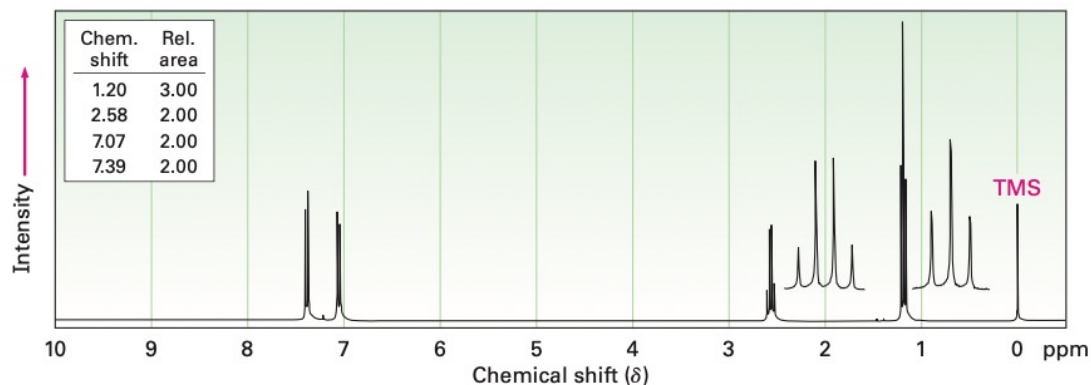


# Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy

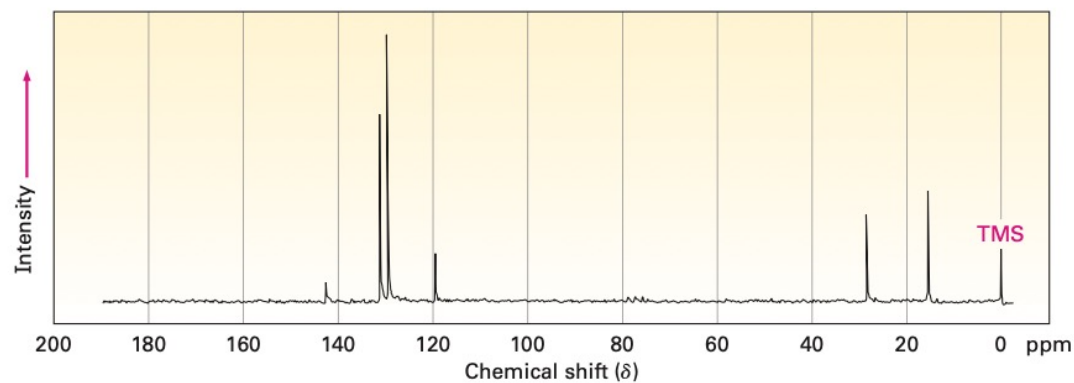
## $^1\text{H}$ -NMR

โปรตอน-1 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์  
สเปกโทรสโกปี



## $^{13}\text{C}$ -NMR

คาร์บอน-13 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์  
สเปกโทรสโกปี



# Course syllabus ตารางเรียน

| Week                                        | Date              | Topic                               | Note                      |
|---------------------------------------------|-------------------|-------------------------------------|---------------------------|
| 6                                           | M 8 August 2022   | Introduction/NMR Instrumentation    |                           |
|                                             | R 11 August 2022  | Chemical shift                      |                           |
| 7                                           | M 15 August 2022  | Spin coupling                       |                           |
|                                             | R 18 August 2022  | $^1\text{H}$ -NMR Interpretation    | *นัด Make up              |
| 8                                           | M 22 August 2022  | $^1\text{H}$ -NMR Interpretation    | Quiz 1 ( $^1\text{H}$ )   |
|                                             | R 25 August 2022  | $^1\text{H}$ -NMR Interpretation    |                           |
| Midterm exam (29 August – 4 September 2022) |                   |                                     |                           |
| 9                                           | M 5 October 2022  | $^{13}\text{C}$ -NMR chemical shift |                           |
|                                             | R 8 October 2022  | $^{13}\text{C}$ Spin coupling, DEPT |                           |
| 10                                          | M 12 October 2022 | $^{13}\text{C}$ -NMR Interpretation |                           |
|                                             | R 15 October 2022 | 2D-NMR, Review                      | Quiz2 ( $^{13}\text{C}$ ) |

# Grade เกณฑ์การให้คะแนน

คะแนนเข้าชั้นเรียนและความสนใจ สอบระหว่างเรียน งานที่ได้รับมอบหมาย 20%

สอบกลางภาค และ สอบปลายภาค 80%

เกณฑ์การตัดเกรด A-D ตามกลุ่ม F ตามเกณฑ์ 35

เกณฑ์คะแนน Part อ.ปิยธิดา (34%)

| List                               | Percentage |
|------------------------------------|------------|
| Midterm exam ( $^1\text{H}$ -NMR)  | 15%        |
| Final exam ( $^{13}\text{C}$ -NMR) | 10%        |
| Homework                           | 5%         |
| Quiz                               | 2%         |
| Class attendant                    | 2%         |
| Total                              | 34%        |

# Resources แหล่งความรู้

## Book

หนังสือ

1. **Silverstein**, R. M., Webster, F. X., & Kiemle, D. (2005). *Spectrometric Identification of Organic Compounds*, 7th Edition: Wiley.
2. **McMurry**, J. E. (2015). *Organic Chemistry*, 9<sup>th</sup> Edition: Cengage Learning.
3. **Pavia**, D. L., Lampman, G. M., Kriz, G. S., & Vyvyan, J. A. (2008). *Introduction to Spectroscopy*: Cengage Learning.
4. **Field**, L. D., Sternhell, S., & Kalman, J. R. (2011). *Organic Structures from Spectra*: Wiley.
5. **Tro**, N. J. (2017). *Chemistry: a molecular approach*, 4th edition, Pearson.
6. **แมน อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม**, *Principles and Techniques of Instrumental Analysis*, พิมพ์ครั้งที่ 1, 2535.
7. **อรุณรัตน์ สันฐิติกวินสกุล**, สเปกโทรสโกปีสำหรับเคมีอินทรีย์, สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏนครปฐม, 2563.

## Database

ฐานข้อมูลสเปกตรัม

1. **SDBS**: Spectral Database for Organic Compounds (IR, MS,  $^{13}\text{C}$ - and  $^1\text{H}$ -NMR)  
[https://sdb.db.aist.go.jp/sdb/cgi-bin/cre\\_index.cgi](https://sdb.db.aist.go.jp/sdb/cgi-bin/cre_index.cgi)
2. **Sigma Aldrich**  
<https://www.sigmaaldrich.com/>
3. **NIST** (IR (gas phase mostly), Mass Spectra and a few UV-visible spectra)  
<https://webbook.nist.gov/chemistry/>

## Problem

แบบฝึกหัด

1. **Organic Structure Elucidation** (University of Notre Dame)  
<https://www3.nd.edu/~smithgrp/structure/workbook.html>
2. **Webspectra**: Problem in NMR and IR Spectroscopy (UCLA)  
<https://webspectra.chem.ucla.edu/>

**Course materials:** Microsoft teams  
คม 300 การใช้สเปกโทรสโกปีพิสูจน์เอกลักษณ์สารเคมี

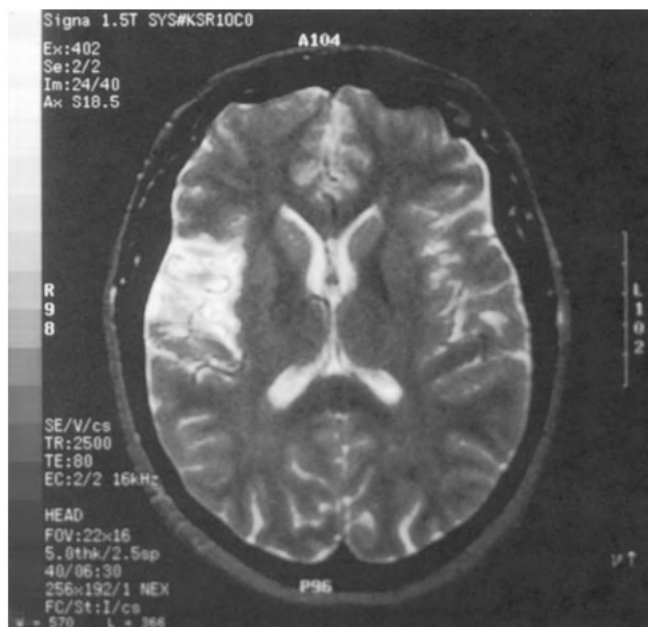
# Outline

Introduction

Instrument

$^1\text{H}$ -NMR

$^{13}\text{C}$ -NMR



Magnetic Resonance Imaging, MRI

An application of NMR in medicine

Chemical shift

Chemical shift

Integration

Spin splitting

Spin splitting

Interpretation

Interpretation

DEPT, 2D-NMR

# Introduction

## NMR ใช้ทำอะไร

Infrared Spectroscopy (IR) → หมู่ฟังก์ชัน  
Mass Spectrometry (MS) → น้ำหนักโมเลกุล สูตรโมเลกุล  
NMR → การเชื่อมโยงพันธะของอะตอมในโครงสร้างอย่างละเอียด

## NMR วิเคราะห์ อย่างไร

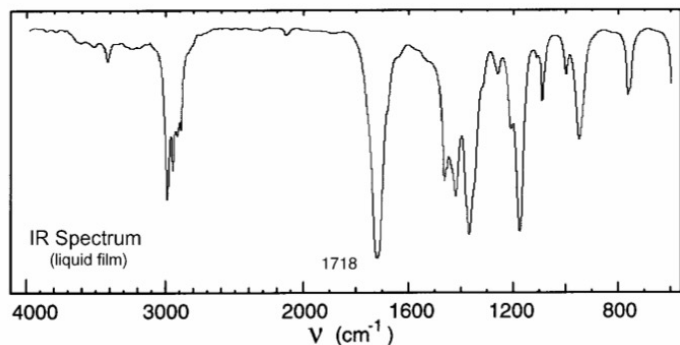
ประจุบวกในนิวเคลียส (โปรตอน) เกิดการหมุน (Spin) รอบแกนหมุน ทำให้เกิดเป็นสนามแม่เหล็กขนาดเล็กขึ้นในนิวเคลียส (Nuclear magnetic moment,  $\mu$ ) และเกิดการเปลี่ยนแปลงเมื่อมีอิทธิพลจากสนามแม่เหล็กภายนอก ( $B_0$ )

## NMR วิเคราะห์ ธาตุใดได้บ้าง

ธาตุที่มีเลขควอนตัมสปิน,  $I = \frac{1}{2}$   
ส่วนใหญ่มีเลขมวล หรือเลขอะตอมเป็นเลขคี่  
เช่น  $^1_1\text{H}$   $^{13}_6\text{C}$   $^{19}_9\text{F}$   $^{31}_{15}\text{P}$

# Introduction

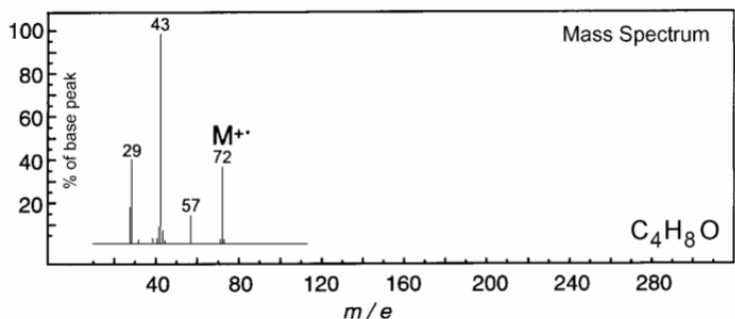
NMR ใช้ทำอะไร



Infrared Spectroscopy (IR)

→ หมู่ฟังก์ชัน

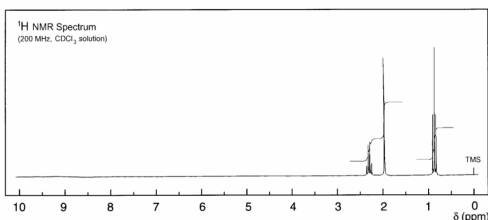
1718 cm<sup>-1</sup> → C=O



Mass Spectrometry (MS)

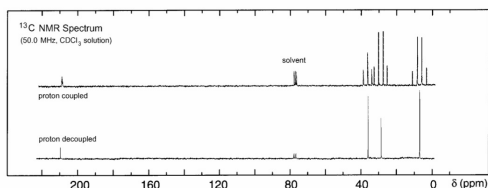
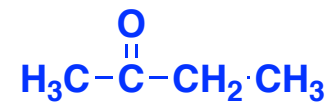
→ น้ำหนักโมเลกุล สูตรโมเลกุล

สูตรโมเลกุล → C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>O



NMR → การเชื่อมโยงพันธะของอะตอม  
ในโครงสร้างอย่างละเอียด

โครงสร้างโมเลกุล →

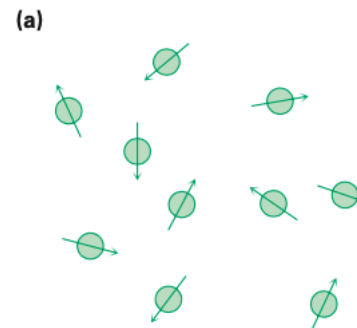
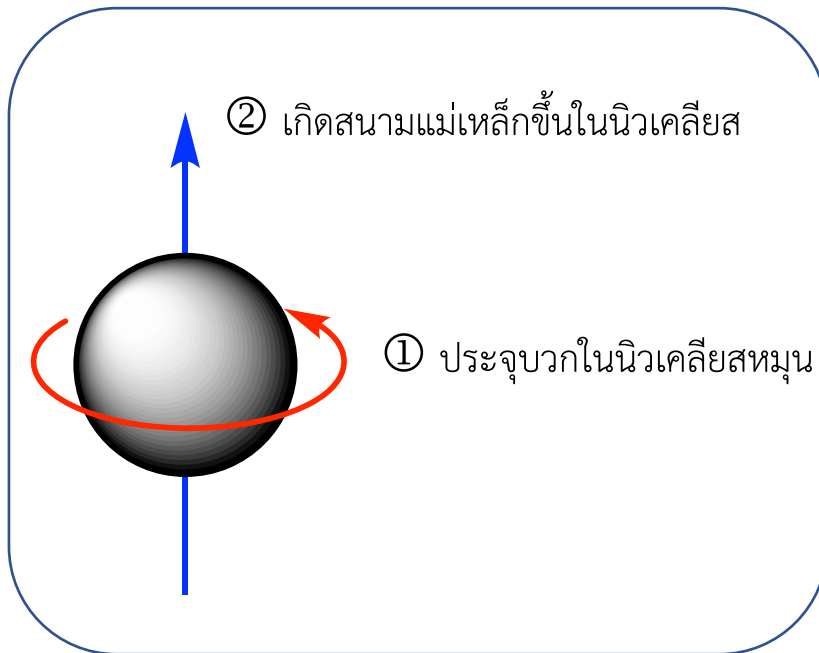


# Introduction

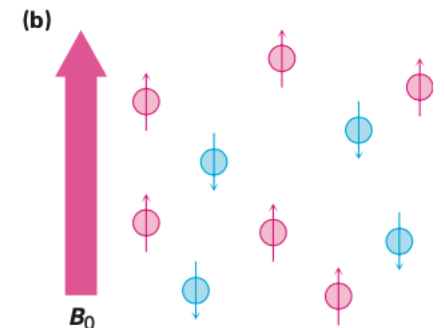
# Nuclear

## NMR วิเคราะห์ อย่างไร

ประจุบวกในนิวเคลียส (โปรตอน) เกิดการหมุน (Spin) รอบแกนหมุน ทำให้เกิดเป็นสนามแม่เหล็กขนาดเล็กขึ้นในนิวเคลียส (Nuclear magnetic moment,  $\mu$ ) และเกิดการเปลี่ยนแปลงการจัดเรียงตัวเมื่อมีอิทธิพลจากสนามแม่เหล็กภายนอก ( $B_0$ )



ทิศทางของสนามแม่เหล็กในนิวเคลียส  
เป็นแบบสุ่ม



สนามแม่เหล็กจัดเรียงตัว 2 รูปแบบ  
ทิศเดียวกัน และ ทิศตรงข้ามกับ  
สนามแม่เหล็กภายนอก



# Introduction

NMR วิเคราะห์  
อย่างไร

สนามแม่เหล็กภายนอก ( $B_0$ )



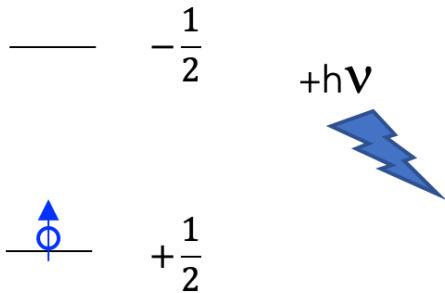
นิวเคลียสสปินจัดเรียงตัว 2 รูปแบบ  
ทิศเดียวกัน และ ทิศตรงข้ามกับ

สนามแม่เหล็กภายนอก



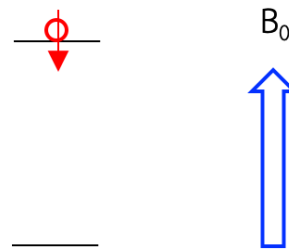
เกิดความแตกต่างของระดับพลังงาน  
ของการจัดเรียงตัวสองรูปแบบ ( $\Delta E$ )

พลังงานคลื่นวิทยุ (Radio frequency)

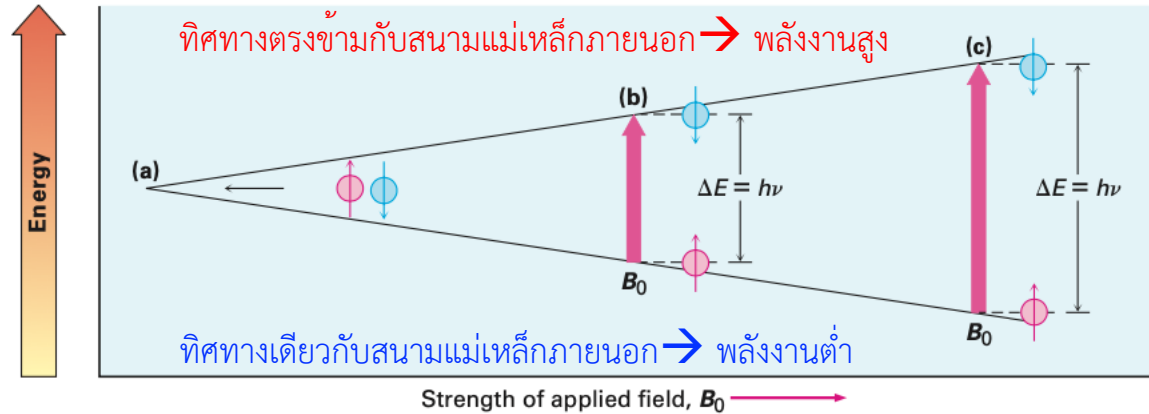


1. นิวเคลียสสปินที่อยู่ในระดับพลังงานต่ำดูดกลืนพลังงานคลื่นวิทยุ

2. ขึ้นไปอยู่ในระดับพลังงานสูงขึ้น



Magnetic



ความแรงของสนามแม่เหล็กเพิ่มขึ้น  $\rightarrow \Delta E$  เพิ่มขึ้น

เรโซแนนซ์

Resonance

\*\*นิวเคลียสที่อยู่ในสภาวะแวดล้อมต่างกัน  
ดูดกลืนพลังงานจากคลื่นวิทยุที่ความถี่ต่างกัน  
ในการเกิดเรโซแนนซ์ ทำให้สามารถวิเคราะห์  
โครงสร้างสารได้

# Introduction

NMR วิเคราะห์  
อย่างไร

Resonance

ค่าความถี่และความแรงของสนามแม่เหล็กที่ทำให้นิวเคลียสแต่ละชนิดเกิดเรโซแนนซ์

| Isotope         | Natural Abundance (%) | Field Strength, $B_0$ (Tesla <sup>a</sup> ) | Frequency, $\nu$ (MHz) | Magnetogyric Ratio, $\gamma$ (radians/Tesla) |
|-----------------|-----------------------|---------------------------------------------|------------------------|----------------------------------------------|
| $^1\text{H}$    | 99.98                 | 1.00                                        | 42.6                   | 267.53                                       |
|                 |                       | 1.41                                        | 60.0                   |                                              |
|                 |                       | 2.35                                        | 100.0                  |                                              |
|                 |                       | 4.70                                        | 200.0                  |                                              |
|                 |                       | 7.05                                        | 300.0                  |                                              |
| $^2\text{H}$    | 0.0156                | 1.00                                        | 6.5                    | 41.1                                         |
| $^{13}\text{C}$ | 1.108                 | 1.00                                        | 10.7                   | 67.28                                        |
|                 |                       | 1.41                                        | 15.1                   |                                              |
|                 |                       | 2.35                                        | 25.0                   |                                              |
|                 |                       | 4.70                                        | 50.0                   |                                              |
|                 |                       | 7.05                                        | 75.0                   |                                              |
| $^{19}\text{F}$ | 100.0                 | 1.00                                        | 40.0                   | 251.7                                        |
| $^{31}\text{P}$ | 100.0                 | 1.00                                        | 17.2                   | 108.3                                        |

ความแรงของสนามแม่เหล็กเพิ่มขึ้น → ความถี่ของคลื่นวิทยุที่ทำให้เกิดเรโซแนนซ์เพิ่มขึ้น

ไอโซโทปแต่ละชนิด → เกิดเรโซแนนซ์ที่ความถี่ต่างกัน ที่ค่าความแรงของสนามแม่เหล็กเท่ากัน

# Introduction

NMR วิเคราะห์  
ธาตุใดได้บ้าง

เลขควอนตัมสปิน (Spin quantum number,  $I$ )

ธาตุแต่ละชนิด มีเลขควอนตัมสปินที่แตกต่างกัน เฉพาะบางไอโซโทปที่สามารถวิเคราะห์ด้วยเทคนิค NMR ได้

| ธาตุ                   | $^1_1H$       | $^2_1H$ | $^{12}_6C$ | $^{13}_6C$    | $^{14}_7N$ | $^{16}_8O$ | $^{17}_8O$    | $^{19}_9F$    | $^{31}_{15}P$ | $^{35}_{17}Cl$ |
|------------------------|---------------|---------|------------|---------------|------------|------------|---------------|---------------|---------------|----------------|
| เลขมวล ( $n+p$ )       | Odd           | Even    | Even       | Odd           | Even       | Even       | Odd           | Odd           | Odd           | Odd            |
| เลขอะตอม ( $p$ )       | Odd           | Odd     | Even       | Even          | Odd        | Even       | Even          | Odd           | Odd           | Odd            |
| เลขควอนตัมสปิน,<br>$I$ | $\frac{1}{2}$ | 1       | 0          | $\frac{1}{2}$ | 1          | 0          | $\frac{5}{2}$ | $\frac{1}{2}$ | $\frac{1}{2}$ | $\frac{3}{2}$  |
| วิเคราะห์ด้วย NMR      | ✓             | ✗       | ✗          | ✓             | ✗          | ✗          | ✗             | ✓             | ✓             | ✗              |

ธาตุที่สามารถวิเคราะห์ด้วยเทคนิค NMR ได้ คือ ธาตุที่มีเลขควอนตัมสปิน,  $I = \frac{1}{2}$   
ส่วนใหญ่มีเลขมวล หรือเลขอะตอมเป็นเลขคี่  
เช่น  $^1_1H$   $^{13}_6C$   $^{19}_9F$   $^{31}_{15}P$

# Introduction

NMR วิเคราะห์  
ธาตุใดได้บ้าง

## สภาวะสปิน (Nuclear spin states)

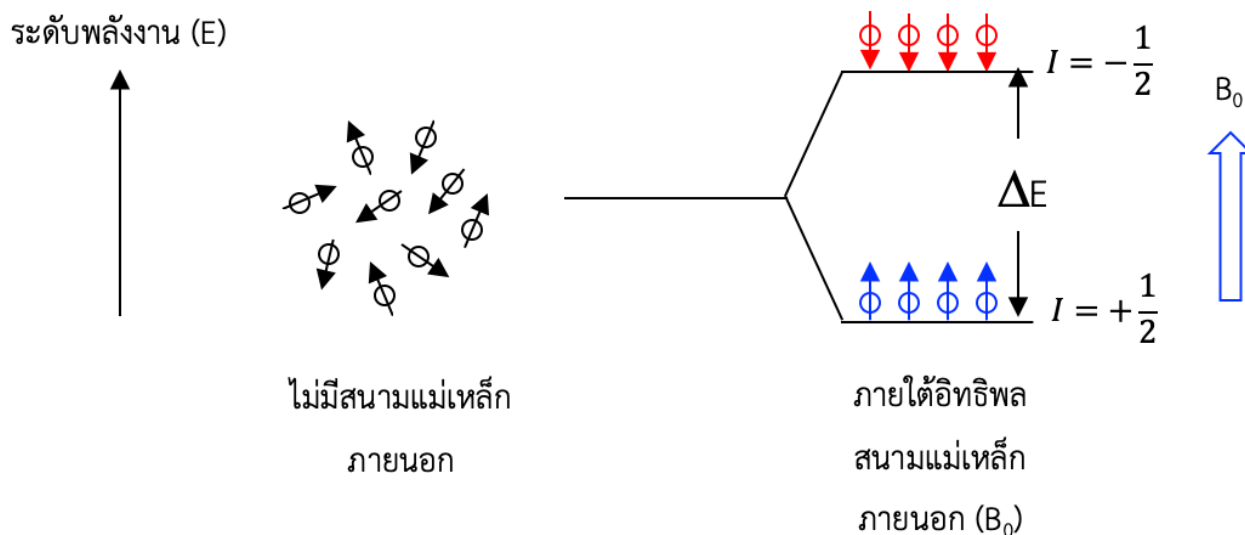
เมื่อนำอะตอมไปวางในสนามแม่เหล็กภายนอก ส่งผลให้เกิดการแยกชั้นของระดับพลังงาน เรียกว่า **สภาวะสปิน**

$$\text{จำนวนสภาวะสปิน} = 2I + 1$$

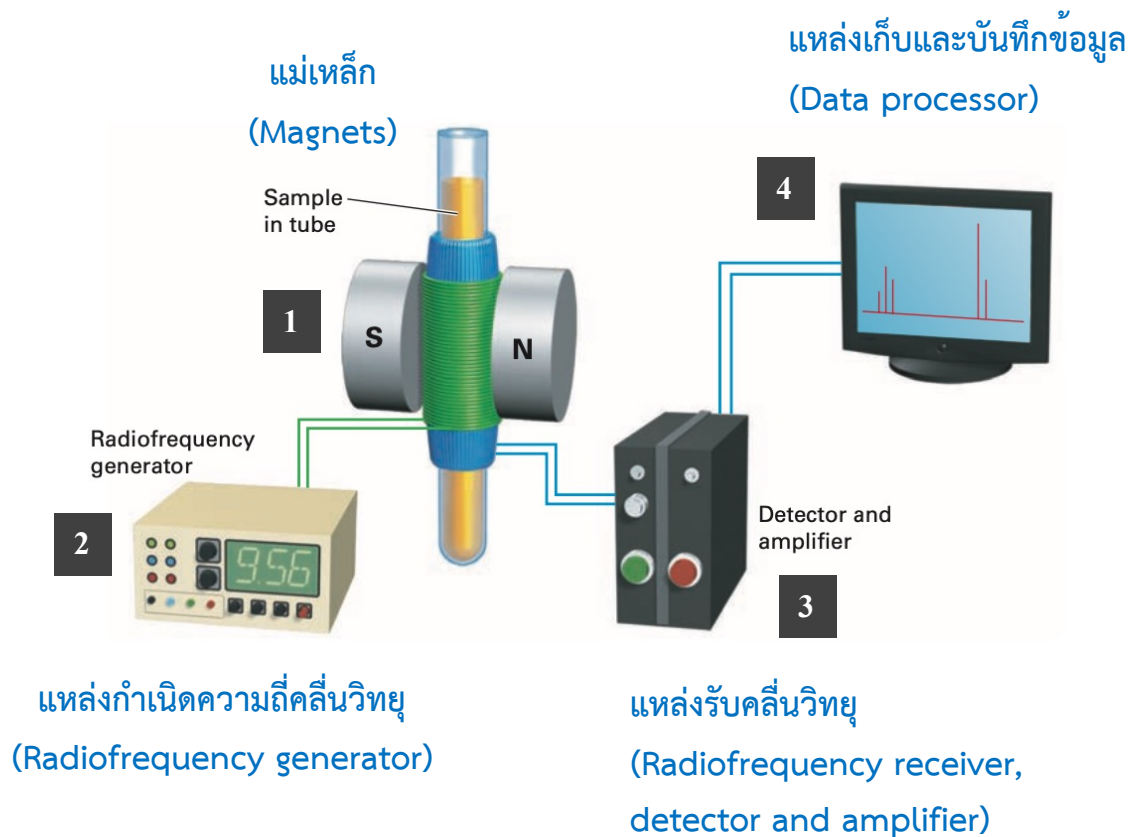
โดยสภาวะสปิน มีลำดับตั้งแต่  $+I$  ถึง  $-I$

เมื่อ  $I$  คือ เลขควอนตัมสปิน (Spin quantum number)

เช่น  $^1_1\text{H}$  มีเลขควอนตัมสปิน  $I = 1/2$   
มีจำนวนสภาวะสปิน  $= 2(1/2) + 1 = 2$   
โดยสภาวะสปิน คือ  $+1/2$  และ  $-1/2$



# NMR Instrument



NMR Sample tube



NMR Spectrometer



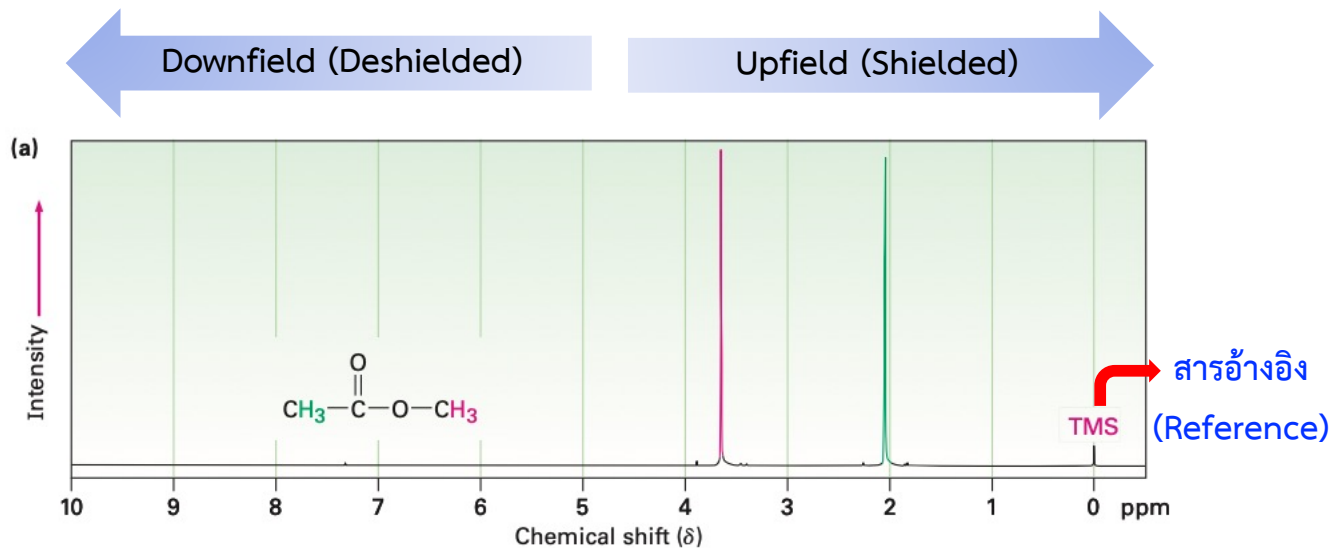
<https://www.news-medical.net/Profiling-Wine-Juice-and-Honey-Using-NMR-Spectroscopy>

# NMR Spectrum

สาร Methylacetate

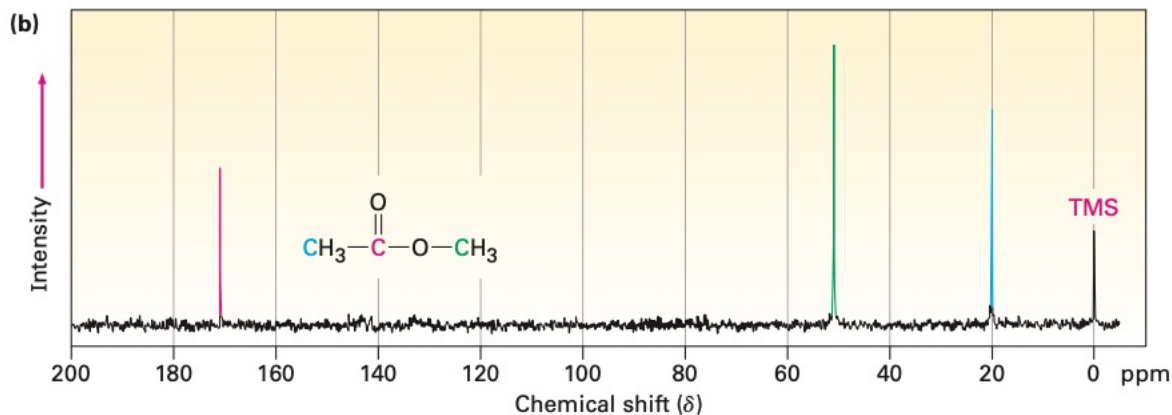
$^1\text{H}$ -NMR  
spectrum

0-10 ppm



$^{13}\text{C}$ -NMR  
spectrum

0-220 ppm



# NMR Solvent

ไม่มี H  
(สัญญาณรบกวน)

มี D  
(ตัวที่เรียบง่าย)

ไม่ทำปฏิกิริยากับ  
สารตัวอย่าง

ละลายสาร  
ตัวอย่างได้ดี



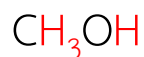
<https://www.chemie.hu-berlin.de/en/forschung-en/nmr-spectroscopy/service/avance-iii-500mhz>

| Solvent                  | <sup>1</sup> H-NMR chemical shift (ppm) | <sup>13</sup> C-NMR chemical shift (ppm) |
|--------------------------|-----------------------------------------|------------------------------------------|
| Acetic acid              | 11.65 (1), 2.04(5)                      | 179.0 (1), 20.0 (7)                      |
| Acetone                  | 2.05 (5)                                | 206.7 (13), 29.9 (7)                     |
| Acetonitrile             | 1.94 (5)                                | 118.7 (1), 1.39 (7)                      |
| Benzene                  | 7.16 (1)                                | 128.4 (3)                                |
| Chloroform               | 7.26 (1)                                | 77.2 (3)                                 |
| Dimethyl Sulfoxide       | 2.50 (5)                                | 39.5 (7)                                 |
| Methanol                 | 4.87 (1), 3.31 (5)                      | 49.1 (7)                                 |
| Methylene Chloride       | 5.32 (3)                                | 54.00 (5)                                |
| Pyridine                 | 8.74 (1), 7.58 (1), 7.22 (1)            | 150.3 (1), 135.9 (3), 123.9 (5)          |
| Water (D <sub>2</sub> O) | 4.8                                     |                                          |

Chloroform

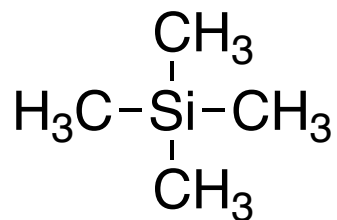


Methanol



.....

