



คู่มือการปฏิบัติงาน

การใช้งานเครื่อง NMR สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่าง

นางสาววิรัญญา สุทัศนวิชานนะ

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

มหาวิทยาลัยศิลปากร

คำนำ

คู่มือการใช้งานเครื่อง NMR สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่าง จัดทำขึ้นเพื่อใช้เป็นแนวทางในการปฏิบัติงานของผู้รับผิดชอบและผู้ที่มีส่วนเกี่ยวข้อง โดยคู่มือนี้สามารถนำไปใช้อ้างอิงในการปฏิบัติงานได้อย่างมีมาตรฐานเดียวกัน ส่งผลให้การวิเคราะห์หาโครงสร้างทางเคมีของสารตัวอย่างด้วยเครื่อง NMR เป็นไปอย่างราบรื่น ลดขั้นตอนการปฏิบัติงาน และงานที่ได้มีประสิทธิภาพมากยิ่งขึ้น นอกจากนี้ยังช่วยสนับสนุนการเรียนการสอนและงานวิจัยซึ่งสอดคล้องกับภารกิจของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร

ผู้จัดทำหวังเป็นอย่างยิ่งว่าคู่มือการใช้งานเครื่อง NMR สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่างเล่มนี้จะเป็นประโยชน์ต่อผู้รับผิดชอบและผู้ที่มีส่วนเกี่ยวข้อง อันจะนำไปสู่การพัฒนางานและการให้บริการวิชาการต่อไปในอนาคต

วิริญญา สุทัศนวิชานนะ

ผู้จัดทำ

เมษายน 2563

สารบัญ

	หน้า
คำนำ	ก
สารบัญ	ข
สารบัญตาราง	ง
สารบัญภาพ	จ
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความเป็นมา ความจำเป็น และความสำคัญ	1
1.2 วัตถุประสงค์	1
1.3 ประโยชน์ที่ได้รับ	2
1.4 ขอบเขตคู่มือ	2
1.5 นิยามศัพท์เฉพาะ	2
บทที่ 2 โครงสร้างองค์กร และบทบาทหน้าที่ความรับผิดชอบ	
2.1 ประวัติและความเป็นมาของคณะ	3
2.2 วิสัยทัศน์ พันธกิจ วัตถุประสงค์ และค่านิยมหลัก	4
2.3 โครงสร้างการบริหารองค์กร	5
2.4 บทบาทหน้าที่ความรับผิดชอบ	7
บทที่ 3 หลักเกณฑ์และวิธีการปฏิบัติงาน	
3.1 กฎระเบียบที่เกี่ยวข้อง	10
3.2 จรรยาบรรณวิชาชีพ	12
3.3 หลักการปฏิบัติงาน PDCA	13
3.4 ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้องหรือเอกสารที่เกี่ยวข้อง	14
บทที่ 4 เทคนิคและขั้นตอนการปฏิบัติงาน	
4.1 มาตรฐานการปฏิบัติงาน	15
4.2 ขั้นตอนการปฏิบัติงานและรายละเอียดการปฏิบัติงาน	18
4.3 การติดตามและประเมินผลการปฏิบัติงาน	146

บทที่ 5 ปัญหาอุปสรรค ข้อเสนอแนะ และการพัฒนางาน

5.1 ปัญหา อุปสรรคและแนวทางแก้ไขปัญหาในการปฏิบัติงานและการพัฒนางาน	148
5.2 ข้อเสนอแนะ	149
บรรณานุกรม	151

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 3.1 แสดงการใช้งานเครื่อง NMR สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่างตาม กระบวนการปฏิบัติงาน PDCA	13
ตารางที่ 4.1 แสดงแนวทางการปฏิบัติงาน	16
ตารางที่ 4.2 แสดงสัญญาณของ deuterated solvent ที่ปรากฏในสเปกตรัม	32
ตารางที่ 5.1 แสดงปัญหา อุปสรรคแนวทางแก้ไขปัญหาในการปฏิบัติงาน และการพัฒนางาน	148

สารบัญภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1 แสดงโครงสร้างการบริหาร คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร	6
รูปที่ 2.2 แสดงโครงสร้างการบริหารภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร	7
รูปที่ 4.1 รูปแสดงองค์ประกอบของเครื่อง NMR	19
รูปที่ 4.2 รูปแสดงการจัดเรียงตัวของสปินของโปรตอนเมื่ออยู่ในสนามแม่เหล็กภายนอก	20
รูปที่ 4.3 รูปแสดงการเคลื่อนที่ของโปรตอนในสนามแม่เหล็ก	21
รูปที่ 4.4 รูปแสดงผลต่างของระดับพลังงานของ ^1H และ ^{13}C	21
รูปที่ 4.5 รูปแสดงการเปลี่ยนสัญญาณ Free Induction Decay (FID) เป็นสเปกตรัม NMR	23
รูปที่ 4.6 รูปแสดงองค์ประกอบของข้อมูลที่ใช้ในการแปลผลสเปกตรัม NMR	23
รูปที่ 4.7 รูปแสดงผลของความเข้มของสนามแม่เหล็กต่อค่า δ และค่า ν	25
รูปที่ 4.8 รูปแสดงค่า chemical shifts ของโปรตอนที่พบในสารประกอบอินทรีย์ทั่วไป	26
รูปที่ 4.9 รูปแสดงสเปกตรัมของ 1-Bromopropane	27
รูปที่ 4.10 รูปแสดงโครงสร้างของสารที่เกิด long range coupling (^4J)	28
รูปที่ 4.11 รูปแสดงลักษณะของหลอด NMR	30
รูปที่ 4.12 รูปแสดงตัวทำลายที่ใช้ในการวิเคราะห์ NMR	31
รูปที่ 4.13 รูปแสดงระดับของตัวทำลายที่เหมาะสมในหลอด NMR	33
รูปที่ 4.14 รูปแสดงการกรองสารละลายที่ขุ่นหรือมีตะกอนผ่านสำลีลงในหลอด NMR	33
รูปที่ 4.15 รูปแสดงการวัดระดับความลึกของหลอดตัวอย่างโดยใช้เครื่องวัดความลึกของตัวอย่าง	34
รูปที่ 4.16 แสดงหน้าจอ desktop	35
รูปที่ 4.17 แสดงหน้าจอ TopSpin 3.5pl5	36
รูปที่ 4.18 แสดงหน้าจอ Bruker TopSpin pl5 on NMR300 as nmr	36
รูปที่ 4.19 แสดงภาพขยายของหน้าจอ Bruker TopSpin pl5 on NMR300 as nmr	37
รูปที่ 4.20 แสดงหน้าจอในช่อง Browser เพื่อเลือก file ที่ต้องการเปิด	37
รูปที่ 4.21 แสดงสเปกตรัม NMR ที่ทำการเปิด	38
รูปที่ 4.22 แสดงหน้าจอ IconNMR	38
รูปที่ 4.23 แสดงหน้าจอ IconNMR: Identify User	39
รูปที่ 4.24 แสดงหน้าจอ IconNMR Password Check	39

	หน้า
รูปที่ 4.25 แสดงหน้าจอ IconNMR: Automation	40
รูปที่ 4.26 แสดงหน้าจอเพื่อกรอกข้อมูล Disk, Name, No., Solvent, Experiment, Par	40
รูปที่ 4.27 แสดงหน้าจอใน column ของ Disk	41
รูปที่ 4.28 แสดงหน้าจอในช่อง Name และ Experiment number ในช่อง No.	41
รูปที่ 4.29 แสดงหน้าจอใน column ของ solvent	42
รูปที่ 4.30 แสดงหน้าจอใน column ของ experiment	42
รูปที่ 4.31 แสดงหน้าจอใน column ของ Parameter	43
รูปที่ 4.32 แสดงหน้าจอใน column ของ Title/Orig	43
รูปที่ 4.33 แสดงหน้าจอเพื่อรอการ submit	44
รูปที่ 4.34 แสดงหน้าจอการเปลี่ยน status จากคำว่า Available เป็น Queued	44
รูปที่ 4.35 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดลมสำหรับนำสารตัวอย่างใส่ลงใน Probe	45
รูปที่ 4.36 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อทำการปิดลมให้สารตัวอย่างค่อยๆ ตกกลงสู่ Probe	45
รูปที่ 4.37 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดลมสำหรับนำสารตัวอย่างออกจาก Probe	46
รูปที่ 4.38 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อปิดลมเมื่อทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างเสร็จสิ้น	46
รูปที่ 4.39 แสดงหน้าจอ Preceding Experiments เพื่อเปิดดู spectrum ที่วิเคราะห์เสร็จแล้ว	47
รูปที่ 4.40 หน้าจอแสดงผลของ ^1H NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์	47
รูปที่ 4.41 แสดงหน้าจอ IconNMR: Automation	48
รูปที่ 4.42 แสดงหน้าจอเพื่อกรอกข้อมูล Disk, Name, No., Solvent, Experiment, Par	48
รูปที่ 4.43 แสดงหน้าจอใน column ของ Disk	49
รูปที่ 4.44 แสดงหน้าจอในช่อง Name และ Experiment number ในช่อง No.	49
รูปที่ 4.45 แสดงหน้าจอใน column ของ solvent	49
รูปที่ 4.46 แสดงหน้าจอใน column ของ experiment	50
รูปที่ 4.47 แสดงหน้าจอใน column ของ Parameter	50
รูปที่ 4.48 แสดงหน้าจอใน column ของ Title/Orig	51
รูปที่ 4.49 แสดงหน้าจอเพื่อรอการ submit	52
รูปที่ 4.50 แสดงหน้าจอการเปลี่ยน status และหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดลมสำหรับนำสารตัวอย่างใส่ลงใน Probe	52
รูปที่ 4.51 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อทำการปิดลมให้สารตัวอย่างค่อยๆ ตกกลงสู่ Probe	53

	หน้า
รูปที่ 4.52 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดลมสำหรับนำสารตัวอย่างออกจาก Probe	53
รูปที่ 4.53 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อปิดลมเมื่อทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างเสร็จสิ้น	54
รูปที่ 4.54 แสดงหน้าจอ Preceding Experiments เพื่อเปิดดู spectrum ที่วิเคราะห์เสร็จแล้ว	54
รูปที่ 4.55 หน้าจอแสดงผลของ ^{13}C NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์	55
รูปที่ 4.56 แสดงหน้าจอ IconNMR: Automation	56
รูปที่ 4.57 แสดงหน้าจอเพื่อกรอกข้อมูล Disk, Name, No., Solvent, Experiment, Par	56
รูปที่ 4.58 แสดงหน้าจอใน column ของ Disk	57
รูปที่ 4.59 แสดงหน้าจอในช่อง Name และ Experiment number ในช่อง No.	57
รูปที่ 4.60 แสดงหน้าจอใน column ของ solvent	58
รูปที่ 4.61 แสดงหน้าจอใน column ของ experiment	58
รูปที่ 4.62 แสดงหน้าจอใน column ของ Parameter	59
รูปที่ 4.63 แสดงหน้าจอใน column ของ Title/Orig	59
รูปที่ 4.64 แสดงหน้าจอเพื่อรอการ submit	60
รูปที่ 4.65 แสดงหน้าจอการเปลี่ยน status และหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดลมสำหรับนำสารตัวอย่าง ใส่ลงใน Probe	60
รูปที่ 4.66 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อทำการปิดลมให้สารตัวอย่างค่อยๆ ตกลงสู่ Probe	61
รูปที่ 4.67 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดลมสำหรับนำสารตัวอย่างออกจาก Probe	61
รูปที่ 4.68 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อปิดลมเมื่อทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างเสร็จสิ้น	62
รูปที่ 4.69 แสดงหน้าจอ Preceding Experiments เพื่อเปิดดู spectrum ที่วิเคราะห์เสร็จแล้ว	62
รูปที่ 4.70 หน้าจอแสดงผลของ dept135 NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์	63
รูปที่ 4.71 แสดงหน้าจอ IconNMR: Automation	64
รูปที่ 4.72 แสดงหน้าจอเพื่อกรอกข้อมูล Disk, Name, No., Solvent, Experiment, Par	64
รูปที่ 4.73 แสดงหน้าจอใน column ของ Disk	65
รูปที่ 4.74 แสดงหน้าจอในช่อง Name และ Experiment number ในช่อง No.	65
รูปที่ 4.75 แสดงหน้าจอใน column ของ solvent	66
รูปที่ 4.76 แสดงหน้าจอใน column ของ experiment	66
รูปที่ 4.77 แสดงหน้าจอของ 2 experiment คือ No.4 เป็นการ run ^1H และ No.5 เป็นการ run cosy	67
รูปที่ 4.78 แสดงหน้าจอใน column ของ Parameter	67

	หน้า
รูปที่ 4.79 แสดงหน้าจอใน column ของ Title/Orig	68
รูปที่ 4.80 แสดงหน้าจอเพื่อรอการ submit ของ No.4 ^1H NMR	69
รูปที่ 4.81 แสดงหน้าจอการเปลี่ยน status และหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดลมสำหรับนำสารตัวอย่าง ใส่ลงใน Probe	69
รูปที่ 4.82 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อทำการปิดลมให้สารตัวอย่างค่อยๆ ตกกลงสู่ Probe	70
รูปที่ 4.83 แสดงหน้าจอการ submit ของ No.5 cosy	70
รูปที่ 4.84 แสดงหน้าจอการเปลี่ยน status จากคำว่า Available เป็น Queued ของ No.5 cosy	71
รูปที่ 4.85 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดลมสำหรับนำสารตัวอย่างออกจาก Probe	71
รูปที่ 4.86 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อปิดลมเมื่อทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างเสร็จสิ้น	72
รูปที่ 4.87 แสดงหน้าจอ Preceding Experiments เพื่อเปิดดู spectrum ที่วิเคราะห์เสร็จแล้ว	73
รูปที่ 4.88 หน้าจอแสดงผลของ COSY NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์	73
รูปที่ 4.89 แสดงหน้าจอ IconNMR: Automation	74
รูปที่ 4.90 แสดงหน้าจอเพื่อกรอกข้อมูล Disk, Name, No., Solvent, Experiment, Par	74
รูปที่ 4.91 แสดงหน้าจอใน column ของ Disk	75
รูปที่ 4.92 แสดงหน้าจอในช่อง Name และ Experiment number ในช่อง No.	75
รูปที่ 4.93 แสดงหน้าจอใน column ของ solvent	76
รูปที่ 4.94 แสดงหน้าจอใน column ของ experiment	76
รูปที่ 4.95 แสดงหน้าจอของ 2 experiment คือ No.6 เป็นการ run ^1H และ No.7 เป็นการ run HMQC	77
รูปที่ 4.96 แสดงหน้าจอใน column ของ Parameter	78
รูปที่ 4.97 แสดงหน้าจอใน column ของ Title/Orig	79
รูปที่ 4.98 แสดงหน้าจอเพื่อรอการ submit ของ No.6 ^1H NMR	80
รูปที่ 4.99 แสดงหน้าจอการเปลี่ยน status และหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดลมสำหรับนำสารตัวอย่าง ใส่ลงใน Probe	80
รูปที่ 4.100 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อทำการปิดลมให้สารตัวอย่างค่อยๆ ตกกลงสู่ Probe	81
รูปที่ 4.101 แสดงหน้าจอการ submit ของ No.7 HMQC	81
รูปที่ 4.102 แสดงหน้าจอการเปลี่ยน status จากคำว่า Available เป็น Queued ของ No.7 HMQC	82
รูปที่ 4.103 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดลมสำหรับนำสารตัวอย่างออกจาก Probe	82
รูปที่ 4.104 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อปิดลมเมื่อทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างเสร็จสิ้น	83

	หน้า
รูปที่ 4.105 แสดงหน้าจอ Preceding Experiments เพื่อเปิดดู spectrum ที่วิเคราะห์เสร็จแล้ว	83
รูปที่ 4.106 หน้าจอแสดงผลของ HMQC NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์	84
รูปที่ 4.107 แสดงหน้าจอ IconNMR: Automation	85
รูปที่ 4.108 แสดงหน้าจอเพื่อกรอกข้อมูล Disk, Name, No., Solvent, Experiment, Par	85
รูปที่ 4.109 แสดงหน้าจอใน column ของ Disk	86
รูปที่ 4.110 แสดงหน้าจอในช่อง Name และ Experiment number ในช่อง No.	86
รูปที่ 4.111 แสดงหน้าจอใน column ของ solvent	87
รูปที่ 4.112 แสดงหน้าจอใน column ของ experiment	87
รูปที่ 4.113 แสดงหน้าจอของ 2 experiment คือ No.8 เป็นการ run ^1H และ No.9 เป็นการ run HMBC	88
รูปที่ 4.114 แสดงหน้าจอใน column ของ Parameter	89
รูปที่ 4.115 แสดงหน้าจอใน column ของ Title/Orig	90
รูปที่ 4.116 แสดงหน้าจอเพื่อรอการ submit ของ No.8 ^1H NMR	91
รูปที่ 4.117 แสดงหน้าจอการเปลี่ยน status และหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดลมสำหรับนำสารตัวอย่าง ใส่ลงใน Probe	91
รูปที่ 4.118 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อทำการปิดลมให้สารตัวอย่างค่อยๆ ตกลงสู่ Probe	92
รูปที่ 4.119 แสดงหน้าจอการ submit ของ No.9 HMBC	92
รูปที่ 4.120 แสดงหน้าจอการเปลี่ยน status จากคำว่า Available เป็น Queued ของ No.9 HMBC	93
รูปที่ 4.121 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดลมสำหรับนำสารตัวอย่างออกจาก Probe	93
รูปที่ 4.122 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อปิดลมเมื่อทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างเสร็จสิ้น	94
รูปที่ 4.123 แสดงหน้าจอ Preceding Experiments เพื่อเปิดดู spectrum ที่วิเคราะห์เสร็จแล้ว	94
รูปที่ 4.124 หน้าจอแสดงผลของ HMBC NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์	95
รูปที่ 4.125 แสดงหน้าจอ desktop	96
รูปที่ 4.126 แสดงหน้าจอ TopSpin 3.5pl5	96
รูปที่ 4.127 แสดงหน้าจอ Bruker TopSpin pl5 on NMR300 as nmr	97
รูปที่ 4.128 แสดงภาพขยายของหน้าจอ Bruker TopSpin pl5 on NMR300 as nmr	97
รูปที่ 4.129 แสดงหน้าจอในช่อง Browser เพื่อเลือก file ที่ต้องการเปิด	98
รูปที่ 4.130 แสดงสเปกตรัม NMR ที่ทำการเปิด	98
รูปที่ 4.131 แสดงหน้าจอ New	99

	หน้า
รูปที่ 4.132 แสดงหน้าจอ Parameter Sets: rpar	99
รูปที่ 4.133 แสดงหน้าจอ rpar	100
รูปที่ 4.134 แสดงหน้าจอ AcquPars	100
รูปที่ 4.135 แสดงหน้าจอ Experiment time	101
รูปที่ 4.136 แสดงหน้าจอ Solvents table	102
รูปที่ 4.137 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า lockn: done	102
รูปที่ 4.138 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'atma')	103
รูปที่ 4.139 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'topshim')	103
รูปที่ 4.140 หน้าจอแสดงผลของ ^1H NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์	104
รูปที่ 4.141 แสดงหน้าจอ Title	104
รูปที่ 4.142 แสดงหน้าจอเพื่อ save ชื่อใหม่ และการกลับสู่หน้าจอ Spectrum	105
รูปที่ 4.143 แสดงหน้าจอ Spectrum ของ ^1H NMR	105
รูปที่ 4.144 แสดงหน้าจอ Bruker TopSpin pl5 on NMR300 as nmr	106
รูปที่ 4.145 แสดงหน้าจอ New	106
รูปที่ 4.146 แสดงหน้าจอ Parameter Sets: rpar	107
รูปที่ 4.147 แสดงหน้าจอ rpar	107
รูปที่ 4.148 แสดงหน้าจอ AcquPars	108
รูปที่ 4.149 แสดงหน้าจอ Experiment time	108
รูปที่ 4.150 แสดงหน้าจอ Solvents table	109
รูปที่ 4.151 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า lockn: done	109
รูปที่ 4.152 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'atma')	110
รูปที่ 4.153 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'topshim')	110
รูปที่ 4.154 หน้าจอแสดงผลของ ^{13}C NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์	111
รูปที่ 4.155 แสดงหน้าจอ Title	111
รูปที่ 4.156 แสดงหน้าจอเพื่อ save ชื่อใหม่ และการกลับสู่หน้าจอ Spectrum	112
รูปที่ 4.157 แสดงหน้าจอ Spectrum ของ ^{13}C NMR	112
รูปที่ 4.158 แสดงหน้าจอ Bruker TopSpin pl5 on NMR300 as nmr	113
รูปที่ 4.159 แสดงหน้าจอ New	113

	หน้า
รูปที่ 4.160 แสดงหน้าจอ Parameter Sets: rpar	114
รูปที่ 4.161 แสดงหน้าจอ rpar	115
รูปที่ 4.162 แสดงหน้าจอ AcquPars	115
รูปที่ 4.163 แสดงหน้าจอ Experiment time	116
รูปที่ 4.164 แสดงหน้าจอ Solvents table	116
รูปที่ 4.165 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า lockn: done	117
รูปที่ 4.166 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'atma')	117
รูปที่ 4.167 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'topshim')	118
รูปที่ 4.168 หน้าจอแสดงผลของ dept135 NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์	118
รูปที่ 4.169 แสดงหน้าจอ Title	119
รูปที่ 4.170 แสดงหน้าจอเพื่อ save ชื่อใหม่ และการกลับสู่หน้าจอ Spectrum	119
รูปที่ 4.171 แสดงหน้าจอ Spectrum ของ dept135	120
รูปที่ 4.172 แสดงหน้าจอ Bruker TopSpin pl5 on NMR300 as nmr	121
รูปที่ 4.173 แสดงหน้าจอ New	121
รูปที่ 4.174 แสดงหน้าจอ Parameter Sets: rpar	122
รูปที่ 4.175 แสดงหน้าจอ rpar	123
รูปที่ 4.176 แสดงหน้าจอ AcquPars	123
รูปที่ 4.177 แสดงหน้าจอ Experiment time	124
รูปที่ 4.178 แสดงหน้าจอ Solvents table	124
รูปที่ 4.179 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า lockn: done	125
รูปที่ 4.180 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'atma')	125
รูปที่ 4.181 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'topshim')	126
รูปที่ 4.182 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'zg')	126
รูปที่ 4.183 หน้าจอแสดงผลของ COSY NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์	127
รูปที่ 4.184 แสดงหน้าจอ Title	127
รูปที่ 4.185 แสดงหน้าจอเพื่อ save ชื่อของสารตัวอย่าง และการกลับสู่หน้าจอ Spectrum	128
รูปที่ 4.186 แสดงหน้าจอ Spectrum ของ COSY	128
รูปที่ 4.187 แสดงหน้าจอ Bruker TopSpin pl5 on NMR300 as nmr	129

	หน้า
รูปที่ 4.188 แสดงหน้าจอ New	129
รูปที่ 4.189 แสดงหน้าจอ Parameter Sets: rpar	130
รูปที่ 4.190 แสดงหน้าจอ rpar	131
รูปที่ 4.191 แสดงหน้าจอ AcquPars	131
รูปที่ 4.192 แสดงหน้าจอ Experiment time	132
รูปที่ 4.193 แสดงหน้าจอ Solvents table	132
รูปที่ 4.194 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า lockn: done	133
รูปที่ 4.195 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'atma')	133
รูปที่ 4.196 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'topshim')	134
รูปที่ 4.197 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'zg')	134
รูปที่ 4.198 หน้าจอแสดงผลของ HMQC NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์	135
รูปที่ 4.199 แสดงหน้าจอ Title	135
รูปที่ 4.200 แสดงหน้าจอเพื่อ save ชื่อของสารตัวอย่าง และการกลับสู่หน้าจอ Spectrum	136
รูปที่ 4.201 แสดงหน้าจอ Spectrum ของ HMQC	136
รูปที่ 4.202 แสดงหน้าจอ Bruker TopSpin pl5 on NMR300 as nmr	137
รูปที่ 4.203 แสดงหน้าจอ New	137
รูปที่ 4.204 แสดงหน้าจอ Parameter Sets: rpar	138
รูปที่ 4.205 แสดงหน้าจอ rpar	139
รูปที่ 4.206 แสดงหน้าจอ AcquPars	139
รูปที่ 4.207 แสดงหน้าจอ Experiment time	140
รูปที่ 4.208 แสดงหน้าจอ Solvents table	140
รูปที่ 4.209 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า lockn: done	141
รูปที่ 4.210 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'atma')	141
รูปที่ 4.211 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'topshim')	142
รูปที่ 4.212 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'zg')	142
รูปที่ 4.213 หน้าจอแสดงผลของ HMBC NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์	143
รูปที่ 4.214 แสดงหน้าจอ Title	143
รูปที่ 4.215 แสดงหน้าจอเพื่อ save ชื่อของสารตัวอย่าง และการกลับสู่หน้าจอ Spectrum	144

	หน้า
รูปที่ 4.216 แสดงหน้าจอ Spectrum ของ HMBC	144
รูปที่ 4.217 แสดงข้อความหรือสัญลักษณ์แจ้งเตือนความผิดปกติบนหน้าจอขณะทำการวิเคราะห์	145
รูปที่ 4.218 แสดงสเปกตรัมที่มีคุณภาพดี (sharp peak)	145
รูปที่ 4.219 แสดงสเปกตรัมที่มีคุณภาพไม่ดี/ต่ำ (broad peak) หรือสเปกตรัมที่ได้มีความผิดปกติ	146

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมา ความจำเป็น และความสำคัญ

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร ดำเนินภารกิจทั้ง 4 ด้าน ได้แก่ การจัดการเรียนการสอน การวิจัย การบริการวิชาการแก่ชุมชน และการทำนุบำรุงศิลปวัฒนธรรม โดยมีวัตถุประสงค์ เพื่อผลิตบัณฑิตทางด้านสาขาวิชาเคมีที่มีคุณภาพสอดคล้องกับความต้องการของชุมชน และประเทศชาติ นอกจากนี้ยังมีการบริการวิชาการแก่บุคคลทั้งภายในและภายนอกมหาวิทยาลัย ในการวิเคราะห์สารตัวอย่างด้วย Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer หรือ เครื่อง NMR ซึ่งเป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่ใช้สำหรับยืนยันโครงสร้างของสารตัวอย่าง โดยเครื่อง NMR ถือเป็นเครื่องมือทางวิทยาศาสตร์ที่มีความสำคัญเป็นอย่างยิ่งสำหรับงานวิเคราะห์ที่ต้องการทราบโครงสร้างทางเคมีของสารประกอบ ซึ่งภายในมหาวิทยาลัยศิลปากร การทำงานวิจัยของนักศึกษาในระดับปริญญาตรี ปริญญาโท และปริญญาเอกของคณะต่างๆ เช่น คณะวิทยาศาสตร์ คณะวิศวกรรมศาสตร์ และคณะเภสัชศาสตร์ มีความจำเป็นต้องใช้เครื่อง NMR ด้วยเทคนิคต่างๆ (^1H , ^{13}C และ 2D NMR) แต่ปัญหาที่เกิดขึ้นบ่อยครั้งคือผู้ที่มารับบริการทั้งภายในและภายนอกมหาวิทยาลัย เช่น นักศึกษา นักวิจัย บริษัทเอกชน และหน่วยงานราชการต่างๆ ส่วนใหญ่ยังขาดความรู้ความเข้าใจที่ถูกต้องในการเตรียมตัวอย่าง การเลือกใช้ตัวทำละลายเพื่อนำมาเตรียมเป็นสารตัวอย่างก่อนที่จะนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR รวมถึงการเลือกใช้เทคนิคให้เหมาะสมกับผลการวิเคราะห์ที่ต้องการ ซึ่งหากเลือกใช้ไม่เหมาะสมนอกจากจะทำให้งานวิเคราะห์เกิดความล่าช้าแล้ว ยังสิ้นเปลืองค่าใช้จ่ายและทรัพยากรที่ใช้ อีกทั้งยังส่งผลให้หน่วยงานภายนอกมาใช้บริการน้อยลง ดังนั้นการจัดทำเอกสารคู่มือการใช้งานเครื่อง NMR สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่างเล่มนี้ จะช่วยแก้ปัญหาดังกล่าวข้างต้น เพราะผู้รับบริการจะมีความเข้าใจและเห็นภาพรวมในการใช้งานเครื่อง NMR ได้ดีขึ้น และประโยชน์ที่จะเกิดขึ้นในอนาคตคือภาควิชาอาจจะได้รับการไว้วางใจจากหน่วยงานทั้งภายในและภายนอกมหาวิทยาลัยที่จะมาใช้บริการงานวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR มากยิ่งขึ้น

1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อให้ผู้ปฏิบัติงานสามารถปฏิบัติงานแทนกันได้
2. เพื่อให้มีเอกสารอ้างอิงในการทำงาน และให้การปฏิบัติงานเป็นไปตามมาตรฐานเดียวกัน
3. เพื่อให้ผู้รับบริการทั้งภายในและภายนอกมหาวิทยาลัยมีความรู้ความเข้าใจมากยิ่งขึ้นในขั้นตอนการใช้งานเครื่อง NMR เช่น การเลือกใช้ตัวทำละลายเพื่อนำมาเตรียมเป็นสารตัวอย่าง การเลือกใช้เทคนิคให้เหมาะสมกับผลการวิเคราะห์ที่ต้องการ เป็นต้น

1.3 ประโยชน์ที่ได้รับ

1. ผู้ปฏิบัติงานสามารถปฏิบัติงานแทนกันได้
2. มีเอกสารอ้างอิงในการทำงาน และให้การปฏิบัติงานเป็นไปตามมาตรฐานเดียวกัน
3. ผู้รับบริการทั้งภายในและภายนอกมหาวิทยาลัยมีความรู้ความเข้าใจมากยิ่งขึ้นในขั้นตอนการใช้งานเครื่อง NMR เช่น การเลือกใช้ตัวทำละลายเพื่อนำมาเตรียมเป็นสารตัวอย่าง การเลือกใช้เทคนิคให้เหมาะสมกับผลการวิเคราะห์ที่ต้องการ เป็นต้น

1.4 ขอบเขตคู่มือ

คู่มือการใช้งานเครื่อง NMR สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่างเล่มนี้ แสดงขั้นตอน รายละเอียด และกระบวนการต่างๆ ในการดำเนินงาน โดยใช้เครื่อง NMR 300 MHz รุ่น AVANCE III HD บริษัท Bruker ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากรเท่านั้น

1.5 นิยามศัพท์เฉพาะ

มหาวิทยาลัย	หมายความว่า	มหาวิทยาลัยศิลปากร
คณะ	หมายความว่า	คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร
ภาควิชา	หมายความว่า	ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร
บุคลากร	หมายความว่า	ข้าราชการพลเรือนในสถาบันอุดมศึกษา และพนักงานมหาวิทยาลัยที่ดำรงตำแหน่ง 1. ผู้บริหาร ได้แก่ คณบดี รองคณบดี 2. สายวิชาการ ได้แก่ บุคลากรที่ดำรงตำแหน่งศาสตราจารย์ รองศาสตราจารย์ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ และอาจารย์ 3. สายสนับสนุน ได้แก่ บุคลากรสายสนับสนุน ลูกจ้างประจำ และลูกจ้างของมหาวิทยาลัย
เครื่อง NMR	หมายความว่า	Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์หาโครงสร้างทางเคมีของสารตัวอย่าง
สารตัวอย่าง	หมายความว่า	สารที่ต้องการวิเคราะห์หาโครงสร้างทางเคมี เช่น สารเคมี อินทรีย์ เคมีอนินทรีย์ ชีวเคมี และผลิตภัณฑ์ทางธรรมชาติ เป็นต้น

บทที่ 2

โครงสร้างองค์กร และบทบาทหน้าที่ความรับผิดชอบ

คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร เป็นส่วนงานที่มีหน้าที่รับผิดชอบในการผลิตบัณฑิต การวิจัย การบริการวิชาการ และการทำนุบำรุงศิลปวัฒนธรรม มีสำนักงานคณบดี ทำหน้าที่สนับสนุนการบริหารงาน ภายในคณะวิทยาศาสตร์ ให้มีความสอดคล้องกับวิสัยทัศน์ พันธกิจ วัตถุประสงค์ และค่านิยมหลักขององค์กร ดังนี้

- 2.1 ประวัติและความเป็นมาของคณะ
- 2.2 วิสัยทัศน์ พันธกิจ วัตถุประสงค์ และค่านิยมหลัก
- 2.3 โครงสร้างการบริหารองค์กร
- 2.4 บทบาทหน้าที่ความรับผิดชอบ

2.1 ประวัติและความเป็นมาของคณะ

คณะวิทยาศาสตร์ ก่อตั้งขึ้นเมื่อปี พ.ศ. 2515 เป็นคณะที่ 7 ของมหาวิทยาลัยศิลปากร และเป็นคณะวิชาแรกของมหาวิทยาลัยที่เปิดสอนด้านวิทยาศาสตร์ โดยเล็งเห็นถึงความจำเป็นและความก้าวหน้าของวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีในอนาคต โดยในระยะแรกได้เปิดสอนระดับปริญญาบัณฑิตเพียง 3 สาขาวิชา ต่อมาได้เปิดสอนสาขาวิชาต่างๆ เพิ่มขึ้นอีก เพื่อให้ครอบคลุมวิทยาศาสตร์พื้นฐานทุกสาขาวิชาทั้งในระดับปริญญาบัณฑิต ระดับปริญญาโท และระดับปริญญาตรี การจัดการเรียนการสอนของคณะวิทยาศาสตร์จึงสอดคล้องกับนโยบายรัฐบาลในการเร่งรัดผลิตบัณฑิตสาขาวิชาต่างๆ เพื่อตอบสนองความต้องการกำลังคนทางด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีของประเทศ

ปัจจุบันมหาวิทยาลัยศิลปากรมีสถานะเป็นมหาวิทยาลัยในกำกับของรัฐ มีพระราชบัญญัติมหาวิทยาลัยศิลปากร พ.ศ. 2559 บังคับใช้ และประกาศมหาวิทยาลัยศิลปากร เรื่อง การแบ่งหน่วยงานภายในของส่วนงานของมหาวิทยาลัยศิลปากร (ฉบับที่ 7) พ.ศ. 2562 ทำให้มีการแบ่งส่วนงานในคณะวิชาออกเป็น 14 ส่วนงาน ได้แก่ สำนักงานคณบดี ภาควิชาคณิตศาสตร์ ภาควิชาเคมี ภาควิชาชีววิทยา ภาควิชาฟิสิกส์ ภาควิชาวิทยาศาสตร์สิ่งแวดล้อม ภาควิชาสถิติ ภาควิชาคอมพิวเตอร์ ภาควิชาจุลชีววิทยา ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี คณะวิทยาศาสตร์ ศูนย์บริการวิชาการ ศูนย์ความเป็นเลิศด้านสีและการเคลือบผิว ศูนย์ความเป็นเลิศของวัสดุแนวใหม่ และศูนย์สอบเทียบเครื่องวัดรังสีอาทิตย์

2.2 วิสัยทัศน์ พันธกิจ วัตถุประสงค์ และค่านิยมหลัก

วิสัยทัศน์

เป็นคณะวิทยาศาสตร์ชั้นนำ 1 ใน 5 ของประเทศ ที่เน้นการบูรณาการวิทยาศาสตร์และศิลปะ

พันธกิจ

1. สร้างบุคลากรในสาขาวิชาชีพด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ให้มีความรอบรู้ มีสติปัญญา มีความคิดวิเคราะห์ และมีความรับผิดชอบต่อสังคม
2. ค้นคว้า วิจัย และสร้างองค์ความรู้ด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
3. ให้บริการวิชาการด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแก่สังคม เพื่อสร้างความเข้มแข็งแก่ชุมชนและเป็นการพัฒนาขีดความสามารถในการแข่งขันของประเทศในเวทีโลกต่อไป
4. สร้างความเป็นเลิศทางด้านศิลปะและงานสร้างสรรค์ โดยใช้วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
5. การบริหารจัดการ (บริหารงานตามหลักธรรมาภิบาล)

วัตถุประสงค์

1. เพื่อผลิตบัณฑิตที่มีคุณภาพในปริมาณที่เหมาะสมต่อความต้องการของสังคมและการพัฒนาประเทศ
2. เพื่อสร้างสรรค์องค์ความรู้ที่เป็นประโยชน์ต่อการพัฒนาประเทศ และสังคม
3. เพื่อส่งเสริมความร่วมมือในการเผยแพร่องค์ความรู้ด้านวิทยาศาสตร์กับหน่วยงานต่างๆ ทั้งในและต่างประเทศ รวมทั้งชุมชนและท้องถิ่น
4. เพื่อให้บริการทางวิชาการและประสานความร่วมมือกับชุมชนและท้องถิ่น นำไปสู่รากฐานการพัฒนาที่ยั่งยืน
5. เพื่อพัฒนาการบริหารจัดการให้มีประสิทธิภาพสอดคล้องกับการเปลี่ยนแปลงทางเศรษฐกิจ สังคม การเมือง และกระแสโลกาภิวัตน์
6. เพื่อกำหนดแนวทางการอนุรักษ์ สืบสาน วิจัย พัฒนา ทางวิทยาศาสตร์ศิลปะและวัฒนธรรม

