

杂核测定

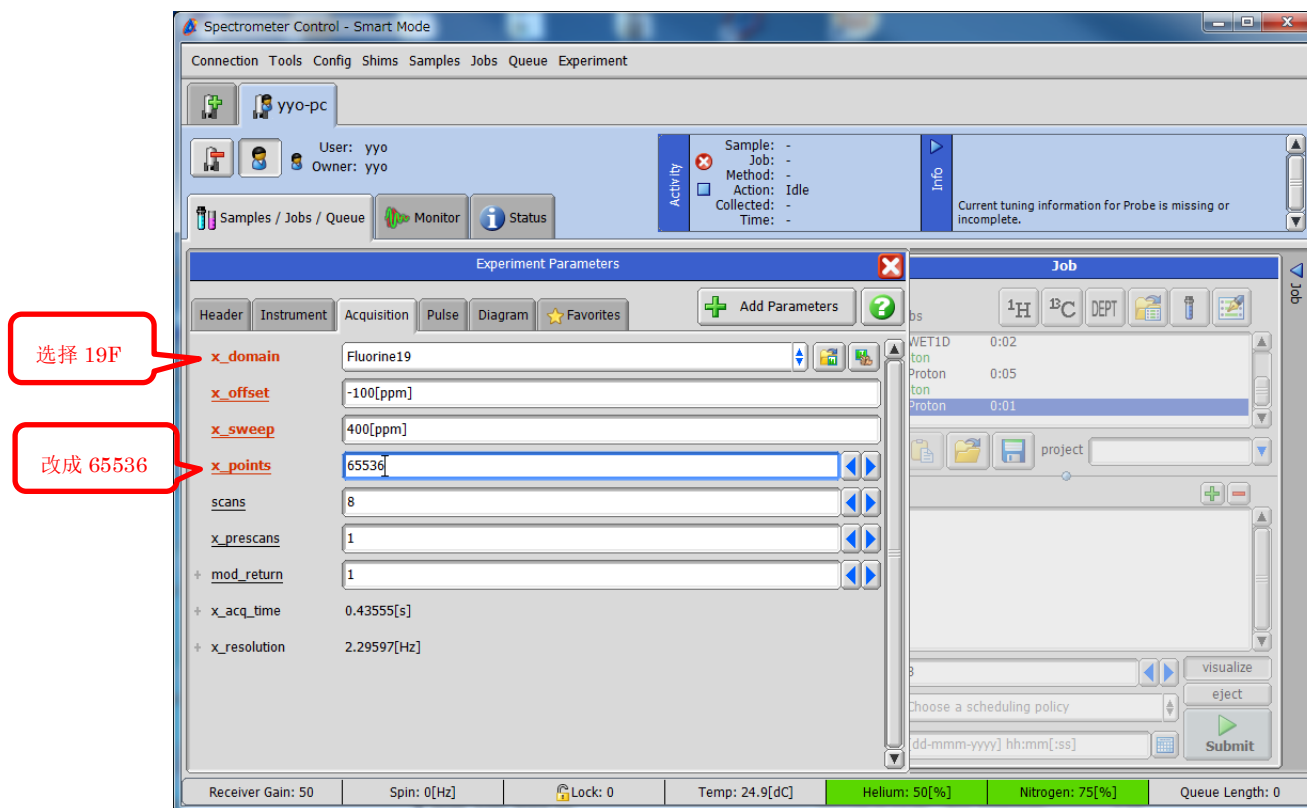
JNM-ECZ 系列



1. ^{19}F 的测定

A. 选择氢谱脉冲序列。

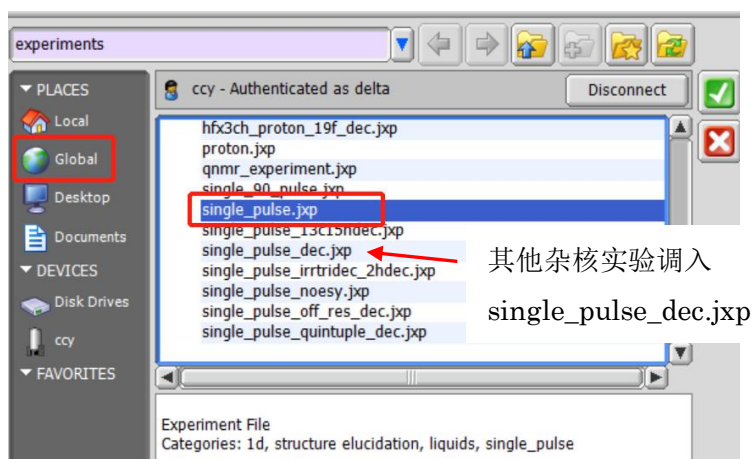
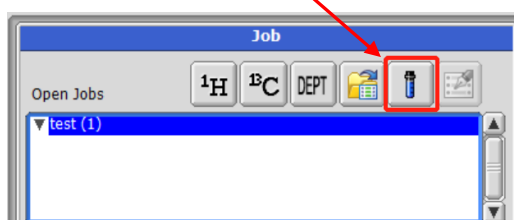
B. 在参数 x_domain 选择 Flurine 19, x_points 建议改成 65536。然后提交测定



