



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 400 (Bruker) 400M 核磁共振波谱仪 操作指南

制作团队：路广印, 苏俊奇, 侯鑫涛, 张旻  
悦

指导老师：付立民教授, 吕雷阳副教授

# 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 400 400 M 核磁共振波谱仪
2. 生产厂家：Bruker
3. 核心功能：具有无损定量探测、样品制备简单等特点，能够对各类分子进行结构解析、动态研究及相互作用分析、分子动力学研究、生物溶液和合成溶液等复杂混合物成分分析、固体材料结构与功能研究等领域。尤其在生物大分子研究、代谢组学分析及药物研发中展现出独特优势。
4. 关键参数：
  - ①磁体：

NMR-频率 ( $^1\text{H}$ ): 400 MHz;

液氦持续时间 120 天;

液氮持续时间: 7 天;
  - ②机柜：

RF 通道数: 2;

时间分辨率：12.5 ns；

频率分辨率：< 0.005Hz；

射频功放频率范围： $^{57}\text{Fe}$ - $^{19}\text{F}$ / $^1\text{H}$ ；

③探头：

NMR 孔径：5 mm；

通道： $^1\text{H}$ , BB &  $^2\text{H}$  Lock；

Z-梯度：50 G/cm

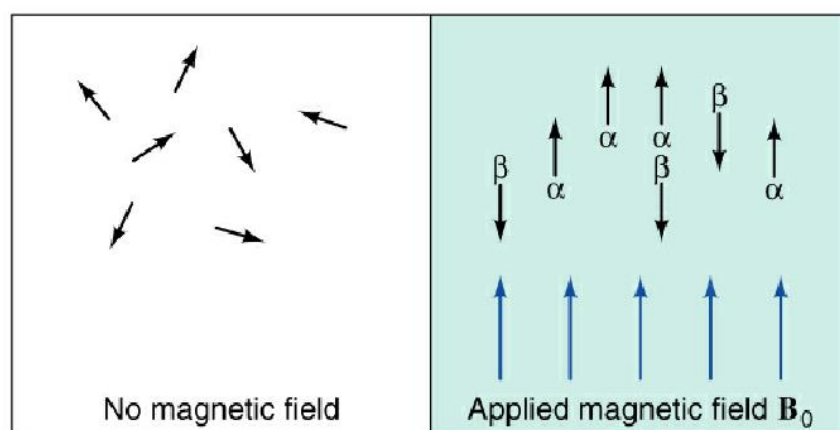
5. 放置位置：理工楼 110 实验室

6. 责任人：吕雷阳 ([lvleiyang2020@ruc.edu.cn](mailto:lvleiyang2020@ruc.edu.cn))

## 二、基本原理

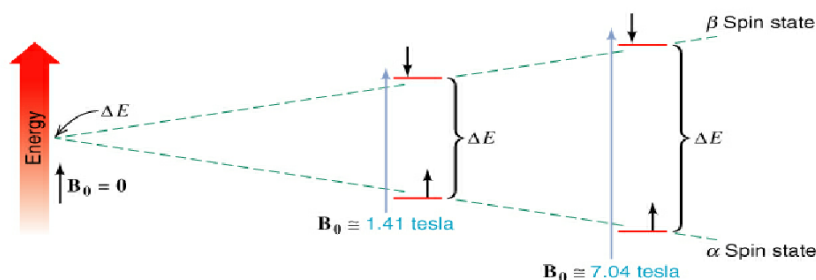
### 1. 核磁产生的基本原理

让处于外磁场 ( $H_0$ ) 中的自旋核接受一定频率的电磁波辐射 ( $\nu$ )，当辐射的能量恰好等于自旋核两种不同取向的能量差时，处于低能态的自旋核吸收电磁辐射能跃迁到高能态，这种现象称为核磁共振 (NMR, Nuclear Magnetic Resonance)。



如上图所示，黑色箭头代表一种具有磁性的自旋核。当没有外磁场作用时，自旋核的取向是任意的。而当在外磁场作用下，自旋核主要有两种取向，即  $\alpha$  和  $\beta$ ，当两者之间的能量差与辐射

能量相等时，处于低能态的自旋核  $\alpha$  会跃迁到高能态，从而产生吸收峰。



原子核的自旋运动与自旋量子数  $I$  相关。原子核置于外磁场中，将有： $2I+1$  个取向。当  $I=0$  时，原子核只有一个能态，不存在能级跃迁，因此没有 NMR 信号，例如  $^{12}\text{C}$ ， $^{16}\text{O}$ ， $^{32}\text{S}$ ；当  $I=1/2$  时，原子核电荷分布均匀，是 NMR 主要测试对象，例如  $^1\text{H}$ ， $^{13}\text{C}$ ， $^{15}\text{N}$ ， $^{19}\text{F}$ ， $^{31}\text{P}$ ；当  $I>1/2$  时，核电荷分布不均匀，NMR 信号复杂，例如  $^{27}\text{Al}$ ， $^{17}\text{O}$ 。

那么，一个原子核的自旋量子数该如何判断呢？实际上，其可以通过原子的质量数和原子序数进行推测。例如，当原子的质量数和原子序数均为偶数时，其自旋量子数为零，具体如下表所示：

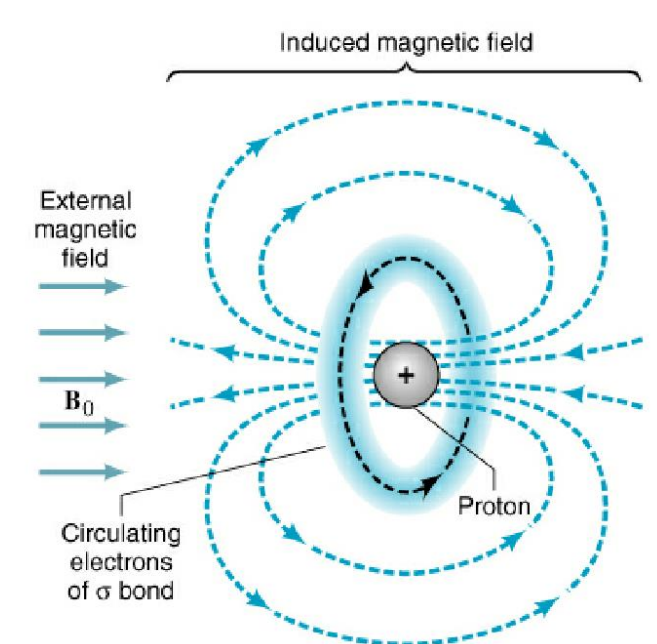
质量数 (A)	原子序数 (Z)	自旋量子数 (I)
奇数	奇数或偶数	半整数
偶数	奇数	整数
	偶数	0

对于同一种核（例如 H 核），当外加磁场 ( $H_0$ ) 固定时，由于 H 核周围存在电子，在外磁场作用下，核外电子绕核运动会产生感应磁场 ( $H_{\text{感应}}$ ，存在与外磁场方向相同及方向相反的两种磁场)，H 核实际感受到的磁场为  $H_{\text{有效}}=H_0-H_{\text{感应}}$

$$\Delta E = h\nu = \gamma h H_{\text{有效}} / 2\pi$$

$$H_{\text{有效}} = H_0 - H_{\text{感应}}$$

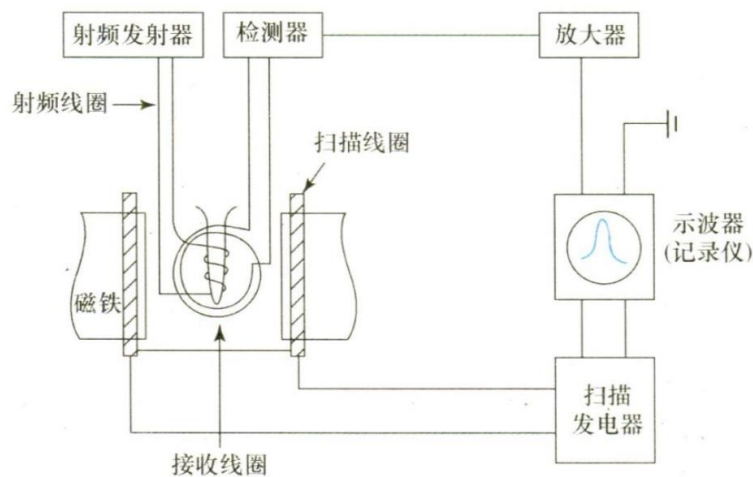
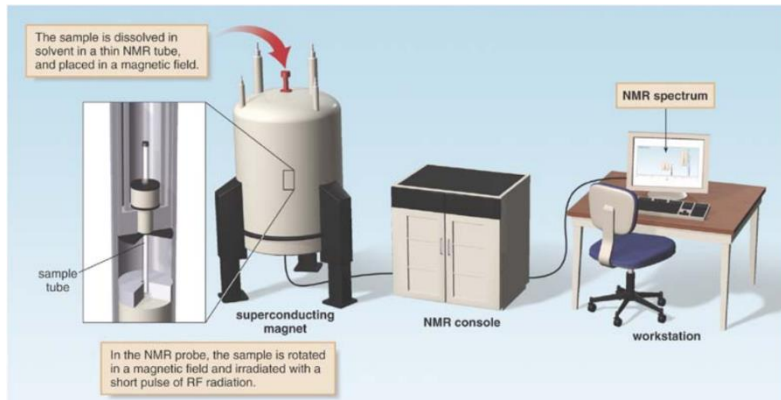
而不同质子所处的化学环境不同，即原子核外电子分布不同，导致其产生的感应磁场不同，进而导致其所处的有效磁场不同，最终导致使其发生核磁共振所需要的能量不同，从而产生不同的吸收峰。



