

Envío de muestras al SeRMN

[Enviament de mostres \(en català\)](#) | [Sample submission \(in English\)](#)

Estas son las condiciones y/o recomendaciones para la preparación y envío de muestras a nuestro servicio para su análisis mediante espectroscopia de rmn:

Cantidad de muestra

La **cantidad recomendada de muestra pura** para la adquisición de espectros son 20-25 miligramos si se trata de un sólido, y 150-250 microlitros en el caso de muestras líquidas.

Si sólo se desea adquirir espectros de protón ($1D/2D-^1H$), la cantidad recomendada de muestra pura puede reducirse a 5-10 miligramos si se trata de un sólido, y a 50-100 microlitros en el caso de muestras líquidas.

Si la muestra no es pura, tendrás que incrementar las cantidades indicadas en el punto anterior para compensar la menor pureza de la muestra, de forma que la cantidad del compuesto de interés se aproxime a la cantidad de muestra recomendada.

Esta cantidad de muestra se ha de poder disolver en 500-600 microlitros de solvente deuterado, y **la viscosidad de la solución final ha de ser parecida a la del solvente deuterado empleado** (ver apartado siguiente).

Comprobaciones previas al envío

Esta cantidad de muestra se disuelve en 500-600 microlitros de solvente deuterado. Por tanto, antes de enviarnos la muestra conveniente verificar:

- La solubilidad de la muestra en el mismo solvente no-deuterado para comprobar que la cantidad recomendada (5-10 mg ó 50-100 μ l) se disuelve completamente en 500-600 μ l de solvente.
- La viscosidad de la solución final para comprobar que la disolución de la cantidad recomendada no afecta de forma apreciable a la viscosidad de la solución final. Cuanta mayor sea la viscosidad, más anchos serán los picos, lo que se traduce en una menor resolución espectral y en una disminución de la intensidad de las señales. En el caso extremo, los picos podrían llegar a solaparse y el espectro resultante no serviría para obtener información sobre el compuesto de interés.

Si la muestra se envía disuelta en solvente deuterado, la disolución ha de aparecer homogénea y limpia, y no debe contener precipitados, cristales, agregados, flóculos, etc. Si es preciso, tendrás que filtrar la muestra antes de enviarla.

Solventes deuterados disponibles


Las muestras para rmn normalmente se disuelven en solventes deuterados por dos motivos:

- para suprimir del espectro de protón (^1H) las señales de los protones del solvente, puesto que éstos estarán en una concentración varios órdenes de magnitud superior y taparían las señales de la muestra; y
- porque el espectrómetro utiliza la señal de deuterio (^2H) del solvente deuterado para optimizar la homogeneidad del campo magnético antes de adquirir el espectro, y para monitorizar y mantener la estabilidad del campo magnético a lo largo del experimento.

Los solventes deuterados más habituales son:

- cloroformo, dimetilsulfóxido, agua, metanol, etanol, benceno y acetona.

Si necesitas otro solvente, consulta al personal del servicio su disponibilidad comercial y si lo tenemos en stock.

 ¹⁾ En el fichero “Tarifa_Externa_Robot_2015.pdf” adjunto encontrarás una tabla orientativa con los tiempos de acumulación habituales de distintos experimentos en función de la cantidad de compuesto disuelto.

Información sobre la muestra



En el caso de muestras de interés comercial o que son objeto de investigación, por precaución **recomendamos no usar códigos o referencias que puedan identificar el compuesto o facilitar su identificación.**

Cada muestra debe acompañarse de la siguiente información:

- **Nombre, código o número de referencia del compuesto.**
- **Cantidad de muestra enviada y % de pureza si no es pura.** En el caso de muestras ya preparadas, hay que indicar la cantidad disuelta en la preparación, y si se desconoce, tendrás que proporcionar una estimación razonable.
- **Solvente empleado o a emplear** para disolver la muestra, y cualquier información que debamos tener en cuenta en el momento de disolver la muestra..
- **Relación de experimentos a realizar** y condiciones experimentales a tomar en consideración, por ejemplo, la presencia de protones por encima de 10 ppm (ácidos) o por debajo de 0 ppm (hidruros).
 - En el caso de los espectros de ^{13}C , tendrás que indicar el tiempo de acumulación deseado: corta duración, duración media, o larga duración.
- **Los espectros se adquieren a 25°C (298 K).** Si deseas que se adquieran a otra temperatura, consulta previamente con el personal del servicio ya que no todos los espectrómetros están preparados para trabajar a temperaturas elevadas o bajas.

Información sobre el espectrómetro

Los espectros se adquieren por defecto de forma automatizada en un espectrómetro Avance DPX-250 MHz. Si necesitas que los adquiramos en otro espectrómetro, nos lo tendrás que indicar claramente en la solicitud de análisis.

Envío de la muestra

La muestra debe enviarse convenientemente empaquetada a la atención del técnico del servicio que os haya atendido, a la dirección:

- 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
- Teléfonos de contacto: +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 observamos cualquier problema con el paquete o con la muestra. nos pondremos en contacto con vosotros antes de proceder al análisis para asegurarnos que la muestra está en las condiciones correctas.

Finalmente, en la página web <http://sct.uab.cat/sermn/content/manuals> encontrarás información adicional sobre nuestro servicio.

1)

Pendiente de sustitución por una nueva tabla

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

Permanent link:
https://sermn.uab.cat/wiki/doku.php?id=informacion_envio_muestras&rev=1508923314

Last update: **2017/10/25 11:21**

