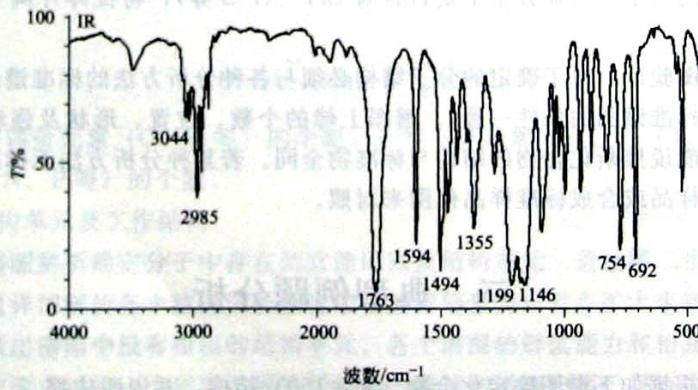
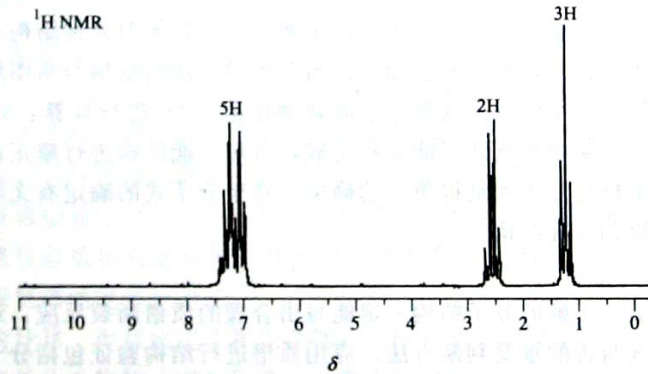
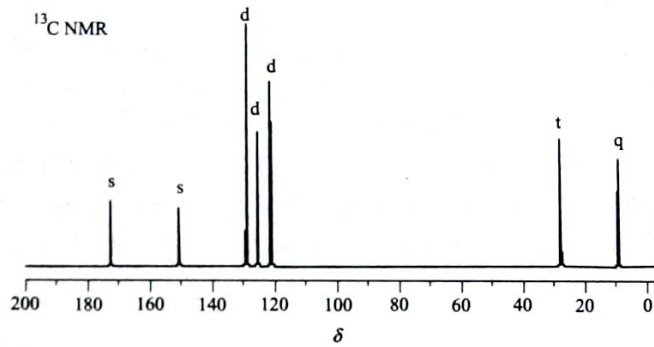
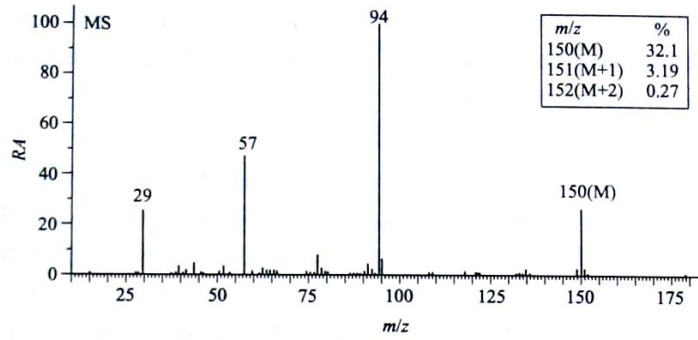


波谱综合解析

【例 1】 根据如下谱图确定化合物 (M=150) 结构, 并说明依据。



解

1. 确定分子式

分子离子峰 $150(M)\% = 32.1\%$, $151(M+1)\% = 3.18\%$, $152(M+2)\% = 0.27\%$. 折算后: $150(M)\% = 100\%$, $151(M+1)\% = 9.96\%$, $152(M+2)\% = 0.84\%$. 查分子量为 150 的 Beynon 表得到分子式

分子式	$C_9H_{10}O_2$	不饱和度	$U = 9 - 10/2 + 1 = 5$
-----	----------------	------	------------------------

2. IR 解析

波数/ cm^{-1}	归属	IR 结构信息
3044	芳环不饱和碳氢 C—H 伸缩振动 ν_{C-H}	芳酯 苯环, 单取代
2985	饱和碳氢 C—H 伸缩振动 ν_{C-H}	
1763	C=O 伸缩振动 $\nu_{C=O}$, 醛基, 苯环或烯酯特征	
1594, 1494	苯环骨架 C—C 伸缩振动 ν_{C-C}	
1355	甲基对称变形振动 $\delta_s(CH_3)$	
1199, 1146	酯 C—O—C 伸缩振动 ν_{C-O-C}	
754, 692	苯环 5 个氢相邻碳氢变形振动和环骨架变形振动, 单取代特征	

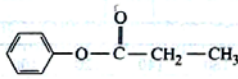
3. 1H NMR 解析

化学位移 δ	积分	裂分峰数	归属	推断	1H NMR 结构信息
1.2	3H	三重峰	CH_3	CH_3-CH_2	苯环电负性单取代 CH_3-CH_2-O
2.6	2H	四重峰	CH_2	$CH_3-CH_2-C=O$	
6.9~7.5	5H	多重峰	Ar—H	苯环上 5 个氢, 电负性单取代	

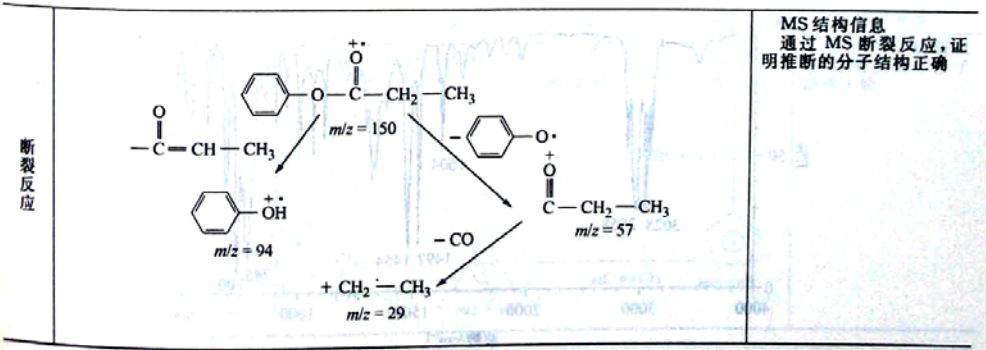
4. ^{13}C NMR 解析

化学位移 δ	偏共振多重性	归属	推断	^{13}C NMR 结构信息
9	q	CH_3	C^*H_3-C	9 个碳, 7 个峰, 结构有对称性, 1 个 CH_3 , 1 个 CH_2 , 连 O 苯环单取代
28	t	CH_2	$C-C^*H_2-C=O$	
63	t	CH_2	$C-C^*H_2-O$	
121~130	d	CH	5 个苯环没有取代的碳	
151	s	C	1 个苯环取代的碳	
173	d	CH	C^*-O	

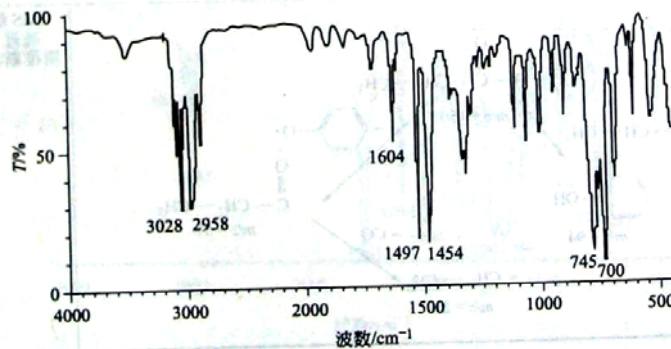
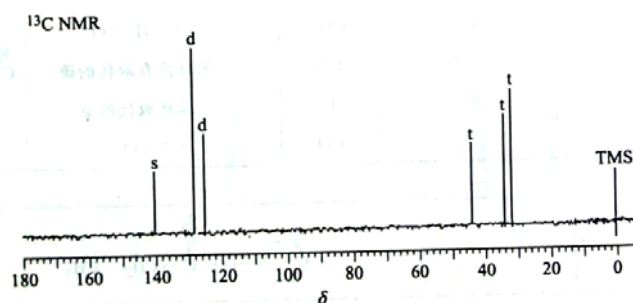
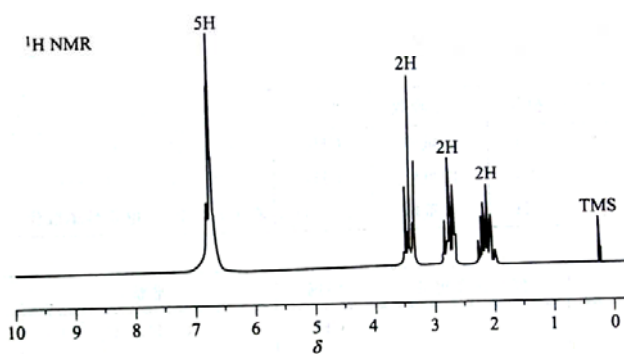
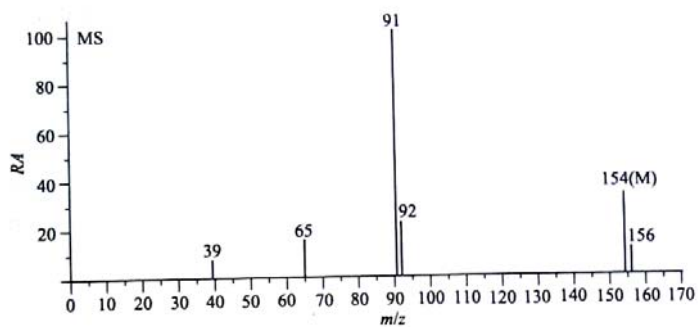
5. 推断分子结构

结构式	
-----	---

6. MS 验证结构



【例 2】某化合物 (M=154) 元素分析数据如下: C=70.13%, H=7.14%, Cl=22.72%; 其紫外吸收光谱 $\lambda_{\max}=258\text{nm}$, 试根据如下谱图推测其结构。



解

1. 确定分子式

根据元素分析数据计算分子式



不饱和度

$$U = 9 - 12/2 + 1 = 4$$

2. UV 解析

$\lambda = 258\text{nm}$

苯环 $\pi \rightarrow \pi^*$ 跃迁产生的 B 带

3. IR 解析

波数/ cm^{-1}	归属	IR 结构信息
3028	不饱和碳氢 C-H 伸缩振动 $\nu_{\text{Ar-H}}$	苯环 单取代
2958	饱和碳氢 C-H 伸缩振动 $\nu_{\text{C-H}}$	
1604	苯环骨架伸缩振动 $\nu_{\text{C=C}}$	
1497	苯环骨架伸缩振动 $\nu_{\text{C=C}}$	
1454	苯环骨架伸缩振动 $\nu_{\text{C=C}}$ 和 C-H 变形振动 $\delta_{\text{C-H}}$	
745	Ar-H 变形振动 $\delta_{\text{Ar-H}}$	
700	环变形振动 δ 环	

4. ^1H NMR 解析

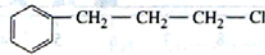
化学位移 δ	积分	裂分峰数	归属	推断	^1H NMR 结构信息
2.05	2H	多重峰	CH_2	$\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2$	烷基单取代苯环, 含有 $\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2$ CH_2 结构
2.74	2H	三重峰	CH_2	$\text{Ar}-\text{CH}_2-\text{CH}_2$	
3.48	2H	三重峰	CH_2	$\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{Cl}$	
7.20	5H	单峰	Ar-H	烷基单取代	

