

[原著第三版]

核磁共振实验200例

——实用教程

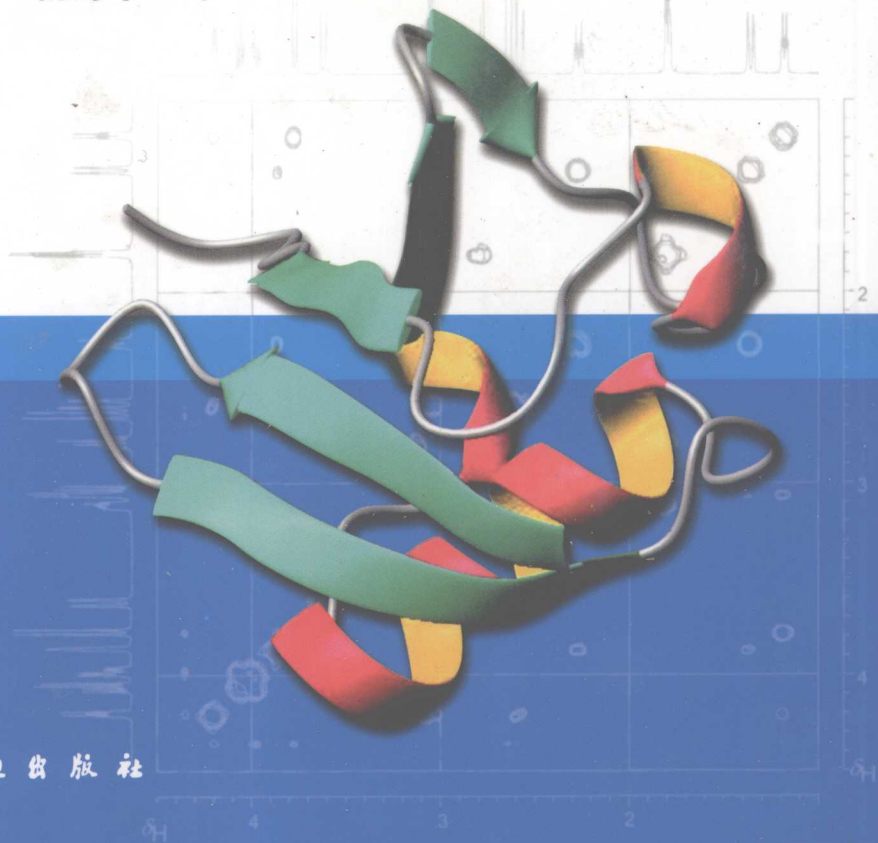
200 and More NMR Experiments

A Practical Course

[德] 斯蒂芬·勃格 (Stefan Berger) 著

[德] 希格玛·布朗 (Siegmar Braun)

陶家洵 李勇 杨海军 译



化学工业出版社

[原著第三版]

核磁共振实验200例

——实用教程

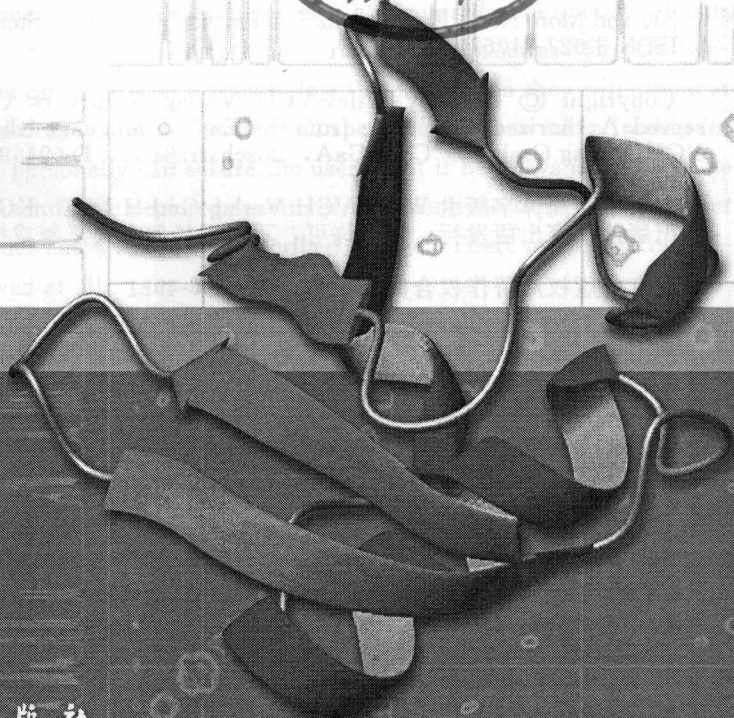
200 and More NMR Experiments

A Practical Course

[德] 斯蒂芬·勃格 (Stefan Berger)

[德] 希格玛·布朗 (Siegmar Braun)

陶家洵 李 勇 杨海军 译



化学工业出版社

· 北京 ·

核磁共振 (NMR) 技术作为化学、物理、生物、医学、材料等诸多领域研究的强有力工具, 其应用日益广泛, 尤其是在对有机化合物和生物大分子的结构鉴定方面, 具有极其重要的地位。

