

PROCEDURA DI TUNING PER P-31 / B-11 al 400 MHz

Inserire e shimmare il campione su cui si intende fare lo spettro al fosforo o al boro poi procedere come segue:

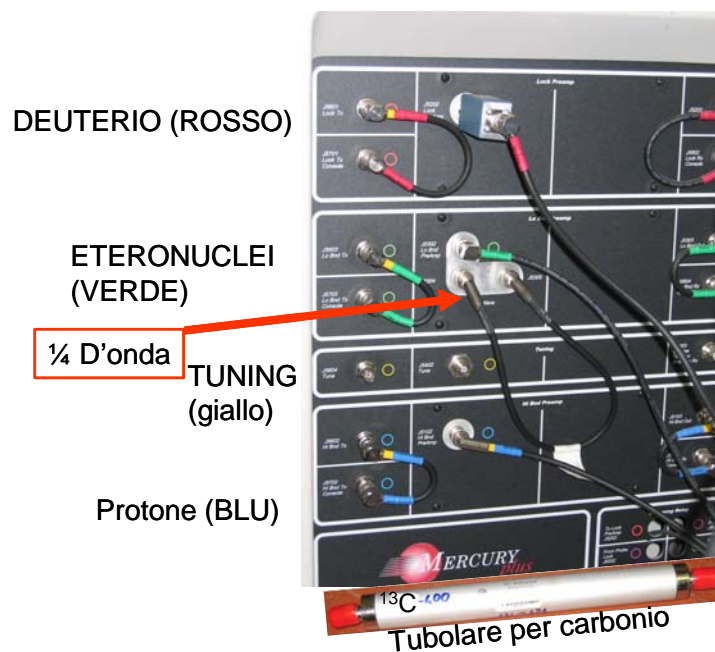
1) Procurarsi il “quarto d’onda” con i capicorda **GIALLI** e il filtro tubolare. Il primo è vicino ai manometri dei gas, il secondo nel mobiletto bianco in fondo alla stanza a sinistra.

Figura 1



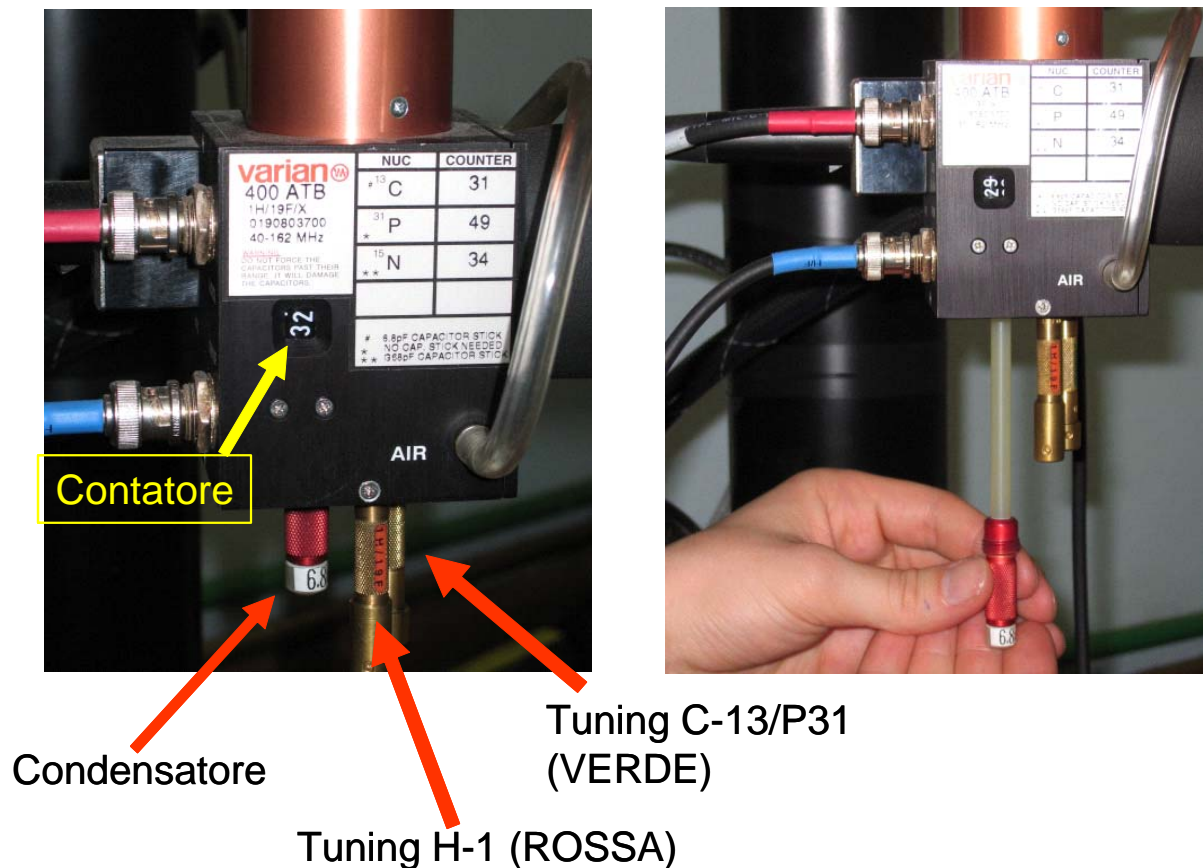
2) controllare il preamplificatore (la scatola coi fili dietro il magnete) e memorizzare le posizioni dei cavi.

