

固体核磁波谱仪特色亮点

Bruker 宽腔400MHz固体核磁共振波谱仪-仪器配置

仪器配置特色:

1. 400MHz 宽腔磁体，固体核磁专用，可实现高功率激发与高功率去偶；
2. 配备3.2mm H/F/X 三共振探头，可实现¹H/¹⁹F/X的三共振实验及¹H/¹⁹F、¹⁹F/X双共振实验；
3. 配备1.9mm H/X双共振探头，最高魔角转速为35kHz，有效实现氢谱的高分辨；
4. 此外仪器配有4mm和7mm H/X双共振探头，可满足对不同样品量和实验条件的需求。

Bruker 宽腔400MHz固体核磁共振波谱仪-测试项目

1. 可实现多种原子核的检测（包含但不限于以下原子核种类）：

¹H、¹¹B、¹³C、¹⁵N、¹⁹F、²³Na、²⁷Al、²⁹Si、³¹P等。

2. 多样化脉冲序列技术的使用（包含但不限于以下技术）：

一维谱：如单脉冲、交叉极化、直接极化、双量子滤波、定量谱等。

二维谱：如二维同核交换谱（EXSY/NOESY）、二维单量子-双量子同核相关谱（SQ-DQ）、二维异核相关谱（HETCOR）、四级核MQMAS、二维WISE、二维SUPER实验等。

伪二维实验：如自旋晶格弛豫时间（ T_1 , $T_{1\rho}$ ）、自旋-自旋弛豫时间（ T_2 ）、交叉弛豫时间（ T_{1s} ）、偶极耦合常数（ D_{ij} , D_{is} ）的测量等。

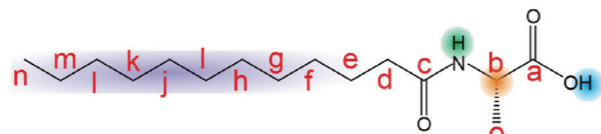
Bruker 宽腔400MHz固体核磁共振波谱仪-技术服务

技术服务特色:

数据分析：结合送检样品的具体信息，1) 实现谱图的线型分析（分峰拟合）；2) 弛豫时间、偶极耦合等常数的拟合模型的确定与解析；3) 谱峰化学位移归属。

技术方案的制订：依据客户的问题需求和送检样品的特殊性，制定有效的实验技术方案。

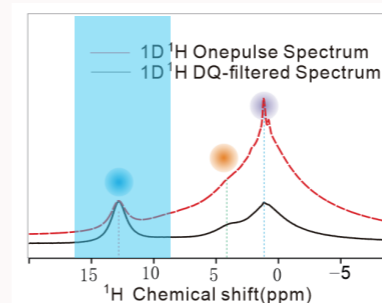
案例一：同核双量子-单量子二维相关谱：分子间相互作用的表征（分子间氢键作用）



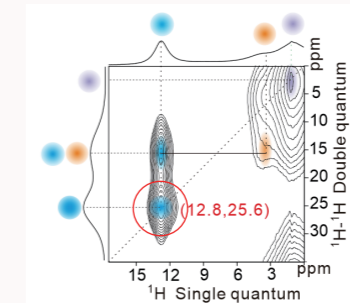
N-月桂酰基-L-丙氨酸分子化学结构示意图

月桂酰丙氨酸属于氨基酸表面活性剂，是一种化妆品新原料。

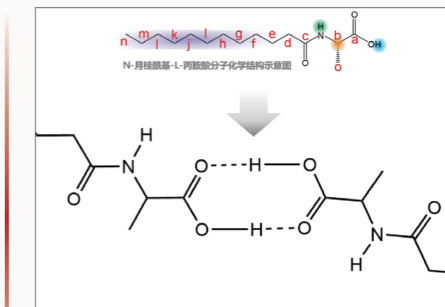
2021年6月28日，国家药品监督管理局公布了新规后首批通过备案的两个化妆品新原料，其中0002号原料即为“月桂酰丙氨酸”（备案号：国妆原备字20210002）。