核磁共振波谱，根据谱图维度的不同，分为一维核磁波谱和二维核磁波谱，根据测定对象原子核种类的不同又分为氢谱、碳谱、氟谱、氮谱、磷谱等。

## 2. 核磁共振仪的结构和原理

核磁共振仪主要由磁铁、探头、射频发生器、射频接收器、扫描发生器、信号放大及记录仪六部分组成。



### (1) 磁铁

磁铁是核磁共振仪最基本的组成部件。它要求磁铁能提供强而稳定、均匀的磁场。核磁共振仪使用的磁铁有三种：永久磁铁，电磁铁和超导磁铁。由永久磁铁和电磁铁获得的磁场一般不能超过 2.5T。而超导磁体可使磁场高达 10T 以上，并且磁场稳定、均匀。

目前超导核磁共振仪一般在 200~400MHz，最高可打 600MHz。但超导核磁共振仪价格高昂，目前使用还不十分普遍。

### (2) 探头

探头装在磁极间隙内，用来检测核磁共振信号，是仪器的心脏部分。探头除包括试样管外，还有发射线圈接收线圈以及豫放大器等元件。待测试样放在试样管内，再置于绕有接收线圈和发射线圈的套管内。磁场和频率源通过探头作用于试样。为了使磁场的不均匀性产生的影响平均化，试样探头还装有一个气动涡轮机，以使试样管能沿其纵轴以每分钟几百转的速度旋转。

### (3) 射频发生器

高分辨波谱仪要求有稳定的射频频率和功能。为此，仪器通常采用恒温下的石英晶体振荡器得到基频，再经过倍频、调频和功能放大得到所需要的射频信号源。

为了提高基线的稳定性和磁场锁定能力，必须用音频调制磁场。为此，从石英晶体振荡器中得到音频调制信号，经功率放大后输入到探头调制线圈。

#### (4) 射频接收器

当原子核的拉莫尔进动频率与辐射频率相匹配时，发生能级跃迁，吸收能量，在感应线圈中产生毫伏级信号。

#### (5) 扫描线圈

核磁共振仪的扫描方式有两种：一种是保持频率恒定，线形地改变磁场，称为扫场；另一种是保持磁场恒定，线形地改变频率，称为扫频。许多仪器同时具有这两种扫描方式。扫描速度的大小会影响信号峰的显示。速度太慢，不仅增加了实验时间，而且信号容易饱和；相反，扫描速度太快，会造成峰形变宽，分辨率降低。

在连续 NMR 中，扫描方式最先采用扫场方式，通过在扫描线圈内加一定电流，产生 10<sup>-5</sup>T 磁场变化来进行核磁共振扫描。相对于 NMR 的均匀磁场来说，这样变化不会影响其均匀性。

### 3. 信号检测及记录处理系统

(1) 接受单元 从探头预放大器得到的载有核磁共振信号的射频输出，经一系列检波、放大后，显示在示波器和记录仪上，得到核磁共振谱。现代 NMR 仪器常配有一套积分装置，可以在 NMR 谱图上以阶梯形式显示出积分数据。由于积分信号不像峰高那样易受多种条件的影响，可以通过他来估计各类核的相对数目及含量，有助于定量分析。

(2) 信号累加 若将试样重复扫描数次，并使各点信号在计算机中进行累加，则可提高连续波核磁共振仪的灵敏度。当扫描次数为 N 时，则信号强度正比于 N，考虑仪器难以在过长的扫描时间内稳定，一般 N=100 左右为宜。

## 三、操作前准备

### 1 人员要求

- 操作人员需完成 Avance 400 400 M 核磁共振波谱仪专项培训并通过考核，持“仪器操作资格证”预约使用；

- 设置两名有丰富经验的核磁学生管理员，日常管理及测样常规问题处理。如出现任何异常问题，先跟核磁学生管理员沟通，无法解决需及时报告给负责老师。

## 2 仪器检查

- 外观检查：确认仪器外壳无破损、接口无松动，电源线和数据线连接牢固；
- 功能观察：观察空气压缩机，自动进样器和稳压电源 UPS 工作正常；
- 转子检查：400M 核磁和 600M 核磁转子不能通用，进行检查；
- 核磁管选择：检查核磁管是否是质量过关的，粗细合适的；
- 核磁室温度检查，查看空调温度是否为 18-20℃，体感是否舒适，感觉热，需要将情况上报老师。

## 3 样品检查

- 样品性质检查：确认核磁测试样品不得含有铁、钴、镍、铜等磁性金属及其化合物，不得含有强酸强碱等破坏核磁场的物质；
- 样品浓度检查：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）。（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，会导致谱图质量下降。）
- 样品体积检查：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）如图所示。



## 四、标准操作流程

### 1 样品准备

#### (1) 装样

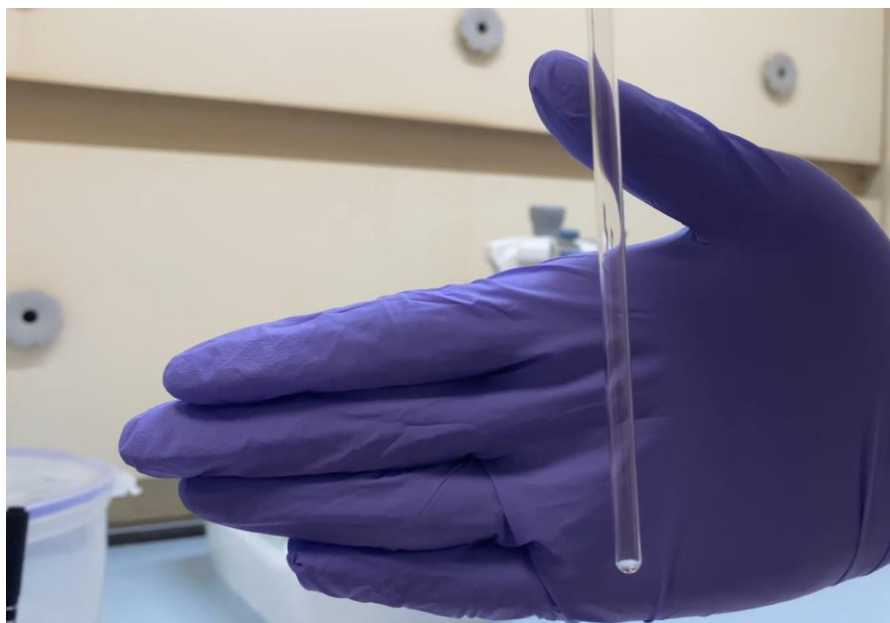
例如：液体样品

用一次性滴管取一定量的液体（氢谱取 1 滴，碳谱取 5-10 滴），加入到一干净的样品管内，然后样品管倾斜一定的角度，取一支选好的氘代试剂（氘代 DMSO、氘代氯仿、氘代重水等）加入到样品管中，轻轻振荡，混合均匀。

固体、粉末样品

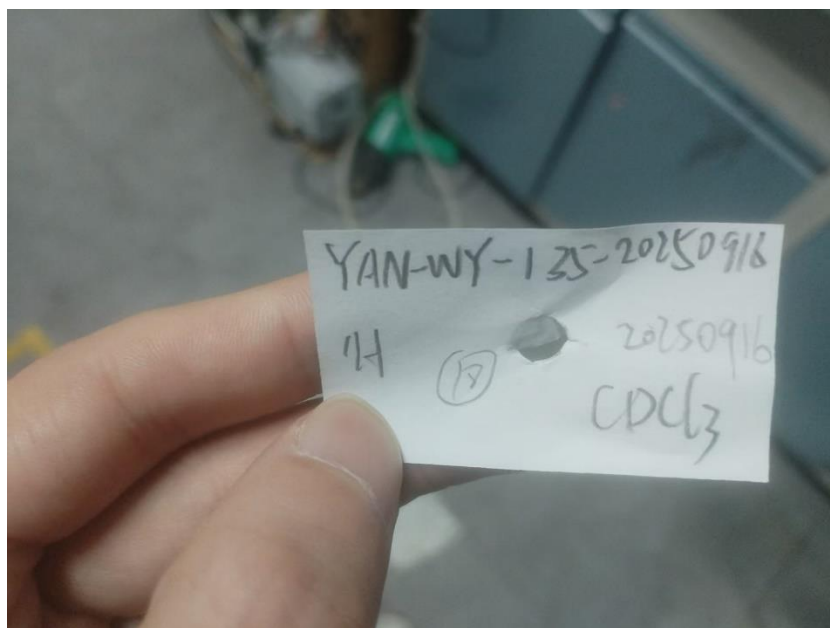
取一定量的样品（ $^1\text{H}$  谱 5mg； $^{13}\text{C}$  谱 20mg），放入一干净的样品管内，然后样品管倾斜一定的角度，用移液枪量取 0.5 mL 左右的氘代试剂，加入到样品管中，轻轻的振荡样品管使样品充分溶解。

注意：样品溶解后，应澄清，无任何滤纸毛、铁屑等杂质。将已经溶解澄清的液体用移液枪转移至核磁管中，盖上核磁帽。



## 2 书写标签

标签应包括三个内容：编号，氘代试剂种类，测试项目，时间。编号举例：YAN-WY-135-20250916, 第一个为课题组名称，第二个为测试人名称，第三个为实验编号，最后为日期；其他如图所示：



