

Workflow de programació a l'equip B400F amb criosonda

1.- Passar la tarja pel lector de targetes situat sota la pantalla de l'equip.

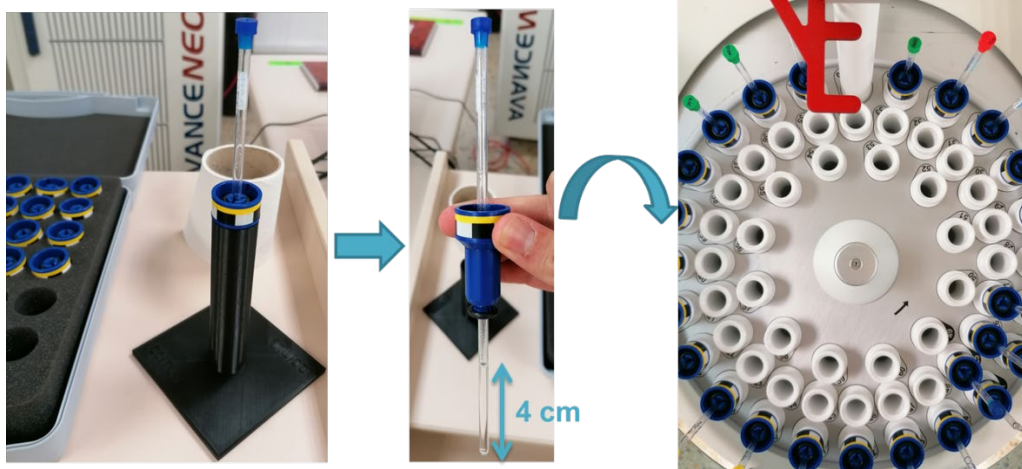


2.- Escriure el nom de la mostra i clicar *Intro* per a generar el número de registre. Repetir el mateix procés en cas de tenir més d'una mostra.



3.- Clicar ICON NMR un cop fet el registre de la mostra.

4.- Un cop dins l'ICON NMR, cal buscar la posició *available* seguint l'ordre numèric del canviador de mostres. En aquest punt, abans de programar, és necessari col·locar la mostra al canviador. Per fer-ho cal introduir el tub d'RMN a l'*spinner* i col·locar-lo a la posició corresponent. En cas de tenir problemes per col·locar la mostra a la posició consecutiva a la que s'està adquirint (sota la peça metàl·lica vermella), caldrà recol·locar-la a la següent.





5.- Un cop seleccionada la posició fem doble *click* per omplir els camps de: *Solvent*, *Experiment*, *Par* (Paràmetres, en cas que es vulgui modificar el nombre d'*scans*) i finalment introduïm el número de registre (visible a la interfase, a dalt a l'esquerra) clicant a la icona que té forma de llapis. Un cop teclejat el número fem *Set Title*. En cas de voler afegir algun altre experiment s'utilitza l'opció *add* i només caldrà emplenar de nou els camps d'*experiment* i *Par*. Si es vol programar més d'una mostra se selecciona la següent posició i es repeteix el procés introduint-ne el seu corresponent número de registre.

Prova -> 22050136

Holder	Type	Status	Name	No.	Solvent	Experiment	Pri	Par	Title/Orig	Time	User	Start Time
26	1	Queued	are-7300-2022	1	CDCI3	chloroform-d	N A-H1-zg30	1H experiment, 16 sca	7300/2022	00:01:12	robot400	13:48 Wed May 18 2022
27	1	Queued	are-7301-2022	1	CDCI3	chloroform-d	N A-H1-zg30	1H experiment, 16 sca	7301/2022	00:01:12	robot400	13:53 Wed May 18 2022
28	1	Available	auto-18052022-120044	1	CDCI3	chloroform-d	N A-H1-zg30	1H experiment, 16 s			autoservei	Set Start Time
29		Available										
30		Available										
31		Available										
32		Available										
33		Available										
34		Available										
35		Available										
36		Available										
37		Available										
38		Available										
39		Available										
40		Available										
41		Available										
42		Available										
43		Available										
44		Available										

Register 2205136

Set Title Set & Copy Title

Submit Cancel Edit Delete Add 1 Cppy 1

SORTIR SESSIO

Si no hi hagués posicions disponibles es pot emprar l'opció *delete* per esborrar un experiment ja finalitzat (*finished*) però en cap cas eliminarem un experiment en cua (*queued*).

6.- Finalment cliquem *submit*.

7.- Sortim de la sessió clicant sobre la barra vermella a la part inferior.