ค่านิยมหลัก

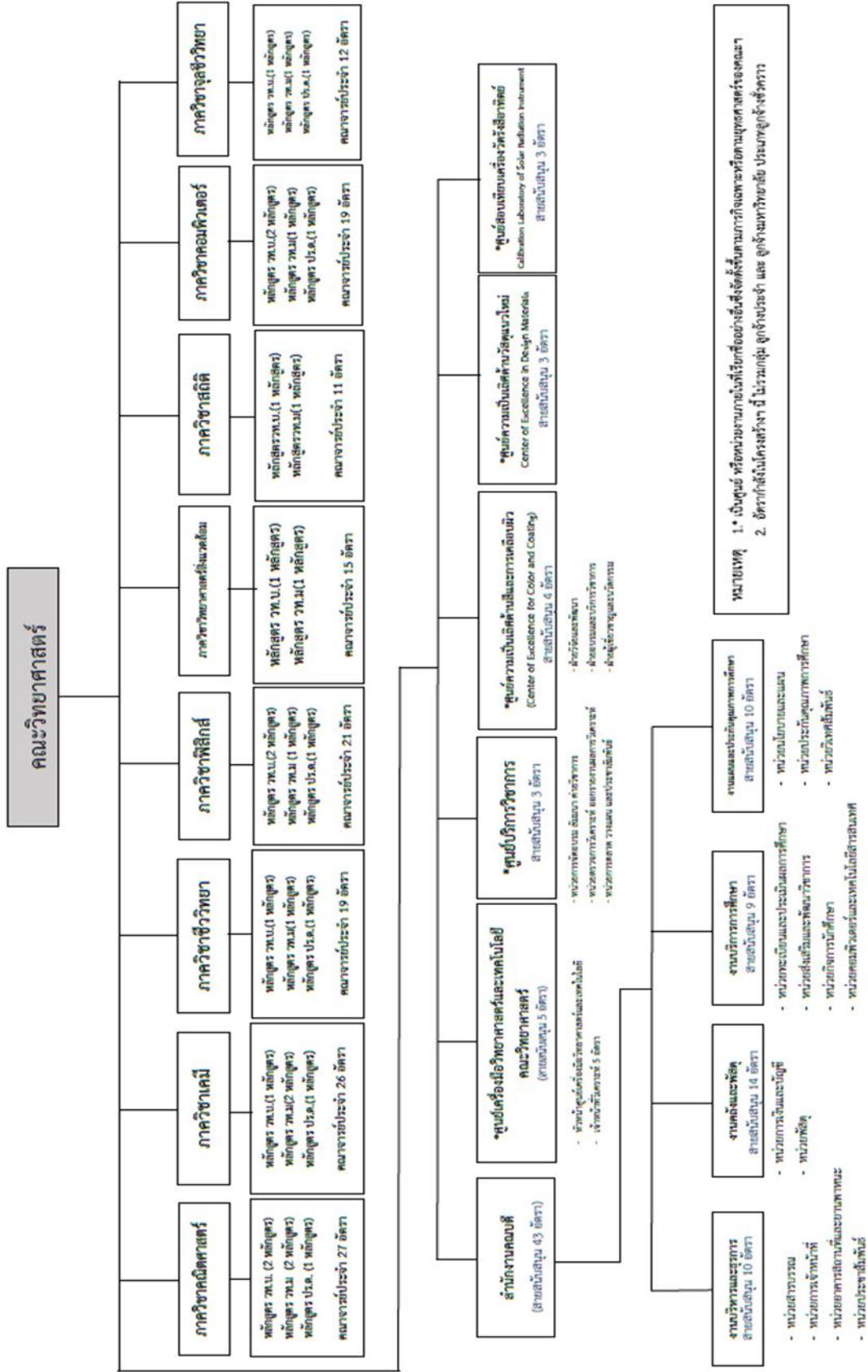
SC SU SMART: คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร มุ่งเน้นการทำงานที่ฉลาดหลักแหลมและนำสมัยอยู่เสมอ

Study	=	การเรียนรู้
Creativity	=	ความคิดสร้างสรรค์
Service-minded attitude	=	จิตบริการ
Unity	=	ความสามัคคี
Sufficiency	=	ความพอเพียง
Morality	=	ความซื่อสัตย์สุจริต มีศีลธรรม จรรยาบรรณ
Adaptability	=	ความสามารถในการปรับตัว
Retrenchment	=	การประหยัด การลดค่าใช้จ่าย
Tolerance	=	ความอดทนต่อความยากลำบาก

2.3 โครงสร้างการบริหารองค์กร

2.3.1 โครงสร้างการบริหาร คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร

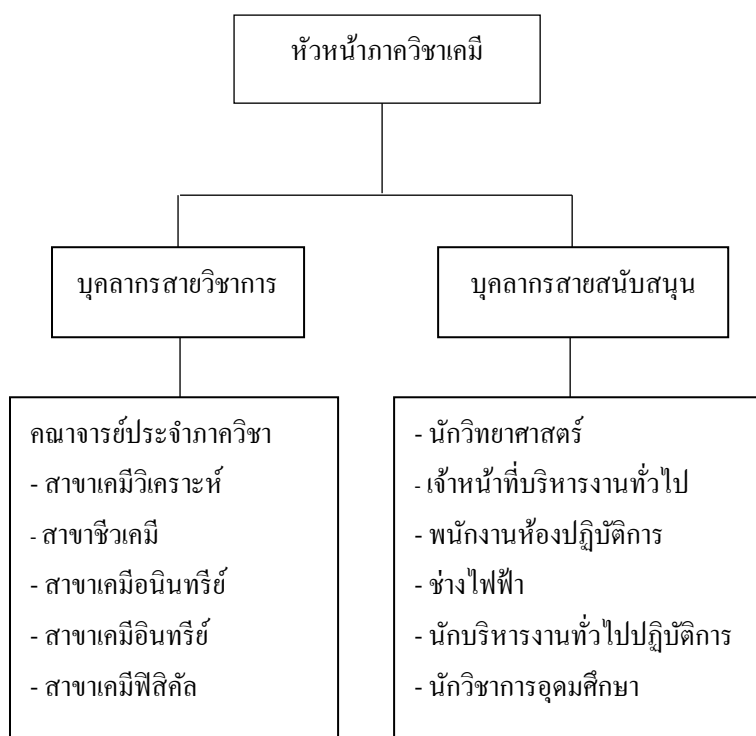
โครงสร้างการบริหาร คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร ประกอบด้วย 1 สำนักงาน 8 ภาควิชา และ 5 ศูนย์ ดังที่ปรากฏในรูปที่ 2.1 ดังนี้



รูปที่ 2.1 แสดงโครงสร้างการบริหาร คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร

2.3.2 โครงสร้างการบริหารภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร

โครงสร้างการบริหารภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร ดังที่ปรากฏในรูปที่ 2.2 ดังนี้



รูปที่ 2.2 แสดงโครงสร้างการบริหารภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร

2.4 บทบาทหน้าที่ความรับผิดชอบ

2.4.1 บทบาทหน้าที่ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์มหาวิทยาลัยศิลปากร

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร ดำเนินภารกิจทั้ง 4 ด้าน ได้แก่ การจัดการเรียนการสอน การวิจัย การบริการวิชาการแก่ชุมชน และการทำนุบำรุงศิลปวัฒนธรรม โดยมีวัตถุประสงค์ เพื่อผลิตบัณฑิตทางด้านสาขาวิชาเคมีที่มีคุณภาพสอดคล้องกับความต้องการของชุมชน และประเทศชาติ

2.4.2 บทบาทหน้าที่ความรับผิดชอบของตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ ระดับปฏิบัติการ

บทบาทหน้าที่ความรับผิดชอบของ นางสาววิรัชญา สุทัศนวิชานนะ ตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ ระดับปฏิบัติการ ได้ปฏิบัติงานโดยสอดคล้องกับมาตรฐานกำหนดตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ ซึ่งมีขอบเขตของภาระงานที่ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ ได้มอบหมายให้ปฏิบัติและรับผิดชอบดังนี้

2.4.2.1 หน้าที่รับผิดชอบหลัก

1. ให้บริการวิชาการสำหรับบุคลากรทั้งภายในและภายนอกมหาวิทยาลัย สำหรับการใช้เครื่อง NMR ในการวิเคราะห์หาโครงสร้างทางเคมีของสารตัวอย่าง รวมไปถึงการแนะนำและให้คำปรึกษาแก่นักศึกษา และผู้รับบริการในการเตรียมสารตัวอย่าง การเลือกเทคนิคที่ต้องการวิเคราะห์ให้สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ที่ต้องการ
2. เป็นผู้ดูแลรักษาเครื่อง NMR ให้พร้อมใช้งานอยู่เสมอ
3. ดูแลการเบิกจ่ายและการสั่งซื้อตัวทำละลายที่ใช้สำหรับการเตรียมสารตัวอย่างที่จะนำมาวิเคราะห์ด้วย เครื่อง NMR

2.4.2.2 ภาระงานรอง

1. ช่วยสอนการทำปฏิบัติการเคมีและตรวจให้คะแนนการทำปฏิบัติการของนักศึกษาในรายวิชาต่างๆ ดังนี้
 - ปฏิบัติการเคมีทั่วไป 1 (513103)
 - ปฏิบัติการเคมีทั่วไป 2 (513104)
 - ปฏิบัติการเคมีทั่วไป (513105)

2.4.2.3 หน้าที่ที่ได้รับมอบหมายอื่นๆ

1. จัดทำเอกสารหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี และหลักสูตรปรัชญาดุษฎีบัณฑิต สาขาวิชาเคมี
2. จัดทำเอกสารการประกันคุณภาพการศึกษาหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี และหลักสูตรปรัชญาดุษฎีบัณฑิต สาขาวิชาเคมี
3. เป็นผู้ช่วยเลขที่ประชุมในการประเมินหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี และหลักสูตรปรัชญาดุษฎีบัณฑิต สาขาวิชาเคมี

2.4.2.4 งานพัฒนา

1. จัดทำคู่มือการใช้งานเครื่อง NMR สำหรับการวิเคราะห์สารตัวอย่าง
2. จัดทำคู่มือช่วยสอนการทำปฏิบัติการเคมี
3. เผยแพร่ผลงานในงานประชุมวิชาการ Pure and Applied Chemistry International Conference 2015 (PACCON 2015) นำเสนอผลงานในรูปแบบโปสเตอร์ในหัวข้อเรื่อง New Phenolic Compounds from *Mitrephora teysmannii* Leaves
4. ได้รับทุนวิจัยจากสถาบันวิจัยและพัฒนา มหาวิทยาลัยศิลปากร ในการทำงานวิจัย โครงการหลักเรื่อง การวิจัยเพื่อเพิ่มศักยภาพการผลิตและเพิ่มมูลค่าผลิตภัณฑ์จากกล้วยไม้ โครงการย่อย เรื่อง การศึกษาองค์ประกอบทางเคมีและฤทธิ์ทางชีวภาพจากกล้วยไม้ไทยสกุลหวาย ลูกผสม ระยะเวลาเริ่มต้นและสิ้นสุดโครงการ 21 ก.พ. 2562-21 ก.พ. 2563

บทที่ 3

หลักเกณฑ์และวิธีการปฏิบัติงาน

คู่มือการใช้งานเครื่อง NMR สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่างของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากรเล่มนี้ มีหลักเกณฑ์และวิธีการปฏิบัติงานที่เกี่ยวข้องดังนี้

- 3.1 กฎระเบียบที่เกี่ยวข้อง
- 3.2 จรรยาบรรณวิชาชีพ
- 3.3 หลักการปฏิบัติงาน PDCA
- 3.4 ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้องหรือเอกสารที่เกี่ยวข้อง

3.1 กฎระเบียบที่เกี่ยวข้อง

การปฏิบัติงานตามคู่มือฉบับนี้ มีลักษณะงานเป็นงานที่ให้บริการและต้องปฏิบัติตามกฎ ระเบียบ ข้อบังคับของมหาวิทยาลัย ประกาศ และแนวปฏิบัติต่างๆ ซึ่งต้องปฏิบัติตามอย่างเคร่งครัดสำหรับการใช้งานเครื่อง NMR ในห้องปฏิบัติการ NMR มีกฎระเบียบที่เกี่ยวข้องดังนี้

กฎระเบียบสำหรับห้องปฏิบัติการ NMR

1. ห้ามผู้ที่ใส่เครื่องกระตุ้นการทำงานของหัวใจหรือเคยได้รับการผ่าตัดเปลี่ยนข้อเทียมเข้าห้อง NMR โดยเด็ดขาด เนื่องจากอุปกรณ์ดังกล่าวส่งผลกระทบต่อสนามแม่เหล็กของเครื่อง NMR
2. ห้ามนำวัตถุที่เป็นโลหะ เช่น เหล็ก หรือแม่เหล็กเข้าใกล้แหล่งกำเนิดสนามแม่เหล็กของเครื่อง NMR ในระยะ 1.5 เมตร
3. ให้วางนาฬิกา บัตรเครดิต และฮาร์ดดิส ให้อยู่ห่างจากแหล่งกำเนิดสนามแม่เหล็กของเครื่อง NMR อย่างน้อย 1.5 เมตร เนื่องจากอาจได้รับความเสียหายจากสนามแม่เหล็กของเครื่อง NMR
4. การใช้สารเคมีหรือตัวทำละลายที่ทำให้เกิดไอระเหย เช่น คลอโรฟอร์ม และอะซิโตน เป็นต้น ควรทำในตู้ดูดควัน (Fume Hood)
5. ในกรณีที่เกิดการสูญเสียความเป็นสนามแม่เหล็กของเครื่อง NMR (Quench) จะมีการรั่วไหลของก๊าซฮีเลียมอย่างรวดเร็ว ให้รีบออกจากห้อง NMR ทันที เพราะอาจทำให้ขาดอากาศหายใจได้
6. ไม่ควรอยู่ในห้อง NMR นานเกินไป หากรู้สึกหายใจไม่สะดวกควรรีบเดินออกจากห้อง NMR เนื่องจากภายในห้อง NMR มีปริมาณก๊าซไนโตรเจนและก๊าซฮีเลียมสูงกว่าอากาศที่เหมาะสมสำหรับการหายใจ
7. งดการใช้งานเครื่อง NMR ในขณะที่มีการเติมไนโตรเจนเหลว
8. หากมีข้อสงสัยในการใช้งานเครื่อง NMR หรือเกิดความผิดปกติขณะใช้งานให้ดำเนินการติดต่อเจ้าหน้าที่ผู้รับผิดชอบห้อง NMR ทันที
9. ตลอดเวลาที่อยู่ในห้องปฏิบัติการ NMR ปฏิบัติตนด้วยความรับผิดชอบ ห้ามรับประทานอาหาร เครื่องดื่ม หรือเกี้ยวหมากรุก ห้ามเล่น ส่งเสียงดัง

10. สำหรับนักศึกษาที่ได้รับอนุญาตให้สามารถใช้เครื่อง NMR ในการวิเคราะห์สารตัวอย่าง ควรเตรียมความพร้อมก่อนการใช้งานเครื่อง NMR โดยการทบทวนและทำความเข้าใจขั้นตอนการใช้งานอย่างละเอียด
11. ห้ามเคลื่อนย้ายหรือปรับแก้อุปกรณ์ต่างๆ ที่ใช้สำหรับเครื่อง NMR โดยไม่ได้รับอนุญาต
12. ห้ามจับอุปกรณ์ สารเคมีหรือวัสดุอื่นๆ ในห้องปฏิบัติการ NMR หากไม่ได้รับอนุญาต
13. อ่านฉลากบนขวดสารเคมีอย่างละเอียดก่อนการใช้งาน
14. ดูแลความสะอาดในห้องปฏิบัติการ NMR ทำความสะอาดเครื่องชั่ง และอุปกรณ์ต่างๆ เมื่อใช้เสร็จแล้วทุกครั้ง
15. ห้ามสัมผัสหน้าตา ปาก และร่างกาย ขณะใช้สารเคมีหรืออุปกรณ์ทางเคมี ล้างมือด้วยสบู่ให้สะอาดทุกครั้งหลังเสร็จการทดลอง
16. เมื่อมีอุบัติเหตุ เช่น สารเคมีหกหรือรั่ว เครื่องแก้วแตก เกิดเพลิงไหม้ หรือบาดเจ็บ ให้แจ้งเจ้าหน้าที่ผู้รับผิดชอบห้อง NMR ทันที แม้จะเป็นอุบัติเหตุเพียงเล็กน้อยก็ตาม อย่าตกใจกลัว
17. ถ้าสารเคมีหกโดนร่างกายหรือใบหน้า ให้ล้างด้วยน้ำสะอาดอย่างน้อยเป็นเวลา 15 นาที และแจ้งเจ้าหน้าที่ผู้รับผิดชอบห้อง NMR ทันที

3.2 จรรยาบรรณวิชาชีพ

ผู้ปฏิบัติงานตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ได้ยึดหลักการมาตรฐานจรรยาบรรณในวิชาชีพนักวิทยาศาสตร์ เป็นหลักการพื้นฐานในการปฏิบัติงานดังนี้

1. เป็นผู้มีศีลธรรม และคุณธรรม ในการดำรงชีวิตและการประกอบอาชีพ
2. ประกอบอาชีพด้วยความซื่อสัตย์สุจริต ไม่รับทรัพย์สินหรือผลประโยชน์อย่างใดสำหรับตนเองหรือผู้อื่นโดยมิชอบ
3. ต้องมีวินัยในตนเอง พัฒนาตนเองด้านวิชาชีพ บุคลิกภาพ และวิสัยทัศน์ ให้ทันต่อการพัฒนาทางวิชาการ เศรษฐกิจ และสังคม
4. ต้องไม่ทำงานทางวิทยาศาสตร์ที่ขัดต่อความสงบเรียบร้อย ศีลธรรมอันดีของประชาชน และความมั่นคงของชาติ
5. ประพฤติตนเป็นผู้ตรงต่อเวลา ปฏิบัติหน้าที่อย่างถูกต้องและเต็มกำลังความสามารถ ดำรงตนเป็นที่น่าเชื่อถือของบุคคลอื่น รอบคอบ ขยันหมั่นเพียร สมเหตุสมผล โดยคำนึงถึงประโยชน์ องค์กรเป็นสำคัญ
6. พึงช่วยเหลือเกื้อกูลซึ่งกันและกันอย่างสร้างสรรค์โดยยึดมั่นในระบบคุณธรรม สร้างความสามัคคีในหมู่คณะ
7. ประพฤติปฏิบัติตนเป็นผู้นำในการอนุรักษ์วัฒนธรรม ภูมิปัญญา สิ่งแวดล้อม รักษาผลประโยชน์ของส่วนรวม และยึดมั่นในการปกครองระบอบประชาธิปไตย
8. มีจรรยาบรรณของนักวิจัยตามที่สภาวิจัยกำหนด

3.3 หลักการปฏิบัติงาน PDCA

การพัฒนากระบวนการใช้งานเครื่อง NMR สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่าง ของบุคลากรภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร ต้องดำเนินการตามกระบวนการหลักการปฏิบัติงาน PDCA เป็นหลักในการปฏิบัติงานดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงการใช้งานเครื่อง NMR สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่างตามกระบวนการปฏิบัติงาน PDCA

หลักการปฏิบัติงาน PDCA	รายละเอียดในการปฏิบัติงานตามหลักการ PDCA
P = Plan (การวางแผน)	ศึกษาองค์ประกอบของเครื่อง NMR การเกิดปรากฏการณ์ NMR วิธีการเตรียมสารละลายตัวอย่าง การเลือกใช้เทคนิคให้เหมาะสมกับผลการวิเคราะห์ที่ต้องการ วิธีการใช้โปรแกรมสำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่างของเครื่อง Bruker 300 MHz รุ่น AVANCE III HD และการแปลผลข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ จากแหล่งความรู้ต่างๆ เช่น หนังสือ เว็บไซต์ และเอกสารอื่นๆ ที่เกี่ยวข้อง
D = Do (การปฏิบัติตามแผน)	1. เลือกเทคนิคที่ต้องการวิเคราะห์ 2. ทำการเตรียมสารละลายตัวอย่าง 3. ใช้โปรแกรมทำการวิเคราะห์สารตัวอย่าง
C = Check (ตรวจสอบการปฏิบัติตามแผน)	ตรวจสอบการทำงานของเครื่อง NMR ขณะดำเนินการวิเคราะห์สารตัวอย่าง และตรวจสอบผลการวิเคราะห์สารตัวอย่างที่ได้
A = Act (ปรับปรุงแก้ไข)	ประเมินผลการวิเคราะห์ที่ได้ หากไม่ดีพอก็ทำการวิเคราะห์ถึงสาเหตุเพื่อหาทางปรับปรุงแก้ไข เพื่อเป็นข้อมูลในการพัฒนาและปรับปรุงแก้ไขในครั้งต่อไป

3.4 ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้องหรือเอกสารที่เกี่ยวข้อง

ศาสตราจารย์ ดร.ธีรยุทธ วิไลวัลย์ (2012) ได้จัดทำคู่มือการใช้เครื่อง Varian Mercury + 400 NMR Spectrometer (Jun 2012 revision) ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยภายในคู่มือประกอบด้วย 9 หัวข้อดังนี้

1. ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่าง
2. การแนะนำซอฟต์แวร์ที่ทำหน้าที่ควบคุมการทำงานของเครื่อง NMR ได้แก่ VNMR, Glide และ ChemPack
3. ขั้นตอนการตรวจสอบสภาพของเครื่องก่อนเริ่มต้นทำงาน
4. ขั้นตอนวิเคราะห์ 1D NMR ประกอบด้วย การ acquire, process และ plot 1D ^1H และ ^{13}C สเปกตรัมแบบ automatic
5. ขั้นตอนวิเคราะห์ 2D NMR ประกอบด้วย การ acquire, process และ plot 2D สเปกตรัมแบบ automatic
6. ข้อปฏิบัติเมื่อเสร็จการทดลอง
7. ขั้นตอนการ process และ plot 1D และ 2D สเปกตรัมแบบ manual
8. วิธีการถ่ายเทไฟล์ข้อมูลเพื่อนำไปปรับแต่งและพิมพ์บนเครื่อง PC เครื่องนี้ทำอะไรได้อีกบ้าง รวมไปถึงการแก้ปัญหาเบื้องต้นหากพบว่าเครื่องมีปัญหา

บทที่ 4

เทคนิคและขั้นตอนการปฏิบัติงาน

ผู้จัดทำมีหน้าที่ความรับผิดชอบในการใช้เครื่อง NMR สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่าง ตั้งแต่ปี พ.ศ. 2550 เป็นต้นมา ทำให้ผู้จัดทำมีเทคนิคและแนวทางการวิเคราะห์ที่เป็นแบบแผน โดยมีขั้นตอนการปฏิบัติงานดังนี้

- 4.1 มาตรฐานการปฏิบัติงาน
- 4.2 ขั้นตอนการปฏิบัติงานและรายละเอียดการปฏิบัติงาน
- 4.3 การติดตามและประเมินผลการปฏิบัติงาน

4.1 มาตรฐานการปฏิบัติงาน

ผู้จัดทำคู่มือการใช้งานเครื่อง NMR สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่าง ใช้หลักการทำงานและแนวทางการปฏิบัติงานเป็นมาตรฐานในการปฏิบัติงานดังนี้

4.1.1 หลักการปฏิบัติงาน

คู่มือการใช้งานเครื่อง NMR สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่างเล่มนี้เป็นการเขียนเพื่ออำนวยความสะดวกให้กับคณาจารย์ นักศึกษา นักวิจัย และนักวิทยาศาสตร์ผู้ปฏิบัติงาน ซึ่งมีมาตรฐานการปฏิบัติงานซึ่งอาศัยหลักการทำงานตามสมรรถนะในการปฏิบัติงาน ประสิทธิภาพ และความเชี่ยวชาญเฉพาะด้านวิทยาศาสตร์โดยเฉพาะการเตรียมสารละลายตัวอย่าง การเลือกใช้เทคนิคการวิเคราะห์เพื่อให้ได้ผลการวิเคราะห์ที่ต้องการ และการใช้โปรแกรมต่างๆ สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่าง เพื่อประกอบการเรียนการสอนและงานวิจัย ดังนี้

1. ปฏิบัติงานตามกฎหมาย ระเบียบและข้อบังคับที่เกี่ยวข้อง และหลีกเลี่ยงการกระทำใดๆ ที่อาจทำให้เกิดความเสื่อมเสียแก่องค์กร
2. มีความโปร่งใสในการปฏิบัติงานให้เห็นถึงการปฏิบัติงานตามกฎหมาย ระเบียบ ข้อบังคับ ของมหาวิทยาลัย
3. ไม่ปกปิดข้อเท็จจริงหรือบิดเบือนความจริงอันเป็นสาระสำคัญ ซึ่งสามารถติดตามและตรวจสอบได้ตามกฎหมายเกี่ยวกับข้อมูลข่าวสารของราชการ
4. มีความซื่อสัตย์ สุจริต ประพฤติตนสอดคล้องตามจรรยาบรรณของบุคลากรที่มหาวิทยาลัยกำหนด
5. การปฏิบัติงานต้องมีประสิทธิภาพ ลดขั้นตอนการปฏิบัติงาน ถูกต้อง และรวดเร็ว
6. มีการประสานงานในภาระงานที่รับผิดชอบได้อย่างมีประสิทธิภาพ มีการทำงานเป็นทีม และมีการสร้างเครือข่ายภายในองค์กร
7. ในการปฏิบัติงานต้องคำนึงถึงผลประโยชน์ของมหาวิทยาลัย และการประหยัดทรัพยากรเป็นหลัก

4.1.2 แนวทางการปฏิบัติงาน

นอกจากหลักการปฏิบัติงานแล้ว ผู้จัดทำยังได้ใช้สมรรถนะในการปฏิบัติงานและประสบการณ์ในการทำงานมากำหนดแนวทางการปฏิบัติงานของบุคลากร ซึ่งการใช้งานเครื่อง NMR สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่าง มีผู้รับบริการคือคณาจารย์ นักศึกษา รวมไปถึงนักวิจัยทั้งภายในและภายนอกภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร โดยนักวิทยาศาสตร์ระดับปฏิบัติการเป็นผู้ให้บริการตามแนวทางการปฏิบัติงานดังตารางที่ 4.1

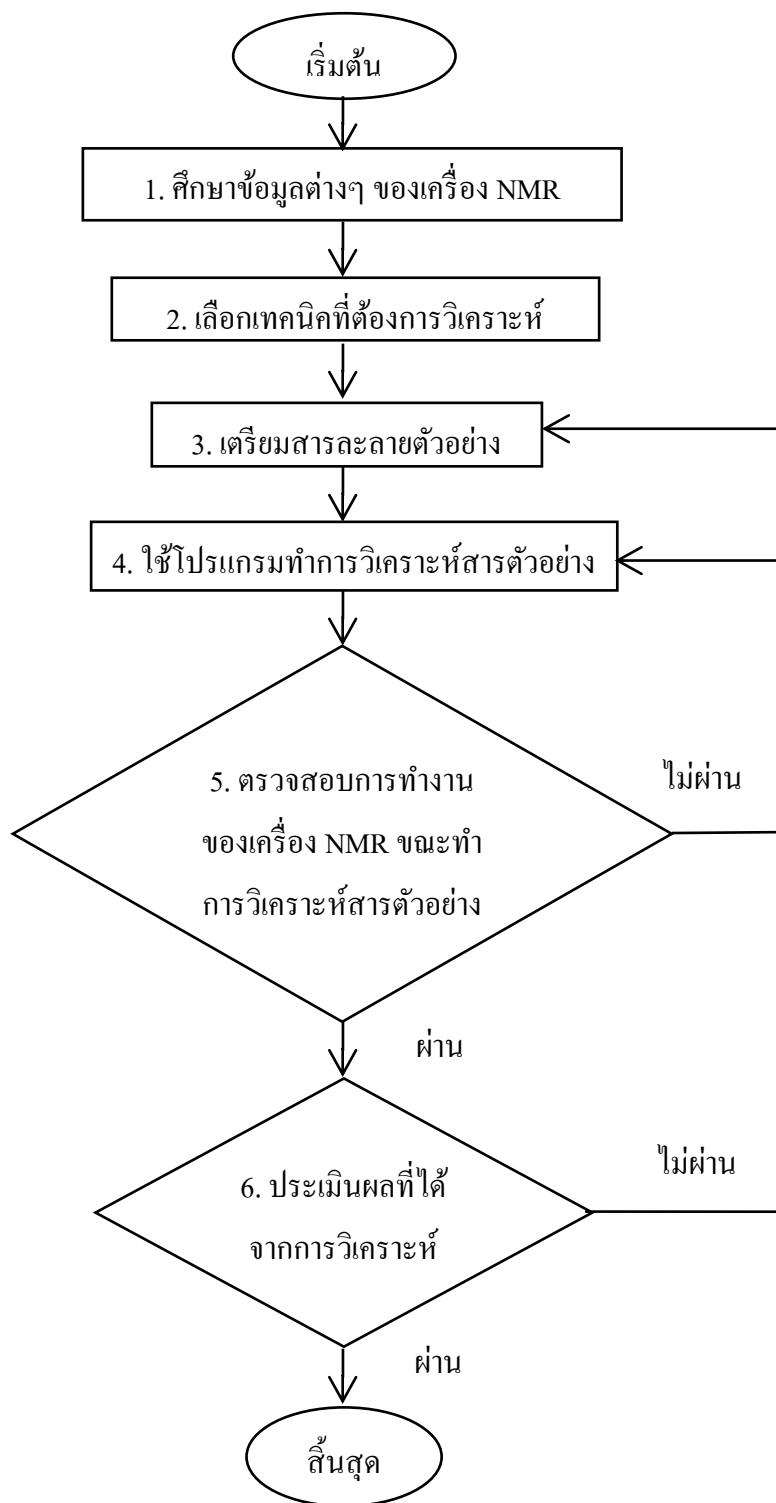
ตารางที่ 4.1 แสดงแนวทางการปฏิบัติงาน

สมรรถนะในการปฏิบัติงาน	มาตรฐานการปฏิบัติงาน
การมุ่งผลสัมฤทธิ์	1. มีความรู้ ความสามารถในการหน้าที่รับผิดชอบอย่างสูง และบริการเหนือความคาดหมาย มีแหล่งข้อมูลใช้อ้างอิงส่งผลกระทบต่อความพึงพอใจของผู้รับบริการ 2. มีความตั้งใจ มีความขยัน หมั่นเพียร และมุ่งมั่นในการปฏิบัติงานที่รับผิดชอบให้สำเร็จตามเป้าหมาย และมีผลสัมฤทธิ์ในการปฏิบัติงานตามที่ได้รับมอบหมาย 3. มุ่งสร้างและพัฒนาผลงานให้มีคุณภาพอย่างต่อเนื่อง เช่น มีการทำบันทึกข้อความขออนุญาตหัวหน้าภาควิชาไปร่วมงานประชุม NMR & EPR Users meeting โดยนำความรู้และเทคโนโลยีใหม่ๆ จากผู้เชี่ยวชาญมาใช้ในการพัฒนางานวิจัยและการเรียนการสอน
ความเข้าใจองค์กรและระบบงาน	1. มีความเข้าใจองค์กร คน ระบบงาน และวัฒนธรรมองค์กรในภาพรวมและมีความสามารถในการสร้างความเชื่อมโยงระหว่างระบบงานและโดยการใช้เทคโนโลยี และเรียนรู้วิธีการปฏิบัติงานและสามารถแก้ปัญหาข้อบกพร่องที่เกิดขึ้น 2. มีมาตรฐานในการปฏิบัติงานสอดคล้องปรัชญา ปณิธาน วิสัยทัศน์ พันธกิจ และค่านิยมขององค์กร 3. มีการยอมรับในการเปลี่ยนแปลงที่จะเกิดขึ้นในองค์กร เช่น การเปลี่ยนโครงสร้างองค์กร ระบบงาน และการปรับเปลี่ยนกระบวนการเป็นต้น
การทำงานเป็นทีม	1. มีความสามารถในการทำงานเป็นทีมได้ (team work) 2. มีความพึงพอใจในหน้าที่ของตนที่ได้รับมอบหมายจากทีมได้อย่างมีความสุข 3. สร้างและประสานงานระหว่างทีมในกลุ่มภารกิจให้บรรลุเป้าหมายและมีประสิทธิภาพ

สมรรถนะในการปฏิบัติงาน	มาตรฐานการปฏิบัติงาน
การมีคุณธรรม จริยธรรม และ จรรยาบรรณ	1. ปฏิบัติหน้าที่ความรับผิดชอบด้วยความโปร่งใส มีความซื่อสัตย์สุจริต 2. มีการอุทิศเวลาแก่ราชการ มีความภาคภูมิใจในสถาบันตนเอง 3. มุ่งส่งเสริมการปฏิบัติงานในหน่วยงานและมหาวิทยาลัยให้บรรลุวัตถุประสงค์และเป้าหมาย

4.2 ขั้นตอนการปฏิบัติงานและรายละเอียดการปฏิบัติงาน

เพื่อให้การปฏิบัติงานเกี่ยวกับการใช้งานเครื่อง NMR สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่างของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากรเป็นไปอย่างราบรื่น ผู้จัดทำได้นำเสนอขั้นตอนในการปฏิบัติงานเป็นรูปแบบผังขั้นตอนการปฏิบัติงาน (Flowchart) ดังนี้



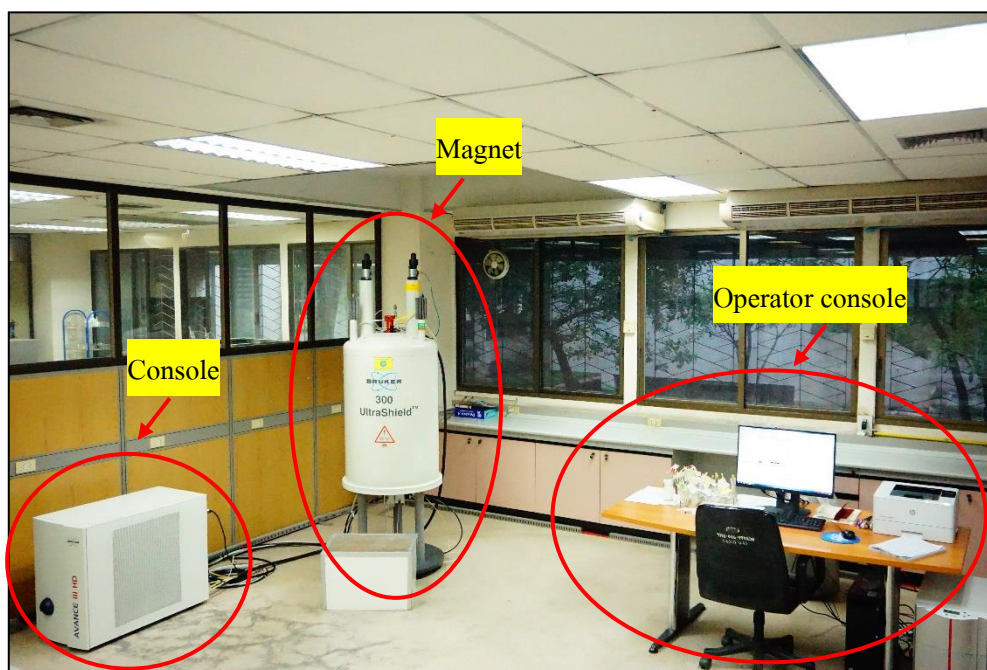
คำอธิบายรายละเอียดการใช้งานเครื่อง NMR สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่าง

ขั้นตอนที่ 1 ศึกษาข้อมูลต่างๆ ของเครื่อง NMR

Nuclear Magnetic Resonance (NMR) Spectroscopy เป็นเทคนิคที่ใช้สำหรับพิสูจน์โครงสร้างของสารตัวอย่างทางเคมีอินทรีย์ เคมีอนินทรีย์ ชีวเคมีและผลิตภัณฑ์ทางธรรมชาติ นอกจากนี้ยังสามารถนำไปประยุกต์ใช้กับงานวิจัยทางด้านอื่นๆ ได้ เช่น การสังเคราะห์และปรับปรุงโครงสร้างของยา วัสดุศาสตร์และพอลิเมอร์ เป็นต้น โดยอาศัยคุณสมบัติทางแม่เหล็กของนิวเคลียส นิวเคลียสดูดกลืนคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าในช่วงความถี่คลื่นวิทยุ ผลที่ได้จากการวิเคราะห์คือ สเปกตรัม ซึ่งบอกได้ว่านิวเคลียสที่ดูดกลืนพลังงานนั้นมีสภาพแวดล้อมทางเคมีเป็นอย่างไร สามารถระบุได้ว่านิวเคลียสนั้นมีกี่นิวเคลียสและต่ออยู่กับส่วนใดในโมเลกุล

