

SERVICIO DE RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR

RMN-UDEC

El servicio de rmn-udec, está enfocado fundamentalmente en prestar apoyo en la determinación estructural de compuestos orgánicos e inorgánicos. Las prestaciones del servicio están dirigidas a investigadores, docentes y alumnos de la Universidad de Concepción, así como también a usuarios del área industrial y farmacéutica, universidades nacionales y centros de investigación públicos y privados.

La técnica de rmn no es destructiva, por lo que el usuario ya sea interno como externo, podrá recuperar su muestra.

Nuestro laboratorio cuenta con un espectrómetro marca Bruker 400 MHz, modelo Ascend™ y tres sondas que permiten trabajar bajo tres modalidades:

1. Sonda de líquidos PABBI 1H/D-BB Z-GRD, inversa, multinúcleo, con sintonización automática, permite trabajar con muestras solubles en disolventes deuterados. En esta sonda es posible realizar experimentos mono- y bi-dimensionales, experimentos selectivos y semiselectivos, entre otros.
2. Sonda de semisólidos HR-MAS B3188/0574, sólo sensible a los siguientes núcleos 1H/13C/15N/D, de sintonización manual, permite trabajar con tejidos y geles. En fase líquida permite analizar cantidades muy pequeñas de muestras (1mg aproximadamente).
3. Sonda de sólidos MAS BB/1H K3166/0185, de sintonización manual, multinúcleo, destinada a trabajar en muestras sólidas.

NORMATIVA PARA EL USUARIO DEL RMN-UDEC

1. De lo referente a la preparación previa de muestras líquidas:

- El usuario debe escoger un solvente deuterado apropiado, que le garantice una disolución homogénea de su muestra a temperatura ambiente.
- El solvente a utilizar no debe interferir en las posibles señales de su compuesto, para lo cual debe informarse del desplazamiento químico de los solventes deuterados.

- Se sugiere usar solventes sin TMS, lo que no es un ítem excluyente.
- El volumen de solvente a utilizar es de 0,5 – 0,6 ml, inferior a eso no se aceptará.
- Para análisis de protones y experimentos 2D de detección inversa, debe disolver de 5 a 10 mg de muestra.
- Para los análisis de heteronúcleos y experimentos bidimensionales en modo de detección directa, la cantidad mínima de muestra es 20 mg. En caso de tener concentraciones más bajas se debe informar a la operadora para la programación adecuada de los experimentos.
- Las muestras deben ser completamente homogéneas, por lo tanto deben ser filtradas al momento de disponerlas en los tubos de rmn. La sonda de líquido no permite trabajar con suspensiones.
- Los tubos deben venir rotulados con una etiqueta en la parte superior y la tapa del tubo debe estar sellada con parafilm.
- Sea cuidadoso con los tubos de rmn. El servicio de resonancia, se reserva el derecho a rechazar muestras que estén contenidas en tubos que impliquen un riesgo para el equipo.
- Los tubos a utilizar deben ser específicos para un campo magnético de 400 MHz, espesor de vidrio 0,43 mm, largo 8" y diámetro de 5mm.
- Las muestras externas serán preparadas en el servicio de RMN-UDEC previo reporte de solubilidades.

2. De lo referente a la preparación de muestras sólidas: el proceso es de responsabilidad del servicio de rmn. Sin embargo, se requiere que las muestras vengan pulverizadas y secas. La cantidad mínima es de 100 mg. No se reciben muestras que contengan metales paramagnéticos. Consulte al responsable del laboratorio la factibilidad de medir el núcleo que requiere.

3. De lo referente a la preparación de muestras para HR-MAS: el proceso es de responsabilidad del servicio de rmn. Se requiere como mínimo de 40mg de muestra para el análisis de tejidos y geles. Para experimentos en fase líquida la cantidad de mínima de muestra es aproximadamente 1 mg.

4. De la recepción de muestras:

- Todas las muestras de los usuarios udec, entiéndase profesores, alumnos de postgrado e investigadores posdoctorales de las distintas Facultades de la Universidad de Concepción, deben venir preparadas, el servicio de resonancia se reserva el derecho de rechazar muestras que no cumplan dicha condición.
- Profesores UDEC, es decir, la suma de análisis de alumnos de pregrado, requeridos a nombre de un docente, así como también alumnos de postgrado e investigadores posdoctorales, no deben exceder las 50 horas semestrales (no acumulables), de lo contrario, se les aplicará el cobro bajo el criterio de centro de investigación autosustentable.
- Los alumnos de pregrado y postgrado deben indicar el profesor UDEC responsable.
- Todos los centros de investigación vinculados a la UDEC que sean autosustentables, deben costear los análisis bajo los siguientes valores por análisis:

Sonda de líquidos PABBI 1H/D-BB Z-GRD	1H 1,25UF; 13C 2,5UF ; RMN-2D inverso 1,25 UF; RMN-2D directo 2,5UF
Sonda de semisólidos HR-MAS B3188/0574	1H 1,25UF; 13C 2,5UF ; RMN-2D inverso 1,25 UF; RMN-2D directo 2UF
Sonda de sólidos MAS BB/1H K3166/0185	13C 2,5UF; otros núcleos 4UF

- Los usuarios de centros de investigación, deben acreditar la situación activa del investigador mediante un certificado emitido por el jefe del centro, de no ser así, el servicio de RMN-UDEC, se reserva el derecho de rechazar las muestras
- En el caso de existir colaboración de un grupo de docentes o investigadores, favor indicar los participantes de ésta para así hacer entrega de los resultados de forma correcta, no se entregarán análisis de otros investigadores, a menos que éstos lo autoricen de forma escrita.

