

样品制备对化合物 NMR 结构解析的影响

耿珠峰^{*1} 李璟¹ 许美凤¹ 杜树山² 邓志威^{1**}

(1. 北京师范大学分析测试中心 北京 100875)

(2. 北京师范大学资源学院 教育部资源药物工程研究中心 北京 100088)

摘要 同所有的化学分析测试方法一样, 样品制备是核磁共振分析检测中的一个不可忽视的环节。本文根据实验室多年来开展 NMR 结构分析研究的体会, 就样品制备对核磁共振实验的影响进行分析, 重点探讨溶剂选择、样品浓度、溶解水及辅助试剂等几个问题, 并通过具体实例说明样品制备环节的合理设计可能在改善核磁共振实验效果和提提高谱图质量方面起到关键作用。

关键词 NMR 样品制备 氘代试剂

核磁共振 (NMR) 是一种多用途的现代分析测试手段。实验手段多、提供信息丰富, 加上其对样本无侵入性和无破坏性的特点, 使 NMR 在当今的化合物结构研究中具有举足轻重的地位, 深受化学工作者的欢迎。然而, 在人们普遍看好 NMR 解决问题的能力同时, 也会忽视对实验技术具体环节的分析思考。例如, “样品预处理环节比较简单” 已被许多人推崇为 NMR 分析的一大特色, 很多人不太关注样品制备是否会对实验过程及其结果产生影响。实际上同所有的分析测试方法一样, 样品制备也是 NMR 实验中一个必须重视的环节。

样品处理不当可能会产生 2 种现象, 一是测试样品不符合 NMR 实验的基本要求 (如溶液的均相特性、样品测试体积等), 由此直接影响实验操作 (如锁场、匀场等) 的正常运作。二是测试样品外观虽能满足实验的要求, 但检测物在样品体系中的溶液特性并不理想, 检测核的共振特征会给化合物的 NMR 结构解析造成困难; 换句话说, 就化合物结构解析而言, 实验所得到的谱图并不理想。前者对核磁工作者来说不难发现, 也容易克服; 而后者在实际工作中更值得关注, 尤其在未知化合物 (如天然产物) 的结构解析中, 其影响更大。当然某些样品从自身特性讲根本就不适合高分辨 NMR 测试分析, 自然无需在此讨论; 但对可测样品而言, 合理制备样品肯定有助于 NMR 实验的顺利实施, 从而获取理想的实验结果。本文针对上面所提到的第二种现象, 结合溶剂选择、溶液浓度、溶解水和辅助试剂等几个问题, 探讨样品制备对 NMR 实验的影响。为保证供样者的利益, 本文使用的实例只就

本实验室所获取的 NMR 谱图进行分析与讨论, 不涉及样品的背景细节。

1 溶剂选择

氘代试剂是 NMR 实验要求采用的溶剂, 同时也被用来作为锁场试剂, 并提供匀场过程中的指示信号。因此, 对于氘代试剂的物理、化学, 以及核磁特性必须给予足够的关注。

在采购和使用氘代试剂时, 人们首先考虑以下问题: (1) 溶解度, NMR 实验 (特别是 ^{13}C 等异核实验) 的检测灵敏度相对较差, 因而必须要保证样品在溶剂具有一定的溶解度。要获取理想的实验结果, 溶解度最好要在 0.04mol/L 以上。(2) 氘代率, 氘代率是氘代试剂生产的一个重要指标, 目前市售氘代试剂的氘代率通常在 $99.5\%\sim 99.8\%$ 之间; 由于在 ^1H NMR 测试中, 溶剂中的未氘代质子是 FID 信号的组成部分 (可视为溶剂本底), 其残留量多少会直接关系到谱仪增益的设置。溶剂氘代率较低时, 残留质子信号过高, 增益选择受到限制, 不利于改善谱图的信噪比。(3) 化学位移, 溶剂的共振谱线会与测试样品的共振谱线同时出现在谱图上, 自然会对信号的识别产生干扰; 尤其在 ^{13}C NMR 测试时, 溶剂碳的共振信号较强, 加之氘耦合裂分谱线的覆盖区域较宽, 干扰现象更为严重。因而在溶剂选择时, 必须考虑溶剂信号的化学位移特征。(4) 熔/沸点, 高分辨 NMR 实验是在液态环境下进行的, 因而在变温实验中溶剂的熔/沸点必须给予关注。有机溶剂的熔/沸点差异很大^[1], 如: 氯仿的熔点和沸点分别为 -64.0°C 和 60.9°C ,