NOTA INTERNA

PNT 2090143 DOC/021 Ed.9. Annex I

1. El personal tècnic d'RMN de Farmàcia només programarà mostres amb sol·licitud als usuaris que no hagin fet el curs d'autoservei.
2. Com a conseqüència del punt anterior, l'usuari que ha fet el curs haurà de ser independent a l'hora de programar els seus experiments. Això no exclou assessorament en relació al nombre d'acumulacions, tipus d'experiments, etc. Si que es podrà demanar la programació d'experiments amb sol·licitud al servei d'RMN de Química.
3. L'horari de programació de mostres ràpides es manté des de les 8:30 h fins les 19:00 h de dilluns a divendres.
4. **Com a recomanació important us demanem, si us plau, que eviteu programar un nombre superior a 5 mostres per persona** a l'equip de Farmàcia. Recordeu que a la Facultat de Química teniu equips de prestacions similars que podrien estar més disponibles.
5. **L'accés durant els caps de setmana no està permès per motius de seguretat.**
6. Recordeu que els dijous aproximadament cap les 11:00 h es realitzen les càrregues de nitrogen i/o heli líquid. L'horari és variable, ja que depenem de terceres parts.
7. Recordeu que, en cas d'incidència, trobareu personal tècnic a RMN de Química fins les 16:30 h de dilluns a dijous, i divendres fins les 14:00 h. Podeu contactar via telefònica al 21324 o 21328 o per correu electrònic.
8. Recordeu que els usuaris que no poden fer el curs d'autoservei poden demanar la targeta per entrar als laboratoris de RMN de Farmàcia i Química. Abans de demanar la targeta hauran de donar-se d'alta als CCiTUB i després a RMN. D'aquesta manera es podrà tenir accés als laboratoris i sol·licitar espectres amb formulari.

Data:02.11.2023

Nom responsable: Francisco Cárdenas

Signatura:



Guia orientativa de programació a l'equip B400F amb criosonda

Donat que els *scans* òptims per a cada mostra es determinen en funció del pes molecular del compost, de la multiplicitat dels senyals i de la qualitat de l'espectre que es necessita, les indicacions en aquest document són merament orientatives i contemplant:

- compostos de pesos moleculars de l'ordre de 200-400 g/mol
- completa solubilitat
- volum òptim al tub d'RMN (alçada líquid 4 cm)

Si preveieu una alta multiplicitat; si teniu una gran quantitat d'heteronuclis o si voleu una molt bona relació senyal/soroll incrementeu els *scans* suggerits.

Quantitat (mg)	Nombre d' <i>scans</i> (ns)		
	$^1\text{H} / ^{19}\text{F}$	$^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$	$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$
< 1	512	512	--
1	128-256	256	--
2-3	48	128	--
4-6	32	128	4000-5000
7-10	24	96	3000-4000
11-20	16	64	1200-2500
> 20	8-16	32-64	≤ 1024

Si necessiteu adquirir experiments bidimensionals, només podreu modificar els *scans*. Les durades d'experiment amb les acumulacions que teniu per defecte, que contemplen mostres d'entre 15-20 mg, són les següents:

2D gCOSY	20 min
2D gHSQC	50 min
2D gHSQC-adiab	50 min
2D HMBC	1,15 h
2D NOESY	2 h

MOLT IMPORTANT En una programació conjunta de ^1H , ^{13}C , 2D COSY i 2D HSQC el temps residual pel ^{13}C equival a 3000 acumulacions. Amb 15-20 mg es tindria una concentració òptima per tots els experiments.

Qualsevol consulta o experiment no rutinari que necessiteu, contacteu personalment amb algun membre de la Unitat d'RMN o bé a través de info@rmn.ub.edu.

Ressonància Magnètica Nuclear – (Facultat de Química, Facultat de Farmàcia i PCB Campus Diagonal)

Espectròmetres de RMN disponibles per l'estudi de molècules petites i mitjanes en dissolució

Facultat de Química-Facultat de Farmàcia-

**Bruker 500 MHz
Avance Neo**
Accés només
pels tècnics de
RMN



**Bruker 400 MHz
Avance Neo
Autoservei**



**Bruker 400 MHz
Avance III HD**
Autoservei



Espectres de RMN 1D nuclis habituals	^1H , ^{13}C , ^{19}F , ^{31}P -(dec- ^1H)
Espectres de RMN 1D d'altres nuclis	^{29}Si , ^{195}Pt , ^{11}B , ^{133}Cs , ^7Li , ^{85}Rb , ^{51}V ^{23}Na , ^{37}Cl
Espectres RMN 1D singulars	^1H -(dec- ^{31}P), ^{19}F ^1H -(dec- ^{19}F)
Espectres ^1H -RMN amb eliminació d' H_2O	Presaturació, watergate, excitation exculpting
Quantificació per RMN	^1H -qNMR
Espectres RMN 1D sel·lectius	1D NOESY, 1D ROESY, 1D TOCSY
Espectres de RMN 2D homonuclears	^1H - ^1H -gCOSY 2D-TOSCY 2D-NOESY 2D-ROESY ^{31}P - ^{31}P -gCOSY
Espectres de RMN 2D heteronuclears	^1H - ^{13}C -gHSQC ^1H - ^{13}C -gHMBC ^1H - ^{31}P -gHSQC ^1H - ^{31}P -gHMBC ^1H - ^{15}N -gHSQC ^1H - ^{15}N -gHMBC
Determinació coeficient difusió DOSY	^1H i ^{31}P
Determinació de T_1	
Experiments Temperatura variable	baixa fins a 183K, alta fins 400K