

A tantárgy neve:	magyarul:	NMR operátori gyakorlat II.						Kódja:	TTKMG0530	
	angolul:	Advanced NMR practical course								
A képzés 3. féléve (2. őszi félév)										
Felelős oktatási egység:		DE TTK, Szervetlen és Analitikai Kémiai Tanszék								
Kötelező előtanulmány neve:		NMR operátori gyakorlat I. vagy NMR operátori gyakorlat						Kódja:	TTKBL0004 vagy TTKML0004	
Típus		Heti óraszámok						Követelmény	Kredit	Oktatás nyelve
		Előadás		Gyakorlat		Labor				
Nappali	x	Heti	0	Heti	0	Heti	2	gyakorlati jegy	2	magyar
Levelező		Féléves		Féléves		Féléves				
Tantárgyfelelős oktató		neve:		Erdődiné Dr. Kövér Katalin				beosztása:	egyetemi tanár	
A kurzus célja, hogy a hallgatók										
A képzés célja, hogy a hallgatók elsajátítsák az önálló egy- (1D) és kétdimenziós (2D) mérésekhez szükséges alapvető ismereteket, mérés technikákat.										
Tanulás eredmények, kompetenciák: a hallgató										
<i>Tudás:</i>										
Ismeri a szerkezet felderítésben alkalmazott különböző kétdimenziós (2D) NMR spektroszkópiai módszerek elvét, ismeri a mérés technikákat.										
<i>Képesség:</i>										
Képes rendszer szinten értelmezni, alapvető feladatok kapcsán alkalmazni a mágneses magrezonanciára (NMR) vonatkozó ismereteket, fogalmakat, szabályokat, összefüggéseket.										
Képes önállóan 2D NMR spektrumok felvételére, spektrumok elemzésére, az eredmények ismeretében a lehetséges szerkezet(ek) megfejtésére.										
Képes az NMR ismereteinek kibővítésére/továbbfejlesztésére.										
<i>Attitűd:</i>										
Nyitott arra, hogy a témakörben új, tudományosan bizonyított ismereteket szerezzen, de elutasítsa a megalapozatlan, esetleg megtévesztő állításokat.										
<i>Autonómia és felelősség:</i>										
Szakmai irányítás mellett megjelölt részfeladatokat önállóan képes a kurzusban szereplő témakörök kapcsán elvégezni, a kapott eredményt értelmezni, valamint reálisan értékelni.										
A kurzus tartalma, témakörei										
<ul style="list-style-type: none"> - 2D NMR spektroszkópia alapjai, a második (indirekt) frekvencia dimenzió bevezetése. - 2D NMR kísérleti technikák: COSY, TOCSY, NOESY, ROESY, HSQC, HMBC. - 2D NMR kísérletek eredményének feldolgozása, 2D Fourier transzformáció. Magnitúdó és fázisérzékeny spektrumok megjelenítése. Súlyfüggvények alkalmazása, fáziskorrektúra, kémiai eltolódás kalibrációja. 										
Tervezett tanulási tevékenységek, tanítási módszerek										
Aktív részvétel az órákon.										
Értékelés										
Gyakorlati jegy (100 %)										
Jeles: 90 %, jó: 75 %, közepes 60 %, elégséges: 50 %, 50 % alatt elégtelen										
Sikertelen teljesítés esetén a javítás módja, határideje: a munkakövetelmények utólagos pótlására külön eljárásban nincs lehetőség.										