*耿珠峰 (1985~), 女, 硕士生, E-mail: gzf620306@126.com

**通讯作者: 邓志威, E-mail: dengzw@bnu.edu.cn

容易满足低温实验的要求, 而不适合做 60℃ 以上的高温试验; 二甲亚砜的熔点和沸点分别为 18℃ 和 190℃, 不能满足 18℃ 以下的低温实验的要求, 但却是一个理想的高温实验的溶剂。

以上特性对 NMR 实验的影响比较直观, 容易引起人们的重视。在实际工作中, 有些影响因素(如杂质含量、溶剂黏性等)可能并非如此直观, 常常会被人们忽视。

杂质是分析化学选用试剂的一个重要考虑因素, 但在 NMR 工作中并未受到应有的重视; 即使是在氘代试剂的包装标签上也只标注氘代率, 而未给出杂质的含量。氘代试剂中的杂质可分为三类: (1) 无机杂质, NMR 结构分析的对象通常是有机物, 无机杂质的存在似乎对此类测试不会产生影响。实际上, 无机物的存在会对 NMR 实验产生干扰。如氘代氯仿含水时, 见光分解形成无机酸(HCl), 从而改变溶液的酸碱特性, 最终可能影响测试结果^[2]。(2) 有机杂质, 有机杂质对 NMR 谱图的影响是直观的。由于工艺和原料的原因, 氘代试剂生产过程中可能会引入少量的其它有机物质。如氘代氯仿或氘代苯中会含有非极性的烷基类杂质, 在 ¹H NMR 谱上这类杂质的共振谱线出现在高场区 ($\delta_{\text{H}}2.0 \sim \delta_{\text{H}}0.8$)。尽管这类杂质的含量一般不高, 但在低含量测试中其对谱图分析的影响不可小视。(3) 含氘杂质, 含氘杂质在市售氘代试剂产品中不太多见, 但也并非完全没有。例如就曾在一批氘代二甲亚砜试剂中检测出少量的重水。图 1 即为这一批次购置的二甲亚砜试剂的 ¹H NMR 谱; 谱中 $\delta_{\text{H}}2.51$ 的信号为试剂残存质子的共振谱线, $\delta_{\text{H}}3.34$ 的信号为水峰, 而 $\delta_{\text{H}}3.32$ (箭头所指位置) 的一组信号则是残留重水与水相互作用后产生的信号。使用这一批次溶剂配制样品进行 ¹H NMR 测量时, 检测出的化合物中活泼质子的信号强度大大减弱, 甚至消失。

试剂含杂是一种普遍的现象, 几乎是无法杜绝, 而且不同的溶剂中杂质类型和含量也有所不同, 因

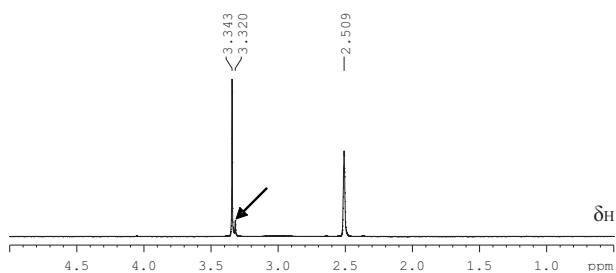


图 1 某批次市售二甲亚砜试剂的 ¹H NMR 谱 (500MHz)

而在溶剂选择时应给予足够的重视。

溶液的黏度可直接影响 NMR 的谱学特征, 检测核的特征性 NMR 参量——弛豫速率就与黏度有关。溶液的黏度越大弛豫速率也就越大, 共振谱线也就越宽。样品溶液的黏度显然与溶剂自身的黏度有着直接的关系, 因而采用非黏度试剂(如: 氯仿、甲醇等)有利于谱图的分辨率与信噪比的改善。在 NOE 实验中, 因为 NOE 增益信号特征与分子量的大小和溶剂的黏性有关^[3], 所以使用不同粘性的溶剂直接关系到实验方法的选择、参数的设置以及谱图分析的思路。例如曾发现一黄酮皂苷类化合物(分子量约 470) NOE 信号的表现形式在黏性试剂(如二甲亚砜)和非黏性试剂(如氯仿)中完全不同。

