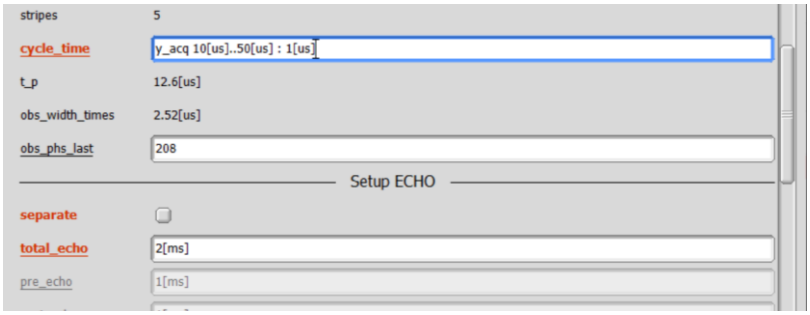
固体核磁高分辨 1H 同核去耦测试方法

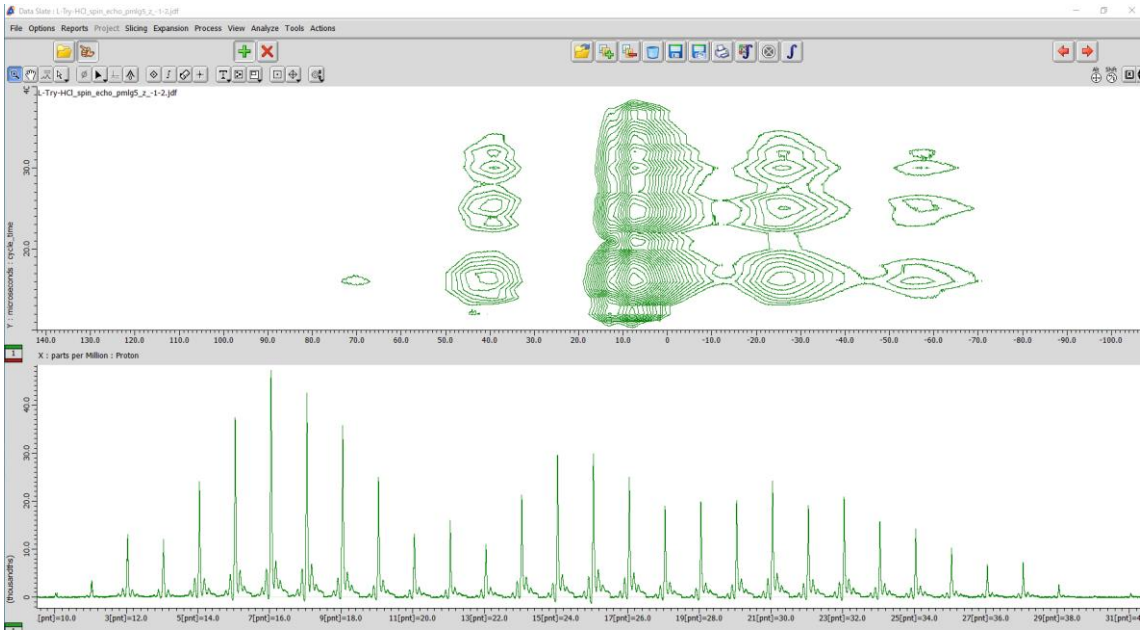
本资料详细介绍 wPMLG5_zrot 脉冲的优化方法及数据处理方法。，同时会简单的介绍 wPMLG3 和 wPMLG3_zrot 的主要优化参数

仪器：400MHz 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
脉冲：wPMLG5_zrot.jxp
Spin 12kHz

