

# TMR-spektrid, mida peaks igale uuele puhastatud raporteeritavale ühendile mõõtma

## 1. $^1\text{H}$ (zg30):

korralikult shimmitud; kontrolli  $\text{atmm}$  käsuga, kas *tuning* ja *matching* on paigas, piisavalt kõrge signaal-müra (S/N) suhtega,  $\text{NS} > 16$  (veel parem 64 või 128), piisavalt laia spektrivahemikuga (SW vähemalt nt. -1 ppm – +11 ppm);

## 2. $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ (zggp30) või APT (jmod):

kontrolli  $\text{atmm}$  käsuga, kas *tuning* ja *matching* on paigas, piisavalt kõrge signaal-müra suhtega, piisavalt laia spektrivahemikuga (SW vähemalt nt. -10 ppm – +220 ppm);

CH, CH<sub>3</sub> ↑  
CH<sub>2</sub> ↓

## 3. DEPT-135 (dept135) – ei pea olema nii kõrge S/N-ga kui $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ , sest on vaja näha, millised signaalid (CH/CH<sub>3</sub> vs. CH<sub>2</sub>) on positiivsed või negatiivsed;

## 4. $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ HSQC (hsqcedetgpsisp2.3, HSQCEDETGPSISP2.3\_ADIA):

RG=sama väärtus, mis  $^1\text{H}$  puhul rga-ga mõõdetud oli,

TD=F1 jaoks 128, 256 või 512; F2 jaoks 2k või 4k,

NS=4, 8, 16 või rohkem,

DS=16,

AQ≈0.1 s,

SW seada selliseks, et kõik  $^1\text{H}$  ja  $^{13}\text{C}$  signaalid jääksid spektrisse ning lisaks ± ~10%,

O1P ja O2P – spektri keskpunktid vastavalt F1 ja F2 dimensiooni jaoks,

D1≈1.5 s,

CNST2≈130-165 Hz ( $^1J_{\text{CH}}$ ) (aromaatse ühendi jaoks pigem ~160 Hz);

## 5. $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ HMBC (hmbcgp1pndqf):

TD=F1 jaoks 128, 256 või 512; F2 jaoks 2k või 4k,

NS=4, 8, 16 või rohkem,

DS=16,

AQ≈0.1-0.4 s,

SW seada selliseks, et kõik  $^1\text{H}$  ja  $^{13}\text{C}$  signaalid jääksid spektrisse ning lisaks ± ~10%,

O1P ja O2P – spektri keskpunktid vastavalt F1 ja F2 dimensiooni jaoks,

D1≈1.5 s,

CNST13≈8 Hz ( $^nJ_{\text{CH}}$ , n>1),

CNST2≈130-165 Hz ( $^1J_{\text{CH}}$ ) (aromaatse ühendi jaoks pigem ~160 Hz);

## 6. $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$ TOCSY (mlevph):

RG=sama väärtus, mis  $^1\text{H}$  puhul rga-ga mõõdetud oli,

TD=F1 jaoks 128, 256 või 512; F2 jaoks 2k,

NS=4, 8 või 16,

DS=16,

AQ≈0.2-0.5 s,

SW seada selliseks, et kõik  $^1\text{H}$  signaalid jääksid spektrisse ning lisaks ± ~10%,

O1P – spektri keskpunkt F1 ja F2 dimensiooni jaoks,

D1≈1.0-1.5 s,

D9≈60-100 ms (*mixing time*);

## 7. Tsükliliste asümmeetriliste ühendite puhul ka $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$ NOESY (noesygp1p):

RG=sama väärtus, mis  $^1\text{H}$  puhul rga-ga mõõdetud oli,

TD=F1 jaoks 128, 256 või 512; F2 jaoks 2k või 4k,

NS=8, 16 või rohkem,

DS=16,

AQ≈0.2-0.5 s,

SW seada selliseks, et kõik  $^1\text{H}$  signaalid jääksid spektrisse ning lisaks ± ~10%,

O1P – spektri keskpunkt F1 ja F2 dimensiooni jaoks,

D1≈1.5-2.5 s,

D8≈0.1-1.2 s (*mixing time*) (võid kontrollida kiirelt  $^1\text{H}$  spektri fid pealt,

kui kiiresti signaal on müra lähedale kustunud ja võtta sealt ca pool aega);

## 8. Töötle ja prindi kõik need spektrid pdf-failideks.

