

## Règlement du Service RMN 300 MHz et 400 MHz automatique (Février 2018)

Révision du document de : Juin 2014

### 1. Préambule

Ce document a pour but de définir les règles d'utilisation des appareils RMN 300 MHz et 400 MHz fonctionnant en mode automatique du service Spectropole. Ces appareils sont programmés pour donner des résultats fiables rapidement au bénéfice du plus grand nombre d'utilisateurs et cela pour fluidifier au mieux les recherches en chimie moléculaire. Leurs statistiques d'utilisation sont impressionnantes avec plus de 50 000 spectres enregistrés par an et un taux d'occupation (maintenance comprise) proche de 350 jours/an (24/24). Pour prévenir les pannes éventuelles et garder ces outils précieux dans le meilleur état, il est demandé à chacun de respecter strictement ce règlement. Chacun doit comprendre que, pour chaque manquement à la règle ou incivilité, ce sont des retards voire des arrêts dans la planification des expériences qui entraînent souvent de l'agacement et de l'énerverment, des frais de maintenance augmentés, du temps de mobilisation des ingénieurs du service et, pour les pannes les plus lourdes, un arrêt du service. Compte tenu de l'importance de notre dispositif, nous en appelons donc à la responsabilité de chacun, et particulièrement des chercheurs permanents, pour faire respecter ces règles élémentaires qui ont été collectivement validées. **Chaque permanent titulaire d'un compte (ou login) s'engage donc à signer** et à faire lire (ou traduire pour les étudiants étrangers) ce document aux stagiaires, doctorants, ou post-doctorants qui utilisent leur login et mot de passe après formation.

### 2. Cadre général d'utilisation et de fonctionnement du service RMN auto

#### a. Formation

**Tous les utilisateurs y compris les détenteurs d'un compte doivent avoir effectué un stage d'utilisation avant de se servir des spectromètres.** La demande d'ouverture de compte RMN (utilisateurs permanents) se fait auprès de Mme Roselyne ROSAS ([r.rosas@univ-amu.fr](mailto:r.rosas@univ-amu.fr)). Les stagiaires accueillis pour des durées inférieures à 4 mois ne peuvent pas utiliser les spectromètres.

*Note : Cette règle ne s'appliquera pas aux doctorants, post-doctorants, chercheurs et universitaires invités qui utilisent déjà des spectromètres équivalents dans leurs laboratoires respectifs. La validation de leur accès au service sera conditionné par une évaluation de leurs compétences à utiliser correctement les spectromètres en mode automatique.*

La formation sous forme de stage est UNIQUEMENT dispensée par Spectropole après une demande par e-mail à Mme Roselyne Rosas ([r.rosas@univ-amu.fr](mailto:r.rosas@univ-amu.fr)). Tous les utilisateurs permanents et les stagiaires doivent se présenter à la session de formation avec le formulaire d'habilitation (disponible sur le site de la Fédération) dûment rempli et seront ensuite répertoriés et agréés après validation du stage et signature du formulaire par l'ingénieur formateur. Les stages peuvent également être effectués en anglais pour les étudiants étrangers. Le protocole d'utilisation des spectromètres fonctionnant sous IconNMR™ est disponible sur le site web de Spectropole ([spectropole.fr](http://spectropole.fr)).

#### b. Qualité des tubes RMN

**Les tubes de mauvaise qualité, ébréchés ou de longueur inférieure à 20 cm ainsi que ceux qui ne s'ajusteraient pas aux turbines fournies ne sont pas tolérés.** Par ailleurs, on rappelle que les tubes RMN ne doivent pas être séchés en étuve sous peine d'être fragilisés et déformés (risque de casse et résolution spectrale réduite)

*Note : La majorité des pannes (>80%) observées sur les deux spectromètres provient du non-respect de cette règle élémentaire. Tout manquement donnera donc lieu à sanctions (voir chapitre sanctions).*

#### c. Echantillons

Les échantillons doivent absolument être préparés dans le laboratoire de l'utilisateur. Aucun matériel de laboratoire ne sera toléré dans la pièce des spectromètres. Notamment, **le port des gants de laboratoire usagés (utilisés par exemple lors des manipulations de synthèse ou autre) est formellement interdit.** Le protocole de préparation des échantillons, disponible sur le site web de Spectropole ([spectropole.fr](http://spectropole.fr)), doit être respecté. Pour un besoin ponctuel, une paille en salle de préparation est disponible sur demande au sein du service 511. Néanmoins, il conviendra de retirer toute trace de cette préparation et de restituer la paille propre. Pour un meilleur repérage de vos échantillons, veuillez noter le haut du tube au feutre indélébile la référence de votre échantillon

(Schéma 1). Veuillez également essayer vos tubes avant de les poser sur le passeur et éviter les traces de doigts qui peuvent compromettre le résultat de l'analyse.

