PROSEDUR PENGENDALIAN
PERALATAN FT-NMR ECA 400M
BAGI ANALISIS SAMPEL

	Kategori	Arahan Kerja	
N	Dokumen No.	AK/JK.P/C/01	
MHz	Tarikh Semakan	02.07.2018 1	
	Mukasurat:	1 daripada 9	

1. TUJUAN

Tujuan prosedur ini dtubuhkan adalah untuk memberikan arahan yang jelas bagi langkah atau tatacara bagaimana menjalankan analisis sampel menggunakan peralatan JEOL NMR ECA 400MHz.

2. SKOP

Terpakai untuk pengguna dari Jabatan Kimia.

PROSEDUR ARAHAN 3.

3.1 Mengukur sampel

- (a) Masukkan tiub nmr dalam rotor sample.
- (b) Laraskan tiub dalam sample gauge agar pusat sampel berada di tengah antara jarak +2 cm dan -2 cm pada skala ukuran.



Sample: scc

Field Strength

9.2982153[T]

Options

3.2 Operasi menggunakan software

- (a) Keluarkan tiub nmr daripada sample gauge.
- (b) Letak tiub nmr atas tray pada auto sampler.
- (c) Pada sample scc, masukkan yang diletakkan tiub nmr berk
- (d) Pilih 'Solvent' yang digunaka
- (e) Tunggu sehingga spinner stabil 15[Hz]

(f) Klik bebutang gradient-shim

	Sample State	Spin	mer	Temperature
ukkan slot tray 11 berkenaan	J 🐺 4	<u> </u>	> 🕺 🗸	/ 👪 😿
gunakan	Probe ID 2692	Current	0[Hz] Cur	rent 20.1[dC]
nner mencapai	Slot 🚺	Target 🚺	15[Hz] Tar	get 🚺 25.0[dC]
shim (c)	Solvent CHLOROFORM-D CYCLOHEXANE-D12 DOMF-D7 DMSO-D6 HEXAFLUORO-2-PROP METHANOL-D3 CHLOROFOR	ANOL-D2	Lock Co 26 20 20 1 200 135.0[deg] et 7.26[ppm]	
(d)	User Shims S	ystem Shims		Refresh Shims
				<u> </u>
	. I . Shim Groups Z1 Z2 Z3 Z4	Reset () Recall	Auto Shims
(f)	SHIM_Z1 -576 +4 +8 +16 -4 -8 -16	SHIM_Z2 3468 +4 +8 +16 -4 -8 -16	SHIM_Z3 \$ 884 +4 +8 +16 -4 -8 -16	SHIM_Z4 -3371 +4 +8 +16 -4 -8 -16

Helium

80[%]

- 🗆 ×

Nitrogen

91[%]

UM	JABATAN KIMIA	Kategori	Arahan Kerja
	PROSEDUR PENGENDALIAN PERALATAN FT-NMR ECA 400MHz BAGI ANALISIS SAMPEL	Dokumen No.	AK/JK.P/C/01
		Tarikh Semakan	02.07.2018 1
		Mukasurat:	2 daripada 9

֎

- (g) Klik bebutang 'Expmnt' pada 'Spectrometer Slot Job Submit Time Prio STOP Ġ0 Control' U. н. Sawth Sample Expmnt Auto View Сору 19[Hz] 19.6[dC] 15 64 OFF LOCK OFF **(g)** Iter 0 Scus 0 RG He 80[%] N291[%] 56
- (h) Klik bebutang
- (i) Pilih jenis experiment yang ingin dijalankan dan klik butang 'OK'



PROSEDUR PENGENDALIAN PERALATAN FT-NMR ECA 400MHz BAGI ANALISIS SAMPEL

Kategori	Arahan Kerja
Dokumen No.	AK/JK.P/C/01
Tarikh Semakan	02.07.2018 1
Mukasurat:	3 daripada 9

- (j) Pada bahagian Header, klik bebutang 'Browse' masukkan maklumat sampel pada 'filename' dan klik 'OK'
- (k) Pada bahagian "sample_id", masukkan maklumat sampel.
- (l) Klik 'auto_gain'
- (m) Klik 'force_tune'

💋 Experiment Tool: s	ingle_pulse.ex2		
File Tools View Options			
La Carles			
Get Acq. View:	X Y Z A B C D E		
Header Instrument Acquisition Pulse			
filename	single_pulse] Browse		
sample_id			
comment	single_pulse]		
process	interactive_global 'std_proton_autophase.list']		
auto_filter	Ø		
auto_gain	0		
filter_limit	8		
force_tune	0		
Scc Total Collection Time: 00:01:07			

(n) Pada bahagian 'Instrument', pilih solvent yang digunakan

Experiment Tool: single_pulse.ex2
File Tools View Options
😸 📷 📰 📰 🛐 🖬 🚺 Submit
Get Acq. View: XYZABCDE
Header Instrument Acquisition Pulse
solvent CHLOROFORM.D CYCLOHEXANE.D12 D20 DMF.D7 DMS0-D6
recvr_gain
scc Total Collection Time: 00:01:07

- (o) Pada bahagian 'Acquisition', masukkan bilangan cerapan pada bahagian 'scans'
- (p) Klik bebutang 'Submit'
- (q) Klik "Go"

🔗 Experiment Tool: si	ngle_pulse.ex2	Ľ	
File Tools View O	ptions		
Get Acq. View: 🚺	Y Z A B C D E		
Header Instrument Acquisition Pulse			
x_domain	Proton		
x_offset	[5[ppm]		
x_sweep	[15[թթով])	
x_points	16384) =	
scans	∎		
x_prescans	I		
mod_return	I	۱H	
x_acq_time	2.75906[s]		
scc Total Collec	tion Time: 00:01:07		

