



وزارت علوم تحقیقات و فناوری  
پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران



آزمایشگاه NMR

***Nuclear Magnetic Resonance  
Laboratory***

آدرس: ضلع شمالی اتوبان تهران کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

کارشناس آزمایشگاه: خانم دکتر زهرا کلاتری

تلفن تماس: ۴۸۶۶۱۳۹



مسئول آزمایشگاه: زهرا کلانتری

شماره تماس: ۰۲۱۴۸۶۶۲۱۳۹

آدرس ایمیل: [nmr.lab@ippi.ac.ir](mailto:nmr.lab@ippi.ac.ir)

معرفی آزمایشگاه:

دستگاه رزونانس مغناطیس هسته NMR مدل دستگاه BRUKER 400MHz: ساخت کشور آلمان  
هسته‌های در حال اندازه‌گیری C و H آزمون‌های در حال سرویس دهی 1H NMR، 13C NMR، 13C DEPT، 2D-

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

## فهرست مطالب

### فصل اول : دستگاه رزونانس مغناطیس هسته

۴	۱-۱ - تئوری و اصطلاحات در NMR
۸	۲-۱ - ترکیبات رفرنس
۹	۳-۱ - اسپین هسته
۱۱	۴-۱ - تغییر مکان شیمیایی $^1\text{HNMR}$
۱۳	۵-۱ - تغییر مکان شیمیایی $^{13}\text{CNMR}$
۱۴	۶-۱ - طیف و FID

### فصل دوم : آشنایی با بخش‌های مختلف دستگاه NMR

۱۶	۱-۲ ایمنی انجام کار
۱۸	۲-۲ اجزاء دستگاه NMR
۲۱	۳-۲ معرفی سیستم Lock
۲۴	۴-۲ پراب

### فصل سوم : روش آماده سازی نمونه و تنظیمات دستگاه NMR

۲۶	۱-۳ نمونه NMR
۲۸	۲-۳ روش آماده سازی نمونه
۲۹	۳-۳ شیم کردن (shimming)
۳۰	۴-۳ تنظیم و تطبیق پراب
۳۳	۵-۳ روش واب کردن
۳۳	۶-۳ اکتساب داده‌ها
۳۴	۷-۳ پارامترهای edasp
۳۶	۸-۳ پارامترهای آزمایش

### فصل چهارم چگونگی طیف گیری با دستگاه NMR

۴۳	۱-۴ طیف گیری $^1\text{HNMR}$
۴۴	۲-۴ طیف گیری $^{13}\text{CNMR}$

### فصل پنجم : طیف های $^1\text{HNMR}$ ، $^{13}\text{CNMR}$ و DEPTC13NMR -۱ دکن

۴۶	۱-۵ طیف‌های NMR -۱ دکن ثبت شده با دستگاه
۴۸	منابع

### ۱-۱ تئوری و اصطلاحات در NMR

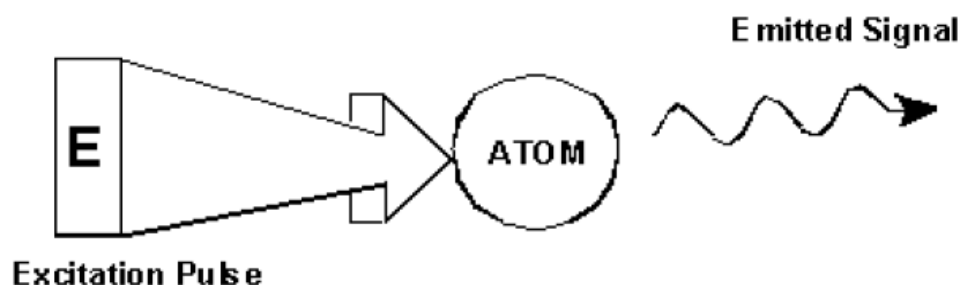
تکنیک NMR برای آنالیز ساختار بسیاری از مولکول‌های شیمیایی و ترکیبات آلی استفاده می‌شود. یک ترکیب نوعی معمولاً شامل اتمهای کربن، هیدروژن و اکسیژن می‌باشد.

در ساده‌ترین شکل آزمایش NMR شامل سه مرحله می‌باشد:

۱- قرار دادن نمونه در میدان مغناطیسی

۲- برانگیخته کردن هسته با اعمال فرکانس رادیویی

۳- اندازه‌گیری فرکانس سیگنالهای ناشی از نمونه



شکل ۱- برانگیخته شدن هسته و رزونانس

آنالیزگر با استفاده از فرکانس ناشی می‌تواند پیوندها و نحوه آرایش اتمها در نمونه را استنباط نماید. هسته‌های فعال در NMR در فرکانس‌های مختلفی رزونانس می‌کند که "فرکانس‌های رزونانس" نامیده می‌شوند. اینها فرکانس‌های ناشی از هسته هستند که با پالس فرکانس ورودی برانگیخته شده‌اند. مقدار فرکانس رزونانس به دو عامل بستگی دارد.

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

سندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دornگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

### الف) نوع هسته‌ها

هر ایزوتوپ در هسته خود از ترکیب ویژه‌ای از پروتون و نوترون برخوردار است. ساختار هسته تا حد زیادی میزان رزونانس را تعیین می‌کند. بنابراین هر ایزوتوپ نشان دهنده "فرکانس رزونانس اصلی" است. هسته  $^{13}\text{C}$  دارای رزونانس فرکانس اصلی متفاوتی از هسته  $^1\text{H}$  و ... است. تغییرات شدید بین رزونانس فرکانس اصلی در ایزوتوپهای مختلف در جدول ۱ آورده شده است.

#### جدول ۱- داده‌های جدول برای انواع ایزوتوپها

فرکانس‌ها برای مغناطیس  $11.7\text{ T}$  بیان شده است

هسته	فعال در NMR	رزونانس فرکانس اصلی (MHz)	فراوانی طبیعی (%)
$^1\text{H}$	بله	۵۰۰	۹۹/۹۸
$^2\text{H}$	بله	۷۷	۰/۰۱۵
$^3\text{H}$	بله	۵۳۳	۰/۰۰۵
$^{12}\text{C}$	نخیر	-	۹۸/۸۹
$^{13}\text{C}$	بله	۱۲۶	۱/۱۱
$^{35}\text{Cl}$	بله	۴۹	۷۵/۵۳
$^{37}\text{Cl}$	بله	۴۱	۲۴/۴۷

### ب) محل قرار گرفتن اتم‌ها

فرکانس رزونانس اصلی تحت تأثیر محیط اطراف محل هر اتم که ایزوتوپ در آن قرار گرفته جابجا می‌شود. مقدار دقیق فرکانس رزونانس اصلی هسته‌های  $^1\text{H}$  در یک ترکیب ویژه به اتم‌هایی که با آن‌ها پیوند دارند و در اطراف آن قرار گرفته‌اند وابستگی دارد. در واقع هسته بوسیله الکترون‌هایی احاطه شده که ممکن است به صورت بار الکتریکی متحرک با میدان مغناطیسی همراه شوند. این الکترون‌ها هسته را در برابر میدان مغناطیسی

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

محافظت می‌کنند<sup>۱</sup>. میزان محافظت به محیط اطراف هر بستگی دارد. اندازه تغییرات میدان (که منجر به تغییر فرکانس خواهد شد) به نوع ایزوتوپ و قدرت میدان مغناطیسی که نمونه در آن قرار گرفته بستگی دارد. جدول ۲ تغییرات فرکانس را برای هسته‌های  $^1\text{H}$  و  $^{13}\text{C}$  که در NMR بیشتر مطالعه می‌شوند را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود محیط اطراف اتم به مقدار کمی رزونانس فرکانس اصلی را جابجا می‌کند.

### جدول ۲- تغییرات فرکانس

(داده‌ها برای مغناطیس ۱۱/۷ T است)

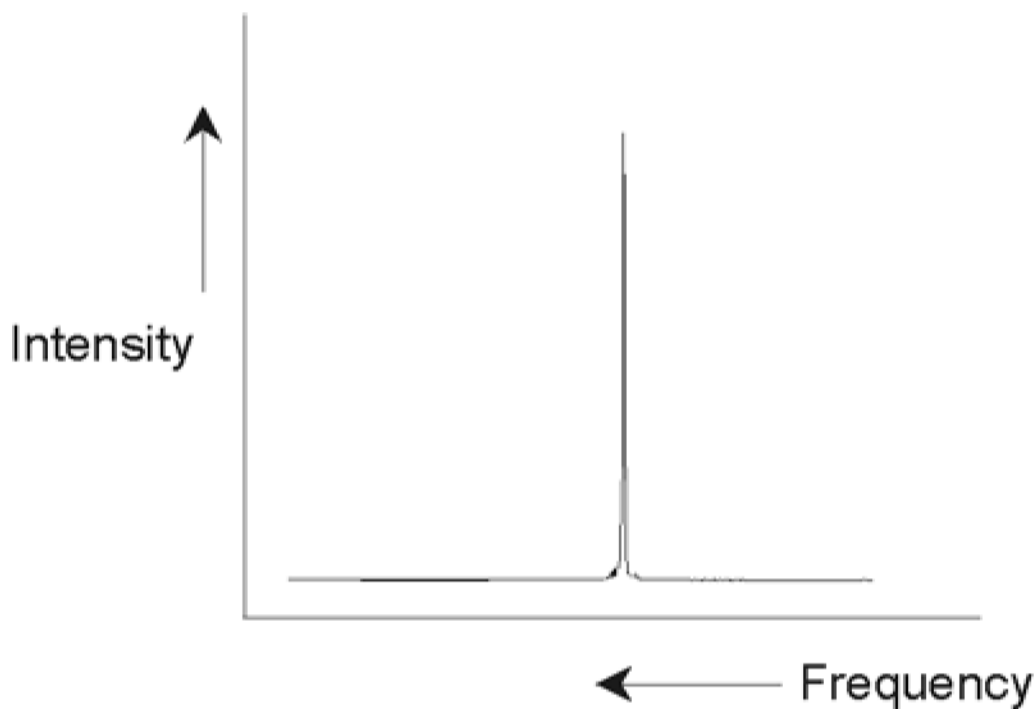
هسته	تغییرات نوعی در فرکانس رزونانس اصلی به علت محیط محل اتم
$^1\text{H}$	۶ KHz
$^{13}\text{C}$	۱۰۰ KHz

سیگنال‌های NMR به صورت طیف نمایش داده می‌شوند و در آنالیز آن‌ها شدت و مکان (فرکانس) مهم است. در NMR به طور معمول فرکانس بر روی محور افقی قرار دارد و به سمت چپ افزایش می‌یابد. شکل ۲.

<sup>۱</sup> shield

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

سندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)



شکل ۲- الگوی طیف NMR

فرکانس اطلاعات کیفی در مورد محیط اطراف اتم در اختیار قرار می‌دهد. مجموع شدت‌ها با اندازه‌گیری قدرت سیگنال از طریق اندازه‌گیری سطح زیر منحنی پیک‌ها مشخص می‌شود. انتگرال با تعداد هسته‌هایی که در آن فرکانس معین سیگنال را ایجاد کرده‌اند رابطه مستقیم دارد (اگر تمام هسته‌ها یکسان برانگیخته شوند). بنابراین می‌توان داده‌های کمی در مورد ساختار شیمیایی نمونه بدست آورد.

برای برانگیخته کردن هسته معین در آزمایش NMR فرکانس پالس برانگیخته باید مطابق فرکانس رزونانس هسته باشد. این فرکانس، فرکانس حامل نامیده می‌شود. مثلاً اگر آزمایش با مغناطیس ۱۱/۷ T انجام شود هسته هیدورژن به فرکانس حدود ۵۰۰ MHz و هسته  $^{13}\text{C}$  به فرکانس ۱۲۵ MHz حامل نیاز دارد.

carrier frequency <sup>۲</sup>

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

سندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

فرکانس حامل با پارامتر SOF1 مشخص می‌شود و هسته‌ای که با فرکانس حامل برانگیخته شده هسته مشاهده شده<sup>۳</sup> نام دارد.

در آزمایش‌هایی که بیش از یک هسته برانگیخته می‌شوند مانند انتقال قطبش و واجفت شدگی، با وجودی که بیش از یک فرکانس حامل وجود دارد فرکانس مشاهده شده یک است.

### ۱-۲ ترکیبات رفرنس، Hertz, PPM

می‌دانیم که سیگنال‌های NMR نسبت به دو فاکتور سنجیده می‌شوند، فرکانس و شدت. فرکانس بر حسب هرتز (Hz) و یا مگاهرتز (MHz) سنجیده می‌شود. در صورتی که اندازه‌گیری‌ها نسبت به یک فرکانس مرجع سنجیده شوند گزارش طیف‌ها ساده‌تر خواهد بود. مرجع پیشنهاد شده برای طیف‌های <sup>1</sup>H ترکیب تترامتیل سیلان (TMS) است. زمانی که طیف‌های <sup>1</sup>H NMR و یا <sup>13</sup>C NMR نیاز است TMS پیک مشخص یکتایی در فرکانس 0 هرتز نشان می‌دهد و فرکانس بقیه پیک‌ها نسبت به فرکانس TMS سنجیده می‌شوند. سنجش سیگنال‌ها نسبت به TMS به وضوح تعداد ارقام مختص فرکانس مربوطه به کاهش می‌دهد. با این حال استفاده از ppm به جای Hz ساده‌تر است. واحد ppm بیانگر اندازه‌ایست که رزونانس یک پروتون بر حسب قسمت در میلیون فرکانی دستگاه طیف سنج از TMS فاصله گرفته است. این پارامتر مستقل از میدان مغناطیسی است و از رابطه زیر بدست می‌آید:

$$\sigma = \text{فرکانس طیف سنج بر حسب MHz} / \text{تغییر مکان بر حسب Hz} = \text{Hz}$$

با توافق شیمی‌دانان تغییر مکان شیمیایی در واحد دلتا ( $\sigma$ ) یا ppm بیان می‌شود (۱).

