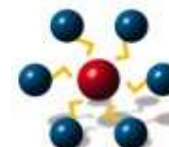
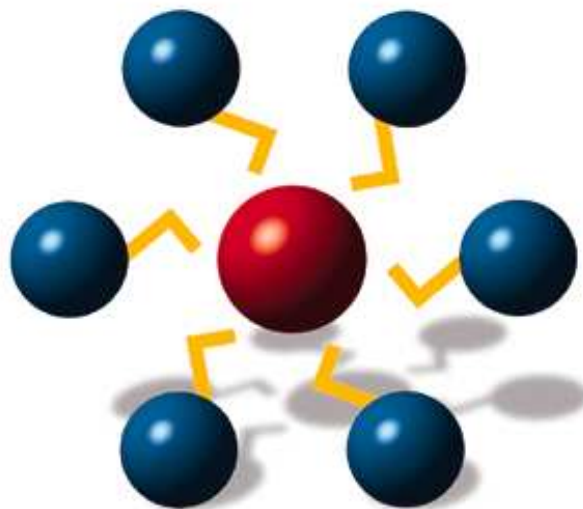


FT-NMR

Matti Hotokka
Fysikalisk kemi



Mättekniker i NMR

⇒ Traditionell

- Ø Absorption mäts

- Ø Kallas CW-NMR (Continuous wave)

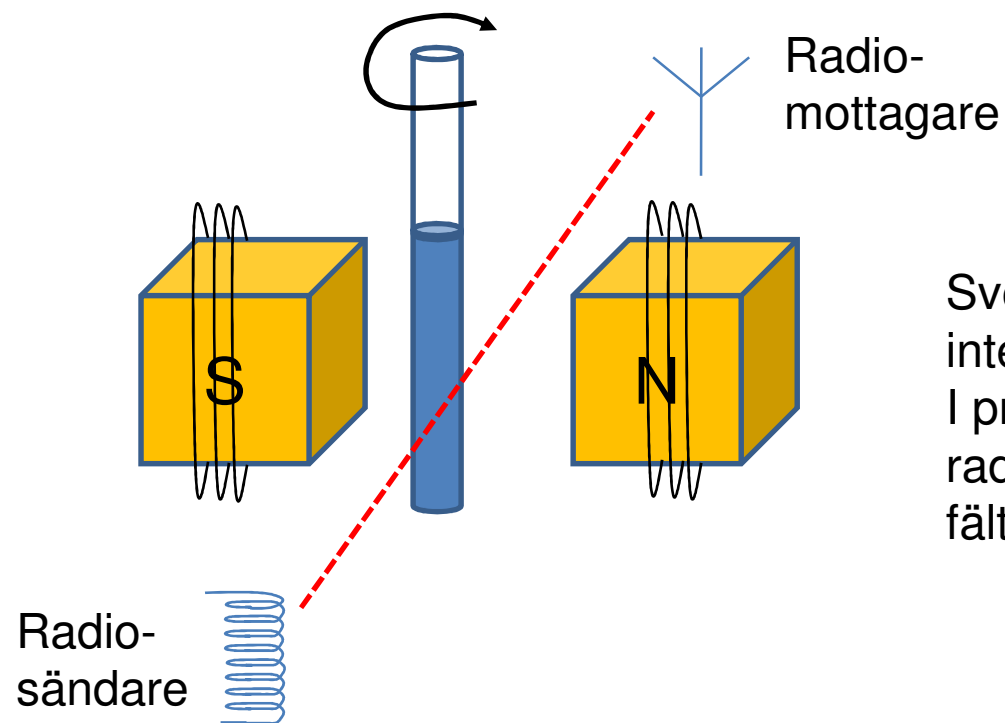
⇒ FT-NMR

- Ø Kärnornas relaxation mäts

- Ø Kräver Fouriertransformation

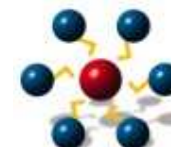


CW-NMR apparat

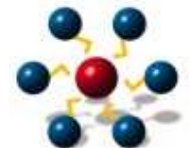
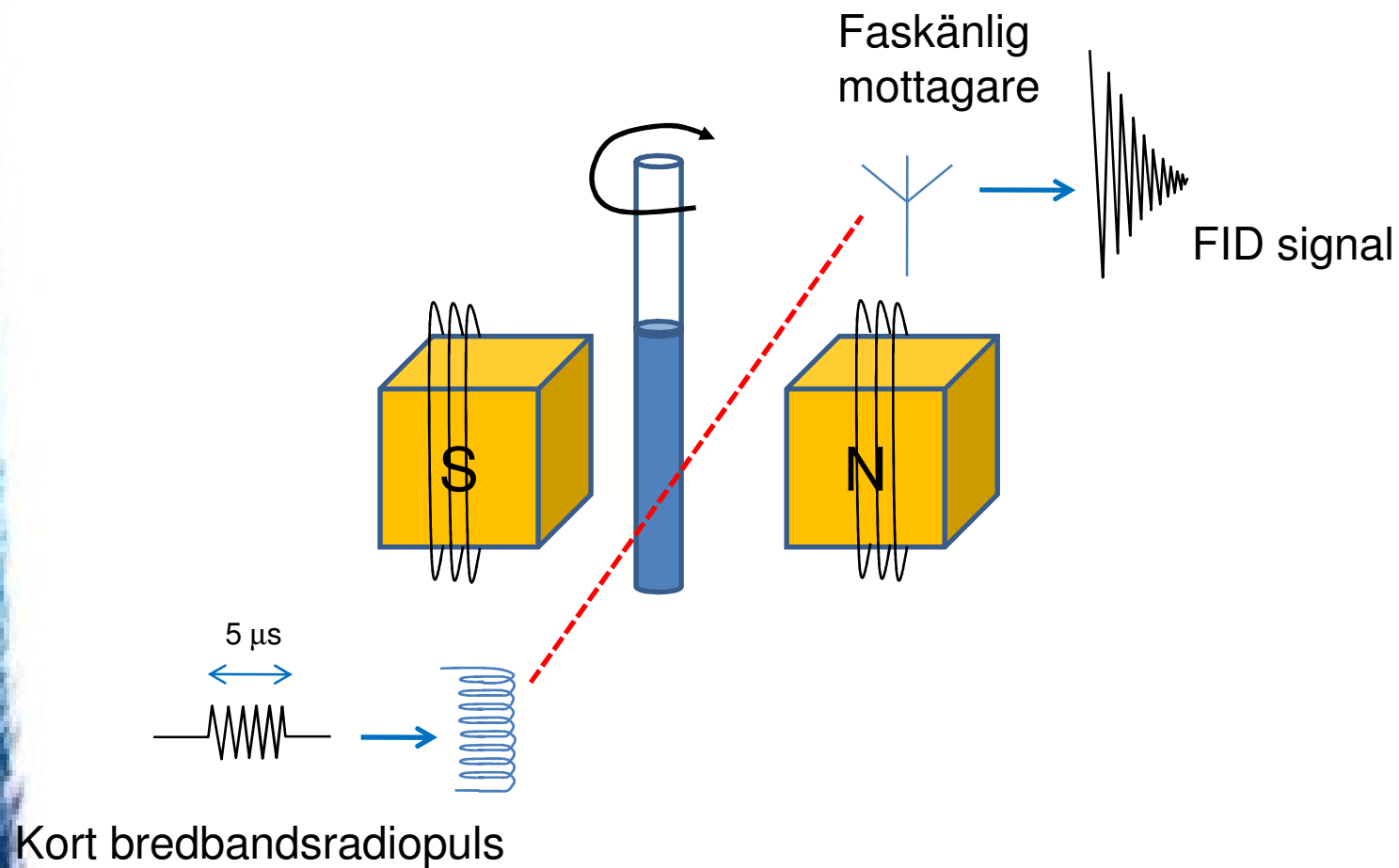


Svepa över ett frekvensintervall.

