



中国人民大学化学与生命资源学院

SCHOOL OF CHEMISTRY AND LIFE RESOURCES, RENMIN UNIVERSITY OF CHINA

理化分析测试中心

INSTRUMENTAL ANALYSIS CENTER (IAC)

Avance 600 (Bruker) 600兆核磁 共振波谱仪 操作指南

制作团队：冯玉婷, 刘培勇

指导老师：吕雷阳

中国人民大学化学与生命资源学院

一、仪器基本信息



1. 仪器型号：Avance 600（Bruker）600兆核磁共振波谱仪
2. 生产厂家：Bruker Coperation
3. 核心功能：将磁性原子核放入强磁场后，用适宜频率的电磁波照射，它们会吸收能量，发生原子核能级跃迁，同时产生核磁共振信号，得到核磁共振。

4. 关键参数：

Avance 核磁共振波谱仪由三个主要硬件组件组成：

机柜：NMR波谱仪的中央控制单元，内含用于生成脉冲序列以及采集和处理数据的精密电子设备。

超导磁体：用于产生均匀稳定的磁场，使样品中的核自旋极化。

探头：用于发射射频脉冲并检测样品产生的信号。

5. 放置位置：[理工楼 110]

6. 责任人：[吕雷阳 18001098633]

二、操作前准备

2.1 人员要求

1. 操作人员需接受本组核磁管理员的培训后才可以进行上机操作，首次进入核磁室的人员请在“中国人民大学大型仪器共享平台”后刷卡进门。（此预约不计费。如已预约无法开门，仪器管理群

找刘好奇老师处理)。如遇核磁管理员毕业或更换等情况,及时找负责老师开通权限。

2. 严格按照核磁室基本规章制度对核磁室进行清洁和维护。

1.2 仪器检查

1. 外观检查: 确认仪器外壳无破损、接口无松动, 电源线 / 数据线连接牢固。
2. 核磁室空调用于机器散热, 减缓液氮液氮挥发。如感觉温度高, 请及时汇报。

2.3 样品准备

1. 核磁测试样品不得含有铁、钴、镍、铜等磁性金属, 不得含有强酸强碱等破坏磁场的物质。
2. 需要选择质量过关, 粗细合适的核磁管, 不得垫纸片。
3. 常规氢谱测试样品 (5-20 mg / 0.5 mL), 常规碳谱测试样品 (15-50 mg / 0.5 mL)。
4. 若分子量超过 800, 碳谱浓度需适当增加。浓度太低, 谱图信噪比低, 累加时间增加; 浓度太高, 溶液粘度提高, 磁场均匀性变差, 会导致谱图分辨率下降。
5. 氘代试剂大约用量一般为 0.5 mL。不得多于 1.0 mL (压缩空气带不动样品), 不得少于 0.4 mL (匀场效果差)。
6. 氘代试剂的选择要根据样品的极性来选择, 氘代溶剂的极性从小到大是这样排列的: 苯、氯仿、乙腈、丙酮、二甲亚砜、吡啶、甲醇、水。如果加入 TMS (四甲基硅烷) 可以作为定化学位移的标尺, 也可以不加入 TMS 而用溶剂峰作为标尺。
7. 在选择溶剂时需要考虑以下因素:

- a) 溶解度：显然样品在溶剂中的溶解度越大越好。争取在同等体积内溶进最大量的样品，可以增大实验的灵敏度。当样品数量很少时，高溶解度就显得特别重要了。
- b) 溶剂信号对样品频谱的干扰。溶剂自身不可避免产生的 NMR 信号也会出现在频谱区域。这些溶剂峰不应该和样品信号重叠。
- c) 温度可靠：对于室温以上或者以下的实验，溶剂的溶点和沸点是重要的因素。另外样品的溶解度会随着温度而改变。
- d) 粘滞性：溶剂粘滞性越小，实验分辨率越好。
- e) 成本：显然日常的 NMR 实验有许多样品需要测量，样品的成本是一个必须考虑的因素。
- f) 含水量：几乎所有的 NMR 溶剂中都有水的痕迹。由于许多溶剂都有吸湿性（它们从大气中吸收水），储存时间越长，水含量越高。水峰的存在会极大降低 NMR 谱图的质量。降低水含量有两种有效的方法，使用干燥剂进行过滤，使用分子筛储存溶剂。