## 3 上样

(1) 测试前的准备

打开空压机电源（电源开关向上推）；



打开空压机的排气口，正常为与机器垂直的状态；



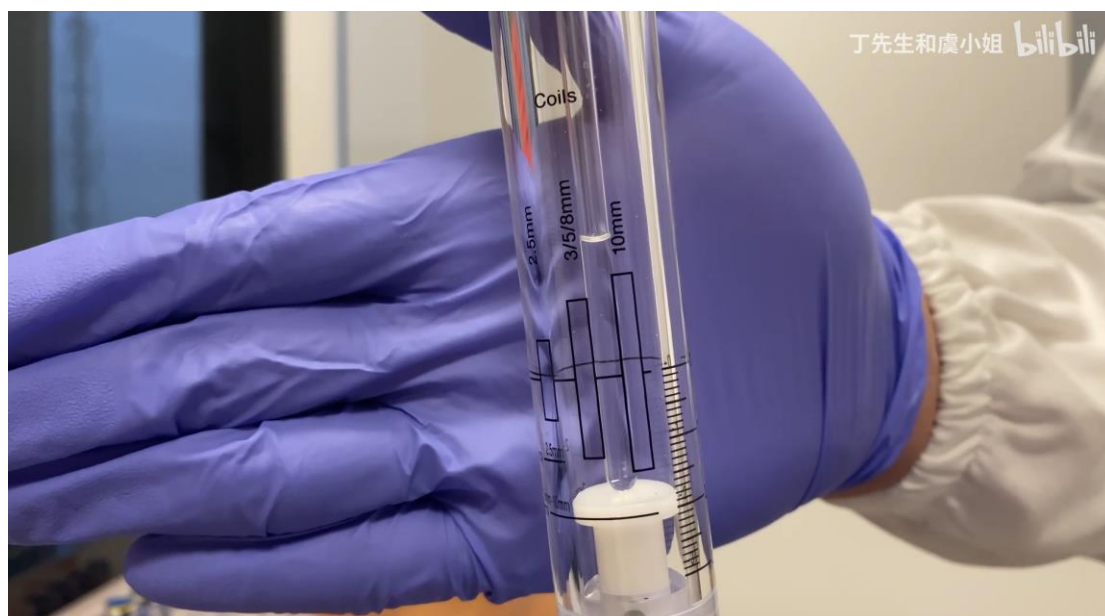
Change user, 找到对应的老师, 输入账号和密码, 进入到对应老师的专属账号测试页面。

## (2) 上样

用柔软的毛巾从上至下擦拭核磁管外壁, 使核磁管外壁无溶剂残留。



拿取转子。将核磁管自上而下插入转子中。拿取量规, 将已套好转子的核磁管插入量规中。使用量规时, 使液面覆盖 3/5/8mm 下, 如果样品管插入的太长, 有可能会损坏探头。核磁管液面务必覆盖, 否则匀场容易失败。



之后，将已量好量规的核磁放入核磁仪器中，通常以阿拉伯数字顺序进行摆放，之后在标签纸上写上放置样品的编号。



### 3 参数设置与样品运行

打开核磁自动进样器（IconNMR）界面：

样品位	类型	状态	磁盘	名称	编号	溶剂	实验	优先级	分析种类	分析设置	参数	标靶/负责人	测量时间	用户	开始时间
22	1	就绪	D:\DATA\NIV-CH\2022\202204	585-1-3492-29F	10	DMSO	d-methylsulfoxide-d6	N PROTON	☆	设置分析	☆	VC05-948-9F-1	00:01:30	niv	18:43 Wed Apr 27 2022
23	1	就绪	D:\DATA\NIV-CH\2022\202204	1031-5-3736-25C	10	CDCl3	chloroform-d	N PROTON	☆	设置分析	☆	VC05-948-9F-1	00:01:30	niv	17:04 Wed Apr 27 2022
24	1	就绪	D:\DATA\NIV-PH\2022\202204	389-11-3645-31F	10	DMSO	d-methylsulfoxide-d6	N PROTON	☆	设置分析	☆	VC05-948-9F-1	00:01:30	niv	17:13 Wed Apr 27 2022
25	1	就绪	D:\DATA\USV\2022\202204	VC004-602-3698-37C	10	CDCl3	chloroform-d	N PROTON	☆	设置分析	☆	VC05-948-9F-1	00:01:30	niv	17:22 Wed Apr 27 2022
26	1	就绪	D:\DATA\USV\2022\202204	VC010-420-3754-9A	10	DMSO	d-methylsulfoxide-d6	N PROTON	☆	设置分析	☆	VC05-948-9F-1	00:01:30	niv	17:30 Wed Apr 27 2022
27	1	就绪	D:\DATA\NIV-CH\2022\202204	VC005-948-9F-1	10	DMSO	d-methylsulfoxide-d6	N PROTON	☆	设置分析	☆	VC05-948-9F-1	00:01:30	niv	18:24 Wed Apr 27 2022

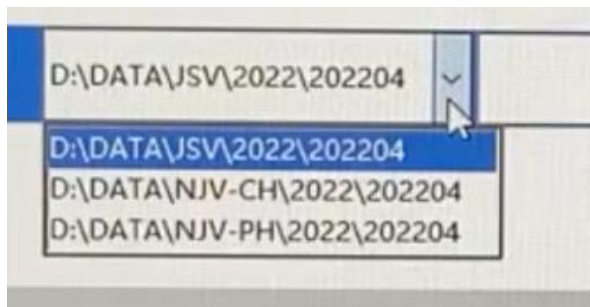
  

#	日期	样品位	名称	编号	溶剂	实验	就绪	自动测量	锁闭	匀场	采样	处理	用户	磁盘	标靶/负责人	备注
26	2022-04-27 18:34:41	27	VC005-948-9F-1	10	DMSO	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	niv	D:\DATA\NIV-CH\2022\202204\data\m1\m1	VC05-948-9F-1	
27	2022-04-27 17:30:31	26	VC010-420-3754-9A	10	DMSO	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	niv	D:\DATA\USV\2022\202204\data\m1\m1	VC010-420-3754-9A	
25	2022-04-27 17:22:03	25	VC004-602-3698-37C	10	CDCl3	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	niv	D:\DATA\USV\2022\202204\data\m1\m1	VC004-602-3698-37C	
24	2022-04-27 17:13:49	24	389-11-3645-31F	10	DMSO	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	niv	D:\DATA\NIV-PH\2022\202204\data\m1\m1	389-11-3645-31F	
23	2022-04-27 17:04:12	23	1031-5-3736-25C	10	CDCl3	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	niv	D:\DATA\NIV-CH\2022\202204\data\m1\m1	1031-5-3736-25C	
22	2022-04-27 16:49:54	20	VC005-948-9F-1	10	DMSO	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	niv	D:\DATA\NIV-CH\2022\202204\data\m1\m1	VC005-948-9F-1	
22	2022-04-27 16:45:19	22	585-1-3492-29F	10	DMSO	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	niv	D:\DATA\NIV-CH\2022\202204\data\m1\m1	585-1-3492-29F	
21	2022-04-27 16:40:50	21	VC005-948-9F-2	10	DMSO	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	niv	D:\DATA\NIV-CH\2022\202204\data\m1\m1	VC005-948-9F-2	
20	2022-04-27 16:11:30	19	585-1-3492-27F	10	DMSO	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	niv	D:\DATA\NIV-CH\2022\202204\data\m1\m1	585-1-3492-27F	

- 在对应的样品位置上双击，进入到样品编辑状态。

样品位	类型	状态	磁盘	名称	编号	溶剂	实验	优先级	分析种类	分析设置	参数	标题/发起人	预定时间	用户	开始时间
22	1	完成	D:\DATA\NJV-CH\2022\202204	585-1-3492-29F	10	DMSO	dimethylsulfoxide-d6	N PROTON	★	没有分析		585-1-3492-29F	00:01:30	nmr	19:43 Wed Apr 27 2022
23	1	完成	D:\DATA\NJV-CH\2022\202204	1031-5-3736-25C	10	CDCl3	chloroform-d	N PROTON	★	没有分析		1031-5-3736-25C	00:01:30	nmr	17:04 Wed Apr 27 2022
24	1	完成	D:\DATA\NJV-PH\2022\202204	389-1L-3645-31F	10	DMSO	dimethylsulfoxide-d6	N PROTON	★	没有分析		389-1L-3645-31F	00:01:30	nmr	17:13 Wed Apr 27 2022
25	1	完成	D:\DATA\JSV\2022\202204	VC004-602-3698-37C	10	CDCl3	chloroform-d	N PROTON	★	没有分析		VC004-602-3698-37C	00:01:30	nmr	17:22 Wed Apr 27 2022
26	1	完成	D:\DATA\JSV\2022\202204	VC010-420-3754-9A	10	DMSO	dimethylsulfoxide-d6	N PROTON	★	没有分析		VC010-420-3754-9A	00:01:30	nmr	17:30 Wed Apr 27 2022
27	1	完成	D:\DATA\NJV-CH\2022\202204	VC005-948-9F-3	10	DMSO	dimethylsulfoxide-d6	N PROTON	★	没有分析		VC005-948-9F-3	00:01:30	nmr	18:24 Wed Apr 27 2022
28	1	可用	D:\DATA\JSV\2022\202204						★	没有分析				nmr	
29		可用													
30		可用													
31		可用													

- 在磁盘选择向下，选择合适的文件路径



- 输入正确的名称和批号。

样品位	类型	状态	磁盘	名称	编号
22	1	完成			
23	1	完成	D:\DATA\NJV-CH\2022\202204	585-1-3492-29F	10
24	1	完成	D:\DATA\NJV-CH\2022\202204	1031-5-3736-25C	10
25	1	完成	D:\DATA\NJV-PH\2022\202204	389-1L-3645-31F	10
26	1	完成	D:\DATA\JSV\2022\202204	VC004-602-3698-37C	10
27	1	完成	D:\DATA\JSV\2022\202204	VC010-420-3754-9A	10
28	1	可用	D:\DATA\NJV-CH\2022\202204	VC005-948-9F-3	10
29		可用	D:\DATA\NJV-CH\2022\2022		

- 点一下编号位置。

样品位	类型	状态	磁盘	名称	编号
22	1	完成	D:\DATA\NJV-CH\2022\202204	585-1-3492-29F	10
23	1	完成	D:\DATA\NJV-CH\2022\202204	1031-5-3736-25C	10
24	1	完成	D:\DATA\NJV-PH\2022\202204	389-1L-3645-31F	10
25	1	完成	D:\DATA\J5V\2022\202204	VC004-602-3698-37C	10
26	1	完成	D:\DATA\J5V\2022\202204	VC010-420-3754-9A	10
27	1	完成	D:\DATA\NJV-CH\2022\202204	VC005-948-9F-3	10
28	1	可用	D:\DATA\NJV-CH\2022\202204	65-7-2204001	10
29	1	可用			