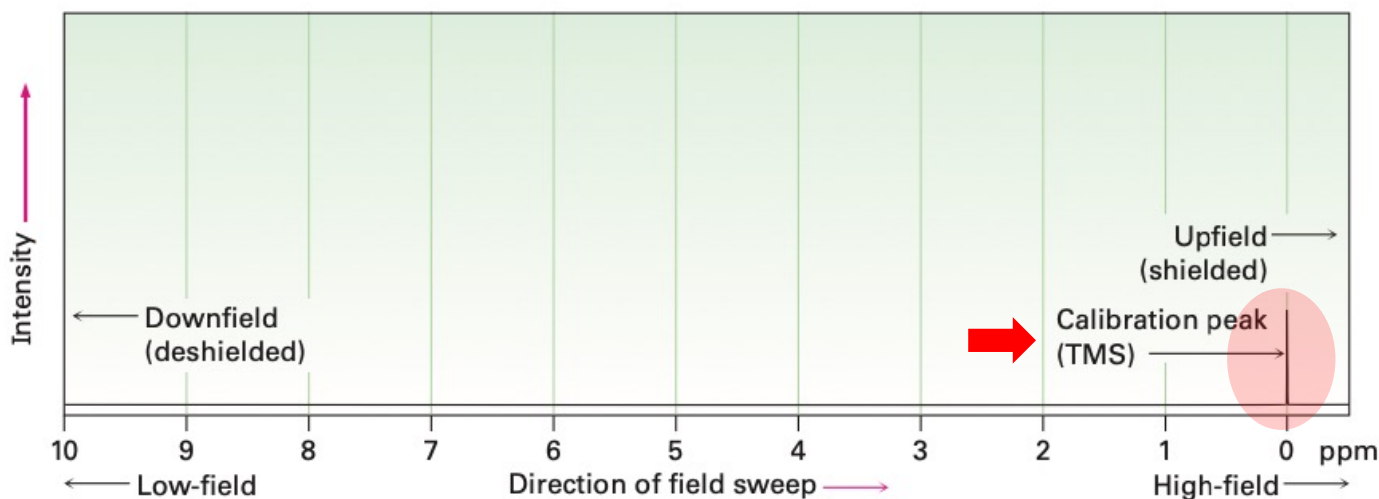
# NMR Standard สารมาตรฐานอ้างอิง



TMS ใช้เป็นพีคอ้างอิง สำหรับเปรียบเทียบโดยวัดค่าความถี่ของการเกิดเรโซแนนซ์ของสัญญาณนั้น ๆ เทียบกับ TMS

Tetramethylsilane, TMS

กำหนดให้ค่า Chemical shift  
ของสารมาตรฐาน TMS อยู่ที่ตำแหน่ง 0 ppm





# Chemical shift ( $\delta$ ) ค่าเคมีคอลชิฟท์

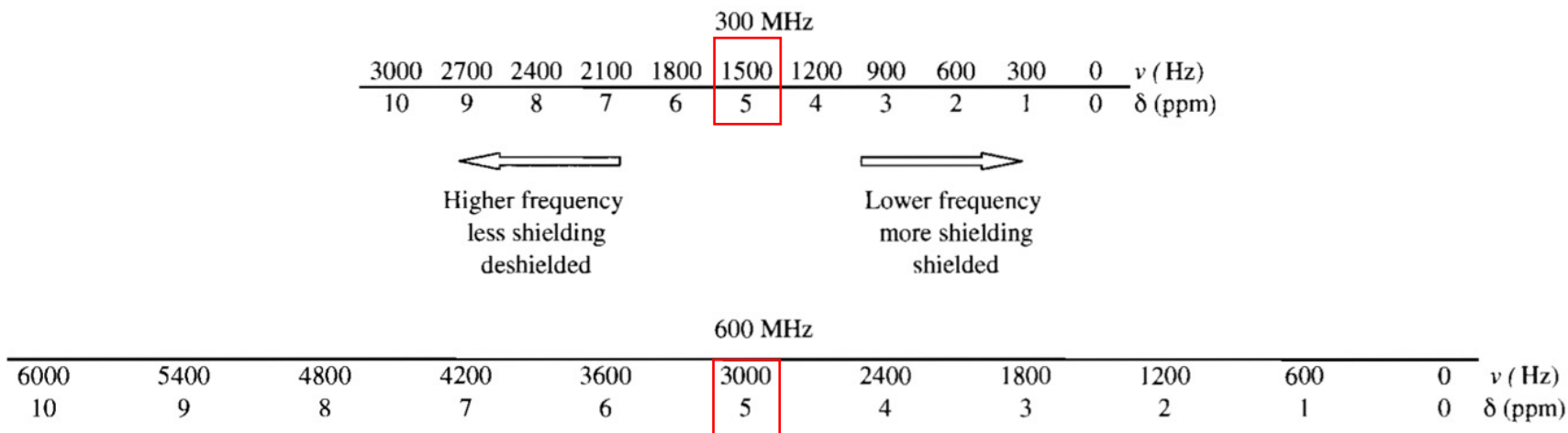
$$\text{Chemical shift } (\delta) = \frac{\text{observed chemical shift in Hz (from TMS)}}{\text{Spectrometer frequency in MHz}}$$

ตัวอย่าง

เครื่อง spectrometer 300 MHz  $\delta = \frac{1500 \text{ Hz}}{300 \text{ MHz}} = 5 \text{ ppm}$

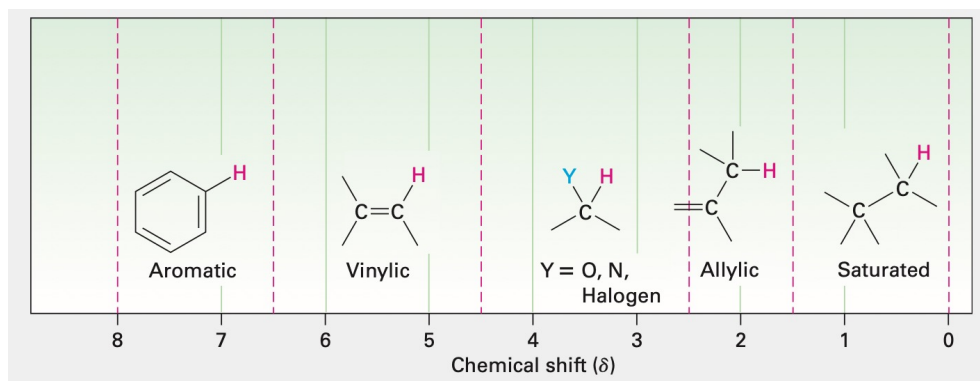
เครื่อง spectrometer 600 MHz  $\delta = \frac{3000 \text{ Hz}}{600 \text{ MHz}} = 5 \text{ ppm}$

Chemical shift ( $\delta$ ) นิยมใช้ในหน่วย **ppm** จะคงที่ แม้จะวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR ที่มีความถี่ต่างกัน



# $^1\text{H}$ Chemical shift

$^1\text{H}$  ที่มีสภาวะแวดล้อมทางเคมีแตกต่างกัน เกิดการเรโซแนนซ์ที่มีความถี่ต่างกัน ค่า Chemical shift ต่างกัน ตามชนิดของ  $^1\text{H}$



| Type of hydrogen  |                                                                                  | Chemical shift ( $\delta$ ) | Type of hydrogen |                                                                              | Chemical shift ( $\delta$ ) |
|-------------------|----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------|------------------|------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------|
| Reference         | $\text{Si}(\text{CH}_3)_4$                                                       | 0                           | Alcohol          | $\begin{array}{c}   \\ -\text{C}-\text{O}-\text{H} \\   \end{array}$         | 2.5–5.0                     |
| Alkyl (primary)   | $-\text{CH}_3$                                                                   | 0.7–1.3                     | Alcohol, ether   | $\begin{array}{c} \text{H} \\   \\ -\text{C}-\text{O}- \\   \end{array}$     | 3.3–4.5                     |
| Alkyl (secondary) | $-\text{CH}_2-$                                                                  | 1.2–1.6                     | Vinylic          | $\begin{array}{c} \text{H} \\   \\ \text{C}=\text{C} \\   \end{array}$       | 4.5–6.5                     |
| Alkyl (tertiary)  | $\begin{array}{c}   \\ -\text{CH}- \\   \end{array}$                             | 1.4–1.8                     | Aryl             | $\text{Ar}-\text{H}$                                                         | 6.5–8.0                     |
| Allylic           | $\begin{array}{c} \text{H} \\   \\ \text{C}=\text{C}-\text{C}- \\   \end{array}$ | 1.6–2.2                     | Aldehyde         | $\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ -\text{C}-\text{H} \end{array}$          | 9.7–10.0                    |
| Methyl ketone     | $\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ -\text{C}-\text{CH}_3 \end{array}$           | 2.0–2.4                     | Carboxylic acid  | $\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ -\text{C}-\text{O}-\text{H} \end{array}$ | 11.0–12.0                   |
| Aromatic methyl   | $\text{Ar}-\text{CH}_3$                                                          | 2.4–2.7                     |                  |                                                                              |                             |
| Alkynyl           | $-\text{C}\equiv\text{C}-\text{H}$                                               | 2.5–3.0                     |                  |                                                                              |                             |
| Alkyl halide      | $\begin{array}{c} \text{H} \\   \\ -\text{C}-\text{Hal} \\   \end{array}$        | 2.5–4.0                     |                  |                                                                              |                             |

# $^1\text{H}$ Chemical shift

ปัจจัยที่ส่งผลต่อค่า Chemical shift

**Local diamagnetic shielding**

(การบดบังโดยอิเล็กตรอน)

**Electronegativity effects**

(ผลของการดึงอิเล็กตรอนโดยธาตุ EN สูง)

**Hybridization effect**

(ผลของไฮบริดเซชัน)

**Acidity & Hydrogen bond**

(ผลของความเป็นกรดและพันธะไฮโดรเจน)

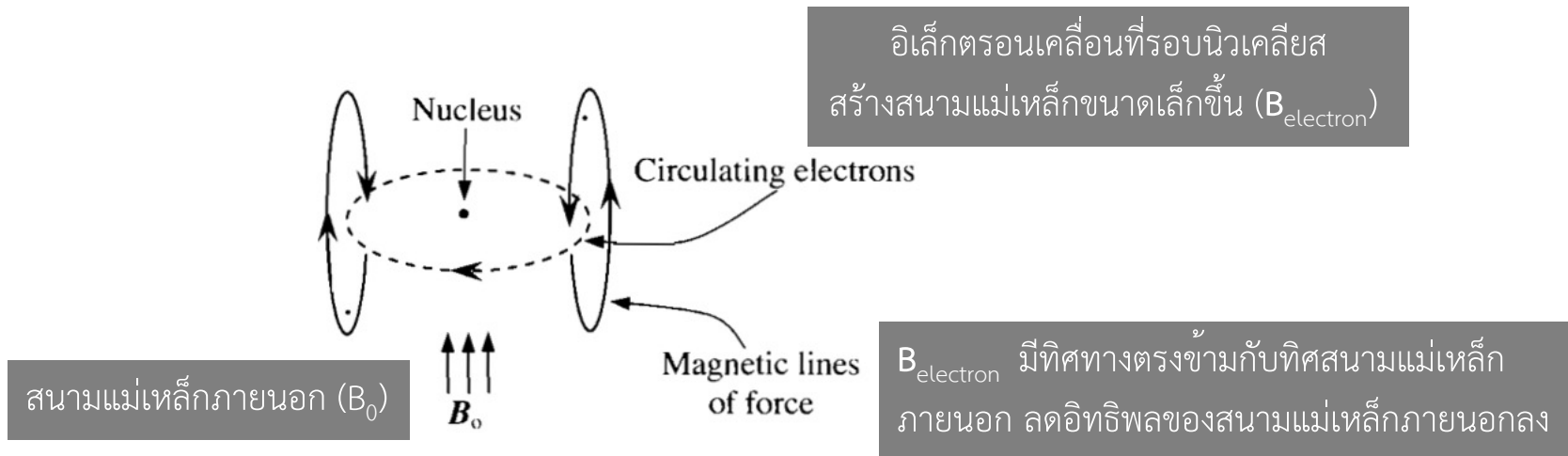
**Diamagnetic Anisotropy**

(ผลของไดอะแมกเนติกแอนไอโซโทรปี)

# $^1\text{H}$ Chemical shift

## Local diamagnetic shielding

(การบดบังโดยอิเล็กตรอน)



$$B_{\text{effective}} = B_0 - B_{\text{electron}}$$

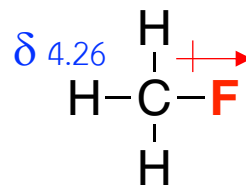
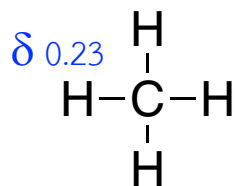
สนามแม่เหล็กที่นิวเคลียสได้รับอิทธิพล ( $B_{\text{effective}}$ ) ลดลง เนื่องจากผลของอิเล็กตรอน  
เรียกว่า เกิดการบดบัง (Shielding) โดยอิเล็กตรอน

# $^1\text{H}$ Chemical shift

## Electronegativity effects

(ผลของการดึงอิเล็กตรอนโดยธาตุ EN สูง)

ธาตุ EN สูง ได้แก่ F, O, N, Cl, Br, I ดึงอิเล็กตรอนจากบริเวณรอบนิวเคลียส ทำให้การบดบังสนามแม่เหล็กโดยอิเล็กตรอนลดลง นิวเคลียสได้รับผลของสนามแม่เหล็กเพิ่มขึ้น ทำให้เกิดเรโซแนนซ์ที่ความถี่สูงขึ้น ค่า Chemical shift จึงเพิ่มขึ้น

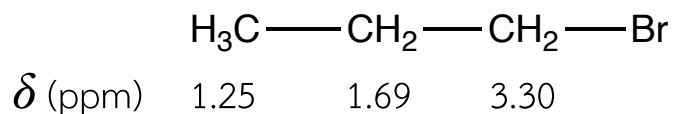


F ดึงอิเล็กตรอนจากบริเวณรอบนิวเคลียส  $\rightarrow$  การบดบังสนามแม่เหล็กโดยอิเล็กตรอนลดลง  $\rightarrow$  Deshielding

| $\text{CH}_3\text{-X}$      | $(\text{CH}_3)_4\text{Si}$ | $\text{CH}_4$ | $\text{CH}_3\text{I}$ | $\text{CH}_3\text{Br}$ | $\text{CH}_3\text{Cl}$ | $\text{CH}_3\text{OH}$ | $\text{CH}_3\text{F}$ |
|-----------------------------|----------------------------|---------------|-----------------------|------------------------|------------------------|------------------------|-----------------------|
| ธาตุ X                      | Si                         | H             | I                     | Br                     | Cl                     | OH                     | F                     |
| ค่า EN ของธาตุ X            | 1.8                        | 2.1           | 2.5                   | 2.8                    | 3.0                    | 3.5                    | 4.0                   |
| Chemical shift ( $\delta$ ) | 0                          | 0.23          | 2.16                  | 2.68                   | 3.05                   | 3.40                   | 4.26                  |

ค่า EN ของธาตุ X เพิ่มขึ้น

ค่า Chemical shift เพิ่มขึ้น



ค่า chemical shift ลดลงเมื่อระยะห่างจากธาตุที่ดึงอิเล็กตรอนมากขึ้น

# $^1\text{H}$ Chemical shift

## Hybridization effect

(ผลของไฮบริไดเซชัน)

S-character เพิ่มขึ้น  $\rightarrow$  Deshielding เพิ่มขึ้น  $\rightarrow$  ค่า chemical shift สูงขึ้น

| S-character    |                   | chemical shift                     |          |
|----------------|-------------------|------------------------------------|----------|
| $sp^3$ (s 25%) | Alkyl (primary)   | $-\text{CH}_3$                     | 0.7–1.3  |
|                | Alkyl (secondary) | $-\text{CH}_2-$                    | 1.2–1.6  |
|                | Alkyl (tertiary)  | $-\text{CH}-$                      | 1.4–1.8  |
| $sp^2$ (s 33%) | Vinylic           | $\text{C}=\text{C}-\text{H}$       | 4.5–6.5  |
|                | Aryl              | $\text{Ar}-\text{H}$               | 6.5–8.0  |
|                | Aldehyde          | $\text{C}(=\text{O})-\text{H}$     | 9.7–10.0 |
| $sp$ (s 50%)   | Alkynyl           | $-\text{C}\equiv\text{C}-\text{H}$ | 2.5–3.0  |

**\*\*chemical shift เพิ่มขึ้นมากเทียบกับ  $sp^3$  เนื่องจากผลของ Anisotropy ร่วมด้วย**

**\*\*s-character เพิ่มขึ้น แต่ chemical shift ลดลง เนื่องจากผลของ Anisotropy**

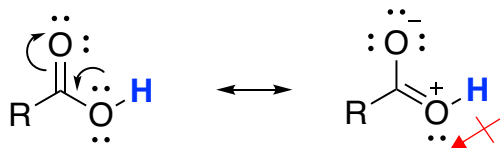
# <sup>1</sup>H Chemical shift

## Acidity & Hydrogen bond

(ผลของความเป็นกรดและพันธะไฮโดรเจน)

โปรตอนที่เป็นกรด

<sup>1</sup>H ของกรดคาร์บอกซิลิก ค่า chemical shift 10-12 ppm



ผลของ resonance

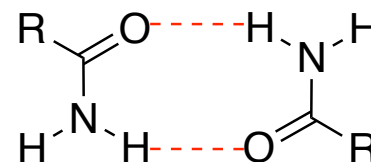
ดึงอิเล็กตรอนผ่าน C=O

ผลของ EN

ดึงอิเล็กตรอนโดย O

พันธะไฮโดรเจน

แรงยึดเหนี่ยวภายนอกระหว่างไฮโดรเจนกับอะตอมที่มี EN สูง เช่น F, O, N



สารที่เกิดพันธะไฮโดรเจนได้ ค่า chemical shift มีช่วงกว้าง ขึ้นอยู่กับปัจจัย ได้แก่ ความเข้มข้น และอุณหภูมิ

| สารอินทรีย์     | หมู่ฟังก์ชัน        | ค่า Chemical shift (ppm) |
|-----------------|---------------------|--------------------------|
| กรดคาร์บอกซิลิก | R-COOH              | 10.5-12.0                |
| ฟีนอล           | Ar-OH               | 4.0-7.0                  |
| แอลกอฮอล์       | R-OH                | 0.5-5.0                  |
| เอมีน           | R-NH <sub>2</sub>   | 0.5-5.0                  |
| เอไมด์          | R-CONH <sub>2</sub> | 5.0-8.0                  |
| อินอล           | CH=CH-OH            | >15                      |

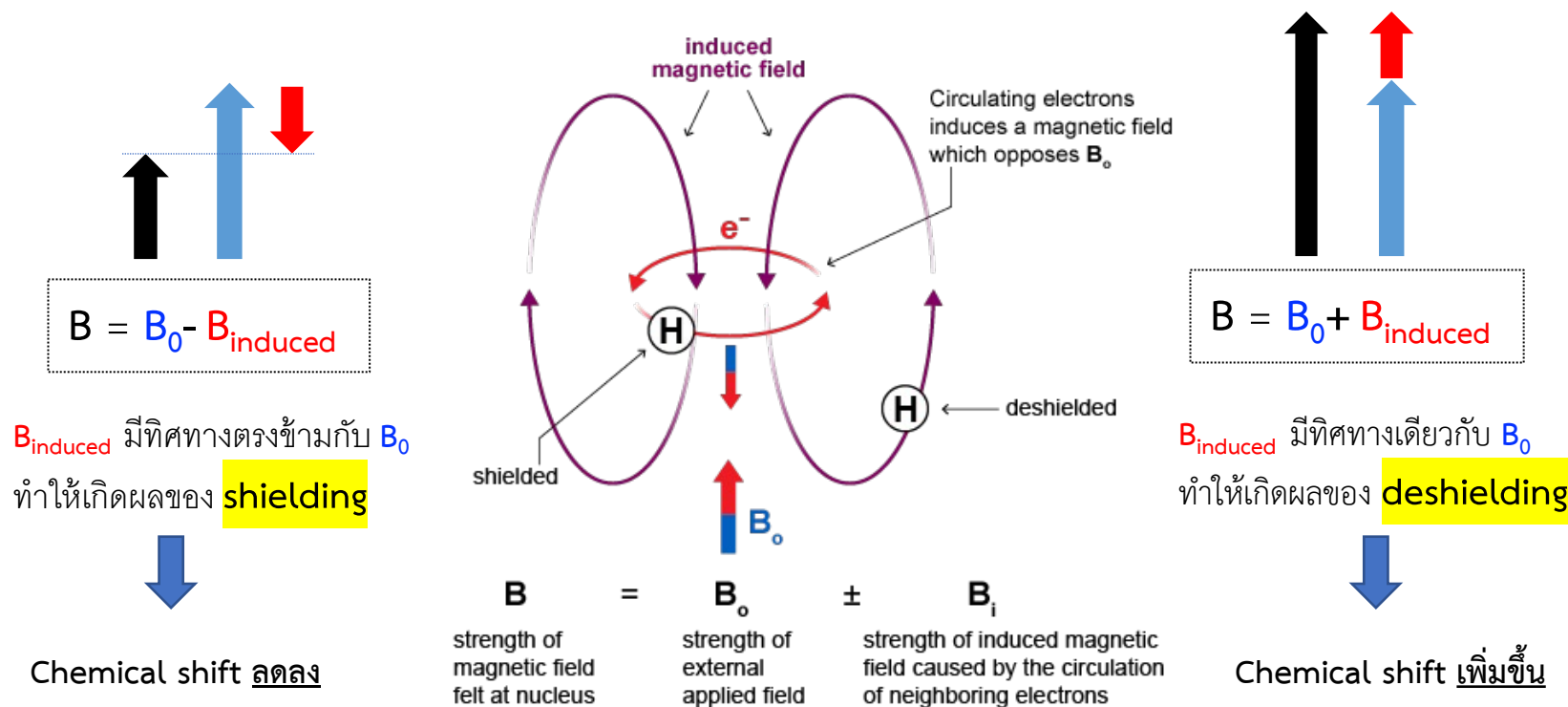
# $^1\text{H}$ Chemical shift

## Diamagnetic Anisotropy

(ผลของไดอะแมกเนติกแอนไอโซโทปี)

เกิดเฉพาะสารอินทรีย์ที่มีพันธะไพ ( $\pi$ -bond) เช่น  $\text{C}=\text{C}$ ,  $\text{C}=\text{O}$   
ได้แก่ Alkene Alkyne Aldehyde Aromatic

ภายใต้อิทธิพลของสนามแม่เหล็กภายนอก ( $B_0$ )  $\pi e^-$  เคลื่อนที่และเหนี่ยวนำให้เกิดสนามแม่เหล็ก เรียกว่า Induced magnetic field ( $B_{\text{induced}}$ )

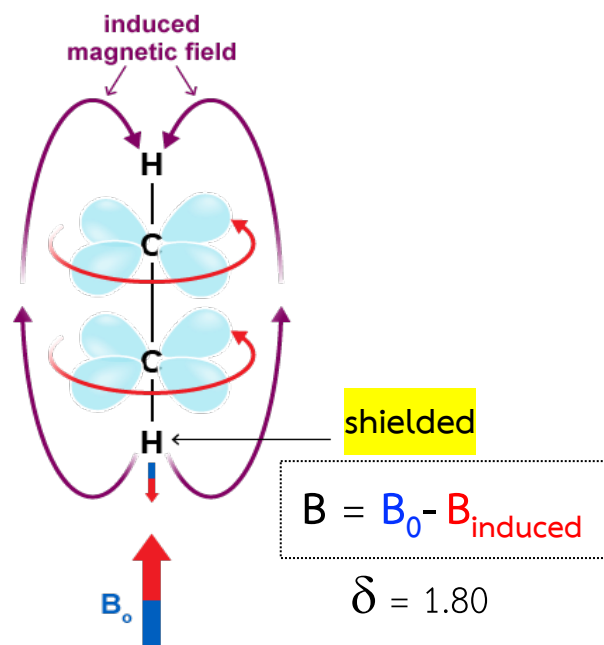
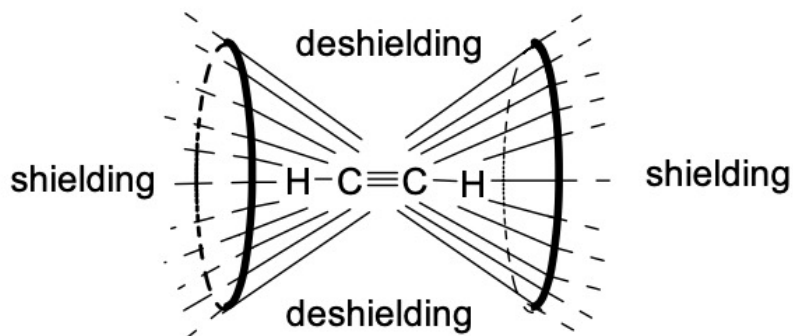




# $^1\text{H}$ Chemical shift

## Alkyne

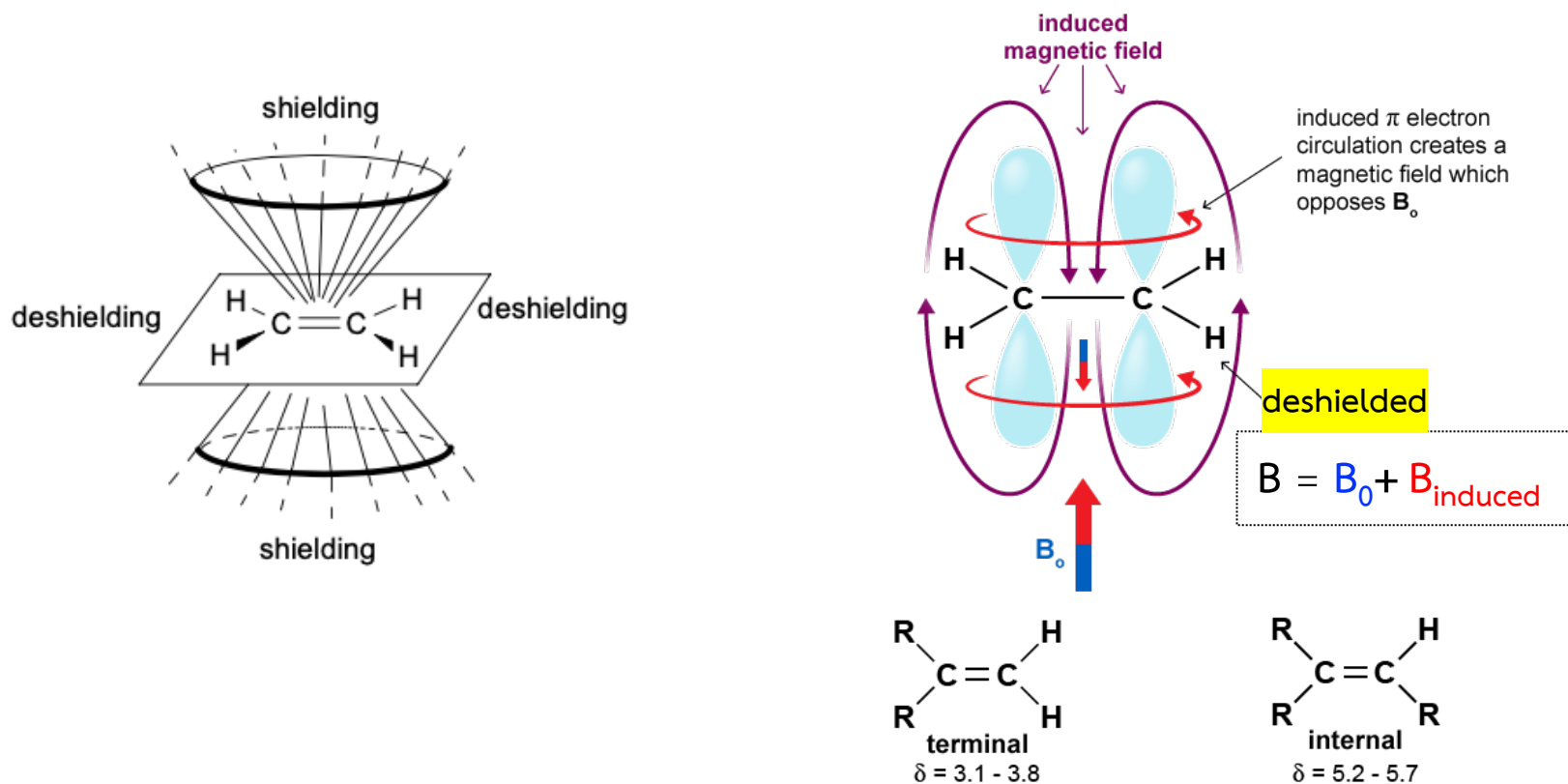
$\pi e^-$  เคลื่อนที่รอบแกนหมุนของโมเลกุลที่เป็นเส้นตรง เหนี่ยวนำให้เกิดสนามแม่เหล็กขึ้น โปรตอนที่อยู่ตามแนวแกนได้รับผลของ  $B_{\text{induced}}$  ในทิศทางตรงกันข้ามกับสนามแม่เหล็กที่ใส่เข้าไป เกิด **shielding** ทำให้ได้รับผลของ  $B$  น้อยลง ค่า chemical shift จึงน้อยกว่าแนวโน้มที่ทำนายโดยผลของ hybridization



# $^1\text{H}$ Chemical shift

## Alkene

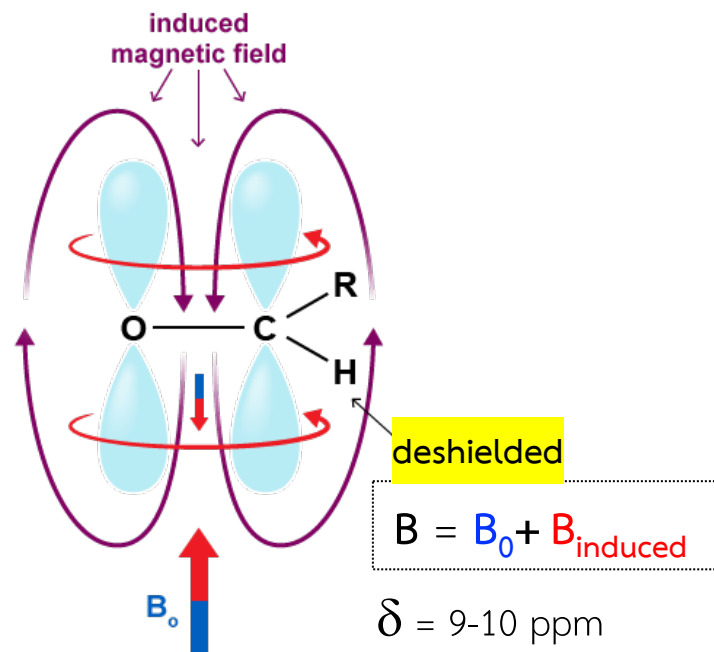
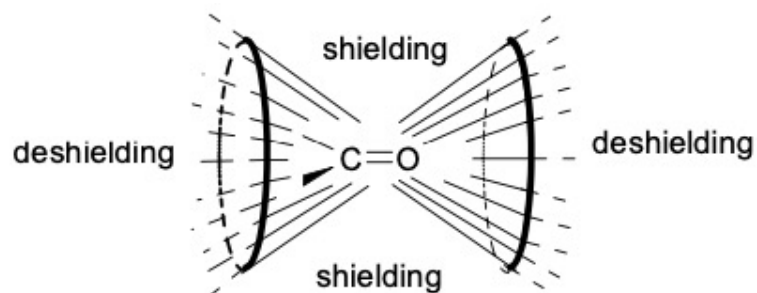
โปรตอนที่อยู่กันพันธะคู่ วางตัวอยู่ในบริเวณที่ถูก deshield โดยสนามแม่เหล็กที่ถูกเหนี่ยวนำโดย  $\pi$  อิเล็กตรอนของพันธะคู่ ( $\text{C}=\text{C}$ ) ทำให้ได้รับอิทธิพลจากสนามแม่เหล็กเพิ่มขึ้น



