

NMR data processing software

**Delta**

NMR Software

v5.0

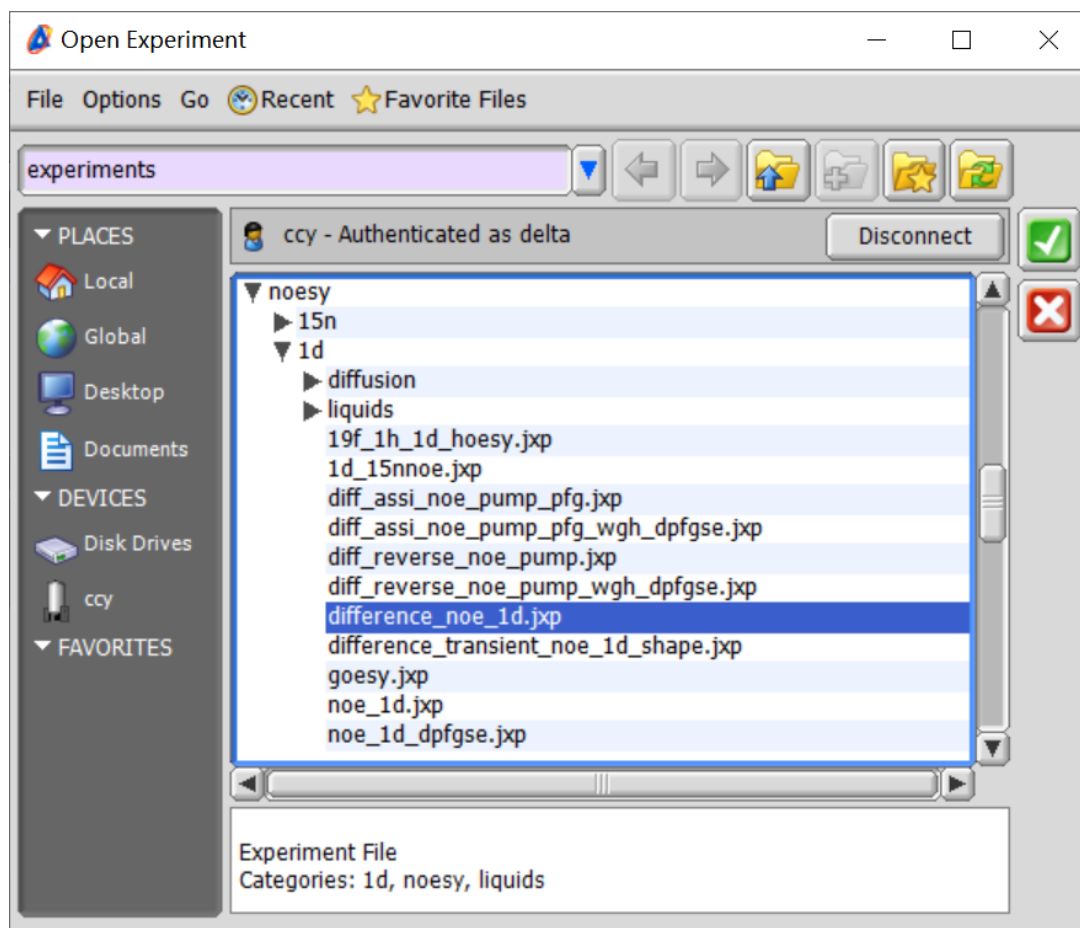


# NOE实验测定



# 1. NOE差谱测定

- NOE差谱一般选择的脉冲序列为：**difference\_noe\_1d.jxp**



➤ 打开编辑，修改实验参数

Experiment Parameters

Header Instrument Acquisition Pulse Diagram Favorites

+ Add Parameters ?

x\_domain Proton

x\_offset 5[ppm]

x\_sweep 15[ppm]

x\_points 16384

scans 16 → 扫描次数必须为16的倍数

Experiment Parameters

Header Instrument Acquisition Pulse Diagram Favorites

+ Add Parameters ?

