

PREPARATION DES ECHANTILLONS

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 170 mm 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 dépendant de l'homogénéité du champ magnétique, 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 4 cm soit 600 μ L de solvant. Afin de vous placer 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

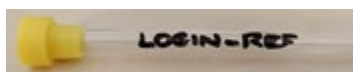
Un produit solide n'a pas la même susceptibilité magnétique qu'un produit en phase liquide. Il est donc nécessaire, lors de la préparation de vos tubes, de filtrer vos solutions afin d'en éliminer toutes les particules solides.

VI – Choix du solvant deutéré

Le choix du solvant deutéré 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 (CD_3OD , D_2O) 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 $10^\circ C$ supérieur ou inférieur à la température maximum à laquelle vous désirez travailler (dans tous les cas venez en parler au responsable au préalable).

VII – Etiquetage des tubes

Aucune étiquette collée ou papier ne seront admis sur les tubes. Vous devrez étiqueter vos tubes en inscrivant sur le HAUT du tube avec un feutre noir indélébile, votre login et la référence de l'échantillon.



VIII – Passeur d'échantillon, spinner



Veillez prendre soin des passeurs 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 un spinner, le tube sera calibré en le mettant dans le calibre et en le poussant jusqu'au fond sans forcer.