5. ^{13}C NMR 解析

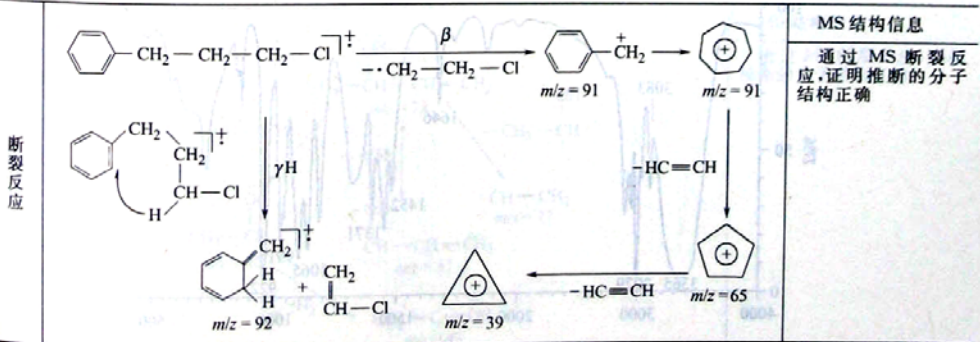
化学位移 δ	偏共振多重性	归属	推断	^{13}C NMR 结构信息
32	t	CH_2	$\text{C}-\text{C}^*-\text{H}_2-\text{C}$	分子中有 9 个 碳, ^{13}C NMR 产生 6 个峰, 所以分子有对 称性; 有三种 CH_2 , 单取代苯环
34	t	CH_2	$\text{Ar}-\text{C}^*-\text{H}_2-\text{C}$	
44	t	CH_2	$\text{C}-\text{C}^*-\text{H}_2-\text{Cl}$	
126	d	CH	苯环上没被取代的碳	
128	d	CH	苯环上没被取代的碳	
141	s	C	苯环上取代的碳	

6. 推断分子结构

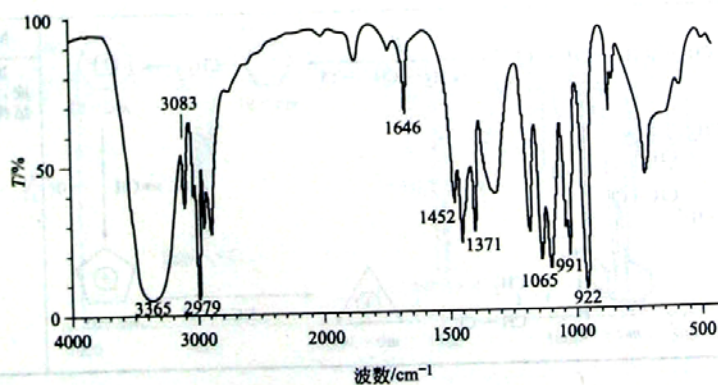
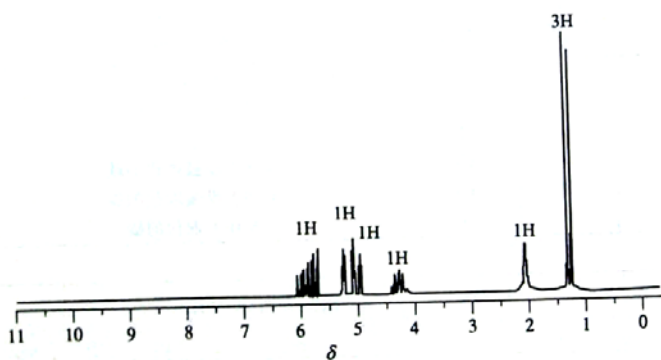
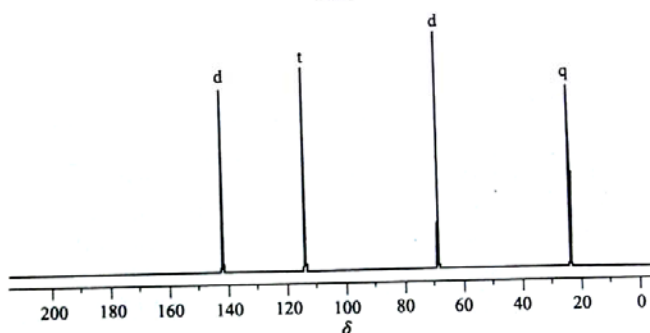
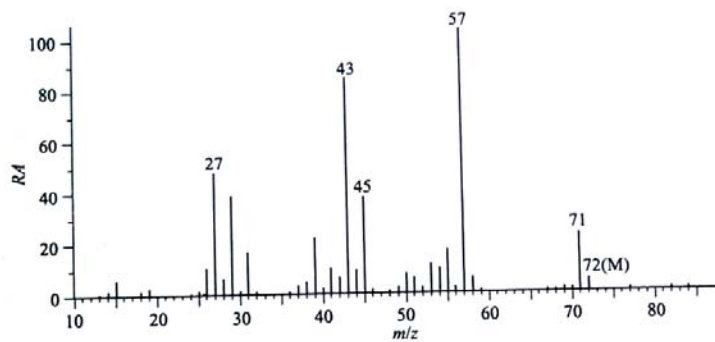
结构式



7. MS 验证结构



【例 3】 根据如下谱图确定化合物 (M=72) 结构, 并说明依据。



解

1. 确定分子式

化合物分子量: 72, ^{13}C NMR 中含有: 1 个 CH_3 ; 1 个 CH_2 ; 2 个 CH ; $72 - 15 - 14 - 2 \times 13 = 17$, 可能还有一个 OH ; IR 中有明显的 OH 伸缩振动谱峰, 分子式: $\text{CH}_3 + \text{CH}_2 + 2 \times \text{CH} + \text{OH}$

分子式	$\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$	不饱和度	$U = 4 - 8/2 + 1 = 1$
-----	--------------------------------	------	-----------------------

2. IR 解析

波数/ cm^{-1}	归属	IR 结构信息
3365	羟基 $\text{O}-\text{H}$ 伸缩振动 $\nu_{\text{O}-\text{H}}$	羟基 $\text{O}-\text{H}$
3083	不饱和碳氢 $\text{C}-\text{H}$ 伸缩振动 $\nu_{\text{C}=\text{H}}$	乙烯基烯烃 $-\text{CH}=\text{CH}_2$
2979	饱和碳氢 $\text{C}-\text{H}$ 伸缩振动 $\nu_{\text{C}-\text{H}}$	甲基 CH_3
1646	双键 $\text{C}=\text{C}$ 伸缩振动 $\nu_{\text{C}=\text{C}}$	
1452	饱和碳氢 $\text{C}-\text{H}$ 变形振动 $\delta_{\text{C}-\text{H}}$	
1371	甲基对称变形振动 $\delta_s(\text{CH}_3)$	
1065	$\text{C}-\text{O}$ 伸缩振动 $\nu_{\text{C}-\text{O}}$	
991, 912	不饱和碳氢 $\text{C}-\text{H}$ 变形振动, 乙烯基烯烃	

3. ^1H NMR 解析

化学位移 δ	积分	裂分峰数	归属	推断	^1H NMR 结构信息
1.3	3H	双峰	CH_3	CH_3-CH	乙烯基烯烃 $-\text{CH}=\text{CH}_2$
2.1	1H	单峰	OH	CH_2-OH	$\text{O}-\text{CH}-\text{CH}_3$
4.3	1H	多重峰	CH	$\text{CH}_2-\text{CH}-\text{O}$	羟基 $\text{O}-\text{H}$
5.1	1H	多重峰	CH	$-\text{CH}_2$	
5.3	1H	多重峰	CH	$-\text{CH}_2$	
5.9	1H	多重峰	CH	$-\text{CH}-$	

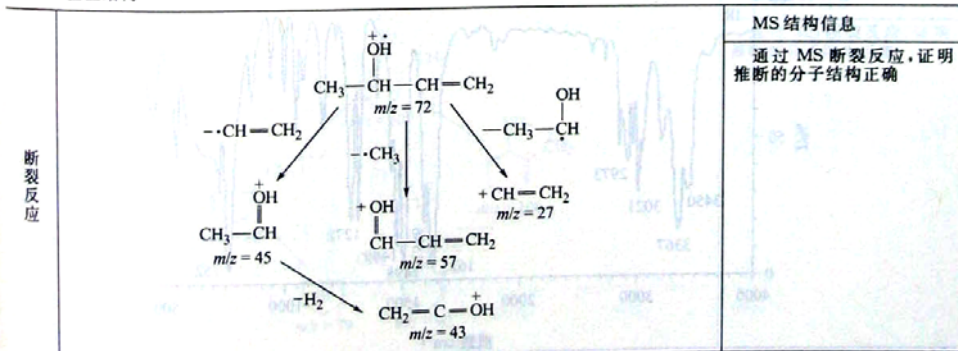
4. ^{13}C NMR 解析

化学位移 δ	偏共振多重性	归属	推断	^{13}C NMR 结构信息
22	q	CH_3	$\text{C}^*-\text{H}_3-\text{C}$	有一种 CH_3 , 一种 $\text{CH}-\text{O}$, 一个乙烯基烯烃 $-\text{CH}-\text{CH}_2$
69	d	CH	$\text{C}-\text{C}^*-\text{H}-\text{O}$	
114	t	CH_2	$-\text{C}^*-\text{H}_2$	
142	d	CH	$-\text{C}^*-\text{H}-$	

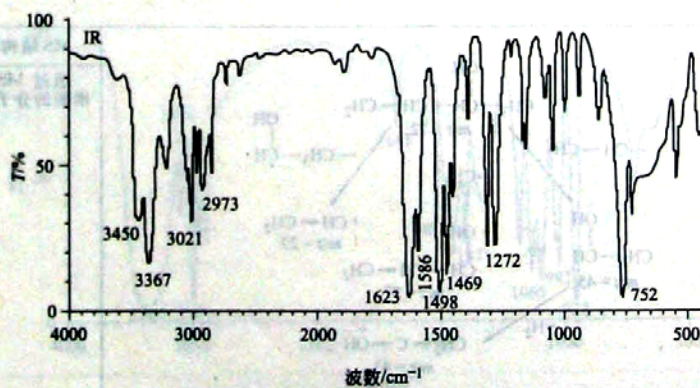
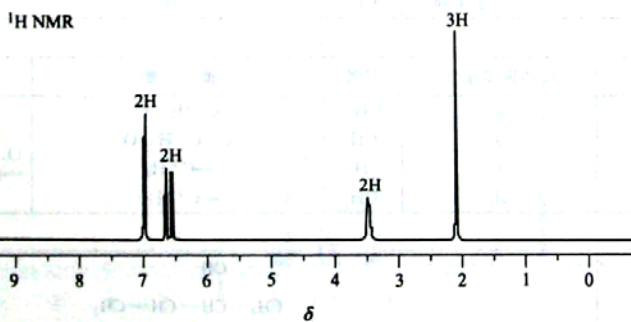
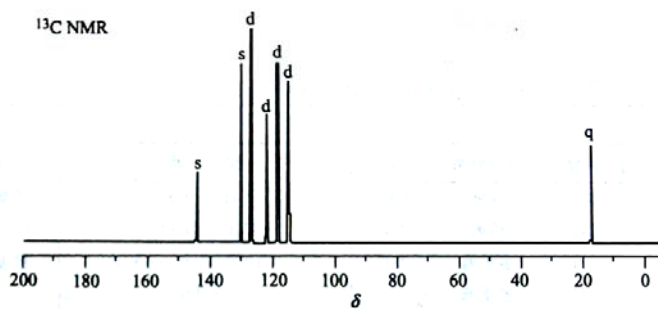
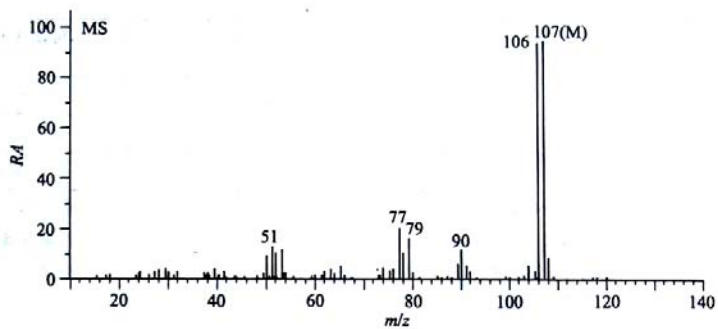
5. 推断分子结构