Figura 2



3) controllare poi il probe: per passare alla frequenza del Fosforo / Boro bisogna togliere il condensatore svitando la parte zigrinata rossa e poi sfilando con attenzione la bacchetta dal basso. **ATTENZIONE:** non fare cadere la bacchetta e non forzare in alcun modo i due pin che spuntano in cima (la bacchetta costa circa 1000 \$.....). Agire quindi sulla parte zigrinata della bacchetta **VERDE** fino a leggere sul contatore la cifra **49 per il FOSFORO** oppure **21 per il BORO**.

Figura 3



4) Sul preamplificatore scollegare i due cavi che arrivano al filtro tubolare del carbonio (un cavetto **rosso** e uno **viola/giallo**). Collegare subito quello **rosso** ad un lato (non importa quale) del filtro tubolare del fosforo/boro, e il cavo **viola/giallo** alla presa gialla TUNE (J5402) sul preamplificatore (quella centrale delle tre). Poi scollegare il quarto d'onda con i terminali **NERI** e sostituirlo con quello con i capi **GIALLI**. Scollegare inoltre la parte **verde/giallo** della sezione Eteronuclei (connettore "Lo Bnd Tx" J5603) e collegarla al connettore **giallo** di TUNE (J5604) di

sinistra. **I CONNETTORI (BNC) VANNO AVVITATI DI CIRCA 90°, NON SOLAMENTE INFILATI!** La situazione finale è la seguente:

Figura 4



5) a questo punto si passa sul computer e si setta l'esperimento al Fosforo (o al Boro). Una volta caricati i parametri si lancia il setup ("su") e poi il comando "btune". Sul monitor si attiva la scritta "Tuning for P31" (oppure "Tuning for B11").

6) si torna sulla parte frontale del preamplificatore (figura 5), si mette l'interruttore nella posizione di "tune mode" e si regola la manopola di amplificazione in modo da leggere un numero compreso tra 100 e 200 sul meter. Poi si comincia a muovere la parte **zigrinata** (tuning) della bacchetta **VERDE** del probe dalla parte che fa calare il numero sul meter. Quando il numero scende sotto a 50 si aumenta di uno scatto la amplificazione, fino a raggiungere il valore minimo di meter e il massimo possibile di amplificazione. A questo punto si comincia a muovere la parte **liscia** della bacchetta **VERDE** (matching) per ridurre ulteriormente il valore del meter. Il processo è iterativo con le due parti della bacchetta. Se muovendo la parte zigrinata non si hanno evidenti miglioramenti ritornare al punto di partenza sul contatore del probe (cioè 49 oppure 21) e provare a muovere per prima la parte liscia e poi quella zigrinata

