

OBSAH

Předmluva	8
Seznam nejdůležitějších symbolů a zkratek	10
1. Úvod	13
1.1. Vývoj NMR spektroskopie	13
1.2. Kvalitativní a kvantitativní NMR spektroskopie	17
2. Základní vztahy v NMR spektroskopii	20
2.1. Nukleární magnetická rezonance	20
2.2. Pulsní NMR spektroskopie s Fourierovou transformací	24
2.3. NMR spektrum	27
3. Relaxace	30
3.1. Vlastnosti měřeného systému	31
3.2. Spektrální hustota a autokorelační funkce	31
3.3. Relaxační časy T_1 a T_2	33
3.4. Aditivita relaxačních časů	36
3.5. Solomonovy rovnice a nukleární Overhauserův efekt	40
3.6. Závěry pro kvantitativní NMR analýzu	43
4. Pulsní NMR spektrometr a kvantitativní NMR analýza	45
4.1. Rozlišovací schopnost NMR spektrometru	45
4.2. Citlivost NMR spektrometru	47
4.2.1. Testy citlivosti	49
4.2.1.1. ^1H test na ethylbenzen	49
4.2.1.2. ^{13}C test na hexadeuterobenzen	50
4.2.1.3. ^{13}C test na sacharosu	51
4.3. Vlastnosti NMR spektrometru ovlivňující hodnotu poměru (S/N)	52
4.4. Počítač a jeho vybavení	53
4.4.1. Vzorkovací frekvence, šířka snímaného spektra a akviziční čas	55
4.4.2. Maximální hodnota poměru (S/N)	56
4.4.3. Měření malých signálů v přítomnosti silného signálu	57
4.5. NMR experiment	60
5. Optimalizace nastavení parametrů při kvantitativní FT NMR analýze ..	63
5.1. Určení optimálních velikostí opakovacího času a sklápěcího úhlu (délky pulsu)	64
5.1.1. Dosažení maximálního poměru (S/N)	65

5.1.2.	Dosažení maximální hodnoty poměru (S/N) při zachování správnosti měření relativních intenzit NMR signálů	67
5.1.3.	Vliv <i>NOE</i> na systematickou chybu měření kvantitativních NMR spekter .	68
5.1.4.	Relaxační činidla	69
5.2.	Úprava FID před Fourierovou transformací	75
5.2.1.	Exponenciální násobení a volba akvizičního času	76
5.2.2.	Doplňování nulami	77
5.3.	Zpracování NMR spektra po FT transformaci	78
5.3.1.	Korekce intenzit signálů v NMR spektru	80
5.3.2.	Fázové korekce	80
5.3.3.	Nastavování nulové linie (nulování základní čáry)	83
5.3.4.	Automatické nastavování fázových korekcí	83
5.4.	Integrace spektra	84
5.4.1.	Výběr integračních metod	84
5.4.1.1.	Použití výšek signálů	84
5.4.1.2.	Sečtení intenzit digitalizovaných bodů signálu	86
5.4.1.3.	Interpolační metody	86
5.4.1.4.	Analýza pásů	86
5.4.1.5.	Určení intenzity signálu z výkonového spektra	87
5.4.1.6.	Analogový zápis digitální integrace	88
5.4.2.	Výběr integračních oblastí	88
6.	Použití NMR spektroskopie v kvantitativní analýze	91
6.1.	Metodologický postup při kvantitativní NMR analýze	92
6.2.	Kvalitativní rozbor spektra a výběr vhodných signálů	92
6.2.1.	Jaderná receptivita	93
6.2.2.	Výběr vhodných signálů pro kvantitativní analýzu	96
6.3.	Příprava vzorků pro měření	100
6.3.1.	Rozpuštědla v NMR spektroskopii	100
6.3.2.	Volba standardu	106
6.3.2.1.	Standards pro určování chemických posunů	106
6.3.2.1.1.	Externí standardizace	107
6.3.2.2.	Standards pro kvantitativní analýzu	110
6.4.	Metody kvantitativní NMR analýzy	111
6.4.1.	Stanovení molekulární hmotnosti a elementární analýza pomocí NMR spektroskopie	111
6.4.2.	Metody výpočtu kvantitativního složení směsí	114
6.4.3.	Typová NMR analýza	117
6.4.3.1.	Metody založené na výsledcích ^1H NMR spektroskopie	118
6.4.3.2.	Postupy založené na kombinaci ^1H , ^{13}C NMR výsledků s jinými metodami	122
6.4.3.3.	Použití vícepulsních a editačních technik při kvantitativní NMR analýze vzorků fosilních paliv	126
6.4.4.	Izotopové složení	128

6.4.4.1.	Nepřímé stanovení stupně deuterace	129
6.4.4.2.	Metody přímého stanovení deuteria	130
6.5.	Kvantitativní in vivo spektroskopie	133
6.5.1.	Kvantitativní in vivo ³¹ P NMR spektroskopie	134
7.	Využití některých fyzikálně chemických a chemických reakcí při kvantitativní analýze	139
7.1.	Stanovení vodíku ve skupinách -OH, -NH, -SH, -COOH	139
7.1.1.	Využití dynamických vlastností vodíkové vazby k jejímu stanovení ...	140
7.1.2.	Využití chemických reakcí pro stanovení aktivního vodíku a heteroatomů ve funkčních skupinách	143
7.1.2.1.	Silylační reakce	144
7.1.2.2.	Acetylační reakce	147
7.1.2.3.	Metylační reakce	148
7.1.2.4.	Reakce hexafluoroacetonu	149
7.1.2.5.	Reakce trichloracetylisokyanátu	151
7.1.2.6.	Ostatní derivatizační reakce	153
7.2.	Posunová činidla	153
7.2.1.	Lanthanoidová posunová činidla	154
7.2.2.	Chirální lanthanoidová činidla	157
7.2.3.	Binukleární lanthanoidová posunová činidla	157
7.3.	Ostatní metody kvantitativní NMR analýzy	158
Rejstřík	163