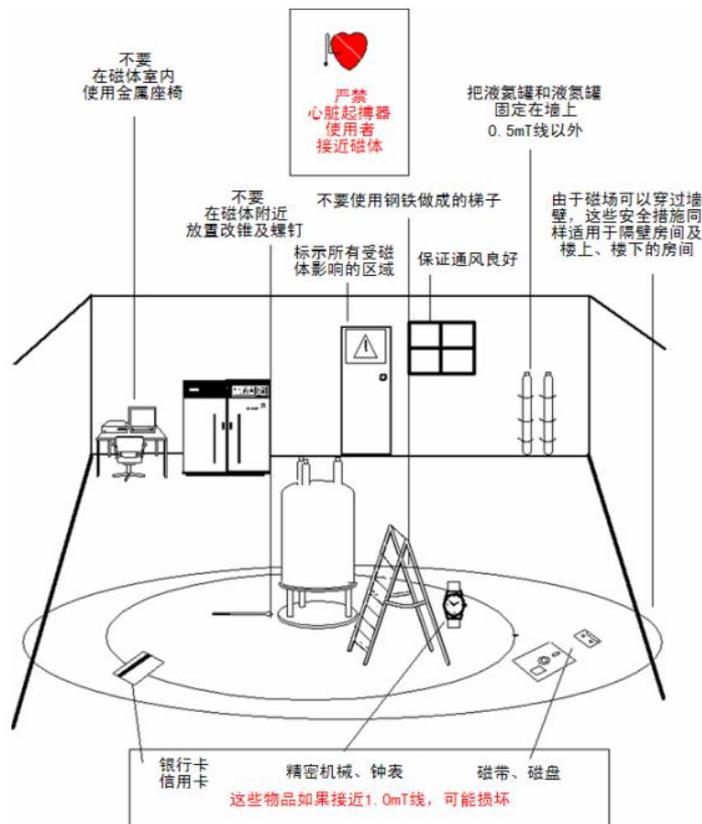


核磁组

第一部分、实验室安全事项

1. 凡进入核磁实验室人员，必须严格执行实验室的各项操作制度，服从管理。



磁体内部及外部区域安全注意事项

2. 如上图所示，切勿携带铁磁性物质（如钥匙、手表、雨伞、耳机、手机等）进入核磁实验室，这些物品在磁体附近有潜在的危险，而且会扰动磁场而对实验结果产生影响；

3. 使用心脏起搏器或者金属关节的人员不可接近磁体；除放样品之外，应保持在5高斯线范围以外，远离磁体；

4. 在排队等待时，不要在核磁实验室频繁的来回走动，以免对其他同学的实验结果会造成干扰。

5. 任何**违规行为**都将受到**停止上机一个月至四年的处罚**。**违规操作导致的仪器损坏需要赔偿**。

6. 按照化学所核磁实验室目前的谱仪功能分类，操作规程分为液体核磁、固体核磁、低场核磁和基于密度泛函理论的高精度有机分子化学位移在线计算系统

平台操作手册四部分介绍。

第二部分、液体核磁操作规程

一、液体核磁样品的制备

样品的质量会严重的影响核磁谱图的质量，因此配置样品的过程非常重要。

- 1、使用干燥、清洁的核磁管，避免污染样品。
- 2、选用高质量的核磁管避免匀场过程中会引入不必要困难。
- 3、样品进行充分提纯和干燥，避免杂质峰掩盖有用信号。
- 4、样品中不能混有磁性杂质，否则会扭曲磁场而降低谱峰的分辨率。

5、选取合适的氘代溶剂，尽可能选取溶解度大、不会干扰样品信号、成本合适、粘滞性较小的氘代溶剂，其熔点和沸点也需考虑。

6、样品量的选取。对于固体样品，使用 5 毫米样品管，可以在 0.6 毫升溶液中最多溶解 20 毫克样品；对于液体样品，如果观察质子，可以在 80% 体积氘代溶剂中溶解 20% 体积样品。配制成在样品管中液体 3-4 厘米的高度，高度不够会需要更长时间匀场。盖上核磁帽，并用蜡膜密封减少挥发。

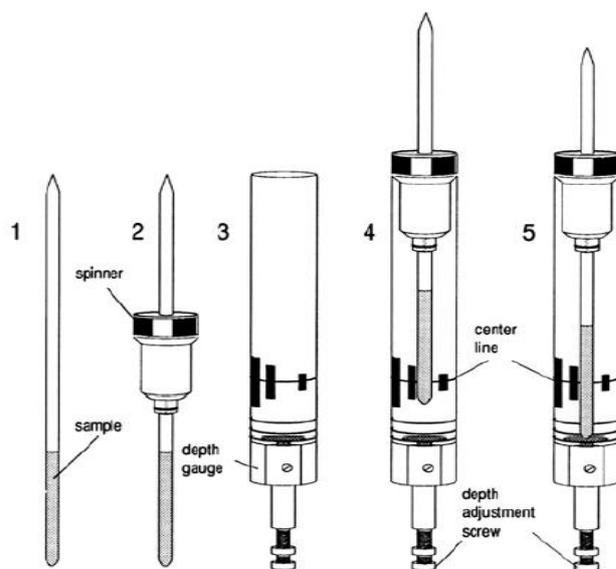
7、过滤样品溶液。样品是否均匀地溶解于整个溶液，有无悬浮的颗粒也与匀场的好坏有关。

8、保证制备完的样品溶液混合均匀、无气泡、无固体。放入磁体之前，把样品管表面擦拭干净。

二、液体核磁上机操作规程

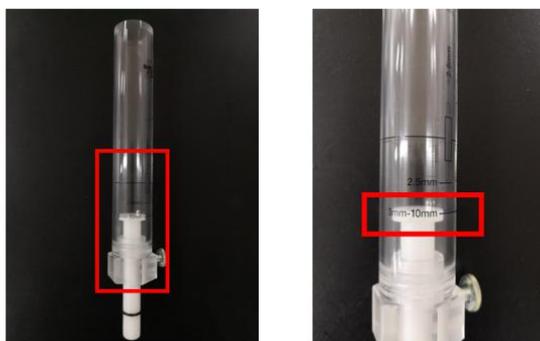
1、样品放置

1.1 设置核磁管高度：将核磁管外壁擦拭干净（避免灰尘在转子和探头中累积），插入转子后，用量筒准确测量样品高度，如下图所示，样品量大的核磁管直接推到底，样品量小的保证样品的高度被中线平分即可。



核磁管深度的测量

需要注意的是，量筒的底托是可以移动的，根据匹配的仪器不同可进行调整，目前化学所在使用的核磁谱仪配备的都是直径5 mm的探头系统，因此将底托固定在了3-10 mm标线处（如下图所示）。如果在使用时发现底托位置变化，需自行调节回3-10 mm处，以免测量不准导致进样中断、匀场不好、核磁管断裂等情况。



量筒上深度的底托及标线

1.2 Fourier 300 与 Avance III 400 HD 谱仪的自动进样器有些差异，放样方式有区别：

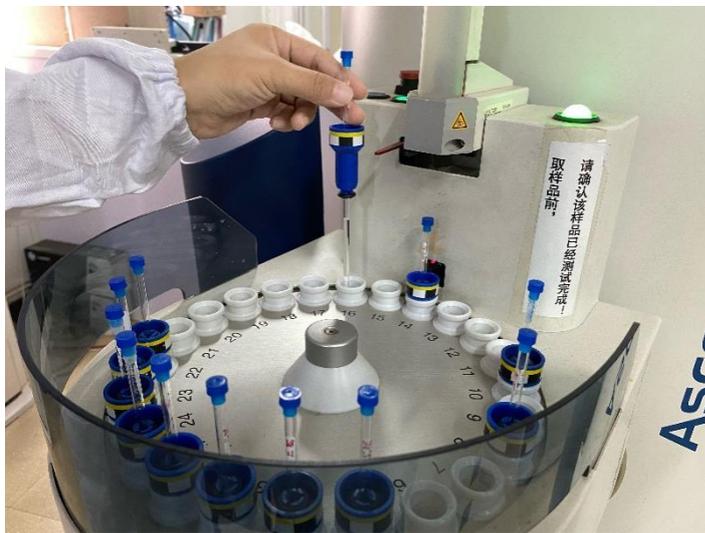
1.2.1 Fourier 300的自动进样器（如下图所示）设置在磁体顶部，是16位双向旋转进样器，手拿核磁管顶部，放进空位里面即可。注意：（1）需注意不要放到正对进样口的位置上，以免磁体内样品弹出造成意外；（2）该进

样器转盘为逆时针旋转，请将待测样品放置转盘右侧，否则仪器将报错亮红灯，无法工作。



Fourier 300的自动进样器

1.2.2 Avance III 400HD、Avance 400和Avance II+ 400的自动进样器是24位单向旋转进样器，安装在磁体的腰部，如下图所示，与16位不同的是，此进样器为单向顺时针旋转，即数字编号由小到大旋转，尽可能的接近进样口的左侧空位上之后记下位置编号与样品编号。



