教育行业标准《超导脉冲傅里叶变换核磁共振波谱方法通则》

（征求意见稿）编制说明

受国家计量认证高校评审组、高校分析测试中心研究会委托，本次《超导脉冲傅里叶变换核磁共振波谱方法通则》的修订工作由北京大学分析测试中心作为主修单位，华东理工大学分析测试中心和四川大学分析测试中心作为辅修单位，联合福州大学分析测试中心、华南理工大学分析测试中心、吉林大学分析测试中心、南京师范大学分析测试中心、苏州大学分析测试中心、北京化工大学分析测试中心、东华大学分析测试中心，中国矿业大学分析测试中心等院校管理、操作核磁共振谱仪的12位老师共同完成。在修订稿编写的过程中，老师们查阅了大量的资料，进行了充分的调查研究和讨论，并严格按照GB/T1.1-2009《标准化工作导则 第一部分：标准的结构和编写》和其它有关规定进行文本的修订和编写。本次修订是在JY/T007-1996《超导脉冲傅里叶变换核磁共振波谱方法通则》的基础进行整理、修改和扩充，用以取代JY/T006-1996《脉冲傅里叶变换电磁体核磁共振波谱方法通则》和JY/T007-1996《超导脉冲傅里叶变换核磁共振波谱方法通则》。

1 采用或参考国外标准情况

参考了国际文件 ASTM E386-90 (2011) 《高分辨核磁共振(NMR)波谱数据表征的实施标准》(Standard Practice for Data Presentation Relating to High-Resolution Nuclear Magnetic Resonance (NMR) Spectroscopy)。未参考关于核磁共振波谱方法的国外标准。

2 参考国内标准情况

在原JY/T007-1996《超导脉冲傅里叶变换核磁共振波谱方法通则》的基础上，结合JY/T 006-1996《脉冲傅里叶变换电磁体核磁共振波谱方法通则》，参考了国内相关的标准，主要标准如下：

[1] JJG(教委)007-1996 超导脉冲傅里叶变换核磁共振谱仪检定规程；

[2] JJF 1448-2014 超导脉冲傅里叶变换核磁共振谱仪校准规范；

[3]《中华人民共和国药典》（2015年版）四部：0441 核磁共振波谱法。

3 主要制定过程

1）2015年6月初 主修单位接受修订任务，收集整理参与修订工作人员的联系方式，组建了12人的核磁修订组，由主修单位出任组长，辅修单位出任副组长；其余为组员。建立修订组微信群和QQ群。统计参与修订各单位的核磁拥有情况和测试情况，初步收集修订建议。

2）2015年6月24日 修订组主要成员参加高校分析仪器方法标准制定修订培训班，进行标准制定和修订规范化培训。会后对核磁共振波谱方法标准修订中面临的问题进行了讨论交流，对前期收集的修订建议进行讨论，初步确定了修订内容。

3）2015年6-8月 由于核磁共振波谱方法涉及到液体核磁共振和固体核磁共振两种测试内容，它们在样品制备、实验方法和仪器操作上都不相同，因此需修改添加的内容较多。通过多次群聊和邮件沟通讨论，将需要修订增补的核磁共振实验方法划分为不同板块，成员组12位老师分别负责编写不同的板块。通过参考书籍、文献资料和相关标准，成员们完成相应内容的草稿并提交给组长。

4）2015年8月底 组长首先将各板块草稿内容进行统一编排整理并添加相关内容；修改添加“术语与定义”和“试剂与材料”这两章的内容。然后按照GB/T1.1《标准化工作导则 第一部分：标准的结构和编写规则》的要求修改文本排版，形成修订初稿。

5）015年8底-9月初 修订组以邮件和群聊方式对《超导脉冲傅里叶变换核磁共振波谱方法通则》修订初稿进行了多次的讨论和修改。组长汇总修改意见完成送审讨论稿第一稿和编制说明，于9月14日提交给标委会。

