

NMR 對樣品製備要求

1. 溶劑應大於 0.5 mL，若溶劑量少，掃描速率會變慢，得到峰形不佳
2. 樣本不應有固體微粒或沉澱，應先過濾去除
3. 樣本濃度要求：H 譜 10 mg/0.5 mL；C 譜 >10 /0.5 mL 且濃度越大越好
4. 樣本中不應含任何磁性物質
5. 樣本管應平直，粗細均勻，不能有任何金屬存在，亦不能用金屬捆綁固定；儘量不要貼標籤紙，以免影響樣本管在磁圈內旋轉；樣本管必須使用專屬的管帽，並蓋緊以防泄漏或揮發，可使用封口膜再密封
6. 重覆利用的樣本管清洗後可使用氮氣吹乾，烘乾時溫度不超過 100°C
7. 實驗室室溫過高時，可能會影響磁場穩定性，建議暫停實驗
8. (1) D-solvent 是用來鎖定磁場，FT-NMR 一定得使用 D-溶劑
(2) D-solvent 是用來去除背景。
9. 一般測 1H 譜時，溶劑不能用含 1H 成分之溶劑(需 <1%)。
否則 1H 譜將僅只能見到又大又寬之溶劑峰，這時就需要做溶劑抑制實驗(solvent suppression)

NMR 能做什麼？

NMR（核磁共振波譜法）是研究原子核對射頻輻射的吸收，是對各種有機和無機物的成分、結構進行定性分析的最強有力的工具之一，有時亦可進行定量分析。核磁共振是有機化合物結構鑒定的一個重要手段，一般根據化學位移鑒定基團；由偶合分裂峰數、偶合常數確定基團聯結關係；根據各 H 峰積分面積定出各基團質子比。**核磁共振譜可用於化學動力學方面的研究，如分子內旋轉，化學交換等。**核磁共振還用於研究聚合反應機理和高聚物序列結構。二維核磁共振譜已經可以解析分子量較小的蛋白質分子的空間結構。核磁共振譜是有機化學家們心目中的“四大名譜”之一（包括：紫外光譜、紅外光譜和質譜）。H 譜、C 譜是應用量廣泛的核磁共振譜，較常用的還有 F、P、N 等核磁共振譜。

怎麼解析核磁共振氫譜？

一般先確定孤立甲基及類型，以孤立甲基峰面積的積分高度，計算出氫分佈；其次是解析低場共振吸收峰（如醛基氫、羰基氫等），因這些氫易辨認，根據化學位移，確定歸屬；最後解析譜圖上的高級偶合部分，根據偶合常數、峰分裂情況及峰型推測取代位置、結構異構、立體異構等二級結構資訊。

怎麼解析核磁共振碳譜？

一般先查看全去偶碳譜上譜線數與分子式中所含碳數是否相同？數目相同說明每個碳的化學環境都不同，分子無對稱性；數目不相同（少）說明有碳的化學環境相同，分子有對稱性；然後由偏共振譜，確定與碳偶合的氫數；最後由各碳的化學位移，確定碳的歸屬。

怎麼結合應用碳譜和氫譜？

C 譜和 H 譜可互相補充。H 譜不能測定不含氫的官能團，如羰基和氰基等；對於含碳較多的有機物，如甾體化合物，常因烷氫的化學環境相似，而無法區別，這是氫譜的弱點；而碳譜彌補了氫譜的不足，它能給出各種含碳官能團的資訊，幾乎可分辨每一個碳核，能給出豐富的碳骨架資訊。但是普通碳譜的峰高常不與碳數成正比是其缺點，而氫譜峰面積的積分高度與氫數成正比，因此二者可互為補充。

元素週期表中所有元素都可以測出核磁共振譜嗎？

不是。首先，被測的原子核的自旋量子數要不為零；其次，自旋量子數最好為 $1/2$ （自旋量子數大於 1 的原子核有電四極矩，峰很複雜）；第三，被測的元素（或其同位素）的自然豐度比較高（自然豐度低，靈敏度太低，測不出信號）。

怎麼在 H 譜中更好的顯示活潑氫？

與 O、S、N 相連的氫是活潑氫，想要看到活潑氫一定選擇氘代氯仿或 DMSO 做溶劑。在 DMSO 中活潑氫的出峰位置要比 CDCl₃ 中偏低場些。活潑氫由於受氫鍵、濃度、溫度等因素的影響，化學位移值會在一定範圍內變化，有時分子內的氫鍵的作用會使峰型變得尖銳。

怎麼做重水交換？

為了確定活潑氫，要做重水交換。方法是：測完樣品的氫譜後，向樣品管中滴幾滴重水（不宜加入過多，一般 1-2 滴即可），振搖一下，再測氫譜，譜中的活潑氫就消失了。醛氫和醯胺類的氨基氫交換得很慢，需要長時間放置再測譜或者用電吹風加熱一下，放置一會再進行檢測。此時會發現譜圖中水峰信號增強，在 CDCl₃ 中此時的 HDO 峰會在 4.8ppm 的位置。此外，甲醇和三氟醋酸都有重水交換作用，看不到活潑氫的峰。

解析合成化合物的譜、植物中提取化合物的譜和未知化合物的譜，思路有什麼不同？

合成化合物的結果是已知的，只要用譜和結構對照就可以知道化合物和預定的結構是否一致。對於植物中提取化合物的譜，首先應看是哪一類化合物，然後用已知的文獻資料對照，看是否為已知物，如果文獻中沒有這個資料則繼續測 DEPT 譜和二維譜，推出結構。對於一個全未知的化合物，除測核磁共振外，還要結合質譜、紅外、紫外和元素分析，一步步推測結構。

NMR 常用內標物

氫譜：非水溶劑四甲基矽烷 (TMS) 水溶液為 2,2-二甲基戊矽烷-5-磺酸鈉(DSS)

碳譜：四甲基矽烷 (TMS) 或者氘代試劑中的碳峰

TMS 優點：

TMS 分子中 12 個 1H 處於完全相同的化學環境，只產生一個尖峰，少量的 TMS 即可測出 NMR 信號；遮罩強烈，共振吸收峰位於譜圖最右端。與有機化合物中的 1H 峰不重疊；化學惰性；易溶於有機溶劑；沸點低 (27°C)，樣品易回收。

硼譜：乙醚三氟化硼或者三甲氧基硼

磷譜：85% 磷酸 (但只能作為外標)