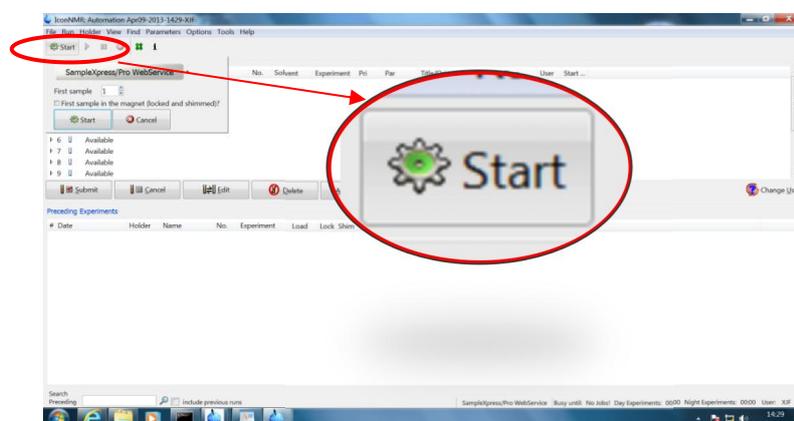
Avance III 400 HD谱仪的自动进样器

1.2.3 如有多个样品测试，可连续放入，一一记录样品编号与位置号。

2、上机操作

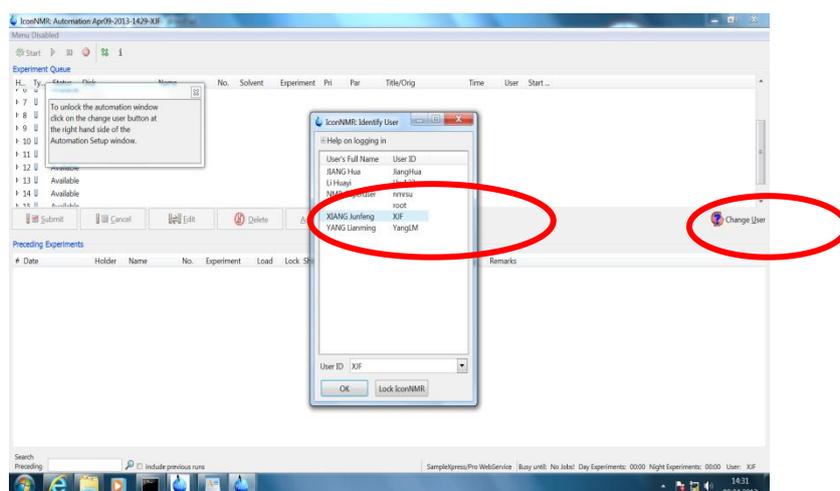
2.1 点击左上角start，启动进样器控制软件。

如实验总是无故终止、报错，先检查此start按钮是否为灰色状态，如不是，先点击start，再提交实验。



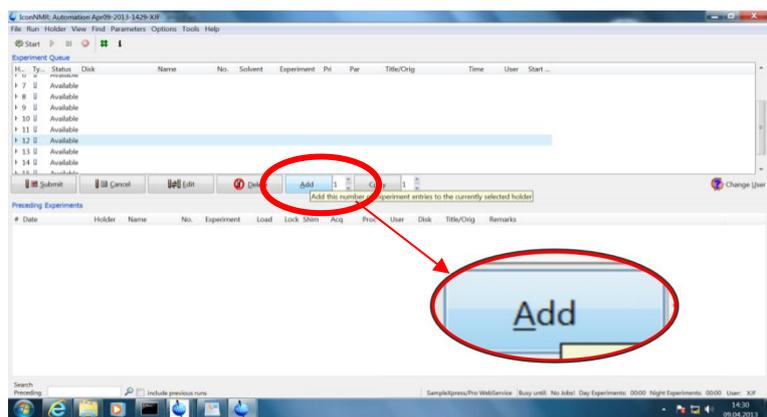
2.2 点击“change user”，在用户列表中选择用户

选择用户即选择了数据存储的路径，如选择xjf，则接下来提交的实验会自动存储到d/data2019/xjf文件夹下。



2.3 编辑实验

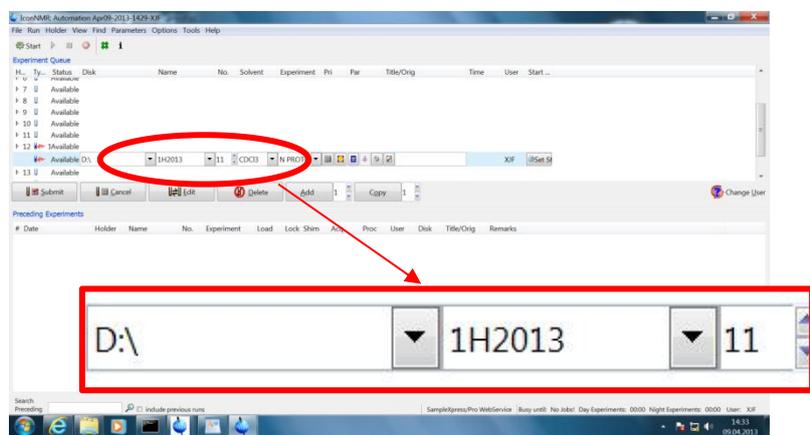
以12号位测试一维氢谱为例，选中12号holder实验编辑区，点击“Add”按钮添加实验。



2.4 编辑当前实验

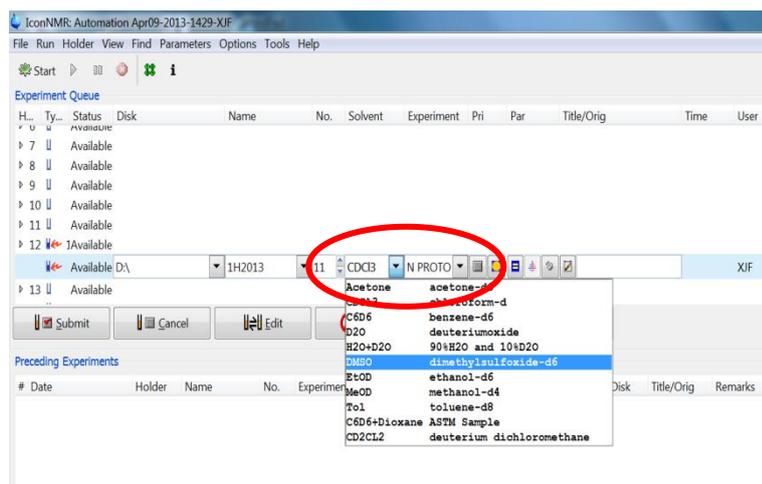
2.4.1 设置实验存储路径

路径格式为D:\data201X\username\name, D:\data201X为管理员设定, username在第一步change user 后已经选定课题组, name为自行命名。鼠标点击NO.位置, 系统会自动确定实验号, 为了确保不覆盖原有数据, 建议提前到topspin下查看相应文件下面的数据编号。



