









# Avance III 400 MHz SB - Configuració del TopSpin

Aquesta és la llista de tasques de configuració a rer per completar la instal·lació i configuració del TopSpin 3.6.4:

-  edprobe
  - copiar els fitxers de configuració de les sondes i seleccionar la sonda TBI que està muntada
-  expinstall
  - copiar els parameter sets ~/par/user
-  prosol
  - copiar els valors de la darrera instal·lació.
-  pulse programs
  - copiar els fitxers de la darrera instal·lació.
-  pulse shapes
  - copiar els fitxers de la darrera instal·lació.
-  compilació dels programes AU amb `cplbruk all` i `cpluser all`
-  Variable Temperature Unit (VTU) & Edte
  - s'obre la finestra Edte sense problemes
-  topshim
  - s'executa, però vol una mostra de 90%H<sub>2</sub>O + 10%D<sub>2</sub>O per fer unes calibracions, i l'aturo per ara.

## Edprobe

Les tres sondes disponibles per aquest espectròmetre són,

Nickname	Probe ID	Description
1H+BB+Fluor - ATMA	Z104450 / 0188	PA BBO 400S1 BBF-H-D-05 Z
OLD 1H+BBI (19F-109Ag)	Z8202 / 0003	5 mm BBI-1H/D Z-GRD Z8202/0003
4 mm HRMAS 1H/13C/31P	B3748 / 0321	4 mm HRMAS 1H/13C/31P-2H Z-GRD B3748/0321

La segona (OLD 1H+BBI) és la que està muntada però el TopSpin no la detecta perquè no té PICS. Per configurar-les, copio els fitxers de configuració de l'anterior instal·lació i comprovo que apareixen a edprobe. Llavors selecciono la sonda OLD 1H+BBI com a sonda actual (`Set as current`), i comprovo i guardo la configuració de les connexions (`Edit RF Connections`).

Els fitxers de configuració actuals són,

```
# pwd
/opt/topspin3.6.4/conf/instr/probeheads

# ls -l
total 48
-rw-rw-rw-. 1 nmrsu nmrsu 9584 Aug 26 11:37 B3748_0321.par
```

```
-rw-rw-rw-. 1 nmrsu nmrsu 15 Mar 2 2020 curprobe
-rw-rw-rw-. 1 nmrsu nmrsu 3061 Mar 2 2020 Z104450_0188.bb
-rw-rw-rw-. 1 nmrsu nmrsu 9854 Aug 26 11:37 Z104450_0188.par
-rw-rw-rw-. 1 nmrsu nmrsu 1314 Mar 2 2020 Z104450_0188.ph
-rw-rw-rw-. 1 nmrsu nmrsu 9585 Aug 26 11:53 Z8202_0003.par
```

## Expinstall

Executo la comanda `expinstall` per copiar i configurar els *parameter sets* a les especificacions de l'espectròmetre. Les opcions triades són:

- Select the type of acquisition: High Resolution Systems
- Available spectrometer or datastation configurations
  - Select the configuration you want to use: spect
- Select the items you want to install
  - Install Pulse Programs
  - Install Bruker AU Programs
  - [unchecked] Recompile All User AU Programs
  - Install Library CPD Programs
  - Install Library Gradient Files
  - Install Library Shape Files
  - Convert Standard Parameter Sets
  - Install Standard Scaling Region Files
  - Install Bruker Python Programs
- Select the basic frequency of your spectrometer
  - Basic Frequency: 400.13
- Select the pre-scan delay DE
  - Default pre-scan-delay (us): 6.5
- Select the plotter paper format
  - Paper format: A4 / Letter

## PENDENT - Còpies de seguretat automàtiques

### Fixers de configuració del TopSpin

Configuro i activo l'opció de crear còpies de seguretat automàtiques de la configuració del TopSpin amb les següents opcions:

- SAVE INSTALLATION FILES
  - Location of backup file: /opt/topspin3.6.3/nmr\_backup \* Installation to be saved (TopSpin home): /opt/topspin3.6.3
  - Spectrometer configuration (e.g. spect): spect
  - Display default information: checked
  - Display additional information: unchecked
- Execute "Save installation specific files" periodically: [Automatic Backup]

Deixo les opcions per defecte i es crea el cron-job que periòdicament farà una còpia dels fitxers de configuració.

Quan surto es compila el programa AU nmr-save i es crea la primera còpia de seguretat.

