

固体核磁高分辨 ^1H 2D 同核相关测试方法

本资料详细介绍使用 wPMLG 测量 ^1H 2D SQ/SQ 和 DQ/SQ 同核相关谱的优化及数据处理方法。

仪器: 400MHz JNM-ECZ400R/S 谱仪

探头: 3.2mm HX 探头

样品: L-Tyrosine · HCl 样品装入 3.2mm 转子, 样品前后加装 Spacer

1. ^1H SQ/ ^1H SQ 相关测定及数据处理

脉冲: wPMLG5_zrot.jxp, wpmlg5_exchange_2d.jxp

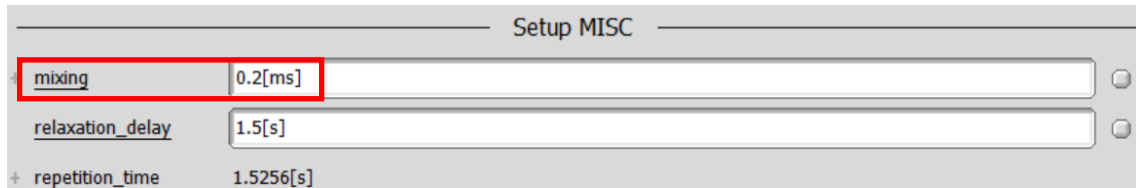
Spin 12kHz

- 1-1. 固体氢谱 90 度脉宽确认, 魔角确认。
- 1-2. 优化 wPMLG5_zrot.jxp 脉冲, 测定 ^1H 同核去耦。详细请参考【固体高分辨 ^1H 同核去耦测试方法】。
- 1-3. 把优化后的 wPMLG5_zrot.jxp 参数 x_offset , t_w 和 $cycle_time$ 值写入 wpmlg5_exchange_2d.jxp 脉冲中, lg_loop 改为 4, y_points 64 or 128 (点数大, Y 轴分辨率高, 测定时间变长), $relaxation_delay$ 一般 1.5s 足够。

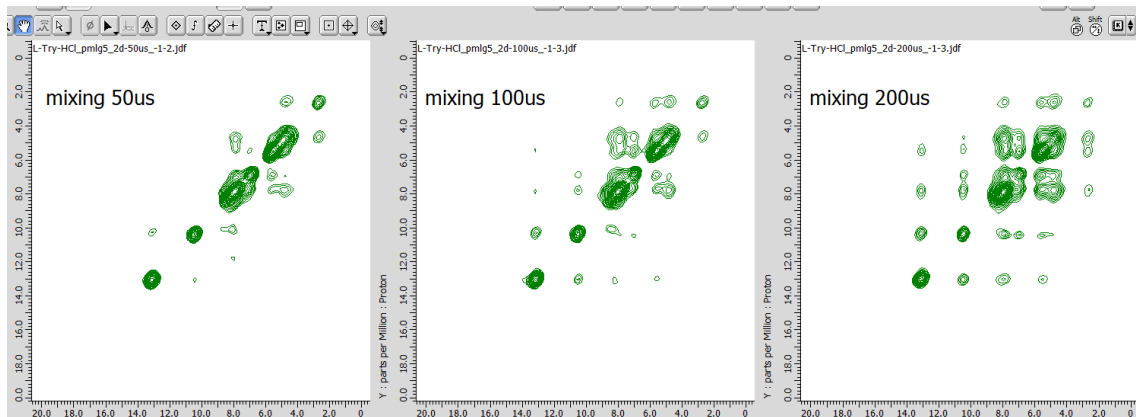
x_domain	Proton
x_offset	13[ppm]
x_sweep	20[kHz]
x_points	512

t_w	4.8[us]
stripes	5
cycle_time	16[us]
obs_width_pmlg	1.12[us]
obs_phs_last	208
acq_time	8.192[ms]
lg_loop	4
y_points	128
acq_time_x	8.192[ms]
acq_time_y	8.192[ms]
Setup MISC	
mixing	0[s]
relaxation_delay	1.5[s]
repetition_time	1.5128[s]