# $^1\text{H}$ Chemical shift

## Aldehyde

โปรตอนของแอลดีไฮด์อยู่ในบริเวณที่ถูก **deshield** โดยสนามแม่เหล็กที่ถูกเหนี่ยวนำโดย  $\pi$  อิเล็กตรอนของหมู่คาร์บอนิล ( $\text{C}=\text{O}$ ) ทำให้ได้รับอิทธิพลจากสนามแม่เหล็กเพิ่มขึ้น

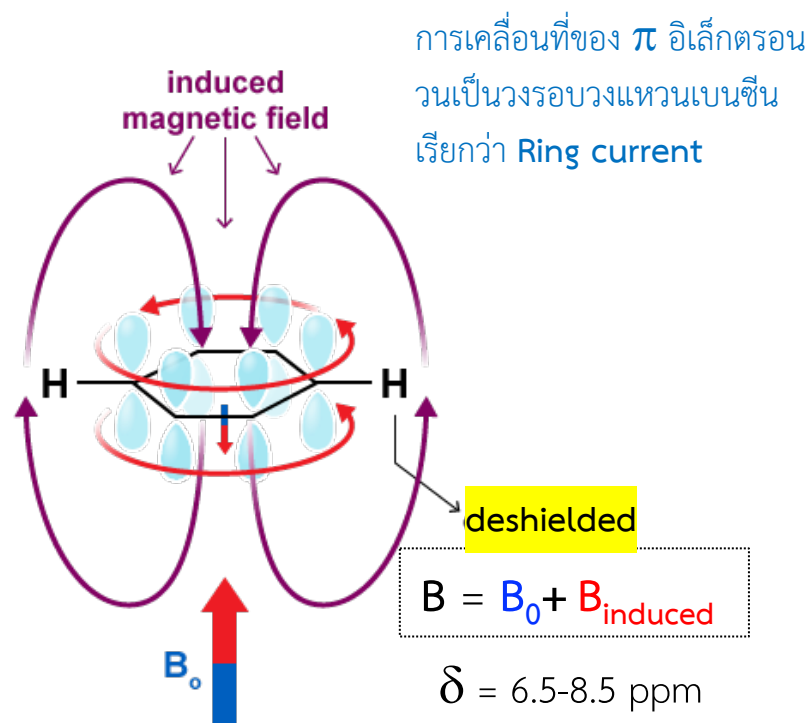
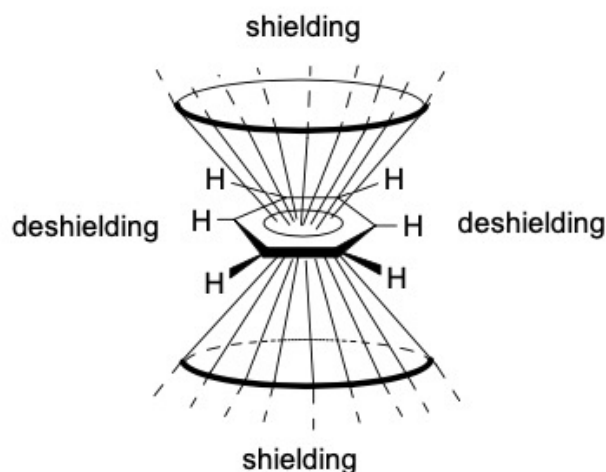


**\*\*ค่า chemical shift สูงมาก** เนื่องจากผลของ resonance และ EN ร่วมด้วย

# $^1\text{H}$ Chemical shift

## Aromatic

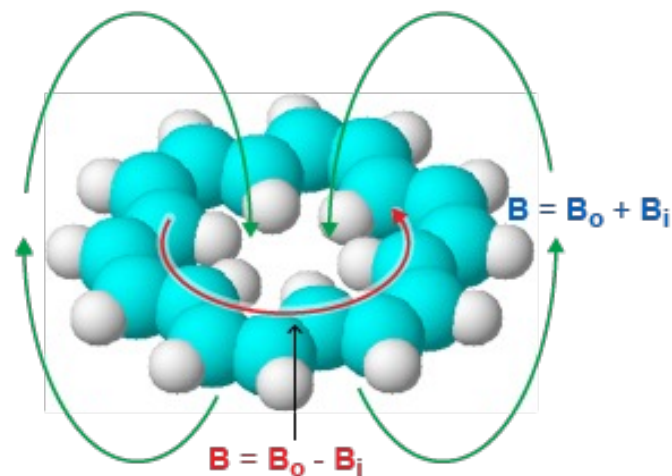
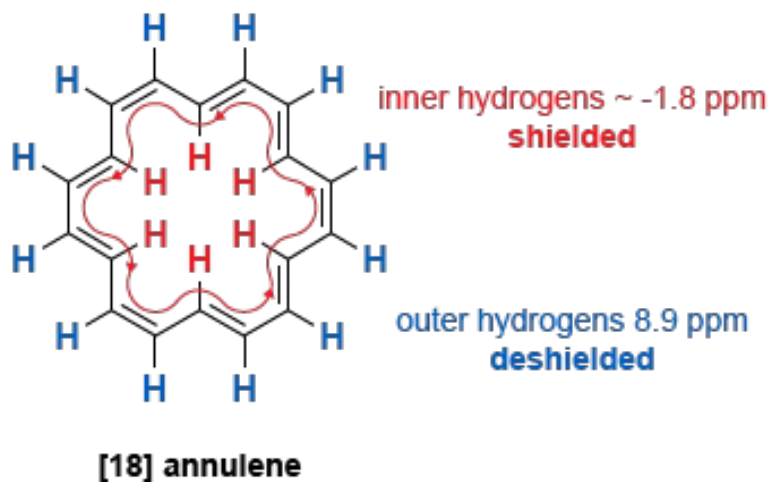
- โปรตอนที่อยู่ด้านในของวงเบนซีนได้รับผลจาก  $B_{\text{induced}}$  ในทิศทางตรงกันข้ามกับ  $B_0 \rightarrow$  shielded
- โปรตอนบริเวณด้านนอกวงเบนซีนได้รับผลจาก  $B_{\text{induced}}$  ในทิศทางเดียวกันกับ  $B_0 \rightarrow$  deshielded



# $^1\text{H}$ Chemical shift

## Aromatic

- โปรตอนที่อยู่ด้านในของวงเบนซีนได้รับผลจาก  $B_{\text{induced}}$  ในทิศทางตรงกันข้ามกับ  $B_0 \rightarrow$  shielded
- โปรตอนบริเวณด้านนอกวงเบนซีนได้รับผลจาก  $B_{\text{induced}}$  ในทิศทางเดียวกันกับ  $B_0 \rightarrow$  deshielded



# $^1\text{H}$ -NMR Interpretation การแปลผลสเปกตรัม

## Peak count

จำนวนสัญญาณ

จำนวนกลุ่มโปรตอนที่แตกต่างกัน

## Chemical shift

ตำแหน่งสัญญาณ

ชนิดของโปรตอน

## Integration

พื้นที่ใต้พีค

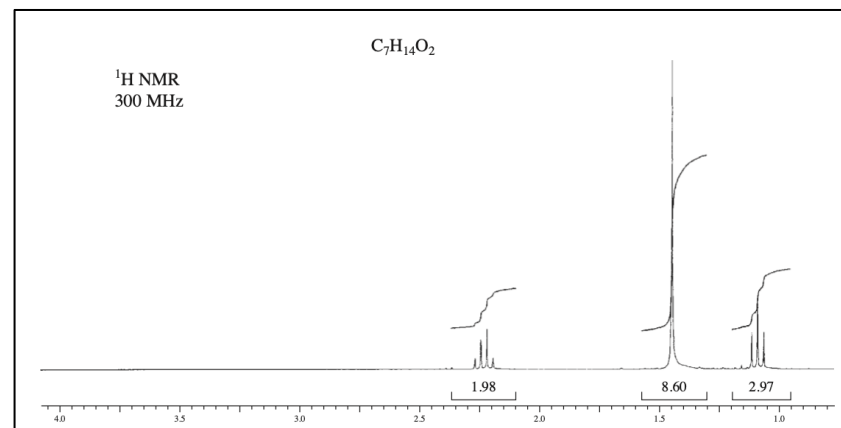
จำนวนของโปรตอน

## Splitting

จำนวนพีคที่แยก

จำนวนของโปรตอนข้างเคียง

$^1\text{H}$ -NMR Spectrum ของสาร  $\text{C}_7\text{H}_{14}\text{O}_2$  จงหาโครงสร้างสารนี้

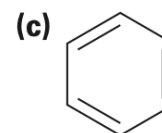
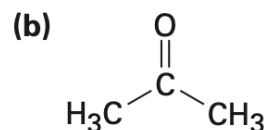
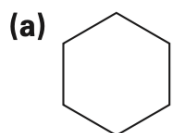


# Chemical equivalent

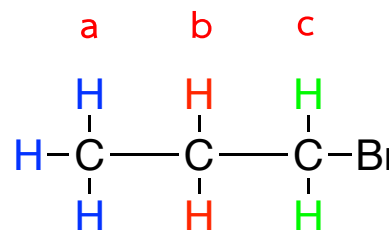
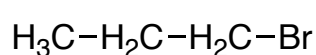
บอกจำนวนสัญญาณ

$^1\text{H}$  ที่มีสภาวะแวดล้อมทางเคมีเหมือนกัน (Chemical equivalent) เกิดเรโซแนนซ์ที่ความถี่เดียวกัน เป็นฟิสิกเดียวกัน

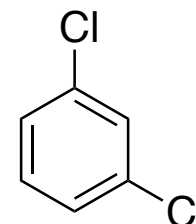
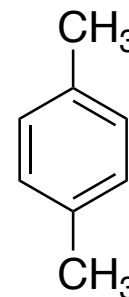
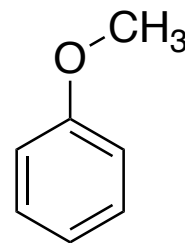
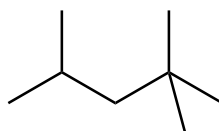
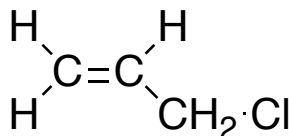
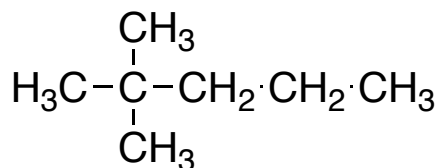
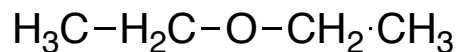
$^1\text{H}$  ทุกตัวเหมือนกันหมด  
ให้ 1 สัญญาณ



$^1\text{H}$  ที่แตกต่างกัน x กลุ่ม  
ให้ x สัญญาณ



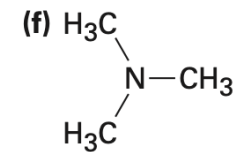
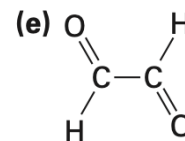
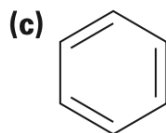
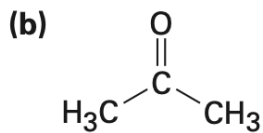
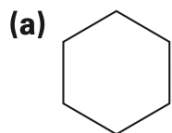
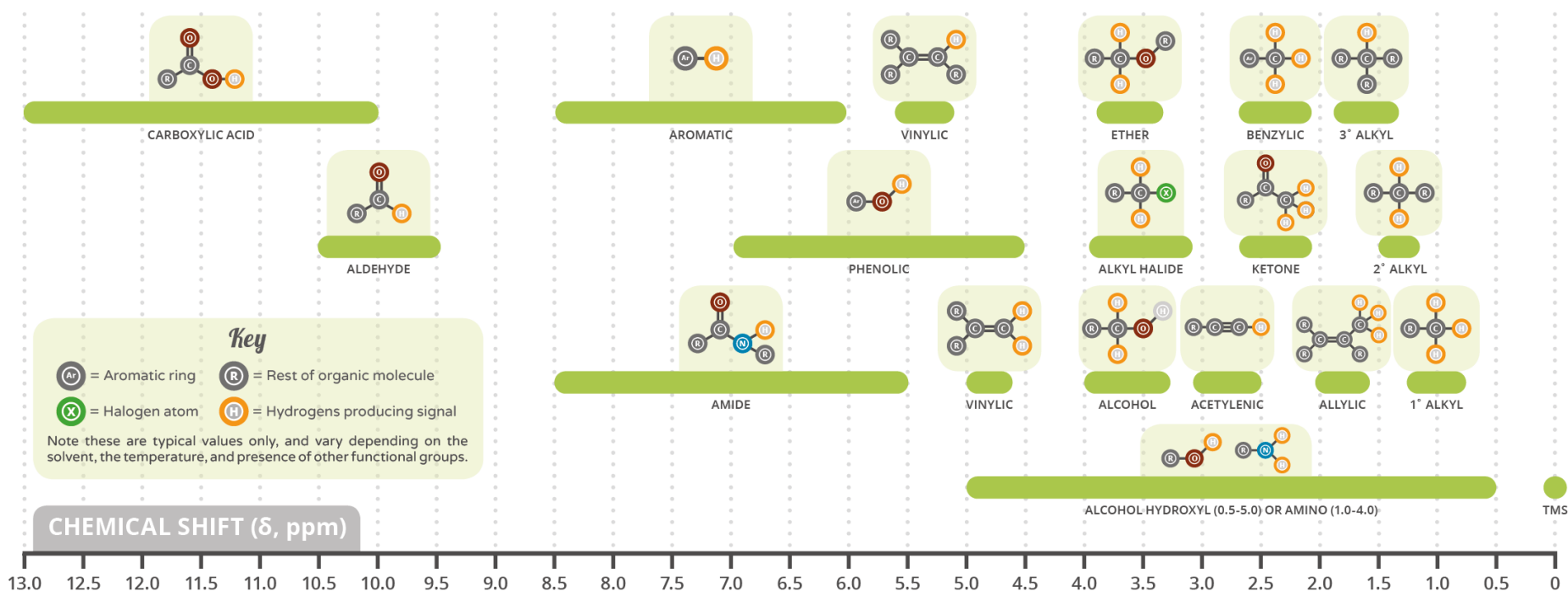
มี  $^1\text{H}$  ที่แตกต่างกัน 3 กลุ่ม ให้ 3 สัญญาณ



# $^1\text{H}$ Chemical shift ( $\delta$ )

บอกชนิดของโปรตอน

$^1\text{H}$  ที่มีสภาวะแวดล้อมทางเคมีแตกต่างกัน เกิดการเรโซแนนซ์ที่ความถี่ต่างกัน ค่า Chemical shift ต่างกัน ตามชนิดของ  $^1\text{H}$

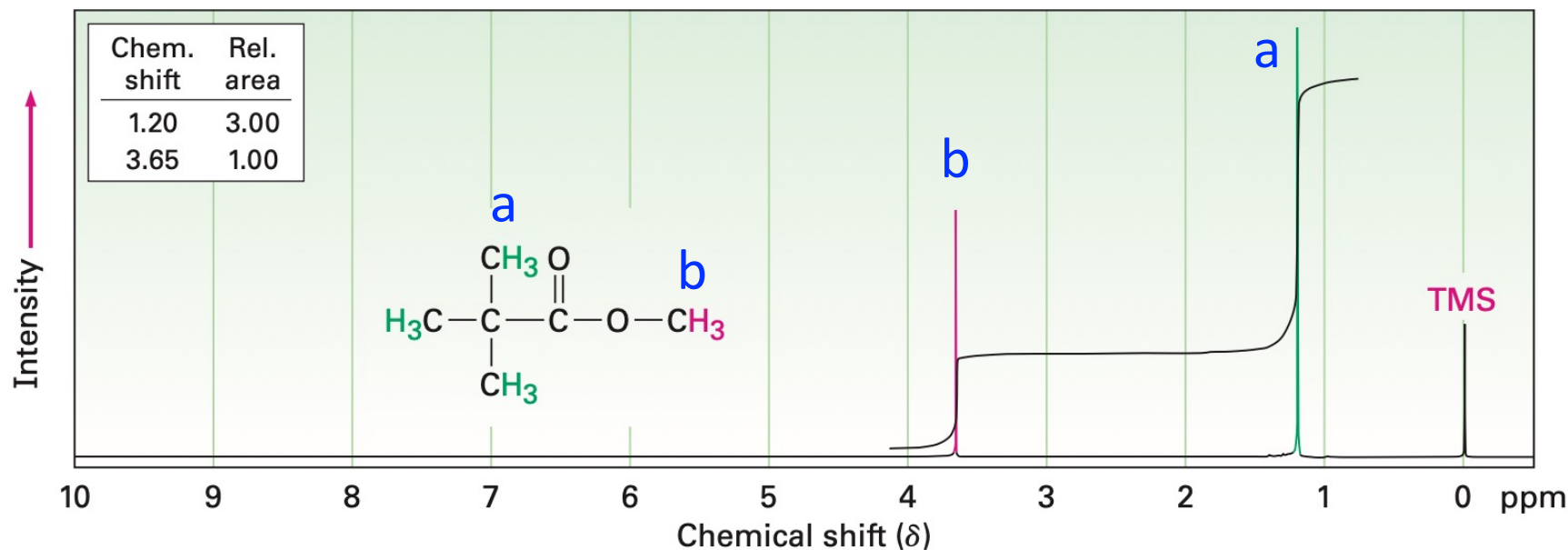




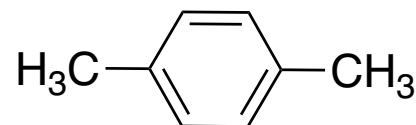
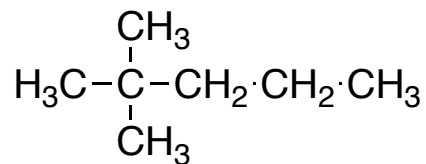
# Integration

บอกจำนวนของโปรตอน

พื้นที่ใต้พีค ของแต่ละสัญญาณ บอกสัดส่วนจำนวนโปรตอนที่ทำให้สัญญาณนั้น ๆ



สัดส่วนพื้นที่ใต้พีคของ a:b = 3:1 หรือ 9:3 ซึ่งสอดคล้องกับจำนวนโปรตอนของ a ( $\text{CH}_3$ )<sub>3</sub> และ b  $\text{OCH}_3$

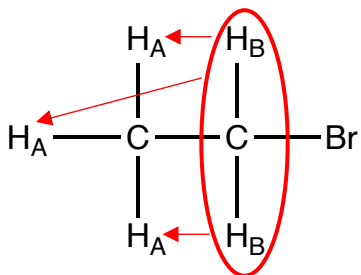
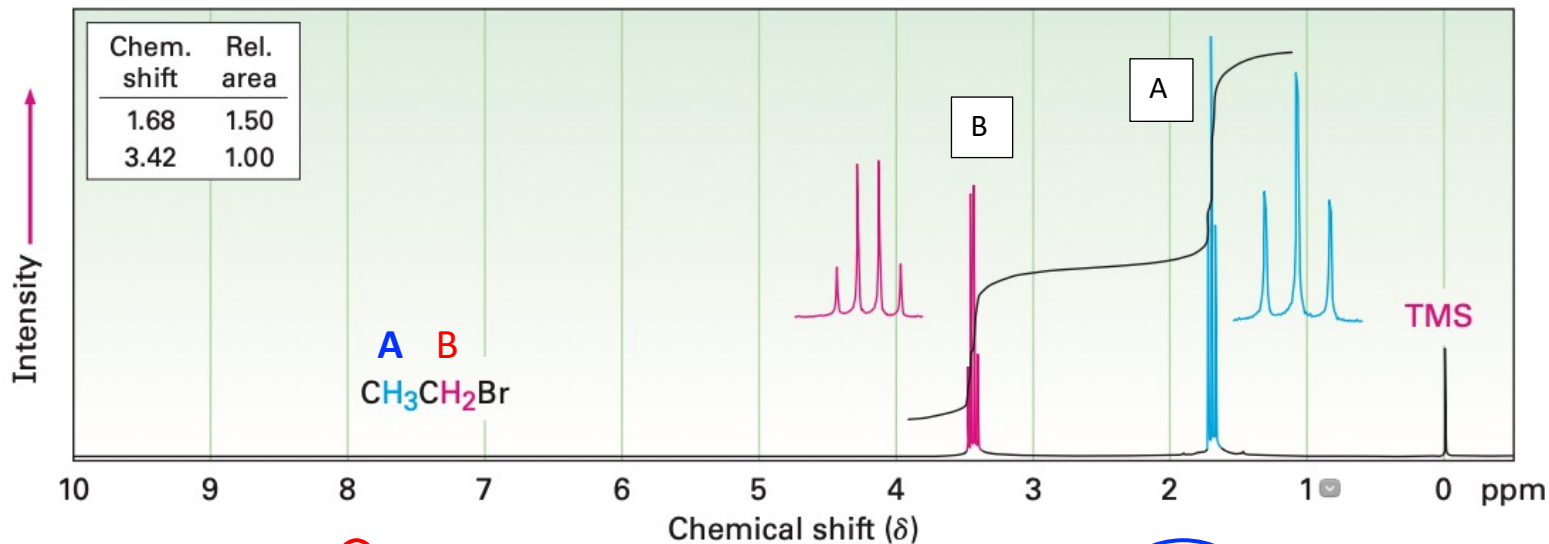


# Spin-spin splitting

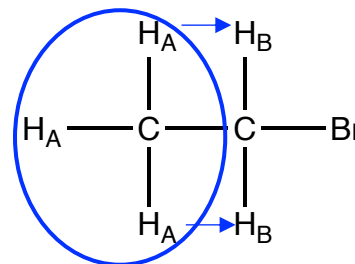
บอกจำนวนของโปรตอนข้างเคียง

N+1 Rule

สัญญาณจะเกิดการแยกออก (splitting) ตามจำนวนโปรตอนข้างเคียงที่แตกต่างกันบวหนึ่ง



$H_A$  ( $-CH_3$ ) มีโปรตอนข้างเคียง  $H_B$  ( $-CH_2Br$ ) 2 ตัว  
จึงแตกเป็น  $2+1 = 3$  พีค (triplet)



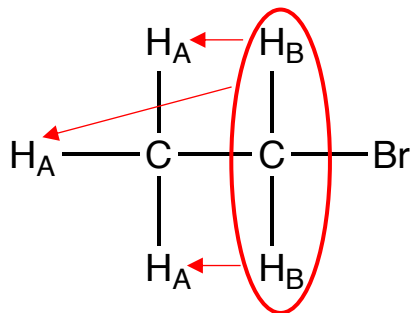
$H_B$  ( $-CH_2Br$ ) มีโปรตอนข้างเคียง  $H_A$  ( $-CH_3$ ) 3 ตัว  
จึงแตกเป็น  $3+1 = 4$  พีค (quartet)

# Spin-spin splitting

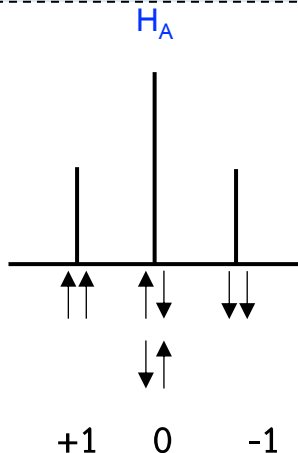
บอกจำนวนของโปรตอนข้างเคียง

## หลักการ

การแยกของพีคของโปรตอน เกิดจากการรับรู้ถึงการหมุนหรือสปินของโปรตอนที่อยู่ข้างเคียง



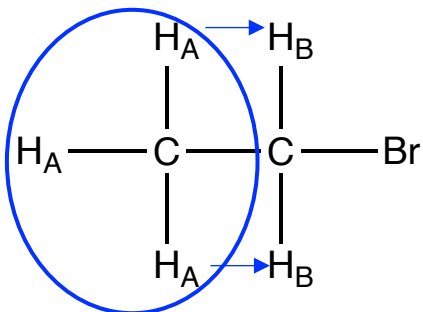
Net spin:



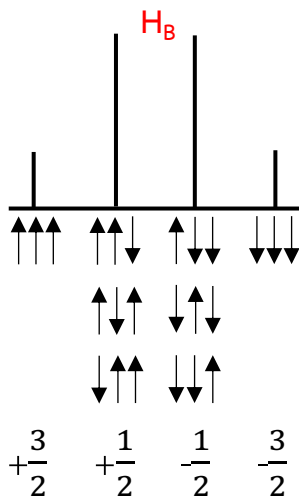
$H_A$  ( $CH_3$ ) รับรู้ถึงทิศทางการสปินของโปรตอน  $H_B$  ( $CH_2-Br$ ) ซึ่งมี 2 ตัว

$H_B$  2 ตัว จัดรูปแบบทิศทางการสปินได้ 3 รูปแบบ

$H_A$  เกิดการแยกของสัญญาณเป็น 3 พีค (Triplet)  
สัดส่วนของพีคเป็น 1:2:1



Net spin:



$H_B$  ( $CH_2-Br$ ) รับรู้ถึงทิศทางการสปินของโปรตอน  $H_A$  ( $CH_3$ ) ซึ่งมี 3 ตัว

$H_A$  3 ตัว จัดรูปแบบทิศทางการสปินได้ 4 รูปแบบ

$H_B$  เกิดการแยกของสัญญาณเป็น 4 พีค (Quartet)  
สัดส่วนของพีคเป็น 1:3:3:1

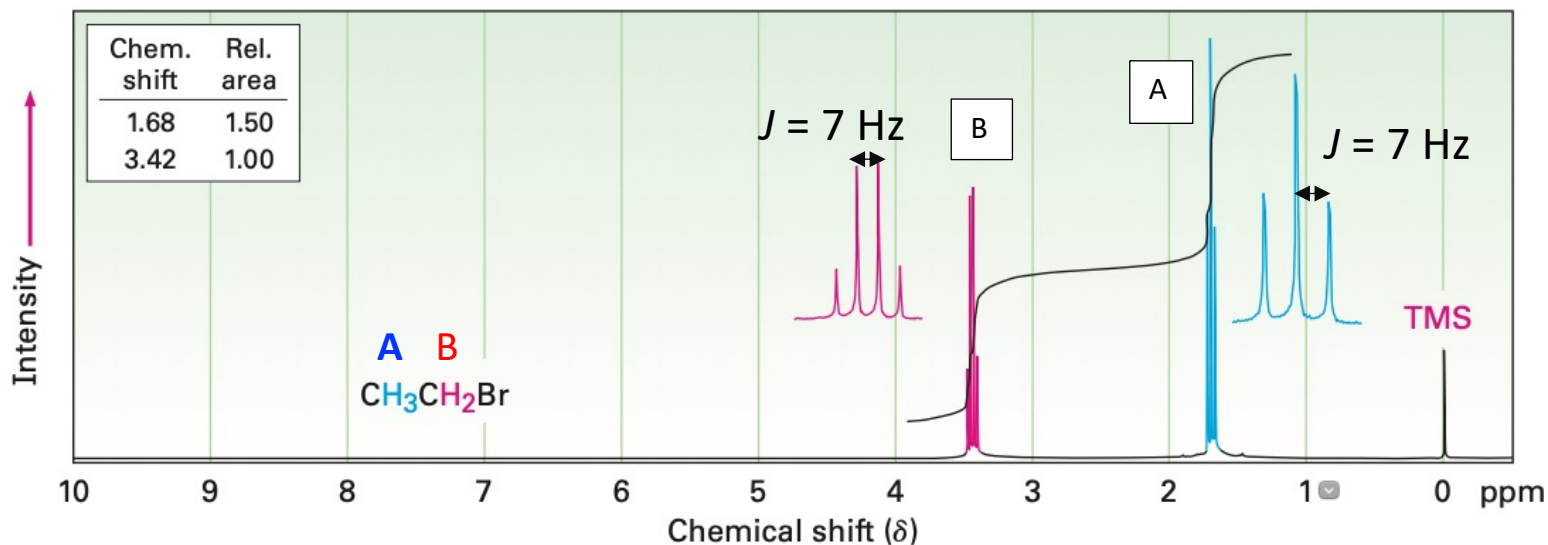
# Spin-spin splitting

บอกจำนวนของโปรตอนข้างเคียง

Coupling constant ( $J$ )

ค่าคงที่การคู่ควบ

ระยะห่างระหว่างพีคที่เกิดการแยก โปรตอนข้างเคียงที่เกิดการคู่ควบ (spin-spin coupling) กันจะมีค่า  $J$  เท่ากัน



$H_A$  มีค่า Coupling constant เท่ากับ  $H_B$  เท่ากับ 7 Hz

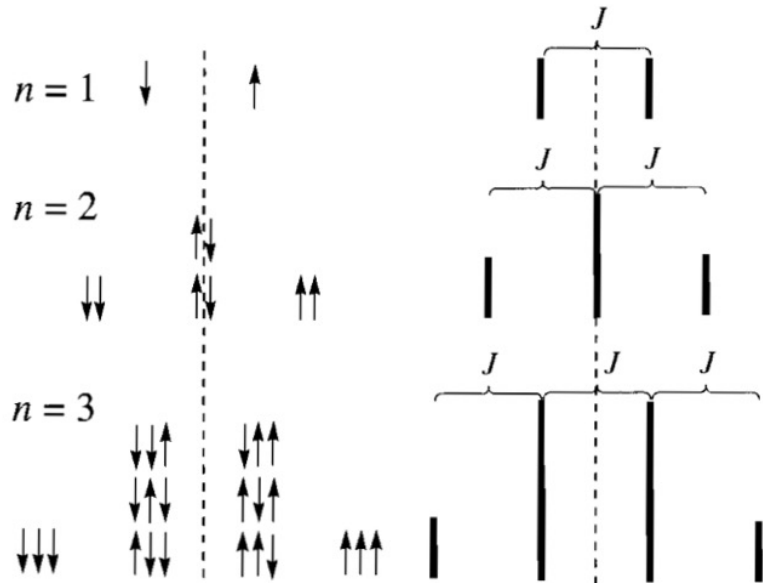
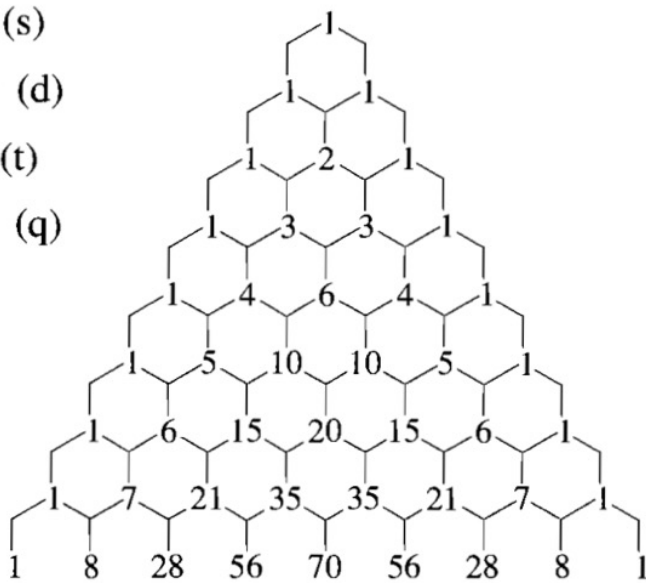
โปรตอนสองกลุ่มที่มีค่าคงที่คู่ควบเท่ากัน → โปรตอนสองกลุ่มนี้อยู่บนคาร์บอนที่อยู่ติดกันในโมเลกุล

# Spin-spin splitting

บอกจำนวนของโปรตอนข้างเคียง

Pascal's Triangle แสดงรูปแบบการแตกสัญญาณและสัดส่วนความเข้มของสัญญาณ

| $n$ Multiplicity | Relative Intensity | Spins           | Coupling Pattern |
|------------------|--------------------|-----------------|------------------|
| 0 Singlet (s)    |                    |                 |                  |
| 1 Doublet (d)    |                    | $n = 1$ ↓ ↑     | $J$              |
| 2 Triplet (t)    |                    | $n = 2$ ↓↓ ↑↑   | $J$ $J$          |
| 3 Quartet (q)    |                    | $n = 3$ ↓↓↓ ↑↑↑ | $J$ $J$ $J$      |
| 4 Quintet        |                    |                 |                  |
| 5 Sextet         |                    |                 |                  |
| 6 Septet         |                    |                 |                  |
| 7 Octet          |                    |                 |                  |
| 8 Nonet          |                    |                 |                  |



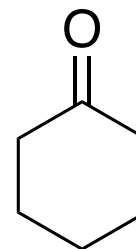
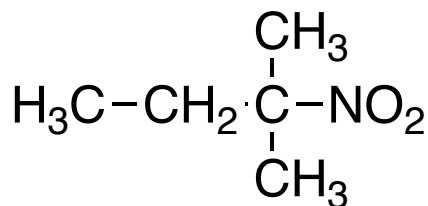
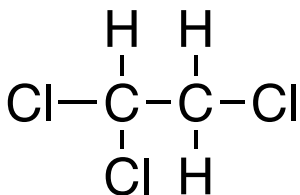
# Spin-spin splitting