I praktiken används fast radiofrekvens och magnetfältet B_0 justeras.

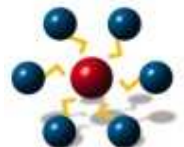


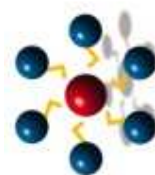
FT-NMR



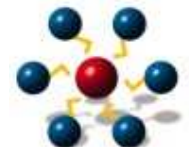
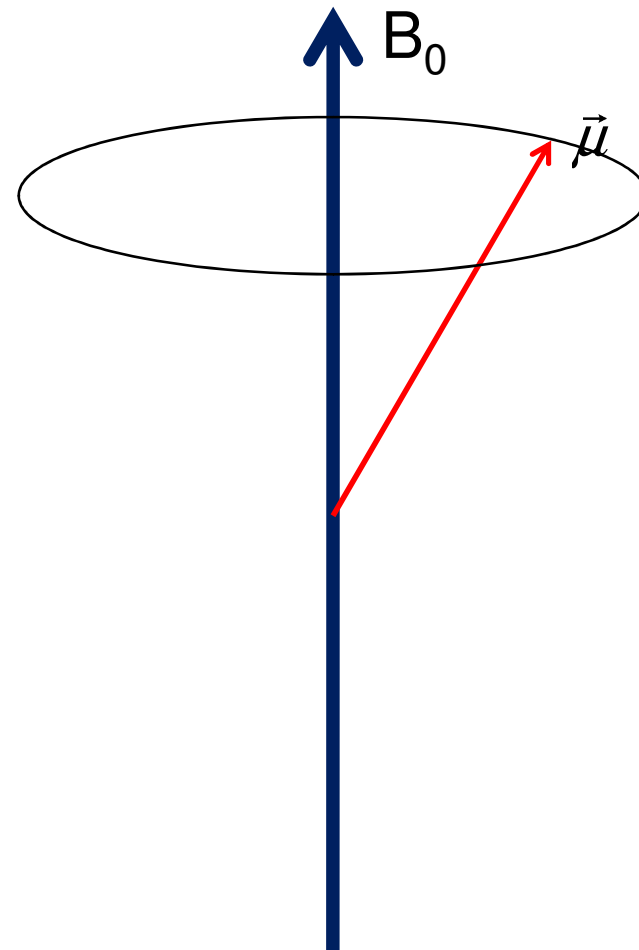
Radiopuls

- ⇒ Påverkar magnetiseringens riktning i provet
- ⇒ En signal, som är relaterad till spinnvektorernas precessionsfas observeras då magnetiseringen återvänder till jämviktsläget

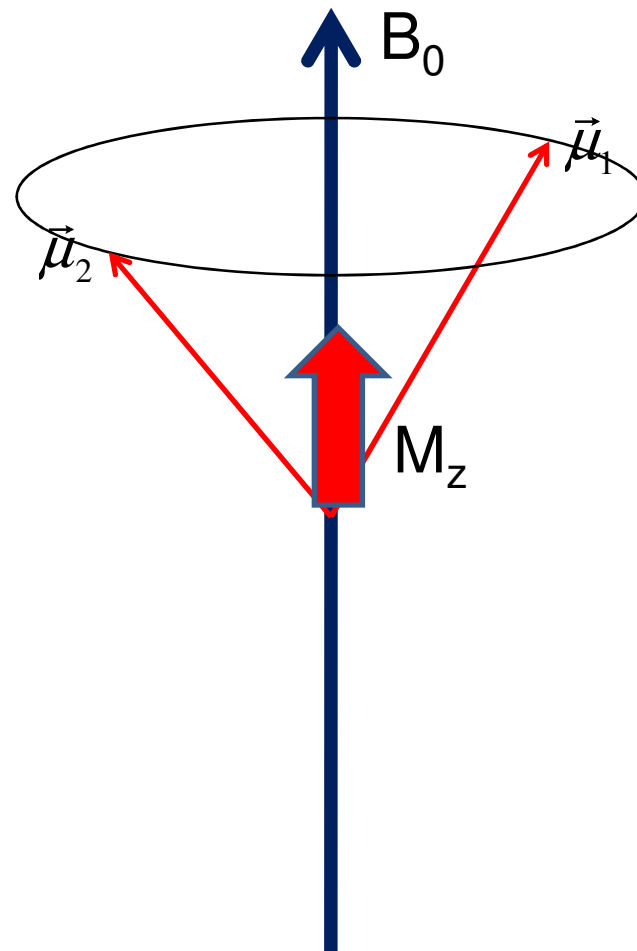




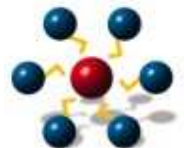
Enskilda kärnans spinn



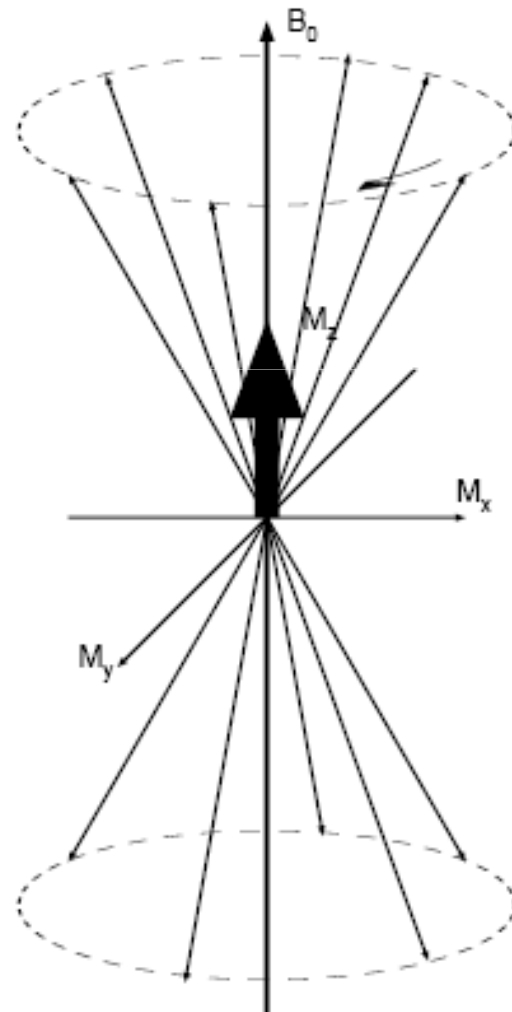
Två kärnor



Komponenterna i x och y riktningarna och tar ut varandra. Endast z-komponenterna förstärker varandra.