1-4. 调整 mixing 时间得到不同距离的 SQ/SQ 结果。

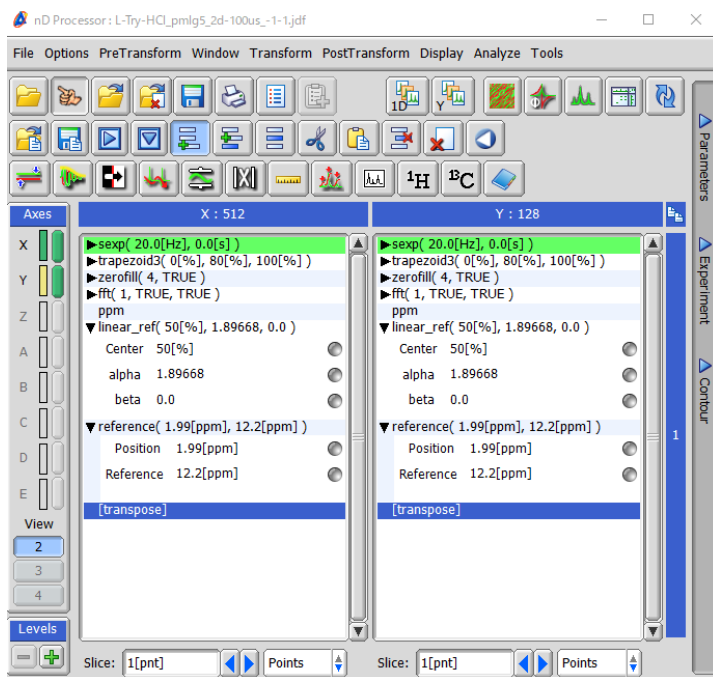


mixing 可以设定为 50us, 0.1ms, 0.2ms 等分别看相关结果的变化。



1-5. 数据处理

数据处理中的 linear_ref 和 Reference 的填写方法请参考资料【固体高分辨 ^1H 同核去耦测试方法】中的数据处理方法。



2. ^1H DQ/ ^1H SQ 相关测定及数据处理

脉冲: wPMLG5_zrot.jxp, postc7_wpmlg5_2d.jxp

Spin 12kHz

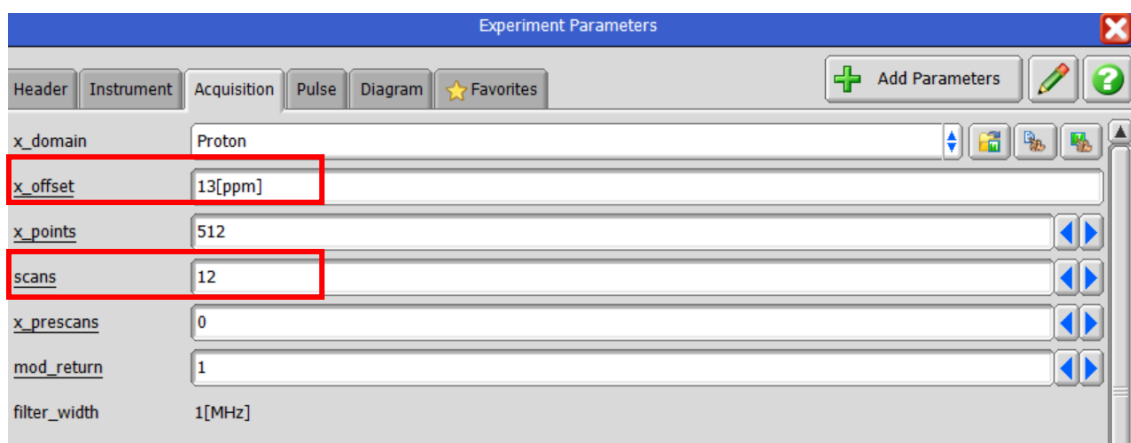
2-1. 固体氢谱 90 度脉宽确认, 魔角确认。

2-2. 优化 wPMLG5_zrot.jxp 脉冲, 测定 ^1H 同核去耦。详细请参考 【固体高分辨 ^1H 同核去耦测试方法】。

2-3. 优化 postc7_wpmlg5_2d.jxp 中 obs_amp_c7 参数