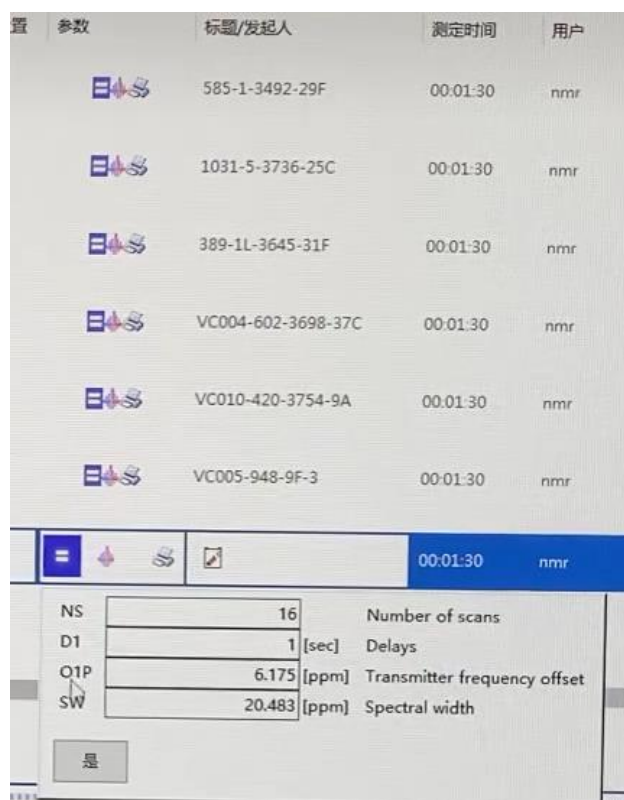
- 选择合适的氘代试剂。

Acetic	acetic acid-d4
Acetone	acetone-d6
C6D6	benzene-d6
CD2Cl2	dichloromethane-d2
CD3CN	acetonitrile-d3
CD3CN_SPE	LC-SPE Solvent (Acetonitrile)
CD3OD_SPE	LC-SPE Solvent (Methanol-d4)
<b>CDCl3</b>	<b>chloroform-d</b>
CH2Cl2	dichloromethan, non-deuterated
CH3CN	acetonitrile, non-deuterated
CH3CN+D2O	HPLC Solvent (Acetonitril/D2O)
CH3OH	methanol, non-deuterated
CH3OH+D2O	HPLC Solvent (Methanol/D2O)
D2O	deuteriumoxide
D2O_salt	deuteriumoxide with salt

- 选择合适的测试项目。

名称	描述
PROTON	1H experiment
N C13QPD	13C experiment with decoupling, 1024 scans, 235 ppm
N C13DEPT135	13C DEPT135, CH3/CH positive, CH2 negative, 256 scans, 160 ppm
N WATER	water suppression
C COSYGPSW	Gradient selected COSY
C COSYDPPHSW	Gradient selected double quantum filtered phase sensitive COSY
C FASTLANE_HSQC	Combined analysis of 1D1H and HSQC data
C HMBGCP	1H-13C HMBG with gradient selection
C HMBGCP13ND	1H-13C HMBG with gradient selection using 3-fold low pass filter for better 1J
C HMBGCP_15N	1H-15N HMBG with gradient selection
C HSQCDETGPSISP	1H-13C multiplicity edited HSQC with gradient selection BF1 <= 600 MHz
C HSQCETGP_15N	1H-15N HSQC with gradient selection
C HSQC_TOCSY	1H-13C HSQC-TOCSY with gradient selection BF1 <= 600 MHz
C MLEVPHSW	Phase sensitive TOCSY
C MLEVPHPR	Phase sensitive TOCSY with solvent suppression
C NOESYPHSW	Phase sensitive NOESY
C NOESYPHPR	Phase sensitive NOESY with solvent suppression
C ROESYPHSW	Phase sensitive ROESY
C ROESYPHPR	Phase sensitive ROESY with solvent suppression
C ROESYPHREASY	Phase sensitive 'EASY' ROESY with solvent suppression

- 参数选择向下，可以编辑相关参数：氢的 NS 是扫描次数，默认为 16 次，一般上限为 128 次；碳谱的扫描圈数可以根据样品的量进行设置；点击五角星代表将样品提前测试；D1 是持续时间，默认为 1 sec；O1P 是中心值，默认为 6.175；SW 是谱宽，默认为 20.783。



- 点击提交。仪器指示灯开始从绿灯转变为黄色闪烁，之后随着样品盘转动到对应样品的位置，上样，测试期间指示灯为黄色。之后软件上会显示程序，开始从放样，自动调谐，匀场，锁场，采样等开始检查，每走完一个程序会在对应位置打钩。



#### 4 实验结束

测试完毕，仪器自动结束，测试状态转为 Finish，按照标签纸三项一一对应检查，找到核磁编号对应转盘位置，取出样品管，放到对应组里的存放盒内，取走核磁，退出课题组测试页面（点击 Change user），实验结束。

**注意：**1. 将携带的垃圾收拾干净，离开时一起带走。2. 核磁管在实验做完后及时取走，切勿在核磁室过夜，如超过一天未取走，将被管理员处理掉。

## 5 数据查看

400M 核磁测试数据自动上传到学院的局域网，大家可以通过登录局域网查看，局域网为：<ftp://10.20.1.209/>

## 五、数据处理

实验数据采集完成后，按以下步骤处理数据：

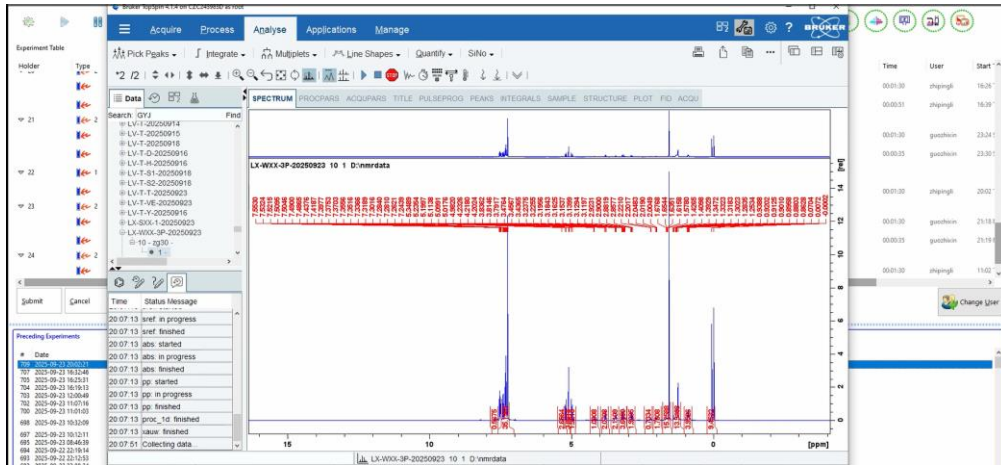
### 1. 双击测试数据，打开数据处理页面

The screenshot shows the NMR software interface. The top part displays an 'Experiment Table' with columns for Holder, Type, Status, Disk, Name, No., Solvent, Experiment, Pri, Par, Title/Orig, Time, User, and Start. Below this is a 'Processing Experiments' table with columns for #, Date, Holder, Name, No., Solvent, Experiment, Load, ATM, Lock, Shim, Acq, Proc, User, Disk, Title/Orig, and Remarks.


Holder	Type	Status	Disk	Name	No.	Solvent	Experiment	Pri	Par	Title/Orig	Time	User	Start
LV-P1-1074-20250823	10	Finished	D:\nrmdata	LV-P1-1074-20250823	10	CDCl3	chloform-d N-PROTON	1H experiment	★		00:01:30	shpingli	16:25
LV-P1-1074-20250823	11	Finished	D:\nrmdata	LV-P1-1074-20250823	11	CDCl3	chloform-d N-F19CPD	31P exp. comp. pulse decoupling	★		00:00:51	shpingli	16:39
GVQ-Z2H-2-24H-20250821	10	Finished	D:\nrmdata	GVQ-Z2H-2-24H-20250821	10	CDCl3	chloform-d N-PROTON	1H experiment	★		00:01:30	guoshimin	23:24
GVQ-Z2H-2-24H-20250821	11	Finished	D:\nrmdata	GVQ-Z2H-2-24H-20250821	11	CDCl3	chloform-d N-F19CPD	1H exp. comp. pulse decoupling	★		00:00:51	guoshimin	23:30
LV-1000-3P-20250823	10	Finished	D:\nrmdata	LV-1000-3P-20250823	10	CDCl3	chloform-d N-PROTON	1H experiment	★		00:01:30	shpingli	20:02
GVQ-Z2H-1-24H-20250822	10	Finished	D:\nrmdata	GVQ-Z2H-1-24H-20250822	10	CDCl3	chloform-d N-PROTON	1H experiment	★		00:01:30	guoshimin	23:14
GVQ-Z2H-1-24H-20250822	11	Finished	D:\nrmdata	GVQ-Z2H-1-24H-20250822	11	CDCl3	chloform-d N-F19CPD	1H exp. comp. pulse decoupling	★		00:00:51	guoshimin	23:19
LV-GVQ-31P-20250823	10	Finished	D:\nrmdata	LV-GVQ-31P-20250823	10	CDCl3	chloform-d N-PROTON	1H experiment	★		00:01:30	shpingli	11:02

