







## PROCÉDURE D'UTILISATION DES APPAREILS BRUKER AVANCE

(Les étapes comportant des \* ne doivent être effectuées que si nécessaire)

- \*1- Si vous êtes le premier utilisateur du matin, que l'expérience de nuit est un  $^{13}\text{C}$  et qu'elle n'est pas terminée, taper "**halt**" pour l'arrêter, **ne jamais taper "stop"**. **Dans tous les autres cas, laisser l'acquisition continuer.**
- \*2- Ouvrir la fenêtre de lock en appuyant sur l'icône : 
- 3- Pour éjecter/insérer le tube:
  - Appuyer **lift** pour éjecter le tube
  - S'il n'y a rien qui est éjecté de l'aimant ( dummy ou autre échantillon) veuillez appeler un membre de l'équipe RMN immédiatement. Il est important de ne pas tenter de mettre un tube ou bien d'éjecter à nouveau le cas échéant.
  - Introduire votre tube dans le spinner (il doit y avoir un peu de résistance) et en ajuster la hauteur en utilisant le tube d'ajustement. Essayer bien l'extérieur de votre tube RMN et du spinner.
  - Mettre l'échantillon dans l'orifice au-dessus de l'aimant et s'assurer que le tube n'oscille pas. Il doit toujours y avoir de l'air poussé.
  - Appuyer sur **lift** pour faire descendre le tube.
- 4- Pour faire le lock et le shim:
  - Vérifier que le bouton "fine" est allumé.
  - Taper **lock ↵**.
  - Sélectionner le solvant à partir de la liste. (Vérifier le choix du signal si plusieurs signaux de deutérium dans le solvant)
  - Ajuster les shims **Z, Z2 X et Y**, de façon à maximiser le niveau de la ligne.
- **Sur l'unité de shim:**
  - Pour accéder à Z: appuyer sur les boutons **On axis et Z1**
  - Pour accéder à Z2: appuyer sur les boutons **On axis et Z2**
  - Pour accéder à X: appuyer sur les boutons **X et Z0**
  - Pour accéder à Y: appuyer sur les boutons **Y et Z0**
- **À l'écran:**
  - Ouvrir la fenêtre en cliquant sur l'icône  ou bien en passant par :
  - Avec le bouton de gauche, cliquer sur le bouton **MAIN**.
  - Avec le bouton de gauche, choisir le bouton de shim à optimiser par exemple **Z**.
  - En appuyant sur les boutons **step+ ou step -** avec le bouton gauche de la souris, faire l'ajustement de la résolution en maximisant la hauteur de la ligne de lock. Vous pouvez augmenter ou diminuer la sensibilité des boutons **step+ ou step -**, en changeant la valeur du "**stepsize**" avec le curseur. Si la ligne dépasse l'écran, diminuer la valeur de "**lock gain**" et au besoin de "**lock power**".

Lorsque la résolution est satisfaisante, refermer les fenêtres **SHIM et BSMS CONTROL SUITE** afin que l'unité de shim redevienne active.

\*Si la résolution ne peut être optimisée, taper "**rsh**" et avec le **bouton de gauche de la souris**, sélectionner le fichier correspondant à **routine.la sonde utilisée** (ex.: routine.qnp). Ces fichiers sont mis à jour périodiquement. Optimiser de nouveau les shims **Z1, Z2, X et Y**.

