



# Instruções de preparo de amostras para obtenção de espectros de RMN

Luiz Eduardo Celino Benedito

Químico

Central Analítica do Instituto de Química

# 1. Utilize a quantidade adequada de material

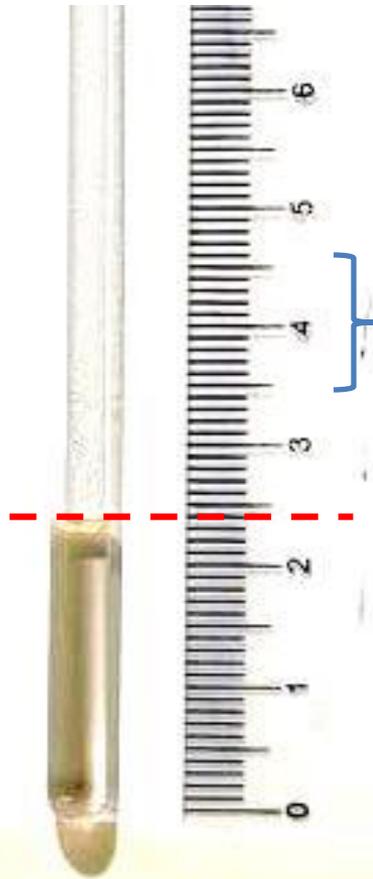
- ✓ Para a maioria dos compostos orgânicos a quantidade adequada de material varia de acordo com o campo/equipamento utilizado:

Equipamento	Quantidade recomendada de material	
	$^1\text{H}$	$^{13}\text{C}$
60 MHz	20 mg	100 mg (mínimo)
600 MHz	5 a 10 mg	10 a 20 mg

- ✓ As quantidades acima são recomendações. Fique atento para o limite de solubilidade do seu material . Partículas precipitadas ou em suspensão prejudicam a obtenção dos espectros.

## 2. Adicione a quantidade correta de solvente

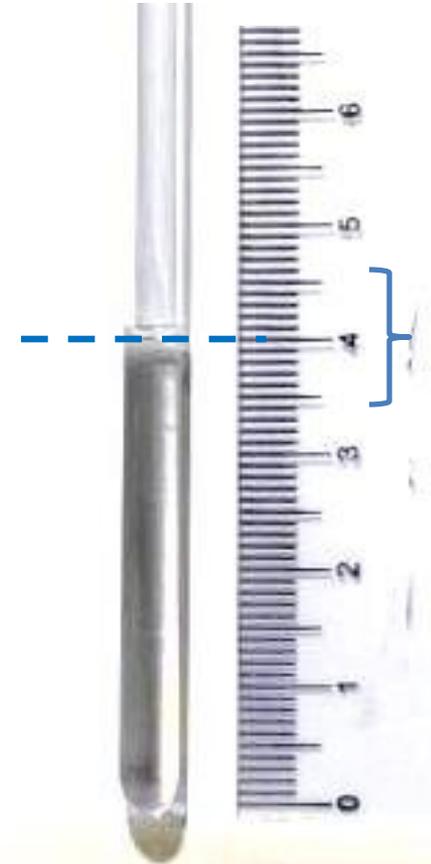
- ✓ Utilize aproximadamente 500  $\mu\text{l}$  de solvente.



