

NCTU 600MHz 貴儀服務

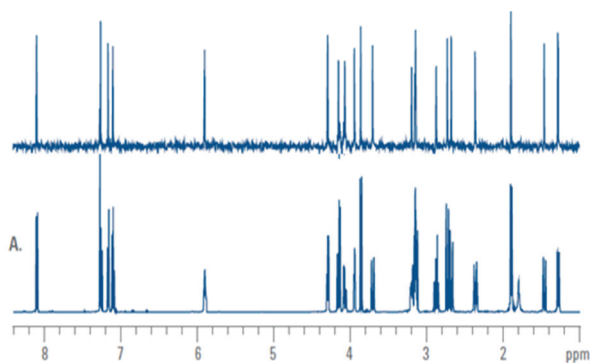
協助您解決結構判定

StepNOESY1D – 克服 NOESY1D 信號重疊困擾

分子結構解析中最具挑戰的一步莫過於立體化學判定。一直以來，二維 NOESY 實驗或是一維選擇性激發 NOESY1D 實驗是分析立體結構的主要工具。不過當 NOESY 2D 或是 NOESY1D 信號峰重疊時，立體位向判定就有所限制。NCTU 600MHz 可執行由 Hu 等人發展出的 Selective TOCSY Edited Preparation NOESY (StepNOESY)。此實驗利用 Total Correlation Spectroscopy One Dimensional (TOCSY1D) 實驗先傳遞信號至重疊區域，將重疊信號單離出，二次選擇性激發 NOESY1D，可得單離信號相關的 NOE 效應信號群。由一維實驗有效解決信號重疊解析不足問題!

Pure Shift 1D 寬帶同核去偶氫譜

一般碳譜進行數據採集加入對氫核寬帶去偶，目的為使碳吸收峰不受偶合影響呈現單一信號峰，得以確切得知化學位移資訊。反觀氫譜，由於同核偶合效應，使氫譜呈現多重峰分裂，並且此強偶合所導致帶寬效應常使信號重疊，複雜分裂也嚴重危及氫譜分析困難度。NCTU 600MHz 可執行 PS1D，如左圖所示，標示 A 為一般氫譜，上層圖為去除所有 H1-H1 偶合效應的 PS1D 譜。



bashdNOESY – 提供區域高解析二維 NOESY

二維實驗若需要對複雜重疊區域提高解析度達到解析效果往往需要很長的時間，以一般 NOESY 而言，14ppm 頻寬掃描的 NOESY，需要達到 0.01ppm 的解析度，需要 11 小

時左右的時間。因為 bashdNOESY 為區段性選擇激發二維 NOESY，若縮小間接維(F1)激發頻寬至 2ppm，bashdNOESY 相同掃描次數只需要 1.5 小時的時間即可達到 0.01ppm 的解析度。同時 NCTU 600MHz NMR 的 bashdNOESY 序列中增加 homodecoupling 脈衝，去除 1H-1H 偶合分裂效應，讓信號不會因為偶合效應變寬，間接提高信號解析。

CIGAR-HMBC – 得到更多遠距信號

在結構判定上，HMBC是不可或缺的實驗。他可以提供二鍵或是三鍵相關信號(${}^2J-{}^3J$ ${}^1\text{H}-{}^{13}\text{C}$, ${}^2J-{}^3J$ ${}^1\text{H}-{}^{15}\text{N}$)，近而確定化學結構骨架。通常 ${}^1\text{H}-{}^{13}\text{C}$ 的二鍵相關以上的偶合常數落於3~10Hz，但是傳統的實驗因為只能設定單一遠距偶合常數(long-range coupling constant)，往往造成與設定值偏差較大的偶合常數信號丟失，造成結構判定的困難。CAIGAR-HMBC針對HMBC的盲點加以改革，序列中加入變動式偶合常數設置，遠距偶合常數不再只是一固定數值，而是一範圍值，在所設定的偶合常數範圍值內的信號皆會出峰。

DOSY – 測定擴散係數

NCTU600MHz 系統開放 DOSY 實驗，實驗可利用樣品分子量或是分子形狀，所處溶液的不同，所表現出的擴散係數不同，進而達到分離的效果。也因為最後可得知擴散係數，以此可推算流體動力學半徑(hydrodynamic radii) 與 分子量。NCTU 600MHz 可提供 60-65 Gauss/cm 之梯度強度，所有序列包含一般 2D DOSY 實驗，也包含針對溫度所產生之對流效應補償之 DOSY 序列；水樣樣品所需之水峰壓制 DOSY 序列，當然 3D DOSY-Hmqc, 3D DOSY-Cosy, 3D DOSY-Hmbc 也已經是內建標準實驗。