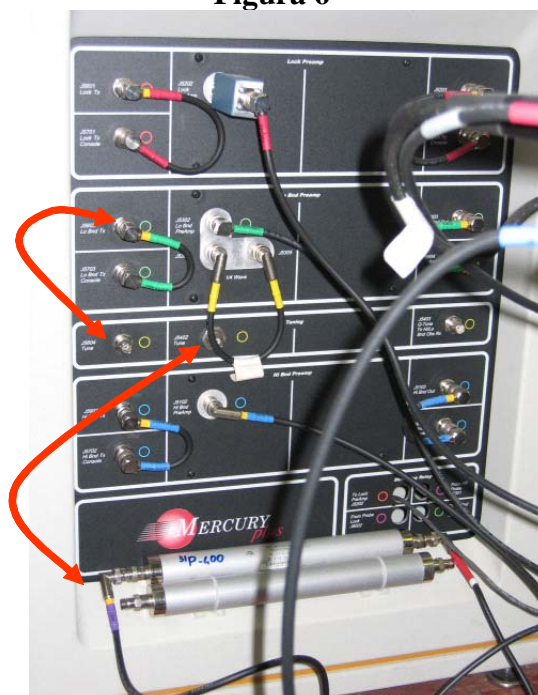
(dipende dalle volte quale è meglio muovere per prima) Per ottenere un buon “tuning” (che vuol dire un buon rapporto segnale/rumore nello spettro) bisogna arrivare a valori di meter **inferiori a 70-80 con la amplificazione a 7.**

Figura 5



7) una volta arrivati ad un valore soddisfacente, **PRIMA DI SCOLLEGARE I CAVI** tornare sulla tastiera e dare il comando “tuneoff”. Poi ricollegare il cavo *viola/giallo* al filtro tubolare del Fosforo-31 e il cavo *verde/giallo* al connettore superiore (“Lo Bnd TX” J5603). (figura 6)

Figura 6



A questo punto si procede con l'acquisizione degli spettri al fosforo o al Boro. Se non si vede niente conviene provare con uno standard. Lo standard P31 per la scala è H_3PO_4 all'85%, per il B11 è $BF_3 \cdot Et_2O$. Altrimenti si può usare il campione di trifenilfosfato che si trova nelle scatole di cartone degli standard nel mobiletto bianco in fondo alla stanza a sinistra.

TUNING CARBONIO

8) Per ritornare al carbonio si ripercorrono i passi in senso inverso:

- Per prima cosa si sostituisce il quarto d'onda coi capi **GIALLI** con quello con i capi **NERI** precedentemente levato, si tolgono i cavi dal filtro tubolare del fosforo e si collega subito quello *rosso* al tubolare del carbonio, e quello *viola/giallo* al connettore di TUNE centrale (J5402).

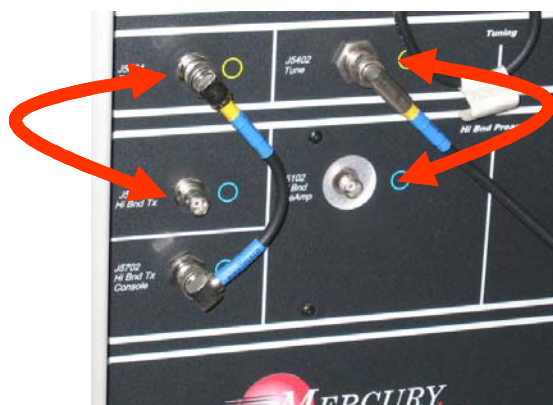
- Poi si sposta di nuovo il cavo *verde/giallo* sul connettore di TUNE (J5604) di sinistra. Ultima e più importante cosa: si reinsertisce il condensatore a bacchetta che si era levato all'inizio. Per questa operazione usare molta delicatezza, la bacchetta va infilata quasi fino in fondo e ruotata lentamente finchè i due pin non si inseriscono, poi va avvvitata. Poi si agisce sulla parte zigrinata della bacchetta verde e si riporta il contatore del probe al numero 32.