如果出现下图所示无法修改 x_domain , 步骤 A 改为调入 single_pulse 脉冲序列, 步骤 B 不变。



打开所有实验→Global _ liquids
_ All Files→single_pulse.jsp

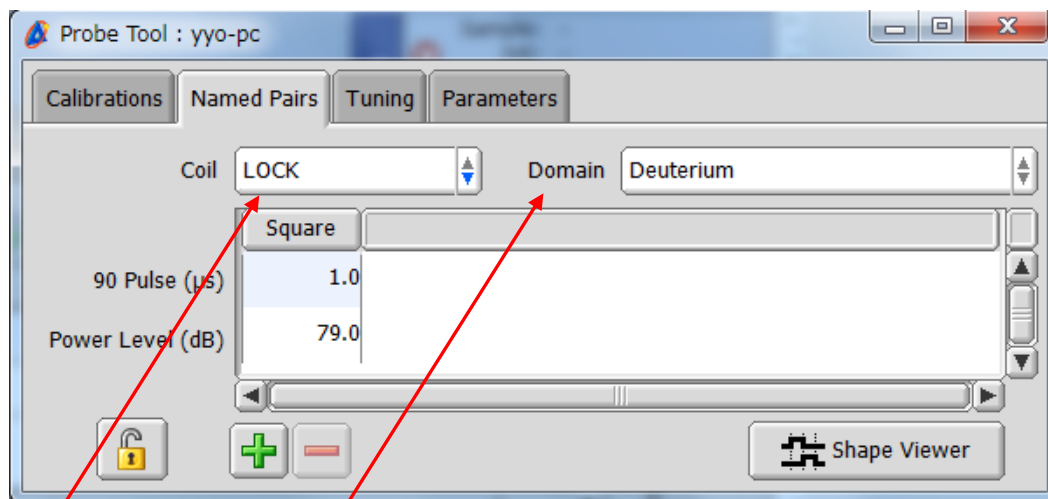


2. ^{11}B , ^{27}Al , ^{29}Si , ^7Li 等

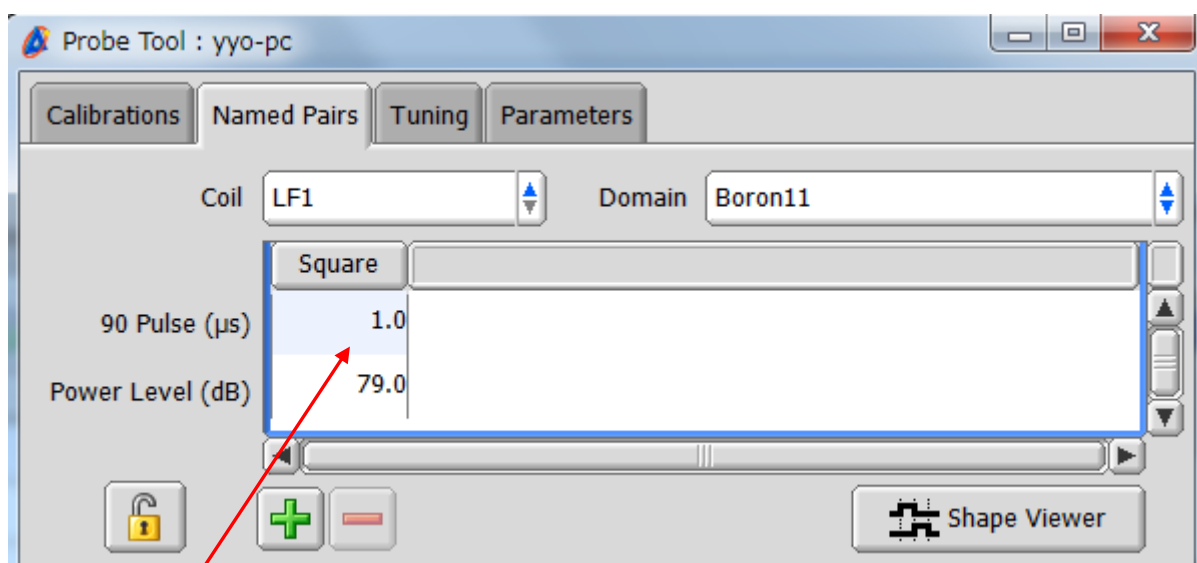
A. 确认功率和 90 度脉宽是否已经设定。

A-1, 设定功率和 90 度脉宽

切换到 console 模式, 打开 Config → Probe Tool



Coil 选择 LF, Domain 选择需要测定的原子核, 此处以 ^{11}B 为例



脉宽显示 1.0, 功率显示 79.0 表示未经过设定。

打开元素周期表, 查看 ^{11}B 的共振频率, 128.28MHz。

Periodic Table of the Elements

	1																18	
1	H	2															He	
2	Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
3	Na	Mg	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	Al	Si	P	S	Cl	Ar
4	K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
5	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
6	Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
7	Fr	Ra	Ac	Rf	Db	Sg	Bh	Hs	Mt									

Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu
Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr

Legend

Boron

Relative to Proton at MHz

Isotope	Abundance	Spin	Frequency	Rel. 1H	Rel. 13C
¹⁰ B	19.78	+3	42.972	0.0199	22.1
¹¹ B	80.22	+3/2	128.284	0.165	754.0

按照频率相近的原子核的脉宽和功率进行设定。仪器当中 ³¹P, ¹³C, ¹⁵N 是预先设定好的。此处 ¹¹B 的共振频率接近 ¹³C，所以可以直接用 ¹³C 的脉宽和功率参数。

