

 <b>Laboratório de Ressonância Magnética Nuclear</b> Depto. de Química - FFCLRP-USP	<b>Procedimento operacional padrão (POP)</b>	<b>Pág. 1 de 7</b>
	<i>Título:</i> Aquisição de espectros de RMN de $^1\text{H}$	Rev. 003
Código: 007		Data de emissão: 20/11/2024

1. Inserir o tubo no spinner e ajustar a profundidade com o auxílio do medidor da Bruker. A linha preta do medidor deve estar completamente preenchida pela amostra.



Medidor

Spinner



Medidor do 500 MHz com spinner e amostra em um tubo de 5 mm

*Observação: o medidor é específico de cada equipamento. Atente-se a isso, pois há um medidor do antigo equipamento de 300 MHz no mesmo local do medidor do DRX500.*

 <b>Laboratório de Ressonância Magnética Nuclear</b> Depto. de Química - FFCLRP-USP	<b>Procedimento operacional padrão (POP)</b>	<b>Pág. 2 de 7</b>
	<i>Título:</i> Aquisição de espectros de RMN de $^1\text{H}$	Rev. 003
Código: 007		Data de emissão: 20/11/2024

2. Apertar o botão **Lift** no painel da **BSMS**.



3. Introduzir a amostra no equipamento.



4. Apertar novamente o botão **Lift** para a amostra descer.

5. Abrir um experimento existente.

 <b>Laboratório de Ressonância Magnética Nuclear</b> Depto. de Química - FFCLRP-USP	<b>Procedimento operacional padrão (POP)</b>	<b>Pág. 3 de 7</b>
	<i>Título:</i> Aquisição de espectros de RMN de $^1\text{H}$	Rev. 003
Código: 007	Data de emissão: 20/11/2024	

6. Na linha de comando digitar **edc** para criar um novo experimento. Nesse comando será inserido o nome da amostra.
7. Copiar os parâmetros padrão de um espectro de próton para o experimento atual através do comando **rpar proton all**.
8. Na linha de comando inserir os valores ótimos para os comandos **sw** e **o1p** (geralmente os valores padrão são respectivamente 17 e 7).
9. Sintonizar a sonda digitando **wobb (enter)** e ajustando o **matching** e **tunning** até que o vale do sinal seja posicionado na linha de referência. Este passo tem que ser realizado cada vez que o solvente for trocado.

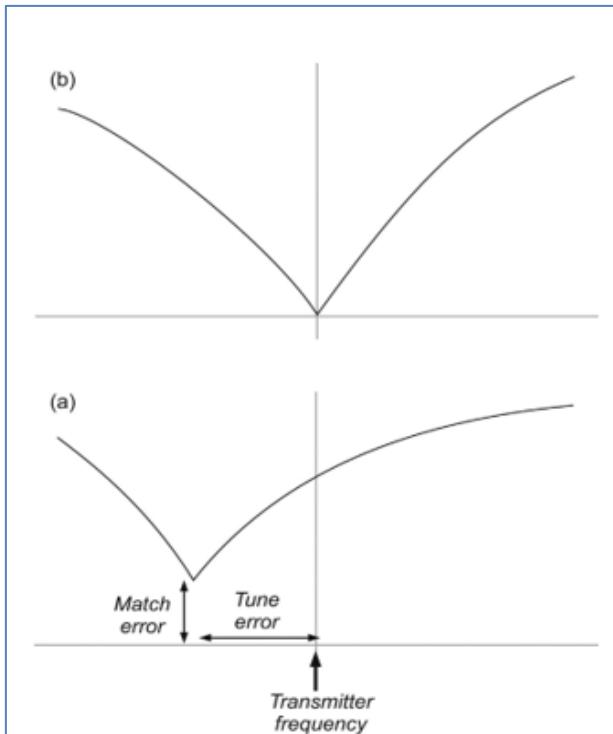
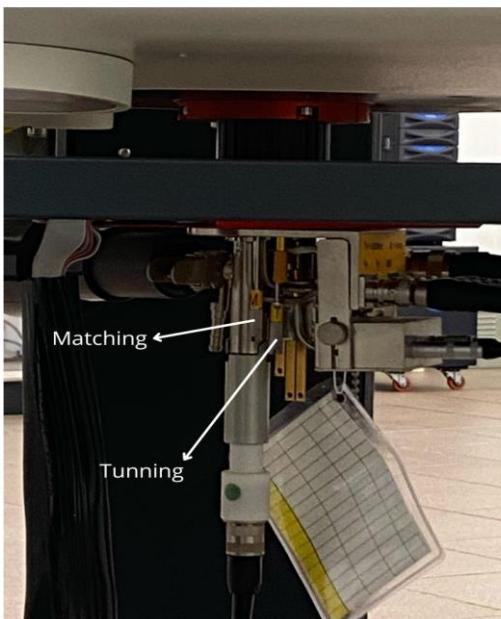