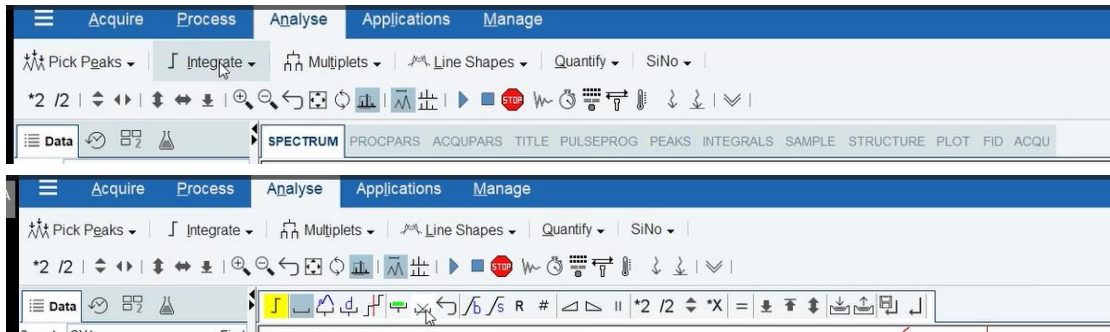
  

#	Date	Holder	Name	No.	Solvent	Experiment	Load	ATM	Lock	Shim	Acq	Proc	User	Disk	Title/Orig	Remarks
107	2025-08-23 16:25:46	20	LV-P1-1074-20250823	10	CDCl3	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	shpingli	D:\nrmdata		
702	2025-08-23 16:25:51	11	LV-P1-1074-20250823	10	CDCl3	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	shpingli	D:\nrmdata		
704	2025-08-23 16:18:13	14	LV-P1-1074-20250823	10	CDCl3	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	shpingli	D:\nrmdata		
702	2025-08-23 13:05:48	8	GVQ-Z2H-2-24H-20250821	10	CDCl3	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	guoshimin	D:\nrmdata		
702	2025-08-23 11:07:16	24	LV-GVQ-31P-20250823	10	CDCl3	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	shpingli	D:\nrmdata		
700	2025-08-23 11:03:05	12	LV-GVQ-31P-20250823	10	CDCl3	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	shpingli	D:\nrmdata		
698	2025-08-23 10:32:09	24	LV-GVQ-31P-20250823	10	CDCl3	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	shpingli	D:\nrmdata		
697	2025-08-23 10:32:11	24	LV-GVQ-31P-20250823	10	CDCl3	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	shpingli	D:\nrmdata		
695	2025-08-23 08:46:38	24	LV-GVQ-31P-20250823	10	CDCl3	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	shpingli	D:\nrmdata		
694	2025-08-22 23:18:14	15	LV-P1-1074-20250822	10	CDCl3	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	shpingli	D:\nrmdata		
693	2025-08-22 23:18:13	14	LV-P1-1074-20250822	10	CDCl3	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	shpingli	D:\nrmdata		
692	2025-08-22 23:00:34	16	LV-P1-1074-20250822	10	CDCl3	PROTON	✓	✓	✓	✓	✓	✓	shpingli	D:\nrmdata		





## 2. 去除仪器的自动积分

点击页面上面的 Analyse - Integrate - 

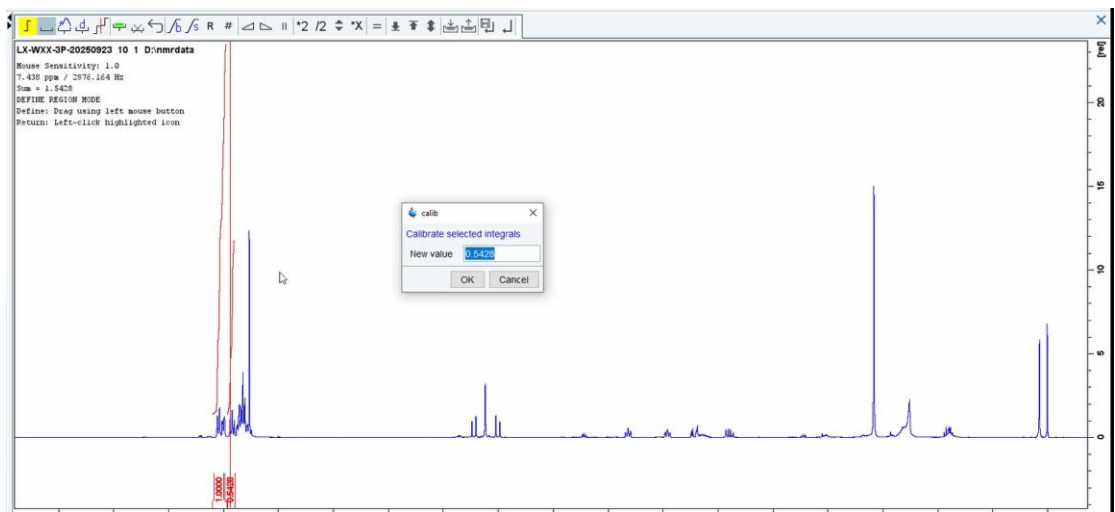
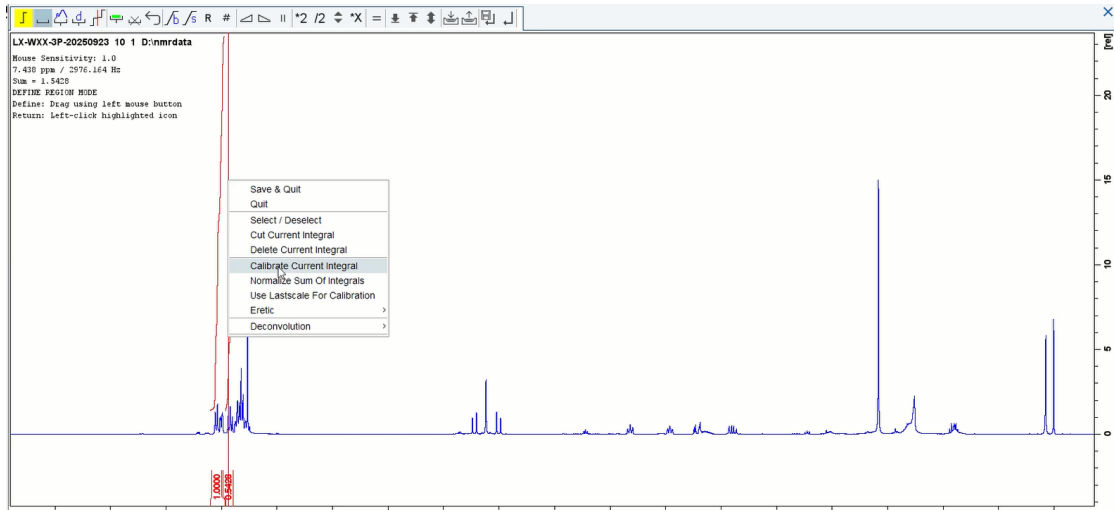


## 3. 积分



点击积分按钮 ，调整核磁页面大小 ，顺序积分。

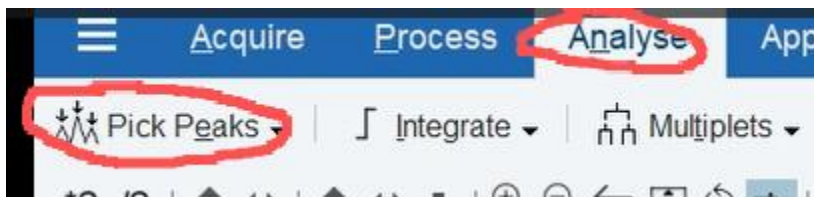
## 4. 调整积分面积，将适合的峰定为 1，

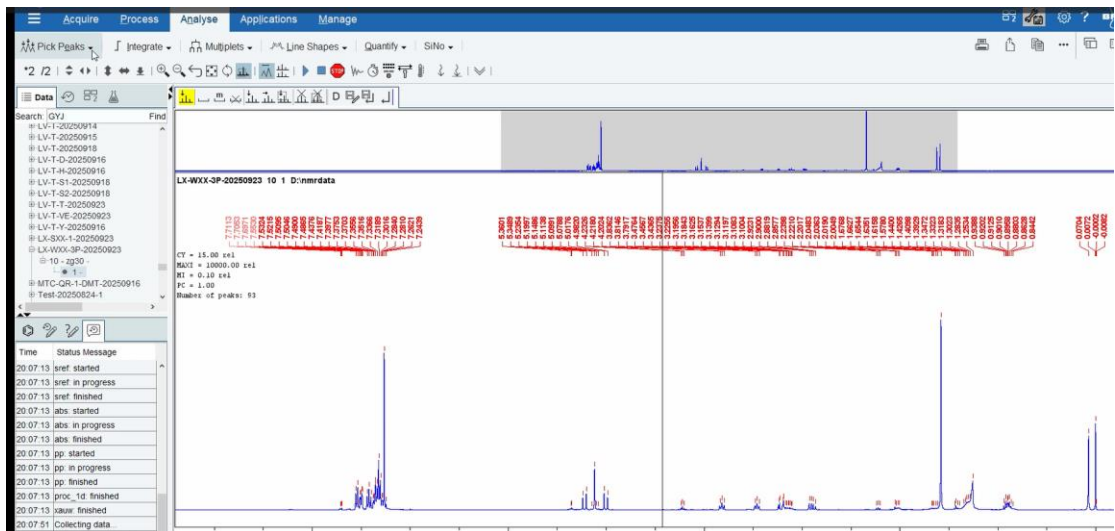
把箭头放在想调整峰上，右击，点击 Calibrate Current Integral



