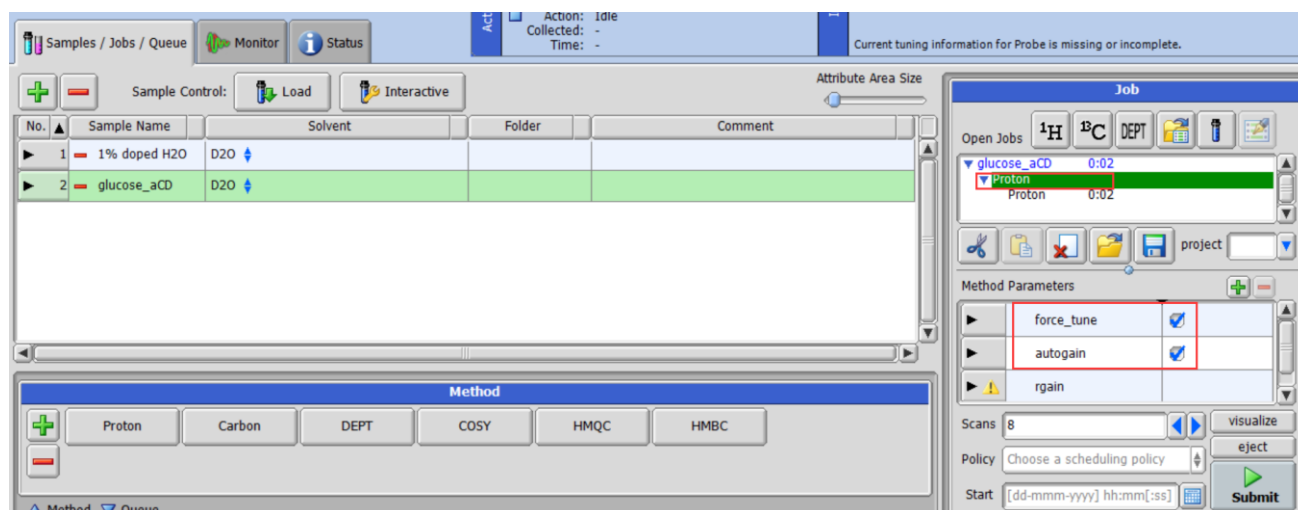


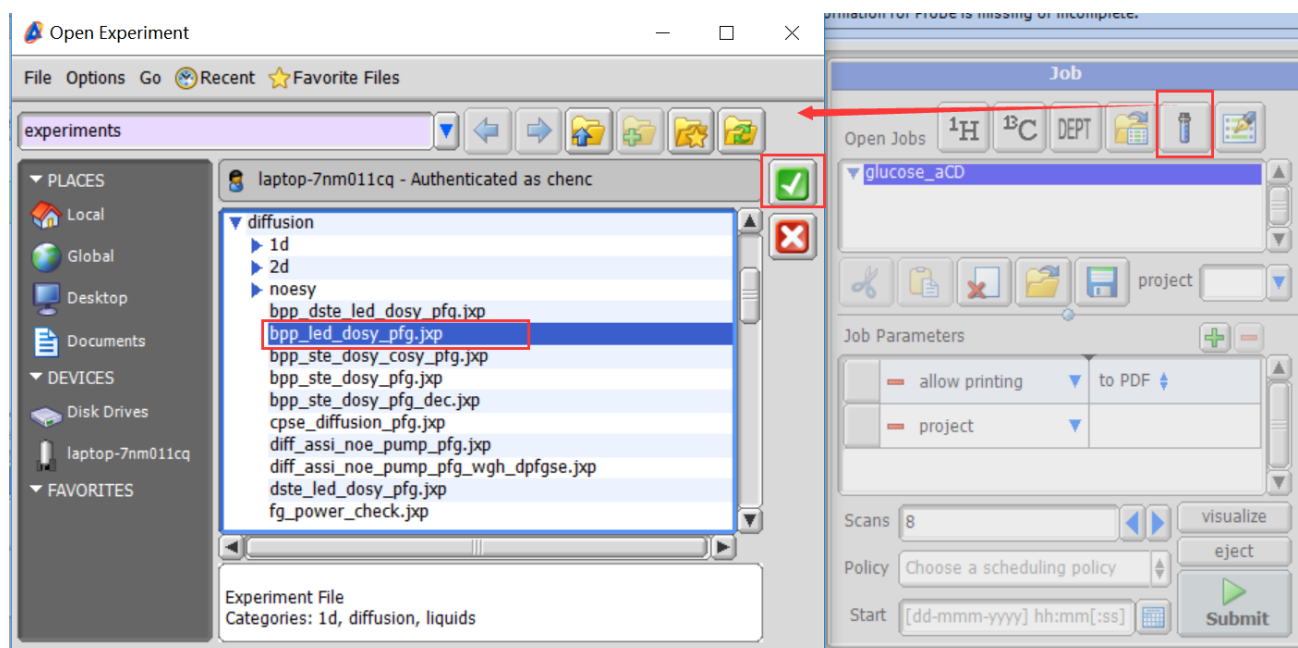
DOSY 测试及扩散系数计算

注意：DOSY 实验中一定要将温控打开，在恒定的温度下进行实验！且不能旋转样品！！

1. 测试参数 Load 样品（此处以 glucose_20mg, α -cyclodextrin_20mg in D2O 为例），打开控温。
2. 测试氢谱，勾选 autogain 和 fortune，记录谱图，通过氢谱判断匀场好坏，如果匀场不好需要进行手动点开自动匀场工具进行梯度匀场。