鋰譜：4 M 高氯酸鋰溶液

鈉譜：1M 氯化鈉溶液

矽譜：四甲基矽烷，但在低頻區則用四乙基正矽酸酯

NMR 常用同位素核有關物理參數

同位素	天然丰度	自旋	磁旋比 ^a	共振頻率 ^b	检测灵敏度 ^c
¹ H	0.99985	1/2	26.752	100	1
⁷ Li	0.9258	3/2	10.3975	38.866	0.27
¹¹ B	0.8042	3/2	8.5843	32.084	0.13
¹³ C	0.01108	1/2	6.7283	25.144	1.76x10 ⁻⁴
¹⁹ F	1	1/2	25.181	94.08	0.83
²³ Na	1	3/2	7.08013	26.466	0.0925
²⁷ Al	1	5/2	4.976	26.077	0.21
²⁹ Si	0.047	1/2	-5.3188	19.865	3.69x10 ⁻⁴
³¹ P	1	1/2	10.841	40.481	0.665

a 磁旋比的單位是 10⁷ 弧度/特斯拉/秒

b 共振頻率以 1H 頻率為 100MHz 作參考

c 檢測靈敏度以 1H 為 1 作為參考，並考慮了同位素的天然豐度。

請大家記住：無論內標還是外標，實際化學位移值隨溫度變化而變化，而標準物本身就受溫度的影響。如溫度每改變 30K，TMS 質子共振信號將變化 0.1 ppm。因此，如果做變溫試驗，最好標明詳細的實驗過程。

NMR 所需樣品量

在核磁共振實驗中，樣品的量控制也是一門學問，有的產品是多步合成的，很寶貴，例如全合成產品。**對於氫譜，3 到 10 毫克樣品足夠**。對於分子量較大的樣品，有時需要濃度更大的溶液。但濃度太大會因飽和或者粘度增加而降低解析度。**對於碳譜和雜核，樣品濃度至少為氫譜的 5 倍（一般在 20-500 毫克左右）**。

對於二維實驗，為了獲得較好的信噪比，樣品濃度必須夠。根據經驗，25 毫克樣品足以完成所有實驗，包括氫碳相關 HMBC 實驗。如果樣品只有 1 到 5 毫克，只能完成均核氫氫相關實驗，是與碳相關的實驗至少需要過夜。保持樣品高度或者體積一致。這將減少換樣品後的勻場時間。對於 5 毫米核磁管，樣品體積應為 0.6 毫升或者樣品高度為 4 釐米。

樣品和樣品管

樣品：純淨，乾燥，溶液內無灰塵或沉澱，尤其不應含有鐵磁性雜質。特殊條件下需要過濾或除氧。黏度不要過高（影響馳豫時間），黏度越大，解析度越差，樣品可適度稀釋來提高解析度。

溶液內的灰塵會使譜線明顯變寬而降低解析度，再好的勻場也無法解決該問題。

樣品管：勻質，清潔，不攜帶鐵磁性物質。不要用洗液洗滌，以免帶入很難除去的順磁雜質。不要在溫度太高的烘箱裡直立烘太久。

樣品管的直徑：

5mm 最常用

3mm 用於樣品量很少的樣品

10mm 用於觀測低靈敏度核或溶解度受限制的樣品

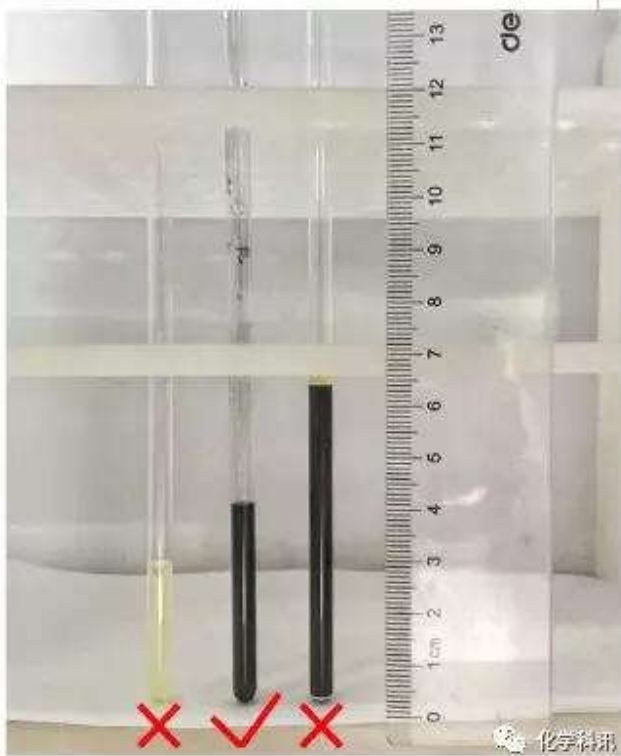
溶液體積：

5mm probe 0.4-0.6ml

3mm probe 0.1-0.15 ml

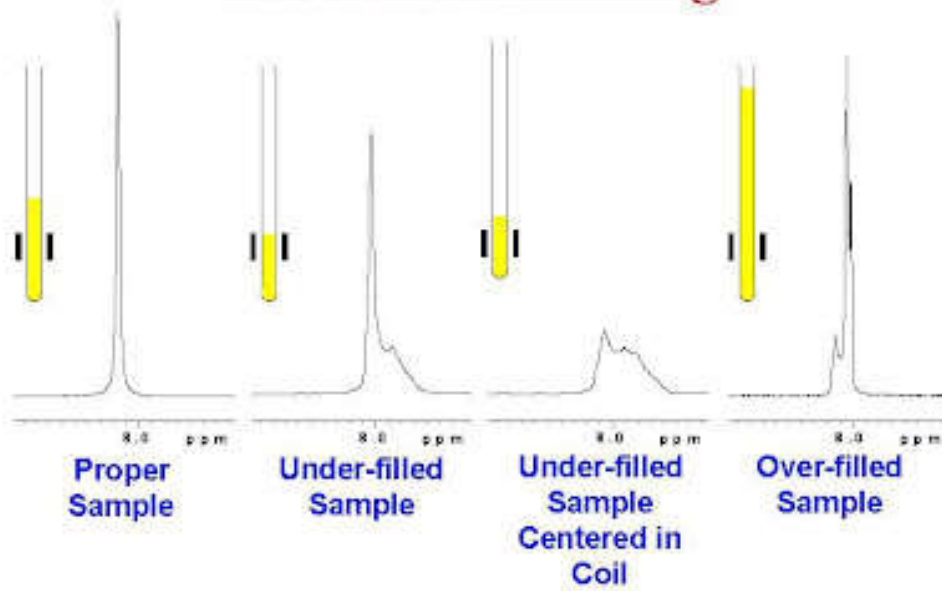
樣品管處於合適的高度，使樣品處於磁場的最強且最均勻的部分。

足夠的溶液高度，3.5~5cm。



對於 5 毫米核磁管，樣品體積應為 0.5 毫升或者樣品高度為 4~4.5 釐米。太低的溶液高度使勻場所需時間大大增加，而且很難得到高品質的譜圖。不要為了增加濃度而過分縮小溶液的體積。