结构式	$\begin{array}{c} \text{OH} \\ \\ \text{CH}_3-\text{CH}-\text{CH}=\text{CH}_2 \end{array}$
-----	--

6. MS 验证结构



【例 4】 根据如下谱图确定化合物 (M=107) 结构, 并说明依据。



解

1. 确定分子式

化合物分子量: 107, ^{13}C NMR 中证明化合物含有苯环, 而且为二取代化合物, 还含有: 1 个 CH_3 ; $107 - 76 - 15 = 16$, IR 中有明显的 NH_2 伸缩振动谱峰, 还有一个 NH_2 ; 分子式: $\text{CH}_3 + \text{C}_6\text{H}_4 + \text{NH}_2$

分子式	$\text{C}_7\text{H}_9\text{N}$	不饱和度	$U = 7 + (1 - 9) / 2 + 1 = 4$
-----	--------------------------------	------	-------------------------------

2. IR 解析

波数/ cm^{-1}	归属	IR 结构信息
3450, 3367	NH_2 伸缩振动谱峰	芳胺, NH_2
3021	芳环不饱和和碳氢 C—H 伸缩振动 $\nu_{\text{C-H}}$	苯环邻位取代
2973	饱和碳氢 C—H 伸缩振动 $\nu_{\text{C-H}}$	甲基 CH_3
1623	NH_2 变形振动谱峰	
1586, 1498	苯环骨架 C—C 伸缩振动 $\nu_{\text{C-C}}$	
1469	甲基不对称变形振动 $\delta_{\text{as}}(\text{CH}_3)$	
1380	甲基对称变形振动 $\delta_{\text{s}}(\text{CH}_3)$	
1272	C—N 伸缩振动 $\nu_{\text{C-N}}$, 芳胺特征	
752	苯环不饱和和碳氢变形 (4 个氢相邻), 邻位取代特征	

3. ^1H NMR 解析

化学位移 δ	积分	裂分峰数	归属	推断	^1H NMR 结构信息
2.2	3H	单峰	CH_3	$\text{CH}_3 - \text{Ar}$	苯环二取代
3.5	2H	单峰	NH_2	$\text{NH}_2 - \text{Ar}$	NH_2
6.6~7.0	4H	两组多重峰	Ar-H	苯环上四个氢	Ar-CH_3

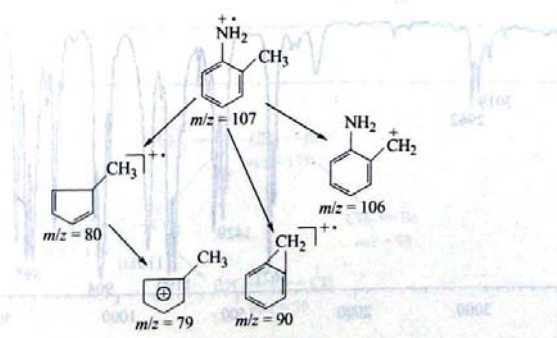
4. ^{13}C NMR 解析

化学位移 δ	偏共振多重性	归属	推断	^{13}C NMR 结构信息
18	q	CH_3	$\text{C} - \text{H}_3 - \text{Ar}$	有一种 CH_3 , 苯环二取代
115, 118	d	CH	苯环没有取代的碳	
122, 127	d	CH	苯环没有取代的碳	
138, 139	s	C	苯环取代的碳	

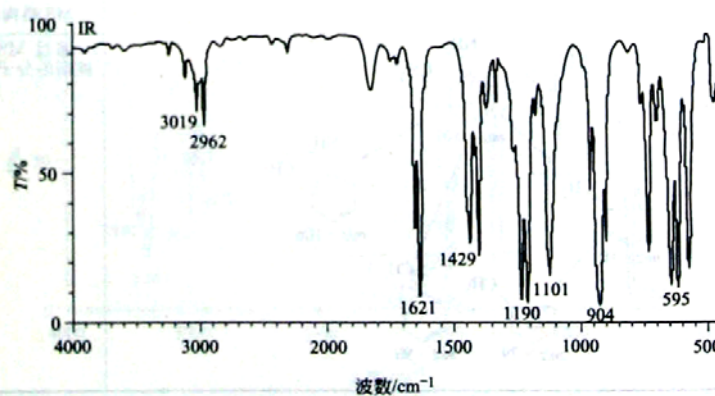
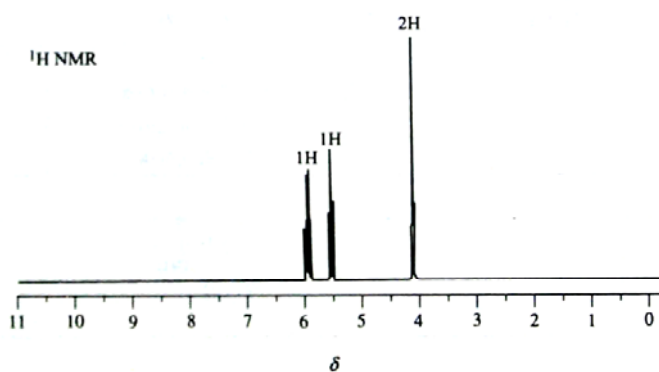
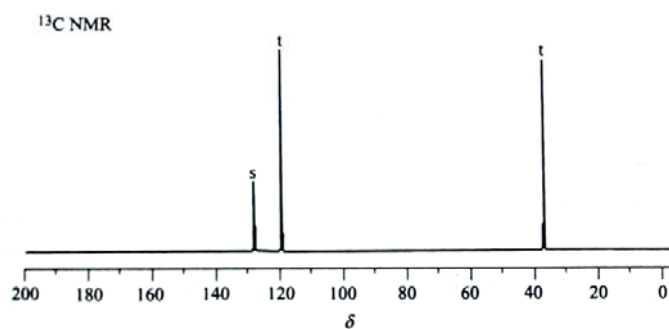
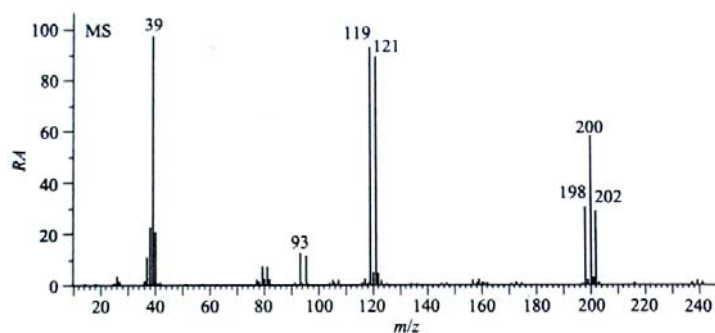
5. 推断分子结构

结构式	
-----	---

6. MS 验证结构

断裂反应	MS 结构信息
	<p>通过 MS 断裂反应, 证明推断的分子结构正确</p>

【例 5】 根据如下谱图确定化合物 ($M=198$) 结构, 并说明依据。



解

1. 确定分子式

化合物分子量: 198, ^{13}C NMR 中含有: 2 个 CH_2 ; 1 个 C ; MS 中明显表明含有两个 Br. $2 \times 79 + 2 \times 14 + 12 = 198$

分子式	$\text{C}_3\text{H}_4\text{Br}_2$	不饱和度	$U = 3 - 6/2 + 1 = 1$
-----	-----------------------------------	------	-----------------------

2. IR 解析

波数/ cm^{-1}	归属	IR 结构信息
3019	不饱和碳氢 C-H 伸缩振动 $\nu_{\text{C-H}}$	亚乙烯基烯烃 $\begin{array}{c} \diagup \\ \text{C}=\text{CH}_2 \\ \diagdown \end{array}$
2962	饱和碳氢 C-H 伸缩振动 $\nu_{\text{C-H}}$	
1621	双键 C=C 伸缩振动 $\nu_{\text{C=C}}$	
1429	饱和碳氢 C-H 变形振动 $\delta_{\text{C-H}}$	
1190	C-C 伸缩振动 $\nu_{\text{C-C}}$	
904	不饱和碳氢 C-H 变形振动, 亚乙烯基烯烃	
595	C-Br 伸缩振动 $\nu_{\text{C-Br}}$	

3. ^1H NMR 解析

化学位移 δ	积分	裂分峰数	归属	推断	^1H NMR 结构信息
4.2	2H	单峰	CH_2	$-\text{CH}_2-\text{Br}$	亚乙烯基烯烃 $\begin{array}{c} \diagup \\ \text{C}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{Br} \\ \diagdown \end{array}$
5.6	1H	多重峰	CH	$-\text{CH}_2^+$	
6.2	1H	多重峰	CH	$-\text{CH}_2^+$	

4. ^{13}C NMR 解析

化学位移 δ	偏共振多重性	归属	推断	^{13}C NMR 结构信息
37	t	CH_2	$\text{C}^* \text{H}_2-\text{Br}$	有一种 CH_2 , 一个亚乙烯基烯烃 $\begin{array}{c} \diagup \\ \text{C}-\text{CH}_2 \\ \diagdown \end{array}$
120	t	CH_2	$-\text{C}^* \text{H}_2$	
129	s	C	$-\text{C}^*-\text{Br}$	

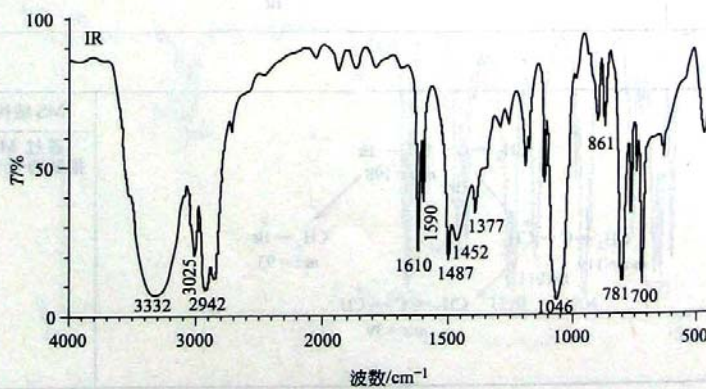
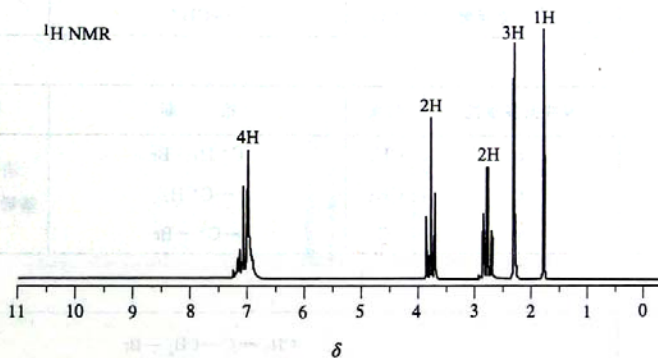
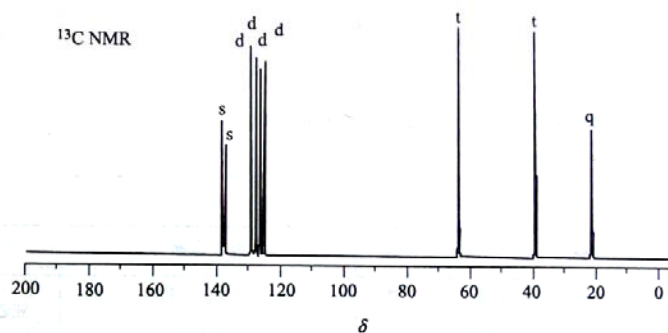
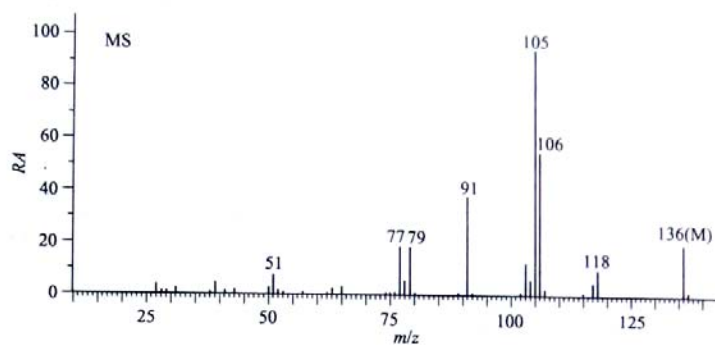
5. 推断分子结构