El contingut de les còpies de seguretat es pot veure al fitxer de registre

```
retrieving path to diskless (may take some time)...
found /usr/diskless
prepare backup: Copy /usr/diskless/prog/logfiles to
/opt/topspin3.6.3/nmr_backup/tmp_backup_dir/logfiles
extract and backup /opt/topspin3.6.3/conf/instr/servtool/bsmstool/boss/
=>
extract and backup /opt/topspin3.6.3/conf/instr/servtool/bsmstool/boss/wb/
now extracting from dir
/opt/topspin3.6.3/conf/instr/servtool/bsmstool/boss/wb/...
[...].
Every file of the following directories will be saved:

/opt/topspin3.6.3/QTP/
/opt/topspin3.6.3/conf/global/
/opt/topspin3.6.3/conf/instr/...
[...]
/opt/topspin3.6.3/db/user/
/opt/topspin3.6.3/data/final/nmr/protocolfiles/

Additionally the following files will be saved (if existing):

/opt/topspin3.6.3/conf/instr/spect/uxnmr.par
/opt/topspin3.6.3/conf/instr/spect/uxnmr.info
[...]
/opt/topspin3.6.3/prog/server/export.conf

-----

start to generate back-up copy...

Now writing zip file
/opt/topspin3.6.3/nmr_backup/completeDirectories.zip1...
[...]
Backing up of NMR data was successful!
The backup file

/opt/topspin3.6.3/nmr_backup/nmr_backup_20210824-1726.zip

has been generated!

#####
```

## Fixers dels usuaris



Configuro l'opció de crear còpies de seguretat automàtiques de la configuració del TopSpin amb les següents opcions:

- SAVE USER FILES
  - Location of backup file: /opt/topspin3.6.3/nmr\_backup
  - Overwrite existing backup file unchecked
  - Display default information: checked
  - Display additional information: unchecked
- Execute Save user files periodically:

premo el botó [\[Automatic Backup\]](#) i s'obre una nova finestra amb els paràmetres de la tasca automàtica. Deixo les opcions per defecte i es crea el cron-job que periòdicament farà una còpia dels fitxers de configuració.

Quan surto es compila el programa AU nmr-save i es crea la primera còpia de seguretat.

El contingut de les còpies de seguretat es pot veure al fitxer de registre

```
retrieving path to diskless (may take some time)...
found /usr/diskless

Every non-Bruker file in /home/sermnadmin/.topspin-cie-54-214.uab.cat/ will
be saved:

Every non-Bruker file in /opt/topspin3.6.3/exp/stan/nmr/au/src/ will be
saved:

now extracting from dir /opt/topspin3.6.3/exp/stan/nmr/au/src/...

Now writing zip file
/opt/topspin3.6.3/nmr_backup/extractedDirectories.zip1...

[...]

Now writing zip file
/opt/topspin3.6.3/nmr_backup/nmr_backup_sermnadmin_20210812-1137.zip...

#####

Backing up of NMR data was successful!
The backup file

/opt/topspin3.6.3/nmr_backup/nmr_backup_sermnadmin_20210826-1027.zip
```

has been generated!

```
#####
```

## Còpia dels fitxers de PROSOL

Els fitxers de configuració de PROSOL s'han copiat amb la configuració de l'espectròmetre. Executo `edprosol` i comprovo que els pulsos estan definits.

## Còpia dels fitxers a les carpetes

**"~topspin/exp/stan/nmr/\*/user/"**

Copio els fitxers que hi ha a les carpetes `exp/stan/nmr/*/user/` de la 3.6.3.

### **exp/stan/nmr/au/src/user**

- Copio els fitxers de `/mnt/old-opt/topspin/3.6.3`
- **PENDENT** Copio els fitxers de `/mnt/old-opt/topspin/3.5pl6`

### **exp/stan/nmr/par/user**

- Copio els fitxers de `/mnt/old-opt/topspin/3.6.3`
- **PENDENT** Copio els fitxers de `/mnt/old-opt/topspin/3.5pl6`

### **exp/stan/nmr/py/user/**

- Copio els fitxers de `/mnt/old-opt/topspin/3.6.3`
- **PENDENT** Copio els fitxers de `/mnt/old-opt/topspin/3.5pl6`

### **exp/stan/nmr/lists/ (multiples carpetes)**

- Copio els fitxers de `/mnt/old-opt/topspin/3.6.3`
- **PENDENT** Copio els fitxers de `/mnt/old-opt/topspin/3.5pl6`

## Compilació dels programes AU

Executo les comandes `compileall` per compilar els programes AU de Bruker i els de la carpeta `user`.