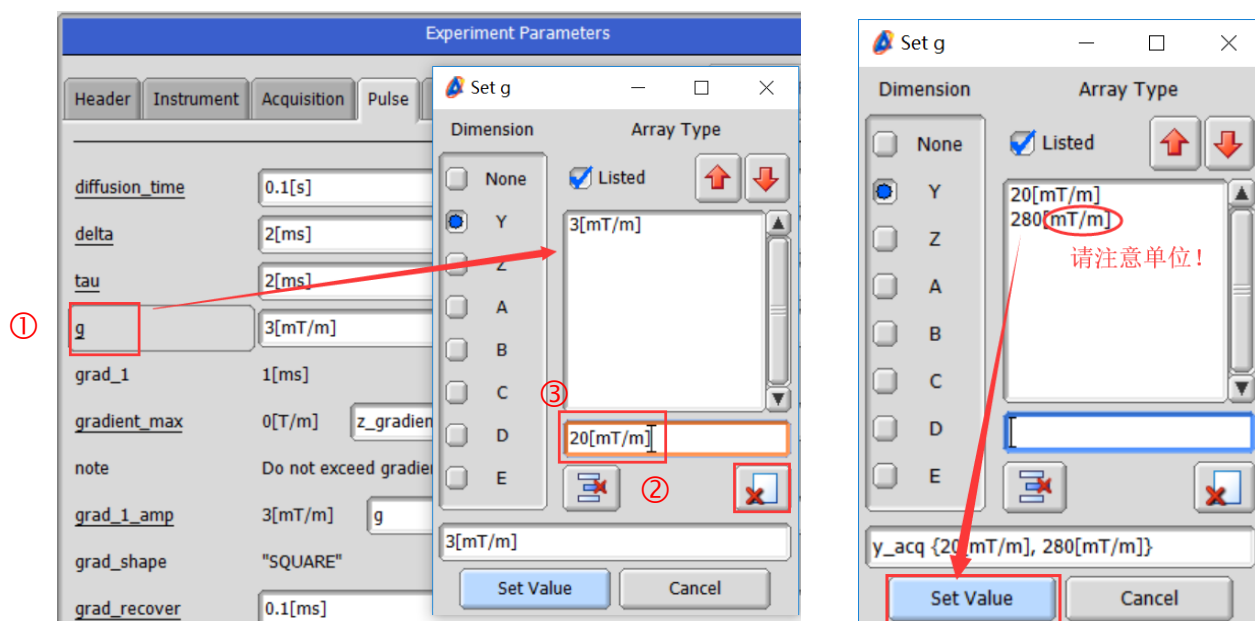


3. 打开  按钮，选择 Global/diffusion/bpp_led_dosy_pfg.jxp（也可以使用 bpp_dste_led_dosy_pfg.jxp）方法。

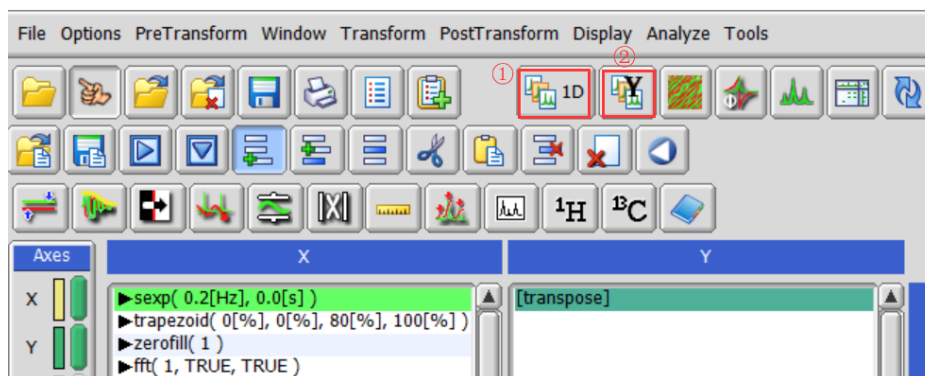


4. 打开实验方法，根据步骤 2 测得的氢谱，填入 Receiver_gain 值，设置合适的 x_sweep, x_offset, x_points。扫描次数设为 1 次，预扫描 1 次，diffusion_time 为 100ms, g 设置为 20mT 和 280mT，在 array 中设置

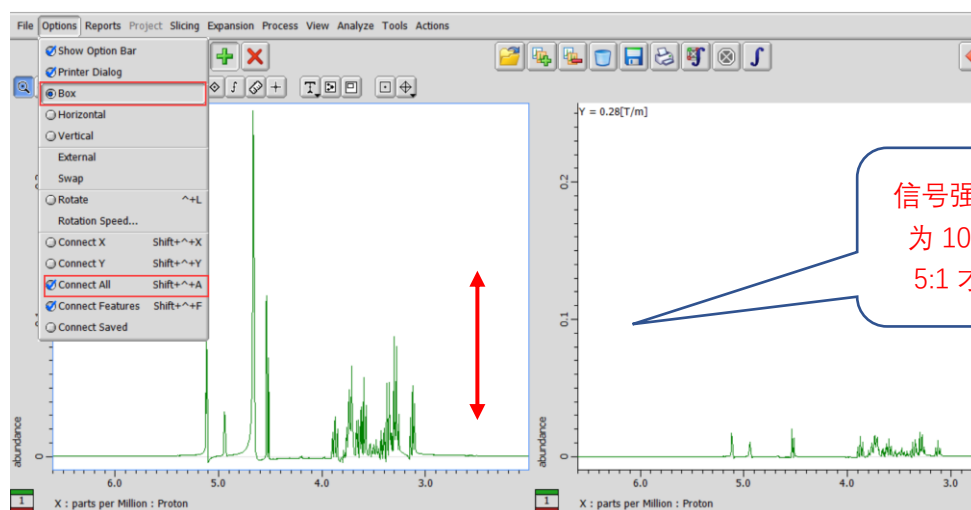
(如下图，点开 g 值 array 设置窗口①→删掉之前的数值②→输入 g 值③，输入过程中请注意单位→输入完点击 Set Value)，t_e 值为 50ms，其他参数保持默认值。



5. 设置完参数后提交实验采集数据。打开数据，先点开 1D 调相位①→再打开 Y 轴排列展开的谱图②，如下图所示，比较两个谱图的信号强度（不比较溶剂信号）：



比较溶剂峰强度方法：(1) 对比观察（Options_Box→勾选 Connect All→在其中一个图上点击 Home 键，即可对比两图信号高度）；(2) 或者直接量取峰高（选择十字光标  读取位置的 Intensity）。