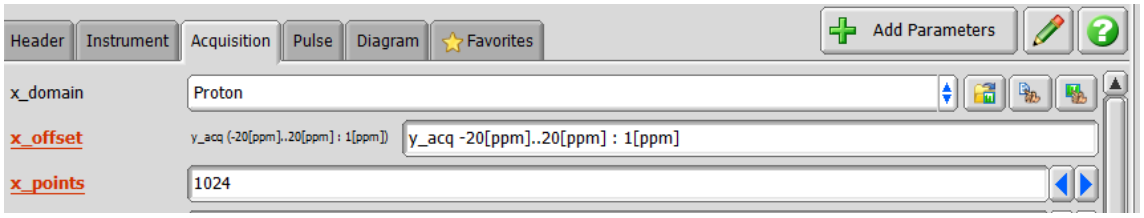
1. 固体氢谱 90 度脉宽确认，魔角确认。
2. cycle_time 优化。 使用脉冲 pmlg_echo_t2.jxp （也可直接用 wPMLG5_zrot.jxp）从 10us-50us array 测定。



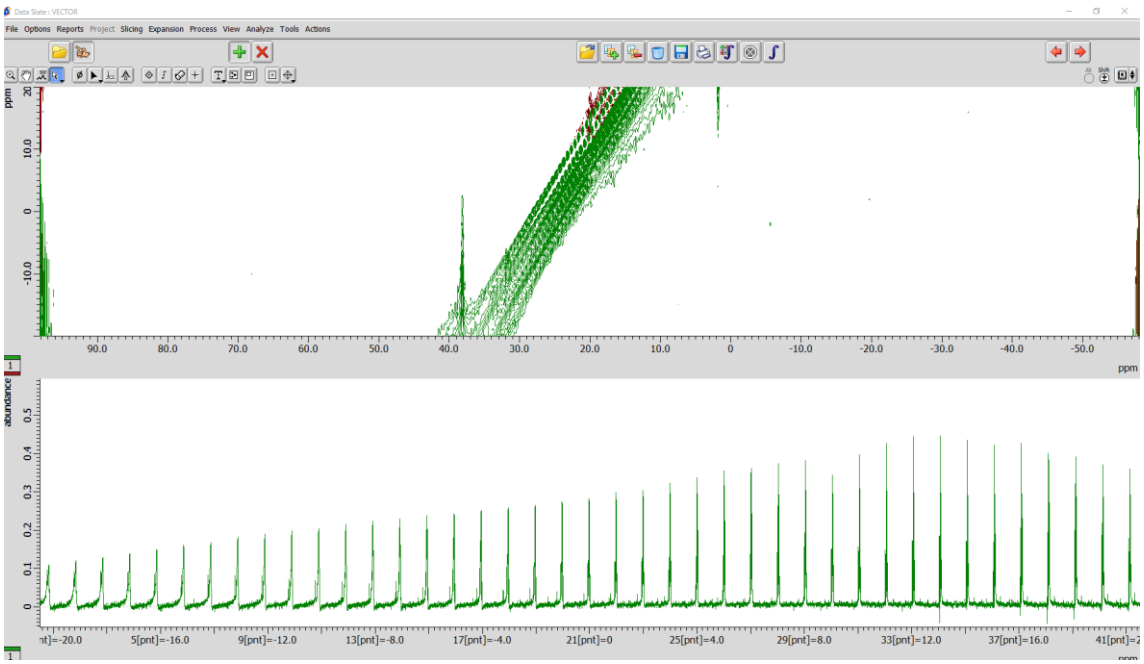
结果如下，选信号最高的峰作为 cycle_time