此外溶剂本身的化学特性也会影响化合物的谱学特征。例如: NMR 实验中的化学位移与检测核在溶液体系中所处的局部磁场环境有关, 不同溶剂所含的官能团不同, 对局部磁场的贡献自然存有差异; 因而选用不同的溶剂所得到的 NMR 谱的信号特征不尽相同。图 2 是同一样品(化合物 1)分别溶于氘代二甲亚砜和氯仿中所获取的 ¹H NMR 谱。虽然共振谱线的数目一致, 但谱线的化学位移及峰形特征却有很大差别。

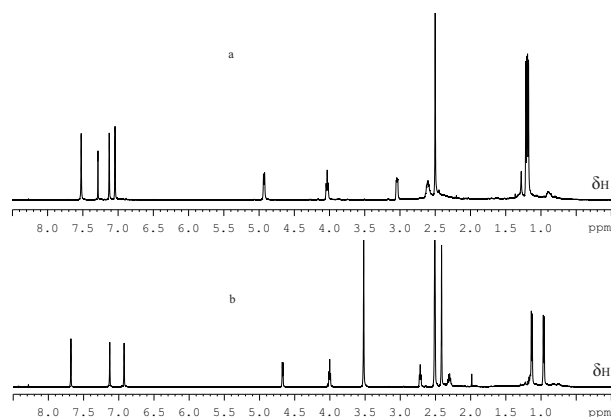


图 2 2 种溶剂中化合物 1 的 ¹H NMR 谱 (500MHz)

a. 二甲亚砜-d6 溶剂; b. 氯仿-d1 溶剂

2 样品浓度

由于 NMR 结构分析不涉及定量概念, 所以在配制样品时不大关注对浓度的控制, 也常常忽略样品浓度引发的问题。实际上, 样品浓度是制约 NMR 实验的一个非常重要的因素; 同其他分析方法相比, NMR 实验对浓度的要求可能更苛刻。图 3 为一组环酰胺类化合物(化合物 2)样品的 ¹H NMR 谱片段。获取该组谱图时所采用的溶剂均是 CDCl₃ (0.6mL), NMR 实验条件也完全相

同,只是加入样品量不同。谱图显示:浓度过低(0.7mg/0.6mL)时谱图(见图3a)的信噪比较差,由于信号较弱时数据处理功能也受到限制,谱图的质量不高;浓度过高(300mg/0.6mL)时谱图(见图3d)的信噪比得到改善,但分辨率很差;相比之下中间两个浓度的样品谱图更符合结构解析的要求。

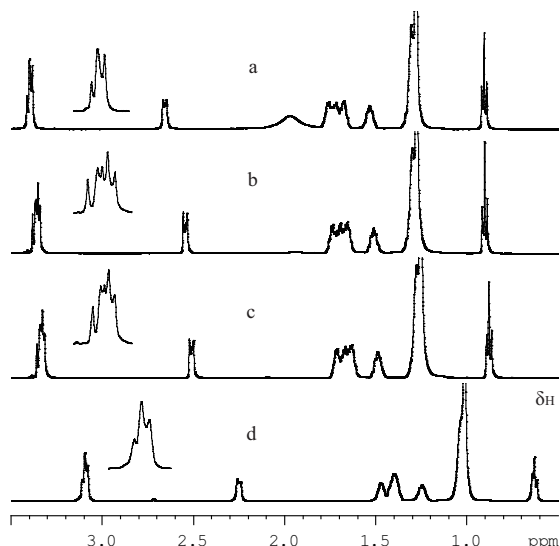


图3 不同浓度的化合物2样品的¹H NMR谱图(500MHz, CDCl₃)片段

测试样品量分别为 a.0.7 mg; b.7mg; c.70 mg; d.300mg

样品浓度较低(稀溶液)时,溶质以独立的分子形态存在于溶液当中,此条件下所获取的NMR谱学信息更能真实地反映化合物自身的结构特征;加大样品浓度,分子与分子间的相互作用几率增大,检测核的弛豫速率增加,使得谱线变宽,分辨率下降;当浓度过高时,溶液中独立的分子形态完全消失,NMR谱学特征也会发生变化,可供结构解析的谱学信息随之下降。