本书针对核磁共振技术涉及原理复杂、应用领域广泛但实验操作较“难”的特点, 以实验的形式讲解理论和操作。全书内容丰富, 涵盖了从仪器及其调试到单脉冲、多脉冲、整形脉冲、选择性脉冲和梯度场脉冲等各种脉冲技术, 以及相循环、回波/反回波、保存等价途径、去耦、滤波、极化转移、多量子、抑制水 (溶剂) 峰、扩散排序、魔角旋转等诸多技术, 从常规的一维实验到二维、三维实验以及固体核磁、蛋白质分析应用, 从氢、碳核测试到多种核素测试, 从常规的静态结构分析到动态学研究, 可谓包罗万象。

在内容编排上, 本书坚持边做边学的原则, 循序渐进, 由浅入深, 是近年来难得的一本集基础性、实践性、理论性、应用性、教学性和手册性于一身的优秀图书, 原著自 1996 年第一版出版以来即受到相关读者的普遍欢迎。

本书可作为化学、物理、生物、医学、材料等领域从事 NMR 技术研究和应用的相关人员的必备参考书, 也可作为相关专业研究生和高年级本科生的实用教材。

图书在版编目 (CIP) 数据

核磁共振实验 200 例——实用教程: 第 3 版/[德]勃格 (Berger, S.), [德]布朗 (Braun, S.) 著; 陶家洵, 李勇, 杨海军译. —北京: 化学工业出版社, 2007.7

书名原文: 200 and More NMR Experiments—A Practical Course
ISBN 978-7-122-00643-1

I. 核… II. ①勃…②布…③陶…④李…⑤杨… III. 核磁共振-实验-教材 IV. 0482.53-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2007) 第 091407 号

200 and More NMR Experiments—A Practical Course/by Stefan Berger, Siegmara Braun
ISBN 3-527-31067-3

Copyright © 2004 by Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. All rights reserved. Authorized translation from the English language edition published by Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Boschstraße 12, D-69469 Weinheim, Federal Republic of Germany.

本书中文简体字版由 Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA 出版公司授权化学工业出版社独家出版发行。未经许可, 不得以任何方式复制或抄袭本书的任何部分。

北京市版权局著作权合同登记号: 01-2006-4921

责任编辑: 梁虹 李姿娇
责任校对: 顾淑云

文字编辑: 李姿娇
封面设计: 关飞

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印刷: 北京永鑫印刷有限责任公司

装订: 三河市万龙印装有限公司

720mm×1000mm 1/16 印张 34¼ 字数 776 千字 2008 年 1 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 售后服务: 010-64518899

网址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定价: 86.00 元

版权所有 违者必究

京化广临字 2007—58 号

Foreword for the Chinese Edition

The decision to translate our book "200 and More NMR Experiments—A Practical Course" into the Chinese language made us rather proud. It confirms the international response which we obtained by published critics and numerous contacts via the internet. The book seems to have really fulfilled the needs of the practising spectroscopists and has therefore been sold in an unusual large number of copies. It is not exaggerating to estimate that nearly at each modern NMR spectrometer a copy of this book can be found. Whereas English is the "lingua franca" nearly in all parts of the scientific world, we realize that in Asia and probably at the most in the huge territory of China it would be very helpful that such a text is available in the mother tongue. This could lead to a much faster adaptation of the modern concepts of NMR spectroscopy and make it easier, especially for PhD students, to become acquainted with the details of the method.

As stated in the English foreword, the aim of the book is to provide a clear recipe how to perform a particular NMR experiment with all required experimental details given. The original idea was to write something as reliable as the series "Organic Synthesis", where students can trust that if they follow the description they will obtain at least similar, if not identical results. Therefore all spectra have been taken freshly for this book by myself. I personally can assure the user, that if he obeys all details, he will get the result as given in the depicted spectra of the results section, provided that his instrument is in order and a sample as described is used. There is no spectral polishing or editing involved at all.

We are deeply grateful to Prof. Tao. Probably there was never such an accurate reader compared to him. In the translation period he found many, unfortunately still too many errors and inconsistencies in the text and communicated with us to disentangle them. If the Chinese version is as scrutinised as his many questions, this will be a perfect scientific book.

Finally we wish our Chinese users to gain many new insights into the art of NMR spectroscopy and despite all scientific struggles, there should be some rewarding joy to perform these 200 NMR experiments.

Leipzig, 20.10.2006
Stefan Berger

中译本前言

欣闻中国学者决定将我们的书《200 and More NMR Experiments—A Practical Course》翻译成中文，我们感到很自豪。对本书已发表的评论和通过因特网的无数联系，都证实了本书所获得的国际影响。看来，本书的确符合实验波谱学家的需求，因而得以异乎寻常地大量销售。毫不夸张地估计，几乎每台现代核磁共振谱仪所在的实验室都能发现这本书。虽然英文在科学界几乎是“公认的通用语言”，但我们也认识到，在亚洲，特别是在幅员辽阔的中国，如果人们能用母语读到这本教材，将是非常有益的。这可以使读者更快地理解现代核磁共振波谱学的概念，更容易熟悉测试方法的细节。