Probe Tool : yyo-pc

Calibrations Named Pairs Tuning Parameters

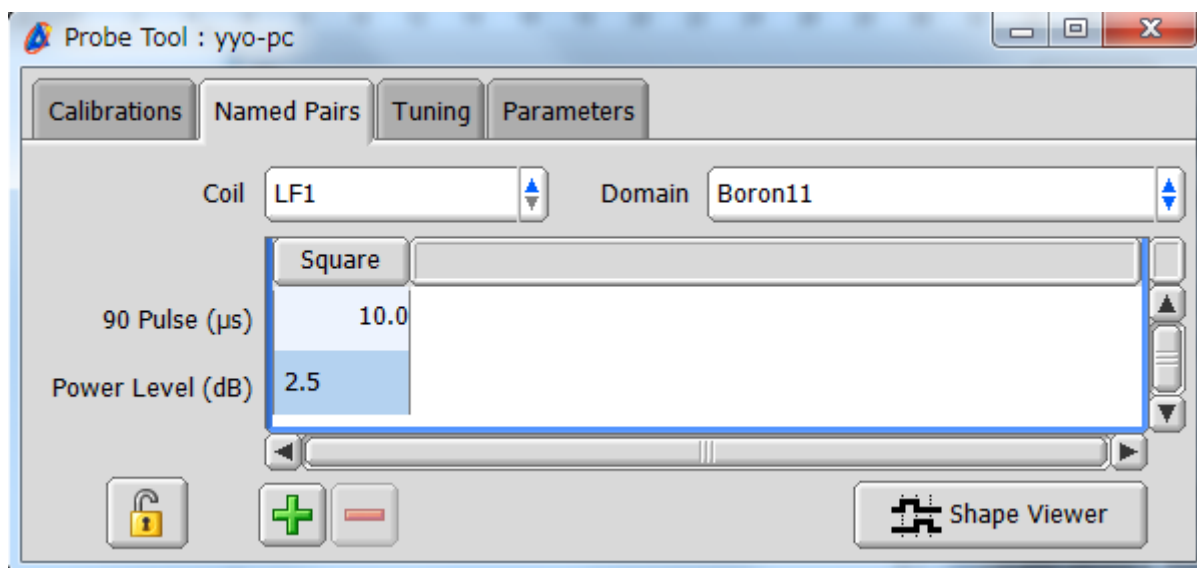
Coil LF1 Domain Carbon13

	Square	Hi	Lo
90 Pulse (μs)	10.0	115.0	115.0
Power Level (dB)	2.0	18.0	18.0

Shape Viewer

在 probe tool 里查看 ¹³C 的参数，只看 Square 的参数，此处脉宽为 10.0，功率为 2.0

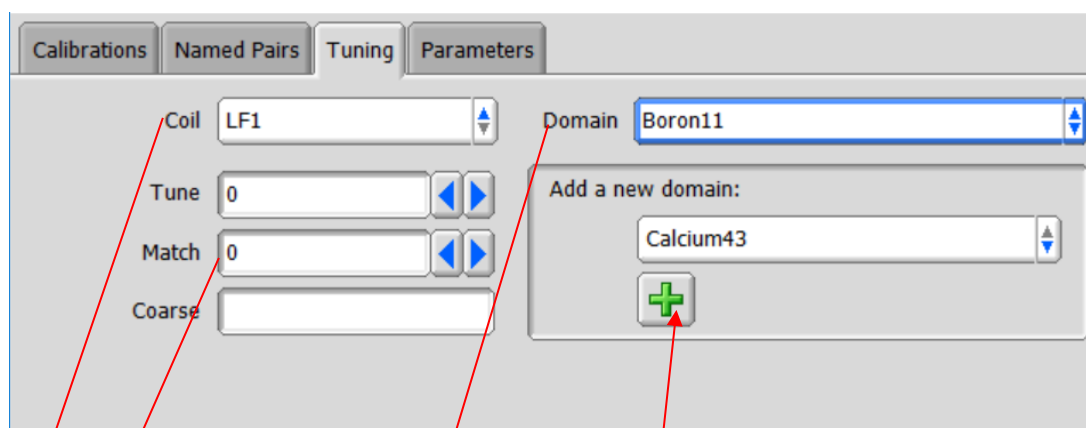
再把 Domain 选为 ¹¹B，然后在脉宽的地方输入 ¹³C 的脉宽（10.0）
功率的地方输入 ¹³C 的功率再加 0.5（防止探头放电）。