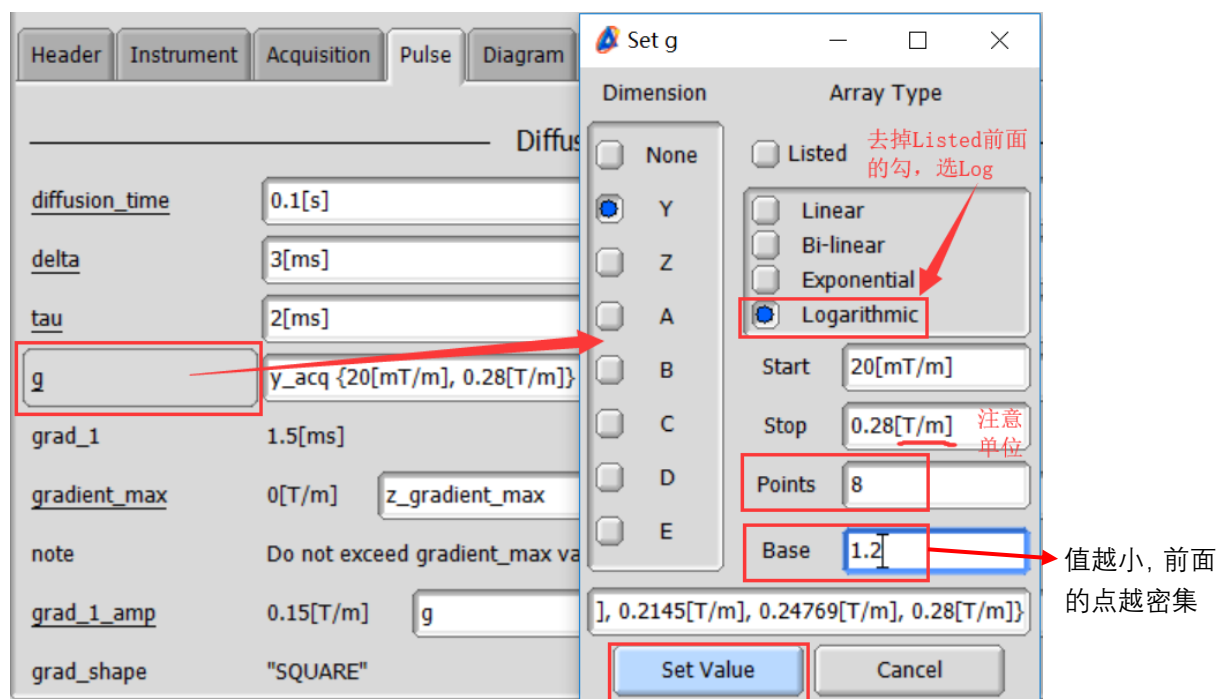


如果两峰信号强度明显小于 5: 1, 就需要增大 diffusion_time (即为大 Δ) 或是 delta (即为小 δ), 一般情况大 Δ 的值不建议修改, 因此一般优化参数 delta 值。

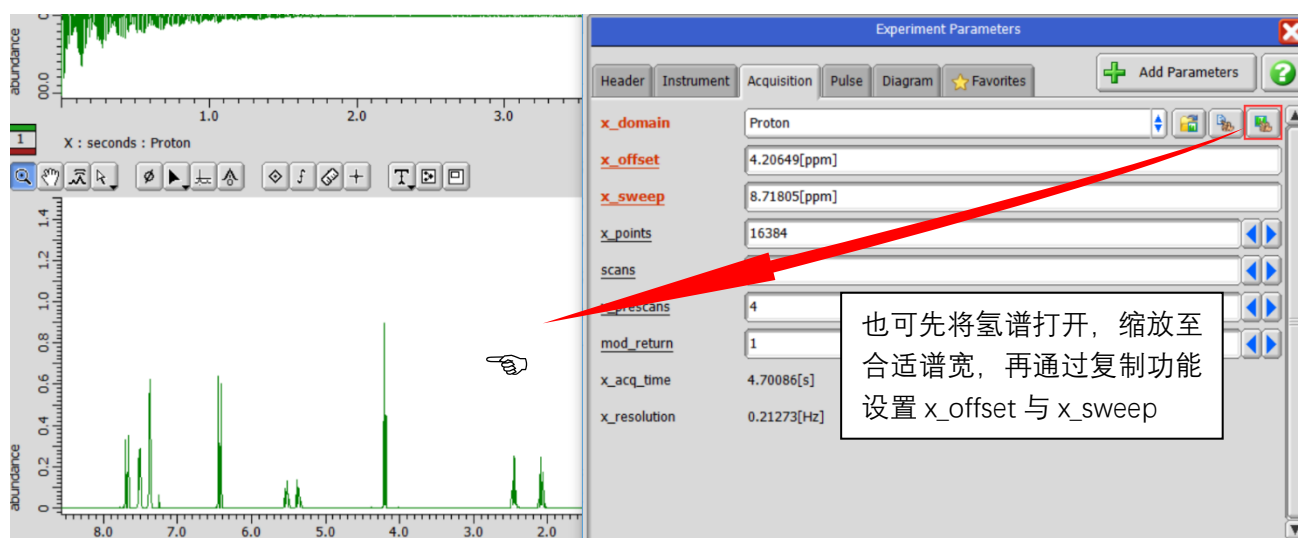
注意: 1) 该实验 (含有 bpp 的实验都不能) 中不能使 $\delta > 10 \text{ ms}$, 不然会损坏梯度场线圈!!!

2) 在混合物中找到合适的 delta 条件比较困难, 因为不同的化合物的扩散系数差别较大。

- 优化完参数之后, 打开之前的脉冲序列, 自动匀场, 设置扫描次数 8 次, 预扫描 4 次, g 设置为 20-280 mT/m (如下图), 推荐使用图中参数, 设置完成点击 Set Value;

