

Aufsetzen von Proben auf dem AV300oc (Praktikum WS 2019/20):

1. NMR-Röhrchen (Sauberkeit kontrollieren) **in ersten freien** „Spinner“ (Nummerierung beachten) auf grauem Probenhalter stecken und vorsichtig bis zum Anschlag durchschieben. Zwei Anlageetiketten von der Rolle abziehen: Ein Etikett auf oberen (Glas-)Bereich des NMR-Röhrchens kleben, das zweite auf den kleinen Abholzettel.
2. Röhrchen zusammen mit Spinner auf entsprechende Position im Probenwechsler-Karussell setzen (*gleiche Nummer wie Probenhalter!*). Spinner nicht anfassen, Probe oben am Röhrchen halten!
3. Am Spektrometer-Rechner die homepage der lokalen NMR-Datenbank laden (<http://laplace.nmr.uni-koeln.de> - als Startseite voreingestellt, nur im lokalen Netz erreichbar). Mit Benutzernamen (OCP) und Passwort (.....) **einloggen**. Dadurch wird automatisch der Reiter „NMR lab administration“ aktiviert.
4. Im sich öffnenden Fenster erscheint das **elektronische Auftragsformular** (order handling). Unter „Submit a new order“ ist als default-Einstellung ein 500 MHz-Spektrometer eingetragen („AV499“). Diese Einstellung **auf AV300oc ändern** (Praktikums-spektrometer)!
5. Im Feld „Holder No.“ wird die Position der Probe auf dem Karussell ausgewählt.
6. Im Feld „Sample I.D.“ muss der Probenname eingetragen werden (Nomenklatur: **Immer „OCP-XYZ.....“** = Namenskürzel mit bis zu 8 weiteren Zeichen, nur Buchstaben und Zahlen sowie Binde- und Unterstrich, keine Sonder- oder Leerzeichen).
7. Im nächsten aktiven Feld (solvent) muss das Lösungsmittel von Hand eingetragen oder im rechten Feld aus einer Liste ausgewählt werden.
8. Nun wird die **Struktur der Verbindung** mit dem Marvin-Editor gezeichnet.
9. Das ¹H-NMR-Experiment („1H standard spectrum“) unter den vorhandenen 1D-Optionen durch Klick in das entsprechende Kästchen auswählen.
10. Klicken auf das Icon „Submit order“ aktiviert den Auftrag. Nun kann entweder ein weiterer Auftrag ausgefüllt oder die NMRshiftDB durch Klick auf das Icon „logout“ rechts oben verlassen werden.

Wichtiger Hinweis:

Probenröhrchen dürfen nach beendeter Messung **NICHT aus dem Probenwechsler entfernt** werden! Das Abräumen des Wechslers wird nur von der NMR-Abteilung durchgeführt, gemessene Röhrchen können am nächsten Werktag gegen Quittung bei Herrn Hegemann abgeholt werden.

Auftragsbearbeitung mit der Software NMRshiftDB¹

„Elektronisches Auftragsformular“ - Auftragsabholung

1. Sobald das elektronische Auftragsformular wie oben beschrieben abgeschickt wurde erscheint der Auftrag am Fuß der Seite in der „order handling“-Tabelle in der dritten Spalte unter „open orders for processing by sample changer“ als zu bearbeitender Auftrag.
2. Sobald der Spektrometer-Roboter die Probe abgearbeitet und die Datei auf den Server geladen hat, erscheint der **Auftrag als erledigt in der ganz rechten Spalte** der Tabelle („orders partly or fully done“).
3. Die Spektrendatei kann nun durch Klick auf den erledigten Auftrag direkt heruntergeladen werden: Der Auftrag erscheint zunächst zusammen mit der Struktur der Verbindung oben im Fenster; darunter kann auf den Link „Download the raw NMR file here“ geklickt werden, wodurch der Download gestartet wird.
4. Die heruntergeladene Datei (**zip-Datei**) muss noch entpackt werden, ehe das Spektrum mit dem Programm *SpinWorks* prozessiert werden kann.

¹Die NMRShiftDB wird von der NMR-Abteilung Köln und Stefan Kuhn (University of Leicester) entwickelt. Weitere Informationen finden sich unter <http://nmrshiftdb.org>