正如英文前言所述，本书的目的在于提供明确的实验方案，即如何利用给出的所有必需的实验细节完成特定的核磁共振实验。我们最初的想法是写一些类似“有机合成”系列那样的成熟实验，那样如果学生按照实验叙述来操作，即使得不到完全相同的结果，至少也会获得相似的结果。因此，本书所有的谱图都是我自己在写第三版前再次做实验得到的。我个人可以向读者担保，如果您遵照所有的细节进行操作，只要您所用的仪器处于正常工作状态，而且您采用的是书中所述的样品，那么您就会得到如书中实验结果部分所绘出的谱图，这些谱图没有经过任何修饰和编辑。

在此，我们对陶教授深表谢意！或许从来没有这样精心的读者能与他相比。在译期间，他遗憾地发现本书第三版中仍然存在许多错误和矛盾的情况，并为更正这些问题与我们进行了沟通。倘若本书的中文版能像他提出许多问题那样深入研究，那么将是一本完美的科学著作。

最后，衷心地祝愿我们的中国读者能为探究核磁共振波谱学领域的奥秘提出更多新的见解，通过科学努力来实现这 200 多个核磁共振实验，从而得到一些收获的乐趣。

斯蒂芬·勃格

2006 年 10 月 20 日于莱比锡

译者的话

目前,在化学、物理、生物、医学、材料等领域的结构分析表征、动态过程追踪等方面,核磁共振(NMR)技术是必不可少的、强有力的工具,其应用日益广泛,正在被逐渐普及。尤其是在有机化合物和生物大分子的结构鉴定方面,核磁共振技术具有特殊的地位。

核磁共振波谱学本身所涉及的知识很广。其基本原理涉及核物理和量子力学,磁体的构筑涉及许多特殊材料及其加工技术,谱仪涉及无线电技术,信号的接收与处理涉及应用数学理论及计算机和自动化技术等;其应用覆盖了化学、物理、生物、医学、材料等众多领域。要想利用核磁共振技术完成科研开发中的各种分析任务,应该对这门技术及其相关知识有一定程度的了解或理解,对谱仪各部件的性能、用途、种类,相当繁多的脉冲序列的原理、功能及其实现条件、适用范围等,有相当完整和清晰的理解和掌握。同时,从实验角度,NMR操作也显得比较“难”,要求应用人员在对谱仪性能有一定了解的基础上,既要细心调节,又要事先设计选定好实验方案与参数。目前,国内有相当多的NMR应用人员对高深和抽象的NMR理论望而生畏,迫切希望继续深入,却又举步维艰;在NMR操作方面,许多应用人员仍更多地停留在一般的常规分析测试的水平上。

迄今为止,国内出版的NMR专著不多,以实验为主、理论与实践紧密结合的著作更少。Stefan Berger教授等于1996年以独特的写作方式和视角出版了“100 and More Basic NMR Experiments”,在国际社会立即引起了很大反响,受到读者的欢迎。之后该书一再修订再版,1998年更名为“150 and More Basic NMR Experiments”。随着NMR技术及其应用的发展,2004年Stefan Berger教授与Siegmar Braun博士联手再次修订,丰富内容,改名为“200 and More NMR Experiments—A Practical Course”(《核磁共振实验200例——实用教程》)出版。

该书以少数典型化合物为实验对象,从实验出发阐述如何管理好、用好核磁共振谱仪,通过实验使读者理解核磁共振各种技术的理论,掌握或了解实验条件,并正确地做好相应的实验,从而使读者能够及时发现实验中的关键,更好地完成科研工作。该书内容丰富,涉及领域宽泛,几乎涵盖了当前常用的各种常规和最新的NMR方法,包括仪器及其调试、校验,内容从常规的一维实验到二维、三维实验以及固体核磁、蛋白质分析应用,从氢、碳核测试到多种核素测试,从常规的静态结构分析(包括辅助试剂的利用)到动态学(包括变温测量)研究。另一方面,该书涉及单脉冲、多脉冲、整形脉冲、选择性脉冲和梯度场脉冲等各种脉冲技术,以及相循环、回波/反回波、保存等价途径、去耦、滤波、极化转移、多量子、抑制水(溶剂)峰、扩散排序、魔角旋转等诸多技术。

全书精选了206个实验,以实验为中心,以“边做边学”为宗旨,内容编写循序

渐进,由浅入深。当您想利用 NMR 技术获取某种信息时,摆在面前的难题可能有:选做什么实验效果最佳?具体来说,实验应如何实现?相应的脉冲序列是如何工作的?该书将对这些问题一一作答,并作出理论评注,用于指导实验;同时,该书还指出所述实验的优缺点,并指出可以提供类似信息的其他实验。可以说,该书集基础性、实践性、理论性、应用性、教学性和手册性于一身,不仅可以作为相关领域工作人员研究和应用 NMR 技术的参考书,而且可以作为相关专业的高年级本科生、研究生不可或缺的教材和参考书。

诚然,实验条件与所用仪器密切相关。尽管本书所述的实验大部分是在 Bruker 公司制造的 NMR 谱仪上完成的,而读者所用的谱仪型号可能会有所差异,但是,核磁共振理论、实验技术和方法原理毕竟是相同的,因此,该书对于使用其他谱仪的用户同样具有很好的指导和参考作用。

清华大学分析中心核磁共振实验室多年来不断探索各种 NMR 实验技术和应用方法,解决了校内外用户在化学、材料、生物和环境等诸多学科领域的许多难题。在此期间,我们发现“200 and More NMR Experiments—A Practical Course”一书对 NMR 技术的应用人员来说,是一本非常难得的参考书。鉴于 NMR 技术及相关图书在国内的发展现状,我们将该书译成中文,以便与国内同行共享,希望能为 NMR 技术在国内的推广普及和应用水平的提高尽一点绵薄之力。果真如此,我们将无比欣慰!