三、标准操作流程

3.1 测试过程

3.2.1 硬件启动

1. 开机：包括主电源、空压机、电脑。
2. 检查计算机网络。
3. 按下核磁主机左上角绿色按钮。
4. 物理连接自动进样器，灯亮后，进样器会有气流通过。
5. 启动核磁主机（从上至下启动）。
6. 预热 3-5min, 主机面板指示灯全部变绿则为启动正常。

3.2.2 软件启动

1. 进入登陆界面登录。

2. 打开 Topspin 核磁软件。
3. 输入 cf 口令，密码 “bruker”，然后连续回车设置默认参数。
4. 点击 “Edhead”，选第一选项后，点击 “Exit”，再点击 “Save”，最后点击 “Finish”。
5. 升级窗口弹出后，点击 “No”。
6. 右击工作框下方工具栏开启波形窗口。
7. 输入命令 “icon” 并回车启动进样器，弹出小窗后选择 “Automation”，选择账户 “nmrsu”，点击 “OK”，输入密码 “topspin”，成功进入自动进样器状态。
8. 选择相应元素及溶剂程序开始测样。

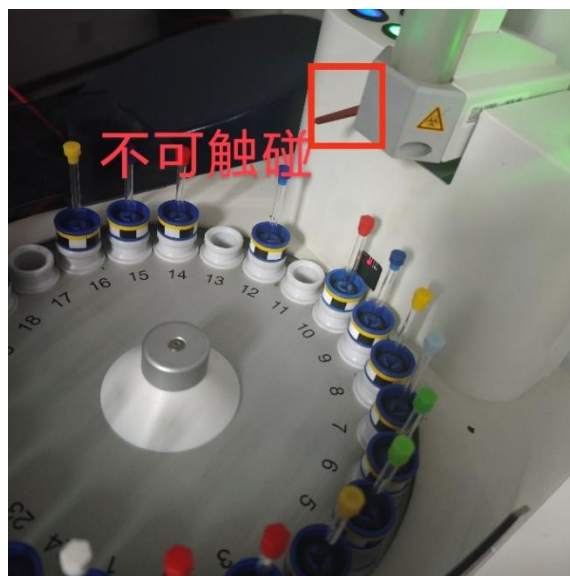
3.2.3 上机准备

1. 取量程合适的移液枪，调节至 500 μ l（不得少于 400 μ l，匀场效果差，不得多于 1000 μ l，压缩空气带不动样品），安装枪头，选择合适的氘代试剂（例如苯环较多可以选择氘代 DMSO，长链类可以选择氘代氯仿），用移液枪将氘代试剂加入样品中进行溶解，溶解后的样品应当澄清无滤纸毛等杂质，将溶解后的样品用移液管枪转移到核磁管中，盖上核磁管帽（必须要盖紧核磁管帽，否则在气流下导致核磁管帽脱落会导致机器坏掉），并将移液枪放回移液枪架上，试剂放回原位，盒盖等都盖好。
2. 样品通过转子插入量规时，动作缓慢。避免用力使核磁管底部出现碎裂！
3. 量规用完轻放回各自操作桌面，勿转动刻度螺丝，勿摔在地上。
4. 如果核磁管碎裂，请立即清理干净地上的玻璃碎片。
5. 核磁只能测常温，不能做升温和降温测试。



(图中黑白相间的部分不能用手触碰)

6. 如果氘代 DMSO 出现凝固，是用吹风机加热融化样品，不可更改空调温度。
7. 未经允许不得私自关闭序列，手动进样。
8. 使用无尘纸擦拭核磁管外壁保证核磁管外壁无溶剂残留，拿取转子（如果桌面上有转子优先使用桌面上的转子，如果没有可以查看电脑看哪些转子已经做完再拿取），将核磁管从上至下插入转子内，拿取量规，将已套好核磁管的转子插入量规中，核磁管液面位置）。
9. 将转子放入自动进样器时不得触碰进样器上方红色器件。