在核磁共振中,NOE^[4]具有独特的地位,同时对测试条件的要求也相对较高,其中样品浓度就是一个可以左右实验结果的重要因素。图4是一合成有机物(化合物3)在其它NMR测试条件完全相同,而样品浓度相差15倍时获取1D-GOESY谱^[5]及¹H NMR谱。其中一个样品加入量约为4mg,另一个样品加入量约为60mg。在1D-GOESY谱上,朝上的信号为选定的激发谱线,朝下的为NOE信号。两张谱图比较显示:低浓度样品谱图(见图4a)的信噪比较差,且所能观测的信号明显少于高浓度样品谱(见图4b)。结合已知化合物平面结构对谱图进行分析发现:a谱已给出该化合物可能产生的全部分子内的NOE信号,而b谱中多出的信号(箭

头表示信号)则属于“虚假”信号。

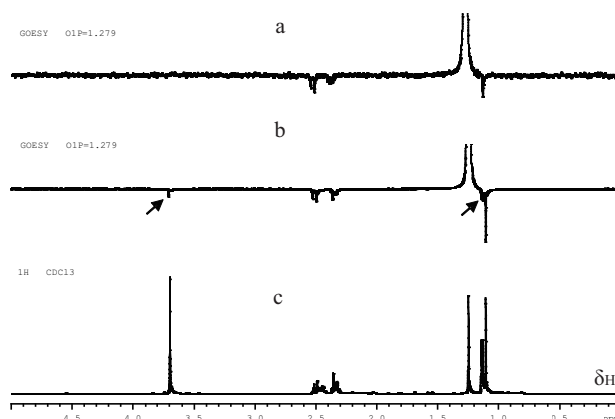


图4 化合物3的1D-GOESY谱与其¹H NMR谱(500MHz, CDCl₃)

a. 低浓度; b. 高浓度; c. ¹H NMR spectra.

NOE信号反映核子间的空间相关信息,当然浓度对其的影响会更大些。样品为稀溶液时,溶液体系中不存在分子间的弱键作用或缔合现象,那么1D-GOESY谱上所观测到的信号只与分子内核子间的NOE作用有关。若样品浓度太大,在特定条件下不同分子上的核子间也会发生空间的相互作用,此时谱图上就会出现分子间的NOE信号。图4b所给出的多余信号应属于此类。

以上事例表明样品浓度太大对NMR结构解析并非好事,同时NMR自身又是一种非灵敏的分析测试手段,检测浓度自然不能太低^[6],因而满足NMR结构解析的溶液浓度范围有限。以500MHz核磁共振谱仪为例,采用φ5mm样品管,样品体积为0.6mL时,NMR结构解析研究的理想样品量为~40μmol。

3 溶解水

由于溶剂含水、制样前样品未能彻底干燥、以及制备过程中吸水等原因,NMR测试样中含水现象比较普遍。在¹H NMR谱中水信号呈现活泼质子的特征,共振谱线较宽,因而对样品信号的干扰几率较大。实际上,水被视为NMR实验中的“危害”之一,曾是脉冲核磁共振技术重点研究的对象,并由此产生多种与压制水峰信号相关的脉冲序列^[7-11]。

水的质子共振谱线(水峰)的化学位移具有不确定性。不同的试剂中水峰的化学位移相差很大,例如:在氘代氯仿中为δ_H1.6,在商品氘代二甲亚砜中为~δ_H3.3,而在商品氘代甲醇中为~δ_H4.5。还需指出的是:在一些试剂(如DMSO-d₆或