บอกจำนวนของโปรตอนข้างเคียง

โปรตอนที่มีความเท่าเทียมกันทางเคมี ไม่เกิด splitting

โปรตอนที่มีโปรตอนข้างเคียง  $n$  ตัว จะเกิด splitting เป็น  $n+1$  พีค

โปรตอนสองกลุ่มที่เกิด coupling กันจะมีค่าคงที่การคู่ควบ  $J$  เท่ากัน



# $^1\text{H}$ -NMR Interpretation การแปลผลสเปกตรัม

## Peak count

จำนวนสัญญาณ

จำนวนกลุ่มโปรตอนที่แตกต่างกัน

## Chemical shift

ตำแหน่งสัญญาณ

ชนิดของโปรตอน

## Integration

พื้นที่ใต้พีค

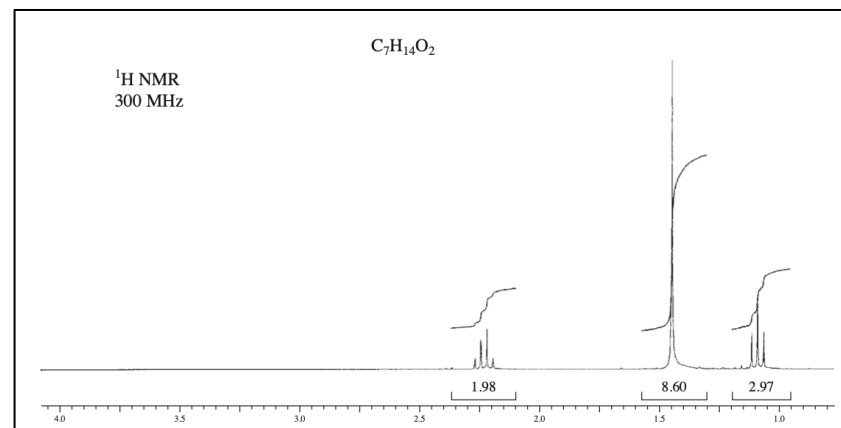
จำนวนของโปรตอน

## Splitting

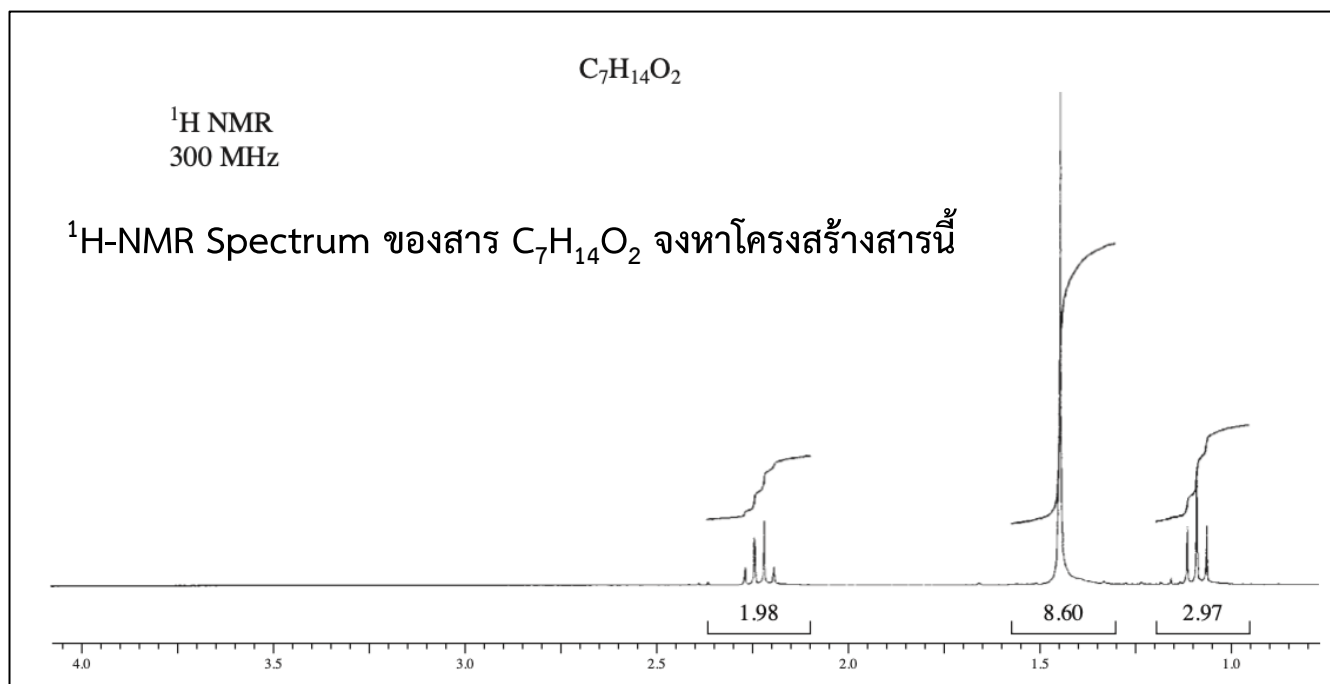
จำนวนพีคที่แยก

จำนวนของโปรตอนข้างเคียง

$^1\text{H}$ -NMR Spectrum ของสาร  $\text{C}_7\text{H}_{14}\text{O}_2$  จงหาโครงสร้างสารนี้



# <sup>1</sup>H-NMR Interpretation การแปลผลสเปกตรัม



**STEP 1** คำนวณค่า Index of hydrogen deficiency (IHD) **หาจำนวนพันธะคู่ พันธะสาม หรือวง**

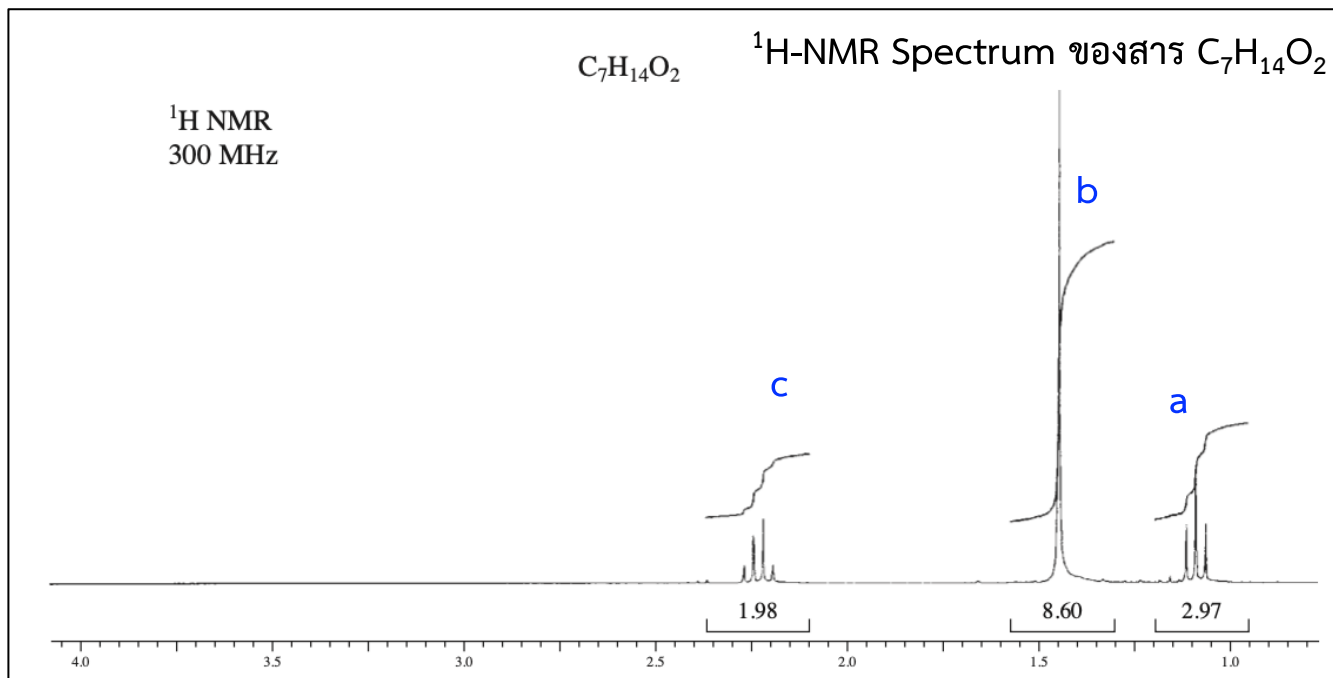
$$IHD = \frac{2C + 2 - H - X + N}{2}$$

เมื่อ C = จำนวนคาร์บอน H = จำนวนไฮโดรเจน  
X = จำนวนฮาโลเจน (F, Cl, Br, I) N = จำนวนไนโตรเจน

จากสูตรโมเลกุลของสาร C<sub>7</sub>H<sub>14</sub>O<sub>2</sub>  $IHD = \frac{2(7)+2-14}{2} = 1$  **แสดงว่า มี 1 พันธะคู่ หรือ 1 วง**



# $^1\text{H}$ -NMR Interpretation การแปลผลสเปกตรัม



**STEP 2** พิจารณาจำนวนสัญญาณ และการแยกของพีค

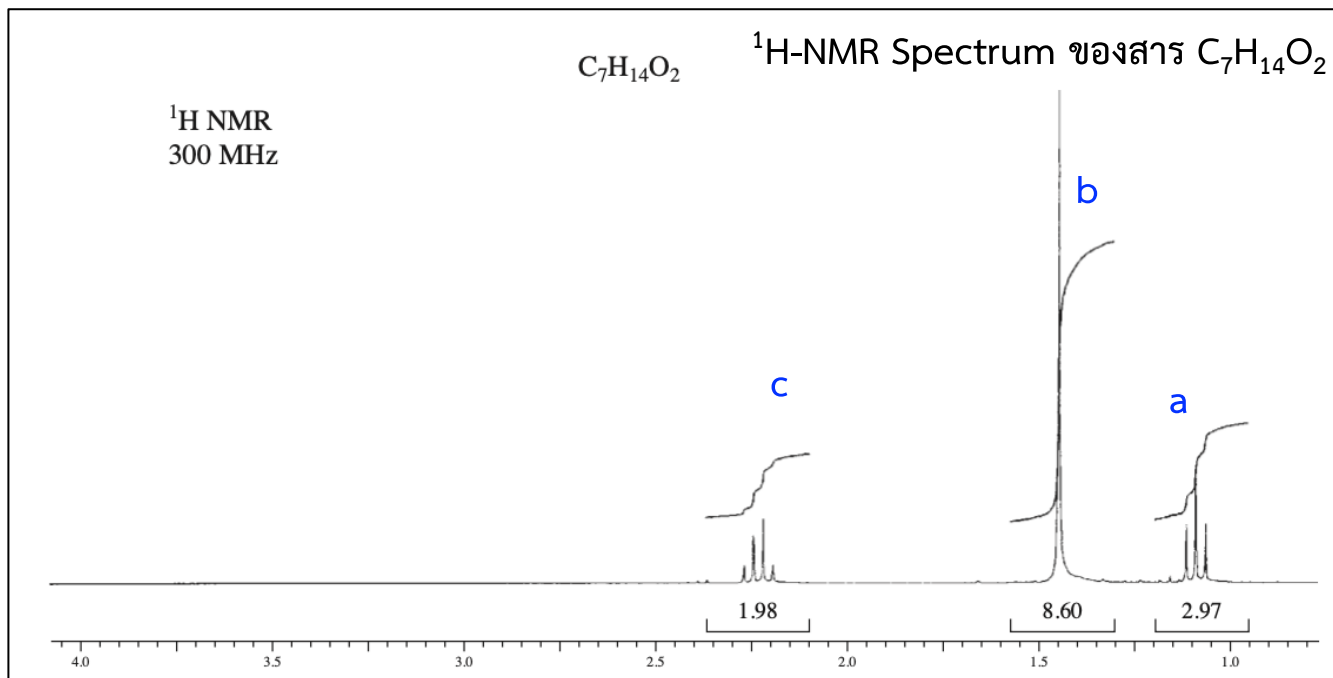
จำนวนสัญญาณ = 3

| สัญญาณ | $\delta$ (ppm) | Integration | Splitting |
|--------|----------------|-------------|-----------|
| a      | 1.10           | 2.97~3      | Triplet   |
| b      | 1.45           | 8.60~9      | Singlet   |
| c      | 2.25           | 1.98~2      | quartet   |

จากข้อมูลสรุปได้ว่า

- มีโปรตอนที่แตกต่างกัน 3 กลุ่ม
- กลุ่ม a และ c อยู่ติดกัน (สังเกตจากรูปแบบ splitting)
- กลุ่ม b ติดกับคาร์บอนที่ไม่มีโปรตอน (เป็น Singlet)

# $^1\text{H}$ -NMR Interpretation การแปลผลสเปกตรัม



**STEP 3** พิจารณาตำแหน่งสัญญาณ และจำนวนโปรตอนในแต่ละสัญญาณ

| สัญญาณ | $\delta$ (ppm) | Integration | Splitting |
|--------|----------------|-------------|-----------|
| a      | 1.10           | 2.97~3      | Triplet   |
| b      | 1.45           | 8.60~9      | Singlet   |
| c      | 2.25           | 1.98~2      | quartet   |

จากข้อมูลสรุปได้ว่า

- กลุ่ม a เป็น  $-\text{CH}_3$  ที่อยู่ห่างจากธาตุที่ EN สูง
- กลุ่ม b เป็น  $-\text{CH}_3$  3 หมู่ที่เกาะอยู่บน quaternary carbon (ไม่มีโปรตอน)
- กลุ่ม c เป็น  $-\text{CH}_2$  ที่ติดกับคาร์บอนของหมู่คาร์บอนิล ( $\text{C}=\text{O}$ )

# $^1\text{H-NMR}$ Interpretation การแปลผลสเปกตรัม

**STEP 4** นำข้อมูลมาประกอบกันเป็นโครงสร้างที่คาดว่าเป็นไปได้ และระบุตำแหน่งของโปรตอนแต่ละกลุ่ม

1. จากสูตรโมเลกุลของสาร  $\text{C}_7\text{H}_{14}\text{O}_2$  IHD=1

แสดงว่า มี 1 พันธะคู่ หรือ 1 วง

2. พิจารณาจำนวนสัญญาณ และการแยกของพีค

- มีโปรตอนที่แตกต่างกัน 3 กลุ่ม

- กลุ่ม a และ c อยู่ติดกัน (สังเกตจากรูปแบบ splitting)

- กลุ่ม b ติดกับคาร์บอนที่ไม่มีโปรตอน (เป็น Singlet)

| สัญญาณ | $\delta$ (ppm) | Integration | Splitting |
|--------|----------------|-------------|-----------|
| a      | 1.10           | 2.97~3      | Triplet   |
| b      | 1.45           | 8.60~9      | Singlet   |
| c      | 2.25           | 1.98~2      | quartet   |

3. พิจารณาตำแหน่งสัญญาณ

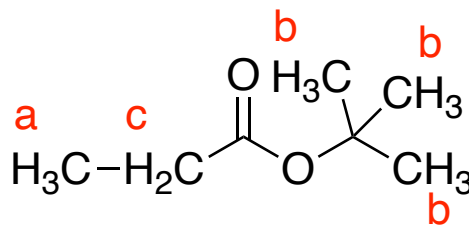
และจำนวนโปรตอนในแต่ละสัญญาณ

- กลุ่ม a เป็น  $-\text{CH}_3$  ที่อยู่ห่างจากธาตุที่ EN สูง

- กลุ่ม b เป็น  $-\text{CH}_3$  3 หมู่ที่เกาะอยู่บน quaternary carbon (ไม่มีโปรตอน)

- กลุ่ม c เป็น  $-\text{CH}_2$  ที่ติดกับคาร์บอนของหมู่คาร์บอนิล ( $\text{C}=\text{O}$ )

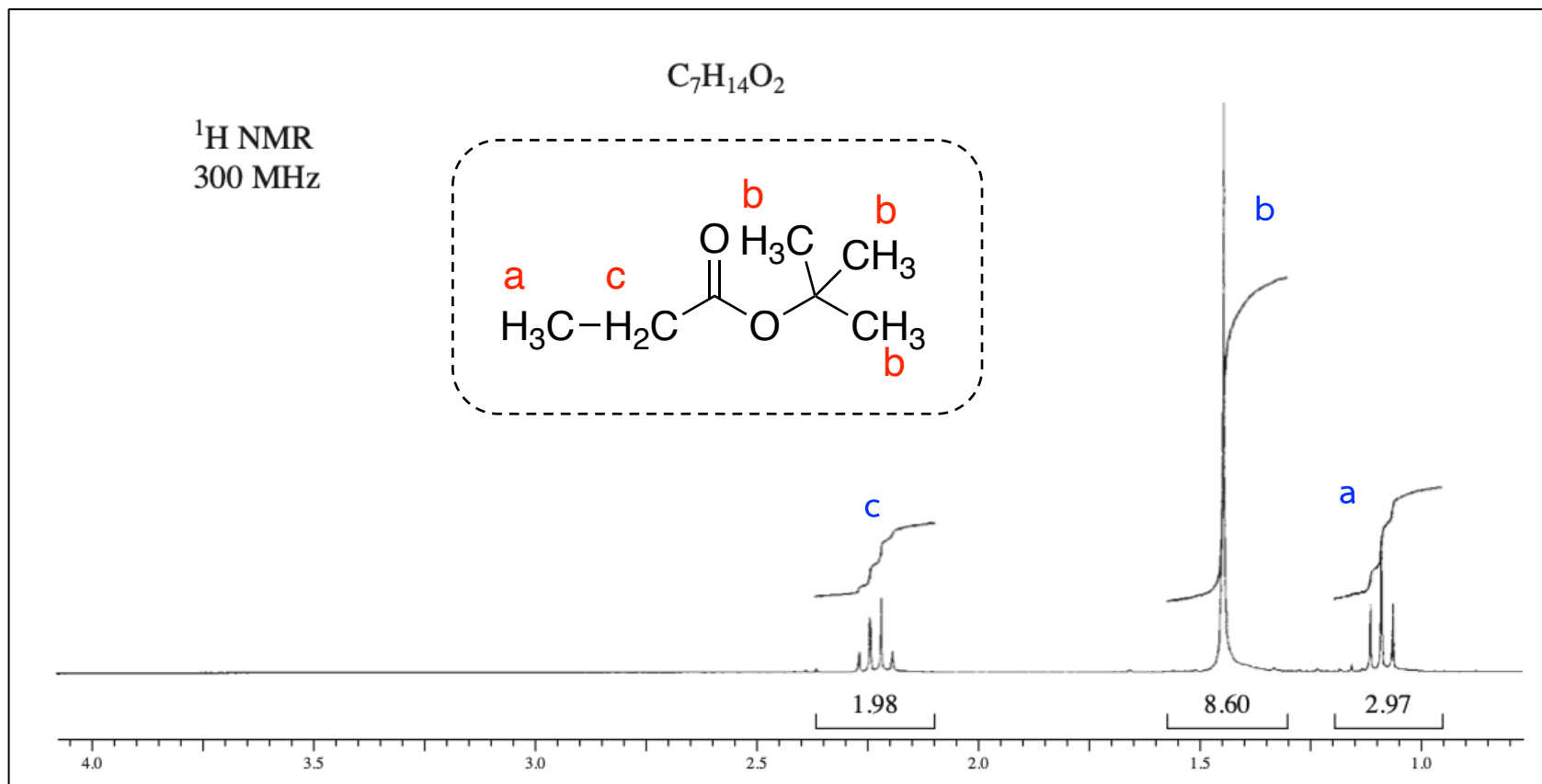
โครงสร้างที่คาดว่าเป็นไปได้



# <sup>1</sup>H-NMR Interpretation การแปลผลสเปกตรัม

**STEP 5** ตรวจสอบและเปรียบเทียบโครงสร้างที่ได้กับสเปกตรัม

<sup>1</sup>H-NMR Spectrum ของสาร C<sub>7</sub>H<sub>14</sub>O<sub>2</sub>



# $^{13}\text{C}$ -NMR spectroscopy

คาร์บอน-12 ( $^{12}\text{C}$ ) เป็นไอโซโทปที่พบมากที่สุดถึง 99.98% ( $I = 0$ )



ไม่สามารถวิเคราะห์ด้วย NMR ได้

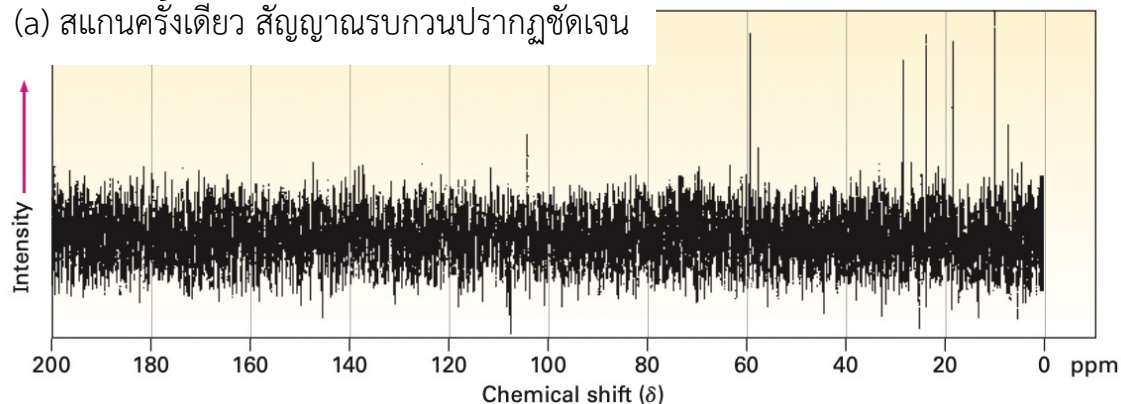
คาร์บอน-13 ( $^{13}\text{C}$ ) เป็นไอโซโทปที่พบ 1.1% ( $I = 1/2$ )



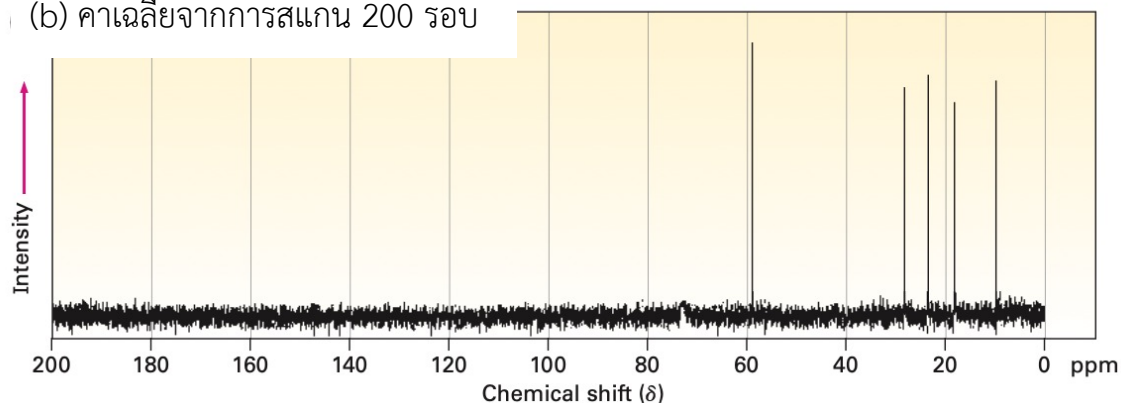
สามารถวิเคราะห์ด้วย NMR ได้

$^{13}\text{C}$ -NMR สเปกตรัมของ 1-pentanol

(a) สแกนครั้งเดียว สัญญาณรบกวนปรากฏชัดเจน



(b) ค่าเฉลี่ยจากการสแกน 200 รอบ



เปรียบเทียบ  $^{13}\text{C}$ - $^1\text{H}$

- $^{13}\text{C}$  มีสัญญาณการเกิดเรโซแนนซ์

อ่อนกว่าโปรตอน 6,000 เท่า

- $^{13}\text{C}$  เกิดเรโซแนนซ์ที่ความถี่ต่ำกว่า

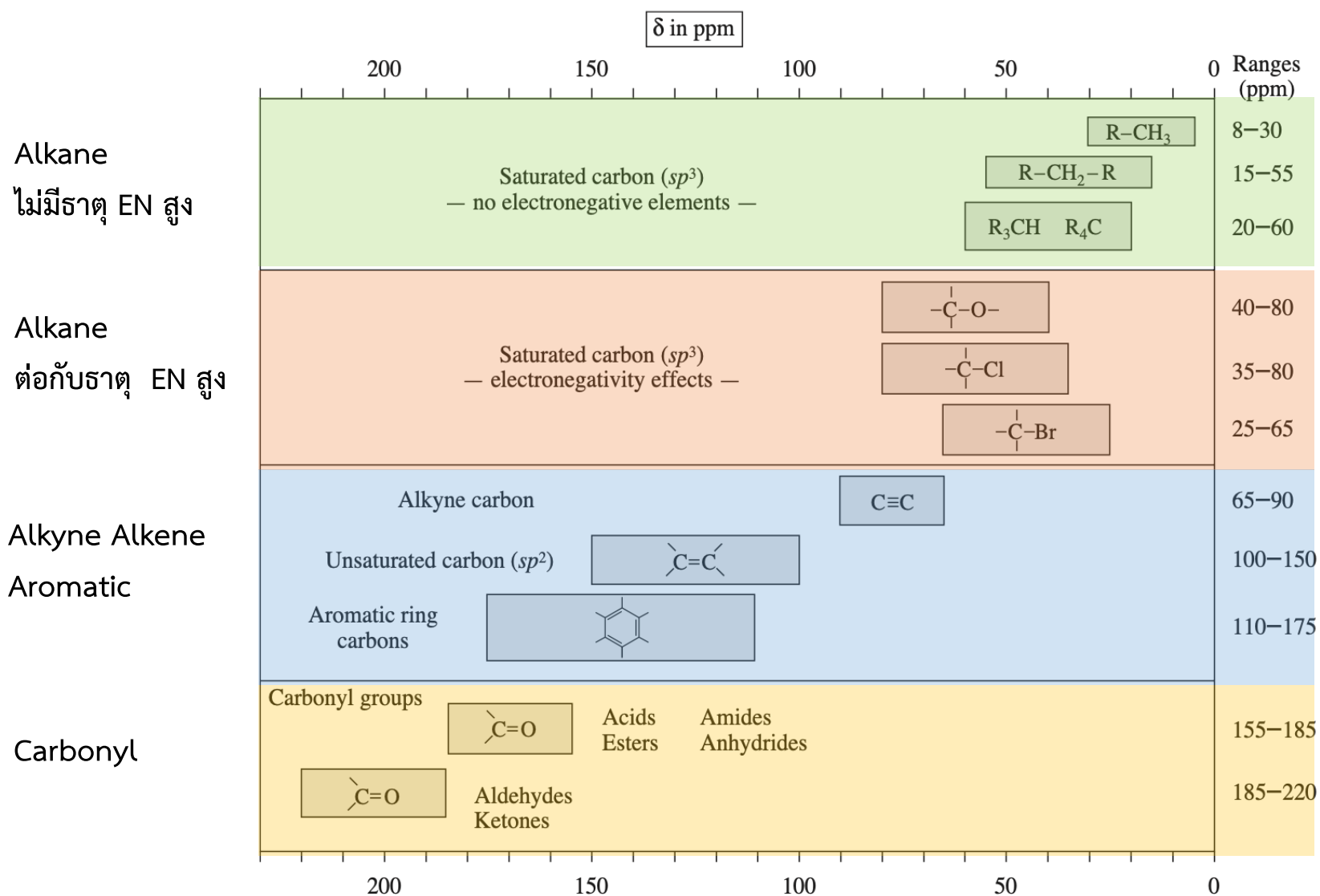
โปรตอน 4 เท่า ( $^1\text{H}$  เกิดที่ 300 MHz,

$^{13}\text{C}$  เกิดที่ 75 MHz)

-การวัด  $^{13}\text{C}$ -NMR ต้องทำการสแกนซ้ำ

หลายครั้งแล้วหาค่าเฉลี่ยของสัญญาณ

# $^{13}\text{C}$ -NMR Chemical shift



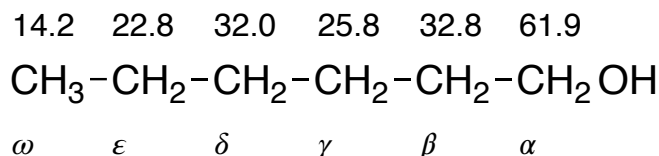
# $^{13}\text{C}$ Chemical shift

## ปัจจัยที่ส่งผลต่อค่า Chemical shift

### Electronegativity effects

(ผลของการดึงอิเล็กตรอนโดยธาตุ EN สูง)

## ส่งผลคล้ายกับโปรตอน



คาร์บอนที่อยู่ใกล้ธาตุ EN สูง



ถูกดึงอิเล็กตรอนที่ล้อมรอบนิวเคลียส



การถูกบดบังจากสนามแม่เหล็กลดลง (Deshielding)



ได้รับอิทธิพลจากสนามแม่เหล็กมากขึ้น



เรโซแนนซ์ที่ค่า chemical shift สูงขึ้น

### Hybridization effect

(ผลของไฮบริดเซชัน)

%s character สูงขึ้น



ค่า chemical shift สูงขึ้น (deshielded)

$\delta$   $sp^2$  carbon >  $\delta$   $sp^3$  carbon  
(Alkene aromatic > Alkane)

C=O carbon > C=C carbon  
(เนื่องจากผลของ EN, O ดึงอิเล็กตรอน > C)

### Diamagnetic Anisotropy

(ผลของไดอะแมกเนติกแอนไอโซโทปี)

สารประกอบที่มีพันธะไพ ( $\pi$ -bond)



Alkene Aromatic

มีค่า chemical shift สูง (deshielded)

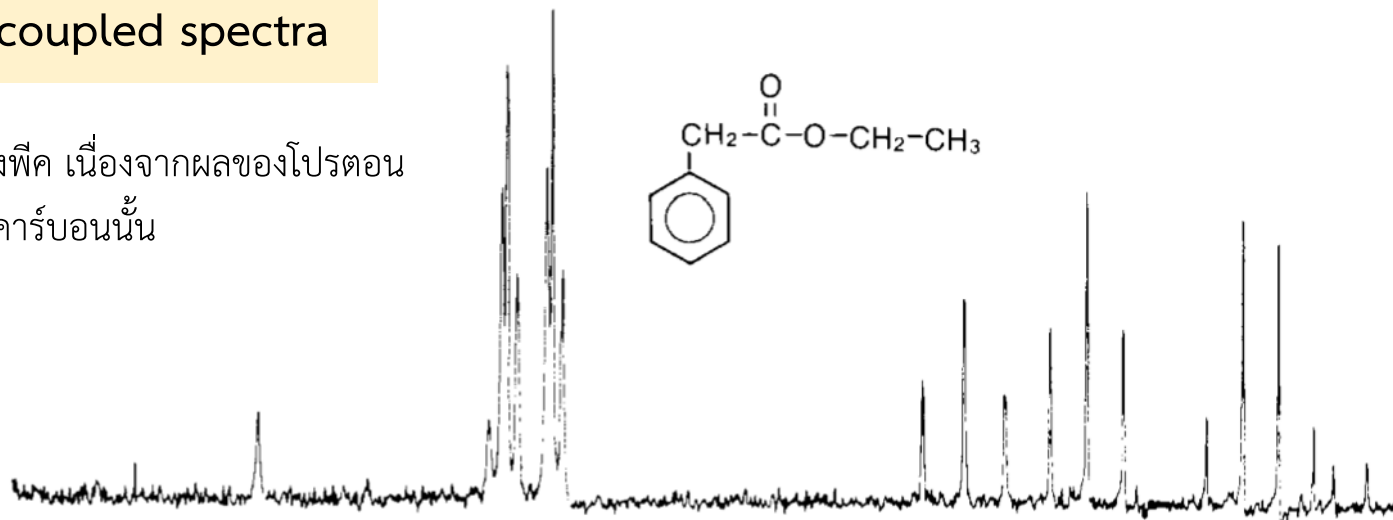
Alkyne

มีค่า chemical shift ต่ำกว่า (shielded)

