

NMR data processing software

Delta

NMR Software

v5.0



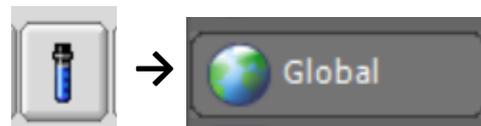
纯化学位移实验测定



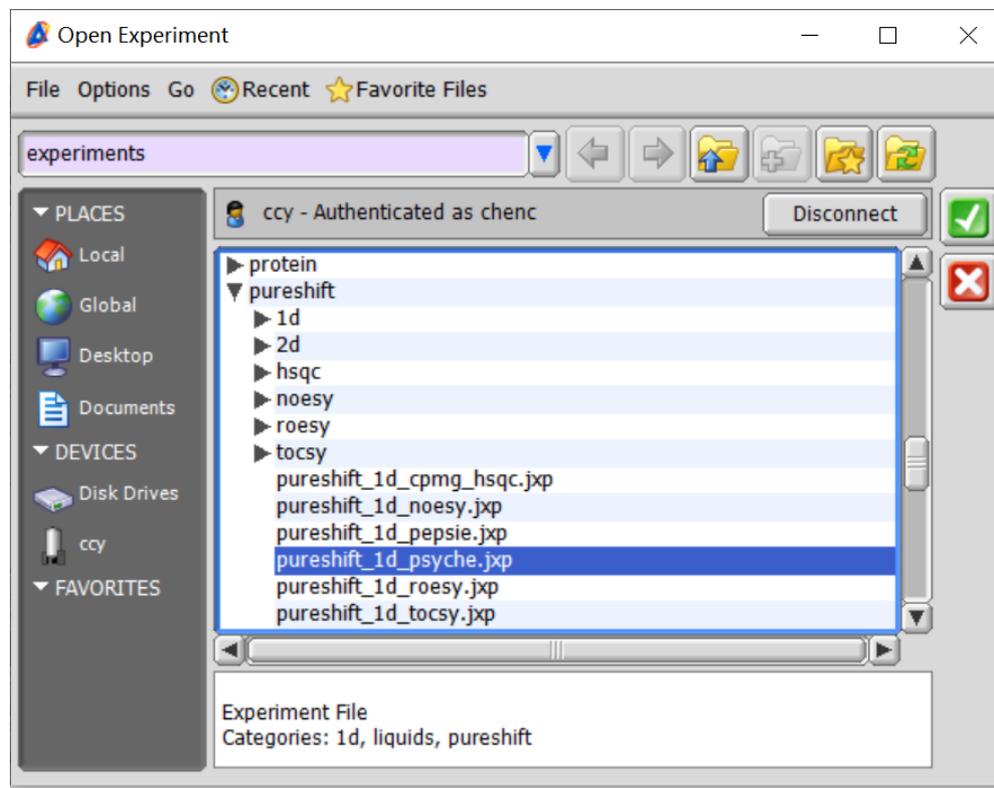
1. 一维实验测定（以 ^1H 为例）

做pureshift实验，先测普通氢谱，勾选force tune，得到氢谱。

➤ 脉冲选择：（delta5.3.1以上版本可直接调出）



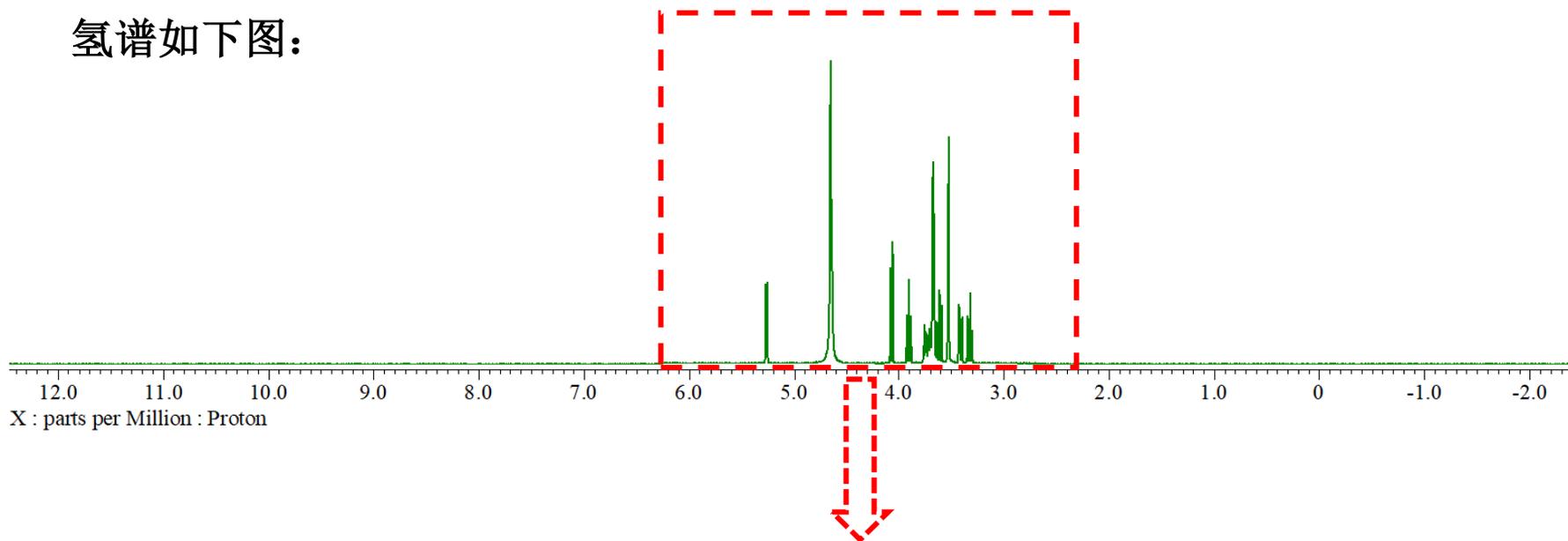
→pureshift→pureshift_1d_psyche



➤ 实验参数设定: Acquisition

中心频率与谱宽根据普通氢谱信号的化学位移分布范围确定

氢谱如下图:



选取信号分布的范围的1.5~2倍

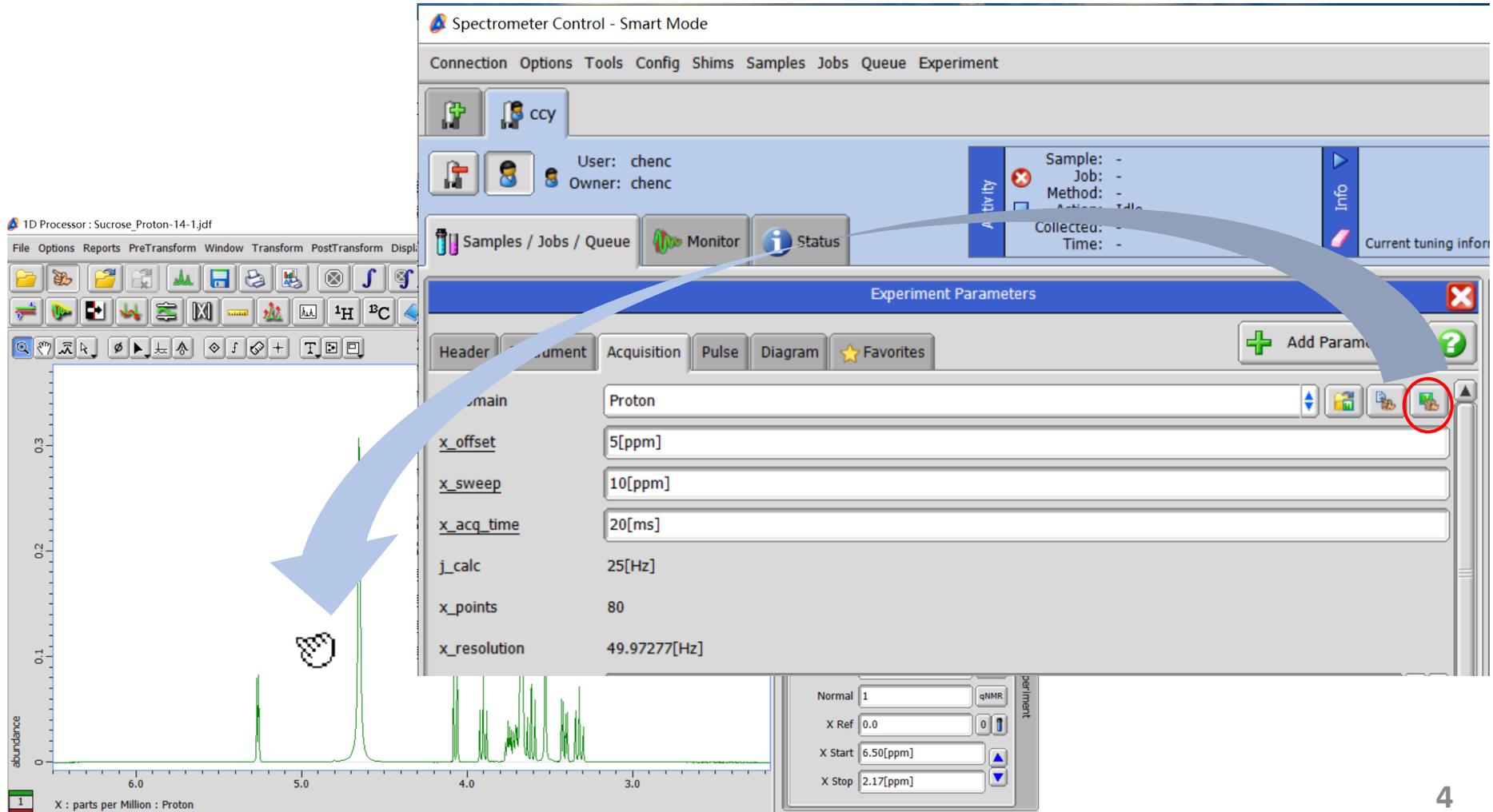
作为spectrum_width (x_sweep) ;

所选区域的中点为x_offset

直接获取步骤：同时打开氢谱及谱仪控制两个窗口，如下图：

先将氢谱缩放至合适的谱宽→点击  按钮，指针变为小手  ；

→鼠标移至氢谱窗口单击，即可抓取当前谱宽和中心频率。



The screenshot displays two software windows. The top window is 'Spectrometer Control - Smart Mode', showing various control panels and a table of 'Experiment Parameters'. The bottom window is '1D Processor : Sucrose_Proton-14-1.jdf', showing an NMR spectrum with a hand cursor over a peak. A red circle highlights a button in the 'Experiment Parameters' panel, and blue arrows indicate the workflow from the spectrum to the button and back to the spectrum.

