

## 一维核磁共振氢谱鉴定乙基苯的结构

### 一、实验目的

1. 了解核磁共振的基本原理及傅里叶变换脉冲核磁共振谱仪的基本结构。
2. 了解核磁共振波谱的样品制备、测定方法与步骤、谱图的识别与解析。

### 二、实验原理

自旋不为零的粒子，如电子和质子，具有自旋磁矩。如果我们把这样的粒子放入稳恒的外磁场中，粒子的磁矩就会和外磁场相互作用使粒子的能级产生分裂，分裂后两能级间的能量差为：

$$\Delta E = \gamma h B_0 \quad (1)$$

其中： $\gamma$ 为粒子的旋磁比， $h$ 为约化普朗可常数， $B_0$ 为稳恒外磁场。

如果此时再在稳恒外磁场的垂直方向给粒子加上一个高频电磁场，该电磁场的频率为 $\nu$ ，能量为：

$$\Delta E = h\nu \quad (2)$$

当该能量等于粒子分裂后两能级间的能量差 $\Delta E$ 时即：

$$h\nu = \gamma h B_0 \quad (3)$$

低能极上的粒子就要吸收高频电磁场的能量产生跃迁，即所谓的核磁共振。

一维核磁共振氢谱中包含的主要参数有：化学位移、自旋偶合和裂分，信号强度及积分面积。根据这些参数可以判断有机化合物分子中各种氢核的数目、化学环境及相互作用情况，从而可推出未知物分子结构，同时还可以与标准谱图对照加以验证。

### 五、实验方法步骤

1. 保持仪器间温度在 20℃左右。启动仪器，运行核磁共振程序，使谱仪处于计算机的管理之下。待磁体、探头达到热平衡，谱仪电气系统运转稳定，即可开始试验（教师事先完成）。
2. 用移液枪移取 0.1 mL乙基苯溶液于 5 mm的NMR样品管中，加入 0.5 mL的 $CDCl_3$ 溶液，再滴入两滴TMS溶液，加盖摇匀。将样品放入探头中，测定乙基苯试样。
3. 锁场、匀场、调整分辨率。利用试样中的氘信号进行锁场。观测内标 TMS 信号峰的半高宽、仔细调节各组匀场线圈的电流，使峰型正确、半高宽值尽可能小，

以改善仪器分辨率。

4. 设置观测参数，并采集乙基苯一维核磁共振氢谱。重要的参数有：①样品中观测核偏置；②氢谱谱宽为-1~15 ppm；③采样时间为 1 s；④延迟时间为 2 s；⑤扫描次数为 8 次；⑥脉冲序列是 PROTON。

## 六、实验结果与数据处理

1. 对 FID 信号做傅里叶变换获得频谱图。
2. 调整谱图宽度。
3. 校正谱图基线及相位。
4. 确定化学位移标尺。
5. 选取乙基苯信号峰的化学位移及强度。
6. 对谱图做积分处理。
7. 绘制谱图。
8. 对各信号峰进行归属，确定乙基苯的每个质子信号。

## 七、思考题与讨论

1. 什么是化学位移和耦合常数？怎样从核磁共振图谱上确定这两个参数？
2. 600MHz 核磁共振谱仪测试的图谱中相对化学位移 1 ppm 等于多少 Hz？
3. 化学位移是否随外磁场而改变？为什么？

## 八、注意事项

1. 严格按照操作规程进行实验，与实验无关的程序指令不得输入；不要乱动旋钮。
2. 严禁将铁磁性物质带入仪器间，特别是磁体区域。
3. 实验人员应距离超导磁体 1 m 以上；严禁蹦跳及摔打物品，以免因剧烈震动造成磁体失超。
4. 样品管的插入和取出务必小心谨慎，切忌碰碎或折断在探头中造成事故。