6）2016年1月底-2月中旬 将《超导脉冲傅里叶变换核磁共振波谱方法通则》送审讨论稿第一稿和编制说明通过邮件发送给包括4位核磁共振波谱研究领域的高校专家和1位布鲁克核磁应用专家的评审组进行专家函评。收回总结函评意见，根据函评意见仔细统一了字符、段落和物理量的格式，修改了语病、语误处，添加专家建议的相关内容。在此次修改中，统一按照通用的图示方法重新绘制了各种核磁共振实验的脉冲序列图，提高了全文的整体性。修改编制说明，完成送审讨论稿第二稿的工作。

7）2016年4月初 标委会在送审讨论稿第二稿的基础上进行统一格式编排，并提出修改前言部分，体现本次修订标准的主要技术变化。按照GB/T1.1《标准化工作导则 第一部分：标准的结构和编写规则》的格式主要对前言部分进行修改，完成送审讨论稿第三稿。

4 确定标准名称及主要技术内容的依据

标准的名称沿用JY/T007-1996《超导脉冲傅里叶变换核磁共振波谱方法通则》的名称。

JY/T006-1996和JY/T007-1996编写距今有将近20年了，在这些年中，核磁共振谱仪的仪器性能和自动化操作程度得到了较大的提高。相比之下，原通则的部分内容已显陈旧。此外核磁共振谱仪现在已作为常规仪器广泛应用在化学化工、材料、生物和医药等各个领域，所测试核的种类和实验方法都在不断增加。为了体现这些变化，在接到任务后，修订组讨论确定了在原JY/T007-1996的基础上需要修改增加的内容。首先根据目前仪器使用和发展的情况增加了术语和定义，修改了原有定义不完善的地方。其次在“试剂和材料”一章中，按照标准编写的要求，加入了四甲基硅烷、液体核磁标样和固体核磁标样等方面内容。JY/T007-1996中液体与固体核磁共振的内容混合在一起编排，条理不清晰。因此在修订过程中拆分了JY/T007-1996 中“样品”和“分析步骤”两个章节中有关液体与固体核磁共振的内容，添加入新内容，编排成四个新章节。液体核磁共振部分上添加了ROESY、TOCSY、DOSY等目前常用的方法；完善修改了T1/T2测试方法；添加了杂核的测试方法和其化学位移参比物等方面的内容。固体核磁共振方面重新整理了篇章结构，更新了仪器操作相关的内容，添加了CPTOSS、FSLG-HETCOR和CRAMPS等实验方法。

5 与现行的法令、法规和国家标准及其他行业标准的关系

本次修订标准的编写依照GB/T1.1-2009《标准化工作导则 第一部分：标准的结构和编写》进行，用以取代JY/T006-1996《脉冲傅里叶变换电磁体核磁共振波谱方法通则》和JY/T007-1996《超导脉冲傅里叶变换核磁共振波谱方法通则》。