Kötelező olvasmány:										
Ajánlott szakirodalom:										
<ol style="list-style-type: none"> 1. P. J. Hore, Mágneses Magrezonancia (fordította: Dr. Szilágyi László, Nemzeti Tankönyvkiadó) 2. T. D. W. Claridge, High-Resolution NMR Techniques in Organic Chemistry, Elsevier Ltd. 1999 										

3. A. E. Derome, Modern NMR Techniques for Chemistry Research, Pergamon Press, Oxford, 1987
 4. S. Berger, S. Braun, 200 and More NMR Experiments. A practical course, Wiley-VCH, 2004

Heti bontott tematika	
1. hét	<p>A mérési gyakorlaton használt 400 MHz-es NMR spektrométer fő részeinek bemutatása. A mérések előtti feladatok ismertetése és bemutatása, lockolás, shimelés, mérőfej hangolása, impulzus kalibrálás.</p> <hr/> <p>TE: Ismeri az NMR laboratóriumra vonatkozó balesetvédelmi/balesetmegelőzési szabályokat, előírásokat, és azokat szigorúan betartja. Ismeri a gyakorlaton használt készülék, Bruker Avance II 400, főbb egységeit. Képes önállóan elvégezni a méréseket megelőző, méréseket előkészítő tennivalókat – lockolást, shimelést, hangolást, impulzus kalibrálást.</p>
2. hét	<p>Gyakorlás – minden hallgató önállóan elvégzi, bemutatja a méréseket előkészítő tennivalókat (lockolás, shimelés, hangolás, kalibrálás). A kétdimenziós (2D) NMR spektroszkópia bevezetése, alapjai. A 2D NMR kísérletek típusai (homonukleáris, heteronukleáris korreláció). A 2D NMR kísérletek általános sémája, építő elemei, a második (indirekt) frekvencia dimenzió fogalma.</p> <hr/> <p>TE: Ismeri a 2D NMR spektroszkópia alapjait, a kísérletek főbb típusait és építőelemeit.</p>
3. hét	<p>Skaláris spin-spin csatoláson alapuló kétdimenziós homonukleáris kísérletek (I.) - 2D homonukleáris, proton-proton korrelációs kísérlet, 2D COSY (Correlation Spectroscopy). A kísérlet működési elvének ismertetése, a mérési paraméterek (spektrális ablak, kísérletek és tranziensek száma, várakozási idő) helyes megválasztása, optimalizálása a vizsgált mintára.</p> <hr/> <p>TE: Képes ismeretlen mintán 2D COSY kísérletet önállóan elvégezni, a mérési paramétereket a vizsgált mintára optimálisan beállítani.</p>
4. hét	<p>Gyakorlás – COSY kísérlet parametrizálása, elindítása. A kísérlet eredményeként kapott adatok feldolgozása – megfelelő súlyfüggvény használata, zérustöltés, 2D Fourier tranzformáció. A 2D COSY spektrum megjelenítése, a spektrum jellegzetes csúcsainak bemutatása, a csatolási korrelációk (konnectivitási térkép) vizsgálata, teljes spektrumelemzés.</p> <hr/> <p>TE: Képes önállóan a 2D COSY kísérlet során kapott mérési adatok feldolgozásra, a spektrum megjelenítésére és értékelésére.</p>
5. hét	<p>Skaláris spin-spin csatoláson alapuló kétdimenziós homonukleáris kísérletek (II.) - 2D homonukleáris teljes proton-proton korrelációs kísérlet, 2D TOCSY (Total Correlation Spectroscopy). A kísérlet működési elvének ismertetése, a mérési paraméterek (spektrális ablak, keverési idő, kísérletek és tranziensek száma, várakozási idő) helyes megválasztása, optimalizálása a vizsgált mintára.</p> <hr/> <p>TE: Képes ismeretlen mintán 2D TOCSY kísérletet önállóan elvégezni, a mérési paramétereket a vizsgált mintára optimálisan beállítani.</p>
6. hét	<p>Gyakorlás – TOCSY kísérlet parametrizálása, elindítása. A kísérlet eredményeként kapott adatok feldolgozása – megfelelő súlyfüggvény használata, zérustöltés, 2D Fourier tranzformáció, fáziskorrekción. A 2D TOCSY spektrum megjelenítése, a spektrum jellegzetes csúcsainak bemutatása, a csatolási korrelációk vizsgálata, a spinrendszer(ek) tagjainak meghatározása, teljes spektrumelemzés.</p> <hr/> <p>TE: Képes önállóan a 2D TOCSY kísérlet során kapott mérési adatok feldolgozásra, a spektrum megjelenítésére és értékelésére.</p>