Irr Pulse

irr\_domain Proton x\_domain

irr\_atn\_default 77.17111[dB]

attenuator 77.17111[dB] irr\_atn\_default

on\_resonance 0[ppm] → 待激发的信号的化学位移

off\_resonance -10[ppm] → 信号以外某处的化学位移

noe\_buildup 5[s] → T1值的5倍以上，此参数对于测试结果影响较大，建议先测T1值

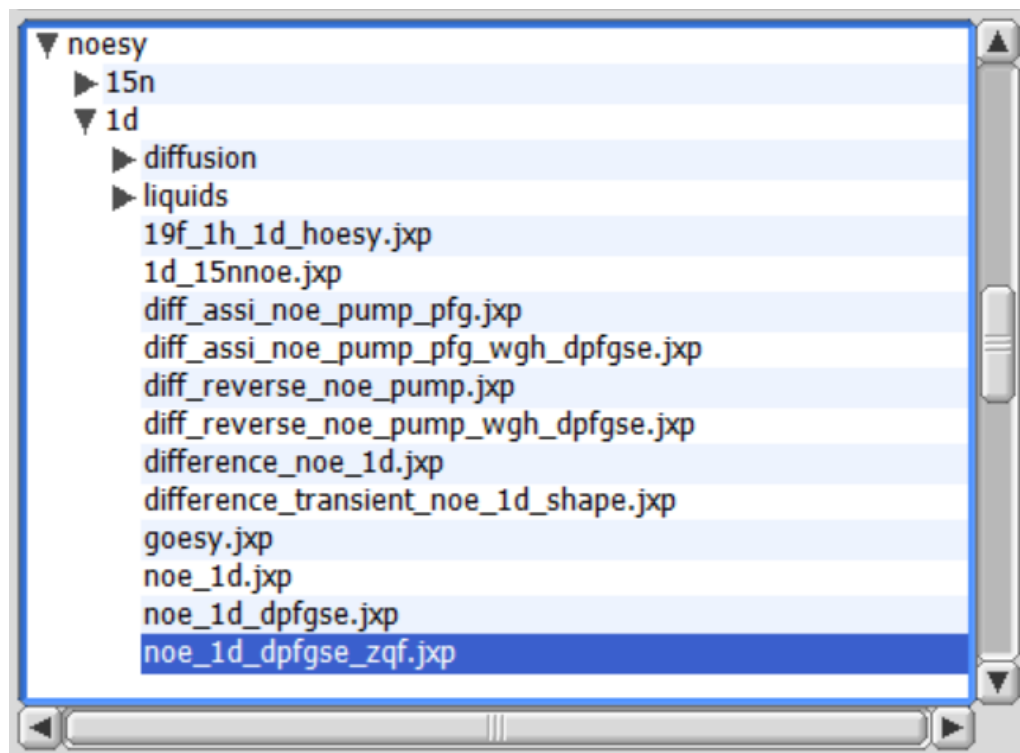
Pulse Delay

relaxation\_delay 2[s] → 大约为T1值的1.3倍

repetition\_time 4.73215[s]

## 2. 1D NOESY谱测定

- 一维NOESY谱与NOE差谱的差别为产生NOE的方式不同。NOE差谱对于具有较弱的NOE效应的分子，常常会被残存的信号弄得模糊不清，采用脉冲梯度场能较好地抑制不需要的信号，**dpfgse**为双脉冲梯度场自旋回波法，选择性激发多重峰时，所期望的NOE效应可以不受其他信号干扰，得到无相位失真的谱图。
- 1D NOESY谱常用的脉冲序列为：**noe\_1d\_dpfgse\_zqf.jxp**



➤ 打开编辑，修改实验参数

Experiment Parameters

Header Instrument Acquisition Pulse Diagram ★ Favorites + Add Parameters ?