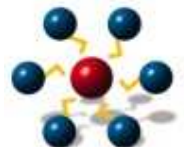


Makroskopiskt prov



Endast en ytterst liten nettomagnetisering M_z observeras.

Radiopulsen påverkar alla enskilda kärnor och då kommer den makroskopiska magnetiseringen M_z att uppföra sig på samma sätt. Endast den makroskopiska magnetiseringen kan observeras.



Olika pulstyper

⇒ En 90° puls

Ø Vrider den makroskopiska magnetiseringen till xy-planet, där den precesserar

Ø En fassignal observeras efter pulsen

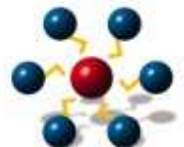
⇒ En 180° puls

Ø Vrider den makroskopiska magnetiseringen mot magnetfältet B_0

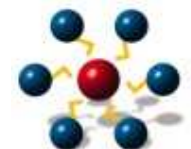
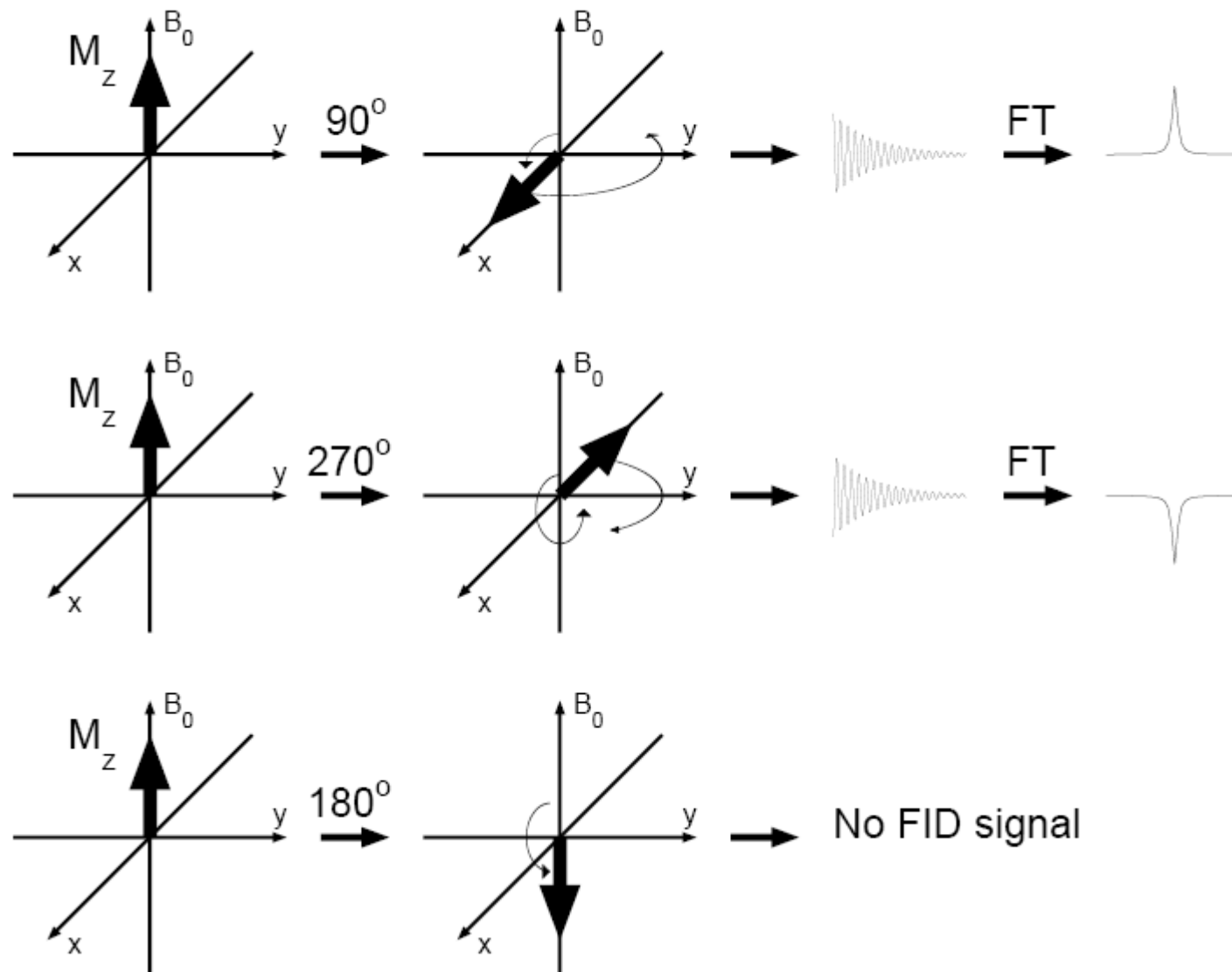
Ø Ingen fassignal observeras

⇒ En 270° puls

Ø Vrider den makroskopiska till xy-planet



Olika pulstyper



Relaxation

⇒ Efter longitudinell störning

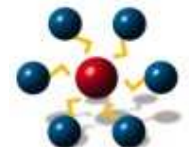
Ø Energin ändras

Ø Precessionsfasen påverkas inte, ingen FID signal

⇒ Efter transversal störning

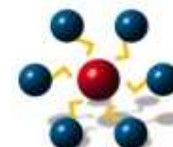
Ø Energin förblir oförändrad

Ø Precessionsfasen påverkas, FID signal observeras

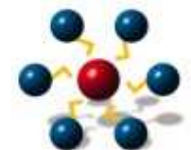
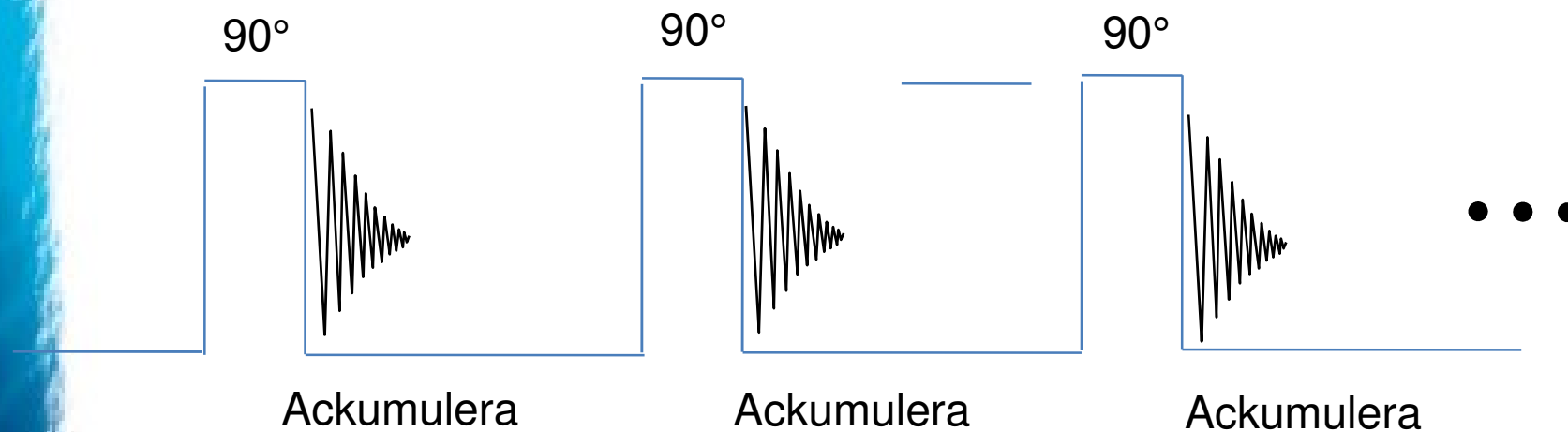