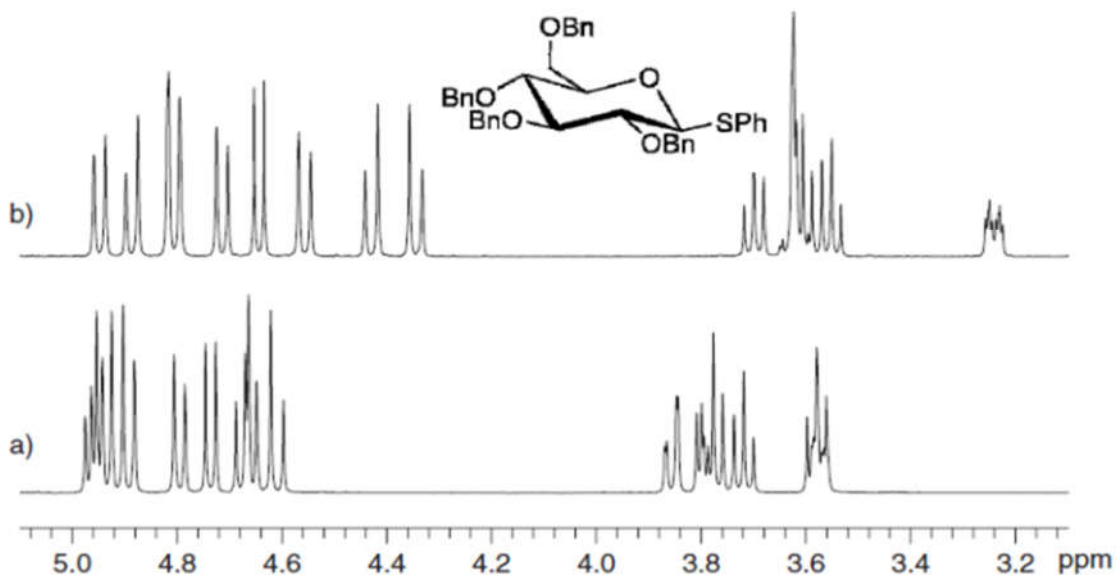
The Effect of Sample Volume on Gradient Shimming



譜儀的磁場強度越高，儀器靈敏度也高，對於污染物、樣品製備不好和不好的樣品管的靈敏度也增加。

選擇合適的氘代溶劑

- 譜儀靠氘信號鎖場和勻場，**一般要求：惰性，低沸點，價格儘量便宜首要規則，氘代原子越多，價格越高。**
- **溶解度**：越大越好，以增加實驗的靈敏度。
- **溶劑信號對樣品的干擾**：越小越好，儘量不與譜峰範圍重疊。
- **溫度可靠性**：在實驗溫度下不會揮發或凝固，溶解度不會受太大影響。比如，D6-DMSO凝固點 18.4 度,如果實驗室不是恒溫的,冬天凝固很正常溫度低會發生凝固。
- **粘滯性**：粘滯性越小，解析度越好
- **水含量**：幾乎所有核磁溶劑裡都有痕量或更多的水，水的存在會降低譜圖的品質。
- 帶活潑氫的試樣儘量選擇不含活潑氫的試劑，避免該峰因氫氘交換而無法在圖譜中表現出來
- 適當的芳香氘代溶劑有可能簡化圖譜



● 图 2. 变换溶剂提高谱峰分辨率

(糖在氘代氯仿(a)和氘代苯(b)中的氢谱:(b)中出现 3.2ppm 处的谱峰,该峰在(a)中被 3.6ppm 的谱峰所掩盖)

首選溶劑：CDCl₃，尖銳的單峰，7.26ppm，沸點 60.8°C，100ml 𠄎520

其它常見氘代溶劑：CD₃COCD₃，CD₃OD，DMSO-d₆（可以打出活潑氘），C₅D₅N

因為測試時溶劑中的氘也會出峰，溶劑的量遠遠大於樣品的量，溶劑峰會掩蓋樣品峰，所以用氘取代溶劑中的氘，**氘的共振峰頻率和氘差別很大，氘譜中不會出現氘的峰，減少了溶劑的干擾**。在譜圖中出現的溶劑峰是氘的取代不完全的殘留氘的峰。另外，在測試時需要用氘峰進行鎖場。

由於氘代溶劑的品種不是很多，要根據樣品的極性選擇極性相似的溶劑，**氘代溶劑的極性從小到大是這樣排列的：苯、氯仿、乙腈、丙酮、二甲亞砜、吡啶、甲醇、水**。還要注意溶劑峰的化學位移，最好不要遮擋樣品峰。

準備樣品

1. 首要的是保證產物的純度，雜質峰肯定讓你的圖不好看。
2. 拿住樣品管是要拿住上部。
3. 實驗過程中的溶劑殘留也是影響圖譜品質的很大因素。常見的有石油 醚、乙酸乙酯等溶劑。
4. **對於氫譜，3 到 10 毫克樣品足夠。**對於分子量較大的樣品，有時需要濃度 更大的溶液。但濃度太大會因飽和或者粘度增加而降低解析度。
5. **對於碳譜和雜核 譜，樣品濃度至少為氫譜的 5 倍（一般在 100 毫克左右）。**
6. **對於二維實驗，為了獲得較好的信噪比，樣品濃度必須夠。根據經驗，25 毫克樣品足以完成所有實驗，包括氫碳相關 HMBC 實驗。**如果樣品只有 1 到 5 毫克，只能完成同核氫氫相關實驗，與碳相關的實驗至少需要過夜。保持樣品高度或者體積一致。這將減少換樣品後的勻場時間。對於 5 毫米核磁管，樣品體積應為 0.6 毫升或者樣品高度為 4 釐米。
7. **保持樣品高度或者體積一致。這將減少換樣品後的勻場時間。**
8. 蓋上樣品管，使用封口膜密封減少蒸發。

關於樣品純化

1. 過柱子，過柱子，重要的事情說三遍。再好分都過根柱子，過柱子的時候勤換瓶子，產物點分幾瓶接，取中間的旋乾燥送核磁。
2. 國內一般石油醚用的多一點，國外正己烷多一點，可以的話用正己烷，正己烷相對而言比較乾淨...
3. 旋蒸其實不能把溶劑完全蒸完，可以考慮最後用真空泵抽一下，這樣會使溶劑峰更低。二氯石油醚，那麼抽個半小時就差不多沒了；如果有乙酸乙酯，DMF，乙腈甲醇等沸點比較高的溶劑，先高溫把溶劑旋乾淨，然後趁熱抽，再常溫抽幾個小時，基本上溶劑峰就沒了。水峰一般也比較容易抽沒。
4. 注意潛在的油脂類雜質：如果東西比較少，處理的時候又不太注意，在氫譜上位移 1.2 和 0.8 會有兩個油脂的雜峰，很影響美觀。這種情況一般可以用石油醚洗兩次產物，然後抽乾，油脂大部分會被石油醚洗掉。
5. 氬代試劑平時可以放在乾燥箱裡，防止引入水分。