Parameter	Value
Proton	Proton
x_offset	5[ppm]
x_sweep	10[ppm]
x_acq_time	20[ms]
j_calc	25[Hz]
x_points	80
x_resolution	49.97277[Hz]

Normal 1 qNMR
X Ref 0.0
X Start 6.50[ppm]
X Stop 2.17[ppm]

Delta v5.3的界面

➤ 实验参数设定: Acquisition

x_offset 与 spectrum_width 根据普通氢谱信号的化学位移分布范围确定

x_acq_time: 20[ms], x_acq_time 越小, 灵敏度越好, 分辨率越差

y_points: 32, y_points 越大, 谱图分辨率越好, 但测样时间越长

Parameter	Value
<u>x_offset</u>	4[ppm]
<u>x_sweep</u>	8[ppm]
<u>x_acq_time</u>	20[ms] 推荐使用默认值20ms
j_calc	25[Hz]
x_points	64
x_resolution	49.97277[Hz]
<u>scans</u>	4
<u>x_prescans</u>	4
<u>mod_return</u>	4
<u>y_points</u>	32 推荐设为32

实验参数设定: Pulse

band_width_psyche、chirp_pulse_psyche及chirp_atn_psyche

The screenshot shows the 'Pulse' configuration window with the following parameters and values:

Parameter	Value
chirp_shape_up	chirp_fc_gen
chirp_shape_down	chirp_fc_gep
band_width_psyche	10[kHz]
chirp_smooth_psyche	20[%]
q_psyche	5
chirp_pulse_psyche	15[ms]
hard_square_atn_psyche	162.52183[dB]
b1_attn_psyche	37.78151[dB]
chirp_atn_psyche_calc	124.74031[dB]
chirp_atn_psyche	154.74031[dB]
chirp_atn_psyche_calc	154.74031[dB] + 30[dB]

选择性激发范围

设为信号分布的化学位移范围的2倍左右

Chirp脉宽 (建议10~80ms)

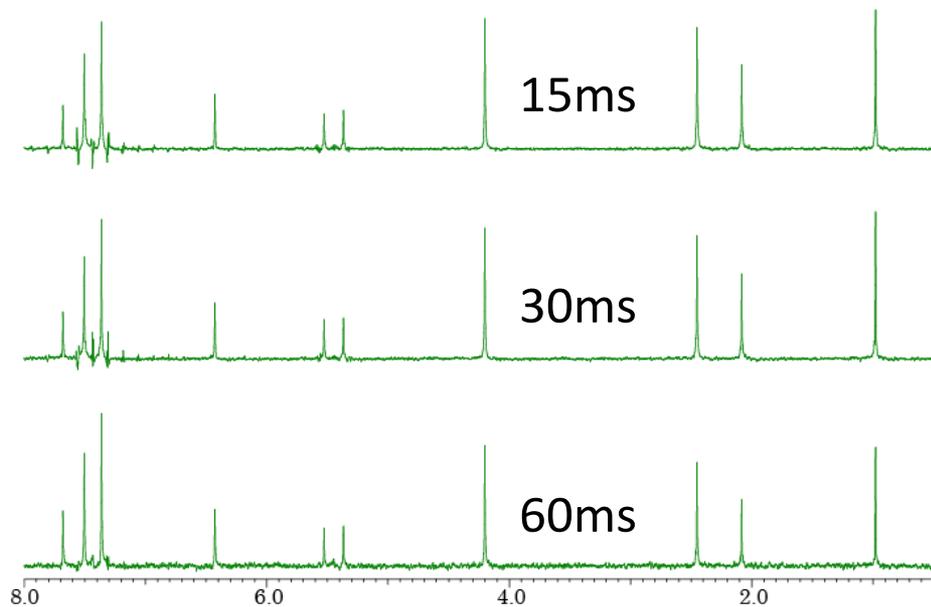
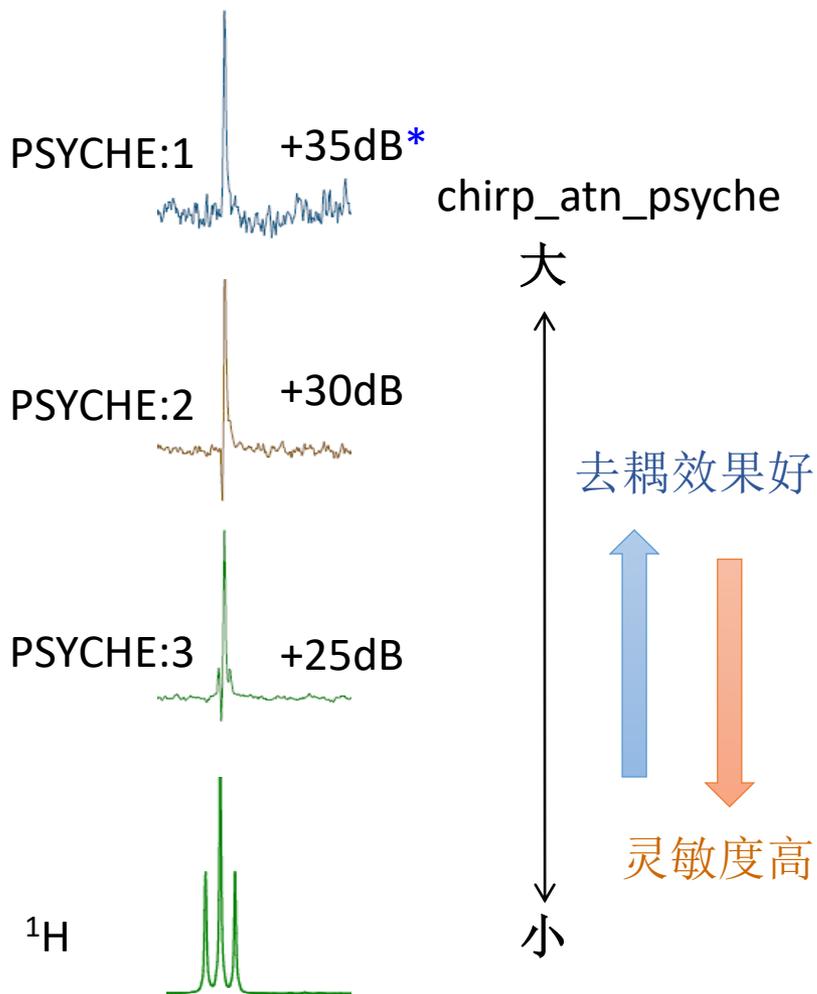
修改左侧两项, 均会自动计算该值
值越大, 去耦效果越好, 但灵敏度降低
也可直接修改功率 chirp_atn_psyche

建议+20dB~+40dB范围内、
设定间隔为1dB或2dB的幅度进行优化

Chirp脉冲功率, 值越小, 功率越大;
切勿设定太小值, 以免损坏探头

设定完成提交实验即可。去耦效果不好或灵敏度太低则优化以上三个参数

➤ 实验示例



不同chirp_pulse_psyche对应的谱图

*指chirp_atn_psyche_calc+

Delta v6.0以上的界面

➤ 实验参数设定: Acquisition

x_offset 与 spectrum_width 根据普通氢谱信号的化学位移分布范围确定

x_acq_time: 20[ms], x_acq_time 越小, 灵敏度越好, 分辨率越差

y_points: 32, y_points 越大, 谱图分辨率越好, 但测样时间越长

Parameter	Value
x_offset	5[ppm]
spectrum_width	20[ppm]
x_acq_time	20[ms] 推荐使用默认值20ms
j_calc	25.0[Hz]
x_points	640
x_resolution	49.97277[Hz]
scans	4
x_prescans	4
mod_return	4
y_points	32 推荐使用默认值32

实验参数设定: Pulse

obs_psy1_m_fsweep、obs_psy1_m_pulse及obs_psy1_beta_deg

PSYCHE condition	
obs_psy_shape	SALTIRE_CHIRP
① <u>obs_psy1_m_fsweep</u>	8[kHz]
obs_psy1_sweep_ppm	20[ppm]
② <u>obs_psy1_m_pulse</u>	20[ms]
③ <u>obs_psy1_beta_deg</u>	20.0[deg]
obs_psy1_m_q0	0.01949
<u>obs_psy1_atn_calc</u>	62.03335[dB]
<u>obs_psy1_atn</u>	62.03335[dB]

