

## Curs bàsic de formació d'usuaris per al treball en mode autoservei

### **EQUIPS: Bruker500 i Bruker 600US amb criosonda**

#### ***PRIMERA PART (equip Bruker500)***

1. Descripció general de l'espectròmetre Bruker Avance 500: consola, imant, ordinador, sonda.
2. Accés a l'aparell: presentació del programa Topspin 1.3, organització de directoris i fitxers principals, creació de directoris de treball com esborrar dades.
3. Operacions prèvies a l'adquisició d'un espectre en l'equip Bruker 500:
  - a. Ajust de la posició de la mostra en l'spinner
  - b. Sintonia dels principals nuclis
  - c. Ajust dels paràmetres de lock
  - d. Ajust manual d'homogeneïtat (shims)
4. Adquisició i processat d'un espectre 1D de  $^1\text{H}$ 
  - a. Recuperació de paràmetres
  - b. Principals paràmetres d'adquisició (eda/ased)
  - c. Adquisició de l'espectre
  - d. Principals paràmetres de processat (edp)
  - e. Ajust de fase, integració, referència i "peak picking"
5. Adquisició i processat dels experiments 2D homonuclears i heteronuclears més bàsics (COSY, NOESY, HSQC  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ )
6. Control de la temperatura. Com treballar per sota de temperatura ambient.
7. Principals mètodes de supressió d' $\text{H}_2\text{O}$  en RMN 1D biomolecular:
  - a. Ajust i optimització de la posició d'irradiació de la freqüència de l' $\text{H}_2\text{O}$
  - b. Adquisició d'un espectre 1D de  $^1\text{H}$  amb presaturació
  - c. Adquisició d'un espectre 1D de  $^1\text{H}$  amb Watergate
8. Experiments bàsics 2D d'homocorrelació amb supressió d' $\text{H}_2\text{O}$ :
  - a. Experiment TOCSY.
  - b. Experiment NOESY.
9. Magatzematge de dades
  - a. Esborrat de processats
  - b. Utilització del macro "enviar"

#### ***SEGONA PART (equip Bruker600US)***

10. Descripció general de l'espectròmetre Bruker600US – Avance III: consola, imant, ordinador.
11. Sondes criogèniques: descripció del sistema, precaucions, límits de la temperatura, avantatges i inconvenients d'una criosonda, principals

aplicacions. Característiques principals de la criosonda TCI instal·lada a l'equip Bruker600US

12. Operacions prèvies a l'adquisició d'un espectre en l'equip Bruker 600US: control de la temperatura, ajust de la posició de la mostra dins de l'imant, sintonia dels principals nuclis de treball, ajust de lock i ajust manual bàsic d'homogeneïtat.
13. Presentació del software del programa: Topspin 3.2 i diferències respecte el software Topspin 1.3: BSMS, incorporació de potències en Watts i dB
14. Ajust d'homogeneïtat amb gradients: programa TOPSHIM
15. Calibratge de polsos:
  - a. Relació polsos/potències. Límits de potencia
  - b. Calibratge del pols de 90 de  $^1\text{H}$  en mostres aquoses de biomolècules (pèptids, proteïnes...). Efecte del Radiation Damping
  - c. Validesa dels calibratges dels polsos de 90 d'altres nuclis, mesurats amb mostres standard
16. Principals mètodes de supressió d' $\text{H}_2\text{O}$  amb criosondes, en RMN 1D biomolecular:
  - a. Ajust i optimització de la posició d'irradiació de la freqüència de l' $\text{H}_2\text{O}$ .
  - b. Adquisició d'un espectre 1D de  $^1\text{H}$  amb "Excitation Sculpting"
17. Experiments bàsics 2D d'homocorrelació amb supressió d' $\text{H}_2\text{O}$ :
  - a. Experiment TOCSY amb "Excitation Sculpting".
  - b. Experiment NOESY amb "Excitation Sculpting".
18. Experiments bàsics 2D d'heterocorrelació per a l'estudi de biomolècules:
  - a. Experiment  $^1\text{H}$ - $^{15}\text{N}$  HSQC. Diverses seqüències de polsos: fast-HSQC, HSQC amb millora de sensibilitat.
  - b. Experiment  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  HSQC. Seqüències de polsos amb millora de sensibilitat (sensitivity enhancement). Treball amb polsos d'inversió adiabàtics, desacoblament adiabàtic de  $^{13}\text{C}$
19. Operacions bàsiques amb el programa ShapeTool per al treball amb polsos selectius: càlcul de la potència dels polsos selectius respecte el pols dur de 90 calibrat; simulació del perfil d'excitació/inversió d'un pols selectiu; simulació del perfil d'inversió dels polsos adiabàtics
20. Normes de funcionament i utilització dels equips d'RMN en mode autoservei: accés a l'equip, llibre de control de mostres, llibreta d'incidències, responsabilitat de l'usuari, condicions en que s'ha de deixar l'equip en sortir de la sessió de treball, possibilitat d'enviar les dades adquirides al servidor de la Unitat d'RMN.