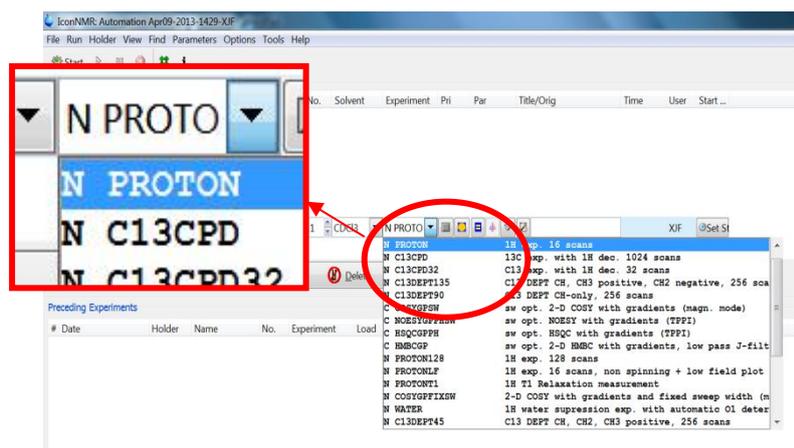
2.4.2 选择氘代试剂

氘代试剂选择错误会导致锁场失败, 实验终止。



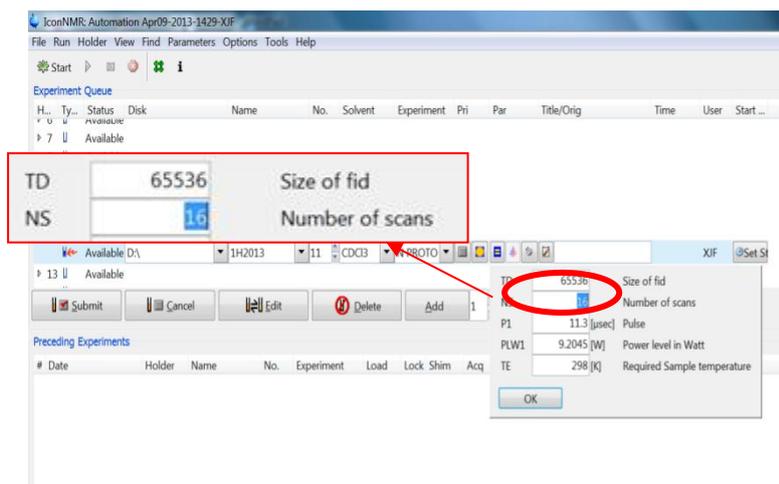
2.4.3 选择测试项目

在experiment栏点击下拉按钮，选择要进行的实验项目。最常用的氢谱（PROTON）、碳谱（C13CPD）列在前两个。



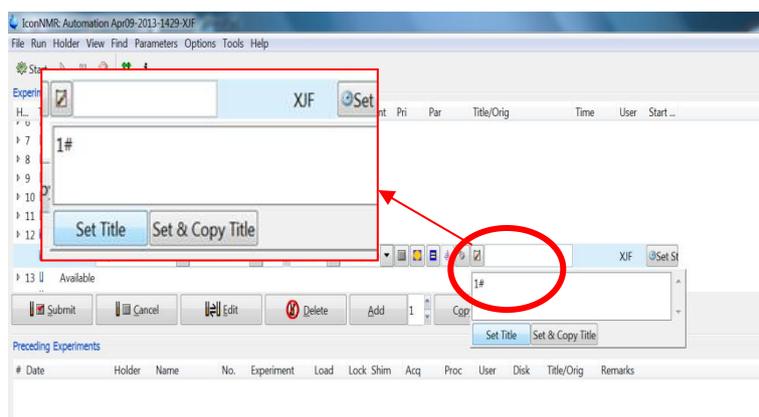
2.4.4 更改采样参数

点击 parameter 栏  按钮，根据样品情况，更改采样次数 NS。默认 16 次，如样品浓度极低，可适当增加采样次数至 64 或 128 次。



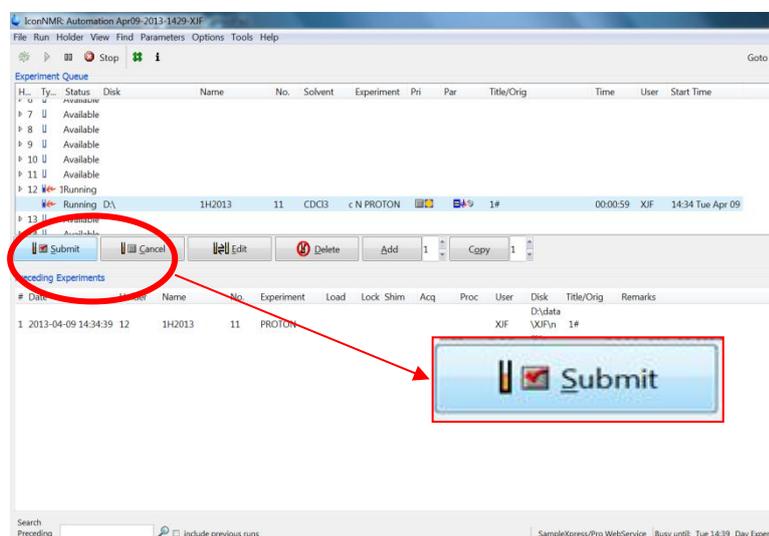
2.4.5 输入对应样品名

点击title栏下空白区域，手动输入样品名。



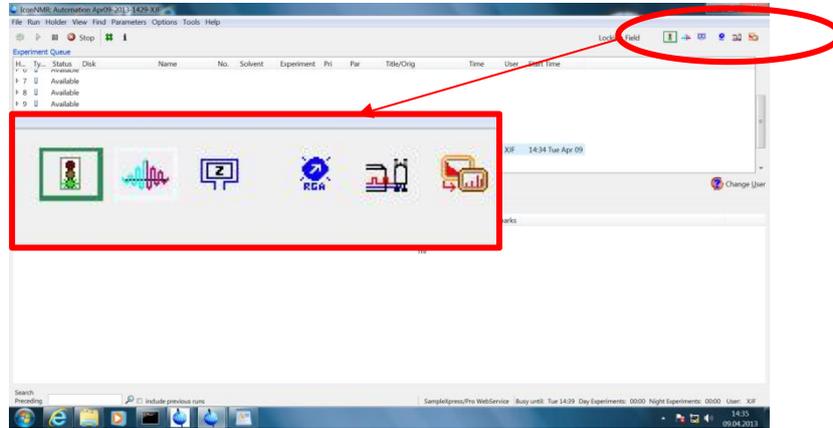
2.5 提交实验

以上步骤后，实验设置完成，点击submit提交实验。

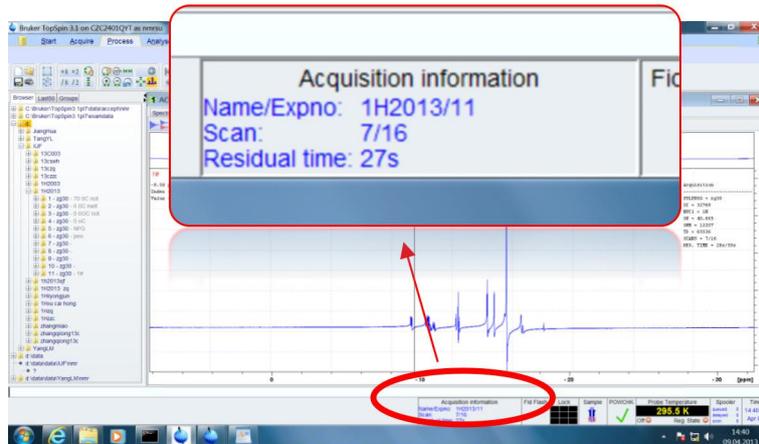


2.6 监测实验进度

实验过程中，可以通过右上角的指示标志监测实验进度，闪亮的为正在进行的部分。依次为进样、锁场、匀场、自动采样增益调节、采样和谱图处理。

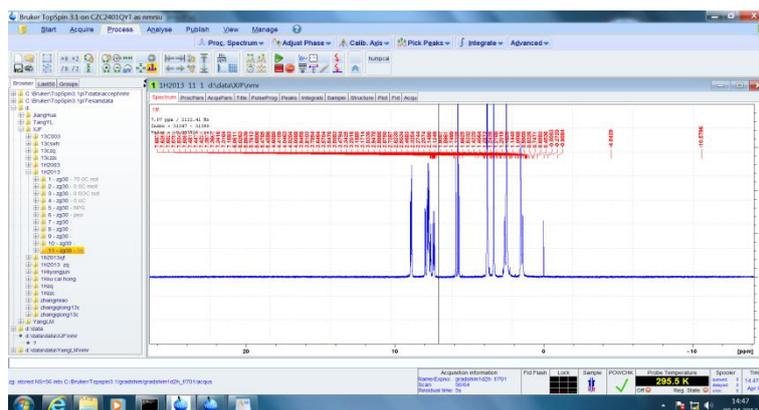


采样过程中也可以回到topspin软件，双击下方的acquisition information即可进入到采样界面，实时查看当前谱图。



2.7 实验结束后，样品会自动弹出。

回到topspin对谱图进行后处理并打印。



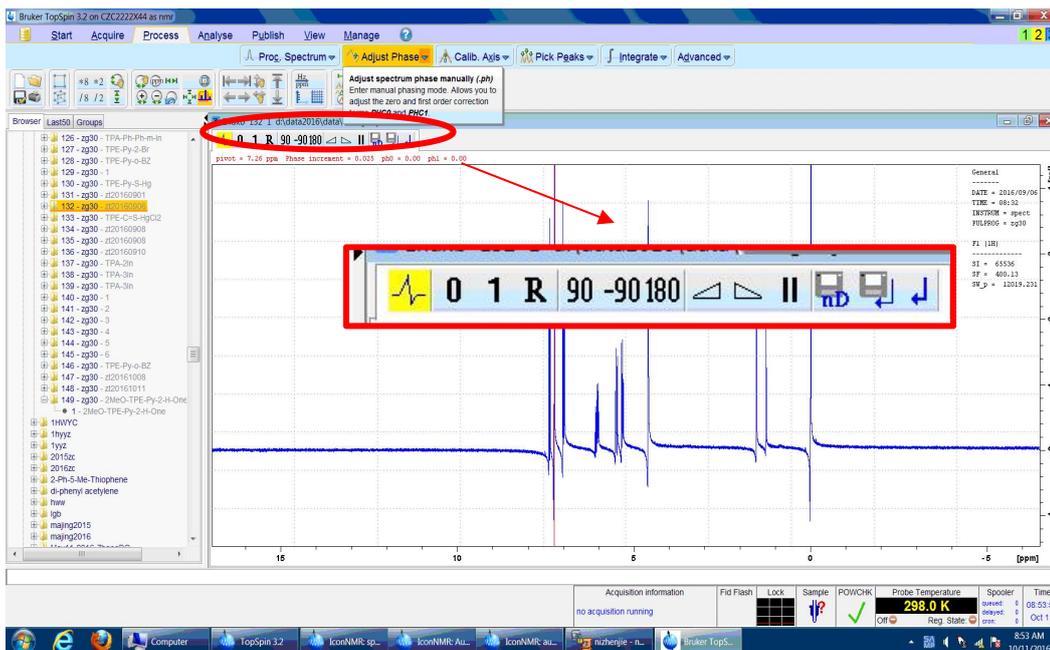
2.8 如要进行多个实验，可先将待测样品依次放入自动进样器内，按照上述步骤设置每个实验，并点击submit，系统将会按照实验的添加时间，顺序测试。

3、处理数据

样品测试完成后，系统会自动对谱图做部分处理，但是处理效果并不理想，需手动进行数据处理。

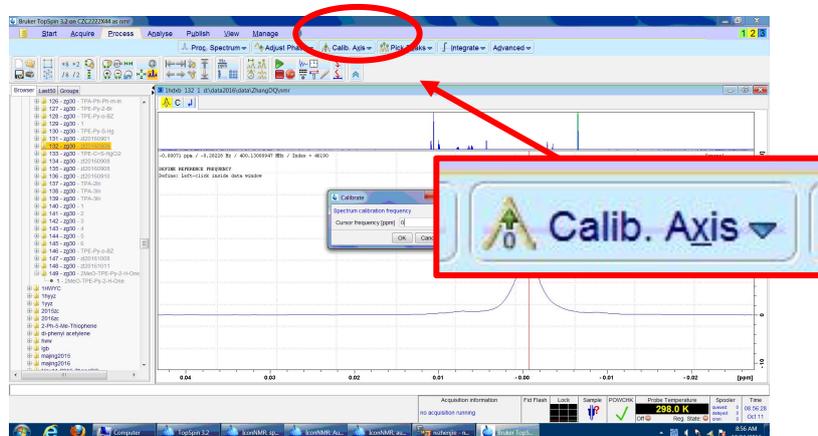
3.1 校正相位

在apk（自动相位校正）命令不能校正完全的情况下，点击process选项，选择adjust phase，并进入相位校正窗口。鼠标 ，上下拖动值红线位置峰相位调整好，之后点住 ，上下拖动至所有峰的相位调整好。最后点击  退出并保存。



