

## Probenvorbereitung

### Verwenden Sie die richtigen Substanzmengen

Für  **$^1\text{H-NMR}$  Spektren** organischer Verbindungen (mit Ausnahme von Polymeren) beträgt die benötigte Materialmenge zwischen **2 und 20 mg**. Falls Ihnen weniger Material zur Verfügung steht, melden Sie sich bei uns.

Das Isotop  $^{13}\text{C}$  ist ca. **6000**-mal unempfindlicher als das Isotop  $^1\text{H}$ .

Deshalb gilt beim Messen von  **$^{13}\text{C-NMR-Spektren}$** :

Je höher die Konzentration der Probe, desto besser ist das Ergebnis und desto schneller wird es erzielt.

Lösungen von **0.1 bis 0.3 mmol Substanz in 0.7 ml deuteriertem Lösungsmittel** benötigen eine Messzeit von 20 Minuten und sind damit ideal für den Routinebetrieb geeignet.

Wird diese Konzentration halbiert, so vervierfacht sich die Messzeit. Bitte denken Sie daran, dass hoch konzentrierte Proben zwar für  $^{13}\text{C-NMR}$  Spektren sehr gut, für  $^1\text{H-NMR}$  Spektren aber zumeist sehr schlecht geeignet sind, da die erhöhte Viskosität der Lösung zu einer starken Linienverbreiterung führt. Diese ist unproblematisch für die Messung von  $^{13}\text{C-NMR}$  Spektren, das  $^1\text{H-NMR}$  Spektrum ist unbrauchbar.

### Entfernen Sie alle Feststoffe aus der Probelösung

Feststoffe in der Probelösung verzerren das lokale Magnetfeld und führen somit zu Inhomogenitäten, da sich ihre magnetische Suszeptibilität von der der Lösung deutlich unterscheidet.

Eine Probe mit suspendierten Partikeln ist also mit Feldinhomogenitäten, die um jedes Partikel auftreten, durchsetzt. Dieses führt zu breiten Peaks und Phasenfehlern, die nicht korrigiert werden können. Im Zweifelsfall sollte deshalb jede Probelösung filtriert werden (z. B. durch etwas Glaswolle, die in die Spitze einer Pasteurpipette geschoben wurde).

#### **Achtung:**

Sie können dann keine Aussage über die Reinheit Ihrer Probe machen, da natürlich nur das gemessen wird, das gelöst ist.

### Halten Sie die richtige Füllhöhe der NMR-Röhrchen ein

Im Magneten ist das Magnetfeld linear zur Achse des NMR-Röhrchens ausgerichtet. Das NMR-Röhrchen verursacht beim Einbringen in das Feld eine deutliche Verzerrung der Magnetfeldlinien, die zu Inhomogenitäten führt. Die Inhomogenitäten sind abhängig von der Position und vom Füllstand des NMR-Röhrchens. Die Feldfehler werden durch das sogenannte Shimmen der Probe ausgeglichen. Die vollständige Korrektur dauert mehrere Stunden und wird an Referenzproben von besonders hoher Qualität durchgeführt. Diese Vorarbeiten erlauben es, die Korrekturen für Routineproben auf wenige Minuten zu begrenzen. Das gilt aber nur, wenn Position und Füllhöhe des Röhrchens vergleichbar mit Position und Füllhöhe der Referenzprobe ist. Für die korrekte

Positionierung des Röhrchens sorgt Ihr freundlicher Operator, aber für die richtige Füllhöhe müssen Sie als Nutzer sorgen. Die Füllhöhe sollte zwischen 4.5 und 5.5 cm betragen. Röhrchen mit geringerer Füllhöhe sind extrem schwierig zu shimmen und sorgen dadurch für einen erheblichen zeitlichen Mehraufwand, der nur in Ausnahmefällen tolerierbar ist. Größere Füllhöhen sind im Hinblick auf das Shimmen ebenfalls ungünstig und stellen zudem eine Verschwendung von deuteriertem Lösungsmittel dar. Da die Proben oft nicht sofort gemessen werden, sollten Sie darauf achten, dass die Verschlusskappe richtig sitzt, sodass das Lösungsmittel nicht schon vor der Messung eingedampft ist.

### **Verwenden Sie saubere Röhrchen und Verschlusskappen**

Reinigen Sie die verwendeten NMR-Röhrchen direkt nach Rückgabe und verwenden Sie nur absolut saubere Röhrchen und Verschlusskappen für eine Messung.

Verwenden Sie nur **unbeschädigte** Röhrchen. Begradigen Sie abgebrochene Röhrchen. Die Kappen schliessen sonst nicht dicht ab und das Lösungsmittel dampft ab und die Füllhöhe stimmt nicht mehr.

Zum Reinigen sollten Sie ein leichtflüchtiges Lösungsmittel wie Aceton verwenden und anschließend die Röhrchen mit einem Föhn trocknen. Das direkte Ausheizen im Trockenschrank ist nicht zu empfehlen, da auf diesem Wege die Lösungsmitteldämpfe nicht effektiv genug entfernt werden.

Erst nach dem Trocknen mit dem Föhn sollte das Röhrchen zum Entfernen von Wasser im Trockenschrank gelagert werden. Die Verschlusskappen sollten ebenfalls mit einem Lösungsmittel penibel gesäubert werden und nachfolgend mit einem Föhn getrocknet werden.

Die Röhrchen sollten nicht nur innen sauber sein. Reinigen Sie das Röhrchen nach dem Befüllen und Verschliessen von außen mit einem fuselfreien Tuch. Äußerlich verschmutzte NMR-Röhrchen akzeptieren wir nicht. Dies dient der Sicherheit der Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter und zum Schutz des Geräts.

Versehen Sie Ihr Probenröhrchen mit einem mit der Probennummer versehenen Etikett. Kleben Sie dieses noch mit einem Klebefilm fest. **Unterhalb des Etiketts sollten mindestens 15 cm Platz sein.**

### **Verwenden Sie deuterierte Lösungsmittel**

Verwenden Sie nur deuterierte Lösungsmittel. Das NMR-Signal des Deuteriums im Lösungsmittel wird als Locksignal bezeichnet. Es wird zur Kontrolle der Homogenität des Magnetfeldes permanent während der Messung beobachtet.

Das NMR-Labor stellt deuterierte Lösungsmittel zur Verfügung.