參考資料：

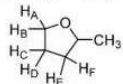
製備高品質液體核磁樣品--核磁制樣三要素，王巍 向俊鋒

過柱心得參考知乎網友，封面來源知乎 Qing。

¹H NMR 溶劑化學位移 chemical shift (ppm)

	proton	mult, <i>J</i>	CDCl ₃	acetone- <i>d</i> ₆	DMSO- <i>d</i> ₆	CD ₃ CN	CD ₃ OD	D ₂ O
solvent residual peak			7.26	2.05	2.50	1.94	3.31	4.79
water	▲ H ₂ O	s	1.56	2.84	3.33	2.13	4.87	-
acetic acid ^a	▲ CH ₃	s	2.10	1.96	1.91	1.96	1.99	2.08
acetic anhydride	▲ CH ₃	s	2.23	2.21	2.22	2.18	- ^b	- ^b
acetone ^a	▲ CH ₃	s	2.17	2.09	2.09	2.08	2.15	2.22
acetonitrile ^a	▼ CH ₃	s	2.10	2.05	2.07	1.96	2.03	2.06
<i>iso</i> -amyl acetate	▲ OCH ₂	t, 6.8	4.10	4.05	4.02	4.05	4.09	4.14
	CH ₂ CO	s	2.05	1.97	1.99	1.97	2.01	2.07
	CH	nonet, 6.7	1.68	1.69	1.64	1.67	1.69	1.67
	CH ₂ CH	q, 6.9	1.52	1.50	1.45	1.49	1.51	1.53
	(CH ₃) ₂	d, 6.6	0.92	0.91	0.88	0.91	0.93	0.89
<i>iso</i> -amyl alcohol	▲ CH ₂ OH	td, 6.8, 5.2	3.68, t (6.8)	3.56 [3.55, t] ^c	3.41	3.51	3.57, t (6.9)	3.64, t (6.8)
	OH	t, 5.2	-	3.34	4.29	2.40	-	-
	CH	nonet, 6.7	1.72	1.73	1.65	1.67	1.71	1.67
	CH ₂ CH	q, 6.8	1.47	1.39	1.31	1.37	1.42	1.44
	CH ₃	d, 6.7	0.92	0.89	0.85	0.89	0.91	0.90
anisole	▲ CH (3,5)	m	7.32-7.27	7.31-7.25	7.31-7.26	7.32-7.27	7.28-7.22	7.40, t (8.0) ^d
	CH (2,4,6)	m	6.97-6.89	6.96-6.89	6.94-6.90	6.96-6.90	6.92-6.87	7.09-7.03 ^d
	OCH ₃	s	3.81	3.78	3.75	3.77	3.77	3.85 ^d
benzyl alcohol	▲ CH	m	7.38-7.28	7.37-7.29	7.36-7.28	7.37-7.30	7.36-7.30	7.47-7.37
	CH	m	7.38-7.28	7.25-7.20	7.25-7.20	7.29-7.23	7.26-7.22	7.47-7.37
	CH ₂	d, 5.9	4.71	4.63 [4.62, s] ^c	4.49	4.57	4.59, s	4.65, s
	OH	t, 5.9	1.64	4.16	5.16	3.14	-	-
<i>n</i> -butanol	▲ CH ₂ OH	td, 6.5, 5.3	3.65, t (6.7)	3.53 [3.52, t] ^c	3.38	3.48	3.54, t (6.5)	3.61, t (6.6)
	CH ₂ CH ₂ OH	m	1.60-1.52	1.51-1.44	1.43-1.25	1.49-1.42	1.55-1.47	1.57-1.50
	CH ₂ CH ₃	m	1.44-1.35	1.41-1.32	1.43-1.25	1.39-1.29	1.43-1.33	1.40-1.30
	OH	t, 5.3	1.20, br s	3.35	4.31	2.43	-	-
	CH ₃	t, 7.3	0.94	0.90	0.86	0.91	0.93	0.91
<i>iso</i> -butanol	▲ CH ₂	dd, 6.5, 5.5	3.41	3.29	3.15	3.25	3.31-3.29, m	3.38, d (6.6)
	CH	nonet, 6.6	1.77	1.68	1.60	1.66	1.70	1.75
	OH	t, 5.5	1.30	3.45	4.40	2.50	-	-
	CH ₃	d, 6.7	0.92	0.87	0.82	0.86	0.90	0.89
<i>tert</i> -butanol	▲ CH ₃	s	1.27	1.18 [1.18] ^e	1.11	1.17	1.22	1.25
	OH	s	-	3.22	4.18	2.39	-	-
<i>n</i> -butyl acetate	▲ OCH ₂	t, 6.7	4.07	4.02	3.99	4.02	4.05	4.12
	CH ₂ CO	s	2.05	1.97	1.99	1.97	2.01	2.09
	OCH ₂ CH ₂	m	1.64-1.57	1.62-1.55	1.57-1.50	1.61-1.54	1.64-1.57	1.67-1.60
	CH ₂ CH ₃	m	1.43-1.34	1.42-1.33	1.37-1.27	1.41-1.32	1.44-1.34	1.42-1.33
	CH ₂ CH ₂	t, 7.4	0.94	0.92	0.89	0.92	0.94	0.91
<i>iso</i> -butyl acetate	▲ CH ₂	d, 6.7	3.85	3.81	3.79	3.81	3.84	3.91
	CH ₂ CO	s	2.06	1.99	2.01	1.99	2.03	2.11
	CH	nonet, 6.7	1.92	1.89	1.87	1.90	1.92	1.94
	(CH ₃) ₂	d, 6.7	0.93	0.91	0.88	0.91	0.93	0.93
chlorobenzene	▼ CH	m	7.36-7.22	7.42-7.31	7.45-7.32	7.41-7.29	7.37-7.25	7.46-7.33
cyclohexane ^a	▼ CH ₂	s	1.43	1.43	1.40	1.44	1.45	-
cyclohexanone ^a	▲ CH ₂ (2,6)	t, 7	2.33	2.27	2.25	2.27	2.34	2.40
	CH ₂ (3,5)	m	1.86-1.84	1.83-1.79	1.78-1.74	1.84-1.79	1.87-1.85	1.90-1.85
	CH ₂ (4)	m	1.73-1.71	1.74-1.70	1.66-1.64	1.72-1.67	1.76-1.74	1.75-1.70
cyclopentyl methyl ether (CPME)	▼ CH	m	3.82-3.78	3.77-3.73	3.76-3.71	3.78-3.74	3.85-3.80	3.99-3.94
	OCH ₃	s	3.28	3.19	3.15	3.19	3.26	3.30
	CH ₂	m	1.74-1.50	1.72-1.44	1.67-1.42	1.70-1.48	1.77-1.50	1.86-1.51
<i>p</i> -cymene (4- <i>iso</i> -propyltoluene)	▼ ArH	m	7.14-7.09	7.13-7.07	7.12-7.07	7.14-7.09	7.09-7.04	-
	CH(CH ₃) ₂	sept, 6.9	2.87	2.85	2.83	2.86	2.83	-
	Ar-CH ₃	s	2.32	2.27	2.25	2.28	2.27	-
	(CH ₃) ₂	d, 6.9	1.24	1.20	1.17	1.20	1.21	-
dichloromethane ^a	▼ CH ₂	s	5.30	5.63	5.76	5.44	5.49	-
dimethyl carbonate ^a	▲ CH ₃	s	3.79	3.72	3.69	3.72	3.74	3.69
dimethyl sulfoxide ^a	▼ CH ₃	s	2.62	2.52	2.54	2.50	2.65	2.71
DMPU ^a	▼ NCH ₂	m	3.25-3.22	3.25-3.22	3.20-3.17	3.22-3.19	3.30-3.27	3.30-3.27
	NCH ₃	s	2.92	2.81	2.75	2.81	2.88	2.86
	CH ₂	m	2.00-1.94	1.97-1.92	1.90-1.84	1.94-1.88	2.00-1.94	1.98-1.92
ethanol	▲ CH ₂	qd, 7.0, 5.2	3.72, q (7.0)	3.57 [3.57, q] ^c	3.44	3.54	3.60, q (7.1)	3.66, q (7.1)
	CH ₃	t, 7.0	1.24	1.12 [1.12] ^c	1.06	1.11	1.17	1.19
	OH	t, 5.2	1.42, br s	3.39	4.35	2.47	-	-
ethyl acetate ^a	▲ CH ₂ CO	s	2.05	1.97	1.99	1.97	2.01	2.07
	CH ₂ CH ₃	q, 7	4.12	4.05	4.03	4.06	4.09	4.14
	CH ₂ CH ₃	t, 7	1.26	1.20	1.17	1.20	1.24	1.24
<i>L</i> -ethyl lactate	▼ CH	q, 6.9	4.30-4.22, m	4.24-4.09, m	4.14-4.08, m	4.21-4.11, m	4.22	4.40
	CH ₂	q, 7.1	4.25	4.24-4.09, m	4.08	4.21-4.11, m	4.18	4.23
	OH	d, 5.5	2.79	-	5.35	3.33	-	-
	CH ₂ CH	d, 6.9	1.42	1.32	1.24	1.31	1.36	1.41
	CH ₂ CH ₂	t, 7.1	1.31	1.23	1.19	1.23	1.27	1.28
ethylene glycol	▲ CH ₂	s	3.76	3.58-3.54, m	3.40-3.38, m	3.52-3.50, m	-	-
	OH	m	2.28, br s	-	4.46-4.43	2.72-2.69	-	-