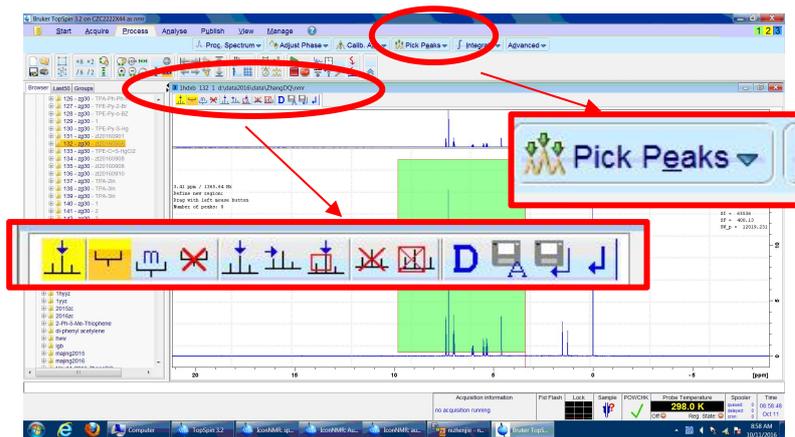
3.2 定标

Process选项下面选择calibrate axis，进入标峰窗口，将鼠标红线对准要标定峰的最高点，点击鼠标，输入定标值即可。



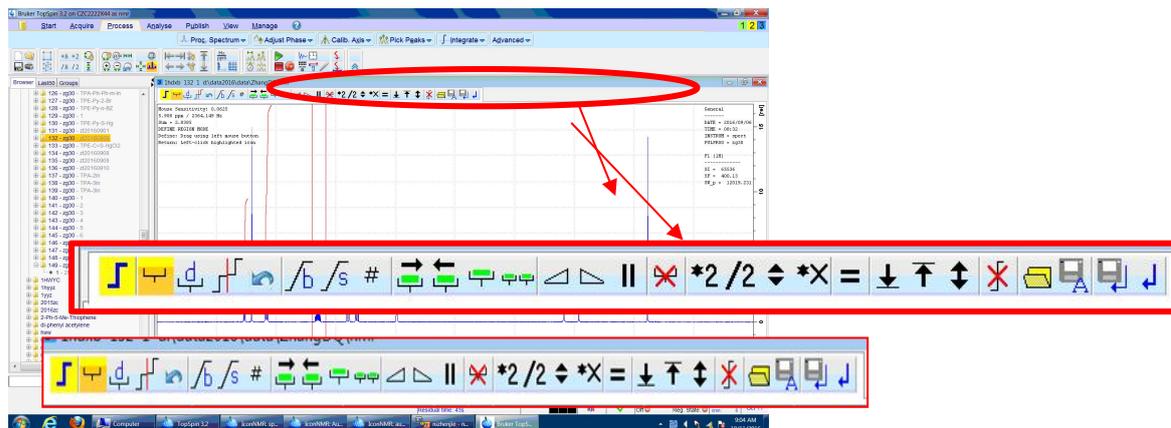
3.3 标峰

Process选项下选择pick peaks，进入标峰窗口，选择标峰菜单中的删除所有标峰 ，再点击最左侧按钮  开始标峰。在要标峰区域的左上角点住鼠标拖动至右下角松开，将所有谱峰的最顶部包含在标峰区域内（绿色部分）。如谱峰较多，可分段标定。之后  退出并保存。



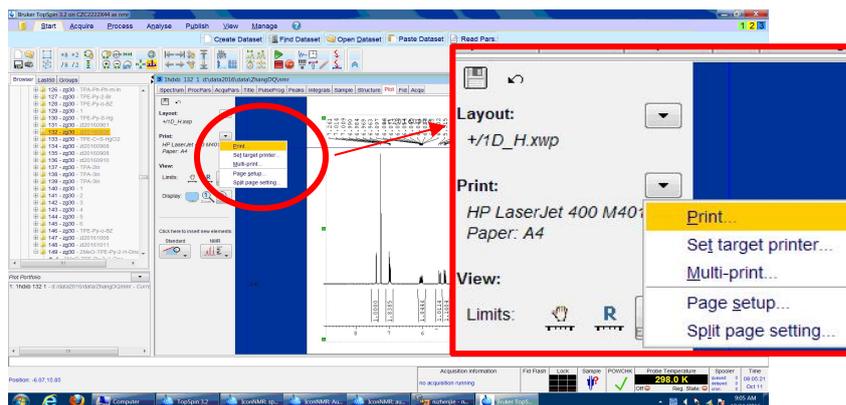
3.4 积分

Process选项下选择integrate，进入积分窗口。首先选中已有积分并全部删除。之后点击开始新的积分。在峰的左侧点住鼠标，拖动至右侧松开，完成一个峰的积分，依次完成所有峰的积分。之后退出并保存。



3.5 打印谱图

在谱图区域，选定要打印的区域，点击plot进入作图模式，完成编辑后，在作图区域左侧栏点击print的下拉箭头，选择print，完成打印。



3.6 数据拷贝

核磁实验室的数据存储已实现数据自动实时上传，无需手动上传，数据下载方式：所局域网内的任何一台电脑，打开“运行”对话框，输入\\10.8.1.227,即可访问服务器查找、下载数据。服务器上的数据存储路径按照相应仪器的型号进行划分。自主上机数据拷贝文件夹： Avance 400对应北侧实验室东北角400兆谱仪， Avance III 400 HD对应南侧实验室东南角400兆谱仪， Fourier300对应南侧实验室东北角300兆谱仪， Avance II 400对应南侧实验室西南角杂核专用测试的400兆谱仪。600兆送样测试数据拷贝文件夹： Avance 600对应北侧实验室西北角600兆谱仪。

700兆液体核磁谱仪与500兆微成像核磁谱仪送样测试数据拷贝方式有所不同。需要用ftp软件(winscp或filezilla等)登录ftp服务器(ftp://10.8.1.178), ftp登录用户名: nmrdata, 密码: 123456 。NEO 700和Avance III 500 WB两个文件夹分别对应700兆液体核磁谱仪与500兆微成像核磁谱仪数据。

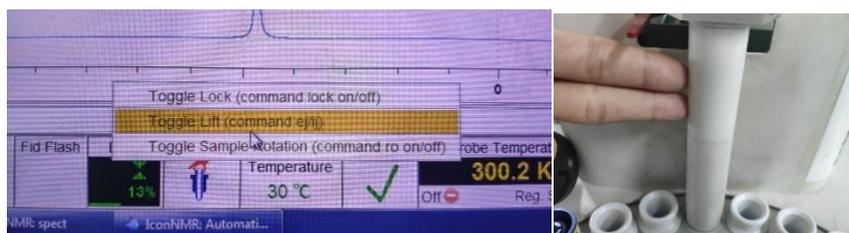
三、常见问题及解决办法

问题1、样品无法到位， load失败

解决办法：考虑以下几个因素：一是样品测量不准，可重新用量筒测量核磁管高度；二是核磁管与转子不匹配，核磁管进样过程中滑动，造成位置不准，可重新选择合适的转子；三是探头内部灰尘累积，造成污染，应告知仪器管理人员清理探头内部。

问题2、400M谱仪的进样器样品做完未弹出指示灯变红

解决办法：在样品进样或者出样的过程中，如果样品，卡在进样器中间，会引起指示灯变红。首先检查样品停留的位置，之后在topspin处理界面右击sapmle位置弹出界面如下图所示，左击第二项Toggle lift (command ej/lj)，轻轻触碰进样器白色管子（如下图右边图所示），一般样品会弹出，自动进样器恢复绿灯，点击icon界面左上角start，自动进样器将正常运行。如果重启后等仍然红色，可告知仪器管理员帮助处理。



问题3、Fourier 300谱仪的进样器指示灯变红

解决办法：Fourier300为顶部自动进样器，进样器报错指示灯变红，需手动重启。方法是按住进样器圆形开关停留3秒钟，指示灯灭，之后在按一下开关，启动进样器。进样器启动完毕，接下来测试的样品不要放置在进样口位置，避免磁体内有样品弹出。

问题4、AVANCE II+ 400正在测试的核与我要测试的不一致需要手动调谐吗？

解决办法：AVANCE II+ 400主要用于杂核的测试，设置的程序为自动调谐，无论前面测试的哪种核，只需要按照自己的实验目的设置实验，提交后，系统会自动调谐到目标核的频率上，无需其他操作。

问题5、实验结束，且状态栏显示每个步骤顺利完成（打勾），为什么文件中看不到谱图？

解决办法：如状态栏未出现红色提示，该实验过程没有问题，数据已经采集。此时跳转到topspin相应文件下，会显示：

1D raw data available
No processed data available

也就是数据已经采集完成并得到fid（时域信号），但是未进行傅里叶变换得到谱图（频域）。此时只需要点击process工具栏下面的即可看到转换后的谱图。



问题6、数据处理中，topspin界面左侧的文件浏览区关闭，怎样打开？

解决办法：CTRL+D可打开文件浏览区

问题7、实验设置完成，且提交，但一直未见进样，是怎么回事？

解决办法：iconnmr是控制自动进样器的软件，是附属于topspin的，iconnmr需启动起来才可执行测试任务。因此，提交实验前需确认icon界面左上角start按钮为灰色即为已启动，如不是，需自行点击start后icon才可正常工作。

问题8、锁场失败，怎么办？

解决办法：首先，查看最近的测试历史记录，是否连续多个样品均为锁场失败。一、如果仅当前样品锁场失败，检查样品是否高度不够、氘代试剂选择错误、混合溶剂等原因。可考虑换台仪器测试或者送样500M、600M手动测试。二、如果连续多个不同样品锁场失败，此时可能是仪器原因，需要联系管理员检查谱仪硬件设备。

问题9、锁场成功，匀场失败怎么办？

解决办法：首先，查看最近测试历史记录，是否连续多个样品均为匀场失败。一、如果仅当前样品匀场失败，检查样品是否高度不够、氘代试剂比例低、混合溶剂、核磁管质量等原因。可以适当增加样品量、更换核磁管、更换谱仪再次尝试。二、如果连续多个不同样品匀场失败，此时可能是仪器原因，需要

联系管理员检查谱仪硬件设备。

问题10、在测试进程中，topspin的采样信息窗口不显示，怎样查看采样剩余时间？

解决办法：可打开正在采集的文件数据，选择采样窗口栏，也可以查看实时的采样信息。

问题11、编辑实验时，提示如下信息，导致无法提交实验。



解决办法：这是因为设置的实验号已经存在，系统不能覆盖已有数据。只需要到topspin查看实验号，重新设置不重复的编号即可。

问题12、使用白色转子测试，仪器报错亮红灯。

解决办法：一、在使用Fourier 300时，样品转到了进样口，可是自动进样器的传感器无法识别样品的存在，无法完成进样任务。白转子不适用于Fourier 300。二、用于400M时，由于白转子比蓝转子稍重，设置的弹出气压不够大，在出样时样品无法到达传感器感应区，导致样品停留在磁体顶部，弹出气流持续吹，最终导致进样器报错指示灯变红。因此Fourier 300、Avance 400、Avance III 400 HD三台谱仪请使用蓝色转子，禁止使用白色转子。

问题13、样品管断在磁体内部该怎么办？

解决办法：一旦发现样品管断裂在磁体内部，立即终止所有实验，以免后续样品再次进去会造成更严重损失，之后及时通知仪器管理员来处理。

问题14、AVANCE II+ 400在测试时匀场为什么总是×？对实验结果有影响吗？

解决办法：AVANCE II+ 400主要用于杂核测试，此仪器的默认设置是不锁场、不匀场，直接进行采样，因此这两项都是×。如需要测试氢谱，则需联系管理员更改相关设置。