DQ-filtered谱图中羧基氢信号保留且强度较高，说明对应的羧基氢原子局部运动受限

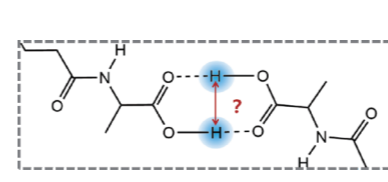


DQ-SQ谱图中检测到了羧基氢的自相关峰，说明两个羧基氢之间的空间距离接近

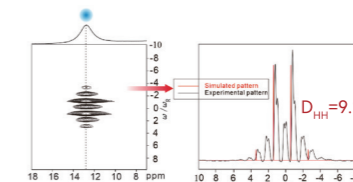


酰基丙氨酸分子间氢键的结构示意图

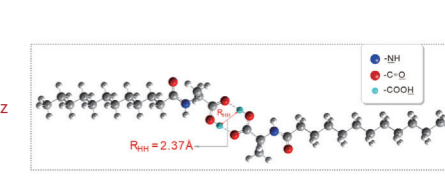
月桂酰基丙氨酸（NLLA）分子可能通过羧基基团形成分子间氢键作用



氢原子核间距离的测量



DQ MAS sideband pattern



$R_{HH} = 2.37 \text{ \AA}$

$$D_{ij} = (\mu_0 \gamma_H^2 \eta) / (8\pi^2 R_{ij}^3)$$

$$R_{HH} = 2.35 \text{ \AA}$$

$$R_{HH} = 2.37 \text{ \AA}$$

$\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} (\text{T} \cdot \text{m}) / \text{A}$ 为真空磁导率

$\gamma_H = 2.67522 \times 10^8 \text{ rad} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{T}^{-1}$ 为¹H原子核的旋磁比

$\eta = h / 2\pi \hbar$ 为普朗克常数

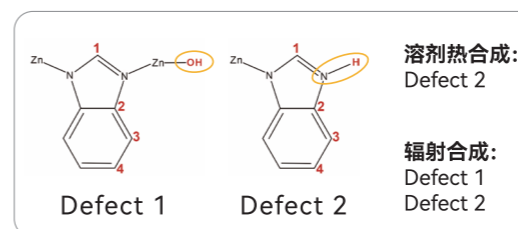
在GaussView 6.0软件中构建了NLLA的氢键二聚体模型

使用Gaussian 16软件在B3LYP/6-31G**水平对NLLA的二聚体结构进行了几何优化

ssNMR实验结果与量化计算结果相吻合，进一步证实了对于NLLA分子间氢键作用的推断

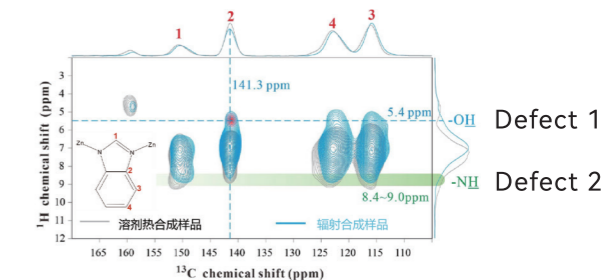
分析化学, 2024, 52 (06), 866-875

案例二：弛豫时间的测量与分析：应用自旋晶格弛豫时间对MOFs材料缺陷结构进行半定量表征



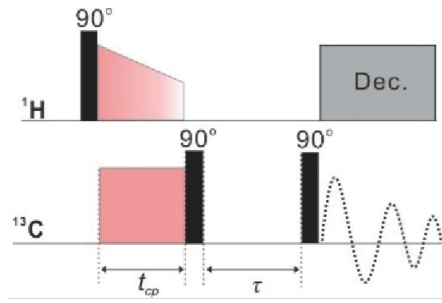
溶剂热合成:
Defect 2

辐射合成:
Defect 1
Defect 2



Defect 1

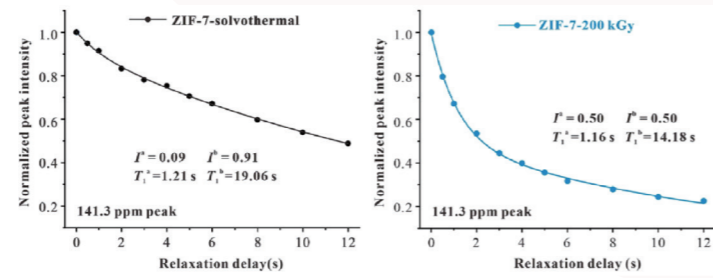
Defect 2



CP-Torchia 实验脉冲序列 (¹³C T₁测量)

