

NMR data processing software

Delta

NMR Software

v5.0



HFX探头一维实验测定说明



实验硬件要求：HFX探头

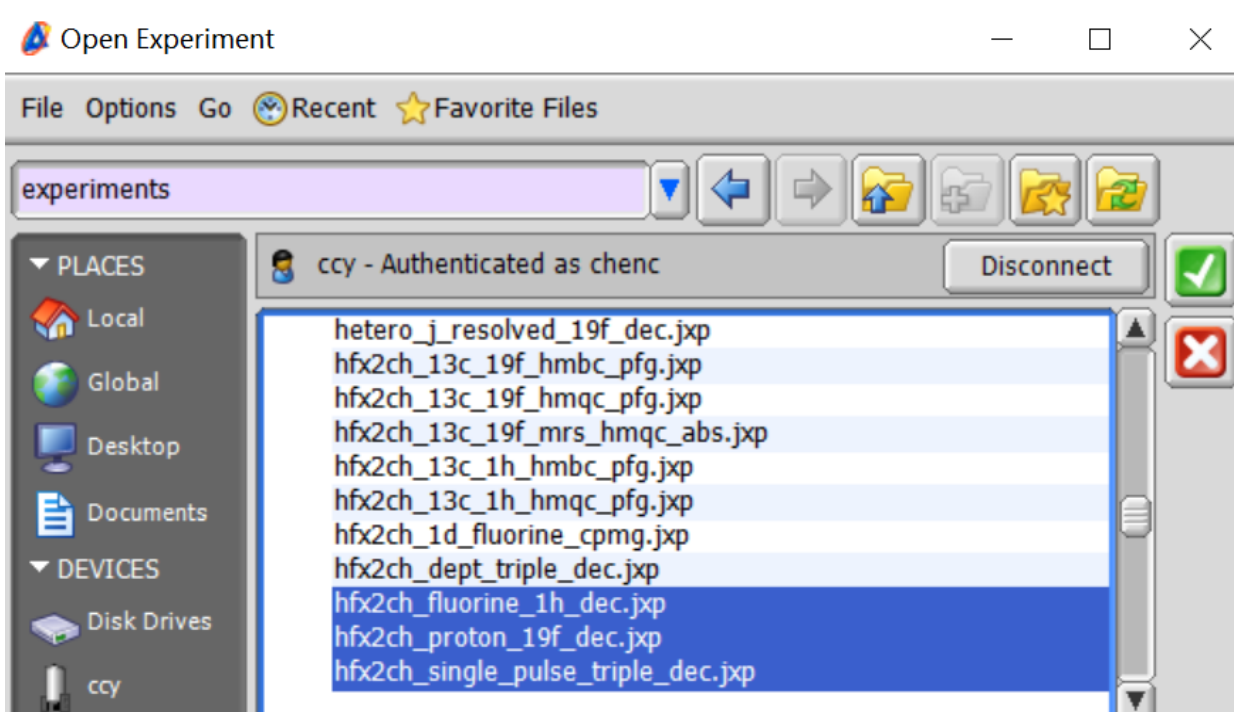
(此处仅介绍常用的双通道三共振实验)

➤ 脉冲选择：打开所有实验Global→hfx2ch→

(1) 对 ^1H 去耦的 ^{19}F 谱：hfx2ch_fluorine_1h_dec.jxp

(2) 对 ^{19}F 去耦的 ^1H 谱：hfx2ch_proton_19f_dec.jxp

(3) 同时对 ^1H 和 ^{19}F 去耦的其他 (^{13}C 或 ^{31}P 等) 谱：hfx2ch_single_pulse_triple_dec.jxp



(1) 对 ^1H 去耦的 ^{19}F 谱参数

➤ **Acquisition:** 中心频率、谱宽、点数及扫描次数根据 ^{19}F 信号设定。

Parameter	Value
x_domain	Fluorine19
<u>x_offset</u>	-100[ppm]
<u>x_sweep</u>	400[ppm]
<u>x_points</u>	32768
<u>scans</u>	16
x_prescans	4
mod_return	1
x_acq_time	0.21777[s]
x_resolution	4.59193[Hz]

根据实际样品的出峰情况，调整offset和sweep，谱宽越小去耦效果越好。

(1) 对 ^1H 去耦的 ^{19}F 谱参数

- **Pulse:** 根据氢谱信号分布范围设定合适的`irr_offset`，一般使用默认设置就可以。



The screenshot shows the 'Pulse' tab in a software interface. The title bar of the tab is 'irr_decoupling'. The parameters are listed as follows:

Parameter	Value	Unit	Input Field
<code>irr_noe</code>	<input checked="" type="checkbox"/>		
<code>irr_decoupling</code>	<input checked="" type="checkbox"/>		
<code>irr_domain</code>	Proton		
<code>irr_noise</code>	WALTZ		
<code>irr_atn_noe</code>	79	[dB]	<code>irr_atn_lo</code>
<code>irr_offset</code>	5	[ppm]	<code>irr_offset_default</code>

The `irr_offset` parameter and its value '5' are circled in red. A red note next to the input field for `irr_offset_default` reads '输入时注意单位' (Pay attention to units when inputting).

