

Примерна продължителност на едномерни и двумерни ЯМР-експерименти в зависимост от концентрацията на разтвореното вещество и използваната апаратура

Експеримент	DRX250 (QNP глава)				AV600 (BBO глава)					Спектрална точност FIDRES (Хц)
	Спектрална точност FIDRES (Хц)	молярност								
		0.1 M	0.05 M	0.01 M	0.05 M	0.025 M	0.01 M	0.005M	10 <sup>-5</sup> M*	
<b>1D</b>										
<sup>1</sup> H	0.13	1'	2' (16)	9' (128)	1' (16)	1' (16)	1' (16)	2' (32)		0.29
<sup>13</sup> C { <sup>1</sup> H}	0.45	9' (256)	37' (1024)	10h (16k)	6' (128)	35' (1024)	1h 9' (2048)	2h 17' (4k)		0.55
DEPT 135(90)	0.45	4' (96)	15' (256)	3h 36' (4k)	3' (48)	17' (400)	34' (800)	1h 7' (1600)		0.55
sel.NOE	0.15	10' (64)	26' (200)	3h 19' (1600)	4' (32)	18' (128)	36' (256)			0.29
<sup>31</sup> P { <sup>1</sup> H}	0.62		2' (32)							
<sup>31</sup> P	0.62		6' (128)							
<sup>19</sup> F { <sup>1</sup> H}	0.57		3' (32)							
<sup>19</sup> F	0.57		4' (128)							

- За настройка на хомогенността на магнитното поле са необходими от 5 до 10 минути за филтрирана проба в качествена кювета, а за настройка на точни честоти за различните ядра - около 2 минути за всяко ядро.
- Продължителността се измерва в минути (') или часове (в скоби е даден препоръчителният брой акумулации). Данните са валидни за чисто вещество с указаната молярност. Може да се направи оценка, че стойностите са препоръчителни за 80% от изследваните от нас проби. В зависимост от характеристиките на конкретната молекула, разтворител и т.н. е възможно експериментите да бъдат извършени както по-бързо, така и значително по-бавно.
- За качествен протонен спектър концентрацията като правило не бива да надвишава 0.05 M, а най-добре 0.01 M.

Експеримент	DRX250 (QNP глава)				AV600 (BBO глава)					Спектрална точност FIDRES (Хц)
	молярност									
	Спектрална точност FIDRES (Хц)	0.1 M	0.05 M	0.01 M	0.05 M	0.025M	0.01 M	0.005M	10 <sup>-5</sup> M*	
<b>2D</b>	F2/F1									F2/F1
<i>cosy qf</i> 2k/128	1.2/20	5' (1)	9' (2)	24' (4)	7'34" (1)	7'34" (1)	7'34" (1)	15" (2)		3.5/28
<i>noesy ph</i> 1k/256	2.5/10	28' (2)	1h (4)	4h (16)	42' (2)	1h 22' (4)	1h 22' (4)	2h 43' (8)		3.8/30
<i>tocsy ph</i> 2k/256	1.2/10	1h 27' (8)	2h 52' (16)	8h 33' (48)	1h 18' (8)	1h 18' (8)	1h 18' (8)	1h 18' (8)		3.5/28
<i>hmqc qf</i> 1k/128	3/94	16' (4)	30'/1h (8/16)	4h (64)	29' (4)	58' (8)	58' (8)	2h 58' (>32)		3.5/112
<i>hmqc ph</i> 2k/200	3/60	25' (4)	50'/100' (8/16)	6h 40' (64)	23' (4)	45' (8)	45' (8)	-		3.5/112
<i>hsqcedsi ph</i> 2k/200	3/60	12' (2)	48' (8)	3h 5' (32)	15' (2)	15' (2)	30' (4)	2h (16)		3.5/112
<i>hmhc qf</i> 2k/128	1.2/120	20' (4)	2h 44' (32)	5h 28' (64)	17'/33' (2/4)	33'/1h 4' (4/8)	2h 8' (16)	4h 38' (>48)		1.5/141

- За добър NOESY спектър (или селективния му еквивалент) при „малки“ молекули пробата следва да е дегазирана (посредством продухване със сух азот или аргон за около 10 минути) и количеството разтворено вещество да е около 30 мг. Определяне на оптималното време на смесване отнема допълнително около 5 минути.
- В хетерокорелационните експерименти през една връзка – *hsqced* е възможно изкривяване на фазата на сигналите, което е указание за наличие на <sup>1</sup>J<sub>CH</sub> константи извън стандартния интервал от 125-160 Хц.
- Времето, указано по-горе не включва обработката на спектъра. Препоръчваме спектрите, които се теглят по мрежата да бъдат обработени (процесирани) на локалния компютър, за да може спектърът да отговаря точно на оригиналната интерферограма (FID/ЗСИ). След това следва да се извърши окончателна калибровка и корекция на фазите.
- С *ph* са означени фазово-чувствителните варианти на експериментите, а с *qf* – тези които не са.
- За означените със \* концентрации се препоръчва използване на разтворител с по-високо съдържание на деутерий и кювети с по-високо качество от стандартно използваните от нас Norell 507-HP.