

Préparation des échantillons

I - Tubes RMN

Les tubes RMN doivent satisfaire à certains critères de qualités nécessaires à la réalisation d'une bonne analyse (pour plus de précision contacter le responsable du SPECTROPOLE). Avant d'être utilisés, les tubes doivent être propres et secs sans cassure ni fêlure (en proton la sensibilité est telle que toute impureté sera détectée ce qui pourra nuire à l'analyse et /ou à l'interprétation des données). La longueur minimale de ces tubes doit être de 170mm de telle façon que le bras puisse saisir le tube correctement et non par le bouchon.

II - Nettoyage des tubes

Après analyse, les tubes doivent être lavés le plus rapidement possible avec le solvant utilisé pour solubiliser le produit étudié. Après plusieurs rinçages, le tube est séché sous vide.

III - Remplissage des tubes

La résolution dépend de l'homogénéité du champ magnétique aussi un réglage fin de ce paramètre est réalisé de manière automatique sur chaque échantillon. Dans les conditions standards d'analyse préprogrammées sur l'appareil, l'homogénéité du champ a été calibrée à l'aide de tubes de références ayant une hauteur de remplissage constante de 4cm soit 600 μ l de solvant. Afin de vous placez dans les conditions optimales de la mesure, il est nécessaire que vous respectiez cette hauteur de solvant dans votre tube.

IV - Concentration des échantillons

La sensibilité d'une expérience de RMN dépend des noyaux étudiés et de la concentration de votre produit. Dans les conditions standards préprogrammées sur l'appareil, une concentration de 0,6M est nécessaire (dans 600 μ l de liquide). Soit pour exemple:

RMN1H et RMN 31P ~ 5 mg

RMN13C en journée ~ 30 mg

RMN13C nuit ~ 10 mg

V - Solide en suspension

Un produit solide n'a pas la même susceptibilité magnétique qu'un produit en phase liquide. Il est donc nécessaire, lors de la préparation de vos tubes, de filtrer vos solutions afin d'en éliminer toutes les particules solides.

VI - Choix du solvant deutérié

Le choix du solvant deutérié dépend principalement de la solubilité à température ambiante de votre produit. Si vous avez plusieurs possibilités, choisissez le solvant dont les pics ne risquent pas d'interférer avec les pics de votre produit. Les solvants à D labiles (CD₃OD, D₂O) sont très utiles pour vérifier la présence d'un proton acide dans votre molécule (OH, NH). Si vous voulez travailler à une température particulière pensez à choisir un solvant dont le point d'ébullition (haute température) ou de solidification (basse température) soit au moins de 10° supérieur ou inférieur à la température maximum à laquelle vous désirez travailler (dans tous les cas venez en parler au responsable avant).

VII – Etiquetage des tubes

Aucune étiquette collée ou papier ne seront admis sur les échantillons. Vous voudrez bien étiqueter vos tubes en inscrivant sur le HAUT du tube ou le bouchon au feutre noir indélébile, la référence du produit.

VIII – Passeur BACS, turbines



Veillez prendre soin du passeur d'échantillons et des turbines en les manipulant avec les mains PROPRES, sans gants. NE PRENEZ EN AUCUN CAS APPUI SUR LE PASSEUR.

Une fois introduit dans une turbine, le tube sera calibré en le mettant dans le calibreux fixé au mur et en le poussant jusqu'au fond sans forcer.