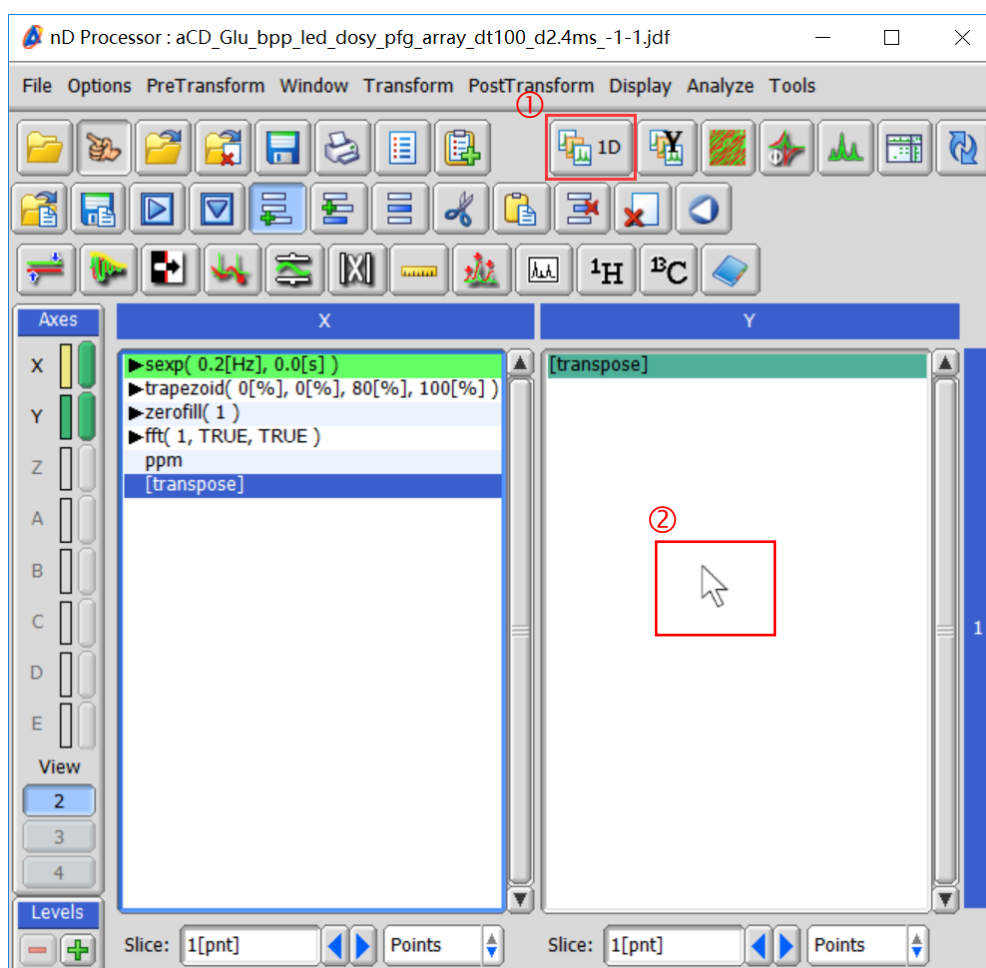


→diffusion time 和 delta 设置为步骤 5 中优化后的值, relaxation delay 为 7s (一般大于 5 倍的 T_1 值), x_sweep/x_offset/x_points, 参考步骤 2 所得氢谱, 输入合适的谱图范围。

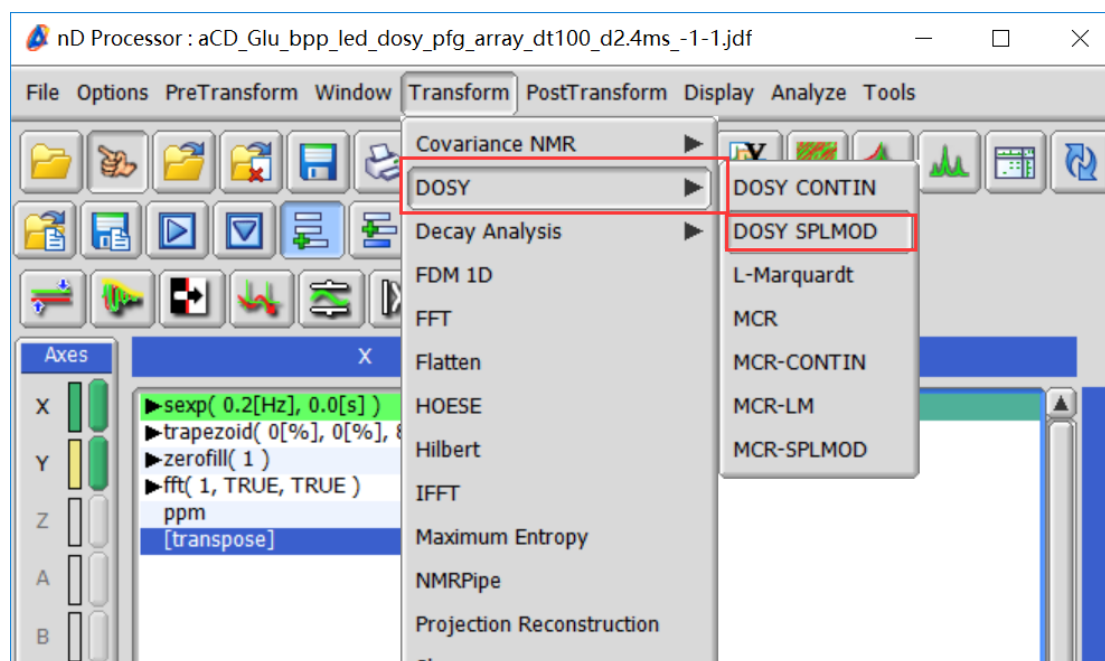


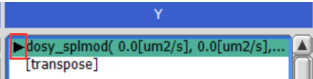
- 设置完成后, 提交实验。
- 测试完成后得到如下谱图。先点开 1D 数据调整相位①, 调完相位后关闭 1D 窗口即可; 再将鼠标移至