在原版书使用和本书翻译过程中,译者曾就一些具体问题与 Stefan Berger 教授多次交流,原书中少数错漏之处在本书中得以纠正。但由于译者水平有限,虽经反复斟酌,仍恐译文有不妥之处,盼同行不吝赐教。

陶家洵 李勇 杨海军

2007.3 于清华园

前言

当 NMR (核磁共振) 波谱学已经以惊人的速度发展了近 60 年, 并将继续快速发展下去之际, 其重要性即毋庸置疑。NMR 领域最近两次获得的诺贝尔奖, 即 2002 年的蛋白质 NMR 波谱学和 2003 年的 NMR 在医学领域的应用, 就是对该领域重要性的有力证明。

鉴于 NMR 波谱学持续快速的新发展所产生的吸引力和挑战性, 以及我们出版的两本书即 “100 and More Basic NMR Experiments” (1996 年) 和 “150 and More Basic NMR Experiments” (1998 年) 受到广泛认可和好评, 对此, 我们备受鼓舞, 感到是重新修订和扩展前书内容的时候了。修订后的新版书包括应用于化学领域的 NMR 实验, 书名为《200 and More NMR Experiments—A Practical Course》, 仍遵循“边做边学”的原则。

那么, 新的第三版具有哪些特色呢?

(1) 第二版的所有实验经过校核, 消除了其中发现的一些谬误。

(2) 在第二版的 14 个章节中新增加了 24 个新实验。其中, 大多数 (15 个) 新实验编入第 11 章和第 12 章, 内容包括具有梯度选择的重要的新一维 (1D) 和二维 (2D) 实验, 即双量子 and 两步滤波、 α/β -SELINCOR-TOCSY、WET、3 个 DOSY 实验、 ct -COSY、HMSC、修正的 HSQC、采用绝热脉冲的 HSQC、HETLOC、 J -分辨的 HMBC、(1,1)-和 (1, n)-ADEQUATE; 3 个新实验增加到更侧重于化学的第 8 章中 (K_a 的测定、通过交换反应抑制水峰以及 STD); 2 个新实验添加到固体 NMR 方面的第 14 章中 (REDOR 和 HR-MAS)。已增加的其他实验分别是关于射频场均匀性 (见第 3 章)、基本 NOE 差谱 (见第 4 章)、DEPTQ (见第 6 章) 和常规 HETLOC (见第 10 章) 方面的实验。

(3) 经过专门设计的 20 个新的蛋白质 NMR 实验收集在新增的第 15 章“蛋白质 NMR”中, 这是本书的一个重要特色和关键所在。第 15 章包括了最先进和必需的实验——绝大多数为三维 (3D) 类型——这些实验将引导该领域的初学者迈入蛋白质结构测定这个具有挑战性的世界。对于这些实验, 需要特殊的典型样品——全 ^{13}C -和 ^{15}N -标记的人泛蛋白。在关键“构筑单元”的基础上, 借助于一些通常很长而又复杂的脉冲序列, 展示了解析蛋白质结构的过程。这些“构筑单元”中的大多数在前面的章节中作为独立的准备实验已经介绍, 如 INEPT 转移、CT 原理、PEP 方法、滤波、梯度选择、回波/反回波步骤等。

(4) 在已有的两个附录 [仪器术语 (现为附录 2)、基本乘积算符形式运算规则 (现为附录 4)] 基础上, 新增加了 3 个附录, 以帮助初学者克服初始的障碍。附录 1 是实验中使用的标准 Bruker 脉冲序列清单, 我们期盼其他仪器制造厂家能将相应的脉冲程序发布在我们的网站上, 以帮助熟悉相关仪器的本书读者。附录 3 作为一种

“指引文件”，根据某些重要的工作目的对实验进行了分类，即校验、维护、常规有机结构测定、耦合常数数值测定和核间的邻近/距离关系，最后是具有更偏重教学特点的实验。附录 5 列出了巴豆酸乙酯与马钱子碱的 ^1H 和 ^{13}C 化学位移及自旋耦合常数。

这样，现在的这本书得到了大大的扩充，其中囊括了 206 个实验，这些实验被分别安排在 15 章中，并列有 5 个附录。

那么，哪些内容保持原样呢？如上所述，在前 14 章中保留了原有的整体编写构架风格，在此基础上增加了第 15 章，同时，在标准章节标题下的原有实验叙述体系予以保留，因为这种形式被证明是非常有效的。