MeOD-d4) 中水峰的化学位移随其含水量的大小而改变。图 5 是一组 DMSO-d6 溶剂的 ^1H NMR 谱。实验中依次向 0.6mL 纯溶剂中加入纯水 20 μL (b)、30 μL (c)、40 μL (d)、50 μL (e) 和 60 μL (f)。该图显示随含水量增加 (由上至下) 水峰的化学位移持续向低场移动的现象。在实际工作中, 这种不确定性现象会干扰实际谱图上水信号的识别, 从而影响 NMR 谱的正确解析。

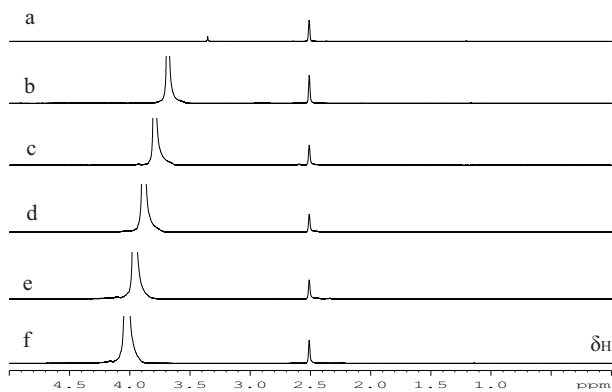


图 5 含水量不同的 DMSO-d6 溶剂的 ^1H NMR 谱 (500MHz, CDCl_3), 从上到下含水量依次增加

交换现象^[12]在核磁共振中有着特殊的意义, 溶液中的交换现象会在其 NMR 谱学特征上有所反映, 既可能增加与结构相关的额外信息, 也可能加大谱图解析的难度。溶解水可能是产生交换现象一个诱因, 当测试分子上有活泼质子时, 溶解水的多寡必然会对这类质子的 NMR 谱学特征有所影响。图 6 为同一化合物 (化合物 4) 的两张 ^1H NMR 谱。图 6a 所对应的样品含水量较高, 谱中水峰信号较强谱线较宽, 在 $\sim \delta_{\text{H}} 3.1$ 处有完全分离的一对共振谱线, 且 $\sim \delta_{\text{H}} 10.4$ 处酚羟基质子信号很弱; 图 6b 所对应的样品含水量较低, 谱中 $\sim \delta_{\text{H}} 3.1$ 处一对共振谱线部分重叠, 但在 $\delta_{\text{H}} 10.1$ 和 $\delta_{\text{H}} 10.6$ 处可以清晰观测到两组酚羟基质子的信号。这种影响反映在 HMBC 谱上更为明显 (见图 7), 含水量较低样品获取的谱图 (见图 7b) 质量要好的多, 特别是

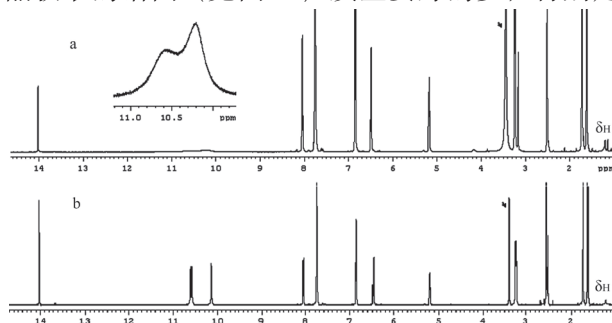


图 6 化合物 4 的两个含水量不同样品的 ^1H NMR 谱 (500M Hz, DMSO-d6), 箭头所指处为水峰信号

在谱图上可以观测到活泼质子与芳香环上碳的远程相关信号 (虚线椭圆中部分)。

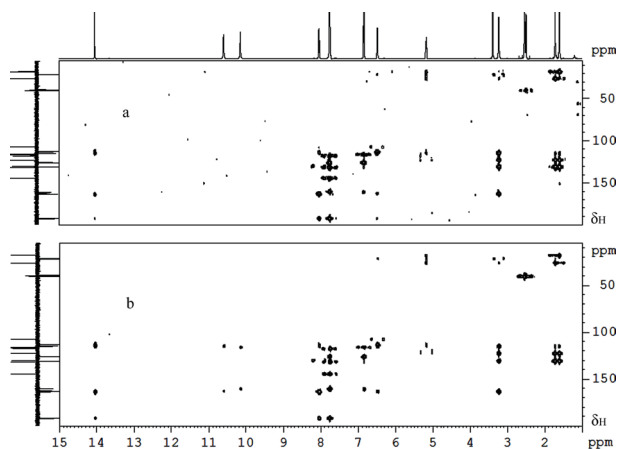


图 7 化合物 5 的两个含水量不同样品的 HMBC 谱 (500M Hz, DMSO-d6)

