分析测试中心核磁共振谱仪
操作培训及管理制度

重庆大学分析测试中心

1 关于分析测试中心开展核磁共振谱仪操作培训的通知

为了更好地发挥核磁开放共享的作用，满足广大师生核磁测试的需求，分析测试中心表面与结构分析室将在本学期集中开展 2 次核磁共振操作培训，请各位老师同学合理安排时间。

一、培训和考试时间：

序号	培训时间
1	2022 年 10 月 18 日 9:00—12:00
2	2022 年 11 月 25 日 9:00—12:00

二、报名细则：

1. 名单推荐：经各位课题组导师同意和推荐参加培训学生的名单。各课题组要根据本组的科研和学生情况安排，推荐责任心强、动手能力强、操作细心的研究生参加核磁共振操作培训，培训合格后能在一年内负责本课题组的主要自主测试任务。

2. 名额分配：原则上每组对测试样品特别多的学科组每次可推荐 2 名。每次培训人数不超过 10 人，按报名先后顺序，每次报名报满截止。如果超过报名人数，需培训另行安排。

3. 报名时间：在每次培训前一周完成报名。

4. 报名方式：在共享文档网上填写报名信息，在分析测试中心 LF101 办公室领取培训报名申请表、规章制度及相关资料。填写报名申请表，导师签字认可后，将申请表递交回 LF101 办公室。

5. 自主上机授权：已培训学员联系设备管理员，完成 1 个机时的练习后授权自主上机操作。

6. 培训和练习自备样品。

附：核磁共振谱仪上机培训申请表.doc

分析测试中心表面与结构实验室

2022.10

2 分析测试中心核磁共振谱仪自主上机培训申请表

<table>
<tr><td>申请人
姓名</td><td></td><td>申请人
学号/工号</td><td></td><td>申请人
性别</td><td></td></tr>
<tr><td>申请人
电话</td><td></td><td>申请人
单位</td><td></td><td>申请人
类型</td><td>□学生
□教职工</td></tr>
<tr><td colspan="6">我已经阅读并了解重庆大学分析测试中心核磁共振仪独立操作使用管理规定，同意并遵守相关规章制度，如因违反相关的管理制度及规定，对核磁共振造成了损坏，按照以下方式进行赔偿：
1）对因违反核磁共振仪操作规则造成 NMR 损坏，赔偿比例为独立操作人员 10%，所在课题组 40%，学校 50%。
2）容许无独立操作资格人员使用 NMR 者造成 NMR 损坏，赔偿比例为独立操作人员 20%，所在课题组 40%，学校 40%。
3）对在仪器工作站上进行数据处理及拷贝，造成软硬件故障，赔偿比例为独立操作人员 20%，所在课题组 40%，学校 40%。
4）因违反其他相关的管理制度及规范，造成 NMR 或实验室设备、设施损坏，赔偿比例为独立操作人员 20%，所在课题组 40%，学校 40%。

申请人签名：
年　月　日</td></tr>
<tr><td colspan="6">导师意见：
导师签名：
年　月　日</td></tr>
<tr><td colspan="6">单位意见：
单位公章：
年　月　日</td></tr>
</table>

3 分析测试中心核磁共振谱仪设备信息

制造商	BRUKER	产地	瑞士
仪器型号	AVANCE400	购买年份	2016
地点	虎溪校区理科楼分析测试中心 LF102		
主要技术指标	1、频率分辨率：≤0.005 Hz 2、相位分辨率：≤0.006 度 3、质子最大输出功率：≥50 W 4、多核最大输出功率：≥140 W 5、1H 灵敏度≥ 550:1 (0.1％ EB) 6、13C 灵敏度≥ 220:1 (ASTM) 7、31P 灵敏度≥ 200:1 (TPP) 8、15N 灵敏度≥ 30:1 (90% formamide) 9、19F 灵敏度≥ 550:1 (90% TFT)		
主要应用	适于化学、生物、石油化工、天然产物等方面的分子结构分析、含量测定及反应机理研究等。		
主要功能	1、一维谱：^{1}H、^{13}C、DEPT 谱等 2、二维谱：1H-1HCosy、HSQC、HMBC、TOSCY、NOESY、ROESY 等 3、一维杂核：^{31}P、^{29}Si、^{27}Al、^{17}O 等		
送样要求	1、样品纯度大于 95%，无铁屑、灰尘等杂质 2、样品量要求：1H ≥ 5 mg，13C ≥ 15 mg 3、测试样品需用合适的氘代试剂溶解至澄清透明 4、样品在 5mm 核磁管中高度不低于 4.5 cm 5、核磁管清洁干净，无破损裂纹 6、核磁管写明标签，并固定好		
设备图片			
联系人（电话）	周楷（18203057179）		

