

Определение уровня дейтерирования дейтерированных растворителей с высокой точностью

Подгорский В.В., Колоколова Т.Н., Сергеев Н.М.

студент

*Российский Химико-Технологический Университет им. Д. И. Менделеева, ИПУР,
Москва, Россия.*

Химический факультет МГУ им. М. Ломоносова, Москва, Россия.

E-mail: vpodgosky@gmail.com

В практической спектроскопии ЯМР ^1H широко используются высокодейтерированные растворители такие как диметилсульфоксид, ацетон, циклогексан и другие (в том числе тяжелая вода). Это позволяет решить две практических задачи – (1) устранить (или ослабить) сигналы растворителей в спектрах ЯМР ^1H и (2) обеспечить систему стабилизации (лока) наличием достаточно интенсивного сигнала на ядрах дейтерия. Как правило, такие дейтерированные растворители характеризуются весьма высоким уровнем дейтерирования (не менее 99 %). Однако обычно фирмы ограничиваются приведением только минимального значения уровня дейтерирования (гарантированного минимума). При этом для данной партии значения точного уровня дейтерирования и точность этого определения не приводятся. Нужно также учитывать, то обстоятельство, что уровень дейтерирования может изменяться со временем за счет реакций протон - дейтронного обмена. Таким образом, возникает практическая задача – определение уровня дейтерирования высокодейтерированного растворителя (99% и выше) с точностью не хуже 0.01 %.

Для этой цели нами была разработана методика определения уровня дейтерирования с помощью добавления к раствору небольшого количества хлороформа CHCl_3 (порядка 10-30 мкг). Эта методика включает корректный учет задержек между импульсами и числа сканов, достаточного для получения хорошего отношения сигнал/шум. Аккуратное интегрирование сигналов хлороформа и протонного сигнала изотопомера исследуемого растворителя, содержащего один протон, позволяет определить степень дейтерирования с точностью ± 0.01 %. Данная методика была использована для нитрометана- d_3 (производство Aldrich), для циклогексана- d_{12} , тетраметилсилана- d_{12} диметилсульфоксида- d_6 (три последних растворителя производства фирмы Изотоп (Спб), все с паспортным значением уровня дейтерирования не хуже 99 %). Во всех случаях была получена точность порядка 0.01 %. Также был исследован образец тяжелой воды с заявленным уровнем дейтерирования 99.95 %. Анализ показал, что данный образец имеет степень дейтерирования 99.92 % (± 0.005 %), т.е существенно ниже заявленного производителем.