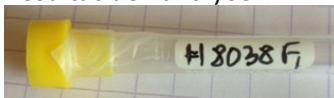


Schéma 1. Illustration du marquage des tubes

### 3. Fonctionnement des spectromètres

Les spectromètres fonctionnent suivant 3 modes distincts : « jour », « nuit », et « week-end ». Ces

**Tableau 1** : Créneaux horaires correspondants aux 3 modes de programmation (jour, nuit, et weekend) sur les 2 spectromètres fonctionnant en mode automatique (300 MHz et 400 MHz).

Mode	Spectromètre 300 MHz	Spectromètre 400 MHz
« Jour »	8 h – 19 h	8 h – 18 h
« Nuit »	19 h – 8 h[J+1] (*)	18 h – 8 h[J+1] (*)
« Week-end »	Vendredi 19h – Lundi 8 h	Vendredi 18h – Lundi 8 h

(\*) Ces créneaux peuvent être modifiés en fonction de l'occupation des spectromètres ou des pannes éventuelles.

modes sont définis par des créneaux horaires et des règles de programmation bien déterminés, qui sont généralement spécifiques des spectromètres considérés (**Tableau 1**).

#### a. Mode « jour »

Le mode « jour » est dédié principalement à l'enregistrement d'expériences de courte durée concernant les noyaux sensibles (ex :  $^1\text{H}$ ,  $^2\text{H}$ ,  $^{19}\text{F}$ ,  $^{31}\text{P}$ ...). Sur le 300 MHz, il est également possible, en cas de quantité de produit suffisante, d'enregistrer des expériences  $^{13}\text{C}$  et 2D (COSY et HSQC). Sur les deux spectromètres (300 MHz et 400 MHz), l'ordre de programmation sur les passeurs d'échantillons respectifs prévaut (position  $n$ , puis position  $n+1$ , puis position  $n+2$ , etc...). Par ailleurs, pour garantir une certaine fluidité de fonctionnement pour les deux spectromètres, et éviter notamment une mobilisation trop importante par un login unique, les règles de programmation suivantes ont été mises en place :

\* Sur le spectromètre **300 MHz**, seules **15 min.** d'utilisation consécutives sont autorisées **par login**.

\* Sur le spectromètre **400 MHz**, seules **8 min.** d'utilisation consécutives sont autorisées **par login**

Ces durées maximales s'appliquent à la programmation par un utilisateur (*i.e.* par un login) de toutes les expériences à enregistrer de manière consécutive sur un tube, ou sur deux tubes, ou sur trois tubes. Dans chaque cas, l'utilisateur doit ajouter trois positions vides sur le passeur. Ces règles sont répertoriées **Tableau 2** et illustrées en Annexe 2.

**Note** : Dès lors que cette règle est respectée, rien n'empêche à un même login de programmer une (ou plusieurs) autre(s) série d'expériences à condition que : i) la règle ci-dessus soit scrupuleusement respectée, et ii) il reste des positions disponibles sur le passeur. Le temps de programmation total (sur une journée) par login n'est donc pas limité à 15 min. sur le 300 MHz ou 8 min. sur le 400 MHz, mais dépend simplement de l'affluence journalière.