- Los costos asociado para análisis de externos son los siguientes:

TIPO DE SONDA	UNIVERSIDADES EXTERNAS	LABORATORIOS EXTERNOS E INDUSTRIA
Sonda de Líquidos PABBI 1H/D-BBZ-GRD	1H 1,25UF; 13C 2,5UF ; RMN-2D inverso 1,25 UF; RMN-2D directo 2,5UF	1H 2UF; 13C 4UF ; RMN-2D inverso 2 UF; RMN-2D directo 2 UF
Sonda de semisólidos HR-MAS B3188/0574	5 UF	5 UF
Sonda de sólidos MAS BB/1H K3166/0185	5 UF	5 UF

- La recepción de muestras es de lunes a viernes a las 9:00 a 12:30 de la mañana, si el usuario desea dejar muestras por la tarde, los análisis requeridos se contemplarán al día siguiente.
- Se debe informar las características de la muestra, entiéndase por esto la estabilidad en el tiempo y la sensibilidad a la luz.
- Los análisis de protones se realizan en la mañana. Por la tarde se realizan análisis de heteronúcleos y experimentos bi-dimensionales.
- Análisis de muestras diluidas son programadas para la noche.
- Experimentos especiales como estudios cinéticos, experimentos a temperatura variable, deben ser programados con la operadora, debiéndose solicitar hora, se debe tener en consideración como límite de análisis con temperatura variable 17:30 y los estudios de cinética no tendrán que exceder de las 18:15 horas.
- En análisis de alta complejidad o difícil detección de las señales se requiere que indicar la posible estructura de la molécula.
- Los análisis a temperatura superior a la ambiente están restringidos a experimentos de 1H.
- Para garantizar la pronta entrega de los resultados, se ha establecido una cuota de muestras semanal por usuario bajo la siguiente modalidad:

Análisis de protones, se permite un máximo de 6 muestras diarias por usuario. Así se garantiza la entrega de resultados dentro de las primeras 24 hrs.

Análisis de heteronúcleos se permite un máximo de 6 muestras semanales por usuario. Se garantiza la entrega de los resultados dentro de la semana.

En caso de tener muestras diluidas debe informar vía e-mail a la operadora (kbustama@udec.cl) para programar el experimento en un horario adecuado. Si no hay indicación, el tiempo máximo de acumulación de ^{13}C será de 1,5 horas.

En el caso de muestras diluidas se sugiere realizar primero experimentos de ^1H . Una vez analizado el espectro, determine que otra medición necesita.

Experimentos bidimensionales de muestras diluidas serán programados en horarios adecuados.

Experimentos de ^{31}P serán programados un día a la semana, de preferencia los días lunes. Se garantiza la entrega de los resultados al día siguiente, con un máximo de 2 análisis por día.

- Los laboratorios de docencia deben ser programados con dos semanas de antelación. No se aceptan más de 6 alumnos por grupo, por lo que el profesor a cargo debe coordinar con los cursos la distribución de ellos. No se aceptan visitas de cursos al laboratorio sin previa planificación.
- La programación de laboratorios de docencia, será reportada en la página de la VRID con una semana de anticipación.
- Si posee alguna duda sobre los tipos de experimentos, tipo de análisis a realizar, algún tipo de especificación, datos de proveedores, contactarse con la encargada del servicio RMN-UDEC al correo kbustama@udec.cl, anexo: 4266.

PROGRAMACIÓN RMN-UDEC AÑO 2020

- Desde el lunes 6 de enero hasta el lunes 12 de mayo, se encontrará operativa la sonda de líquidos. Para este mes, los laboratorios de docencia se encuentran programados.
- El período que contempla 13 de mayo al 12 de junio, se realizarán análisis en sólidos que estén contemplados tanto para las especificaciones de la sonda de sólidos, así como para el software topspin actualizado del equipo.

El protocolo establece la reserva de 5 cupos máximos por investigador si solicita sólo un núcleo, si solicita 2 el operador sólo se hará responsable de 3 muestras, favor gestionarlo con sus alumnos, con un máximo de 2 núcleos por muestra que serán realizados siempre y cuando el tiempo lo permita.

- Desde el 15 de junio al 20 de noviembre, se realizarán análisis en solución, los cursos que contemplen laboratorios de docencia, tendrán que ser programados con 2 semanas de anticipación y confirmados 3 días antes de realizarse.
- Durante el período que contempla el 23 de noviembre y 29 de diciembre, se reanudarán los análisis en fase sólida, favor reservar sus cupos un mes antes, con un máximo de 5 muestras por investigador en el caso de solicitar sólo un núcleo, y 3 en el caso de requerir 2 núcleos, esto quiere decir que cada docente tendrá que coordinar sus 5 cupos con sus estudiantes, dentro de lo posible, sólo se analizarán un máximo de 2 núcleos por muestra.
- En todo procesos de análisis en sólido, el primer núcleo a estudiar es ^{13}C , luego ^{29}Si . Favor comprender que dicha técnica conlleva experimentos de larga duración, en algunos casos conlleva un día completo un solo núcleo.
- Durante el mes de enero del 2021, se realizarán análisis en solución.
- El servicio de resonancia, se reserva el derecho de no hacer devolución de los tubos de rmn pasado los dos meses que los usuarios no los retiren.

KAREN BUSTAMANTE TASSARA
ENCARGADA DE RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR
UNIVERSIDAD DE CONCEPCIÓN
VICERRECTORÍA DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO
EMAIL: KBUSTAMA@UDEC.CL
FONO: 41.2204266