结构式	$\begin{array}{c} \text{CH}_2=\text{C}-\text{CH}_2-\text{Br} \\ \\ \text{Br} \end{array}$
-----	---

6. MS 验证结构

断裂反应		MS 结构信息
		通过 MS 断裂反应, 证明推断的分子结构正确

【例 6】 根据如下谱图确定化合物 (M=136) 结构, 并说明依据。



解

1. 确定分子式

化合物分子量: 136, ¹³C NMR 中证明化合物含有苯环, 而且为二取代化合物, 还含有: 1 个 CH₃; 2 个 CH₂; 136 - 76 - 15 - 2 × 14 = 17, 可能还有一个 OH; IR 中有明显的 OH 伸缩振动谱峰, 分子式: CH₃ + 2 × CH₂ + C₆H₄ + OH

分子式	C ₉ H ₁₂ O	不饱和度	U = 9 - 12/2 + 1 = 4
-----	----------------------------------	------	----------------------

2. IR 解析

波数/cm ⁻¹	归属	IR 结构信息
3332	羟基 O—H 伸缩振动 ν _{O—H}	羟基 O—H, 伯醇苯环, 间位取代甲基 CH ₃
3025	芳环不饱和碳氢 C—H 伸缩振动 ν _{C—H}	
2942	饱和碳氢 C—H 伸缩振动 ν _{C—H}	
1610, 1590	苯环骨架 C=C 伸缩振动 ν _{C=C}	
1487, 1452	苯环骨架 C=C 伸缩振动 ν _{C=C}	
1377	甲基对称变形振动 δ _s (CH ₃)	
1046	C—O 伸缩振动 ν _{C—O} , 伯醇特征	
861, 781, 700	苯环不饱和碳氢变形振动和环骨架变形振动, 间位取代特征	

3. ¹H NMR 解析

化学位移 δ	积分	裂分峰数	归属	推断	¹ H NMR 结构信息
1.7	1H	单峰	OH	OH	苯环二取代
2.3	3H	单峰	CH ₃	CH ₃ —Ar	Ar—CH ₂ —CH ₂ —O
2.8	2H	三重峰	CH ₂	Ar—CH ₂ *—CH ₂ —O	羟基 O—H
3.8	2H	三重峰	Ar—CH ₂ *	CH ₂ —CH ₂ *—O	Ar—CH ₃
6.9~7.3	4H	多重峰	Ar—H	苯环上四个氢	

4. ¹³C NMR 解析

化学位移 δ	偏共振多重性	归属	推断	¹³ C NMR 结构信息
21	q	CH ₃	C*—H ₃ —Ar	有一种 CH ₃ , 二种 CH ₂ , 苯环二取代
39	t	CH ₂	C—C*—H ₂ —Ar	
63	t	CH ₂	C—C*—H ₂ —O	
125~131	d	CH	苯环没有取代的碳	
138, 139	s	C	苯环取代的碳	

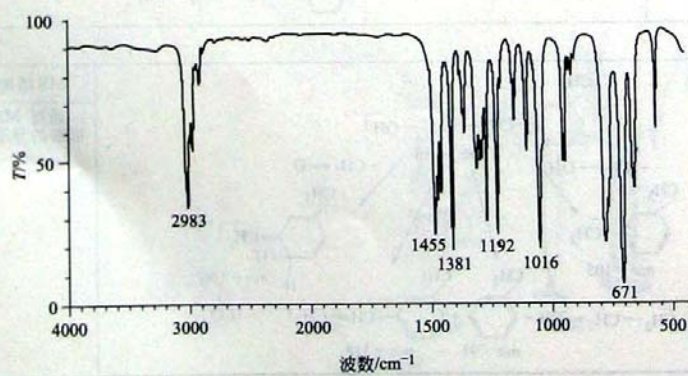
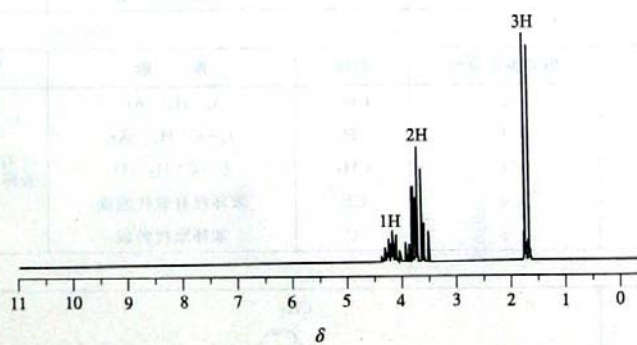
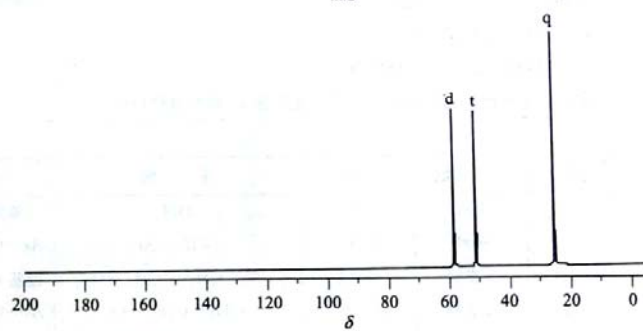
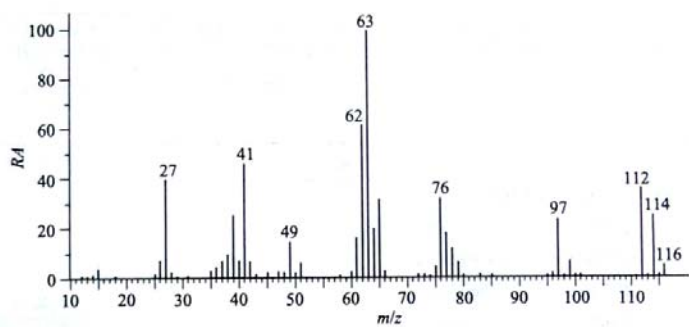
5. 推断分子结构

结构式	
-----	--

6. MS 验证结构

断裂反应	MS 结构信息
	通过 MS 断裂反应, 证明推断的分子结构正确

【例 7】 根据如下谱图确定化合物 ($M=112$) 结构, 并说明依据。



解

1. 确定分子式

化合物分子量: 112, $M_1(M+1) : (M+2) = 9 : 6 : 1$, 说明含有两个 Cl, ^{13}C NMR 中含有: 1 个 CH_3 , 1 个 CH_2 , 1 个 CH 分子式: $\text{CH}_3 + \text{CH}_2 + \text{CH} + 2 \times \text{Cl}$

分子式	$\text{C}_3\text{H}_5\text{Cl}_2$	不饱和度	$U = 3 - 8/2 + 1 = 0$
-----	-----------------------------------	------	-----------------------

2. IR 解析

波数/ cm^{-1}	归属	IR 结构信息
2983	饱和碳氢 C—H 伸缩振动 $\nu_{\text{C-H}}$	氯代烃
1455	饱和碳氢 C—H 变形振动	甲基 CH_3
1381	甲基对称变形振动 $\delta_s(\text{CH}_3)$	
1192, 1016	C—C 骨架伸缩振动 $\nu_{\text{C-C}}$	
671	C—Cl 伸缩振动 $\nu_{\text{C-Cl}}$	

3. ^1H NMR 解析

化学位移 δ	积分	裂分峰数	归属	推断	^1H NMR 结构信息
1.6	3H	双峰	CH_3	CH_3-CH	$\text{CH}_3-\text{CH}-\text{Cl}$
3.4~3.8	2H	多重峰	CH_2	$\text{CH}-\text{CH}_2-\text{Cl}$	$\text{C}^*\text{H}-\text{CH}_2-\text{Cl}$
3.9~4.3	1H	多重峰	CH	$\text{CH}_3-\text{CH}^*-\text{CH}_2$, 连 Cl	CH_2 连手性碳, 两个氢不等价, 产生多重峰

4. ^{13}C NMR 解析

化学位移 δ	偏共振多重性	归属	推断	^{13}C NMR 结构信息
24	q	CH_3	$\text{C}^*\text{H}_3-\text{C}$	1 个 CH_3 , 1 个 CH_2 , 连 Cl, 1 个 CH, 连 Cl
40	t	CH_2	$\text{C}-\text{C}^*\text{H}_2-\text{Cl}$	
58	d	CH	$\text{C}-\text{C}^*\text{H}-\text{Cl}$	

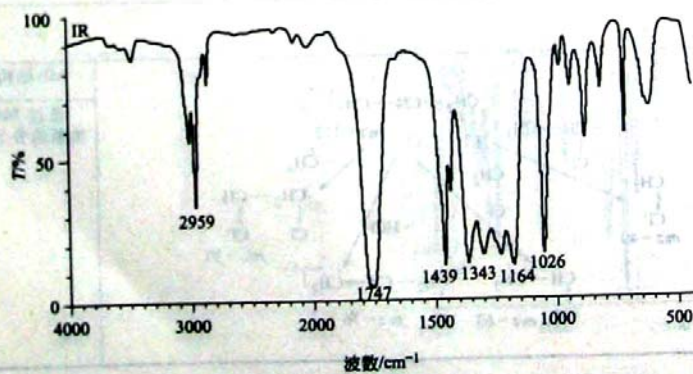
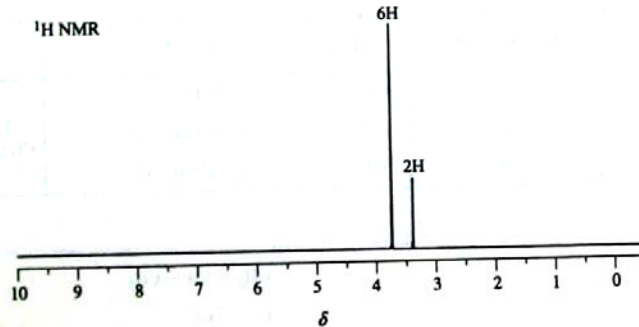
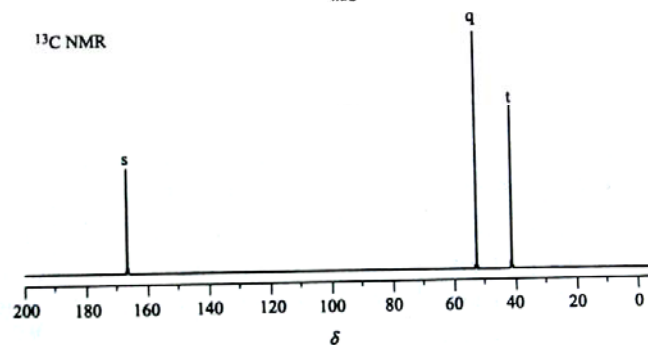
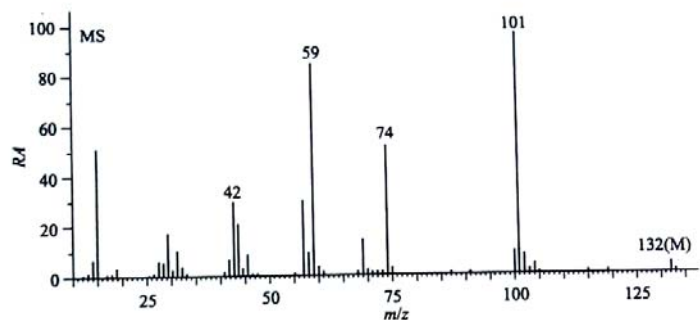
5. 推断分子结构