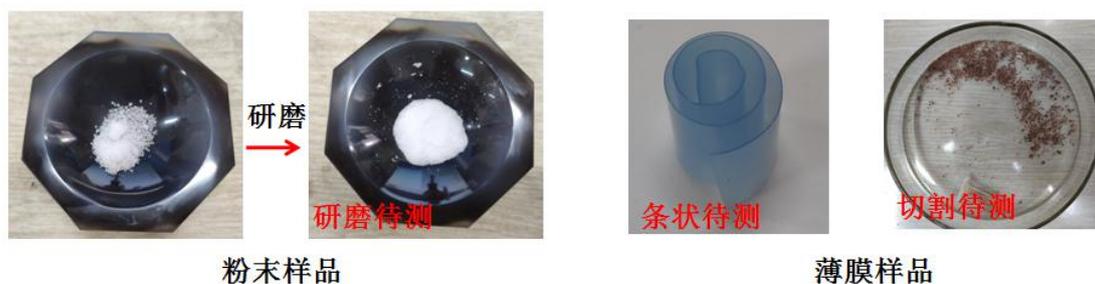
第三部分、固体核磁操作规程

一、固体核磁样品的制备

样品要求：无毒，无磁性。含金属的样品请与管理员提前沟通。

1、准备：

将待测样品研磨成没有颗粒感的粉末（参考：7 mm 样品管需过 80 目筛网），薄膜状或弹性体等样品可用刀片切成成细碎沫状，特殊样品制备参见固体核磁测试注意事项第 6 项。



2、装样：

将待测样品少量多次（ ≥ 5 次）均匀的装填入干净的 rotor 中，把帽子（通为 KEL-F）小心盖至 rotor 端口，压紧；用专用黑记号笔将 spinner 下端的半个斜面涂上黑色，待测，操作步骤下图所示。注意样品装填至离 rotor 端口 3mm 左右即可，叶轮和 rotor 之间不能留有缝隙，否则高速魔角旋转测试过程中会存在帽子脱落的危险。



注：转子“rotor”指的是氧化锆陶瓷装样管，“spinner”指的是装配好的装样管和叶轮子。

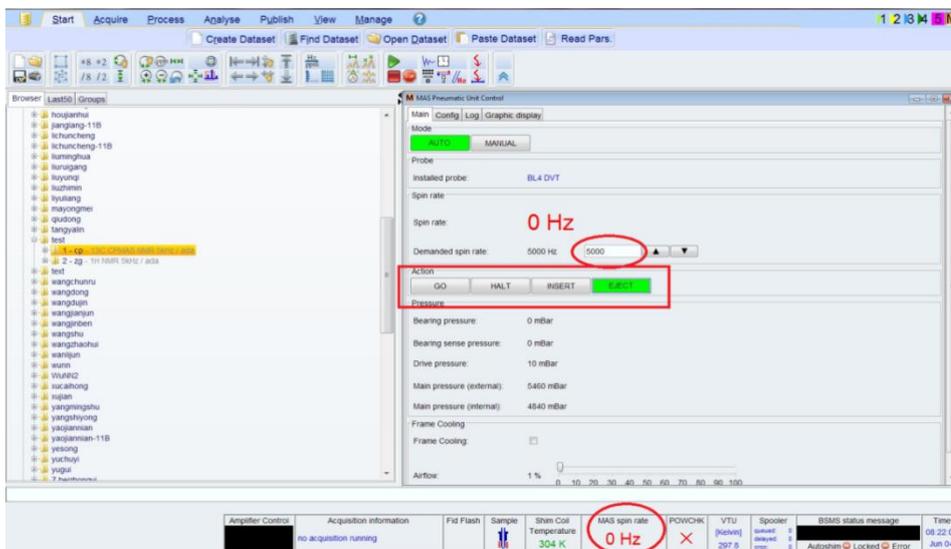


制样工具 将rotor放入制样漏斗 少量多次装填样品 盖上帽子，并在spinner底部划半线

制样流程图

二、固体核磁上机操作

1、转子旋转



MAS Pneumatic Unit Control 界面

转子进入探头：双击 topospin 软件命令行下边的“MAS spin rate”，进入“MAS Pneumatic Unit Control”界面（如上图所示），当确认转速显示为“0”时，点击“EJECT”取出探头中可能留存的转子。然后将待测转子放入磁体上部的传输导管中(步骤如下图所示)，转子将自然落入探头中。回到“MAS Pneumatic Unit Control”界面点击“INSERT”键。



取出留存rotor



取出留存rotor



盖好传输导管顶帽

待测转子进入磁体流程图

设置转速和旋转转子：在”MAS Pneumatic Unit Control”界面下（a）“D demanded spin rate”栏键入目标转速，回车。（b）点击“GO”，当“spin rate”字体显示绿色表明转速稳定。回到“topspin”主界面。

注：转子无法旋转或转速不稳的情况，请参见常见问题及解决部分。

2、确定待测核共振频率的所在范围

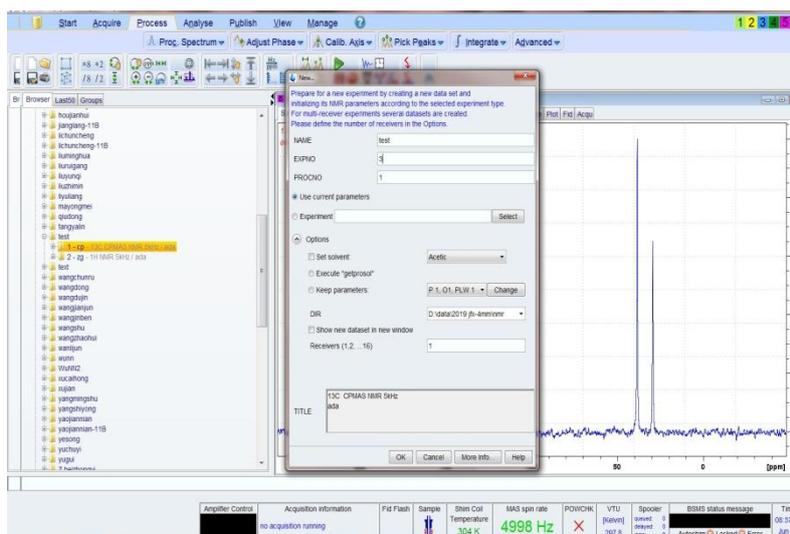
根据待测核选择合适频率范围的 Filter 及磁体探头下端 $\lambda/2$ 拉杆的位置。



前放俯视图和侧面图

3、新建文件

在 topspin 软件左端“file”菜单中打开与待测核相同的实验文件；键入“edc”，将出现下图所示界面，修改 NAME 和 EXPNO 即可建立相应文件。



新建文件夹界面

4、设定实验采样参数

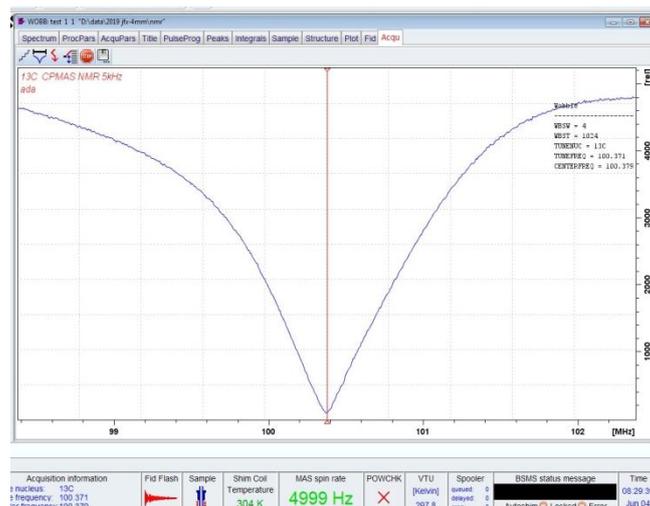
一般改动的参数有扫描次数 ns ，接受增益 rg ，扫描谱宽 sw ，中心频率 olp 。命令行输入以上指令，输入目标数值，即可做相应更改。

5、探头调谐和匹配

将探头下端的频率范围 $\lambda/2$ 拉杆转到与所选 F1 (X) 通道核相匹配的频率范围；在命令行键入“wobb”开始调谐操作。出现 X 核的调谐曲线，用专用调谐工具旋动 MX 旋钮，将最低点位置调整到所选 X 核共振频率位置；然后再旋动所示率匹配调整 TX 旋钮，反复检查调节 MX 和 TX 旋钮，如下图所示，直至 wobble 曲线最低点位置到屏幕下端横轴。回到操作调谐界面，点击  将其切换到 F2 (H) 通道调谐通道，如上操作旋动旋钮 MH 和 TH 进行调整。调谐和匹配过程完成后，按下“Acqu”界面的  图标，并键入“ii”，完成命令初始化。



调谐工具



wobble 曲线界面

6、采样

开始采样：在“acqu”界面中，命令行键入“rga”自动优化接收增益数值；命令行输入“zg”开始采样。

测试中途，命令行依次键入“tr”、“efp”可查看实时采样结果，如谱图信噪比已满足需求，可键入“halt”终止采样。（其中 halt 表示保存当前数据并终止采样，stop 表示不保存当前数据，终止采样）

停止转子旋转：当“Acquisition information”栏显示“no acquisition running”确认采样结束后，在“MAS Pneumatic Unit Control”界面点击“STOP”，待 V_a 等于“0”，转速为“0”后，点击“EJECT”取出样品。