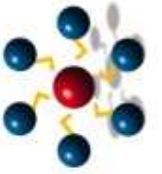
Vanligt NMR-spektrum

- ⇒ Skicka in en 90° puls
- ⇒ Avläs FID signalen
- ⇒ Vänta så länge att systemet har helt återhämtat sig och är i jämvikt
- ⇒ Upprepa många gånger
- ⇒ Räkna medelvärdet av FID signalerna, Fouriertransformera



Vanligt NMR-spektrum





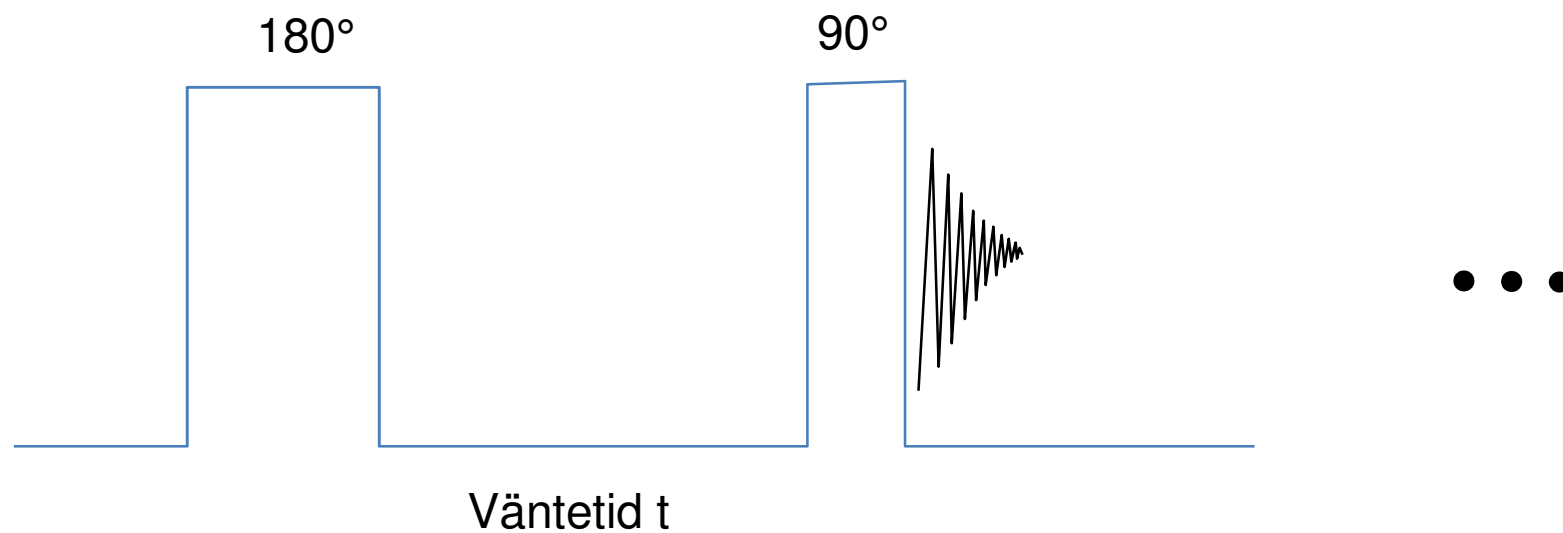
Tvådimensionell NMR

- ⇒ Kombinera olika pulser
- ⇒ Variera tiden mellan pulserna
- ⇒ Flera hundra pulssekvenser har utvecklats

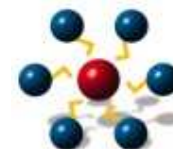
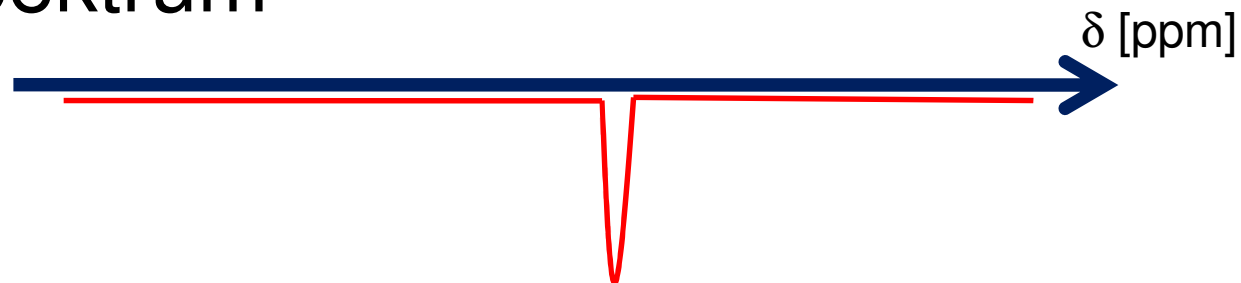


Exempel

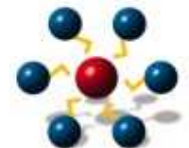
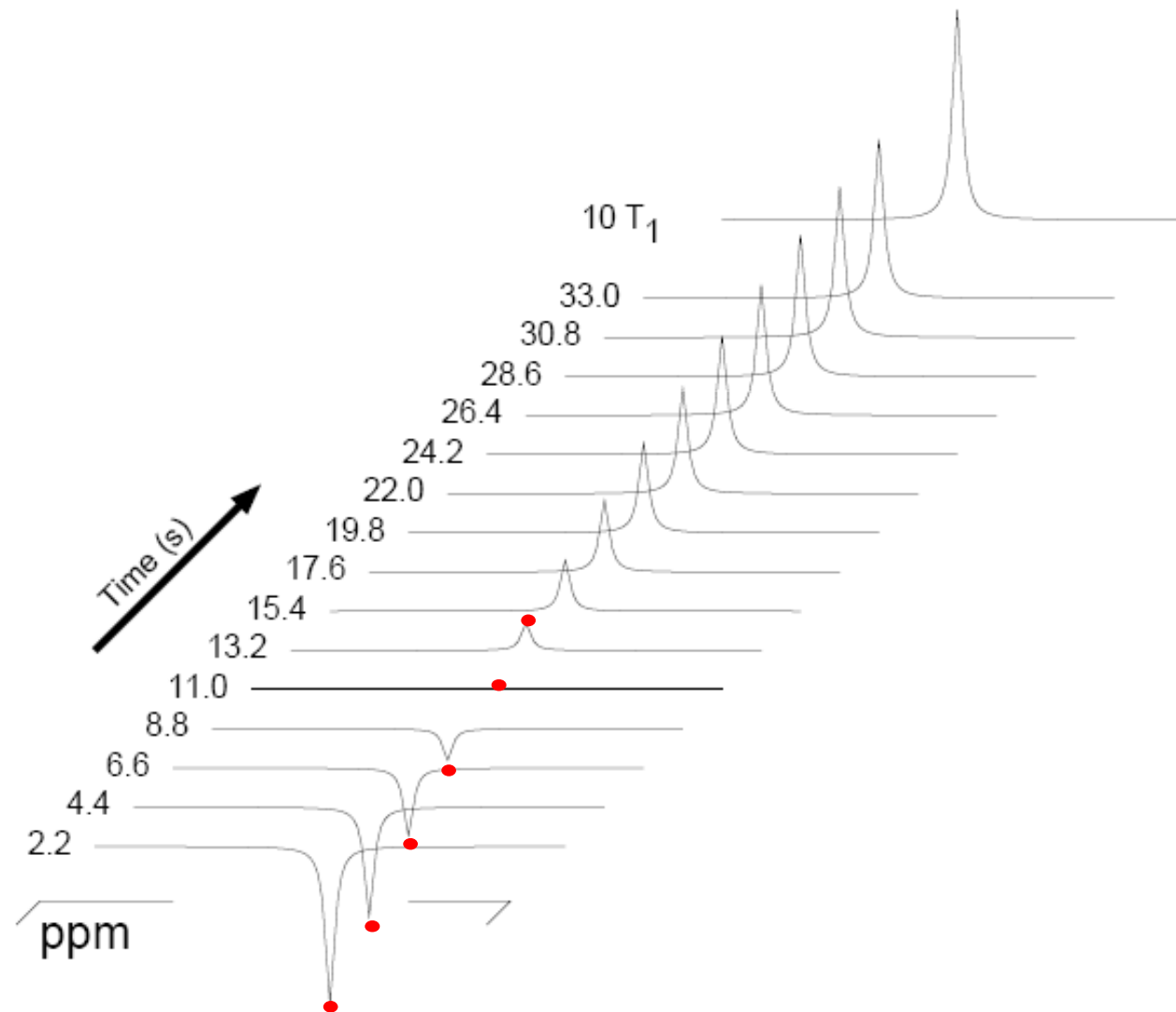
⇒ Pulssekvens