结构式	$\begin{array}{c} \text{CH}_2-\text{CH}-\text{CH}_3 \\ \quad \\ \text{Cl} \quad \text{Cl} \end{array}$
-----	--

6. MS 验证结构

断裂反应	MS 结构信息
	<p>通过 MS 断裂反应, 证明推断的分子结构正确</p>

【例 8】 根据如下谱图确定化合物 (M=132) 结构, 并说明依据。



解

1. 确定分子式

化合物分子量: 132, ^{13}C NMR 中含有: 1 种 CH_3 , 1 种 CH_2 , 1 种 $\text{C}=\text{O}$; ^1H NMR 中单峰 6H, 说明为两个 CH_3 , 而且化学位移在低场说明连电负性基团, 可能为 2 个 $\text{O}-\text{CH}_3$; $132-14-2\times 31-28=28$, 可能还有一个 $\text{C}=\text{O}$; IR 中有明显的酯 $\text{C}-\text{O}-\text{C}$ 伸缩振动谱峰, 分子式: $2\times \text{OCH}_3 + \text{CH}_2 + 2\times \text{C}=\text{O}$

分子式	$\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_4$	不饱和度	$U=5-8/2+1=2$
-----	----------------------------------	------	---------------

2. IR 解析

波数/ cm^{-1}	归属	IR 结构信息
2959	饱和碳氢 $\text{C}-\text{H}$ 伸缩振动 $\nu_{\text{C}-\text{H}}$	酯类化合物
1747	$\text{C}=\text{O}$ 伸缩振动 $\nu_{\text{C}=\text{O}}$	
1439	饱和碳氢 $\text{C}-\text{H}$ 变形振动 $\delta_{\text{C}-\text{H}}$	
1343~1164	$\text{C}-\text{O}-\text{C}$ 不对称伸缩振动 $\nu_{\text{C}-\text{O}-\text{C}}$	
1026	$\text{C}-\text{O}-\text{C}$ 对称伸缩振动 $\nu_{\text{C}-\text{O}-\text{C}}$	

3. ^1H NMR 解析

化学位移 δ	积分	裂分峰数	归属	推断	^1H NMR 结构信息
3.4	2H	单峰	CH_2	$\text{O}-\text{C}-\text{CH}_2-\text{C}-\text{O}$	$\text{O}-\text{CH}_3$
3.7	6H	单峰	CH_3	2 个 CH_3-O	$\text{O}-\text{C}-\text{CH}_2-\text{C}-\text{O}$

4. ^{13}C NMR 解析

化学位移 δ	偏共振多重性	归属	推断	^{13}C NMR 结构信息
41	t	CH_2	$\text{C}^*\text{H}_2-\text{C}-\text{O}$	5 个碳, 3 个峰, 分子有对称, 一种 OCH_3 , 一种 $\text{CH}_2-\text{C}-\text{O}$
52	q	CH_3	$\text{C}^*\text{H}_3-\text{O}$	
178	s	C	$\text{O}-\text{C}^*-\text{O}$	

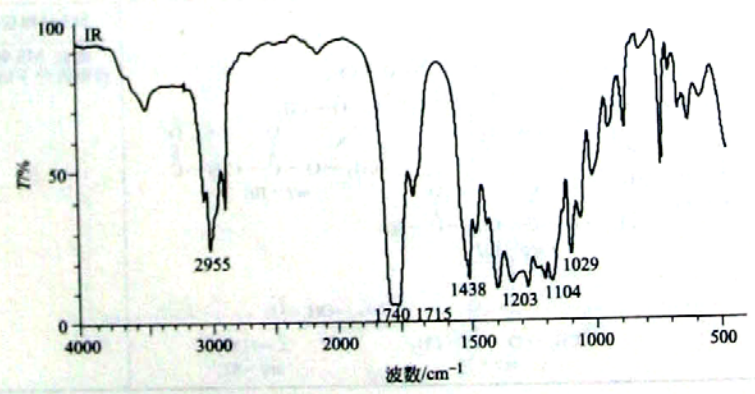
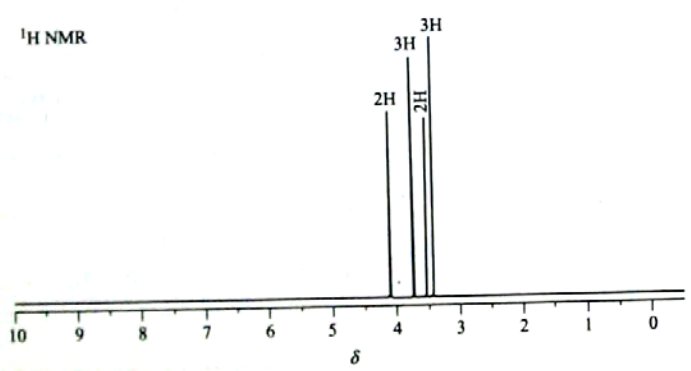
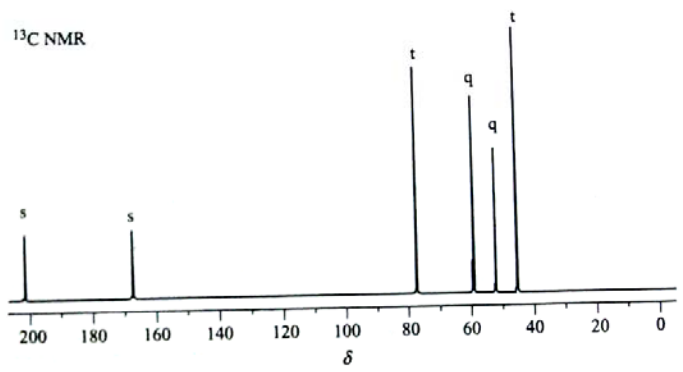
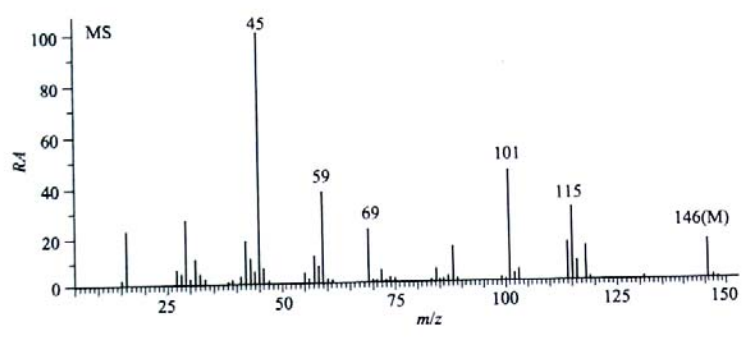
5. 推断分子结构

结构式	$\text{CH}_3-\text{O}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{CH}_2-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{O}-\text{CH}_3$
-----	---

6. MS 验证结构

断裂反应	MS 结构信息
	<p>通过 MS 断裂反应, 证明推断的分子结构正确</p>

【例 9】 根据如下谱图确定化合物 (M=146) 结构, 并说明依据。



解

1. 确定分子式

化合物分子量:146,¹³C NMR 中含有:2 种 CH₃,2 种 CH₂,2 种 C=O;¹H NMR 中 4 个单峰,积分也说明有两个 CH₃,两个 CH₂,而且化学位移均在低场说明连电负性基团,146-2×15-2×14-2×28=32,可能还有 2 个 O;IR 中有明显的酯 C—O—C 伸缩振动谱峰,分子式:2×CH₃+2×CH₂+2×C=O+2×O

分子式	C ₆ H ₁₀ O ₄	不饱和度	U=6-10/2+1=2
-----	---	------	--------------

2. IR 解析

波数/cm ⁻¹	归属	IR 结构信息
2955	饱和碳氢 C—H 伸缩振动 ν _{C-H}	1 个酯羰基
1740,1715	C=O 伸缩振动 ν _{C=O} ,2 个羰基,1 个酯羰基,1 个酮羰基	1 个酮羰基
1438	饱和碳氢 C—H 变形振动 δ _{C-H}	
1203~1104	C—O—C 不对称伸缩振动 ν _{C-O-C}	
1029	C—O—C 对称伸缩振动 ν _{C-O-C}	

3. ¹H NMR 解析

化学位移 δ	积分	裂分峰数	归属	推断	¹ H NMR 结构信息
3.4	3H	单峰	CH ₃	CH ₃ —O	O—CH ₃
3.6	2H	单峰	CH ₂	O—C—CH ₂ —C—O	O—C—CH ₂ —C—O
3.7	3H	单峰	CH ₃	CH ₃ —O—C—O	CH ₃ —O—C—O
4.1	2H	单峰	CH ₂	O—C—CH ₂ —O	

4. ¹³C NMR 解析

化学位移 δ	偏共振多重性	归属	推断	¹³ C NMR 结构信息
46	t	CH ₂	C*H ₂ —C=O	6 个碳,6 个峰,分子没有对称,2 种 OCH ₃ ,1 种酮 C—O,1 种酯 C—O
52	q	CH ₃	C*H ₃ —O	
60	q	CH ₃	C*H ₃ —O—C—O	
78	t	CH ₂	O—C—C*H ₂ —O	
168	s	C	O—C*—O	
202	s	C	C—C*—O	