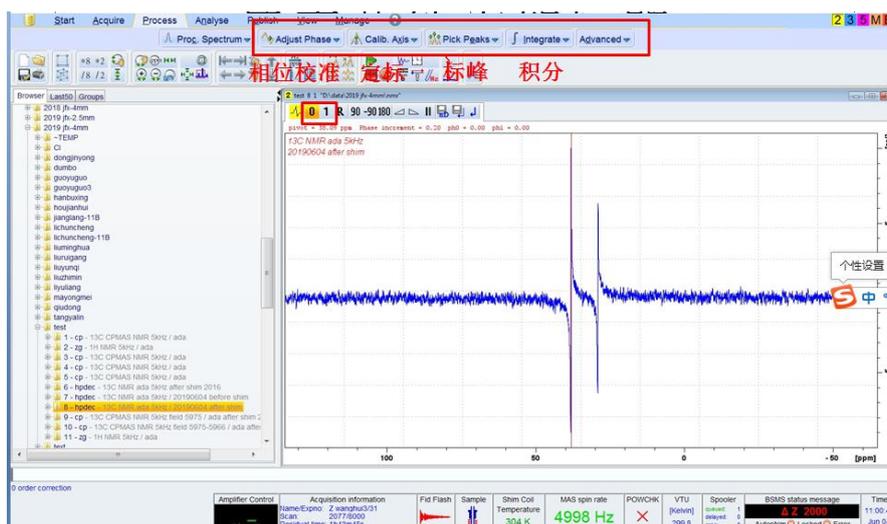
注：测试之前，请先用已知化学位移的样品定标，如氢谱-金刚烷 δ 1.91，碳谱-金刚烷 δ 38.48，碳谱-甘氨酸羰基碳 δ 173.06。

三、数据处理

1、相位校正：输入 apk 可自动校正相位，或者在 process 栏中点击



图标进入手动相位校正界面，按住鼠标左键调整红框中“0”和“1”阶相位，得到峰形对称的谱峰。



数据处理界面

2、**基线调整**：输入“abs”可自动调整基线或点击 **Advanced** 图标依次选择“Correct Baseline”“Manual correction”进入手动基线调整界面，依次调整“A-E”键，将基线调到适当位置，并保存。

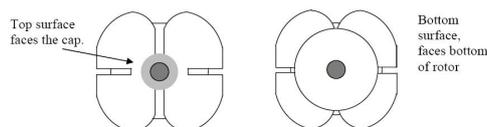
3、**标峰**：按下 **Pick Peaks** 图标，使其变成绿色，用鼠标选择要标注的谱峰得到化学位移值。

数据处理软件：topspin 和 Mestrenova。

4、**数据拷贝**：核磁实验室的数据存储已实现数据自动实时上传，无需手动上传，数据下载方式：所局域网内的任何一台电脑，打开“运行”对话框，输入\\10.8.1.227,即可访问服务器查找、下载数据。服务器上的数据存储路径按照相应仪器的型号进行划分。Avance III 400 SS 为 400 兆固体核磁数据文件夹。

四、测试注意事项

1、**取叶轮方法**：(a) 小心用取帽器取下；(b) 用液氮浸泡 KEL-F 叶轮部分，利用热胀冷缩原理，很容易取下叶轮。



取帽器

2、制样之前，把转子放直到白色背景下，视觉检查盖子和装样管是否有缺

陷。确认帽子与装样管吻合很好，具体要求见表 1。

3、清洗 rotor：装填良好，粘性的粉末有时非常难以从装样管中清除。使用合适大小的转头轻轻清除粉末。用金属工具清洗或处理转子时要非常小心：不要划伤转子表面或留有微量金属。在特别难处理的情况下，可以用合适溶剂浸泡装样管。注意：绝对不可以把转子暴露到酸中。氧化锆（Zirconia）微溶于 HCl 和 HNO₃，缓慢溶解于 HF，完全溶解于热的 H₂SO₄ 水溶液。不能长时间超声清洗。

4、将 spinner 放入传输管之前，清除上边指纹或其它不可见的碎片。这些东西长时间在线圈中累积，会造成问题。

5、仔细听旋转过程：转子应该发出一个清晰的音调，随频率的增加而增长。装填不好的转子可能尖叫、喳喳，劈啪或听起来随速度增加而变形。如果转子再次旋转失败，建议在 MAS 单元上手动旋转。6、遇到特殊样品，处理办法如下：

(a) 普通装样管盖子并没有设计为装液体样品。不用尝试在 MAS 探头中没有第二个容器情况下旋转液体。使用 Kel-F 或 Teflon 转子插入物，或密封的玻璃装样管插入物来防止液体在离心时从转子中析出。

(b) 奇怪形状样品：如果不能把样品研磨到粉末，利用一个惰性填充物，如氧化铝、溴化钾、氯化钠等粉末；

纤维：用镊子缠绕为适当尺寸一紧束；

箔和薄膜：剪为同等宽度的条状，用镊子卷成适当直径；薄箔很容易旋转。

注意：金属一般很难在磁场中旋转，可能需要惰性填充物的稀释；

厚度大的薄膜和橡胶：刀片或剪刀切割成尽可能小的形态进行装填。

(c) 量少的样品，可以用 cramps 转子装填或者样品管上下用惰性材料装填中心放待测样品的方法进行测试。

(d) 其他特殊样品请与管理员联系讨论后，再尝试测试。

7、测试常用指令

edc 或 new	新建文件夹
-----------	-------

i	依次新建文件夹
rga	自动设定接受增益
zg	开始累加采样
efp	傅里叶变换
apk	自动校准相位
abs	自动校准基线
mas	启动 MAS 软件用户界面
mase	弹出样品或吹气
masi	吸入样品
masg	样品旋转
mash	停止旋转
masr	设置旋转速率

五、常见问题

1、测试方法选择中常见问题

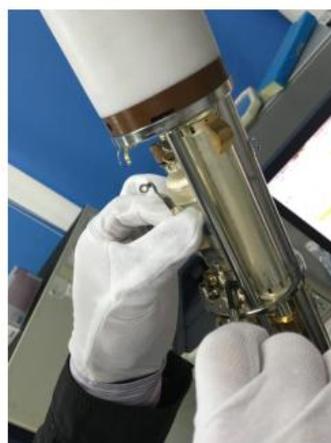
常规碳谱、硅谱、磷谱可以通过 CP-MAS 和单脉冲直接激发两种采样方式，关于两种技术的应用及区别见分析测试中心通讯第 9 期中常用固体核磁 ^{13}C 谱脉冲序列介绍。

2、Ag 低频核测试注意事项

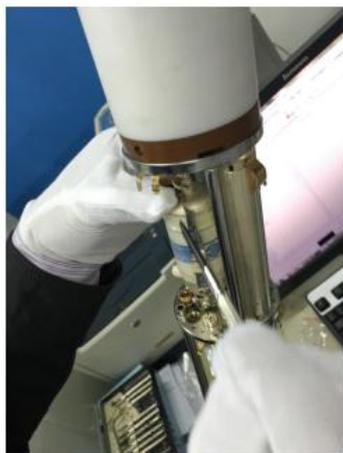
7 mm 探头 ^{109}Ag 插件安装步骤如下：



1. 旋下如图上下两处螺丝



2. 安装分流器-下边螺丝



3. 安装分流器-上边螺丝



4. 安转分流器完毕

以上步骤均需佩戴白色线手套完成，将探头放回磁体里面完成探头安装。

随后更换 ^{109}Ag 所属范围对应的频率条 (filter) 即完成所有硬件安装，其他上机步骤参考第三部分。

第四部分、低场核磁谱仪操作规程

四、 登录软件

1. 双击桌面上的 ，会弹出登录窗口，使用 Default 用户名，密码 admin，点击登录进入主界面；



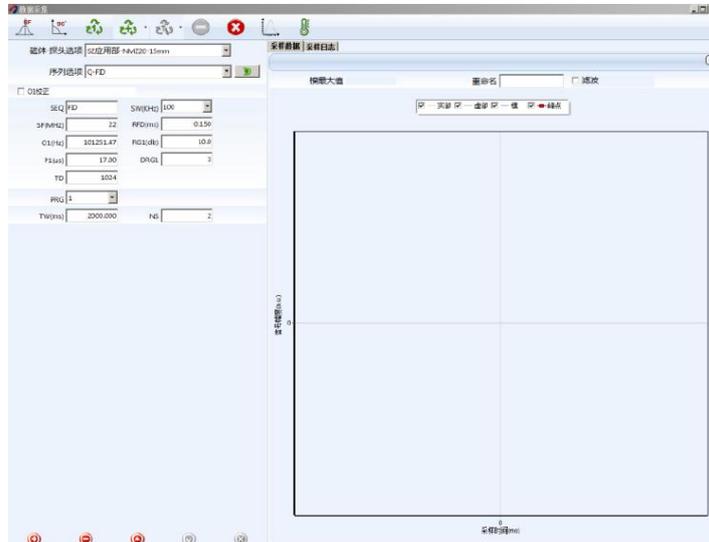
登录界面

2. 主界面包括标题栏、菜单栏和显示区三个部分。



主界面

3. 点击“数据采集”，进入数据采集界面，如下图所示：



参数设置

二、参数面板

表参数面板

SEQ	采样脉冲序列
SF (MHz)	射频信号频率的主值

O1 (Hz)	射频信号频率的偏移量
P1 (μ s)	射频 90 度脉冲宽度
TD	采样点数
SW (KHz)	接收的信号频率范围
RFD (ms)	射频延时
RG1	模拟增益
DRG1	数字增益
PRG	前置放大增益
TW (ms)	重复采样的间隔时间
NS	累加采样次数

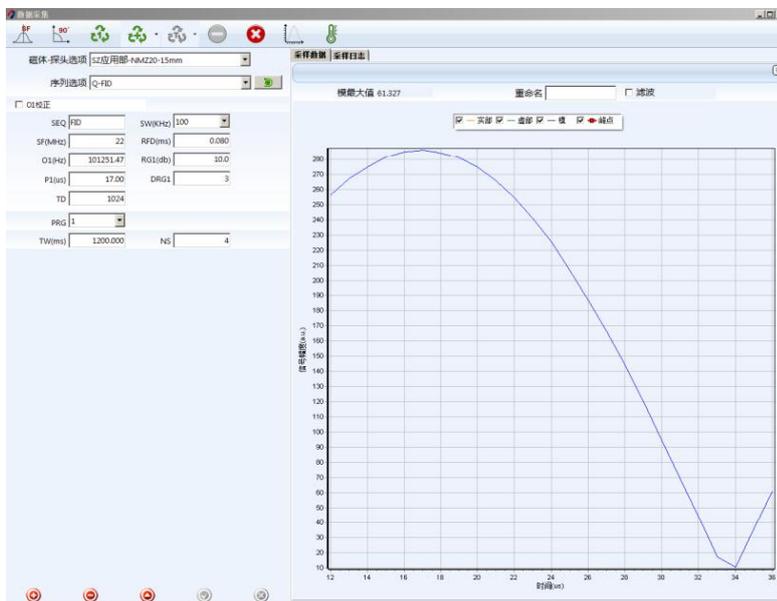
三、FID 实验

1. 将标准样品（通常是标准油样，或者为信号强的测试样）放入磁体线圈中；
2. 在参数面板上的队列名称选项下拉框中选择 FID 序列；
3. 设置合适的 SW、RG1、DRG1、RFD，可以参考出厂时默认参数；
4. 设置合适的 TW 值，标准油样设置 TW 为 2000 ms；
5. 单击菜单栏中 ，进行单次采样，大约采样 10 秒钟；