选择性激发范围
设为信号分布的化学位移范围的2倍左右

Chirp脉宽（建议10~80ms），同于chirp_pulse_psyche

Chirp脉冲角度（建议10~30deg）

修改上述三项，均会自动计算该值
值越大，去耦效果越好，但灵敏度降低

同于

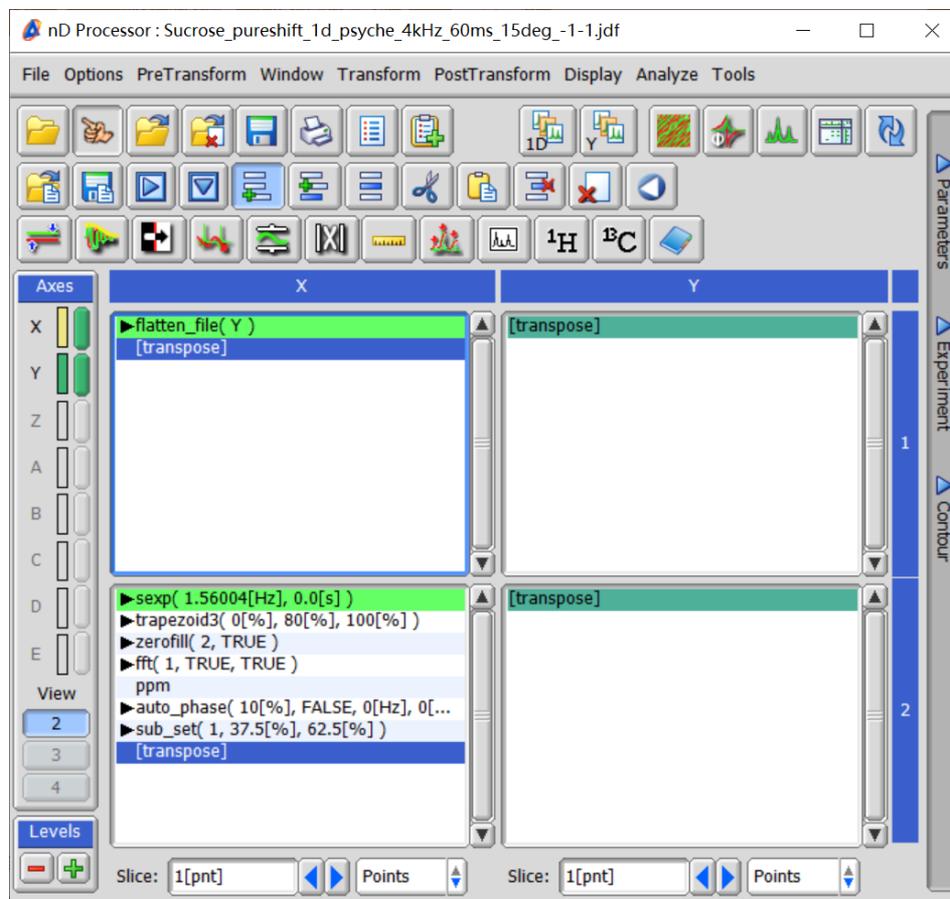
chirp_atn_psyche

设定完成提交实验即可。

去耦效果不好或灵敏度太低则优化以上①②③三个参数

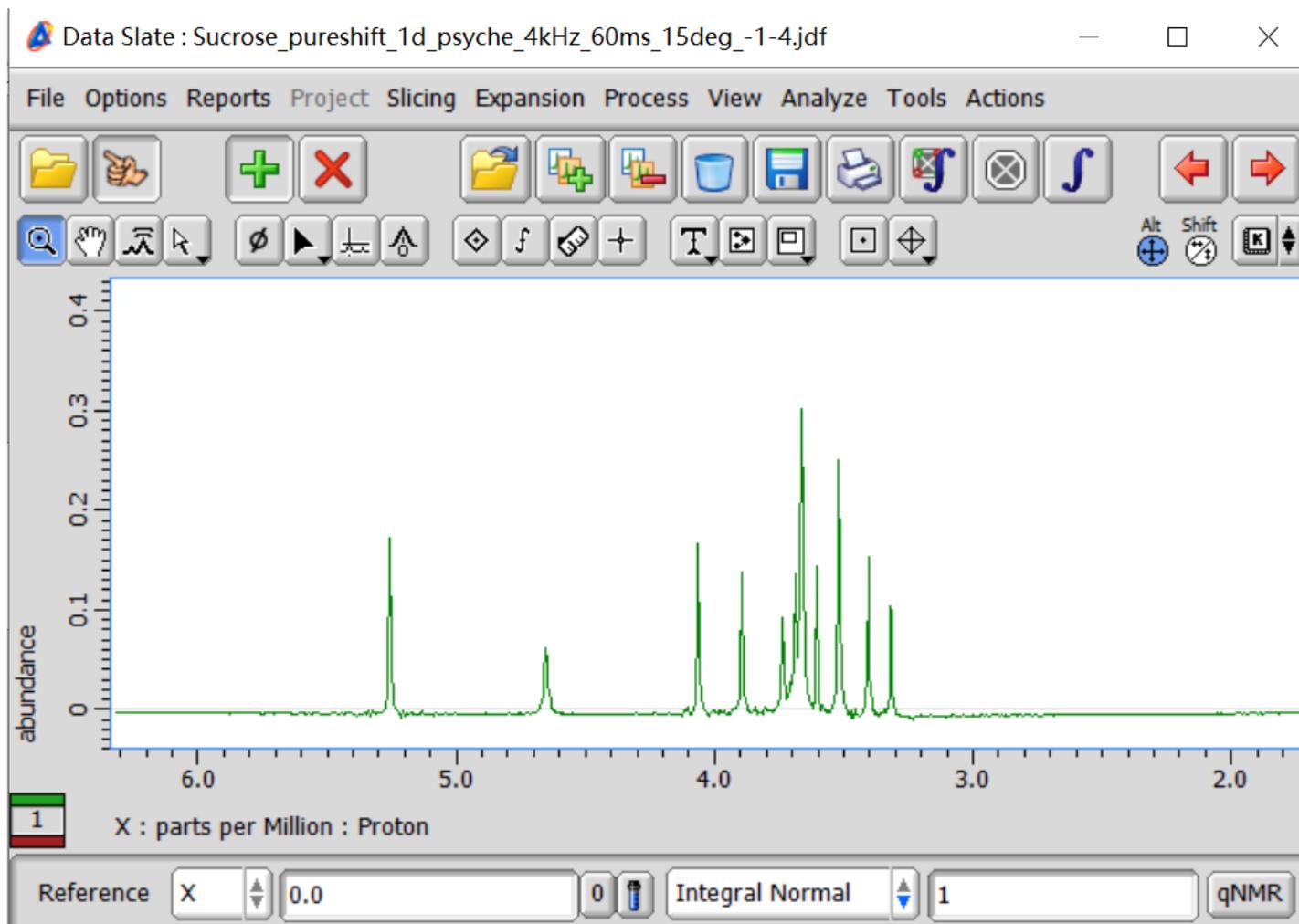
➤ 数据处理:

实验结束，打开数据如以下界面，直接点开数据书写板  即可查看。



➤ 数据处理:

调相位、标峰、积分等处理可直接在此界面进行。



➤ 数据处理:

如需更改傅里叶变换前的处理列表, 请按以下步骤操作:

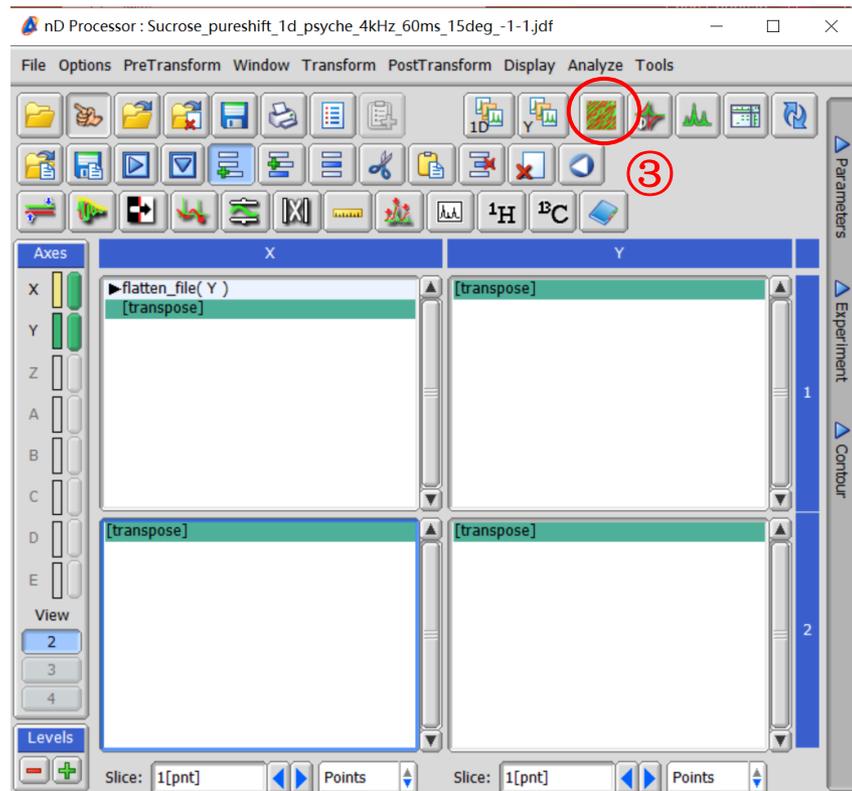
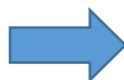
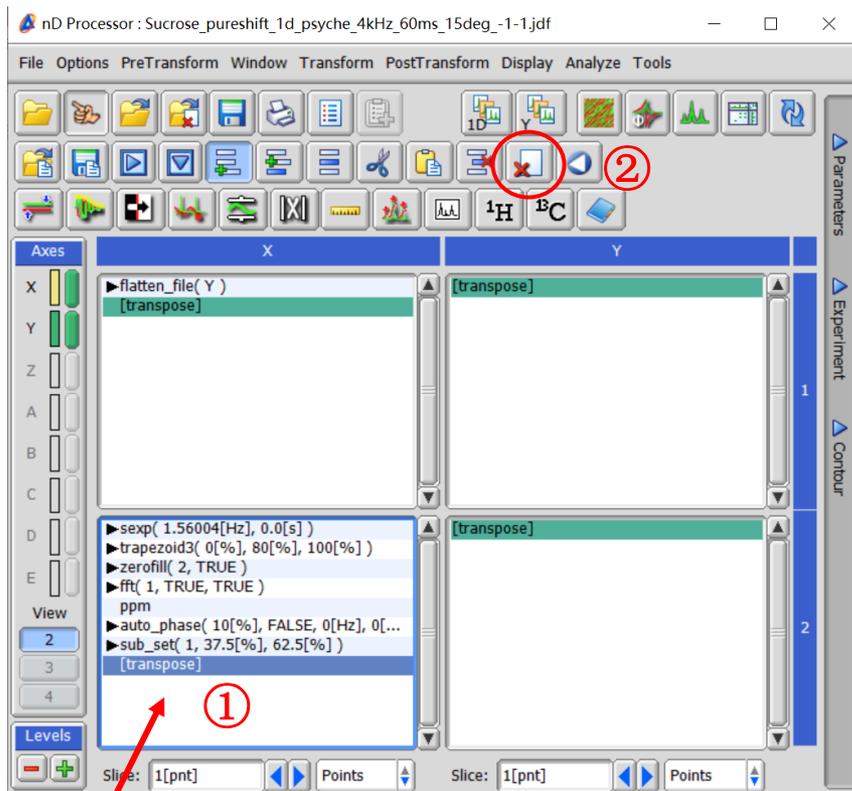
①选择列表→②删除已有处理列表