$$M(t) = I^a \times \exp(-t/T_1^a) + I^b \times \exp(-t/T_1^b)$$

double exponential relaxation model

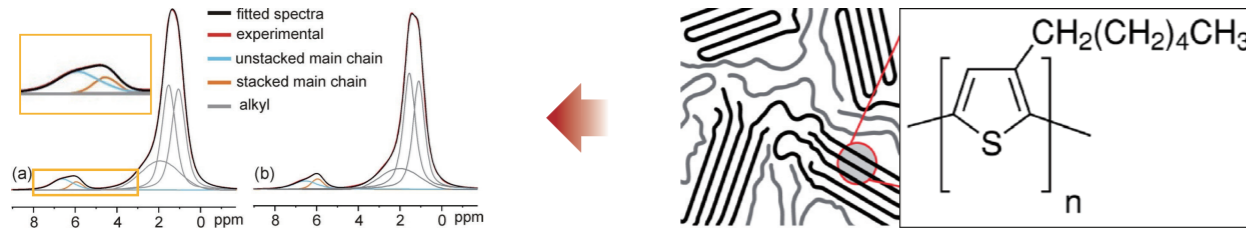


	T ₁ ^a	T ₁ ^b	T ₁ ^a	T ₁ ^b
	权重系数(I _a)	权重系数(I _b)		
溶剂热合成	0.09	0.91	1.21s	19.06s
辐射合成	0.50	0.50	1.16s	14.18s

1. 双指数弛豫模型：存在两种运动性差异较大的结构；
2. 长T₁对应运动受限的结构：周期有序结构；
3. 短T₁对应运动性较强的结构：缺陷结构；
4. 权重系数反应了对应结构的相对含量：溶剂热合成样品缺陷结构占比约：9%；辐射合成样品缺陷结构占比约：50%

J. Am. Chem. Soc. 2023, 145, 23651–23658

案例三：通过氢谱线型分析实现聚合物结晶度的测量



Angewandte Chemie International Edition, 2012,51(44), 11068–11072

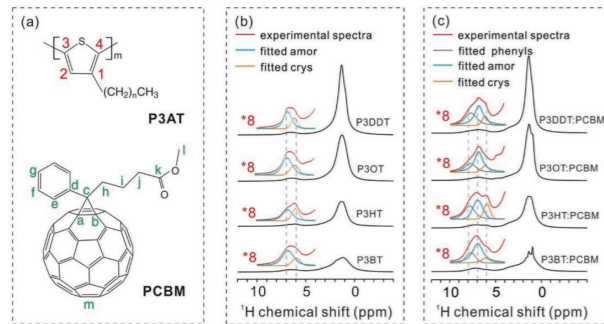


TABLE 3 Main-Chain Crystallinity of Four P3ATs and P3AT:PCBM Blends Determined from Quantitative ¹H Spectra

Samples	Substituted Methylene Numbers	Crystallinity (%)		
		P3AT Films	P3AT:PCBM Blends	Decreased
P3BT	3	21.5	16.1	25.1
P3HT	5	38.1	33.7	11.5
P3OT	7	28.8	15.1	47.6
P3DDT	11	28.6	17.7	38.1

Journal of polymer science, part B: Polymer Physics, 2018, 56, 751–761

液体核磁共振测试服务亮点

Bruker 400MHz液体核磁共振波谱仪-仪器配置

仪器配置特色：

1. 9.4 T超导磁体；
2. 配备5mm BBFO/iprobe双通道二合一宽带探头，支持所有常规1D/2D实验，梯度匀场精准；
3. 60位自动进样器，无人值守批量测试，提升通量；
4. BCU温控单元，可满足-70°C~100°C变温测试，适配分子动力学、温度依赖性互作与反应机理研究。

