



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

LABORATORIO DE RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR

I. INTRODUCCIÓN

La espectroscopia de Resonancia Magnética Nuclear es una técnica analítica capaz de determinar la estructura de moléculas de bajo peso hasta macromoléculas como proteínas y ácidos nucleicos en una resolución atómica. Adicionalmente, permite estudiar fenómenos dependientes del tiempo como dinámicas moleculares, cinéticas de reacción, y reconocimiento molecular. Mediante RMN se pueden estudiar moléculas en disolución a través de una gama de aplicaciones muy amplia, cubre desde los compuestos químicos y biológicos en estado puro (ej. proteínas, DNA, etc), hasta las mezclas de compuestos tales como alimentos, preparados farmacéuticos, etc.

Para poder realizar los análisis anteriores el Centro de Investigaciones Químicas UAEM cuenta con cuatro equipos que a continuación se describen con sus especificaciones técnicas y sólo algunos de los experimentos más comúnmente solicitados:

o **Varian Mercury 200MHz (4.7 T).**

Con una sonda de detección directa de banda ancha con dos canales de radiofrecuencia 1H-19F / 15N-31P (5 mm) y amplificador de banda alta de 75 W, banda baja 125 W, Shim: 14 canales

- Útil para experimentos de 1H, 13C, 19F con variedad de condiciones.
- Capaz de sintonizar los siguientes heteronúcleos: ^2H , ^7Li , ^{11}B , ^{15}N , ^{17}O , ^{27}Al , ^{29}Si , ^{31}P , ^{71}Ga , ^{77}Se , ^{119}Sn , ^{125}Te , ^{195}Pt , ^{199}Hg .
 - Experimentos: COSY, NOESY, HETCOR, DEPT y unidimensionales selectivos.

o **Varian Inova 400MHz (9.4 T)**

Con una sonda de detección inversa con dos canales de radiofrecuencia 1H {15N-31P} PFG (5mm y 3mm). Temperatura variable (0 a +50°C). PFG 30 Gauss/cm. Amplificador de banda alta de 50 W, Banda baja de 300 W. Shims: 18 canales

- Con unidad de control de temperatura -180 °C a 200°C. (Nota: Los experimentos con disolventes comunes se operan entre 0 y 50 °C)
- Útil para experimentos unidimensionales de ^1H , ^{13}C , ^{19}F y DEPT con variedad de condiciones y selectivos.
- Experimentos bidimensionales COSY, gCOSY, NOESY, TOCSY, ROESY, HMQC, gHMQC, HMBC, gHMBC, HSQC, gHSQC, CIGAR, HSQCTOCSY. (Nota: Sólo se mencionan los más comunes. Si desea otros experimentos, favor de consultar a los responsables del laboratorio)

o **Varian Mercury 400 MHz (9.4 T)**

Con sonda directa de banda ancha con dos canales de radiofrecuencia 1H-19F / 15N-31P (5 mm). Desempeño Premium shielded. PFG 20 Gauss/cm. Amplificador de banda alta de 75 W, banda baja 125 W, Shim: 23 canales

- Unidad de control de temperatura -150 a 200°C (Nota: Los experimentos con disolventes comunes se operan entre 0 y 50 °C)
- Equipado con Auto-muestreador de 9 posiciones.
- Útil para experimentos de 1H, 13C, 19F con variedad de condiciones.
- Adaptado para la sintonía de heteronúcleos: ^2H , ^7Li , ^{11}B , ^{15}N , ^{17}O , ^{27}Al , ^{29}Si , ^{31}P , ^{71}Ga , ^{77}Se , ^{119}Sn , ^{125}Te , ^{195}Pt , ^{199}Hg .

- Experimentos: COSY, NOESY, HETCOR, DEPT y unidimensionales selectivos. (Nota: Sólo se mencionan los más comunes. Si desea otros experimentos, favor de consultar a los responsables del laboratorio)
- o **Varian VNMRS 700MHz (16.45 T)**
- Sonda para triple resonancia ^1H , ^{13}C , $\{^{15}\text{N}/^{31}\text{P}\}$ (5mm) PFG y Temperatura variable, optimizada para una alta sensibilidad de ^1H , gradiente de campo en eje Z con blindaje activo. Desempeño Premium shielded.
- Sonda enfriada "Cold Probe" triple resonancia ^1H , ^{13}C , $\{^{15}\text{N}/^{31}\text{P}\}$ (5mm) PFG y Temperatura Variable, gradiente de campo en eje Z con blindaje activo.
- Modulador de fase para generar pulsos con forma
 - Módulo de temperatura variable -150 a +250 °C (Nota: Los experimentos con disolventes comunes se operan entre 0 y 50 °C)
 - Equipo optimizado para una alta sensibilidad ^1H con una homogeneidad de RF. Puede emplear soluciones amortiguadoras como disolvente. Con capacidad para realizar estudios de triple resonancia para muestras químicas y bioquímicas.
 - Experimentos 1D: Experimentos unidimensionales de ^1H , ^{13}C y DEPT con variedad de condiciones y selectivos.
 - Experimentos 2D: COSY, gCOSY, NOESY, TOCSY, ROESY, HMQC, gHMQC, HMBC, gHMBC, HSQC, gHSQC, CIGAR, HSQCTOCSY. Experimentos 3D: HNCA, HNCO, HNCACO, CBCACONH, HCCHTOCSY, NOESYHSQC, TOCSYHSQC, DOSY, STD, CBCANH, etc. (Nota: Sólo se mencionan los más comunes. Si desea otros experimentos, favor de consultar a los responsables del laboratorio)
- (LIGA a LANEM)**

