

Enviament de mostres al SeRMN

Aquestes són les condicions i/o recomanacions per la preparació i enviament de mostres al nostre servei pel seu anàlisi mitjançant l'espectroscòpia de rmn.

Quantitat de mostra

La **quantitat recomanable de mostra pura** per l'adquisició d'espectres de rmn són 20-25 mil·ligrams si es tracta d'un sòlid, i de 150-250 microlitres en el cas de mostres líquides.

Si només es vol adquirir espectres de protó (1D/2D-1H) la **quantitat recomanable de mostra pura** es pot reduir a 5-10 mil·ligrams si es tracta d'un sòlid, i de 50-100 microlitres en el cas de mostres líquides.

Si la mostra no és pura, hauràs d'incrementar les quantitats indicades al punt anterior per compensar la menor puresa de la mostra, de forma que la quantitat del compost d'interès s'apropi a la quantitat de mostra pura recomanada.

Aquesta quantitat de mostra s'ha de poder dissoldre en 500-600 microlitres de solvent deuterat, i **la viscositat de la solució final ha de ser semblant a la del solvent deuterat emprat** (veure apartat següent).

Comprovacions prèvies a l'enviament

Si es tracta d'una mostra nova, abans d'enviar-nos la mostra, cal que comprovis prèviament la seva solubilitat al solvent triat i l'efecte de la mostra sobre la viscositat del solvent:

- Hauràs de comprovar la solubilitat de la mostra en el mateix solvent no-deuterat per tal de comprovar que la quantitat recomanada (5-10 mg o 50-100 µl) es dissol completament en 500-600 µl de solvent.
- La viscositat de la solució final no hauria d'incrementar de forma apreciable respecte la viscositat del solvent. Tingues present que, quan més elevada sigui la viscositat, més amples seran els pics a l'espectre, i això es traduirà en una menor resolució espectral i en una disminució de la intensitat dels senyals observats. En el cas extrem, si els pics arriben a solapar-se, l'espectre obtingut podria no servir per obtenir informació sobre el compost d'interès.

Si la mostra s'envia dissolta en solvent deuterat, la dissolució ha de presentar-se homogènia i neta, i no ha de contenir precipitats, cristalls, agregats, floculs, etc. Si cal, hauràs de filtrar la mostra abans d'enviar-nos-la.

Els solvents deuterats disponibles

Les mostres per rmn normalment es dissolen en solvents deuterats per dos motius:

- per suprimir de l'espectre de protó (^1H) els senyals dels protons del solvent, ja que aquests estaran en una concentració diversos ordres de magnitud superior i amagarien els senyals de la mostra; i
- perquè l'espectròmetre fa servir el senyal de deuteri (^2H) del solvent deuterat per optimitzar l'homogeneïtat del camp magnètic abans d'adquirir l'espectre, i per monitorar i mantenir l'estabilitat del camp magnètic al llarg de l'experiment.

Els solvents deuterats més habituals són:

- cloroform, dimetilsulfòxid, aigua, metanol, etanol, bencè i acetona.

Si necessites un solvent diferent dels habituals, consulta al personal del servei la seva disponibilitat comercial i les nostres existències.

Al fitxer "Tarifa_Externa_Robot_2015.pdf" adjunt trobaràs una taula orientativa amb els temps d'acumulació habituals per diferents experiments en funció de la quantitat de compost dissolt.

Informació sobre la mostra

Cadascuna de les mostres ha de venir acompanyada de la següent informació:

- Nom del compost, codi o número de referència. En el cas de mostres d'interès comercial o que són objecte de recerca, per precaució et recomanem que no facis servir el nom del compost i tampoc codis o referències que puguin identificar o facilitar la identificació del compost.
- Quantitat de mostra enviada, i % de puresa si no és pura. En el cas de mostres ja preparades, caldrà indicar la quantitat dissolta en la preparació i, si no la saps, ens hauràs de donar una estimació raonable.
- Solvent emprat o a emprar per dissoldre la mostra, i qualsevol dada a tenir present a l'hora de dissoldre la mostra.
- Llista d'experiments a realitzar i les condicions experimentals a tenir presents, per exemple: la presència de protons per sobre de 10 ppm (àcids) o per sota de 0 ppm (hidrurs), adquisició d'espectres de ^{13}C en condicions semi-quantitatives, etc.
- En el cas dels espectres de ^{13}C hauràs d'indicar el temps d'acumulació desitjat: curta durada, mitja durada, o llarga durada.
- Els espectres s'adquireixen a 25°C (298 K), si desitges que s'adquireixin a una temperatura diferent, consulta-ho prèviament amb el personal del servei ja que no tots els espectròmetres estan preparats per treballar a temperatures elevades o baixes.

Informació sobre l'espectròmetre

Els espectres s'adquireixen per defecte de forma automatitzada en un espectròmetre Avance DPX-250 MHz. Si necessites que els adquirim en un altre espectròmetre, ens ho hauràs d'indicar clarament a la sol·licitud d'anàlisi.

Enviament de la mostra

La mostra s'ha d'enviar convenientment empaquetada a l'atenció del tècnic del servei que t'hagi atès, a l'adreça,

- Servei de Ressonància Magnètica Nuclear (SeRMN)
Facultats de Ciències i Biociències
Universitat Autònoma de Barcelona
Edifici Cs, Campus de Bellaterra, s/n
08193 - Cerdanyola del Vallès
- Telèfon de contacte: +34-93-581-2291 / +34-93-581-3784

Un cop rebem la teva mostra, s'assignarà al tècnic que a qui correspongui per torn encarregar-se de la preparació i programació de les mostres d'indústria per la "cua de rutina", o al tècnic que hagi gestionat la teva sol·licitud de treball en el cas d'adquisició manual d'espectres per encàrrec.

Si observem cap problema al paquet o a la mostra en el moment de rebre'ls, ens posarem en contacte amb vosaltres abans de procedir a l'anàlisi de la mostra per tal d'assegurar-nos que està en condicions correctes.

Finalment, a la pàgina web http://sct.uab.cat/sermn/funcionament/documents_suport trobaràs informació addicional sobre el nostre servei.

From:

<https://sermn.uab.cat/wiki/> - **SeRMN Wiki**

Permanent link:

https://sermn.uab.cat/wiki/doku.php?id=informacio_enviament_mostres&rev=1508921230

Last update: **2017/10/25 10:47**