7. hét	<p>Téren átható kölcsönhatáson, dipoláris kereszt-relaxáción alapuló kétdimenziós homonukleáris kísérletek álló- és forgó koordináta rendszerben: a 2D NOESY (Nuclear Overhauser Effect Spectroscopy) és a 2D ROESY (Rotating-frame Overhauser Effect Spectroscopy) kísérletek. A relaxáció és a molekuláris mozgás (dinamika) kapcsolata, gyors és lassú molekuláris mozgás, az NOE előjele. A kísérletek működési elvének ismertetése, a mérési paraméterek (spektrális ablak, keverési idő, kísérletek és tranziensek száma, várakozási idő) helyes megválasztása, optimalizálása a vizsgált mintára.</p> <hr/> <p>TE: Képes ismeretlen mintán önállóan 2D ROESY/NOESY kísérletet végezni, a mérési paramétereket a vizsgált mintára optimálisan beállítani.</p>
8. hét	<p>Gyakorlás – NOESY/ROESY kísérlet parametrizálása, elindítása. A kísérlet eredményeként kapott adatok feldolgozása – megfelelő súlyfüggvény használata, zérustöltés, 2D Fourier</p>

	<p>tranzformáció, fáziskorrekción. A 2D spektrum megjelenítése, a spektrum jellegzetes csúcsainak bemutatása, a térben közeli hidrogének meghatározása a ROESY/NOESY keresztcsúcsok alapján, teljes spektrumelemzés.</p> <hr/> <p>TE: Képes önállóan a 2D NOESY/ROESY kísérlet során kapott mérési adatok feldolgozásra, a spektrum megjelenítésére és értékelésére.</p>
9. hét	<p>Kétdimenziós egykötéses heteronukleáris korrelációs kísérlet, a 2D HSQC (Heteronuclear Single-Quantum Correlation) szekvencia. A kísérlet működési elvének ismertetése, a mérési paraméterek (^1H, ^{13}C spektrális ablak, csatolási evolúciós idő, kísérletek és tranziensek száma, várakozási idő, X-lecsatolás) helyes megválasztása, optimalizálása a vizsgált mintára.</p> <hr/> <p>TE: Képes ismeretlen mintán önállóan 2D HSQC kísérletet végezni, a mérési paramétereket a vizsgált mintára optimálisan beállítani.</p>
10. hét	<p>Gyakorlás – HSQC kísérlet parametrizálása, elindítása. A kísérlet eredményeként kapott adatok feldolgozása – megfelelő súlyfüggvény használata, zérustöltés, 2D Fourier tranzformáció, fáziskorrekción. A 2D spektrum megjelenítése, a spektrum jellegzetes csúcsainak bemutatása, spektrumelemzés, teljes $^1\text{H}/^{13}\text{C}$ jelhozzárendelés.</p> <hr/> <p>TE: Képes önállóan a 2D HSQC kísérlet során kapott mérési adatok feldolgozásra, a spektrum megjelenítésére és értékelésére.</p>
11. hét	<p>Gyakorlás – minden eddig megismert 2D homo- és heteronukleáris kísérlet beállításának gyakorlása ismeretlen mintákon.</p> <hr/> <p>TE: Képes önállóan, tetszőleges mintán 2D kísérleteket végezni.</p>
12. hét	<p>Gyakorlás – minden eddig megismert 2D homo- és heteronukleáris korrelációs kísérlet mérési eredményeinek feldolgozása, spektrumok megjelenítése, értékelése, jelhozzárendelés, (tér)szerkezetre vonatkozó információk megállapítása.</p> <hr/> <p>TE: Képes önállóan 2D NMR spektrumok értékelésére, spektrális paraméterek meghatározására, térszerkezetre vonatkozó adatok meghatározására.</p>
13. hét	<p>Kétdimenziós többkötéses heteronukleáris korrelációs kísérlet, a 2D HMBC (Heteronuclear Multiple-Bond Correlation) szekvencia. A kísérlet működési elvének ismertetése, a mérési paraméterek (^1H, ^{13}C spektrális ablak, csatolási evolúciós idő, kísérletek és tranziensek száma, várakozási idő) helyes megválasztása, optimalizálása a vizsgált mintára. A mérési adatok feldolgozása, spektrumelemzés.</p> <hr/> <p>TE: Képes ismeretlen mintán önállóan 2D HMBC kísérletet végezni, a mérési paramétereket a vizsgált mintára optimálisan beállítani, a mérési adatot feldolgozni, a kapott spektrumot értékelni.</p>
14. hét	<p>Víznyomás kísérleti lehetőségeinek ismertetése és bemutatása. A víz-mágneszettség szelektív besugárzása/előteltése (presaturation) a kísérletek közti várakozási idő alatt. Víznyomás tér-gradiens impulzusok alkalmazásával, a gradiens spin-echo kísérlet ismertetése – a Watergate szekvencia alkalmazása, mérési paramétereinek beállítása.</p> <hr/> <p>TE: Képes önállóan könnyű vizes mintán NMR mérést végezni a megfelelő víznyomási szekvencia alkalmazásával.</p>