(2) 对 ^{19}F 去耦的 ^1H 谱参数设定

➤ ^1H 采样参数与普通氢谱相同:

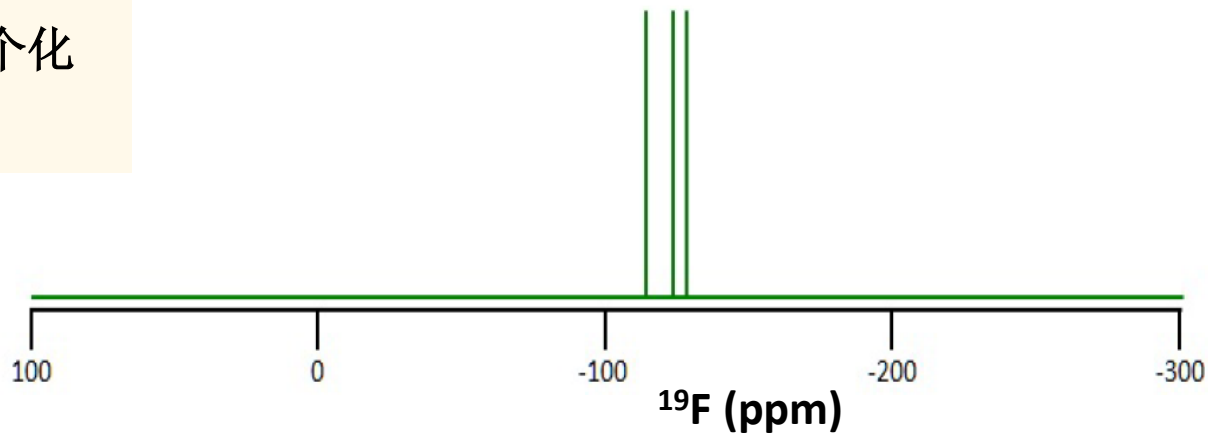
Header	Instrument	Acquisition	Pulse	Diagram	★ Favorites
x_domain		Proton			
<u>x_offset</u>		5[ppm]			
<u>x_sweep</u>		15[ppm]			
<u>x_points</u>		16384			
<u>scans</u>		16			
<u>x_prescans</u>		4			
<u>mod_return</u>		1			
x_acq_time		2.73215[s]			
x_resolution		0.36601[Hz]			