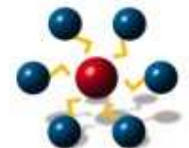
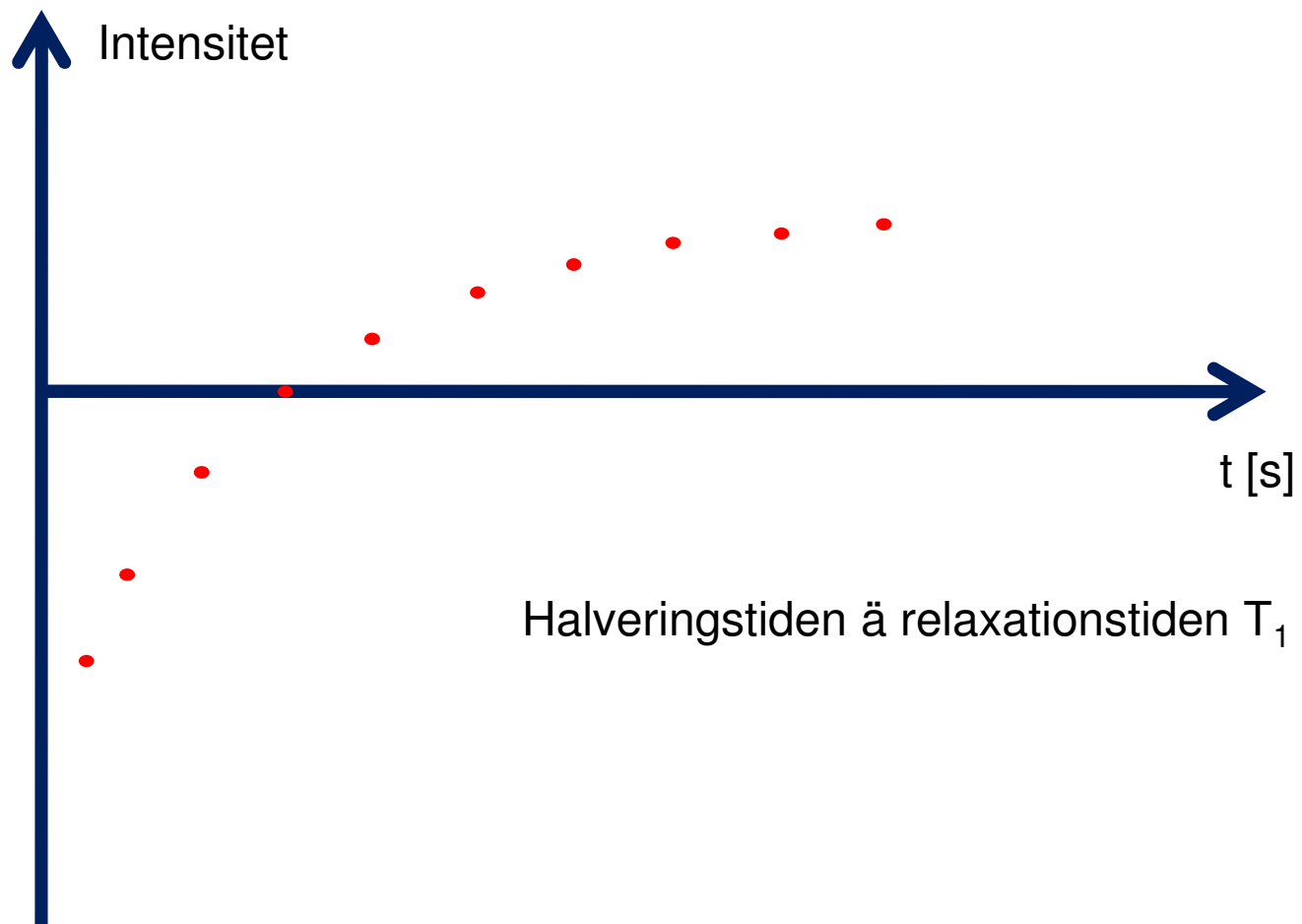
⇒ Spektrum



Exempel

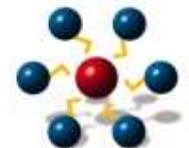
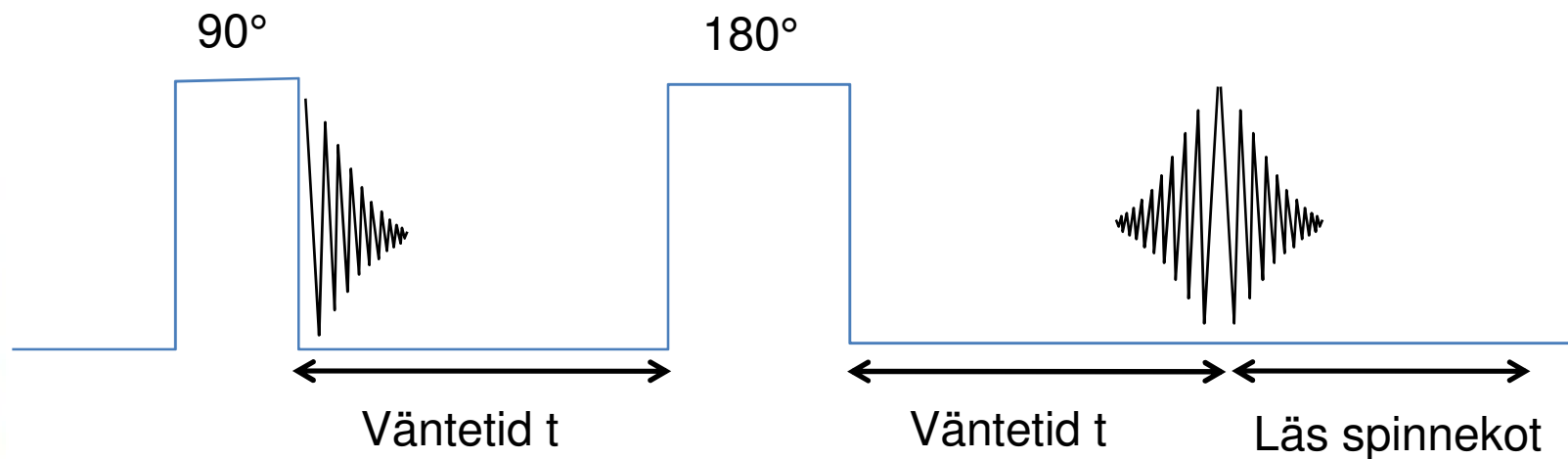


