



NMR样品制备和检测

你知道吗，制备NMR样品也可如此简单，只需将几毫克样品物质溶解到0.6 ml溶剂中。实际检测可以完全自动地进行，只需花费约5分钟，且无需专人值守。布鲁克NMR，是一种极其稳健、可靠、多功能且经济高效的分析技术！

NMR样品制备和检测

制备NMR样品的标准程序包括将几毫克样品物质溶解到约0.6 ml溶剂中。这可以直接在用于布鲁克核磁共振波谱仪的标准5 mm NMR管中进行。样品物质数量是否精确并不重要。以乙酸乙酯或苯甲酸乙酯等有机分子为例，标准 ^1H NMR检测利用数量在0.001 mg至500 mg之间的样品都能进行。

为避免来自溶剂中氢原子的背景信号，通常将样品物质溶解在用氘原子取代氢原子的氘代溶剂中。所产生的氘信号也可用于实现一些其他的功能，如保持恒定磁场（“锁场”）。氘代溶剂获取容易，可通过<https://bruker-labscape.store>购买。NMR样品制备的成本很低。除了样品物质，还需要氘代溶剂和NMR管。常规NMR通常只需0.6 ml氘代氯仿 (CDCl_3) 外加价格实惠的5 mm NMR管，每份样品的总成本约为2.70美元。若大批量采购耗材，该成本还可进一步降低。

图1

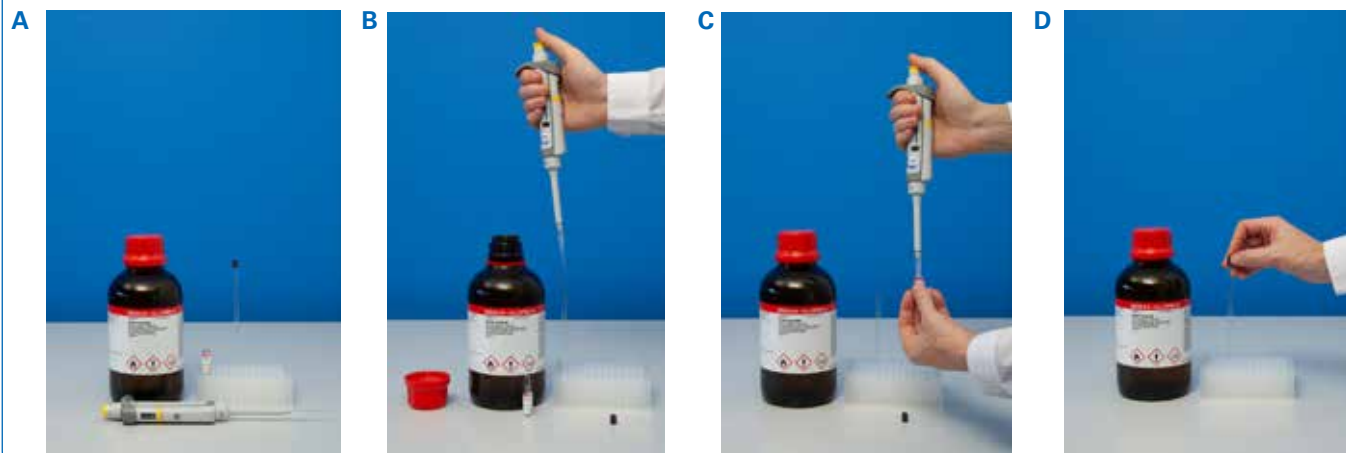


图1-A: NMR样品制备所需的用品包括样品管、移液枪、样品物质（在本例中是乙酸乙酯）和氘代溶剂。B: 首先，向样品管中添加几毫克样品物质。C: 其次，添加0.6 ml氘代溶剂。D: 最后，塞上样品管的塞子。