## Configuració dels paràmetres del client i sistema

Un cop completada la configuració del TopSpin amb la comanda `cf`, a la finestra de *Additional Setups* - *Important* executo la comanda `Edcstm` per entrar la informació sobre el sistema i el client:

<b>Customer Info</b>	
<b>Customer Name *</b>	Servei de Ressonància Magnètica Nuclear
<b>Operator Name</b>	—
<b>Company *</b>	Universitat Autònoma de Barcelona
<b>Address</b>	Edifici C, Campus de Bellaterra s/n
<b>Postal Code</b>	08193
<b>City *</b>	Cerdanyola del Vallès
<b>Country *</b>	Catalunya (Spain)
<b>Phone Contact Customer *</b>	+34 93 581 2291
<b>Mobile</b>	—
<b>Fax</b>	—
<b>E-Mail *</b>	<a href="mailto:s.rmn@uab.cat">s.rmn@uab.cat</a>
<b>Bruker Info</b>	
<b>Engineer *</b>	Òscar Benítez
<b>Office *</b>	Bruker Española, S.A.
<b>Central Hotline Phone *</b>	+34 686 944 920
<b>Central Hotline E-Mail *</b>	<a href="mailto:oscar.benitez@bruker.com">oscar.benitez@bruker.com</a>
<b>System Info</b>	
<b>Order No. *</b>	Instal·lat al 1993
<b>Contract Service No</b>	—
<b>System Type</b>	Avance III 400 MHz SB - SeRMN, UAB
<b>Console Part and Serial No</b>	H03128OB / Var 0.00 & 0122 / ECL 01
<b>Coil</b>	BZH 161 40 70B
<b>Dewar</b>	D 105 52 1275
<b>Shim System Offset *</b>	769 mm from magnet top / 768 mm
<b>Shim System Angle</b>	—
<b>CryoProbe Order No.</b>	—
<b>Location</b>	Servei de Ressonància Magnètica Nuclear
<b>Register No.</b>	

\* Required Fields

## Finestra de la BSMS Tool

Obro la finestra de la BSMS Tool sense problemes, la configuro perquè es mostri com finestra externa

- Config / External checked

i la moc a la seva ubicació final al monitor secundari. Llavors mesuro el nivell d'heli actual i comprovo

que la BSMS Tool funciona.

## Finestra del senyal de lock

Obro la finestra "LOCK Signal Display" sense problemes. Ja està configurada com finestra externa, o sigui que només l'he de moure a la seva ubicació al monitor secundari.

## Lectura del fitxer de shims

Executo la comanda `rsh` per carregar un dels fitxers de shims més actuals. s'obre la finestra per seleccionar el fitxer a carregar, trio un i el TopSpin el llegeix sense problemes.

## TopShim

Quan executo la comanda `topshim` em demana una mostra que doni un senyal de 1H intens (per exemple, 90%H<sub>2</sub>O + 10%D<sub>2</sub>O) perquè ha de fer unes calibracions, possiblement un mapa de shims (`topshim 3D`).

Poso la mostra de sacarosa en 90%H<sub>2</sub>O+10%D<sub>2</sub>O, executo `topshim` i els missatges indiquen que està adquirint el mapa de shims, equivalent a executar `topshim 3d`.

## PENDENT - Unitat de temperatura (VTU)

Amb la comanda `edte` obro la finestra de control de la Unitat de temperatura (VUT) sense problemes.



A la configuració de la sonda (`edprobe`) posa que el termopar és `Type_T`, però a la pestanya "Config.", apareix en vermell el missatge "**Current probehead sensor : Type\_T.**"-

Vol dir això que hi ha un error a la configuració?

Caldrà consultar-ho amb el suport tècnic de Bruker.

## PENDENT: Configuració del MICS

Comprovo que MICS ha creat els fitxers `mics.sh` i `mics.csh` dins `/etc/profile.d` per tal que el programa s'executi automàticament cada cop que un usuari obri una sessió.



- Descarregar-se el fitxer BIS de l'imant o generar-lo si no existeix.
  - [MICS Support & Upgrades | Bruker](#) (cal login).

Les dades de l'imant són:

```
$ cat /opt/topspin3.6.4/conf/instr/spect/uxnmr.par
...
##$ConsolePnSn= <H031280B / Var 0.00 & 0122 / EC>
...
##$MagnCoilPnSn= <BZH 161 40 70B>
##$MagnDewarPnSn= <D 105 52 1275>
...
##$OrderNo= <Instal.lat al 1993>
```

però quan les entro al formulari per descarregar-me el fitxer BIS, em surt el missatge “BIS file for magnet no 161 / cryostat 1275 not found”, de forma que l'hauré de crear manualment.

Obro la pàgina ( [Manually create BIS File \(old systems\)](#)), trio l'opció BZH system (4K only), i entro el número de l'imant (161) i del criostat (1275). Llavors apareix un avís en pantalla,

```
BIS file for magnet no 161 / cryostat 1275
```

Note:

manually creating a BIS file should be done for OLD systems only (e.g. no BIS available for download).