<sup>۳</sup> Observed nuclear

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)



### ۳-۱ اسپین هسته

بسیاری از هسته‌های اتم‌ها دارای خصلتی هستند که اسپین خوانده می‌شود. هسته‌ها به گونه‌ای رفتار می‌کنند که گویی در حال چرخش هستند. اتم‌هایی که عدد جرمی فرد، عدد اتمی فرد یا هر دو را دارند، دارای گشتاور زاویه اسپین کوانتایی و گشتاور مغناطیسی هستند. معمولترین هسته‌هایی که دارای اسپین هستند عبارتند از  $^1_1\text{H}$ ،  $^{17}_8\text{O}$ ،  $^{14}_7\text{N}$ ،  $^{13}_6\text{C}$ ،  $^2_1\text{H}$ ،  $^{19}_9\text{F}$ . هسته اتم هیدروژن معمولی دارای اسپین است. برای هسته‌هایی که اسپین دارند، تعداد حالات اسپین مجاز، کوانتایی بوده و بوسیله عدد کوانتومی اسپین هسته I تعیین می‌گردد، که این عدد یک ثابت فیزیکی برای یک هسته است. برای یک هسته با عدد کوانتومی I، تعداد حالات اسپین مجاز  $2I+1$  بوده که از  $+I$  تا  $-I$  را در بر می‌گیرد. حالات اسپین به صورت زیر خواهد بود:

$$-I, (-I+1), \dots, (I-1), +I$$

اعداد کوانتومی اسپین چند هسته در جدول ۳ داده شده‌اند.

#### جدول ۳

اعداد کوانتومی اسپین تعدادی از هسته‌ها										
$^{35}_{17}\text{Cl}$	$^{31}_{15}\text{P}$	$^{19}_9\text{F}$	$^{17}_8\text{O}$	$^{16}_8\text{O}$	$^{14}_7\text{N}$	$^{13}_6\text{C}$	$^{12}_6\text{C}$	$^2_1\text{H}$	$^1_1\text{H}$	عنصر
۳/۲	۱/۲	۱/۲	۵/۲	۰	۰	۱/۲	۰	۱	۱/۲	عدد کوانتومی اسپین هسته
۴	۲	۲	۶	۰	۰	۲	۰	۳	۲	تعداد حالات اسپین

در غیاب میدان مغناطیسی تمام حالات اسپین یک هسته، ترازهای انرژی برابری دارند و در یک میدان مغناطیسی، حالات اسپین انرژی یکسانی را نخواهند داشت زیرا یک هسته ذره‌ای باردار بوده و هر ذره باردار متحرک خود تولید میدان مغناطیسی می‌کند و هسته دارای گشتاور مغناطیسی  $\mu$  است که بوسیله بار و اسپین

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

آن تولید می‌شود. جذب رزونانس مغناطیس هسته‌ای هنگامی رخ می‌دهد که هسته‌ها هم جهت میدان اعمال شده انرژی کرده و جهت اسپین خود را نسبت به آن میدان تغییر دهند. جذب انرژی فرایند کوانتایی بوده و برابر اختلاف انرژی بین دو حالت موجود است.

$$E_{\text{جذب شده}} = (E_{-1/2} - E_{1/2}) = h\nu$$

این اختلاف انرژی به قدرت میدان مغناطیسی اعمال شده  $B_0$  و نوع هسته دارد و چون هر هسته نسبت بار به جرم متفاوتی دارد این نسبت را نسبت گردش مغناطیسی  $\gamma$  می‌گویند.

$$\Delta E = f(\gamma, B_0) = h\nu$$

با قرار دادن مقادیر صحیح  $\gamma$  برای پروتون در میدان‌های با قدرت مختلف تابش متناسب آن جذب شده و انتقال اسپین از تراز به تراز دیگر رخ می‌دهد. فرکانس این نوع تابش در حد امواج رادیویی بوده و تنها قادر است اسپین هسته را تغییر دهد.

اگر قدرت میدان مغناطیسی  $1/41$  تسلا باشد رزونانسی در حدود  $60 \text{ MHz}$  رخ خواهد داد و با بهره‌گیری از رابطه  $\Delta E = h\nu$  می‌توان محاسبه کرد که اختلاف انرژی بین دو حالت اسپینی در حدی است که انرژی حرارتی کسب شده از دمای اتاق برای اشغال این سطوح انرژی کافی است. اگر چه جدایی بین سطوح انرژی اندک است اما تراز اسپینی با انرژی کمتر دارای اندکی مازاد هسته است و این اختلاف با استفاده معادله توزیع بولتزمن محاسبه می‌شود.

$$N_{\text{زیرین}}/N_{\text{فوقانی}} = e^{-\Delta E/KT}$$

در این معادله  $\Delta E$  اختلاف انرژی بین سطوح فوقانی و زیرین،  $k$  ثابت گازی مولکولی،  $\nu$  فرکانس عمل کننده دستگاه و  $h$  ثابت پلانک است. این معادله نشان می‌دهد که با رزونانس دستگاه تعداد هسته‌های مازاد حالت پایین افزایش پیدا می‌کنند که باعث افزایش حساسیت دستگاه و در نهایت سیگنال‌های رزونانس قویتر می‌شوند.

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

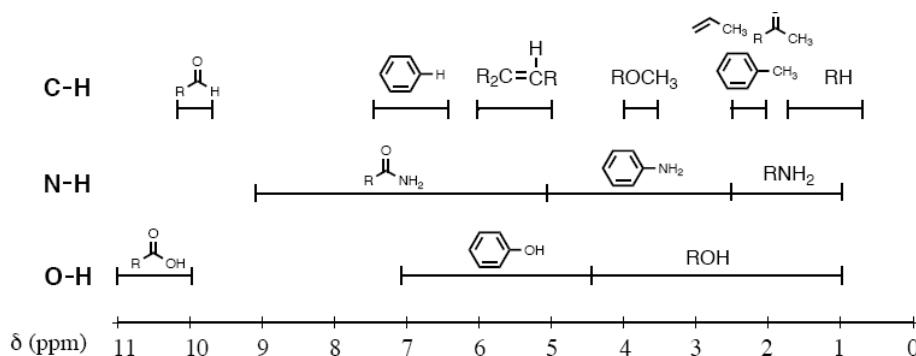
### ۴-۱ تغییر مکان شیمیایی $^1\text{H NMR}$

اگر فرکانس رزونانس همه پروتونها یک مولکول مشابه بود دیگر NMR استفاده چندانی در شیمی نداشت. نه تنها انواع گوناگون پروتونها اغییر مکان شیمیایی مختلف دارند بلکه مقدار تغییر مکان شیمیایی آنها صفت مشخصه نوع آنها است. هر پروتون فقط در محدوده‌ای از مقادیر  $\sigma$  رزونانس می‌هد. بنابراین مقدار عددی (بر حسب ppm) تغییر مکان شیمیایی یک پروتون اطلاعاتی راجع به نوع پروتونی که تولید سیگنال کرده می‌دهد. موقعیت نسبی انواع پرتون‌ها و محدوده تغییر مکان شیمیایی گروه‌های عاملی در نمودار ۱ آورده شده است.

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

سندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

## نمودار ۱ - تغییر مکان شیمیایی $^1\text{H NMR}$ (۳)



Protons on Carbon			Protons on Oxygen/Nitrogen*		
Type of C-H	$\delta$ (ppm)	Description of Proton	Type of H	$\delta$ (ppm)	Description
$\text{R}-\text{CH}_3$	0.9	alkyl (methyl)	$\text{ROH}$	0.5-5	alcohol
$\text{R}-\text{CH}_2-\text{R}$	1.3	alkyl (methylene)	$\text{ArOH}$	4-7	phenol
$\text{R}_3\text{C}-\text{H}$	1.5-2	alkyl (methine)	$\text{R}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{OH}$	10-13	carb. acid
$\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_3$	1.8	allylic (C is next to a pi bond)	$\text{RNH}_2$	0.5-5	amine
$\text{R}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{CH}_3$	2-2.3	$\alpha$ to carbonyl (C is next to $\text{C}=\text{O}$ )	$\text{ArNH}_2$	3-5	aniline
$\text{Ar}-\text{CH}_3$	2.3	benzylic (C is next to Ph)	$\text{R}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{NHR}$	5-9	amide
$\text{RC}\equiv\text{C}-\text{H}$	2.5	alkynyl	<i>*Protons on N or O typically have wide ranges of expected chemical shifts; the actual <math>\delta</math> value depends on the solvent used, the concentration, temperature, etc. Because these protons are acidic and, therefore, exchangeable, they may be broad peaks and usually do not couple with neighboring protons (typically they are broad singlets). If a protic deuterated solvent is used (e.g., <math>\text{D}_2\text{O}</math> or <math>\text{CD}_3\text{OD}</math>), then the NH and OH protons will exchange with the deuterium and the peaks will shrink or disappear entirely, since D (<math>^2\text{H}</math>) does not show up in the <math>^1\text{H}</math> NMR spectrum.</i>		
$\text{R}_2\text{N}-\text{CH}_3$	2-3	$\alpha$ to nitrogen (C is attached to N)			
$\text{R}-\text{CH}_2-\text{X}$	2-4	$\alpha$ to halogen (C is attached to Cl, Br, I)			
$\text{RO}-\text{CH}_3$	3.8	$\alpha$ to oxygen (C is attached to O)			
$\text{R}-\text{CH}_2-\text{F}$	4.5	$\alpha$ to fluorine (C is attached to F)			
$\text{R}_2\text{C}=\overset{\text{H}}{\text{C}}\text{R}$	5-5.3	vinylic (H is attached to alkene C)	R = alkyl group Ar = aromatic ring, such as phenyl (Ph)		
$\text{Ar}-\text{H}$	7.3	aromatic (H is on phenyl ring)			
$\text{R}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{H}$	9.7	aldehyde (H is on $\text{C}=\text{O}$ ) Note: aldehyde ( $-\text{CHO}$ ) proton usually does not couple with neighboring H's so appears as a singlet			

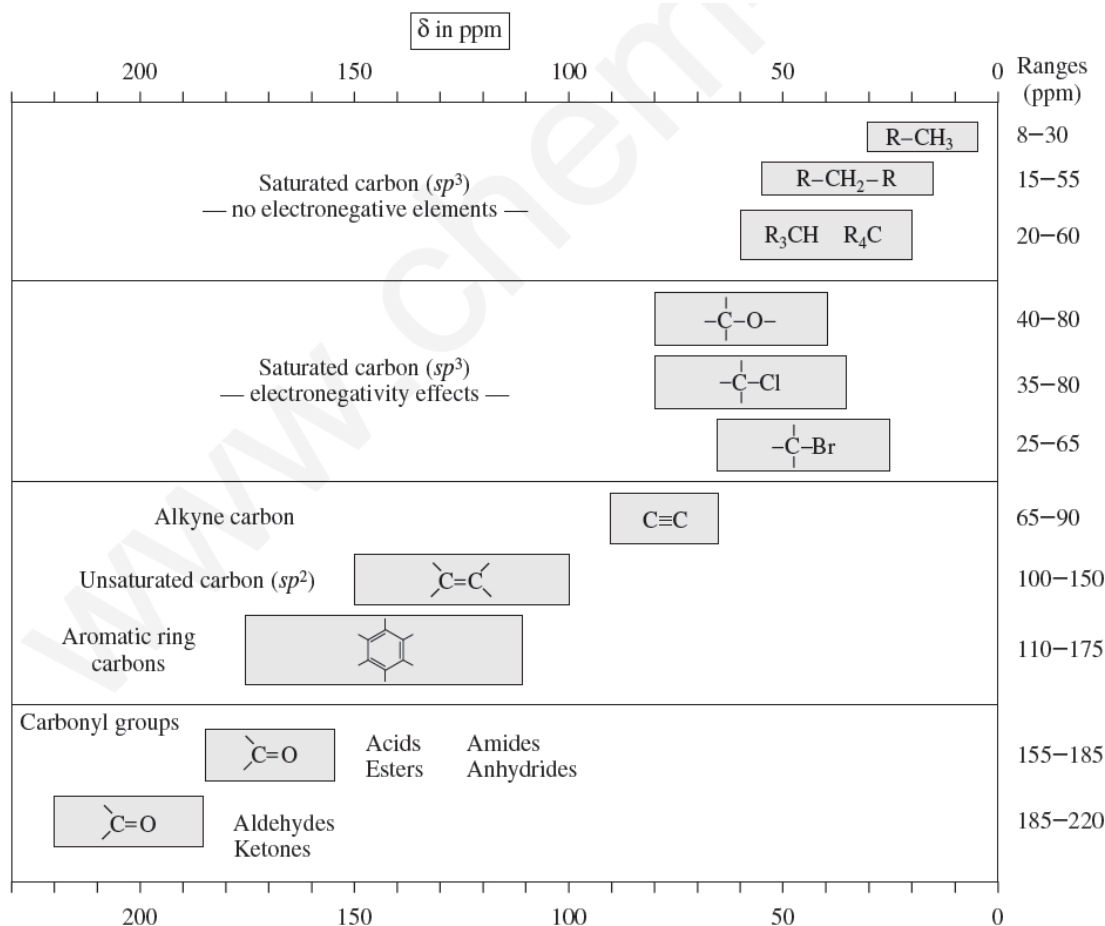
آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

سندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ داورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

### ۵-۱ تغییر مکان شیمیایی $^{13}\text{C}$ NMR

در طیف NMR کربن تغییر مکان شیمیایی پارامتر مهم است. جداول ارتباطی در نمودار ۲ تغییر مکان شیمیایی  $^{13}\text{C}$  را بر حسب ppm از TMS نشان می‌دهد. در اینجا تغییر مکان شیمیایی در محدوده وسیعتری ۰-۲۲۰ ppm نسبت به پروتونها ۰-۱۲ ppm مشاهده می‌شوند. به دلیل محدوده وسیع تغییر مکان شیمیایی تقزیر هر اتم کربن نامعادل در یک مولکول یک قله با تغییر مکان شیمیایی متفاوت می‌دهد (۳).