下面特别为新读者提供本书的结构梗概。第 1 章是关于 FT NMR 谱仪和仪器操作方面（如探头调谐、锁场和匀场）的预备性简介。第 2~15 章是具体的实验描述，大部分是关于 ^1H 和 ^{13}C 的实验，在各章的编排上尽量按特定的用途或技术分类，在每一章的开头都有简短的概述。第 2~15 章的内容涉及从脉冲持续时间的测定、常规谱和校验步骤以及去耦技术、变温操作、镧系诱导位移的测量，到 1D 多脉冲序列和异种核素（如 ^6Li 、 ^{15}N 和 ^{17}O ）的观测等，也包括目前有较大需求的实验——运用选择性脉冲的实验、二维和三维 NMR 的实验、梯度场的应用实验、固体试样的检测，以及作为新热点的利用 NMR 波谱学确定蛋白质结构的一些实验。

本书中编排的所有实验都已专门做过，并且加以确切的表述和描绘。书中选用了 4 个化合物作为主要的演示试样，即氯仿、巴豆酸乙酯、马钱子碱和标记了的人泛蛋白（后两者必须用密封好的试样）。

对每个实验，书中都详细地描述了实验步骤，并附有相关的背景信息，分别按下述各小节编写而成：

实验目的 阐明该实验的思路和目的，并指导读者参阅有关的实验。

参考文献 列出原始出版物和后续改进方法的参考文献，以及（或）专著和综述性文章中的有关章节信息。

脉冲时序图和相循环 给出与仪器类型无关的图形和自解释形式的脉冲程序，以及脉冲和接收器的全部相循环，即使对只用一次脉冲程序就能完成的特殊实验也作了同样安排。为便于更好地理解，许多实验还给出了相关途径。

数据采集 数据采集是实验的主要部分，内容包括关于所用试样的说明、谱仪的配置、程序类型，最后是完成该实验必须设定的参数。

数据处理 描述如何处理时域数据。

实验结果 提供严格按照所给实验步骤进行操作所获得的谱图，并且包括作为解释的某些标注。

注释和评述 包括对脉冲序列中最重要步骤的解释，有时用乘积算符形式来描述。

观测记录 鼓励用户记录在自己的特定 NMR 谱仪上完成实验所做的标注、校核或提示。

本书中实验参数的命名以我们所用的 Bruker 公司的 NMR 谱仪所采用的术语为准。显然，特定实验的采样程序就无法清楚地给出了，不过附录 1 列出了所用 Bruker 脉冲程序的有关信息。需要说明的是，采样程序不必转移到同一仪器公司的其他谱仪

上, 因为同一仪器制造厂家也可能会使用不同的术语。更严格地说, 知名程度相当的不同仪器制造厂家, 其术语在总体上是不同的。附录 2 给出的仪器语言纲要对上述两种情况都会有所帮助。应该指出, 在“数据采集”小节的开头给出的“所需时间”只包括测量时间, 而且只是粗略的表示; 最小的时间单位是 5min。

对于书中所给的几个实验, 尤其是最新的那些实验, 仪器制造厂家的软件可能还没有包含专门的采样程序 (见附录 1)。在这种情况下, 您可以向仪器制造厂家的应用化学人员求得帮助。如果您需要我们已经写好的程序或者本书所述实验涉及到的专门仪器 (AM AC AMX ARX 或 Advance 型号的 NMR 谱仪) 程序的话, 请发传真或电子邮件给通讯作者。

本书中所述的实验条件一般没有经过优化。在所有情况中, 给出的结果确实代表着我们所获得的、未经修饰的甚至有时是在所用试样不太纯的情况下得到的结果。

关于如何最大程度地使用好这本实验集, 此处我们提一点建议, 希望对读者有所帮助。原则上讲, 由于每个实验自成一体, 您可以直接跳到准备做的实验的那一章。不过, 我们还是建议初学者首先阅读第 1 章和第 3 章的概述部分并完成标准的 ^1H 和 ^{13}C 的实验 3.1 与实验 3.2 (在所用仪器上用预设的 90° 脉冲宽度等), 然后自己确定脉冲, 在继续实验之前至少完成实验 2.1~实验 2.3。对于每一个实验, 无论您是否是初学者, 建议您首先阅读完全部叙述, 包括“注释和评述”, 这样才会了解实验的来龙去脉、必要的先决条件以及可能出现的问题等多方面的信息, 也会找到利用并不高级的仪器完成实验所需参考的相关文献。当计划做更高级的实验时, 您可以从一个已知的、与设计实验水平相近的实验开始做起, 作为检查并由此熟悉实验描述中所用的符号和注释。应该说, 书中所给出的理论并非尽善尽美, 但在“注释和评述”中您往往可以发现基于乘积算符形式 (POF, 见附录 4) 的某些理论背景信息, 而参考文献也将有助于您对相关问题作进一步研究, 使自己在这方面达到更深层次的洞察和理解。

实事求是地说, 书中所选的实验在某种程度上缘于我们的主观偏爱。假如您没有从中发现自己喜欢的实验, 请您毫不迟疑地告诉我们。总之, 为使每一位读者都能从这本书中获得最大的裨益, 我们期待所有读者对本书提出评论和改进意见, 或者提示我们纠正错误和不合理之处。实践证明, 电子邮件是读者和作者之间进行相互交流的快捷而不拘形式的手段, 通过交流, 也许会使本书成为一本更具活力的工具书。此外, 在因特网上, 以后您也许会发现一张有望是简短的、更为认真的纠错清单。