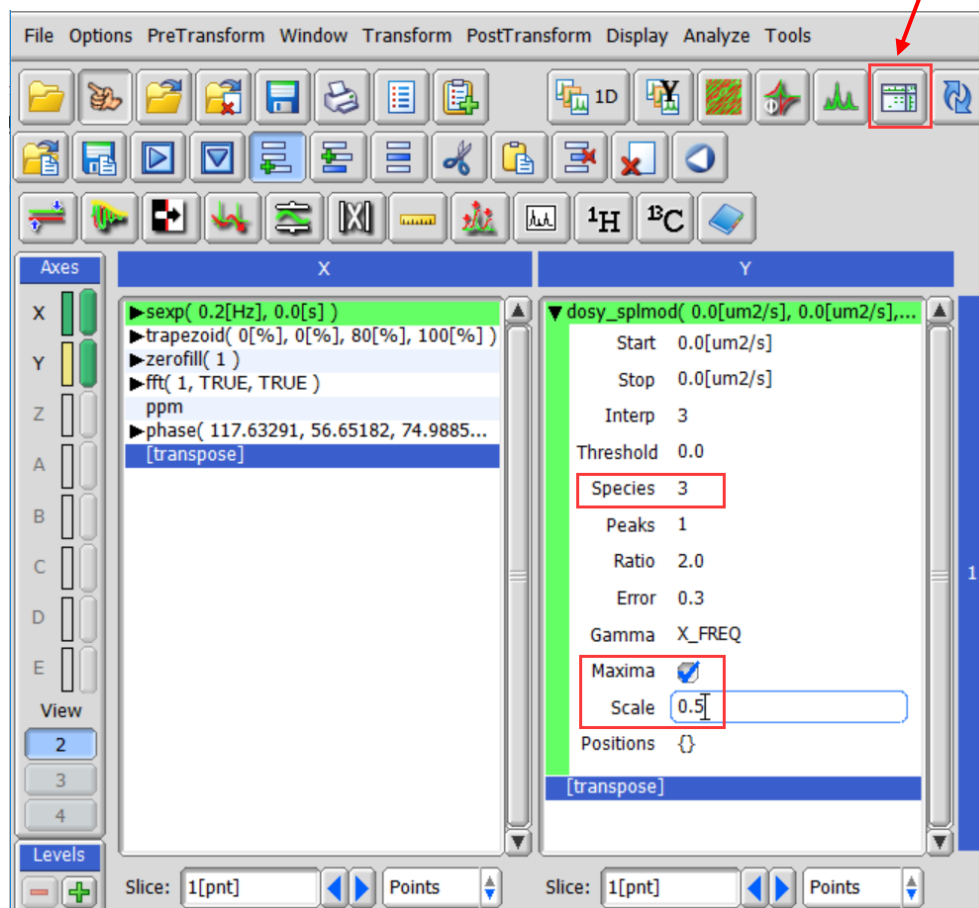
右侧 Y 轴点击空白处②



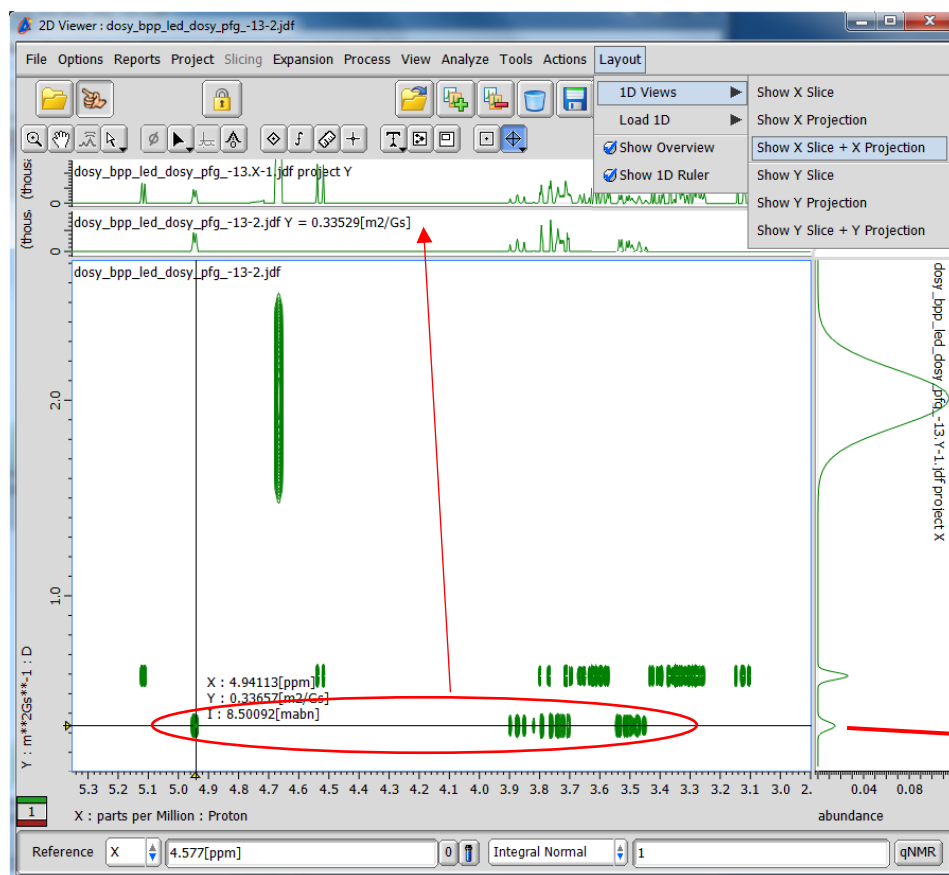
→再从上面的工具栏中添加处理方法: Transform_DOSY_DOSY SPLMOD



再点开方法左边小三角修改参数 ，修改下列参数：Interp 为插入得数据点，建议设为 15，Species 为样品组分数，包括溶剂（如果未知组分数也可不填），Maxima 勾选上，Scale 设置为 0.5（代表 Y 轴的分辨率，值越小，点越小），其他参数使用默认值即可，设置完成后打开 2D Viewer



在任务栏中，打开 Layout_1D Views_Show X Slice + X Projection，点击选取位置的图标，点击信号，即可在 X 轴切割窗口查看到对应的谱图