安捷伦 600MHz液体核磁共振波谱仪-仪器配置

仪器配置特色：

1. 14.1 T超导磁体；
2. 配备5mm H/F/X 三共振探头，可实现¹H/¹⁹F/X的三共振实验及¹H/¹⁹F、¹⁹F/X双共振实验；
3. 配备5mm OneNMR双通道探头，支持所有常规1D/2D实验；
4. 配备10mm 双通道探头，支持特殊需求测试。

液体核磁共振波谱仪-测试项目

1. 可实现多种原子核的检测（包含但不限于以下原子核种类）：

¹⁹F & ³¹P - ¹⁹⁹Hg and ¹⁷O - ¹⁰⁹Ag（可检测原子核频率低至18.620[400MHz下共振频率]）

2. 多样化脉冲序列技术的使用（包含但不限于以下技术）：

定量核磁、变温核磁、二维实验（2D-COSY、2D-HSQC、2D-HMBC、2D-NOESY等）、伪二维实验（DOSY扩散实验、自旋-晶格弛豫时间（T₁）、自旋-自旋弛豫时间（T₂）、化学交换（EXSY）等）。

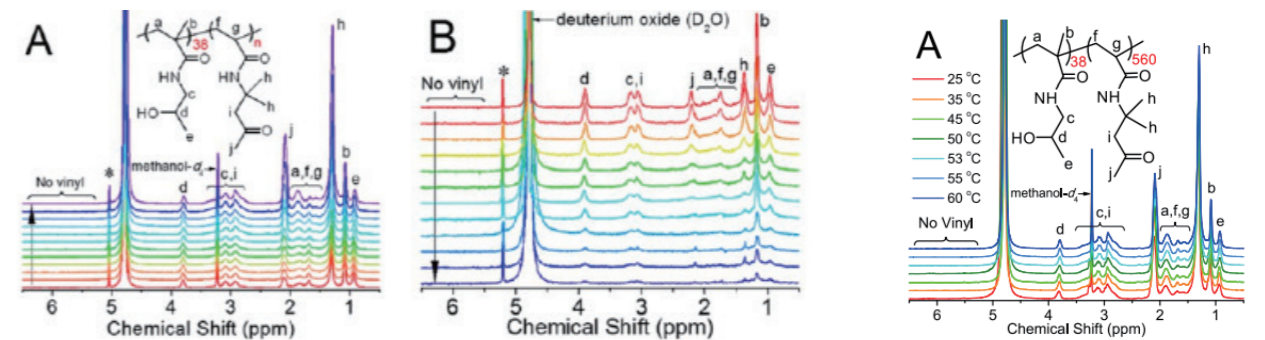
400/600MHz液体核磁共振波谱仪-技术服务

技术服务特色：

数据分析：结合送检样品的具体信息，1) 谱峰化学位移归属及化合物结构解析；2) 分子动力学、变温行为分析；3) 混合物分析（DOSY）；4) 分子间、分子内相互作用分析；5) 弛豫时间、偶极耦合等常数的拟合模型的确定与解析；6) 实现谱图的线型分析（分峰拟合）等。