样品管准备好后，必须插到转子中。转子相当于波谱仪与样品管之间的机械接口（可用于插入和弹出样品，或者借助自动进样器实现自动化样品处理）。

需要使用专门的量筒来确保转子与NMR管相互配合到位。转子和量筒都随核磁共振波谱仪一起提供。关于如何将样品管插入到旋转装置中，可参见图2。

图2

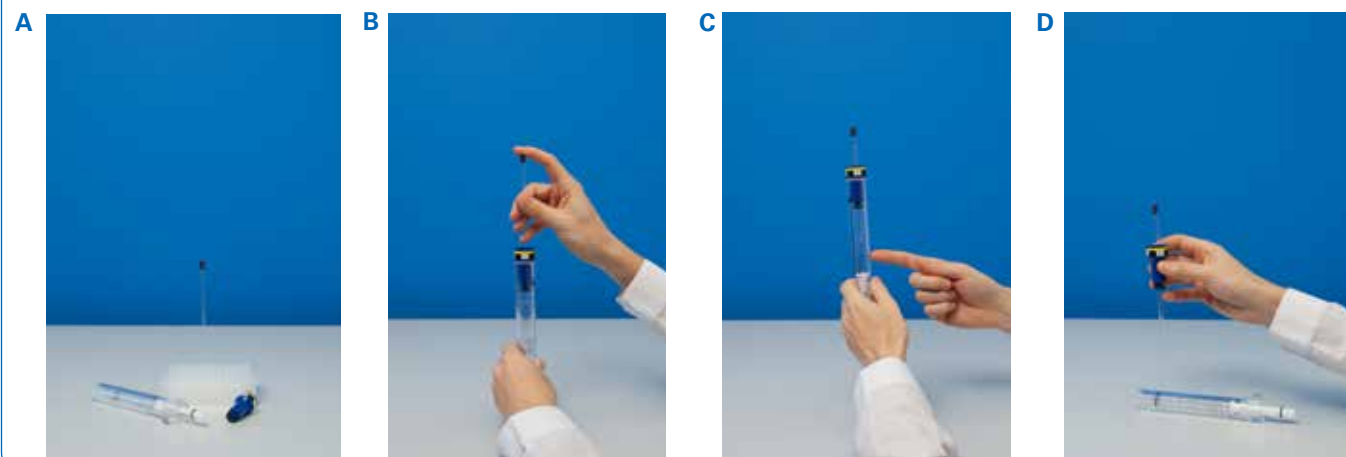


图2-A: 利用量筒调整样品管相对于转子的位置。B: 首先，将转子置于量筒中，让样品管穿过转子中的管孔。C: 量筒可确保样品正好位于NMR波谱仪的磁场中心。D: 现在可将带样品管的转子插入NMR波谱仪。