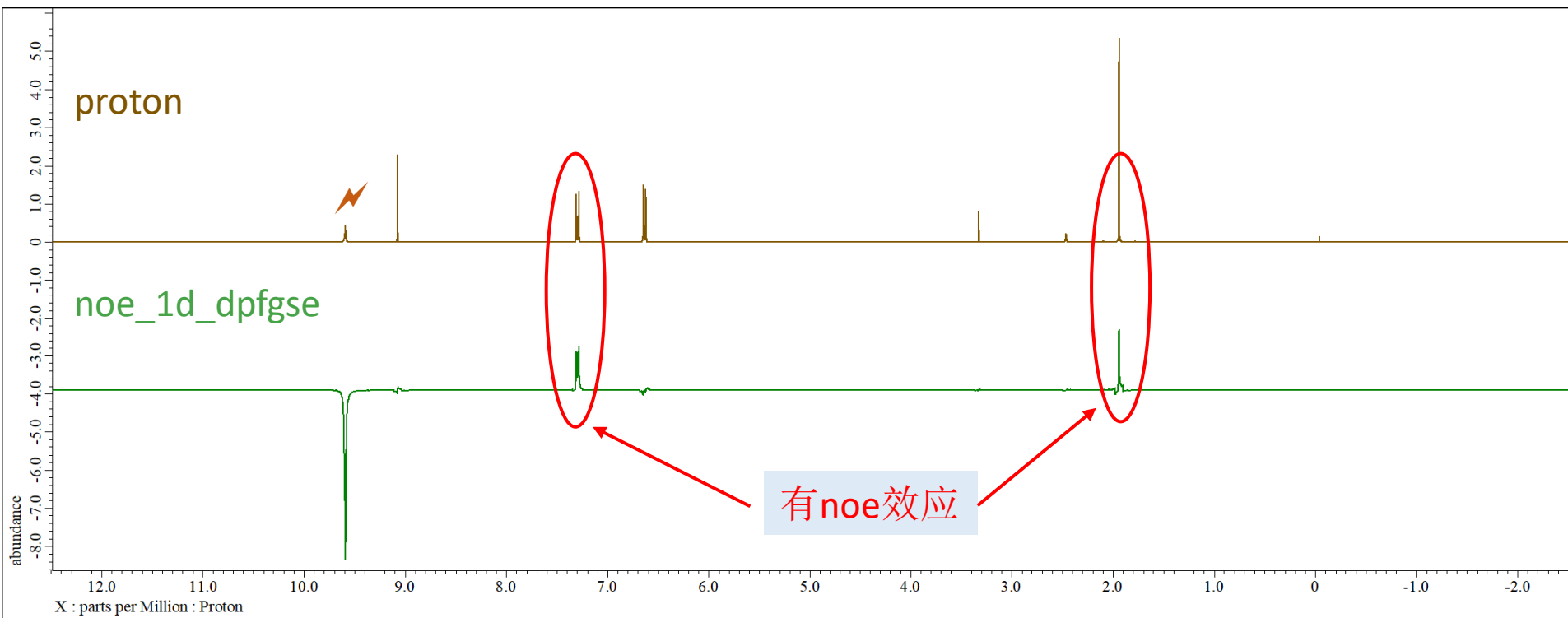
x_domain	Proton
x_offset	5[ppm]
x_sweep	15[ppm]
x_points	16384
scans	16 → 扫描次数为16的倍数，建议至少设为64次
x_prescans	2
mod_return	1
x_acq_time	2.73215[s]
x_resolution	0.36601[Hz]

➤ 打开编辑，修改实验参数

The screenshot shows the 'Experiment Parameters' window with the following parameters and annotations:

Parameter	Value	Annotation
obs_sel_180	30[us]	x90_soft * 2
obs_sel_shape	GAUSS	
soft_bandwidth_hz	70.86667[kHz]	
soft_bandwidth_ppm	177.26319[ppm]	
soft_atn_calc	39[dB]	
obs_sel_atn	39[dB]	soft_atn_calc
obs_sel_offset	5[ppm]	x_offset → 待激发的信号的化学位移
NOESY mixing time		
mix_time	0.5[s]	→ 混合时间约为激发信号的T1值
Pulse Delay		
relaxation_delay	7[s]	→ T1值的5倍以上