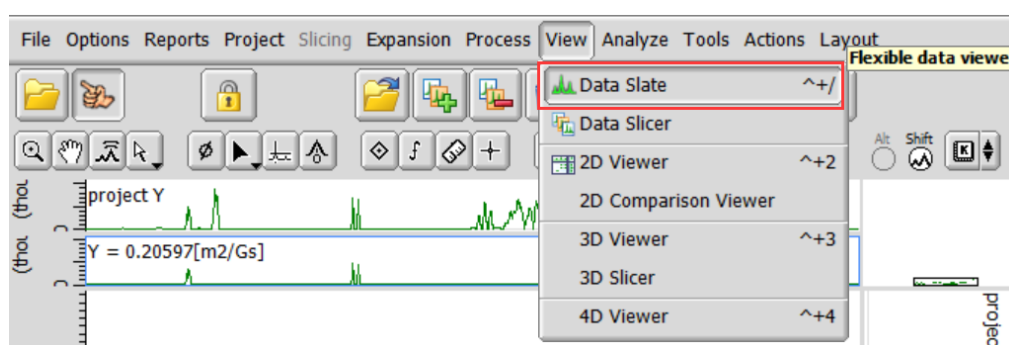


打开谱图后可根据信号位置调整显示范围，将信号放大

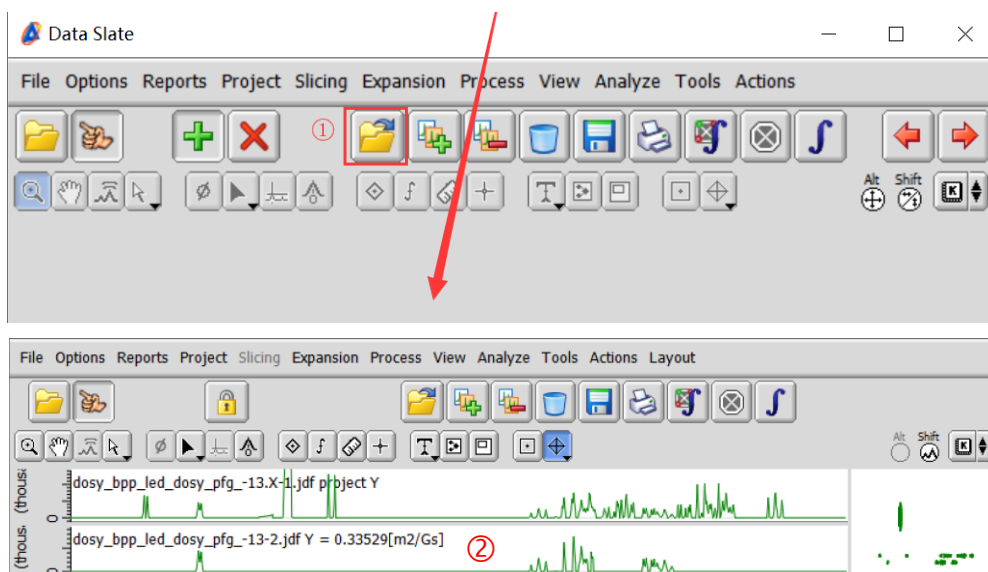
Y 轴表示扩散维，信号对应 Y 轴的位置即为其扩散系数

也可将谱图复制到 Data Slate 中，将每个组分的氢谱分开显示，与纯组分谱图进行对比。

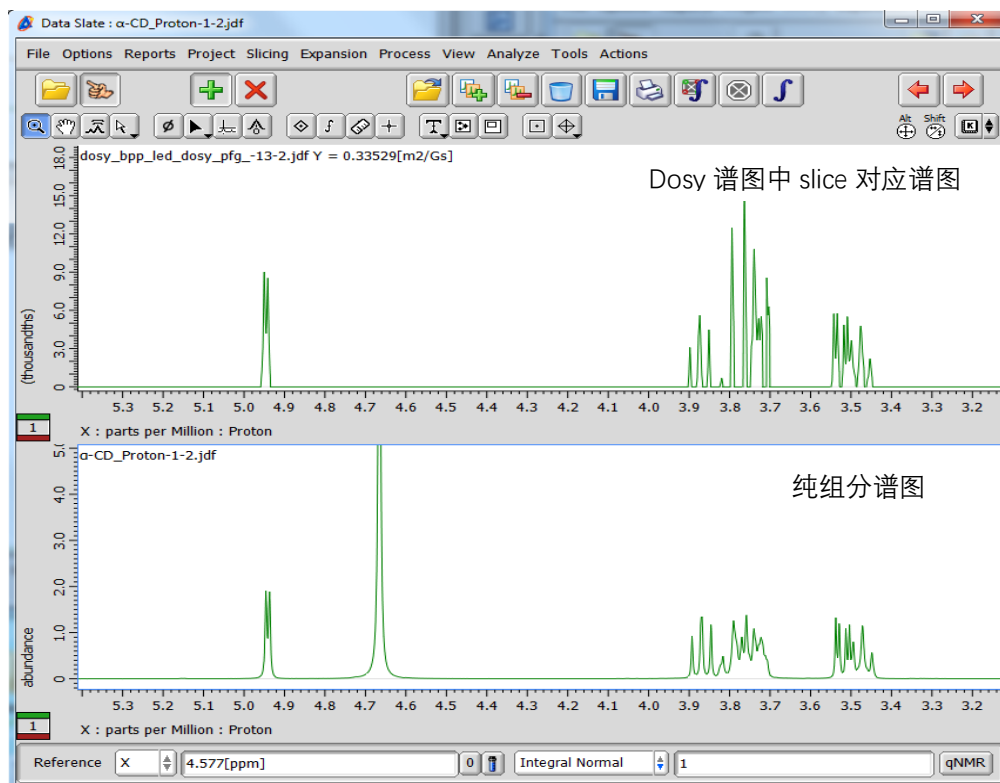
步骤一：先打开 Data Slate 窗口



步骤二：再点击添加文件①→出现手指图标点击切片谱图②

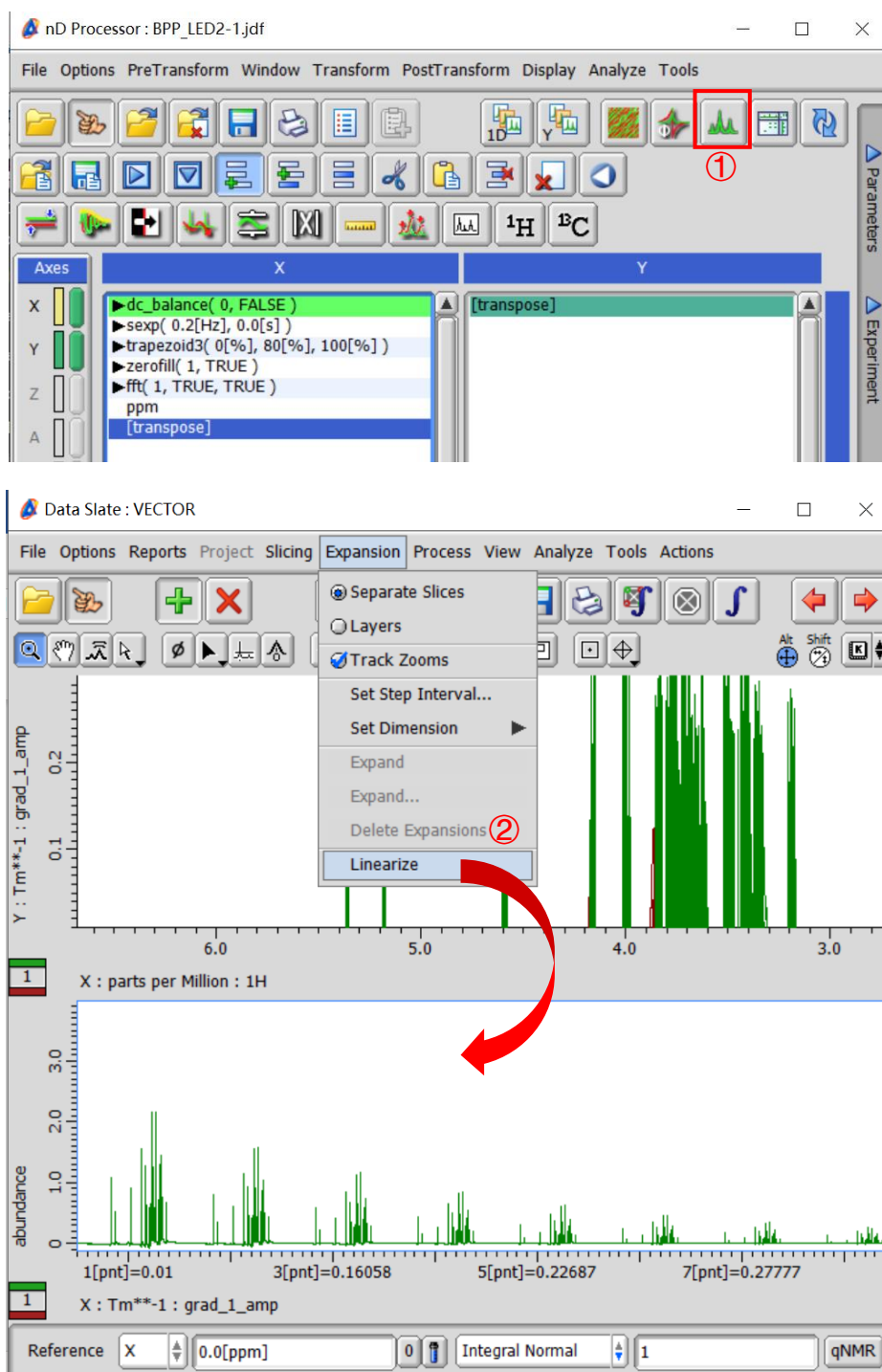