## 5. 标峰

点击 Analyse - Pick Peaks -  删除自动标峰 -  进行手动标峰



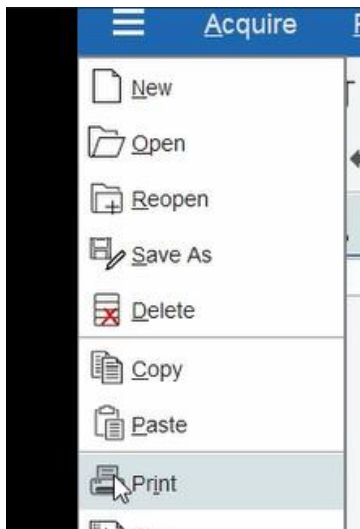


## 6. 保存核磁图-出报告

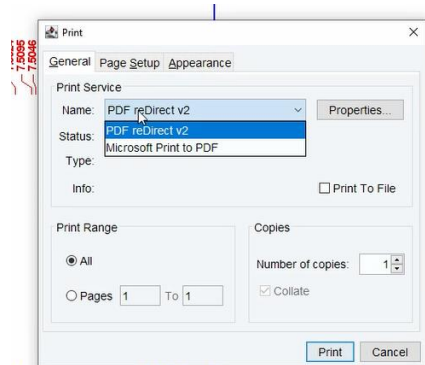
### (1) 点击页面的菜单栏



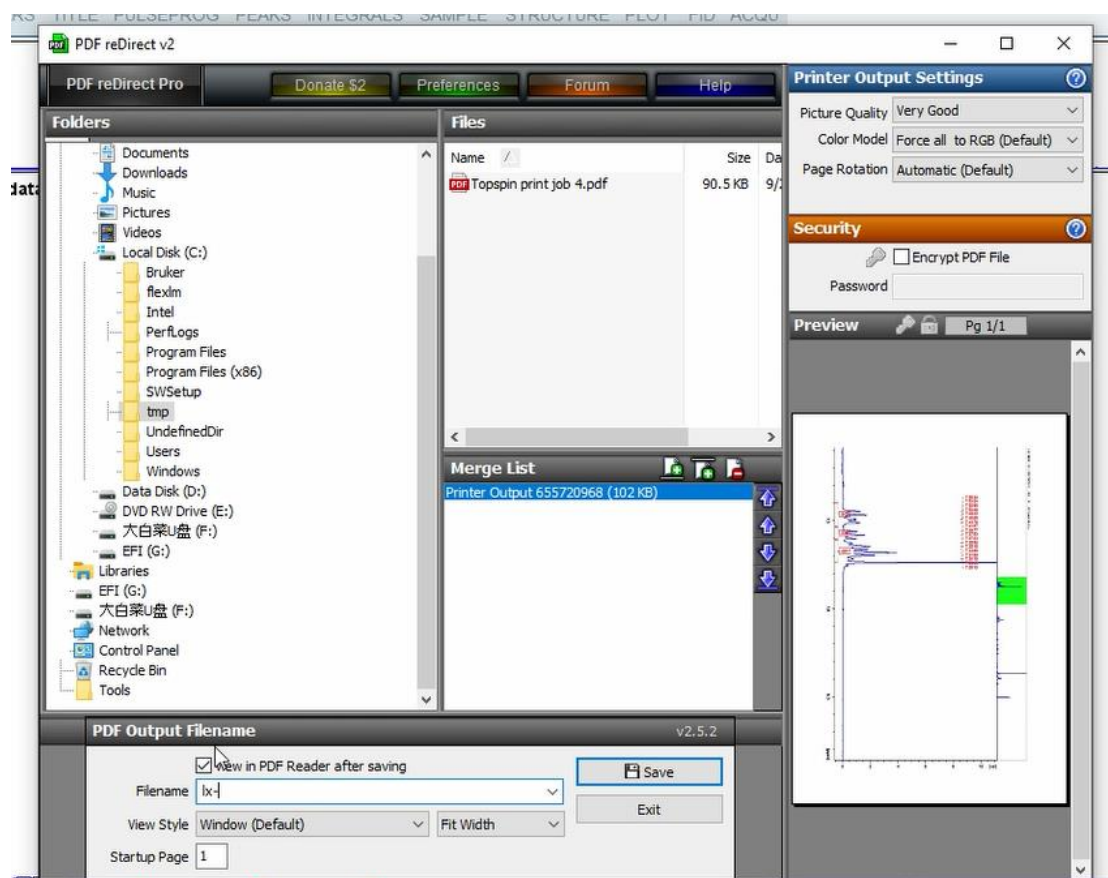
### (2) 点击 Print



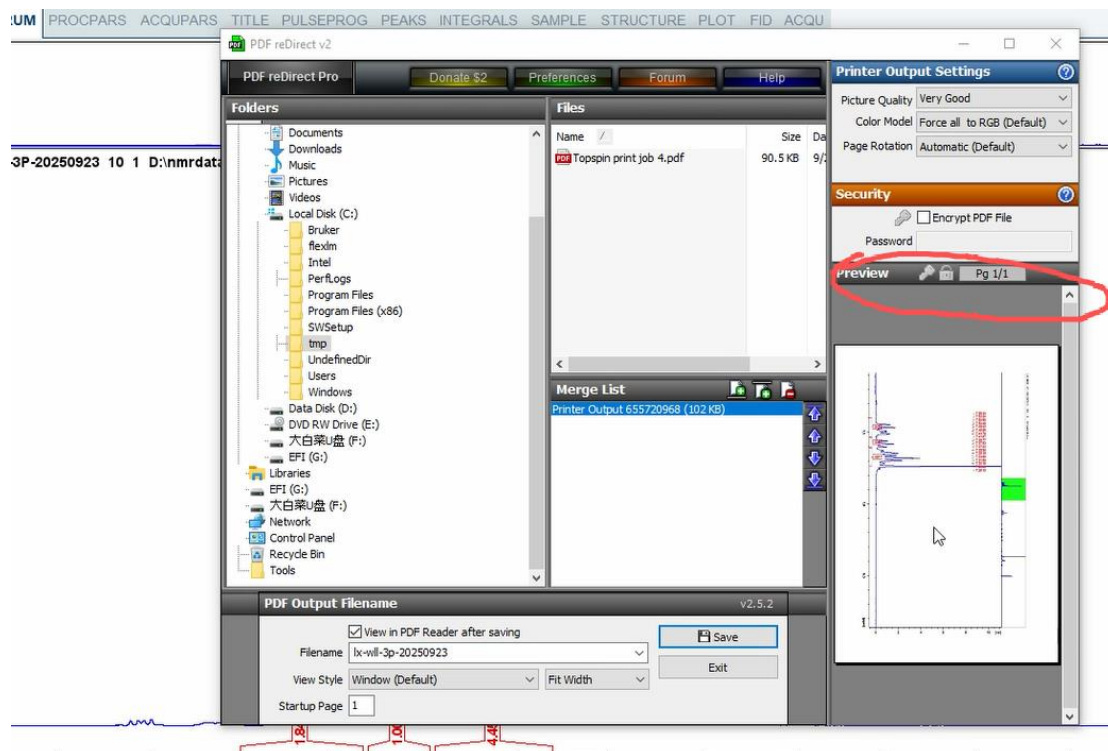
### (3) 打印 pdf



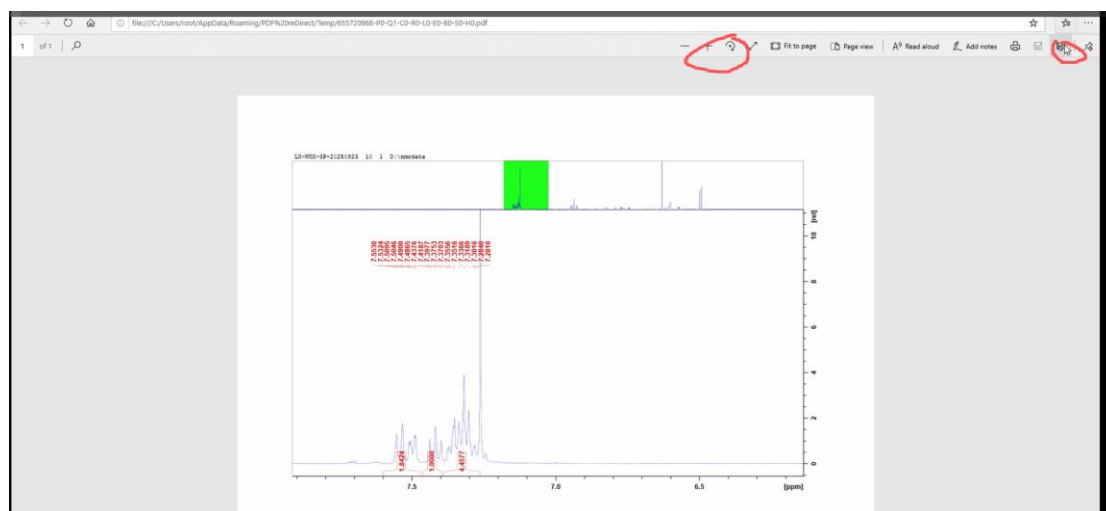
(4) 修改测试名称



(5) 点击预览



(6) 调整页面方向-保存输出



(7) NMR 常见溶剂峰和水峰

溶剂	<sup>1</sup> H化学位移 δ (精细多重峰数)	J <sub>HD</sub> /H z	<sup>13</sup> C化学位移 δ (精细多重峰数)	J <sub>CD</sub> / Hz	溶剂中残余H <sub>2</sub> O或HOD的质子化学移	相对密度 (20 °C)	熔点 /°C	沸点 /°C
乙酸—d <sub>4</sub>	1.86(1) 2.04(5)	2.2	178.99(1) 20.0(7)	20	11.5	1.12	17	118
丙酮—d <sub>6</sub>	2.05(5)	2.2	206.68(13) 29.92(7)	0.9 19.4	2.8	0.87	-94	57
乙腈—d <sub>3</sub>	1.94(5)	2.5	118.69(1) 1.39(7)	21	2.1	0.84	-45	82

