

A tantárgy neve:	magyarul:	NMR operátori gyakorlat I.						Kódja:	TTKBL0004	
	angolul:	NMR operator practice I.								
A képzés 5. vagy 6. féléve										
Felelős oktatási egység:		DE TTK, Szerves Kémiai Tanszék								
Kötelező előtanulmány neve:		Spektroszkópiai módszerek I (ea)						Kódja:	TTKBE0503	
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:		Dr. Batta Gyula				beosztása:	egyetemi tanár	
A kurzus célja, hogy a hallgatók										
elmélyítsék a szerkezetvizsgáló módszerek keretében tanult NMR ismereteiket, megismerjék a módszerhez tartozó NMR spektrométereket, azok biztonságos és igényes működtetését és kezelését. Legyenek képesek az alapvető ^1H és ^{13}C NMR spektrumok jó minőségű elkészítésére és a mérési eredmények kiértékelésére.										
Tanulási eredmények, kompetenciák: a hallgató										
<i>Tudás:</i>										
<ul style="list-style-type: none"> - rendelkezik azokkal a NMR spektroszkópiai alapismeretekkel, amelyek lehetővé teszik a spektrométerek tudatos használatát - ismeri és alkalmazza a szupravezető NMR-es laboratóriumokban használt anyagokat, eszközöket és készülékeket, valamint a vonatkozó biztonságtechnikai ismereteket. - birtokában van annak a tudásnak, amelynek alkalmazása szükséges kémiai rendszerekben előforduló NMR vonatkozású problémák megoldásához. - anyanyelvén tisztában van a lényeges NMR szerkezetvizsgáló módszerek terminológiájával. 										
<i>Képesség:</i>										
<ul style="list-style-type: none"> - Képes a kémiai folyamatok megértésére, az azokkal kapcsolatos adatgyűjtésre, az adatok feldolgozására, valamint a feldolgozáshoz szükséges szakirodalom használatára. - Képes NMR gyakorlati problémák megoldására módszereket javasolni. - Az NMR spektroszkópia területén szerzett tudása alapján képes ^1H és ^{13}C NMR méréseket végezni. - Képes a mérési eredmények kiértékelésére, értelmezésére, dokumentálására. 										
<i>Attitűd:</i>										
<ul style="list-style-type: none"> - törekszik a kémiai folyamatok megismerésére, törvényszerűségeinek leírására. - laboratóriumi munkája során a biztonság mindenek előtt elv szerint és környezettudatosan jár el. - nyitott a szakmai eszmecserére az analitikus és szerkezetvizsgáló kollégákkal. - elkötelezett új kompetenciák elsajátítására. 										
<i>Autonómia és felelősség:</i>										
<ul style="list-style-type: none"> - Laboratóriumi munkája során képes önállóan végiggondolni alapvető szakmai kérdéseket, képes erről érdemi összeállításokat készíteni, amelyek döntések alapjául szolgálhatnak. - Saját munkájának eredményét reálisan értékeli, azokat hasonló szakmai beosztásban dolgozó munkatársak eredményeivel összeveti. - Laboratóriumi tevékenysége során a saját és kollégái munkáját felelősséggel értékeli. 										
A kurzus tartalma, témakörei										
Önálló mérési képesség elsajátítása impulzus Fourier NMR spektrométeren. NMR spektrométer előkészítése mérésekhez: mintakészítés, lockolás, shimelés, hangolás, kalibrálás. Kvantitatív ^1H -NMR spektrum készítése integrálokkal (zg). ^{13}C spektrumok készítése ppm skálával, kalibrálás után csúcslistával: protonlecsatolt (zgdc), jmodulált (jmod), protoncsatolt (zggd), kvantitatív (zgg).										
Tervezett tanulási tevékenységek, tanítási módszerek										
Max. 6-7 fős létszámmal tartható laboratóriumi gyakorlat. Minden hallgatónak tisztában kell lennie a mérés minden részletével. A hallgatók a képzést követően, önállóan mérnek 2-3x2 óra időkeretben, a gyakorlati vizsga előtt.										