Exempel

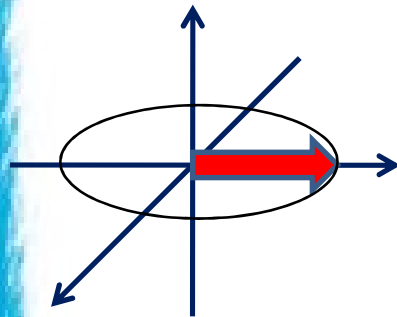


Spinnekoexperiment

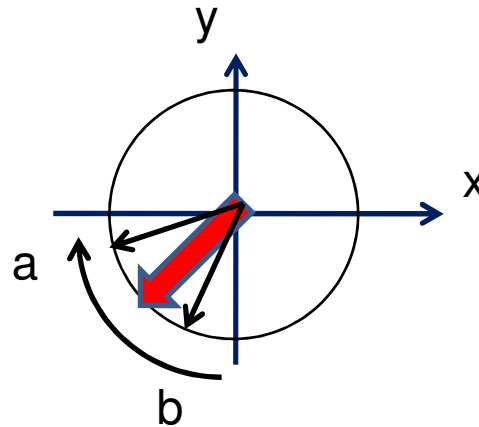
⇒ Pulssekvens



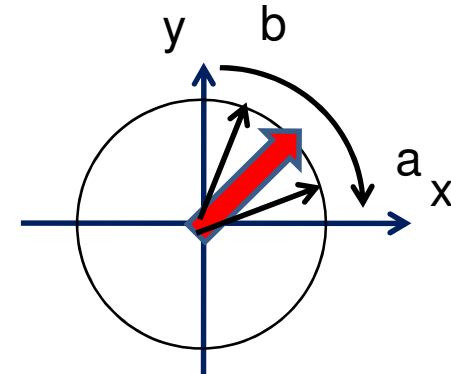
Spinnekoexperiment



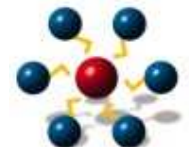
Sväng.
Alla spinn
precesserar
koherent i xy
planet.



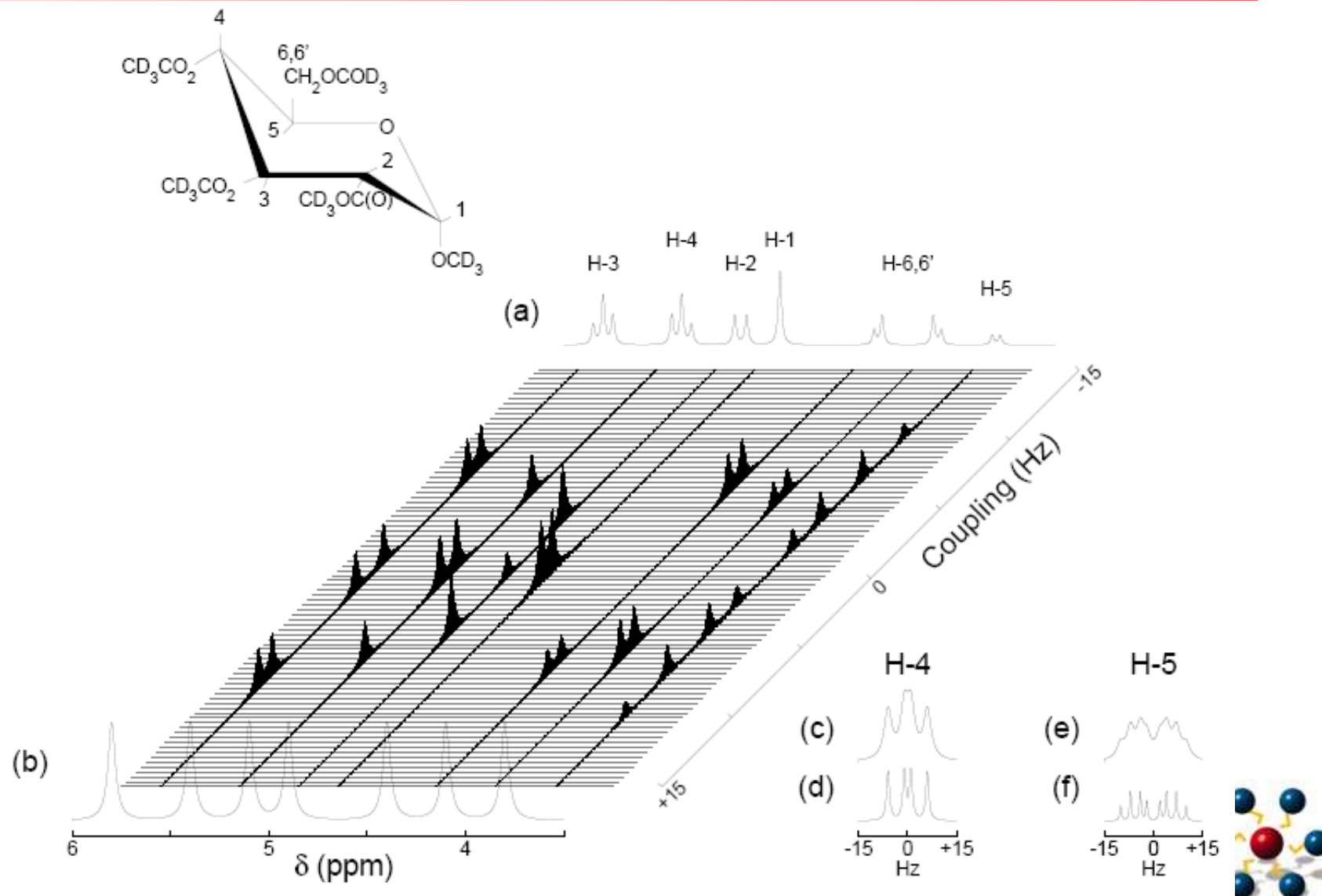
Vänta.
Kärnorna förlorar
koherens.



Sväng 180°.
Kärnorna återförs
till koherens.