本书通讯作者的地址是:

Prof. Dr. Stefan Berger

Institut für Analytische Chemie
der Universität Leipzig

Linnéstr. 3

D-04103 Leipzig

e-mail: stberger@rz.uni-leipzig.de

Fax: +49 341-9736115 或 9711833

Internet: <http://www.uni-leipzig.de/~nmr/STB/index.html>

最后，真诚地感谢许多同事和读者的建议与校正。在本书的编写过程中，我们的研究生作了有益的评论，Wolfgang Bermel 博士 (Bruker-Biospin) 阅读了第 15 章的手稿，J. K. Becconsall 博士做了非常细致的拷贝编辑工作，秘书 Frau Uta Zeller 对全书 850 页作了精细的调整。在此，对他们的辛勤劳动表示衷心的感谢！

斯蒂芬·勃格 希格玛·布朗

普鲁士科学院院士

本书的出版，得益于许多人的帮助。首先，我要感谢我的妻子，她不仅在我写作本书的过程中给予我极大的支持，而且在我遇到困难时给予我极大的鼓励。我还要感谢我的同事，他们在我写作本书的过程中给予我极大的帮助。最后，我要感谢我的学生，他们在我写作本书的过程中给予我极大的帮助。

本书的出版，得益于许多人的帮助。首先，我要感谢我的妻子，她不仅在我写作本书的过程中给予我极大的支持，而且在我遇到困难时给予我极大的鼓励。我还要感谢我的同事，他们在我写作本书的过程中给予我极大的帮助。最后，我要感谢我的学生，他们在我写作本书的过程中给予我极大的帮助。

本书的出版，得益于许多人的帮助。首先，我要感谢我的妻子，她不仅在我写作本书的过程中给予我极大的支持，而且在我遇到困难时给予我极大的鼓励。我还要感谢我的同事，他们在我写作本书的过程中给予我极大的帮助。最后，我要感谢我的学生，他们在我写作本书的过程中给予我极大的帮助。

本书通讯作者的地址是：

Prof. Dr. Stefan Berger

Institut für Analytische Chemie

der Universität Leipzig

Leipzig, 04103

Leipzig

E-mail: stefan.berger@rz.uni-leipzig.de

Fax: +49 341-923513 或 923183

Internet: <http://www.uni-leipzig.de/~amr-STB/index.html>

目 录

第 1 章 NMR 谱仪	1
1.1 NMR 谱仪的组成	1
1.1.1 磁体	1
1.1.2 谱仪箱	1
1.1.3 计算机	2
1.1.4 维护	2
1.2 探头调谐	3
1.3 锁通道	3
1.4 匀场技术	5
1.4.1 匀场梯度	6
1.4.2 匀场步骤	6
1.4.3 梯度匀场	9
第 2 章 脉冲持续时间的测定	11
实验 2.1 ^1H 发射器 90° 脉冲持续时间的测定	11
实验 2.2 ^{13}C 发射器 90° 脉冲持续时间的测定	13
实验 2.3 ^1H 去耦器 90° 脉冲持续时间的测定	15
实验 2.4 谱仪具有反向构件的 90° ^1H 脉冲	18
实验 2.5 具有反向构件的 90° ^{13}C 去耦器脉冲	19
实验 2.6 组合脉冲	22
实验 2.7 辐射阻尼	24
实验 2.8 脉冲和接收器相位	26
实验 2.9 射频功率的测定	28
第 3 章 常规 NMR 谱和标准测试	31
实验 3.1 标准 ^1H NMR 实验	31
实验 3.2 标准 ^{13}C NMR 实验	35
实验 3.3 窗口函数的应用	39
实验 3.4 计算机辅助谱图解析	41
实验 3.5 ^1H NMR 谱的线形检测	43
实验 3.6 ^1H NMR 谱的分辨率检测	45
实验 3.7 ^1H NMR 谱的灵敏度测试	47
实验 3.8 ^{13}C NMR 谱的线形检测	49
实验 3.9 ^{13}C NMR 谱的 ASTM 灵敏度检测	50
实验 3.10 ^{13}C NMR 谱的灵敏度检测	52