JABATAN KIMIA	Kategori	Arahan Kerja
PROSEDUR PENGENDALIAN	Dokumen No.	AK/JK.P/C/01
PERALATAN FT-NMR ECA 400MHz BAGI ANALISIS SAMPEL	Tarikh Semakan	02.07.2018 1
	Mukasurat:	4 daripada 9

3.3 Menguji kaji sampel

(r) Setelah semua setting dilakukan, pergi ke 'Spectrometer Control' dan klik bebutang 'GO'



- (s) Sekiranya terdapat sampel lain yang ingin dijalankan, ulang semula proses (3.2) (3.3)
- (t) Sekiranya terdapat eksperimen lain yang ingin dijalankan menggunakan sampel yang sama, ulang semula proses 3.2 (h) (3.3)

3.4 Menguji kaji sampel untuk slot"Overnight"

- (u) Sekiranya terdapat sampel untuk ditinggalkan *run* semalamam (*overnight*), ulang semula proses 3.2(b)-3.2(e).
- (v) Klik "Config" pada "Spectrometer Control".



- (w) Klik "Gradient Shim Tool"
- (x) Klik "2H (Deuterium)"
- (y) Klik "Once" \rightarrow "Twice"
- (z) Klik "Calculate"
- (aa) Klik kesemua Shim Set $Z1 \rightarrow Z6$
- (ab) Klik Display Field Map
- (ac) Klik AutoLock

PROSEDUR PENGENDALIAN PERALATAN FT-NMR ECA 400MHz BAGI ANALISIS SAMPEL

	Kategori	Arahan Kerja
AN)MHz	Dokumen No.	AK/JK.P/C/01
	Tarikh Semakan	02.07.2018 1
	Mukasurat:	5 daripada 9

(ad) Klik Start



(ae)

Tunggu sehingga "FINISH" kelihatan pada paparan "Field Map"



PROSEDUR PENGENDALIAN PERALATAN FT-NMR ECA 400MH BAGI ANALISIS SAMPEL

	Kategori	Arahan Kerja	
IAN	Dokumen No.	AK/JK.P/C/01	
00MHz	Tarikh Semakan	02.07.2018 1	
Ľ	Mukasurat:	6 daripada 9	

- (af)
- Pada paparan Sample:scc, klik pada "AutoShim" dan pilih Z1 Z2.



(ag) Tunggu sehingga paparan "Working-Shim" bewarna kuning menjadi hijau.



3.4.1 Run sampel pada slot yang sama, eksperimen berbeza

(a) Ulang semula langkah 3.2 (g) - 3.2 (i)

JABATAN KIMIA	Kategori
PROSEDUR PENGENDALIAN PERALATAN FT-NMR ECA 400MHz BAGI ANALISIS SAMPEL	Dokumen No.
	Tarikh Semakan
	Mukasurat:

Arahan Kerja AK/JK.P/C/01

02.07.2018 | 1

7 daripada 9

(b) Klik pada bebutang Add Header Parameters

🔗 Experiment Tool: s	ingle_pulse.ex2	
File Tools View O	Options	
	🖬 📰 🔛 👔 Add 🛃 Submit	(b)
Get Acq. View:	XYZABCDE	
Header	trument Acquisition Pulse	
filename	single_pulse] Browse	
sample_id		
comment	single_pulse]	
process	interactive_global 'std_proton_autophase_list';)	
auto_filter	Ø	
auto_gain	0	
filter_limit		
force_tune	0	
Scc Total Colle	ction Time: 00:01:07	

- (c) Klik "Automatic"
- (d) Tandakan pada "Value"
- (e) Klik "Add"



- (f) Klik pada "Slot"
- (g) Masukkan "Value" (Slot sampel ke berapa untuk di run seterusnya)
- (h) Klik Add
- (i) Klik Done

PROSEDUR PENGENDALIAN PERALATAN FT-NMR ECA 400MH2 BAGI ANALISIS SAMPEL

L	Kategori	egori Arahan Kerja	
LIAN	Dokumen No.	AK/JK.P/C/01	
400MHz	Tarikh Semakan	02.07.2018 1	
PEL	Mukasurat:	8 daripada 9	



- (j) Klik Done
- (k) Ulang semula langkah 3.2 (j) 3.2 (p).

3.4.2 Run sampel pada slot yang berbeza, eksperimen berbeza/sama

- (l) Pada paparan Experiment Tool, isikan nombor slot sampel seterusnya pada bahagian "Slot"
- (m) Ulang semula langkah 3.2 (j) 3.2 (p).

Header	Instrument Acquisition Pulse	
sn_ratio	0	1.5
auto_filter	9	
auto_gain	ø	
filter_limit	8	
force_tune	2	
save_aborted	8	
automatic	0	Contraction of the local distance of the loc
siat	[15]	
sec Tatal C	ollection Time: 90:95:29	

PROSEDUR PENGENDALIAN PERALATAN FT-NMR ECA 400MI BAGI ANALISIS SAMPEL

	Kategori	Arahan Kerja
AN 00MHz L	Dokumen No.	AK/JK.P/C/01
	Tarikh Semakan	02.07.2018 1
	Mukasurat:	9 daripada 9

4. PROSEDUR BERKAITAN

Instrument Usage/Service Application Procedure

GP-I-001

5. RUJUKAN SEMAKAN

SEMAKAN	DISEDIAKAN	DISEMAK	TARIKH	CATATAN
1	Zakaria Ahmat	Fateh Ngaliman	02.07.2018	Isu kali pertama
	Noor Azlin Che Din			