









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 Ressonància 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 Ressonància 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](#)

Descarrego el fitxer, l'empleno amb les dades tècniques de la taula següent, i l'envio a mics@bruker.com junt amb les pàgines rellevants del manual escanejades.

| Magnet | |
|-------------------|---------|
| Magnet BZH Number | 161 |
| Frequency | 400 MHz |
| Cryobore | 70 mm |

| | |
|-----------------------------------|---------------|
| Design Letter | D |
| Design Version | — |
| Cryostat | |
| Cryostat Serial | 1275 |
| Dewar Type | D105 |
| RT Bore | 52 mm |
| Helium | |
| He Total Volume | 84 L |
| He Holdtime | 220 days |
| He Boil-Off | 12 mL/h |
| Nitrogen | |
| N2 Total Volume | 84.5 L |
| N2 Holdtime | 14 days |
| N2 Boil-Off | 220 mL/h |
| N2 Vessel Height | 906 mm |
| Helium Sensor | |
| Part Number | HZ10362/ / 00 |
| Min. Allowed Level | 50 ?? % |
| Min. Level Energizing | 75 ?? % |
| Active Length | ??? mm |
| He level graph | |
| Point1 Level | 0 % |
| Point1 Volume | ?? L |
| Point1 Level | ?? % |
| Point1 Volume | ?? L |
| Point1 Level | 100 % |
| Point1 Volume | ?? L |
| Helium Sensor (if present) | |
| Part Number | n.a |
| Min. Allowed Level | % |
| Active Length | mm |

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=1630323023

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