4 分析测试中心核磁共振谱仪独立操作人员培训制度

1、为保证仪器的安全运行，目前仪器只对测试量较大的校内用户开放使用，每课题组按需指定研究生报名参加培训。

2、申请培训者填写“分析测试中心核磁共振谱仪上机培训申请表”，并由课题组负责人签字批准、加盖学院公章。

3、管理员根据报名情况，对申请表进行审核，对符合条件者安排时间进行培训。

4、培训内容包括仪器使用规章制度、仪器操作规程、数据处理、仪器故障处理及实验室安全卫生制度。

5、培训结束后，培训者可预约管理员进行考核，机组管理员判断培训者达到独立操作水平后，在“重庆大学大型仪器设备共享平台”授权预约使用权限。

5 分析测试中心核磁共振谱仪独立操作使用管理制度

为了满足人才培养、学科发展的迫切需要，最大程度地发挥大型仪器设备的使用效益，提高学生的创新实践能力，分析测试中心特对核磁共振波谱仪实行 24 小时开放，制订独立操作使用管理规定如下。

1、核磁共振仪的独立操作使用实行资质使用制，校内的教职工及研究生经过仪器管理员的培训、考核、获取独立操作资格后可进行独立操作使用；

2、未取得独立操作资格的人员一律禁止上机操作，禁止无关人员进入实验室；

3、独立使用仪器设备实行预约制，机组管理员核准时段后，独立操作人员在规定时段使用仪器；

4、独立操作人员使用过程中必须遵守“独立操作核磁共振谱仪安全守则”，在使用期间仪器出现故障，使用者应及时通知仪器管理员；

5、所获取核磁数据应在数据处理机上进行处理或发送，严禁在仪器工作站上进行处理，禁止采用 U 盘等移动介质直接拷贝数据；

6、由于使用不当或违反操作规则造成的仪器设备的损坏，应参照“核磁共振仪损坏赔偿办法”进行追责和赔偿；

7、使用者对样品的加工、处理过程中涉及到的固液废物的处置必须遵守“实验室化学固体废物处置安全规范”和“实验室化学废液收集、处理规范”，并在测试完毕后及时带走剩余样品；

8、禁止携带与实验无关的物品（如食品、饮料等）进入实验室，禁止在实验室做与实验无关的事（如玩游戏、进食等）；

9、使用者应及时清理试验台及相关设施，保持核磁室的清洁卫生。

6 分析测试中心核磁共振仪独立操作预约管理制度

1、核磁共振仪独立操作实行全天 24 小时预约制度，使用者应至少提前 1 小时在“重庆大学大型仪器设备共享平台”预约使用机时；

2、在“重庆大学大型仪器设备共享平台”上进行网上预约，机组管理员对预约信息进行审核后，确定使用时间；

3、如需更改预约时段，使用者应提前一个工作日与管理员联系，进行预约时段更改，如在确定时段未进行实验，仍然按预约时长收费，不进行机时补偿；

4、目前用户在预约的时间内只允许测定 1H,13C 及 31P 谱。而 DEPT, NOE 等其他高级谱应交由核磁实验室技术人员测试；

5、用户使用核磁共振仪应缴纳适当使用费用，以小时为单位，收费标准为 120 元/小时:

6、用户应在预约时段内使用仪器设备，使用结束后刷卡退出预约系统，不得超出预约时段延长测试时间。

7、用户无故占用预约时段以外的测试时间，直接取消用户预约使用权限。

7 分析测试中心核磁共振谱仪独立操作损坏处理及赔偿制度

1、对正常操作设备过程中发生的故障，仪器设备的维修由学校承担，操作人员及课题组无需负责；

2、对出现以下情况者取消操作人员的独立使用资格：

1）对发现故障进行隐瞒或不及时通知管理员者；

2）对因违反核磁共振仪操作规则造成设备损坏者；

3）容许与实验无关人员进入实验室者；

4）容许无独立操作资格人员使用核磁者；

5）对在仪器工作站上进行数据处理及拷贝者；

6）携带与实验无关的物品（如食品、饮料等）进入实验室者；

7）在实验室做与实验无关的事（如玩游戏、进食等）者；

8）不遵守“实验室化学固体废物处置安全规范”和“实验室化学废液收集、处理规范”者；

9）违反其他相关的管理制度及规范，或给实验室造成安全隐患者；

3、对出现以下情况和行为，独立操作人员、课题组承担相应比例的维修费用：

1）对因违反核磁共振仪操作规则造成设备损坏，赔偿比例为独立操作人员 10%，所在课题组 40%，学校 50%；

2）容许无独立操作资格人员使用设备者造成设备损坏，赔偿比例为独立操作人员 20%，所在课题组 40%，学校 40%；

3）对在仪器工作站上进行数据处理及拷贝，造成软硬件故障，赔偿比例为独立操作人员 20%，所在课题组 40%，学校 40%；

4）因违反其他相关的管理制度及规范，造成设备或实验室设备、设施损坏，赔偿比例为独立操作人员 20%，所在课题组 40%，学校 40%。

8 核磁共振谱仪实验室安全守则

1、操作人员在进入实验室操作前，应对随身携带物品进行检查，可磁化物如机械手表、磁卡、银行卡、锁匙、硬币、铁具等不得带入或靠近核磁共振谱仪；

2、核磁共振谱仪的强磁场会影响协助人体重要生理功能的电子设备（如心脏起搏器、金属假肢），严禁此类设备佩戴者进入核磁共振实验室；

3、操作人员应随时开启排风扇，应随时注意实验室氧气含量，当氧气含量低于15%或报警器报警时，应立即离开实验室，并通知管理员进行处理；

4、操作人员离开实验室时，应关闭计算机、空压机等电器设备，并锁好门窗后离开。

9 分析测试中心核磁共振谱仪样品准备及操作规程

一、样品准备

采样前一般先将样品溶解在合适的氘代溶剂中。杂质信号会让谱图变得杂乱，甚至掩盖真实的信号，因此样品应尽可能保持较高的纯度。磁性杂质会扭曲磁场，降低谱图分辨率，需要特别注意确保样品中不存在磁性杂质。

1.1 溶剂选择

样品充分提纯和干燥后，溶解在合适的氘代试剂中。氘代试剂的选择需要考虑以下因素：

1、溶解度：样品在溶剂中的溶解度越大越好。可以尽可能提高灵敏体积内的样品含量，从而增大测试的灵敏度。

2、溶剂信号对样品波谱的干扰：溶剂自身会产生核磁共振信号，这些信号会使波谱区域变得模糊，甚至会与样品信号重叠。

3、温度依赖性：样品的溶解度会随着温度而改变，同时溶剂的溶点和沸点也是很重要的考虑因素。

4、粘度：溶剂粘度越低，实验分辨率越高。

5、成本：氘代原子数越多，试剂价格越高。

6、水含量：水峰的存在会降低核磁共振谱图质量。使用干燥剂过滤或是在储存溶剂时加入分子筛可以大大降低溶剂中的水含量。

1.2 样品管

样品管必须保持清洁，避免沾染灰尘或划伤。样品管可以使用丙酮或者蒸馏水清洗。也可以用超声波清洗样品管。难以清洗的样品管

可以放入王水中浸泡两天，彻底冲洗干净后进行干燥。样品管可以用烘箱烘干，但温度不能超过 100℃，防止样品管变形。最好是向管中吹入过滤后的氮气进行干燥。

1.3 样品制备

制备样品的一般步骤如下:

1、对于固体样品，如果使用5 mm样品管，最多可以在0.6 mL选定溶剂中溶入20 mg样品（10 mm样品管可以在2.5 mL溶剂中溶入80 mg样品）。对于液体样品，如果采集质子谱，一般在80%体积氘代溶剂中溶进20%体积的样品。