องค์ประกอบของเครื่อง NMR

1. Operator console ประกอบด้วยเครื่องคอมพิวเตอร์ซึ่งทำหน้าที่ควบคุมการประมวลผลข้อมูล หน้าจอแสดงผล และคีย์บอร์ด
2. Console ประกอบด้วยอิเล็กทรอนิกส์ฮาร์ดแวร์ เช่น เครื่องส่งความถี่วิทยุ เครื่องรับความถี่วิทยุ เครื่องขยายสัญญาณ และเครื่องบันทึกสัญญาณ
3. Magnet system ประกอบด้วยแม่เหล็กที่ให้ความเข้มของสนามแม่เหล็กสม่ำเสมอ ระบบการ shim และ probe

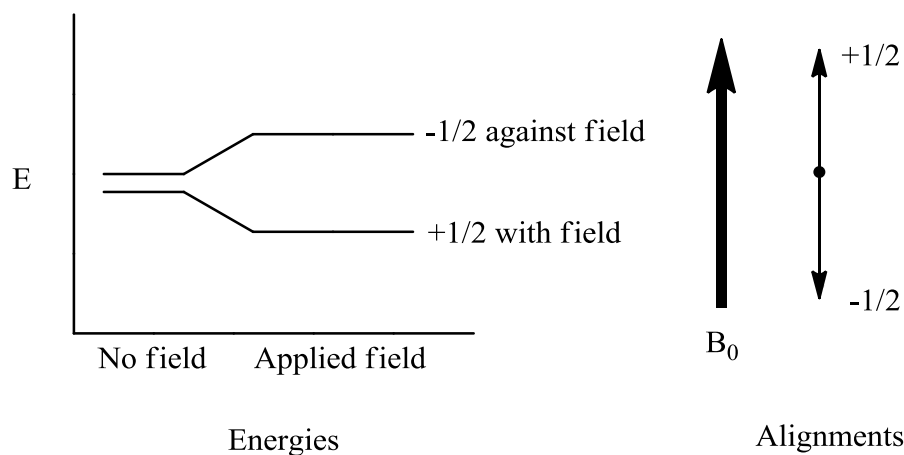


รูปที่ 4.1 รูปแสดงองค์ประกอบของเครื่อง NMR

หลักการ

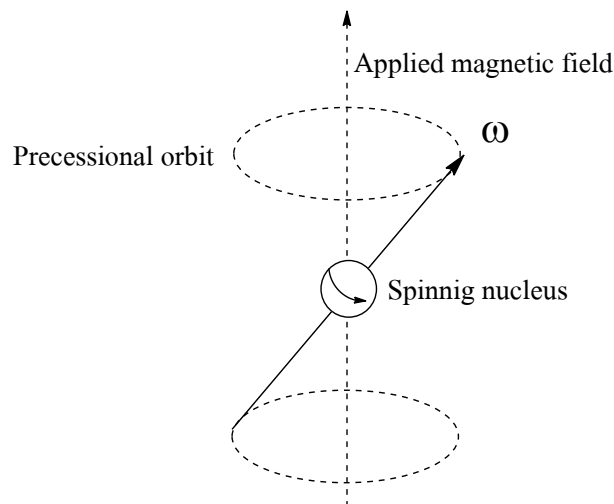
นิวเคลียสทุกชนิดมีประจุและคุณสมบัติที่เรียกว่า เลขสปิน (spin quantum number) สามารถเขียนแทนด้วยสัญลักษณ์ I โดยเลขสปินจะขึ้นอยู่กับเลขมวล (mass number) และเลขอะตอม (atomic number) ของนิวเคลียสนั้นๆ ปรากฏการณ์ NMR จะเกิดขึ้นได้เฉพาะกับนิวเคลียสที่มีเลขสปินมากกว่าศูนย์ ($I > 0$) ถ้านิวเคลียสมีเลขมวลและเลขอะตอมเป็นเลขคู่ เช่น ^{12}C , ^{16}O ซึ่งมีเลขสปินเท่ากับศูนย์ ($I = 0$) จะไม่สามารถเกิดปรากฏการณ์ NMR ได้ แต่ถ้านิวเคลียสมีเลขมวลและ/หรือเลขอะตอมเป็นเลขคี่ ซึ่งจะมีเลขสปินมากกว่าศูนย์ ($I > 0$) ทำให้สามารถเกิดปรากฏการณ์ NMR ได้ เช่น ^1H , ^2H , ^{13}C , ^{14}N , ^{17}O และ ^{19}F เป็นต้น การที่นิวเคลียสมีเลขสปินมากกว่าศูนย์ทำให้นิวเคลียสสามารถหมุนรอบตัวเองได้ ซึ่งจะทำให้มีสนามแม่เหล็กเกิดขึ้น ดังนั้นนิวเคลียสเหล่านี้จึงประพฤติตัวเหมือนกับแท่งแม่เหล็กเล็กๆ ที่มีแกนไปในทิศเดียวกับสปินของนิวเคลียส และเกิดแมกเนติกโมเมนต์ (magnetic moment) เขียนแทนด้วยสัญลักษณ์ μ

ในสภาวะปกติสปินของนิวเคลียสเหล่านี้จะมีพลังงานเท่ากัน สำหรับโปรตอนมีค่า I เท่ากับ $\frac{1}{2}$ จะมี spin state ได้ $2I+1 = 2 \times \frac{1}{2} + 1 = 2$ ทิศทางคือชี้ขึ้นและชี้ลงซึ่งมีพลังงานเท่ากัน แต่เมื่อมีสนามแม่เหล็กภายนอกมากระทำจะส่งผลให้สปินของโปรตอนในแต่ละทิศมีพลังงานต่างกัน แบบแรกคือสปินในทิศต้านกับสนามแม่เหล็กภายนอก (ชี้ลง) จะมีระดับพลังงานสูงกว่าระดับพลังงานเดิม แบบที่สองคือสปินในทิศตามแกนสนามแม่เหล็กภายนอก (ชี้ขึ้น) จะมีระดับพลังงานต่ำกว่าระดับพลังงานเดิมดังรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.2 รูปแสดงการจัดเรียงตัวของสปินของโปรตอนเมื่ออยู่ในสนามแม่เหล็กภายนอก

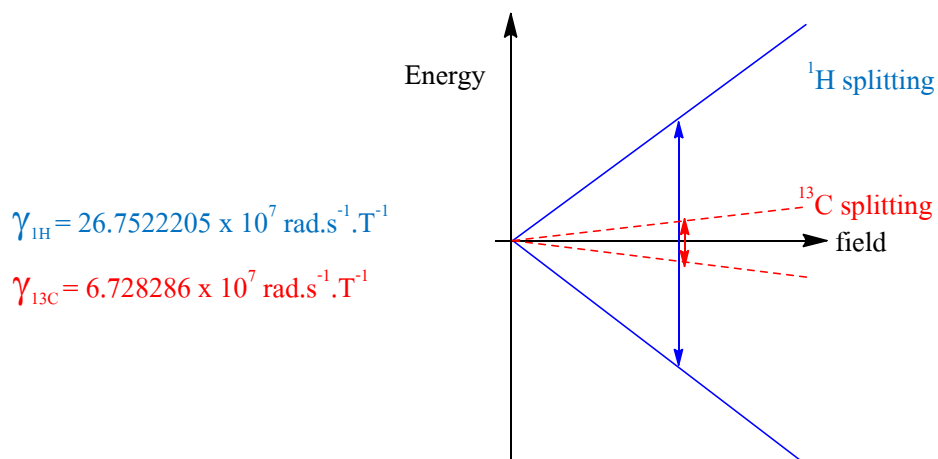
จากที่กล่าวมาแล้วข้างต้นว่าโปรตอนสามารถหมุนรอบตัวเองได้ การหมุนนี้จะทำให้โปรตอนสายเป็นวงกลมรอบแนวสนามแม่เหล็กภายนอก (B_0) ลักษณะเหมือนลูกข่าง ทำให้โปรตอนมีความถี่เชิงมุม (ω) ตามสมการของ Larmor โดยลักษณะการเคลื่อนที่แบบนี้เรียกว่า precession ดังรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.3 รูปแสดงการเคลื่อนที่ของโปรตอนในสนามแม่เหล็ก

สมการของ Larmor กล่าวไว้ว่า $\omega = \gamma B_0$

จากสมการข้างต้นพบว่าเมื่อความเข้มของสนามแม่เหล็ก B_0 มีค่าเพิ่มมากขึ้นจะทำให้ความถี่เชิงมุม (ω) มีค่าเพิ่มมากขึ้น และเนื่องจากสมการ $\omega = 2\pi\nu$ มีความสัมพันธ์กับสมการ $\Delta E = h\nu$ จึงส่งผลให้ผลต่างของระดับพลังงานทั้งสอง (ΔE) มีค่าสูงขึ้น ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับค่า Gyromagnetic ratio (γ) ของแต่ละนิวเคลียสด้วย ดังรูปที่ 4.4



รูปที่ 4.4 รูปแสดงผลต่างของระดับพลังงานของ ^1H และ ^{13}C

เมื่อระดับพลังงานของสถานะการเกิดสปินของนิวเคลียสต่างกันจำนวนนิวเคลียสในแต่ละสถานะจึงต่างกันด้วยโดยสถานะที่มีพลังงานต่ำกว่าจะมีจำนวนนิวเคลียสมากกว่า ซึ่งสามารถคำนวณจำนวนโปรตอนที่วางตัวในสนามแม่เหล็กทั้งสองทิศทางได้โดยใช้สมการของ Boltzmann ดังนี้

$$\frac{N_{\text{upper}}}{N_{\text{lower}}} = e^{-\Delta E/kT} = e^{-h\nu/kT}$$

เมื่อ N_{upper} คือ จำนวนโปรตอนที่วางตัวในทิศด้านสนามแม่เหล็กภายนอก

N_{lower} คือ จำนวนโปรตอนที่วางตัวในทิศตามสนามแม่เหล็กภายนอก

k คือ ค่าคงที่ของ Boltzmann (1.380×10^{-23} J/K)

T คือ อุณหภูมิ (K)

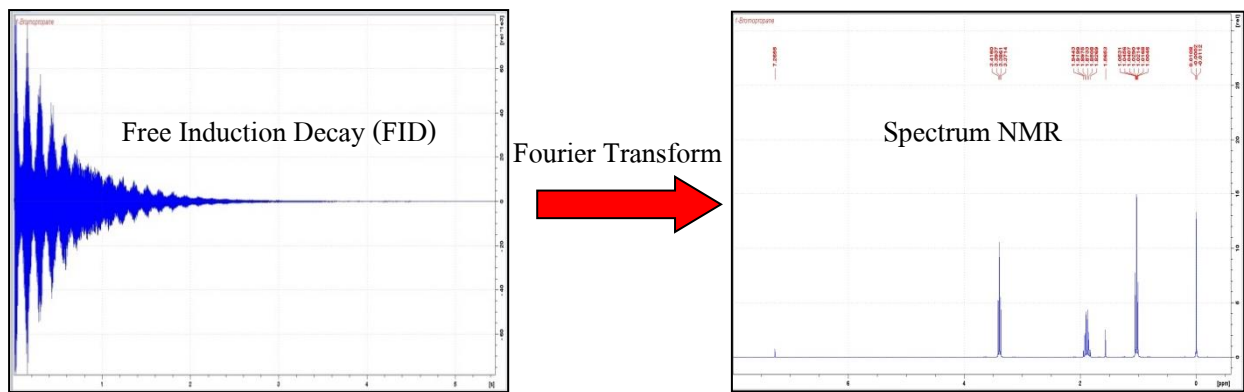
h คือ ค่าคงที่ของพลังค์ (6.624×10^{-34} J/sec)

ν คือ ความถี่ (Hz)

ถ้ามีโปรตอนประมาณสองล้านตัว วางตัวอยู่ในสนามแม่เหล็ก 300 MHz ที่อุณหภูมิ 298 K จากการคำนวณโดยใช้สมการของ Boltzmann พบว่ามีโปรตอนที่วางตัวในทิศตามสนามแม่เหล็ก 1,000,048 ตัวและวางตัวในทิศด้านสนามแม่เหล็ก 1,000,000 ตัว แสดงว่ามีโปรตอนที่วางตัวในทิศตามสนามแม่เหล็กมากกว่าทิศด้านสนามแม่เหล็กเพียง 48 ตัวเท่านั้น โปรตอนจำนวนนี้เรียกว่า excess nuclei โดยจำนวนโปรตอนเพียง 48 ตัวนี้เองที่ทำให้มีสัญญาณ NMR จึงทำให้เทคนิคนี้มี sensitivity น้อยกว่าเทคนิคอื่นๆ เช่น UV และ IR spectroscopy เป็นต้น

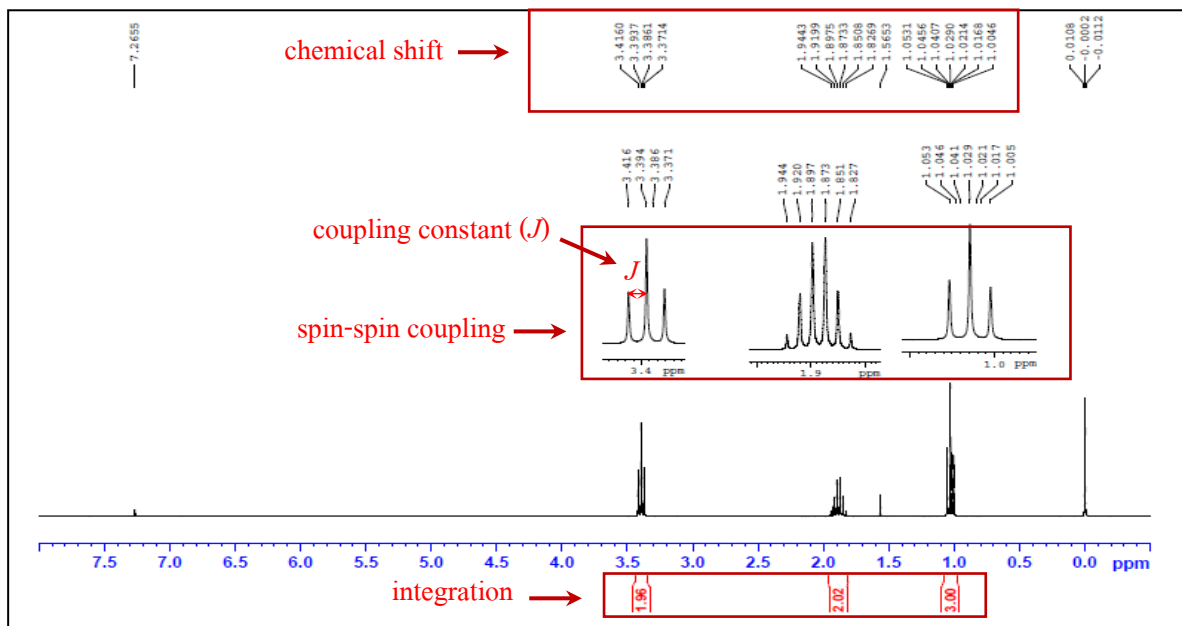
จากสมการของ Boltzmann พบว่าถ้าผลต่างของระดับพลังงานทั้งสอง (ΔE) มีค่าสูงขึ้น ค่า $\frac{N_{\text{upper}}}{N_{\text{lower}}}$ ก็จะมีค่าสูงขึ้นด้วย กล่าวคือ excess nuclei มีปริมาณมากขึ้น ทำให้สัญญาณ NMR ที่ได้มีความเข้มสูงขึ้นด้วย

เมื่อโปรตอนที่วางตัวในทิศตามสนามแม่เหล็กซึ่งมีระดับพลังงานต่ำได้รับพลังงานในช่วงความถี่คลื่นวิทยุที่เหมาะสม โปรตอนจะดูดกลืนพลังงานแล้วเปลี่ยนไปวางตัวในทิศด้านสนามแม่เหล็กซึ่งมีระดับพลังงานสูง การเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นนี้เรียกว่าการเกิดเรโซแนนซ์ (resonance) และเนื่องจาก ΔE มีค่าน้อยดังนั้นในขณะที่เกิดเรโซแนนซ์ โปรตอนตัวอื่นที่วางตัวในทิศด้านสนามแม่เหล็กสามารถคายพลังงานและตกกลับมาวางตัวในทิศตามสนามแม่เหล็กได้ เรียกขบวนการนี้ว่า relaxation เวลาที่ใช้ในการเกิด relaxation จะขึ้นอยู่กับชนิดของนิวเคลียสและสิ่งแวดล้อมของนิวเคลียสนั้นๆ โดยพลังงานที่โปรตอนคายออกมาเพื่อกลับมาวางตัวในทิศตามสนามแม่เหล็กนี้คือสัญญาณ NMR ซึ่งจะถูเก็บในรูปของสัญญาณ Free Induction Decay (FID) เป็นค่าของสัญญาณกับเวลา และสามารถเปลี่ยนจากเวลาเป็นค่า chemical shift (δ , ppm) ได้โดยใช้สมการทางคณิตศาสตร์ Fourier Transform ซึ่งจะได้สเปกตรัม NMR ดังรูปที่ 4.5



รูปที่ 4.5 รูปแสดงการเปลี่ยนสัญญาณ Free Induction Decay (FID) เป็นสเปกตรัม NMR

ข้อมูลที่ใช้ในการแปลผลสเปกตรัม NMR ประกอบไปด้วยค่า chemical shift ใช้ในการบอกตำแหน่งของสัญญาณ integration บอกถึงพื้นที่ใต้สัญญาณ spin-spin coupling อธิบายถึงรูปแบบของสัญญาณที่แตกต่างกัน และ coupling constant บอกถึงระยะห่างระหว่างสัญญาณดังรูปที่ 4.6



รูปที่ 4.6 รูปแสดงองค์ประกอบของข้อมูลที่ใช้ในการแปลผลสเปกตรัม NMR

1. Chemical shift

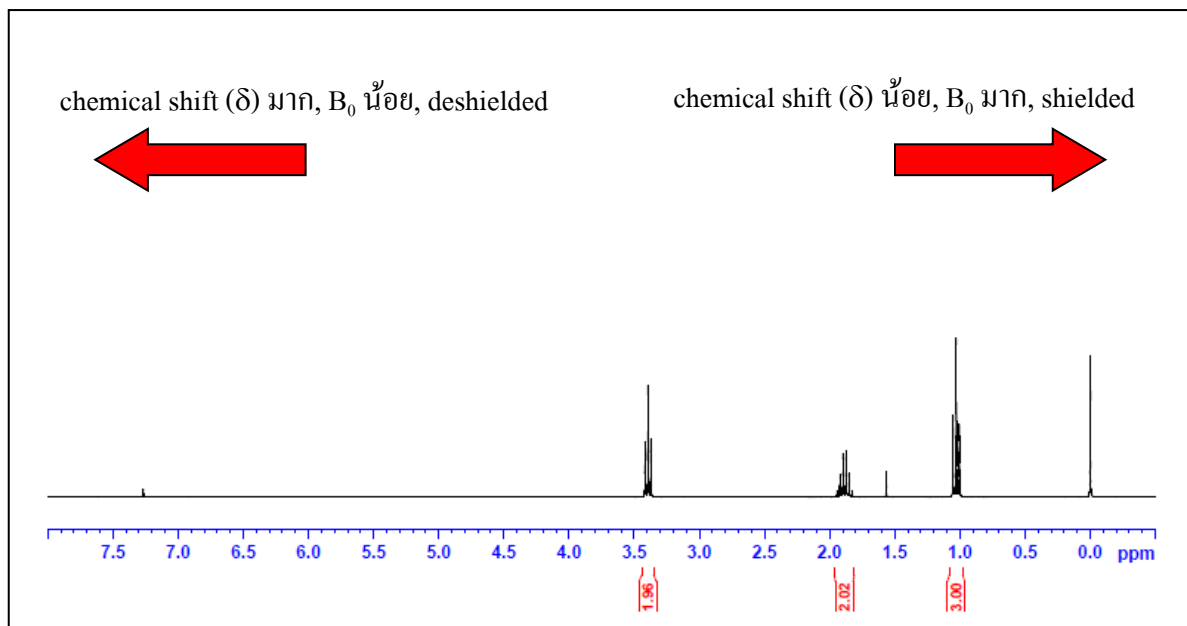
จากที่ได้กล่าวมาแล้วข้างต้นหากพิจารณาการเกิดเรโซแนนซ์ของโปรตอนโดยไม่ได้คำนึงถึงผลของอิเล็กตรอนรอบๆ นิวเคลียสพบว่าไฮโดรเจนทุกตัวจะเกิดเรโซแนนซ์ที่ความถี่เดียวกันทั้งหมดไม่ว่าไฮโดรเจนตัวนั้นจะมีสภาพแวดล้อมทางเคมีที่แตกต่างกันอย่างไร แต่ในความเป็นจริงแล้วมีอิเล็กตรอนที่อยู่รอบๆ โปรตอนทำให้เกิดสนามแม่เหล็กเล็กๆ ขึ้นอีกสนามหนึ่งโดยมีทิศทางตรงข้ามกับสนามแม่เหล็กภายนอก (B_0) ทำให้สนามแม่เหล็กภายนอกที่ส่งมายังโปรตอนถูกสนามแม่เหล็กที่เกิดจากอิเล็กตรอนบดบัง เพื่อให้เกิดเรโซแนนซ์ที่ความถี่คลื่นวิทยุค่าเดิมจึงต้องเพิ่มความเข้มสนามแม่เหล็กภายนอกเพื่อชดเชยส่วนที่ถูกบดบังไป ถ้าความหนาแน่นของอิเล็กตรอนรอบๆ โปรตอนมีมาก สนามแม่เหล็กภายนอกก็จะถูกบดบังมาก ส่งผลให้ต้องเพิ่มสนามแม่เหล็กภายนอกมากขึ้นเพื่อให้เกิดเรโซแนนซ์

ถ้าโปรตอนมีสภาพแวดล้อมทางเคมีที่ต่างกันจะทำให้มีความหนาแน่นของอิเล็กตรอนต่างกัน ส่งผลให้โปรตอนเหล่านั้นเกิดเรโซแนนซ์ที่ความเข้มสนามแม่เหล็กต่างกัน การรายงานตำแหน่งที่เกิดเรโซแนนซ์นิยมรายงานเป็นค่า chemical shift (δ) โดยวัดความถี่ของสัญญาณเรโซแนนซ์ที่เกิดขึ้นเปรียบเทียบกับสารอ้างอิง tetramethylsilane (TMS) ในหน่วย Hz สาเหตุที่เลือกใช้ TMS เนื่องจากโปรตอนทั้ง 12 ตัวของ TMS มีสภาพแวดล้อมทางเคมีที่เหมือนกันจึงให้สัญญาณที่ตำแหน่งเดียวที่ 0 Hz โดยสัญญาณที่เกิดขึ้นจะเกิดบริเวณที่มีความเข้มสนามแม่เหล็กสูงกว่าโปรตอนอื่นๆ ในสารประกอบอินทรีย์ นอกจากนี้ TMS ยังเป็นสารที่ไม่เกิดปฏิกิริยากับสารตัวอย่าง และมีจุดเดือดต่ำสามารถกำจัดออกจากสารตัวอย่างได้ง่าย

ตัวอย่าง การหาค่า chemical shift (δ) ของ CH_3Br วิเคราะห์โดยใช้เครื่อง NMR 60 MHz และ 100 MHz เครื่อง 60 MHz เกิดเรโซแนนซ์ที่ 162 Hz ในขณะที่เครื่อง 100 MHz เกิดเรโซแนนซ์ที่ 270 Hz ซึ่งสามารถหาค่า δ ได้ดังนี้

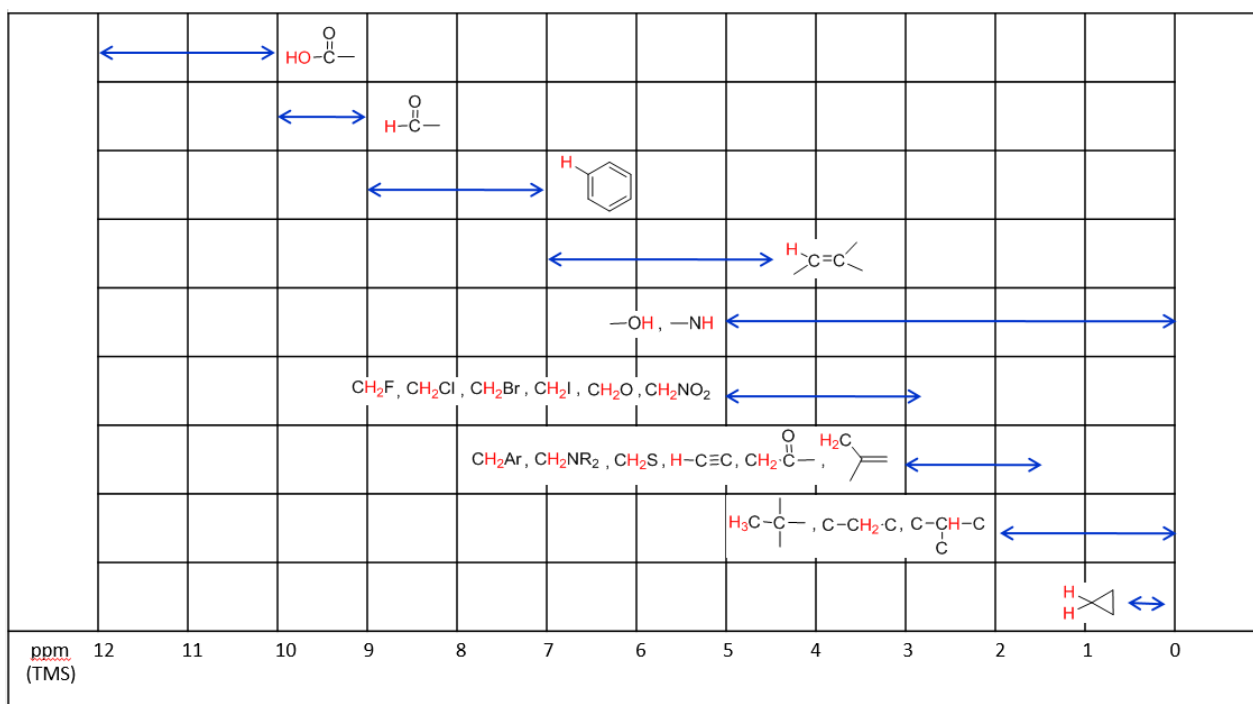
$$\delta = \frac{V_{\text{sample}} - V_{\text{TMS}}}{V_{\text{nmr}}}$$
$$\delta = \frac{162\text{Hz} - 0\text{Hz}}{60 \times 10^6\text{Hz}} = \frac{270\text{Hz} - 0\text{Hz}}{100 \times 10^6\text{Hz}} = 2.70 \text{ part per million (ppm)}$$

ค่า δ นิยมรายงานเป็นหน่วย ppm และจากการคำนวณแสดงให้เห็นว่าค่า chemical shift (δ) ไม่ขึ้นกับความถี่ของเครื่อง NMR สเปกโตรมิเตอร์



รูปที่ 4.7 รูปแสดงผลของความเข้มของสนามแม่เหล็กต่อค่า δ และค่า ν

จากสเปกตรัม NMR รูปที่ 4.7 หากพิจารณาความสัมพันธ์ระหว่างค่า δ , ν รวมไปถึงการเพิ่มและการลดความเข้มของสนามแม่เหล็ก พบว่าถ้าค่า δ และ ν ยิ่งน้อยลง ความเข้มสนามแม่เหล็กยิ่งสูงขึ้น สัญญาณจะเกิดขึ้นบริเวณขามือของสเปกตรัมซึ่งเป็นสัญญาณของนิวเคลียสที่ถูกอิเล็กตรอนรอบๆ บดบังสนามแม่เหล็กภายนอกไว้มาก (shielded มาก) แต่ถ้าค่า δ และ ν ยิ่งมากขึ้น ความเข้มสนามแม่เหล็กยิ่งน้อยลง สัญญาณจะเกิดขึ้นบริเวณซ้ายมือของสเปกตรัมซึ่งเป็นสัญญาณของนิวเคลียสที่ถูกอิเล็กตรอนรอบๆ บดบังสนามแม่เหล็กภายนอกไว้น้อย (shielded น้อยหรือ deshielded มาก) ทั้งนี้ปัจจัยที่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงค่า chemical shift คือ ความสามารถในการดึงอิเล็กตรอนของอะตอมแต่ละชนิด (electronegativity) ปรากฏการณ์แอนไอโซโทรปี (anisotropy) และผลของมิโซเมอริก (mesomeric effect) เป็นต้น ดังนั้นค่า chemical shift ที่แตกต่างกันสามารถทำนายชนิดของโปรตอนที่มีในสารประกอบอินทรีย์ได้ดังรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.8 รูปแสดงค่า chemical shifts ของโปรตอนที่พบในสารประกอบอินทรีย์ทั่วไป

2. Integration

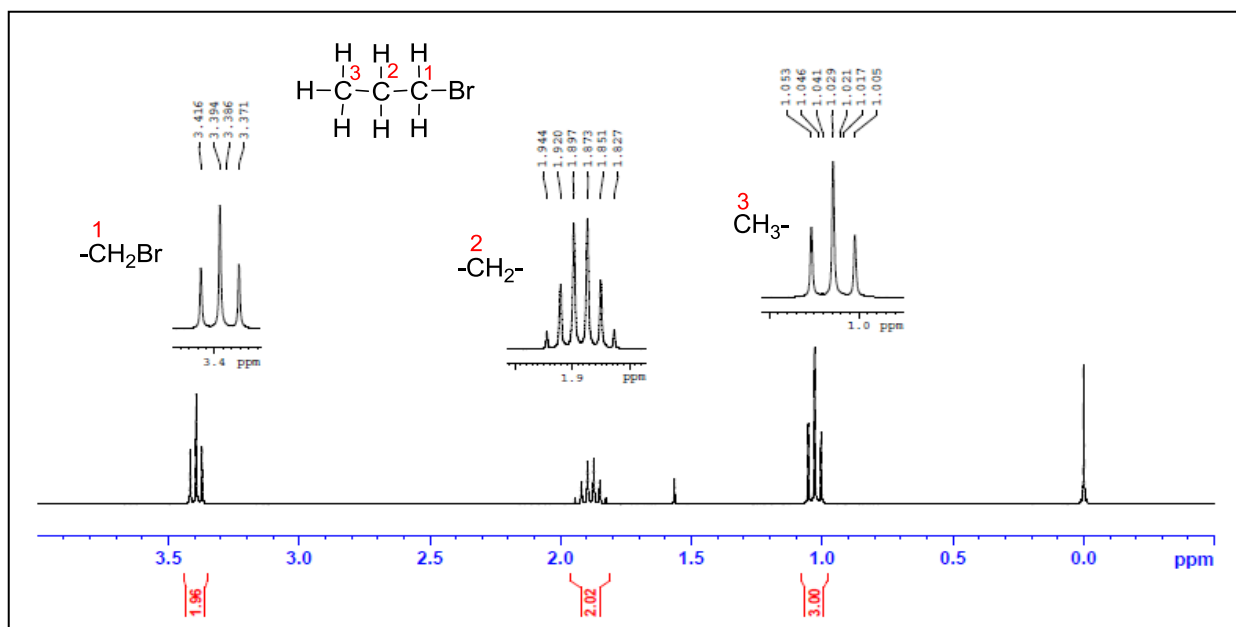
Integration หรือ พื้นที่ใต้พีคของสัญญาณ NMR จะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับจำนวนโปรตอนที่ทำให้สัญญาณนั้น เนื่องจากสัญญาณ NMR เกิดขึ้นจากการที่โปรตอนดูดกลืนพลังงานเพื่อเปลี่ยนทิศทางการวางตัวในสนามแม่เหล็ก ดังนั้นหากมีโปรตอน que เปลี่ยนทิศทางการวางตัวในสนามแม่เหล็กมากขึ้นเท่าไรก็จะใช้พลังงานมากขึ้น ทำให้สัญญาณที่เกิดขึ้นมีความเข้มเปลี่ยนแปลงตามไปด้วย

ภายในสเปกโตรมิเตอร์มีอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ที่ทำหน้าที่วัดพื้นที่ใต้พีคของสัญญาณ NMR ที่เกิดขึ้นหรือ อินทิเกรต โดยแสดงผลออกมาเป็นตัวเลข (integration) ตัวเลขที่เกิดจากการอินทิเกรตจะมีความสัมพันธ์โดยตรงกับจำนวนโปรตอนที่ทำให้สัญญาณ ยิ่งตัวเลขที่ได้จากการอินทิเกรตมีค่ามากสัญญาณมีความเข้มสูงแสดงว่ามีจำนวนโปรตอนมาก ดังนั้นเราสามารถนำตัวเลขที่ได้จากการอินทิเกรตของแต่ละสัญญาณมาเปรียบเทียบกับอัตราส่วนกัน โดยถ้าทราบจำนวนโปรตอนทั้งหมดในโครงสร้างจากสูตรโมเลกุลก็สามารถหาจำนวนโปรตอนของแต่ละสัญญาณได้ ดังตัวอย่างในรูปที่ 4.7 จะเห็นว่าอัตราส่วนของจำนวนโปรตอนเป็น 2:2:3

3. Spin-spin coupling และ Coupling constant

การเกิดเรโซแนนซ์ของโปรตอนนอกจากจะได้รับอิทธิพลจากอิเล็กตรอนรอบๆ นิวเคลียสแล้วยังได้รับอิทธิพลจากนิวเคลียสที่อยู่ข้างเคียงอีกด้วย สนามแม่เหล็กจากสปินของนิวเคลียสที่อยู่ข้างเคียงจะเกิดการ coupling กับสปินของนิวเคลียสที่ทำการศึกษา ทำให้สัญญาณที่เกิดขึ้นเกิดการแยกออก (split) เป็นหลายเส้น โดยมีรูปแบบที่แตกต่างกันทั้งนี้ขึ้นอยู่กับสภาพแวดล้อมทางเคมีของโปรตอนที่สนใจศึกษาและจำนวนโปรตอนที่เกิดการ coupling กัน การ coupling จะเกิดขึ้นในสารที่มีนิวเคลียสที่สามารถเกิดปรากฏการณ์ NMR ได้โดยนิวเคลียสที่เกิดการ coupling กันมักจะอยู่ห่างกันไม่เกิน 3 พันระ จำนวนพีคที่เกิดจากการ coupling สามารถคาดคะเนได้จากกฎ $2nI+1$ เมื่อ n คือจำนวนโปรตอนข้างเคียง และ I คือ spin quantum number ในกรณีของโปรตอนมีค่า I เท่ากับ $\frac{1}{2}$ สามารถคาดคะเนโดยใช้กฎ $n+1$

ตัวอย่างเช่น 1-Bromopropane ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Br}$) หมู่เมทิล (CH_3) ได้รับอิทธิพลจากการจัดตัวของสปินของโปรตอนในหมู่เมทิลีน (CH_2) บน C-2 หากคำนวณโปรตอนบน C-3 โดยใช้กฎ $n+1 = 2 + 1 = 3$ พบว่าสัญญาณที่ปรากฏจะ split ออกเป็น 3 พีค (triplet) ในทำนองเดียวกันโปรตอนของหมู่เมทิลีน (CH_2) บน C-2 ได้รับอิทธิพลจากการจัดตัวของสปินของโปรตอนในหมู่เมทิลบน C-3 และโปรตอนของหมู่เมทิลีน (CH_2) บน C-1 โดยที่ $5 + 1 = 6$ ดังนั้นสัญญาณที่ปรากฏจะ split ออกเป็น 6 พีค (sextet) สำหรับหมู่เมทิลีน (CH_2) บน C-1 ได้รับอิทธิพลจากการจัดตัวของสปินของโปรตอนในหมู่เมทิลีน (CH_2) บน C-2 โดยที่ $2 + 1 = 3$ ดังนั้นสัญญาณที่ปรากฏจะ split ออกเป็น 3 พีค (triplet) ดังรูปที่ 4.9



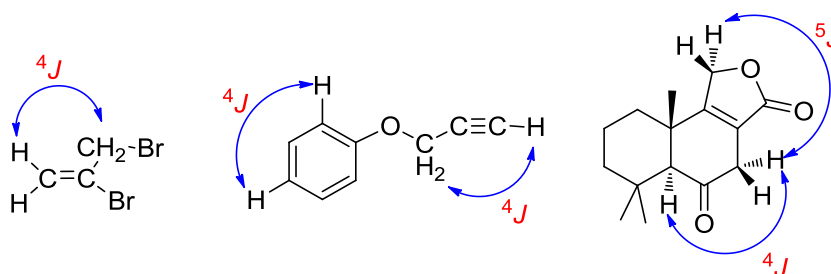
รูปที่ 4.9 รูปแสดงสเปกตรัมของ 1-Bromopropane

