

Przygotowanie próbek na widma NMR

Prawidłowe przygotowanie próbki jest kluczowe do uzyskania wysokiej jakości widma NMR. Należy wziąć pod uwagę następujące kwestie.

1. Należy używać wysokiej jakości probówek NMR bez pęknięć, zarysowań lub innych wad. **W nowoczesnym urządzeniu NMR nigdy nie należy używać tak zwanych probówek jednorazowych (wyrzucanych).** Minimalnym wymaganym gatunkiem probówek NMR są probówki klasy „Precision” lub wyższej firmy Wilmad lub „select” lub wyższej firmy Norel przeznaczone dla częstotliwości min. 400 MHz lub innych producentów o podobnej klasie. Probówki NMR nie są naczyniami laboratoryjnymi i nie powinny być traktowane jako takie. Probówki nie powinny być zazwyczaj umieszczane w suszarce, ale jeśli konieczne jest suszenie, temperatura nie może przekraczać 100° C, a czas suszenia nie powinien przekraczać 1 godziny. Probówki NMR muszą leżeć płasko na poziomej powierzchni w trakcie suszenia. **Zniekształcone lub tanie probówki mogą powodować kosztowne uszkodzenie instrumentu. Nie zaleca się czyszczenia probówek NMR przy użyciu szczoteczek innych niż bawełnianych przeznaczonych do mycia rurek NMR – mogą one rysować probówki.** Probówki NMR powinny być przechowywane w miejscu, w którym nie zbiera się kurz i jeśli jest to konieczne mogą być czyszczone strumieniem suchego azotu lub argonu o czystości min. 5N (NIE używać sprężonego powietrza). Próbkę do rutynowej pracy organicznej zazwyczaj nie muszą być filtrowane.
2. Częstki nierozpuszczone w próbce mogą prowadzić do rejestracji bardzo słabego widma.
3. Konieczne jest zachowanie odpowiedniej ilości roztworu w probówce NMR. W standardowej probówce NMR 5 mm zalecana jest ilość roztworu o wysokości 4,0-4,7 cm (ok 0,50 – 0,60 ml rozpuszczalnika). Należy zwrócić uwagę na to, że istnieją specjalne rurki umożliwiające rejestrację widm w mniejszej objętości.
4. Zwykłe plastikowe korki NMR z tworzywa sztucznego (PP) powinny być uważane za jednorazowe – wyrzucane po użyciu. Ponowne użycie jest dopuszczalne, ale należy uważać, aby uniknąć kontaktu próbki z korkiem. Częstymi problemami wynikającymi z ponownego wykorzystania korka są zanieczyszczenie krzyżowe jednej próbki do następnej oraz zanieczyszczenie próbki plastyfikatorami z samych korków. Czyszczenie korków NMR rozpuszczalnikiem, takim jak aceton, pogłębia problem, ponieważ rozpuszczalnik absorbuje do plastiku, a następnie zanieczyszcza kolejne próbki. Należy również zwrócić uwagę na to, że koszt rozpuszczalnika użytego do czyszczenia korka prawdopodobnie przekroczy jego koszt. Koreczki NMR można zamówić w dużych opakowaniach (1000 szt.). Po nałożeniu korka należy unikać jego kontaktu z próbką w probówce NMR. W przypadku konieczności wytrząsania roztworu należy użyć korków wykonanych z teflonu.
5. **Pracownia nie będzie rejestrowała widm NMR** dla dostarczonych próbek w następujących przypadkach:
 - a) Dostarczono próbkę w uszkodzonych probówkach NMR (wyszczerbionych, porysowanych, brudnych, bez widocznego oznaczenia klasy probówki NMR – UWAGA! WYMAGANA długość probówki NMR to 7 cali)
 - b) Uszkodzony, nieszczelny (stary, luźno zamocowany) lub źle założony korek probówki NMR
 - c) Widoczne nierozpuszczone cząstki w probówce NMR (próbki mętne, z widocznym osadem lub substancją nierozpuszczalną)
 - d) Widoczny gradient stężeń w roztworze (szczególnie widoczny w przypadku próbek barwnych)
 - e) Inny niż zalecany poziom roztworu w probówce (wysokość słupa roztworu 4,0-4,7 cm)
 - f) Bardzo duża, wielowarstwowa, ilość parafilmu nawinięta na korek celem jego „uszczelnienia”