Pouco solvente



Excesso de solvente



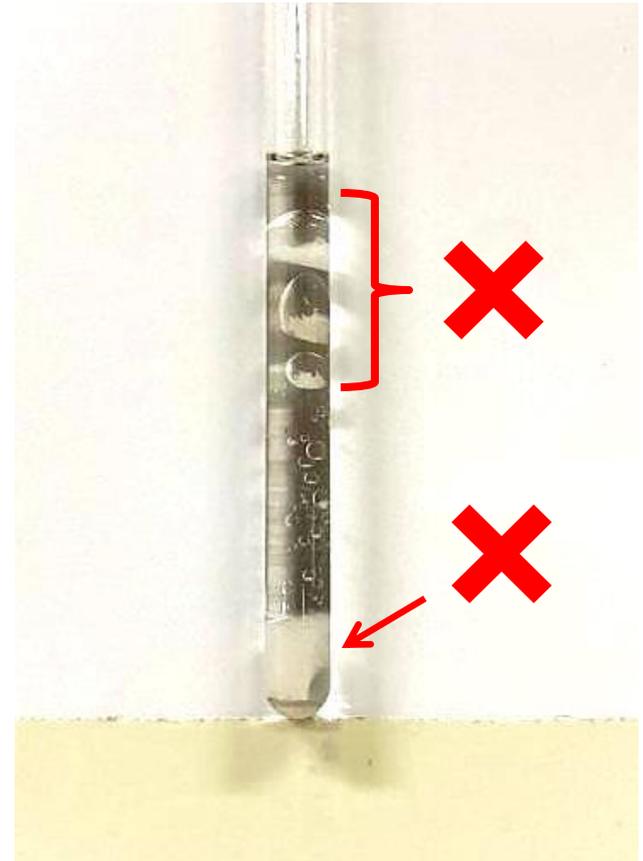
Quantidade ideal  
de solvente

## 2. Adicione a quantidade correta de solvente

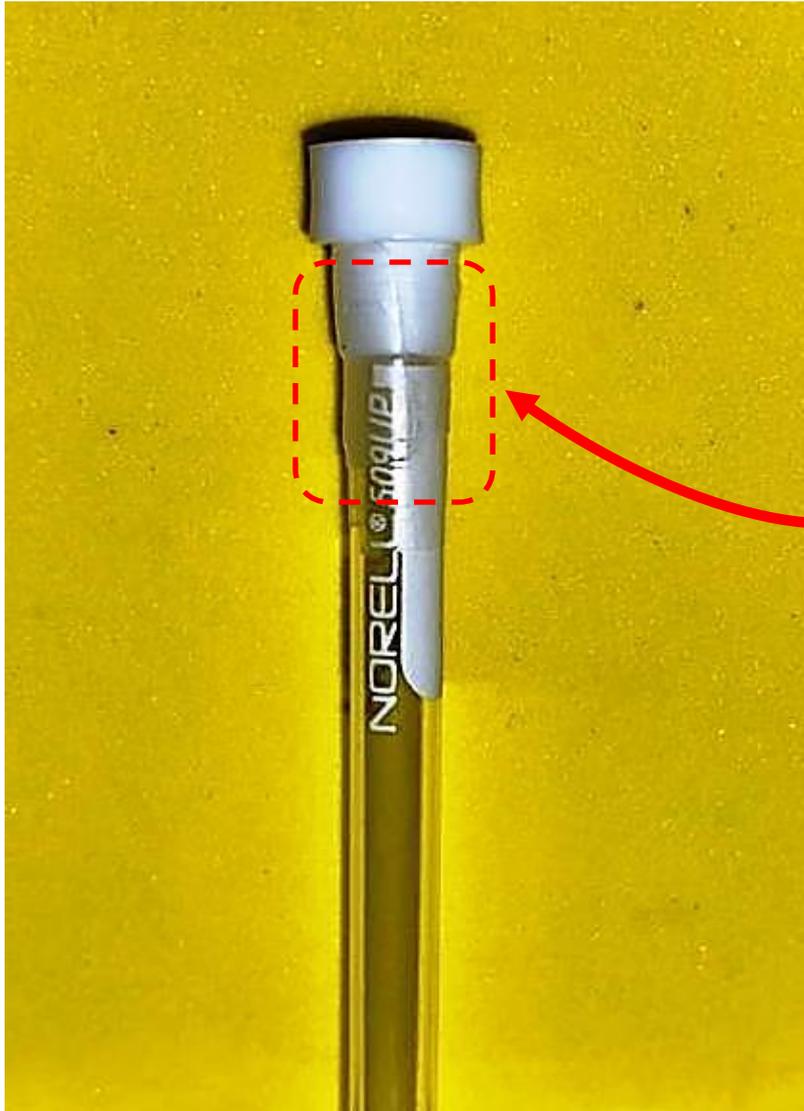
- ✓ Utilize aproximadamente **500  $\mu$ l** de solvente. O tubo de RMN deve ser preenchido até uma altura **mínima de 3,5 cm e máxima de 4,5 cm.**
- ✓ A interface solvente-ar causa distorções na homogeneidade do campo magnético que são corrigidas com as bobinas de shimming. Amostras com menos solvente que o necessário não permitem uma boa correção e resultam em espectros com linhas largas e baixa resolução. Amostras com mais solvente do que o necessário também geram problemas no shimming além de desperdiçar os solventes deuterados.

### 3. Remova partículas sólidas

- ✓ Amostras que contenham partículas sólidas, precipitadas ou em suspensão devem ser filtradas ou centrifugadas.
- ✓ Partículas sólidas presentes na amostra distorcem a homogeneidade do campo magnético, uma vez que a suscetibilidade magnética da partícula é diferente daquela da solução. A presença de partículas sólidas dá origem a espectros com linhas largas e de baixa resolução.