โดยสัดส่วนความเข้มของพีคที่ split เกิดจาก spin possibility ซึ่งสามารถอธิบายโดยใช้ Pascal's triangle

จำนวนโปรตอนข้างเคียง (n)	ลักษณะของพีค	อัตราส่วนพื้นที่
0	singlet	1
1	doublet	1 1
2	triplet	1 2 1
3	quartet	1 3 3 1
4	quintet	1 4 6 4 1
5	sextet	1 5 10 10 5 1
6	septet	1 6 15 20 15 6 1

จากที่กล่าวมาแล้วข้างต้นเมื่อโปรตอนต่างชนิดกันเกิดการ coupling กันจะทำให้เกิดการแยกของสัญญาณออกเป็นหลายเส้น โดยขนาดของการ coupling เรียกว่า coupling constant (J) มีหน่วยเป็น Hz การที่จะทราบได้ว่าโปรตอนที่ทำการศึกษาเกิดการ coupling กับโปรตอนตัวใดให้ดูที่ค่า J ซึ่งโปรตอนที่เกิดการ coupling กันจะมีค่า J เท่ากัน และค่า J นี้จะไม่เปลี่ยนแปลงตามความถี่ของเครื่อง NMR ที่ใช้ในการวิเคราะห์ ดังนั้นค่า J ของสารตัวอย่างชนิดเดียวกันจะมีค่าเท่าเดิมไม่ว่าจะวัดด้วยเครื่องความถี่ใดก็ตาม

เจมินัลโปรตอน (geminal proton, H-C-H) คือโปรตอนที่อยู่บนคาร์บอนเดียวกัน ซึ่งโปรตอนทั้งสองตัวนี้อยู่ห่างกัน 2 พันธะ เรียกค่า coupling constant นี้ว่า ^2J และสำหรับ vicinal โปรตอน (vicinal proton, H-C-C-H) คือโปรตอนที่อยู่บนคาร์บอนที่ติดกัน ซึ่งโปรตอนทั้งสองตัวนี้อยู่ห่างกัน 3 พันธะ เรียกค่า coupling constant นี้ว่า ^3J โดยปัจจัยที่มีผลต่อค่า coupling constant (J) คือ ความสามารถในการดึงอิเล็กตรอนของหมู่แทนที่แต่ละชนิด (electronegativity) มุมพันธะ (bond angle) นอกจากนี้สำหรับ vicinal โปรตอน (^3J) ยังได้รับอิทธิพลจากมุมไดฮีดรัล (dihedral angle) และความยาวพันธะ (bond length) อีกด้วย สำหรับโปรตอนที่อยู่ห่างกันเกินกว่า 3 พันธะ สามารถเกิด long range coupling (^4J - ^nJ) ได้ในกรณีที่อยู่ในระบบคอนจูเกตหรือเป็นวงอโรมาติก ดังตัวอย่างในรูปที่ 4.10



รูปที่ 4.10 รูปแสดงโครงสร้างของสารที่เกิด long range coupling (^4J - ^nJ)

ขั้นตอนที่ 2 เลือกเทคนิคที่ต้องการวิเคราะห์

ก่อนที่จะเลือกเทคนิคให้เหมาะสมเพื่อให้ได้ผลการวิเคราะห์ที่ต้องการนั้น ผู้ปฏิบัติงานหรือผู้ที่รับบริการควรทราบสมบัติของสารตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ จากนั้นทำความเข้าใจในผลการวิเคราะห์ที่ได้จากเทคนิคนั้นๆ ซึ่งแต่ละเทคนิคจะให้ผลการวิเคราะห์ที่แตกต่างกันดังนี้

- ^1H NMR แสดงสัญญาณของโปรตอน
- ^{19}F NMR แสดงสัญญาณของฟลูออรีน
- ^{13}C NMR แสดงสัญญาณของคาร์บอนทุกตัวที่มีในโครงสร้าง ประกอบด้วยสัญญาณของ CH_3 , CH_2 , CH และ quaternary carbon
- DEPT 90 แสดงสัญญาณคาร์บอนของ CH เท่านั้น
- DEPT 135 แสดงสัญญาณคาร์บอนของ CH_3 , CH_2 และ CH โดยสัญญาณของ CH_3 และ CH จะชี้ขึ้น (positive) แต่สัญญาณของ CH_2 จะชี้ลง (negative)
- COSY แสดงความสัมพันธ์ระหว่างโปรตอนกับโปรตอน (^1H - ^1H correlations, ^2J - ^3J) ที่สร้างพันธะอยู่กับคาร์บอนข้างเคียงโดยโปรตอนที่เกิด correlation กันจะอยู่ห่างกัน 2 ถึง 3 พันธะ
- HMQC หรือ HSQC แสดงความสัมพันธ์ระหว่างโปรตอนกับคาร์บอน (^1H - ^{13}C correlations, ^1J) ที่สร้างพันธะกับโปรตอนตัวนั้น
- HMBC แสดงความสัมพันธ์ระหว่างโปรตอนกับคาร์บอน (^1H - ^{13}C correlations, ^2J - ^3J) ข้างเคียงที่อยู่ห่างกัน 2 ถึง 3 พันธะ
- 2D NOESY แสดงความสัมพันธ์ระหว่างโปรตอนกับโปรตอน (^1H - ^1H space correlations) ผ่านช่องว่าง (space)
- 1D NOESY แสดงความสัมพันธ์ระหว่างโปรตอนกับโปรตอน (^1H - ^1H space correlations) ผ่านช่องว่าง (space) โดยเฉพาะจงศึกษาเฉพาะโปรตอนที่สนใจเท่านั้น
(selective NOE)

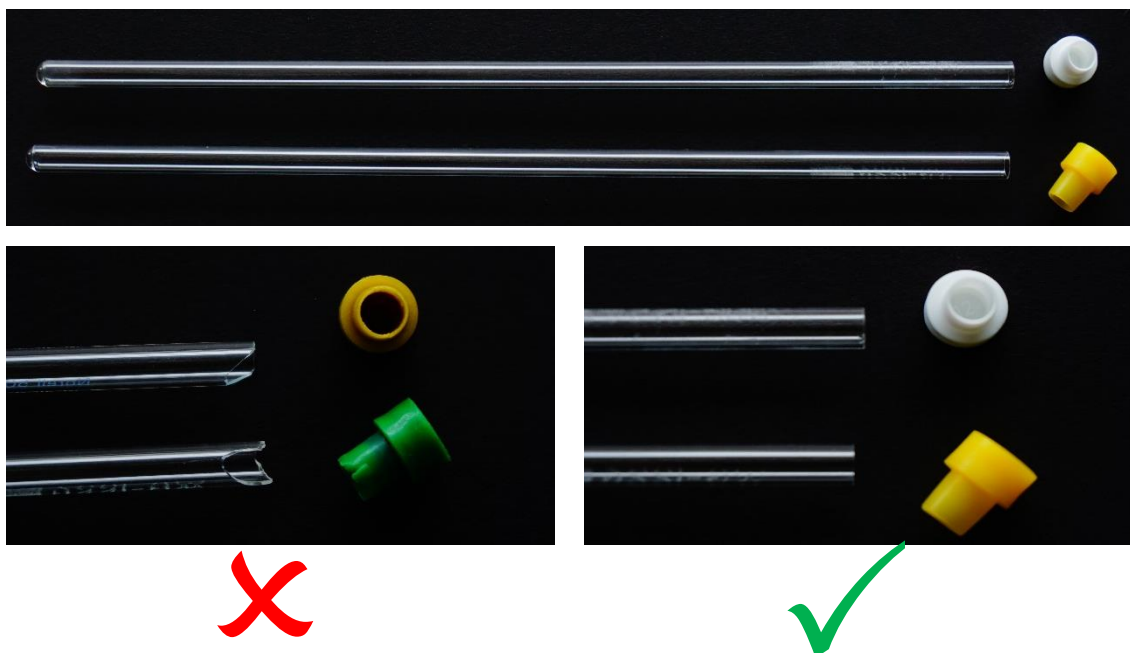
ขั้นตอนที่ 3 เตรียมสารละลายตัวอย่าง

สำหรับการวิเคราะห์หาโครงสร้างของสารตัวอย่างด้วยเครื่อง NMR การเตรียมตัวอย่างที่ถูกต้องเหมาะสมมีความสำคัญเป็นอย่างมากเพราะนอกจากจะได้ผลการวิเคราะห์ที่มีคุณภาพแล้วยังช่วยประหยัดเวลาประหยัดค่าใช้จ่ายและทรัพยากรที่ใช้ในการวิเคราะห์อีกด้วย ดังนั้นนักศึกษา ผู้ที่ต้องการรับบริการการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR และผู้ปฏิบัติงานควรทำความเข้าใจในเรื่อง ดังนี้

1. การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

1.1 หลอด NMR

หลอด NMR และฝาปิดที่นำมาใช้ในการวิเคราะห์ควรอยู่ในสภาพที่สมบูรณ์ ตัวหลอดมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 mm มีความยาวไม่น้อยกว่า 15 cm ไม่มีรอยร้าวรวมถึงปากหลอดต้องไม่มีรอยแตก เพราะจะทำให้เกิดความเสี่ยงต่อการแตกของ sample ภายใน probe สำหรับฝาปิดต้องสะอาดและไม่มีรอยฉีกขาดดังรูปที่ 4.11



รูปที่ 4.11 รูปแสดงลักษณะของหลอด NMR

1.2 สารตัวอย่าง

สารตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์หาโครงสร้างด้วยเครื่อง NMR สามารถแยกได้เป็น 2 กลุ่ม

1. สารสกัดหยาบ (crude) เพื่อสกรีนดู proton pattern ที่สนใจ (^1H NMR)
2. สารบริสุทธิ์ที่ต้องการวิเคราะห์หาโครงสร้าง (^1H , ^{13}C และ 2D NMR)

ทั้งนี้ปริมาณของสารตัวอย่างที่เพียงพอจะนำไปสู่ผลการวิเคราะห์ที่ชัดเจน ครบถ้วน และช่วยประหยัดเวลาในการวิเคราะห์ ปริมาณของสารตัวอย่างที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ในแต่ละเทคนิคเป็นดังนี้

- การวิเคราะห์ ^1H NMR ควรมีปริมาณสารตัวอย่าง 5-10 mg
- การวิเคราะห์ ^{13}C NMR และ 2D NMR ควรมีปริมาณสารตัวอย่าง 20-50 mg

หมายเหตุ หากสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ ^{13}C NMR และ 2D NMR มีน้ำหนักโมเลกุลสูงมาก ควรเพิ่มปริมาณสารตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์เพื่อผลการวิเคราะห์ที่ชัดเจนมากขึ้น

***สารตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์ต้องแห้ง ปราศจากตัวทำละลายหลงเหลืออยู่ในสารตัวอย่าง เพราะสัญญาณของตัวทำละลายอาจบดบังสัญญาณของสารตัวอย่างที่ต้องการเห็นได้

1.3 ตัวทำละลาย

ตัวทำละลายที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR เรียกว่า deuterated solvent เป็นตัวทำละลายที่อะตอมของไฮโดรเจนถูกแทนที่ด้วยอะตอมของดิวเทอเรียม (มีความจำเป็นสำหรับเครื่อง NMR เนื่องจากเครื่อง NMR จะ lock และ shim สัญญาณของสนามแม่เหล็กโดยใช้ดิวเทอเรียมในตัวทำละลาย) ตัวทำละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์ NMR มีด้วยกันหลายชนิดยกตัวอย่างเช่น CDCl_3 , D_2O , CD_3COCD_3 , $\text{DMSO}-d_6$, $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$, CD_3OD เป็นต้น ดังรูปที่ 4.12



รูปที่ 4.12 รูปแสดงตัวทำละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์ NMR

โดยสัญญาณของตัวทำละลายเหล่านี้จะปรากฏในสเปกตรัมดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 แสดงสัญญาณของ deuterated solvent ที่ปรากฏในสเปกตรัม

ตัวทำละลาย	^1H (Multiplicity) (ppm)	^{13}C (Multiplicity) (ppm)
CDCl_3	7.26 (s)	77.23 (t)
D_2O	4.81 (s)	-
CD_3COCD_3	2.05 (quint)	206.68 (s) 29.92 (sept)
$\text{DMSO}-d_6$	2.50 (quint)	39.51 (sept)
$\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$	8.74 (s) 7.58 (s) 7.22 (s)	150.35 (t) 135.91 (t) 123.87 (t)
CD_3OD	4.87 (s) 3.31 (quint)	49.15 (sept)

ซึ่ง CDCl_3 เป็นตัวทำละลายที่นิยมใช้กันมากที่สุด โดยใน CDCl_3 มีการเติม tetramethylsilane (TMS) เพื่อใช้เป็นสารมาตรฐานอ้างอิง (internal standard)

หลักในการเลือกตัวทำละลาย ตัวทำละลายที่เลือกใช้จะต้องมีความเป็นขั้วเท่ากับหรือใกล้เคียงกับตัวทำละลายที่ใช้ในการสกัดสารตัวอย่างหรือเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase) ที่ใช้ในการชะสารตัวอย่างออกจากคอลัมน์ เช่น หากใช้ CH_2Cl_2 ในการสกัดสารตัวอย่าง ควรเลือกใช้ CDCl_3 ในการละลายสารตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์ NMR

*** ควรหลีกเลี่ยงการใช้ตัวทำละลายผสมเนื่องจากจะทำให้เครื่อง lock และ shim สัญญาณได้ยาก

ควรทดสอบการละลายของสารตัวอย่างก่อน เพราะตัวทำละลาย deuterated solvent มีราคาสูง

1.4 การละลายตัวอย่าง

ซึ่งสารตัวอย่างใส่ลงในขวดใส่สารขนาดเล็ก (vial) นำมาละลายด้วยตัวทำละลาย (deuterated solvent) ประมาณ 0.50-0.60 mL จากนั้นใช้หลอดหยด (dropper) คูดสารละลายตัวอย่างใส่หลอด NMR โดยที่ระดับของตัวทำละลายในหลอดสูงประมาณ 3.5-4.0 cm ปิดฝาแล้วพันปากหลอดด้วยพาราฟินเพื่อป้องกันการระเหยของสารตัวอย่าง พร้อมติดฉลากที่ระบุชื่อของสารตัวอย่าง ตัวทำละลายที่ใช้ น้ำหนักของสารตัวอย่างและเทคนิคที่ต้องการวิเคราะห์ (ถ้าสารตัวอย่างมีปริมาณน้อยมากไม่สามารถตักใส่ขวด vial ได้ ให้ใส่ตัวทำละลายลงในขวดสารตัวอย่าง จากนั้นใช้หลอดหยด (dropper) คูดสารละลายตัวอย่างใส่หลอด NMR) ดังรูปที่ 4.13



รูปที่ 4.13 รูปแสดงระดับของตัวทำละลายที่เหมาะสมในหลอด NMR

*** สารละลายตัวอย่างที่ดี ควรเป็นสารละลายใส หากสารละลายที่ได้มีลักษณะขุ่น ตกตะกอนหรือยังมีสารตัวอย่างที่ยังละลายได้ไม่หมดจะต้องทำการกรองสารละลายก่อนนำไปใส่ในหลอด NMR ซึ่งสามารถทำได้โดยการกรองผ่านสำลีขนาดเล็กที่ใส่อยู่ในหลอดหยด (dropper) ดังรูปที่ 4.14



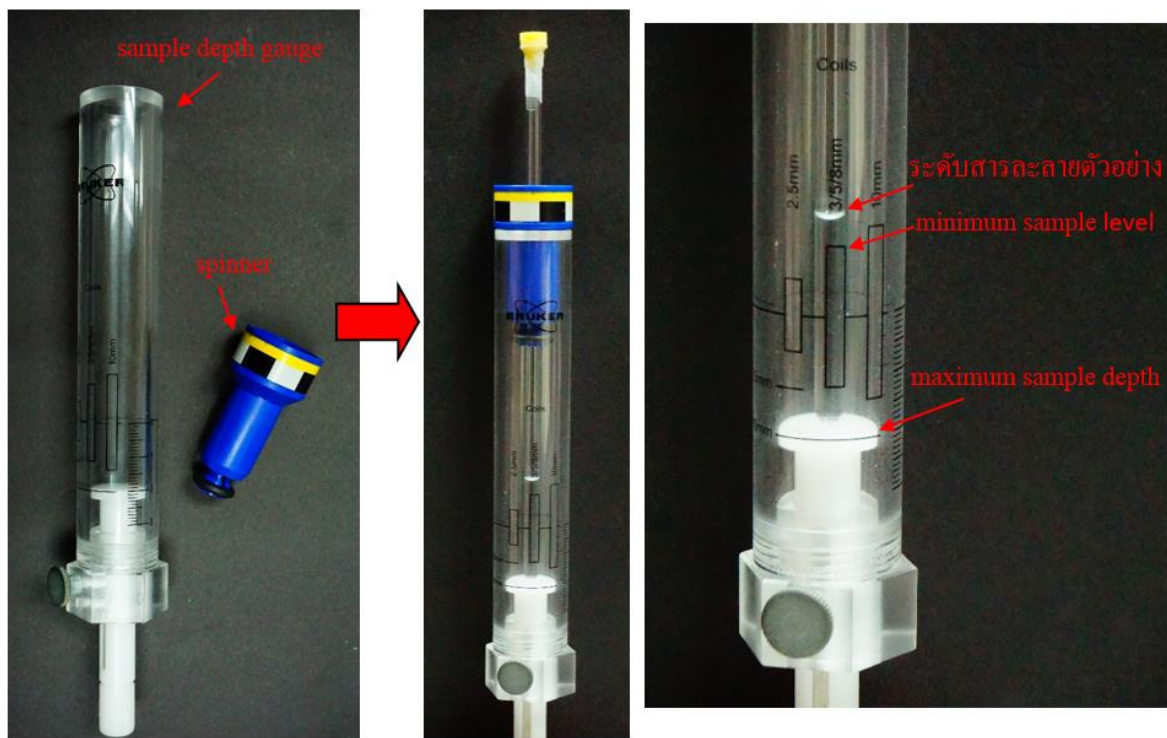
รูปที่ 4.14 รูปแสดงการกรองสารละลายที่ขุ่นหรือมีตะกอนผ่านสำลีลงในหลอด NMR

2. การใส่หลอด NMR ลงใน spinner

เมื่อเตรียมสารละลายตัวอย่างใส่หลอด NMR เรียบร้อยแล้ว ขั้นตอนต่อไปจะต้องนำหลอดตัวอย่าง ใส่ลงใน spinner โดยหลอดตัวอย่างควรแน่นพอดีกับ spinner จากนั้นทำการวัดระดับความลึกของหลอดตัวอย่างให้อยู่ในตำแหน่งที่เหมาะสม โดยใช้เครื่องวัดความลึกของตัวอย่าง (sample depth gauge) ให้อยู่ในระดับเดียวกับ maximum sample depth ที่กำหนดไว้และระดับของสารละลายตัวอย่างต้องไม่ต่ำกว่า minimum sample level จากนั้นเช็ดทำความสะอาดหลอดตัวอย่างด้วยกระดาษทิชชูก่อนใส่เข้าไปในแม่เหล็กดังรูปที่ 4.15

หมายเหตุ *ระดับความลึกของหลอดตัวอย่างอยู่ในตำแหน่งที่เหมาะสม คือความลึกที่พอดีกับตำแหน่งของ shim coil จะทำให้การ shimming เกิดขึ้นได้ดี ส่งผลให้ได้ผลการวิเคราะห์ที่ดี

**** ห้ามปรับเปลี่ยนส่วนใดๆ ของ sample depth gauge เป็นอันขาด**



รูปที่ 4.15 รูปแสดงการวัดระดับความลึกของหลอดตัวอย่างโดยใช้เครื่องวัดความลึกของตัวอย่าง

ขั้นตอนที่ 4 เริ่มใช้โปรแกรมทำการวิเคราะห์สารตัวอย่าง

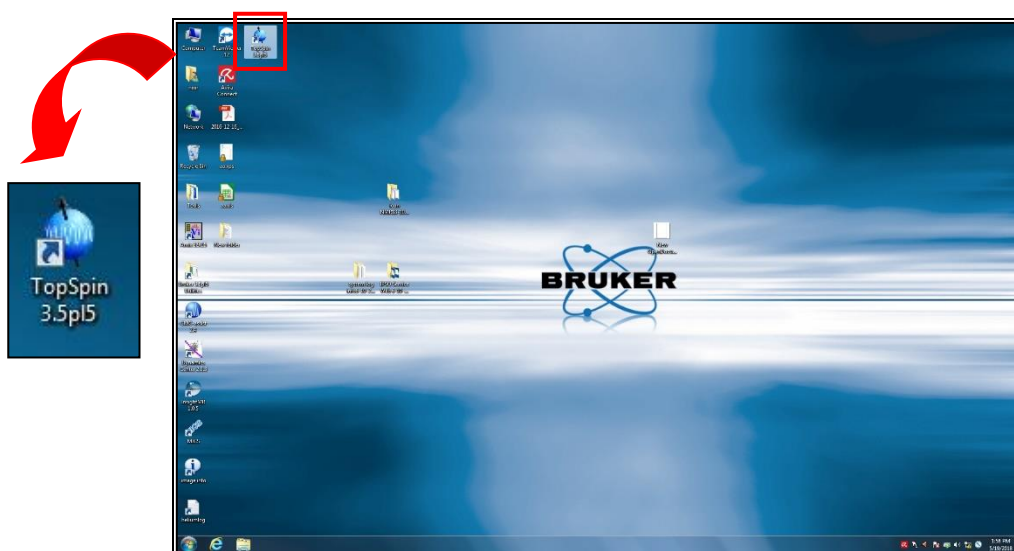
การใช้โปรแกรมทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างสามารถแบ่งได้ เป็น 2 วิธี ดังนี้

1. วิธีการใช้โปรแกรมอัตโนมัติ (Automation) วิธีนี้เหมาะสำหรับการวิเคราะห์ที่ต้องทำซ้ำๆ หรือเทคนิคพื้นฐานที่ทำการวิเคราะห์เป็นประจำ เนื่องจากเป็นวิธีที่ใช้งานง่าย สะดวก และไม่ซับซ้อน
2. วิธีการใช้โปรแกรมกำหนดเอง (Manual) วิธีนี้สามารถใช้ในการวิเคราะห์ได้ทุกเทคนิค โดยเฉพาะอย่างยิ่งเทคนิคหรือการวิเคราะห์ขั้นสูงที่มีความซับซ้อนมากขึ้น

คู่มือเล่มนี้ได้แสดงการวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธี ในเทคนิคขั้นพื้นฐานที่ทำการวิเคราะห์เป็นประจำ ได้แก่ ^1H , ^{13}C DEPT135, COSY, HMQC และ HMBC ดังนี้

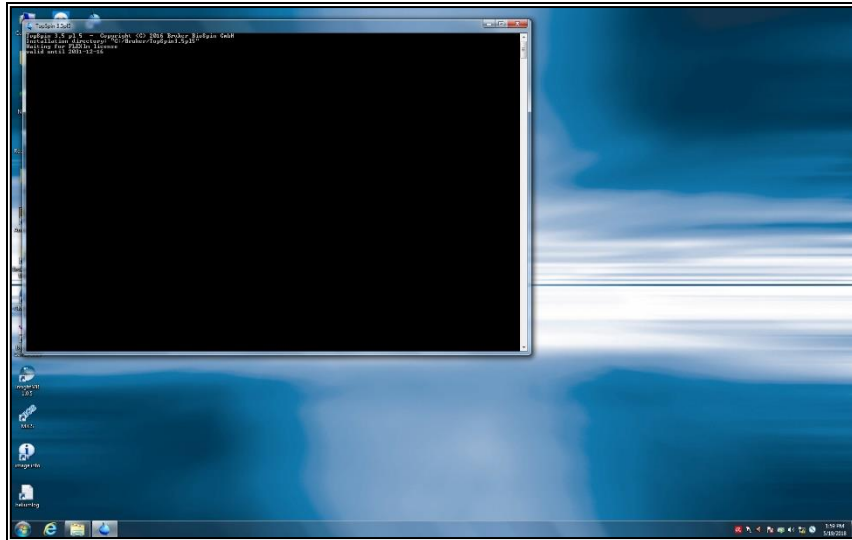
1. วิธีการใช้โปรแกรม Automation สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่างของเครื่อง Bruker 300 MHz รุ่น AVANCE III HD

1.1 การวิเคราะห์ ^1H NMR



รูปที่ 4.16 แสดงหน้าจอ desktop

- Double click ที่ไอคอน TopSpin 3.5pl5 ดังรูปที่ 4.16 จะปรากฏหน้าจอ ดังรูปที่ 4.17 และ รูปที่ 4.18 ตามลำดับ

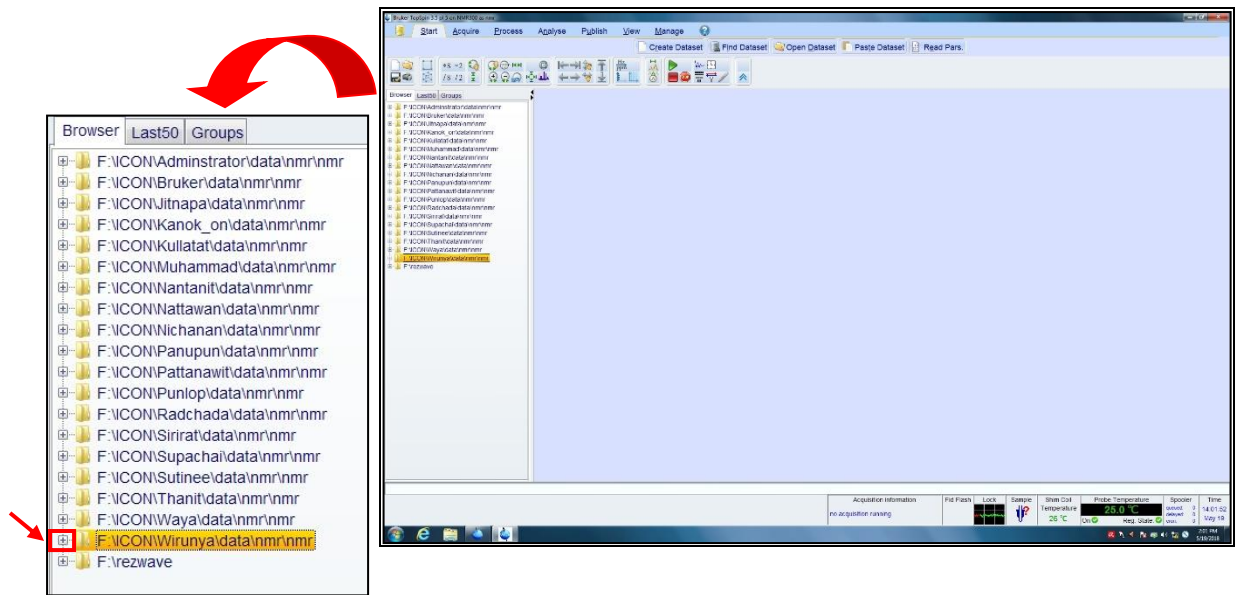


รูปที่ 4.17 แสดงหน้าจอ TopSpin 3.5p15



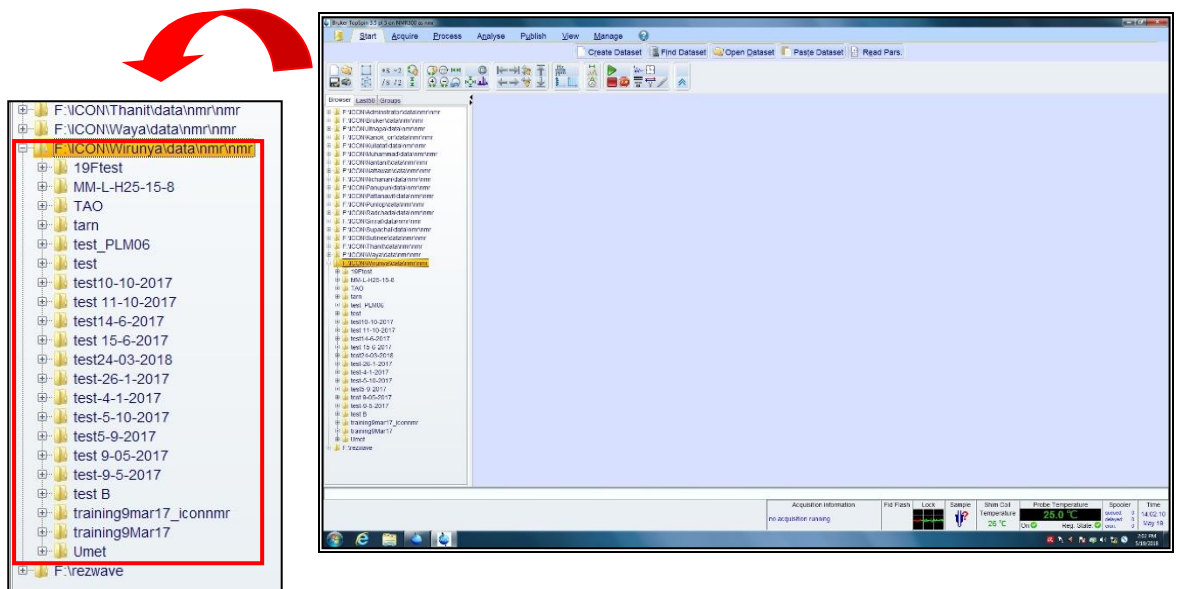
รูปที่ 4.18 แสดงหน้าจอ Bruker TopSpin p15 on NMR300 as nmr

- จากรูป 4.18 ให้คลิกที่เครื่องหมาย  เพื่อ maximize หน้าจอ Bruker TopSpin p15 on NMR300 as nmr ให้มีขนาดใหญ่ขึ้นดังรูปที่ 4.19



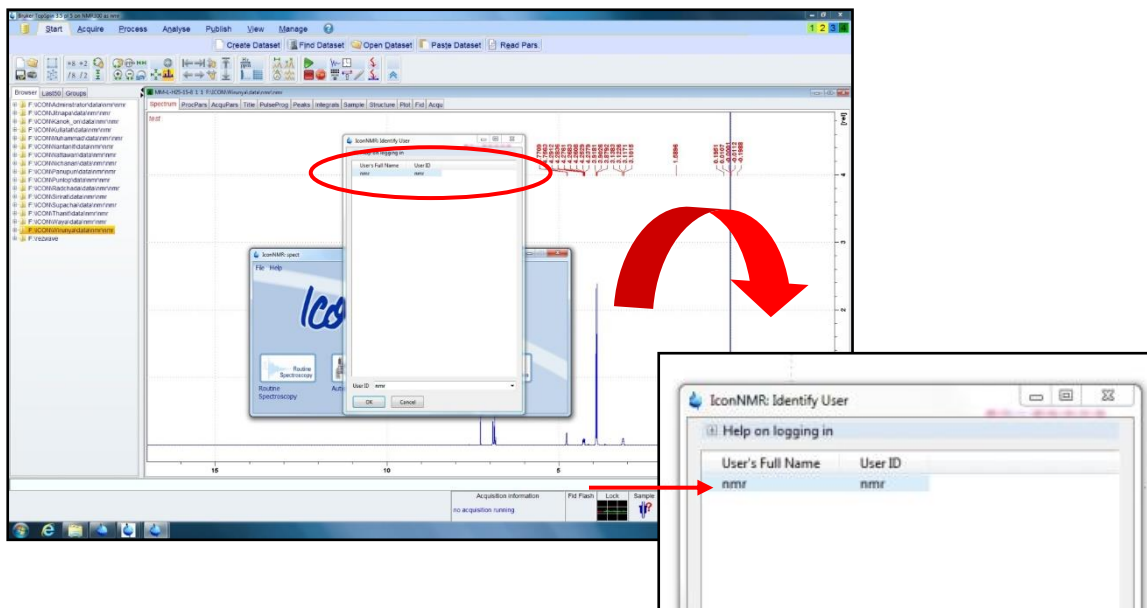
รูปที่ 4.19 แสดงภาพขยายของหน้าจอ Bruker TopSpin p15 on NMR300 as nmr

- จากรูปที่ 4.19 ให้คลิกที่เครื่องหมาย + ในช่อง Browser หน้าชื่อ user ที่ต้องการจะเปิด file จะปรากฏหน้าจอ ดังรูปที่ 4.20



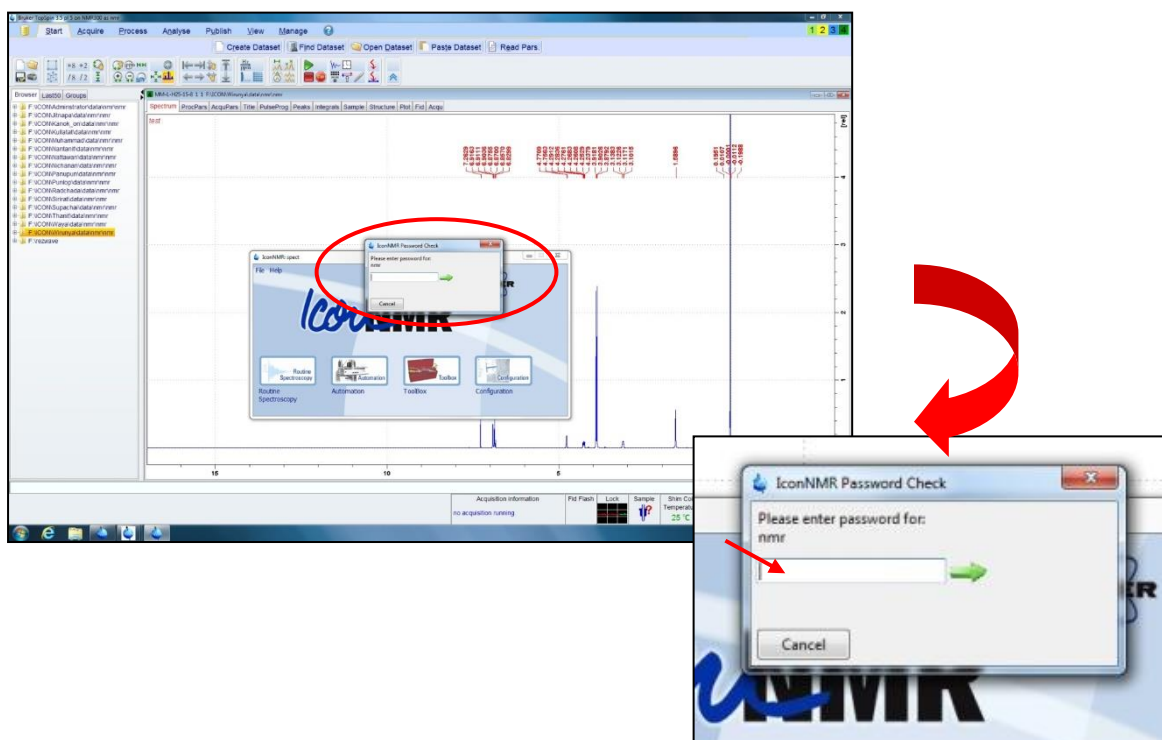
รูปที่ 4.20 แสดงหน้าจอในช่อง Browser เพื่อเลือก file ที่ต้องการเปิด

- ให้ลาก file ที่ต้องการจะเปิดในช่อง Browser ทางซ้ายมาวางในพื้นที่ว่างทางขวามือจะปรากฏหน้าจอ ดังรูปที่ 4.21



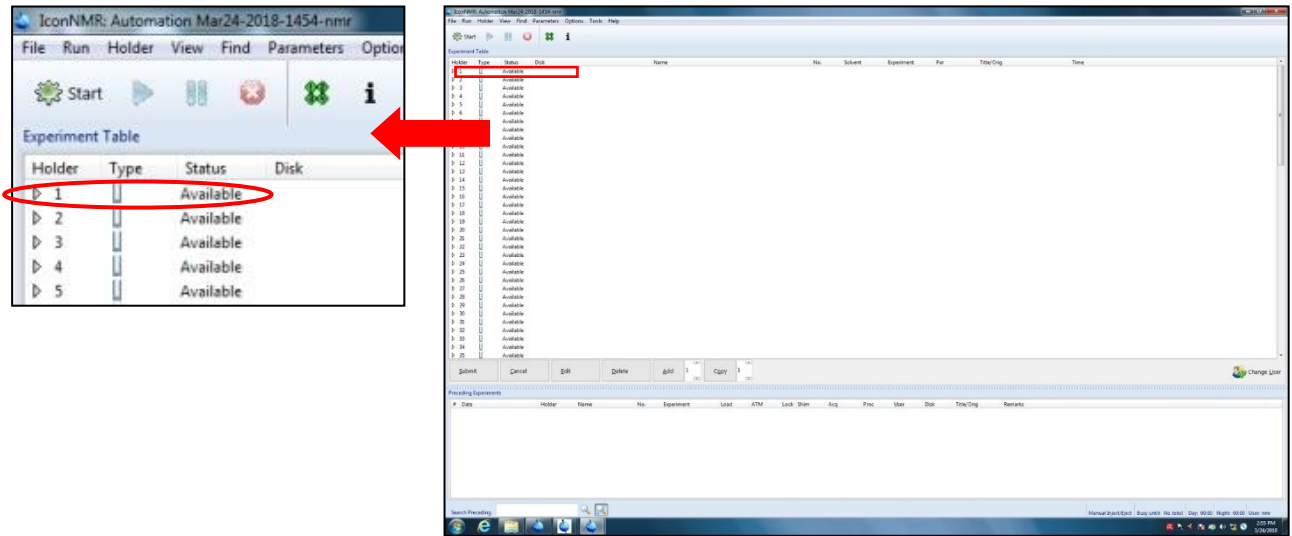
รูปที่ 4.23 แสดงหน้าจอ IconNMR: Identify User