苯- d <sub>6</sub>	7.16(1)		128.39(3)	24.3	0.4	0.95	5	80
氯仿- d	7.27(1)		77.23(3)	32.0	1.5	1.50	-64	62
环己烷- d <sub>12</sub>	1.38(1)		26.43(5)	19		0.89	6	81
重水	4.80(DSS) 4.81(TSP )				4.8	1.11	3.8	101. 4
N, N-二甲 基甲酰胺 - d <sub>7</sub>	8.03(1) 2.92(5) 2.75(5)	1.9 1.9	163.15(3) 34.89(7) 29.76(7)	29.4 21.0 21.1	3.5	1.04	-61	153
二甲基亚砷 -d <sub>6</sub>	2.50(5)	1.9	39.51(7)	21.0	3.3	1.18	18	189
p-二恶烷-d <sub>6</sub>	3.53(m)		66.66(5)	21.9	2.4	1.13	12	101
乙醇-d	5.29(1) 5.56(1) 1.11(m)		59.96(5) 17.31(7)	22 19	5.3	0.91	<- 130	79
甲醇-d <sub>4</sub>	4.87(1) 3.31(5)	1.7	49.15(7)	21.4	4.9	0.89	-98	65
二氯甲烷-d <sub>2</sub>	5.32(3)	1.1	54.00(5)	27.2	1.5	1.35	-95	40
吡啶-d <sub>5</sub>	8.74(1) 7.58(1) 7.22(1)		150.35(3) 135.91(3) 123.87(5)	27.5 24.5 25	5	1.05	-42	116
四氢呋喃 - d <sub>8</sub>	3.58(1) 1.73(1)		67.57(5) 25.37(1)	22.2 20.2	2.4-2.5	0.99	-109	66
甲苯-d <sub>8</sub>	7.09(m) 7.00(1) 6.98(m) 2.09(5)	2.3	137.86(1) 129.24(3) 128.33(3) 125.49(3) 20.4(7)	23 24 24 19	0.4	0.94	-95	111
三氟乙酸-d	11.50(1)		164.2(4) 116.6(4)		11.5	1.50	-15	72
三氟乙醇 - d <sub>3</sub>	5.02(1) 3.88(4*3)	2(9)	126.3(4) 61.5(4*5)	22	5	1.45	-44	75

注:  $J_{\text{HD}}$  为溶剂本身的其他 1H 对与之相对应的 <sup>1</sup>H 之间的耦合常数,  $J_{\text{CD}}$  为溶剂本身 1H 对 <sup>13</sup>C 的耦合常数, H<sub>2</sub>O 和交换了 D 的 HOD 上的 1H 产生的即水峰的化学位移

## 六、常见故障处理

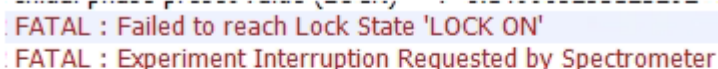
在测试过程中, **遇到问题总体的处理方案**就是:

先进行自检, 看是否为自身样品问题, 核磁管污损, 或者操作不当等简单失误造成, 能解决的自己解决, 不能解决的及时找仪器负责老师沟通, 共同找出问题, 并解决。

## 1 人为操作使用不当引起故障

这类故障是操作者在前处理或测试实验过程中的操作不当，致使软件操作界面报错、无法正常进行实验测试、甚至对仪器造成损伤等。

### (1) 锁场失败



FATAL : Failed to reach Lock State 'LOCK ON'  
FATAL : Experiment Interruption Requested by Spectrometer

**锁场失败**  
(出现“failed to reach lock state”或相关报错)

原因 1：未使用氘代试剂或未放置样品。

解决方法：在测试时必须使用氘代试剂，并将核磁管放在对应的位置。

原因 2：样品管卡住，未能正常进入磁体内部。

解决方案：不得在核磁管粘贴任何标签。

原因 3：核磁管外部脏污，可能会污染探头，或导致锁场失败。

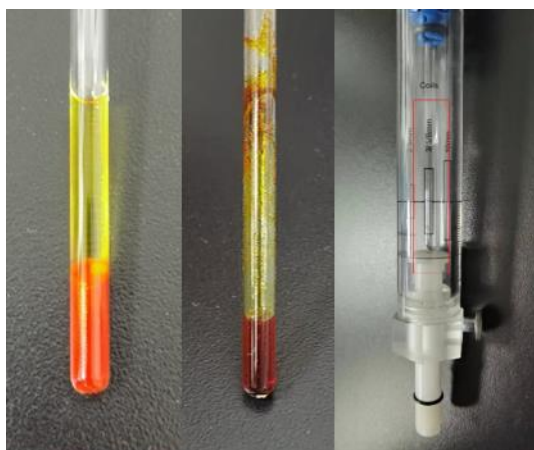
解决方案：上样前检查核磁管外壁是否洁净不干净的核磁管，用无尘纸，沿同一侧轻轻擦拭。

原因 4：样品在磁场中凝固，会导致锁场失败。

解决方案：如氘代二甲基亚砜(DMSO)的凝固点为  $18.4^{\circ}\text{C}$ ，若在该温度下测试，样品会凝固，此时可考虑适当升高探头温度或将 DMSO 吹化后再进行测试。

原因 5：软件选择的氘代溶剂与使用的不一致，使氘信号的频率产生偏差而导致锁场失败。

解决方案：这时应该，选择正确的氘代试剂，重新测试。



## (2) 匀场失败

```
Gradient Shim: FATAL : Shim Z5, -254.36143[Hz] exceeds the lower limit, -50[Hz]!  
Gradient Shim: Shim Z5, -254.36143[Hz] exceeds the lower limit, -50[Hz]! Terminating gradient shim.  
Gradient Shim: FATAL : Shim Z6, -182.29386[Hz] exceeds the lower limit, -20[Hz]!  
Gradient Shim: Shim Z6, -182.29386[Hz] exceeds the lower limit, -20[Hz]! Terminating gradient shim.
```

```
! FATAL : Job '1D Gradient Shimming' Failed to Complete
```

### 匀场失败

(出现“failed to complete gradient shimming”或相关报错)

匀场的目的是为了保证磁场的均一性，首先，我们按照匀场失败的原因逐一排查：

原因 1：测试样品因温度过低而凝固。

解决方案：检查样品是否处于液体状态，应适当升高探头温度或将氘代溶剂吹化后再进行测试。

原因 2：加入氘代试剂太少。采用直径 5 mm 核磁管时，溶液高度应达到 4-5 cm，即一般需要 0.4-0.6 mL 氘代试剂。

解决方案：补加氘代试剂，重新测试。

原因 3：样品浓度过高或过低，两者均可导致匀场失败。

解决方案：可适当稀释或补加样品。

原因 4：磁体本身原因导致匀场值偏差较大，如使用氘代氯仿  $\text{CDCl}_3$  作为溶剂进行 topshim 匀场时出现报错 “too many points lost during fit”，或报错 “limitsexceed”。

解决方案：输入 rsh 指令读取最近的一次匀场文件后重新匀场尝试。

原因 5：样品含有金属或磁性杂质。

解决方案：重新处理样品，除去金属或磁性杂质再进行测试。

### (3) 核磁管无法弹出

```
} WARNING : Air or VT alarms or errors exist  
} WARNING : AIR : In Air Flow Failure  
! FATAL : Failed to eject sample
```

**样品弹出失败**  
(出现“failed to eject sample”或相关报错)

故障描述：出现样品弹入/弹出报错、或使用自动进样器时无法弹样等不正常现象。

分析原因：放置样品前后拿取速度过快、样品放置孔号与实验编辑孔号不一致、转子中的样品管位置不正确、核磁试管质量不合格、转子损坏、进出气压不稳定等。有些同学在测试前，为了标记样品，在核磁试管外壁张贴标签纸，标签纸过长/过厚均可能导致核磁管无法下沉。

解决方案：若样品测试完毕后无法正常弹出，可先检查空压机和机柜上气压是否正常。若气压正常，可适当调大气压值尝试；若仍无法弹出，检查是否样品管卡在探头中，或转子卡在匀场线圈中，可拧松探头下部的固定螺丝，取下探头检查排除故障后重新安装。使用自动进样器时，等孔位移动到位后再拿取样品管，仔细核对放置孔号与编辑孔号是否一致；使用质量合格无损伤的核磁试管且保持管身洁净，规范上样前的实验操作，或更换转子；观察样品通道气压变化，读取仪器气压表读数，调节设备进出气压。注意：由于气压不足产生的样品管直接跌落至探头，极易折断管身导致探头污染，严重时可能造成不可逆伤害。

#### (4) 匀场不好

原因及现象：若出现溶剂峰或样品峰的峰形展宽，变形，峰裂分差或裂分不符合规则等，则应考虑是否由于匀场不佳导致。

解决方案：(1)重新进行二次匀场。(2)使用“rsh”指令读取最近的匀场文件尝试。(3)长期使用的核磁管可能会发生变形，使匀场效果变差，可尝试更换核磁管。(4)使用“topshim gui”指令进行3D匀场。(5)样品中若含有金属或磁性杂质，亦可能会磁场的均匀性有影响，可考虑将样品进行过滤或纯化。

#### (5) 样品断裂或卡住

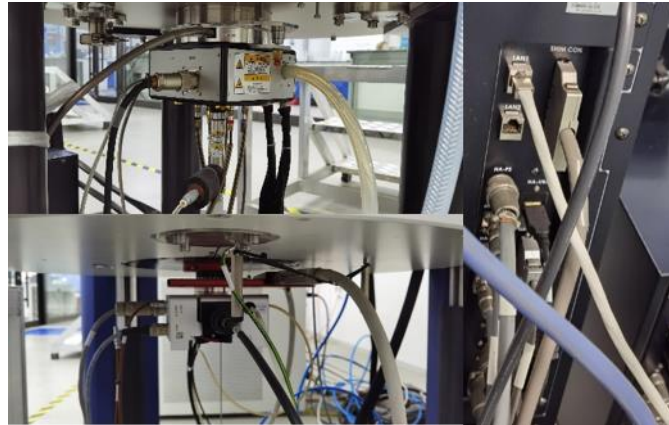
解决方案：检查空压机和机柜上气压是否正常，若气压正常，可适当调大气压值尝试；在BSMS控制单元进入lift control，将气流量数值适当增加50或100；拆卸探头，用干净橡胶管轻顶核磁管，装上探头后提升样品；拆卸匀场线圈，清理线圈斜台面和小孔。

