

# Bruker 400MHz 核磁共振波谱仪“浅尝”分享

刘炜

(富美实(上海)化学技术有限公司, 上海 200000)

核磁共振波谱仪是一种现代化的高精密分析仪器, 它可以对化合物分子结构、动态过程和化学反应进行非侵入性、非破坏性且准确定量的分析研究。

虽然它的功能很强大, 但由于其设备价格昂贵且后期维护成本高而让不少企业望而却步。之前工作的单位都没有这台设备, 而且工作中也几乎用不到核磁共振分析及 NMR 图谱分析。



后来因为工作变动, 新单位有这方面的工作需求, 因而也开始接触这台精密设备。这台设备对环境要求比较高, 单位单独给它设置了一个房间, 严格控制室内的温湿度, 并且使得它尽可能远离其它大型设备, 避免电磁干扰带来的影响。

由于工作中用到它的频率比较高, 在做一些未知物结构鉴定及化合物结构表征的时候都会用到它, 因而每周都会分析一些样品, 仪器也就常年不关机。在日常使用中, 需要定期补充液氦及液氮, 保证其能够维持稳定的超强磁场。

对于仪器设备操作人来说, 有一些注意事项, 人员在进入实验室之前, 需要对自己随身携带物品进行检查, 比如那些容易磁化的物品不能带(例如磁卡, 银行卡, 金属钥匙等等), 还有如果身体有植入心脏起搏器等电子器件的更不能进入, 以免发生意外伤害。对于仪器操作来说, 只要严格按照操作规程进行, 基本上也不会有什么问题。

在样品准备方面也有一些注意点, NMR 分析以液体样品分析为主, 假如你拿来的样品

是固体，那首先要用溶剂进行溶解，核磁分析使用的溶剂跟其它仪器也有所不同，基本上以氘代试剂为主，最常用的溶剂为氘代氯仿，还有氘代 DMSO、氘代丙酮、氘代四氢呋喃这些。要想做好一个 NMR 分析，需要保证样品能够完全溶解，样品溶解后转移到核磁管中。对于核磁管中加入的样品量也有要求，多了不行，少了也不行，一般加到核磁管长度 1/3 处比较合适。由于核磁管是一根长度约 16cm，内径只有 5mm 的细长管子，所以加样品的时候很容易洒出来，我们可以拿 1ml 移液枪吸取样品溶液，然后转移到核磁管中，因为移液枪的 1ml 枪头比较尖，正好可以插入核磁管口。有些人喜欢直接倒，对于氘代氯仿这些好倒，但如果是氘代 DMSO 就不行，因为其粘度比较大。

就我个人而言，这台仪器优点就是能够帮助我们很直观的了解一个未知化合物的结构，它可以做一维和二维，也可以做定量核磁对样品进行准确定量。在未知物结构推断定性中是一个不可或缺的重要手段。

当然了它的缺点也有，比如价格昂贵，一台设备大几百万，维护成本也贵，特别是加的液氮，液氮，也是一笔不小的支出。再说售后服务方面，目前这种仪器完全依赖于进口且国内 BRUKER 只此一家，所以就难说了。

总之如果你们公司有钱且这种测试需求量比较大，那可以考虑入手一台，因为让外面第三方测试，单价也比较昂贵。