3.2.4 上机测试

1. 打开核磁进样器 iconNMR 界面，登陆自己的账户，在相应的样品位双击，输入正确的名称和批号（样品命名时，需添加导师组名称，测试人名称及日期。以 2025 年 1 月 1 日测试为例，如小明是 LV 组的同学，则命名为 LV-Xiaoming-20250101，以此类推。）
2. 点击编号位置，选择正确的氘代试剂（ CDCl_3 最常见）及采样内容，如 ^1H ， ^{13}C ， ^{19}F ， ^{31}P ，DEPT，NOE，HSQC 等。
3. 氢谱默认扫描次数为 8 次。碳谱已设置默认采样 200 次 C13 CPD200（采样 15 分钟）。一般样品分子量的 10% mg 数（例如分子量 300，装 30 mg），采样 200 次，谱图就已经很好。采样时间越多，导师账户计费越多。
4. 如需改动碳谱测试次数，选择 C13CPD（默认 1024 次，采样一小时），修改扫描次数 NS。周一至周五早上 9.00-22.00，碳谱采样 NS 不允许超过 400 圈（半小时）。
5. 如需测试长时间碳谱及相关的二维谱，需周一至周五 22.00 以后提交样品，确保次日 9.00 前采样结束。

3.2.3 上机结束工作

1. 每组上机完成后选择 **change user!** 退出本组账号。如不选择退出，其他组可以使用账号采样，计费到上一课题组账户。提交完样品及时退出本组账号，避免因个人操作失误，导致导师测试费金额异常增加。
2. 样品测试完及时取走！例如 9.00-22.00 期间测试，在预设测试时间完成后，当日及时取回样品；如 22.00 之后提交的样品，需次日 10.00 之前取回样品。

3.对于有味道的样品，需专人看守测试。测试完立即取走，勿存放在核磁室。

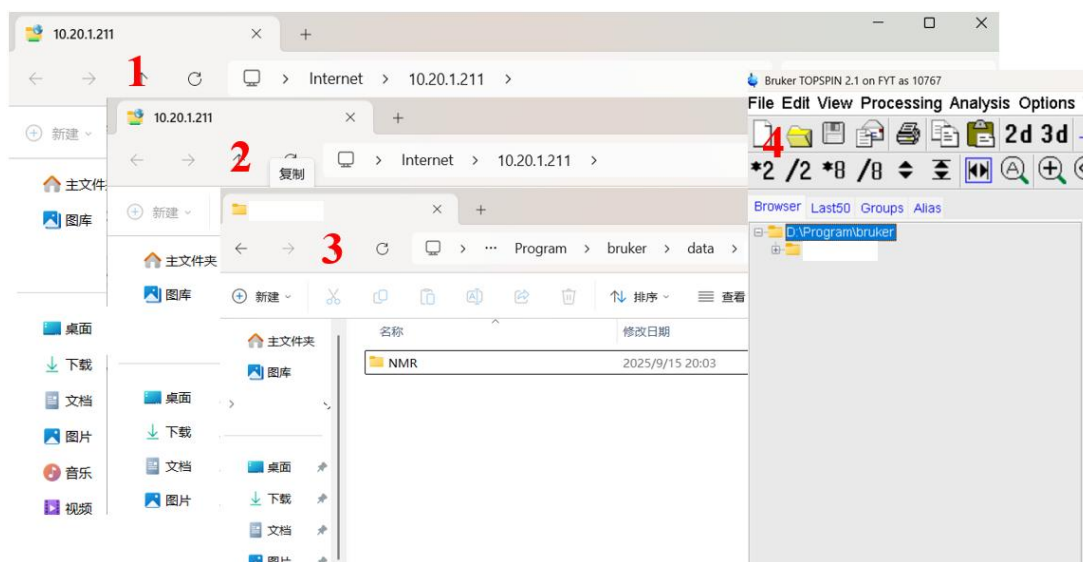
4.对于不及时取走的样品（自测试结束时间计，超过 48 小时），将其按废弃物进行处理。