Értékelés

A hallgató egy órányi időt kap arra, hogy teljesen önállóan elkészítse egy adott minta ^1H -NMR spektrumát, pontos integrálokkal, és a négy tanult ^{13}C -NMR módszer közül az egyiket felvegye és dokumentálja ppm csúcslistával. Az önállóság mértékétől és a spektrumok minőségétől függ az érdemjegy.

Kötelező olvasmány:

P.J. Hore, Mágneses Magrezonancia, Nemzeti Tankönyvkiadó, Budapest, 2004.

ISBN 963 19 4426 3

Bruker Topspin 3.x szoftver és kézikönyvek (ingyen letölthetők)

Ajánlott szakirodalom:

James Keeler, "Understanding NMR Spectroscopy", 2009, ISBN 0-470-01787-2

Batta Gyula, A modern NMR módszerek elméleti alapjai (pdf jegyzet) (szabadon letölthető)

Heti bontott tematika

1. hét	<p>Szupravezető mágnesű NMR laboratóriumok biztonsági rendszabályai: veszélyek a mágnesre és az emberre. Az impulzus Fourier NMR elv. A 360 MHz-es NMR spektrométer hardver felépítése: mágnes, mérőfejek, RF előerősítő, elektromos konzol, vezérlő PC, manuális kontrol panel.</p> <hr/> <p>TE: Ismeri az FT-NMR elvet, a készülék működési elvét és felépítését, valamint a speciális óvó rendszabályokat.</p>
2. hét	<p>Mintakészítés előírásai: deutériált oldószerek ismerete, NMR mintacsövek minősége és tisztítása, az 5mm-es mintacső centrálása sablonnal, pneumatikus bejuttatás a mágnesbe. A deutérium-lock elve és szerepe: "kézi" lockolás, ^2H panel kezelőszervek, lock power, field, phase, gain, lock szignál keresés és centrálás. Lock optimális paraméterei: optimális teljesítmény, telítés jelensége. Automatikus lockolás előnyei.</p> <hr/> <p>TE: Tud NMR mintát méréshez előkészíteni, biztonsággal a mágnesbe juttatni, és ^2H lock-al stabilizálni a mágneses teret.</p>
3. hét	<p>A folyadékfázisú NMR előnyeit csak 10^{-9}-10^{-10} pontossággal homogenizált Bo mágneses tér (shimmelés lock szignállal) esetén lehet elérni. Minta forgatása, "forgó" (z) shim használata. Álló shim (x,y gradienst is tartalmazó kombinációk). Lock fázis változása. Shim adatok beolvasása (rsh parancs), felírása (wsh parancs). Hibás shimelés indikátorai. Jó shimelés jelei a TMS referencia anyag jelenél.</p> <hr/> <p>TE: A nagyfelbontású NMR-ben elvárt felbontást el tudja érni bármelyik lock anyag (pl. D_2O, CDCl_3, MeOD) esetén. Észreveszi a hibás shimelés-t, de a megfelelő felbontást is.</p>
4. hét	<p>A mérési paraméterek értelmezése és beállítása (eda, ased). Digitális mintavételezés (DW) kapcsolata a spektrális ablakkal (SW) és az adatgyűjtési idővel (AQ), adatpontok számával (TD). Digitális kvadratura detektálás, fázis ciklusok, besugárzási frekvencia (O1). Mérőfej hangolás (wobb). A 90°-os RF impulzus kalibrálása a paropt programmal.</p> <hr/> <p>TE: A legegyszerűbb NMR spektrumok mérési paramétereinek értelmezése, helyes beállításuk elsajátítása.</p>
5. hét	<p>^1H 1D NMR spektrum felvételi technika elsajátítása (zg impulzus program). Egyszerű szerves vegyületek ^1H NMR spektrumának mérése és adatfeldolgozása az ingyenes, saját laptopon is telepíthető topspin 3.5 programmal. Spektrumok minőségének javítása: súlyfüggvény, fáziskorrekción és pontos integrálással kvantitatív ^1H NMR mérés.</p> <hr/> <p>TE: ^1H NMR spektrum felvétel készítés és értékelés rutinszerű készsége.</p>
6. hét	<p>^{13}C NMR protonlecsatolt szénspektrum felvétele (zgdc impulzus program). Az ^1H lecsatoló összetett lecsatolási szekvencia választása (WALTZ16), a proton lecsatoló teljesítménye (p112) és impulzushossza, a dB skála fogalma. A D1 relaxációs idő és a P1 gerjesztő impulzus optimális beállítása. Telítés elkerülése, kvaterner szének detektálhatósága. A heteronukleáris NOE hatása. Spektrum kalibrálás, ppm csúcslistázás.</p> <hr/> <p>TE: Az alap (legérzékenyebb) ^{13}C NMR mérés elsajátítása.</p>
7. hét	<p>^{13}C NMR j-modulált spin-echo szénspektrum felvétele (jmod impulzus program). A mérés</p>