Figura retirada do livro: *High-Resolution NMR Techniques in Organic Chemistry*, Autor Timothy D.W. Claridge, Editora Elsevier, 3a edição, 2016, DOI: <https://doi.org/10.1016/C2015-0-04654-8>

10. Para sintonizar a sonda a chave deve ser inserida nas entradas T (de *tunning*) e M (de *matching*) na parte inferior da máquina e rotacionadas até que o vale fique na linha de referência.

 <p><b>Laboratório de Ressonância Magnética Nuclear</b> Depto. de Química - FFCLRP-USP</p>	<p><b>Procedimento operacional padrão (POP)</b></p>	<p><b>Pág. 4 de 7</b></p>
	<p><b>Título:</b> Aquisição de espectros de RMN de <math>^1\text{H}</math></p>	<p>Rev. 003</p>
<p>Código: 007</p>		<p>Data de emissão: 20/11/2024</p>



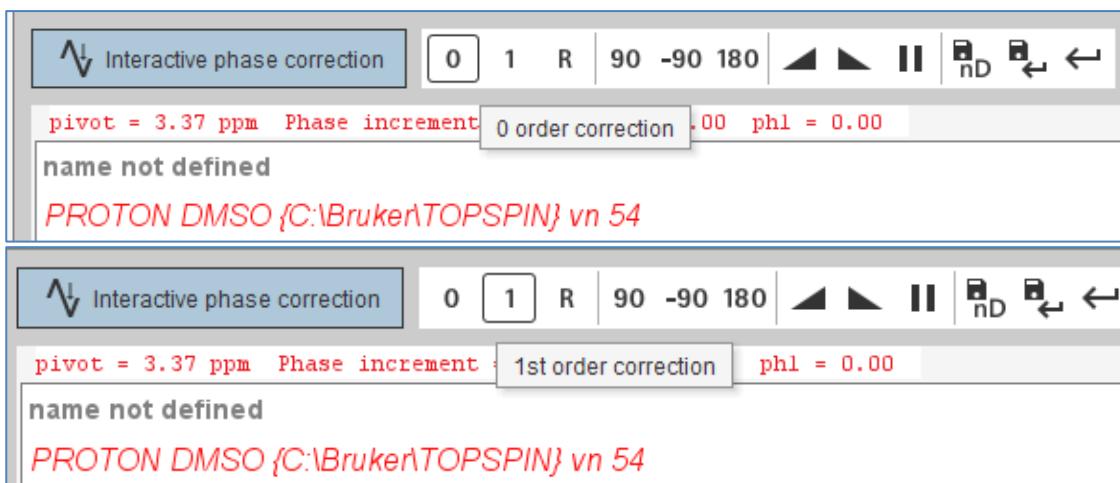
11. Após feito o ajuste **wobb** digitar **stop (enter)** na linha de comando.
12. Efetuar o **lock** do solvente através do comando **lock (enter)**. Esse comando irá disponibilizar uma lista de solventes.
13. Carregar os parâmetros de calibração da sonda através do comando **getprosol**.
14. Efetuar o **shimming** da amostra ajustando os valores de z1, z2 e z3. As linhas devem estar o mais alto possível na tela de **lock display**.
15. Para ajustar as linhas deve ser feita uma rotação no botão giratório de ajuste do **shimming** no painel BSMS.

 <p><b>Laboratório de Ressonância Magnética Nuclear</b> Dept. de Química - FFCLRP-USP</p>	<p><b>Procedimento operacional padrão (POP)</b></p>	<p><b>Pág. 5 de 7</b></p>
	<p><b>Título:</b> Aquisição de espectros de RMN de <math>^1\text{H}</math></p>	<p>Rev. 003</p>
Código: 007		Data de emissão: 20/11/2024



16. Ajustar o ganho do receptor utilizando o comando **rga**.
17. Ajustar o número de **scans** no parâmetro NS (16 para amostras concentradas; 128 para amostras diluídas).
18. Iniciar a aquisição do espectro com o comando **zg**.
19. Efetuar a transformada de Fourier com o comando **efp**.
20. Ajustar a fase com o comando **apk**.