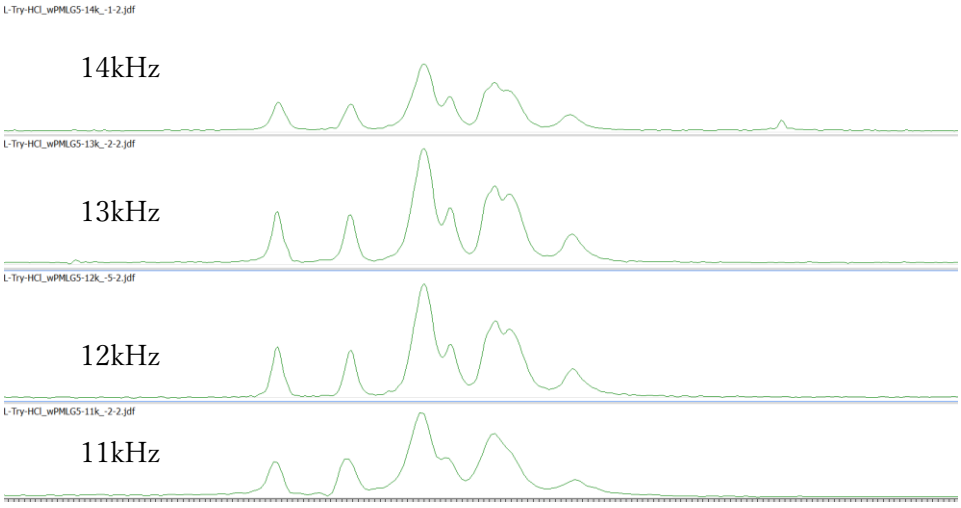
3. 优化 x_offset。 使用脉冲 pmlg_echo_t2.jxp （也可直接用 wPMLG5_zrot.jxp）从-20ppm-20ppm array 测定。



结果如下，选取下图中信号最高的峰作为 x_offset 最优条件



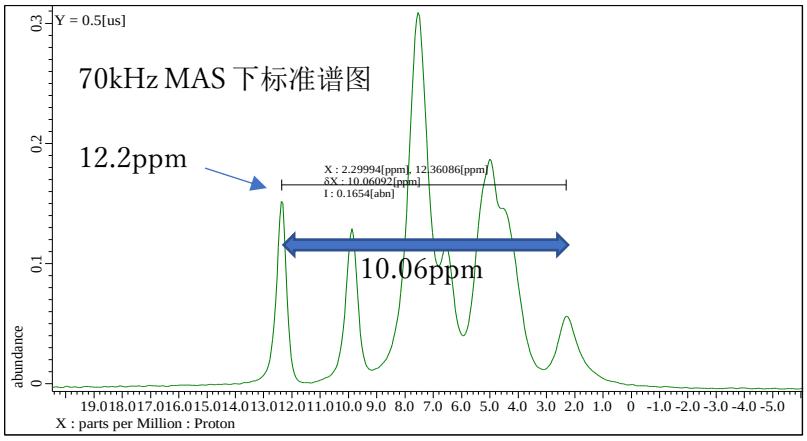
4. 优化转速，选择最高分辨率的转速。 使用脉冲 wPMLG5_zrot.jxp