	proton	mult, <i>J</i>	CDCl ₃	acetone- <i>d</i> ₆	DMSO- <i>d</i> ₆	CD ₃ CN	CD ₃ OD	D ₂ O	
ethyl <i>tert</i> -butyl ether (ETBE)	▼ CH ₂	q, 7.0	3.41	3.37	3.33	3.38	3.45	3.54	
	(CH ₃) ₃	s	1.20	1.14	1.12	1.14	1.19	1.23	
	CH ₃	t, 7.0	1.17	1.06	1.04	1.07	1.13	1.15	
formic acid	▼ HCO	s	8.03	8.11	8.14	8.03	8.07	8.26	
glycol diacetate	▲ CH ₂	s	4.27	4.24	4.19	4.21	4.25	4.34	
	CH ₃	s	2.09	2.01	2.02	2.01	2.04	2.12	
<i>n</i> -heptane	▼ CH ₂	m	1.32-1.24	1.33-1.25	1.30-1.22	1.33-1.25	1.34-1.24	1.33-1.23	
	CH ₃	t, 6.8	0.88	0.88	0.86	0.89	0.90	0.87	
<i>iso</i> -propanol	▲ CH	septd, 6.1, 4.3	4.03, sept (6.1)	3.95-3.84, m ^f	3.77	3.86	3.92, sept (6.1)	4.02, sept (6.2)	
	CH ₃	d, 6.1	1.21	1.10 [1.10] ^c	1.04	1.09	1.15	1.18	
	OH	d, 4.3	-	3.39	4.34	2.51	-	-	
<i>iso</i> -propyl acetate	▲ CH	sept, 6.3	4.99	4.91	4.86	4.91	4.95	4.98	
	CH ₂ CO	s	2.02	1.94	1.96	1.94	1.99	2.07	
	(CH ₃) ₂	d, 6.3	1.23	1.19	1.17	1.19	1.22	1.25	
methanol	▲ CH ₃	d, 5.3	3.49, s	3.31 [3.30] ^g	3.17	3.28	3.34, s	3.36, s	
	OH	q, 5.3	1.05, br s	3.12	4.10	2.17	-	-	
methyl acetate	▲ OCH ₃	s	3.67	3.59	3.57	3.60	3.64	3.69	
	CH ₃ CO	s	2.06	1.98	2.00	1.99	2.02	2.09	
methyl cyclohexane	▼ CH ₂	m	1.70-1.60	1.70-1.59	1.67-1.57	1.71-1.59	1.72-1.61	-	
	CH ₂ , CH	m	1.39-1.06	1.39-1.07	1.38-1.03	1.40-1.08	1.40-1.09	-	
	CH ₂	m	0.92-0.82	0.93-0.83	0.91-0.81	0.94-0.84	0.94-0.84	-	
	CH ₃	d, 6.6	0.86	0.85	0.84	0.86	0.87	-	
methyl ethyl ketone ^a	▲ CH ₂ CO	s	2.14	2.07	2.07	2.06	2.12	2.19	
	CH ₂	q, 7	2.46	2.45	2.43	2.43	2.50	3.18	
	CH ₂ CH ₃	t, 7	1.06	0.96	0.91	0.96	1.01	1.26	
methyl <i>iso</i> -butyl ketone	▲ CH ₂	d, 7.0	2.30	2.31	2.30	2.29	2.35	2.43	
	CH	nonet, 6.8	2.13	2.12-2.02, m	1.99	2.08-2.02, m	2.09	2.08	
	CH ₃ CO	s	2.12	2.06	2.06	2.05	2.11	2.21	
	(CH ₃) ₂	d, 6.7	0.92	0.88	0.85	0.88	0.91	0.90	
methyl <i>tert</i> -butyl ether (MTBE) ^a	▼ OCH ₃	s	3.22	3.13	3.08	3.13	3.20	3.22	
	CCH ₃	s	1.19	1.13	1.11	1.14	1.15	1.21	
2-methyl tetrahydrofuran	▼ CH	dp, 7.9, 6.1	3.94	3.83	3.82	3.85	3.95	4.03	
	OCH _A H _B	td, 7.7, 5.9	3.89	3.78	3.75	3.79	3.86	3.88	
	OCH _A H _B	td, 8.0, 6.3	3.71	3.58	3.55	3.60	3.70	3.74	
	H _C , H _D , H _E	m	2.03-1.81	2.00-1.75	1.97-1.72	2.00-1.76	2.06-1.85	2.11-1.86	
	H _F	ddt, 11.7, 8.8, 7.6	1.41	1.34	1.31	1.35	1.42, dq (11.6, 8.0)	1.47, dq (12.0, 8.2)	
	CH ₃	d, 6.1	1.23	1.14	1.12	1.15	1.20	1.23	
pyridine	▼ CH (2,6)	m	8.62-8.61	8.59-8.57	8.59-8.57	8.58-8.56	8.54-8.52	8.54-8.52	
	CH (4)	tt, 7.6, 1.8	7.68	7.76	7.79	7.73	7.85	7.91-7.86, m	
	CH (3,5)	m	7.30-7.26	7.36-7.33	7.40-7.37	7.34-7.31	7.45-7.42	7.48-7.45	
sulfolane	▲ CH ₂ SO ₂	m	3.05-3.02	2.97-2.93	3.01-2.97	2.96-2.92	3.03-2.99	3.19-3.15	
	CH ₂	m	2.25-2.21	2.21-2.17	2.09-2.05	2.16-2.12	2.21-2.18	2.26-2.22	
<i>tert</i> -amyl methyl ether (TAME)	▼ OCH ₃	s	3.18	3.10	3.05	3.10	3.17	3.20	
	CH ₂	q, 7.5	1.49	1.46	1.42	1.46	1.51	1.55	
	(CH ₃) ₂	s	1.13	1.07	1.05	1.08	1.13	1.17	
	CH ₂ CH ₃	t, 7.5	0.87	0.82	0.79	0.83	0.86	0.85	
tetrahydrofuran ^a	▼ CH ₂ O	m	3.76-3.73	3.64-3.61	3.62-3.59	3.66-3.63	3.74-3.71	3.78-3.74	
	CH ₂	m	1.87-1.84	1.81-1.77	1.78-1.75	1.82-1.79	1.88-1.85	1.91-1.88	
toluene ^a	▼ CH (3,5)	m	7.28-7.24	7.26-7.22	7.27-7.23	7.27-7.23	7.23-7.19	7.36-7.33	
	CH (2,4,6)	m	7.18-7.14	7.18-7.12	7.19-7.13	7.20-7.13	7.16-7.09	7.29-7.22	
	CH ₃	s	2.36	2.31	2.30	2.33	2.32	2.35	
xylenes	<i>o</i> -xylene	CH	m	7.14-7.08	7.12-7.03	7.14-7.04	7.15-7.05	7.10-7.01	-
		CH ₃	s	2.26	2.23	2.21	2.25	2.24	-
	<i>m</i> -xylene	CH (5)	t, 7.5	7.15	7.11	7.13	7.13	7.08	7.24
		CH (2,4,6)	m	7.00-6.96	6.99-6.94	6.99-6.95	7.01-6.96	6.97-6.92	7.14-7.07
	<i>p</i> -xylene	CH ₃	s	2.32	2.27	2.26	2.28	2.27	2.31
		CH	s	7.06	7.05	7.05	7.06	7.02	7.18
	ethyl benzene	CH ₃	s	2.31	2.26	2.24	2.27	2.26	2.30
		CH (3,5)	m	7.30-7.26	7.29-7.25	7.29-7.26	7.30-7.25	7.26-7.22	-
		CH (2,6)	m	7.23-7.15	7.22-7.19	7.22-7.14	7.23-7.21	7.19-7.16	-
		CH (4)	m	7.23-7.15	7.17-7.13	7.22-7.14	7.19-7.14	7.15-7.11	-
		CH ₂	q, 7.6	2.65	2.63	2.60	2.63	2.62	-
	CH ₃	t, 7.6	1.24	1.20	1.17	1.21	1.21	-	



