

взаимодействия, определяющие расщепление сигналов ЯМР и измеряемые в герцах (Гц). Эти характеристики зависят от химического окружения данного ядра или группы ядер, от типа и числа соседних ядер, обладающих магнитным моментом, от их пространственного расположения, а также от условий, в которых регистрируется спектр ЯМР.

С целью идентификации и контроля подлинности полисахаридных вакцин регистрируются спектры ЯМР на ядрах углерода ^{13}C (ЯМР ^{13}C) в контролируемых условиях. Спектроскопия ЯМР на ядрах ^1H для образцов полисахаридов не является характеристической из-за сильного перекрывания сигналов.

Регистрация спектра ЯМР ^{13}C

Предварительно в датчике спектрометра ЯМР устанавливают температуру 35 °С. В случае исследования вязких растворов температура может быть увеличена до 70 °С. Перед началом регистрации спектра исследуемый образец выдерживают в датчике спектрометра для установления необходимой температуры не менее 5 мин. Для калибровки шкалы химических сдвигов спектрометра регистрируют спектр ЯМР ^{13}C 20 % раствора 1,4-диоксана в дейтерия оксида (D_2O). Химический сдвиг сигнала 1,4-диоксана устанавливают как 67,4 м.д. Спектры ЯМР ^{13}C образцов полисахаридных вакцин регистрируют в тех же условиях.

Параметры регистрации спектров ЯМР ^{13}C образцов полисахаридных вакцин:

Величина импульса: 45 °;

Спектральное разрешение: < 1 Гц/точка;

Время между импульсами: не менее 1 с;

Температура регистрации: 35 °С.

Параметры обработки спектров ЯМР ^{13}C :

Взвешивающая функция: экспонента;

Параметр уширения взвешивающей функции: 2 Гц;

Коррекция базовой линии: полиномиальная.