#### نمودار ۲- تغییر مکان شیمیایی $^{13}\text{C}$ NMR (۳)

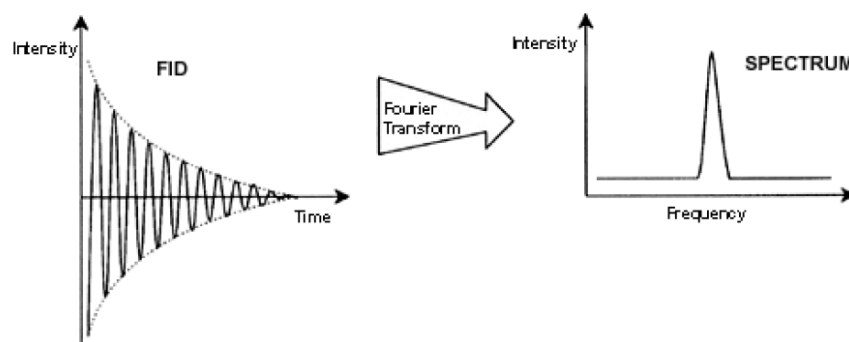


آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

### ۱-۶- طیف و FID

سیگنال‌های ناشی از اتم‌های برانگیخته نمونه دریافت و پس از تبدیل فوریه با اسپکترومتر ثبت می‌شوند. فرایند دریافت سیگنال‌های NMR اکتساب<sup>۴</sup> نام دارد. در این فرایند داده‌ها به دست می‌آیند. بین دو جمله دامنه زمان و دامنه فرکانس در FID باید تمایز قائل شد. در زمان اکتساب داده‌ها به صورت خام دریافت می‌شوند و سیگنال دریافتی FID (زوال القای آزاد)<sup>۵</sup> نام دارد. یک سیگنال نوعی FID در شکل پایین نمایش داده شده است.



برای اینکه FID بتواند به طور مفید آنالیز شود باید به دامنه فرکانس تبدیل شود. این کار با استفاده از تبدیل فوریه با علامت  $ft$  انجام می‌گیرد. تبدیل فوریه عملگر ریاضی است که FID را به فرکانس در طیف تبدیل می‌کند. سیگنال FID تغییرات شدت با زمان را نشان می‌دهد در حالیکه طیف تغییرات شدت را نسبت به فرکانس نشان می‌دهد. تبدیل فوریه یکی از مهمترین عملگرهای پردازشی است که به طور معمول روی داده‌های خام انجام می‌گیرد.

<sup>۴</sup> acquisition  
<sup>۵</sup> Free Induction Decay

## آشنایی با بخش‌های مختلف دستگاه NMR



آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

سندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

## ۱-۲ ایمنی انجام کار

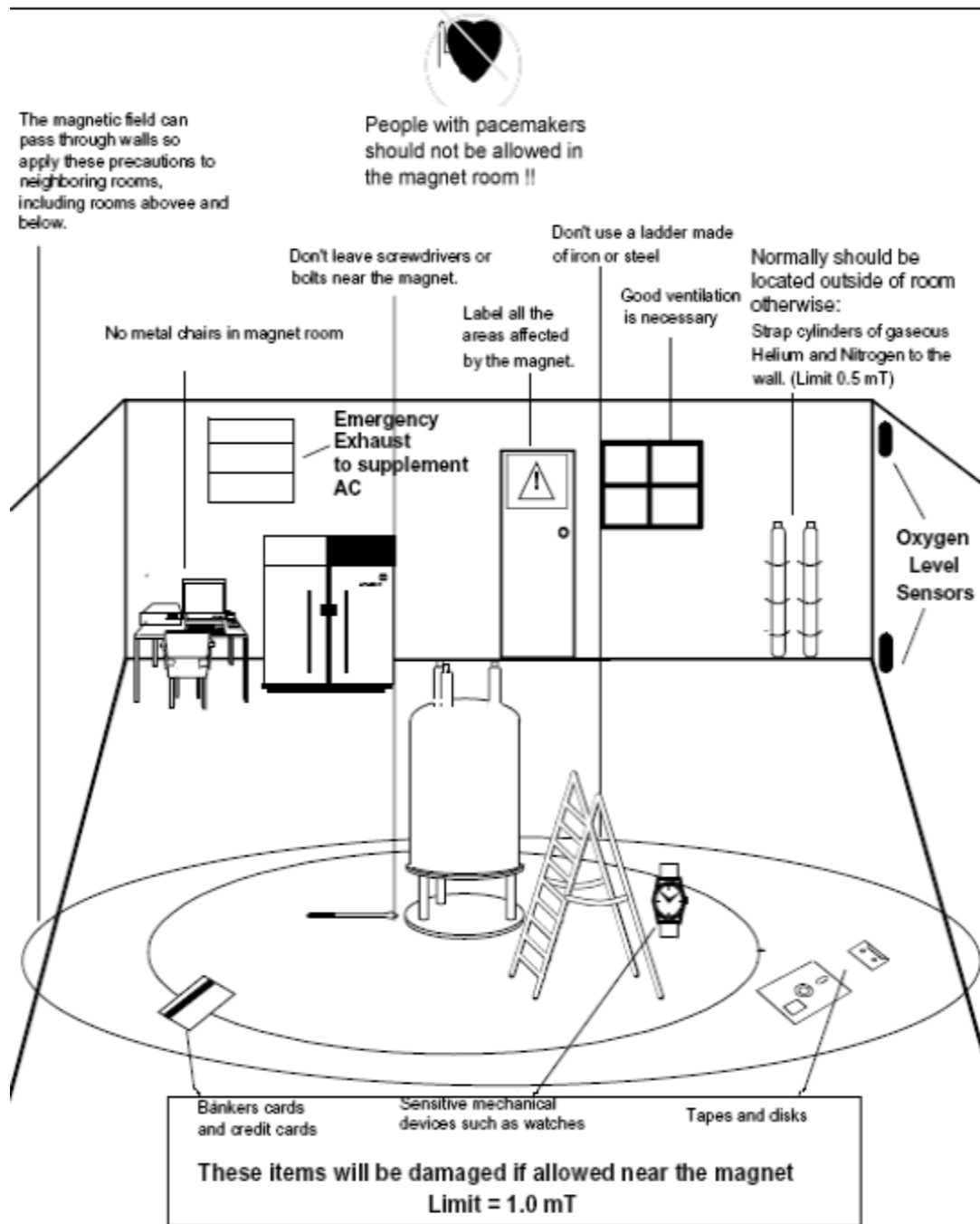
رعایت نکات ایمنی برای تمام کسانی که با دستگاه رزونانس مغناطیس هسته کار می‌نند از الزامات آن می‌باشد.

کسانی که در تماس با دستگاه ابرسانا رزونانس مغناطیس هسته هستند باید از نکات ایمنی و مستندات در مورد مغناطیس آگاهی کافی داشته باشند.

به افرادی که با این تجهیزات در ارتباط هستند باید آموزش‌های لازم در زمینه الزامات داده شود. ضروری است که یادداشتهای و آگهی‌های واضح در معرض دید قرار داده شود و به افرادی که وارد منطقه خطرناک می‌شوند هشدار اکید داده شود.

در شکل ۳ نمونه آزمایشگاه NMR با الزامات و استانداردهای لازم آورده شده است. الزامات مربوط به رعایت نکات ایمنی آزمایشگاه در گزارش و مستندات مربوطه به طور کامل آورده شده است





شکل ۳- نمایی از آزمایشگاه NMR با رعایت اصول ایمنی

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

سندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

## ۲-۲ اجزای دستگاه NMR

اسپکترومتر از قسمت‌های زیر تشکیل شده است

۱- اپراتور کنسول: شامل کامپیوتر میزبان، کیبورد، مانیتور و کیبورد BSMS می‌باشند.

۲- کنسول: شامل سخت افزارهای الکترونیکی می‌باشد.

۳- سیستم مگنت: شامل سیستم شیم<sup>۶</sup>، پرامپلی فایر (HPPR) و پراب<sup>۷</sup> هستند.

تمام موارد عملکرد طیف سنج بوسیله اپراتور کنسول کنترل می‌شود. طراحی و انجام آزمایشات و آنالیز داده‌ها از طریق دستوراتی که اپراتور در کنسول وارد می‌کند کنترل می‌شوند. مهمترین بخش‌های اپراتور کنسول عبارتند از:

کامپیوتر میزبان: یک کامپیوتر شخصی است که اجرای برنامه Top Spin و کنترل داده‌های آنالیز بر روی آن انجام می‌شوند. تمام عملگرهای مربوط به دستیابی به داده‌ها اتصال محلی کامپیوتر میزبان به AQS: جهت انتقال داده‌ها و دستورات از کامپیوتر محلی به سیستم کنترل دستیابی به اطلاعات از اتصال محلی استفاده می‌شود.

سیستم کیبورد BSMS: این دستگاه به استفاده کننده امکان می‌دهد که بتواند سیستم را با آن Lock (قفل کردن) و Shim کند همچنین کارهای اساسی مثل وارد کردن نمونه به داخل دستگاه و خارج کردن آن با این سیستم انجام می‌گیرد.

مهمتری کارهای کیبورد BSMS عبارتند از

Shim<sup>۶</sup>  
Probe<sup>۷</sup>

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

۱- Lock کردن سیستم

۲- کنترل وارد و خارج کردن نمونه از مغناطیس

۳- تنظیم جریان در سیستم شیم در دمای اتاق (shimming)

۴- نشان دادن سطح هلیم مغناطیس

### اتصال کیبورد BSMS به CPU BSMS

کیبورد به BSMS کنسول وصل شده است اگر BSMS خاموش شود اتصال دوباره باید برقرار شود. در این هنگام پیام Booting and connecting بر روی صفحه کیبورد دیده می‌شود. در صورتیکه خطایی نباشد پس از این پیغام اتصال برقرار می‌شود.

### کنسول

بسته به نوع سیستم این قسمت می‌تواند به صورت تک ورودی یا دو در ورودی باشد و بیشتر سخت افزارهای الکترونیکی مربوط به طیف سنجی مدرن را در خود جای داده است. قسمت‌های اساسی آن شامل AQS، BSMS، VTU و انواع آمپلی فایرها هستند.

### مغناطیس، سیستم shim، HPPR و پراب

آهن‌ربا میدان مغناطیسی مورد نیاز را برای القا در انتقالات NMR ایجاد می‌کند. برای حفاظت از سیستم ابر رسانا هسته مغناطیس در دمای بسیار پایین با استفاده نیتروژن مایع و هلیم مایع سرد می‌شود. سیستم shim در دمای اتاق در انتهای پایین مغناطیس قرار گرفته و دارای مجموعه ای از کویل‌ها به نام (shim coil) است که بیشترین همگونی میدان مغناطیسی را از طریق از بین بردن تمام ناهمگونی‌ها ایجاد

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

می‌کند. جریان shim در دمای اتاق از طریق کیبورد BSMS با بهینه کردن سیگنال NMR تنظیم می‌شود. تنظیمات shim تأثیر زیادی در تفکیک پذیری و حساسیت طیف دارند.



مغناطیس، سیستم shim و HPPR

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

سندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

## ۳-۲ معرفی سیستم Lock (قفل مغناطیس)

هدف از Lock کردن سیستم آن است که قدرت میدان مغناطیسی در اطراف نمونه در طول انجام آزمایش کاملاً ثابت بماند و به دلیل ناهمگونی‌های خارجی تغییر نکند. در آنالیز NMR فرکانس دقیق سیگنال‌های نشری از نمونه اندازه‌گیری می‌شوند که این فرکانس‌ها رابطه مستقیم با میدان مغناطیسی دارند و اگر میدان تغییر کند فرکانس نیز متفاوت خواهد بود بنابراین کاربر باید اطمینان داشته باشد که قدرت میدان در طول انجام آنالیز به همان اندازه حفظ می‌شود که به آن قفل کردن نمونه (Locking) گفته می‌شود. سیستم Lock در واقع خود یک طیف‌سنج جداگانه است که برای مشاهده دوتریم طراحی شده است. لازم به ذکر است که سیگنال‌های دوتریم از فرکانس‌های مورد نظر دور می‌شوند. AVANCE با سیستم SGU، BSMS سخت افزار مورد نیاز برای اجرای Lock را به گونه‌ای فراهم کرده که به طور جداگانه مدول دوتریم را به HPPR منتقل کرده و سیگنال Lock را دریافت می‌کند. مقداری دوتریم باید داخل نمونه‌ای که آنالیز می‌شود ریخته شود. این کار به راحتی با حل کردن نمونه در حلال دوتره انجام می‌شود. در حلال دوتره درصد بسیار زیادی از هیدروژن‌ها بوسیله دوتریم جایگزین شده‌اند. برخی حلال‌های دوتریم معمول شامل: کلروفرم- $d_6$ ، DMSO- $d_6$ ، بنزن- $d_6$  و  $D_2O$  و بسیاری از حلال‌های دیگر هستند.