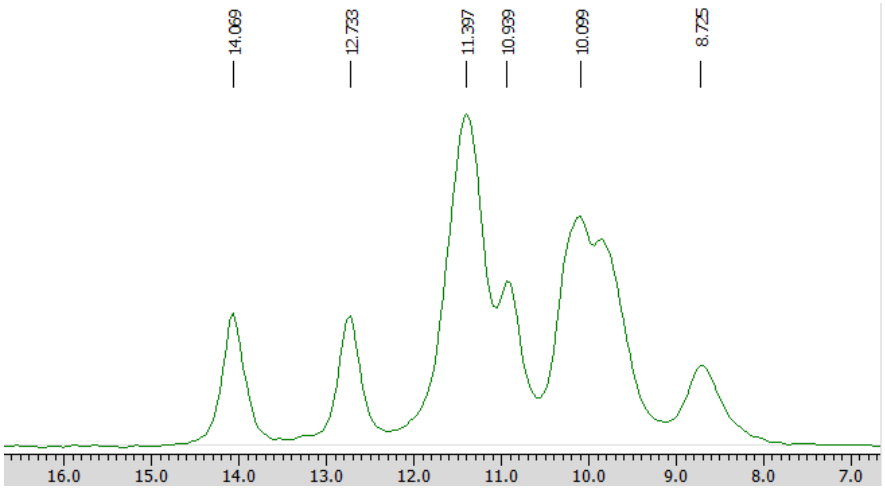
上图可以看出 13kHz 时效果最好

数据处理

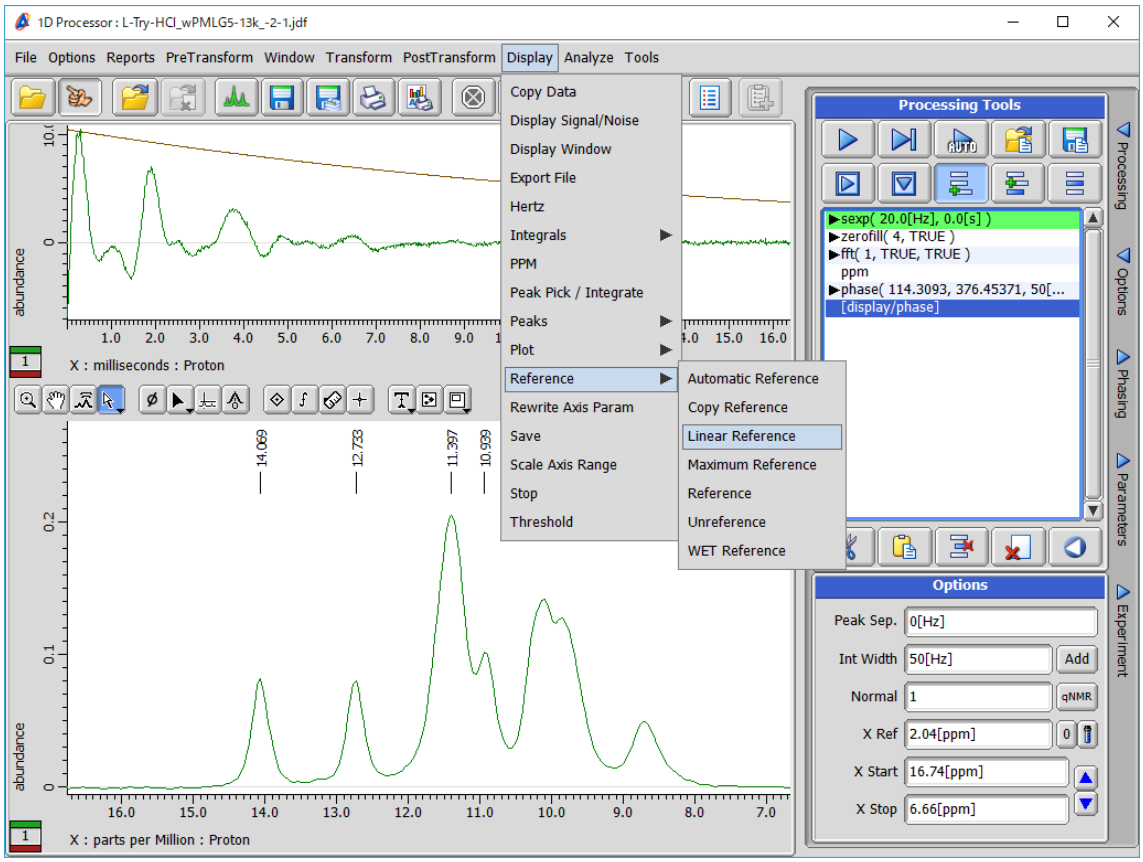
同核去耦实验会使谱图缩小，而且不同测试条件缩小系数都不同，所以每次测试前都建议要用标样进行测试，得到伸缩系数，然后对谱图进行校准。



上图为 70kHz 超高转速下单脉冲谱图，谱图不会有缩减，通过和下图的对比可以算出缩减系数。同时可以通过此图进行定标。上图最低场峰 12.2ppm，最高场峰和最低场峰之间宽 10.06ppm

