

核磁测试操作方法

核磁流程：网上预约→按时来核磁室刷卡上机→打开自动进样器编辑界面查看样品要放的槽位→往自动进样器放样→编辑信息并提交→在记录本上登记→做完上传数据→刷卡下机

一、样品制备

1. 选择合适的核磁管。

- a. 粗细和转子匹配
- b. 是否有裂痕及变形，管口是否有破损
- c. 核磁帽是否配套
- d. 核磁管要密封。送样前请用生料带和封口膜将核磁管密封好，以防溶剂挥发，干扰实验。
- e. 样品标记要规范。可以使用记号笔在核磁管管口白色位置写上相应实验编号，或者在核磁管帽上做相应的标记。张贴标签纸要平整，标签纸环绕核磁管，不要呈小旗子状，**标记不能低于转子**。

2. 配样要求

- a. 样品溶解均匀透明。样品必须在其使用的氘代试剂中有良好的溶解性能，配制好的样品必须透明澄清，流动性好，没有气泡，如样品溶解性不好，用滤头过滤。
- b. 溶剂量合适。溶剂液面不易过高或过低，**液体的高度控制在 4-5 cm(0.6 mL 左右)**即可。
- c. 转移过样品的核磁管外壁要保持干净，并认真用无尘布将其外壁擦净。

二、样品放置及编辑样品信息

- a. 登陆电脑后打开自动进样器界面。双击编辑样品信息，包括设置数据保存名称 (Name)，样品号 (只能使用数字，不能使用字母和其他符号)，选择氘代试剂及所做实验类型。
- b. 将擦拭干净的核磁管样品插入转子中 (**切记手不能触摸转子的条形码区域**)，然后再放入量杯中，找准高度。接着将样品放置到编辑样品所对应的槽号。
- c. 再次核对所设定的信息 (数据保存名称 (Name)，样品号，氘代试剂、实验类型)，然后选中编辑的样品，点击 **Submit 按钮** 进行提交 (**切记相应槽号放上样品后再提交**)。

三、ICON-NMR 自动进器管理软件界面按钮说明：

- a. **Submit 按钮**：选中编辑的的样品，开始运行点击 **Submit 按钮** 进行提交。
- b. **Cancel 按钮** 和 **Delete 按钮**：样品提交之后，在还没有运行的状态下，可以将想要取消编辑的样品选中，点击 **Cancel 按钮**，如若想要删除，可点击 **Delete 按钮** 进行删除。
- c. **Add 按钮**：如果一个样品既要做氢谱又要做碳谱等，编辑好氢谱信息后，可点击 **Add 按钮**，在氢谱信息的下面会增加一条信息栏，用于编辑碳谱或氟谱等其他实验内容。
- d. **Copy 按钮**：当所送样品的试验内容一样时，例如有 5 个样品，都做氢谱，此时可以先编辑好一个样品的信息，然后点击 **Copy 按钮**，就可以一次性完成剩余 4 个样品的参数设置。