把 2-2 优化后的 wPMLG5_zrot.jxp 参数 x_offset, t_w, cycle_time 和 spinning_freq (样品转速) 值写入 postc7_wpmlg5_2d.jxp 脉冲, scans 设为 12, y_points 设为 1, relaxation_delay 一般 1.5s 足够。

对 obs_amp_c7 进行 array 测定, 40%~80% 间隔 5%即可。



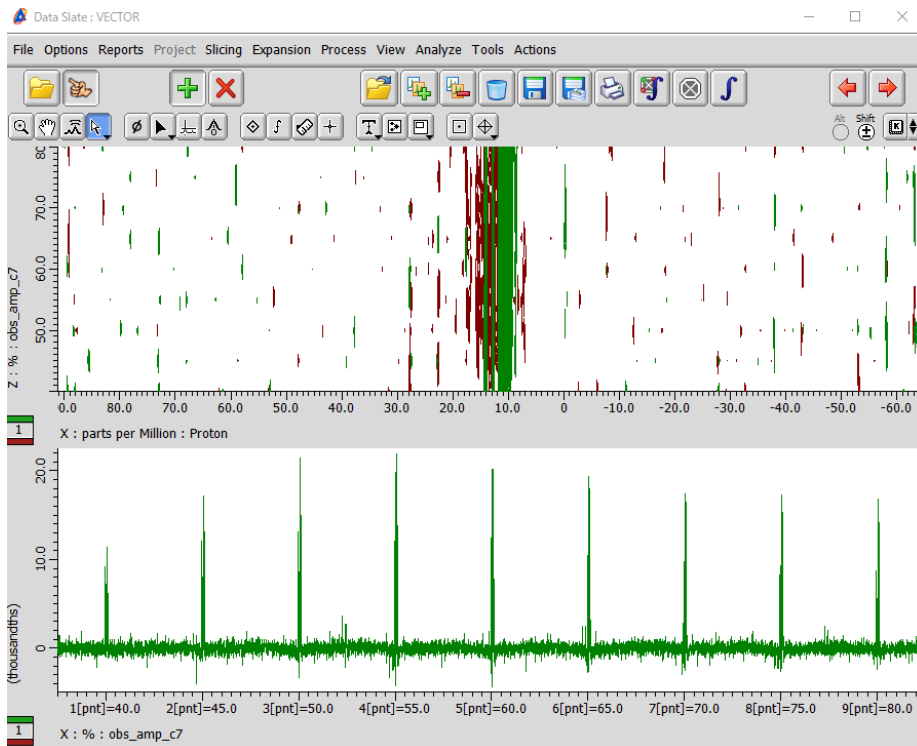
Setup PMLG

obs_amp_pmlg	100[%]	obs_amp_pulse
obs_atn_pmlg	2[dB]	xatn
t_w	5.2[us]	
stripes	5	
cycle_time	16[us]	
obs_width_pmlg	1.08[us]	
obs_phs_last	208	
acq_time	8.192[ms]	
lg_loop	1	
y_points	1	
acq_time_x	8.192[ms]	
acq_time_y	16[us]	