注意事项：未经负责老师同意，不得擅自修改本组账号，不得关闭测试电脑，不得重启核磁机柜。遇到异常问题，先跟核磁学生管理员沟通，无法解决后，及时跟负责老师沟通。

四、数据处理

1.下载地址：核磁 600 兆网站：<ftp://10.20.1.211/> 用户名:rucchem 密码: 9r823uruiefnw!。下载数据需要校园网。

2.进入 600 兆网站下载数据（不要直接打开），复制到自己电脑的 NMR 文件下，以 topspin 软件为例，重新刷新软件文件夹就可以打开刚才下载的数据。



3. 传输数据的服务器，为了传输稳定，设置为 10 分钟同步一次数据，测试完需等一会儿，数据才完整。勿私自改动服务器设置，为了提高服务器传输和访问速率，每季度会对上一季度的数据进行清理备份，测试完数据后，及时下载。勿插 U 盘进行数据 copy。

4. 得到谱图数据后，打开 topspin 软件。

TopSpin 主工具栏功能说明

- 上下双箭头：调整谱图在纵轴（Y 轴）上的位置。
- 左右双箭头：放大谱图的特定区域。
- 上下分离箭头：调节峰的高度。
- 左右分离箭头：以屏幕中心为基准进行缩放。
- 返回箭头：撤销上一步操作。
- 方框内箭头：将谱图恢复至全尺寸显示。

5. 相位矫正，进入“处理”（Process）选项卡，选择“调整相位”（AdjustPhase）。通过鼠标滚轮调节“0 阶”（PHC0）和“1 阶”（PHC1）参数，直至基线平直且峰形对称。点击“保存并返回”退出相位校正模式。

6. 峰选取，进入“分析”（Analyse）选项卡，选择“拾峰”（PickPeaks）。选择“空白框”工具，框选需要标记的峰区域，系统会自动标注化学位移（ppm）。

7. 峰积分，在“分析”选项卡中选择“积分”（Integrate）。缩放至目标峰区域（单击拖动放大），使用“空白框”工具框选需积分的峰。错误修正：若误选重叠峰，使用“红色分割线”工具在峰间点击以拆分积分。删除积分：右击积分区域，选择“删除当前积分”（DeleteCurrentIntegral）。校准积分：右击目标峰，选择“校准当前积分”（CalibrateCurrentIntegral）。注意：由于柔性 C-C 键的流动旋转，建议先校准芳香区再处理脂肪区。

8. 多重峰解析，进入“分析”选项卡，选择“多重峰”（Multiplets）。使用“单括号”工具框选目标峰，系统将在右上角显示耦合常数（J 值）和化学位移。复杂耦合：如需解析多重