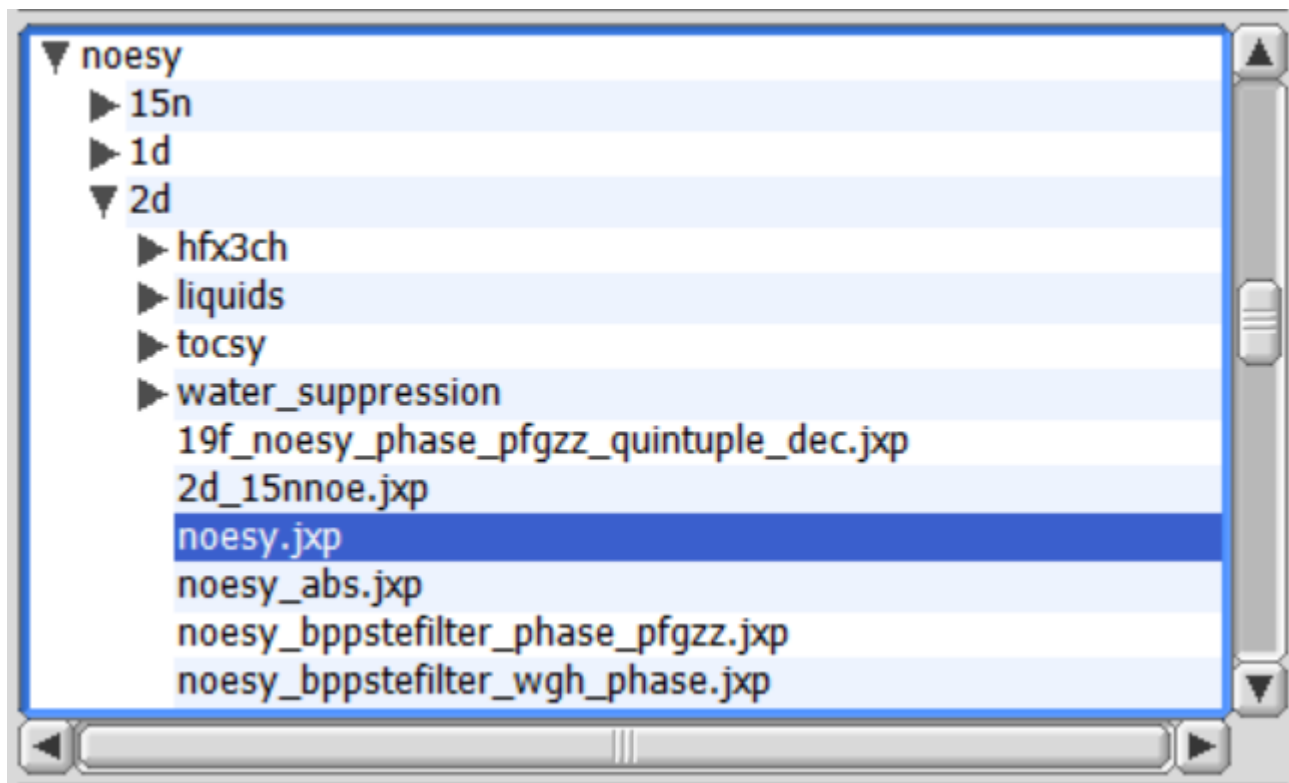
## ➤ 一维NOE测试完的谱图



1. 激发的信号朝下，朝上的信号为正noe效应，朝下为负noe效应；
2. 1D NOE测定中可通过优化noe\_buildup或mix time两个参数来获得更好的结果。