图3

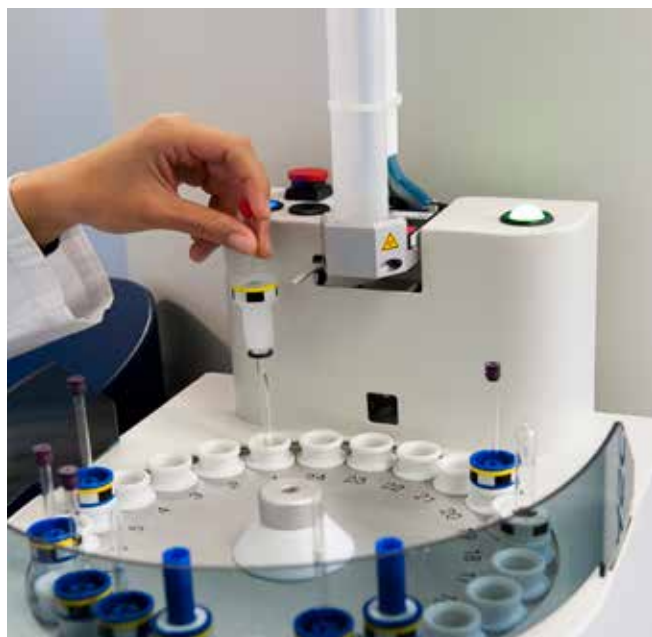


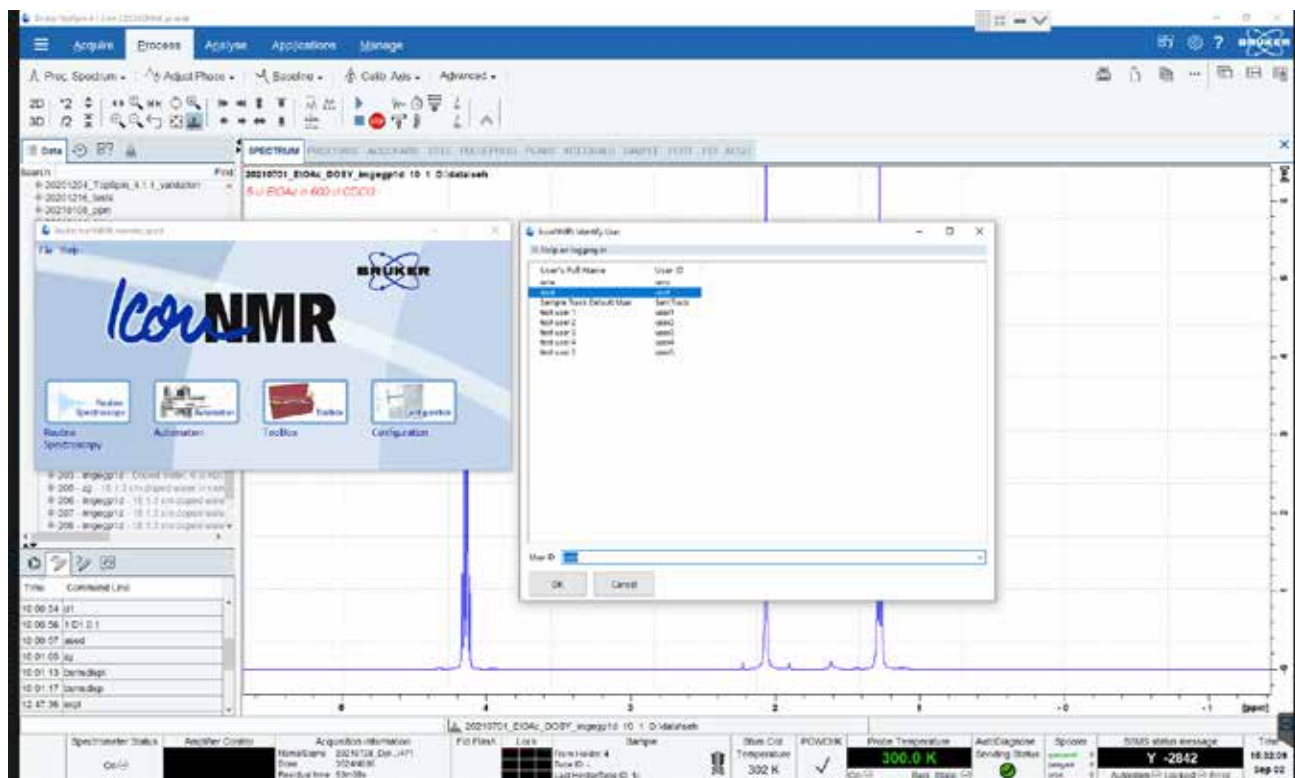
图3: 带样品管的转子被置于自动进样器中。

现在可将带样品管的转子置于自动进样器中；若没有自动进样器，则直接插入NMR波谱仪。Bruker SampleCase自动进样器可容纳24个转子和样品管。

将带样品管的转子置于自动进样器中后，只需点击几下，几分钟即能获得NMR波谱。接下来，我们将讲述基于适用于布鲁克NMR波谱仪的软件工具“IconNMR”的波谱采集流程。