Do not attempt to use this function for systems with active cooling and/or liquefaction technology!

com que no se'ns aplica, premo el botó  i a la pantalla següent es mostra un avís on s'indica que no et pot crear el fitxer BIS d'aquest imant a través de l'aplicació i que cal emplenar i enviar un formulari amb les dades,

```
Online BIS creation is not possible for this system.
```

```
Please fill out the form below, according to the magnet manual,
and send it to mics@bruker.com for manual BIS creation.
```

```
BIS Parameter Form: bis_parameters.docx
```



Actualitzar el contingut de la taula següent amb les dades de l'imant

Les dades tècniques que manquen,



<b>Magnet</b>	
Magnet BZH Number	286
Frequency	600 MHz
Cryobore	70 mm
Design Letter	D
Design Version	3
<b>Cryostat</b>	
Cryostat Serial	5051
Dewar Type	D262
RT Bore	54 mm
<b>Helium</b>	
He Total Volume	159 L
He Holdtime	130 days
He Boil-Off	40 mL/h
<b>Nitrogen</b>	
N2 Total Volume	172 L
N2 Holdtime	17 days
N2 Boil-Off	400 mL/h
N2 Vessel Height	1020 mm
<b>Helium Sensor</b>	
Part Number	HZ10362/ / 00
Min. Allowed Level	46 %
Min. Level Energizing	76%
Active Length	700 mm
<b>He level graph</b>	
Point1 Level	0 %
Point1 Volume	10 L
Point1 Level	37 %
Point1 Volume	20 L
Point1 Level	100 %
Point1 Volume	144 L
<b>Helium Sensor (if present)</b>	
Part Number	n.a
Min. Allowed Level	%
Active Length	mm

i premo el botó Continue per continuar. L'aplicació, després de comprovar les dades entrades, indica que són correctes i que ja es pot generar el fitxer BIS ("all fields are valid. Please check again before creating the BIS file").

Premo el botó Create BIS i es genera i em descarrego el fitxer 286\_5051.dat que hauré d'importar al MICS.

## PENDENT: Instal·lació del gestor de llicències CodeMeter





Instal·lar el CodeMeter i preguntar a Bruker quin cost tindria aconsbceguir una llicència per l'espectròmetre.

## Calibratge de pulsos

Faig servir la mostra de sacarosa en 90%H2O+10%D2O per calibrar el puls de 1H amb pulsecal i el resultat és,

1H:

gammaB1/2pi at 0.8 dB (0.833 W):	6759.3 Hz
90o pulse at 0.8 dB (00.833 W):	36.99 us
90o pulse at -11.2 dB (13.2 W):	9.29 us

Entro el valor al prosol.

## PENDENT - Calibratge de pulsos



Calibrar els pulsos més rellevants i entrar els valors al PROSOL.

## Enllaços d'interès

- [Bruker AVANCE Pulse and Shim Calibration Procedure](#), JHU NMR Facility.
- [NMR Reference Standards](#). Suitable for instrument qualification and performance verification of modern NMR instruments. Merck-Sigma-Aldrich.
- [QUANTITATIVE NMR. Technical Details and TraceCERT® Certified Reference Materials](#). Merck-Sigma-Aldrich.
- [Gadolinium\(III\) chloride solution. Ref. Ref. 721913. NMR reference standard](#), 0.1 mg/mL in D2O (99.9 atom % D), Methanol-13C 0.1 % (99 atom % 13C), water 1 %, NMR tube size 5 mm x 8 in. Merck-Sigma-Aldrich.
- [Gadolinium\(III\) chloride hexahydrate 99% \(titration\). Ref. G7532](#). Merck-Sigma-Aldrich.
- [0.1 MG/ML GDCL3:6H2O IN D2O](#), Item Number: DLM-90.
- Oliveira, R.A., Silva, R.O., Molander, G.A. and Menezes, P.H. (2009), 1H, 13C, 19F and 11B NMR spectral reference data of some potassium organotrifluoroborates. Magn. Reson. Chem., 47: 873-878. <https://doi.org/10.1002/mrc.2467>

From:

<https://sermn.uab.cat/wiki/> - **SeRMN Wiki**

Permanent link:

[https://sermn.uab.cat/wiki/doku.php?id=informatica:hp\\_z230\\_400sb\\_topspin364\\_2&rev=1630322347](https://sermn.uab.cat/wiki/doku.php?id=informatica:hp_z230_400sb_topspin364_2&rev=1630322347)

Last update: **2021/08/30 13:19**

