

Wydziałowa Pracownia Spektroskopii NMR
Wydział Chemiczny, Politechnika Warszawska

1. Pracownicy Wydziałowej Pracowni Spektroskopii NMR (WPS NMR):

Operatorzy: Anna Błędowska	tel . 7103,
Mgr Sergiej Mołczanow	tel . 7103, 7373
Kierujący: Dr hab. inż. Hanna Krawczyk	tel . 7373, 5763

2. Wyposażenie

Aparaty :

600 MHz firmy JEOL (JNM-ECZL) **pok.25A**

500 MHz firmy Varian (VNMRS) – Gmach Chemii, **pok.25C**

400 MHz firmy Varian (MercuryVX) – Gmach Technologii Chemicznej, **pok.17**

60 MHz firmy Nanalysis (NMReady-60e) – Gmach Chemii, **pok.142**

3. Regulamin

3.1 Ogólne zasady dostępu do spektrometrów

Spektrometry są dostępne do pomiarów w trybie ciągłym (24 godziny na dobę, 7 dni w tygodniu) z wyjątkiem czasu przeznaczonego na konserwację i serwis. W przypadku konieczności nagłej interwencji serwisowej rezerwacje czasu pomiarowego mogą zostać odwołane bez uprzedzenia i przełożone na inny termin. Samodzielne pomiary w niedzielę i święta wymagają zezwolenia Dziekana.

Spektrometr 600 MHz pracuje w trybie automatycznym.

Próbki dostarczone w rurkach NMR są umieszczane w kolejce przez operatorów, zmierzone widma dostępne pod adresem widma.ch.pw.edu.pl

Czas pracy spektrometru 500 MHz podzielony jest na bloki pomiarowe:

Blok A w godzinach od godz. 9:00 do godz. 17:00

- Obsługa spektrometrów przez operatorów dostępna od poniedziałku do piątku.
- Dostarczanie próbek wraz ze zleceniem najpóźniej do godziny **16:30**.
- Na zleceniu należy podać telefon kontaktowy.
- **Na stole przy pokoju 25C znajduje się lista, na którą należy się wpisać i obok pozostawić próbkę wraz ze zleceniem. Pomiary będą realizowane według kolejności wpisu na liście. Na stole pozostawia się rurki i próbki do pomiaru oraz odbiera widma.**
- Nie zrealizowane pomiary w danym tygodniu są przenoszone przez operatora na kolejny tydzień z odpowiednią adnotacją i realizowane w pierwszej kolejności.

Odbiór zmierzonego widma – widma w postaci cyfrowej dostępne są pod adresem:
widma.ch.pw.edu.pl

Blok B w godzinach od godz. 17:00 do godz. 20:00

- Osoby przeszkolone do samodzielnych pomiarów. Czas pomiarowy, rezerwowany jest po ustaleniu z operatorami (i wpisie do kalendarza znajdującego się w pok. 58) z odpowiednim wyprzedzeniem (1 dzień).
- Użytkownik może uzyskać prawo do samodzielnych pomiarów po ukończeniu szkolenia. Szkolenie odbywa się w trakcie czasu pomiarowego rezerwowanego przez użytkownika i kończy się sprawdzeniem umiejętności. Zwracamy uwagę, że szkolenie jest płatne (zgodnie z cennikiem obowiązującym w WPS NMR). Użytkownik ma prawo dokonywać obsługi spektrometrów wyłącznie w zakresie objętym szkoleniem.
- Minimalny czas pomiarowy możliwy do zarezerwowania 0,5h.
- Użytkownicy mierzący samodzielnie ponoszą odpowiedzialność za niewłaściwe

wykorzystanie czasu pomiarowego i ewentualne uszkodzenia aparatów wywołane niewłaściwym użytkowaniem.

- Ze względu na skromną bazę aparaturową przewiduje się, że dostęp do samodzielnych pomiarów będą mogli mieć wyłącznie pracownicy Wydziału Chemicznego - po jednym wyznaczonym pracowniku z zakładu (zespołu).

Blok C (blok nocny) w godzinach od godz. 20:00 do godz. 8:00

- Pomiarów tzw. długie 12 godzinne. **Ostatnia osoba mierząca samodzielnie w godzinach od 17:00-20:00 zobowiązana jest do nastawiania pomiarów w bloku nocnym.**

Blok D (blok pomiarów weekendowych) w godzinach od godz. 20:00 piątek do godz. 8:00 poniedziałek.

Pomiary weekendowe obejmują:

- pomiary indywidualne w sobotę od godz. 8:00 do 15:00, (ostatnia osoba mierząca samodzielnie w godzinach od 8:00-15:00 jest zobowiązana do nastawiania pomiarów (w razie potrzeby) od godz. 15:00 w sobotę do godz. 8:00 w poniedziałek. Przypominamy o przestrzeganiu regulaminu wydziałowego dotyczącego pracy w sobotę.
- pomiary długie cały weekend od godz. 20:00 piątek do godz. 8:00 poniedziałek.

Samodzielne pomiary w niedzielę i święta wymagają zezwolenia Dziekana.