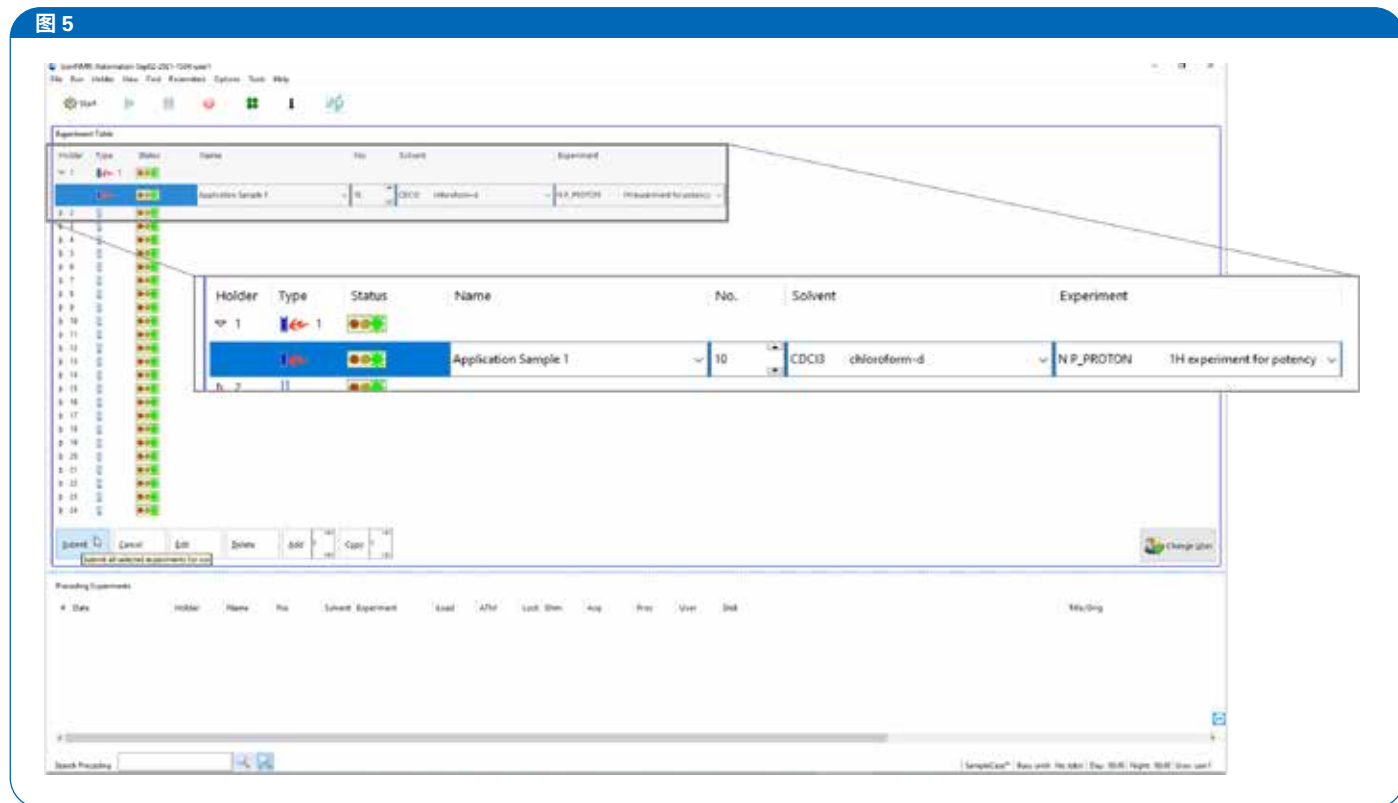
点击TopSpin目录“采集”(Acquire)中的“IconNMR自动化”(IconNMR Automation)，或者在TopSpin命令行键入“icon”，以打开“IconNMR”窗口。波谱仪现在已能供多个用户在开源模式下同时使用。用户利用各自的验证信息登录之后(图4)，即可点击几下以设置实验。

图4



IconNMR主窗口为表格格式的用户界面，每行代表自动进样器中的一个样品位（例如，对于配备24位自动进样器，IconNMR显示有24行）。可以很方便地指定需要记录的NMR实验，例如，可通过给实验指定一个名称（在本例中为：“Application

Sample 1”），通过选择制备样品所用的溶剂（在本例中为：“Chloroform-d”），或者通过定义应采集波谱的NMR实验。具体可参见下文中的图5在我们的例子中，供试样品被插入1号位，因此所有信息都输入到第1行。



只需点击“提交”（Submit）按钮，即可开始NMR实验。波谱仪现在可自动执行完成NMR波谱采集所需的所有步骤。首先，样品移动至磁体中。然后，微调匹配射频电路，使得磁场达到最优状态，以确保获得最佳结果（“锁场”和“匀场”）。所有这些步骤都是自动完成，且只需花费几分钟。接下来，开始核磁