→③点开

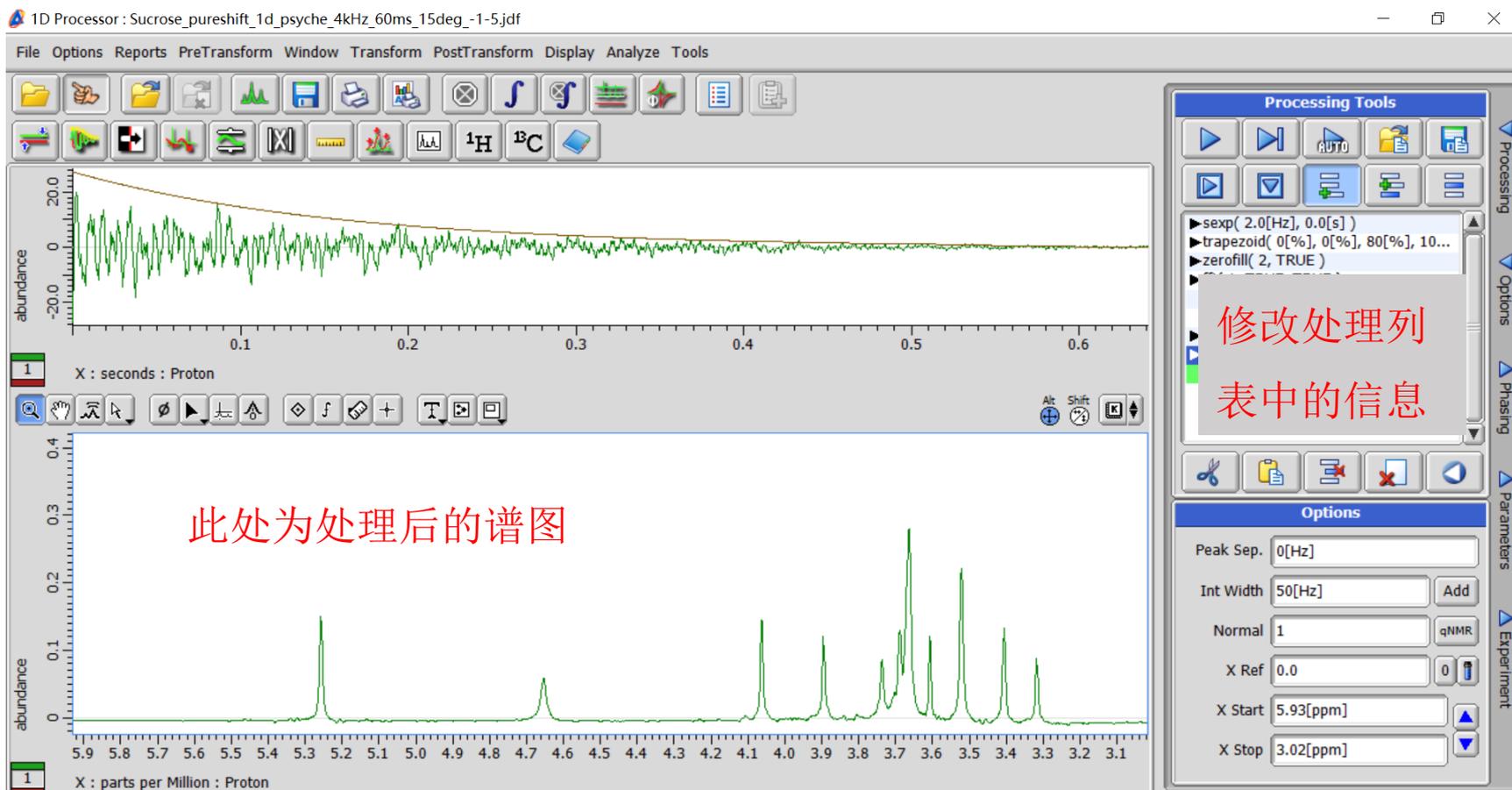


窗口

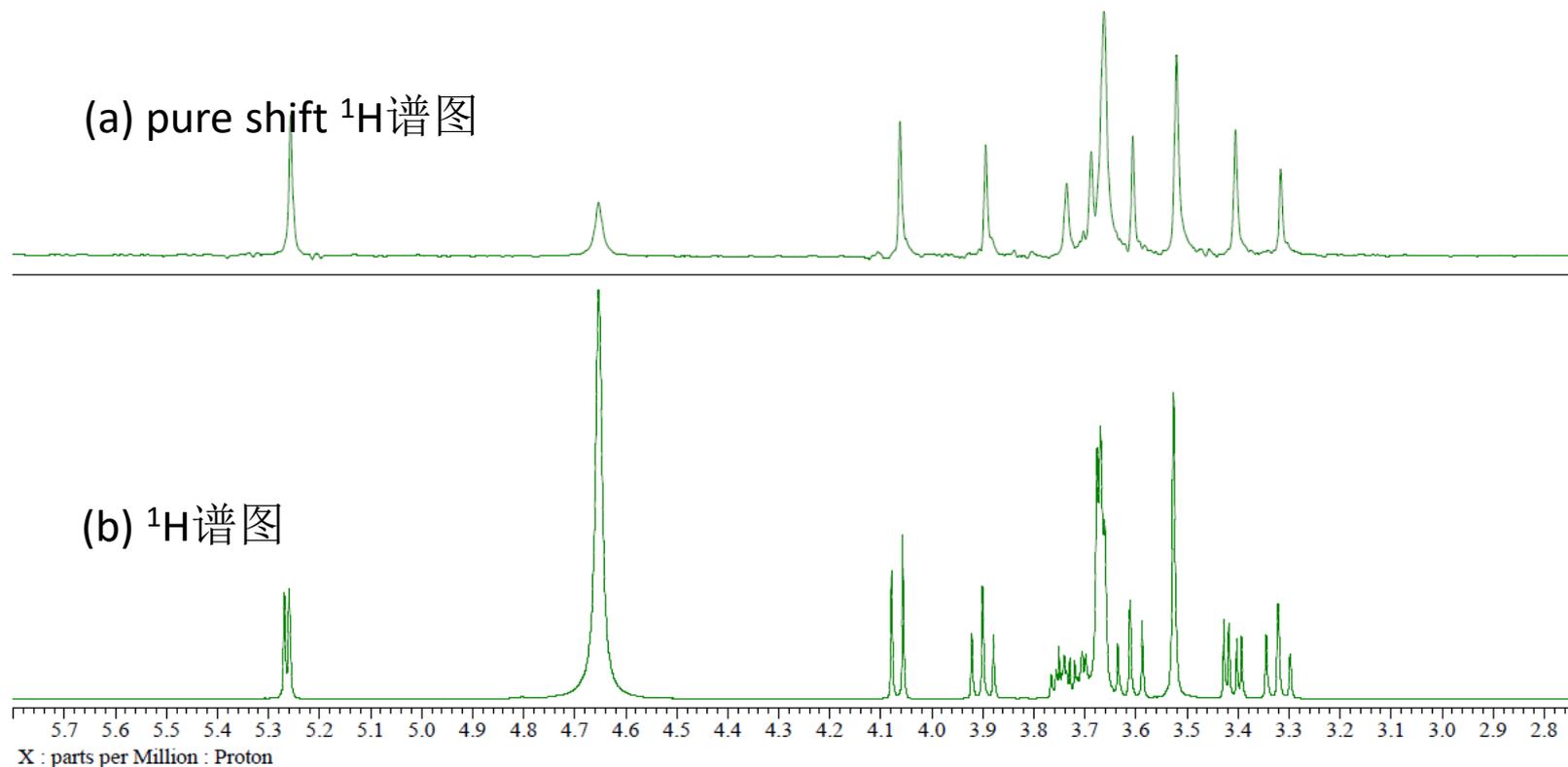


鼠标选中此窗口

在此界面可进行与普通一维谱图相同的处理



➤ 实验结果:



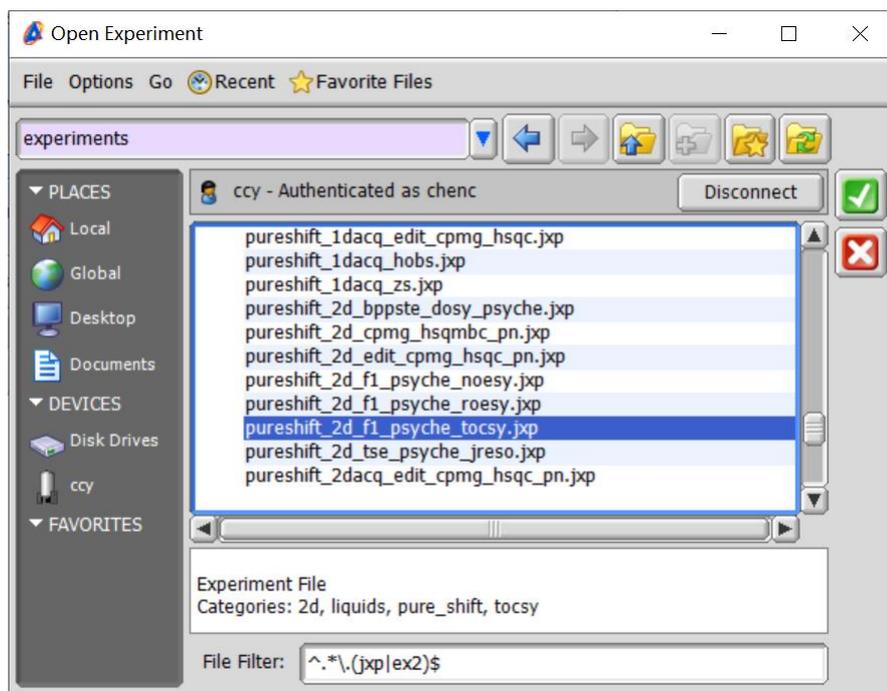
示例样品: 0.5mM Sucrose的重水溶液

测试参数参考: `x_acq_time: 20[ms];`
`y_points: 32;`
`obs_psy1_m_fsweep: 4[kHz];`
`obs_psy1_m_pulse: 60[ms];`
`obs_psy1_beta_deg: 15[deg]。`