فرکانس سیگنال‌های نشری دوتریم با اندازه معین از مغناطیس به طور دقیق مشخص است. بنابراین اگر قدرت میدان درست باشد هر هسته دوتریم در نمونه باید در این فرکانس نشر کند. اگر قدرت میدان تغییر کند فرکانس دوتریم نیز تغییر خواهد کرد. سیستم Lock از یک گیرنده که داخل قفسه BSMS قرار دارد استفاده می‌کند تا فرکانس دوتریم را نمایش دهد و براین اساس قدرت میدان مغناطیس را تنظیم می‌کند. گیرنده در

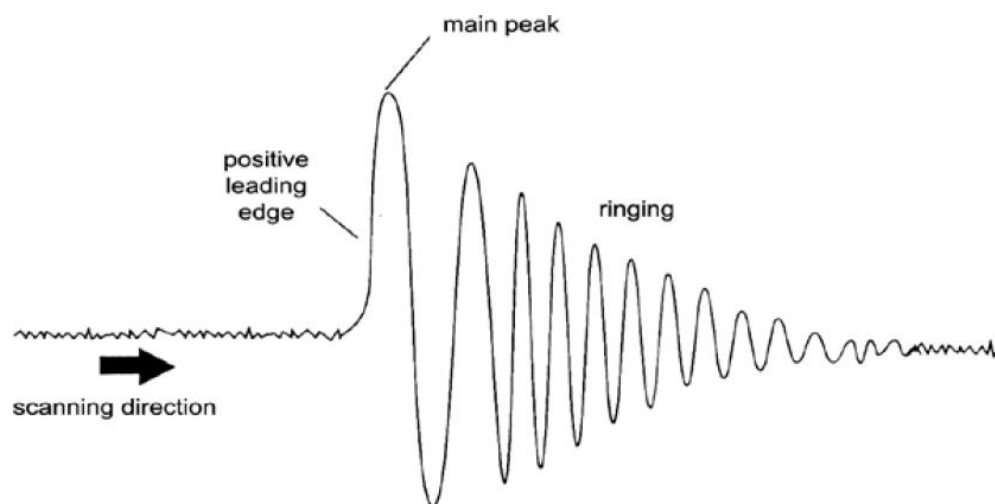
آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

سیستم Lock به گونه‌ای طراحی شده که تا وقتی که قدرت میدان صحیح باشد (فرکانس دوتریم در جای صحیح باشد) هیچ گونه تنظیماتی در این زمینه انجام نمی‌شود. اما اگر قدرت میدان تغییر کند، جریان در سیستم پیچ مخصوص که داخل سیستم Shim مغناطیس قرار گرفته تغییر می‌کند و منجر به بازگشت قدرت میدان به مقدار صحیح آن می‌شود. فرکانس چندین هزار بار در ثانیه اندازه‌گیری می‌شود. از این رو کاربر می‌تواند اطمینان داشته باشد که میدان در حین انجام دستیابی به داده ثابت است.

### Lock کردن نمونه

تمام مراحل مربوط به Lock کردن نمونه به طور دستی انجام می‌شوند. کاربر با استفاده از کامنت Lock در محل کامنت حلال نمونه را در جدول Lock می‌کند. فرکانس و قدرت سیگنال Lock بسته به حلال دارد. پارامترهای تنظیم Lock در تاپ اسپین Lock power، gain و فرکانس هستند که برای هر حلال داده‌های متناسب با آن وجود دارد و BSMS به سرعت با روبش در دامنه‌ای از فرکانس‌ها و مقادیر میدان مغناطیسی آن را پیدا و Lock می‌کند. در شکل ۴ سیگنال نوعی Lock نشان داده شده است.



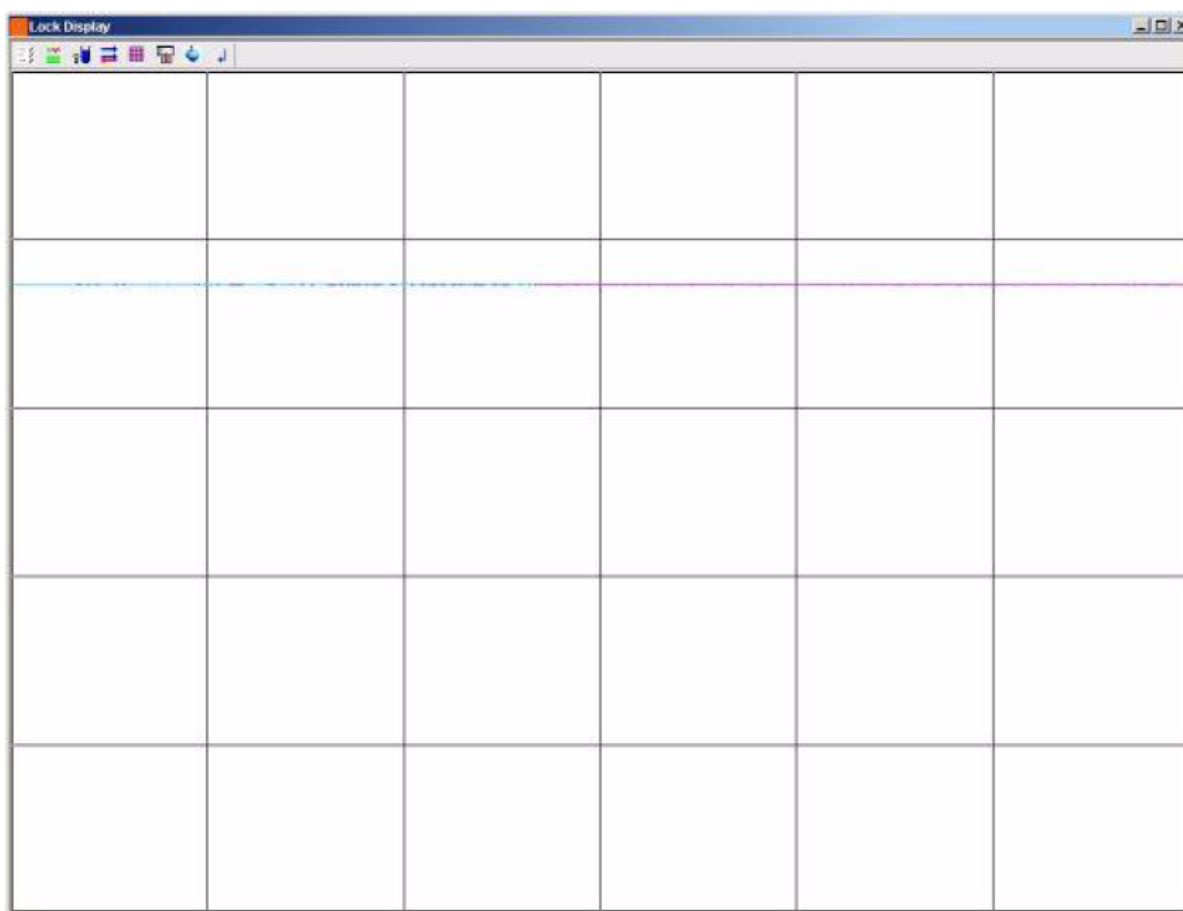
شکل ۴- سیگنال Lock

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

سندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

برای Lock سیستم کامنت Lock را نوشته و در پنجره‌ای که باز می‌شود حلال انتخاب می‌شود. زمانی که سیستم Lock شد پیغام دریافت میشود. در این حالت سیگنال‌های اورلپ شده به صورت خطوط افقی راست در پنجره Lock دیده می‌شوند.

شکل ۵ نمودار پس از Lock شدن سیستم را نشان می‌دهد.



شکل ۵- سیگنال پس از Lock شدن سیستم

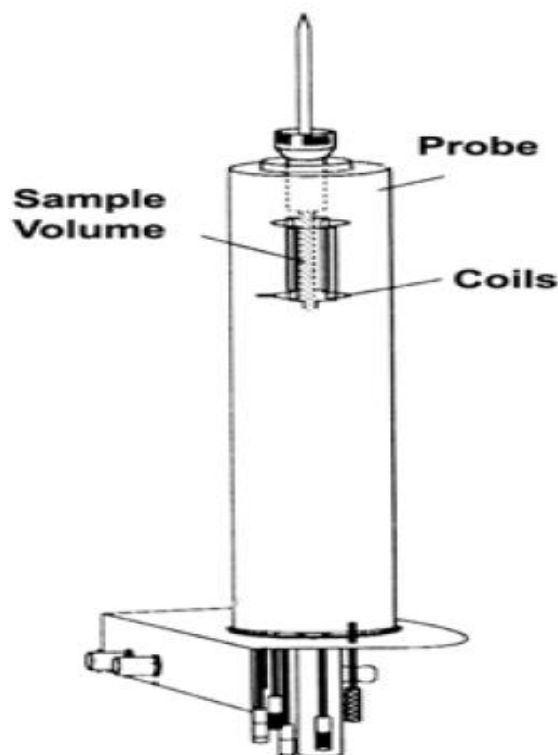
آدرس : تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر ، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)



## ۴-۲ پراب

طرحی پراب به منظور نگه داشتن نمونه، انتقال سیگنال‌های رادیویی برای برانگیخته کردن نمونه و دریافت پاسخ نشری از آن می‌باشد. انتقال و دریافت سیگنال با استفاده از سیم‌پیچ‌های ویژه RF انجام می‌شود. پراب در پایین مگنت و داخل سیستم Shim در دمای اتاق قرار گرفته است. کابل‌های هم‌محور سیگنال‌های برانگیختگی را از کنسول آمپلی‌فایر به پراب سیگنال‌های NMR را از نمونه به گیرنده منتقل می‌کنند. کابل‌ها از طریق مجموعه‌ای از پیش‌آمپلی‌فایرها (در HPPR) که در کنار پایه مغناطیس قرار دارند مسیریابی می‌شوند. پیش‌آمپلی‌فایرها برای تقویت سیگنال‌های بسیار ضعیف NMR لازم هستند. طرح پراب در شکل ۶ نشان داده شده است.



شکل ۶- شمایی از پراب

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

سندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)



## آماده سازی نمونه و تنظیمات دستگاه NMR

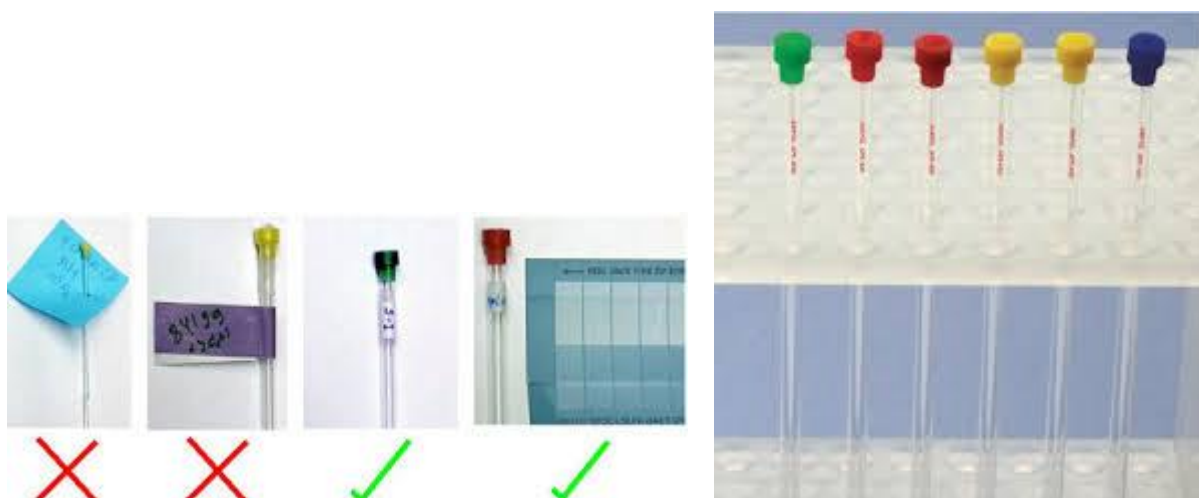


Diagram illustrating the process of sample preparation and analysis:

**Step 1 - Trifluoroacetylation**

Hydroxyl-terminated polymer + Trifluoroacetic anhydride  $\rightarrow$  Trifluoroacetylated polymer

**Step 2 -  $^{19}\text{F}$ -NMR analysis**

The analysis results are used to determine:

- Hydroxyl Value
- Molecular Weight

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دornنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

### ۳-۱- آماده سازی نمونه NMR

زمانی که از نمونه جامد در تکنیک NMR استفاده می شود سیگنال ها پهن می شوند، برای حل این مشکل نمونه در حلال حل شده و وارد فاز مایع می شود. بهترین نتیجه زمانی بدست می آید که نمونه تا حد ممکن خالص باشد. سیگنال های ناشی از ناخالصی در بهترین حالت طیف را پیچیده می کنند و در حالت بدتر سیگنال های اصلی را تغییر می دهند. همچنین ناخالصی های مغناطیسی باید حذف شوند زیرا می توانند میدان مغناطیسی را تحت تأثیر قرار دهند و باعث تخریب وضوح طیف سنج شوند. ناخالصی های جامد را می توان با صاف کردن جدا کرد و نمونه ها را کامل خشک کرد تا در صورت داشتن آب خشک شوند.

#### -انتخاب حلال

پس از خالص سازی و خشک کردن نمونه، مرحله بعد انتخاب حلال مناسب است. از آنجا که دوتریم هسته قفل کننده (Lock) است که بیشتر استفاده می شود. نمونه معمولاً در حلال دوتره حل می شوند. (حلال دوتره حلالی است که بیش از ۹۹٪ هیدروژن های آن بوسیله اتم دوتریم جایگزین شده است).

#### -حلالیت

هر چه حلالیت نمونه در حلال بیشتر باشد بهتر است. با افزایش حلالیت نمونه حساسیت آزمایش افزایش پیدا می کند. همچنین در صورتی که مقدار نمونه کم باشد حلالیت بالا مهم است. مزاحمت سیگنال حلال با طیف نمونه:

حلال به ناچار سیگنال NMR دارد که ناحیه طیف مربوطه را در آن قسمت دچار ابهام می کند. پیک حلال نباید با سیگنال نمونه همپوشانی داشته باشد.