# Posso preparar minha amostra com antecedência?



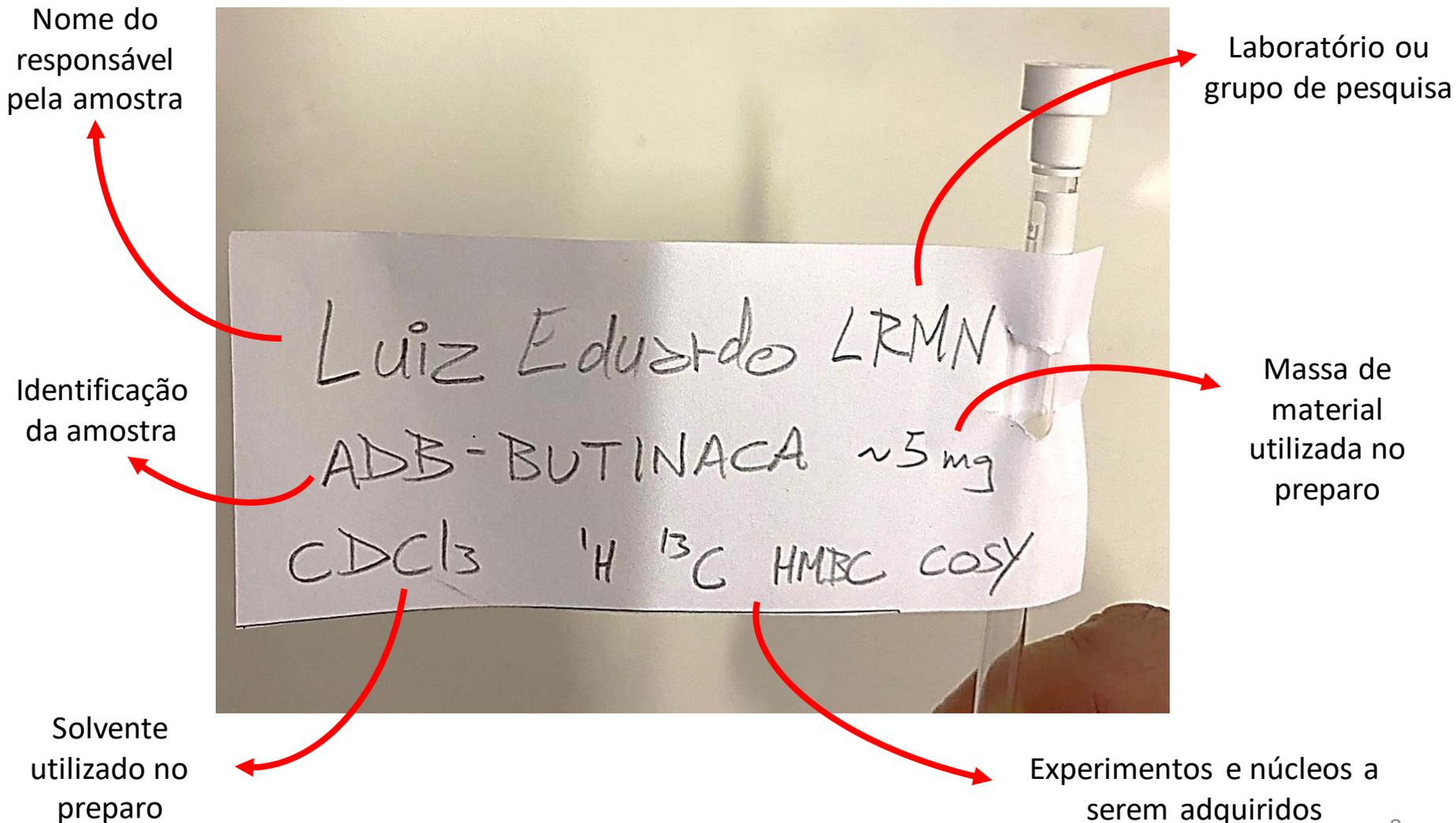
- ✓ Sim, desde que a amostra não apresente problemas de estabilidade, degradação e/ou precipitação.
- ✓ No caso de solventes voláteis, pode-se utilizar uma pequena quantidade de Parafilm M cobrindo a parte superior do tubo e a parte inferior da tampa para reduzir a evaporação do solvente. Jamais utilize outros tipos de filmes plásticos e fitas adesivas.



## 4. Identifique corretamente sua amostra

- ✓ Jamais cole adesivos ou marque os tubos com qualquer tipo de tinta ou caneta.
  
- ✓ A identificação deve conter **obrigatoriamente** as seguintes informações:
  - Nome do usuário;
  - Nome do laboratório ou grupo de pesquisa e departamento;
  - Nome/código da amostra;
  - Solvente deuterado;
  - Massa de amostra (mg);
  - Experimentos e núcleos que devem ser analisados

# Exemplo de como a amostra deve ser identificada



## 5. Mantenha seus tubos limpos e balanceados

- ✓ A limpeza dos tubos deve ser feita enxaguando o tubo com acetona, diclorometano ou outro solvente apropriado para o tipo de amostra. A secagem pode ser feita a vácuo ou com jato de ar seco. Em hipótese alguma a secagem pode ser feita em estufa. As tampas são tratadas da mesma maneira.
- ✓ Os tubos de RMN podem ser girados a 20 Hz (1200 rpm) para melhorar a homogeneidade do campo e, conseqüentemente, melhorar a resolução do espectro. Contudo, tubos quebrados ou trincados não podem ser girados, dando origem a espectros de baixa qualidade.