参数设定结束，关闭窗口，切换到 delta 用户。

B. 确认调谐参数是否已经设定。

B-1. 切换到 console 模式，打开 Config → Probe Tool

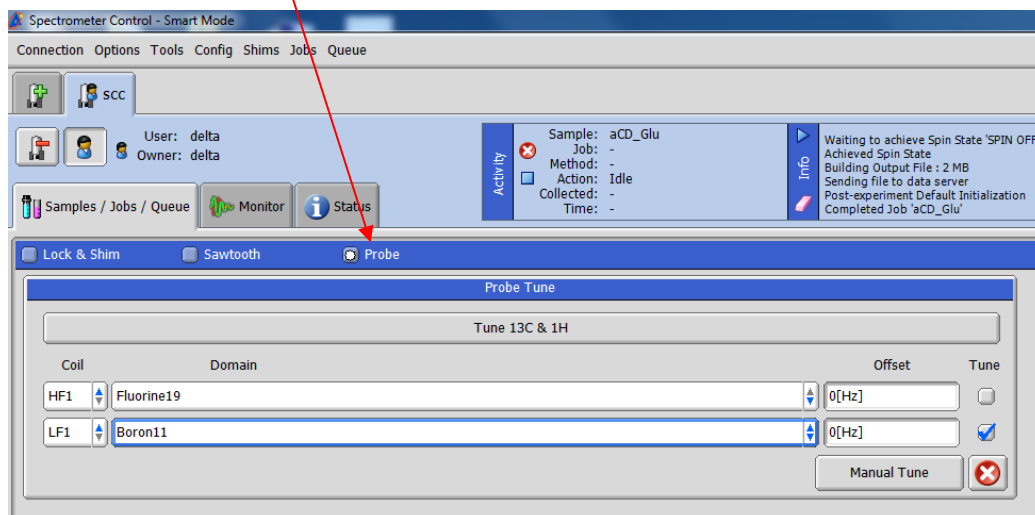


Coil 选择 LF1，Domain 选择需要测定的核。（如果没有，从下面添加）

查看 Tune/Match/Coarse 的值是否设定，如果值都为 0 表示未设定过，需先手动调谐。

B-2. 手动调谐

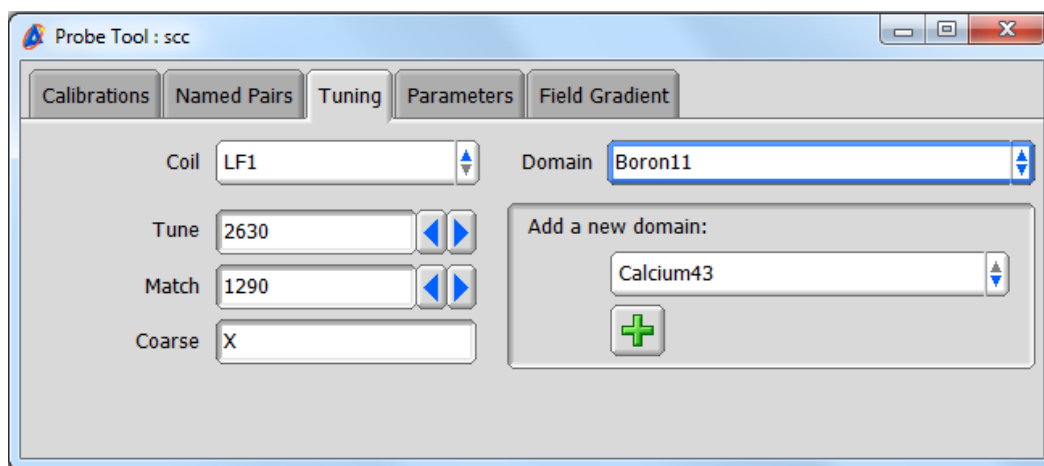
- ① 关掉 Autotune, 拔下探头上自动调谐的接线。(接线上的颜色或编号与探头上接口颜色或编号对应, 有编号的优先对应编号)
- ② 打开 Interactive→Probe



先调测定的核频率相近的核, 此处以 ^{11}B 为例, LF1 先选择 ^{13}C , Manual Tune 开始手动调谐, 将频率调至 Carbon13 后, 再将 LF1 改为 Boron11, 再对 ^{11}B 进行调谐。
(调谐时 Coarse 可先根据相近频率的核选择)