### -وابستگی دمایی

در آزمایشاتی که در بالاتر یا پایین تر از دمای اتاق انجام می‌شوند نقطه ذوب و جوش حلال مهم است. زیرا حلالیت به تغییر دما وابسته است.

### -ویسکوزیته

هر چه قدر ویسکوزیته حلال کمتر باشد قدرت تفکیک آزمایش بهتر خواهد بود.

### قیمت

از آنجا که تعداد زیادی نمونه NMR اندازه‌گیری می‌شوند، قیمت حلال مهم است. هر چه تعداد اتم‌های دوتره بیشتر باشد قیمت افزایش پیدا می‌کند.

### -آب حلال

عموماً تمام حلال‌های NMR دارای مقداری جزئی آب هستند. و بیشتر آن‌ها جاذب آب هستند و هر چه زمان بیشتری باقی بمانند آب بیشتری جذب می‌کنند. هر چه شدت پیک آب بیشتر باشد کیفیت طیف NMR کم می‌شود.

### لوله آزمایش نمونه NMR

زمانی که نمونه آنالیز می‌شود بسته به نوع پراب و نوع آزمایش باید بچرخد. چرخش اسپینی باعث از بین بردن ناهمگونی‌های میدان در جهت X و Y شده و در نتیجه باعث بهتر شدن وضوح طیف می‌شود. از معایب چرخش

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)



اسپین می‌توان حضور سایه های ناشی از چرخش اسپین<sup>۸</sup> را نام برد. این سیگنال‌های مبهم (مشابه پیک) در نتیجه مدولاسیون میدان مغناطیسی در فرکانس اسپینی ایجاد می‌شوند. این پیک‌ها اغلب در دو طرف یک پیک بزرگ با شدت یکسان و به مقدار عددی سرعت اسپین ظاهر می‌شوند. شدت این پیک‌ها متناسب با شدت پیک اصلی است. در صورتیکه سرعت اسپین ۲۰ Hz باشد شاهد دو سایه در فاصله ۲۰ Hz بالاتر و پایین تر از پیک اصلی هستیم.

در حالیکه وجود سایه‌ها در طیف NMR اجتناب ناپذیر است، اندازه آن‌ها به کیفیت لوله آزمایش وابسته است در حالت ایده‌ال لوله نمونه باید تقارن استوانه‌ای کامل داشته باشد. عموماً اندازه بزرگ سایه‌ها ناشی از عدم تقارن لوله‌های آزمایش است و برای جلوگیری از ایجاد آن باید کیفیت لوله‌ها را بالا برد. لوله‌های نمونه باید تمیز و عاری از هر گونه گرد و غبار و خراش باشند. لوله‌های NMR نباید با برس شستشو داده شوند. شستشوی لوله‌های NMR با حل کردن در استون و آب و سایر حلال‌ها، استفاده از التراسونیک برای حل کردن تمام موارد در صورت وجود و در صورتیکه باز هم لوله تمیز نشود با استفاده از محلول‌های اسیدی و بازی قوی لوله‌ها تمیز می‌گردند. لوله‌های NMR را می‌توان در آون خشک کرد اما دمای آون باید بیشتر از ۱۰۰ °C نباشد. همچنین بهترین حالت خشک کردن لوله عبور آن از جو نیتروژن در انتها است.

### ۲-۳ روش آماده سازی نمونه

بهتر است که نمونه محلول NMR پس از صاف کردن وارد لوله NMR شود تا فاقد هر گونه گرد و غبار و ناخالصی باشد.

<sup>۸</sup> Spinning sidebands

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ داورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

- ۱- در نمونه‌های جامد و لوله‌های ۵ mm ، حدود ۲۰ mg از نمونه در ۰/۶ mL حلال حل می‌شود. نمونه‌های مایع ۲۰٪ از نمونه در ۰/۸۰٪ حلال حل می‌شود.
- ۲- حدود ۰/۱٪ از TMS (تترامتیل سیلان) به عنوان استاندارد داخلی به نمونه اضافه می‌شود. باید مطمئن شوید که سیگنال TMS کوچکتر از اغلب پیک‌های با دشت بالا در طیف باشد.
- ۳- نمونه از طریق سیستم پاستور که کاملاً خشک و تمیز است به لوله منتقل می‌شود.
- ۴- حدود ۰/۲ mL حلال دتره به نمونه اضافه شود به طوری که در نهایت عمق نمونه در داخل تیوپ ۳-۴ cm باشد.
- ۵- درب نمونه را گذاشته و برای جلوگیری از تبخیر حلال آن را با پارافیلیم سیلد کنید. توجه کنید درب، پارافیلیم و برچسب متقارن بر روی لوله باشند در غیر این صورت بر روی طیف تأثیر می‌گذارند.

### ۳-۳ شیم کردن (Shimming)

Shim کردن فرایندی است که تنظیمات جزئی در میدان مغناطیسی انجام می‌شود تا همگونی میدان مغناطیسی به بهینه برسد. بهتر کردن همگونی منجر به بهتر شدن کیفیت و وضوح طیف می‌شود. هر بار که نمونه یا پراب عوض می‌شود باید Shim را دوباره انجام داد. ذخیره کردن Shim در هر پراب باعث می‌شود که در زمان Shim صرفه جویی شود.

شیم بوسیله سیم‌پیچ‌های شیم کنترل می‌شود که در سیستم شیم در دمای اتاق در پایین مغناطیس قرار گرفته‌اند و این کار با کیبورد BSMS تنظیم می‌شود. تعداد سیم‌پیچ‌ها بسته به نوع سیستم BSMS دارد. همه آن‌ها دارای عبارت‌های جبری مانند  $Z, Z^2, XZ, X, Y, \dots$  هستند و کلیدهای آنها در پایین کیبورد BSMS

قرار دارد. میدان مغناطیسی یک میدان سه بعدی است و نامگذاری عددهای جبری متناسب با جهت میدان است.

همگون کردن میدان در صورتی است که سیگنال Lock در مقدار ثابتی از Lock power و gain بیشترین مقدار را در روی صفحه نشان دهد. مقدار عددی محورها به گونه‌ای تغییر می‌کنند که بیشتری مقدار عددی از هر محور مشاهده شود و سیگنال Lock بالاتر نرود.

### ۴-۳ تنظیم و تطبیق پراب<sup>۹</sup>

حساسیت پراب با فرکانس سیگنال‌های منتقل شده به آن تغییر می‌کند. فرکانسی وجود دارد که در آن حساسیت پراب به بیشترین مقدار خود می‌رسد. به علاوه این فرکانس بوسیله خازن‌های تنظیم کننده در داخل مدار پراب در محدوده خاص تنظیم می‌گردد. در تنظیم مدار پراب در حالتی قرار می‌گیرد که بالاترین حساسیت فرکانس در فرکانس‌های انتقال (SFO1, SFO2,...) ایجاد شود. هر سیم پیچ در پراب به طور جداگانه تنظیم و تطبیق می‌یابد.

در صورتیکه پراب عوض شود، فرکانس انتقال به طور چشمگیری تغییر می‌کند و تنظیم آن دوباره باید انجام شود. در کارهای روتین با حلال‌های آلی در صورتیکه پراب عوض نشود تغییرات فرکانس انتقال زیاد نیست و پراب که در ابتدا تنظیم شده تا جایی که تغییرات زیاد نباشد نیازی به تنظیم مجدد ندارد. معمولاً در صورتیکه فرکانس انتقال بیش از ۱۰۰ Hz نسبت به فرکانس اصلی تغییر کند پراب نیاز به تنظیم مجدد دارد. به هر حال در پراب‌های با پهنای باند<sup>۱۰</sup> فرکانس انتقال به میزان زیادی از هسته‌ای به هسته دیگر تغییر می‌کند و از این رو با تغییر هر هسته نیاز به تنظیم مجدد دارد. تطبیق شامل حداکثر قدرتی که به پایه پراب می‌رسد به

<sup>۹</sup>Tuning and Matching the probe

<sup>۱۰</sup> Broadband

همان صورت تا بالای پراب امتداد پیدا کند و شاهد افت قدرت فرکانس در طول محور عمودی پراب نباشیم. این تضمین می‌کند که کمترین قدرتی که به پایه پراب میرسد به آمپلی‌فایر برمی‌گردد. تمام آمپلی‌فایرهای بروکر به گونه‌ای طراحی شده‌اند که آمپدانس خروجی ۵۰ اهم دارند. بنابراین بهینه تطبیق زمانی است که آمپدانس پراب به همراه تمام کابل‌ها ۵۰ اهم باشد.

واب<sup>۱۱</sup> با انتقال سیگنال ضعیف به پراب و مقایسه پراب و ایمدانس<sup>۱۲</sup> کابل با مرجع ۵۰ اهم در HPPR کار می‌کند. مرکز فرکانس منتقل شده SFO1، SFO2 و... است اما روبش روی دامنه با اندازه پارامتر WBSW تعیین می‌شود. در نتیجه آن منحنی بدست می‌آید که شبیه منحنی مدار رزونانس است و به سادگی دامنه سیگنال انعکاسی را در مقابل فرکانس نشان می‌دهد.

تطبیق کردن شامل تنظیمات پراب است که در آن مینیمم منحنی روی محور افقی قرار بگیرد. و با محور فرکانس در جهت افقی تماس برقرار کند.

با تنظیم پراب خط فرکانس انتقال بر روی مرکز منحنی که در صفحه است قرار بگیرد.

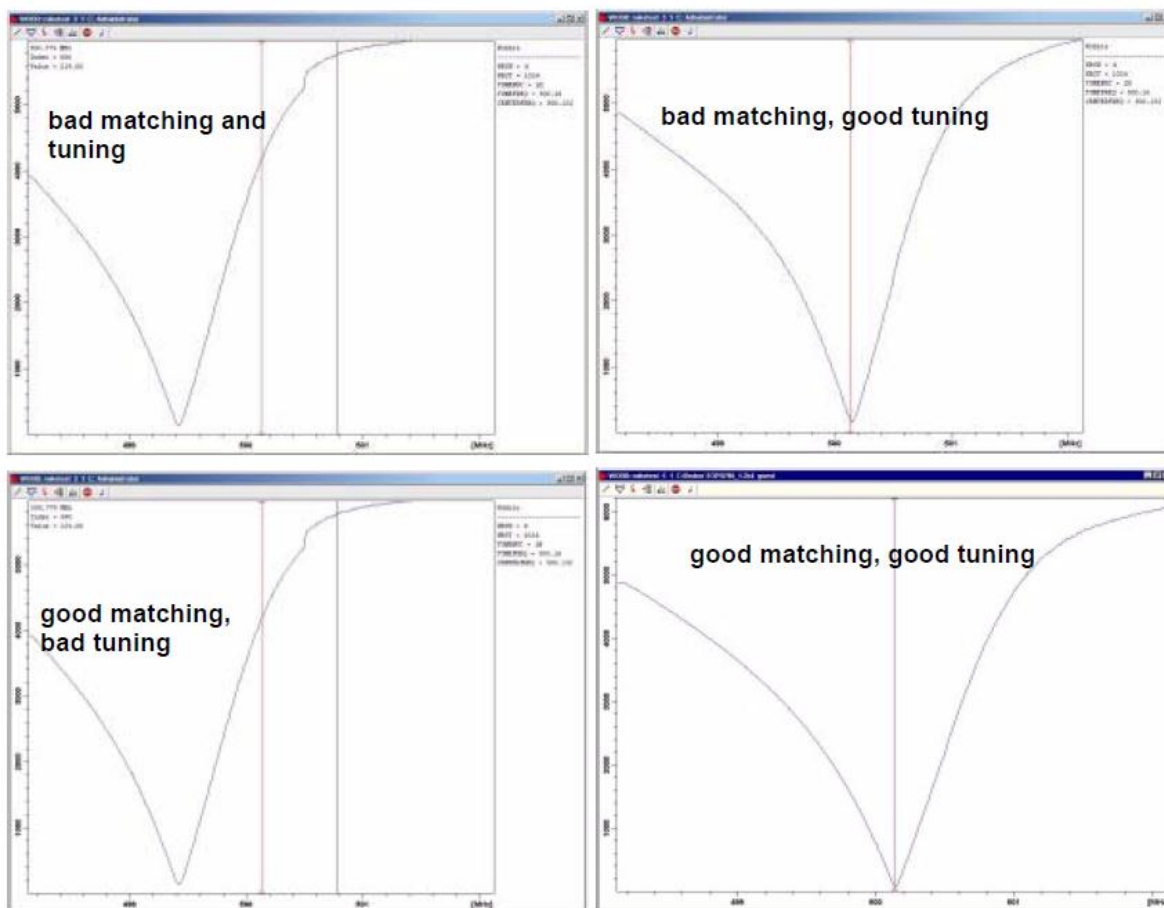
نحوه تنظیم از طریق پیچ‌های انتهایی پراب که بر روی آنها برچسب T و M خورده است انجام می‌شوند. این پیچ‌ها برای شناسایی به صورت رنگی هستند و جفت جداگانه‌ای از هر سیم پیچ داخل پراب قرار دارد. تنظیم در روی محور افقی و تطبیق بر روی محور عمودی قرار گرفته و پس از بهینه کردن هر دو آنها بر هم منطبق شده و خط بر روی مینیمم منحنی قرار می‌گیرد.

علامت تنظیم هر دو بر روی HPPR هم نمایش داده می‌شود و زمانی که بهینه تنظیم و تطبیق باشد هر دو خطوط عمودی و افقی برچسب خورده بر روی آن به رنگ سبز روشن می‌شوند.

<sup>11</sup> wobb

<sup>12</sup> Impedance

منحنی‌های مختلف مربوط به تنظیم و تطبیق و شکل آنها بر روی HPPR در شکل ۷ نشاد داده شده است.