实验 3.11	正交图像测试	54
实验 3.12	信号幅度的动态范围测试	56
实验 3.13	13° 相位稳定性检测	57
实验 3.14	射频场均匀性	59
第 4 章	去耦技术	62
实验 4.1	同核去耦的去耦器校准	63
实验 4.2	异核去耦的去耦器校准	64
实验 4.3	异核去耦的低功率校准	66
实验 4.4	同核去耦	68
实验 4.5	两种频率的同核去耦	70
实验 4.6	同核 SPT 实验	71
实验 4.7	异核 SPT 实验	74
实验 4.8	基础同核 NOE 差谱实验	76
实验 4.9	一维核的欧沃豪塞差谱	78
实验 4.10	多重选择性辐照一维 NOE 谱	80
实验 4.11	^1H 偏共振去耦的 ^{13}C NMR 谱	82
实验 4.12	门控 ^1H 去耦技术	84
实验 4.13	反转门控 ^1H 去耦技术	85
实验 4.14	^{13}C NMR 谱的 ^1H 单频率去耦	87
实验 4.15	^{13}C NMR 谱的 ^1H 低功率去耦	89
实验 4.16	异核 NOE 效应的测量	91
第 5 章	动态 NMR 谱	93
实验 5.1	用甲醇作低温校准	94
实验 5.2	用 1,2-乙二醇作高温校准	96
实验 5.3	二甲基甲酰胺的动态 ^1H NMR 谱	98
实验 5.4	饱和转移实验	100
实验 5.5	旋转坐标系中弛豫时间 $T_{1\rho}$ 的测量	102
第 6 章	一维多脉冲序列	105
实验 6.1	自旋-晶格弛豫时间 T_1 的测定	105
实验 6.2	自旋-自旋弛豫时间 T_2 的测定	108
实验 6.3	SEFT 测 ^{13}C NMR 谱	110
实验 6.4	APT 测 ^{13}C NMR 谱	112
实验 6.5	基础 INEPT 技术	114
实验 6.6	INEPT ⁺	116
实验 6.7	重聚焦的 INEPT	118
实验 6.8	反向 INEPT	120
实验 6.9	DEPT-135	122
实验 6.10	用 DEPT 编辑 ^{13}C NMR 谱	124
实验 6.11	DEPTQ	126

实验 6.12	用 PENDANT 确定多重度	128
实验 6.13	一维 INADEQUATE	130
实验 6.14	BIRD 滤波	132
实验 6.15	TANGO	134
实验 6.16	异核双量子滤波	137
实验 6.17	用自旋锁定脉冲进行净化	139
实验 6.18	预饱和法抑制水峰	141
实验 6.19	跳跃-返回法抑制水峰	143
第 7 章	选择性脉冲 NMR 谱	145
实验 7.1	整形 90° ^1H 发射器脉冲的确定	146
实验 7.2	整形 90° ^1H 去耦器脉冲的确定	148
实验 7.3	整形 90° ^{13}C 去耦器脉冲的确定	150
实验 7.4	利用 DANTE 进行选择激发	152
实验 7.5	SELCOSY	154
实验 7.6	SELINCOR: 经由 $^1J(\text{C}, \text{H})$ 的选择性反向 H-C 相关	156
实验 7.7	SELINQUATE	158
实验 7.8	选择性 TOCSY	160
实验 7.9	INAPT	162
实验 7.10	长程 C-H 耦合常数的测定	164
实验 7.11	SELRESOLV	167
实验 7.12	SERF	169
第 8 章	辅助试剂、定量测定和反应机理	171
实验 8.1	利用铜系位移试剂进行信号分离	171
实验 8.2	利用手性位移试剂对对映异构体进行信号分离	174
实验 8.3	利用手性溶剂化试剂对对映异构体进行信号分离	176
实验 8.4	用 Pirkle 试剂测定对映异构体纯度	177
实验 8.5	用 ^{31}P NMR 测定对映异构体纯度	179
实验 8.6	用高级 Mosher 法确定绝对构型	181
实验 8.7	芳香族溶剂诱导的位移 (ASIS)	184
实验 8.8	羟基质子的 NMR 谱与 H/D 交换	185
实验 8.9	用交换试剂抑制水峰	187
实验 8.10	同位素对化学屏蔽的影响	189
实验 8.11	用 ^{13}C NMR 测定 pK_a	192
实验 8.12	缔合常数 K_a 的测定	194
实验 8.13	饱和转移 NMR 差谱	197
实验 8.14	弛豫试剂 $\text{Cr}(\text{acac})_3$	200
实验 8.15	用 NMR 测定顺磁性物质的磁化率	201
实验 8.16	顺磁性化合物的 ^1H 和 ^{13}C NMR 谱	203
实验 8.17	CIDNP 效应	206

实验 8.18	^1H NMR 谱定量测定波兰伏特加酒中的酒精含量	208
实验 8.19	反转门控 ^1H 去耦的 ^{13}C NMR 定量谱	210
实验 8.20	用液晶溶剂进行 NMR 测量	212
第 9 章 异核 NMR 谱		215
实验 9.1	使用 DEPT 的 ^1H 去耦 ^{15}N NMR 谱	219
实验 9.2	使用 DEPT 的 ^1H 耦合 ^{15}N NMR 谱	221
实验 9.3	^{19}F NMR 谱	222
实验 9.4	使用 DEPT 的 ^{29}Si NMR 谱	224
实验 9.5	使用自旋锁定极化的 ^{29}Si NMR 谱	226
实验 9.6	^{119}Sn NMR 谱	229
实验 9.7	^2H NMR 谱	231
实验 9.8	^{11}B NMR 谱	233
实验 9.9	使用 RIDE 的 ^{17}O NMR 谱	234
实验 9.10	使用 ARING 的 $^{47/49}\text{Ti}$ NMR 谱	236
第 10 章 二维 NMR 谱		240
实验 10.1	二维 J -分辨 ^1H NMR 谱	243
实验 10.2	二维 J -分辨 ^{13}C NMR 谱	245
实验 10.3	基本 H, H-COSY 实验	247
实验 10.4	长程 COSY	249
实验 10.5	相敏 COSY	251
实验 10.6	相敏 COSY-45	253
实验 10.7	E. COSY	255
实验 10.8	带预饱和的双量子滤波 COSY	257
实验 10.9	完全耦合的 C-H 相关 (FUCOUP)	259
实验 10.10	通过极化转移的 C-H 相关 (HETCOR)	261
实验 10.11	通过极化转移的长程 C-H 相关	264
实验 10.12	长程耦合的 C-H 相关 (COLOC)	266
实验 10.13	基本 HMQC 实验	268
实验 10.14	用 BIRD 过滤和 GARP 去耦的相敏 HMQC	270
实验 10.15	穷人的梯度 HMQC	272
实验 10.16	用 BIRD 滤波的相敏 HMBC	275
实验 10.17	基本 HSQC 实验	277
实验 10.18	HOHAHA 或 TOCSY 实验	279
实验 10.19	HETLOC	282
实验 10.20	NOESY 实验	284
实验 10.21	CAMELSPIN 或 ROESY 实验	287
实验 10.22	HOESY 实验	289
实验 10.23	二维 INADEQUATE	291
实验 10.24	EXSY 实验	293

