



Laboratoire de Mesures Physiques

rmn-lmp@univ-montp2.fr

Préparation des échantillons

Cette notice n'exclue pas la formation préalable obligatoire avant toute première utilisation des spectromètres en libre service.

1 - Tubes RMN

Les tubes RMN doivent satisfaire à certains critères de qualités nécessaires à la réalisation d'une bonne analyse. Il est recommandé d'utiliser les tubes disponible au LMP (**NORELL 502-HP**). Avant d'être utilisés, les tubes doivent être propres, secs, sans cassure, ni fêlure et posséder un bouchon fermant de façon étanche le tube. La longueur minimale de ces tubes doit être de **170mm** pour éviter toute casse sur le passeur. Les tubes seront lavés avec le solvant utilisé pour solubiliser le produit étudié. Après plusieurs rinçages, le tube est séché en position inclinée dans une étuve à une **température <50°C** pour éviter toute déformation.

2 - Remplissage des tubes

La résolution dépend de l'homogénéité du champ magnétique, aussi un réglage fin de ce paramètre est réalisé de manière automatique sur chaque échantillon. Dans les conditions standards d'analyse préprogrammées sur l'appareil, l'homogénéité du champ a été calibrée à l'aide de tubes de références ayant une hauteur de remplissage constante de 4cm soit **600µl de solvant**. Afin de vous placez dans les conditions optimales de la mesure, il est nécessaire que vous respectiez cette hauteur de solvant dans votre tube. Vous identifierez vos tubes en inscrivant sur **le HAUT du tube** ou le bouchon au feutre noir, la référence du produit (pas d'étiquette collante).

3 - Concentration des échantillons

La sensibilité d'une expérience de RMN dépend des noyaux étudiés et de la concentration de votre produit. A titre indicatif prévoir :

RMN ^1H / ^{31}P / ^{19}F ~ 5 mg / 600µl de solvant

RMN ^{13}C en journée > 30 mg / 600µl de solvant

RMN ^{13}C nuit < 10 mg / 600µl de solvant

4 - Choix du solvant deutérié

Le choix du solvant deutéré dépend principalement de **la solubilité à température ambiante** de votre produit. Si vous avez plusieurs possibilités, choisissez le solvant dont les pics ne risquent pas d'interférer avec les pics de votre produit. Les solvants à D labiles (CD₃OD, D₂O) sont très utiles pour vérifier la présence d'un proton acide dans votre molécule (OH, NH). Si vous voulez travailler à une température particulière pensez à choisir un solvant dont le point d'ébullition (haute température) ou de solidification (basse température) soit au moins de 10° supérieur ou inférieur à la température maximum à laquelle vous désirez travailler.