在多数情况下, 溶解水对 NMR 实验的影响是负面的, 在样品制备环节中应考虑对其加以抑制。然而有时水的引入也可能会对 NMR 结构解析有所帮助^[13], 因而如何对待溶解水现象应该具体问题具体分析。

4 辅助试剂

NMR 实验时, 向样品溶液中加入辅助试剂常常可以达到某种特殊目的。例如: 利用手性试剂确定化合物的手性特征^[14], 加入位移试剂对检测核的化学位移进行调制^[15], 在生物 NMR 实验中引入抑菌试剂以维持长时间测试过程中溶液体系的稳定性^[16]。引入辅助试剂能改变或稳定溶液体系的核磁特性, 从而可起到对 NMR 信号进行调制的作用。

图 8 是一苯并咪唑类化合物 (化合物 5) 的平面结构式及在 2 种溶液体系中的 ^{13}C NMR 谱 (低场部分)。图 8b 为该化合物的纯 DMSO-d6 溶液样品的 ^{13}C NMR 谱。谱图解析的结果表明: 化合物的左半部分碳核的共振信号比较规范, 容易识别, 而右半部分苯并咪唑的碳核共振信号似乎有些反常。首先信号强度相对较弱, 其次谱线与化合物中核子的对应关系不甚明确。图 8c 为向上述 DMSO-d6 溶液样品中加入 0.04mL 含 5%NaOD 的重水后所获得的 ^{13}C NMR 谱。谱图中共振谱线的数目减少, 但与苯并咪唑基团对应的碳的共振信号增强。

根据化合物 5 平面结构式可以推测, 在溶液中苯并咪唑基上碳氮间的单/双键可在 C1-N2 和 C1-N9 间相互转换。在纯 DMSO-d6 溶剂中, 5 位质子与巯基氧间形成分子内氢键, 使得碳氮间单/

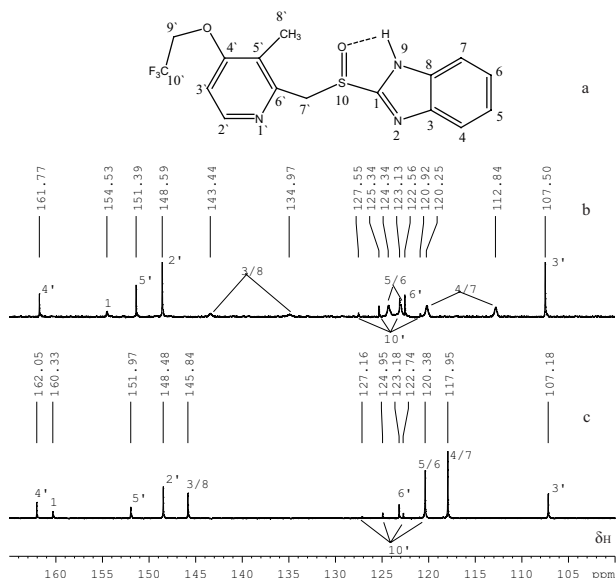


图8 化合物5的平面结构式(a)与2种溶液体系中的 ^{13}C NMR谱(500MHz), (b) DMSO-d_6 , (c) $\text{DMSO-d}_6 + \text{NaOD}$ 双键的转换相对较慢;因而谱图(见图8b)反映出苯并咪唑基中3位与8位、4位与7位、5位与6位三对碳间的磁不等价特征(即共振谱线的化学位移不同)。此外,对应共振信号强度下降并展宽(信号塌陷)。这表明体系中确实存在着碳氮间单/双键的转换,但转换速率与NMR测量的时间尺度相抵触。受此制约,二维相关实验实施的难度加大,实际上在HMBC谱中就缺少与上述核子对应的信号。将氢氧化钠作为辅助试剂加入,制约分子内的氢键过程,从而加快碳氮间单/双键的转换速率。在所获取的谱图(见图8c)中,相关碳核的共振谱线对应合并,这与快交换下谱线重合的解释相符^[17]。不仅如此,二维相关实验更易掌控,谱图质量明显改善。