1. Ajustar a fase manualmente, se necessário, na aba mostrada abaixo, tanto no 0 quanto no 1.



 <p><b>Laboratório de Ressonância Magnética Nuclear</b> Depto. de Química - FFCLRP-USP</p>	<p><b>Procedimento operacional padrão (POP)</b></p>	<p><b>Pág. 6 de 7</b></p>
	<p><b>Título:</b> Aquisição de espectros de RMN de <math>^1\text{H}</math></p>	<p>Rev. 003</p>
Código: 007		Data de emissão: 20/11/2024

21. Analisar o **lineshape** dos sinais do solvente e referência. Se necessário repetir o **shimming** e adquirir o espetro novamente.

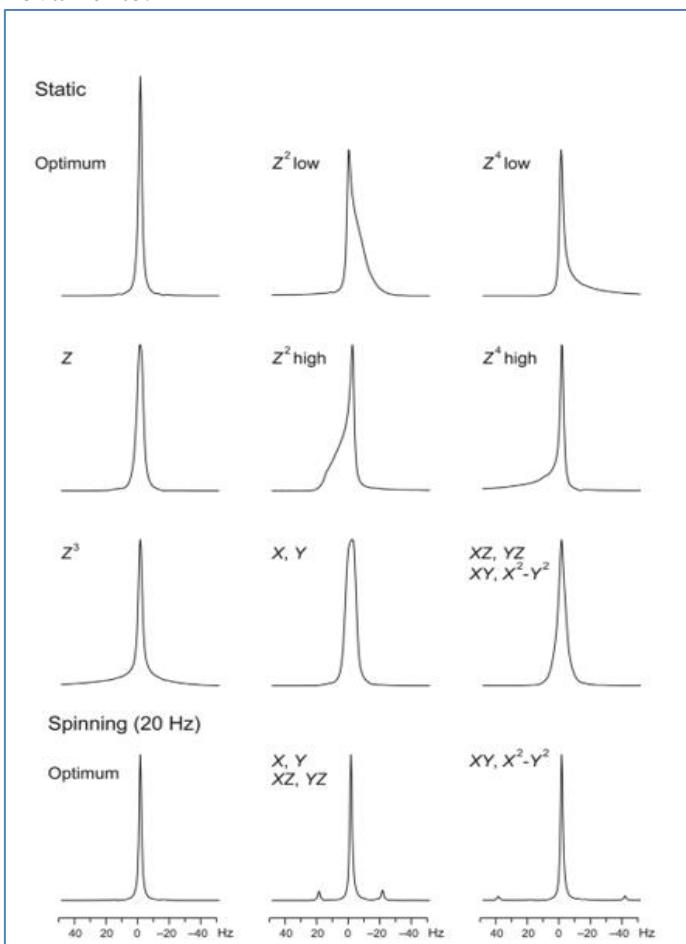


Figura retirada do livro: *High-Resolution NMR Techniques in Organic Chemistry*, Autor Timothy D.W. Claridge, Editora Elsevier, 3a edição, 2016, DOI: <https://doi.org/10.1016/C2015-0-04654-8>

Aqui se encontram os principais erros no **lineshape** dos solventes, caso algum seja observado é necessário mudar o **shimming** no parâmetro em que o erro se encontra.

## HISTÓRICO

Revisão	Data	Alteração
00	20/11/24	Emissão inicial por Vinicius Palaretti
01	21/01/25	Visto por Viviani Nardini Takahashi na presente data.
02	20/02/25	Detalhado por Arthur Ramos Bianchi
03	26/02/25	Corrigido por Viviani Nardini Takahashi e Vinicius Palaretti

 <p><b>Laboratório de Ressonância Magnética Nuclear</b> Depto. de Química - FFCLRP-USP</p>	<b>Procedimento operacional padrão (POP)</b>	<b>Pág. 7 de 7</b>
	<i>Título:</i> Aquisição de espectros de RMN de $^1\text{H}$	Rev. 003
Código: 007	Data de emissão: 20/11/2024	