信号采集，采集步骤完成之后，所采集的数据开始进行处理。进程显示在IconNMR窗口底部，如图6所示。

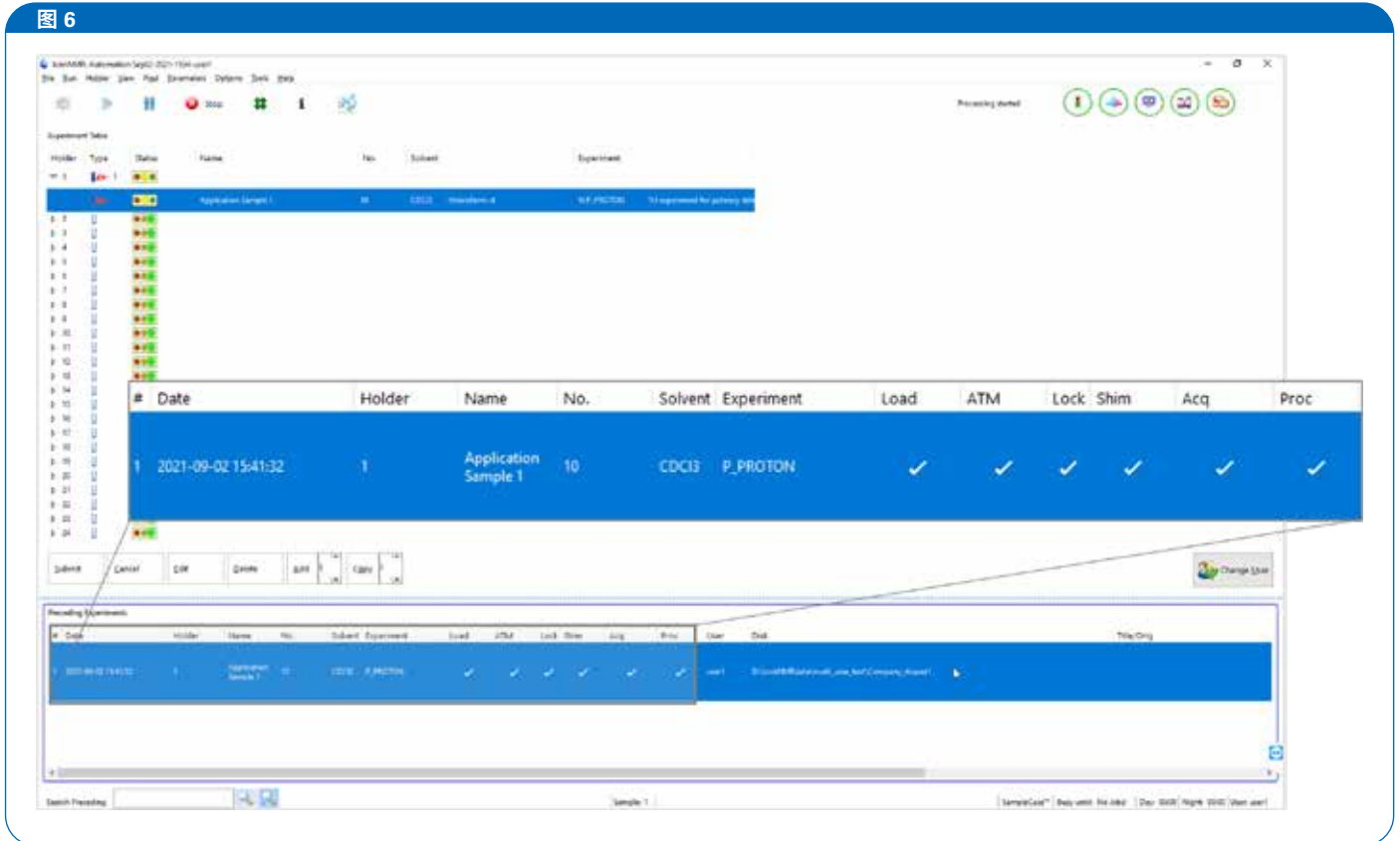
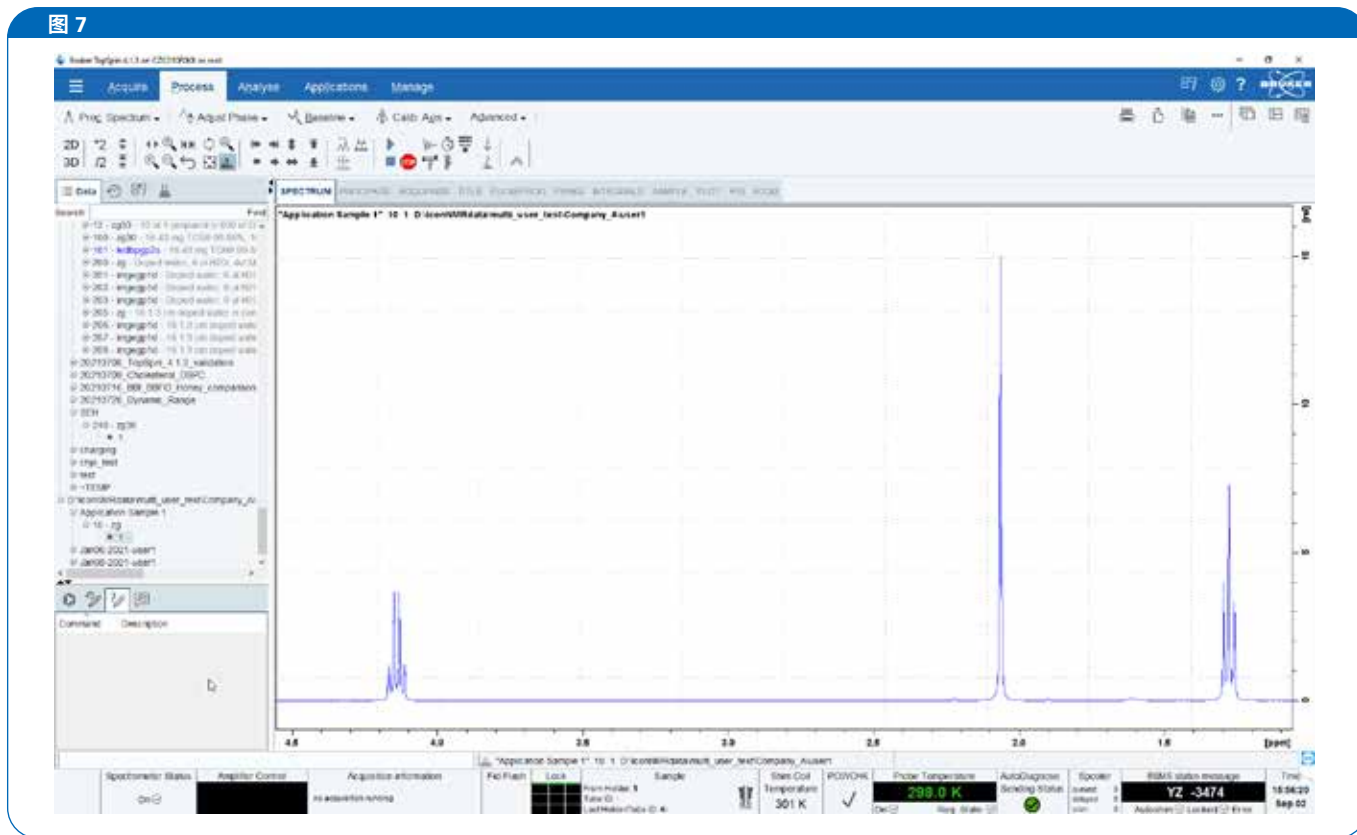