#### b. Mode « nuit »

Dans ce mode, l'avancée des expériences dépend de l'heure de dépôt des échantillons (le premier programmé est le premier servi). Par exemple : si vous êtes le premier à vous programmer en mode nuit sur la position 8, même si un autre utilisateur programme après vous un tube en mode nuit en position 2, c'est l'échantillon en position 8 qui passera avant celui en position 2. Pour rappel, **les positions réservées au mode « nuit »** sont **UNIQUEMENT** les positions **1 à 10 pour le spectromètre 300 MHz** et les positions **1 à 20 pour le spectromètre 400 MHz**. Par ailleurs, pour que chaque utilisateur puisse bénéficier de ce mode de programmation, qui permet notamment d'enregistrer des expériences longues (ex : RMN 2D ou RMN 1D sur faibles quantités de produits), il convient de respecter les consignes énoncées dans le **Tableau 2**. De plus, on précise qu'il est **interdit de programmer pour un même tube des expériences en mode « jour » et des expériences en mode « nuit »**. Ainsi, dans le cas par exemple où un utilisateur souhaiterait vérifier rapidement la qualité de son produit avant de lancer une série d'expériences 2D, il lui sera nécessaire de programmer d'abord un spectre  $^1\text{H}$  en mode « jour », puis, le cas échéant, de positionner le tube sur une position du mode « nuit » pour l'enregistrement des expériences 2D. Enfin, **à titre exceptionnel** (notamment lors des périodes de très forte affluence), les utilisateurs pourront se rapprocher des ingénieurs du service RMN pour être autorisés à programmer des expériences en mode « nuit » sur des positions différentes des positions normalement réservées.

**Tableau 2** : Règles de programmation **par login** des spectromètres RMN 300 MHz et 400 MHz.

Mode	300 MHz (AV300 Nano)	400 MHz (AV400 Nano)	Consignes/Remarques
<b>« Jour »</b>	<b>Par login :</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>15 min. max</b> pour la totalité des expériences pour 1, 2, ou 3 tubes <b>maximum</b> programmés à la suite (Voir <b>Annexe 2a</b>)</li> </ul>	<b>Par login :</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>8 min. max</b> pour la totalité des expériences pour 1, 2, ou 3 tubes <b>maximum</b> programmés à la suite (Voir <b>Annexe 2b</b>)</li> </ul>	Laisser 3 places libres dans tous les cas
<b>« Nuit »</b>	<b>Par login :</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>3 h</b> pour la totalité des expériences programmées pour 1 tube</li> <li>• Programmation de <b>2</b> tubes maximum</li> </ul>	<b>Par login :</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>3 h</b> pour la totalité des expériences programmées pour 1 tube</li> <li>• Programmation de <b>3</b> tubes maximum</li> </ul>	<u>Rappel</u> : Les positions « nuit » des passeurs sont numérotées : - <b>1 à 10</b> (300 MHz) - <b>1 à 20</b> (400 MHz)
<b>« Week-End »</b>	<b>Par login :</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>3 h</b> pour la totalité des expériences programmées pour 1 tube</li> <li>• Programmation de <b>3</b> tubes maximum</li> </ul>	<b>Par login :</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>3 h</b> pour la totalité des expériences programmées pour 1 tube</li> <li>• Programmation de <b>4</b> tubes maximum</li> </ul>	-

### c. Mode « week-end »

Pendant le week-end, les spectromètres fonctionnent selon les modalités du mode « nuit ». La différence majeure vient du fait que, dans ce cas, toutes les positions du passeur sont considérées (au lieu des positions 1–10 pour le 300 MHz ou 1–20 pour le 400 MHz). De ce fait, les règles et consignes de programmation sont similaires à celle du mode « nuit » (**Tableau 2**).

**Note** : Le non-respect de ces consignes de programmation entrainera une déprogrammation des tubes concernés par les ingénieurs de Spectropole.

### d. Priorité, produits sensibles & cinétiques

Les utilisateurs **doivent programmer et soumettre leurs échantillons dans l'ordre de progression du passeur**. En cas de détérioration rapide du produit, une demande de priorité doit être faite par e-mail aux Ingénieurs Spectropole. **La priorité ne s'exerce qu'en journée. Elle est ponctuelle et n'excède pas 48 h maximum**. Aucune priorité n'est possible la nuit. Les expériences sur **les produits labiles** ou **les cinétiques** seront **effectuées sur rendez-vous** et en fonction des disponibilités sur les spectromètres à plus haut champ, au même prix que les expériences sur les spectromètres automatiques (contacter les Ingénieurs RMN du Spectropole par e-mail). En cas d'indisponibilité des spectromètres (500 MHz ou 600 MHz) ou en absence des ingénieurs, ces expériences pourront être réalisées sur les appareils en automatique après accord préalable.