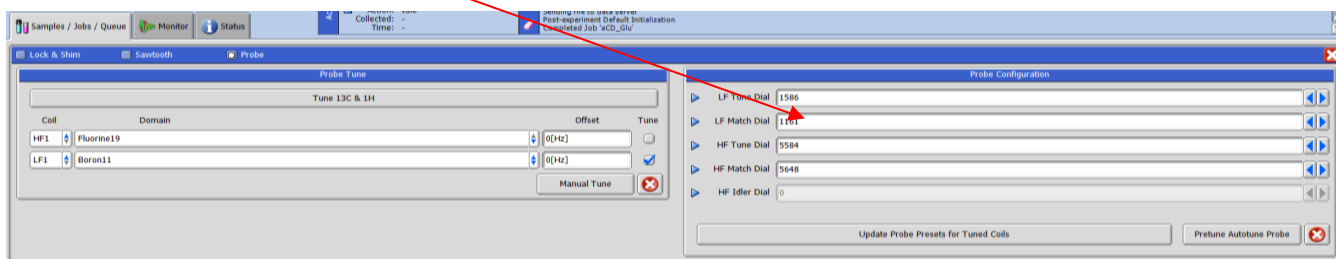
- ③ 调谐完成后读取探头上的值写入探头参数中。

打开 Config → Probe Tool



输入 Tune/Match/Coarse 值, 关闭窗口。

- ④ 连接自动调谐接线, 打开自动调谐器。
- ⑤ 读取探头调谐参数, 输入仪器中。



手动调谐完之后需要预调谐 Pretune Automatic Probe。

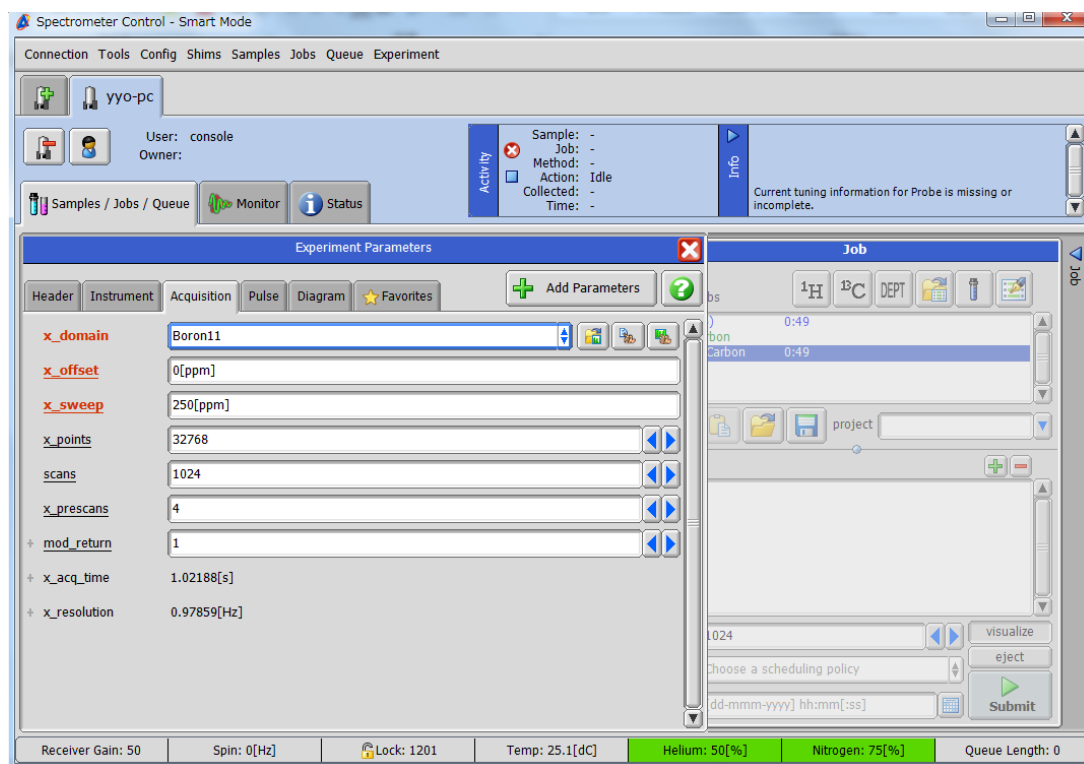
(Royal 探头不必读入, 探头可自动读取, 也无需预调谐)

C. 选择碳谱脉冲序列。

D. 在参数 x_domain 选择 ^{11}B

(若 x_domain 处无法选择, 同上述 ^{19}F 测定中的步骤, 调用 `single_pulse_dec.jsp` 脉冲再修改)

