

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%H₂O + 10%D₂O 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 informaiton: checked
 - Display additional informaiton: 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:

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

* 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%H₂O + 10%D₂O) perquè ha de fer unes calibracions, possiblement un mapa de shims (`topshim 3D`).

Poso la mostra de sacarosa en 90%H₂O+10%D₂O, 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 [Continue](#) 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,

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

PENDENT - Calibratge de pulsos



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

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 (0.833 W):	36.99 us
90o pulse at -11.2 dB (13.2 W):	9.29 us

Entro el valor 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 × 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=1630322390

Last update: 2021/08/30 13:19