### e. Récupération des échantillons

**Les tubes doivent être récupérés rapidement après analyse**. Les tubes retirés du passeur doivent être étiquetés et placés par ordre alphabétique (nom de l'utilisateur) dans la boîte prévue à cet effet. Notez que les passeurs sont vidés chaque début de mois et que les tubes non récupérés sont détruits dans un délai de 1 mois.

### f. Paramètres des spectromètres

Les utilisateurs ne peuvent pas modifier les paramètres des expériences ; seuls les paramètres visibles dans la fenêtre de programmation d'IconNMR™ peuvent être changés (**Schéma 2**). L'adaptation d'une séquence impulsionnelle et/ou l'accès à d'autres paramètres peuvent être demandés aux ingénieurs.



**Schéma 2.** Icône d'accès aux paramètres modifiables dans le logiciel de programmation IconNMR™

### g. Visualisation de l'avancement des expériences

L'état d'avancement des passeurs peut être visualisé en se connectant *via* le site web de Spectropole ou par liens directs avec login et mot de passe aux adresses suivantes :

- Pour le 300 MHz (AV300 Nano) : <http://172.16.51.133:8015/template-login.htm>
- Pour le 400 MHz (AV400 Nano) : <http://172.16.51.134:8015/template-login.htm>

### h. Récupération des données

Un serveur a été mis en place par le Spectropole afin de permettre aux utilisateurs de récupérer les spectres enregistrés sur les différents spectromètres RMN. Le protocole à suivre pour la récupération de ces données est disponible sur le site web de Spectropole ([spectropole.fr](http://spectropole.fr)). Pour des raisons de sécurité évidentes, **il est formellement interdit de récupérer ses données à l'aide d'une clé USB ou de tout autre support de stockage**. Tout utilisateur qui ne respectera pas cette règle sera immédiatement et définitivement exclu.



Par ailleurs, nous attirons votre attention sur le fait que **le serveur du Spectropole n'est pas un serveur de sauvegarde ou de stockage de données**. Il est fortement conseillé à chaque utilisateur de récupérer et sauvegarder ses données dès qu'elles sont disponibles sur le serveur. Le Spectropole ne pourra en aucun cas être tenu responsable de la perte de données stockées sur son serveur. Lorsque la capacité de stockage maximale du serveur est atteinte, les données les plus anciennes sont effacées. Préalablement à cette opération, un mail d'avertissement sera envoyé à tous les utilisateurs référencés. Néanmoins, si des raisons de confidentialité l'exigent, les données pourront être effacées sur demande de l'utilisateur. Dans ce cas, contacter les ingénieurs du service RMN du Spectropole. L'architecture du serveur a été construite de manière à limiter au maximum les risques de piratage ou de vols de données. Néanmoins, le Spectropole ne garantit pas la sécurité de son serveur. Il ne pourra donc pas être tenu responsable en cas de piratage, de vol de données ou bien de pannes des disques du serveur.

### i. Informations générales

Les informations concernant la maintenance, les modifications du règlement, etc., sont disponibles sur la page d'accueil du site web de Spectropole et affichées dans la salle des spectromètres. En cas d'informations importantes, un e-mail sera envoyé à tous les utilisateurs permanents de la Fédération des Sciences Chimiques. Le tableau blanc disponible dans la salle RMN est uniquement destiné à fournir des informations aux utilisateurs. Il n'a pas vocation à accueillir des doléances, ces dernières devant être transmises par le représentant de votre équipe appartenant au conseil des utilisateurs de Spectropole. Enfin, notez que le code de la porte d'entrée du service 511 et le code de la porte de la salle de RMN vous seront fournis après validation du stage.

## 4. Sécurité

**Avant et dès votre entrée, veuillez respecter les panneaux et les consignes de sécurité affichés.** Lors de l'accès aux salles dédiées à la RMN, le port des équipements de protection individuels (blouse, lunettes, paire de gants **neufs**) est fortement recommandé. La porte du service doit être maintenue fermée afin que la température de la pièce reste constante. Sur un spectromètre RMN, un champ magnétique statique intense entoure l'aimant. Ce champ invisible est source de plusieurs dangers dont les utilisateurs doivent être conscients. L'intensité du champ magnétique diminuant fortement lorsque l'on s'éloigne de l'aimant, un marquage au sol a été mis en place autour de chaque aimant afin de délimiter la zone à partir de laquelle le champ commence à être intense. Dans cette zone, sous l'effet du champ magnétique, tout objet métallique devient un projectile capable de blesser gravement une personne ou d'endommager les équipements. Les utilisateurs pénétrant dans la pièce où se trouvent les appareils **doivent impérativement déposer tout objet métallique** (clés, téléphone, pièces de monnaie,...) **dans la corbeille** prévue à cet effet. Il est aussi fortement conseillé d'y déposer tout objet électronique ou magnétique qui pourrait être endommagé par le champ magnétique de l'aimant.