# $^{13}\text{C}$ NMR Spectrum

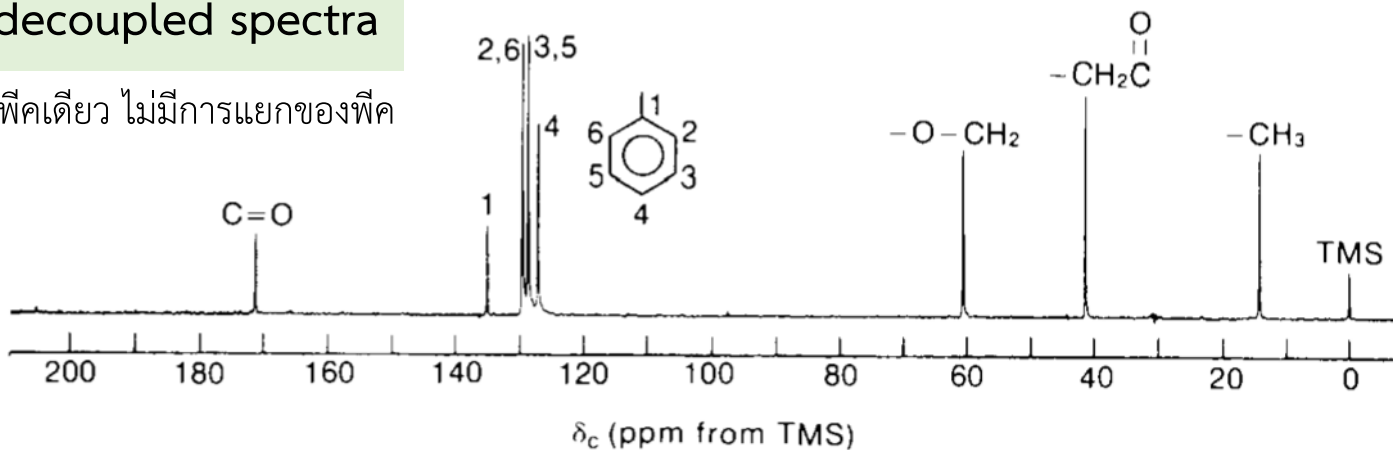
## Proton-coupled spectra

มีการแยกของพีค เนื่องจากผลของโปรตอน  
ที่เกาะอยู่บนคาร์บอนนั้น



## Proton-decoupled spectra

ปรากฏเป็นพีคเดี่ยว ไม่มีการแยกของพีค



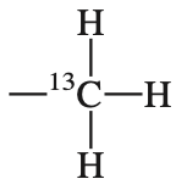


# $^{13}\text{C}$ NMR Spectrum

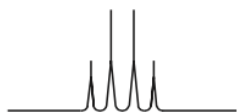
## Proton-coupled spectra

มีการแยกของพีค เนื่องจากผลของโปรตอนที่อยู่บนคาร์บอนนั้น ตามกฎ  $n+1$

3 protons

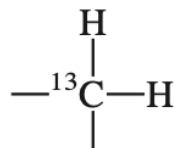


$$n + 1 = 3 + 1 = 4$$

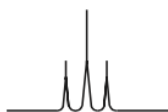


Methyl carbon

2 protons

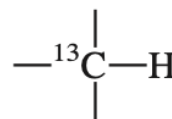


$$n + 1 = 2$$

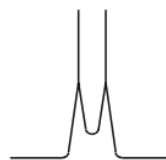


Methylene carbon

1 proton

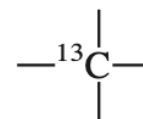


$$n + 1 = 1$$

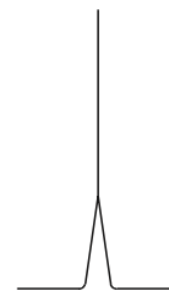


Methine carbon

0 protons



$$n + 1 = 1$$



Quaternary carbon

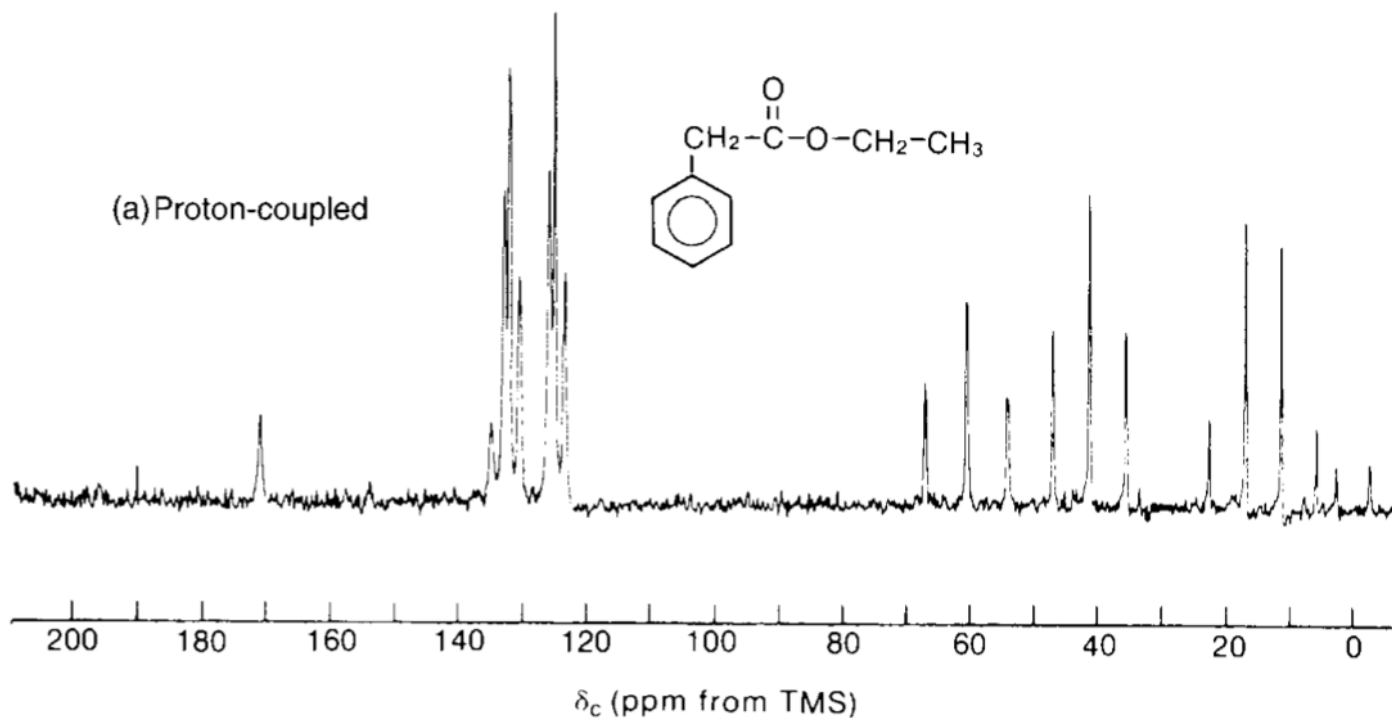
มีประโยชน์มาก ในการบอกชนิดของคาร์บอน ว่าเป็น  $\text{CH}_3$   $\text{CH}_2$   $\text{CH}$  หรือ  $-\text{C}-$

การแยกของสัญญาณ จะเกิดการทับซ้อนกันมากขึ้นในสารโมเลกุลขนาดใหญ่ ทำให้การแปลผลสเปกตรัมทำได้ยาก

# $^{13}\text{C}$ NMR Spectrum

Proton-coupled spectra

สาร Ethyl phenylacetate

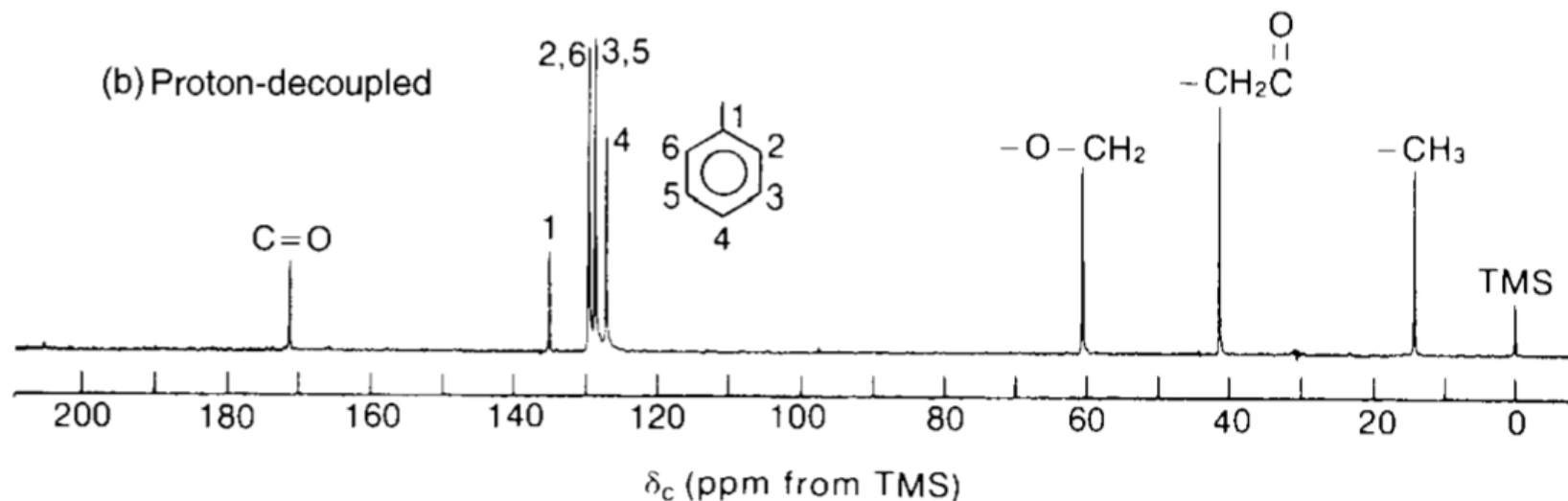


# $^{13}\text{C}$ NMR Spectrum

## Proton-decoupled spectra

การตัดการคู่ควบ (decoupling) ระหว่าง  $^{13}\text{C}$  และ  $^1\text{H}$  ดังนั้นการเกิดเรโซแนนซ์ ของ  $^{13}\text{C}$  จะปรากฏสัญญาณเป็นพีคเดี่ยว (Singlet) เท่านั้น

สาร Ethyl phenylacetate

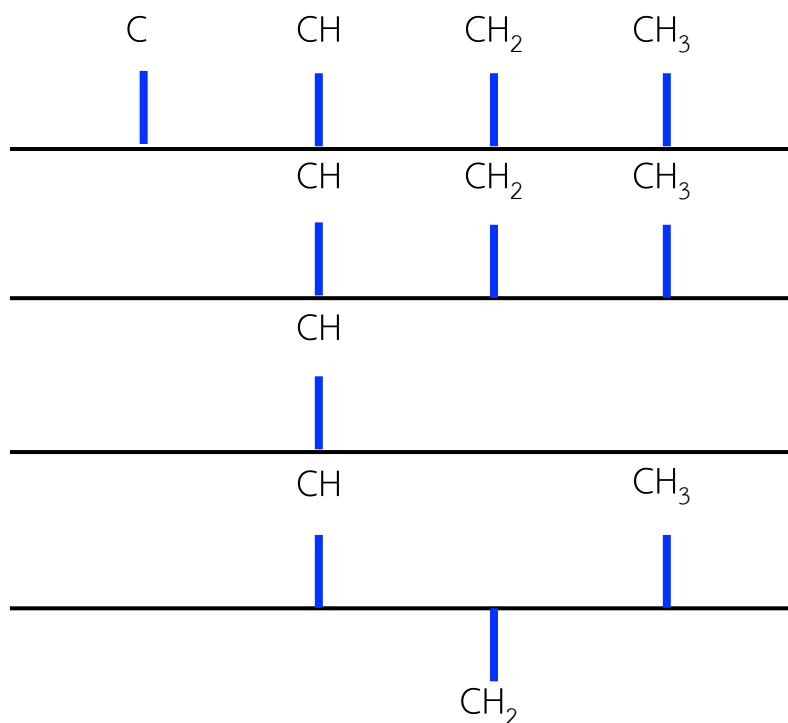


# DEPT $^{13}\text{C}$ NMR Spectrum

Distortionless Enhancement by Polarization Transfer (DEPT)

นิยมใช้เพื่อแบ่งชนิดของคาร์บอนตามจำนวนไฮโดรเจนที่เกาะอยู่ ได้แก่ methyl ( $\text{CH}_3$ ) methylene ( $\text{CH}_2$ ) methine ( $\text{CH}$ )

DEPT ที่นิยมใช้



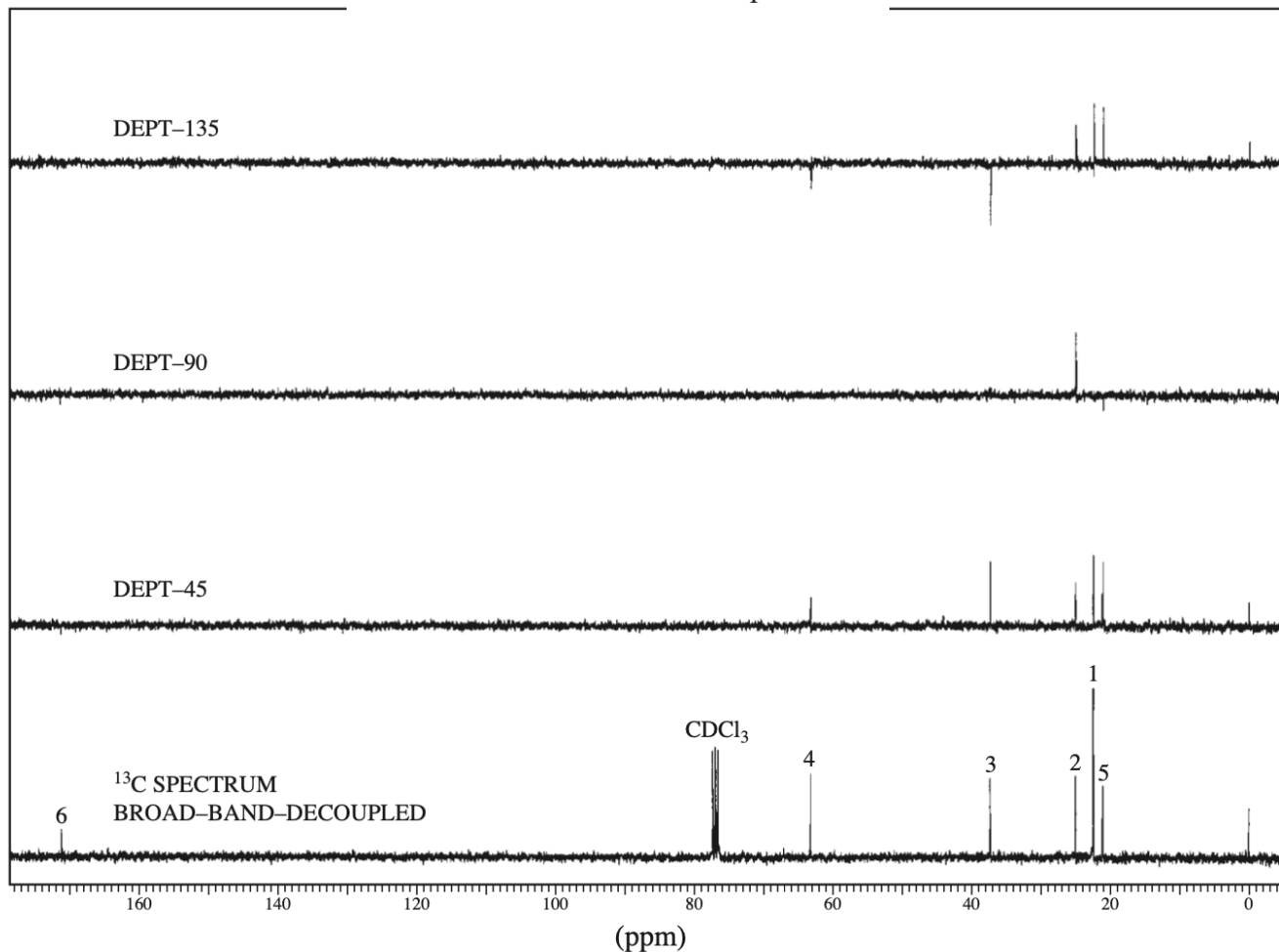
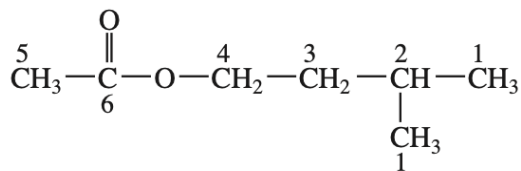
$^{13}\text{C}$  Broadband-decoupled

DEPT 45

DEPT 90

DEPT 135

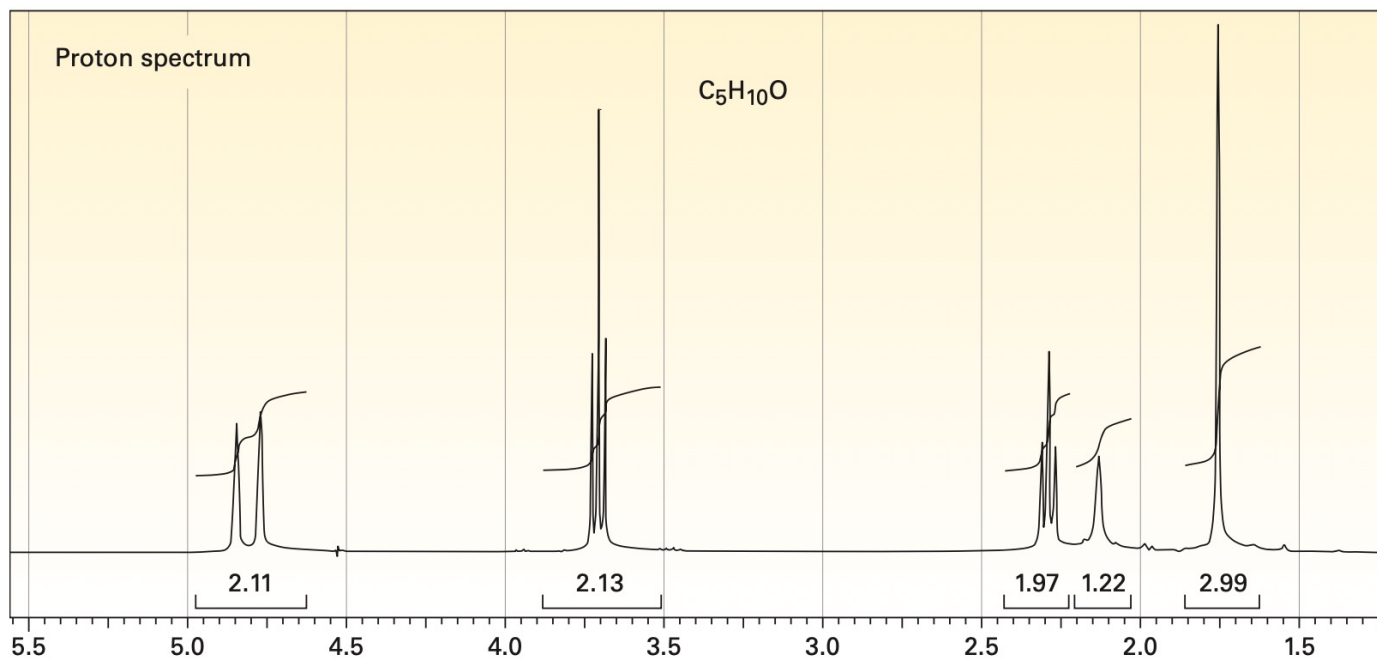
## ตัวอย่าง



# DEPT $^{13}\text{C}$ NMR Spectrum

ตัวอย่าง สารประกอบ  $\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}$  มีสเปกตรัม  $^{13}\text{C}$ -NMR และ  $^1\text{H}$ -NMR ดังนี้ จงหาสูตรโครงสร้างของสารนี้

| Normal Carbon | DEPT-135 | DEPT-90 |
|---------------|----------|---------|
| 22.2 ppm      | Positive | No peak |
| 40.9          | Negative | No peak |
| 60.2          | Negative | No peak |
| 112.5         | Negative | No peak |
| 142.3         | No peak  | No peak |



# $^{13}\text{C}$ -NMR Interpretation การแปลผลสเปกตรัม

## Peak count

จำนวนสัญญาณ

จำนวนกลุ่มคาร์บอนที่ต่างกัน

## Chemical shift

ตำแหน่งสัญญาณ

ชนิดของคาร์บอน

## DEPT

ชนิดของคาร์บอน

$\text{CH}_3$   $\text{CH}_2$   $\text{CH}$   $\text{C}$

## Splitting

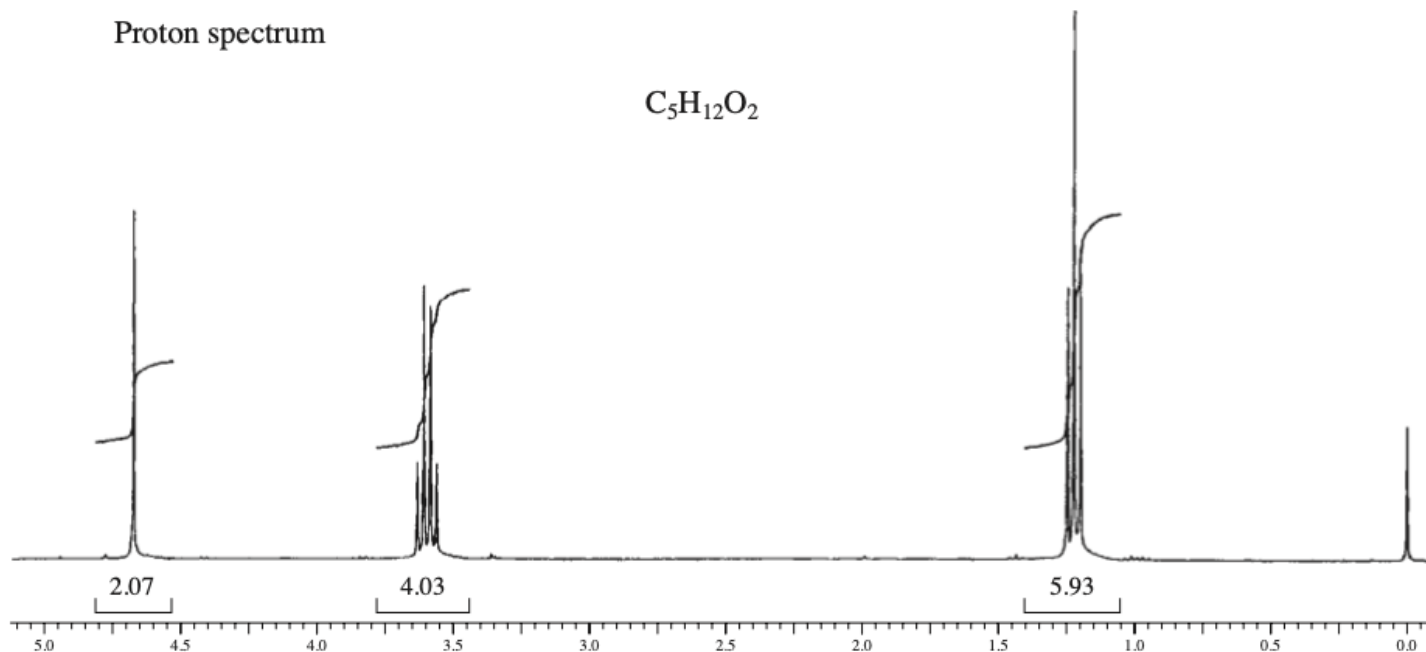
จำนวนพีคที่แยก

จำนวนของโปรตอนที่เกี่ยวข้องกับคาร์บอนนั้น  
(เฉพาะ Proton-coupled spectra)

# $^{13}\text{C}$ NMR Interpretation

**ตัวอย่าง** จงหาโครงสร้างของสารที่มีสูตรโมเลกุล  $\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}_2$  โดยมีสเปกตรัมของ  $^1\text{H}$ -NMR ดังรูป ในสเปกตรัม  $^{13}\text{C}$ -NMR ปรากฏ 3 พีค โดยมีผลการทดลองจากเทคนิค DEPT-135 และ DEPT-90 แสดงดังตาราง

| Normal Carbon | DEPT-135 | DEPT-90 |
|---------------|----------|---------|
| 15 ppm        | Positive | No peak |
| 63            | Negative | No peak |
| 95            | Negative | No peak |





# <sup>13</sup>C NMR Interpretation

**STEP 1** คำนวณค่า Index of hydrogen deficiency (IHD)    หาจำนวนพันธะคู่ พันธะสาม หรือวง

$$IHD = \frac{2C + 2 - H - X + N}{2}$$

เมื่อ C = จำนวนคาร์บอน    H = จำนวนไฮโดรเจน  
X = จำนวนฮาโลเจน (F, Cl, Br, I)    N = จำนวนไนโตรเจน

จากสูตรโมเลกุลของสาร C<sub>5</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>     $IHD = \frac{2(5)+2-12}{2} = 0$     แสดงว่า ไม่มี พันธะคู่ หรือวง

**STEP 2** พิจารณา Proton-decoupled spectra    บอกจำนวนคาร์บอนที่แตกต่างกันทั้งหมดในโครงสร้าง

จากสเปกตรัม <sup>13</sup>C-NMR ปรากฏ 3 พีค แต่จากสูตรโมเลกุล C<sub>5</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub> มี 5 คาร์บอน

แสดงว่า มีสมมาตรในโมเลกุล (มีคาร์บอนที่เหมือนกันมากกว่าหนึ่งตัว)

# $^{13}\text{C}$ NMR Interpretation

## STEP 3 พิจารณาผล DEPT spectrum บอกชนิดของคาร์บอน

จากตาราง DEPT NMR สามารถสรุปชนิดของคาร์บอนได้ ดังนี้

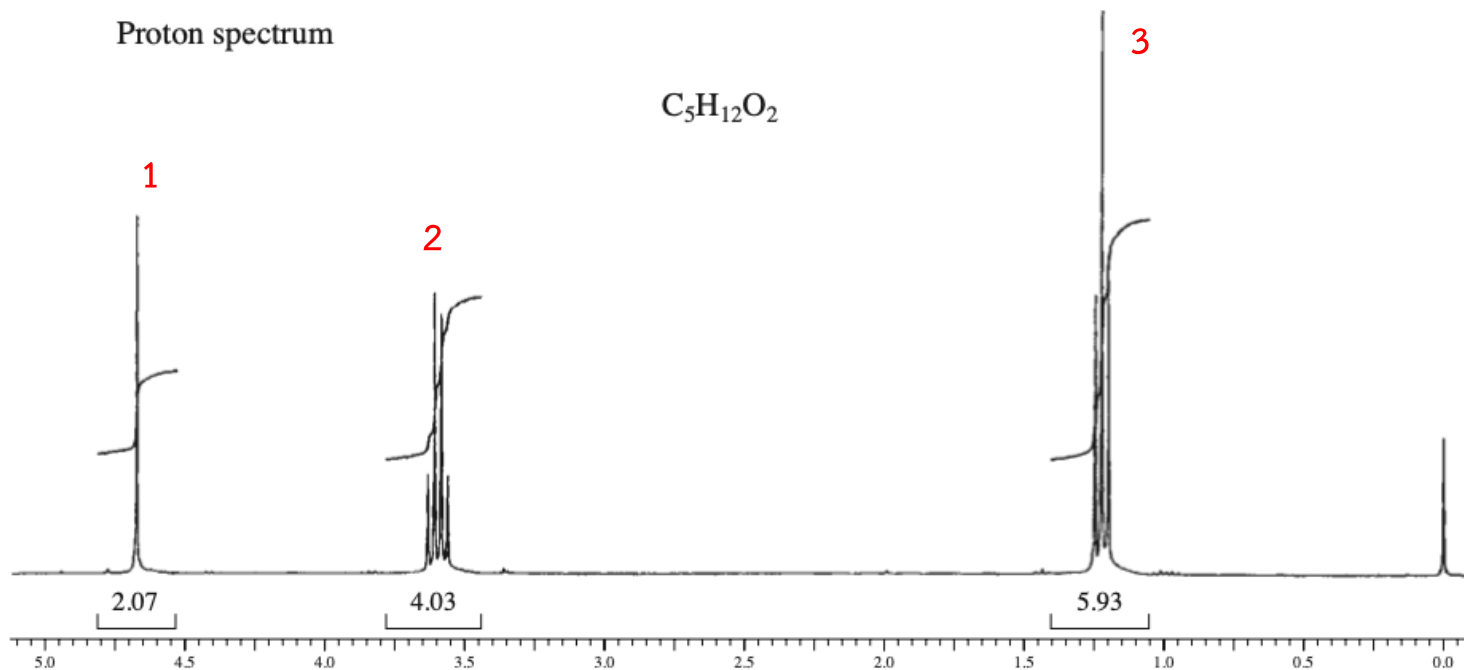
| Carbon | Normal Carbon | DEPT-135 | DEPT-90 | Carbon type   |
|--------|---------------|----------|---------|---------------|
| C1     | 15 ppm        | Positive | No peak | $\text{CH}_3$ |
| C2     | 63            | Negative | No peak | $\text{CH}_2$ |
| C3     | 95            | Negative | No peak | $\text{CH}_2$ |

จากค่า chemical shift ของ  $^{13}\text{C}$  สามารถสรุปได้ ดังนี้

- C1 เป็นหมู่  $\text{CH}_3$  ที่ไม่ติดกับธาตุ EN สูง (Alkane)
- C2 และ C3 เป็นหมู่  $\text{CH}_2$  ที่ติดกับธาตุ EN สูง ซึ่งในที่นี้คือ O จากสูตรโมเลกุล
- C3 อยู่ใกล้ O มากกว่า C2 และ C1 ตามลำดับ

# $^{13}\text{C}$ NMR Interpretation

**STEP 4** พิจารณา  $^1\text{H}$ -NMR spectrum บอกการจัดเรียงตัวของโปรตอนทั้งหมดในโครงสร้าง



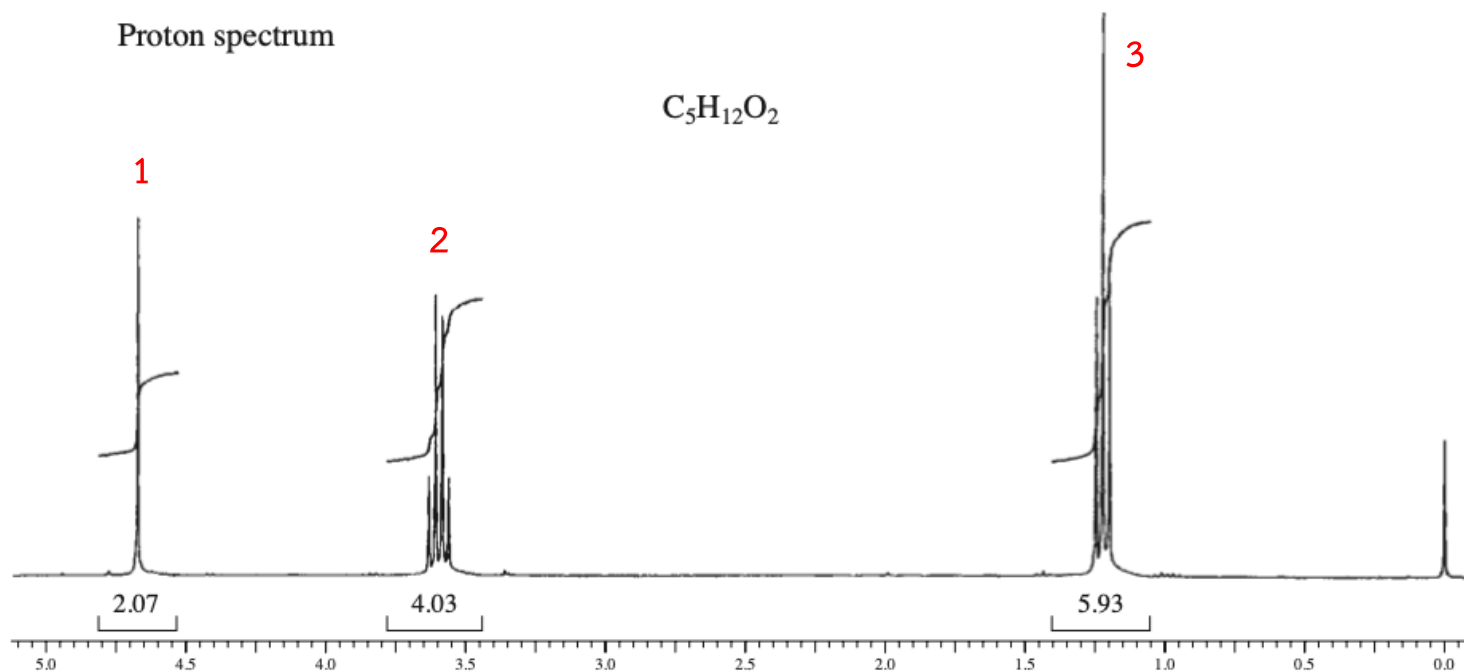
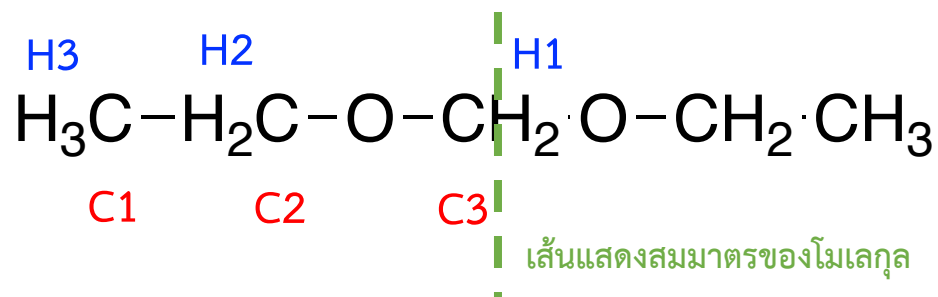
| Proton | Chemical shift (ppm) | Integration | Splitting |
|--------|----------------------|-------------|-----------|
| H1     | 4.70                 | 2.07~2      | Singlet   |
| H2     | 3.60                 | 4.03~4      | Quartet   |
| H3     | 1.20                 | 5.93~6      | Triplet   |

Total 12

- H1 คือ  $\text{CH}_2$  ซึ่งติดกับธาตุที่มี EN สูง คือ ออกซิเจน และไม่ติดกับคาร์บอนที่มีโปรตอนเกาะอยู่ จึงปรากฏเป็น singlet
- H2 คือ หมู่  $\text{CH}_2$  2 กลุ่มที่เหมือนกัน ซึ่งอยู่ใกล้กับธาตุที่มี EN สูง
- H2 อยู่ติดกับ H3 ดูจาก splitting