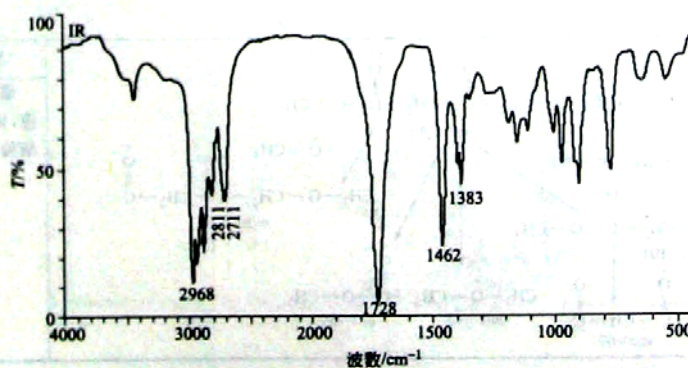
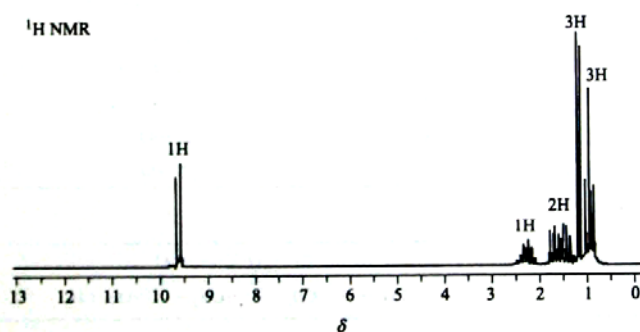
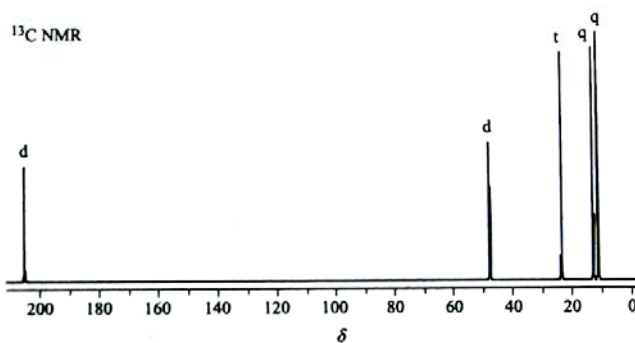
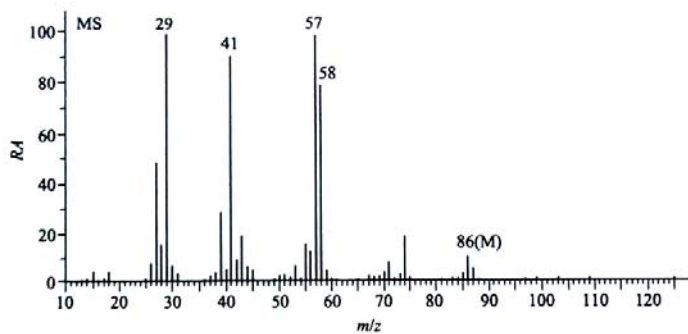
5. 推断分子结构

结构式	<chem>CH3-O-CH2-C(=O)-CH2-C(=O)-O-CH3</chem>
-----	--

6. MS 验证结构

断裂反应	MS 结构信息
	通过 MS 断裂反应,证明推断的分子结构正确

【例 10】 根据如下谱图确定化合物(M=86) 结构, 并说明依据。



解

1. 确定分子式

化合物分子量: 86, ^{13}C NMR 中含有: 2 种 CH_3 , 1 种 CH_2 , 1 种 CH , 1 种 $\text{CH}=\text{O}$, 分子式: $2 \times \text{CH}_3 + \text{CH}_2 + \text{CH} + \text{CH}=\text{O}$

分子式	$\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}$	不饱和度	$U = 5 - 10/2 + 1 = 1$
-----	-----------------------------------	------	------------------------

2. IR 解析

波数/ cm^{-1}	归属	IR 结构信息
2968	饱和碳氢 C-H 伸缩振动 $\nu_{\text{C-H}}$	醛类化合物 甲基
2811, 2711	醛基 C-H 伸缩振动与 C-H 变形振动倍频的耦合双峰, 醛基特征	
1728	C=O 伸缩振动 $\nu_{\text{C=O}}$, 醛基	
1462	饱和碳氢 C-H 变形振动 $\delta_{\text{C-H}}$	
1383	甲基对称变形振动 $\delta_s(\text{CH}_3)$	

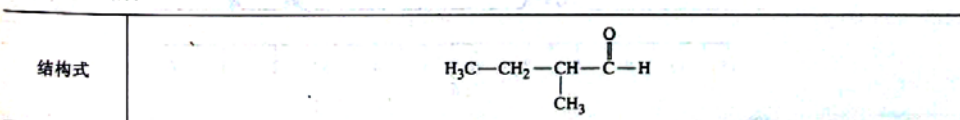
3. ^1H NMR 解析

化学位移 δ	积分	裂分峰数	归属	推断	^1H NMR 结构信息
0.9	3H	三重峰	CH_3	CH_3-CH_2	$\text{CH}_3-\text{CH}-$
1.1	3H	双峰	CH_3	CH_3-CH	CH_3-CH_2
1.6	2H	多重峰	CH_2	$\text{CH}_3-\text{CH}_2-\text{CH}$	CHO
2.3	1H	多重峰	CH	$\text{CH}_3-\text{CH}-\text{CH}_2$	
9.6	1H	双峰	CH	醛基上氢 $\text{CH}-\text{CH}=\text{O}$	

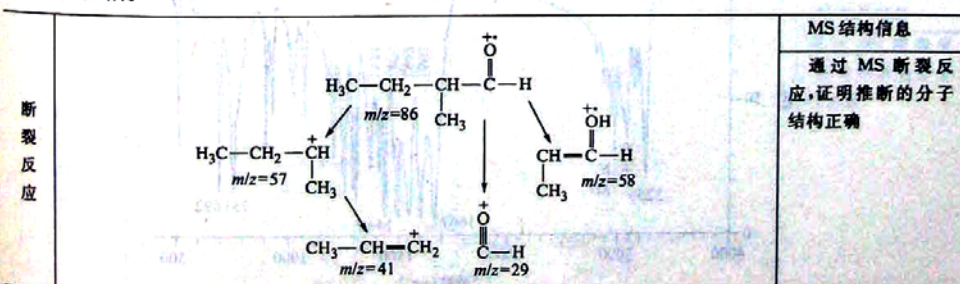
4. ^{13}C NMR 解析

化学位移 δ	偏共振多重性	归属	推断	^{13}C NMR 结构信息
11	q	CH_3	$\text{C}^*-\text{H}_3-\text{C}$	2 种 CH_3
13	q	CH_3	$\text{C}^*-\text{H}_3-\text{C}$	1 种 CH_2
24	t	CH_2	$\text{C}-\text{C}^*-\text{H}_2-\text{C}$	1 种 CH, 连 C=O
48	d	CH	$\text{C}-\text{C}^*-\text{H}-\text{C}=\text{O}$	醛基
204	d	CH	$\text{H}-\text{C}^*=\text{O}$	

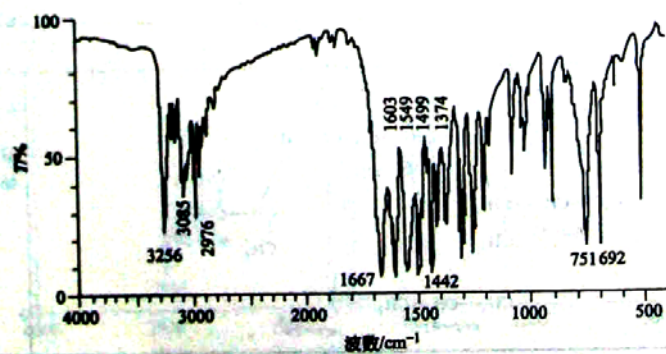
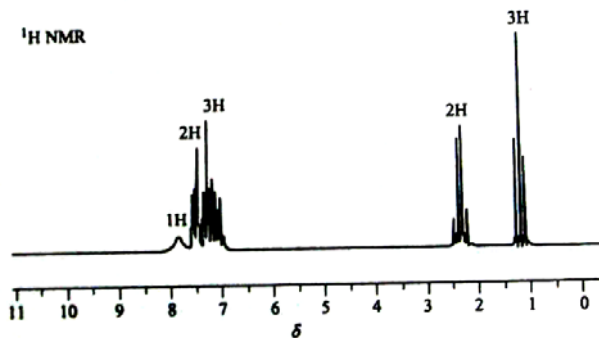
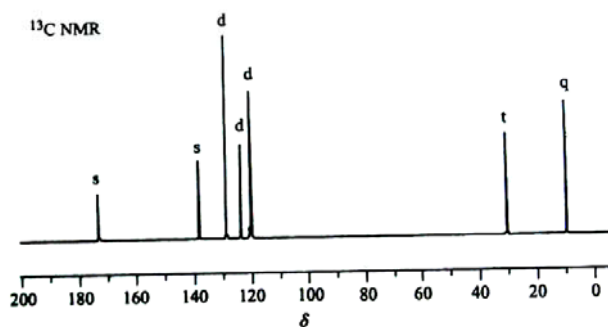
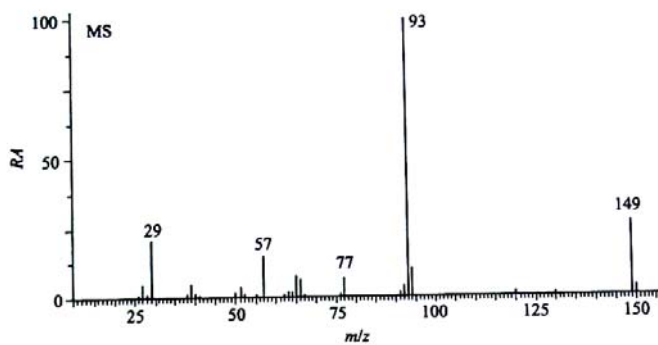
5. 推断分子结构



6. MS 验证结构



【例 11】 某化合物 $C_9H_{11}NO$ ($M=149$), 根据下列谱图解析此化合物的结构, 并说明依据。



解

1. 不饱和度	$U = 9 + (1 - 11) / 2 + 1 = 5$
---------	--------------------------------

2. IR 解析

波数/cm ⁻¹	归属	IR 结构信息
3256	N-H 伸缩振动 ν_{N-H}	苯环
3085	不饱和碳氢 C-H 伸缩振动 ν_{Ar-H}	单取代
2976	饱和碳氢 C-H 伸缩振动 ν_{C-H}	-NH-
1667	羰基伸缩振动 $\nu_{C=O}$	羰基 C=O(酰胺)
1603, 1499	苯环骨架伸缩振动 ν_{C-C}	
1442	苯环骨架伸缩振动 ν_{C-C} 和 C-H 变形振动 δ_{C-H}	
1549	N-H 变形振动 δ_{N-H}	
1374	甲基对称变形振动 $\delta_s(CH_3)$	
751, 692	Ar-H 变形振动 δ_{Ar-H} , 环变形振动 δ 环	

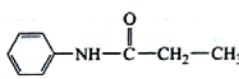
3. ¹H NMR 解析

化学位移 δ	积分	裂分峰数	归属	推断	¹ H NMR 结构信息
1.2	3H	三重峰	CH ₃	CH ₃ [*] -CH ₂	电负性单取代苯环, 含有 CH ₃ -CH ₂ -C=O 结构, 含有仲酰胺-NH-
2.8	2H	四重峰	CH ₂	CH ₃ -CH ₂ [*] -C=O	
7.0~7.6	5H	两组峰	Ar-H	电负性单取代	
7.8	1H	单峰	NH	Ar-NH-C=O	

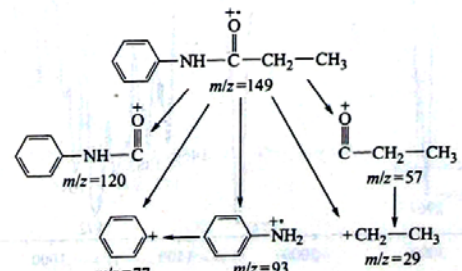
4. ¹³C NMR 解析

化学位移 δ	偏共振多重性	归属	推断	¹³ C NMR 结构信息
10	q	CH ₃	C [*] H ₃ -C	分子中有 9 个碳, ¹³ C NMR 产生 7 个峰, 所以分子有对称性; 有一种 CH ₃ , 一种 CH ₂ , 一个羰基, 单取代苯环
30	t	CH ₂	C-C [*] H ₂ -C=O	
120, 124	d	CH	苯环上没被取代的碳	
129	d	CH	苯环上没被取代的碳	
138	s	C	苯环上取代的碳	
174	s	C	C [*] =O	