	<b>Champ magnétique Intense</b>		Champ haute fréquence Radiation non ionisante
	Zone dangereuse car risque de détérioration pour les cartes de crédit, cartes d'identité magnétiques, bandes magnétiques, disque dur, etc.		<b>Implants:</b> Accès interdit aux personnes ayant des stimulateurs cardiaques, défibrillateurs, prothèses auditives, pompe d'insuline ou tout autre appareil de dosage
	Accès interdit aux personnes ayant des implants métalliques ou toute autre prothèse métallique dans le corps		Zone prohibée pour tout objet métallique, tels que : montre, pièces de monnaie, stylo, téléphone portable, clés, ordinateur, etc.

**Schéma 3.** Risques spécifiques liés au champ magnétique

Les champs magnétiques intenses sont aussi un danger pour la santé des utilisateurs : il est rappelé que **l'accès aux appareils est formellement interdit à toute personne portant des implants électromagnétiques, un stimulateur cardiaque ou tout autre appareil électronique implanté, ou bien encore à toute personne présentant une hypersensibilité aux champs magnétiques et électromagnétiques (Schéma 3).**

En cas de handicap ou de maladie particulière, **un avis médical de la médecine de prévention de l'AMU ou du CNRS est demandé** afin de s'assurer que l'accès aux appareils ne présente aucun danger pour l'utilisateur. Par ailleurs, toute modification de l'état de santé d'un utilisateur ne permettant plus l'accès au service de RMN doit être signalée aux ingénieurs responsables. Préalablement à l'utilisation des appareils, les utilisateurs sont tenus de lire les recommandations de l'Institut National de Recherche et de Sécurité sur les limites d'exposition aux champs magnétiques statiques disponibles à l'adresse : <http://www.inrs.fr/accueil/produits/mediatheque/doc/publications.html?refINRS=PR%2043>

D'autre part, les aimants des spectromètres contiennent des quantités importantes de liquides cryogéniques (hélium et azote liquides). Ces liquides sont dangereux du fait de leur température extrêmement basse et du risque d'asphyxie en cas d'évaporation brutale. Un affichage spécifique interdisant l'accès aux salles RMN est mis en place les jours de remplissage d'hélium liquide. Tout utilisateur ne respectant pas cet affichage sera exclu. Lors des remplissages hebdomadaires d'azote liquide, l'accès aux salles n'est pas interdit. Néanmoins, durant ces périodes les utilisateurs ont obligation de porter leurs EPI et de rester à distance raisonnable de l'aimant en cours de remplissage. L'azote et l'hélium sont des gaz non toxiques. Cependant, en cas de « quench » de l'aimant, une quantité importante de gaz peut être rapidement produite par évaporation. Afin d'éviter tout risque d'asphyxie, les teneurs en oxygène des salles RMN sont mesurées en permanence. **En cas de teneur insuffisante, une alarme visuelle et sonore indiquera l'évacuation obligatoire du service.** Elle doit se dérouler aussi rapidement que possible, dans le calme, en suivant les sorties indiquées par la signalisation et sous la responsabilité des chargés d'évacuation du service 511 - Spectropole (V. Monnier et R. Rosas). En cas d'alarme en dehors des heures ouvrables, **vous devez évacuer immédiatement le service et ne plus y pénétrer jusqu'à nouvel ordre.**

**Note :** Nous rappelons que chaque stagiaire est sous l'entière responsabilité de son encadrant. Ce dernier doit notamment s'assurer que les stagiaires et personnels non permanents dont il est responsable n'accèdent pas au service de RMN automatique en dehors de leurs heures de travail.

## 5. Anomalie de fonctionnement, sanctions, et réclamations

### a. Anomalie de fonctionnement

Toute anomalie devra être signalée immédiatement aux ingénieurs (Roselyne ROSAS ou Gaëtan HERBETTE, bureaux 27 et 28, poste 04 91 28 8553) et consignée dans le cahier d'événements à votre disposition dans le service.