2、添加少量（约 0.1%）参比化合物四甲基硅烷(TMS)。确保TMS峰信号强度低于最强的样品或者溶剂信号（否则会降低接收器增益，使信噪比变差）。

3、溶液经过过滤后加入样品管，溶液深度应为3~4 cm。

4、盖好样品管，使用封口膜密封减少蒸发，并在靠近样品管顶端处贴上标签。小心操作，确保管盖、封口膜和标签处于同一条轴上，以免影响样品旋转。

二、^{1}H 核磁共振谱

2.1氢谱的采集

1、新建一个数据集。

2、将样品和转子插入磁体。

3、锁定样品。

4、对探头进行调谐和匹配。

5、旋转样品。

6、匀场。

7、设置探头/溶剂相关参数。

8、调节接收器增益。

9、开始采样。

10、处理数据。

2.2 优化扫描宽度

优化扫描宽度可以提高质子谱图上信号峰的分辨率和分离度。

1、单击工具栏中的 ppm (Exact zoom) 图标。

2、输入以下 F1 [ppm] 数值：From = 9；To = -1。

3、在“Exactzoom”窗口中单击 OK 按钮。

4、单击工具栏中的 Set SW to current region, and SFO1 to center of region 图标。

5、在“New setting of SW”窗口中单击 Close 按钮。

6、单击工具栏中的 Start acquisition 图标。

7、单击 Workflow 选项卡栏中的 Process 选项卡。

8、在 Workflow 按钮栏中单击选择 Proc.Spectrum 按钮。

2.3 积分

为了对观察到的质子信号进行定量分析，需要将各个峰的积分强度进行比较。通常会对质子谱图进行积分以计算所分析分子中的质子数量。

1、展开谱图以显示所有峰。

2、单击 Workflow 按钮栏中的 Integrate 选项卡。注意：这会进入手动积分模式。单击‘Integrate’按钮上的向下箭头可以选择其他选项。

3、设置光标线，从谱图左侧开始，在要积分的第一个峰的左侧，单击鼠标左键，将光标线拖动至峰的右侧，然后释放鼠标按钮。

4、对其余信号峰重复第 3 步。

5、单击 Integration 工具栏中的 Return, save region 图标。

2.4 绘制1H谱图

1、展开谱图以显示所有峰。

2、单击工具栏中的 Retain expansion and scale 图标。

3、单击 Workflow 选项卡栏中的 Publish 选项卡。

4、在 Workflow 按钮栏中单击选择 Plot Layout 按钮。

5、单击 Plot Layout 窗口中 Print 部分的向下箭头。

6、单击选择 Print。

三、^{13}C 的质子去偶谱

3.1 ^{13}C 的质子去偶谱的采集

1、新建一个数据集

2、将样品和转子插入磁体中。

3、锁定样品。

4、对探头进行调谐和匹配。

5、旋转样品。

6、匀场。

7、设置探头/溶剂相关参数。

8、调节接收器增益。

9、开始采样。

3.2 处理数据。

为了分析观察到的碳谱，需要比较各个峰的化学位移数值。常用方法是对质子去耦碳谱进行峰标注，解析所分析分子中的各种碳。

1、展开谱图以显示所有峰。

2、单击 Workflow 按钮栏中的 Pick Peaks 按钮。注意：这会进入手动峰标注模式。单击 Pick Peaks 按钮上的向下箭头可以选择其他选项。

3、从谱图窗口的左上角开始，单击鼠标左键。将光标线从谱图左侧拖动到右侧，画出一个包含所有峰的方框。

4、单击 Peak Picking 工具栏中的 Modify existing peak picking range 图标。

5、用鼠标左键单击区域框的底部边线，将线条拖动到噪音水平上方，设置最低峰标注水平。

6、用鼠标左键单击区域框的顶部边线，将线条拖动到溶剂峰等不需要的峰下方，设置最高峰标注水平。

7、单击 Peak Picking 工具栏中的 Return, save region 图标。