- 5- Pour définir une nouvelle expérience, taper **edc** ↵ (Edit current data).
- Définir le "**Name**" de l'expérience. Le nom de votre fichier doit commencer par les caractères centraux de votre nom d'utilisateur.
  - Définir le "**Expno**" de l'expérience.
  - Définir le "**Procno**" de l'expérience (utiliser le nombre 1 pour éviter la confusion).
  - Appuyer avec le bouton de gauche de la souris sur l'icône "**ok**".
- 6- Taper **rpar sonde.proton all** ↵ pour rappeler les paramètres d'un spectre <sup>1</sup>H  
ex.: "**rpar bbfo.proton all** ↵" pour un spectre <sup>1</sup>H.
- Si la syntaxe utilisée pour définir le type d'expérience est inconnue, taper "**rpar sonde.\***"
- 7- Taper **rga** ↵. L'ajustement du gain se fait automatiquement.
- \*8- Si désiré, changer la valeur de ns pour solution très diluée. Taper **ns** ↵ et **entrer la nouvelle valeur suivie de** ↵.  
Pour obtenir une intégration quantitative, taper **d1** ↵ et entrer **10** suivie de ↵.  
Pour agrandir la fenêtre spectrale, commencer par prendre en note le **temps d'acquisition "aq"**. Ajuster "**sw**" à la valeur désirée pour la largeur de la fenêtre spectrale en ppm et définir "**o1p**" au centre de cette fenêtre. Remettre le "**aq**" à la valeur notée précédemment
- 9- Taper **zg** ↵ pour effacer tout ce qu'il y avait dans le fichier d'expérience et démarrer l'acquisition.
- 10- Taper **ft** ↵ lorsque l'acquisition est terminée ou pour voir le spectre durant l'acquisition, taper **tr** ↵, attendre que le prochain balayage soit effectué et taper **ft** ↵. Corriger la phase selon la procédure décrite à l'étape 11. L'acquisition s'arrête automatiquement lorsque le nombre d'acquisition est atteint ou sinon, taper "halt" lorsque le spectre est satisfaisant. Refaire **fp** ↵ après chaque transfert et à la fin de l'acquisition pour tenir compte de tous les balayages effectués.
- Pour un spectre <sup>13</sup>C, **remplacer les commandes ft** ↵, **par ef** ↵ et **fp** ↵ **par efp** ↵. Le rapport signal/bruit sera meilleur.
- 11- Pour ajuster la phase du spectre, avec le **bouton de gauche** de la souris, Appuyer sur l'**icône** :
- 
- La sous-routine de phase s'ouvrira et le curseur se positionnera automatiquement sur le pic le plus intense du spectre. En **tenant enfoncé le bouton de gauche de la souris sur l'icône**  **et en déplaçant la souris**, corriger la phase du pic le plus intense (ordre 0).
  - Ensuite, en **tenant enfoncé le bouton de gauche de la souris sur l'icône**  **et en déplaçant la souris**, corriger le reste (ordre 1). Lorsque la correction est terminée, avec le **bouton de gauche** de la souris, appuyer sur  pour revenir au menu principal.
- 12- Pour corriger automatiquement la ligne de base, taper **abs** ↵.

13- Pour faire un zoom avant, **appuyer sur le bouton gauche de la souris et tenir le bouton enfoncé tout en déplaçant le curseur pour sélectionner la région voulue. Relâcher le bouton gauche de la souris pour faire le zoom.** Il y a plusieurs autres options de zoom possible :

- Zoom exacte (définir manuellement les limites du zoom) :



- Zoom avant au centre de la fenêtre spectrale :



- Zoom arrière au centre de la fenêtre spectrale :





- Zoom graduel au centre de la fenêtre spectrale :




On peut revoir le spectre complet en cliquant sur l'icône :




\*14- Le spectre devrait être référencé. Si ce n'est pas le cas, définir l'expansion de la région contenant le pic de référence (voir 13). Sélectionner l'**icône** :  avec le bouton de gauche de la souris, le curseur est alors mobile sur le spectre et on peut le positionner sur le pic de référence. Appuyer alors sur le **bouton gauche** de la souris et la valeur actuelle attribuée à ce pic s'affichera. **Entrer la nouvelle valeur, suivie de ↵.**

15- Pour intégrer le spectre, définir à l'écran la région à intégrer. Appuyer avec le bouton de gauche sur l'icône  pour entrer dans la sous-routine d'intégration.

Appuyer sur  pour pouvoir sélectionner manuellement les intégrations. Positionner le curseur dans la fenêtre spectrale. **Tout en tenant le bouton gauche enfoncé, faite glisser le curseur pour définir la région voulue et le relâcher.** La courbe d'intégration apparaît à l'écran. Répéter pour tous les pics à intégrer.

Pour calibrer une courbe avec un nombre de proton défini, appuyer sur l'intégration avec le bouton droit de la souris et sélectionner "**calibrate**". La valeur actuelle de l'intégration est alors affichée. Entrer **la valeur désirée, suivie de ↵.**

Lorsque tout le spectre est intégré et calibré, appuyer sur  pour revenir au menu principal. Les courbes d'intégration disparaissent, mais elles seront tracées sur le spectre.

16- Pour tracer le spectre, ajuster à l'écran, la hauteur des pics, tel que désirée sur papier. Appuyer sur file-→ print. Sélectionner "**print active window**" et faite "**OK**". Votre spectre sera imprimé tel qu'aperçu à l'écran.

Pour ajouter ou supprimer des éléments pour le traçage, appuyer avec le bouton droit de la souris n'importe où dans l'écran et sélectionner "**spectra display properties**". Vous pouvez sélectionner les éléments désirés.

