

Hinweise zur Probenabgabe

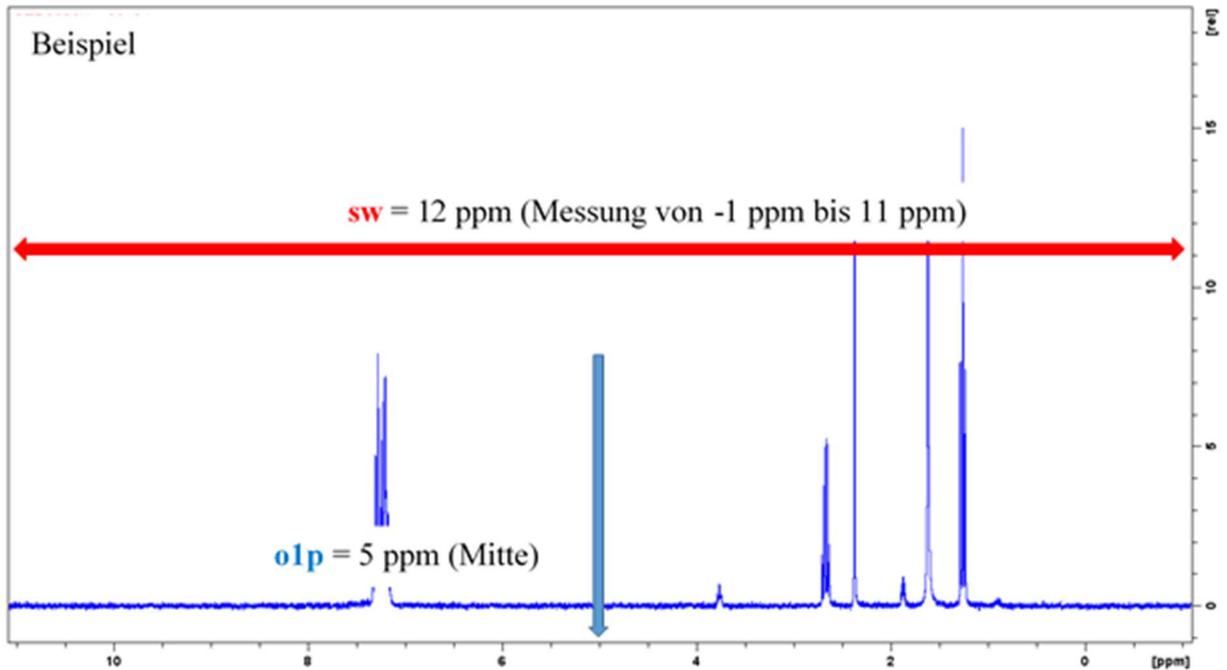
Ansetzen der Proben

- Substanzmenge:
Für ^1H - Messungen: 5 - 20 mg (Natürliche Häufigkeit: 99,9%) Eine höhere Substanzmenge führt zu breiteren Signalen und schlechterer Auflösung
Für ^{13}C – Messungen: 5 mg pro ^{13}C – Atom (Natürliche Häufigkeit: 1,1%)
 Geringere Substanzmengen führen zu längerer Messzeit. (halbe Substanzmenge = vierfache Messzeit usw.)
- Stinkende Proben sind mit Parafilm zu umwickeln oder in Schliffröhrchen zu füllen.
- Es sollen deuterierte Lösungsmittel (wasserfrei) oder D_2O -Kapillaren verwendet werden. (D_2O -Kapillaren nicht für das Fourier 300) Das Deuteriumsignal dient im NMR-Spektrometer dazu, dem Driften des Magnetfeldes entgegen zu wirken und die Homogenität des Magnetfeldes sicher zu stellen. (sogenannter Lock) Messungen ohne Lock führen zu schlechteren Ergebnissen.
- Die Lösung soll frei von Schwebstoffen und von magnetischen und paramagnetischen Verunreinigungen sein.
- Füllhöhe: 4 – 6 cm; Die Spektrometer sind auf diese Füllhöhe eingeshimmt. (Shimmen = Abstimmen des Magnetfeldes)
- Das Infoblatt „Länge der NMR-Röhrchen“ ist zu beachten.
- Es werden nur unbeschädigte und saubere Röhrchen akzeptiert.

Probenbegleitzettel

- Pflichtfelder: Name, Datum, Probenname, Lösungsmittel, Assistent (wenn vorhanden), Arbeitsgruppe, Experimente → ankreuzen oder evtl. weitere Exp. im Bemerkungsfeld eintragen (Rückseite kann auch genutzt werden)
- Benennung:
 - ➔ Proben aus dem OC-Anfängerpraktikum beginnen mit **OCA**-Namenskürzel-...
 - ➔ Proben aus dem Synthesepaktikum beginnen mit **ISP-OC**-Namenskürzel-... oder **ISP-AC**-Namenskürzel-...
 - ➔ Proben aus Forschungspraktika beginnen mit **OCF**-Namenskürzel-... oder **ACF**-Namenskürzel-...
 - ➔ Proben aus dem NMR Praktikum beginnen mit **NMR-PR**- Namenskürzel-...
 - ➔ Bachelor (Empfehlung): **BA**-Namenskürzel-...
 - ➔ Master (Empfehlung): **MA**-Namenskürzel-...
 - ➔ Andere: Namenskürzel-...

- Ist ein anderer Messbereich nötig, wird das entsprechend bei „sw“ und „o1p“ eingetragen.
sw = Breite des Spektrums in ppm
o1p = Mitte des Spektrums in ppm



- Für HMQC- und HMBC - Heterokernmessungen sind die Kopplungskonstanten einzutragen.

Hinweise zur Sauberkeit

- Die NMR-Röhrchen müssen fest verschlossen und sauber sein (von außen mit Isopropanol gereinigt).
- Das gilt auch für die Gefäße, in denen sie gelagert werden. Auch die Watte darin und die Probenbegleitzettel müssen sauber sein. Natürlich müssen die Probengefäße auch frei von Beschädigungen sein.
- **Unsaubere oder beschädigte Glasgefäße werden von uns einbehalten!**
- Eine Nichtbeachtung führt zur schleichenden Verschmutzung der Probenköpfe und der Spinner. Folgen sind: schlechter Shim, festklebende Röhrchen im Probenkopf, einschicken des Probenkopfes zum Hersteller zur Säuberung → Dauer mindestens 3 Monate.