

Tubos de RMN selección y cuidados

La selección de los tubos de RMN depende del campo magnético del equipo a utilizar, las características y la disponibilidad de muestra. Las referencias *Wilmad* de los tubos a utilizar en los equipos de la Unidad son:

Equipos de 300 y 400 MHz.

- | | | |
|---------------|------------------|-------------|
| • Rutina | WG 5mm Economy 8 | 2\$/unidad |
| • Recomendado | 507 PP-8. | 10\$/unidad |

Equipos de 500 y 600 MHz (sin criosonda)

- | | | |
|--------------------------------------|----------|-------------|
| • Rutina | 507 PP-8 | 10\$/unidad |
| • Recomendado | 528 PP-8 | 13\$/unidad |
| • Experimentos con supresión de agua | 535 PP-8 | 20\$/unidad |

Los tubos se definen en función de los siguientes parámetros: longitud, diámetro interno, diámetro externo, concéntrica y grado de combamiento. El material y las tolerancias en estos parámetros marcan la calidad y el campo de utilización de los distintos tubos.

Características

Los tubos de clase **ECONOMY** están fabricados con borosilicato de clase B. No son adecuados para experimentos a temperatura variable. Contienen una cierta cantidad de paramagnéticos (> 1200 ppm Fe_2O_3) que pueden afectar el proceso de ajuste de la homogeneidad. El volumen promedio en la zona de la bobina de RF es de 125 ul/cm. Estos tubos se recomiendan únicamente para experimentos de 1D con muestras de bajo peso molecular y experimentos a temperatura ambiente.

Los tubos de la **serie PP** están fabricados con borosilicato de clase A. Pueden utilizarse para realizar experimentos de temperatura variable. El contenido en paramagnéticos (400 ppm Fe_2O_3) es tres veces inferior a los tubos de la clase Economy. El volumen promedio en la zona de las bobinas es de 139 ul/cm. A temperatura ambiente resisten el ataque de ácidos y álcalis.

En los tubos de precisión, el mayor volumen útil en la zona de las bobina se traduce en un incremento de sensibilidad, potenciado por la mayor facilidad del ajuste de la homogeneidad. Pueden ser utilizados para muestras de peso molecular pequeño medio y en la realización de experimentos de 2D.

Volumen de disolvente utilizar

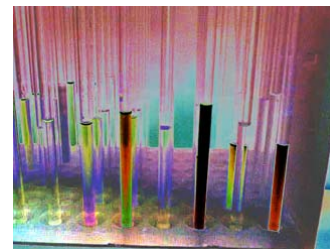
La cantidad de solución a utilizar está en función del tamaño de la bobina de RF. En todos los equipos de 300 a 600 MHz (sin criosonda) el volumen debe ser igual o mayor de 0.7 ml. Utilizar una cantidad menor tiene un impacto significativo sobre el ajuste de homogeneidad, que se traducirá en una disminución de la sensibilidad debido a una mayor anchura de las señales. En las sondas antiguas de Bruker era posible utilizar algo menos de volumen (igual o mayor de 0.5-0.6 ml).

Si se tienen problemas de disponibilidad de muestra, pueden utilizarse los denominados susceptibility plugs o tubos especiales, que permiten reducir 1/3 el volumen.

La utilización de un mayor volumen de disolvente supone un gasto innecesario, diluir la muestra, posibles problemas homogeneidad debido a las corrientes de convección que se generarán en el tubo.

Limpieza y cuidado de los tubos

- Debe tenerse en cuenta que los tubos nuevos no están absolutamente limpios y pueden contener restos de los lubricantes de los tornos que se utilizan en el proceso de fabricación



- En la limpieza los tubos no deben utilizarse materiales abrasivos, como cepillos que puedan rayar el vidrio. Para facilitar el proceso es conveniente recuperar el producto inmediatamente y proceder a la limpieza o enjuague previo para evitar incrustaciones.

Al lavar los tubos nos podemos encontrar estas dos situaciones:

1. Si la solución no tiene residuos, una vez recuperado el producto, el tubo se enjuaga varias veces con el disolvente apropiado, terminando con acetona para favorecer el secado. En el mercado existen diversos utensilios que facilitan la limpieza de los tubos. Una alternativa es construirse uno siguiendo las instrucciones que se encuentran la referencia 1¹.
2. En el caso de muestras con problemas la persistencia de residuos, lo más adecuado es utilizar nítrico concentrado, una vez recuperado el producto. El tubo se deja con el nítrico durante dos o tres días y finalmente el tubo se enjuaga repetidamente con agua destilada, finalizando con acetona. Nunca debe utilizarse mezcla crómica. En cualquier caso, debe tenerse en cuenta que los tubos de la serie Economy pueden ser atacados por el ácido.

Si se trata de polímeros sintéticos, el proceso de limpieza puede ser muy dificultoso, en especial si el disolvente se ha evaporado total o parcialmente.

Secado

La mejor opción es un secado al aire, que se acelera si previamente se pasa una corriente de nitrógeno seco con un gotero. Los tubos de calidad PP pueden ponerse en la estufa, siempre que la temperatura sea menor de 120 °C, que estén perfectamente horizontales y no más de 30 minutos. Como precaución para minimizar el riesgo de deformaciones, se pueden utilizar temperaturas inferiores ya sea en una estufa convencional o mejor en una de vacío.

Los efectos de la humedad absorbida por el vidrio del tubo pueden reducirse, mediante un enjuague con agua deuterada y dejándolos en una estufa durante un corto periodo de tiempo.

Es recomendable sustituir periódicamente los tapones por unos nuevos ya que el coste (\approx 20\$ 100 unidades) es muy inferior a las molestias que originaría una contaminación. Debe tenerse en cuenta que los tapones estándar son de polietileno (PE) o etilvinilacetato (EVA) y se afectan por el cloroformo. Como alternativa pueden utilizarse los tapones de PTFE resistentes a los disolventes pero con un coste superior (33\$ cada 25) y sólo válidos para los tubos de precisión

Los tubos deben guardarse totalmente planos y una vez estén totalmente secos

Notas

Los tubos de RMN de otros fabricantes de calidad equivalente a los indicados también son válidos.

Para la confección de esta nota se ha utilizado parte de la información las siguientes notas de *Wilmad*

- [NMR-001: NMR Tube Specifications and Quality](#)
- [NMR-002: Sample Devices and Magnetic Susceptibility](#)
- [NMR-003: Pressure Performance of NMR & EPR Sample Tubes](#)
- [NMR-010: Proper Cleaning Procedures for NMR Sample Tubes](#)
- [NMR-011: Reference Standards Quality in NMR Spectroscopy](#)
- [NMR-012: Si-29 and B-11 NMR Spectroscopy and Tube Selection](#)

¹. A Durable and **Economical** NMR Tube Cleaner, Chad L. Landrie and Richard Marszalek J. Chem. Educ. 2011, 88, 1734–1735