化合物分子中含有氮、氧、硫等杂原子时,常常伴随有化学交换过程,溶液体系中的动力学行为相对复杂,NMR谱学特征时有异常,这必然给谱图的解析工作增加难度。在实际工作中,克服这一难点的方法不少,其中引入辅助试剂的做法不失为一种简捷、有效的手段。

5 小结

样品制备是NMR测试分析的一个重要环节。依据样品自身特性、实验目的,以及所选择的测试方法,合理地制定样品预处理方案,有助于核磁实验顺利地实施,并获取高质量的实验结果。左右样品制备的因素很多,本文很难全部概括,本文仅围绕溶剂选择、样品浓度、溶解水和辅助试剂等几个

因素进行探讨,以具体实例反映加强样品制备环节的研究对本实验室的测试分析工作以及化合物的NMR结构解析工作起到推动作用。

参考文献

- Andrew. E. Derome. Modern NMR Techniques for Chemistry Research[M], Oxford: Pergamon Press, 1987:32
- 李雪,蓝文贤,朱航等. pH对血清影响的 ^1H NMR研究[J], 波谱学杂志, 2008, 25(4):494~503
- 谢竞祎,李林,雷宁等. NOE信号与溶液粘度相关性的研究[J], 北京师范大学学报(自然科学版), 2006, 42(1):39~41
- J. Jeener, B. H. Meier, P. Bachmann, R. R. Ernst. Investigation of exchange processes by two-dimensional NMR spectroscopy[J]. J. Chem. Phys., 1979, 71, 4546~4553
- J. K. M. Sanders, B. K. Hunter. Modern NMR Spectroscopy, 2nd Edition[M], Oxford University Press, Oxford, 1993
- 欧阳捷,张巍,李林等. 浓度对“微量”样品NMR信号影响[J], 现代仪器, 2006, 12(1):25~35
- Hoult DI, RE Richards. The signal-to-noise ratio of the nuclear magnetic resonance experiment[J]. J. Magn. Reson., 1976, 21: 337~347
- Pitner T P, Glickson J D, Marshall G R. Solvent exposure of specific nuclei of angiotensin II determined by NMR solvent saturation method[J]. Nature, 1974, 250: 582~584
- FW Benz, J Feeney, GCK Roberts. Fourier transform proton NMR spectroscopy in aqueous solution[J]. J. Magn. Reson., 1972, 8(1): 114~121
- Patt SL, Sykes BD, Water eliminated Fourier transform NMR spectroscopy[J]. J. Chem. Phys. 1972, 56: 3182~3184
- Hore P J. Solvent suppression in Fourier transform nuclear magnetic resonance[J]. J. Magn. Reson. 1983, 55: 283~300
- Alex D. Bain. Chemical exchange in NMR[J]. Progress in Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy, 2003, 43: 63~103
- 欧阳捷,乔堃,张巍等. 水峰调制下的3,4-Seco-olean-11, 13-dien-4, 15 α , 22 β , 24-tetraol-3-oic Acid的NMR结构解析[J], 化学学报, 2008, 66(11):1327~1332
- Thomas J. Wenzel, James D. Wilcox. Chiral Reagents for the Determination of Enantiomeric Excess and Absolute Configuration Using NMR Spectroscopy[J]. Chirality, 2003, 15: 256~270
- 黄桂兰,李重九,黄修柱. 手性羧基位移试剂核磁共振法测定芳氧丙酸酯类除草剂对映体纯度[J], 分析化学研究简报, 2006, 34(3):407~410
- Xinhua Liu, Shifan Wang, Baoan Song. Synthesis and bactericidal activities of novel pyrazole-1-carbothioamide derivatives[J]. Frontiers of Chemistry in China, 2007, 2(3)
- 张薇,李敏一,欧阳捷等. 奥美拉唑核磁共振结构解析中化学交换对信号的影响[J], 北京师范大学学报(自然科学版), 2006, 42(2):166~170