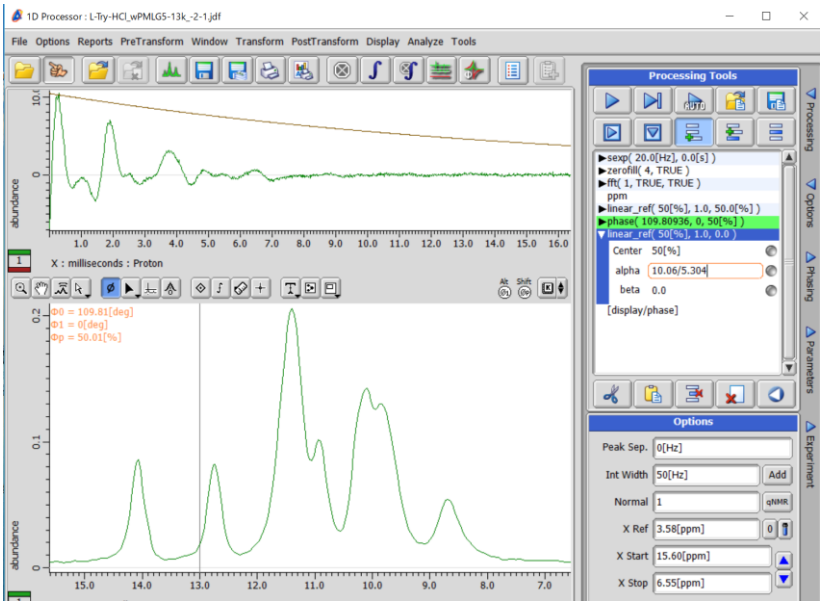


上图为本次 13kHz 时的结果，最高场峰和最低场峰之间宽 14.029-8.725=5.304ppm 所以谱图处理时需要放大 10.06/5.304 倍，最后把低场峰定标为 12.2ppm。



