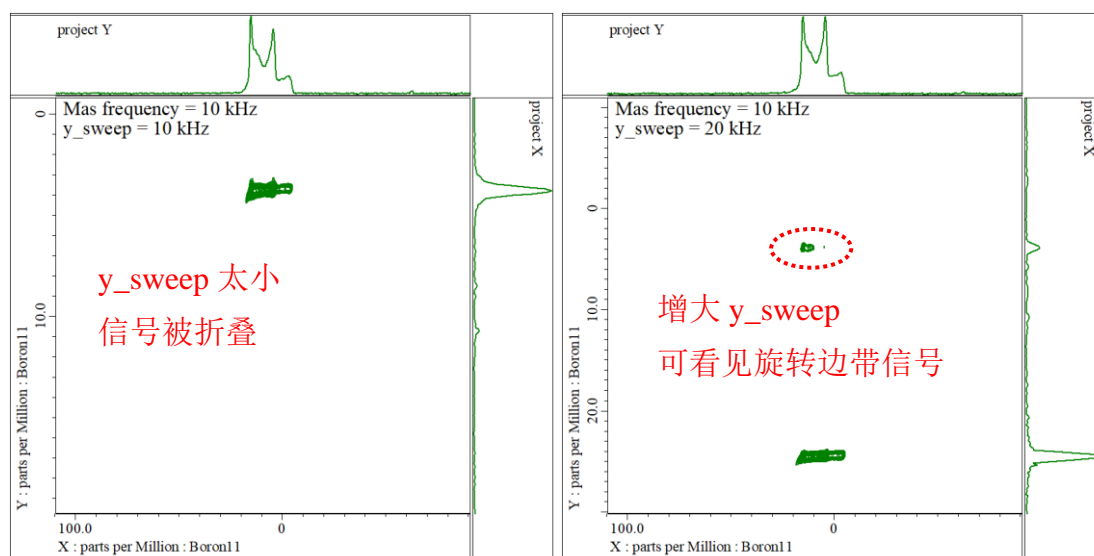
二、3QMAS 测定:

1. 调入“mqmas-3Q_z.jxp”脉冲序列
2. 选择 x_domain, 设置 y_sweep、scans 和 y_points。

对于 MQMAS 谱, 应该设置比一维谱的谱宽更大的 y_sweep 宽度, 如果出现旋转边带信号, 将 **y_sweep** 设置为样品转速的整数倍以减少边带信号的影响, 提高灵敏度。3 量子相干性的 3QMAS 测试, 将扫描次数设置为 **24** 的倍数。



y_sweep 的影响:

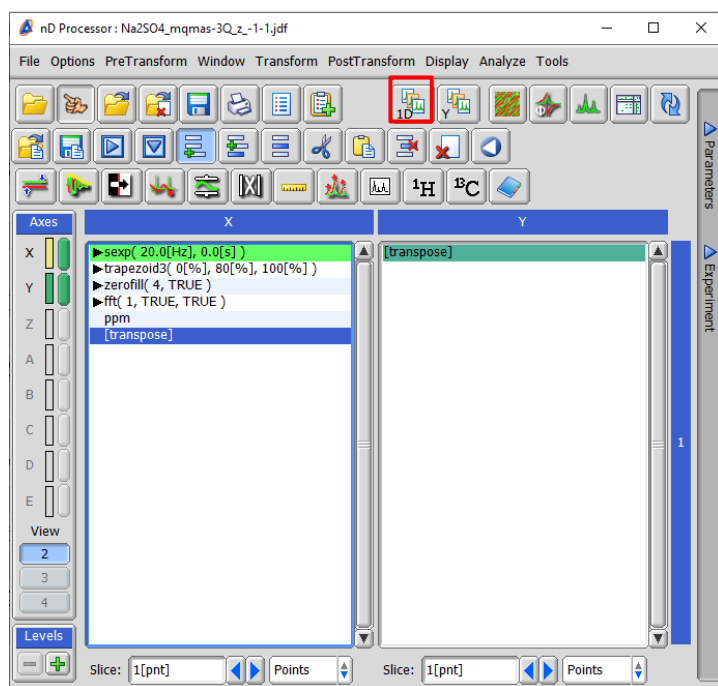


B(OH)₃ 样品的 ¹¹B_3QMAS 谱图

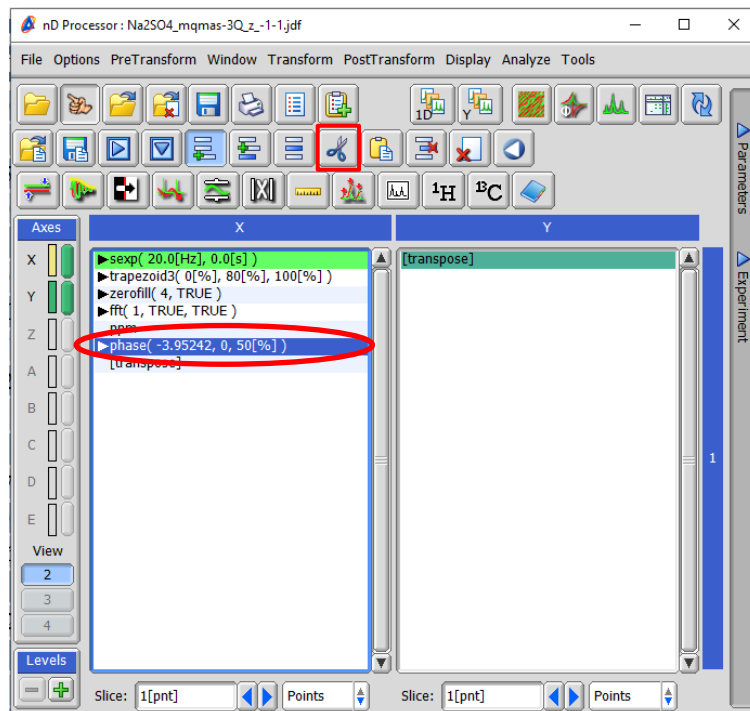
3. 在 Pulse 中填入上述 MQMAS 参数优化后得到的 A、B、C、D 四个值到对应位置。
4. 提交测试。