➤ 对 ^{19}F 去耦参数设定

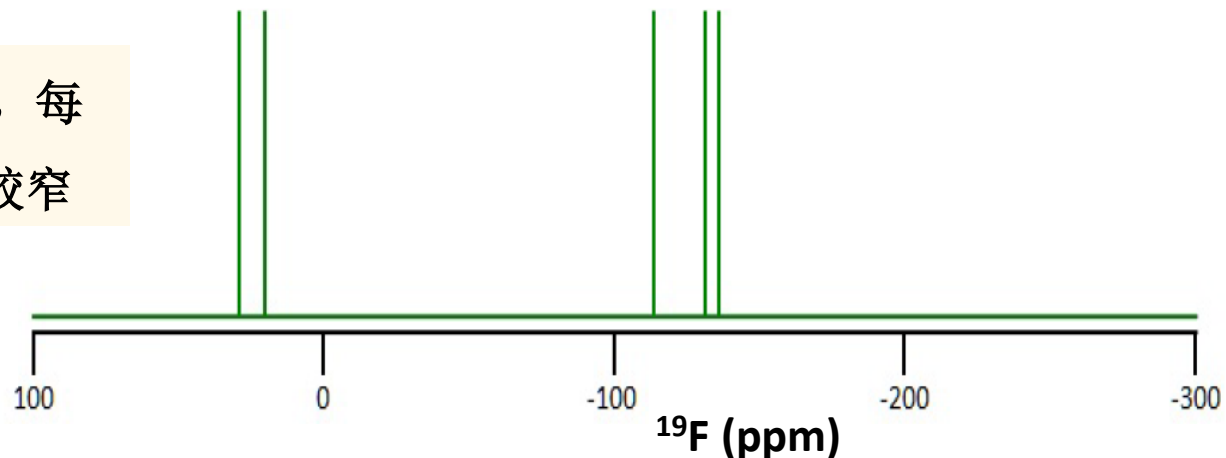
设定去耦参数前需要先测氟谱，然后根据氟谱出峰位置和类型使用不同的去耦参数

按照 ^{19}F 谱出峰位置及范围分为以下两类：

①：信号集中分布在某一个化学位移范围内

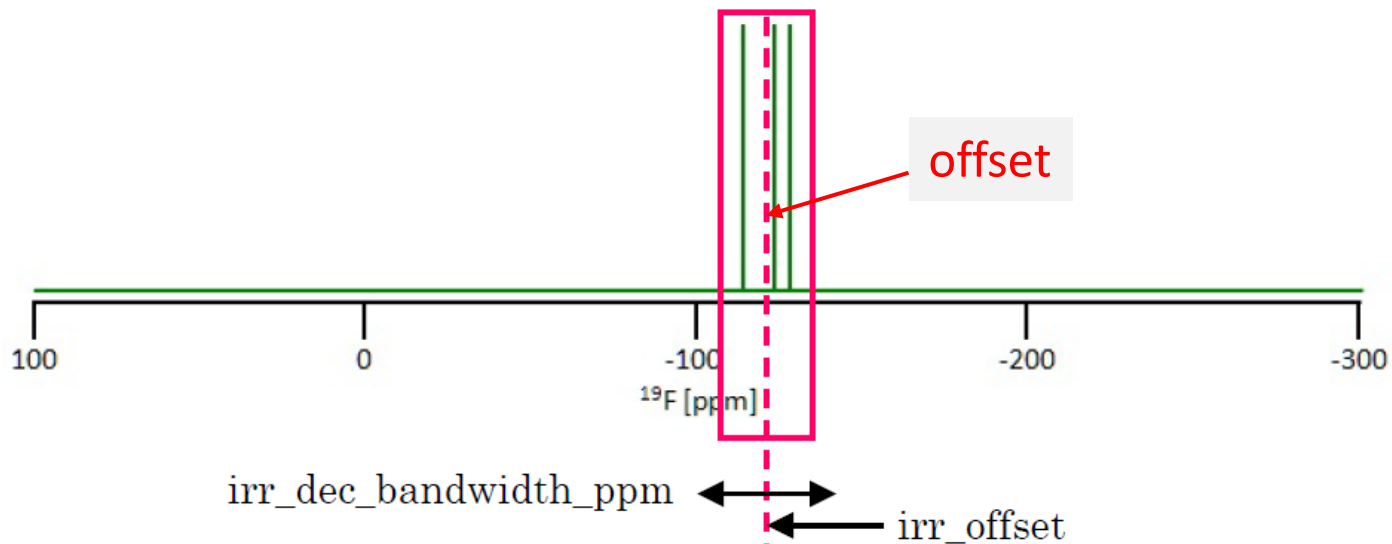


②：信号分布在多个区域，每个区域的化学位移范围比较窄



➤ 对应分类的参数设定:

①: 信号集中分布在某一个化学位移范围内



irr_decoupling

irr_decoupling

irr_domain Fluorine19

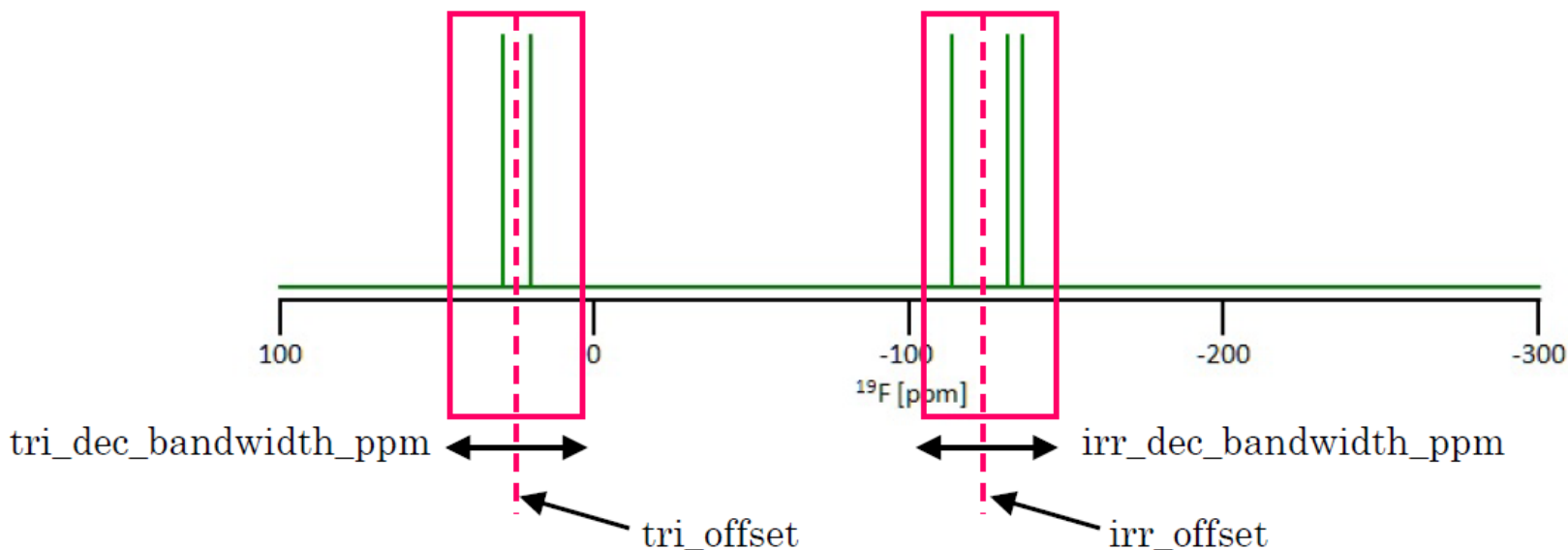
irr_noise BUSS ← 选择BUSS或CW

irr_offset -100[ppm] irr_offset_default ← 输入offset

irr_wurst_b1_default 5[kHz]

irr_wurst_b1 5[kHz] irr_wurst_b1_default

②：信号分布在多个区域，每个区域的化学位移范围比较窄



irr_decoupling		tri_decoupling	
irr_decoupling	<input checked="" type="checkbox"/>	tri_decoupling	<input checked="" type="checkbox"/>
irr_domain	Fluorine19	tri_domain	Fluorine19
irr_noise	BUSS	tri_noise	BUSS
irr_offset	-100[ppm] <input type="text" value="irr_offset_default"/>	tri_offset	-100[ppm] <input type="text" value="tri_offset_default"/>
irr_wurst_b1_default	5[kHz]		5[kHz]
irr_wurst_b1	5[kHz] <input type="text" value="irr_wurst_b1_default"/>		5[kHz] <input type="text" value="tri_wurst_b1_default"/>

选择BUSS

输入各自的offset

(3) 同时对 ^1H 、 ^{19}F 去耦的实验参数设定（以 ^{13}C 谱为例）

➤ ^{13}C 采样参数与普通碳谱相同：

Header	Instrument	Acquisition	Pulse	Diagram	★ Favorites
<u>x_domain</u>		Carbon13			
<u>x_offset</u>		100[ppm]			
<u>x_sweep</u>		250[ppm]			
<u>x_points</u>		32768			
<u>scans</u>		1000			
<u>x_prescans</u>		4			
<u>mod_return</u>		1			
<u>x_acq_time</u>		1.30387[s]			
<u>x_resolution</u>		0.76695[Hz]			

其他谱在此处修改原子核

➤ 对¹H去耦参数:

一般用默认设置

irr_decoupling

irr_noe	<input checked="" type="checkbox"/>	
irr_decoupling	<input checked="" type="checkbox"/>	
irr_domain		Proton
irr_noise		WALTZ
<u>irr_atn_noe</u>	79[dB]	irratn_lo
<u>irr_offset</u>	5[ppm]	irr_offset_default

➤ 对¹⁹F去耦参数:

设定去耦参数前需要先测氟谱，然后根据氟谱出峰位置和类型使用不同的去耦参数

同样按照前面所述¹⁹F谱出峰位置及范围分类

如有两个出峰区域可依次在tri_decoupling/qua_decoupling中设置

The image shows two side-by-side screenshots of the Bruker pulse program parameter interface. The left screenshot is for 'tri_decoupling' and the right is for 'qua_decoupling'. Both have 'noe' and 'decoupling' checkboxes checked. The 'domain' is set to 'Fluorine19' and 'noise' is set to 'BUSS'. The 'atn_noe' is set to 79[dB]. The 'offset' is set to 'tri_offset_default' in the left panel and '-150[ppm]' in the right panel. A red text box with arrows points to the 'tri_noise' field, stating '选择去耦方式 一般用BUSS'. Another red text box with arrows points to the 'tri_offset_default' and 'qua_offset' fields, stating '输入offset'.

Parameter	Value
tri_noe	<input checked="" type="checkbox"/>
tri_decoupling	<input checked="" type="checkbox"/>
tri_domain	Fluorine19
tri_noise	BUSS
tri_atn_noe	79[dB]
tri_offset	tri_offset_default
qua_noe	<input checked="" type="checkbox"/>
qua_decoupling	<input checked="" type="checkbox"/>
qua_domain	Fluorine19
qua_noise	BUSS
qua_atn_noe	79[dB]
qua_offset	-150[ppm]

去耦方式的选择及offset设定会对去耦效果有明显的影响，测试中可优化实验条件获取最佳去耦谱图。