6 主要修订的内容

具体修改添加内容及说明见下表。

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | 修订稿章节内容 | 对应JY/T007-1996的内容 | 说明 |
| 中文标题 | 超导脉冲傅里叶变换核磁共振波谱方法通则 | 超导脉冲傅里叶变换核磁共振谱方法通则 | 突出仪器特定 |
| 英文标题 | General Rules for Superconducting Pulsed Fourier Transform  Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy | General Rules for Superconducting Pulsed Fourier Transform  Nuclear Magnetic Resonance Spectrometry | 参看多个外文文献， “spectroscopy”更恰当 |
| 前言 |  |  | 按照修订情况编写 |
| 目录 | 12章 | 9章 | 修订增加大量内容，章节增加 |
| 1 范围 |  |  | 略做修改 |
| 2 规范性引用文件 | 增加 | 无 | 依照《GB/T 1.1-2009标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写》 |
| 3 术语和定义 | 共29条定义术语 | 共17条定义 | 添加了一些常用的定义术语 |
| 3.1 磁感应强度 |  | 添加 |
| 3.2核磁共振波谱 |  | 添加 |
| 3.3 磁旋比 | 2.1旋磁比 | 修改，目前统称为磁旋比 |
| 3.4 射频 |  | 添加 |
| 3.5 脉冲 | 2.2脉冲 | 修改 |
| 3.6 射频脉冲宽度 |  | 添加 |
| 3.7 脉冲翻转角 |  | 添加 |
| 3.8 脉冲序列 |  | 添加 |
| 3.9 自由感应衰减 |  | 添加 |
| 3.10 傅里叶变换 | 2.3傅里叶变换 | 修改 |
| 3.11 分辨率 | 2.4分辨率 | 修改 |
| 3.12 灵敏度 | 2.5灵敏度 | 保留 |
| 3.13 氘代试剂 | 2.8 氘化试剂 | 修改 |
|  | | | |
|  | | | |
|  | 修订稿章节内容 | 对应JY/T007-1996的内容 | 说明 |
| 3 术语和定义 | 3.14 化学位移 | 2.10化学位移 | 修改 |
| 3.15 化学位移参比物 |  | 添加 |
| 3.16 内标法 |  | 添加 |
| 3.17 外标法 |  | 添加 |
| 3.18 锁场 | 2.6 內锁、外锁 | 修改 |
| 3.19 调谐与匹配 |  | 添加 |
| 3.20匀场 | 2.7匀场 | 保留 |
| 3.21 弛豫时间 | 2.11弛豫时间 | 修改 |
| 3.22 杂核 | 2.9 多核 | 修改 |
| 3.23 NOE效应 |  | 添加 |
| 3.24 脉冲梯度场 |  | 添加 |
| 3.25 魔角旋转 | 2.13魔角旋转 | 修改 |
| 3.26 高功率去耦 | 2.14高功率去耦 | 修改 |
| 3.27 Hartmann-Hahn匹配 | 2.15 Hartmann-Hahn条件 | 修改 |
| 3.28 交叉极化 | 2.16交叉极化 | 修改 |
| 3.29 二维NMR谱 | 2.17二维NMR谱 | 保留 |
| 4 方法原理 | 4 方法原理 | 3 方法原理 | 略作修改 |
| 5 试剂和材料 | 5 试剂和材料 | 4 试剂和材料 | 修改扩充 |
| 5.1 溶剂 | 4 试剂和材料 | 建立新条目，保留部分原内容，做了补充和修改 |
| 5.2 四甲基硅烷 |  | TMS做为核磁化学位移一级参比物，单独列出 |
| 5.3 标样 |  | 添加 |
| 5.3.1 液体核磁标样 |  | 列出了几种常用指标测试标样 |
| 5.3.2 固体核磁标样 |  | 添加了固体常用标样 |
| 6 仪器 | 6 仪器 | 5 仪器 |  |
| 6.1 仪器组成 | 5.1 仪器组成 | 删除了原文中的谱仪框图 |