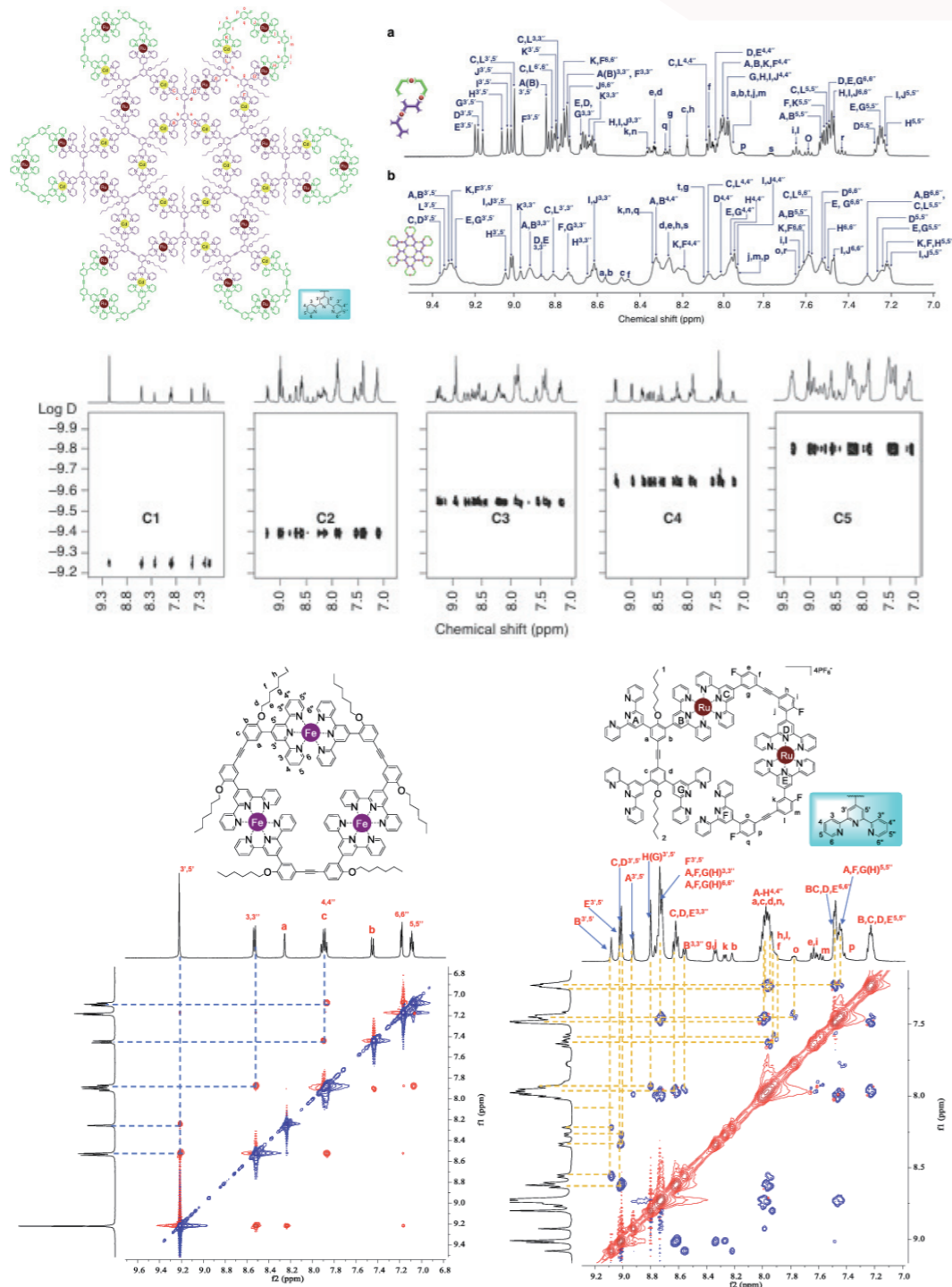
技术方案的制订：依据客户的问题需求和送检样品的特殊性，制定有效的实验技术方案。

案例一：通过变温核磁，确认 PDAAM 基纳米颗粒的水不溶性温度稳定性



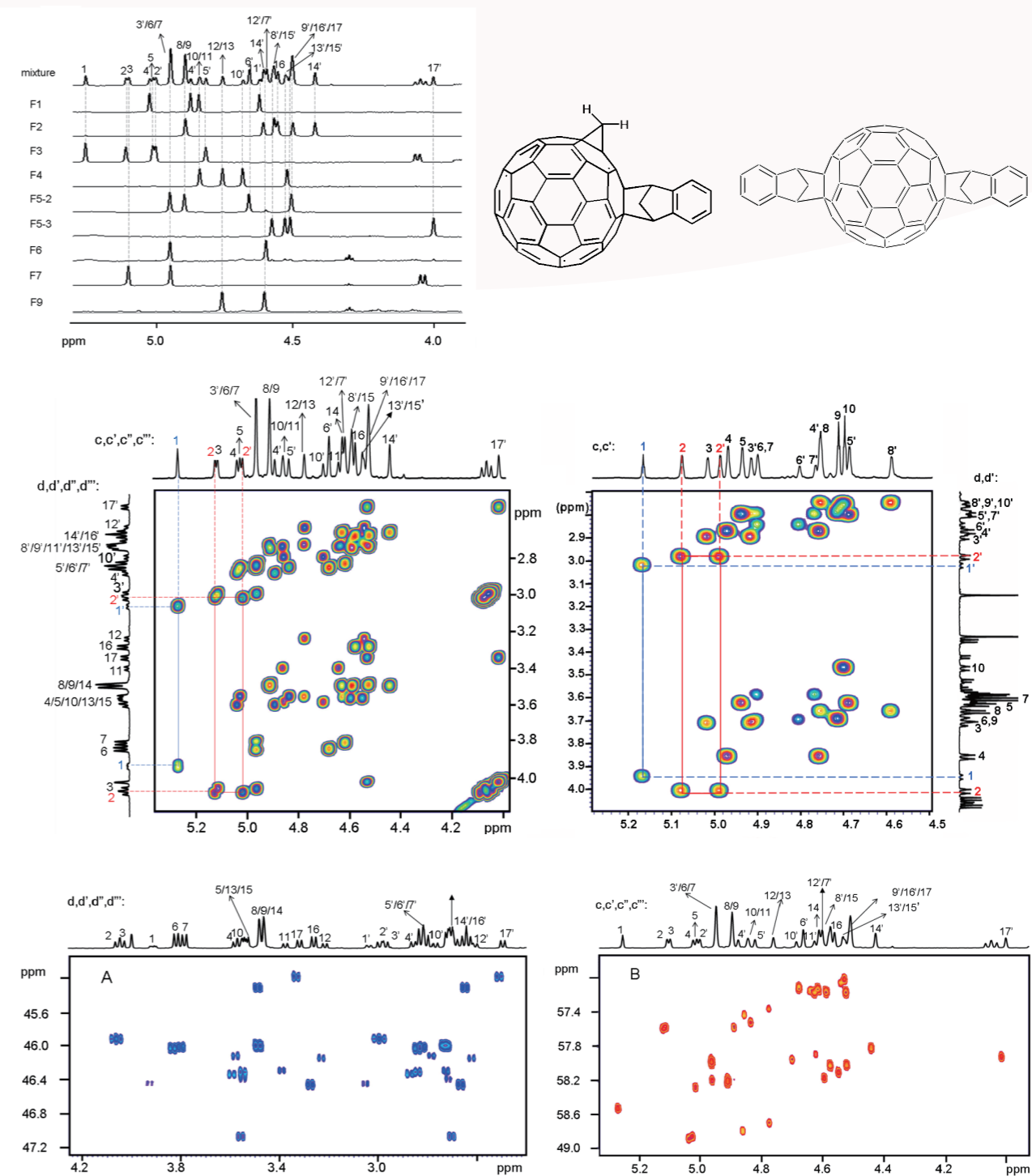
Cite This: Macromolecules 2019, 52, 4703–4712

案例二：利用一维 ^1H 、 ^{19}F 谱，二维 $^1\text{H} - ^1\text{H}$ COSY、 $^1\text{H} - ^1\text{H}$ NOESY谱，以及DOSY扩散一系列核磁技术，从结构、对称性、纯度、尺寸四个维度，严格证明了C1-C5多环金属超分子的分子结构与精准自组装



Cite This: Nature Communications 2018, 4575
JACS 2018, 104, 14087-14096

案例三：利用一维 ^1H 谱，二维 $^1\text{H} - ^1\text{H}$ COSY、 $^1\text{H} - ^{13}\text{C}$ HSQC谱核磁技术，实现了 IC_{60}BA 中12种同分异构体的结构验证



Cite This: J. Mater. Chem. A 2017, 5, 10206