¹³C NMR 溶劑化學位移 chemical shift (ppm)

		CDCl ₃	acetone- <i>d</i> ₆	DMSO- <i>d</i> ₆	CD ₃ CN	CD ₃ OD	D ₂ O
solvent residual peak		77.06±0.03	29.82±0.01 206.03±0.10	39.53±0.05	1.32±0.01 118.26±0.03	49.03±0.01	
acetic acid ^a	▲ CO	175.99	172.31	171.93	173.21	175.11	177.21
	CH ₃	20.81	20.51	20.95	20.73	20.56	21.03
acetic anhydride	▲ CO	166.38	167.44	166.89	168.02	- ^b	- ^b
	CH ₃	22.15	22.05	21.90	22.45	- ^b	- ^b
acetone ^a	▲ CO	207.07	205.87	206.31	207.43	209.67	215.94
	CH ₃	30.92	30.60	30.56	30.91	30.67	30.89
acetonitrile ^a	▼ CN	116.43	117.60	117.91	118.26	118.06	119.68
	CH ₃	1.89	1.12	1.03	1.79	0.85	1.47
<i>iso</i> -amyl acetate	▲ CO	172.15	171.02	170.28	171.91	173.08	-
	OCH ₂	63.56	63.23	62.18	63.71	64.22	-
	CH ₂ CH	37.29	38.18	36.83	38.16	38.53	-
	CH	25.09	25.77	24.47	25.90	26.27	-
	(CH ₃) ₂	22.45	22.71	22.20	22.74	22.82	-
<i>iso</i> -amyl alcohol	▲ CH ₂ OH	61.36	60.72 [60.59] ^c	58.91	60.94	61.28	60.82
	CH ₂ CH	41.79	42.80 [42.75] ^c	41.54	42.66	42.70	40.96
anisole	▲ CH	24.74	25.43	24.18	25.56	25.86	24.65
	CH ₃	22.62	22.98	22.52	22.96	23.02	22.39
	C (1)	159.59	160.71	159.30	160.74	161.15	-
	CH (3,5)	129.44	130.21	129.40	130.48	130.41	-
benzyl alcohol	▲ CH (4)	120.67	121.25	120.41	121.52	121.59	-
	CH (2,6)	113.93	114.68	113.87	114.85	114.91	-
	CH ₃	55.14	55.34	54.87	55.76	55.56	-
	C (1)	140.98	143.42 [143.39] ^f	142.44	143.17	142.74	140.84
	CH (3,5)	128.54	128.92	127.92	129.26	129.37	129.34
<i>n</i> -butanol	▲ CH (4)	127.61	127.55	126.50	127.97	128.28	128.43
	CH (2,6)	126.98	127.35	126.31	127.69	128.01	128.06
	CH ₂	65.31	64.68 [64.55] ^c	62.82	64.79	65.28	64.51
	CH ₂ OH	62.76	62.15 [62.01] ^c	60.31	62.35	62.71	62.17
	CH ₂ CH ₂ OH	34.91	35.93 [35.88] ^c	34.63	35.80	35.84	34.06
<i>iso</i> -butanol	▲ CH ₂ CH ₃	18.92	19.72	18.56	19.80	20.04	18.97
	CH ₃	13.86	14.20	13.75	14.24	14.24	13.66
	CH ₂	69.80	69.46 [69.33] ^c	67.83	69.53	69.95	69.27
<i>tert</i> -butanol ^a	▲ CH	30.87	31.74 [31.71] ^f	30.53	31.73	31.93	30.37
	CH ₃	18.86	19.36	19.09	19.32	19.38	18.83
<i>tert</i> -butanol ^a	▲ C	69.15	68.16 [68.03] ^c	66.88	68.74	69.40	70.36
	CH ₃	31.25	31.61 [31.57] ^c	30.38	30.68	30.91	30.29
<i>n</i> -butyl acetate ^d	▲ CO	171.20	170.94	170.27	171.73	173.04	175.46
	OCH ₂	64.36	64.44	63.40	64.84	65.44	66.12
	OCH ₂ CH ₂	30.70	31.50	30.12	31.52	31.84	30.46
	CH ₃ CO	20.99	20.76	20.60	21.12	20.83	21.06
	CH ₂ CH ₃	19.16	19.77	18.54	19.87	20.18	19.07
<i>iso</i> -butyl acetate	▲ CH ₂ CH ₃	13.71	13.94	13.44	14.02	14.03	13.51
	CO	171.19	170.89	170.28	171.71	173.00	175.52
	CH ₂	70.63	70.71	69.61	71.02	71.73	72.22
	CH	27.71	28.49	27.16	28.61	28.95	27.70
	CH ₃ CO	20.93	20.69	20.57	21.05	20.76	20.99
chlorobenzene	(CH ₃) ₂	19.08	19.26	18.79	19.29	19.36	18.77
	▼ C (1)	134.29	134.63	133.00	134.74	135.31	-
	CH (3,5)	129.71	130.94	130.20	131.10	131.00	-
	CH (2,6)	128.62	129.30	128.30	129.45	129.56	-
cyclohexane ^a	▼ CH (4)	126.43	127.65	126.92	127.83	127.73	-
	CH ₂	26.94	27.51	26.33	27.63	27.96	-
cyclohexanone ^a	▲ CO	212.57	210.36	210.63	211.99	214.69	221.22
	CH ₂ (2,6)	41.97	42.24	41.32	42.44	42.61	42.02
	CH ₂ (3,5)	27.00	27.68	26.46	27.80	28.16	27.50
	CH ₂ (4)	24.97	25.59	24.32	25.62	25.86	24.77
cyclopentyl methyl ether (CPME)	▼ CH	83.03	83.35	81.92	83.62	84.47	84.40
	CH ₃	56.30	56.18	55.47	56.38	56.55	56.04
	CH ₂ (2,5)	31.97	32.51	31.35	32.63	32.85	31.87
	CH ₂ (3,4)	23.55	24.14	23.05	24.28	24.45	23.61
<i>p</i> -cymene (4- <i>iso</i> -propyltoluene) ^d	▼ C (4)	145.89	146.54	145.22	146.91	146.99	-
	C (1)	135.14	135.70	134.46	136.16	136.15	-
	CH (2,6)	128.98	129.71	128.72	129.91	129.90	-
	CH (3,5)	126.28	126.99	125.98	127.23	127.19	-
	CH(CH ₃) ₂	33.70	34.40	32.92	34.48	34.98	-
	(CH ₃) ₂	24.10	24.40	23.89	24.41	24.55	-
Ar-CH ₃	20.95	20.94	20.48	21.00	21.03	-	