- จากนั้นเลือก user เป็น nmr แล้ว click OK จะปรากฏหน้าจอให้ใส่ password ดังรูปที่ 4.24



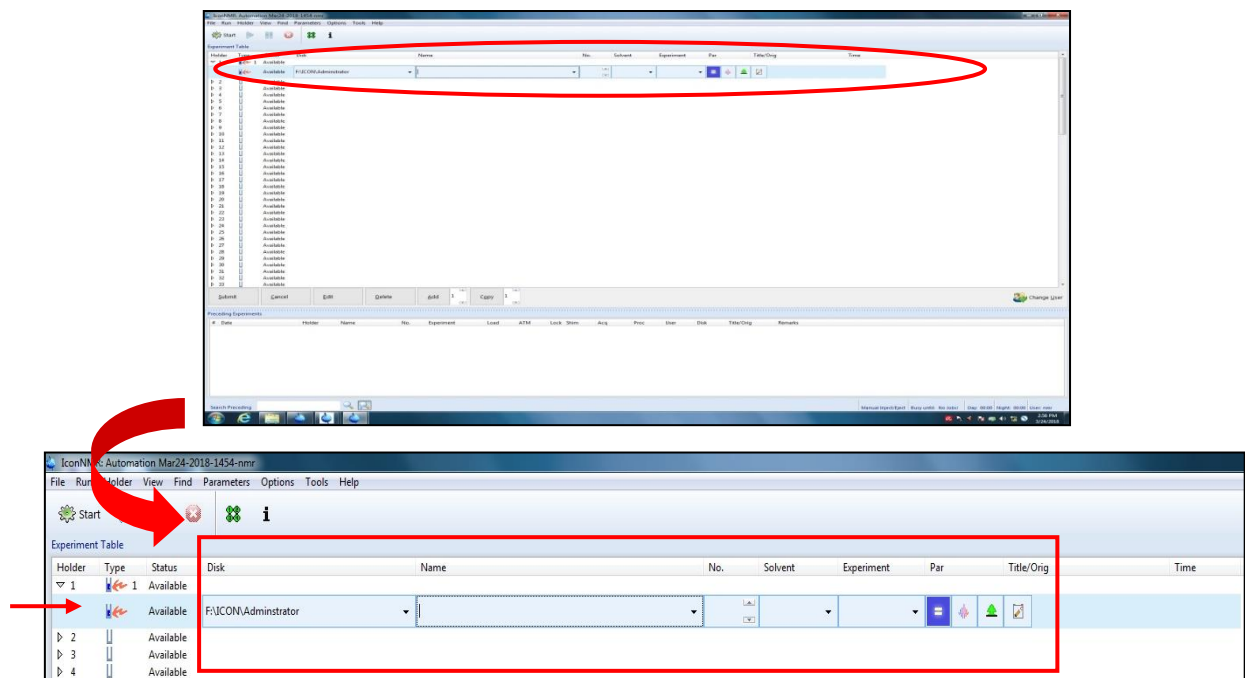
รูปที่ 4.24 แสดงหน้าจอ IconNMR Password Check

- ให้ password คือ topspin แล้วกด enter จะปรากฏหน้าจอ IconNMR: Automation ดังรูปที่ 4.25



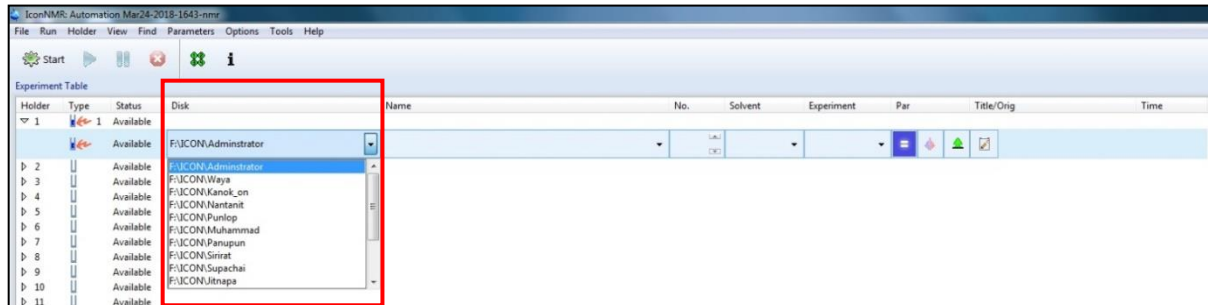
รูปที่ 4.25 แสดงหน้าจอ IconNMR: Automation

- ให้ double click ที่คำว่า Available ของ Holder ที่ 1 จะปรากฏแถบสีฟ้าเพื่อให้กรอกข้อมูล Disk, Name, No., Solvent, Experiment, Par ดังรูปที่ 4.26



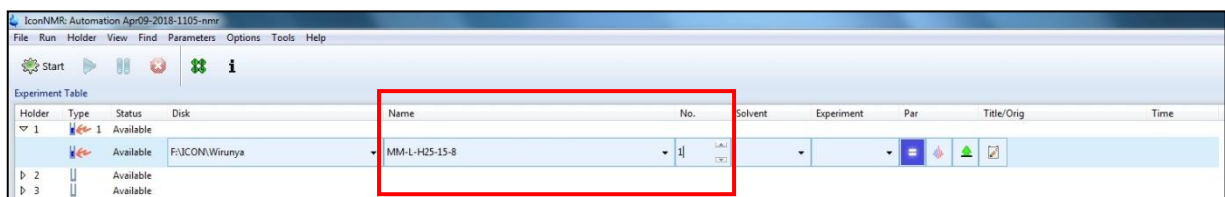
รูปที่ 4.26 แสดงหน้าจอเพื่อกรอกข้อมูล Disk, Name, No., Solvent, Experiment, Par

- จากรูปที่ 4.26 เลือก Disk โดยคลิกที่เครื่องหมาย ▼ ใน column ของ Disk จะปรากฏชื่อของ user ดังรูปที่ 4.27



รูปที่ 4.27 แสดงหน้าจอใน column ของ Disk

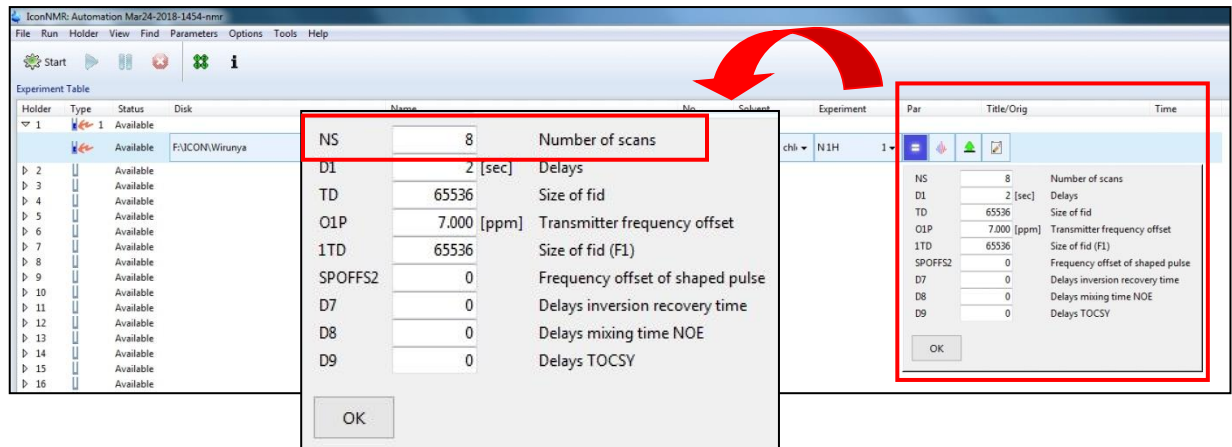
- จากรูปที่ 4.27 คลิกเลือกชื่อ user ที่จะทำการ save ข้อมูล
- จากนั้นใส่ชื่อสารที่จะทำการวิเคราะห์ในช่อง Name และ Experiment number ในช่อง No. ดังรูปที่ 4.28



รูปที่ 4.28 แสดงหน้าจอในช่อง Name และ Experiment number ในช่อง No.

ข้อสังเกต ในกรณีที่ตั้งชื่อ Name ซ้ำเดิมกับสารที่เคยทำการวิเคราะห์มาก่อนหน้านี้แล้ว No. ที่ตั้งจะต้องเป็นตัวเลขใดก็ได้แต่ต้องไม่ใช่ตัวเลขเดิม

- ลำดับต่อไป คลิกที่เครื่องหมาย ▼ ใน column ของ solvent เพื่อเลือกตัวทำละลายที่ใช้ดังรูปที่ 4.29

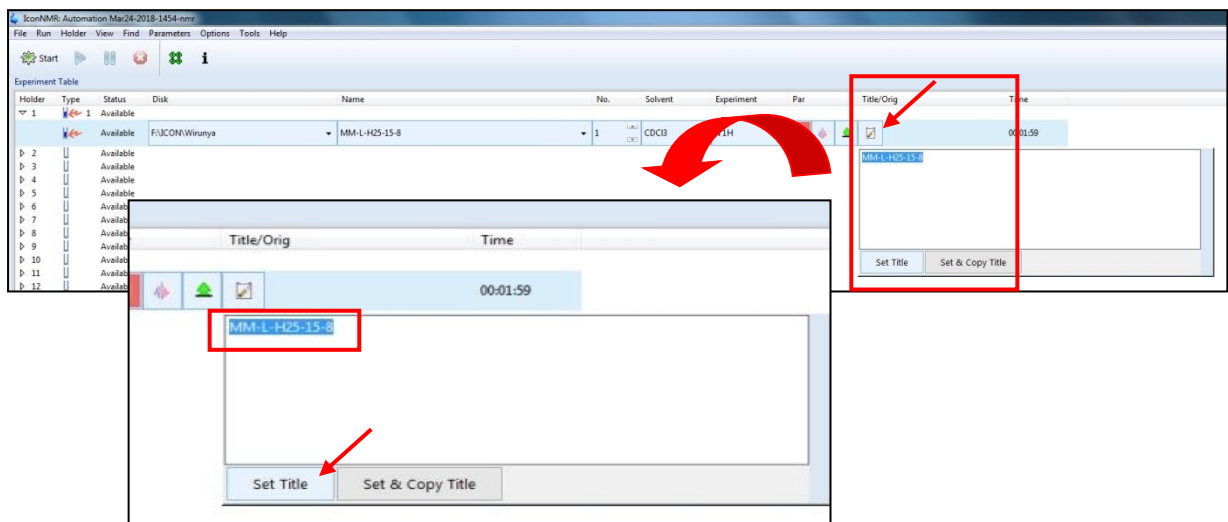


รูปที่ 4.31 แสดงหน้าจอใน column ของ Parameter

- เมื่อเปลี่ยนค่าตัวแปรที่ต้องการเรียบร้อยแล้ว ให้คลิกคำว่า OK

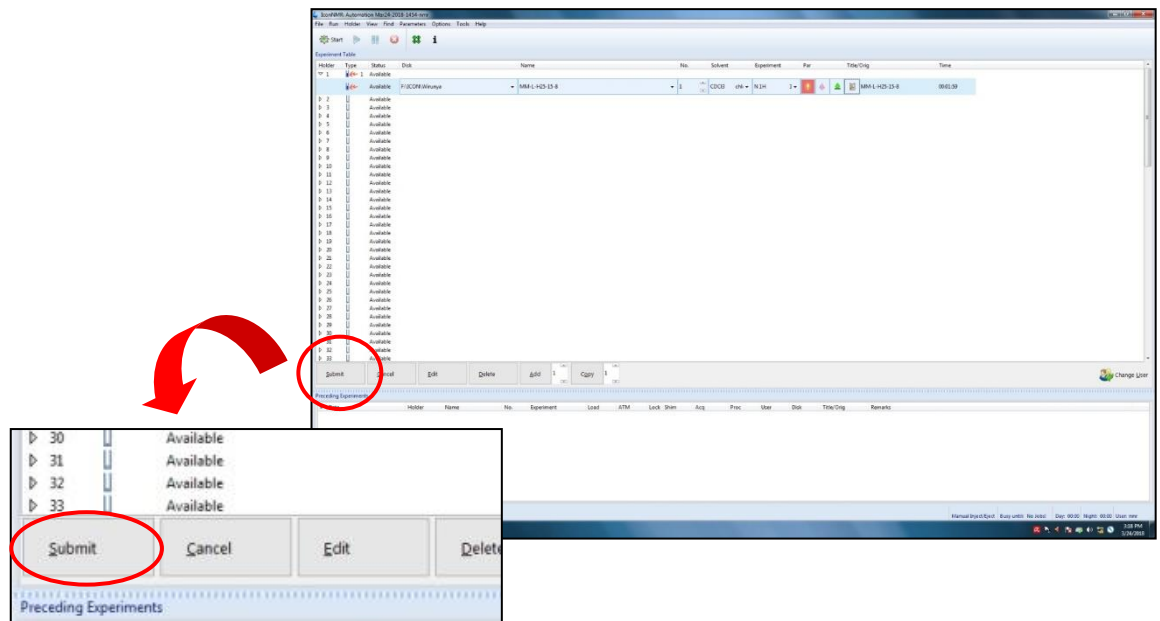
ข้อสังเกต ในกรณีที่วิเคราะห์สารที่มีปริมาณ < 10 mg หรือต้องการเพิ่ม intensity ของ spectrum สามารถเพิ่มจำนวน scan (Number of scans: NS) ได้ โดย NS ที่เปลี่ยนจะต้องเป็นตัวเลขที่หารด้วย 8 ลงตัว เช่น 16, 32, 48 และ 64 เป็นต้น (ค่า default ของเครื่องกำหนดเริ่มต้นที่ 8)

- จากนั้นให้คลิกที่เครื่องหมาย  ใน column ของ Title/Orig เพื่อใส่ชื่อของสารตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์ดังรูปที่ 4.32



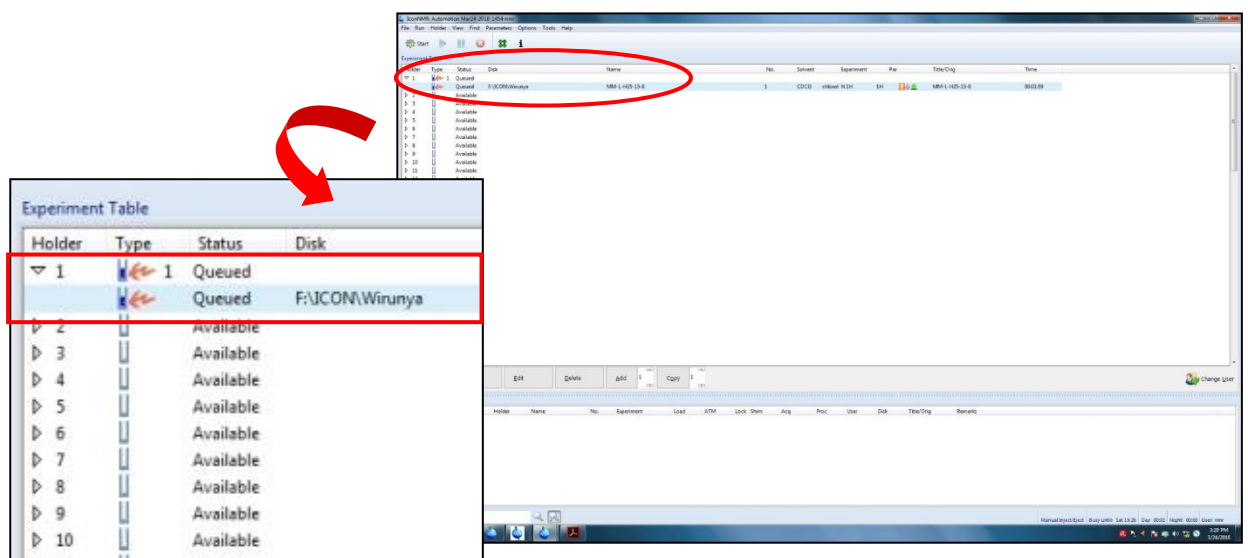
รูปที่ 4.32 แสดงหน้าจอใน column ของ Title/Orig

- เมื่อใส่ชื่อสารที่จะทำการวิเคราะห์แล้ว ให้คลิกที่คำว่า Set Title จะปรากฏหน้าจอดังรูปที่ 4.33 (ชื่อของสารตัวอย่างที่ใส่ในช่องของ Name กับ Title/Orig จะใช้ชื่อเดียวกันหรือคนละชื่อก็ได้)



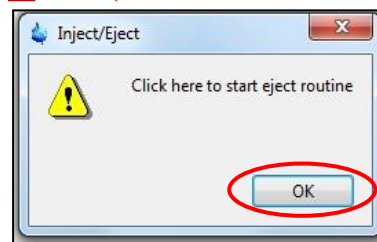
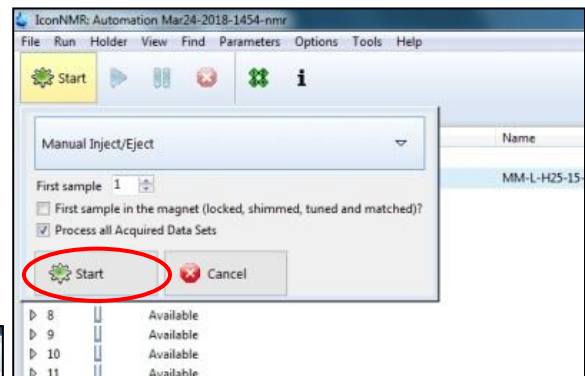
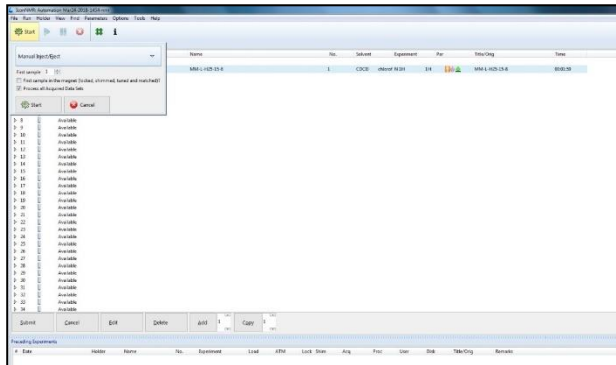
รูปที่ 4.33 แสดงหน้าจอเพื่อรอการ submit

- เมื่อกรอกข้อมูลครบถ้วนแล้วให้คลิกที่ปุ่ม submit หลังจากนั้นจะสังเกตว่า Holder ที่ 1 ที่ผู้ใช้ได้ทำการ set ข้อมูลไว้ก่อนหน้านี้จะเปลี่ยน status จากคำว่า Available เป็น Queued ดังรูปที่ 4.34



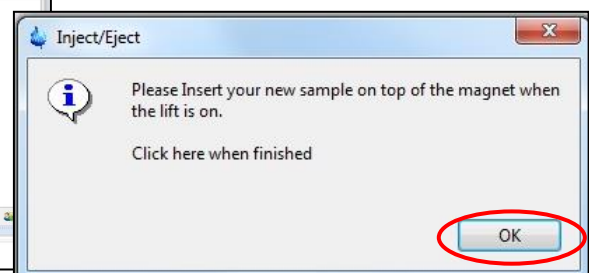
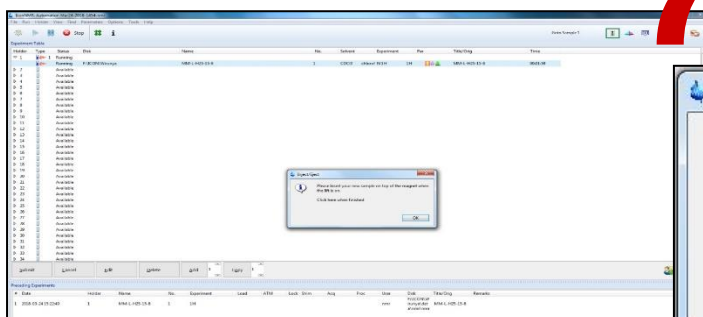
รูปที่ 4.34 แสดงหน้าจอการเปลี่ยน status จากคำว่า Available เป็น Queued

- จากนั้นให้คลิกที่เครื่องหมาย  บนแถบเมนูของหน้าจอ IconNMR: Automation แล้วคลิกที่เครื่องหมาย  อีกครั้งบนแถบหน้าจอ Manual Inject/Eject รอสักครู่จะปรากฏคำสั่งให้ “click here to start eject routine” ดังรูปที่ 4.35



รูปที่ 4.35 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดลมสำหรับนำสารตัวอย่างใส่ลงใน Probe

- คลิก OK รอสักครู่จะได้ยินเสียงลมดังขึ้นจากเครื่อง NMR พร้อมทั้งปรากฏคำสั่ง “Please Insert your new sample on top of the magnet when the lift is on. Click here when finished” ดังรูปที่ 4.36



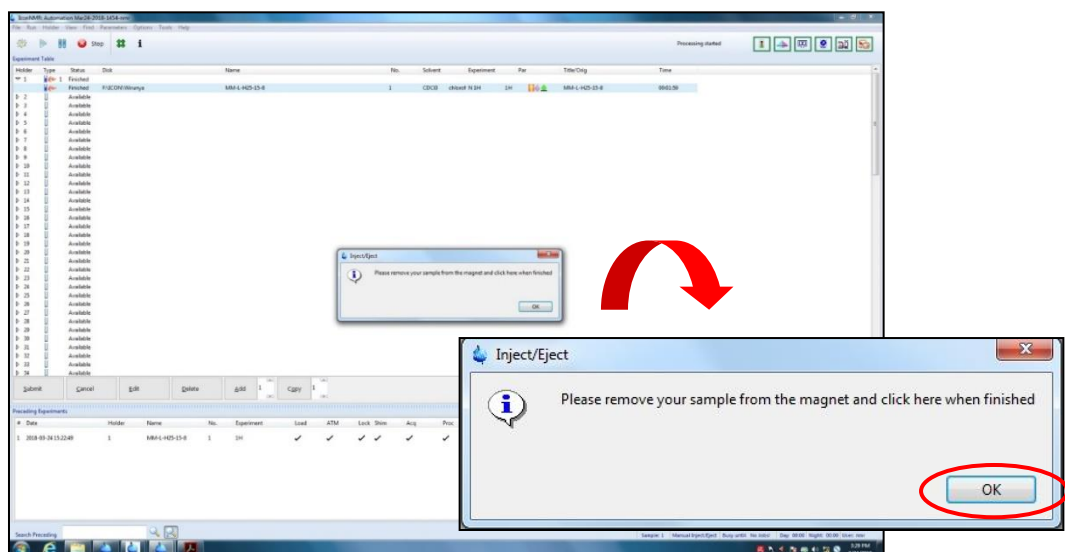
รูปที่ 4.36 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อทำการปิดลมให้สารตัวอย่างค่อยๆ ตกลงสู่ Probe

- จากนั้นจึงจะนำสารตัวอย่างใส่ลงใน Probe และคลิก OK เครื่องจะเริ่มทำการวิเคราะห์สารตัวอย่าง
- เมื่อทำการวิเคราะห์เสร็จสิ้นจึงสามารถนำสารตัวอย่างออกจากเครื่องได้โดยจะปรากฏคำสั่ง “click here to start eject routine” ดังรูปที่ 4.37



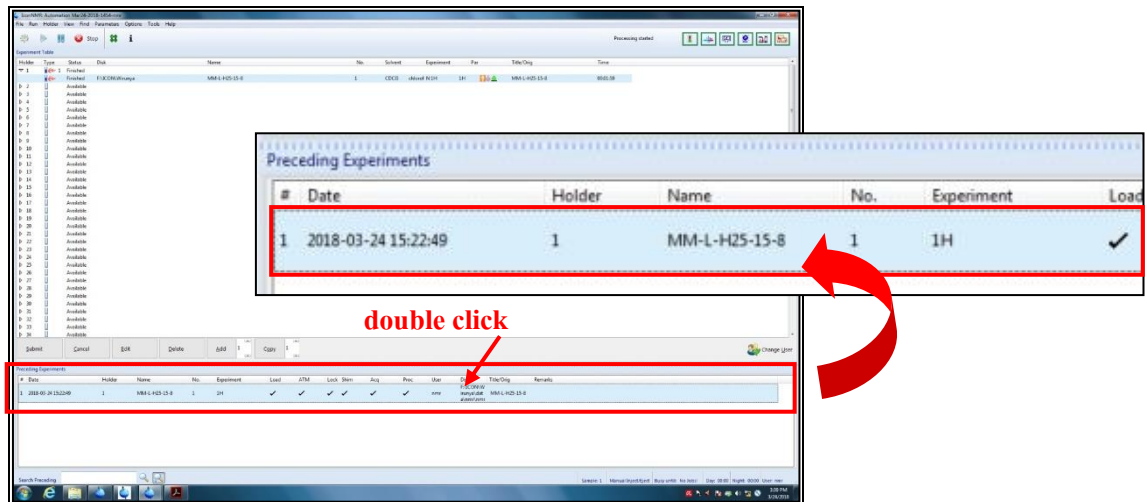
รูปที่ 4.37 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดลมสำหรับนำสารตัวอย่างออกจาก Probe

- ให้คลิก OK รอสักครู่จะได้ยินเสียงลมดังขึ้นจากเครื่อง NMR พร้อมทั้งปรากฏคำสั่ง “Please remove your sample from the magnet and click here when finished” ดังรูปที่ 4.38



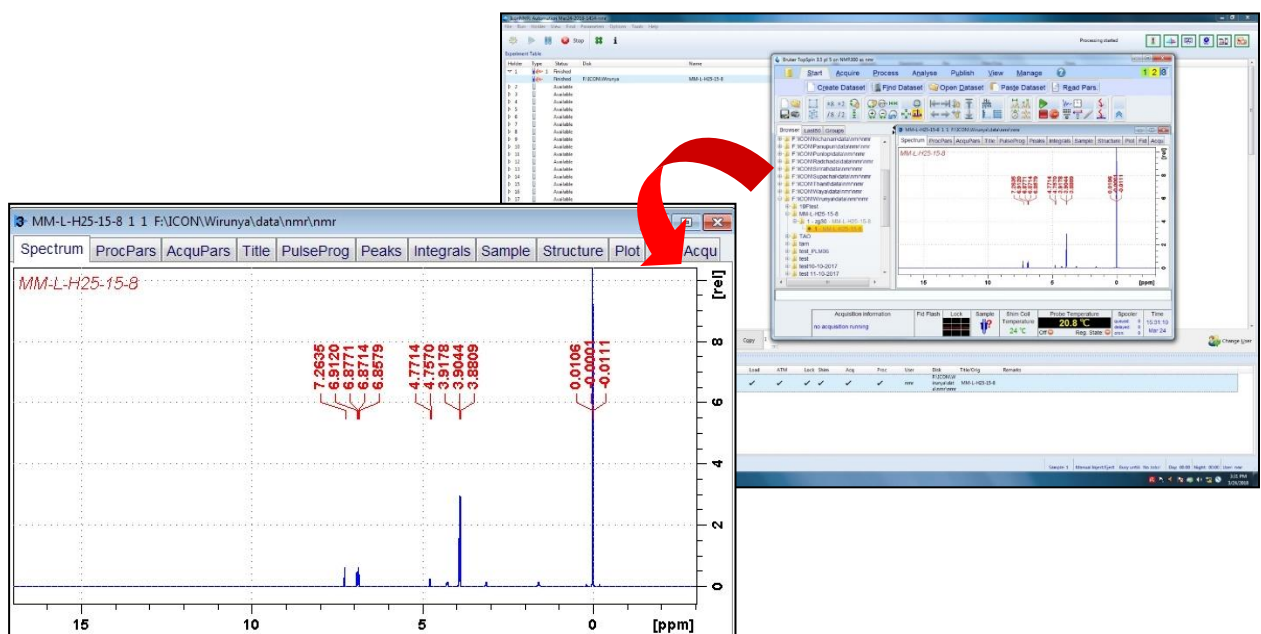
รูปที่ 4.38 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อปิดลมเมื่อทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างเสร็จสิ้น

- จากนั้นให้นำสารตัวอย่างออกจาก Probe เมื่อนำสารตัวอย่างออกจาก Probe แล้ว คลิก OK เป็นการเสร็จสิ้นการวิเคราะห์สารตัวอย่างซึ่งสามารถขุด spectrum ที่วิเคราะห์เสร็จแล้วได้ โดย double click ที่ Preceding Experiments ดังรูปที่ 4.39



รูปที่ 4.39 แสดงหน้าจอ Preceding Experiments เพื่อเปิดดู spectrum ที่วิเคราะห์เสร็จแล้ว

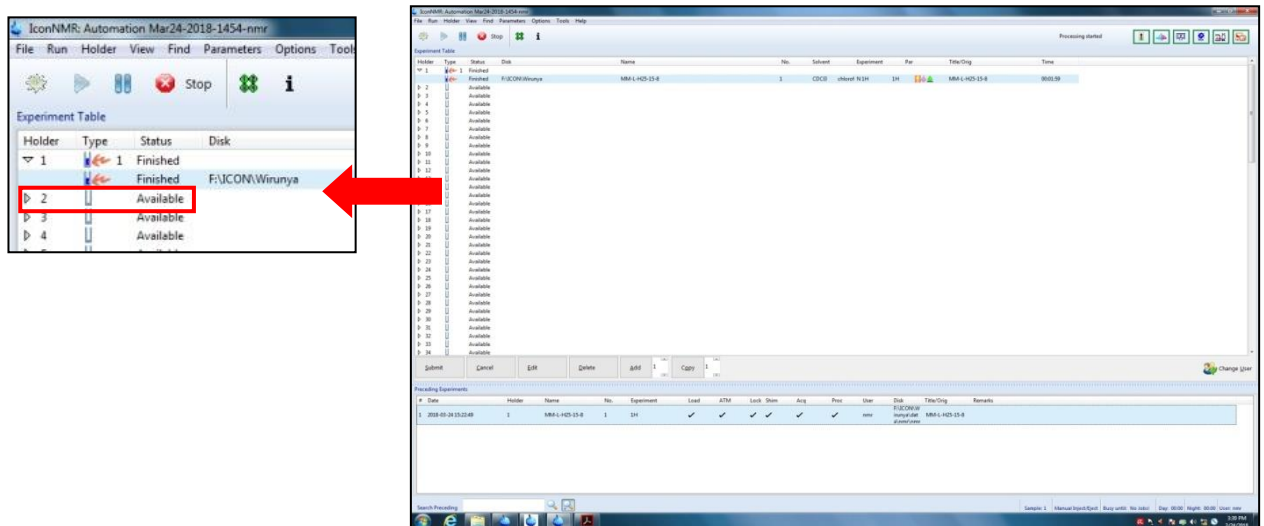
- เมื่อทำการ double click ที่ Preceding Experiments แล้วจะปรากฏ spectrum ดังรูปที่ 4.40



รูปที่ 4.40 หน้าจอแสดงผลของ ^1H NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์

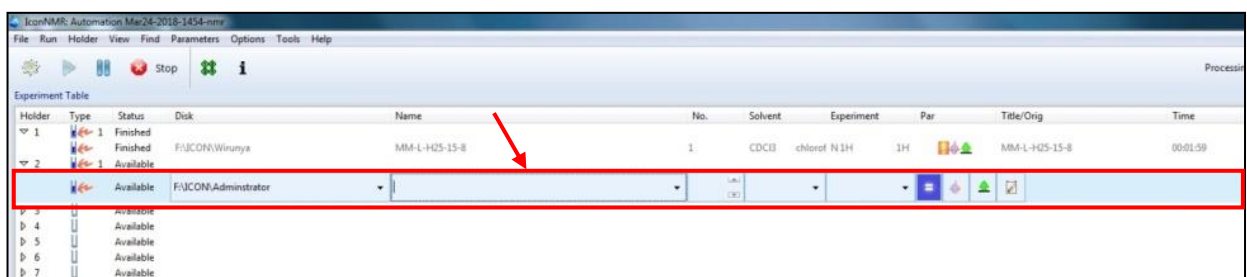
1.2 การวิเคราะห์ ^{13}C NMR

- ให้ double click ที่คำว่า Available ของ Holder ที่ 2  ที่หน้าจอ IconNMR: Automation ดังรูปที่ 4.41



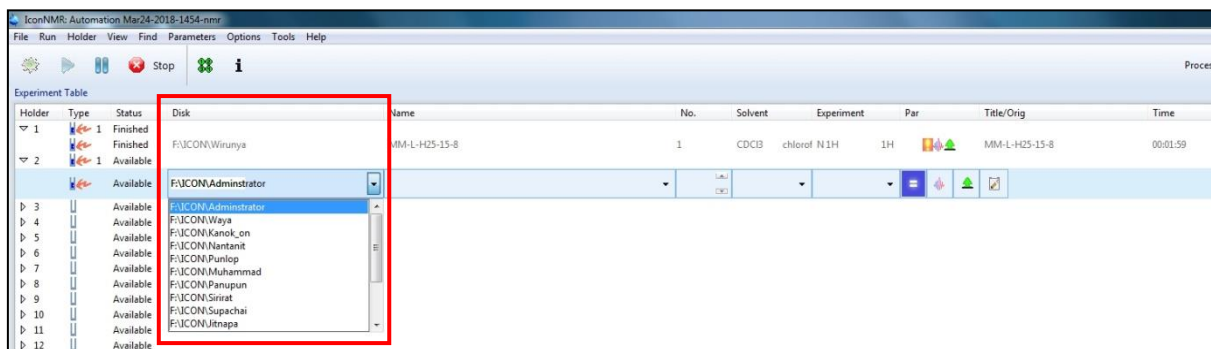
รูปที่ 4.41 แสดงหน้าจอ IconNMR: Automation

- หลังจากนั้นจะปรากฏแถบสีฟ้าเพื่อให้กรอกข้อมูล Disk, Name, No., Solvent, Experiment, Par ดังรูปที่ 4.42



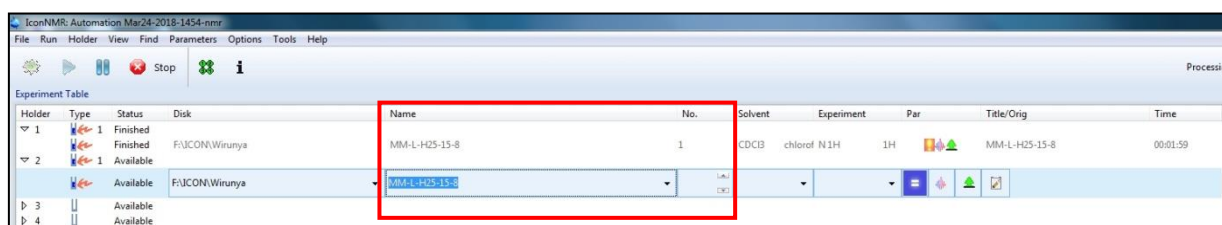
รูปที่ 4.42 แสดงหน้าจอเพื่อกรอกข้อมูล Disk, Name, No., Solvent, Experiment, Par

- จากรูปที่ 4.42 เลือก Disk โดยคลิกที่เครื่องหมาย  ใน column ของ Disk จะปรากฏชื่อของ user ดังรูปที่ 4.43



รูปที่ 4.43 แสดงหน้าจอใน column ของ Disk

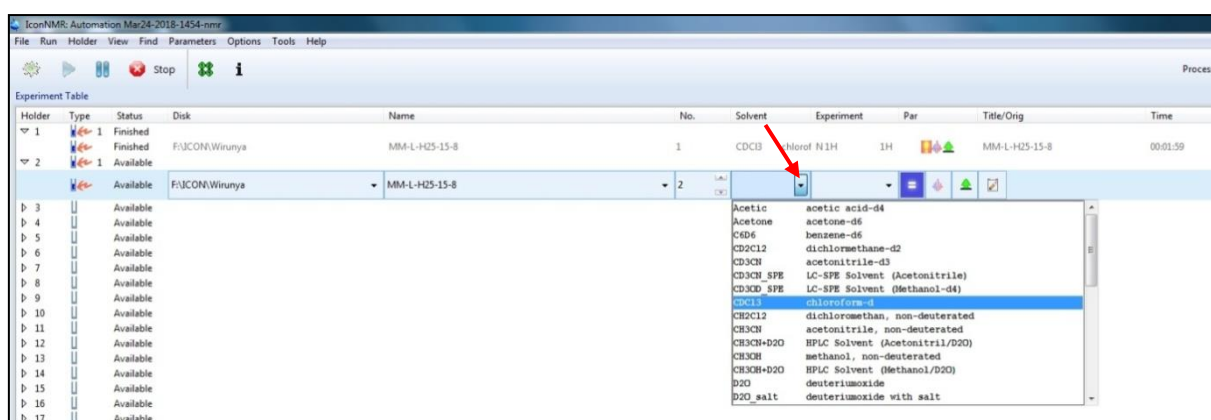
- ให้คลิกเพื่อเลือกชื่อ user ที่จะทำการ save ข้อมูล
- จากนั้นใส่ชื่อของสารที่จะทำการวิเคราะห์ในช่อง Name และ Experiment number ในช่อง No. ดังรูปที่ 4.44



รูปที่ 4.44 แสดงหน้าจอในช่อง Name และ Experiment number ในช่อง No.