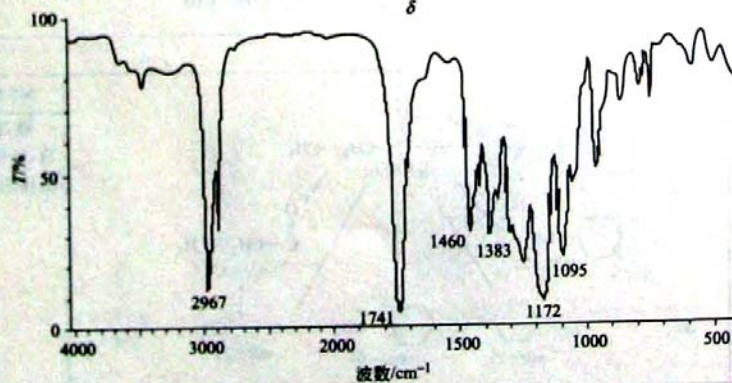
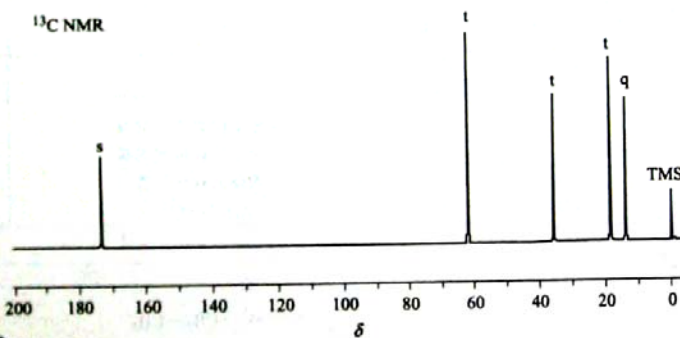
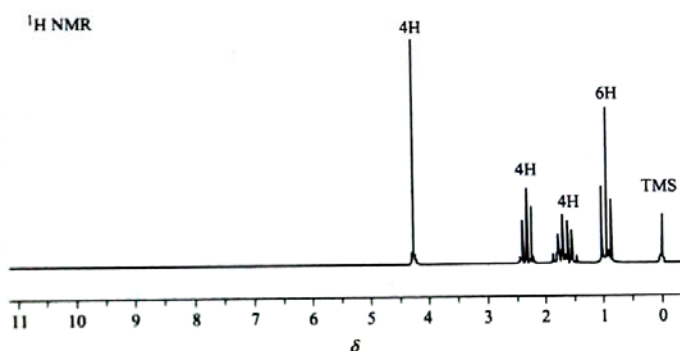
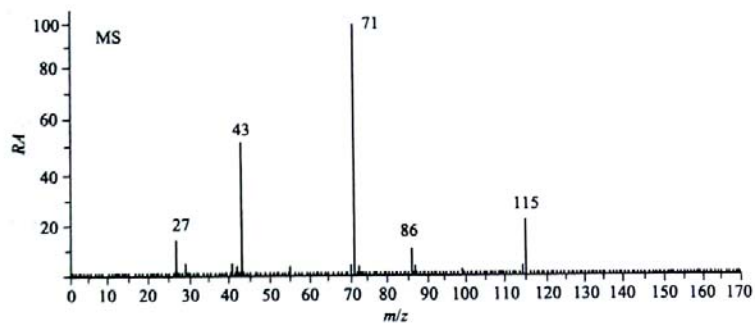
5. 推断分子结构

结构式	
-----	---

6. MS 验证结构

断裂反应		MS 结构信息
		通过 MS 断裂反应, 证明推断的分子结构正确

【例 12】 某化合物 $C_{10}H_{18}O_4$ ($M=202$), 根据下列谱图解析此化合物的结构, 并说明依据。



解

1. 不饱和度	$U = 10 - 18/2 + 1 = 2$
---------	-------------------------

2. IR 解析		
波数/cm ⁻¹	归属	IR 结构信息
2967	饱和碳氢 C-H 伸缩振动 ν_{C-H}	酯类化合物
1741	羰基伸缩振动 $\nu_{C=O}$	
1460	C-H 变形振动 δ_{C-H}	
1383	甲基对称变形振动 $\delta_s(CH_3)$	
1172, 1095	酯基 C-O-C 伸缩振动 ν_{C-O-C}	

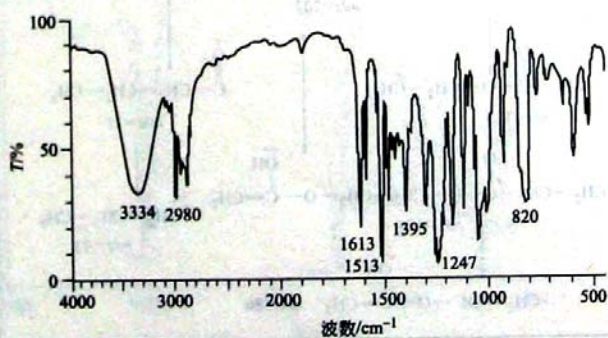
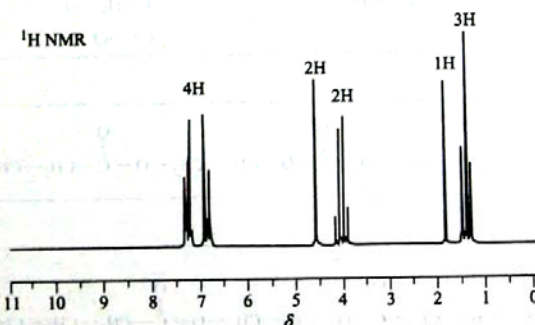
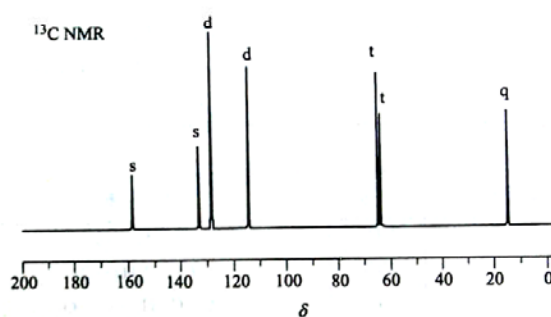
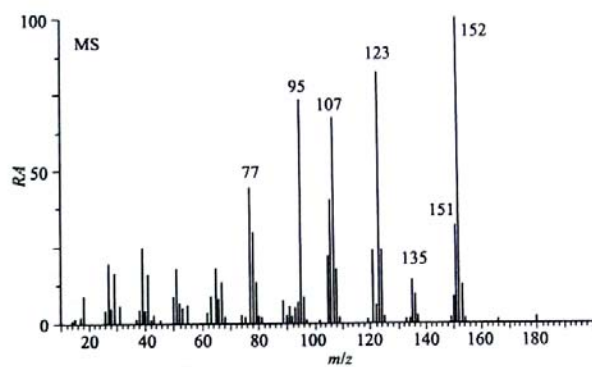
3. ¹ H NMR 解析					
化学位移 δ	积分	裂分峰数	归属	推断	¹ H NMR 结构信息
0.9	6H	三重峰	CH ₃	CH ₃ ⁺ -CH ₂ -	两个 -CH ₃ -O 和两个 CH ₃ -CH ₂ -CH ₂ -结构
1.7	4H	多重峰	CH ₂	CH ₃ -CH ₂ ⁺ -CH ₂ -	
2.4	4H	三重峰	CH ₂	-CH ₂ -CH ₂ ⁺ -C=O	
4.3	4H	单峰	CH ₂	-CH ₂ ⁺ -O	

4. ¹³ C NMR 解析					
化学位移 δ	偏共振多重性	归属	推断	¹³ C NMR 结构信息	
14	q	CH ₃	C ⁺ -H ₃ -C	分子中有 10 个碳, ¹³ C NMR 产生 5 个峰, 所以分子有对称性; 有一种 CH ₃ , 三种 CH ₂ , 一个羰基	
18	t	CH ₂	C-C ⁺ -H ₂ -C		
36	t	CH ₂	C-C ⁺ -H ₂ -C=O		
62	t	CH ₂	C-C ⁺ -H ₂ -O		
174	s	C	C ⁺ =O		

5. 推断分子结构	
结构式	$H_3C-CH_2-CH_2-C(=O)-O-CH_2-CH_2-O-C(=O)-CH_2-CH_2-CH_3$

6. MS 验证结构	
断裂反应	<p> $H_3C-CH_2-CH_2-C(=O)-O-CH_2-CH_2-O-C(=O)-CH_2-CH_2-CH_3$ ($m/z=202$) \downarrow $H_3C-CH_2-CH_2-C(=O)-O-CH_2-\overset{+}{C}H_2$ ($m/z=115$) \downarrow $\overset{+}{C}H_2-CH_2-CH_2-CH_3$ ($m/z=71$) \downarrow \downarrow $H_3C-CH_2-CH_2-C(=O)-O-CH_2-CH_2-O-\overset{+}{C}H_2$ ($m/z=174$) \downarrow $\overset{+}{C}H_2-CH_2-CH_2-CH_3$ ($m/z=43$) \downarrow \downarrow $CH_2=CH-O-\overset{+}{C}(OH)-CH_2$ ($m/z=86$) </p>
	MS 结构信息 通过 MS 断裂反应, 证明推断的分子结构正确

【例 13】 某化合物 $C_9H_{12}O_2$ ($M=152$), 根据下列谱图解析此化合物的结构, 并说明依据。



解

1. 不饱和度	$U=9-12/2+1=4$
---------	----------------

2. IR 解析

波数/cm ⁻¹	归属	IR 结构信息
3334	O—H 伸缩振动 ν_{O-H}	苯环 对位取代 羟基(伯醇) 芳醚
3063	不饱和碳氢 C—H 伸缩振动 ν_{Ar-H}	
2980	饱和碳氢 C—H 伸缩振动 ν_{C-H}	
1613, 1586	苯环骨架伸缩振动 ν_{C-C}	
1513, 1478	苯环骨架伸缩振动 ν_{C-C} 和 C—H 变形振动 δ_{C-H}	
1395	甲基对称变形振动 $\delta_s(CH_3)$	
1247	C—O—C 伸缩振动 ν_{C-O-C} (芳醚)	
1047	C—O 伸缩振动 ν_{C-O} (伯醇)	
820	Ar—H 变形振动 δ_{Ar-H} (2 个氢相邻)	

3. ¹H NMR 解析

化学位移 δ	积分	裂分峰数	归属	推断	¹ H NMR 结构信息
1.40	3H	三重峰	CH ₃	CH ₃ ⁺ —CH ₂ —	对位取代苯环, 含有 CH ₃ —CH ₂ —O 结构; 含有伯羟基 CH ₂ —OH
1.84	1H	单峰	OH	—OH	
4.02	2H	四重峰	CH ₂	CH ₃ —CH ₂ ⁺ —O	
4.58	2H	单峰	CH ₂	Ar—CH ₂ ⁺ —O	
6.8~7.3	4H	四重峰	Ar—H	对位取代	

4. ¹³C NMR 解析

化学位移 δ	偏共振多重性	归属	推断	¹³ C NMR 结构信息
14.8	q	CH ₃	C ⁺ —H ₃ —C	分子中有 9 个碳, ¹³ C NMR 产生 7 个峰, 所以分子有对称性, 有一种 CH ₃ , 两种 CH ₂ , 双取代苯环
63.5	t	CH ₂	C—C ⁺ —H ₂ —O	
64.6	t	CH ₂	Ar—C ⁺ —H ₂ —O	
114.5, 128.6	d	CH	苯环上未被取代的碳	
133.2	s	C	苯环上取代的碳 C _{Ar} —C	
158.4	s	C	苯环上取代的碳 C _{Ar} —O	