| 6.1.1 超导磁体 | 5.1.1 超导磁体 | 略作修改 |
| 6.1.2 探头 | 5.1.2 探头 | 修改补充探头的分类及关于超低温探头的内容 |
| 6.1.3 射频单元 | 5.1.3 射频单元 | 修改补充 |
| 6.1.4 计算机 | 5.1.4 计算机 | 保留修改 |
| 6.2 仪器性能 | 5.2 仪器性能 | 修改补充技术指标，同时列出了对应指标的测试标样 |
|  | | | |
|  | | | |
|  | 修订稿章节内容 | 对应JY/T007-1996的内容 | 说明 |
| 7 液体核磁共振样品 | 7 液体核磁共振样品 | 6 样品 | 将液体样品与固体样品拆分成两个章节 |
| 7.1 待测试样的要求 | 6.1 对样品的要求 | 在这里主要描述对来样的要求 |
| 7.2 液体核磁共振样品管 |  | 添加核磁管相关内容 |
| 7.3 试样溶液的配制 |  | 描述一般配样过程 |
| 7.4 对试样溶液的要求 | 6.1 对样品的要求 | 拆分、修改建立新条目，内容是在原文基础上修改 |
| 7.5 液体核磁化学位移参比物 | 6.2 液体样品的溶剂及参比物 | 在第4章中已经有氘代溶剂的内容，不再重复。本条以参比物为主要内容 |
| 7.5.1 内标法 | 6.2 液体样品的溶剂及参比物 | 原文没有明确区分，修改添加 |
| 7.5.1.1 氢谱化学位移参比物 | 6.2 液体样品的溶剂及参比物 | 原文没有明确区分，修改添加 |
| 7.5.1.2碳谱化学位移参比物 | 6.2 液体样品的溶剂及参比物 | 原文没有明确区分，修改添加 |
| 7.5.2 外标法 | 6.3 外标法 | 修改 |
| 7.5.3 杂核谱图化学位移参比物 | 6.2 液体样品的溶剂及参比物 | 添加 |
| 8 固体核磁样品 | 8 关于固体核磁共振样品 | 6.5.2 固体样品 | 新添加一章 |
| 8.1 待测样品的要求 | 6.5.2 固体样品 | 拆分、添加、修改 |
| 8.2 固体核磁样品管 |  | 添加 |
| 8.3 试样的制备 | 6.5.2 固体样品 | 拆分、添加、修改 |
| 8.4 固体核磁谱图化学位移参比物 | 6.4 固体样品参比物 | 修改、添加 |
| 9 液体核磁共振谱的测试 | 9 液体核磁共振谱的测试 | 7 分析步骤 | 修改、拆分、添加 |
| 9.1 开机 | 7.1 开机 | 修改 |
| 9.2 检测前准备 | 7.2 检测前准备 | 修改 |
| 9.3 工作条件的建立 | 7.3 工作条件的选择 | 修改 |
| 9.4 一维谱图测试的一般过程 | 7.4 一维谱测定 | 修改添加，并按不同核的测试设立条目 |
| 9.5 1H谱 |  | 添加，将常用1H谱放在同一条目下 |
| 9.5.1 常规1H谱 | 7.4.1 常规1H谱 | 修改 |
|  | | | |
|  | | | |
|  | 修订稿章节内容 | 对应JY/T007-1996的内容 | 说明 |
| 9 液体核磁共振谱的测试 | 9.5.2 同核去耦1H谱 | 7.4.2 1H同核去耦谱 | 修改 |
| 9.5.3 溶剂峰抑制谱 | 7.4.3 抑制溶剂峰 | 修改 |
| 9.5.4 NOE差谱 |  | 添加 |
| 9.6 13C谱 |  | 添加，将常用13C谱放在同一条目下 |
| 9.6.1 质子宽带去耦谱 | 7.4.4 常规13C谱（宽带异核去耦） | 修改 |
| 9.6.2 反门控1H去耦谱 |  | 添加 |
| 9.6.3 DEPT谱 | 7.4.5 DEPT实验 | 修改 |
| 9.7杂核谱 |  | 添加 |
| 9.7.1 19F谱 |  | 添加 |
| 9.7.2 29Si谱 |  | 添加 |
| 9.7.3 31P谱 |  | 添加 |
| 9.8 二维谱测定 | 7.5 二维谱测定 | 修改 |
| 9.8.1总则 |  | 修改添加 |
| 9.8.2 同核二维*J*分辨谱 | 7.5.1 同核二维*J*分辨谱 | 修改 |
| 9.8.3 同核相关谱 COSY | 7.5.2 同核COSY谱 | 修改 |
| 9.8.4 全相关谱 TOCSY |  | 添加 |
