

## ТРЕБОВАНИЯ

к подготовке образцов для съемки спектров ЯМР в ЦСИ НИОХ СО РАН.

1. Для съемки спектров ЯМР на любом из имеющихся спектрометрах необходимо приготовить раствор вещества в чистой, стандартной и целой (высота не менее 150 мм.) ампуле диаметром 5.00 мм, объем раствора не менее 0.5 мл (в ампуле высота раствора должна быть не менее 4.0 см). Крышка должна быть стандартной и плотно закрывать ампулу.
2. Растворитель должен быть дейтерированным ( $\text{CDCl}_3$ ,  $(\text{CD}_3)_2\text{SO}$  и т.д.) либо смесь (1:1) с недейтерированным растворителем, не содержащим протонов ( $\text{CCl}_4$ ,  $\text{CS}_2$  и т.д.). Для съемки спектров других ядер, кроме  $^1\text{H}$  и  $^{13}\text{C}$  можно использовать смесь 1:1 дейтерированный растворитель с протонсодержащим чистым растворителем.
3. Вещество должно быть полностью растворено, раствор не должен содержать осадка, плавающих частиц и мути.
4. В заявке должны быть заполнены все графы, так как эта информация используется для выбора условий съемки спектров. Должна быть указана предполагаемая структура вещества, от этого зависит диапазон съемки спектра и некоторые параметры съемки, задержки и длительности импульсов в многоимпульсных методах съемки (одномерные, например, ВВ, JMOD, DEPT, либо двумерные COSY, NOESY и т.д.)
5. Концентрация вещества для  $^1\text{H}$ -спектров 0.01 – 0.1 М обеспечивает съемку спектров за 5 мин. Для съемки спектров  $^{13}\text{C}$  необходимо иметь концентрацию 0.1-0.2 М, что обеспечивает съемку спектров ВВ, JMOD за 30 минут. При уменьшении концентрации вещества время съемки увеличивается в квадратичном порядке.
6. При регистрации  $^{19}\text{F}$  необходимо указать требуемый диапазон химических сдвигов для определения условий съемки, по концентрации в три раза выше, чем для протонов. Для спектров  $^{13}\text{C}$  фторированных соединений соответственно концентрация не менее 0.4 М.
7. При несоответствии образцов требованиям операторский состав имеет право отложить съемку спектров. Дальнейшее прохождение заявки, как и прохождение заявок на редкие ядра требуют согласования с руководителем.