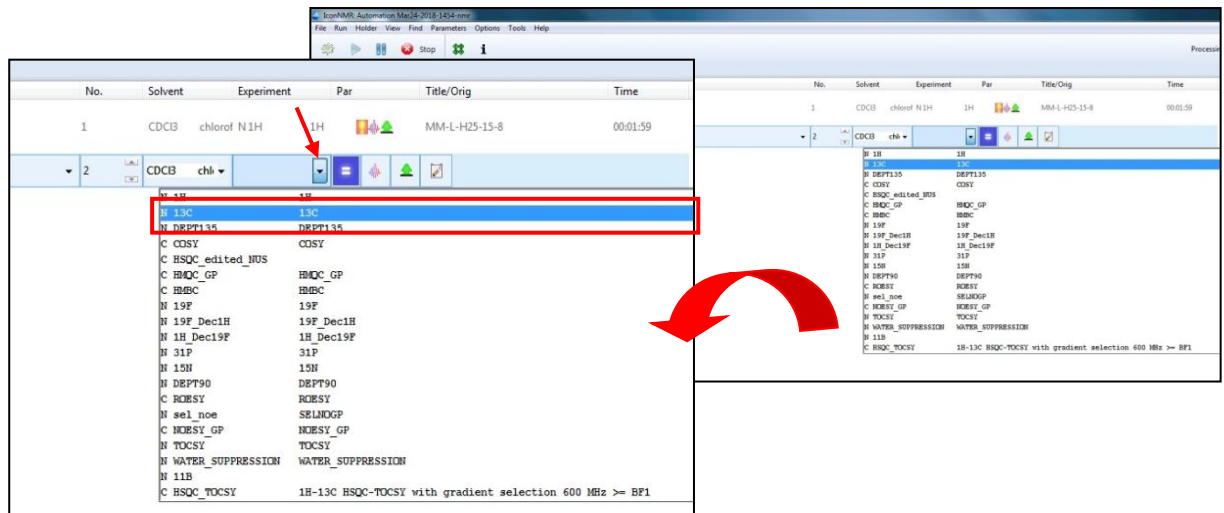
ข้อสังเกต ในกรณีที่ตั้งชื่อ Name ซ้ำเดิมกับสารที่เคยทำการวิเคราะห์มาก่อนหน้านี้แล้ว No. ที่ตั้งจะต้องเป็นตัวเลขใดก็ได้แต่ต้องไม่ใช่ตัวเลขเดิม

- ลำดับต่อไป คลิกที่เครื่องหมาย ▾ ใน column ของ solvent เพื่อเลือกตัวทำละลายที่ใช้ดังรูปที่ 4.45



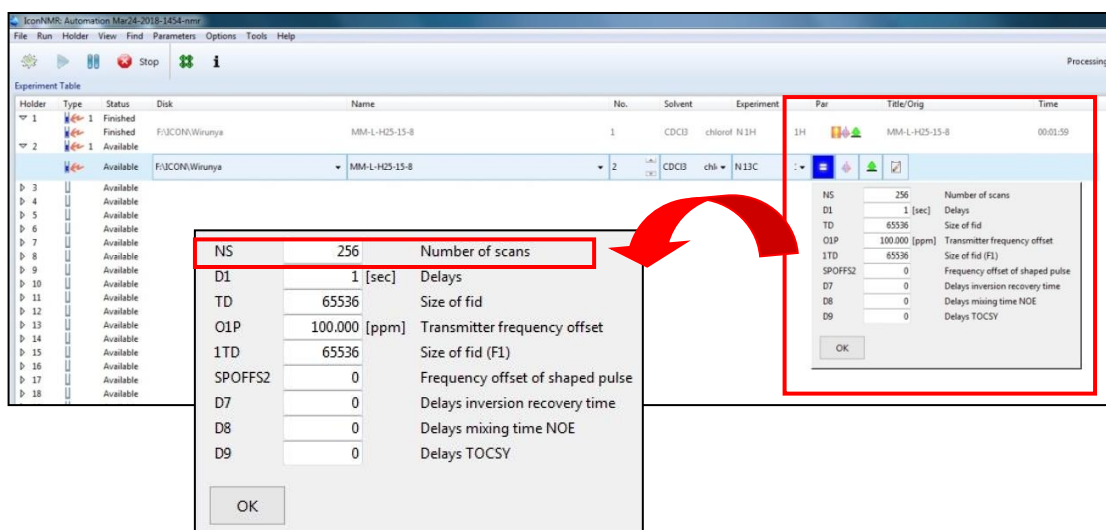
รูปที่ 4.45 แสดงหน้าจอใน column ของ solvent

- เมื่อเลือกตัวทำละลายที่ใช้แล้ว ให้คลิกที่เครื่องหมาย  ใน column ของ experiment เพื่อเลือกเทคนิคที่ต้องการจะวิเคราะห์ เช่น ^1H , ^{13}C , DEPT135, COSY, HMQC และ HMBC ในกรณีนี้ต้องการวิเคราะห์จึงคลิกเลือกที่ N 13C 13C ดังรูปที่ 4.46



รูปที่ 4.46 แสดงหน้าจอใน column ของ experiment

- ***ผู้ทำการวิเคราะห์สามารถเปลี่ยนค่า Parameter ต่างๆ ที่ต้องการใช้ในการวิเคราะห์ได้ โดยการคลิกที่เครื่องหมาย  ใน column ของ Par จะปรากฏค่าตัวแปรต่างๆ ดังรูปที่ 4.47

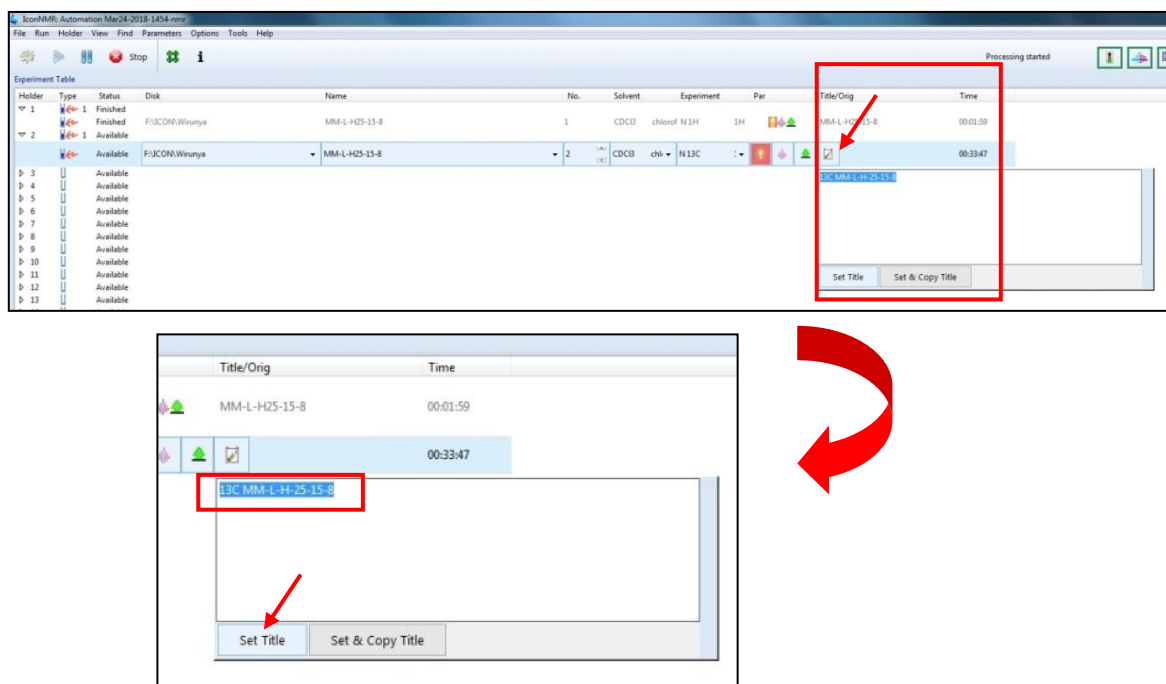


รูปที่ 4.47 แสดงหน้าจอใน column ของ Parameter

- เมื่อเปลี่ยนค่าตัวแปรที่ต้องการเรียบร้อยแล้ว ให้คลิกคำว่า OK

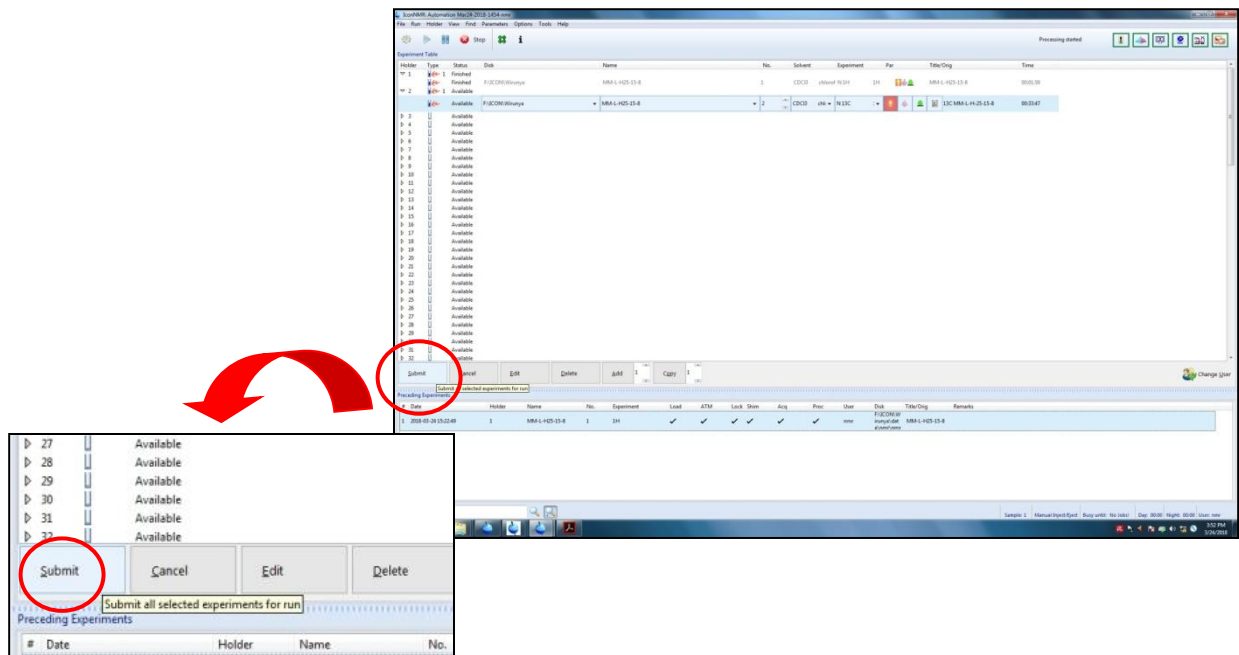
ข้อสังเกต ในกรณีทีวิเคราะห์สารที่มีปริมาณ < 30 mg หรือต้องการเพิ่ม intensity ของ spectrum สามารถเพิ่มจำนวน scan (Number of scans : NS) ได้ โดย NS ที่เปลี่ยนจะต้องเป็นตัวเลขที่หารด้วย 8 ลงตัว เช่น 512, 1024(1K) และ 2048(2K) เป็นต้น (ค่า default ของเครื่องกำหนดเริ่มต้นที่ 256)

- จากนั้นให้คลิกที่เครื่องหมาย  ใน column ของ Title/Orig เพื่อใส่ชื่อของสารตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์ดังรูปที่ 4.48



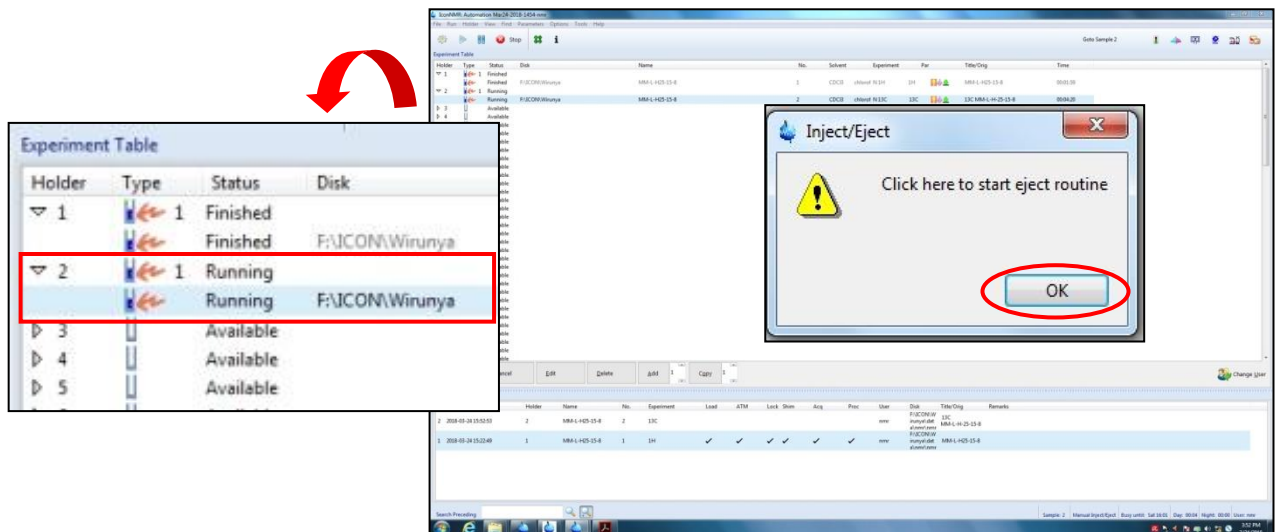
รูปที่ 4.48 แสดงหน้าจอใน column ของ Title/Orig

- เมื่อใส่ชื่อสารที่จะทำการวิเคราะห์แล้ว ให้คลิกที่คำว่า Set Title จะปรากฏหน้าจอดังรูปที่ 4.49 (ชื่อของสารตัวอย่างที่ใส่ในช่องของ Name กับ Title/Orig จะใช้ชื่อเดียวกันหรือคนละชื่อก็ได้)



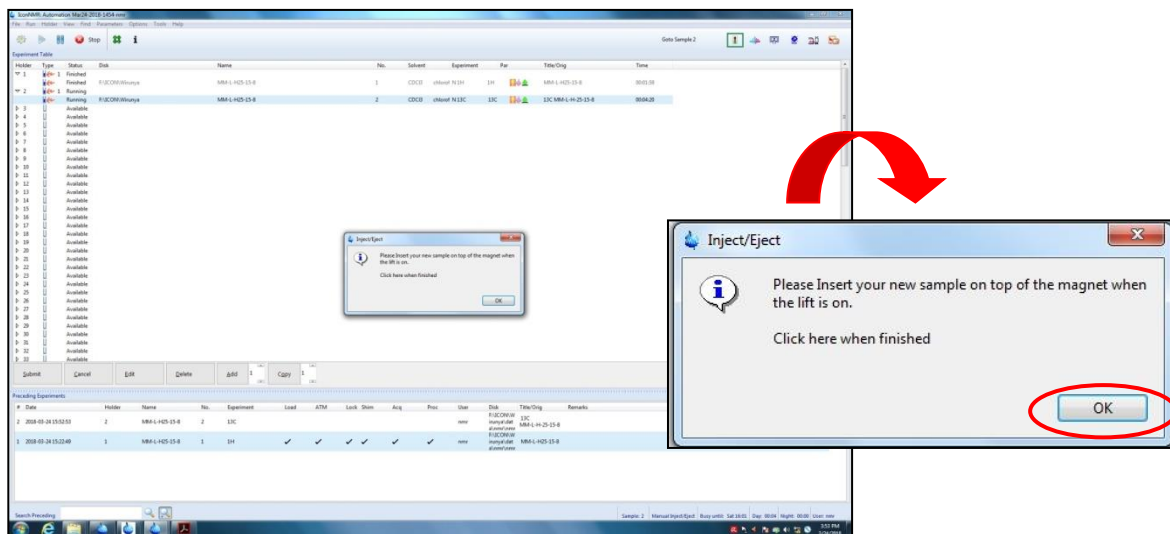
รูปที่ 4.49 แสดงหน้าจอเพื่อรอการ submit

- เมื่อกรอกข้อมูลครบถ้วนแล้วให้คลิกที่ปุ่ม submit จะสังเกตเห็นว่า Holder ที่ 2 ที่ผู้ใช้ได้ทำการตั้งค่าข้อมูลไว้ก่อนหน้านี้จะเปลี่ยน status จากคำว่า Available เป็น Running รอสักครู่จะปรากฏคำสั่งให้ click here to start eject routine ดังรูปที่ 4.50 ให้คลิก OK



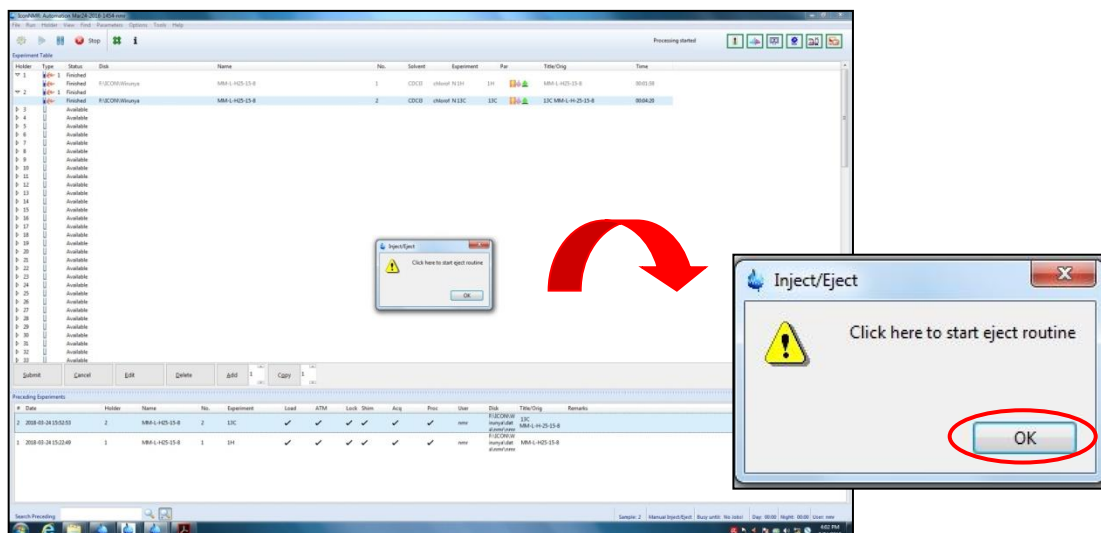
รูปที่ 4.50 แสดงหน้าจอการเปลี่ยน status และหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดลมสำหรับนำสารตัวอย่างใส่ลงใน Probe

- จากนั้นรอชักครู่จะได้ยินเสียงลมดังขึ้นจากเครื่อง NMR พร้อมทั้งปรากฏคำสั่ง Please Insert your new sample on top of the magnet when the lift is on. Click here when finished ดังรูปที่ 4.51



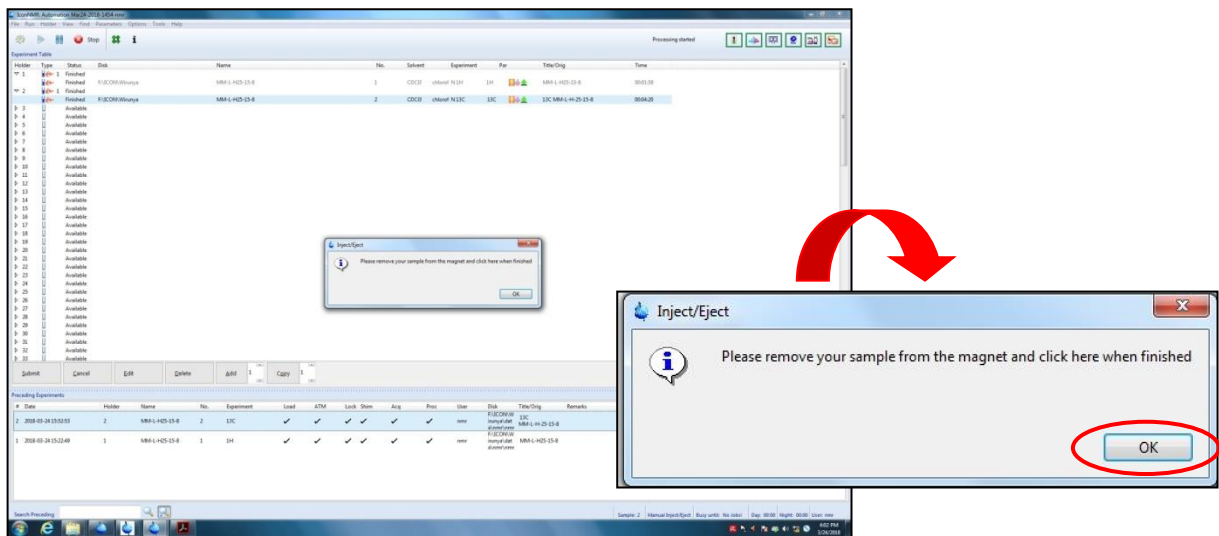
รูปที่ 4.51 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อทำการปิดลมให้สารตัวอย่างค่อยๆ ตกลงสู่ Probe

- เมื่อปรากฏคำสั่งนี้ขึ้นให้นำสารตัวอย่างใส่ลงใน Probe และคลิก OK เครื่องจะเริ่มทำการวิเคราะห์สารตัวอย่าง
- เมื่อทำการวิเคราะห์เสร็จสิ้นจึงสามารถนำสารตัวอย่างออกจากเครื่องได้โดยจะปรากฏคำสั่ง click here to start eject routine ดังรูปที่ 4.52 ให้คลิก OK



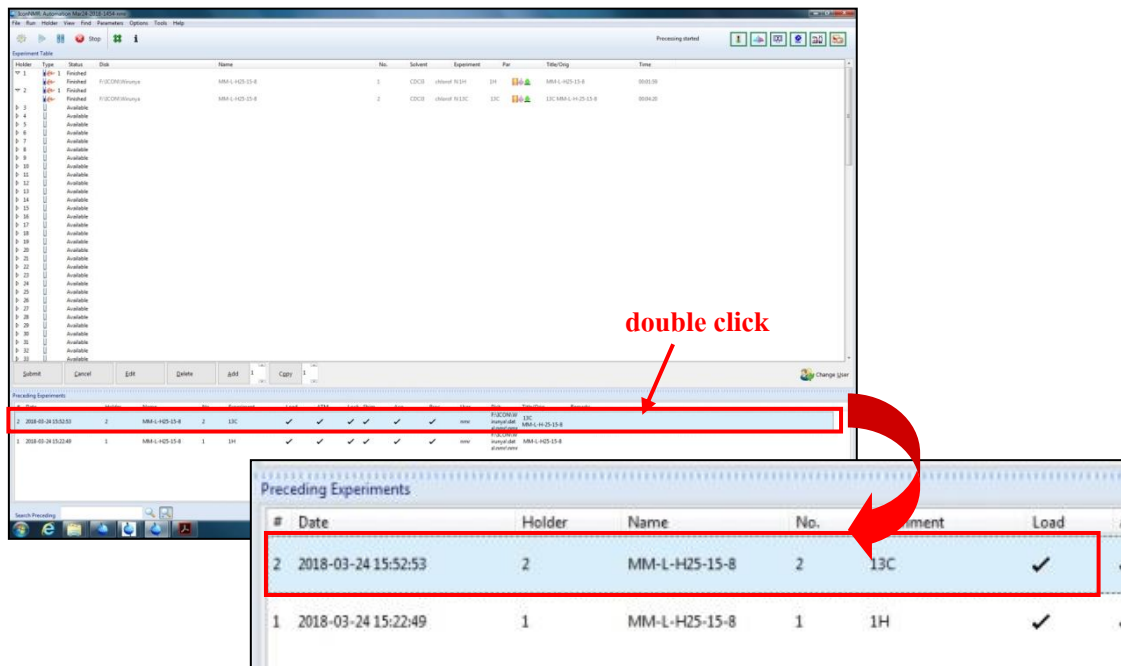
รูปที่ 4.52 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดลมสำหรับนำสารตัวอย่างออกจาก Probe

- รอสักครู่จะได้ยินเสียงลมดังขึ้นจากเครื่อง NMR พร้อมทั้งปรากฏคำสั่ง Please remove your sample from the magnet and click here when finished ดังรูปที่ 4.53



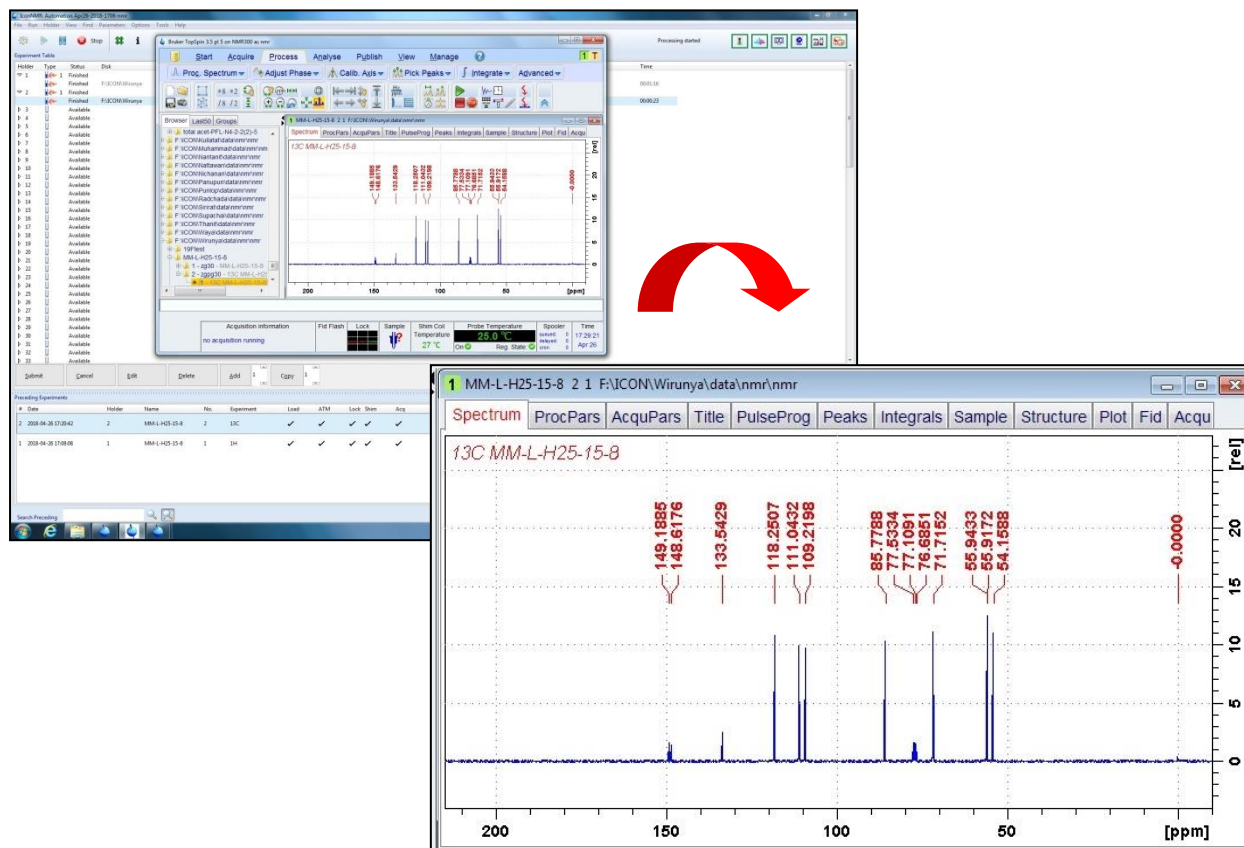
รูปที่ 4.53 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อปิดลมเมื่อทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างเสร็จสิ้น

- จากนั้นให้นำสารตัวอย่างออกจาก Probe เมื่อนำสารตัวอย่างออกจาก Probe แล้ว คลิก OK เป็นการเสร็จสิ้นการวิเคราะห์สารตัวอย่างซึ่งสามารถขอ spectrum ที่วิเคราะห์เสร็จแล้วได้ โดย double click ที่ Preceding Experiments แล้วเลือก double click ที่ Holder ที่ 2 ดังรูปที่ 4.54



รูปที่ 4.54 แสดงหน้าจอ Preceding Experiments เพื่อเปิดดู spectrum ที่วิเคราะห์เสร็จแล้ว

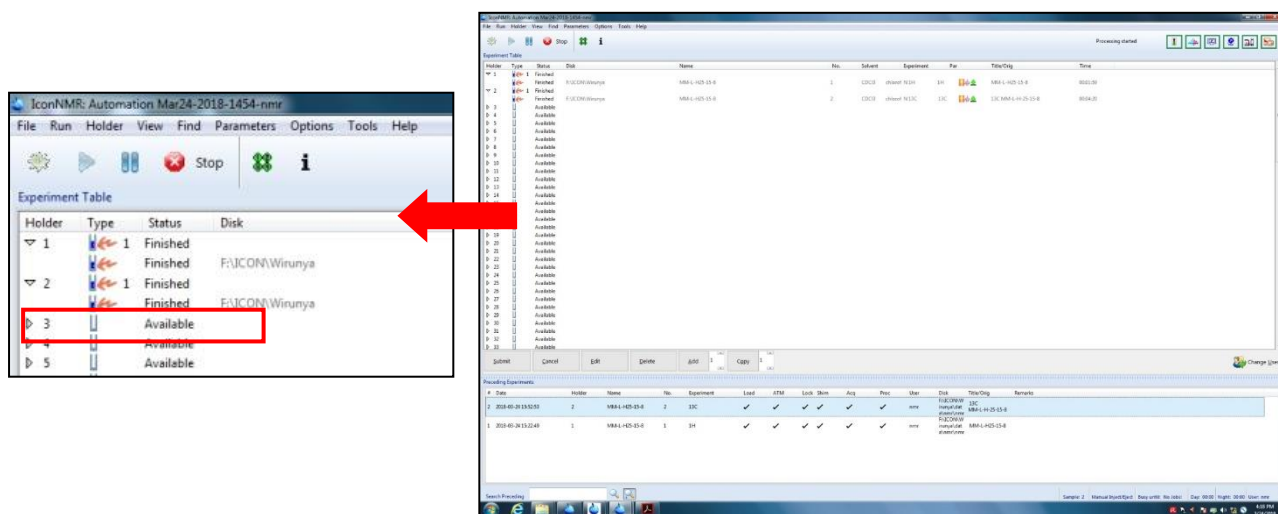
- เมื่อทำการ double click ที่ Preceding Experiments แล้วจะปรากฏ spectrum ดังรูปที่ 4.55



รูปที่ 4.55 หน้าจอแสดงผลของ ^{13}C NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์

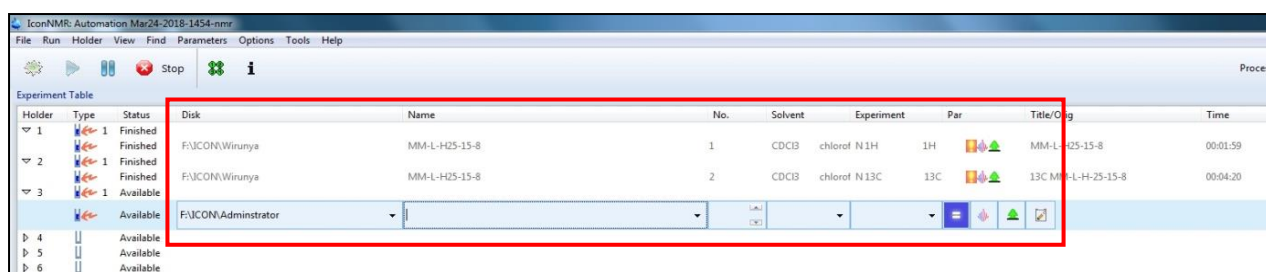
1.3 การวิเคราะห์ DEPT135 NMR

- เปิดหน้าจอ IconNMR: Automation ดังรูปที่ 4.56



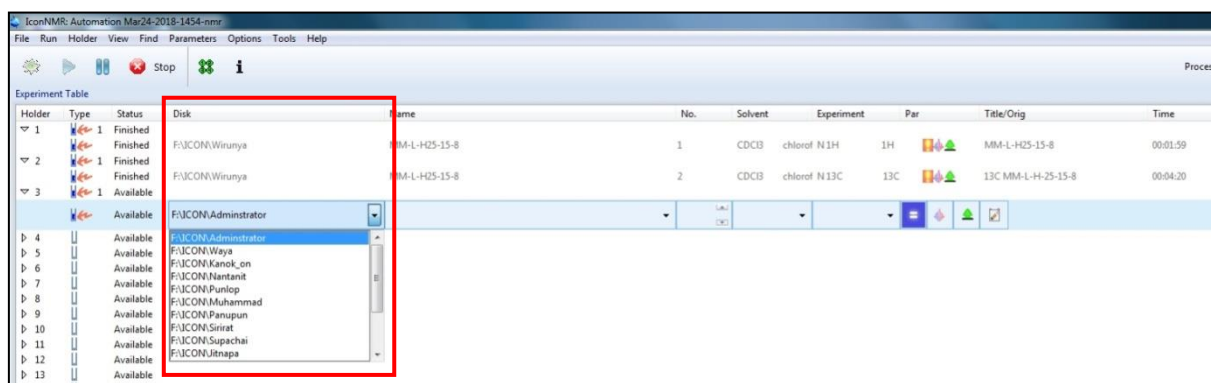
รูปที่ 4.56 แสดงหน้าจอ IconNMR: Automation

- ให้ double click ที่คำว่า Available ของ Holder ที่ 3 ▶ 3 Available จะปรากฏแถบสีฟ้า เพื่อให้กรอกข้อมูล Disk, Name, No., Solvent, Experiment, Par ดังรูปที่ 4.57



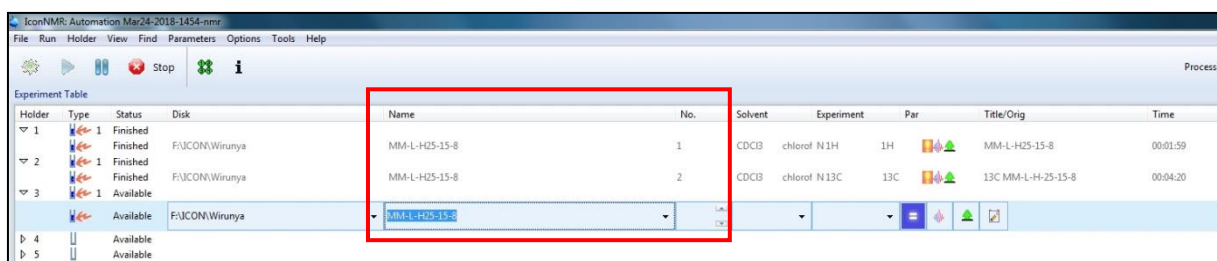
รูปที่ 4.57 แสดงหน้าจอเพื่อกรอกข้อมูล Disk, Name, No., Solvent, Experiment, Par

- จากรูปที่ 4.57 เลือก Disk โดยคลิกที่เครื่องหมาย ▼ ใน column ของ disk จะปรากฏชื่อของ user ดังรูปที่ 4.58



รูปที่ 4.58 แสดงหน้าจอใน column ของ Disk

- ให้คลิกเพื่อเลือกชื่อ user ที่จะทำการ save ข้อมูล
- จากนั้นใส่ชื่อของสารที่จะทำการวิเคราะห์ในช่อง Name และ Experiment number ในช่อง No. ดังรูปที่ 4.59



รูปที่ 4.59 แสดงหน้าจอในช่อง Name และ Experiment number ในช่อง No.