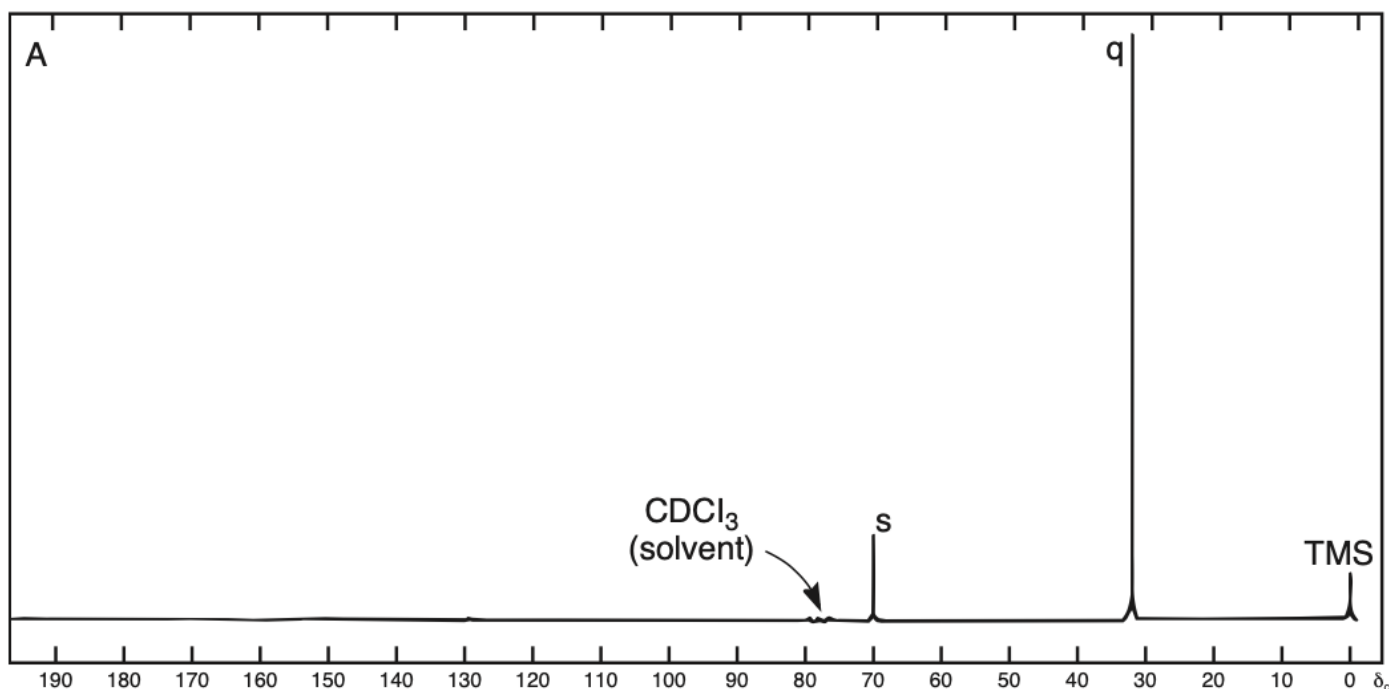
# $^{13}\text{C}$ NMR Interpretation

**STEP 5** นำข้อมูลทั้งหมดมาประกอบรวมกัน จะได้โครงสร้างของสาร



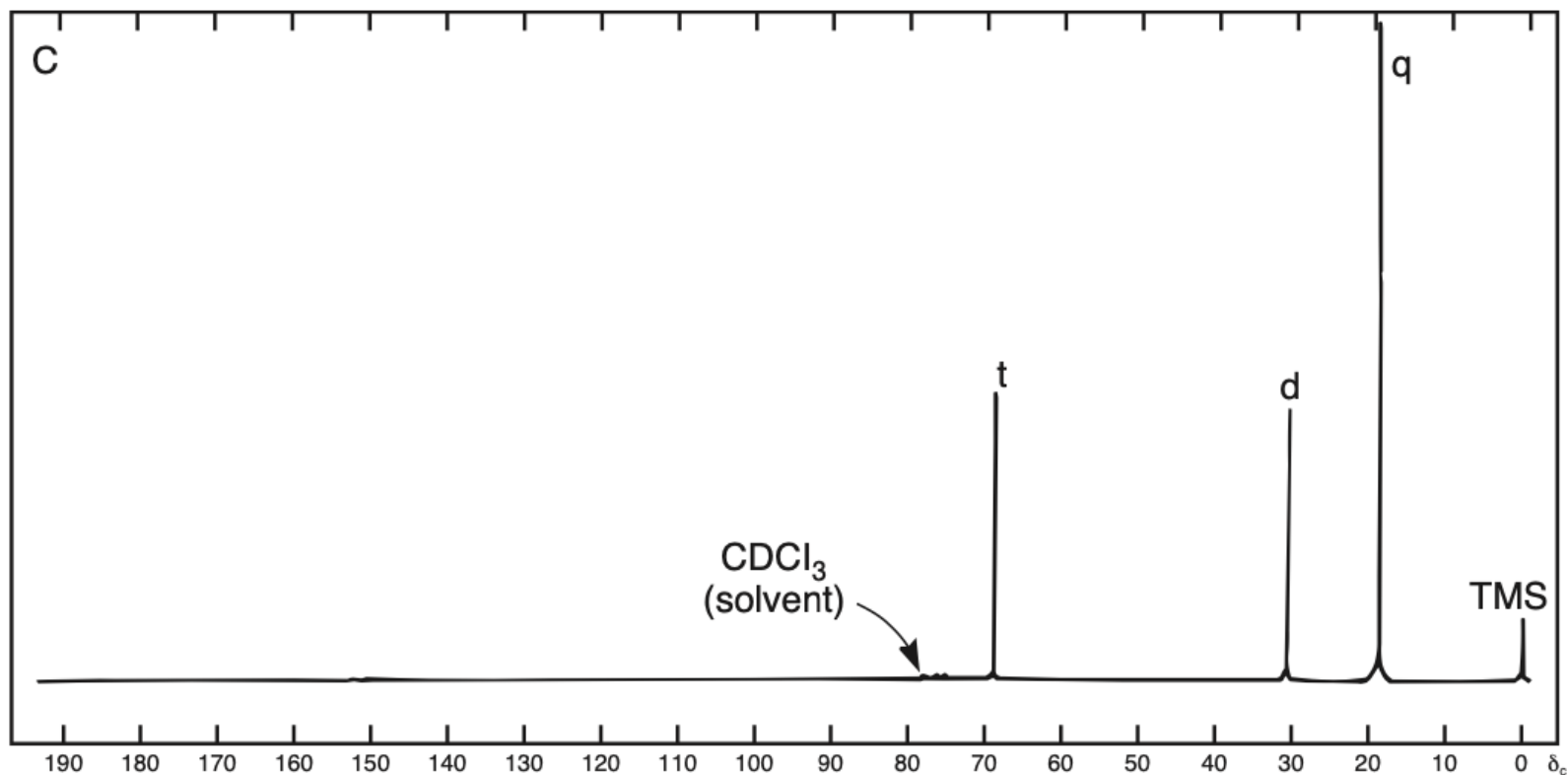
# $^{13}\text{C}$ NMR Interpretation

2. สเปกตรัม proton-decoupled  $^{13}\text{C}$ -NMR ของแอลกอฮอล์ที่มีสูตรโมเลกุล  $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$  จำนวน 3 ไอโซเมอร์ แสดงดังต่อไปนี้ โดยผลของค่า multiplicity จากเทคนิค DEPT แสดงกำกับบนพีค จงหาโครงสร้างของแอลกอฮอล์ทั้ง 3 ไอโซเมอร์นี้ พร้อมระบุตำแหน่งของคาร์บอนในแต่ละพีคบนโครงสร้าง



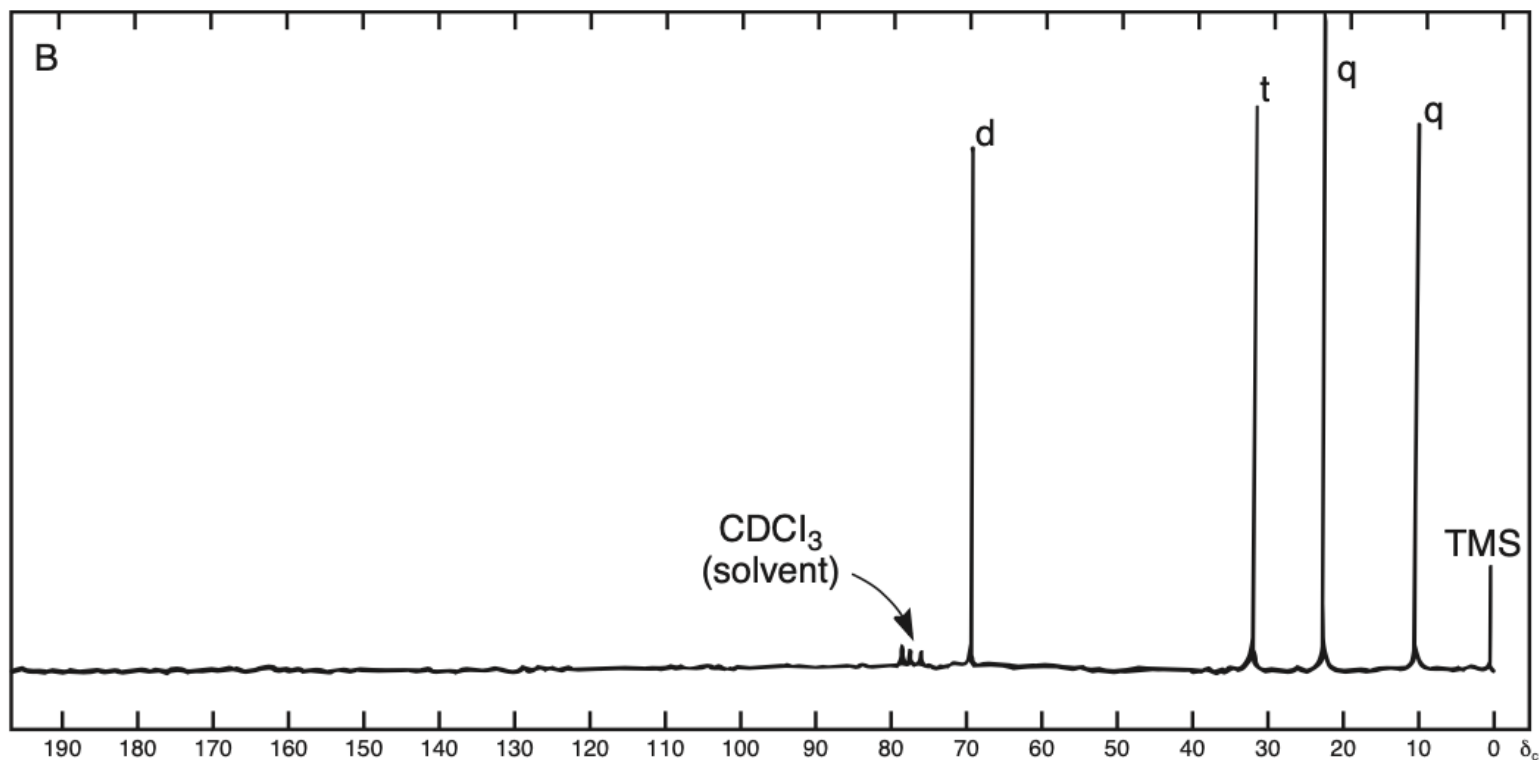
# $^{13}\text{C}$ NMR Interpretation

2. สเปกตรัม proton-decoupled  $^{13}\text{C}$ -NMR ของแอลกอฮอล์ที่มีสูตรโมเลกุล  $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$  จำนวน 3 ไอโซเมอร์ แสดงดังต่อไปนี้ โดยผลของค่า multiplicity จากเทคนิค DEPT แสดงกำกับบนพีค จงหาโครงสร้างของแอลกอฮอล์ทั้ง 3 ไอโซเมอร์นี้ พร้อมระบุตำแหน่งของคาร์บอนในแต่ละพีคบนโครงสร้าง



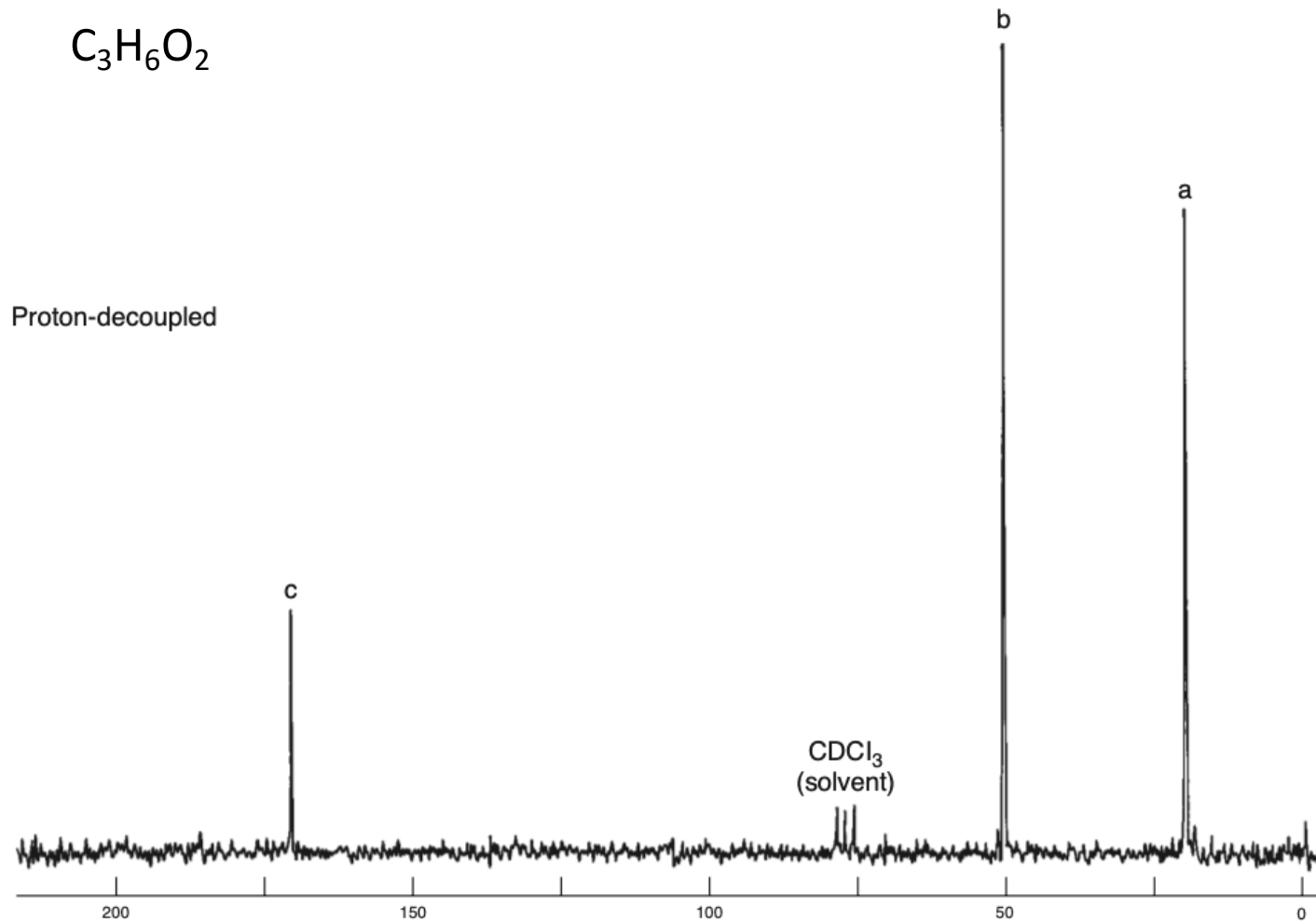
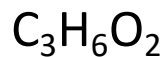
# $^{13}\text{C}$ NMR Interpretation

2. สเปกตรัม proton-decoupled  $^{13}\text{C}$ -NMR ของแอลกอฮอล์ที่มีสูตรโมเลกุล  $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$  จำนวน 3 ไอโซเมอร์ แสดงดังต่อไปนี้ โดยผลของค่า multiplicity จากเทคนิค DEPT แสดงกำกับบนพีค จงหาโครงสร้างของแอลกอฮอล์ทั้ง 3 ไอโซเมอร์นี้ พร้อมระบุตำแหน่งของคาร์บอนในแต่ละพีคบนโครงสร้าง



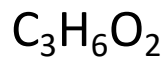
# $^{13}\text{C}$ NMR Interpretation

- \*1. A compound with the formula  $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_2$  gives the following proton-decoupled and off-resonance-decoupled spectra. Determine the structure of the compound.

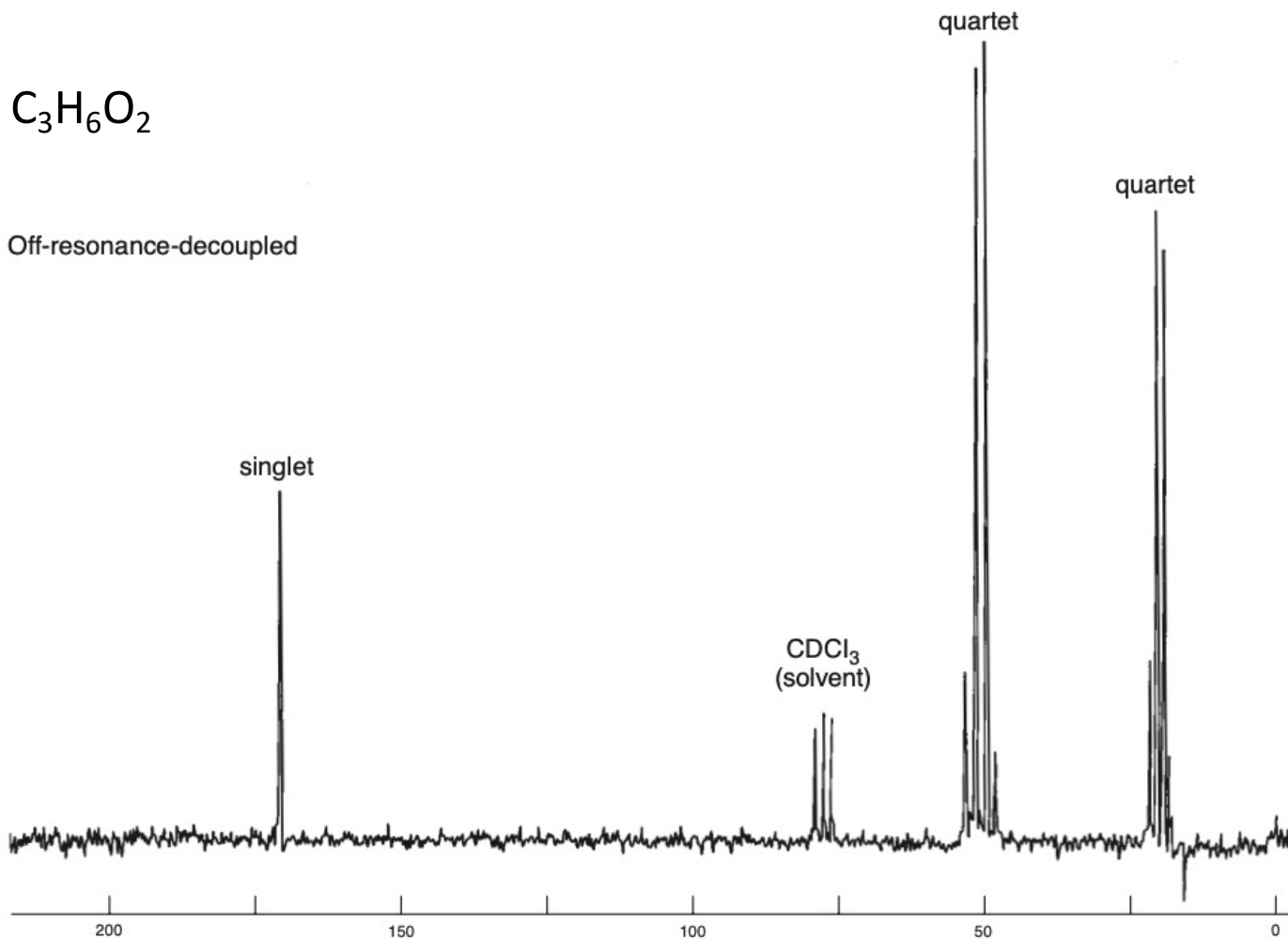




# $^{13}\text{C}$ NMR Interpretation

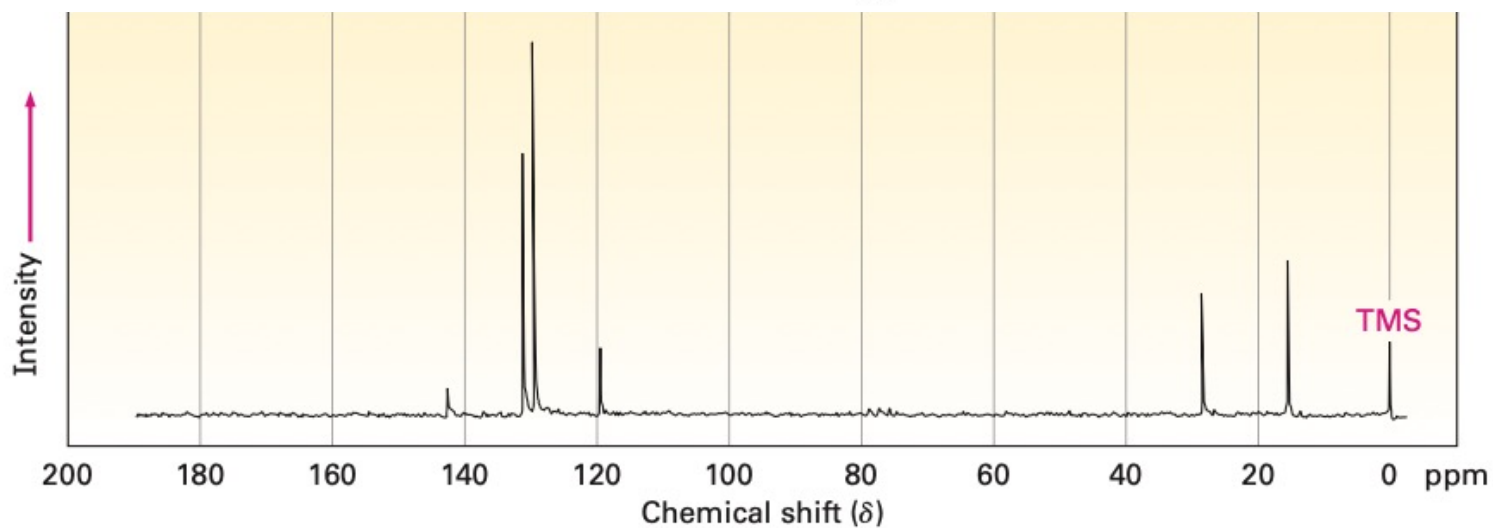
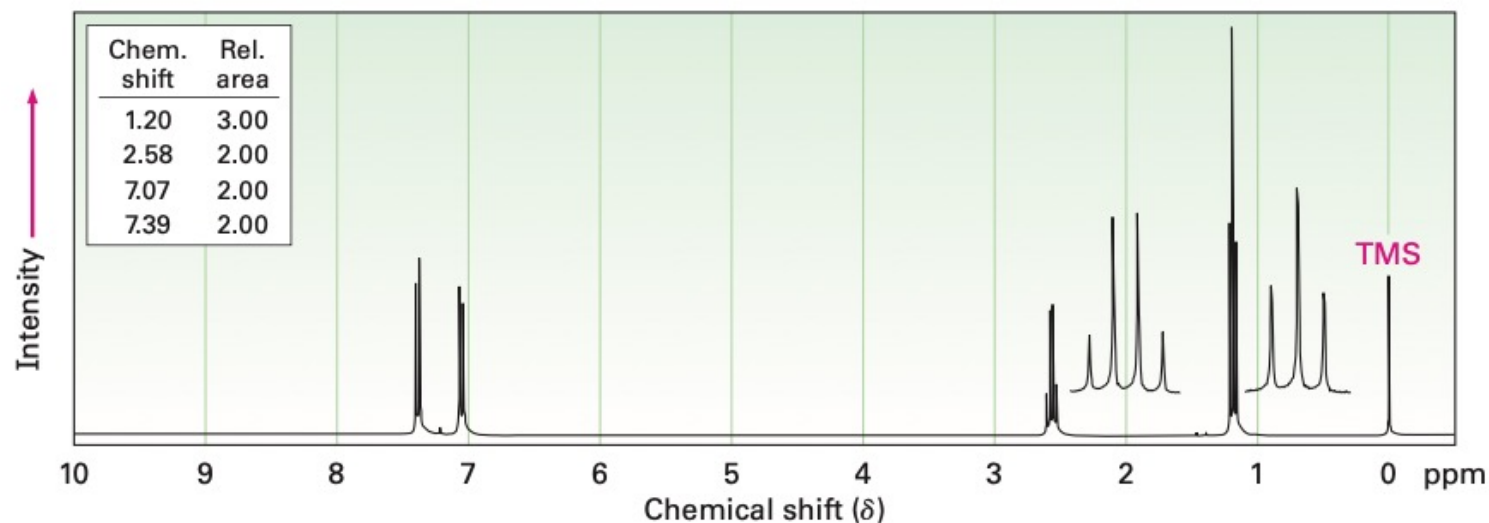


Off-resonance-decoupled



# $^{13}\text{C}$ NMR Interpretation

จงหาโครงสร้างของสารประกอบ  $\text{C}_8\text{H}_9\text{Br}$

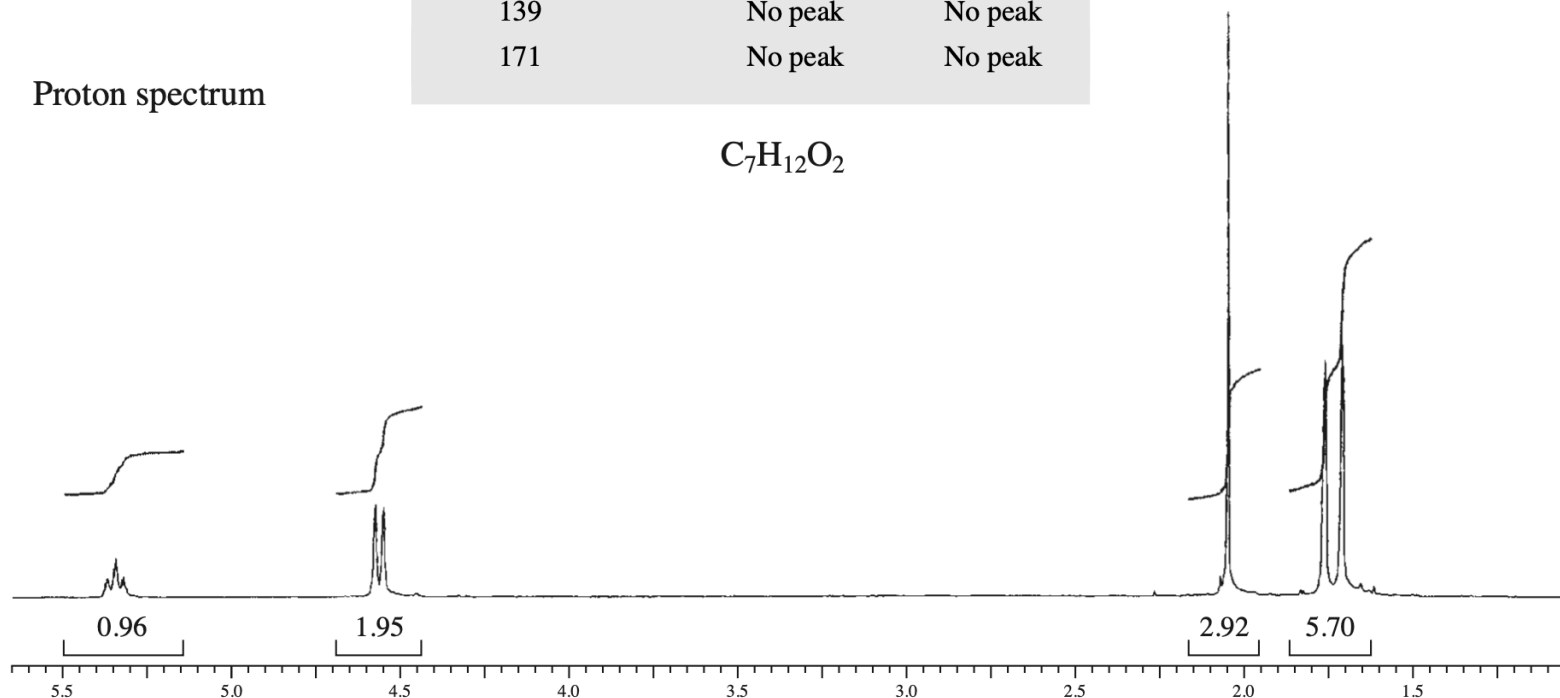


# $^{13}\text{C}$ NMR Interpretation

13. The proton NMR spectrum of a compound with formula  $\text{C}_7\text{H}_{12}\text{O}_2$  is shown. The infrared spectrum displays a strong band at  $1738\text{ cm}^{-1}$  and a weak band at  $1689\text{ cm}^{-1}$ . The normal carbon-13 and the DEPT experimental results are tabulated. Draw the structure of this compound.

| Normal Carbon | DEPT-135 | DEPT-90  |
|---------------|----------|----------|
| 18 ppm        | Positive | No peak  |
| 21            | Positive | No peak  |
| 26            | Positive | No peak  |
| 61            | Negative | No peak  |
| 119           | Positive | Positive |
| 139           | No peak  | No peak  |
| 171           | No peak  | No peak  |

Proton spectrum



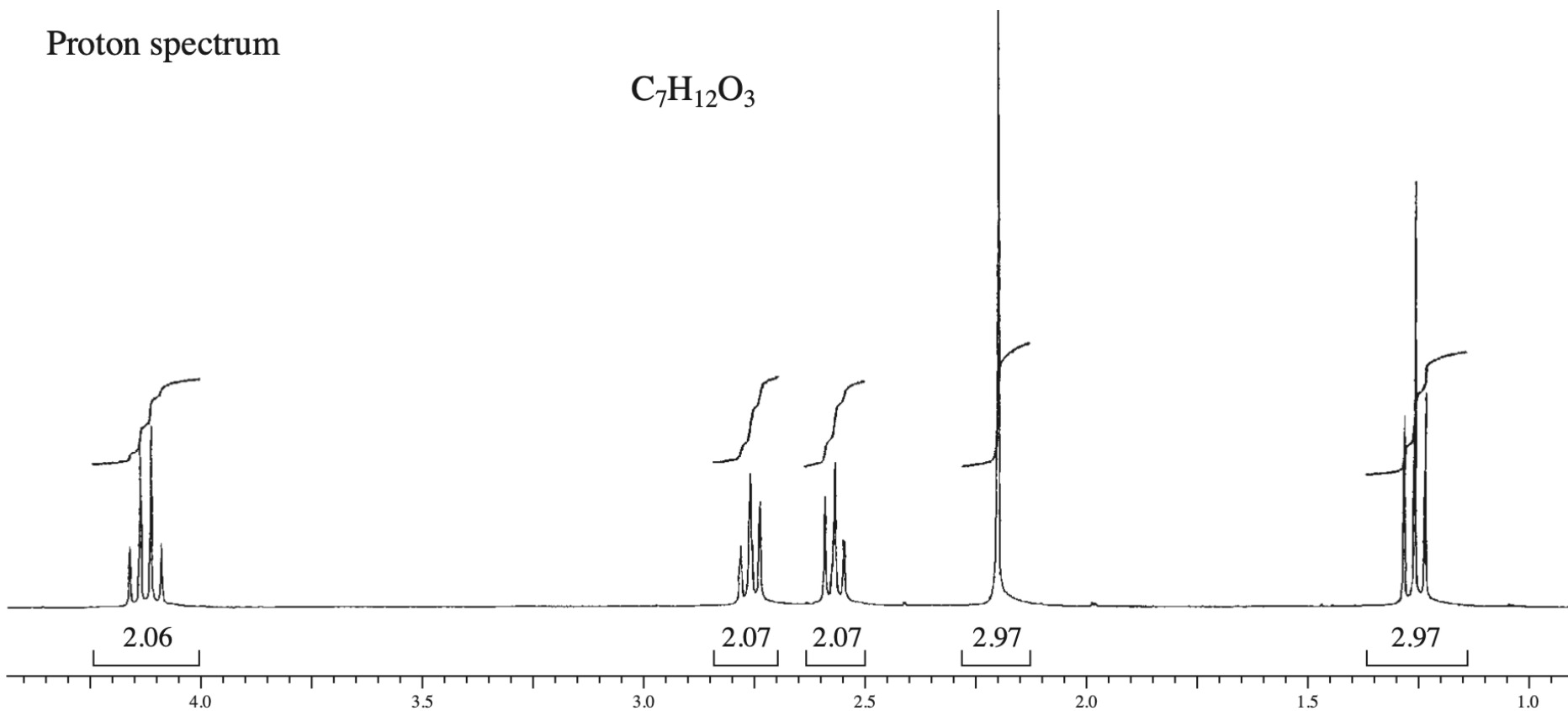
# $^{13}\text{C}$ NMR Interpretation

14. The proton NMR spectrum of a compound with formula  $\text{C}_7\text{H}_{12}\text{O}_3$  is shown. The coupling constant for the triplet at 1.25 ppm is of the same magnitude as the one for the quartet at 4.15 ppm. The pair of distorted triplets at 2.56 and 2.75 ppm are coupled to each other. The infrared spectrum displays strong bands at  $1720$  and  $1738\text{ cm}^{-1}$ . The normal carbon-13 and the DEPT experimental results are tabulated. Draw the structure of this compound.

