



## Merkblatt

### Probenvorbereitung

#### Probenmenge und Lösungsmittel:

Konzentration für Standard-<sup>1</sup>H-Messungen: 0.01 mmol Substanz gelöst in 0.5 ml Lösungsmittel

Konzentration für Standard-<sup>13</sup>C-Messungen: 0.05 mmol Substanz gelöst in 0.5 ml Lösungsmittel

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<sub>3</sub> können bei uns kostenlos ausgeliehen werden.

Es sind deuterierte Lösungsmittel zu verwenden, wobei folgende Lösungsmittel zu Verfügung gestellt werden: CDCl<sub>3</sub>, DMSO-d<sub>6</sub>, Methanol-d<sub>4</sub>, Aceton-d<sub>6</sub>, Benzol-d<sub>6</sub>, D<sub>2</sub>O; 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. Speziell beim Shigemi-Röhrchen muss darauf geachtet werden, dass das Probenvolumen absolut blasenfrei ist. Das kann durch schnelles Antippen des Stempels erreicht werden.

#### Füllhöhe:

Die Füllhöhe von 4.0 cm ist unbedingt einzuhalten. Dies entspricht einer Füllmenge von 500 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. 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.

#### 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<sub>3</sub> 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.