实验 10.25	X-Y 相关	295
第 11 章 应用脉冲梯度场的一维 NMR 谱 299		
实验 11.1	脉冲梯度场的校准	300
实验 11.2	梯度预加强	302
实验 11.3	梯度放大器试验	304
实验 11.4	脉冲梯度场下凹延迟的测定	306
实验 11.5	脉冲梯度场自旋-回波实验	308
实验 11.6	选择性脉冲的激发图形	310
实验 11.7	梯度异核双量子滤波	312
实验 11.8	梯度 zz -滤波	314
实验 11.9	梯度选择的两步低通滤波	316
实验 11.10	gs-SELCSY	319
实验 11.11	gs-SELTOCSY	321
实验 11.12	DPFGSE-NOE	324
实验 11.13	gs-SELINCOR	326
实验 11.14	α/β -SELINCOR-TOCSY	328
实验 11.15	GRECCO	331
实验 11.16	WATERGATE	333
实验 11.17	用激发刻蚀抑制水峰	335
实验 11.18	用 WET 抑制溶剂峰	337
实验 11.19	DOSY	339
实验 11.20	INEPT-DOSY	341
实验 11.21	DOSY-HMQC	343
第 12 章 应用梯度场的二维 NMR 谱 347		
实验 12.1	gs-COSY	347
实验 12.2	恒定时间的 COSY	350
实验 12.3	相敏的 gs-DQF-COSY	352
实验 12.4	gs-HMQC	355
实验 12.5	gs-HMBC	357
实验 12.6	ACCORD-HMBC	359
实验 12.7	HMSC	362
实验 12.8	灵敏度提高的相敏 gs-HSQC	365
实验 12.9	灵敏度提高的编辑 HSQC	367
实验 12.10	高场仪器用绝热脉冲的 HSQC	370
实验 12.11	gs-TOCSY	373
实验 12.12	gs-HMQC-TOCSY	375
实验 12.13	gs-HETLOC	377
实验 12.14	gs-J-分辨的 HMBC	383
实验 12.15	2Q-HMBC	385

实验 12.16	检测 ¹ H 的 2D-INEPT-INADEQUATE	388
实验 12.17	1,1-ADEQUATE	391
实验 12.18	1, <i>n</i> -ADEQUATE	394
实验 12.19	gs-NOESY	397
实验 12.20	gs-HSQC-NOESY	399
实验 12.21	gs-HOESY	401
实验 12.22	用 gs-HMQC 实现 ¹ H- ¹⁵ N 相关	404
第 13 章	三维 NMR 谱	407
实验 13.1	3D HMQC-COSY	408
实验 13.2	3D gs-HSQC-TOCSY	411
实验 13.3	三维 H-C-P 的相关	414
实验 13.4	3D-HMBC	417
第 14 章	固体 (态) NMR 谱	420
实验 14.1	固体的探头匀场	421
实验 14.2	调节魔角	423
实验 14.3	哈特曼-哈恩匹配	425
实验 14.4	基础 CP/MAS 实验	427
实验 14.5	TOSS	430
实验 14.6	SELTICS	432
实验 14.7	固态中连接关系的测定	434
实验 14.8	REDOR	436
实验 14.9	高分辨魔角旋转	439
第 15 章	蛋白质 NMR	442
实验 15.1	蛋白质 NMR 脉冲的确定	444
实验 15.2	HN-HSQC	446
实验 15.3	HC-HSQC	450
实验 15.4	MUSIC	453
实验 15.5	使用 TROSY 确定 H-N 相关	456
实验 15.6	HN-TOCSY-HSQC	459
实验 15.7	HNCA	463
实验 15.8	HN(CO)CA	467
实验 15.9	HNCO	471
实验 15.10	HN(CA)CO	476
实验 15.11	HCACO	480
实验 15.12	HCCH-TOCSY	484
实验 15.13	CBCANH	488
实验 15.14	CBCA(CO)NH	492
实验 15.15	HBHA(CBCACO)NH	496
实验 15.16	HN(CA)NNH	500