NMR-Laboratorium des Instituts für Chemie
Universität Zürich Irchel, Winterthurerstrasse 190, 8057 Zürich

Merkblatt : Probenvorbereitung

Probenmenge und Lösungsmittel:

Konzentration der Lösung für Standard-^{1}H-Messungen: 0.01 mol/l
Konzentration der Lösung für Standard-^{13}C-Messungen: 0.10 mol/l

Die Länge des NMR-Röhrchens muss mindestens 17 cm betragen. Die Qualität der NMR-Röhrchen spielt keine grosse Rolle. Es können also ohne Probleme die Economy-Röhrchen auch für die Hochfeld-Geräte verwendet werden. Bei sehr geringen Substanzmengen sollte ein Shigemi-Röhrchen benutzt werden. Das Glas dieser Röhrchen hat die gleiche magnetische Suszeptibilität wie das Lösungsmittel. Shigemi-Röhrchen für Methanol, DMSO, Wasser, und $CDCl_3$ können bei uns kostenlos ausgeliehen werden. Der Preis für ein Shigemi-Röhrchen beträgt im Handel ca. CHF 100.- .

Es sind deuterierte Lösungsmittel zu verwenden, wobei folgende Lösungsmittel zu Verfügung gestellt werden: $CDCl_3$, DMSO-d6, Methanol-d4, Aceton-d6, Benzol-d6, D_2O; weitere Lösungsmittel nur auf Anfrage. Die Lösungsmittel sind in unterschiedlicher Qualität verfügbar. Für kleine Probenmengen sollte ein Deuterierungsgrad von >99.9 % verwendet werden.

Die Substanz muss vollständig gelöst sein. Die Lösung ist durch Filtration von Feststoffen und Fasern zu befreien, da diese das Shimmen stark erschweren bis verunmöglichen. Speziell beim Shigemi-Röhrchen muss darauf geachtet werden, dass das Probenvolumen absolut blasenfrei ist. Das kann durch schnelles Antippen des Stempels erreicht werden. Um die $CDCl_3$-Lösung blasenfrei zu haben, braucht es gewisse Praxis. Eine grössere Menge an gelöstem Sauerstoff kann das Shimmen erschweren oder gar verunmöglichen. Das ist oft der Fall, wenn das Lösungsmittel schnell mit Gilsonpipetten transferiert wurde. In diesem Fall hilft das Benützen des Ultraschallbades, um den Sauerstoff zu entfernen.

Füllhöhe:

Die Füllhöhe von 4.0 cm ist unbedingt einzuhalten. Dies entspricht einer Füllmenge von mindestens 500 µl, besser sind 600 µl. Geringere Füllhöhen erschweren das Shimmen. Im Shigemi-Röhrchen wird die Substanz in 280 µl Lösungsmittel gelöst.

Beschriftung der NMR-Röhrchen:

ALLE NMR-Röhrchen müssen gut verschlossen und beschriftet sein. Der Samplecode kann auf farbigem Klebeband angebracht werden. Aber **keine Fähnchen**, welche das Absenken des Samples in den Magneten und das Drehen des Röhrchens beeinträchtigen. Zusätzlich ist beim Shigemi-Röhrchen das innere Röhrchen mit Parafilm oder Teflonband auf der entsprechenden Höhe am äusseren Röhrchen zu fixieren.

Spinner

Die Spinner, die für die NMR-Messungen verwendet werden, sind nicht lösungsmittelbeständig. NMR-Röhrchen dürfen nicht im Spinner mit Lösungsmittel aufgefüllt werden!

Referenzierung:
Allgemein gilt: Für eine richtige Referenzierung der Spektren muss die Probe TMS enthalten. Wir empfehlen, das TMS nicht direkt ins Röhrchen zu geben, sondern dem $CDCl_3$ in der persönlichen Vorratsflasche 3 Tropfen TMS zuzufügen. Wird TMS direkt zur Probe zugegeben, sollte die Pipette nur aus der Gasphase über dem TMS gefüllt werden.

NOE-Messungen:
Für quantitative Ergebnisse und bei kleinen Molekülen müssen die Proben durch mehrmaliges einfrieren und evakuieren entgast werden.