## 2 仪器设备外部因素不正常引起故障

这类故障可能是由于设备运行过程中的连接中断、气路不畅、实验室环境温湿度不合适、通风不良或某些元器件过热、损坏等方面引起。

#### (1) 谱仪无法正常连接

解决方案：重新启动软件操作界面，检查仪器接口处接线是否正常。



## (2) 界面突然关闭/无法提交实验

故障描述：测试过程中，操作界面突然关闭；或测试编辑时，无法提交。

处理方案：点击小磁体符号，进入仪器连接界面，点击“scc→connect”输入账号、密码重新连接。注意：测试过程中，不要打开新的谱图文件，避免因此出现类似故障。

## (3) 探头温度异常

原因及现象：空压机压力达到 0.5 MPa 后再进行控温操作，若压力没有达标就进行控温，系统可能会持续报错。

解决方案：开启了探头温度控制功能后，软件界面 probe temperature 显示为 no probe，该情况通常是由软件或硬件通讯异常导致。首先，可先通过重启软件或电脑进行尝试，排查是否软件通讯异常。若仍无法解决，检查是否硬件接触不良。可将磁体底部探头上的 Thermo 线和 Heater 线拔下，确认接口处是否有灰尘、杂物阻碍，是否连接处变形或弹性不够等，排查可能导致接触不良的原因。均无误后将两根线重新插回，再确认故障是否已解决。

## (4) 序列运行卡住

原因及现象：安装了自动进样器的波谱仪，序列在运行过程中，有时会出现卡住，无法弹出和运行后续样品，进样器指示灯一直处于亮黄灯的状况，

解决方案：排查是软件还是硬件卡住。若软件卡住，关掉软件重新打开软件即可解决。若硬件卡住，可先尝试按下进样器上的 emergency 红色紧急按钮，等待十几秒后拉起该按钮，观察指示灯是否正常。若仍不正常，可重启电脑、自动进样器和机柜尝试。若样品仍无法弹出，可将进样模式由自动切换成手动进样，尝试将样品弹出：主界面命令栏中，手动输入 ha 命令在弹出的界面中选择 lock/shim(open)-sample handling-sample transportercontrol-lift mode，在下拉菜单中进行手/自动进样模式的切换。切换完成后，用手预先将在磁体上端入口处的进样小车支架推走，再点击图标弹出 BSMS 键盘，单击 lift 按钮，可手动将样品弹出。通过切换成手动进样，可确定机柜、电路板等控制硬件是否正常。手动按下进样器上绿色上下箭头按钮，使 holder 样品卡槽支架回归原位。后续可再按之前操作，将手动进样重新切换成自动进样模式，即可恢复正常。

## 七、注意事项

1. 样品要求：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核磁场的物质。
2. 核磁管：核磁管选择质量过关的，粗细合适的，可接受 Wilmad 535-PP-7 或同等产品。**不允许垫纸片！**
3. 测试浓度：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. 样品体积：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）如图所示。



（图中黑白相间的部分不能用手触碰）

6. 氘代溶剂的选择：惰性，低沸点，价格尽量便宜，氘代原子越多，价格越高。溶剂应进行氘化，以避免溶剂信号过大导致覆盖样品信号，同时也可以实现锁场来减少核磁信号偏移的可能性。如果样品上有需要检测的活泼氢基团（例如-NH，-OH），则避免使用 D<sub>2</sub>O 和甲醇-d<sub>4</sub> 等质子溶剂，而乙腈-d<sub>3</sub> 和 DMSO-d<sub>6</sub> 是更好的选择。如果可能，尽量不要使用混合溶剂，因为混合溶剂更难锁场和匀场。
7. 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！**

8. 放置样品时，切记不能触碰传感器，触碰后，若仪器停止工作，变红灯，解决方法：点击红色按钮-复位案件。



9. 将核磁帽盖好，不得歪斜或松动。
10. 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。
11. 如遇核磁管碎裂，请立即全面清理干净地上玻璃碎片。
12. 核磁只能测常温，无法做升温或降温测试。
13. 如遇氘代 DMSO 凝固现象，吹风机加热融化后测样，不允许更改空调温度。
14. 未经允许，不可私自关闭序列，手动进样。

15. 样品管插入转子后过松时请小心进样，防止脱落转子砸到探头上。
16. 如出现任何异常问题，先跟核磁学生管理员沟通，无法解决及时报告给负责老师。

## 八、维护与保养

### 1. 工作站的维护

由于处于网络中的计算机容易受到病毒等因素的影响，从而造成软件崩溃和数据丢失等问题，因而不建议将软件安装在联网的计算机上，此外，应定期对计算机进行杀毒软件升级、数据备份，避免数据丢失，如需进行数据拷贝，建议使用专用的移动硬盘，并在连接之前预先格式化，避免可能的病毒传播。

### 2 磁体的维护

(1) 对 NMR 谱仪来说，超导磁体单元的维护是极为重要的。由于超导是由线圈浸泡在低冷液氦（-269 °C）中形成，因此维持超导的极低温环境是最为重要的，需要定期观察磁体中是否有液氦和液氮剩余量，并及时进行添加。对磁体来说，磁体的设计已经极大程度地减少了制冷剂的挥发损失（液氦消耗量减少 13%）约 5 个月添加一次液氦即可，相比之下，液氮消耗量较高，约 10 天添加一次，仪器后台程序会在每天固定时间对液氦、液氮剩余量进行测量并记录，因此，管理员需及时关注，并根据消耗量的异常判断管路是否有堵塞，以便及时排查和处理。

(2) 由于磁体有很强的磁场对铁磁性的物质有强吸引力，该吸引力会在短距离内增大至无法控制的程度，而被突然吸到磁体中心，因此铁磁性物品（如手机、机械手表、钥匙等）、磁卡（如银行卡、校园卡等），以及使用心脏起搏器或金属关节的人士禁止靠近磁体。

(3) 由于样品的测试是在室温腔管中进行的, 周围环境温度的改变对磁体中心频率的稳定性, 磁体的稳定性均会产生影响, 因此需保持环境温度的稳定。

### 3 探头的维护

探头是核磁中较为关键, 但同时也较为易损的部件, 对探头的使用及维护应注意:

(1) 选用洁净无破损、划痕的核磁管, 以免核磁管在磁体内发生断裂, 污染损坏探头。

(2) 核磁管型号较多, 选用时需注意与探头匹配, 不同场强磁体的探头无法替换使用, 探头的频率范围和功能不同。我校使用 5 mm 400/600 MHz PABBO 宽带探头, 其探头内部隔离样品和线圈的石英管内径只有 5.4 mm, 若样品管过粗或变形, 容易卡在探头里而无法取出, 甚至挤碎石英管。

(3) 核磁管一定要插入转子中, 并使用定深量筒控制好下端高度, 避免核磁管过长进入探头时撞碎, 此外, 转子底部的 O 型圈长时间使用会发生老化, 需及时更换。

(4) 长期使用的核磁管应定期更换, 若使用时间过长, 或在高温下干燥, 管体容易磨损或变形, 匀场效果变差, 同时进入探头中可能会卡住甚至断裂。

(5) 手动进样放入样品前, 需先确认空压机有无正常开启, 气流是否正常, 若需做变/高温试验时需将压缩空气改为高纯氮气, 以免造成线圈氧化。

### 4 机柜的维护

(1) 由于机柜中包含了 NMR 波谱仪相关的大部分电子硬件特别是集成电路, 这些均应在合适的温度和湿度范围内工作, 因此需保证其

处于良好的工作环境中，良好的工作环境要求无尘、恒温、防潮等，灰尘过多会造成电路板等接触不良或短路，温度过高不利于电子元器件的散热，可能烧坏电路板，过低可能会导致电子元件工作不正常，湿度过高容易造成器件生锈，或电路板上灰尘结块而短路，过低则容易产生静电（我校 NMR 波谱仪温度一般控制在 18 °C，湿度控制在 30%-70%，保证了仪器在较好的状态下持续运行，此外，每三个月应拆下机柜侧面板上的防尘板，清理晾干后再装回，定期检查机柜中的风扇是否正常工作，如发现异常，应及时维修或更换，以免散热不良引起故障。

(2) 为防止突然断电对仪器可能产生的影响，建议配备 UPS 不间断电源，在断电几小时内保证仪器正常运行，为正常关机提供充足的时间。此外，学校同时配备了空调、抽湿机、空气压缩机，既保证了仪器在良好的环境下运行，又降低了辅助设备长时间运行带来的安全风险，延长附件的使用寿命。

## 5 90 °C 脉冲定期校准和维护

在日常维护中，还需定期校准 F1（观察通道）的 90 °C 脉冲，来确认激发核磁共振现象的脉冲处于正常范围。以氢谱为例，使用氘代氯仿  $\text{CDCl}_3$  为溶剂，0.1% 乙基苯为标样，新建一个氢谱，经锁场 lock、自动调谐 atma、匀场 topshim 后，在命令行输入 pulseca 指令，会自动优化 90°C 脉冲 P1 值并自动写入该数值，命令行输入 edproso 指令，打开 prosol 表，找到氢核所属行，将 observe 和 decouple 通道的脉冲宽度 pulse width 均改为上述值并保存，一般来说，优化前后的 90 °C 脉冲值不会差别很大，需通过偏差看此值是否合理，脉冲是否正常。

## 6 3D 匀场与 1D 线型样品校准和维护

定期使用标准样品对磁体做 3D 匀场与 1D 线型样品校准，3D 匀场以 90%水+10%重水为标样，首先新建或打开一个氢谱试验，执行完 lock、atma 指令后，命令行键入 topshim gui 指令，勾选 3D 选项进行匀场，约 20-30min 匀场结束后查看相应的 report。正常情况下，initial 值应比与 final B0 值略大。再以线型样品 1% 氘代氯仿为标样，氘代丙酮做溶剂，选择 PROHUMP 标准实验，经 lock、atma 后，键入命令 topshim gui 选择 1D lineshape hump, 进行 1D 匀场校准。匀场结束后输入 zg 指令进行采样，经 efp、apk、absn 命令处理后，键入命令 humpcal 可得到探头的频率参数值，将该参数值与探头出厂参数值进行对比，在上浮 30%的范围内均可。若超出该范围，需按上述步骤重做。3D 匀场、1D 匀场，若仍不达标，可联系 Bruker 工程师处理。