شکل ۷- منحنی‌های تنظیم و تطبیق در حالت‌های مختلف ممکن

WBST (تعداد مراحل روبش) در دستگاه ۱۰۲۵ بایت زمینه آن است.

WBSW پهنای روبش بر حسب MHz است. ۴ MHz زمینه دستگاه است.

می‌توان هر کدام از این اعداد را متناسب با شرایط تنظیم و تطبیق تغییر داد تا بهینه منحنی بدست آید.

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

سندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)



### ۵-۳ روش واب کردن

- از تنظیم بودن SFO1 بر روی آخرین فرکانس انتقال اطمینان حاصل کنید.
- کامنت Wobb را در محل کامنت برنامه وارد کنید
- پس از اینکه تنظیمات کامل شد دکمه Stop را بزنید.

### ۶-۳ اکتساب مجموع داده‌ها<sup>۱۳</sup>

جمع آوری داده‌ها

با استفاده مداوم از اسپکترومتر حجم زیادی از داده‌ها ایجاد می‌شوند که دسته بندی و طبقه بندی کردن هر کدام به ویژه زمانی که چند کاربر از دستگاه استفاده می‌کنند لازم است. طبقه بندی منظم داده‌ها باعث می‌شود که دسترسی به داده‌ها بعدها آسانتر شود.

DIR (دایرکتوری سطح بالا): در سیستم‌هایی که داده‌های زیادی دارند، DIR مشخصه‌ای است که هر کاربر می‌تواند دایرکتوری خود را ایجاد کند.

User برای هر کاربر در یک اسپکترومتر یم یوزر تعریف می‌شود.

Name برای هر نمونه که توسط کاربر اندازه‌گیری می‌شود نام انتخاب می‌شود. هر داده دارای دو سری از داده‌ها شامل داده‌های خام<sup>۱۴</sup> و داده‌های پردازش شده<sup>۱۵</sup> است. زمانی که یک نمونه با شرایط مختلف اندازه‌گیری می‌شود هر کدام با شماره EXPO متفاوت ذخیره شوند و در صورتیکه برای یک نمونه انواع آنالیزها انجام شود هر کدام با شماره PROCNO متفاوت ذخیره می‌شوند.

<sup>13</sup> Acquisition Data set

<sup>14</sup> Raw data

<sup>15</sup> Processed data

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

سندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

برای هر نمونه فایلی ایجاد می‌شود که با نوشتن کامنت edc پنجره مطابق شکل ۷ باز می‌شود که مشخصات و آدرس داده‌ها در آن ذکر می‌شوند.

### ۷-۳ پارامترهای edasp

پارامتر edasp<sup>۱۶</sup> اسپکترومتر را می‌توان برای انجام آزمایش‌های خاص تنظیم دستی نمود. به عنوان مثال زمانی که تنظیم شدند می‌توانند وسایلی شبیه مسیر یاب تهیه می‌کنند که سیگنال متناسب آمپلی‌فایر را می‌فرستند. شکل ۸ منو edasp را در تاپ اسپین نمایش می‌دهد.

---

<sup>۱۶</sup>Edit acquisition spectrometer parameters

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

(after loading the standard "PROTON" parameter set)

Enter offsets      Click here to view list of all available nuclei      Click on various fields to set up an experiment

frequency      logical channel      amplifier      preamplifier

Channel	BF	SFO	OFS	Logical Channel	Amplifier	Preamplifier
1	500.13	300.191854	1853.8	NUC1	X 300 W	2H, X-BB19F_2HS, 19F, 1H
2	500.13	300.191854	1853.8	NUC2	H 50 W, H 500 mW	19F, 1H, 19F-Sel.
3	500.13	300.191854	1853.8	NUC3	X 300 W	
4	500.13	300.191854	1853.8	NUC4	X 300 W	2H 20 W

Save      Switch F1/F2      Switch F1/F3      Default      Cancel      Param

Quit with saving      Set default paths      Quit without saving

شکل ۸- منو edasp

جمله edasp به کاربر این امکان را می دهد که طراحی های گوناگون روی هسته های مختلف مورد بررسی انجام دهد. و این کار را با انتخاب صحیح آمپلی فایر مناسب، آمپلی فایر out put و HPPR انجام می دهد. موارد زیر باید مورد توجه قرار گیرند:

آدرس : تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر ، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

سندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

- هر نوع تغییر در پارامترهای اسپکترومتر (با استفاده از edasp) به داده‌های کسب شده (در جدول eda) منتقل می‌شوند.
  - هر نوع تغییر در تنظیمات پارامتر اکتساب (مانند فرکانس) تنها به پارامترهای اسپکترومتر منتقل می‌شوند. اگر edasp وارد شود نه edsp
  - پس از انجام تغییرات در پارامترهای اکتساب اگر edsp وارد شود تنظیمات به حالت اولیه برمی‌گردند.
- پس از تنظیم کردن تمام روابط پالس انتقال با کامنت های zg, gs یا go شروع به انجام می‌کنند.

### فرکانس

فرکانس‌های سیگنال‌های انتقال در کانال‌های یک، دو و سه به ترتیب در SFO1، SFO2 و SFO3 قرار دارند. این فرکانس‌ها ممکن است به طور مستقیم تنظیم نشوند.

فرکانس‌های انتقالی با تنظیم افست<sup>17</sup> نسبت به فرکانس اصلی کنترل می‌شوند. BF1، BF2 و BF3.

$$SFO1 = BF + \text{offset}$$

فرکانس انتقال به طور اتوماتیک بوسیله کاربر تنظیم می‌شود. افست‌ها با نشانه OFSH1، OFSX1، OFSF1 و غیره هستند. بر اساس نام‌های قراردادی فهرست شده‌اند. زمانی که هسته مشخصی انتخاب می‌شود فرکانس اصلی متناسب آن به طور خودکار تنظیم می‌گردد.

### ۸-۳ پارامترهای آزمایش

در آزمایش NMR نمونه با استفاده از پالس‌های متوالی و دقیق تعریف شده RF برانگیخته می‌شود.

<sup>17</sup> Offset

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

توالی با برنامه پالس تعریف شده و عموماً پالس‌ها با تأخیر تفرق پیدا می‌کنند. در تمایز بین برنامه‌های مختلف هر کدام با یک نام بیان می‌شوند. نام آن در قسمت PALPROG وارد می‌شود. برنامه پالس Zg30 در آزمایشات NMR یک بعدی عموماً استفاده می‌شود.

#### AQ-mod

مشخص می‌کند که داده‌های اکتسابی چگونه بین دو کانال دریافتی تقسیم شوند. در سیستم AVANCE با سیستم SGU معمولاً DQD انتخاب می‌شود.

#### TD: Time domain data size

سیگنال‌های نشری نمونه قیب از انجام هر چیزی به صورت ارقام در می‌آیند. مقدار عددی TD شامل تعداد نقاطی که نمونه و ارقام FID را بسازند می‌باشد. عموماً مقدار آن ۱۶، ۳۲ یا ۶۴K است.

#### NS: Number of Scans

در NMR تعداد معینی اسکن انجام می‌شود تا کیفیت طیف بهتر شود. تعداد انجام این آزمایش با NS مشخص می‌شود.

#### DS: Number of Dummy scans

تعدادی پالس مشابه پالس‌هایی که برای کسب داده‌ها هستند قبل از اینکه هیچ سیگنالی از نمونه نشر شود به آن منتقل می‌شوند. این پالس‌ها به نمونه اجازه می‌دهند که به حالت تعادلی و پایدار برسد. این پالس‌ها Dummy scan نامیده می‌شوند و هیچ داده‌ای ایجاد نمی‌کنند. تعداد DS بسته به زمان آسایش نمونه و نفوذپذیری گرمایی آن است.

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

### PARAMODE: Parameter set Mode

بسته به نوع آزمایش NMR روی 1D، 2D و 3D تنظیم می‌گردد.

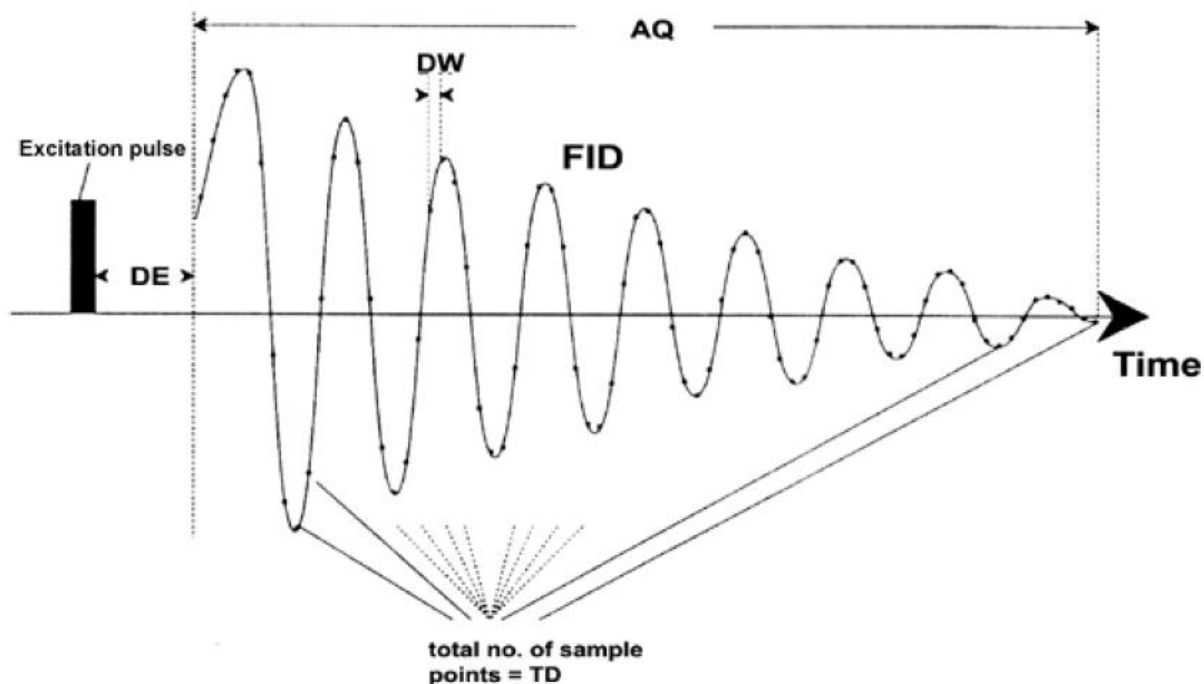
### SW: Spectral Width

این پارامتر گاهی اوقات sweep width هم خوانده می‌شود. پهنای فرکانس طیف مورد آنالیز را نشان می‌دهد. عموماً نمونه دامنه‌ای از فرکانس‌ها را بیش از تک فرکانس نشر می‌دهد. همه فرکانس‌های دامنه در پهنای طیف قرار می‌گیرند.

### AQ: Acquisition time

زمان اکتساب مدت زمان مورد نیاز برای کسب یک داده‌های یک اسکن است. این پارامتر به طور خودکار بر اساس مقدار TD و SW تنظیم می‌گردد.

در شکل ۹ برخی از پارامترهای اکتساب آورده شده است.



شکل ۹- نمایش گرافیکی برخی پارامترهای اکتساب

#### FIDERS: FID Resolution in Hertz (per point)

این پارامتر به طور اتوماتیک بر اساس مقادیر SWH و TD تنظیم می‌گردد. مقدار آن  $SWH/TD$  است. طیفی که بر روی صفحه نمایش داده می‌شود مجموعه‌ای از نقاط متصل بهم با خط راست است. بنابراین هر نقطه دامنه فرکانسی را نشان می‌دهد که تفکیک FID نام دارد.

#### FW: Filter Width

عموماً فیلتر بسته به مقدار SW به طور اتوماتیک تنظیمی شده است. تنظیمات آن طوری است که هر سیگنال ورودی که خارج از محدوده پهنای طیف باشد را حذف می‌کند.

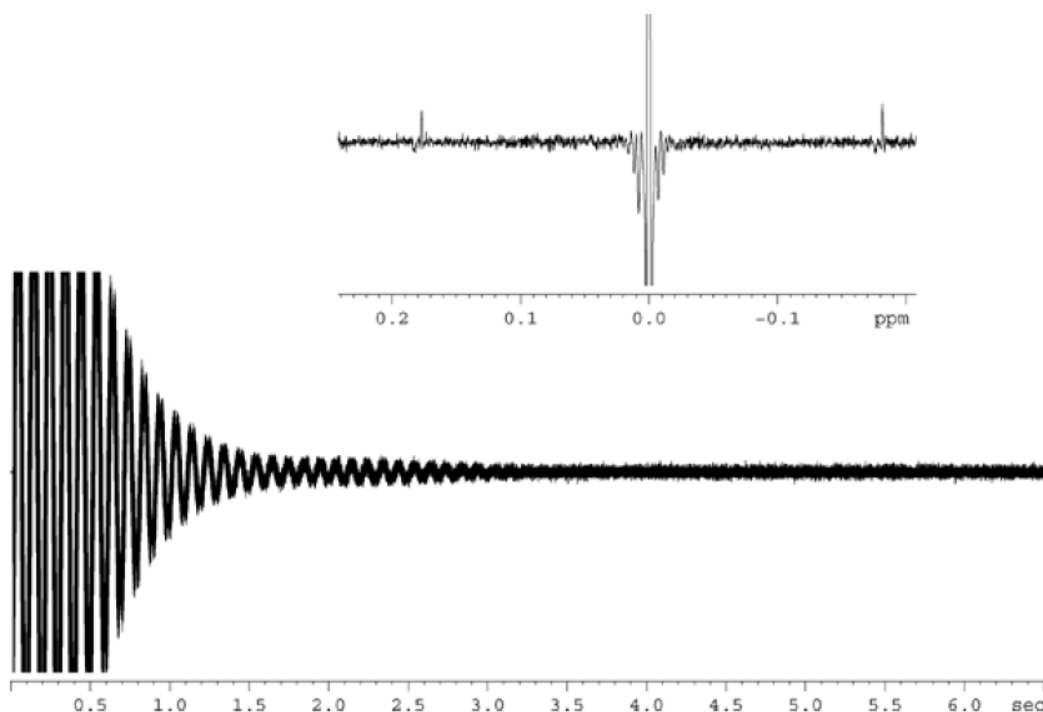
آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

سندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

RG: Receiver Gain

RG پارامتر بسیار مهمی است که جهت اتصال میدان نوسان FID به محدوده دینامیکی دیجیتال کننده می‌باشد. صحت RG با بازرسی FID تعیین می‌گردد. اگر FID از بالا یا پایین صفحه قطع شود RG باید کم شود.

