

Meine erste Substanz soll ins NMR

Wieviel Substanz wiege ich ein?

Für Protonen-Spektren:

Möglichst 5-10 mg, besonders für schnelle Messungen am 200 MHz weniger (bis zu 1 mg) ist unproblematisch (für Protonen!!), bei geringen Substanzmengen wird die Probe länger vermessen. (z.B. statt 2 min Messzeit 15 bis 20 Min am 500.er)

Für ^{13}C -Spektren:

Substanzmenge und Molekülgröße haben entscheidenden Einfluss auf die Messzeit. Ca. 0,5 mg pro C-Signal ist ausreichend (500 MHz). Zweidimensionale Spektren (HSQC, HMBC) sind bei geringer Substanzmenge deutlich schneller und informativer als eindimensionale (^{13}C -CPD oder ^{13}C -Dept)

Wieviel Lösungsmittel verwende ich?

Die Füllhöhe des Röhrchens sollte möglichst genau 4 cm betragen. Höhere Füllhöhen geben Shimfehler, dadurch sind dann alle Signale unsymmetrisch, zu geringe Füllhöhen sind gar nicht messbar. (Die Substanz sollte vollständig gelöst sein, Feststoff in der Lösung stört die Messung, bei schlecht löslichen Substanzen: Lösungsmittel wechseln und/oder weniger Substanz einwiegen, evt. zentrifugieren)

Wie fülle ich den Auftragszettel auf?

LESBAR und VOLLSTÄNDIG!

Strukturformel muss verständlich sein!

Gemessene oder zumindest geschätzte Mengenangabe!

Wir brauchen die TelefonNr. für Rückfragen.

Kommt eine Substanz nach dem Reinheitscheck am 200.er für weitere Messungen in Frage, gibt man die Spektrennummer des gemessenen Spektrums an.

Gleiches gilt falls die Substanz bereits am 500.er oder 600.er gemessen wurde.

Welche Spektren brauche ich?

Immer ein 200 MHz ^1H -Spektrum, um zu überprüfen, ob die Substanz sauber ist.

Falls ein „voller“ Satz benötigt wird: Ein COSY braucht man nur für mehr als 3 Protonensignale, sonst macht es keinen Sinn.

Ein HSQC benötigt man, um die direkte ^1H - ^{13}C -Kopplung zu sehen.

In der HSQC-DEPT Variante geben CH_2 -Gruppen negative Signale(rot).

Ein HMBC ist sinnvoll, wenn quartäre C-Atome vorhanden sind,

die über 3 Bindungen mit Protonen koppeln könnten,

oder bei geringer Substanzmenge, um die ^{13}C -Signale zu detektieren.

Ein NOESY benötigt man (manchmal) um räumliche Nähe von Protonen zu sehen, auch wenn sie nicht über Bindungen koppeln.

^{19}F -Spektren sind meist ähnlich schnell wie Protonen-Spektren (abhängig von der Struktur).

^{11}B , ^{29}Si , ^{31}P , ^{51}V , ^{91}Zr , ^{119}Sn können auch gemessen werden

Wenn ich mir unsicher bin?

Fragen! Fragen! Fragen! Wir sind für alle Fragen offen.