

Inova - Mercury (procedura esemplificativa descritta per l'acquisizione di ^1H)

1. Segnare sul quaderno: data, ora di accesso, nome utente, nome RADR.
2. Accendere monitor (solo per l'Inova)
3. Effettuare Login
4. Entrare in VNMRJ: vnmrJ☺
5. In START/Lock:
Lock **Off** power **0** gain **0**
6. eject☺
7. Rimuovere la copertura in plastica (solo Mercury). Levare dallo spinner il tubo del D_2O . Pulire esternamente il proprio tubo e inserirlo nello spinner aggiustandone l'altezza con l'apposita dima. Inserire lo spinner con il campione nel probe. Rimettere la copertura in plastica (solo Mercury).
8. insert☺
9. Per Setup ^1H NMR:
Menu Experiments/proton
oppure icona Proton☺ (dal menu a sinistra)
oppure Experiment Selector Tree/PROTON dal menu a sinistra e trascinare nella finestra a destra.
10. In START/Sample Info: selezionare il solvente
11. su⏏
12. find Z0☺
13. Aspettare il termine dell'operazione = lo stato dello strumento è **idle**
14. Caricare gli shims iniziali:
rts('nomefile') ⏏ (vedi foglio alla postazione)
su⏏
15. Gradient shimming☺.
16. Vedi punto 13: Status **idle**.
17. In START/Lock: regolare lock lkpower e lkgain (lock power < gain; lock ca 40 per ^1H , ca 50 per ^{13}C)
18. Spin on☺
19. a) aspettare che lo spinning sia regolare; b) vedi punto 17
20. nt=1⏏ (usare 1 SOLO per lo scouting!)
21. ga⏏
22. aph⏏
23. allargare il segnale del solvente e verificare la risoluzione del picco con i comandi nl⏏/res⏏ (valori ottimali: 50%:55%:11% = 1 :11:30)
24. se necessario regolare manualmente z1-z4 (START/Shim) per massimizzare il segnale di lock ed ottenere un picco simmetrico e sottile

(ripetere i punti 21-24 fino ad ottimizzazione)
[z1/z3 per larghezza di linea; z2/z4 per spalle]

25. In ACQUIRE/Acquisition impostare nt (multiplo di 4) e bs (multiplo di 4 e adeguato a nt).
26. Acquire☺ oppure ga⏏
27. In START/Sample Info: scrivere il testo nella finestra COMMENT.
28. Per **salvare la fid**: Menu FILE/save as: selezionare la cartella del RADR e scrivere il nome dell'esperimento.
29. Per cambio campione/termine della sessione di lavoro: ripetere punti da 5 a 8 (al termine della sessione il tubo è quello di D_2O).
30. **Per terminare la sessione:**
Setup ^1H NMR in D_2O ☺.
su⏏.
find Z0☺.
Vedi punto 13: status **idle**. Controllare che il valore trovato di Z0 sia simile a quello indicato presso la postazione; se molto diverso, avvisare.
31. Vedi punto 5.
32. Per uscire dal programma: FILE/exit vnmrJ☺ (non usare la croce in alto a destra)
33. **Log off**: icona omino verde☺
34. **Log out**☺ (solo per il Mercury)
35. Spegner il monitor (solo per l'Inova)
36. Segnare sul quaderno: numero e tipo di esperimenti, osservazioni e/o problemi riscontrati, data, ora di uscita, firma.
37. Lasciare la postazione pulita!

Avvisi generali:

- Non dare più di un comando alla volta
- Attendere che lo strumento sia **idle** prima di dare un nuovo comando
- Non dare comandi quando il lock è in modalità "interactive"
- Prima di espellere un tubo controllare sempre che il lock sia **off** e che lkpower and gain siano **0**
- Impostare un valore di nt adeguato al campione/esperimento (Show time☺); è preferibile che l'acquisizione termini in modo automatico piuttosto che utilizzare i comandi sa⏏, aa⏏ o Stop☺.
- Per una ottimale omogeneità di campo, utilizzare la giusta quantità di solvente (vedi figura)
- In caso di problemi o anomalie avvisare tempestivamente i referenti e non eseguire operazioni non autorizzate sullo strumento.

legenda: ☺ = click o selezione comando; ⏏ = invio
quando possibile preferire l'uso delle icone ai comandi scritti

400 MHz

