

## PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS PARA RMN EM SOLUÇÃO

- 1) A quantidade ideal de amostra é 5-10mg para análise de <sup>1</sup>H, ou acima de 40mg para <sup>13</sup>C, dissolvidas em 600-700µL de solvente deuterado. As amostras demasiadamente concentradas alargam as linhas do espectro de <sup>1</sup>H, enquanto que a amostras excessivamente diluídas demandam um tempo de análise muito grande, principalmente para <sup>13</sup>C.
- 2) Partículas insolúveis devem ser removidas da solução através de filtragem, pois elas prejudicam de sobremaneira o ajuste de homogeneidade do campo magnético, produzindo linhas espectrais largas e/ou distorcidas. Dica: essa filtragem pode ser feita no próprio frasco da amostra aspirando a solução com uma pipeta Pasteur através de um pequeno pedaço de algodão.
- 3) Transferir a solução o para um tudo de RMN de 5mm limpo, seco e isento de trincas. Tubos trincados podem se quebrar facilmente no interior do equipamento durante a análise, expondo o equipamento a graves danos. Esse risco é ainda maior no caso das medidas feitas no 300MHz, pois freqüentemente elas são feitas com a amostra girando a 20 ciclos por segundo.

ATENÇÃO!!! a) Observar o gabarito impresso na ficha de requisição, pois amostras fora do padrão serão devolvidas. b) Amostras com partículas insolúveis também serão devolvidas.

## **CUIDADOS COM O TUBO**

- 1) O tubo ideal também não deve possuir bordas irregulares pois as mesmas danificam as tampas, o que ocasiona perda de solvente por evaporação. Nesse caso, as arestas devem ser previamente aparadas. Para obter a máxima resolução que o equipamento permite, utilizar tubos de RMN compatíveis com a freqüência do equipamento (300 ou 500MHz).
- 2) Íons paramagnéticos (ex. Fe<sup>3+</sup> e Mn<sup>2+</sup>), mesmo em pequenas concentrações podem alargar severamente os espectros de RMN. Por essa razão é recomendado manipular as amostras com espátulas feitas de material polimérico ou aço inoxidável. Também se deve evitar lavar os tubos de RMN, pipetas e outras vidrarias envolvidas na preparação da amostra com mistura sulfocrômica.





- 3) Os íons paramagnéticos podem ser complexados através da adição de 50μM de EDTA, atenuando o problema de alargamento das linhas espectrais. Alternativamente, podem ser empregadas resinas de troca iônica (ex. Chelex).
- 4) Algumas amostras sensíveis ao meio ácido podem se degradar quando dissolvidas em  $CDCl_3$ . Nos casos em que não for possível empregar outro solvente, recomenda-se tratar o  $CDCl_3$  com  $K_2CO_3$  anidro.
- 5) A água residual do solvente deuterado também pode ser removida através da adição de peneira molecular de 4 Angstroms.
- 6) Os tubos de RMN devem ser lavados com solventes PA compatíveis com o solvente deuterado a ser utilizado na preparação da amostra. Independentemente do solvente escolhido, recomenda-se terminar a lavagem dos tubos com acetona.
- 7) Após a lavagem, os tubos devem ser secos a frio por fluxo de ar seco, ou  $N_2$ . Embora não seja recomendado aquecê-los para que não sofram alterações de suas especificações, é possível secá-los em estufa a  $100^{\circ}$ C por no máximo 1 hora. No caso da secagem em estufa, os tubos devem ser dispostos deitados sobre uma superfície plana, e nunca na vertical.
- 8) Os tubos devem ser armazenados limpos em dessecador.

Coordenação do LaReMN - UFF