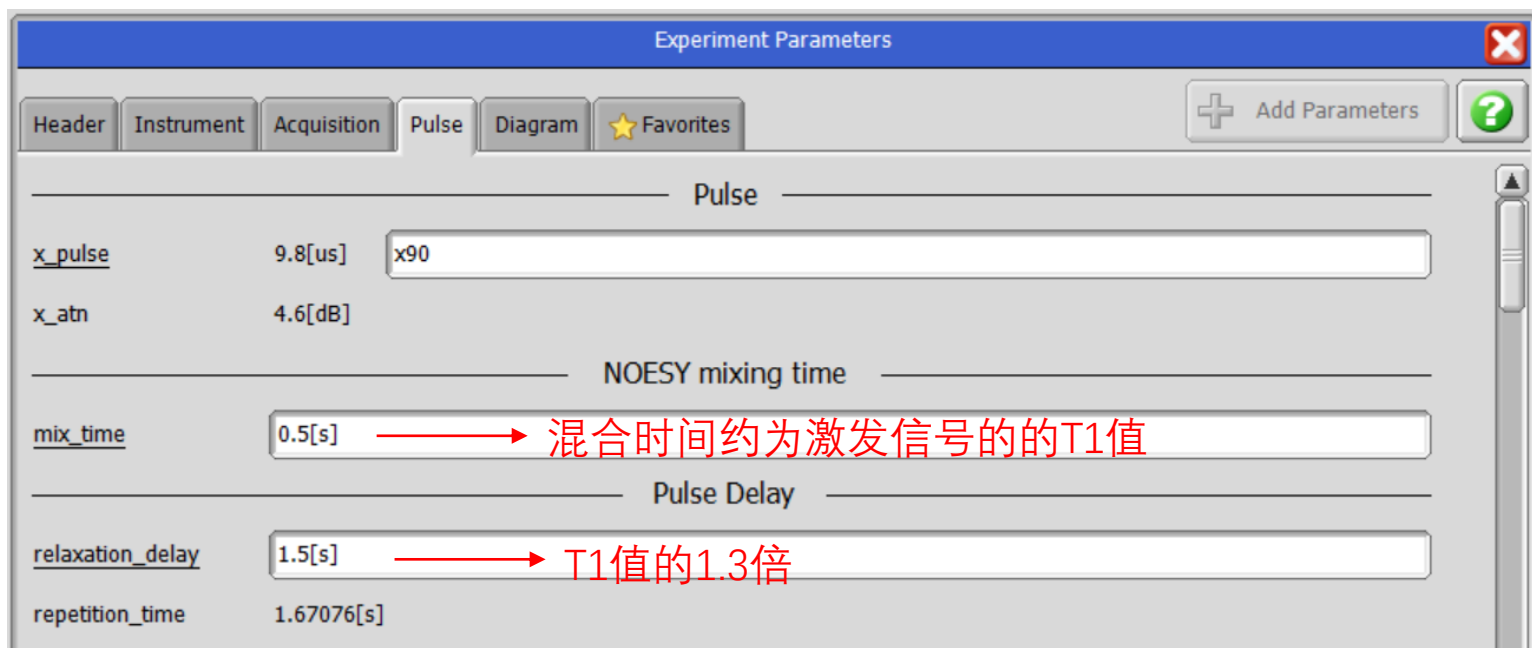
### 3. 2D NOESY谱测定

- 二维NOESY谱适用于不清楚体系中有哪些可能存在noe效应时的测定，通过二维谱可以观察到整个体系内的偶极相互作用。
- 2D NOESY谱常用的脉冲序列为：noesy.jxp





➤ 打开编辑，修改实验参数



## ➤ NOE实验注意事项小结

- 一维NOE谱适用于特定信号的NOE观测；二维NOESY谱适用于未知体系中分子全体NOE的观测。
- NOE实验样品制备中尽量避免浓度过大，也要注意顺磁性物质（氧气、金属离子等）影响。
- 测定时建议先测定T1值，优化建立noe的时间（差谱中的noe\_build\_up, noesy中的mix\_time）参数。
- noe受多方面因素影响，测不出来时可尝试调整温度，黏度等改变分子运动，或在不同磁场下测定，或改变测定方法（ROESY法）等。