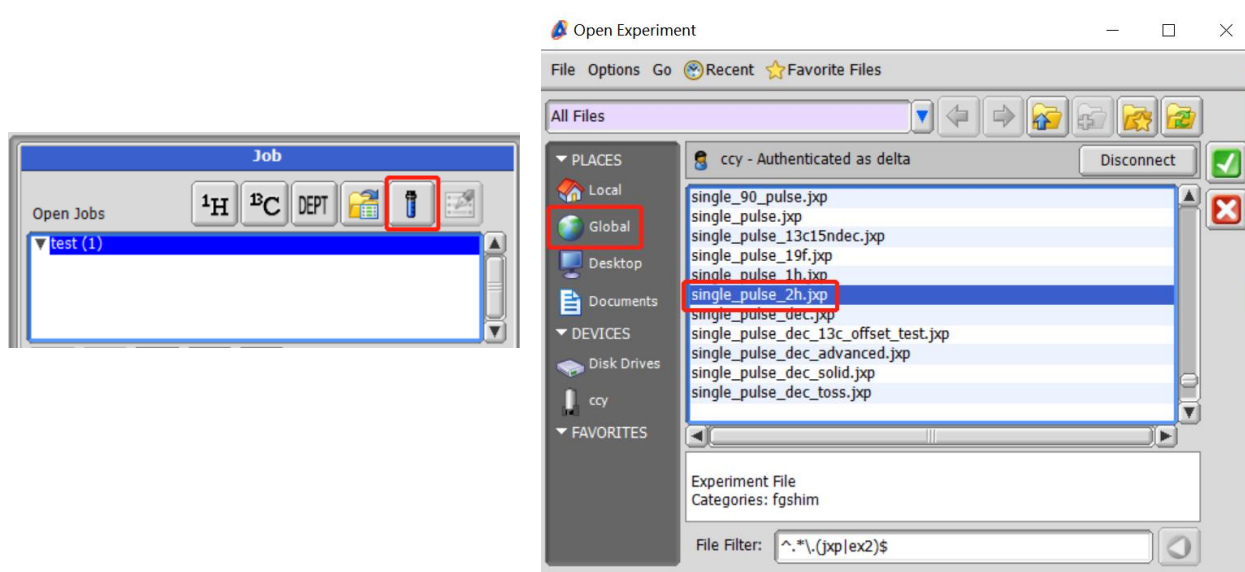
然后提交测定。



3. 共振频率在 ^2H 附近的杂核 (^2H , ^6Li , ^9Be , ^{17}O)

(1) ^2H 谱: 直接调入 `single_pulse_2H.jsp` 实验方法

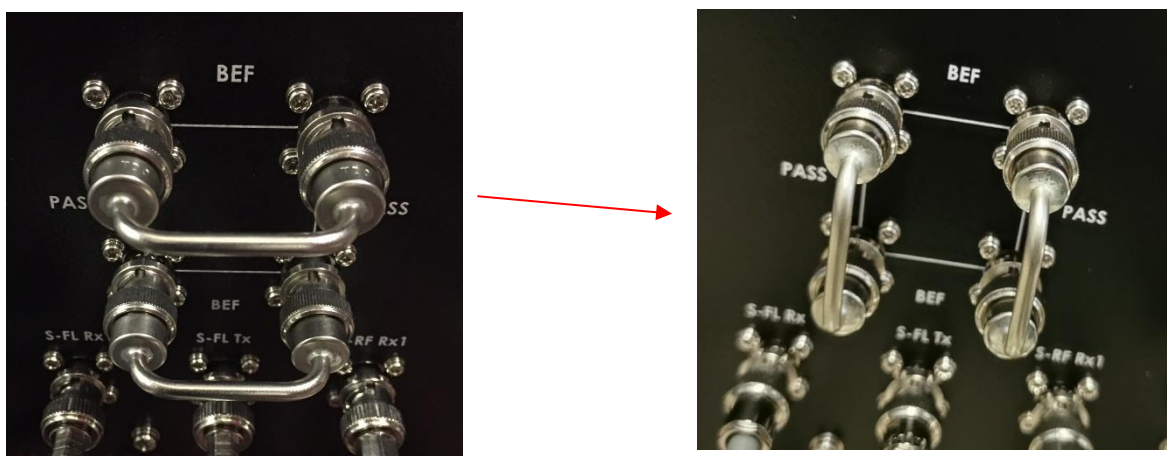
打开所有实验 → 点击 Global → 双击 All_files → 选择 `single_pulse_2H.jsp` → 提交实验即可。



(2) 其他谱 (^6Li , ^9Be , ^{17}O), 此处以 ^{17}O 谱为例

A. 确认谱仪硬件接线是否需要调整:

A-1. ECZS 系列小谱仪: 需要将前置放大器背面的 BEF 通道连线调整为下图所示:



A-2. ECZR 系列谱仪: 无需调整硬件接线。

B. 确认功率及 90 度脉宽是否已经设定

^{17}O 功率参考 ^{15}N 设定, Power level 在 ^{15}N 的基础上增加 0.5dB, 步骤同前面第 2 节所述的 ^{11}B 等原子核设定方法。

脉宽设定: ①近似值: 使用 ^{15}N 的脉宽值; ②准确值: 使用重水的样品, 测定 ^{17}O 的 90° 脉宽。

C. 调谐步骤也与第 2 节所述的 ^{11}B 等原子核调谐方法相同。

D. 实验方法调入: 调入 single_pulse_dec.jxp → 修改原子核为 Oxygen17 → 提交测试。