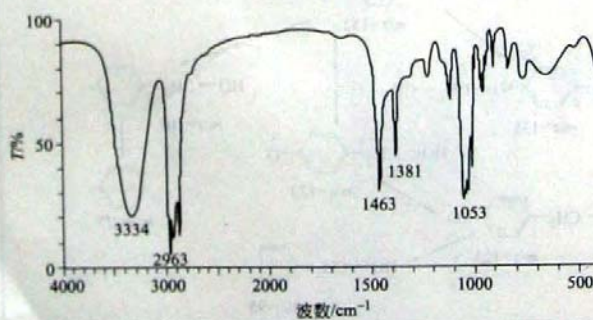
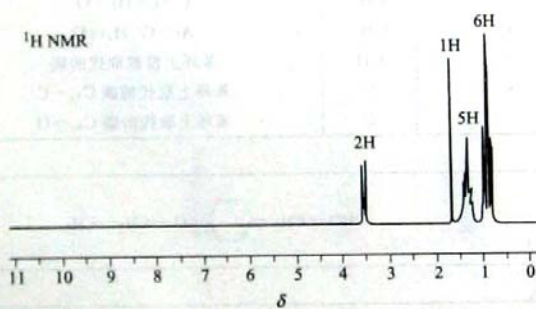
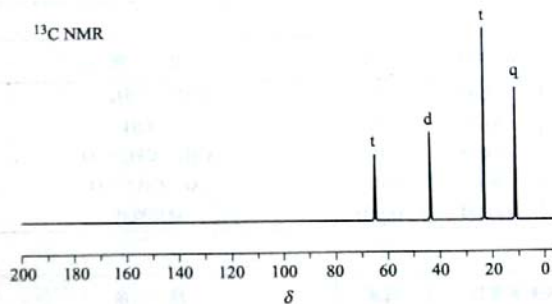
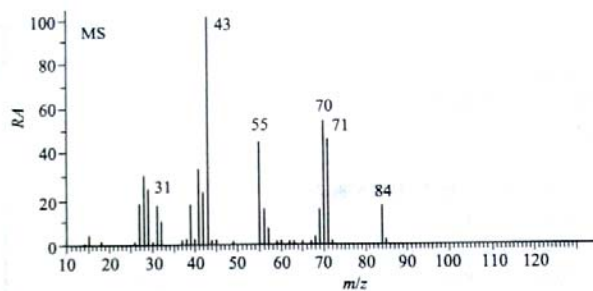
5. 推断分子结构

结构式	<chem>CCOc1ccc(OCC)cc1</chem>
-----	-------------------------------

6. MS 验证结构

断裂反应		MS 结构信息 通过 MS 断裂反应, 证明推断的分子结构正确

【例 14】某化合物 $C_6H_{14}O$ ($M=102$)，根据下列谱图解析此化合物的结构，并说明依据。



解

1. 不饱和度	$U = 6 - 14/2 + 1 = 0$
---------	------------------------

2. IR 解析		
波数/cm ⁻¹	归属	IR 结构信息
3334	O—H 伸缩振动 ν_{O-H}	伯醇
2963	饱和碳氢 C—H 伸缩振动 ν_{C-H}	
1463	C—H 变形振动 δ_{C-H}	
1381	甲基对称变形振动 $\delta_s(CH_3)$	
1053	C—O 伸缩振动 ν_{C-O} (伯醇)	

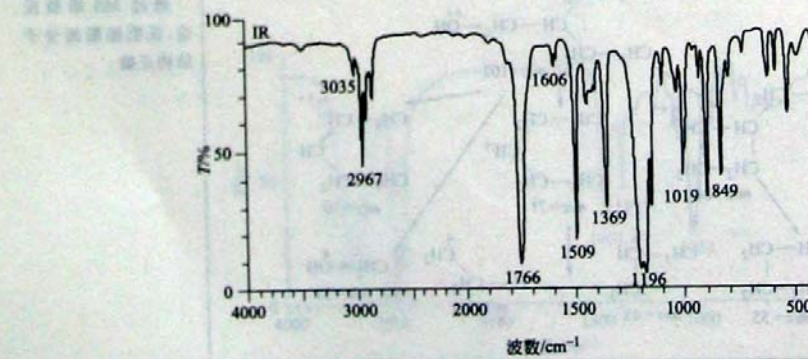
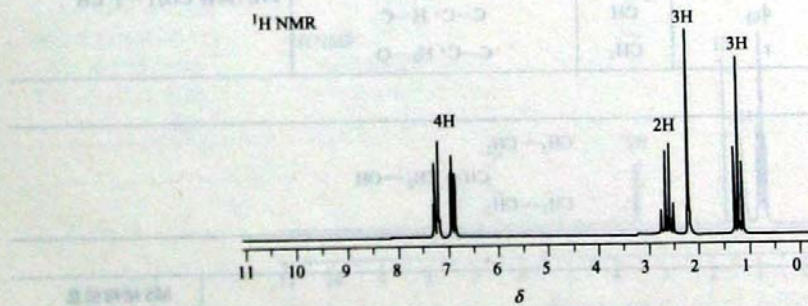
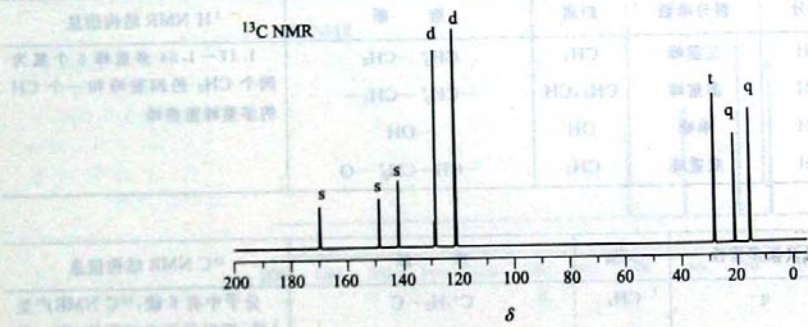
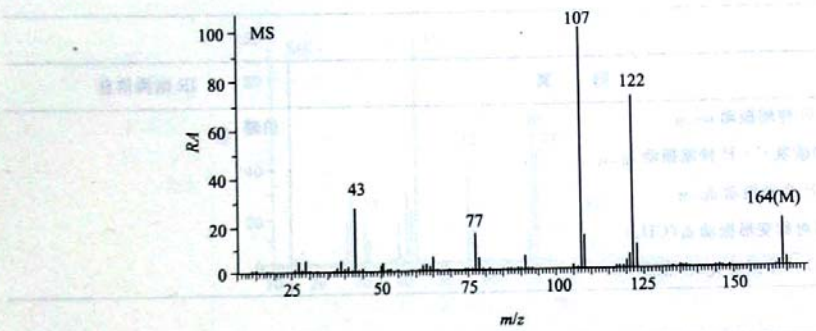
3. ¹ H NMR 解析					
化学位移 δ	积分	裂分峰数	归属	推断	¹ H NMR 结构信息
0.91	6H	三重峰	CH ₃	CH ₃ —CH ₂	1.17~1.54 多重峰 5 个氢为两个 CH ₂ 的四重峰和一个 CH 的多重峰重叠峰
1.17~1.54	5H	多重峰	CH ₂ , CH	—CH ₂ —CH ₂ —	
1.67	1H	单峰	OH	—OH	
3.54	2H	双重峰	CH ₂	—CH—CH ₂ —O	

4. ¹³ C NMR 解析				
化学位移 δ	偏共振多重性	归属	推断	¹³ C NMR 结构信息
11	q	CH ₃	C•H ₃ —C	分子中有 6 碳, ¹³ C NMR 产生 4 峰, 所以分子有对称性, 有一种 CH ₃ , 两种 CH ₂ , 一个 CH
23	t	CH ₂	C—C•H ₂ —C	
44	d	CH	C—C•H—C	
65	t	CH ₂	C—C•H ₂ —O	

5. 推断分子结构	
结构式	$ \begin{array}{c} \text{CH}_3-\text{CH}_2 \\ \\ \text{CH}-\text{CH}_2-\text{OH} \\ \\ \text{CH}_3-\text{CH}_2 \end{array} $

6. MS 验证结构	
断裂反应	
	MS 结构信息 通过 MS 断裂反应, 证明推断的分子结构正确

【例 15】某化合物 $C_{10}H_{12}O_2$ ($M=164$)，根据下列谱图解析此化合物的结构，并说明依据。



解

1. 不饱和度	$U = 10 - 12/2 + 1 = 5$
---------	-------------------------

2. IR 解析

波数/cm ⁻¹	归属	IR 结构信息
3035	不饱和碳氢 C-H 伸缩振动 ν_{Ar-H}	苯环
2967	饱和碳氢 C-H 伸缩振动 ν_{C-H}	对位取代
1766	羰基伸缩振动 $\nu_{C=O}$ (苯酯或烯酯)	苯酯
1606, 1509	苯环骨架伸缩振动 ν_{C-C}	
1369	甲基对称变形振动 $\delta_s(CH_3)$	
1196	C-O-C 不对称伸缩振动 ν_{C-O-C} (酯)	
1019	C-O-C 对称伸缩振动 ν_{C-O-C} (酯)	
849	Ar-H 变形振动 δ_{Ar-H} (2 个氢相邻)	

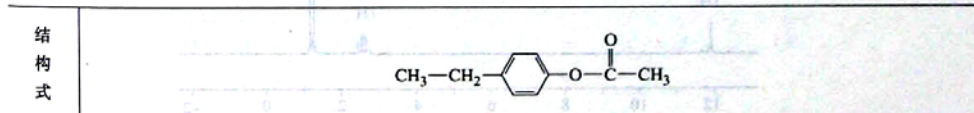
3. ¹H NMR 解析

化学位移 δ	积分	裂分峰数	归属	推断	¹ H NMR 结构信息
1.20	3H	三重峰	CH ₃	CH ₃ -CH ₂ -	对位取代苯环, 含有 CH ₃ -CH ₂ -Ar 结构, 含有 O-C-CH ₃
2.20	3H	单峰	CH ₃	O-C-CH ₃	
2.60	2H	四重峰	CH ₂	CH ₃ -CH ₂ -Ar	
6.8~7.3	4H	四重峰	Ar-H	对位取代	

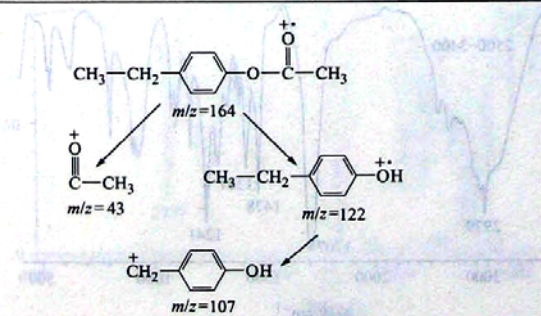
4. ¹³C NMR 解析

化学位移 δ	偏共振多重性	归属	推断	¹³ C NMR 结构信息
15.0	q	CH ₃	C [*] -H ₃ -C	分子中有 10 个碳, ¹³ C NMR 产生 8 个峰, 所以分子有对称性, 有二种 CH ₃ , 一种 CH ₂ , 双取代苯环
21.0	q	CH ₃	O-C-C [*] -H ₃	
28.0	t	CH ₂	Ar-C [*] -H ₂ -C	
122.0, 128.0	d	CH	苯环上没被取代的碳-C [*] -H	
143.0, 149.0	s	C	苯环上取代的碳-C [*] -	
169.0	s	C	酯羰基碳 C [*] -O	

5. 推断分子结构



6. MS 验证结构

断裂反应		MS 结构信息
		通过 MS 断裂反应, 证明推断的分子结构正确