Vous pouvez également utiliser le Plot editor en sélectionnant les layout « noyau\_routine »

17- Pour obtenir la liste des déplacements chimiques, taper "**mi**" et définir la hauteur minimum en intensité relative. Taper "**pps**" ↵ afin de voir les déplacements chimiques des pics apparaître sur le spectre. Appuyer sur l'onglet "**peaks**" pour voir une table des déplacements chimiques. Appuyer sur file → export pour pouvoir exporter ce tableau au format de votre choix.

- 18- Pour relire une expérience déjà accumulée, taper "**re name expno procno**". À la fin de votre expérience, taper "**re junk 1 1**". Appuyer sur "**lock**" et **lift-off** pour éjecter le tube. Remettre une référence au haut de l'aimant et la faire descendre en appuyant sur **lift-off**.
- 19- Démarrer plusieurs expériences à la fois avec **multizg** ou utiliser le **spooler**.
- Définir chaque expérience en utilisant **edc** (les expériences doivent avoir un **expno** consécutif).
  - Rappeler les bons paramètres dans chaque expérience (**set** ou **rpar**)
  - Revenir à l'expérience numéro 1
  - Taper **multizg**
  - Entrer le nombre d'expériences définies.
  - Le **multizg** devrait maintenant démarrer et vous devriez voir le temps total estimé pour la série d'expériences.

### UTILISATION DES APPAREILS AV-300 ET AV-400PJAB EN MODE AUTOMATIQUE

- Toujours avoir un tube RMN d'une longueur minimale de 7 pouces.
  - Toujours filtrer la solution sur de la ouate.
  - Toujours avoir un volume de 0,75 ml de solution.
  - De préférence, utiliser un solvant ayant un seul signal de deutérium.
1. Dans la liste, cliquer 2 fois avec le bouton de gauche de la souris sur le numéro correspondant à celui où vous avez positionné votre échantillon.
  2. Définir le nom de votre expérience
  3. Définir le numéro de l'expérience
  4. Choisir le solvant
  5. Choisir une première expérience. Vous pouvez ajouter plusieurs expériences en cliquant sur le bouton **ADD**. Pour soumettre toutes les expériences définies, revenir sur le numéro de l'échantillonneur et cliquer sur le bouton **SUBMIT**.

## PROCÉDURE POUR LE AV400RG/AVII400

Pour les expériences de  $^1\text{H}$  seulement, vous pouvez utiliser les mêmes procédures que sur les autres appareils AVANCE.

Donc pour rappeler les paramètres des expériences  $^1\text{H}$  :

- `rpar bbfo.proton all ↵`
- `rpar bbfo.cosy all ↵`
- `rpar bbfo. noesy all ↵`
- `rpar bbfo.tocsy all ↵`
- `rpar bbfo.roesy all ↵`

Pour définir toutes les expériences impliquant d'autres noyaux que le  $^1\text{H}$  seulement ou pour optimiser un spectre  $^1\text{H}$ , il faut taper :

- `set_proton ↵`
- `set_protonhd ↵`
- `set_c13 ↵`
- `set_c13ig ↵`
- `set_dept ↵`
- `set_hsqc ↵`
- `set_hmbc ↵`
- `set_p31 ↵`
- `set_p31coupled ↵`
- `set_1hdec31pcw ↵` (1H avec {31P} sélectif)
- `set_f19 ↵`
- `set_multi ↵` (1H, COSY, HSQC, DEPT, 13C)
- `set_hdc ↵` (1H, DEPT, 13C)

Si vous avez besoin d'expériences sur des noyaux qui ne sont pas dans cette liste, n'hésitez pas à le demander. Nous définirons les paramètres.

Avant de démarrer votre expérience, il faut **ajuster les valeurs de ns et td0**.

La commande `set_hdc` établit les paramètres pour obtenir une expérience de  $^1\text{H}$ , une expérience de DEPT et une expérience de  $^{13}\text{C}$ .

1. Taper `edc ↵` et définir une première expérience (#1)
2. Taper `set_hdc ↵` et les trois expériences seront créées (#1, #2 et #3)
3. Attendre que les accords de la sonde soient terminés.
4. Relire chacune des expériences, ajuster le gain (`rga ↵`), modifier les paramètres ns et td0 si nécessaire.
5. **Relire l'expérience #1 (re 1) et taper multizg ↵** Le message "enter the number of experiment:" apparaîtra. Taper `3 ↵` pour lancer l'acquisition des trois expériences prédéfinies.