寻找中心频率

- 单击菜单栏中 ，停止采样；
- 单击菜单栏中 ，软件将自动寻找中心频率，即 SF2+O1；
- 单击菜单栏中 ，弹出自动寻找脉宽参数设置的对话框，可以用默认值，单击确定，软件自动寻找 90 度脉冲（P1）和 180 度脉宽（P2），结果为一个波峰和一个波谷。如出现多个波峰、波谷或者只有一个波峰无波谷、只有波谷无波峰时，需要调整参数设置对话框中起始或者结束脉宽；



寻找脉宽

- 找到脉宽后，软件自动把寻找到的P1和P2值记录在数据库中，无需额外保存；
- 设置NS为2，将TW设置为500ms。将需要测试的样品放入磁体中，单击  开始采样；结束后，记录信号模最大值；将TW增加500 ms，再次单击 ，并记录模最大值；比较当前模最大值和前一次的值；如果当前值比前一次的值大，继续增加TW，重复上面步骤，直到模最大值较前一次值增加小于1%，或者达到模最大值（模最大值不再增加或略小于前一次的值）。此时对应的TW就是该样品恰当的TW时间。注意：如果样品T₁较短，可将TW开始的时间设置短一点，例如：100 ms，时间间隔也短一些，例如：

100 ms。

四、CPMG (测量 T_2) 实验

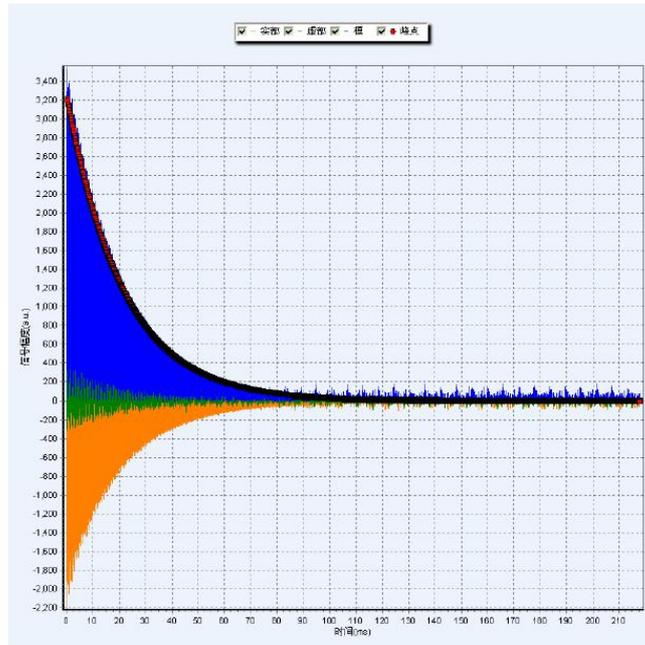
1. 将样品放入磁体箱内；

2. 单击  按钮，新增队列，选择 CPMG 序列，输入所需队列名称，单击确定；



新增队列

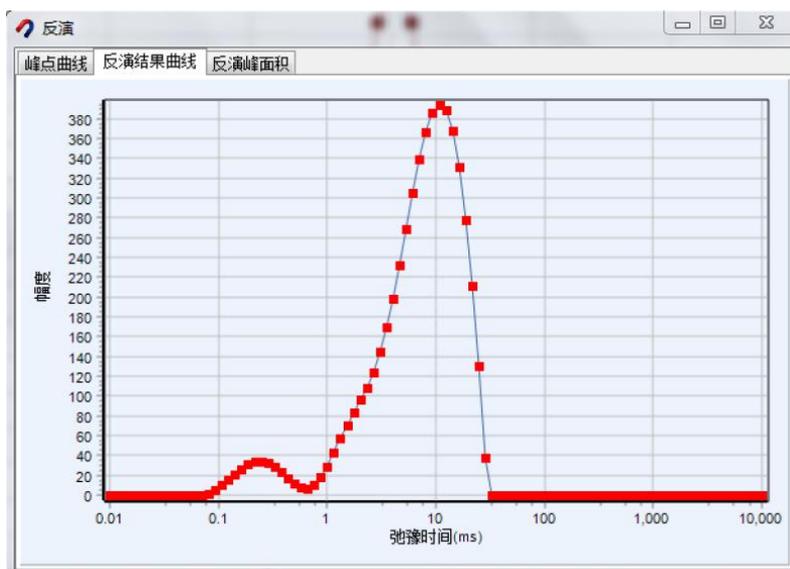
3. 输入合适的 SW、RFD、RG1、DRG1 和 DRG1；
4. 通过 FID 实验找到样品合适的 TW 值并输入；
5. 为样品选择合适的 DL1 值，一般样品信号衰减快，则 DL1 小，信号衰减慢，则 DL1 大；
6. 为样品选择合适的 NECH，保证整个样品信号完全弛豫；
7. 根据样品信号量大小调节 NS 值以改善采样信号的信噪比 (NS 越大，信噪比越好，采样时间越长)；
8. 在备注栏里输入测试样品名称等信息；
9. 单击  进行采样；采样结束后，数据自动保存至数据库；



采样结果

10. 单击  反演按钮，弹出反演参数设置对话框，设置合理的反演参数，单击确定进行反演，反演结束后显示反演结果。

反演设置



反演结果

注意：

1) 在进行一组样品实验时，先用信号最弱的样品观察信号是否太弱，再用信号最强的样品观察信号是否失真；RG1、DRG1 和 PRG 这三个参数需要保持一致，否则会影响信号比较；

2) 总的采样时间加上 TW 的值应该大于 5 倍的 T_1 ， T_1 指的是样品中最长的自旋=晶格弛豫时间。

3) 采样时，尽量取掉样品瓶盖，避免瓶盖中垫片的信号干扰；

4) 样品信号量较低时，需要进行去基底反演。先使用合适样品的参数空采样品瓶信号，以此作为基底数据。样品数据反演时，在“基底采样数据”一栏选择之前的基底数据后再点击“确定”进行反演，即为去基底反演。

五、数据查询与导出

1. 数据查询界面记录所有该用户的采样结果，在该界面可以进行查询、输出、打开以及反演等功能；

2. 单选或多选采样结果数据（按住 Ctrl 键可以多选），如图，单击数据导出按钮，选择输出路径进行数据输出；

注意：输出结果中不同格式文件对应的文件内容如下表所示：

表文件格式

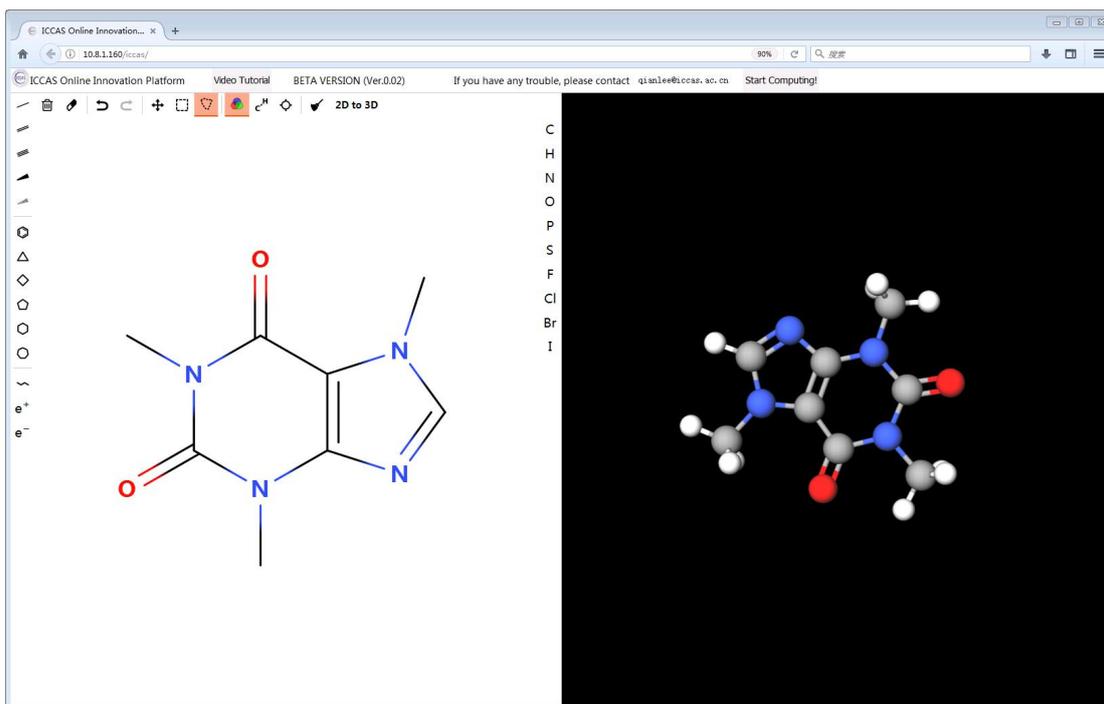
文件格式	内容
.par	采样参数
.re	Fid 实部数据
.im	Fid 虚部数据
.fid	原始数据
.pea	谱峰数据
.inv	反演数据
.xls	反演峰面积数据