三、MQMAS 数据处理：

1. 点击 1D 谱图，调相位。



2. 关闭 1D 谱图，选中相位列表，剪切出来。



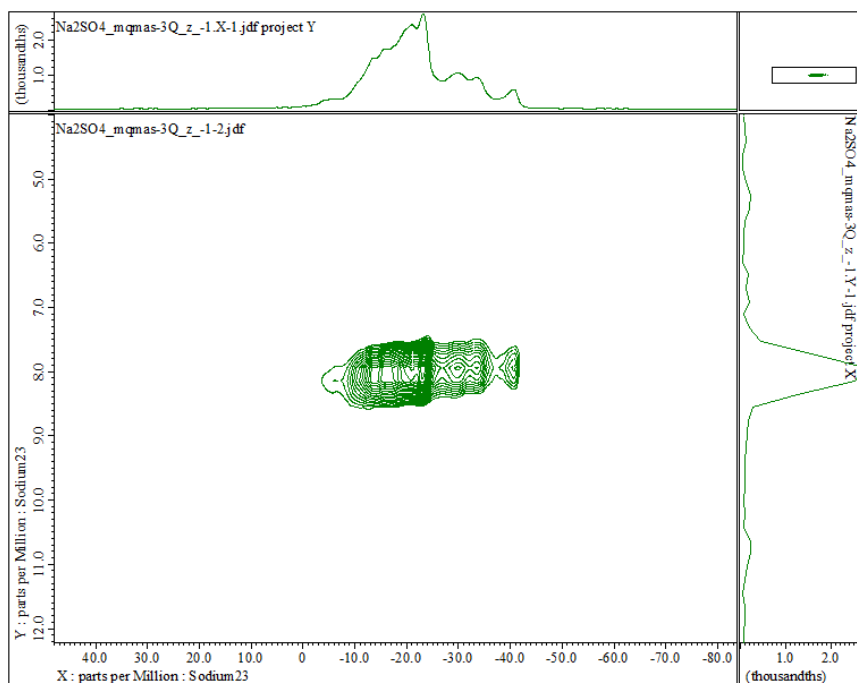
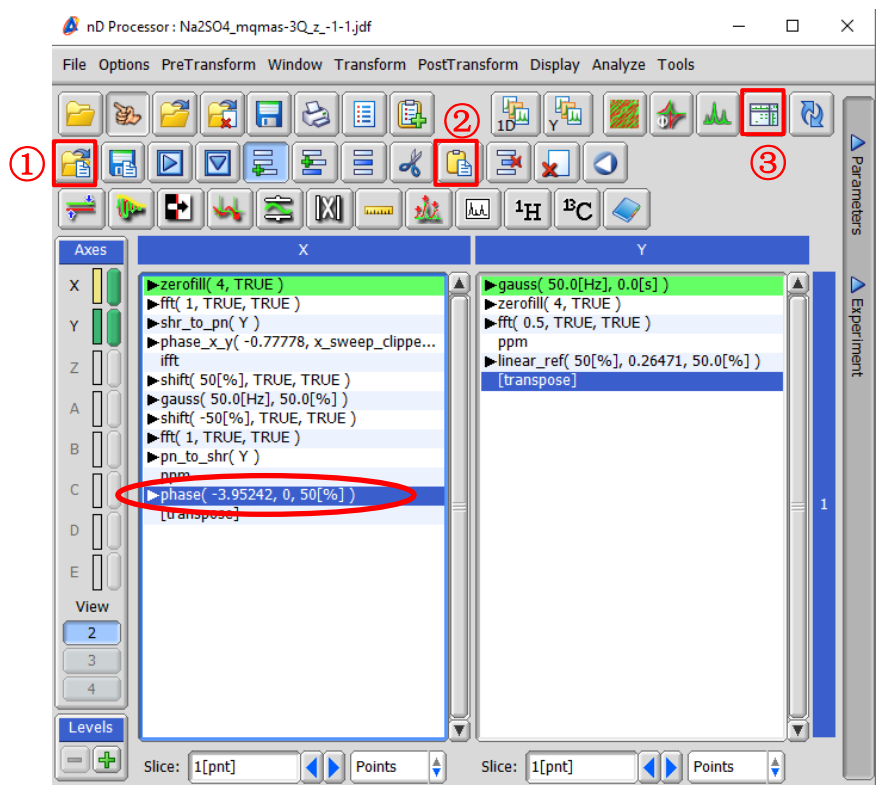
3. 点击①调入 MQMAS 处理方法：

3/2 核的 3QMAS: 3s3qmas.list

5/2 核的 3QMAS: 5s3qmas.list

5/2 核的 5QMAS: 5s5qmas.list

4. 点击②将步骤 2 中剪切的相位粘贴在 X 列表中，再打开二维谱图即可③。



Na₂SO₄ 的 3QMAS 谱图