步骤三：同步骤二，出现手指图标时点击纯组分谱图，即可进行对比。

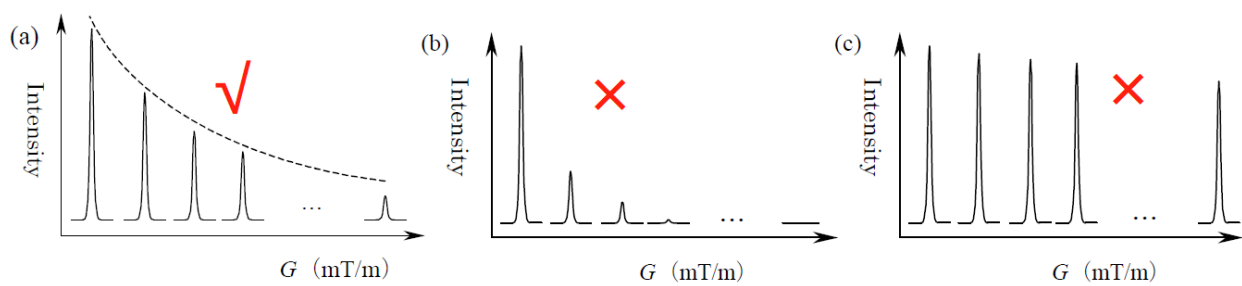


注：如果 DOSY 处理后谱图不太好，可以先查看一维数据情况：

①打开 data slate 界面→②在 Expansion 菜单栏下点开 Linearize



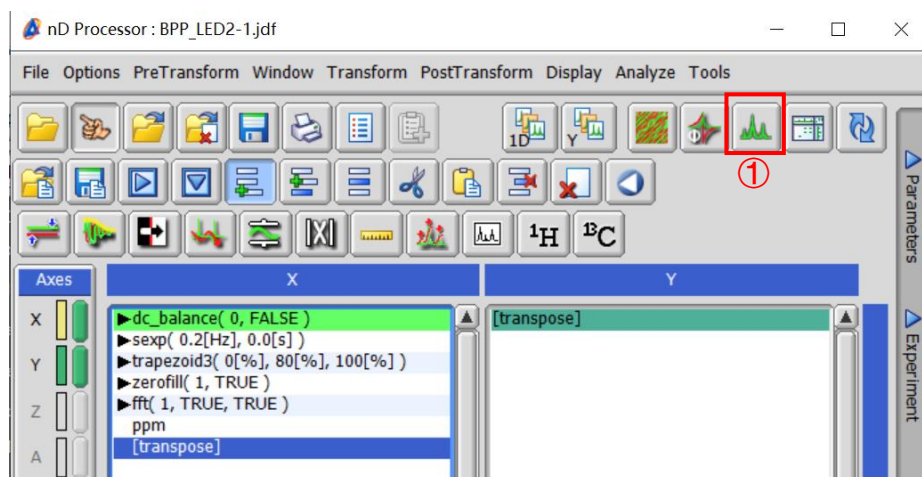
此时可以查看到 dosy 一维数据变化，如果信号的衰减趋势类似于上图所示则可以进行扩散系数等进一步分析，如过没有合理的衰减趋势，则需要优化条件参数重新测试。