为了排除核磁仪器对样品的干扰，使一系列样品的核磁信号具有可比性，
请注意：

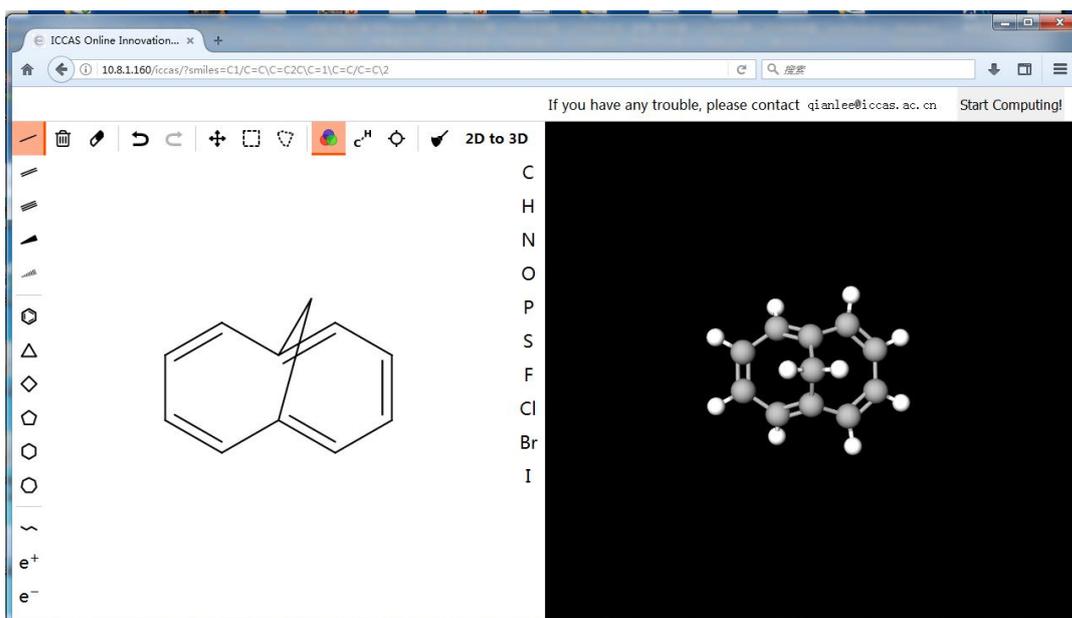
- 1) 在对一组样品进行实验时，请使用相同实验参数（系统参数和序列参数）；
- 2) 保证样品在进行信号采集时具有相同的温度。
3. 原始数据实验者可通过打包压缩邮件传输。

第五部分、基于密度泛函理论的高精度有机分子化学位移在线计算 系统平台操作手册（在线视频教程： <http://10.8.1.160/iccas/tutorial.mp4>）

1、打开浏览器，地址栏键入“<http://10.8.1.160/iccas/>”，打开系统平台主界面（如下图）。如果页面能够打开加载下图分子，证明系统正常，可开始计算。主界面上方“Video Tutorial”提供快速视频教程。



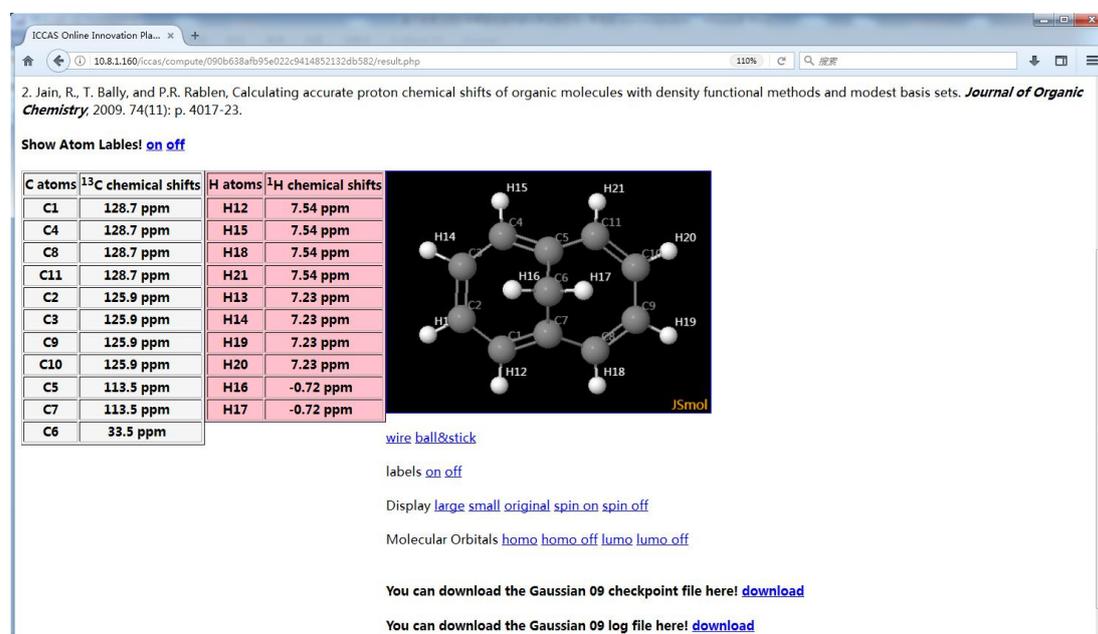
2、首先点击左上角垃圾桶，删除测试分子。进一步，在左侧界面构建目标分子结构，完成之后点击左侧界面上方“C-H”按钮进行自动键级分析及显示所有氢原子。进一步，点击左侧界面上方的“2D to 3D”按钮，系统会将左侧构建的分子结构转化为三维结构并在右侧显示。用户可以在右侧三维显示界面利用鼠标左键拖动分子转换分子的观察角度，可检查分子结构构建的准确性。如果分子结构构建确认无误，则可点击界面右上角“Start Computing!”按钮，提交计算任务（如下图）。



3、任务提交之后，系统自动跳转到结果显示界面。由于计算过程需要一段时间，因此如果计算尚未完成，则该页面显示“The computing work has not finished yet, please check it later.”（如下图）。



4、用户可以等待保留此页面，通过刷新页面查看计算是否完成。或者将网址拷贝下来之后，关闭界面。或者记录下结果页面网络地址，关闭浏览器稍后查阅计算进程（关闭浏览器不会影响计算进程）。计算完成之后，结果显示页面如下图所示：



该页面左侧为分子内各原子的化学位移数值，右侧为三维显示的分子结构及原子编号。用户可以选择采用线状（wire）模型或者球棍（ball&stick）模型。

第六部分、核磁实验室其他常见问题

1、上机账号为课题组长姓名，每个账号设有密码。如需新建账号，请向核磁室提交课题组长签字的申请，通过后予以授权。

2、核磁数据的常用处理软件有 Topspin、Mestrenova，相关下载地址：

ftp://10.8.1.178 /nmrsoftware/

3、数据拷贝

核磁实验室的数据存储已实现数据自动实时上传，无需手动上传，数据下载方式：所局域网内的任何一台电脑，打开“运行”对话框，输入\\10.8.1.227,即可访问服务器查找、下载数据。服务器上的数据存储路径按照相应仪器的型号进行划分。自主上机数据拷贝文件夹： Avance 400 对应北侧实验室东北角 400 兆谱仪， Avance III 400 HD 对应南侧实验室东南角 400 兆谱仪， Fourier300 对应南侧实验室东北角 300 兆谱仪， Avance II 400 对应南侧实验室西南角杂核专用测试的 400 兆谱仪； 600 兆送样测试数据拷贝文件夹： Avance 600 对应北侧实验室西北角 600 兆谱仪； Avance III 400 SS 为 400 兆固体核磁数据文件夹。

700 兆液体核磁谱仪与 500 兆微成像核磁谱仪送样测试数据拷贝方式有所不同。需要用 ftp 软件（winscp 或 filezilla 等）登录 ftp 服务器（ftp://10.8.1.178）， ftp 登录用户名：nmrdata，密码：123456 。NEO 700 和 Avance III 500 WB 两个文件夹分别对应 700 兆液体核磁谱仪与 500 兆微成像核磁谱仪数据。

4、预约规则：所有测试必须预约测试，网址 <http://samp.cas.cn/>。

(1) Avance 400、Avance III 400 HD、Fourier 300 谱仪时间预约规则如下表所示：

预约规则表

预约时段		允许时长	测试项目
周一至周六	8:00-12:00	≤1 小时	氢谱
	14:00-21:00		
	12:00-14:00	可长时间预约	氢谱、快速碳谱
	21:00-次日 8:00		
周日		可长时间预约	氢谱、碳谱

(2) Avance400 II+按需进行时间预约测试。

(3) 项目预约, 送样测试周期: 液体 NEO 700 (1-3 天, 特殊测试约一周), Avance 600 (1-3 天, 特殊测试约一周)、Avance III 500WB (1-3 天, 特殊测试约一周)、固体 Avance III 400 (常规测试约两周, 复杂测试更长)、固体 NEO 600 (待步入正轨常规测试约两周, 复杂测试更长)。

为了更加合理的分配上机时间, 发挥仪器的最大效能。请大家自觉遵守以上预约规则, 遵照如上预约规则进行测试的研究人员, 有权联系管理员中止违反预约规则人员的测试项目。如遇特殊情况, 请联系核磁管理员说明情况后方可预约。

5、如何在仪器共享网上查找化学所所有核磁谱仪情况?

The screenshot shows a web-based interface for instrument reservation. The top navigation bar includes '仪器分类', '首页', '信息新闻', '预约申请', '审核分析', '结算管理', '采购维修', and '业务数据管理'. The '预约申请' (Reservation Application) section is active, showing search filters for '仪器名称' (Instrument Name), '本单位仪器' (Institutional Instrument), '样品名称' (Sample Name), '项目名称' (Project Name), '仪器名称' (Instrument Name), and '是否为加工类' (Whether for processing). The '预约' (Reservation) and '选择' (Select) buttons are highlighted with red circles.

Below the filters is a table listing instruments with columns for '仪器名称' (Instrument Name), '项目' (Project), '所属单位' (Affiliated Unit), '联系人' (Contact Person), '联系电话' (Contact Phone), '预约类型' (Reservation Type), '状态' (Status), '预约开始' (Reservation Start), and '操作' (Action). The table lists various instruments such as 400MHz 核磁共振谱仪, 500MHz 核磁共振谱仪, and Avance III 500WB, among others.

On the left side, there is a sidebar with '地点8号楼' (Location 8th Building) and '北屋' (North Room) labels. The bottom of the page shows '共11条记录, 显示1到11' (Total 11 records, showing 1 to 11).