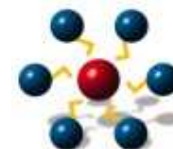
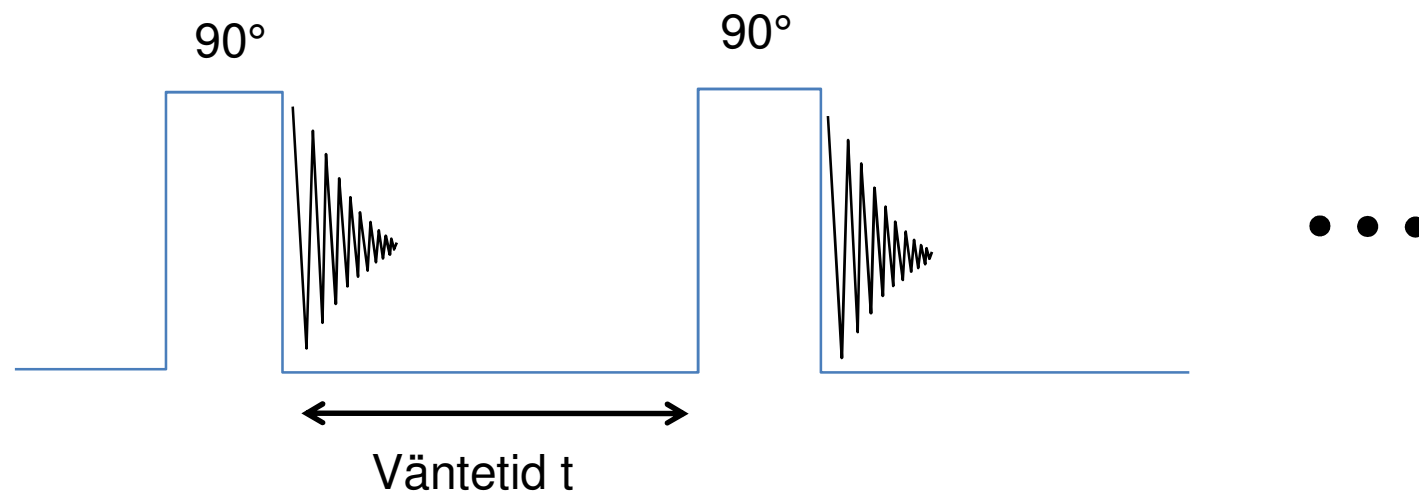


Spinnekoexperiment

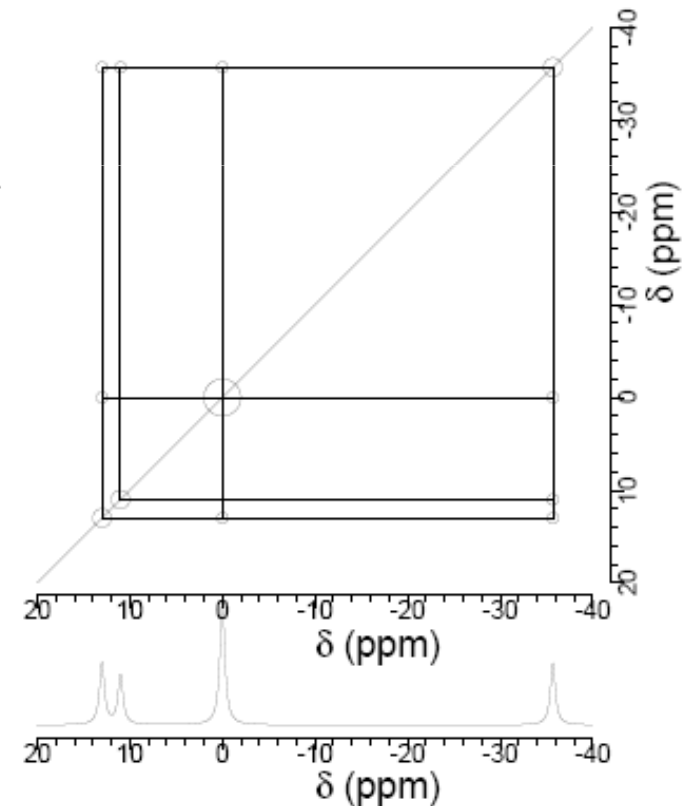
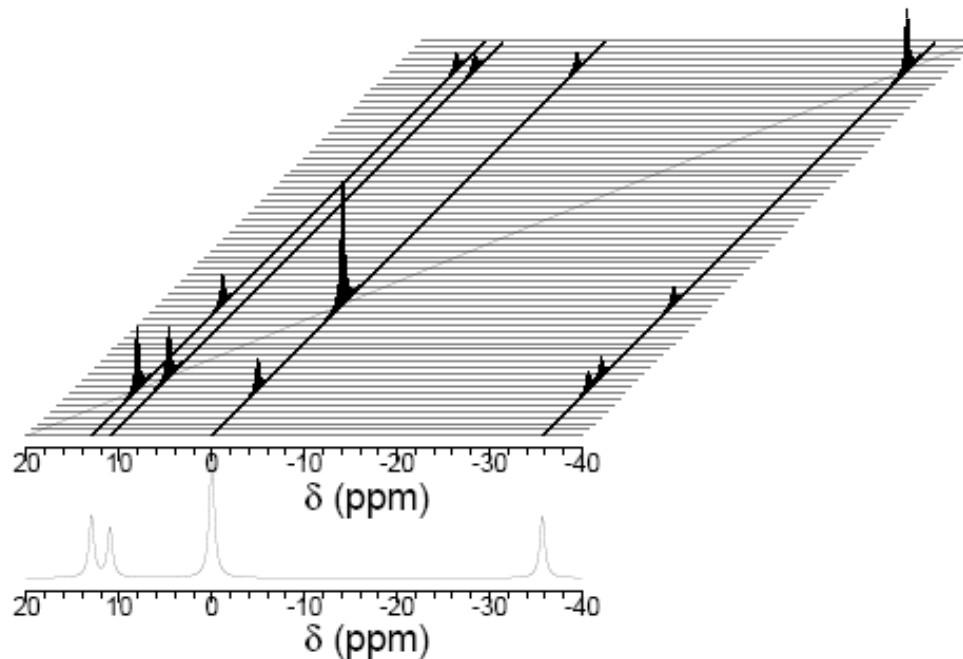
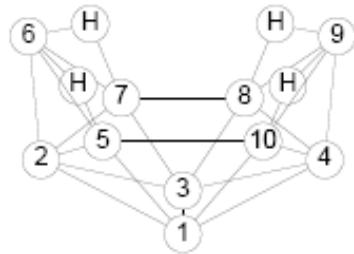