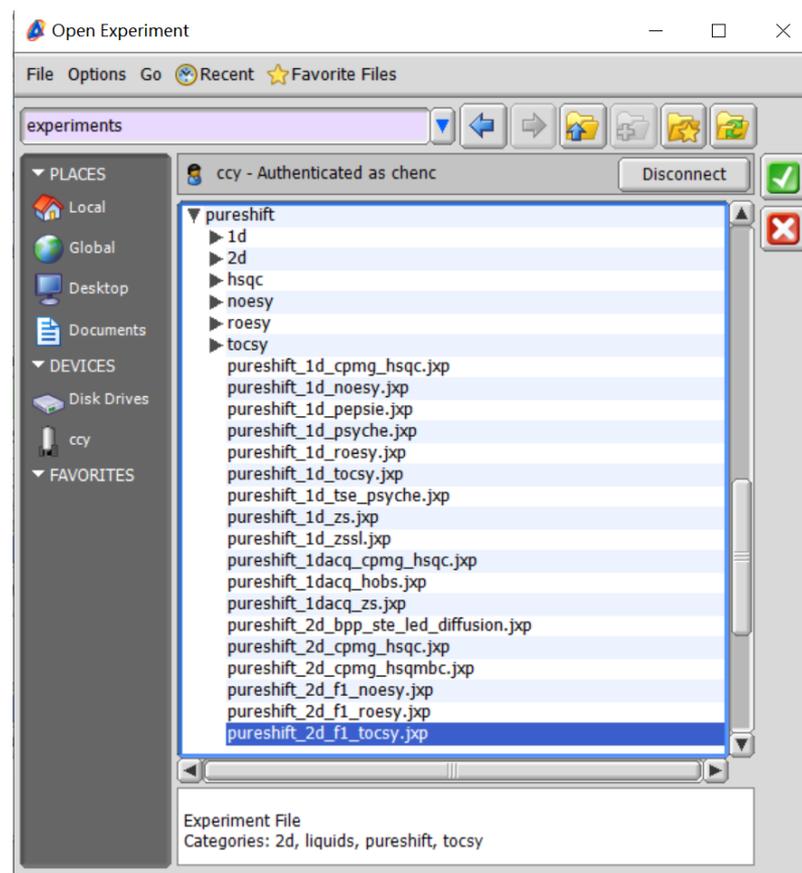
2. 二维实验测定（此处介绍常用的TOCSY及HSQC实验）

- TOCSY实验脉冲选择：
`pureshift_2d_f1_psyche_tocsy.jxp`
`pureshift_2d_f1_tocsy.jxp`

Delta v5.3



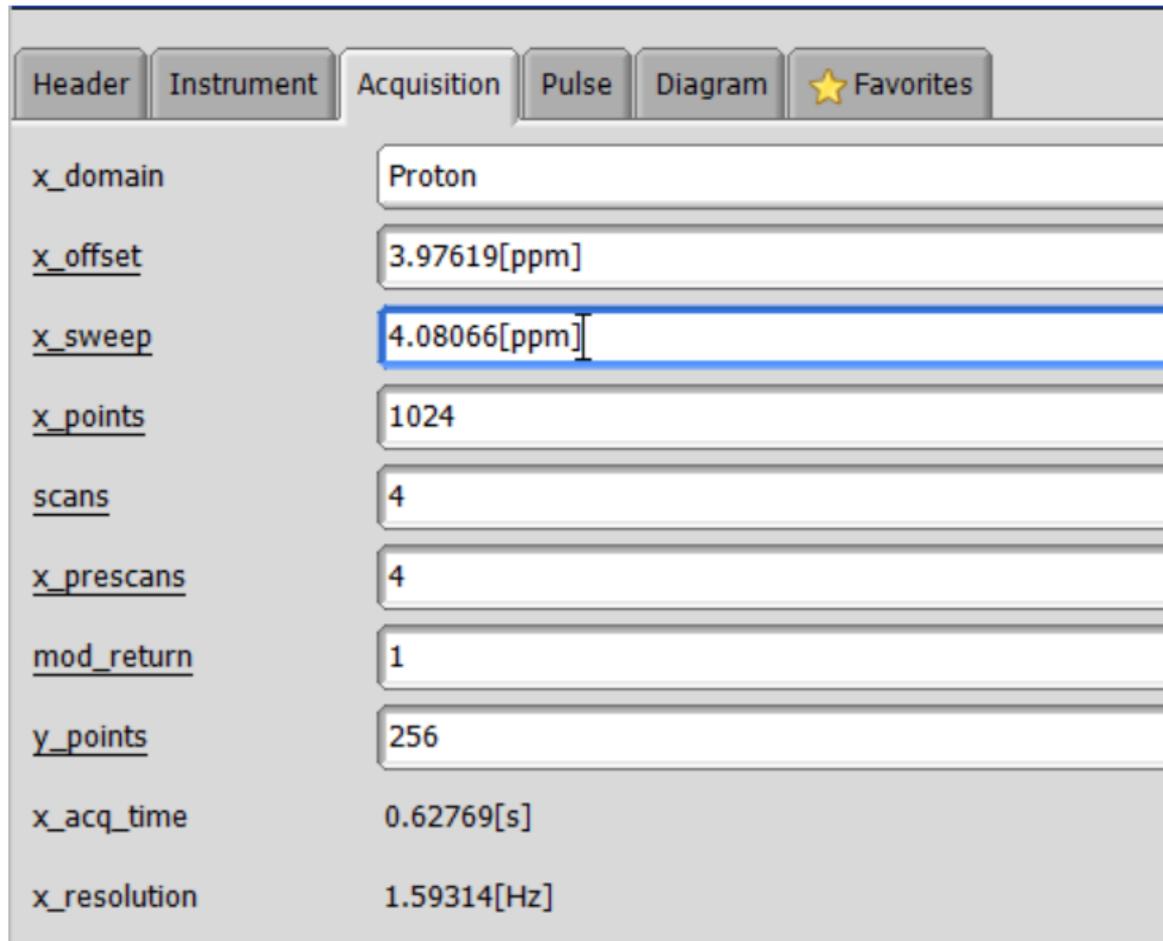
Delta v6.0



➤ 实验参数设定: **Acquisition** (与普通TOCSY测试相同)

x_offset、x_sweep、x_acq_time根据一维氢谱设定

x_points: 1024; y_points: 256; 也可视谱图要求自行设定, 其他使用默认值。



Parameter	Value
x_domain	Proton
x_offset	3.97619[ppm]
x_sweep	4.08066[ppm]
x_points	1024
scans	4
x_prescans	4
mod_return	1
y_points	256
x_acq_time	0.62769[s]
x_resolution	1.59314[Hz]

➤ 实验参数设定: Pulse

设定mix_time，PSYCHE条件参数与一维pure shift ^1H 谱中参数相同，其他参数默认

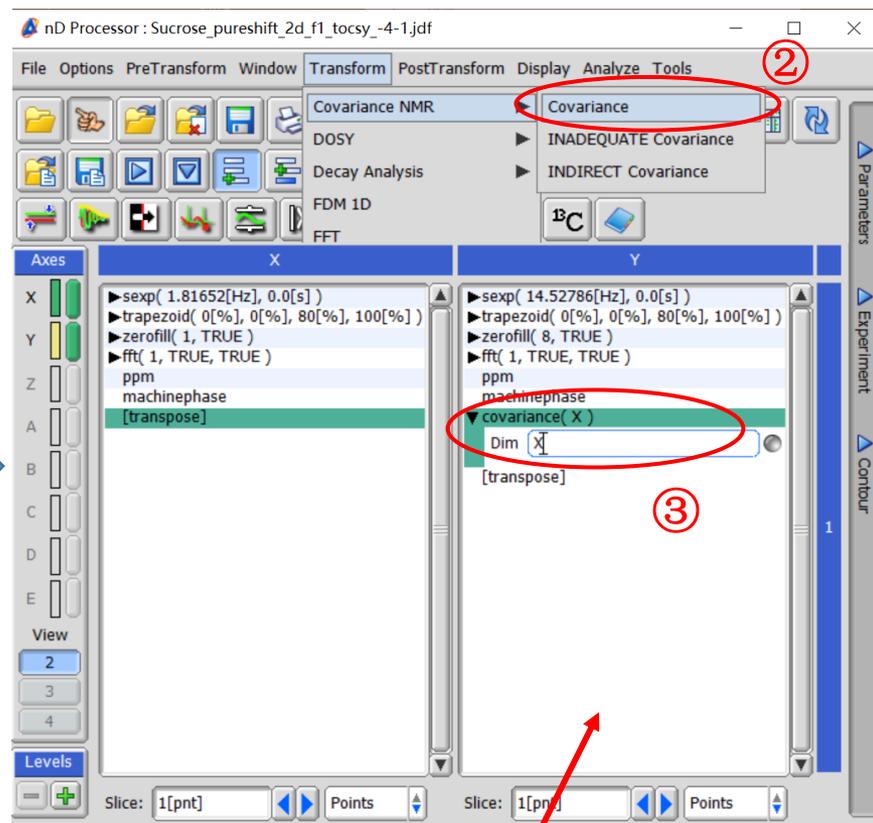
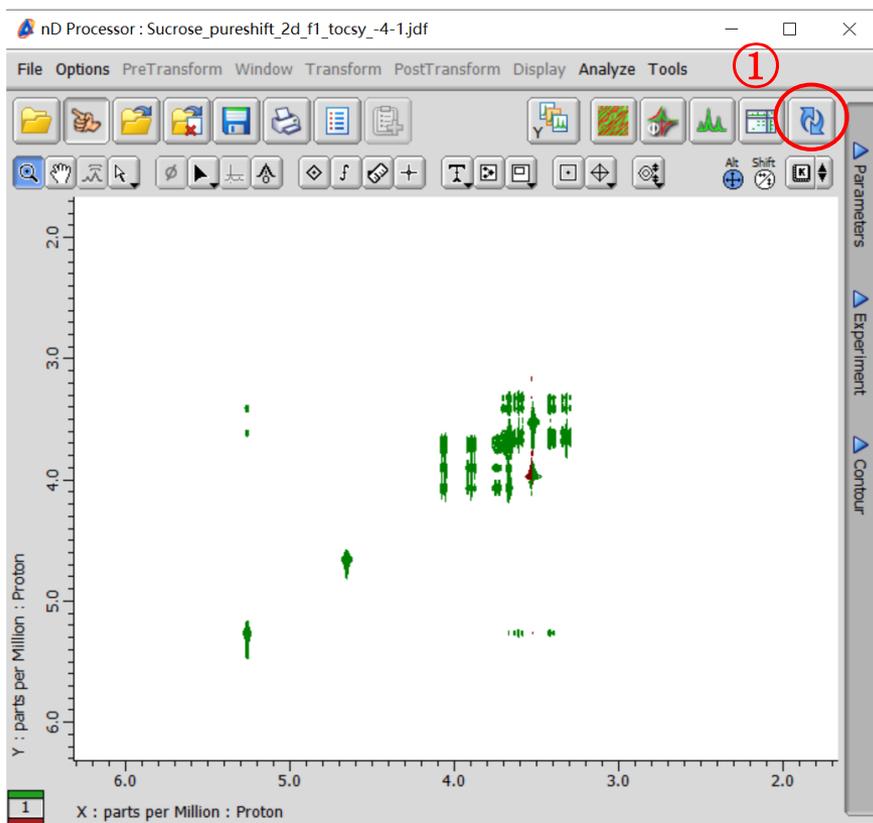
Parameter	Value
<u>mix_time</u>	80[ms]
mix_time_loop	169
total_mix_time	80.06844[ms]
PSYCHE condition	
obs_psy_shape	SALTIRE_CHIRP
<u>obs_psy1_m_fsweep</u>	4[kHz]
obs_psy1_sweep_ppm	10[ppm]
<u>obs_psy1_m_pulse</u>	60[ms]
<u>obs_psy1_beta_deg</u>	15[deg]

