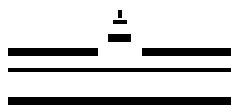


# Arbeitsanweisung



Organisch-Chemisches Institut der WWU Münster

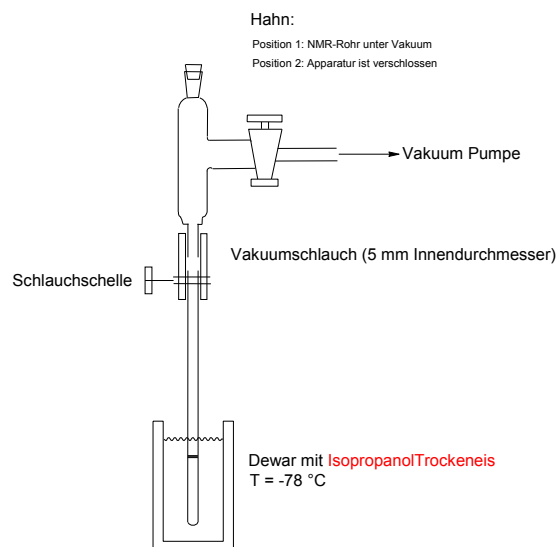
## Herstellung abgeschmolzener NMR-Rohre

Allgemeine Betriebsanweisung „Anfertigung und Handhabung von NMR-Proben“ beachten!

### Keinesfalls N<sub>2</sub>-flüssig zur Kühlung verwenden,

da sonst Argon und/oder Sauerstoffs im abgeschmolzenen NMR-Rohr kondensiert, was nach Auftauen der abgeschmolzenen Probe zwangsläufig zum explosionsartigen Platzen des NMR-Rohrs führt!

## Apparatur



## Abschmelzen des NMR-Rohrs nach der „Freeze, Pump and Thaw“-Methode

1. Das 23 cm lange NMR-Rohr mit Hilfe der Schlauchschele vakuumdicht mit der verschlossenen Apparatur (vgl. Abbildung) verbinden.
2. NMR-Rohr bis zur Füllhöhe des NMR-Rohrs (5 cm) in die Isopropanol/Trockeneismischung (**kein N<sub>2</sub> fl.**) tauchen.
3. Absperrhahn so schalten, dass die Apparatur unter Vakuum steht.
4. Absperrhahn schließen.
5. NMR-Rohr aus dem Dewar nehmen und den Inhalt erwärmen lassen. Das verbliebene Restvakuum entgast die flüssige Probe.
6. **Schritte 2 bis 5 sind zweimal zu wiederholen!**  
**Nur so kann zweifelsfrei sichergestellt werden, dass nach erfolgtem Abschmelzvorgang kein Überdruck im NMR-Rohr entsteht!**
7. NMR-Rohr wieder bis zur Füllhöhe des NMR-Rohrs in die Isopropanol/Trockeneis-Mischung tauchen.
8. Dreiwegehahn so schalten, dass die Apparatur unter Vakuum steht.
9. NMR-Rohr 2 cm unterhalb der Schlauchschele **unter Vakuum** abschmelzen.

## Weitere Hinweise

- Ansonsten gelten die „Allgemeinen Laborrichtlinien“ und die „Allgemeine Laborordnung“ des Organisch-Chemischen Instituts der WWU Münster.