(下转第18页)

间隔为 5s, 直接出片, CR 拍片间隔 1min 以上, 从拍片到胶片显像需 3min。CR 可与原有的 X 线机兼容使用, DR 则不能。DR 系统能直接获取数字图像数据, 而 CR 系统是利用残留的潜像来生成图像, 并且随着时间的推移, 信号存在衰减。DR 的噪声源比 CR 少, DR 的信噪比比 CR 高。从工作效率上来讲 DR 优于 CR, 因为免去暗盒的传送与放置, 节省劳动力, 提高工作效率。

DR 可以实现相应的曝光功能而使病人受到较低的辐射剂量^[9]。DR 探测器寿命长, 可用十年以上, CR 的 IP 板只能用一年左右。DR 是直接转换技术, 集成的 DICOM3.0 标准协议使 DR 的网络集成特性更强。

综上所述, CR 和 DR 比传统的屏片摄影, 无论在 X 线剂量、宽容度、对比分辨率、出片时间及后处理等工作都具有优势。由于 CR、DR 等数字 X 线设备的出现, 取消存储胶片的麻烦, 并可以方便地接入 PACS 系统, 实现图像信息联网, 便

于传输、存储和诊断, 促进远程放射学科的发展。

参考文献

- 1 姜波等. DR 与 CR 成像技术的原理与对比 [J], 中国医疗设备, 2008, (3): 91~92
- 2 卫阿盈. 数字化影像设备 CR 和 DR [J], 医疗卫生装备, 2006, (2): 55~56
- 3 陈志辉等. X 线平片信息数字化技术 [J], 医疗设备信息, 2004, (9): 39~41
- 4 王凤鸣, 李国雄. X 线数字成像设备 [J], 医疗装备, 2002, (6): 3~4
- 5 宋承木等. 直接数字化成像技术的临床应用 [J], 医学影像学杂志, 2003, (6): 83~84
- 6 赵强. 医学影像设备 [M], 上海: 第二军医大学出版社, 2002
- 7 李清军等. DR 的特性与临床应用 [J], 医疗设备信息, 2004, (8): 39~40
- 8 杨凯. 常规 X 线图像数字化成像技术 CR 与 DR 的比较 [J], 中国临床医学影像杂志, 2003, (3): 74~75
- 9 毛翠平. DR 未来的发展方向 [J], 中国医疗设备, 2008, (7): 63~64

Medical digital x-ray equipment imaging of the DR and CR

Fang Ailing Chen Dunchun

(Tianjin Medical University Cancer Institute Hospital, Tianjin 300060)

Abstract Medical imaging technology with the development of digital information. Some digital imaging equipment are appeared. Digital Radiography (DR) and Computed Radiography (CR) is a representative image equipment. This article focuses on two principles of imaging equipment and equipment features, and to compare CR and DR. As the DR digital X-ray equipment are appeared. Cancel the trouble of storing film. To facilitate the transmission, storage and diagnosis, Promoted the development of teleradiology disciplines.

Key words Digital CR DR X-ray imaging

(上接第15页)

Effects of sample preparation on nmr structural elucidation of organic compounds

Geng Zhufeng¹ Li Jing¹ Xu Meifeng¹ Du Shushan² Deng Zhiwei^{1*}

(1. Analytical and Testing Center, Beijing Normal University, Beijing 100875, China)

(2. Beijing Normal University, College of Resources Science and Technology, Center for Natural Medicine Engineering, Ministry of Education, Beijing 100875, China)

Abstract The step of sample preparation could not be ignored in the process of NMR experiment, just like in other instrumental analysis. In this paper, the effects of the sample preparation on the NMR structural elucidation of organic compounds were investigated, based on our experience for years in NMR Lab. The discussion was concentrated on a couple of subjects such as the solvent selection, solute concentration, dissolved water, and auxiliary reagents. With some real cases, it was showed that the NMR experiments and the results would be improved, if the step of sample preparation could be well handled.

Key words NMR Sample Preparation Deuterated solvents