		CDCl ₃	acetone-d ₆	DMSO-d ₆	CD ₃ CN	CD ₃ OD	D ₂ O
dichloromethane ^a	▼ CH ₂	53.52	54.95	54.84	55.32	54.78	-
dimethyl carbonate ^a	▲ CO	156.45	157.04	155.76	157.26	157.91	163.96
	CH ₃	54.89	54.95	54.63	55.39	55.25	55.81
dimethyl sulfoxide ^a	▼ CH ₃	40.76	41.23	40.45	41.31	40.45	39.39
DMPU ^{d,e}	▼ CO	156.85	156.97	155.89	157.54	158.90	158.99
	NCH ₂	47.93	48.57	47.31	48.69	48.92	48.24
	CH ₃	35.67	35.60	35.11	35.81	35.96	35.91
	CH ₂	22.24	23.13	21.76	23.10	23.04	21.80
ethanol ^a	▲ CH ₂	58.28	57.76 [57.72] ^c	56.07	57.96	58.26	58.05
	CH ₃	18.41	18.87 [18.82] ^c	18.51	18.80	18.40	17.47
ethyl acetate ^a	▲ CO	171.36	170.96	170.31	171.68	172.89	175.26
	CH ₂	60.49	60.56	59.74	60.98	61.50	62.32
	CH ₃ CO	21.04	20.83	20.68	21.16	20.88	21.15
	CH ₂ CH ₃	14.19	14.50	14.40	14.54	14.49	13.92
<i>L</i> -ethyl lactate	▼ CO	175.70	175.57 [175.54] ^c	174.49	175.96	176.41	177.14
	CH	66.78	67.43 [67.32] ^c	65.91	67.57	67.90	67.37
	CH ₂	61.63	61.17	59.90	61.74	61.98	62.84
	CH ₃ CH	20.41	20.78 [20.72] ^c	20.30	20.77	20.59	19.80
	CH ₂ CH ₂	14.18	14.48	14.04	14.52	14.52	13.91
ethylene glycol ^a	▲ CH ₂	63.79	64.28 [64.15] ^c	62.76	64.22	64.30	63.17
ethyl <i>tert</i> -butyl ether (ETBE)	▼ C	72.56	72.57	71.88	72.95	74.13	75.28
	CH ₂	56.79	57.06	56.03	57.32	57.95	57.88
	(CH ₃) ₃	27.64	27.86	27.39	27.89	27.86	27.16
	CH ₃	16.35	16.66	16.17	16.72	16.47	15.66
formic acid	▼ CO	165.40	162.29	162.86	162.57	164.41	166.31
glycol diacetate	▲ CO	170.76	170.84	170.15	171.52	172.55	174.71
	CH ₂	62.21	62.81	61.85	63.04	63.48	63.42
	CH ₃	20.80	20.63	20.51	20.98	20.65	20.84
<i>n</i> -heptane	▼ CH ₂ (3,5)	31.91	32.61	31.17	32.67	33.06	-
	CH ₂ (4)	29.04	29.74	28.27	29.80	30.17	-
	CH ₂ (2,6)	22.71	23.33	22.00	23.45	23.75	-
	CH ₃	14.11	14.33	13.84	14.41	14.44	-
<i>iso</i> -propanol ^a	▲ CH	64.50	63.74 [63.60] ^c	64.92	64.30	64.71	64.88
	CH ₃	25.14	25.77 [25.72] ^c	25.43	25.55	25.27	24.38
<i>iso</i> -propyl acetate	▲ CO	170.63	170.38	169.72	171.16	172.52	174.77
	CH	67.64	67.74	66.89	68.23	69.08	70.28
	(CH ₃) ₂	21.84	22.00	21.53	22.06	22.03	21.44
	CH ₃ CO	21.42	21.19	21.00	21.55	21.28	21.53
methanol ^a	▲ CH ₃	50.41	49.81 [49.66] ^c	48.59	49.90	49.86	49.50
methyl acetate	▲ CO	171.48	171.29	170.73	172.08	173.21	175.64
	OCH ₃	51.58	51.51	51.17	51.97	52.04	52.77
	CH ₃ CO	20.67	20.45	20.40	20.81	20.50	20.73
methyl cyclohexane	▼ CH ₂ CH	35.51	36.12	34.96	36.19	36.58	-
	CH	32.79	33.47	32.20	33.56	33.99	-
	CH ₂	26.50	27.09	25.91	27.21	27.52	-
	CH ₂	26.40	26.97	25.86	27.09	27.40	-
	CH ₃	22.91	23.16	22.71	23.22	23.30	-
methyl ethyl ketone ^a	▲ CO	209.56	208.30	208.72	209.88	212.16	218.43
	CH ₂	36.89	36.75	35.83	37.09	37.34	37.27
	CH ₃ CO	29.49	29.30	29.26	29.60	29.39	29.49
	CH ₂ CH ₃	7.86	8.03	7.61	7.14	8.09	7.87
methyl <i>iso</i> -butyl ketone	▲ CO	208.83	207.75	208.02	209.34	211.70	218.10
	CH ₂	52.82	52.80	51.74	53.04	53.41	52.96
	CH ₃ CO	30.34	30.15	29.98	30.43	30.27	30.24
	CH	24.66	25.05	23.83	25.28	25.70	25.13
	(CH ₃) ₂	22.55	22.73	22.23	22.75	22.82	22.26
methyl <i>tert</i> -butyl ether (MTBE) ^a	▼ C	72.87	72.81	72.04	73.17	74.32	75.62
	OCH ₃	49.45	49.35	48.70	49.52	49.66	49.37
	CCH ₃	26.99	27.24	26.79	27.28	27.22	26.60
2-methyl tetrahydrofuran	▼ CH	75.23	75.50	74.21	75.78	76.75	76.81
	CH ₂ O	67.72	67.87	66.65	68.10	68.68	68.13
	CH ₂ CH	33.11	33.80	32.62	33.85	34.05	32.93
	CH ₂ CH ₂ O	25.92	26.47	25.32	26.59	26.77	25.77
	CH ₃	20.97	21.29	20.81	21.34	21.14	20.34
pyridine	▼ CH (2,6)	149.90	150.67	149.54	150.78	150.12	149.16
	CH (4)	135.89	136.57	136.01	136.91	138.38	138.21
	CH (3,5)	123.71	124.54	123.80	124.77	125.56	125.04
sulfolane	▲ CH ₂ SO ₂	51.16	51.60	50.51	51.86	52.04	51.58
	CH ₂	22.79	23.31	22.07	23.38	23.58	22.84

