

# **Wydziałowa Pracownia Spektroskopii NMR Wydział Chemiczny, Politechnika Warszawska**

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

<b>Operatorzy:</b> Anna Błędowska	tel . 7103,
Mgr Sergiej Molczanow	tel . 7103, 7373
<b>Kierujący:</b> Dr hab. inż. Hanna Krawczyk	tel . 7373, 5763

## **2. Wyposażenie**

Aparaty :       500 MHz firmy Varian (VNMRS) – Gmach Chemii, **pok.58**  
                  400 MHz firmy Varian (MercuryVX) – Gmach Technologii Chemicznej, **pok.17**  
                  200 MHz firmy Varian (GEMINI 2000) – Gmach Chemii, **pok.142**  
                  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.

### **Czas pracy spektrometrów 200 i 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 58B 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-

- a) wydruk na papierze;
- b) przesłanie e-mailem;
- c) kopiowanie na PenDrive.

### **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**

- Pomiary 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 Próbki 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.

#### 4. Koszty wykonania pomiarów widm NMR

Cena godziny pracy na aparacie **Nanalysis NMReady-60e (60 MHz)** - „*self service*” w temperaturze 25°C -30 °C.

1. Dla pracowników Wydziału Chemicznego: 10 zł

Cena godziny pracy na aparacie **Varian Gemini 2000 (200 MHz)** w temperaturze 25 °C.

1. Dla osób spoza Wydziału Chemicznego: 60 zł
2. Dla pracowników Wydziału Chemicznego: 50 zł
3. Dla pracowników Wydziału Chemicznego, którzy dostarczą do pomiaru roztwór w rurce pomiarowej: 40 zł
4. Samodzielna rejestracja widm: 30 zł

Cena godziny pracy na aparacie **MercuryVX (400 MHz)** - „*self service*” w temperaturze 25 °C

1. Dla pracowników Wydziału Chemicznego w Bloku od 9-17 godz. 30 zł
2. Dla pracowników Wydziału Chemicznego w Bloku od 17- 8 godz. 25 zł

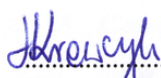
Cena godziny pracy na aparacie **Varian NMR System (500 MHz)** w temperaturach od 0 do +50 °C

1. Dla osób spoza Wydziału Chemicznego: 100 zł
2. Dla pracowników Wydziału Chemicznego: 70 zł
3. Dla pracowników Wydziału Chemicznego, którzy dostarczą do pomiaru roztwór w rurce pomiarowej: 60 zł
4. Samodzielna rejestracja widm: 45 zł

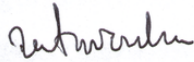
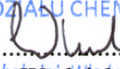
Ceny akumulacji nocnej (wtedy, kiedy jest ona uzasadniona: od godz. 20:00 do godz. 8:00) i pracy podczas świąt są zmniejszone do połowy stawki wyjściowej w przypadku aparatów Varian NMR System (500 MHz) oraz Varian Gemini 2000 (200 MHz).

Dopłaty:

1. Deuterowane rozpuszczalniki- laboratorium **dysponuje tylko deuterowanym chloroformem**.
2. Dopłata za pomiar w temperaturach innych niż w zakresie 0 - +50 °C - 50% stawki podstawowej.
3. Dopłata do bardziej skomplikowanych pomiarów wymagających specjalnego ustawienia spektrometru - do uzgodnienia z operatorem.
4. Opłata za kurs obsługi spektrometru Varian Gemini 2000, MercuryVX (400 MHz) (tylko dla pracowników Wydziału Chemicznego PW) - 300 zł.

  
.....  
Kierujący Pracownią

Warszawa, 29.09.2017

  
  
.....  
Dziekan Wydziału Chemicznego