

спектроскопия (TOCSY) позволяет регистрировать наличие спин-спинового взаимодействия между однотипными ядрами, которые связаны между собой непрерывной цепочкой взаимодействий. Гетероядерная одноквантовая корреляционная спектроскопия HSQC определяет корреляции между атомными ядрами двух разных типов, которые разделены одной связью (как правило, между протонами и ядрами углерода в определенном углеводородном фрагменте). Гетероядерная многосвязная корреляционная спектроскопия HMBС определяет корреляции между протонами и ядрами Х (как правило, ^{13}C), разделенными двумя или тремя связями (в редких случаях большим числом связей).

Прибор. Если не предписано иное, используют импульсный ЯМР спектрометр с рабочей частотой не менее 300 МГц.

Методика. При необходимости испытуемый образец подвергают предварительной лиофилизации. Испытуемый образец или его лиофилизат растворяют в дейтерированном растворителе, к которому может быть добавлен соответствующий эталон для калибровки химического сдвига (см. ОФС 1.2.1.1.0007.15). В качестве дейтерированного растворителя, как правило, используют дейтерированную воду или буферный раствор в дейтерированной воде. Состав буферного раствора, его рН, концентрация пептида приводят в частной фармакопейной статье.

После помещения в магнит образец термостатируют не менее 5 мин. Регистрацию спектров испытуемого и стандартного образцов проводят в идентичных условиях (одинаковые растворитель, концентрация, температура, параметры эксперимента – ширина спектра, время задержки, число накоплений сигнала спада свободной индукции, количество точек для Фурье-преобразования), которые приводят в частной фармакопейной статье.

Регистрацию спектра при температуре, существенно отличающейся от комнатной, проводят в режиме температурной стабилизации. В противном случае проводят валидацию эффекта температурных изменений на внешний вид спектра.