شکل ۱۰ FID را زمانیکه RG خیلی زیاد باشد نشان می‌دهد.



شکل ۱۰ - نمایش FID زمانیکه RG خیلی بالا باشد.

آدرس : تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر ، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)



مدت زمان

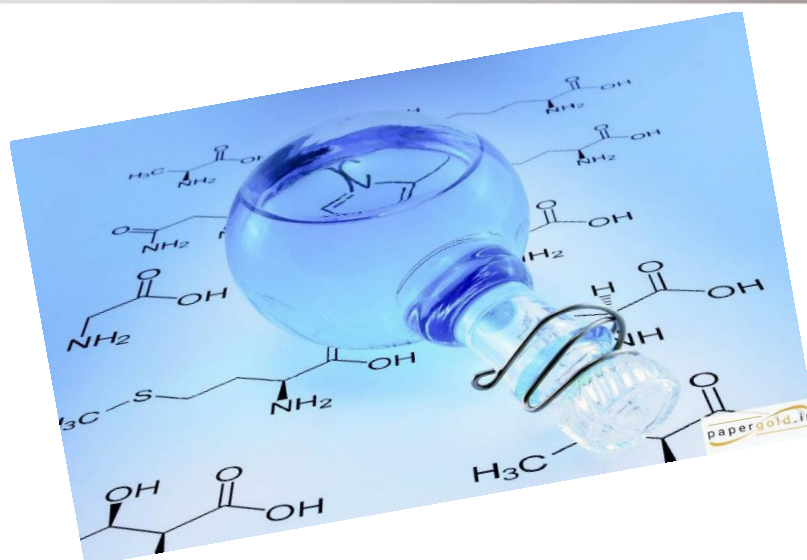
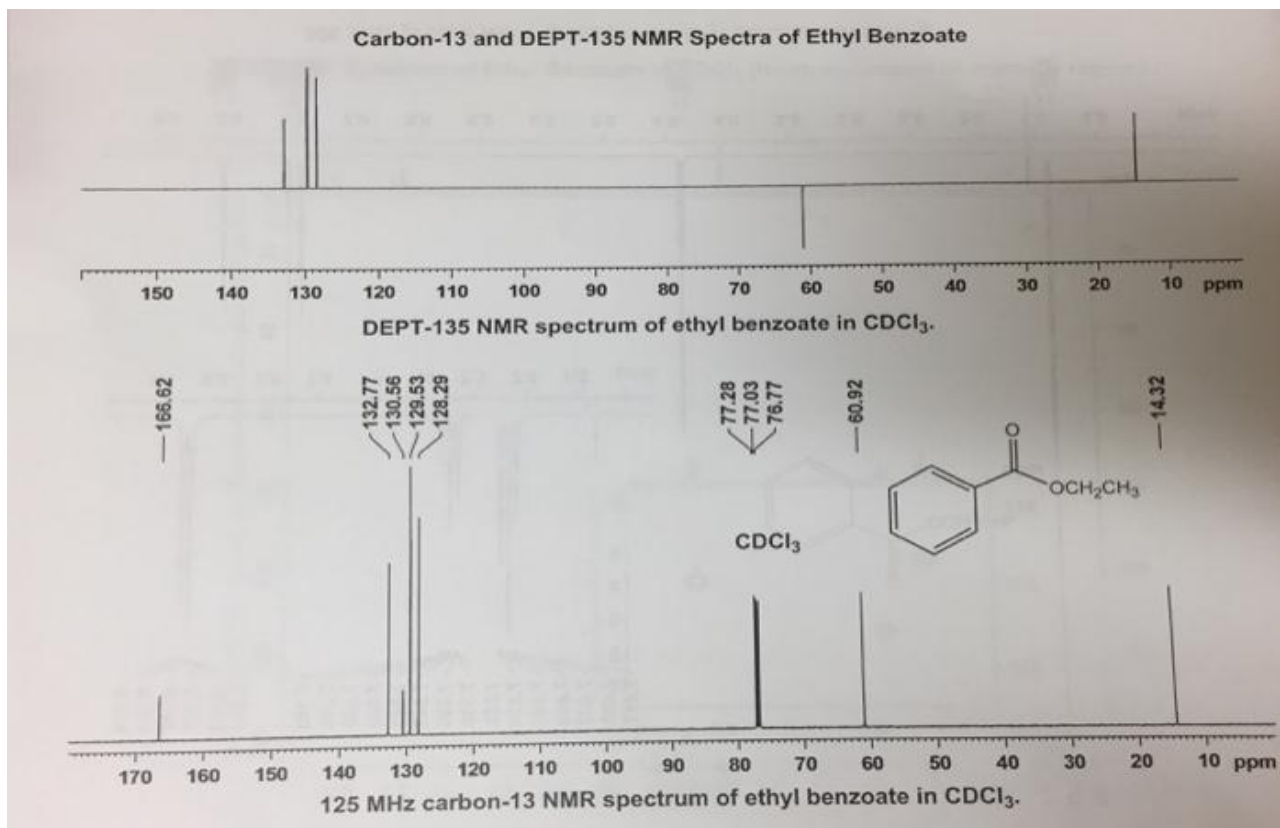
P(us): P0 – P63

مجموعه ای از عرض ۶۴ پالس ممکن می توانند در یک برنامه پالس گنجانده شوند. واحد پیش فرض میکروثانیه است و به صورت ms نوشته می شود. پالس p1 همیشه به عنوان پالس تحریک کننده استاندارد ۹۰ استفاده می شود.

آدرس : تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر ، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

صندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

## ثبت طیف NMR



آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

سندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

#### ۱-۴ طیف گیری $^1\text{HNMR}$

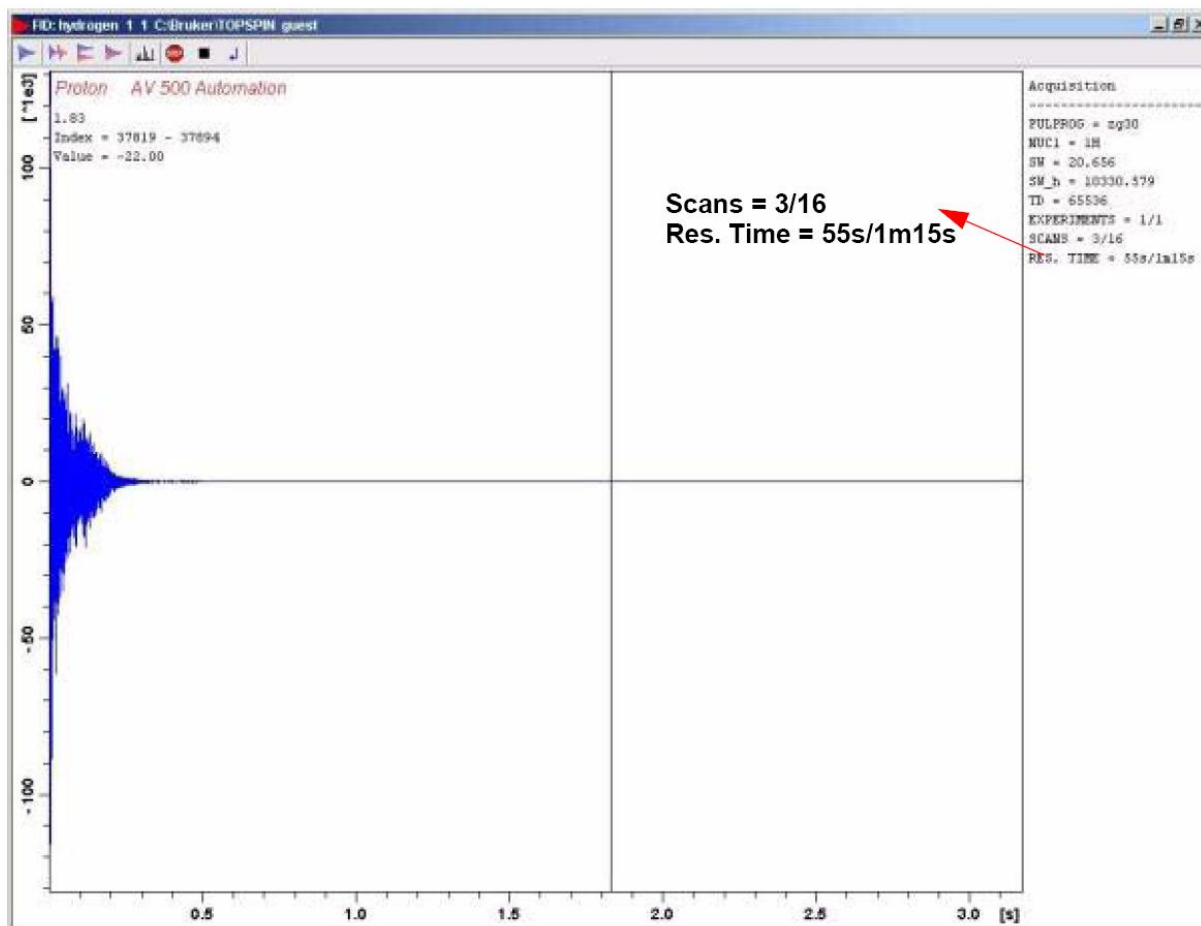
حدود ۲۰ mg از نمونه جامد را در ۰/۶ mL حلال دوتره حل کرده و مراحل زیر را انجام می‌دهیم

- ۱- قرار دادن نمونه در محل و روشن کردن اسپین
- ۲- Lock کردن طیف نمونه
- ۳- تنظیم و تطبیق نمونه
- ۴- Shim کردن نمونه به بهینه کردن پارامترهای  $Z$ ،  $Z^2$  و...
- ۵- ایجاد محل جدید برای جمع آوری داده‌های نمونه
- ۶- در rpar گزینه  $^1\text{HNMR}$  انتخاب می‌شود.
- ۷- خواندن پارامترهای استاندارد و تغییر در صورت نیاز
- ۸- خواندن prosol با کامنت getprosol
- ۹- تنظیم receiver gain با کامنت rga
- ۱۰- تنظیم NS، DS، D1 و ... بسته به شرایط نمونه
- ۱۱- اجرای دستور zg برای جمع آوری داده‌ها

پس از تمام شدن طیف گیری با انجام دستورات efp و apk که مربوط به تصحیح فاز هستند و نیز تصحیح خط زمینه، طیف مورد نظر بدست می‌آید.

شکل ۱۱ پنجره کسب داده‌ها را در حین طیف گیری نشان می‌دهد.

Figure 9.1. Acquisition Window - Status of the Scan Counter



شکل ۱۱- داده‌های در حال کسب

#### ۲-۴ طیف‌گیری $^{13}\text{C}$ NMR

طیف  $^{13}\text{C}$ NMR به دو شکل وجود دارد که جفت شده با پروتون و واجفت شده با پروتون هستند. تمام طیف‌های کربن که در آزمایشگاه گرفته می‌شوند واجفت شده از پروتون هستند تا وضوح و شناسایی سیگنال‌های بهتر شده و حساسیت بالاتری نسبت به طیف‌های جفت شده دارند.