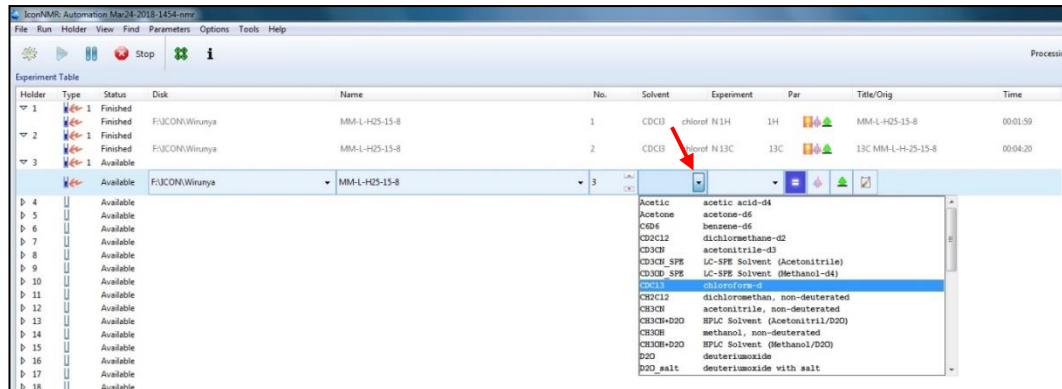
ข้อสังเกต ในกรณีที่ตั้งชื่อ Name ซ้ำเดิมกับสารที่เคยทำการวิเคราะห์มาก่อนหน้านี้แล้ว No. ที่ตั้งจะต้องเป็นตัวเลขใดก็ได้แต่ต้องไม่ใช่ตัวเลขเดิม ยกตัวอย่างเช่น

สารชื่อ MM-L-H25-15-8 No.1 run ^1H

MM-L-H25-15-8 No.2 run ^{13}C

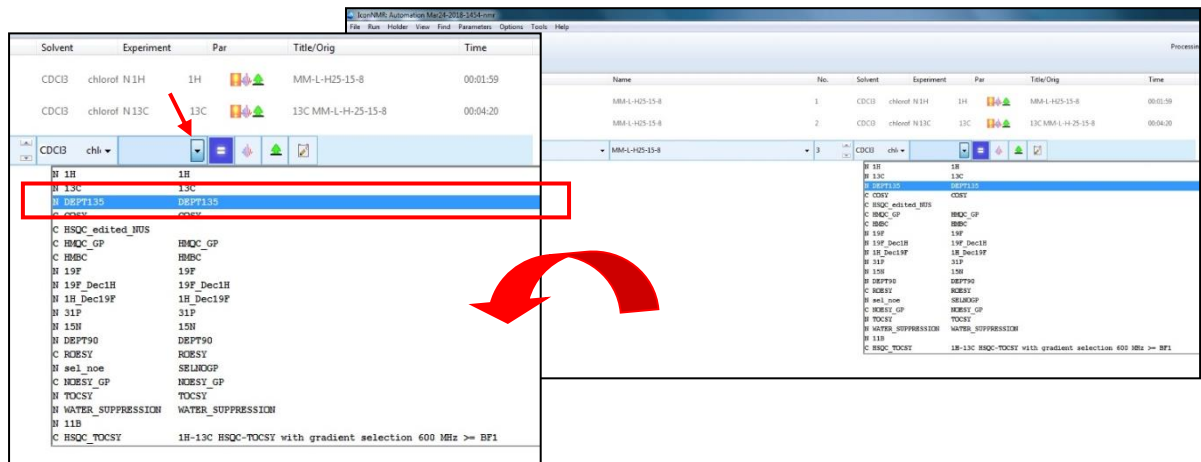
MM-L-H25-15-8 No.3 run DEPT135 เป็นต้น

- ลำดับต่อไป คลิกที่เครื่องหมาย  ใน column ของ solvent เพื่อเลือกตัวทำละลายที่ใช้ดังรูปที่ 4.60



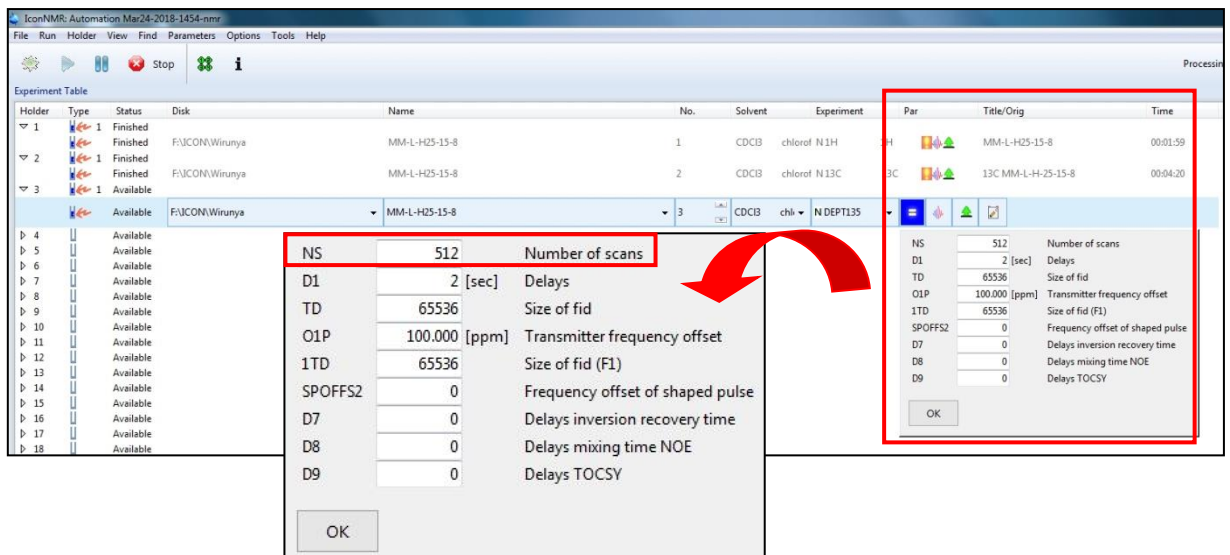
รูปที่ 4.60 แสดงหน้าจอใน column ของ solvent

- เมื่อเลือกตัวทำละลายที่ใช้ได้แล้วจากนั้นให้คลิกที่เครื่องหมาย  ใน column ของ experiment เพื่อเลือกเทคนิคที่ต้องการจะวิเคราะห์ เช่น ^1H , ^{13}C , DEPT135, COSY, HMQC และ HMBC ในกรณีนี้ต้องการวิเคราะห์ DEPT135 จึงคลิกเลือกที่ N DEPT135 DEPT135 ดังรูปที่ 4.61



รูปที่ 4.61 แสดงหน้าจอใน column ของ experiment

***ผู้ทำการวิเคราะห์สามารถเปลี่ยนค่า Parameter ต่างๆ ที่ต้องการใช้ในการวิเคราะห์ได้ โดยการคลิกที่เครื่องหมาย  ใน column ของ Par จะปรากฏค่าตัวแปรต่างๆ ดังรูปที่ 4.62

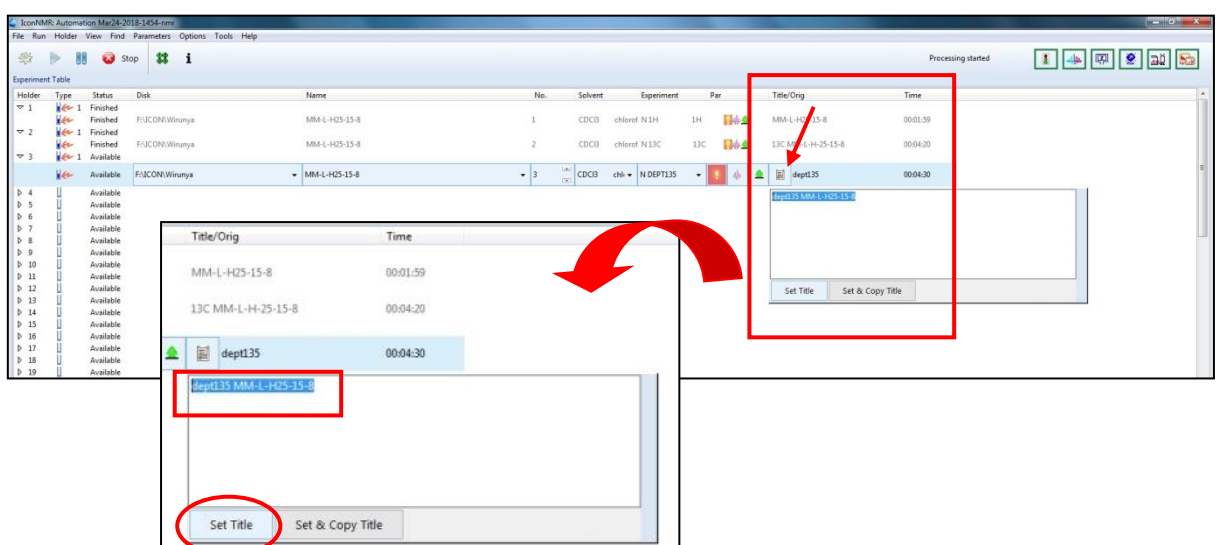


รูปที่ 4.62 แสดงหน้าจอใน column ของ Parameter

- เมื่อเปลี่ยนค่าตัวแปรที่ต้องการเรียบร้อยแล้วให้คลิกที่คำว่า OK

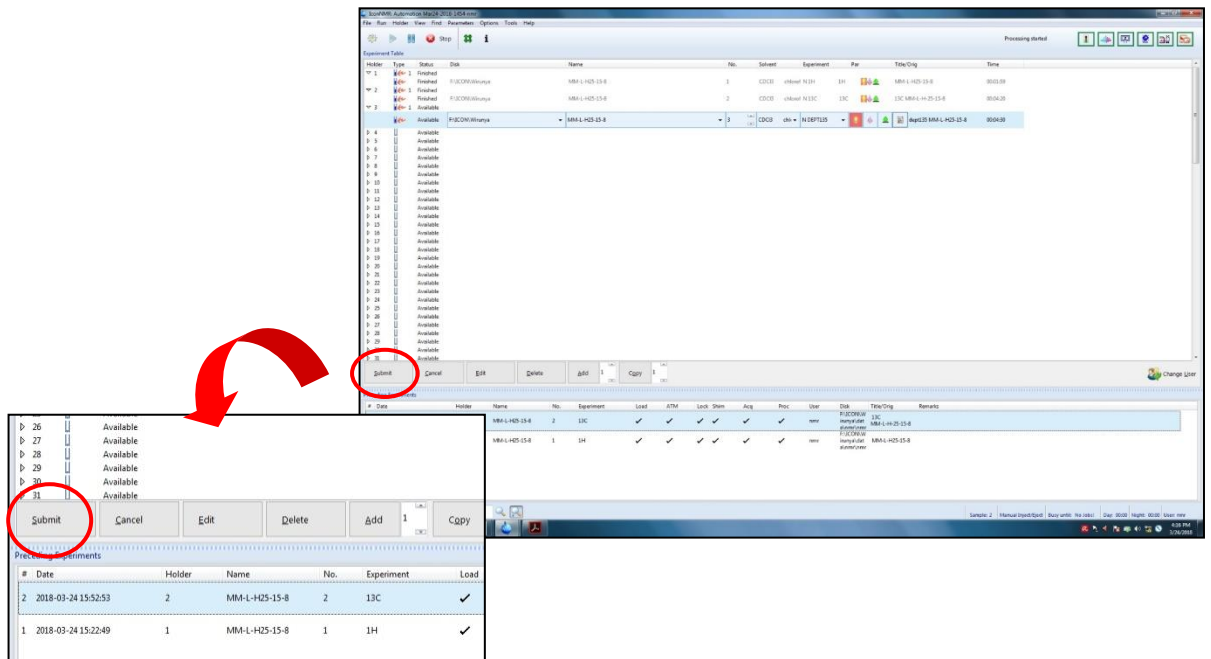
ข้อสังเกต ในกรณีที่วิเคราะห์สารที่มีปริมาณ < 30 mg หรือต้องการเพิ่ม intensity ของ spectrum สามารถเพิ่มจำนวน scan (Number of scans : NS) ได้ โดย NS ที่เปลี่ยนจะต้องเป็นตัวเลขที่หารด้วย 8 ลงตัว เช่น 512, 1024(1K) และ 2048(2K) เป็นต้น (ค่า default ของเครื่องกำหนดเริ่มต้นที่ 512)

- จากนั้นให้คลิกที่เครื่องหมาย  ใน column ของ Title/Orig เพื่อใส่ชื่อของสารตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์ดังรูปที่ 4.63



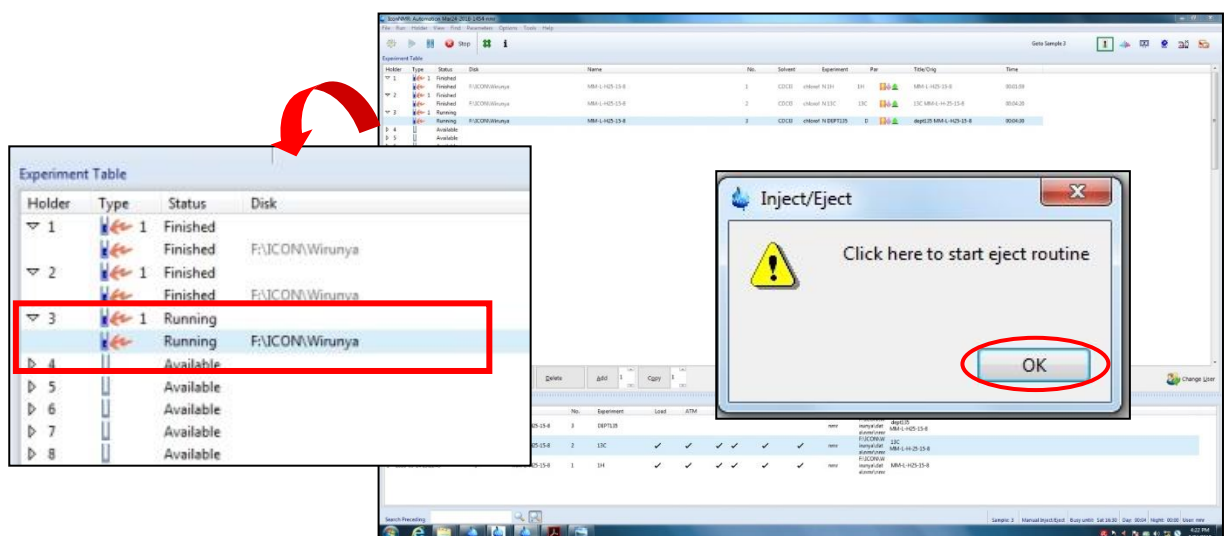
รูปที่ 4.63 แสดงหน้าจอใน column ของ Title/Orig

- เมื่อใส่ชื่อสารที่จะทำการวิเคราะห์แล้ว ให้คลิกที่คำว่า Set Title จะปรากฏหน้าจอ ดังรูปที่ 4.64 (ชื่อของสารตัวอย่างที่ใส่ในช่องของ Name กับ Title/Orig จะใช้ชื่อเดียวกันหรือคนละชื่อก็ได้)



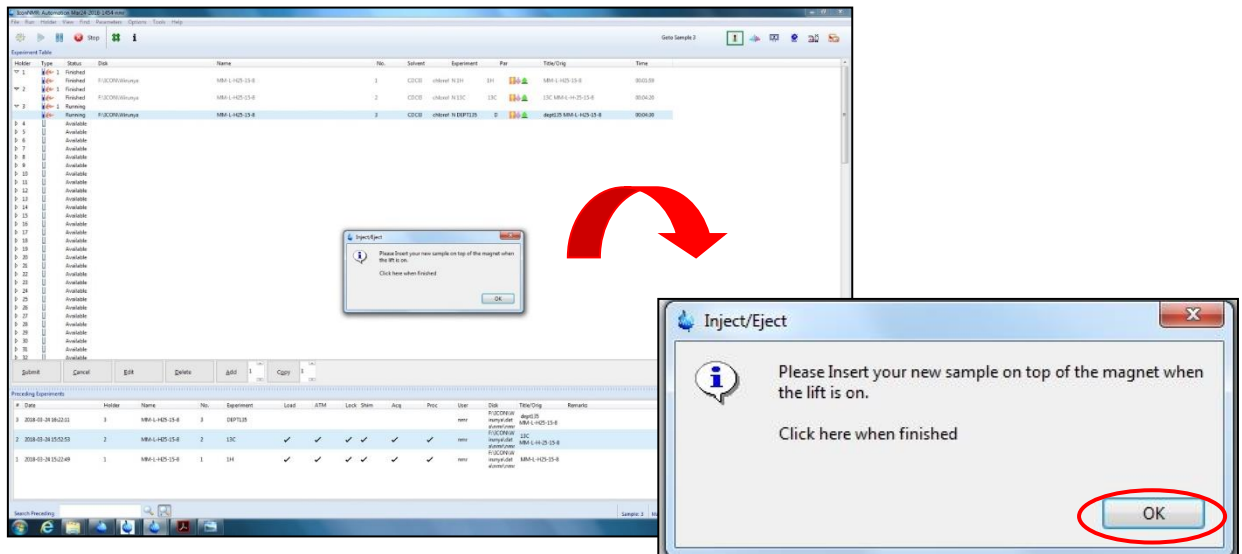
รูปที่ 4.64 แสดงหน้าจอเพื่อรอการ submit

- เมื่อกรอกข้อมูลครบถ้วนแล้วให้คลิกที่ปุ่ม submit จะสังเกตเห็นว่า Holder ที่ 3 ที่ผู้ใช้ได้ทำการ set ข้อมูลไว้ก่อนหน้านี้จะเปลี่ยน status จากคำว่า Available เป็น Running รอสักครู่จะปรากฏคำสั่งให้ click here to start eject routine ดังรูปที่ 4.65 ให้คลิก OK



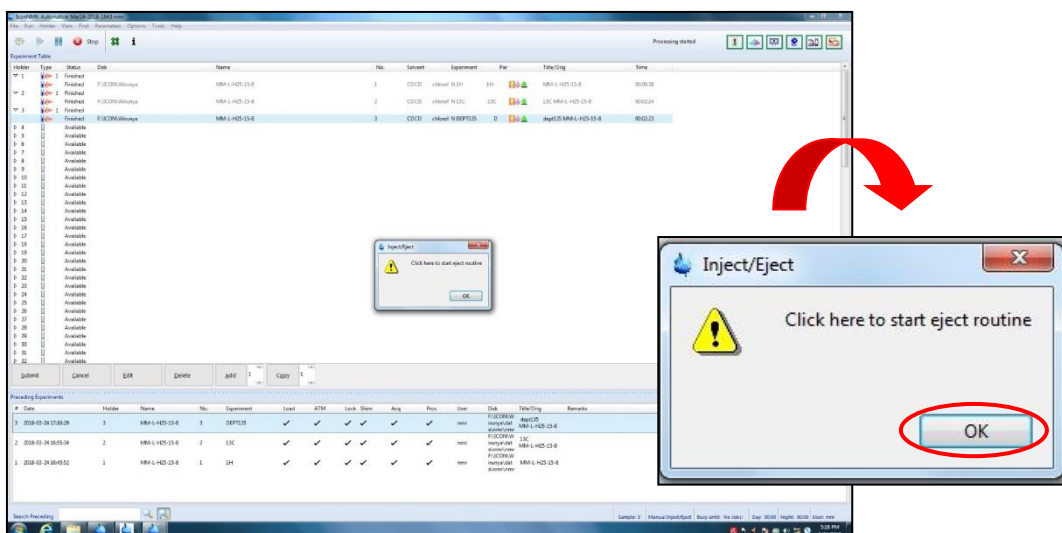
รูปที่ 4.65 แสดงหน้าจอการเปลี่ยน status และหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดลมสำหรับนำสารตัวอย่างใส่ลงใน Probe

- จากนั้นรอชักครู่จะได้ยินเสียงลมดังขึ้นจากเครื่อง NMR พร้อมทั้งปรากฏคำสั่ง Please Insert your new sample on top of the magnet when the lift is on. Click here when finished ดังรูปที่ 4.66



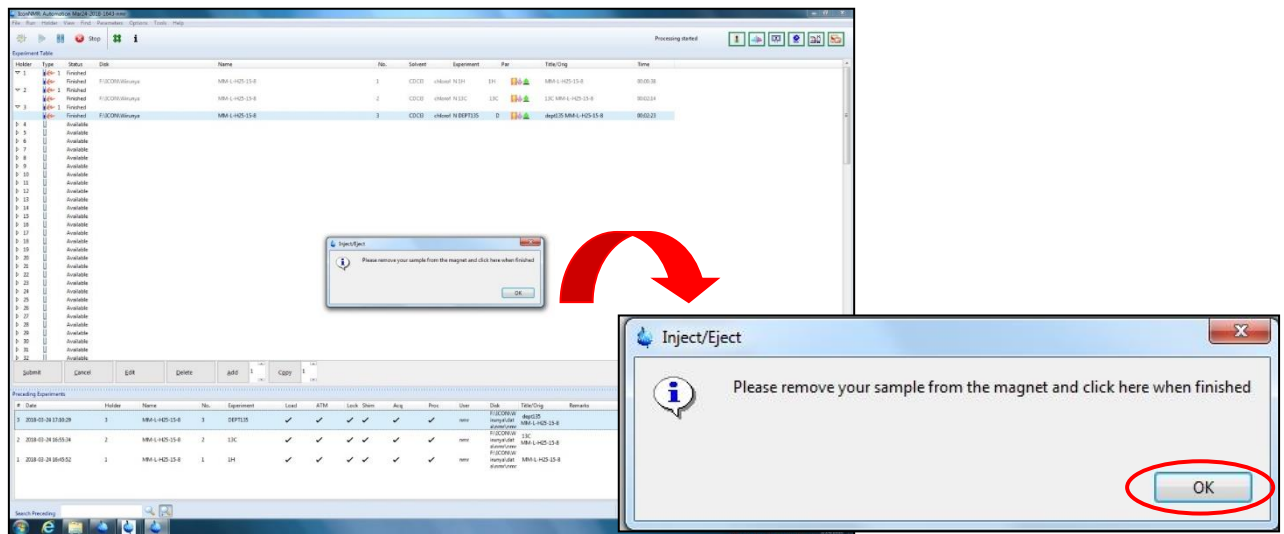
รูปที่ 4.66 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อทำการปิดลมให้สารตัวอย่างค่อยๆ ตกลงสู่ Probe

- เมื่อปรากฏคำสั่งนี้ขึ้นให้นำสารตัวอย่างใส่ลงใน Probe และคลิก OK เครื่องจะเริ่มทำการวิเคราะห์สารตัวอย่าง
- เมื่อทำการวิเคราะห์เสร็จสิ้นจึงสามารถนำสารตัวอย่างออกจากเครื่องได้โดยจะปรากฏคำสั่ง click here to start eject routine ดังรูปที่ 4.67 ให้คลิก OK



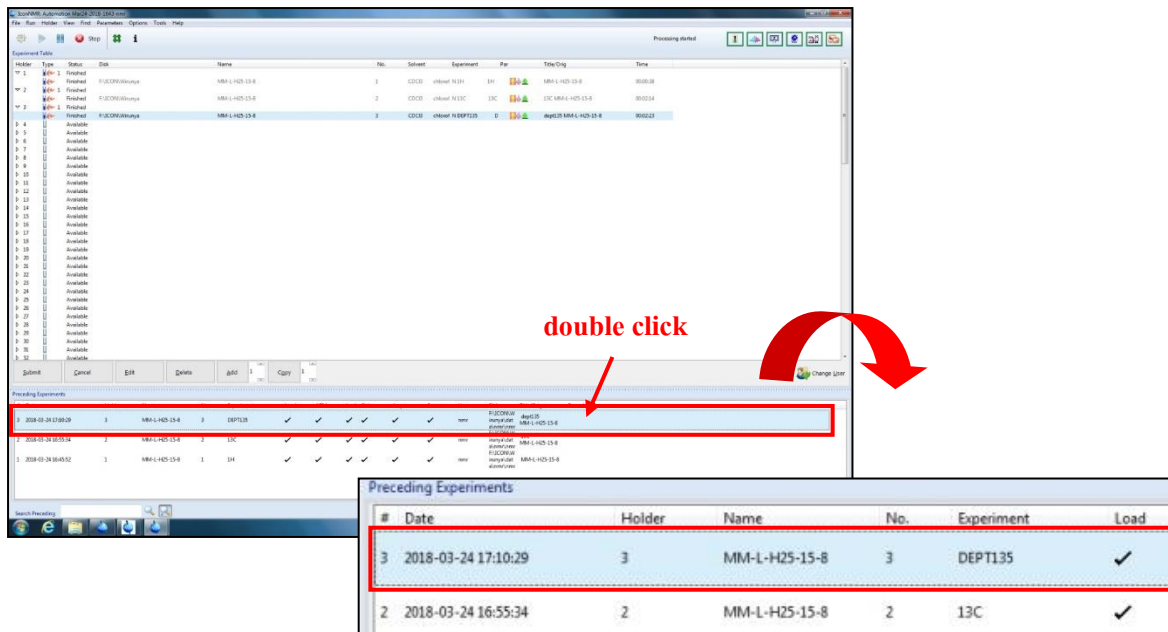
รูปที่ 4.67 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดลมสำหรับนำสารตัวอย่างออกจาก Probe

- รอสักครู่จะได้ยินเสียงลมดังขึ้นจากเครื่อง NMR พร้อมทั้งปรากฏคำสั่ง Please remove your sample from the magnet and click here when finished ดังรูปที่ 4.68



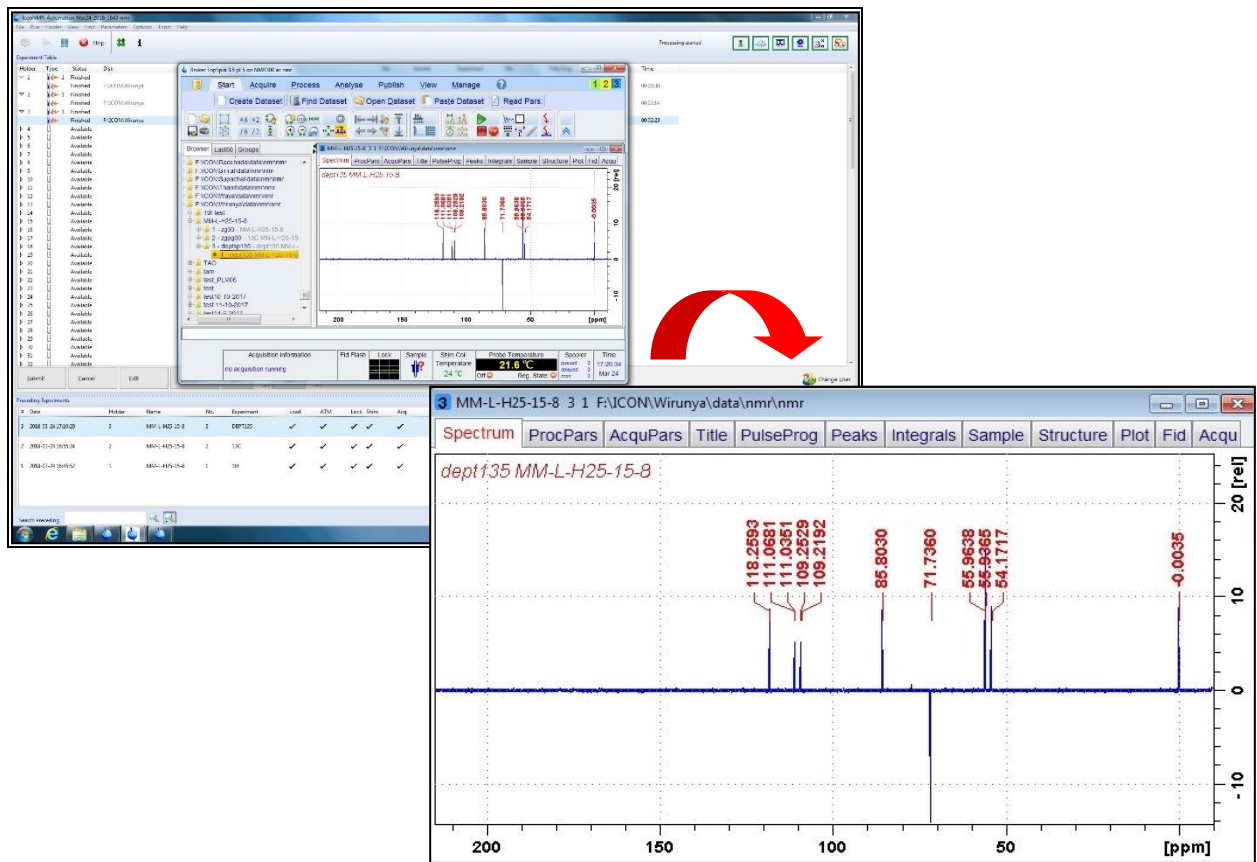
รูปที่ 4.68 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อปิดลมเมื่อทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างเสร็จสิ้น

- จากนั้นให้นำสารตัวอย่างออกจาก Probe เมื่อนำสารตัวอย่างออกจาก Probe แล้วคลิก OK เป็นการเสร็จสิ้นการวิเคราะห์สารตัวอย่าง ซึ่งสามารถขุด spectrum ที่วิเคราะห์เสร็จแล้วได้โดย double click ที่ Preceding Experiments โดยจะเลือก double click ที่ Holder ที่ 3 ดังรูปที่ 4.69



รูปที่ 4.69 แสดงหน้าจอ Preceding Experiments เพื่อเปิดดู spectrum ที่วิเคราะห์เสร็จแล้ว

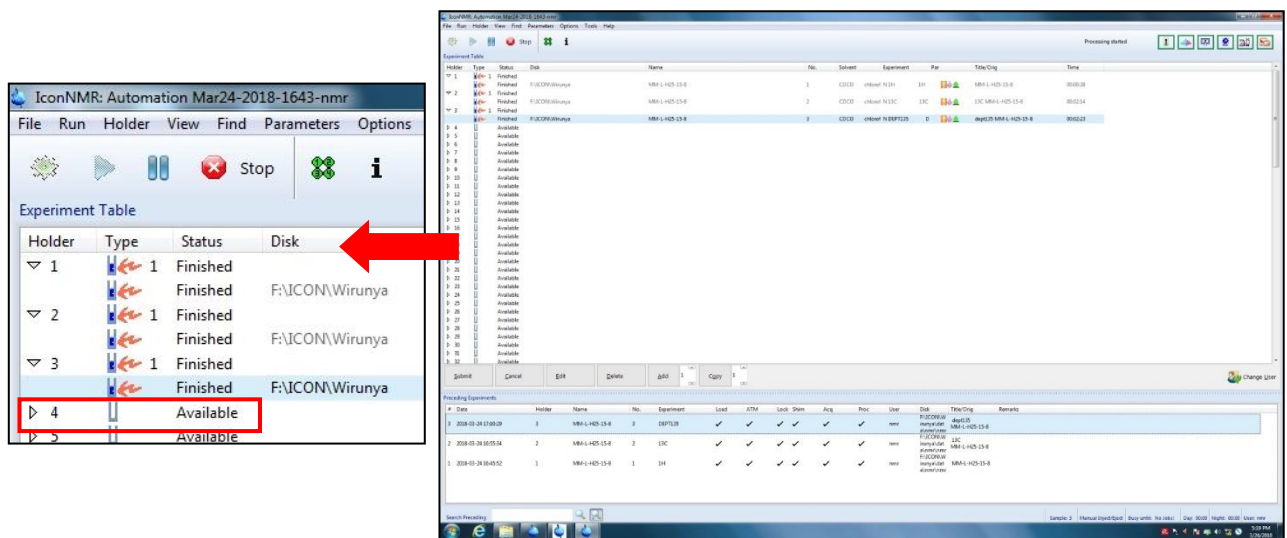
- เมื่อทำการ double click ที่ Preceding Experiments แล้วจะปรากฏ spectrum ดังรูปที่ 4.70



รูปที่ 4.70 หน้าจอแสดงผลของ DEPT135 NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์

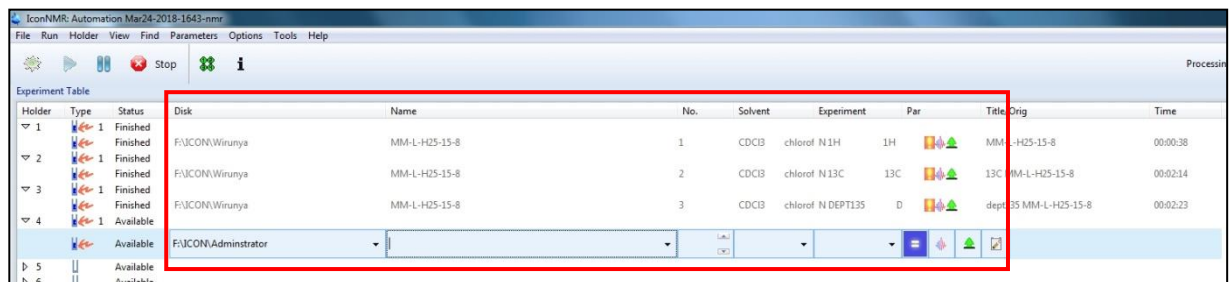
1.4 การวิเคราะห์ COSY NMR

- เปิดหน้าจอ IconNMR: Automation ดังรูปที่ 4.71



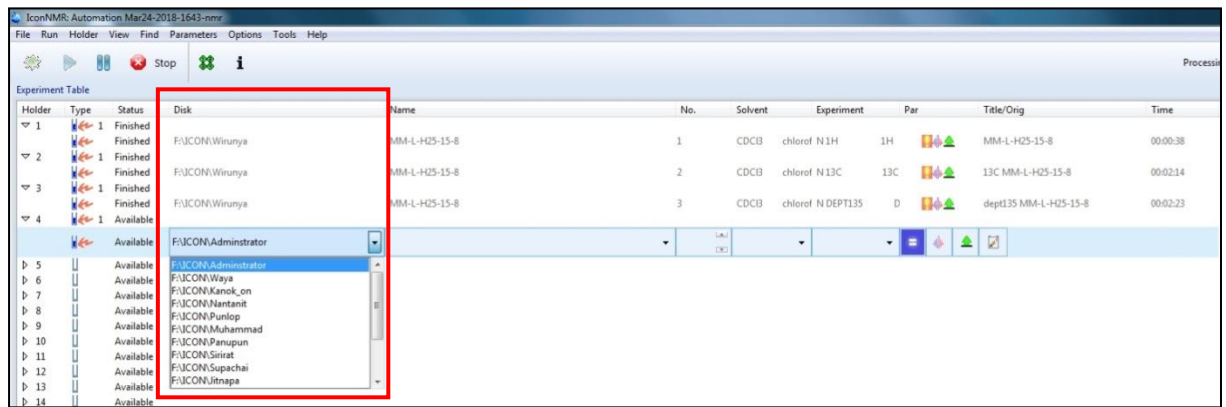
รูปที่ 4.71 แสดงหน้าจอ IconNMR: Automation

- ให้ double click ที่คำว่า Available ของ Holder ที่ 4 ▶ 4 Available จะปรากฏแถบสีฟ้า เพื่อให้กรอกข้อมูล Disk, Name, No., Solvent, Experiment, Par ดังรูปที่ 4.72



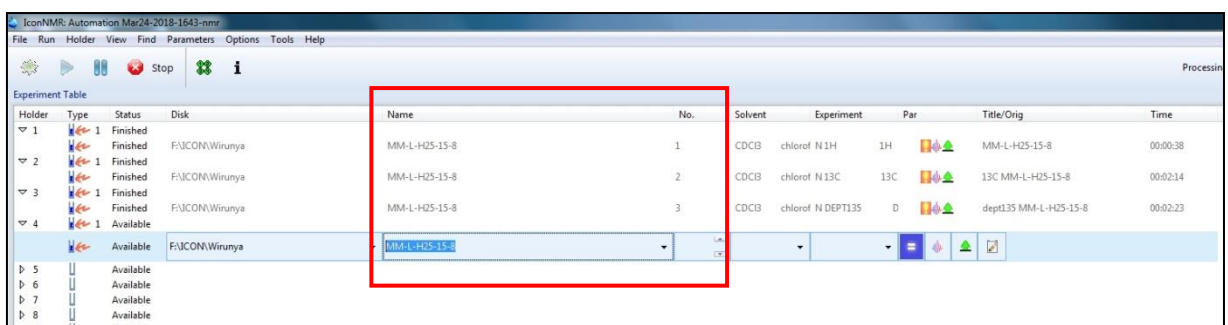
รูปที่ 4.72 แสดงหน้าจอเพื่อกรอกข้อมูล Disk, Name, No., Solvent, Experiment, Par

- จากรูปที่ 4.72 เลือก Disk โดยคลิกที่เครื่องหมาย ▼ ใน column ของ disk จะปรากฏชื่อของ user ดังรูปที่ 4.73



รูปที่ 4.73 แสดงหน้าจอใน column ของ Disk

- ให้คลิกเพื่อเลือกชื่อ user ที่จะทำการ save ข้อมูล
- จากนั้นใส่ชื่อของสารที่จะทำการวิเคราะห์ในช่อง Name และ Experiment number ในช่อง No. ดังรูปที่ 4.74



รูปที่ 4.74 แสดงหน้าจอในช่อง Name และ Experiment number ในช่อง No.