			CDCl ₃	acetone- <i>d</i> ₆	DMSO- <i>d</i> ₆	CD ₃ CN	CD ₃ OD	D ₂ O
<i>tert</i> -amyl methyl ether (TAME)	▼	C	74.77	74.73	73.85	75.16	76.46	77.73
		OCH ₃	49.04	48.96	48.29	49.16	49.32	48.92
		CH ₂	32.14	32.91	31.65	32.90	32.99	31.69
		(CH ₃) ₂	24.50	24.73	24.20	24.83	24.83	24.24
		CH ₂ CH ₃	8.22	8.40	8.00	8.53	8.47	8.14
tetrahydrofuran ^a	▼	CH ₂ O	68.00	68.07	67.07	68.32	68.82	68.45
		CH ₂	25.68	26.19	25.19	26.30	26.50	25.63
toluene ^a	▼	C (1)	137.88	138.49	137.26	138.94	138.93	-
		CH (2,6)	129.05	129.75	128.81	129.95	129.94	-
		CH (3,5)	128.24	129.03	128.11	129.25	129.23	-
		CH(4)	125.31	126.11	125.22	126.29	126.32	-
		CH ₃	21.45	21.41	20.95	21.50	21.51	-
xylenes	▼							
	<i>o</i> -xylene	C (1,2)	136.49	137.03	135.91	137.51	137.37	-
		CH (3,6)	129.59	130.28	129.29	130.46	130.47	-
		CH (4,5)	125.79	126.58	125.61	126.78	126.81	-
		CH ₃	19.71	19.68	19.24	19.79	19.77	-
<i>m</i> -xylene ^d	C (1,3)	137.78	138.34	137.07	138.80	138.79	-	
	CH (2)	129.91	130.52	129.51	130.71	130.70	-	
	CH (5)	128.15	128.93	127.98	129.16	129.13	-	
	CH (4,6)	126.04	126.78	125.83	126.95	126.99	-	
	CH ₃	21.33	21.32	20.83	21.40	21.42	-	
<i>p</i> -xylene	C (1,4)	134.67	135.27	134.03	135.68	135.71	-	
	CH (2,3,5,6)	128.92	129.65	128.69	129.85	129.84	-	
	CH ₃	20.94	20.94	20.49	21.00	21.02	-	
ethylbenzene	C (1)	144.25	144.99	143.65	145.42	145.48	-	
	CH (3,5)	128.31	129.12	128.18	129.34	129.33	-	
	CH (2,6)	127.85	128.59	127.63	128.81	128.80	-	
	CH (4)	125.58	126.40	125.50	126.59	126.62	-	
	CH ₂	28.89	29.43	28.11	29.50	29.89	-	
	CH ₃	15.60	16.08	15.55	16.17	16.25	-	

樣品可用溶劑表

Acetic	Acetic Acid-d4
Acetone	Acetone-d6
C6D6	Bezene-d6
CD2Cl2	Dichlormethane-d2
CD3CN	Acetonitrile-d3
CD3CN_SPE	LC-SPE solvent (Acetonitrile)
CD3OD_SPE	LC-SPE solvent (Methanol-d4)
CDCl3	Chloroform-d
CH3CN+D2O	HPLC solvent (Acetonitrile/D2O)
CH3OH+D2O	HPLC solvent (Methanol/D2O)
D2O	Deuterium oxide
D2O_salt	Deuterium oxide with salt
DMF	N,N-dimethylformamide-d7
DMSO	Dimethylsulfoxide-d6
Dioxane	Dioxane-d8
Juice	Fruit Juice
MeOD	Methanol-d4
None	No solvent
Plasma	Blood plasma
Pyr	Pyridine-d6
TFE	Trifluoroethanol-d3
THF	Tetrahydrofuran-d8
T_H2O+D2O+Me4NCL (CD3)4NCl in 90%H2O and 10%D2O	for NMR thermometer
T_H2O+D2O+NaAc sodium acetate in 90%H2O and 10%D2O	for NMR thermometer

T_H2O+D2O+Pivalate pivalate -d9 in 90%H2O and 10%D2O	for NMR thermometer
T_MeOD	Metanol-d4 for NMR thermometer
Tol	Toluene-d8
Urine	Urine
oC6D4Cl2	<i>ortho</i> -dichlorobenzene-d4
pC6D4Br2	<i>para</i> -dibromobenzene-d4