Setup post_c7

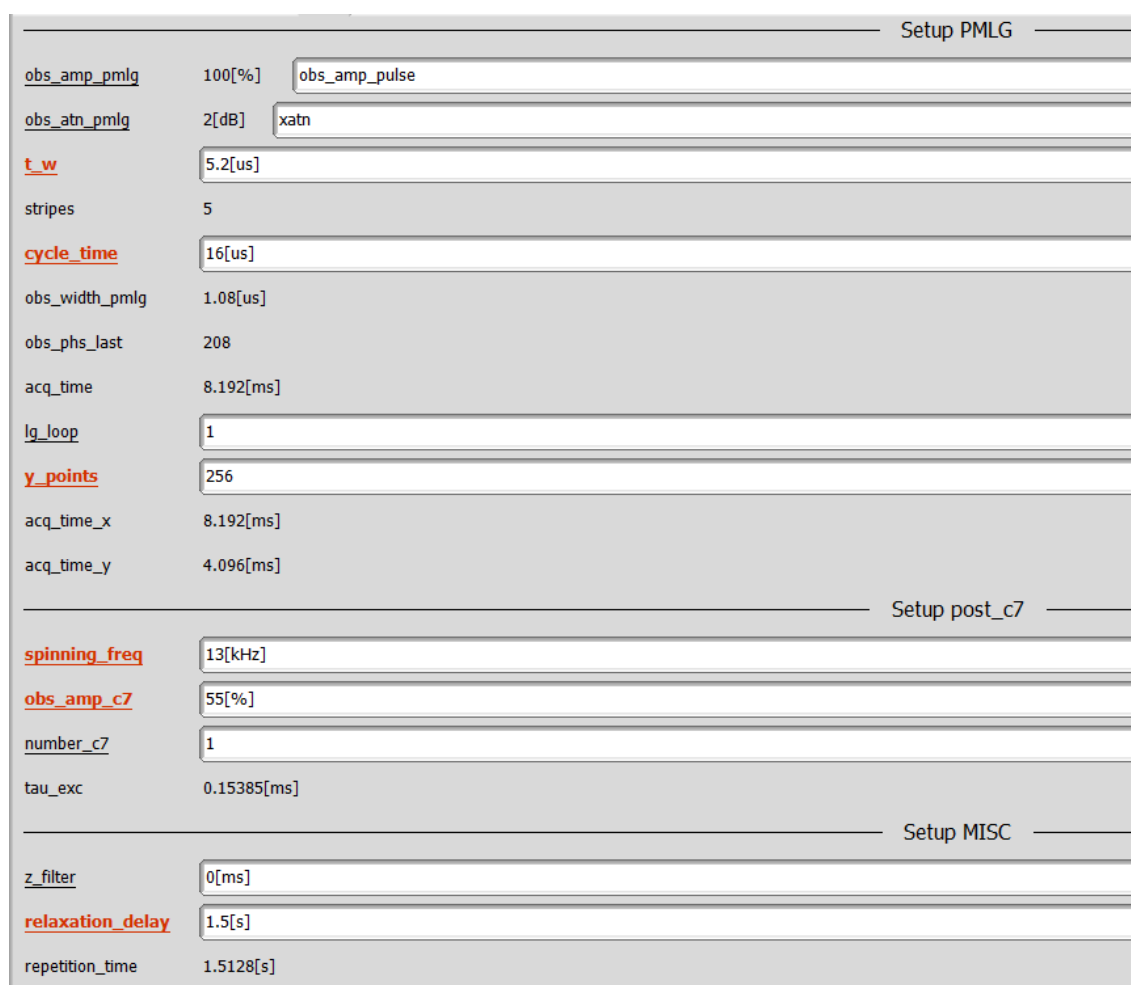
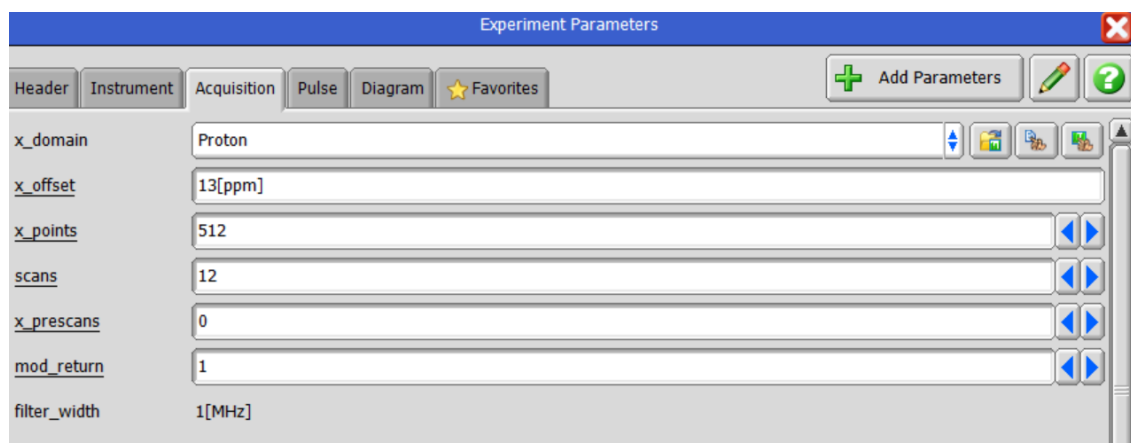
spinning_freq	13[kHz]	
obs_amp_c7	z_acq (40[%]..80[%] : 5[%])	z_acq 40[%]..80[%] : 5[%]
number_c7	1	