3.3 绘制^{13}C谱图

1、展开谱图以显示所有峰。

2、单击工具栏中的 Retain expansion and scale 图标。

3、单击 Workflow 选项卡栏中的 Publish 选项卡。

4、在 Workflow 按钮栏中单击选择 Plot Layout 按钮。

5、单击 Plot Layout 窗口中 Print 部分的向下箭头。

6、单击选择 Print。

10 实验室化学固体废物处置安全规范

1、实验室化学固体废物定义本规范中的实验室化学固体废物是指在实验室所产生的各类危险化学固态废物，包括：

1）固态、半固态的化学品和化学废物；

2）原瓶存放的液态化学品；

3）化学品的包装材料；

4）废弃玻璃器皿。以下简称为固废。

2、固废的包装材料

1）实验室自行准备大小合适、中等强度的包装材料（如纸箱、编织袋等）；

2）包装材料要求完好、结实、牢固；纸箱要求底部用宽胶带加固。

3、包装贴标

1）收集固废前，先在收集纸箱或编织袋贴上《实验室化学固体废物清单》；

2）按要求填写产生固废的实验房间、联系人及其联系电话。

4、固废的收集

1）分类收集：

A、瓶装化学品和空瓶：确保瓶体上标签完好，原标签破损的须补上标签，瓶盖旋紧后竖直整齐放入纸箱；瓶装化学品、空瓶须分别装箱收集；

B、其他化学品和化学固废：用塑料袋分装并扎好袋口，在塑料袋上贴上标签并写上固废名称和成份，袋口朝上放入纸箱或编织袋内；

C、玻璃器皿：放入纸箱内；

D、以上三类不能混放；

2）作好记录：按要求在《实验室化学固体废物清单》上做相应记录；

3）停止收集：以纸箱和编织袋能密封为限，瓶装化学品和空瓶不能叠放，每袋或每箱重量不能超过 50 公斤。

5、固废的存放

1）固废收集满后，须在学院实验室废物处置联系人处登记相关的废物信息；

2）必须存放在学院指定位置，严禁把固废存放在非工作人员易接触到的地方；

6、固废的处置按照学校的统一部署和废弃物处置公司的要求进行固废的转运、记录和交接；

7、其它注意事项

剧毒、可易燃、强腐蚀性或有其它特殊问题的化学固废必须贴上相应的标志，且单独存放；

对来源和组成不明的废弃化学品也应贴上标志后单独存放；

其它类别的实验室危险废物处理按照《重庆大学实验室废弃物管理办法》（重大校 [2012]392 号）第十二条执行。

11 实验室化学废液收集、处理规范

1、学废液定义本规范中的化学废液是指实验室危险废物中的一般化学废液、剧毒化学废液；

2、废液桶的要求使用学校统一购置的废液桶或耐强酸、强碱的高密度聚乙烯废液桶。

3、废液桶的贴标

1）收集前，盛装一般化学废液的废液桶上贴“废液分类标签”；盛装剧毒废液的废液桶上贴“剧毒废液标签”。

2）根据要收集的废液的性质，勾选废液类别；

3）填写废液产生房间、联系人、联系电话；

4、废液的收集

1）分类收集：

A、按有机废液、强酸废液、强碱废液、其它无机废液分类进行收集；B、禁止把不同类别或会发生异常反应的废液混放（参阅附表《实验室废液相容表》;

C、剧毒废液须单独收集，不能把几种剧毒废液混放在一个容器中；D、非化学废液严禁倒入废液桶中；

2）防止遗洒：废液桶为小口收集容器，在收集时须使用漏斗帮助收集，以 防止发生废液遗洒；建议收集时在桶的下方摆放防漏盘；

3）作好记录：废液倒入废液桶后，按要求在“分类标签”上写明倒入废液 的主要成份；

4）停止收集：废液表面与桶口间距必须保留至少 10CM。

5、废液的存放

1）废液桶装满后，须在学院实验室废物处置联系人处登记相关的废液信息；

2）必须存放在学院指定位置；

3）存放废液桶时，须拧紧瓶盖，整齐直立摆放；

4）若空间不够，在保证安全的情况下，可以叠放，最高不超过三层。

6、废液的处置

按照学校的统一部署和废弃物处置公司的要求进行废液的转运、记录和交接工作。

7、其它事项

其它类别的实验室危险废物处理按照《重庆大学实验室废弃物管理办法》（重大校〔2012〕392 号）第十二条执行。