

# NUS 一种快速可靠的 NMR 实验技术

闫丽, 熊嫣, 彭绍春

(北京理工大学分析测试中心, 北京 102488)

**摘要:** 2D NMR 实验在有机化合物、药物分子、蛋白质等结构解析中具有重要作用, 由于 2D NMR 共振信号分别在两个独立的频率轴上展开, 因此需要较长的数据采集时间, 多数 2D NMR 基本在夜间或隔天进行测试, 对于一些不稳定易分解的化合物, 可能会导致信号缺失, 造成解析困难, 本文以利福霉素-S 为研究对象, 通过 NUS (Non-uniform sampling) 技术采集其 COSY、HSQC 和 HMBC 谱图, 结果表明使用 NUS 实验技术, 不仅缩短了 50% 的实验时间, 信噪比提高了 4 倍, 同时也相应的提高了谱图的分辨率, 为今后快速鉴定化合物结构提供了参考。

**关键词:** 核磁共振; NUS; 2D NMR;

## NUS a fast and reliable NMR experimental technology

Yan Li, Xiong Yan, Peng Shaochun

(Analysis & Testing Center, Beijing Institute of Technology, Beijing 102488, China)

**Abstract:** 2D NMR experiments play an important role in the structural analysis of organic compounds, drug molecules, proteins, etc. Since the 2D NMR resonance signals are developed on two independent frequency axes, a longer data acquisition time is required. Most 2D NMR is basically at night or test on the next day. For some unstable and easy-to-decompose compounds, it may cause signal loss and difficulty in analysis. This article takes rifamycin-S as the research object. Collect its COSY, HSQC and HMBC spectra through NUS (Non-uniform sampling) technology, the results show that the use of NUS experimental technology not only shortens the experiment time by 50%, increases the signal-to-noise ratio by 4 times, but also improves the resolution of the spectra correspondingly, which is useful for the rapid identification of compound structures in the future.

**Keywords:** NMR; NUS; 2D NMR

## 1 引言

NMR 已广泛应用于化学化工、生物医学、代谢组学、动力学等研究领域, 并成为鉴定

化合物结构以及研究动力学研究强有力的分析手段。当需要阐明一个已知或未知的分子结构时，2D NMR 将起到至关重要的作用。相比于 1D NMR，2D NMR 共振信号分别在两个独立的频率轴上展开，因此需要较长的数据采集时间，对于不稳定易分解化合物，伴随着数据采集时间的增加而发生结构变化，将不利于结构解析。

要获得高分辨率的 2D NMR 需要以等间距的时间间隔对时域进行采样，需要较长的数据采集时间<sup>[1]</sup>，大多数 2D NMR 基本在夜间或隔天进行测试，从而减慢了结构解析的进程。如遇到样品浓度、原子核天然丰度偏低等情况，则需要增加采样时间，才能获得分辨率和信噪比较高的谱图，如何不增加实验时间也可获得分辨率和信噪比较高的 2D NMR，节省谱仪的时间，仍是广大学者日益关注的问题。

随着现代谱仪硬件技术的高速发展，采用高场强的 NMR 谱仪，可提高样品中核自旋极化度，从而获得更强的 NMR 信号以缩短数据采集的时间<sup>[2]</sup>。高灵敏度超低温探头的广泛应用，采用低温氦气冷却探头的接收线圈与前置放大器（冷却至 25K 和 77K 左右），极大程度的降低了检测线圈中的电子噪音，使灵敏度提高了 3-4 倍<sup>[2-3]</sup>。多个接收器并行采集的新型机柜（NEO），在硬件基础上解决了 2D NMR 实验数据采集的基本问题。

为了进一步提高 2D NMR 实验效率，在实验技术方法开发上，创立了快速采集 2D NMR 的 NUS（Non-uniform sampling）实验技术，通过在间接维上随机选取采样点数，可快速的完成 2D NMR 的测试，与传统线性采集方式相比节省了 50% 的实验时间<sup>[4-9]</sup>，已广泛应用于 2D NMR 实验中。本文以利福霉素-S 为例，探讨了基于 NUS 实验技术在 2D NMR 上的实验结果，就数据采集时间、信噪比、分辨率以及数据重建进行讨论，为化合物的快速检测和结构解析提供一种解决思路的参考。

## 2 实验原理

2D NMR 是通过多个脉冲重复 1D NMR，从而创建一个间接的时间序列维度，2D NMR 中的 1D 测量被称为“增量”，一系列的 1D 测量数据形成了一个二维矩阵，矩阵的“行”为直接检的 1D NMR，“列”组成了间接维度，而 2D NMR 在间接维数中所获得分辨率所需的实验时间由  $t_1$  增量所决定<sup>[6]</sup>，每个实验均是等间隔的时间序列。二维矩阵的“行”进行傅里叶变换生成一个干涉图，干涉图的“列”进行傅里叶变换，经过两次傅里叶变换，生成 2D NMR<sup>[4-6]</sup>。