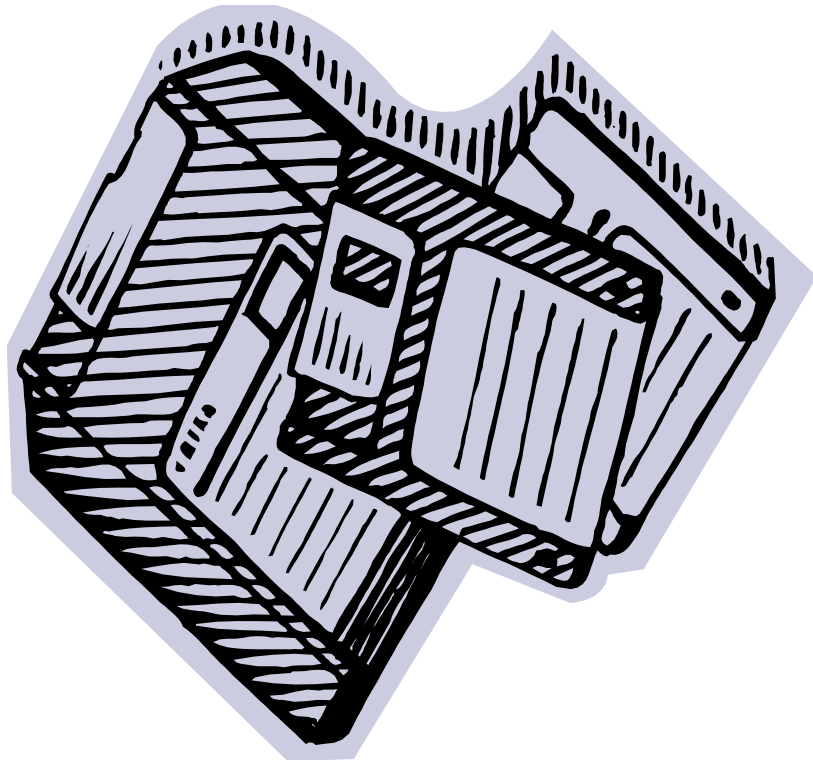
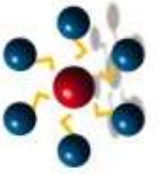
Spinnkopplingsexperiment

⇒ Pulssekvens



Spinnskopplungsexperiment





Dubbelresonanstekniker

⇒ Dekoppling

Ø En vald kärna försvinner

⇒ NOE (Nuclear Overhauser Effect)

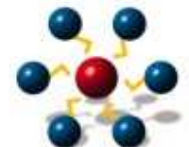
Ø Påverkar signalernas naturliga intensiteter

⇒ INDOR

⇒ NOESY

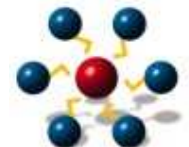
⇒ Mössbauer

⇒ ...



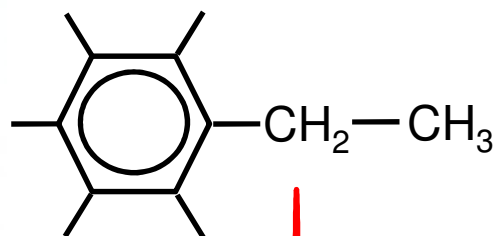
Dekoppling

- ⇒ Koppla på en andra yttre radiosignal B_2 , som faller på en viss kärna.
- ⇒ Den kärnans signal försvinner från spektret (pga mättning).
- ⇒ Samtidigt försvinner koppling till den kärnan

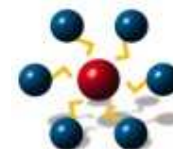


Dekoppling

Vanligt ^{13}C spektrum

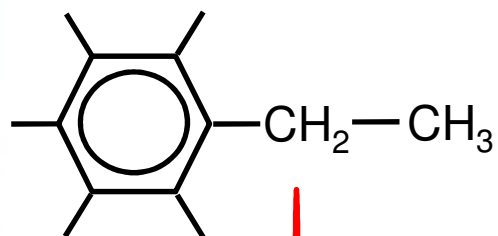


^{13}C spektrum

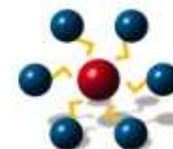


Dekoppling

Fältet B₂ i alkylprotonernas område

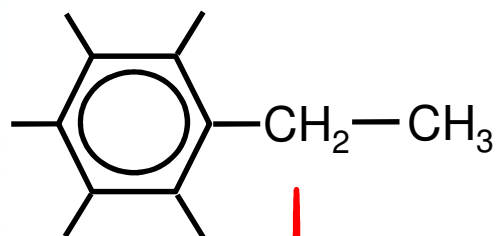


^{13}C spektrum

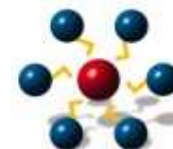


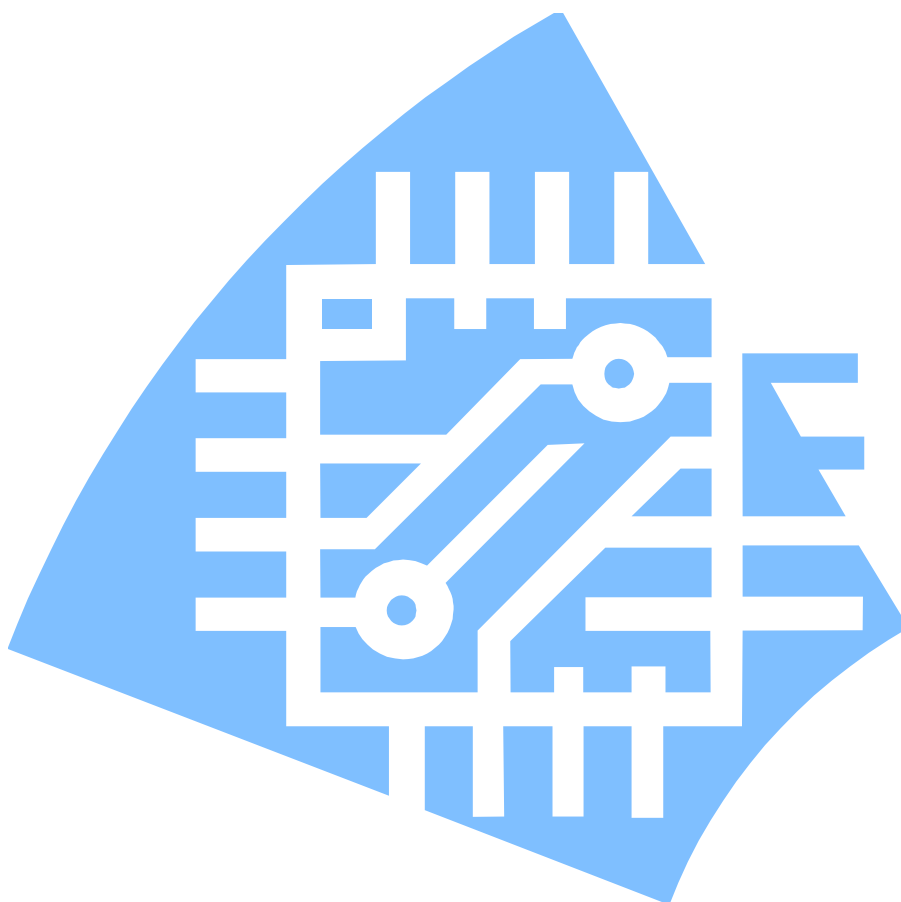
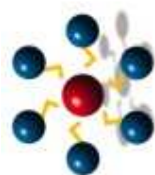
Dekoppling

Fältet B₂ i fenylprotonernas område



^{13}C spektrum





Övriga tekniker

- ⇒ Fasta tillståndets nmr
- ⇒ Kärnkvadropolresonansspektrometri
- ⇒ Magnetavbildning (MRI)
- ⇒ Elektronspinnresonansspektrometri (ESR)