### b. Sanctions

Le non-respect de ce règlement entraînera une indemnisation financière fixée à **100 € par jour d'immobilisation** des spectromètres pour réparation. Ce montant, révisable annuellement, sera fixé par le conseil des utilisateurs. Par ailleurs, si la panne déclenchée par l'utilisateur malveillant nécessite l'intervention de la société BRUKER pour réparation, un coût supplémentaire de **50 % du montant de la facture de réparation** sera exigé auprès du laboratoire de l'équipe responsable (pour information : le coût moyen d'une réparation de sonde est d'environ 5 000 €). Les avertissements seront signifiés par e-mail au possesseur du compte et la participation financière du laboratoire imputée sur la facture Spectropole qui est établie semestriellement.

### c. Réclamations

Toute réclamation liée à un litige avec les ingénieurs du service, à des interprétations contradictoires de ce règlement, ou à des contestations des sanctions prononcées, devra être adressée directement au directeur de la FR.

**Pr. Stéphane VIEL**

Directeur

Fédération de Recherche (FR17 39)

*Sciences Chimiques Marseille*

## ANNEXE 1 : Engagement du titulaire de compte (login)

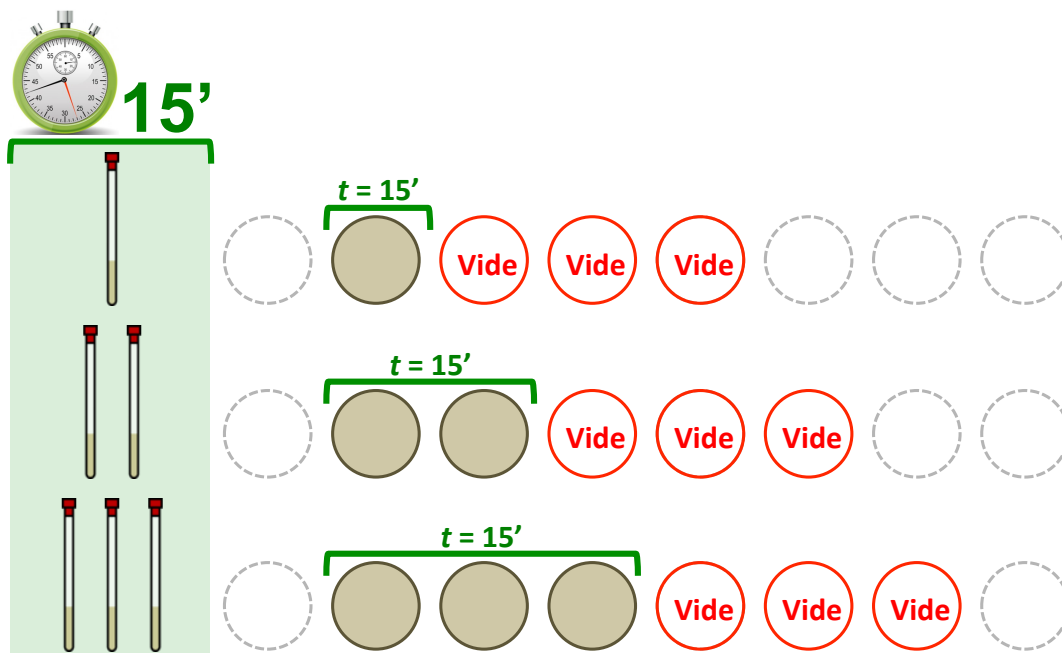
Nom	:	
Prénom	:	
UMR et Equipe de recherche	:	
Fonction	:	
Login	:	
Mot de passe	:	
Téléphone	:	
e-mail	:	

**« Je m'engage à respecter et faire respecter ce règlement par les stagiaires utilisant mon compte (login). Je m'engage également à inscrire en stage tout nouvel entrant pour une période de plus de 4 mois faisant partie de mon équipe. J'informerai Spectropole de tout changement dans la composition de mon équipe et du nombre d'utilisateurs ayant accès à mon compte »**

**Date et signature, précédées de la mention « Lu et approuvé »**

**ANNEXE 2 : Illustration des règles de programmation en mode « jour »**

**a) Sur le spectromètre RMN 300 MHz**



**b) Sur le spectromètre RMN 400 MHz**