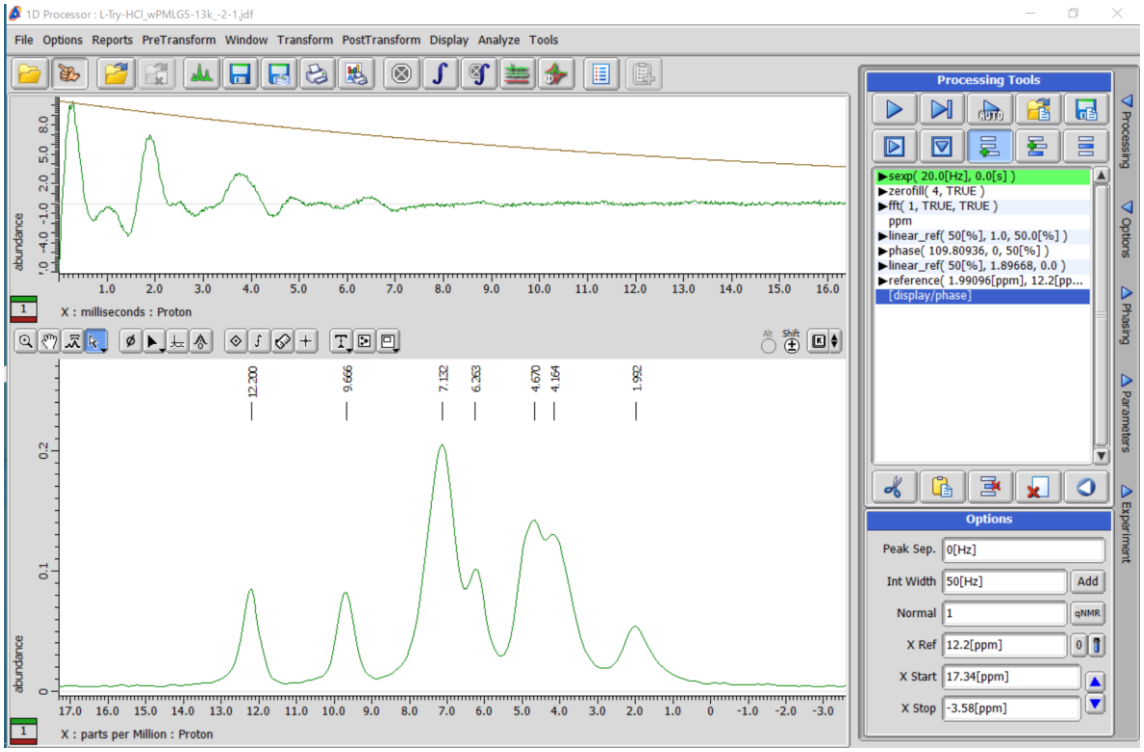
实际操作，

1. 按上图调好相位
2. 添加 Linear Reference, alpha 里输入 10.06/5.304， 再点执行



执行

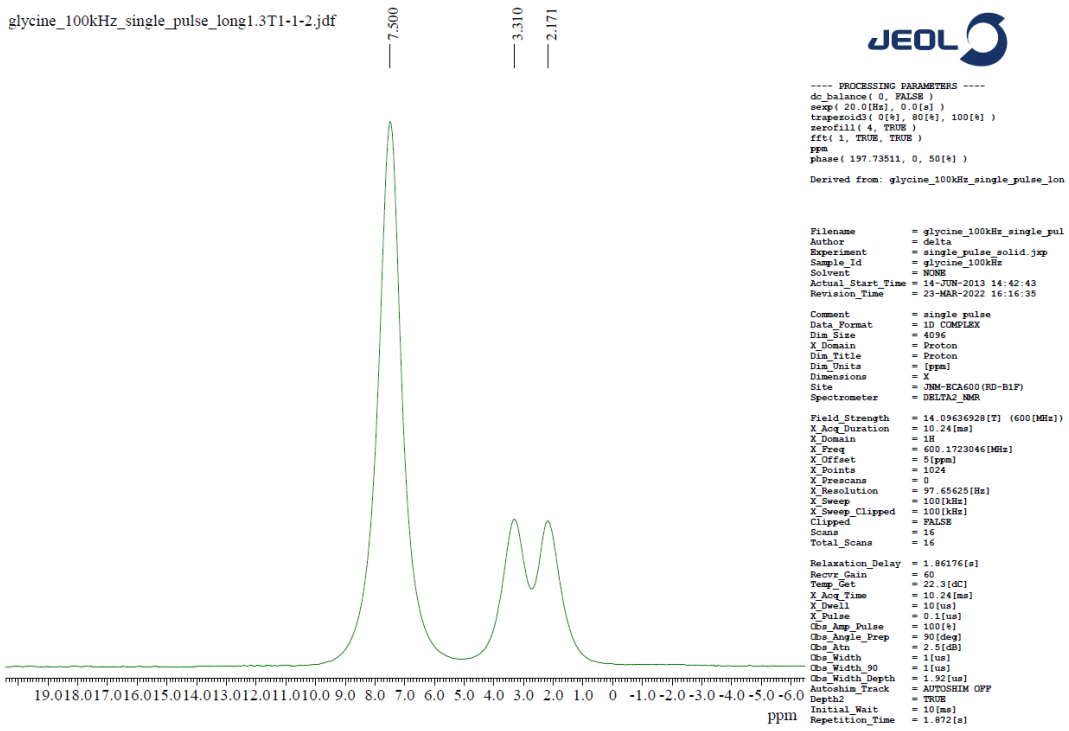
3. 把最低场峰定标为 12.2ppm



上图为数据处理后的最终谱图。

其它

wpmlg3 和 wpmlg3_zrot 优化

1. 优化 obs_width_nominal90，看信号强度随该值的变化，选信号最大值时参数。
2. 优化 obs_width_lg_element，看信号强度随该值的变化，选信号最大值时参数。
3. 优化 x _offset，看信号强度随该值的变化，选信号最大值时参数。
4. 优化转速，选择分辨率最好的转速。
5. 数据处理，参考上文 wpmlg5_zrot 数据处理。

Glycine100kHz 时谱图，可当作标准谱图使用。