3.2 Próbk i pomiary

Przygotowanie próbek

Zachęcamy wszystkich do samodzielnego przygotowywania próbek w rurkach NMR, gdyż znacznie skraca to czas pomiarowy, a opłata za wykonane widma jest niższa.

- Próbka powinna zawierać rozpuszczalnik deuterowany.
- Próbka powinna być homogeniczna i nie zawierać osadu.
- Rurka musi mieć szczelnie założoną zatyczkę i nie może być zabrudzona na zewnątrz.
- Długość rurki z założoną zatyczką nie może być mniejsza niż 170 mm.

- Rurki nie spełniające tego wymogu nie będą przyjmowane do pomiarów.
- Ze względów technicznych wysokość słupa cieczy w rurce powinna wynosić 40-50 mm, co odpowiada objętości roztworu równej ok. 0,6 ml. Mniejsza lub większa wysokość słupa cieczy może spowodować pogorszenie rozdzielczości rejestrowanego widma.
- Stężenie próbek do pomiaru powinno być ok. 0,1 molowe.
- Poprawne przygotowanie próbki do pomiarów jest wyłączną odpowiedzialnością użytkownika. Próbki źle przygotowane mogą nie zostać przyjęte do pomiarów.
- Pracownia i operatorzy nie ponoszą odpowiedzialności za złą jakość widm spowodowaną nieodpowiednią jakością próbek (np. niehomogeniczna próbka).

Realizacja pomiarów

- Pojedynczy eksperyment może trwać najwyżej 12 h (blok C). Dłuższe eksperymenty mogą być wykonywane jedynie po uzgodnieniu z operatorem w blokach weekendowych.
- Operator może przerwać długotrwały eksperyment (dłuższy niż 3 h), jeżeli po 20% jego nominalnego czasu trwania, na widmie nie są widoczne *żadne* sygnały (poza sygnałem rozpuszczalnika). W ogromnej większości takich przypadków kontynuacja pomiaru jest bezcelowa.
- Operator może odradzić wykonanie długotrwałego eksperymentu, jeżeli cechy próbki (niskie stężenie, silnie poszerzone linie, etc.) nie gwarantują powodzenia takiego pomiaru.

3.3 Pomiary na aparacie Varian MercuryVX (400 MHz) - „self service”

- Osoby przeszkolone do samodzielnych pomiarów pobierają klucz z szatni.
- Czas pomiarowy, rezerwowany jest po wpisie do systemu (i wpisie do zeszytu znajdującego się w pok. 17 po wykonaniu pomiaru).

3.4 Pomiary na aparacie Nanalysis NMReady-60e (60 MHz) - „self service”

- Osoby przeszkolone do samodzielnych pomiarów pobierają klucz od operatorów.
- Czas pomiarowy, rezerwowany jest po ustaleniu z operatorami (i wpisie do zeszytu znajdującego się w pok. 142).

3.5 Uwagi ogólne

Wstęp do laboratorium

- W pomieszczeniach pomiarowych mogą przebywać samodzielnie wyłącznie osoby do tego upoważnione: operatorzy i przeszkoleni użytkownicy.
- Nieprzeszkoleni użytkownicy mogą przebywać w pomieszczeniach pomiarowych tylko w obecności operatora.

Pole magnetyczne

- Ze względu na obecność silnych pól magnetycznych w pomieszczeniach pracowni nie mogą przebywać osoby z rozrusznikiem serca lub z metalowymi implantami.
- Nie należy zbliżać się do magnesu z przedmiotami wykonanymi z materiałów ferromagnetycznych oraz innymi narażonymi na jego działanie (np. karty magnetyczne).

Pomiary

- Pomieszczenia pomiarowe są klimatyzowane. Dla poprawnego działania klimatyzacji należy zamykać drzwi. Wszelkie problemy techniczne należy zgłaszać obsłudze. Nie należy wykonywać żadnych czynności wykraczających poza umiejętności i uprawnienia użytkownika.
- Na pomiary prowadzone samodzielnie należy zgłaszać się terminowo. Czas pomiarowy osoby, która nie zgłosiła się w zarezerwowanym terminie, po

upływie 30 minut może zostać przejęty przez innego użytkownika. Próbki do pomiarów zleconych należy dostarczać terminowo.

- Jeśli użytkownik nie jest w stanie wykorzystać zarezerwowanego czasu pomiarowego,

jest zobowiązany zwolnić rezerwację i poinformować operatorów (w przypadku pomiarów zleconych). Wskazane jest również poinformowanie potencjalnie zainteresowanych użytkowników (następnych w kolejce).

- W przypadku wykonywania pomiarów zmiennotemperaturowych należy przekazać

następnemu użytkownikowi aparat doprowadzony do ustabilizowanej temperatury

pokojowej, chyba że uzgodniono inaczej.

- Za uszkodzenia wyposażenia pracowni NMR powstałe w wyniku rażących zaniedbań lub złej woli eksperymentatora współodpowiedzialność materialną może ponosić kierownik właściwego Zespołu Badawczego.