下图为 array 的结果，图中可以看出 55%时信号最大。



2-4. 正式测定

使用优化后的 `obs_amp_c7` 参数, 把 `y_points` 设定为 256 or 512 (点数大, Y 轴分辨率高, 测定时间变长)



2-5. 数据处理

数据处理中 x 轴的 linear_ref 和 Reference 的填写方法请参考资料【固体高分辨 ^1H 同核去耦测试方法】中的数据处理方法。

Y 轴处理中

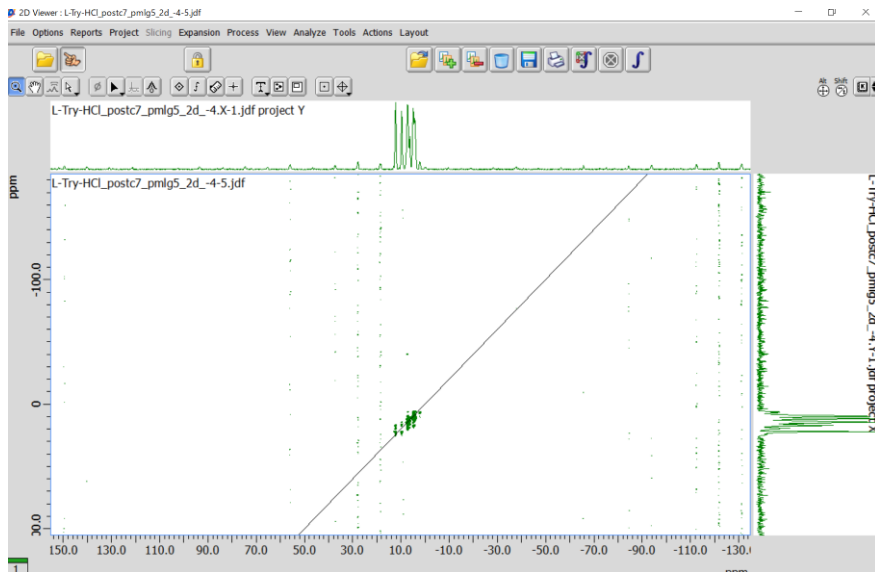
1. reference 为负的转速
2. Linear_ref Center 为 x_offset 的两倍
3. reference 为 X 轴中 reference 的两倍
4. draw_line 为画线

The screenshot displays the software interface for NMR data processing. The X-axis parameters are listed on the left, and the Y-axis parameters are listed on the right. The X-axis parameters include a linear_ref block with Center 50[%], alpha 1.8554, and beta 0.0. The Y-axis parameters include a reference block with Position 0[kHz] and Reference -13[kHz], and a linear_ref block with Center 26[ppm], alpha 1.8554, and beta 0.0. Red numbers 1, 2, 3, and 4 are placed next to the Reference, linear_ref, reference, and draw_line blocks respectively. The interface also shows a toolbar with various icons and a 'View' section with buttons for 2, 3, and 4.

X 轴

Y 轴

结果



扩大后