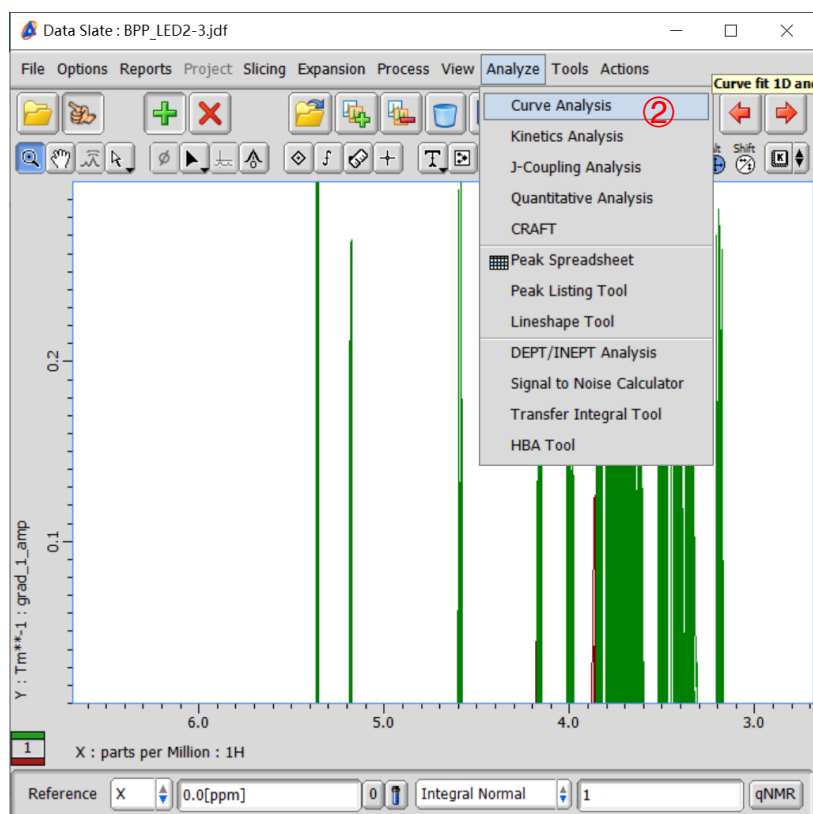
扩散系数的计算

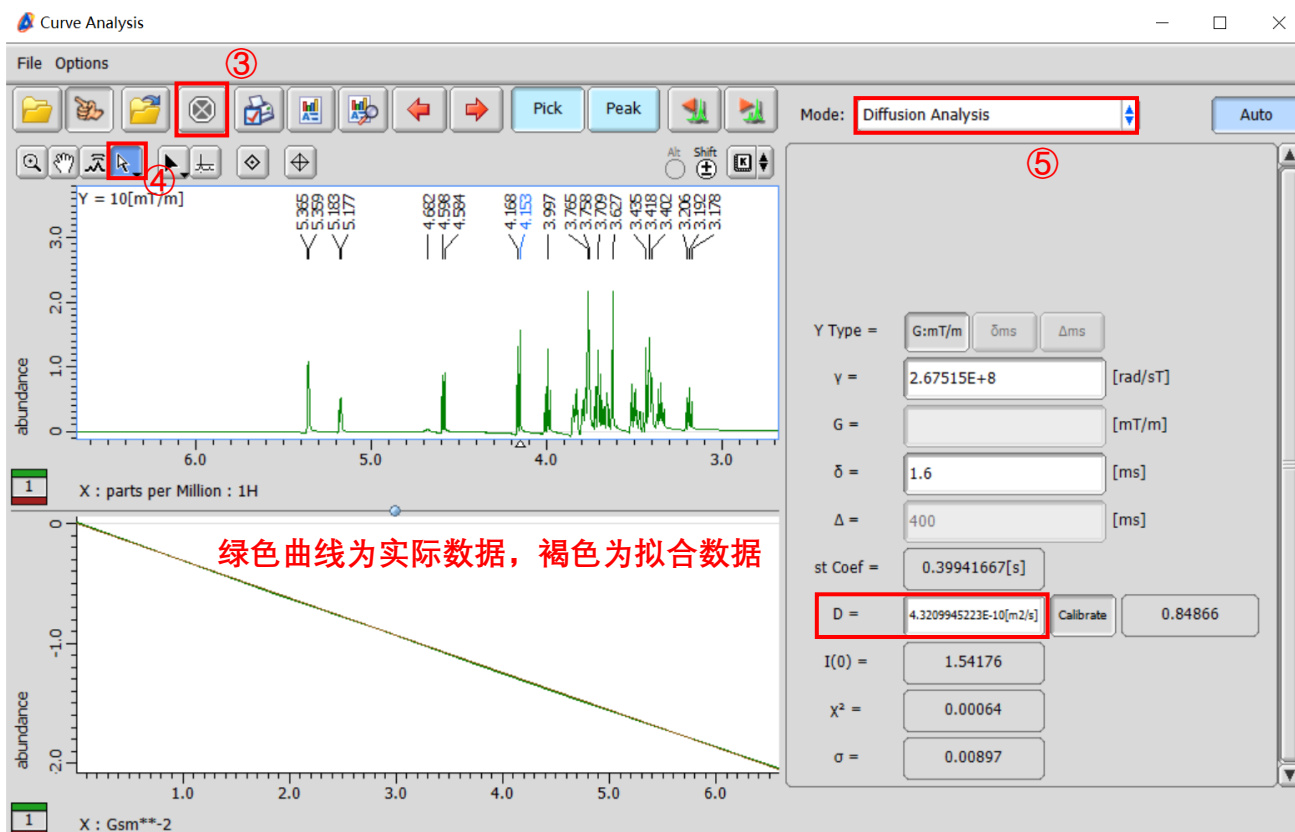
做完 DOSY 实验后，得到二维的数据如下：

①打开 data slate 界面



②再点开 Analysis 菜单下的 Curve Analysis→③点击标峰→④选择要进行扩散系数计算的组分的峰→⑤选择拟合方式为 Diffusion Analysis，再点击 Apply，即可在下方查看计算出的扩散系数。





注：扩散系数的单位为： m^2/s

DOSY 二维谱图的纵坐标常以 $\text{m}^{**2}\text{Gs}^{*-1}$ 表示，即为： m^2/Gs ($1\text{Gs}=10^9\text{s}$)。