	<p>elve, C, CH, CH₂, CH₃ csoportok szeparálása. A D1 várakozási idő optimalizálása, 90 és 180°-os impulzusok alkalmazása. Exponenciális súlyfüggvény optimális LB paramétere, fáziskorrekción, csúcslistázás ppm skálán.</p> <hr/> <p>TE: A leggyakrabban használt spin-echo mérés elsajátítása.</p>
8. hét	<p>A protoncsatolt ¹³C NMR szénspektrum felvétele, hetero NOE jelenléssel, az egykötéses ¹J_{CH} csatolási állandó meghatározására. (zgpg impulzus program). A mérés elve, az ¹J_{CH} csatolási állandó szerkezetkutatási alkalmazásai: gyűrűtagszám, anomer konfiguráció cukrokban, stb. A D1 várakozási idő optimalizálása, exponenciális súlyfüggvény optimális LB paramétere, fáziskorrekción, csúcslistázás Hz skálán.</p> <hr/> <p>TE: A protoncsatolt ¹³C NMR szénspektrum mérés elsajátítása, a spektrumból a csatolási állandók meghatározása.</p>
9. hét	<p>A kvantitatív ¹³C NMR szénspektrum felvétele, hetero NOE és telítési effektusok kizárásával (zgpg impulzus program). A kellően hosszú D1 paraméter választás fontossága. A mérési idő igény jelentős, a spektrumok integrálásával ellenőrizhető a kvantitatív mérés minősége. Lehetőség a heteronukleáris NOE meghatározására minden egyes szén atomon.</p> <hr/> <p>TE: A kvantitatív ¹³C NMR szénspektrum felvétel kísérleti körülményeit ismerik, az értékelést fel tudják használni pl. polimerek szerkezetmeghatározására.</p>
10. hét	<p>¹H 1D NMR spektrum felvétel gyakorlása egyenként v. párokban.</p> <hr/> <p>TE: Rutin készség szintjén tudnak ¹H 1D NMR spektrumokat mérni.</p>
11. hét	<p>¹H és ¹³C NMR spektrumok mérésének gyakorlása egyenként v. párokban.</p> <hr/> <p>TE: Egy mintán, egymást követő ¹H és ¹³C NMR spektrumok mérésére képes. Elmenti a nyers adatokat (FID) későbbi adatfeldolgozásra.</p>
12. hét	<p>¹H és több típusú ¹³C NMR spektrumok mérésének gyakorlása egyenként v. párokban.</p> <hr/> <p>TE: Egy mintán, egymást követő ¹H és különböző típusú ¹³C NMR spektrumok mérésére képes. Elmenti a nyers adatokat (FID) későbbi adatfeldolgozásra.</p>
13. hét	<p>Önálló gyakorlás folytatása, beszámoló, ill. NMR vizsgaspektrumok elkészítése.</p> <hr/> <p>TE: A jól vizsgázó hallgató mérési licenst kaphat.</p>