设定完成提交实验即可。

TOCSY实验之前应做好一维氢谱的pure shift实验，完成参数优化，二维实验不再优化参数。

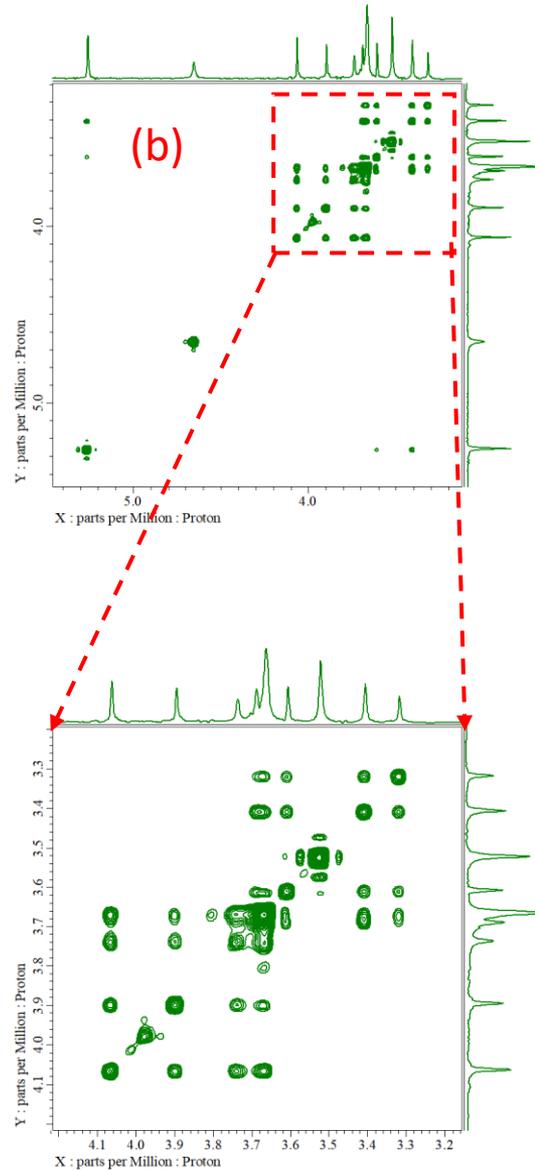
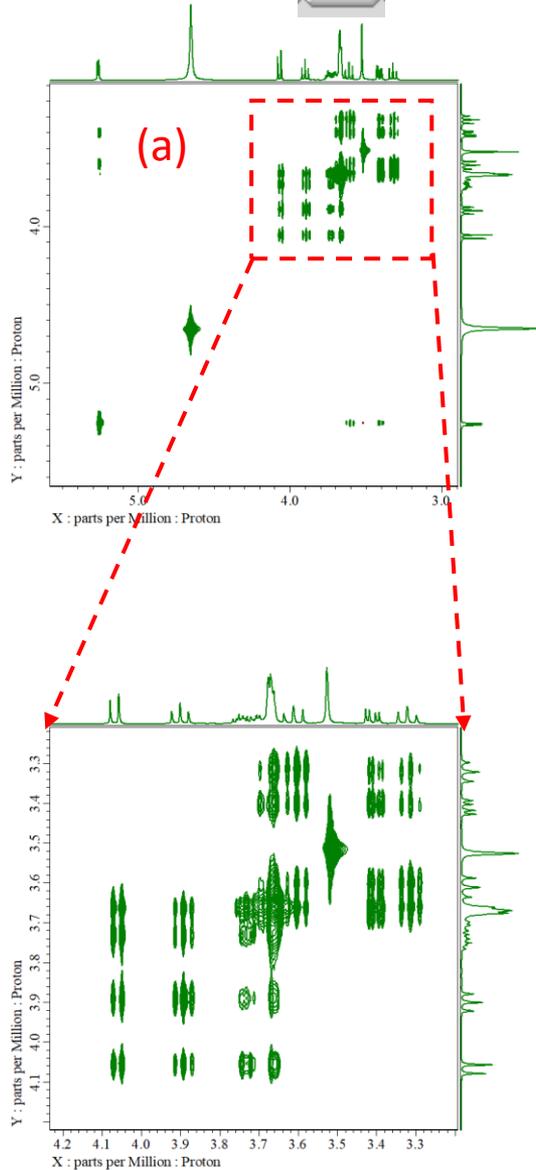
➤ 数据处理:

实验结束，打开数据如以下界面，①点击 ，回到数据处理界面；
鼠标选择Y轴处理列表，②添加Covariance，③修改为X。



➤ 数据处理及实验结果:

再点开2D浏览器  即可查看处理。

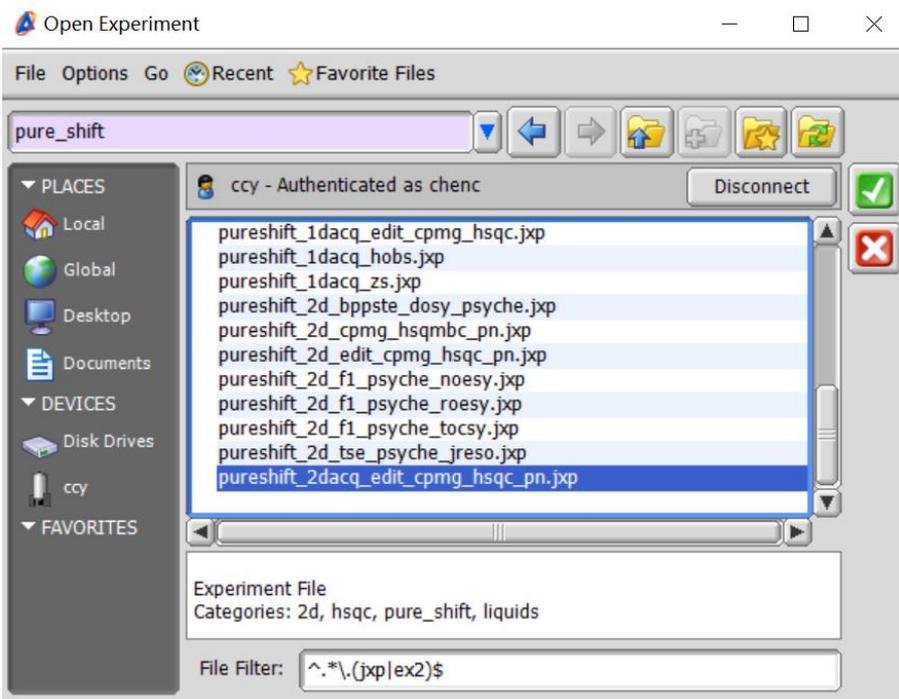


(a) Sucrose的TOCSY谱图; (b) Sucrose的F1维pure shift的TOCSY谱图

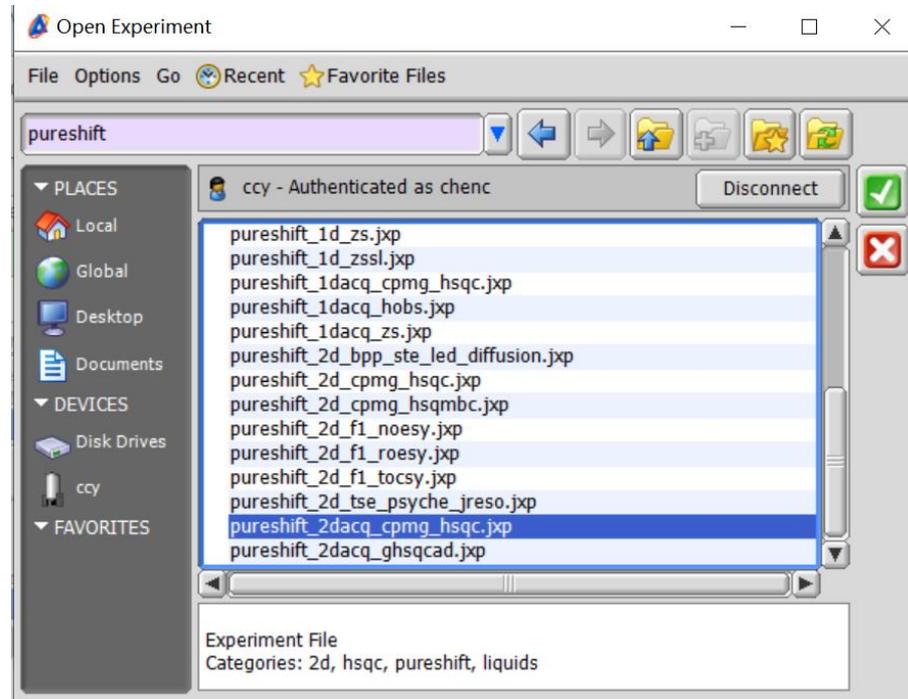
2. 二维实验测定（此处介绍常用的TOCSY及HSQC实验）

- HSQC实验脉冲选择：
`pureshift_2dacq_edit_cpmg_hsqc_pn.jxp`
`pureshift_2dacq_cpmg_hsqc.jxp`