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

سندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)

حدود 40 mg از نمونه جامد را در حلال دوتره حل کرده و مراحل زیر را انجام می‌دهیم

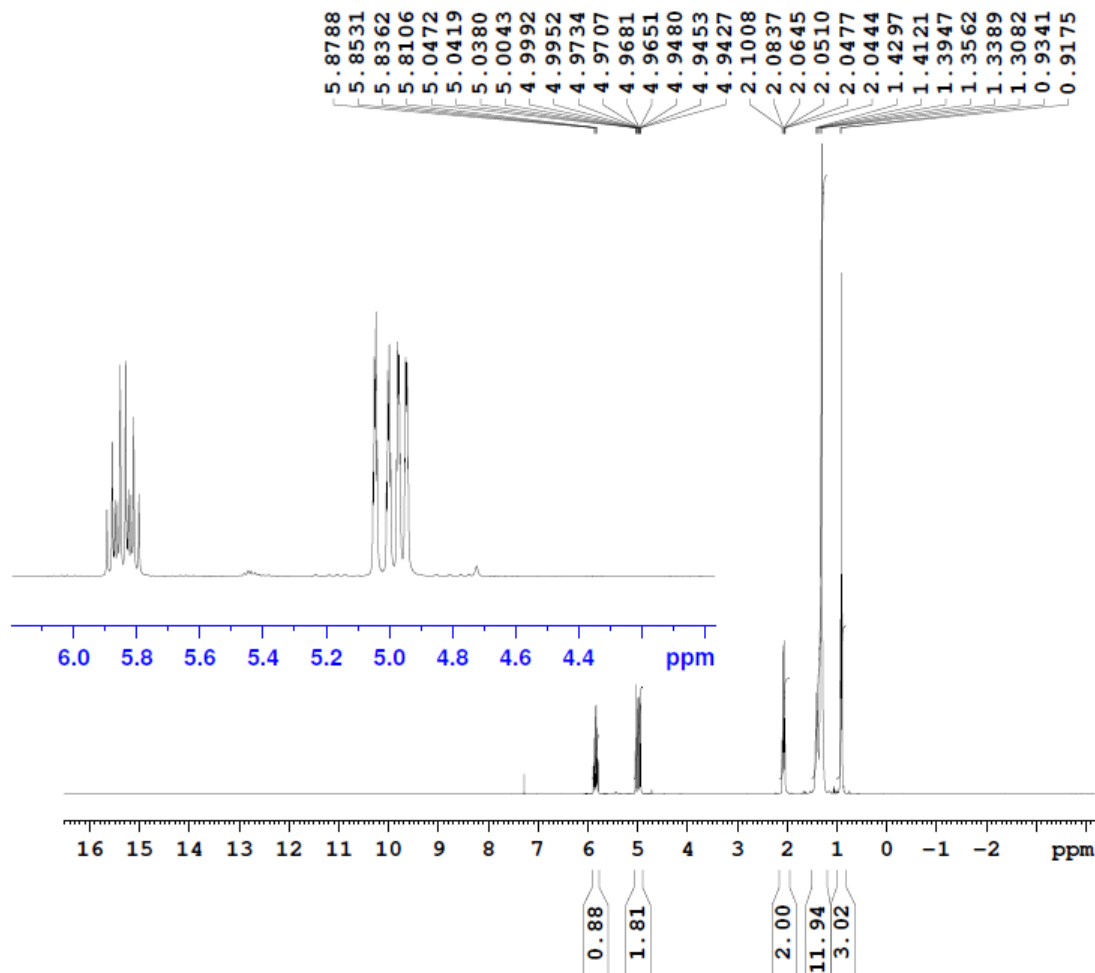
- ۱- قرار دادن نمونه در محل و روشن کردن اسپین
- ۲- Lock کردن طیف نمونه
- ۳- تنظیم و تطبیق نمونه
- ۴- ایجاد محل جدید برای جمع آوری داده‌های نمونه
- ۵- در rpar گزینه  $^{13}\text{CNMR}$  انتخاب می‌شود.
- ۶- خواندن پارامترهای استاندارد و تغییر در صورت نیاز
- ۷- خواندن prosol با کامنت getprosol
- ۸- تنظیم receiver gain با کامنت rga
- ۹- تنظیم DS، NS، D1 و ... بسته به شرایط نمونه
- ۱۰- اجرای دستور zg برای جمع آوری داده‌ها

پس از تمام شدن طیف گیری با انجام دستورات efp و apk که مربوط به تصحیح فاز هستند و نیز تصحیح خط زمینه، طیف مورد نظر بدست می‌آید (۱ و ۲).

شکل‌های ۱۴-۱۲ طیف های  $^1\text{HNMR}$ ،  $^{13}\text{CNMR}$  و DEPTC13NMR مربوط به نمونه ۱-دکن در حلال  $\text{CDCl}_3$  است که با دستگاه 400 MHz NMR پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی گرفته شده است.

آدرس: تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

سندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)



```

NAME           Rhbar
EXPNO          1
PROCNO         1
Date_          20190515
Time           11.25
INSTRUM        spect
PROBHD         5 mm QNP 1H/13
PULPROG        zg30
TD              32768
SOLVENT        CDCl3
NS              16
DS              2
SWH             8278.146 Hz
FIDRES         0.252629 Hz
AQ              1.9792372 sec
RG              28.5
DW              60.400 usec
DE              6.50 usec
TE              296.2 K
D1              1.00000000 sec
TDO            1
    
```

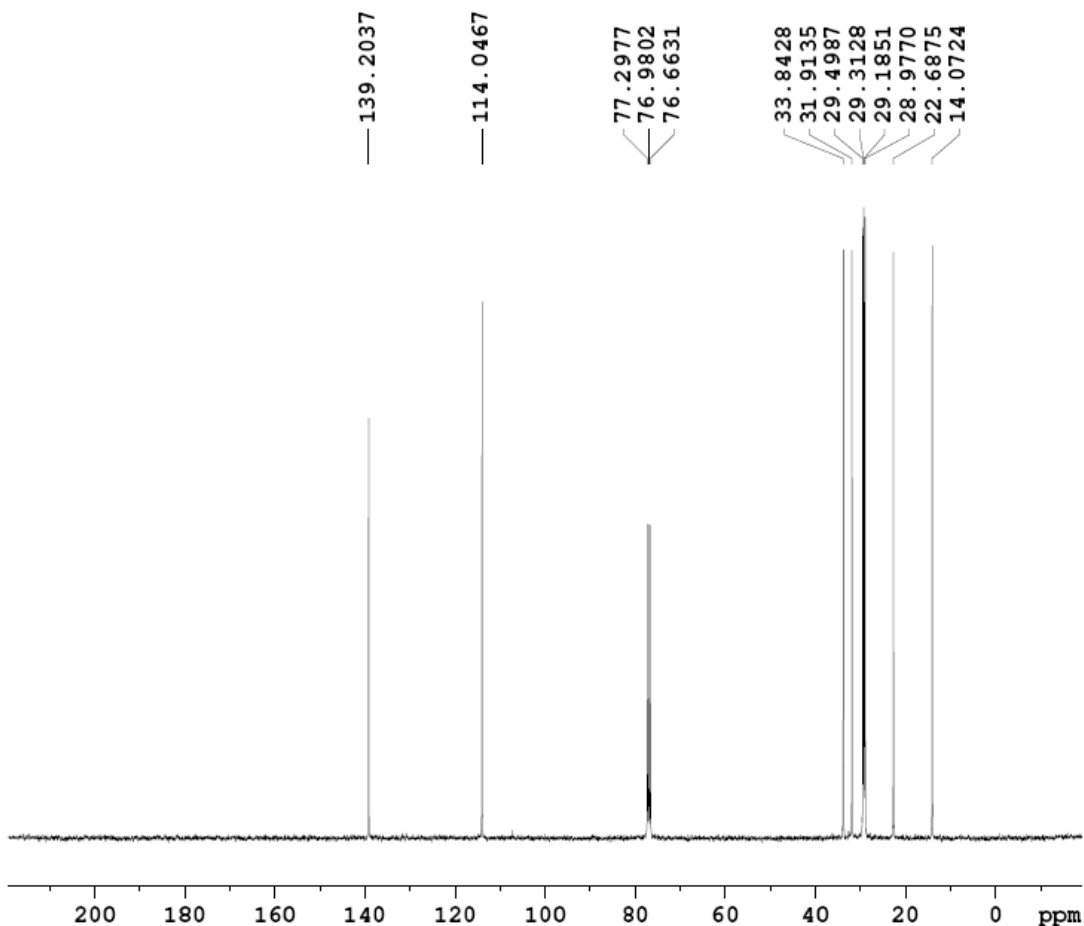
```

===== CHANNEL f1 =====
NUC1            1H
P1              10.00 usec
PL1             3.00 dB
SFO1            400.1324710 MHz
SI              32768
SF              400.1300000 MHz
WDW             EM
SSB             0
LB              0.30 Hz
GB              0
PC              1.00
    
```

شکل ۱۲- طیف  $^1\text{H}$ NMR ۱-دکن در حلال  $\text{CDCl}_3$ ، 400MHz

آدرس : تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر ، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

سندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)



```

NAME           Rhbar
EXPNO          2
PROCNO        1
Date_         20190515
Time          11.53
INSTRUM       spect
PROBHD        5 mm QNP 1H/13
PULPROG       zgpg30
TD            32768
SOLVENT       CDCl3
NS            512
DS            5
SWH           23980.814 Hz
FIDRES        0.731836 Hz
AQ            0.6832628 sec
RG            20642.5
DW            20.850 use
DE            6.50 use
TE            297.2 K
D1            2.00000000 sec
D11           0.03000000 sec
TD0           1

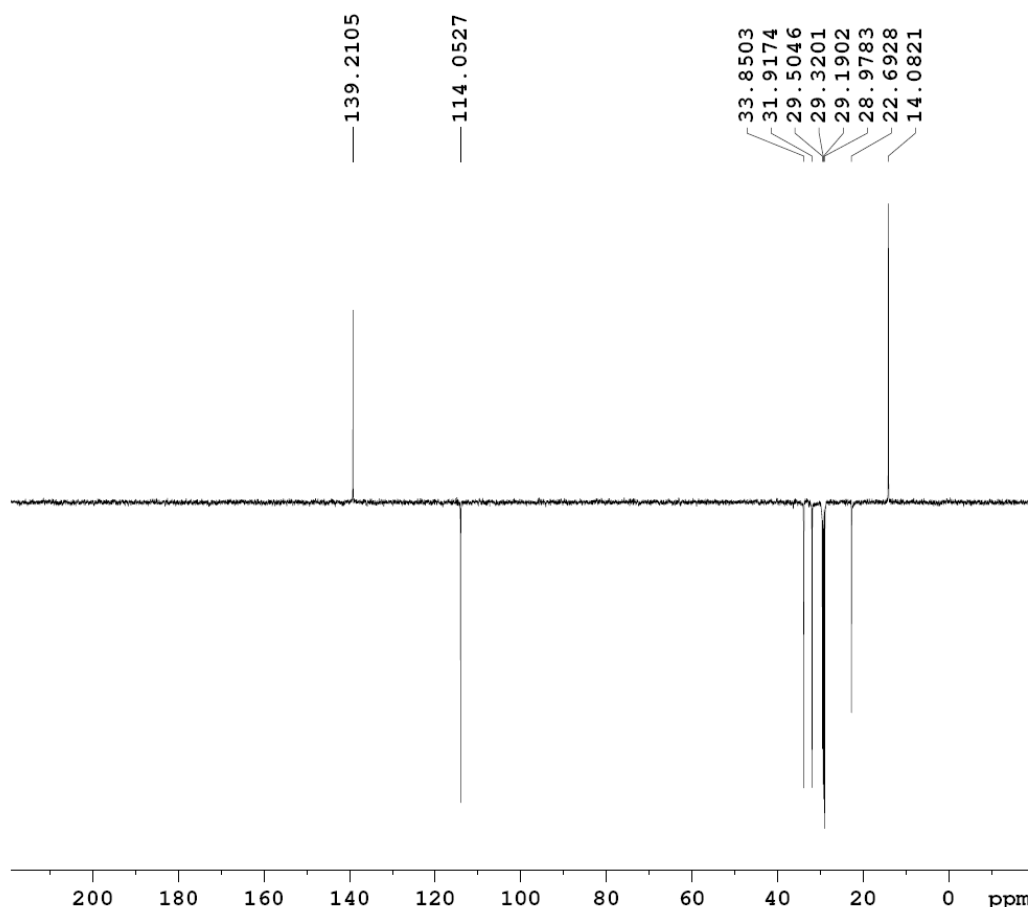
===== CHANNEL f1 =====
NUC1           13C
P1             11.00 use
PL1            0.00 dB
SFO1           100.6228298 MHz

===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2       waltz16
NUC2           1H
PCPD2         100.00 use
PL2           120.00 dB
PL12          20.00 dB
PL13          20.00 dB
SFO2          400.1316005 MHz
SI            32768
SF            100.6127690 MHz
WDW           EM
SSB           0
LB            3.00 Hz
GB            0
PC            1.40
    
```

شکل ۱۳- طیف  $^{13}\text{C}$  NMR ۱-دکن در حلال  $\text{CDCl}_3$ ، 100MHz

آدرس : تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر ، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

سندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)



```

NAME Rhbar
EXPNO 17
PROCNO 1
Date_ 20190515
Time 13.32
INSTRUM spect
PROBHD 5 mm QNP 1H/13
PULPROG dept135
TD 65536
SOLVENT CDC13
NS 101
DS 4
SWH 23980.814 Hz
FIDRES 0.365918 Hz
AQ 1.3664756 sec
RG 16384
DW 20.850 usec
DE 6.50 usec
TE 296.4 K
CNST2 145.0000000
D1 2.00000000 sec
D2 0.00344828 sec
D12 0.00002000 sec
TD0 1

===== CHANNEL f1 =====
NUC1 13C
P1 11.00 usec
P2 22.00 usec
PL1 0.00 dB
SFO1 100.6228298 MHz

===== CHANNEL f2 =====
CPDPRG2 waltz16
NUC2 1H
P3 10.00 usec
P4 20.00 usec
PCPD2 100.00 usec
PL2 3.00 dB
PL12 23.00 dB
SFO2 400.1316005 MHz
SI 32768
SF 100.6127690 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 3.00 Hz
GB 0
PC 1.40
    
```

شکل ۱۴- طیف DEPTC13NMR ۱-دکن در حلال  $CDCl_3$ ، 100 MHz

### منابع

- 1- AVANCE, SGU Based Frequency Generation, Beginners Guide, English Version, 003, Eamonn Butler., Stanley J. Niles, **2003**: Bruker Biospin GmbH, Rheinstetten, Germany, P/N: Z31633E, DWG-Nr: 1344003
- 2- 1D and 2D Experiments, step – by – step Tutorial Basic Experiments user guide, Version 002, Peter Ziegler, **2006**, Bruker Biospin Corporation, USA, P/N: B4472, DWG-Nr: 002.
- 3- Introduction to Spectroscopy, Fourth Edition, Donald L. Pavia, Gary M. Lampman, George S. Kriz, and James R. Vyvyan, ISBN-13:978-0-0495-11478-9, Belmont, CA94002-3098, USA, **2001**, Brooks/COLE CeNGAGE Learning

آدرس : تهران، ضلع شمالی آزادراه تهران به کرج، بعد از پیکان شهر ، بلوار پژوهش، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

سندوق پستی: ۱۴۹۷۵/۱۱۲ تلفن تماس: ۴۸۶۶۲۱۳۹ دورنگار: ۴۴۷۸۷۰۵۵ Website: [www.ippi.ac.ir](http://www.ippi.ac.ir)