峰（如双峰的双峰、三重峰等），使用“ID 树”（IDTree）工具关联耦合关系。提示：仅已标记的峰会计算，解析复杂耦合时可删除无关峰标签或仅选取关键峰。

9. 生成 pdf 报告，完成所有处理后，进入“文件”（File）选项卡，选择“打印”（Print）。在打印设置中选择“导出为 PDF”，调整布局后保存即可。

五、常见故障处理

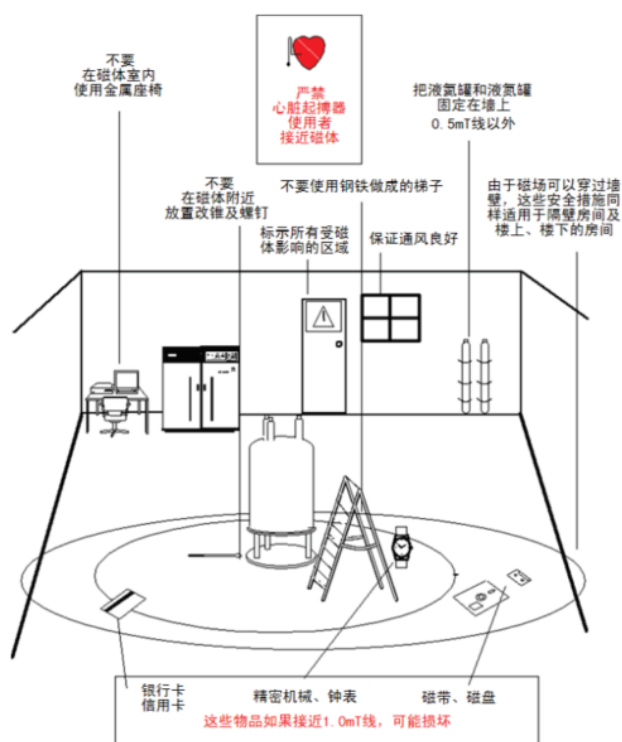
1. 如果电脑上出现软件卡死状态，请点击软件界面左上角 stop 按钮，登陆管理员账户，密码为 **bruker**，然后对软件进行关闭，进行重启，如果软件恢复就可继续使用。
2. 如果在服务器上未找到自己的实验数据，应当到电脑上查看自己的实验是否进行完成，如果出现叉号或者核磁标红说明实验测试出现问题无法进行完成。
3. 如果提交了实验后实验并未进行，应查看是否是误触了界面的暂停按钮，如果发现误触了应点击继续按钮继续进行实验。

六、注意事项

1. 传输数据的服务器，为了传输稳定，设置为 10 分钟同步一次数据，测试完需等一会儿，数据才完整。勿私自改动服务器设置，为了提高服务器传输和访问速率，每季度会对上一季度的数据进行清理备份，测试完数据后，及时下载。勿插 U 盘进行数据 copy。
2. 未经负责老师同意，不得擅自修改本组账号，不得关闭测试电脑，不得重启核磁机柜。遇到异常问题，请不要私自输入任何指令，先跟核磁学生管理员沟通，无法解决后，及时跟负责老师沟通。

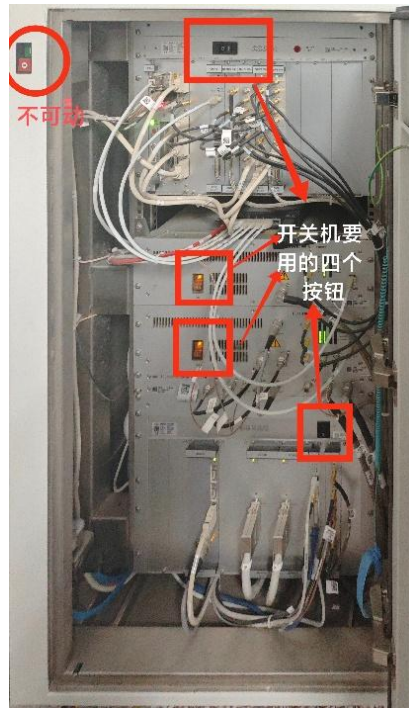
七、维护与保养

1. 核磁空压机需要进行定期维护，各组派专人进行空压机维护培训之后定期进行维护。
2. 控制谱仪的计算机不要直接上网，不要随便安装盗版软件，尽量不要用移动硬盘拷贝数据。
3. 核磁实验室为公共测试平台，由于仪器的特殊性，需要严格注意图示的事项。



核磁实验室磁体附近的安全注意事项

4. 600兆核磁一般不允许随意关机，在负责的老师远程指导下可进行开关机。右图中左上角按钮不可以随便动，中间的四个按钮是开关机要用的按钮。



5. 600兆核磁放水需要到地下室016室进行，左边储气罐下方的管道不可沾水，需要放水的管道是右侧的管道，注意图上各阀门的位置。



6. 600兆核磁换液氮和液氮大约是四个月换一次，可在软件主界面点击上方小键盘图标，点击heliumlevel或nitrogenlevel下方的read可查看当前液氮和液氮容量，当低于70%则需要添加液氮

或液氮。注意加过液氮后需要通风两小时，并避免在这段时间做测试。