

PROTOCOL D'ADQUISICIÓ D'ESPECTRES DE DEUTERI A BRUKER 500

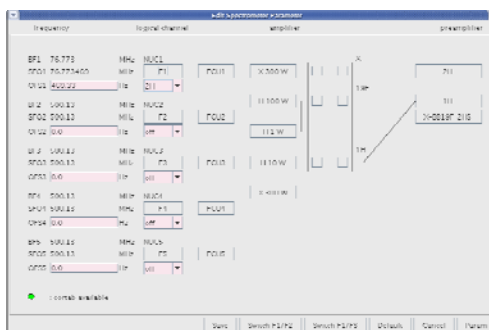
Posta a punt de les condicions d'adquisició

1. Si es tenen condicions prèvies d'adquisició de deuteri, recuperar-ne els paràmetres i passar directament el punt 3. En cas contrari adquirir un espectre de ^1H amb una mostra de dissolvent deuterat (per exemple D_2O , CD_3OD) amb una seqüència zg30
2. Modificar en el *edasp* el nucli i canviar-lo de ^1H a ^2H
3. Fer un *cf*¹ per tal de modificar en el *edasp* que apareix al final del procés el senyal que prové de l'amplificador de X 300 W. Cal que aquest senyal vagi a parar al preamplificador de deuteri (tal com es mostra en la següent figura)



Configuració del edasp al fer cf. Esquerra. Configuració habitual. Dreta: configuració per a adquirir deuteri

4. Un cop finalitzat el *cf*, el *edasp* ha d'aparèixer de la següent manera:



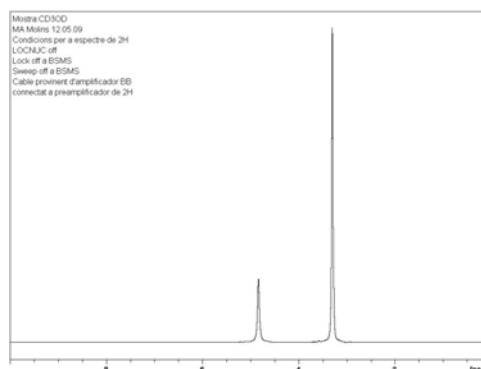
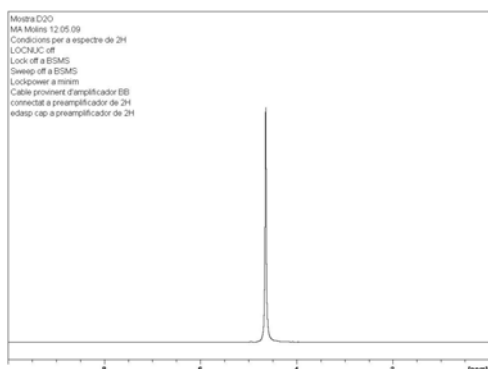
Configuració del edasp en els paràmetres d'adquisició de deuteri.

5. Sel.leccionar *LOCNUC off* en el *eda* i fer un *ii*
6. En el panell de BSMS posar *Lock* en *off* i aturar el *sweep*. Donar al *lockpower* una potència molt baixa.
7. Connectar físicament el cable provinent de l'amplificador de BB al preamplificador de deuteri (cables que es troben a la part posterior del preamplificador).
8. Comprovar que els paràmetres d'adquisició són d'aquest ordre: $p11=20\text{dB}$; $p1=10\text{ }\mu\text{s}$; $aq=3\text{s}$ i $d1=2\text{s}$. Tenint en compte que els polsos per a deuteri són molt llargs, si es té poca senyal i es vol incrementar la potència cal tenir present que la potència de l'amplificador, que és de 300W, és molt elevada per les bobines de deuteri i mai es podrà excedir una potència d'adquisició de 6 dB.
9. Si fem la prova d'adquisició amb una mostra de D_2O , és aconsellable fer-la també amb una mostra de CD_3OD per a comprovar que, amb aquest mostra tenim un parell de senyals.

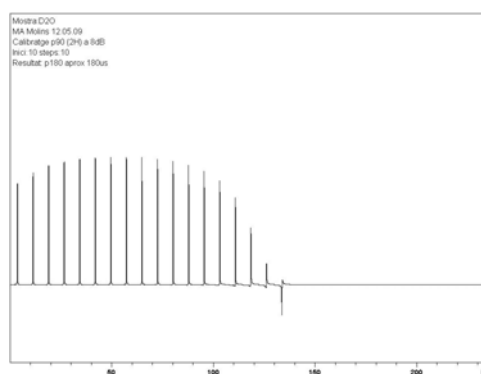
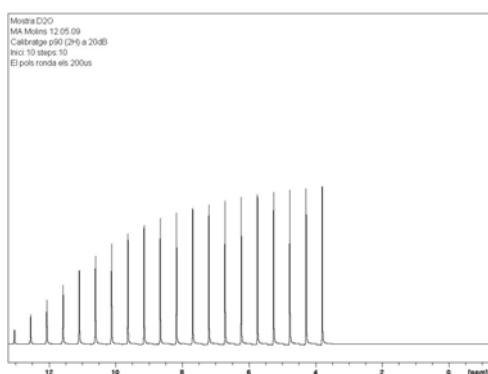
¹ Cal tenir el password de superuser

Exemples

1. Espectre de deuteri d'una mostra de D_2O (esquerra) i una de CD_3OD (dreta)



2. Calibratge del pols de deuteri a 20dB (esquerra) i a 8dB (dreta)



3. Efecte sobre el senyal de deuteri del dissolvent en una mostra de proteïna amb bicel.les (propietat de Y. Perez). Espectre inferior: mostra no orientada; espectre central: mostra orientada; espectre superior: mostra inicialment orientada però inestable en el temps.