| Normal Carbon | DEPT-135 | DEPT-90 |
|---------------|----------|---------|
| 14 ppm        | Positive | No peak |
| 28            | Negative | No peak |
| 30            | Positive | No peak |
| 38            | Negative | No peak |
| 61            | Negative | No peak |
| 173           | No peak  | No peak |
| 207           | No peak  | No peak |

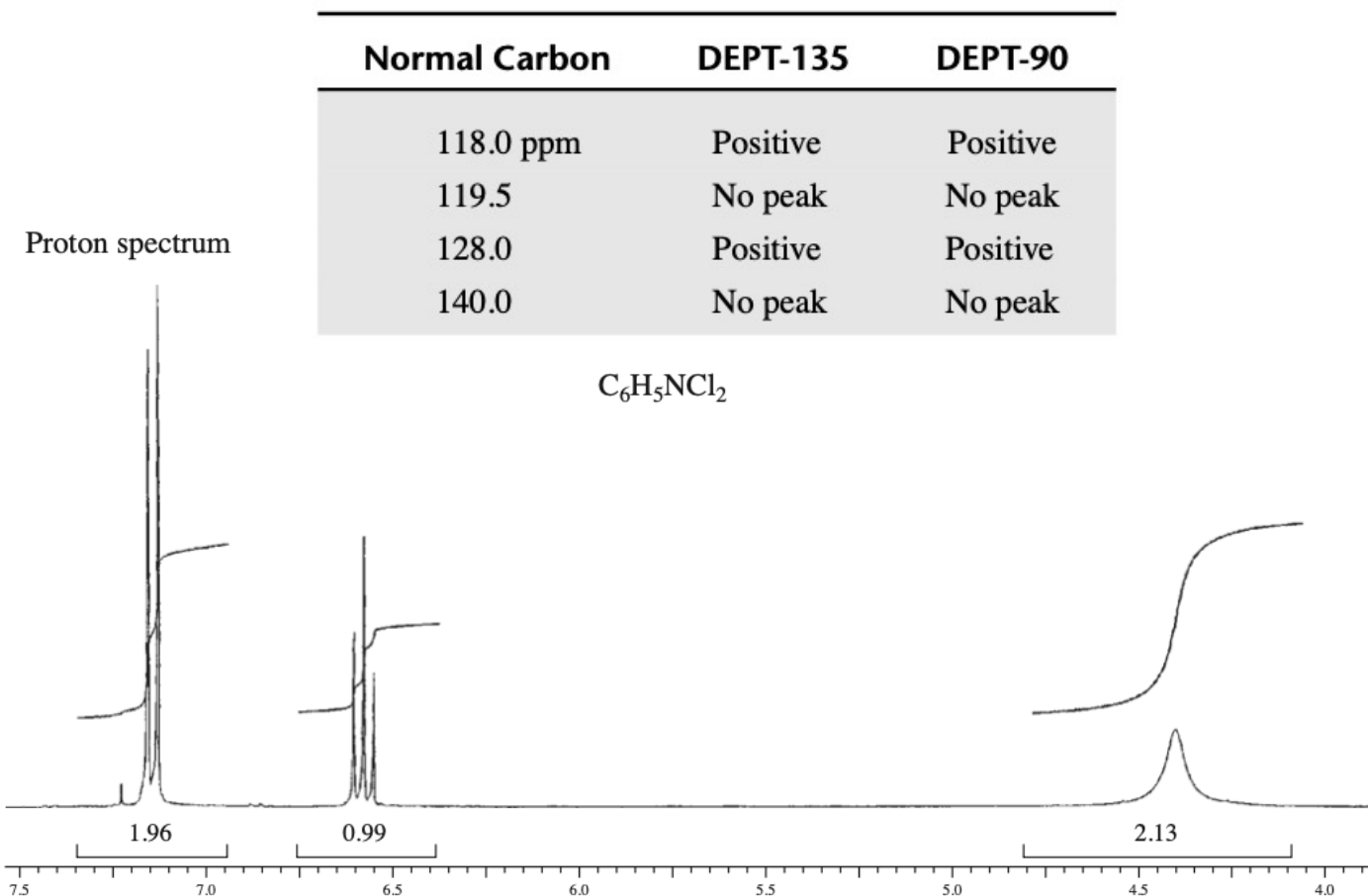
# $^{13}\text{C}$ NMR Interpretation

Proton spectrum



# $^{13}\text{C}$ NMR Interpretation

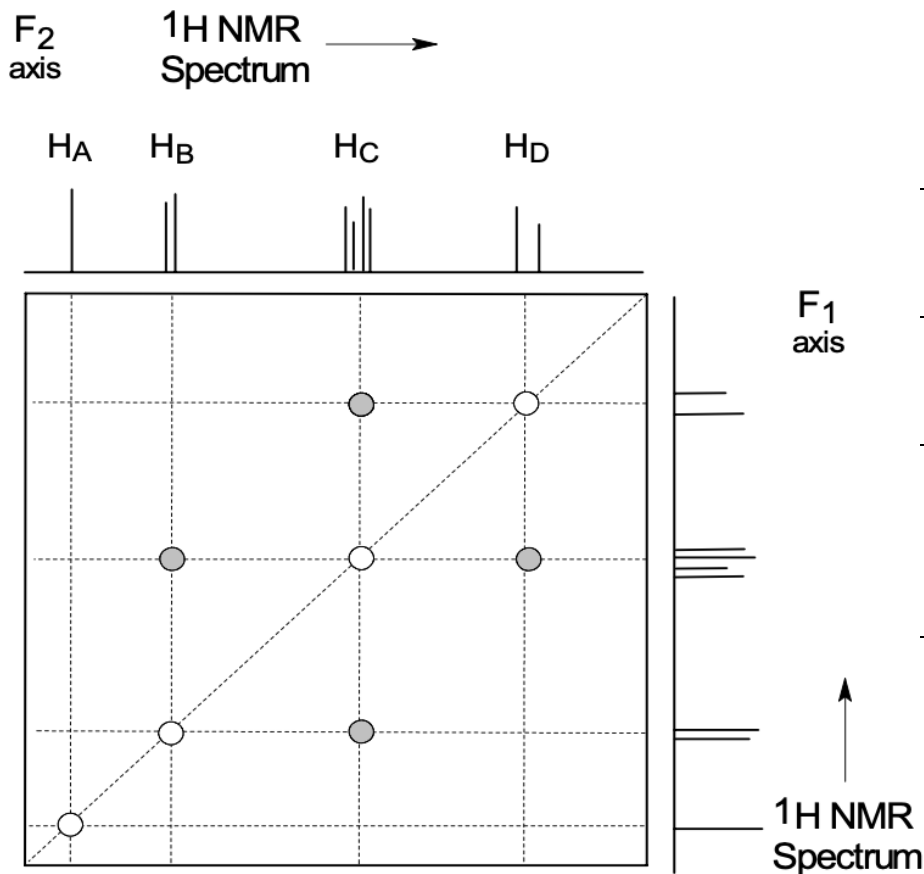
17. The proton NMR spectrum of a compound with formula  $\text{C}_6\text{H}_5\text{NCl}_2$  is shown. The normal carbon-13 and the DEPT experimental results are tabulated. The infrared spectrum shows peaks at  $3432$  and  $3313\text{ cm}^{-1}$  and a series of medium-sized peaks between  $1618$  and  $1466\text{ cm}^{-1}$ . Draw the structure of this compound.



# 2D-NMR

## $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$ correlation spectroscopy ( $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$ COSY)

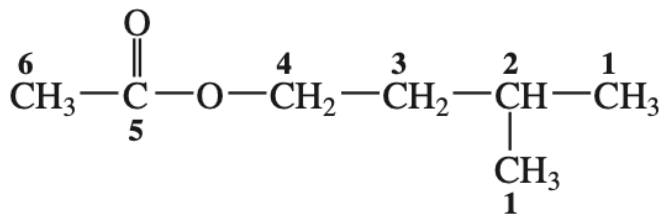
แสดงข้อมูลของโปรตอนที่เกิดคู่ควบกัน (Coupling) ซึ่งเป็นโปรตอนบนอะตอมที่อยู่ติดกันในระยะห่างไม่เกิน 3 พันธะ



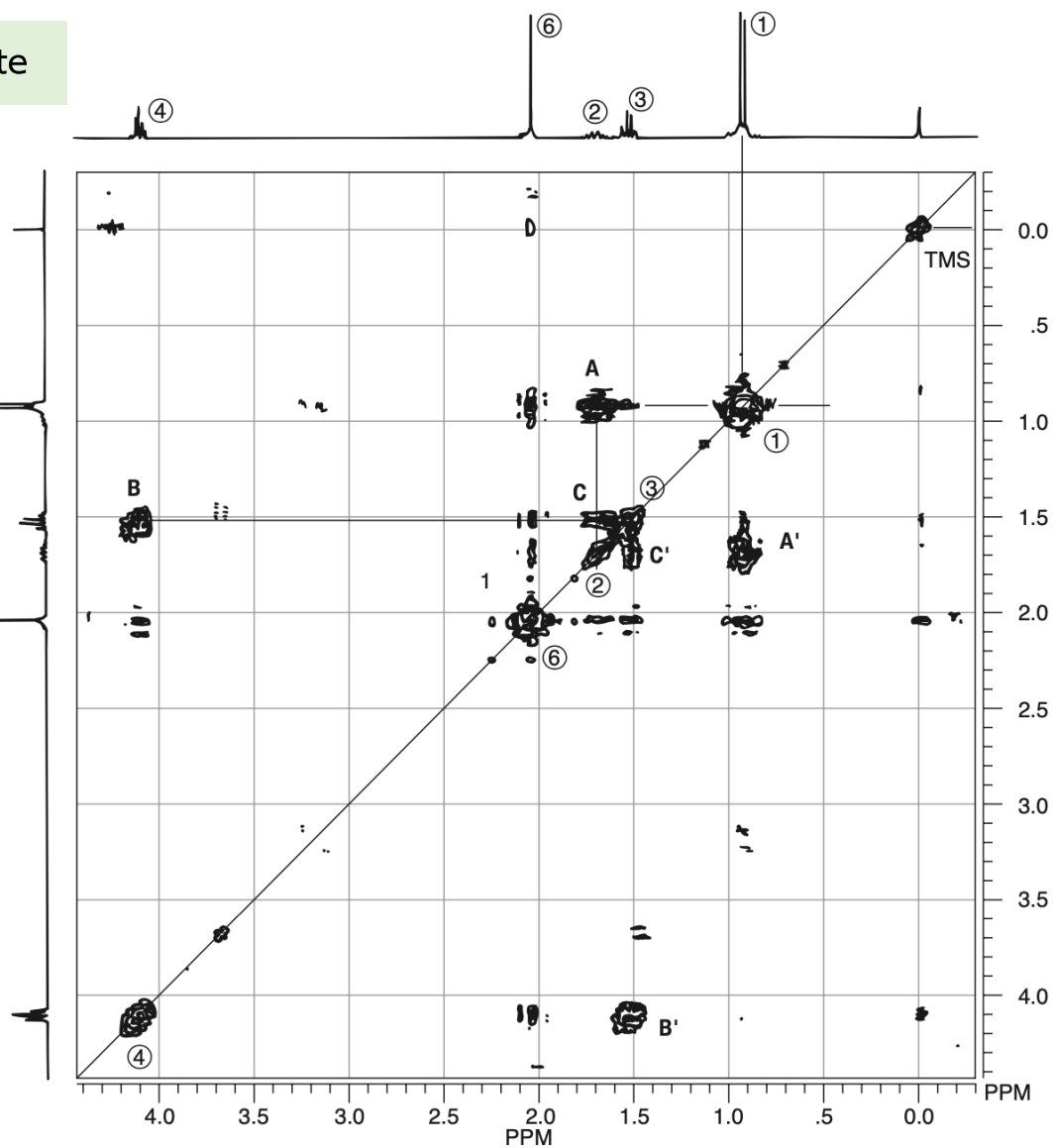
- แกน X และแกน Y ของสเปกตรัมแสดงค่า chemical shift ของโปรตอนในโครงสร้าง
- พีคของโปรตอนที่แตกต่างกันทั้งหมดจะเรียงตัวตามเส้นทแยงมุม
- พีคของโปรตอนที่เกิดการคู่ควบกันจะปรากฏนอกเส้นทแยงมุมในตำแหน่งที่เป็นจุดตัด (cross peak) ของพีคโปรตอนคู่ นั้น ๆ
- เกิดการคู่ควบระหว่าง HB-HC HC-HD HA ไม่เกิดคู่ควบ

# 2D-NMR

$^1\text{H}$ - $^1\text{H}$  COSY สเปกตรัมของสาร isopentyl acetate



| โปรตอน | คู่ควบกับ | จุด   |
|--------|-----------|-------|
| H-1    | H-2       | A, A' |
| H-3    | H-4       | B, B' |
| H-2    | H-3       | C, C' |



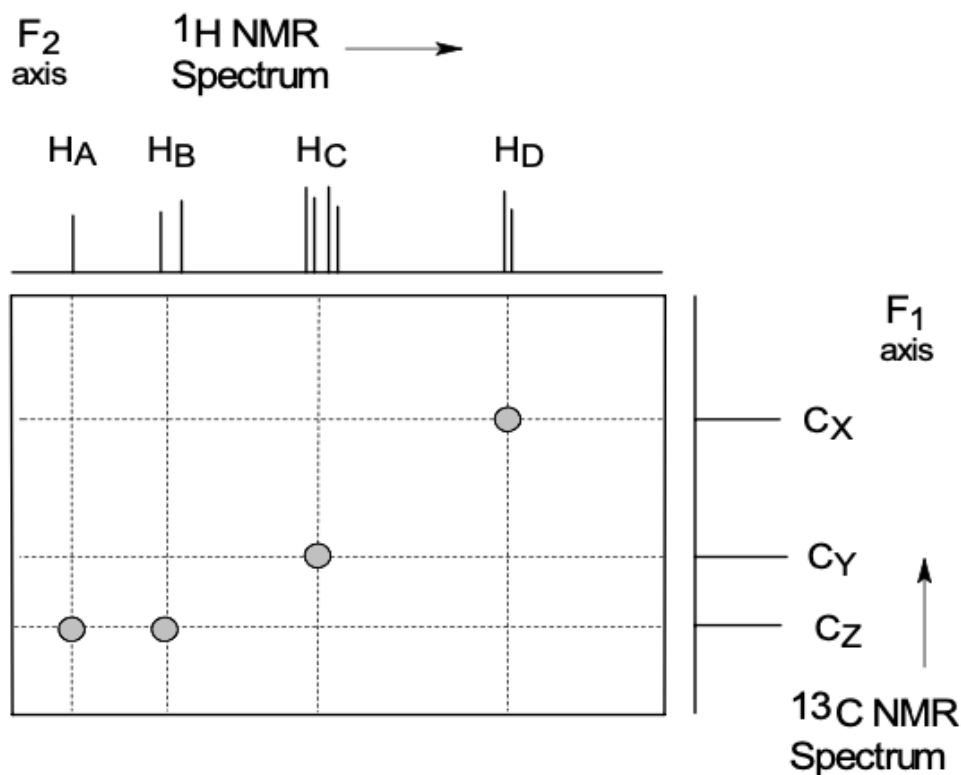


# 2D-NMR

## Heteronuclear Correlation spectroscopy (HETCOR)

แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอะตอมต่างชนิดที่เกิดการคู่ควบกัน 1 พันธะ

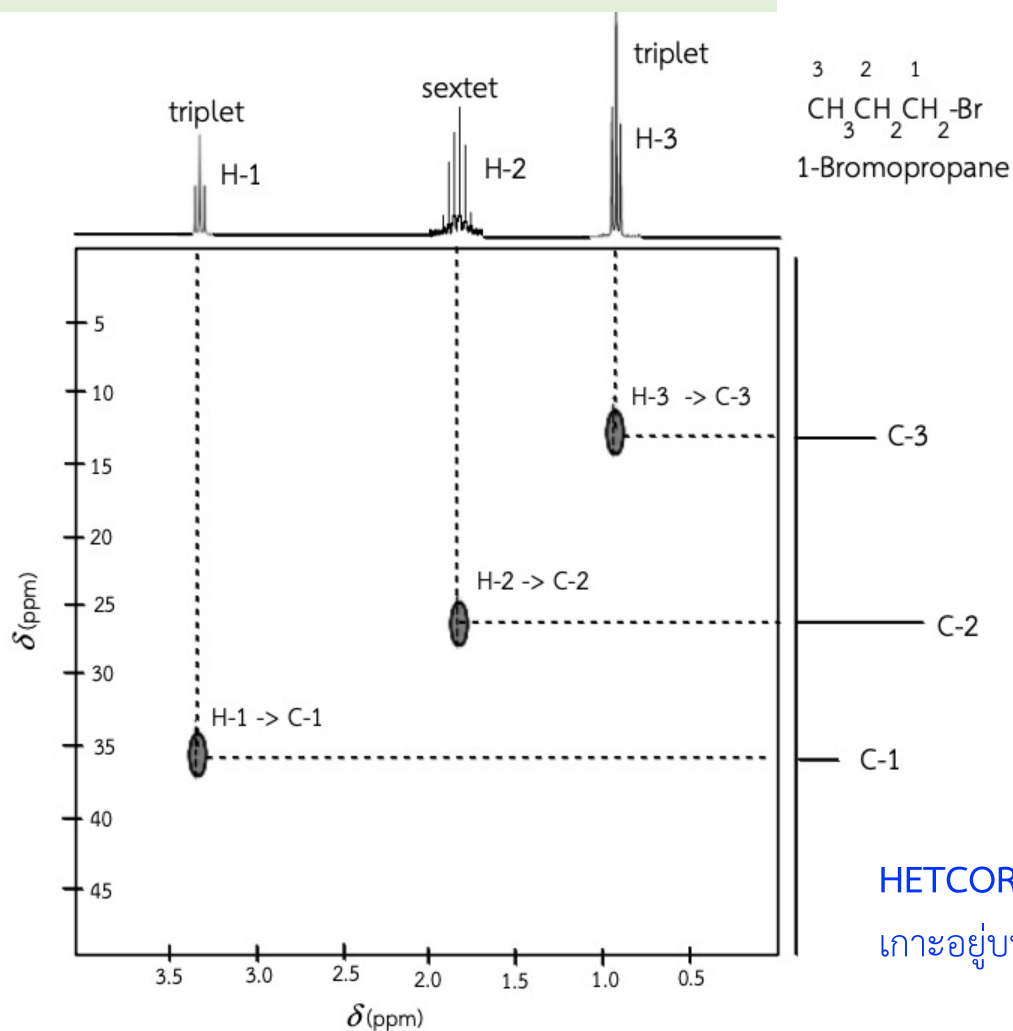
ตัวอย่าง  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  HETCOR สเปกตรัม



- สเปกตรัมจะแสดงข้อมูลค่า chemical shift ของ  $^1\text{H}$ -NMR แกนหนึ่ง และ  $^{13}\text{C}$ -NMR ในอีกแกนหนึ่ง
- โปรตอนและคาร์บอนที่เกิดคู่ควบกัน จะเกิดพีคขึ้นที่บริเวณจุดตัดของค่า chemical shift
- โปรตอน  $\text{H}_\text{A}$   $\text{H}_\text{B}$  คู่ควบกับคาร์บอน  $\text{C}_\text{Z}$
- โปรตอน  $\text{H}_\text{C}$  คู่ควบกับคาร์บอน  $\text{C}_\text{Y}$
- $\text{H}_\text{D}$  คู่ควบกับคาร์บอน  $\text{C}_\text{X}$

# 2D-NMR

## HETCOR สเปกตรัมของ 1-bromopropane



พบการคู่ควบระหว่าง

- H-1 และ C-1
- H-2 และ C-2
- H-3 และ C-3

HETCOR แสดงถึงความสัมพันธ์ระหว่างคาร์บอนและโปรตอนที่อยู่บนคาร์บอนนั้น ๆ ได้ชัดเจนมากขึ้น

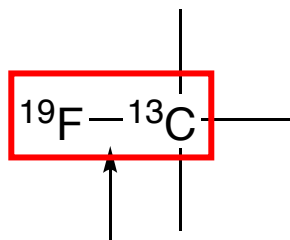
# Other $^{13}\text{C}$ coupling

## การคู่ควบระหว่างคาร์บอน-13 กับธาตุอื่น

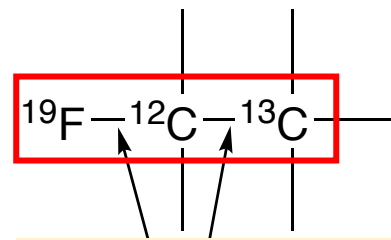
### การคู่ควบระหว่าง $^{13}\text{C}$ - $^{19}\text{F}$

$^{19}\text{F}$  ( $I = 1/2$ ) เช่นเดียวกับโปรตอน ( $^1\text{H}$ ) เกิดการคู่ควบระหว่าง  $^{13}\text{C}$ - $^{19}\text{F}$  ได้

การเกิดการแยกของสัญญาณเป็นไปตามกฎ  $n+1$  สามารถเกิดได้เมื่อระยะห่างระหว่าง  $^{13}\text{C}$ - $^{19}\text{F}$  สูงสุด 2 พันระ

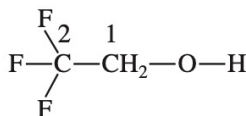


การเกิดคู่ควบแบบ 1 พันระ

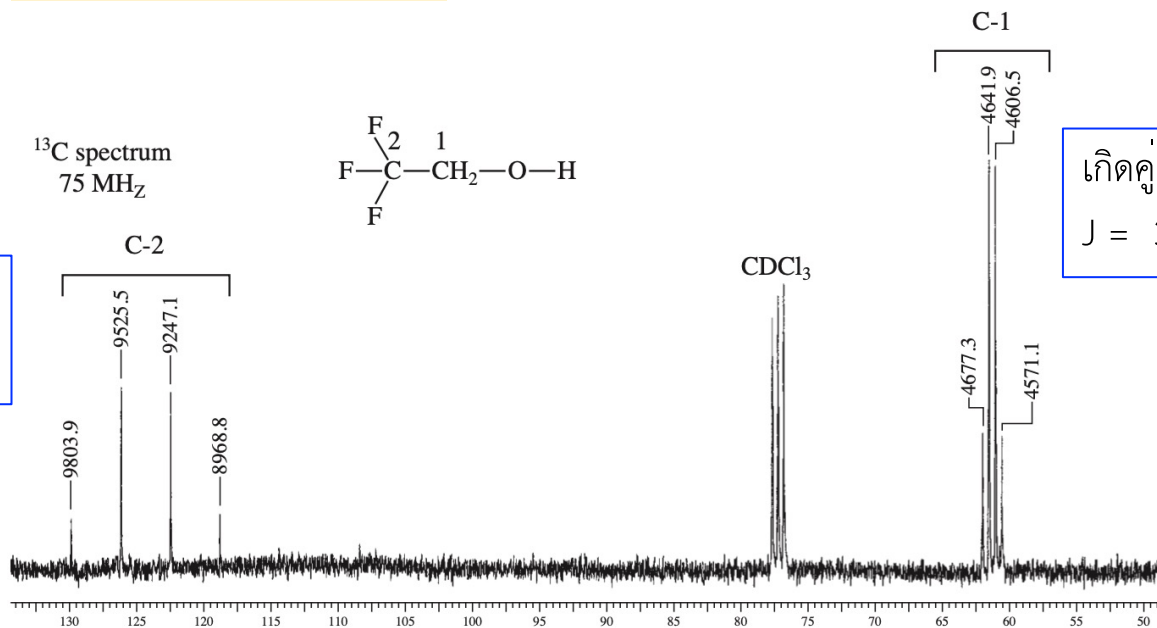


การเกิดคู่ควบแบบ 2 พันระ

$^{13}\text{C}$  spectrum  
75  $\text{MHz}$



เกิดคู่ควบแบบ 1 พันระ  
 $J = 278 \text{ Hz}$



เกิดคู่ควบแบบ 2 พันระ  
 $J = 35 \text{ Hz}$

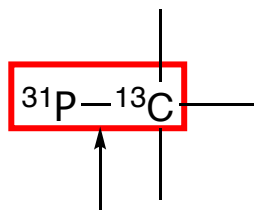
# Other $^{13}\text{C}$ coupling

การคู่ควบระหว่างคาร์บอน-13 กับธาตุอื่น

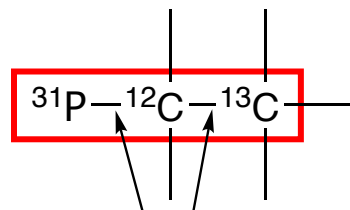
การคู่ควบระหว่าง  $^{13}\text{C}$ - $^{31}\text{P}$

$^{31}\text{P}$  ( $I = 1/2$ ) เช่นเดียวกับโปรตอน ( $^1\text{H}$ ) เกิดการคู่ควบระหว่าง  $^{13}\text{C}$ - $^{31}\text{P}$  ได้

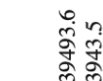
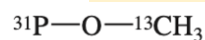
การเกิดการแยกของสัญญาณเป็นไปตามกฎ  $n+1$  สามารถเกิดได้เมื่อระยะห่างระหว่าง  $^{13}\text{C}$ - $^{31}\text{P}$  สูงสุด 2 พันระ



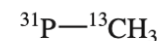
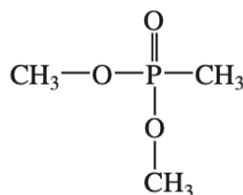
การเกิดคู่ควบแบบ 1 พันระ



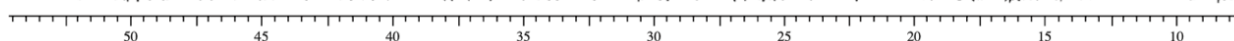
การเกิดคู่ควบแบบ 2 พันระ



เกิดคู่ควบแบบ 2 พันระ  
 $J = 6 \text{ Hz}$



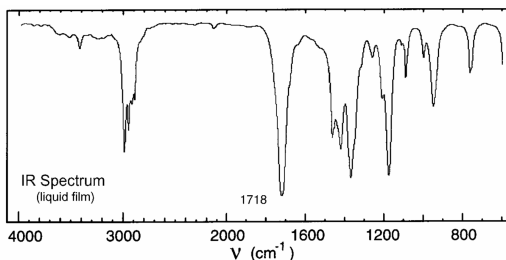
เกิดคู่ควบแบบ 1 พันระ  
 $J = 144 \text{ Hz}$



# Structural Elucidation using Combined Techniques

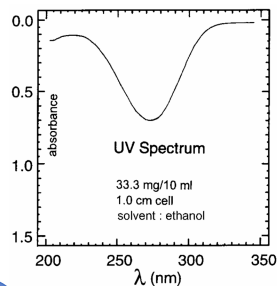
## IR

อินฟราเรด สเปกโทรสโกปี



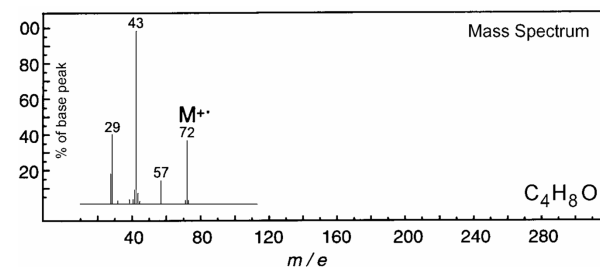
## UV

อัลตราไวโอเลต สเปกโทรสโกปี



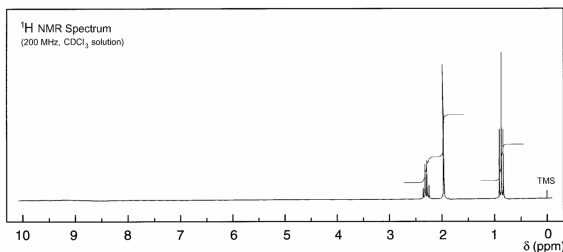
## MS

แมสสเปกโตรเมทรี



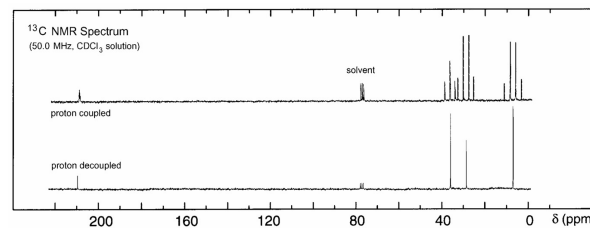
## $^1\text{H}$ -NMR

โปรตอน-1 นิวเคลียร์แมกเนติก  
เรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี



## $^{13}\text{C}$ -NMR

คาร์บอน-13 นิวเคลียร์แมกเนติก  
เรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี



# Structural Elucidation using Combined Techniques

---

**IR**

ชนิดของหมู่ฟังก์ชัน

**UV**

ชนิดของ Chromophore

**MS**

สูตรโมเลกุล น้ำหนักโมเลกุล การแตกตัวของโมเลกุล

**$^1\text{H}$ -NMR**

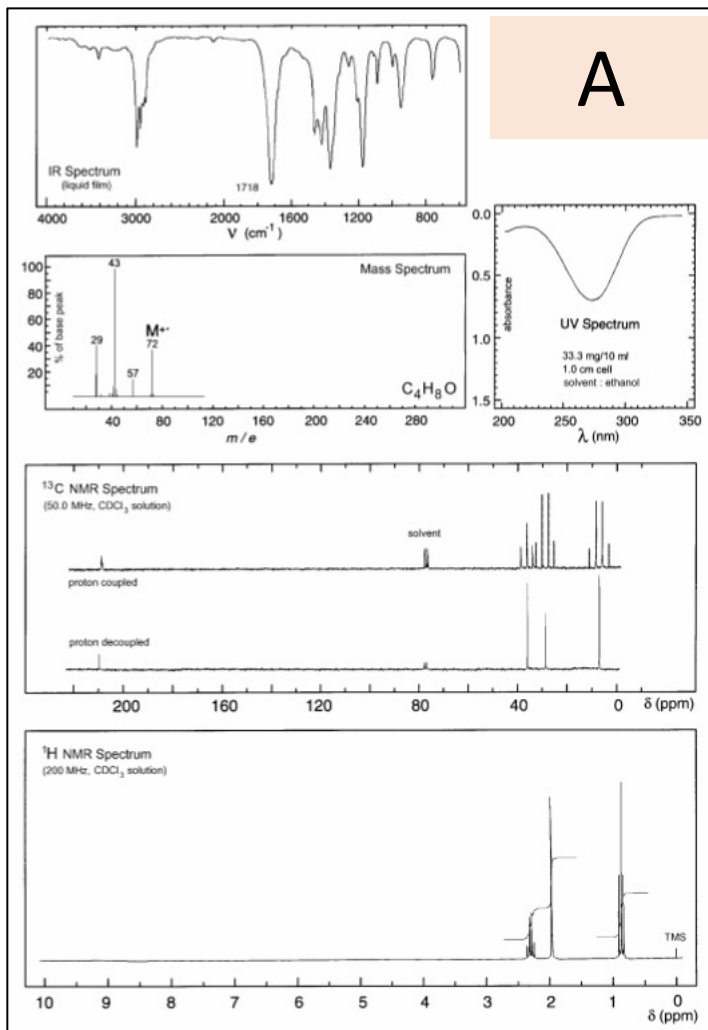
จำนวน ชนิด การจัดเรียงตัวของไฮโดรเจน

**$^{13}\text{C}$ -NMR**

จำนวน ชนิด การจัดเรียงตัวของคาร์บอน

# Structural Elucidation using Combined Techniques

ตัวอย่างที่ 1 หาโครงสร้างของสาร A จากสเปกตรัมและข้อมูลต่อไปนี้



1. หาค่า IHD (Index of Hydrogen Deficiency)

2. พิจารณาข้อมูลจาก IR spectrum

3. พิจารณาข้อมูลจาก Mass spectrum

4. พิจารณาข้อมูลจาก UV spectrum

5. พิจารณา  $^{13}\text{C}$ -NMR spectrum

6. พิจารณา  $^1\text{H}$ -NMR spectrum

# Structural Elucidation using Combined Techniques

## 1. หาค่า IHD (Index of Hydrogen Deficiency)

หาจำนวนพันธะคู่ พันธะสาม หรือวง

$$IHD = \frac{2C + 2 - H - X + N}{2}$$

เมื่อ C = จำนวนคาร์บอน H = จำนวนไฮโดรเจน  
X = จำนวนฮาโลเจน (F, Cl, Br, I) N = จำนวนไนโตรเจน

