

Laboratorio de Resonancia Magnética Nuclear en CIBION

Responsable Científico: Dr. Pablo A. Hoijemberg (pablo.hoijemberg@cibion.conicet.gov.ar)

Responsable Técnico: Dr. Ariel G. De Candia (ariel.decandia@cibion.conicet.gov.ar)

Página Web: cibion.conicet.gov.ar/resonancia-magnetica-nuclear/

El Laboratorio de Resonancia Magnética Nuclear en CIBION cuenta con un espectrómetro de alta resolución Bruker Avance NEO 500 MHz, con imán superconductor blindado Ascend de 11,75 Tesla, con cavidad central de 54 mm y sistema matricial de *shims* BOSS 3.

El resonador cuenta con una consola Avance NEO de 3 canales (más el canal de *lock*) con generación de frecuencias para ^1H , ^{19}F , ^2H y núcleos en el intervalo de frecuencias entre las de ^{31}P y ^{109}Ag . Las unidades transmisoras-receptoras permiten realizar experimentos multi-receptor. Podemos llevar a cabo experimentos con secuencias 1D y nD. Experimentos 2D de rutina: COSY, NOESY, ROESY, TOCSY, HSQC, HSQC-ed, HMQC, HMBC, etc.. La unidad de enfriamiento BCU I permite trabajar entre 0°C y temperatura ambiente (consultar por temperaturas más altas).

Las Figuras 1 y 2 muestran las sondas disponibles en el Laboratorio, mientras que la Figura 3 muestra el equipo de RMN:



Figura 1. Sonda SmartProbe BBFO

Podemos analizar muestras en solución con la Sonda de 5 mm SmartProbe BBFO (directa, con ATM y con gradiente Z) para ^1H , ^{19}F y núcleos en el rango de frecuencias entre las de ^{31}P y ^{109}Ag . El cambiador automático de muestras SampleCase Cooled permite mantener hasta 24 muestras refrigeradas a 6°C antes (y después) de su análisis.



Figura 2. Sonda HR-MAS

Podemos analizar muestras semi-sólidas obteniendo espectros de alta resolución en muestras de naturaleza inhomogénea con la Sonda HR-MAS de 4 mm (giro en el ángulo mágico, con frecuencia máxima de rotación de 15 kHz) para ^1H , ^{13}C y ^{15}N , más el canal de ^2H para el *lock*, y con gradiente en el eje del ángulo mágico (más detalles debajo).



Figura 3. Resonador magnético nuclear Bruker Avance NEO 500 MHz en CIBION

La sonda HR-MAS es la primera en su tipo en ser instalada en Argentina. La misma permite obtener espectros de alta resolución en muestras que por su naturaleza inhomogénea resultan en espectros con señales ensanchadas si se utiliza para los experimentos una sonda estándar, o que no fueran aptas para su estudio en sondas para sólidos. En la literatura se detalla su utilización en diversos sistemas, incluyendo muestras de biopsias animales y humanas, de frutas, alimentos y plantas, de polímeros con solventes, de sustancias unidas a materiales sólidos, de suelos, de líquidos iónicos y de materiales viscosos (como hidrogeles, emulsiones, cremas y pastas), entre otras. Además de los estudios de caracterización, los experimentos incluyen estudios de difusión y movilidad en diversas matrices, por ejemplo, de compuestos activos en formulaciones cosméticas y farmacéuticas. El volumen de muestra para rotores de 4 mm está entre 12 y 80 μL , según se utilicen o no espaciadores o insertos descartables. La Figura 4 muestra un esquema interno de la sonda HR-MAS y la Figura 5 presenta las partes y herramientas que permiten la colocación de las muestras dentro de la sonda (Alam, T.M., & Jenkins, J.E. (2012). HR-MAS NMR Spectroscopy in Material Science. InTech. doi: 10.5772/48340):

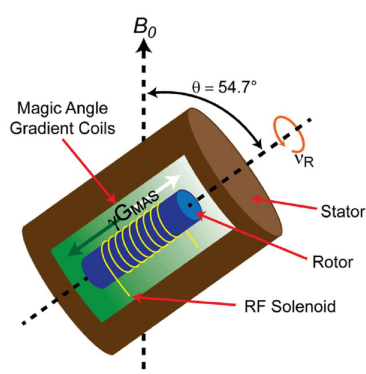


Figura 4. Dibujo esquemático de la parte interna de la sonda HR-MAS, con el estator, la bobina de gradiente, el rotor y el solenoide de radiofrecuencia, todo en el eje del ángulo mágico.

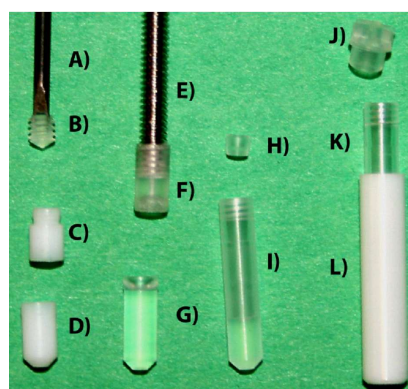


Figura 5. Partes y herramientas para la colocación de la muestra en la sonda HR-MAS, incluyendo el rotor de zirconia, el inserto descartable, espaciadores, tapas y herramientas.