

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.).

Befüllen der NMR-Röhrchen

- 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, Luftblasen und von magnetischen und paramagnetischen Verunreinigungen sein.
- Füllhöhe: 4 – 6 cm; Die Spektrometer sind auf diese Füllhöhe eingeshimmt (Shimmen = Homogenisieren des Magnetfeldes).
- Stark riechende Proben sind mit Parafilm zu umwickeln oder in NMR-Röhrchen mit Schliff zu füllen.
- Das Infoblatt „Länge der NMR-Röhrchen“ ist zu beachten.
- **Unsaubere oder beschädigte NMR-Röhrchen und Glasgefäße werden von uns einbehalten!**
Sie gefährden die Spektrometer und das Personal!

NMR-Auftragsschein

Pflichtfelder: Name, Datum, Probenname, Lösungsmittel, Assistent (wenn vorhanden), Arbeitsgruppe, Experimente → ankreuzen oder evtl. weitere Exp. im Bemerkungsfeld eintragen (Rückseite kann auch genutzt werden)

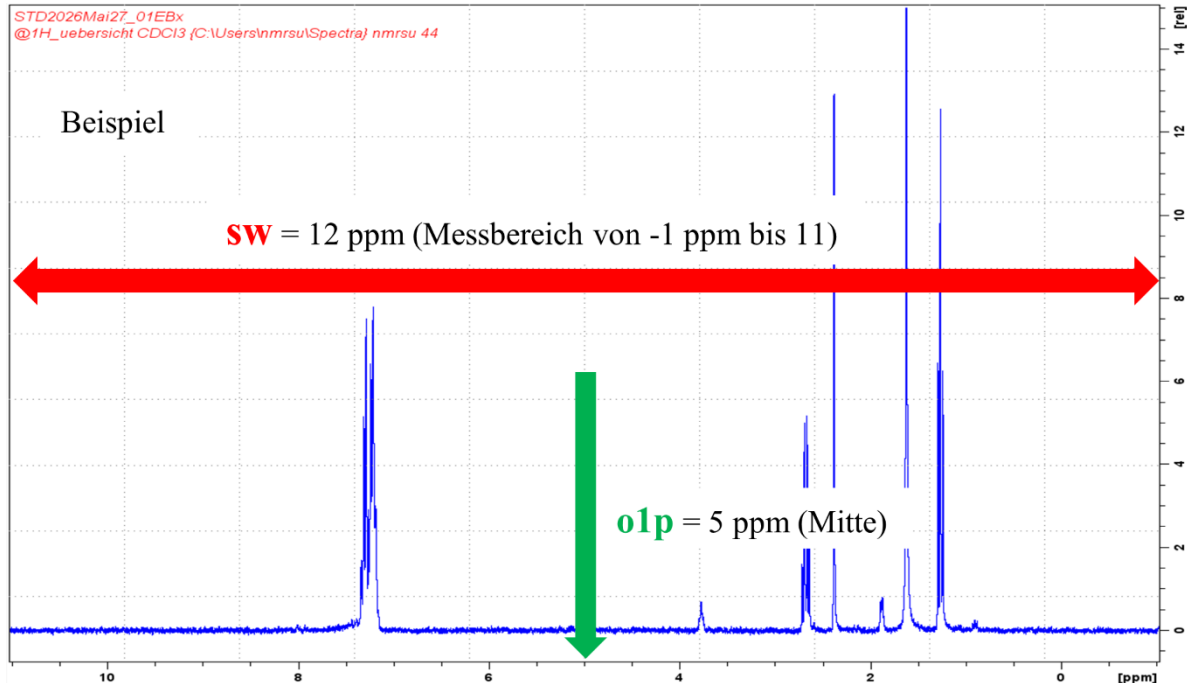
Zusammensetzung des Probenamens:

- Proben aus dem **OC-Anfängerpraktikum** beginnen mit **OCA**-Namenskürzel-...
- Proben aus dem **Synthesepraktikum** beginnen mit **ISP-OC**-Namenskürzel-... oder **ISP-AC**-Namenskürzel-...
- Proben aus den **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-...
- **Doktor** (Empfehlung): D-Namenskürzel-...
- **Andere:** Namenskürzel-...

Messbereich:

Ist ein anderer Messbereich nötig, wird das entsprechend bei „sw“ und „olp“ eingetragen.

- **sw** (spectral width – Bruker / sweep – Jeol) = **Breite des Spektrums in ppm**
- **olp** (frequency offset [ppm]– Bruker / offset – Jeol) = **Mitte des Spektrums in ppm**

**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 NMR-Röhrchen und Glasgefäße werden von uns einbehalten!**
Sie gefährden die Spektrometer und das Personal!
- 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.