- Si torna sulla tastiera, si caricano i parametri per un esperimento al carbonio e si danno i comando "su" e poi "btune", sul monitor viene la scritta "Tuning for C13". Si regola di nuovo il selettore di amplificazione sulla parte frontale del preamplificatore (vedi figura 5), in modo da leggere un numero compreso tra 100 e 200 sul meter. Poi si comincia a muovere la parte **zigrinata** della bacchetta **verde** del probe dalla parte che fa calare il numero sul meter. Quando il numero scende sotto a 50 si aumenta di uno scatto la amplificazione, fino a raggiungere il valore minimo di meter e massimo possibile di amplificazione. A questo punto si comincia a muovere la parte liscia della bacchetta verde per ridurre ulteriormente il valore di meter. Il processo è iterativo con le due parti della bacchetta. Per ottenere un buon tuning al carbonio bisogna arrivare a **valori di meter inferiori a 40 con la amplificazione a 7**.

- Da tastiera si dà il comando “tuneoff” e si ricollegano il cavo *viola/giallo* al filtro tubolare del carbonio, e quello *verde/giallo* al connettore superiore verde “lo bnd tx” J5603.

CONTROLLO AL PROTONE / TUNING PROTONE

Siccome succede facilmente che ci si confonda nel muovere le bacchette zigrinate si rischia di mandare fuori tuning il canale del protone. E’ quindi **fortemente consigliabile** controllare anche quello. Si prendono quindi il cavo *blu/giallo* J5602 (quello corto) e lo si sposta su TUNE (J5604), mentre quello *blu/giallo* che arriva dal probe lo si sposta su TUNE (J5402).



Si torna sulla tastiera, si caricano i parametri per un esperimento al protone e si danno i comando “su” e poi “btune”, sul monitor viene la scritta “Tuning for H1”. Si regola di nuovo il selettore di amplificazione sulla parte frontale del preamplificatore (vedi figura 5), in modo da leggere un numero compreso tra 100 e 200 sul meter. Poi si comincia a muovere la parte **zigrinata** della bacchetta **ROSSA** del probe dalla parte che fa calare il numero sul meter. Quando il numero scende sotto a 50 si aumenta di uno scatto la amplificazione, fino a raggiungere il valore minimo di meter e massimo possibile di amplificazione. A questo punto si comincia a muovere la parte **liscia** della bacchetta **ROSSA** per ridurre ulteriormente il valore di meter. Il processo e’ iterativo con le due parti della bacchetta. Per ottenere un buon tuning al protone bisogna arrivare a **valori di meter inferiori a 50 con la amplificazione a 7**.

Da tastiera si dà il comando “tuneoff” e si ricollegano il cavi *blu/giallo* al punto di partenza.

La situazione dei cavi finali deve essere identica a quella di partenza (vedi fig. 2).

Prima di lasciare lo strumento essere certi che:

- NESSUN cavo** deve essere collegato ai connettori gialli di TUNE, questo può danneggiare seriamente lo strumento (e poi son dolori....)
- Il quarto d'onda **DEVE** essere quello giusto per il carbonio (quello con i terminali del cavo NERI), altrimenti si rovina il probe (vedi sopra.....)
- Il probe **DEVE ESSERE TUNATO AL CARBONIO E AL PROTONE IN MODO OTTIMALE** (segnale al meter minore di 50 con amplificatore a 7 per entrambi i nuclei), per rispetto dei colleghi che seguono; in caso contrario il rapporto segnale/rumore al carbonio è cattivo e si vanifica il lavoro di chi utilizza dopo di voi lo strumento (ricordate che potrebbe capitare anche a voi e non solo agli altri).
- Tutti i connettori devono essere AVVITATI, non solamente infilati**

Nota: la stessa procedura di tuning vale anche per tutti gli altri eteronuclei, cambiano solo il tipo di filtro tubolare, il quarto d'onda, e il numero da impostare sul contatore del probe.

Consiglio finale: lavorate con calma e controllate le cose due volte!

Il "Crisis Detector" dello strumento è sempre attivo.....

e prova piacere a mettersi in funzione