|  | 7.5.3 异核二维相关谱（X-H-COSY） | 删除 |
| 9.8.5异核多量子相关谱和异核单量子相干谱 HMQC/HSQC | 7.5.6 HMQC法 | 修改添加 |
| 9.8.6 异核多重键相关谱 HMBC | 7.5.7 HMBC法 | 修改 |
| 9.8.7 同核二维NOE谱或交换谱 NOESY/EXSY | 7.5.5 同核二维交换谱或NOE谱NOESY | 修改 |
| 9.8.8 旋转坐标系中的NOE增强谱 ROESY |  | 添加 |
| 9.8.9 扩散排序谱 DOSY |  | 添加 |
| 9.8.9.1 探头温度校准方法 |  | 添加 |
|  | | | |
|  | | | |
|  | 修订稿章节内容 | 对应JY/T007-1996的内容 | 说明 |
| 9 液体核磁共振谱的测试 | 9.8.9.2 梯度校准方法 |  | 添加 |
| 9.9 自旋-晶格弛豫时间*T*1的测定 |  | 添加 |
| 9.9.1 1H纵向弛豫时间的测定 |  | 添加 |
| 9.9.2 13C纵向弛豫时间的测定 |  | 添加 |
| 9.10 自旋-自旋弛豫时间*T*2的测定 |  | 添加 |
| 10 固体核磁共振谱的测试 | 9 固体核磁共振谱的测试 |  | 新添章节 |
| 10.1 固体核磁测试的一般步骤 |  | 添加 |
| 10.2 固体魔角（MAS）的调节 | 7.4.6 固体高分辨魔角旋转（MAS） | 修改添加 |
| 10.3 仪器工作条件的建立 | 7.4.7.5 测去耦通道90°脉冲宽度 | 修改 |
| 10.4 交叉极化魔角旋转谱 CP-MAS | 7.4.7 交叉极化、魔角旋转谱 | 修改 |
| 10.4.1建立Hartmann-Hahn匹配条件 | 7.4.7.6建立Hartmann-Hahn条件 | 修改 |
| 10.4.2 优化去耦功率和质子去耦偏置功率 |  | 添加 |
| 10.5 抑制旋转边带的交叉极化 CPTOSS |  | 添加 |
| 10.6 频率转换的LEE Goldburg异核相关谱 FSLG-HETCOR |  | 添加 |
| 10.7旋转坐标结合多脉冲技术 CRAMPS |  | 添加 |
| 11 分析结果的表述 | 10 分析结果的表述 | 8分析结果的表述 | 保留、修改添加 |
| 12 安全注意事项 | 11 安全注意事项 | 9 安全注意事项 | 保留、修改添加 |
|  | | | |
|  | | | |
|  | 修订稿章节内容 | 对应JY/T007-1996的内容 | 说明 |
| 附录A（提示的附录） | 附录A（资料性的附录） | 附录A（提示的附录） | 增加氘代溶剂种类及各溶剂的熔点、沸点性质和残留水峰化学位移 |
| 示例图谱 | 未加入 | 16个附图 | 作为方法通则不需像教材一样有示例谱图。 |
| 脉冲序列 | 重新画图，统一格式 | 脉冲序列表示不统一 | 参考多本核磁书籍及仪器操作手册，以目前通用的图示方法重新画制，统一图标和格式 |

7 废除有关标准的建议

本标准实施之日起，JY/T006-1996《脉冲傅里叶变换电磁体核磁共振波谱方法通则》和JY/T007-1996《超导脉冲傅里叶变换核磁共振波谱方法通则》停止使用。

8 参考资料目录

[1] JJG(教委)007-1996 超导脉冲傅里叶变换核磁共振谱仪检定规程

[2] JJF 1448-2014 超导脉冲傅里叶变换核磁共振谱仪校准规范

[3] ASTM E386-90 (2011) 高分辨核磁共振(NMR)波谱数据表征的实施标准 (Standard Practice for Data Presentation Relating to High-Resolution Nuclear Magnetic Resonance (NMR) Spectroscopy)

[4]《中华人民共和国药典》（2015年版）四部：0441 核磁共振波谱法

[5] 布鲁克液体核磁共振用户手册

[6] 布鲁克固体核磁共振用户手册

[7] 有机化学中的高分辨NMR技术（原著第2版），Timothy D.W.Claridge，科学出版社，2010

《超导傅里叶变换核磁共振波谱方法通则》编制组