จากสูตรโมเลกุลของสาร  $C_4H_8O$

$$IHD = \frac{2(4)+2-8}{2} = 1$$

แสดงว่า มีพันธะคู่ 1 ตำแหน่ง หรือมีโครงสร้างเป็นวง 1 วง



# Structural Elucidation using Combined Techniques

## 2. พิจารณาข้อมูลจาก IR spectrum

### หาหมู่ฟังก์ชัน

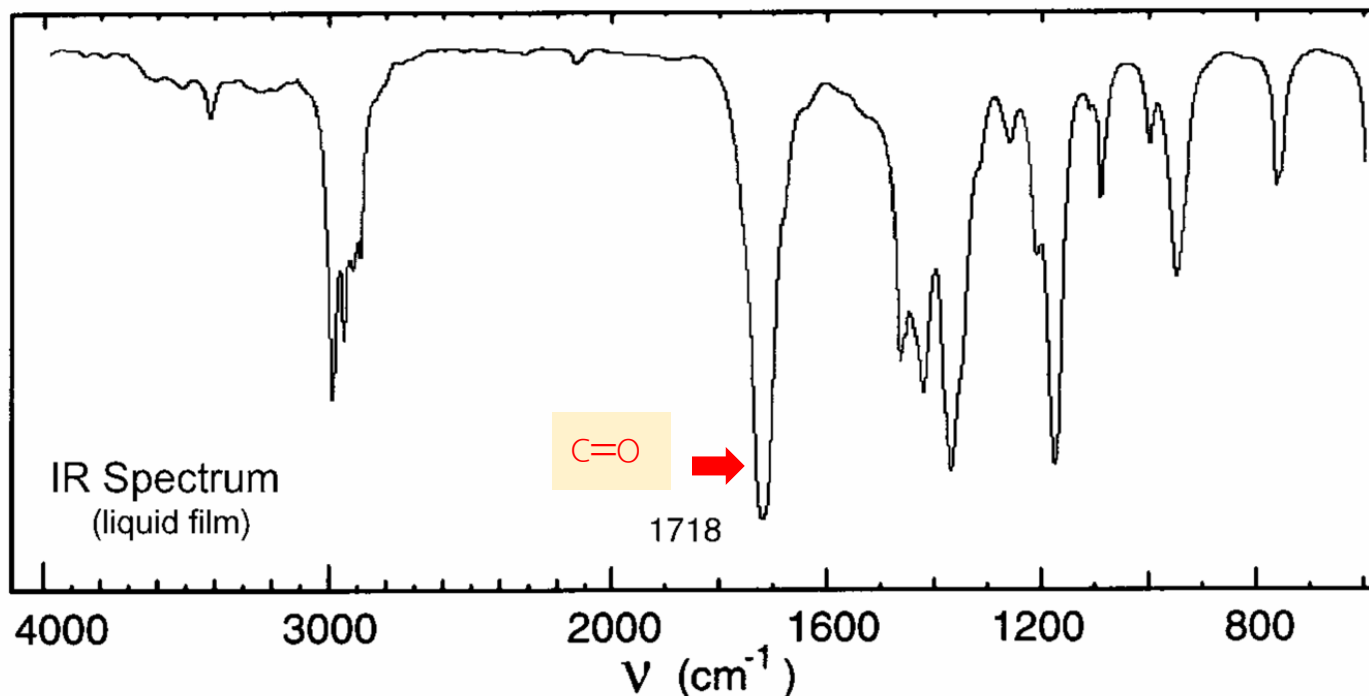
โดยพิจารณาพิกัดสำคัญของการสั่นที่แสดงหมู่ฟังก์ชัน ซึ่งทำให้การหาโครงสร้างสามารถทำได้ง่ายขึ้น สามารถสังเกตเบื้องต้นจากการจดจำค่าการสั่นที่สำคัญ 8 ค่า สำหรับการวิเคราะห์ ดังนี้

|     |                       |
|-----|-----------------------|
| O—H | 3400 cm <sup>-1</sup> |
| N—H | 3400                  |
| C—H | 3000                  |
| C≡N | 2250                  |
| C≡C | 2150                  |
| C=O | 1715                  |
| C=C | 1650                  |
| C—O | 1100                  |

# Structural Elucidation using Combined Techniques

## 2. พิจารณาข้อมูลจาก IR spectrum

หาหมู่ฟังก์ชัน



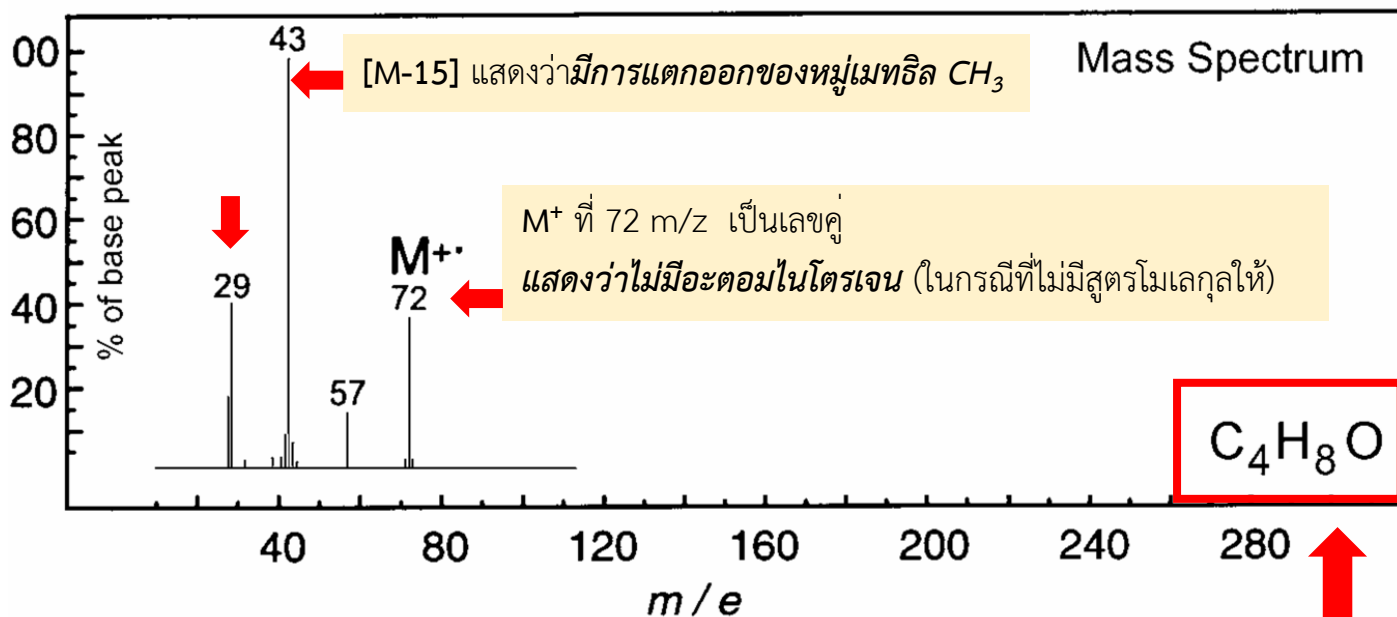
จาก IR spectrum ของสาร A พบพีคการสั่นที่  $1718 \text{ cm}^{-1}$  ของพันธะ  $\text{C=O}$  แสดงว่าสาร A เป็นสารประกอบคาร์บอนิล เนื่องจากไม่พบพีคของ  $\text{O-H}$  และ  $\text{N-H}$  **แสดงว่าไม่ใช่กรดคาร์บอกซิลิก และเอไมด์ อาจจะเป็นสารคีโตน แอลดีไฮด์ หรือเอสเทอร์**

# Structural Elucidation using Combined Techniques

## 3. พิจารณาข้อมูลจาก Mass spectrum

สูตรโมเลกุล น้ำหนักโมเลกุล การแตกตัวของโมเลกุล

[M-29] แสดงว่ามีการแตกออกของหมู่เอทิล  $\text{CH}_3\text{CH}_2$

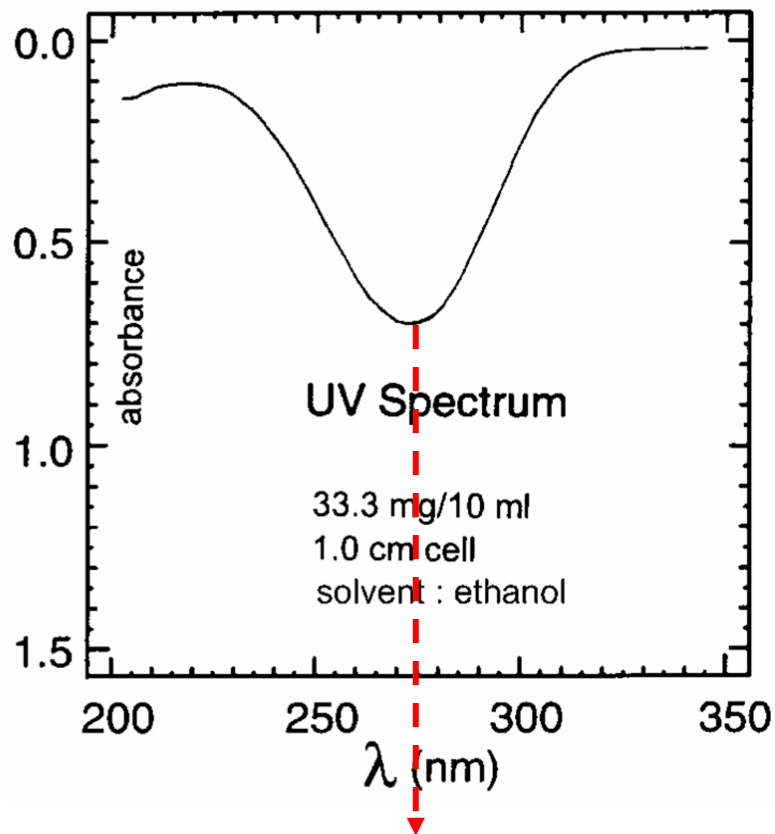


สูตรโมเลกุลของสารระบุมาด้วย คือ  $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$  ซึ่งมีอะตอมออกซิเจน 1 อะตอม เมื่อประกอบกับข้อมูลที่ได้จาก IR spectrum ยืนยันได้ว่า O ที่อยู่ในสูตรโมเลกุลเป็นส่วนของหมู่คาร์บอนิล **แสดงว่าเป็นสารประกอบคีโตน หรือแอลดีไฮด์**

# Structural Elucidation using Combined Techniques

## 4. พิจารณาข้อมูลจาก UV spectrum

### ชนิดของ Chromophore



$\lambda_{\text{max}} \sim 275 \text{ nm}$

จาก UV spectrum ของสาร A พบว่า ค่าการดูดกลืนแสง  $\lambda_{\text{max}} \sim 275 \text{ nm}$

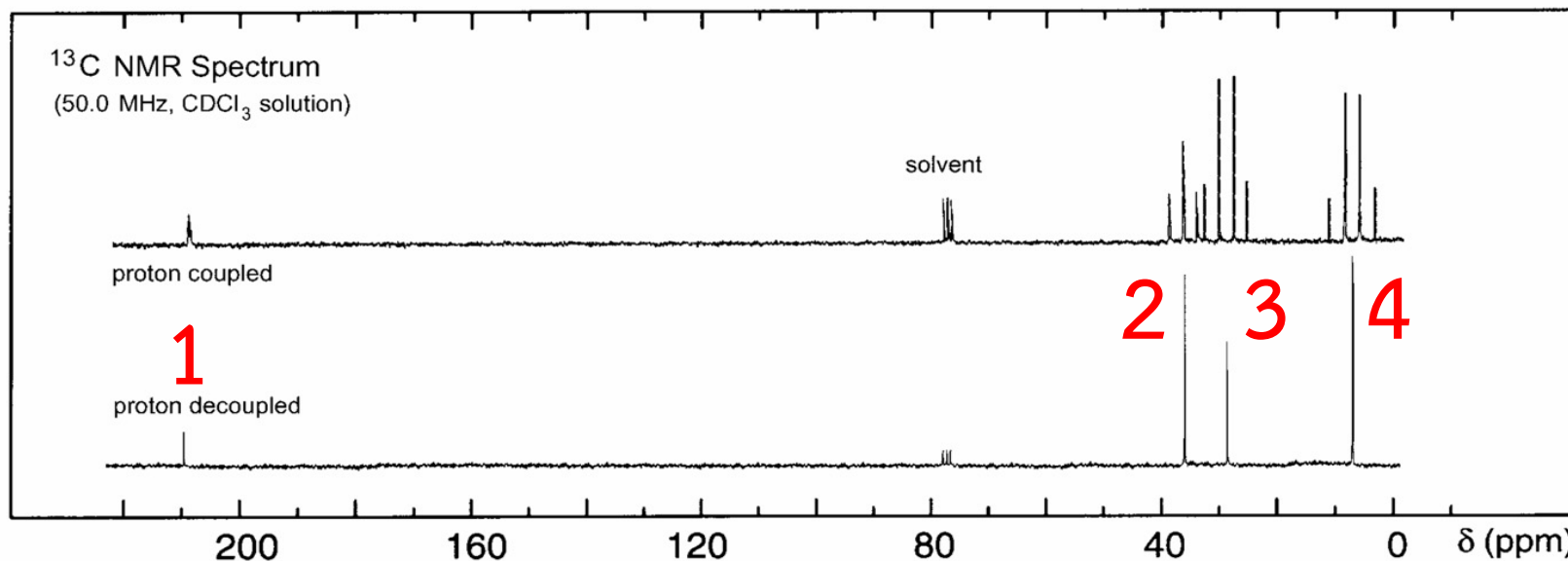
เมื่อประกอบกับข้อมูลของ IR spectrum ที่พบ สารประกอบคาร์บอนิล ยืนยันว่า

*การดูดกลืนแสงที่พบใน UV spectrum ของสาร A เป็นของหมู่คาร์บอนิล ( $\text{C}=\text{O}$ )*

# Structural Elucidation using Combined Techniques

## 5. พิจารณา $^{13}\text{C}$ -NMR spectrum

จำนวน ชนิด การจัดเรียงตัวของคาร์บอน



proton decoupled  $^{13}\text{C}$  spectrum ของสาร A ปรากฏสัญญาณ 4 พีค **แสดงว่ามีคาร์บอนที่แตกต่างกันทั้งหมด 4 กลุ่ม**

| Carbon | $\delta_c$ (ppm) | Type          |
|--------|------------------|---------------|
| C1     | 210              | C (C=O)       |
| C2     | 37               | $\text{CH}_2$ |
| C3     | 28               | $\text{CH}_3$ |
| C4     | 8                | $\text{CH}_3$ |

**สัญญาณ  $\delta_c$  210 ppm เป็นคาร์บอนของหมู่คาร์บอนิล (C=O)**

สอดคล้องกับข้อมูลของ IR spectrum ที่ปรากฏพีคการสั่นที่  $1718\text{ cm}^{-1}$

# Structural Elucidation using Combined Techniques

## 6. พิจารณา $^1\text{H}$ -NMR spectrum

จำนวน ชนิด การจัดเรียงตัวของไฮโดรเจน

### Peak count

จำนวนสัญญาณ

จำนวนกลุ่มโปรตอนที่แตกต่างกัน

### Chemical shift

ตำแหน่งสัญญาณ

ชนิดของโปรตอน

### Integration

พื้นที่ใต้พีค

จำนวนของโปรตอน

### Splitting

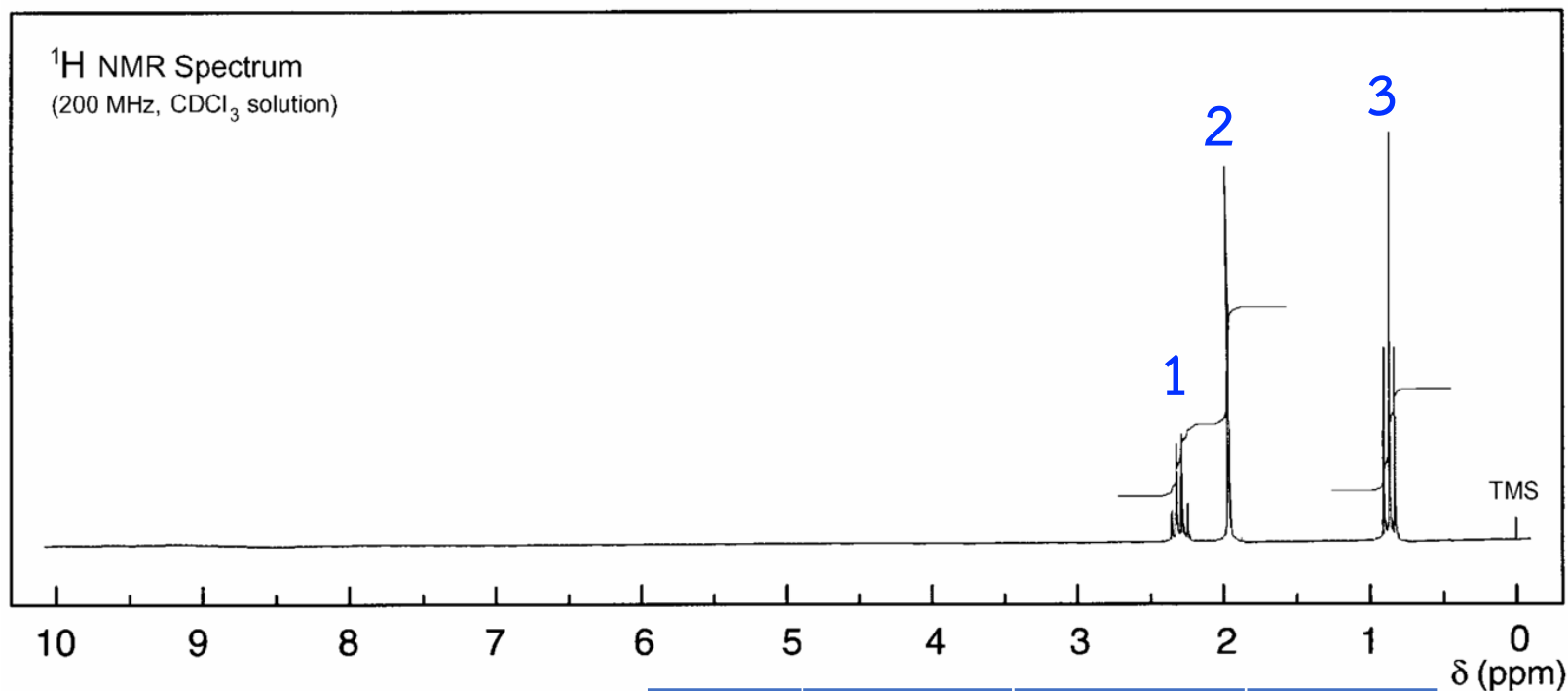
จำนวนพีคที่แยก

จำนวนของโปรตอนข้างเคียง

# Structural Elucidation using Combined Techniques

## 6. พิจารณา $^1\text{H}$ -NMR spectrum

จำนวน ชนิด การจัดเรียงตัวของไฮโดรเจน



จาก  $^1\text{H}$ -NMR spectrum

พบว่า มีโปรตอนที่แตกต่างกัน 3 กลุ่ม

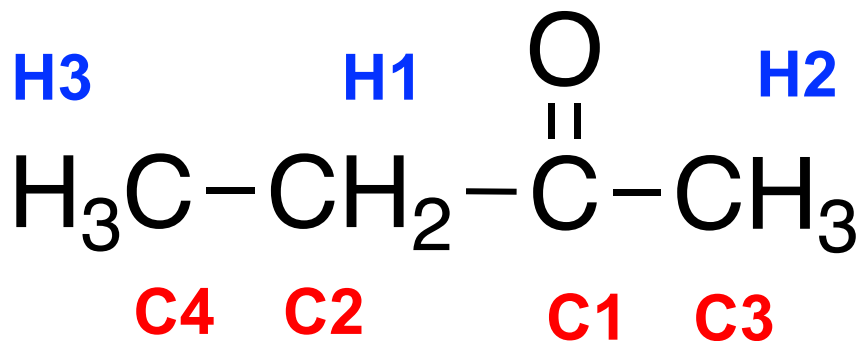
| Proton | $\delta_{\text{H}}$ (ppm) | Integration | Splitting |
|--------|---------------------------|-------------|-----------|
| H1     | 2.30                      | 2           | Quartet   |
| H2     | 2.00                      | 3           | Singlet   |
| H3     | 0.98                      | 3           | Triplet   |
| Total  |                           | 8           |           |

# Structural Elucidation using Combined Techniques

จากข้อมูล  $^1\text{H-NMR}$  แปลผลได้ว่า

- **H1** คือ  $\text{CH}_2$  ติดกับคาร์บอนของหมู่คาร์บอนิล ซึ่งมีผลของค่า EN ทำให้ค่าเคมีคอลชิฟต์สูงขึ้น อีกด้านติดกับกับคาร์บอนที่มีโปรตอนเกาะอยู่ 3 ตัว ( $\text{CH}_3$ ) จึงปรากฏฟิคเป็น quartet **ซึ่งน่าจะเกิดคู่ควบกับ H3**
- **H2** คือ  $\text{CH}_3$  ติดกับคาร์บอนที่ไม่มีโปรตอนเกาะอยู่ (C) คือ คาร์บอนของหมู่คาร์บอนิล จึงปรากฏฟิคเป็น singlet
- **H3** คือ  $\text{CH}_3$  เกิดคู่ควบกับคาร์บอนที่มีโปรตอน 2 ตัว ( $\text{CH}_2$ ) จึงปรากฏฟิคเป็น triplet **ซึ่งน่าจะเกิดคู่ควบกับ H1**

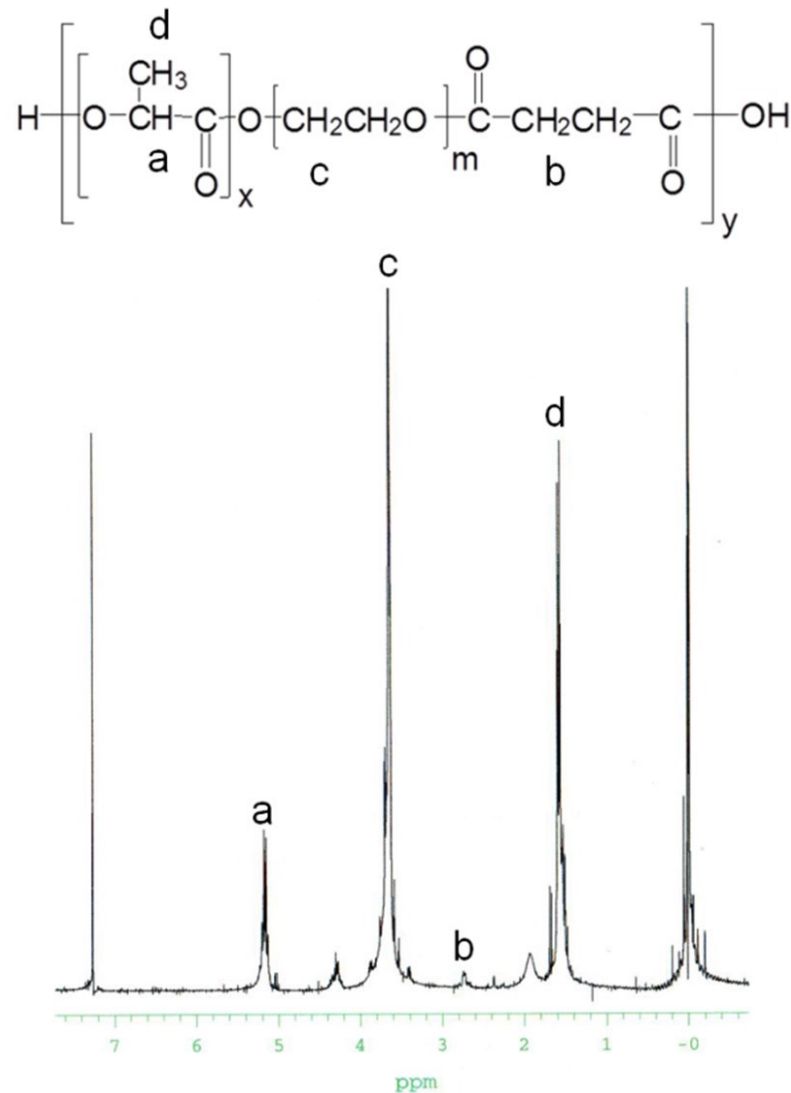
เมื่อนำข้อมูลทั้งหมดมาประกอบรวมกัน จะได้โครงสร้างของสาร คือ **butan-2-one**





# Other NMR analysis

Polymer  $^1\text{H}$ -NMR of polylactic acid (PLA)-polyethylene glycol (PEG) copolymer



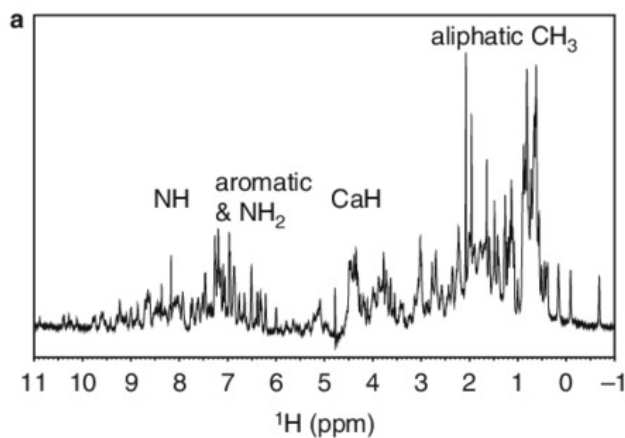
Polymers 2015, 7, 1177-1191

# Other NMR analysis

Biomolecule

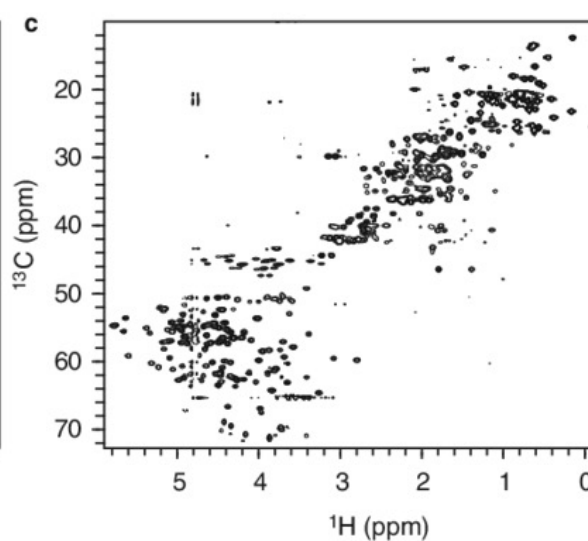
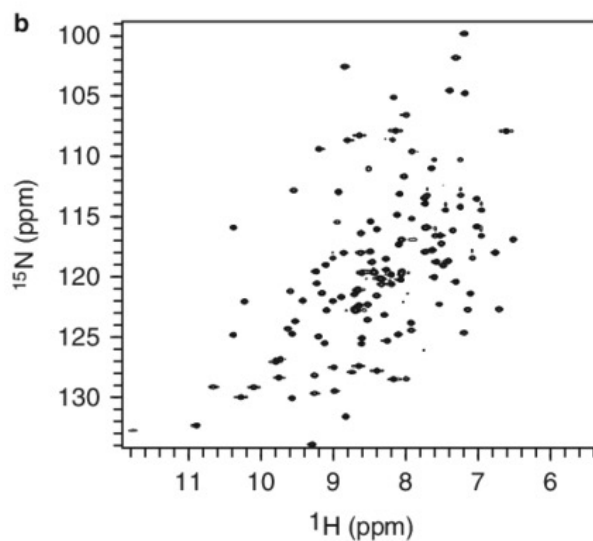
NMR spectrum of a 15 kDa protein

$^1\text{H}$ -NMR



2D-NMR

$^1\text{H}$ ,  $^{15}\text{N}$ -HSQC



2D-NMR

$^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ -HSQC

DOI: 10.1007/978-3-642-30018-9\_196

# Other NMR analysis

## Inorganic compounds

Table II. Properties of selected spin-1/2 nuclei.

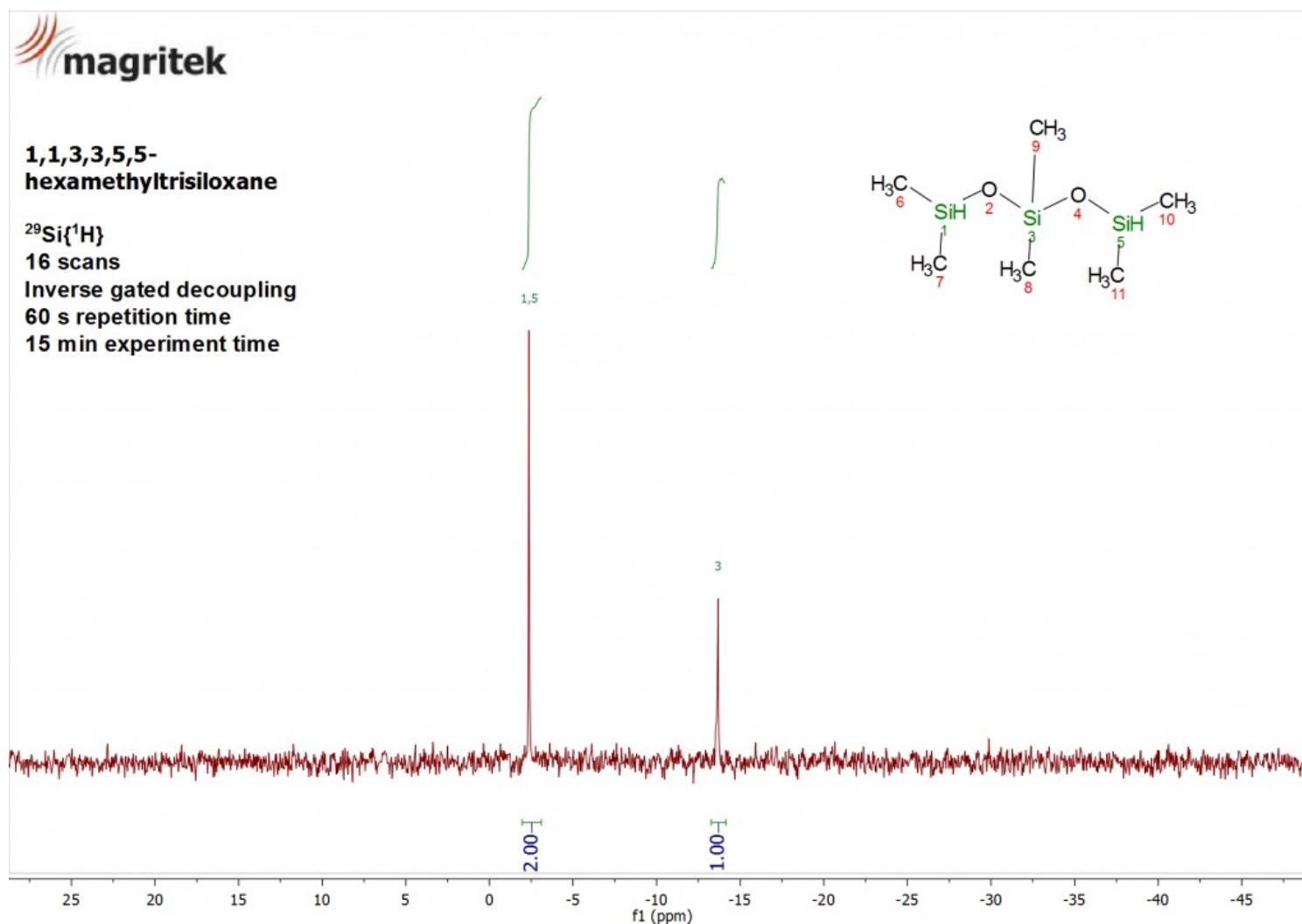
| Nucleus           | % Abundance | Receptivity (Relative to $^1\text{H}$ ) | Frequency (MHz) at 11.7 T | Examples of Inorganic Materials                         |
|-------------------|-------------|-----------------------------------------|---------------------------|---------------------------------------------------------|
| $^1\text{H}$      | 99.985      | 1.000                                   | 500.0                     | Hydrates, Sol-gel Intermediates                         |
| $^{13}\text{C}$   | 1.10        | $1.76 \times 10^{-4}$                   | 125.7                     | Metal Carbides<br>Chelated Metal Oxides                 |
| $^{15}\text{N}$   | 0.37        | $3.85 \times 10^{-6}$                   | 50.7                      | Nitride Ceramics                                        |
| $^{19}\text{F}$   | 100         | 0.834                                   | 470.4                     | Fluoridated Hydroxyapatites                             |
| $^{29}\text{Si}$  | 4.70        | $3.69 \times 10^{-4}$                   | 99.3                      | Glasses, Zeolites<br>Silicon Nitride<br>Silicon Carbide |
| $^{31}\text{P}$   | 100         | 0.0665                                  | 202.4                     | Glasses, Catalysts<br>Semiconductors                    |
| $^{77}\text{Se}$  | 7.6         | $5.30 \times 10^{-4}$                   | 95.3                      | Semiconductors                                          |
| $^{89}\text{Y}$   | 100         | $1.19 \times 10^{-4}$                   | 24.5                      | Laser Materials, Ceramics<br>Superconductors            |
| $^{113}\text{Cd}$ | 12.26       | $1.35 \times 10^{-3}$                   | 110.9                     | Semiconductors<br>Photovoltaic Oxides                   |
| $^{119}\text{Sn}$ | 8.58        | $4.51 \times 10^{-3}$                   | 186.4                     | Oxides, Ion Conductors<br>Photovoltaics                 |
| $^{125}\text{Te}$ | 6.99        | $2.24 \times 10^{-3}$                   | 158.0                     | Semiconductors                                          |
| $^{195}\text{Pt}$ | 33.8        | $3.39 \times 10^{-3}$                   | 107.5                     | Catalysts                                               |
| $^{207}\text{Pb}$ | 22.60       | $2.10 \times 10^{-3}$                   | 104.6                     | Oxides, Sulfides<br>Electronic Materials                |

Receptivity equals  $|\gamma|^3 \cdot (\% \text{ abundance}) \cdot I(I+1)$

# Other NMR analysis

Inorganic compounds

$^{29}\text{Si}\{^1\text{H}\}$  spectrum of 1,1,3,3,5,5-hexamethyltrisiloxane (Neat)



<https://magritek.com/2017/06/22/silicon-nmr-on-spinsolve-part-1/>