图 7



处理步骤完成之后，可点击IconNMR中的相应行来显示谱图。然后在TopSpin窗口中打开谱图。TopSpin能提供许多可帮助分析NMR谱图的不同功能，如化学位移，或计算峰面积的积分（图7）。

想知道NMR谱图中包含哪些信息，以及如何提取这些信息吗？可查阅我们关于NMR氢谱解读的应用指南。也就是说，NMR不仅能探测来自氢核的信号，也能探测来自许多其他常见原子核（如¹³C或³¹P）的信号。

对比其他通常必须针对每个特定应用进行优化——例如，通过选择特定的色谱柱、梯度和洗脱剂等的分析技术（如HPLC），NMR实验可利用一组预定义的标准参数分析许多不同类型的样品。因此，记录NMR谱图可以如此简单，只需将样品放入自动进样器，并点击“开始”按钮。因为速度快且功能多样，在一台波谱仪上可以依次和完全自动地运行许多不同的样品，无需专业的专业人员值守。

您对利用核磁共振开展分析工作是否还有疑问，或者您是否想知道核磁共振波谱仪对您是否适用？欢迎您通过Marketing.BBIO.CN@bruker.com直接联系我们，我们将十分乐意回答您的问题。



布鲁克 NMR 微信公众号

● 布鲁克（北京）科技有限公司

网址: www.bruker.com
 E-mail: sales.bbio.cn@bruker.com
 布鲁克应用技术咨询:
 400-898-5858
 布鲁克售后技术支持:
 400-898-1088

布鲁克（北京）科技有限公司
 北京市海淀区西小口路66号
 中关村东升科技园B-6号楼C座8层
 邮编: 100192
 电话: (010) 58333000
 传真: (010) 58333299

上海办公室
 上海市闵行区合川路
 2570号1号楼9楼
 邮编: 200233
 电话: (021) 51720800
 传真: (021) 51720810

广州办公室
 广州市海珠区新港东路
 618号南丰汇6楼A12单元
 电话: (020) 22365885/
 (020) 22365886