II. CARACTERÍSTICAS DE LAS MUESTRAS PARA ANÁLISIS

- La muestra se entregará en un vial cerrado y claramente identificado, de forma indeleble, con una referencia (clave) que deberá ser la misma consignada en la solicitud de análisis.
- Si la muestra no está disuelta en disolvente deuterado, ésta deberá estar completamente libre de cualquier disolvente.
- En caso de que la muestra corresponda a una mezcla de compuestos indicar las proporciones de la mezcla.
- En caso de que la muestra corresponda a un compuesto impuro, señalar si el compuesto de interés es el componente mayoritario o en qué proporción se encuentra o bien, si hay interés por todos los componentes.
- Deberá indicarse el disolvente deuterado que se utilizará para el análisis.
- En los casos en los que la muestra es soluble en un disolvente que requiere presaturación deberá indicarse.
- Tener en cuenta que las cantidades requeridas para los diferentes experimentos son las deseables para preparar 600 mL de disolución de las siguientes concentraciones:
 - o ^1H , ^{13}C y ^2D : 0.2 M
 - o NOESY: 0.1 M
 - o Heteronúcleos: 0.5 M (Cantidad mínima dependiendo de la abundancia natural y la constante giromagnética del núcleo a detectar)

- Para los experimentos bidimensionales indicar las ventanas espectrales de interés, tanto para experimentos de detección directa como indirecta.
- Para los experimentos en que se requiera la detección de un heteronúcleo es imprescindible indicar la referencia interna o externa necesaria, así como la ventana espectral a estudiar en función de la referencia.
- Para los experimentos de temperatura variable es necesario especificar la rampa de temperatura que solicitan se emplee y verificar que esta es posible en el disolvente solicitado
- Cuando la muestra sea inestable es necesario ponerse en contacto con el laboratorio para establecer las condiciones del análisis de la misma.
- Las muestras analizadas se devuelven al usuario disueltas y en el vial en el que fueron recibidas.

Cualquier duda relacionada con el tipo de experimento o técnica solicitada podrá ser consultada directamente con los responsables del área: Dra. Blanca Eda Domínguez (bed@uaem.mx) y Dra. Ángeles Ramírez (angelesrc@uaem.mx)

III. PROCEDIMIENTO PARA EL SERVICIO INTERNO

El servicio interno está restringido a las muestras provenientes de proyectos de investigación cuyos responsables principales son profesores del CIQ y los estudiantes asociados a dichos proyectos. No se procesarán muestras en las fechas señaladas en el calendario de actividades de mantenimiento preventivo y correctivo.

1. El solicitante del análisis debe registrar en la bitácora que se localiza en el Laboratorio de Resonancia Magnética Nuclear cada una de las muestras para las que solicita análisis.
2. Cada muestra deberá ir acompañada del formato de solicitud con la información completa en cada campo.
3. Las muestras deberán entregarse para su análisis disueltas en el disolvente deuterado.
4. La muestra se procesará de acuerdo a la programación de trabajo del laboratorio y en estricto orden de recepción.
5. Los resultados se entregarán contra firma de recepción de los mismos en el formato de solicitud.

IV. PROCEDIMIENTO DE SERVICIO EN VINCULACIÓN

El servicio de vinculación lo ofrece el CIQ para apoyar el desarrollo de la investigación en la UAEM, en otras instituciones de educación superior y a la industria. Las muestras bajo esta categoría deberán ingresar, sin excepción, a través de la Jefatura de Vinculación.

- La muestra deberá satisfacer los requisitos descritos en el apartado de "Características de las muestras para análisis" y ser acompañada por el formato de solicitud correspondiente.

- La Jefatura de Vinculación proporcionará en todos los casos una fecha probable de entrega de resultados que se determina con base en la prioridad del servicio, el tipo de estudio solicitado y la carga de trabajo del laboratorio.
- Al recibir la JV la notificación de que el estudio ha sido concluido, se le comunicará al usuario que sus resultados están ya disponibles (impresos o electrónicos, según sea el caso)
- Para la entrega de resultados impresos y/o electrónicos es necesario que se satisfagan las siguientes condiciones:

Usuarios Vinculación-UAEM

Entrega de una carta en la que se compromete a dar los agradecimientos correspondientes al CIQ por los servicios prestados en cualquier comunicación científica relacionada con los estudios realizados. Esta carta deberá estar firmada también por el director de la unidad académica.

Usuarios Vinculación Académica

Entrega del comprobante de pago del servicio con una reducción del 50% sobre el costo público.

o

Entrega/existencia de un convenio específico de colaboración con algún Profesor-Investigador del CIQ en el que se establece como parte de la colaboración la realización de este tipo de estudios.

Usuarios Vinculación Externa.

Entrega o envío al usuario del resultado contra la entrega de comprobante de depósito por el monto correspondiente. La facturación de los servicios se hace a través de la Tesorería UAEM. Una vez que esta dependencia elabore la factura será enviada al usuario por la vía apropiada para ello.

V. PROCESAMIENTO DE LAS MUESTRAS. (INTERNAS Y EXTERNAS)

- Las muestras admitidas para análisis se registran en la bitácora del equipo de consignándose la siguiente información: Fecha; clave; nombre de la empresa ó investigador; estructura probable; fórmula mínima.
- Los tubos de resonancia correctamente identificados conteniendo las muestras se colocan en la mesa de preparación.
- El día de análisis, las muestras se disuelven en 600 μ L del disolvente deuterado correspondiente.
- Se genera un respaldo físico de la información.
- Se notifica a la Jefatura de Vinculación de experimento terminado y se entregan los resultados.