Delta v5.3



Delta v6.0



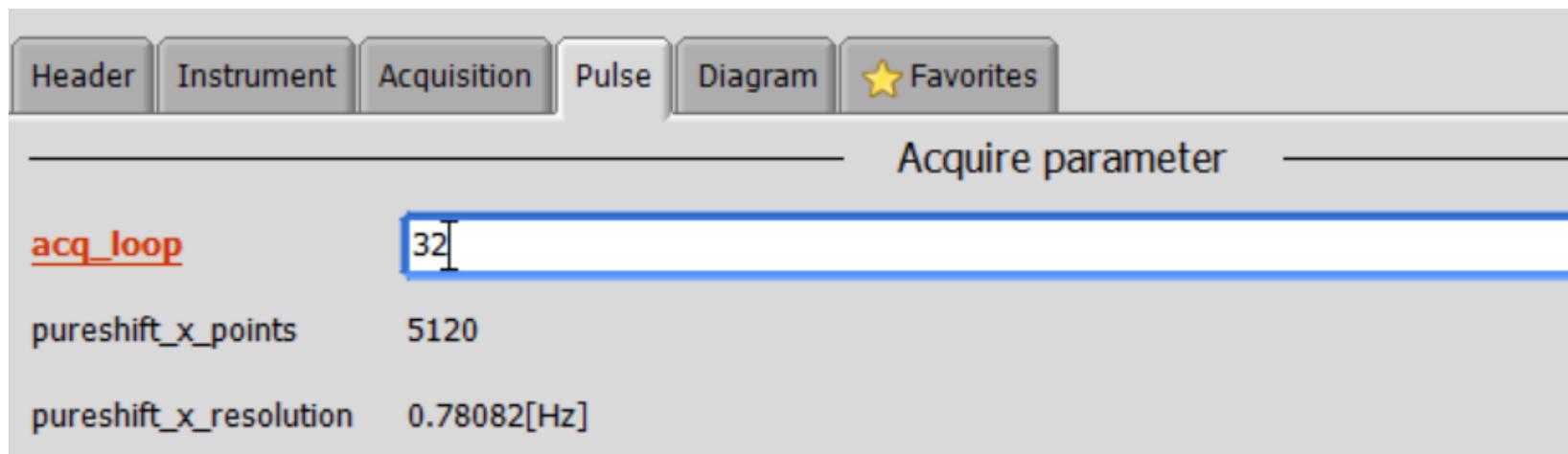
➤ 实验参数设定：**Acquisition**（与普通HSQC实验参数相同）

x_offset、x_sweep、x_acq_time、x_points、y_points同上述设定相同。

y_offset、y_sweep根据碳谱信号化学位移分布范围而定。

➤ 实验参数设定：**Pulse**

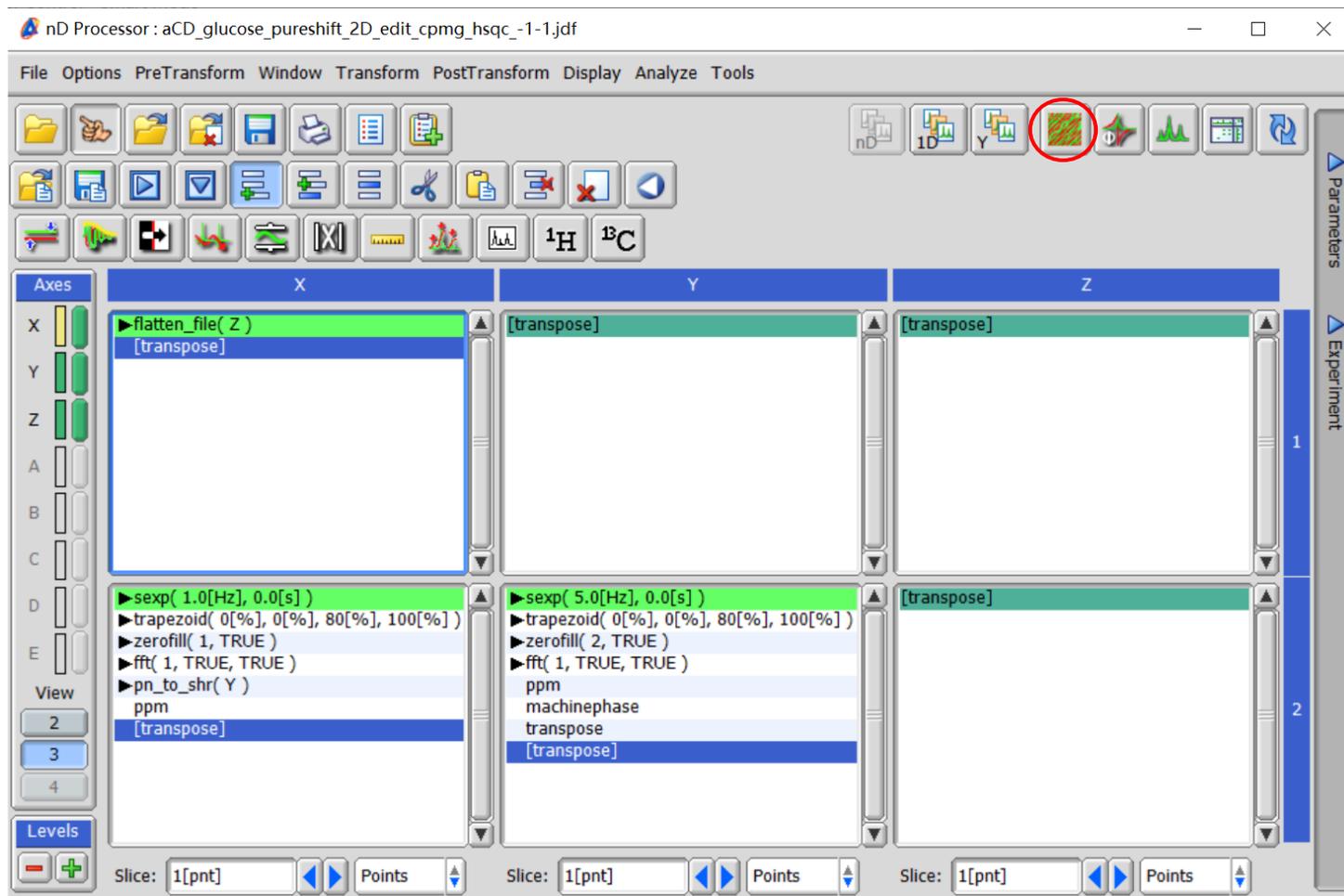
设定acq_loop: 32；其他参数与普通HSQC参数相同，使用默认值即可。



设定完成提交实验即可。

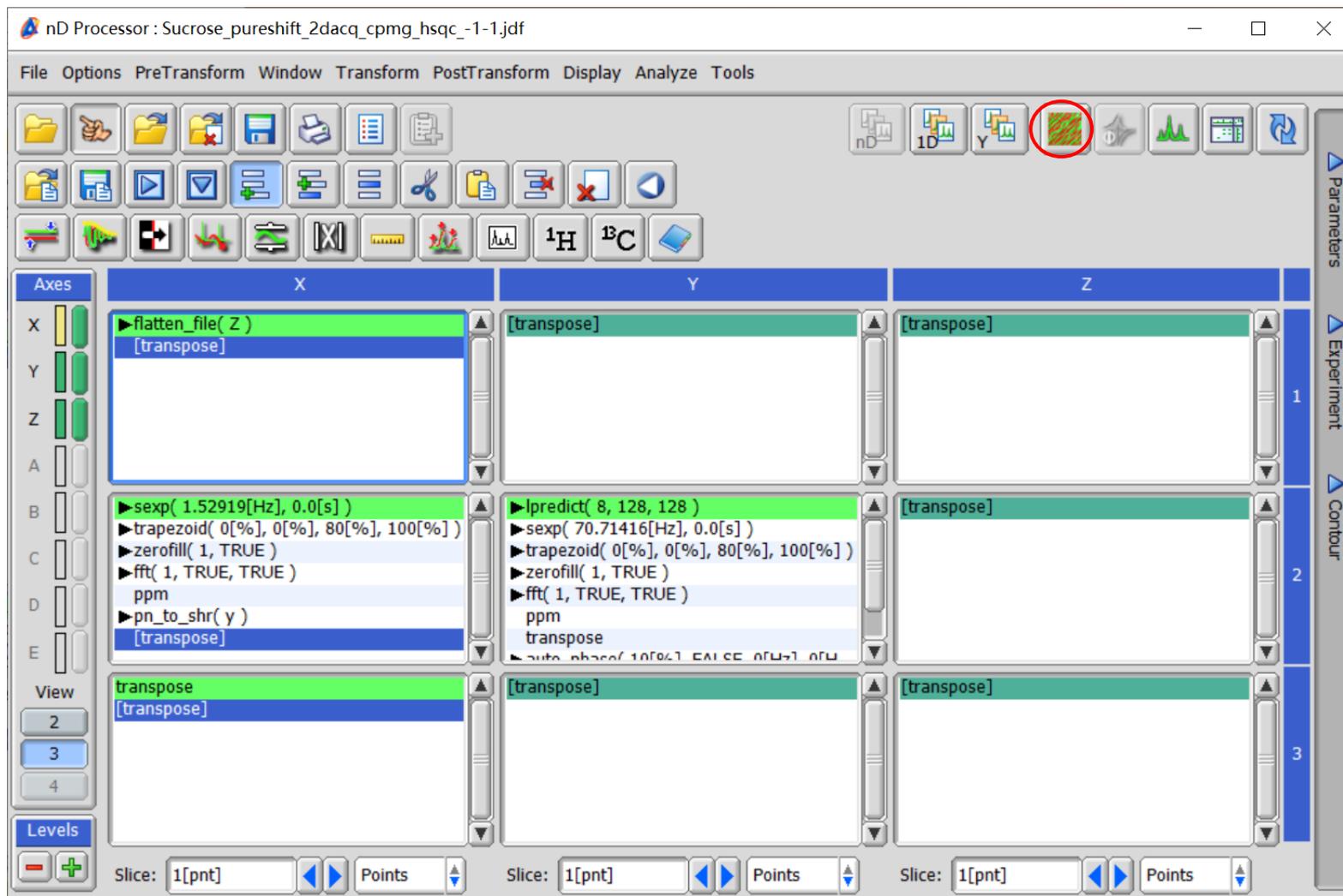
➤ 数据处理：实验结束，打开数据如以下界面

delta V5.3:



➤ 数据处理：实验结束，打开数据如以下界面

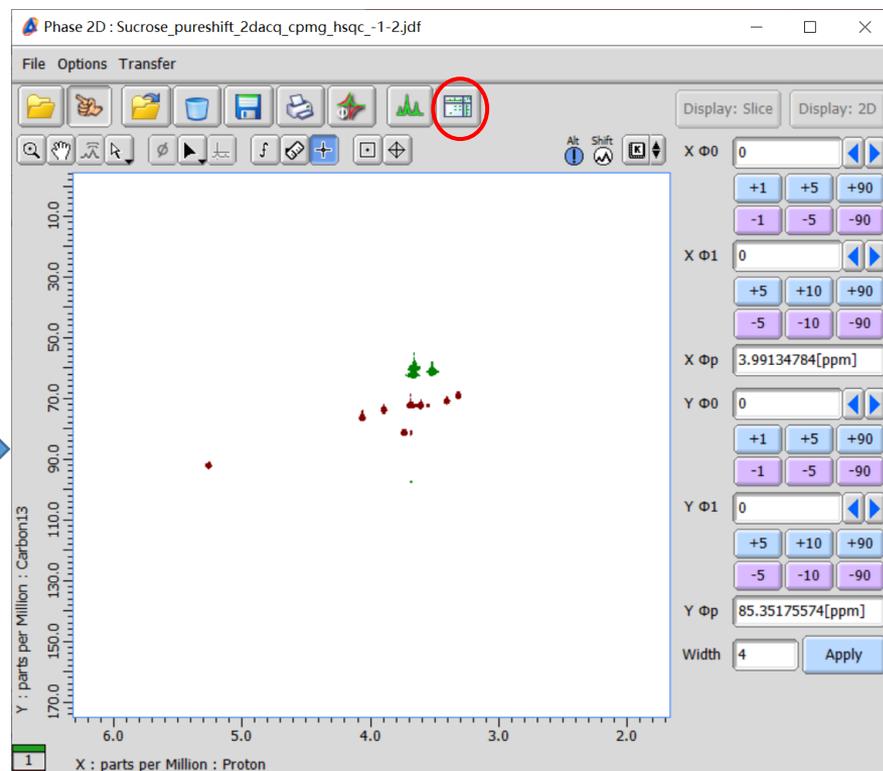
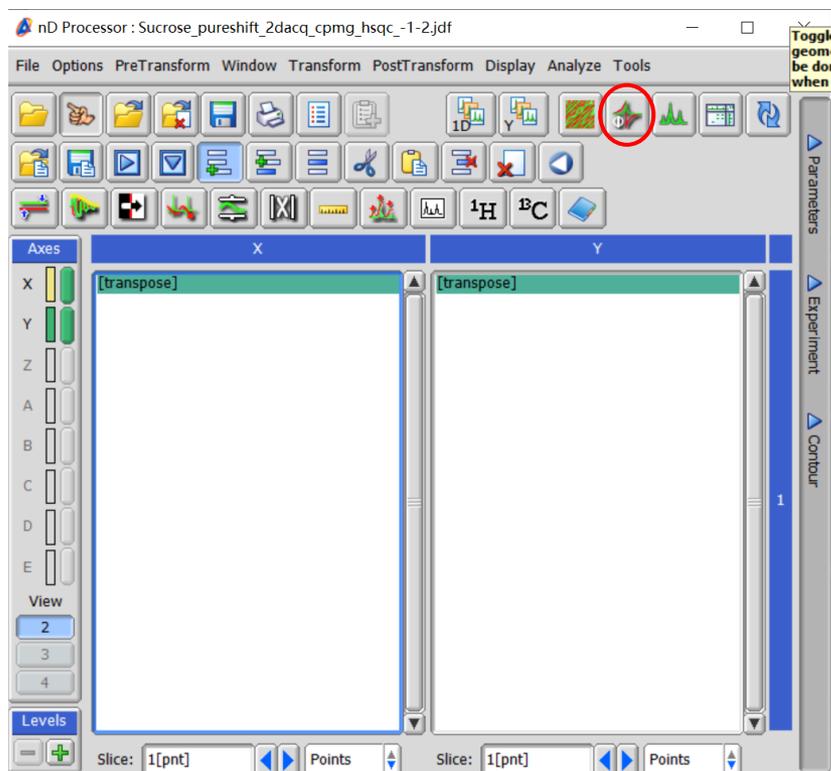
delta V6.0:



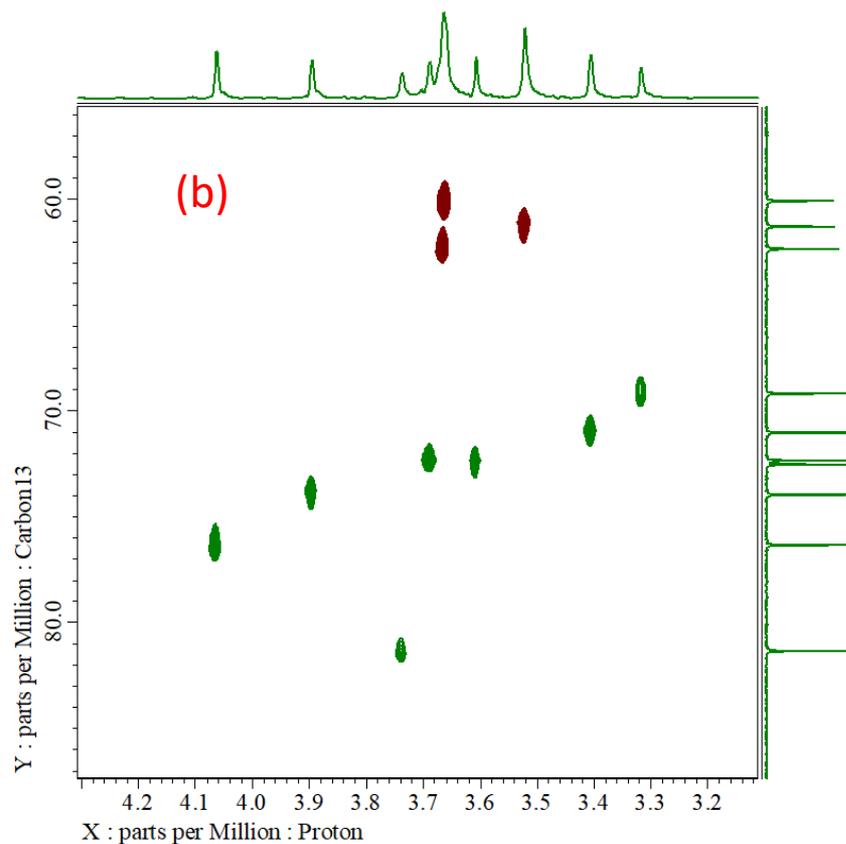
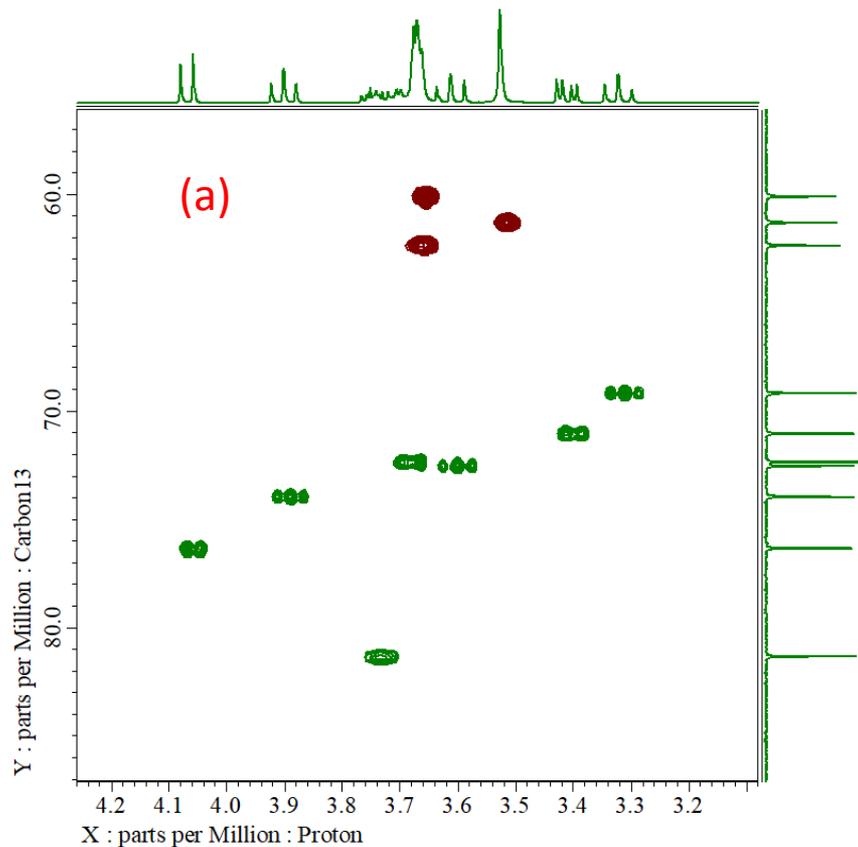
➤ 数据处理:

点开  按钮，转到如下界面

→再点  调相位 → 调完相位后，点开2D浏览器  即可查看谱图



➤ 实验结果:



(a) Sucrose的HSQC谱图； (b) Sucrose的F1维pure shift的HSQC谱图

其他二维实验设定与上述实验类似，如遇问题请联系工程师。