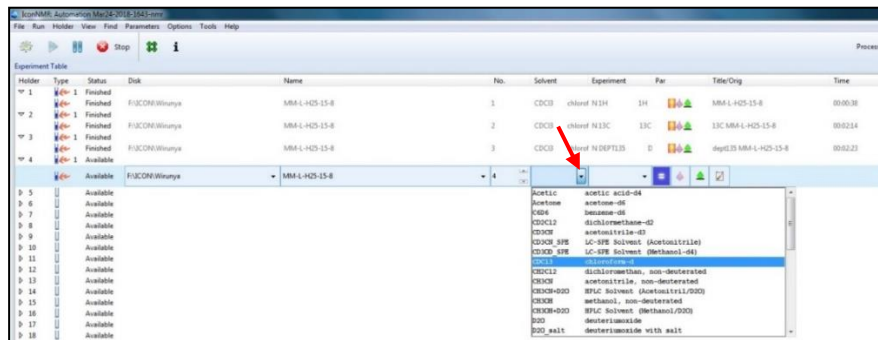
ข้อสังเกต ในกรณีที่ตั้งชื่อ Name ข้างเดิมกับสารที่เคยทำการวิเคราะห์มาก่อนหน้านี้แล้ว No. ที่ตั้งจะต้องเป็นตัวเลขใดก็ได้แต่ต้องไม่ใช่ตัวเลขเดิม ยกตัวอย่างเช่น

สารชื่อ MM-L-H25-15-8 No.1 run ^1H

MM-L-H25-15-8 No.2 run ^{13}C

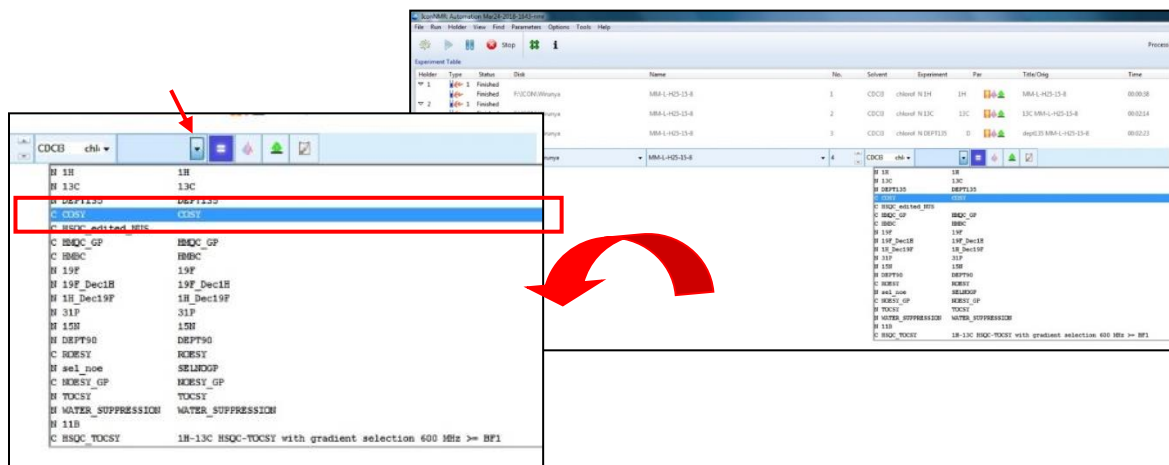
MM-L-H25-15-8 No.3 run DEPT135 เป็นต้น

- ลำดับต่อไป คลิกที่เครื่องหมาย  ใน column ของ solvent เพื่อเลือกตัวทำละลายที่ใช้ดังรูปที่ 4.75



รูปที่ 4.75 แสดงหน้าจอใน column ของ solvent

- เมื่อเลือกตัวทำละลายที่ใช้ได้แล้วจากนั้นให้คลิกที่เครื่องหมาย  ใน column ของ experiment เพื่อเลือกเทคนิคที่ต้องการจะวิเคราะห์ เช่น ^1H , ^{13}C , DEPT135, COSY, HMQC และ HMBC ในกรณีนี้ต้องการวิเคราะห์ COSY จึงคลิกเลือกที่ C COSY COSY ดังรูปที่ 4.76



รูปที่ 4.76 แสดงหน้าจอใน column ของ experiment

*** สำหรับการวิเคราะห์ COSY ซึ่งเป็น 2D NMR จะต้องใช้ฟิสิกของ ^1H เป็นตัวอ้างอิง ดังนั้นเมื่อคลิกเลือกที่ C COSY COSY แล้วจะปรากฏหน้าจอเป็น 2 experiment ใน Holder เดียวกัน คือ No.4 จะเป็นการ run ^1H และ No.5 จะเป็นการ run COSY ดังรูปที่ 4.77

Holder	Type	Status	Disk	Name	No.	Solvent	Experiment	Par	Title/Orig	Time
1	1	Finished	F:\CON\Winunya	MM-L-H25-15-8	1	CDCB	chlorof N1H	1H	MM-L-H25-15-8	00:00:38
2	1	Finished	F:\CON\Winunya	MM-L-H25-15-8	2	CDCB	chlorof N13C	13C	13C MM-L-H25-15-8	00:02:14
3	1	Finished	F:\CON\Winunya	MM-L-H25-15-8	3	CDCB	chlorof N DEPT135	D	dept135 MM-L-H25-15-8	00:02:23
4	2	Available	F:\CON\Winunya	MM-L-H25-15-8	4	CDCB	ch1	N1H	MM-L-H25-15-8	
5	2	Available	F:\CON\Winunya	MM-L-H25-15-8	5	CDCB	ch1	C COSY	MM-L-H25-15-8	

Name	No.	Solvent	Experiment
MM-L-H25-15-8	1	CDCB	chlorof N1H
MM-L-H25-15-8	2	CDCB	chlorof N13C
MM-L-H25-15-8	3	CDCB	chlorof N DEPT135
MM-L-H25-15-8	4	CDCB	ch1 N1H
MM-L-H25-15-8	5	CDCB	ch1 C COSY
MM-L-H25-15-8	4		

รูปที่ 4.77 แสดงหน้าจอของ 2 experiment คือ No.4 เป็นการ run ^1H และ No.5 เป็นการ run COSY

***หมายเหตุ เนื่องจากตั้งค่า experiment number (No.) ของการ run COSY ไว้ที่ No.4

***ผู้ทำการวิเคราะห์สามารถเปลี่ยนค่า Parameter ต่างๆ ที่ต้องการใช้ในการวิเคราะห์ได้ โดยการคลิกที่เครื่องหมาย  ใน column ของ Par จะปรากฏค่าตัวแปรต่างๆ ดังรูปที่ 4.78

Parameter	Value	Description
NS	8	Number of scans
D1	2	Delays
TD	2048	Size of fid
O1P	9.000 [ppm]	Transmitter frequency offset
1TD	256	Size of fid (F1)
SPOFFS2	0	Frequency offset of shaped pulse
D7	0	Delays inversion recovery time
D8	0	Delays mixing time NOE
D9	0	Delays TOCSY

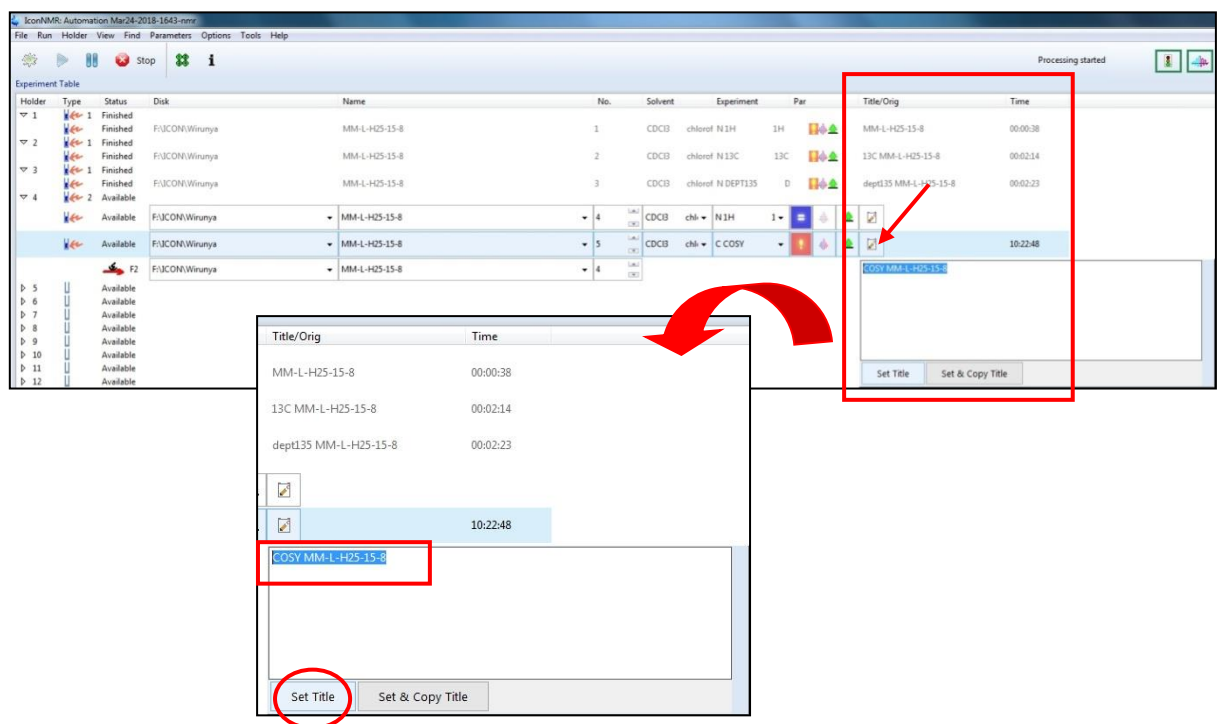
รูปที่ 4.78 แสดงหน้าจอใน column ของ Parameter

- เมื่อเปลี่ยนค่าตัวแปรที่ต้องการเรียบร้อยแล้วให้คลิกที่คำว่า OK

ข้อสังเกต สำหรับ No.4 ซึ่งเป็นการ run ^1H ที่ใช้ในการอ้างอิงจะไม่ทำการเปลี่ยนแปลง parameter ใดๆ แต่จะเปลี่ยน parameter ของ No.5 ซึ่งเป็นการ run COSY เท่านั้น

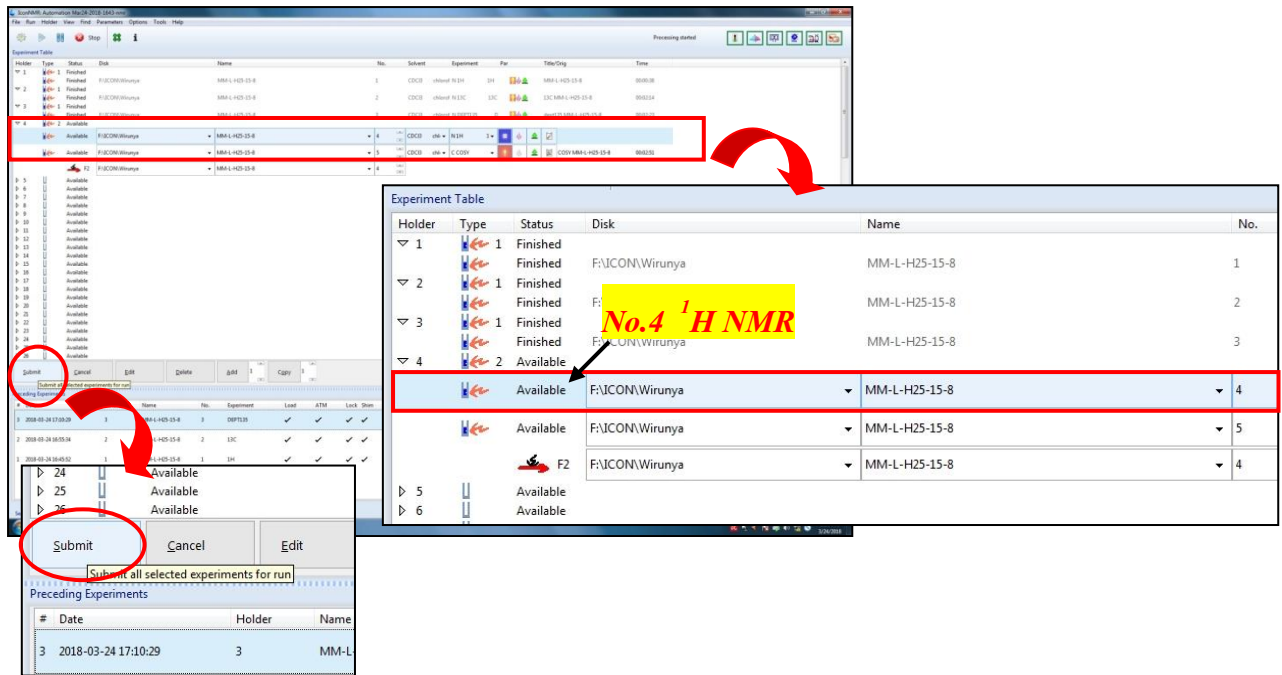
ในกรณีที่วิเคราะห์สารที่มีปริมาณ < 30 mg หรือต้องการเพิ่ม intensity ของ spectrum สามารถเพิ่มจำนวน scan (Number of scans: NS) ได้ โดย NS ที่เปลี่ยนจะต้องเป็นตัวเลขที่หารด้วย 8 ลงตัว เช่น 8, 16, 32, 48 และ 64 เป็นต้น (ค่า default ของเครื่องกำหนดเริ่มต้นที่ 8)

- จากนั้นให้คลิกที่เครื่องหมาย  ใน column ของ Title/Orig เพื่อใส่ชื่อของสารตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์ดังรูปที่ 4.78



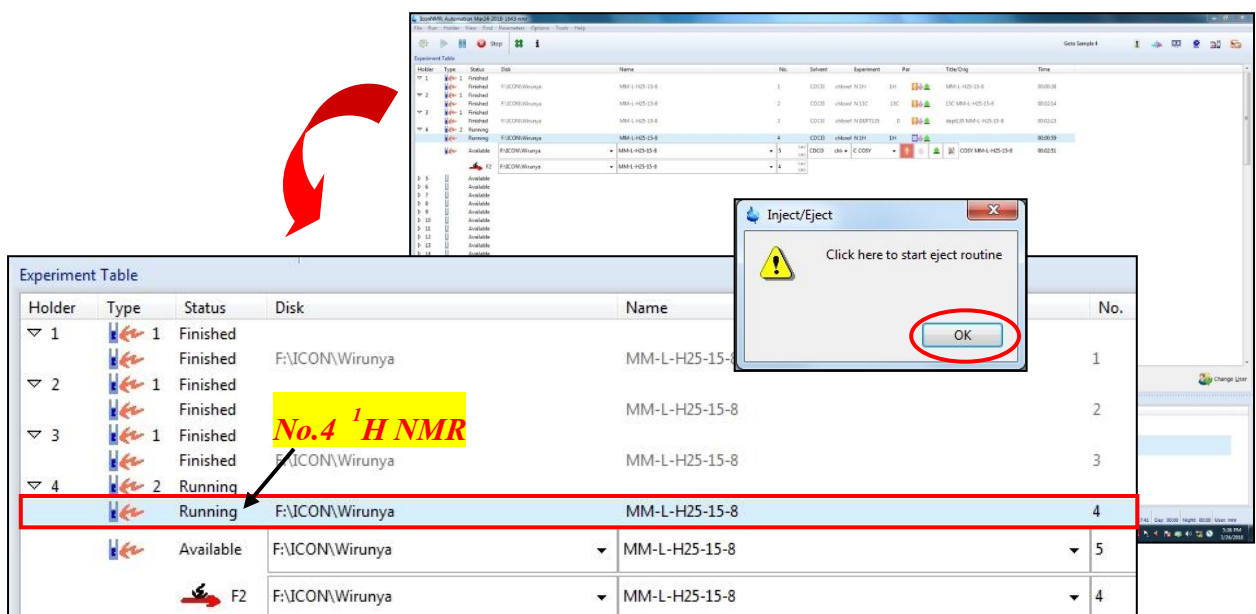
รูปที่ 4.79 แสดงหน้าจอใน column ของ Title/Orig

- เมื่อใส่ชื่อสารที่จะทำการวิเคราะห์แล้ว ให้คลิกที่คำว่า Set Title จะปรากฏหน้าจอ ดังรูปที่ 4.80 (ชื่อของสารตัวอย่างที่ใส่ในช่องของ Name กับ Title/Orig จะใช้ชื่อเดียวกันหรือคนละชื่อก็ได้)



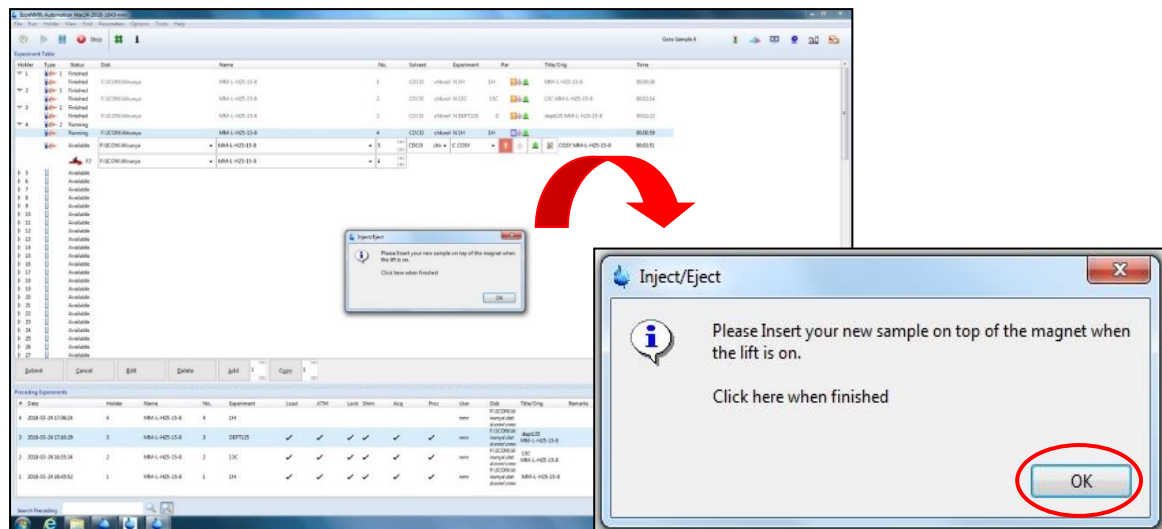
รูปที่ 4.80 แสดงหน้าจอเพื่อรอการ submit ของ No.4 ¹H NMR

- เมื่อกรอกข้อมูลครบถ้วนแล้วให้คลิกเลือกที่ No.4 ซึ่งเป็นการ run ¹H โดยจะเห็นเป็นแถบสีฟ้าเกิดขึ้น จากนั้นให้คลิกที่ปุ่ม submit จะสังเกตเห็นว่า No.4 ซึ่งเป็นการ run ¹H ที่ผู้ใช้ได้ทำการ set ข้อมูลไว้ก่อนหน้านี้จะเปลี่ยน status จากคำว่า Available เป็น Running รอสักครู่จะปรากฏคำสั่งให้ click here to start eject routine ดังรูปที่ 4.81 ให้คลิก OK



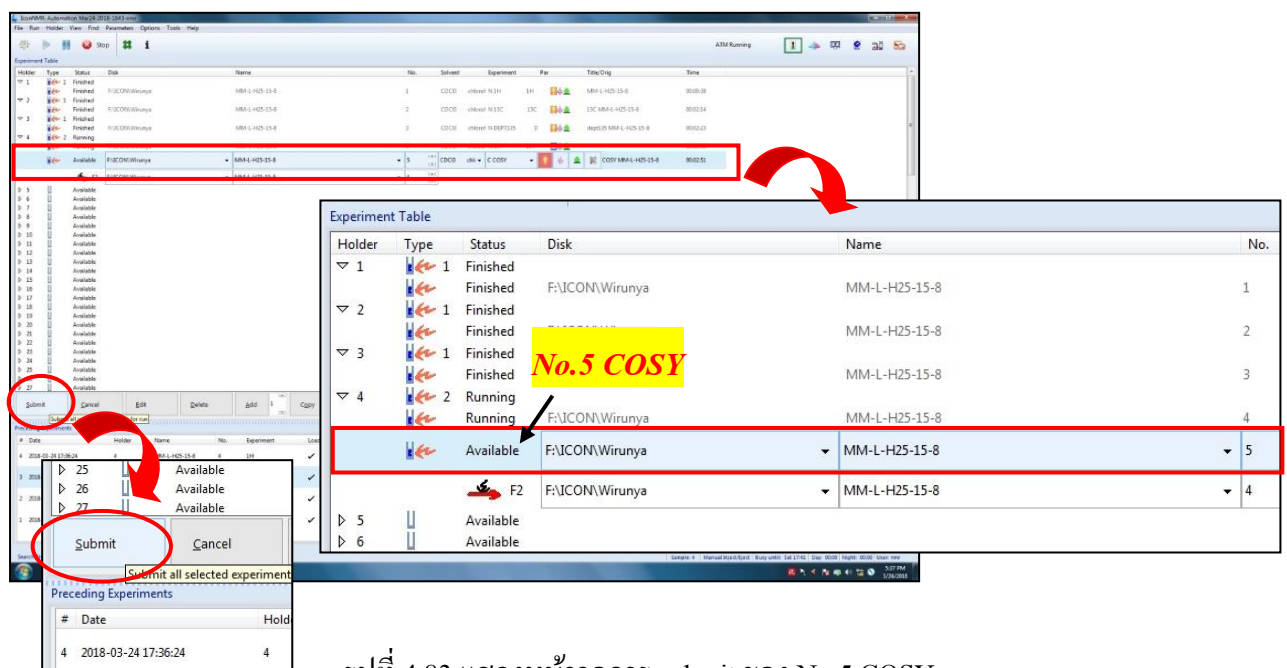
รูปที่ 4.81 แสดงหน้าจอการเปลี่ยน status และหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดลมสำหรับนำสารตัวอย่างใส่ลงใน Probe

- จากนั้นรอชักครู่จะได้ยินเสียงลมดังขึ้นจากเครื่อง NMR พร้อมทั้งปรากฏคำสั่ง Please Insert your new sample on top of the magnet when the lift is on. Click here when finished ดังรูปที่ 4.82



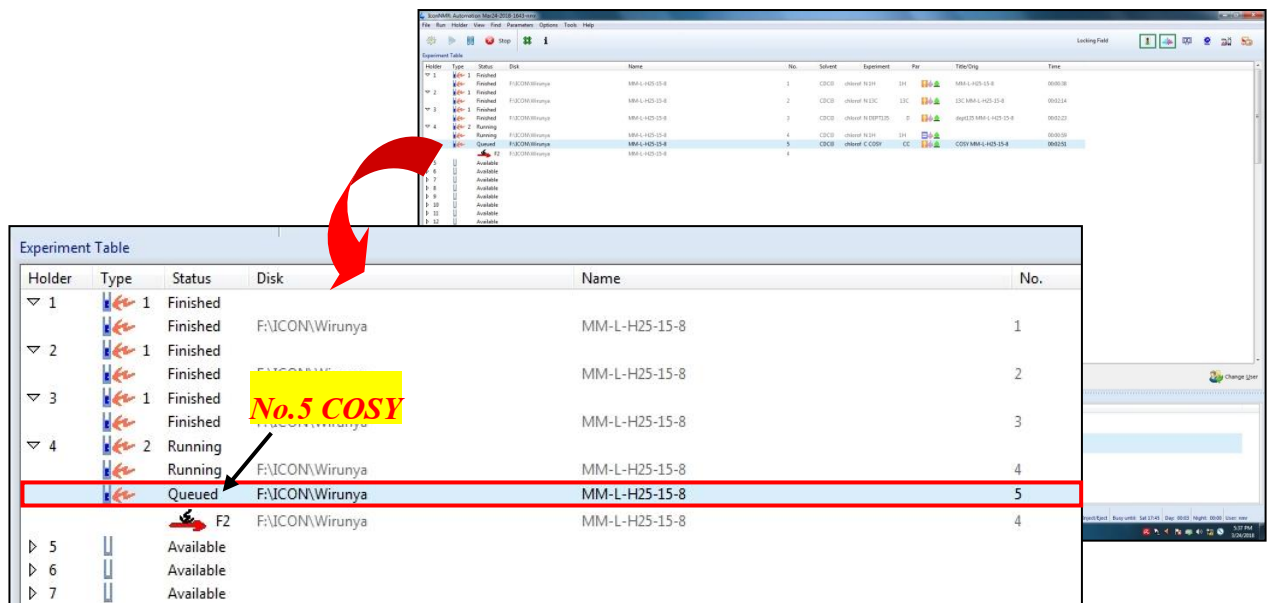
รูปที่ 4.82 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อทำการปิดลมให้สารตัวอย่างค่อยๆ ตกลงสู่ Probe

- เมื่อปรากฏคำสั่งนี้ขึ้นให้นำสารตัวอย่างใส่ลงใน Probe และคลิก OK เครื่องจะเริ่มทำการวิเคราะห์สารตัวอย่าง
- จากนั้นให้คลิกเลือกที่ No.5 ซึ่งเป็นการ run COSY โดยจะเห็นเป็นแถบสีฟ้าเกิดขึ้น จากนั้นให้คลิกที่ปุ่ม submit ดังรูปที่ 4.83



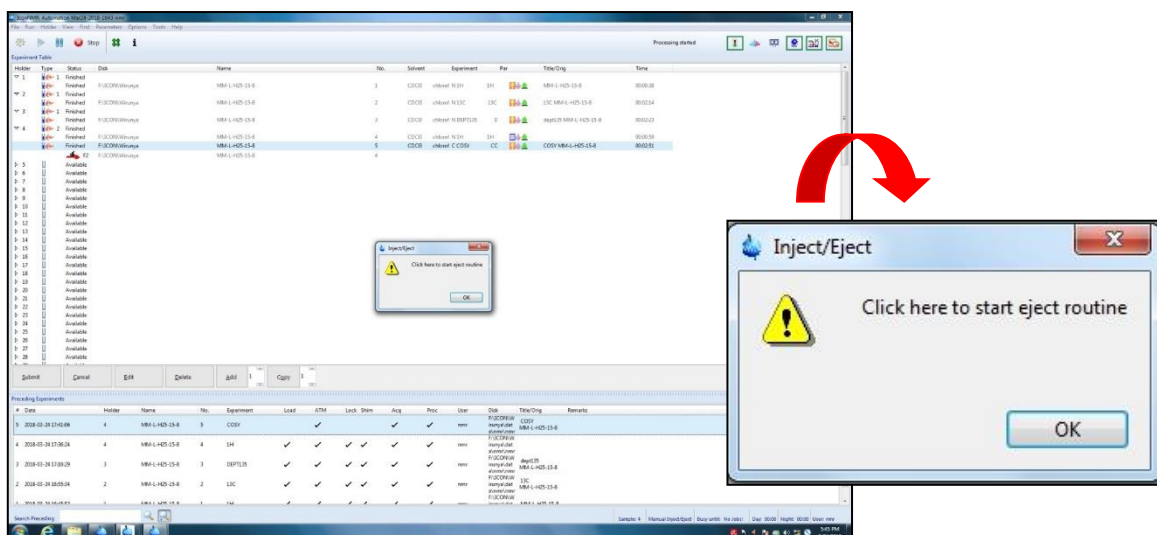
รูปที่ 4.83 แสดงหน้าจอการ submit ของ No.5 COSY

*** จะสังเกตเห็นว่า No.5 ซึ่งเป็นการ run COSY ที่ผู้ใช้ได้ทำการ set ข้อมูลไว้ก่อนหน้านี้จะเปลี่ยน status จากคำว่า Available เป็น Queued ดังรูปที่ 4.84



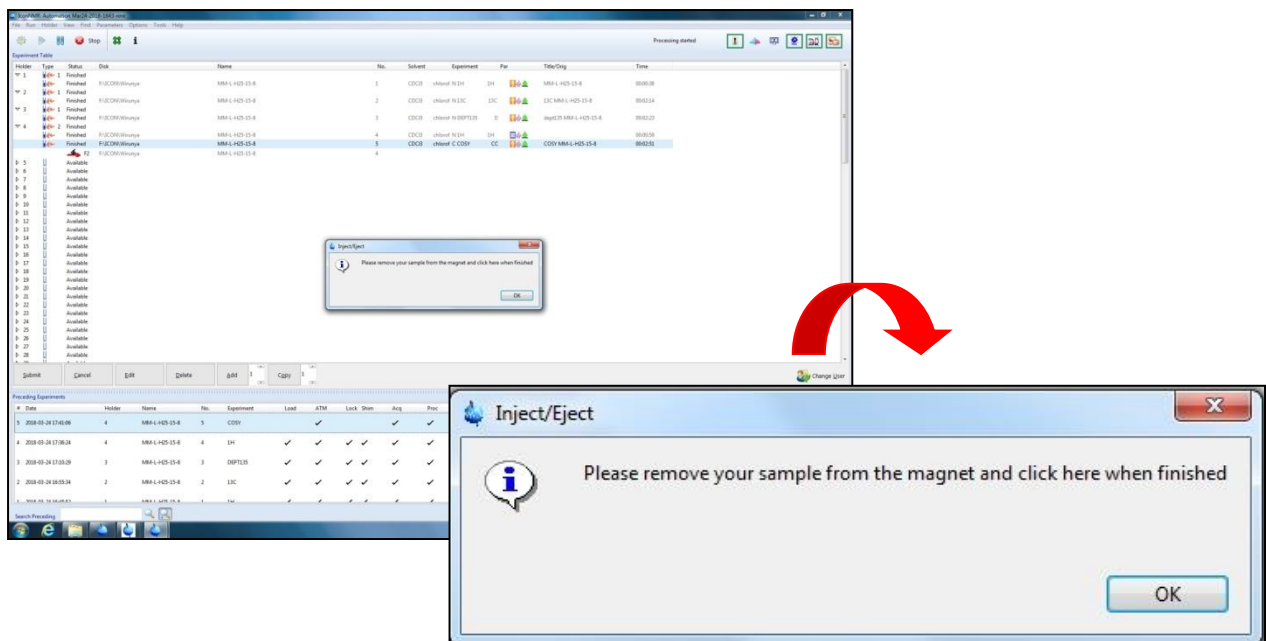
รูปที่ 4.84 แสดงหน้าจอการเปลี่ยน status จากคำว่า Available เป็น Queued ของ No.5 COSY

- รอนจนกระทั่งเครื่องทำการวิเคราะห์เสร็จสิ้นจึงสามารถนำสารตัวอย่างออกจากเครื่องได้โดยจะปรากฏคำสั่ง click here to start eject routine ดังรูปที่ 4.85 ให้คลิก OK



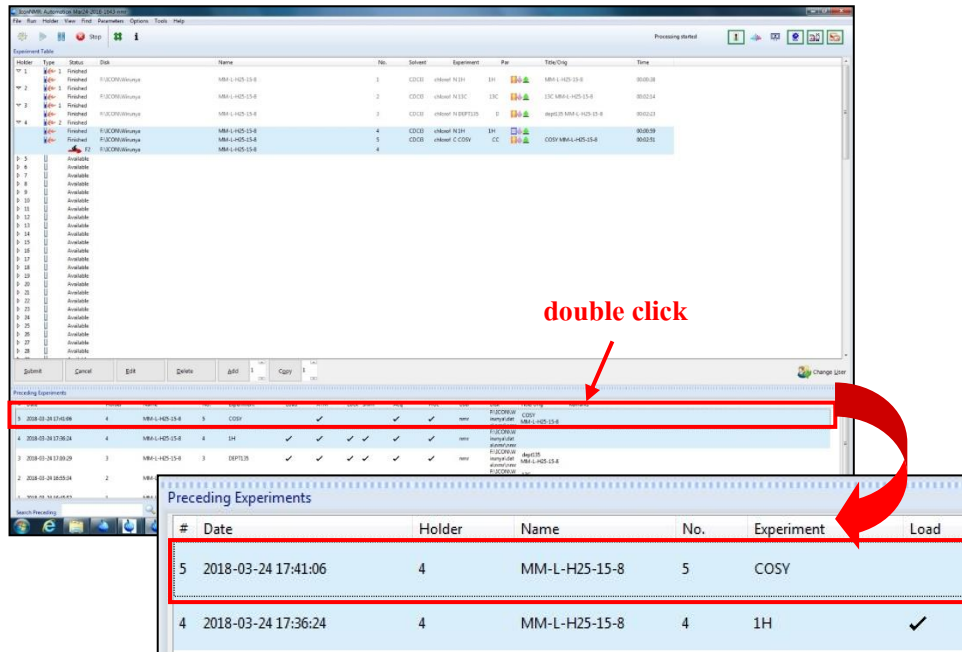
รูปที่ 4.85 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดลมสำหรับนำสารตัวอย่างออกจาก Probe

- จากนั้นรอสักครู่จะได้ยินเสียงลมดังขึ้นจากเครื่อง NMR พร้อมทั้งปรากฏคำสั่ง Please remove your sample from the magnet and click here when finished ดังรูปที่ 4.86



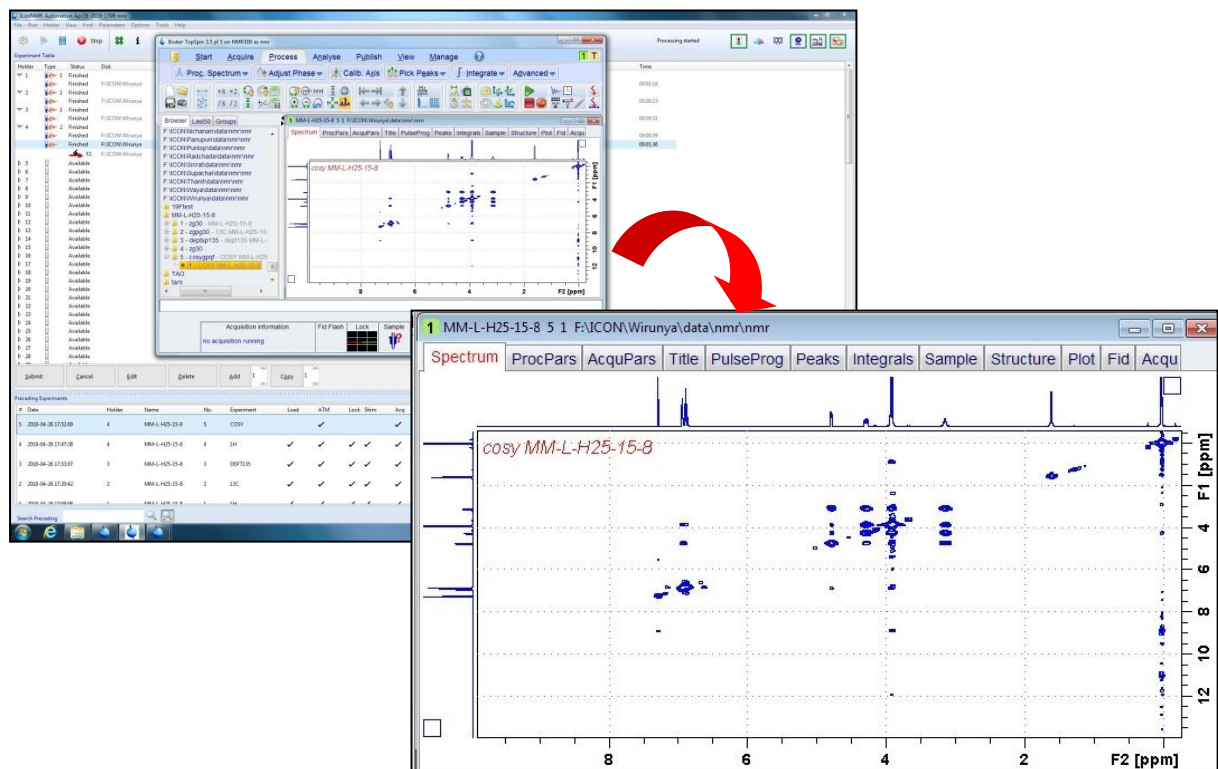
รูปที่ 4.86 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อปิดลมเมื่อทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างเสร็จสิ้น

- จากนั้นให้นำสารตัวอย่างออกจาก Probe เมื่อนำสารตัวอย่างออกจาก Probe แล้วคลิก OK เป็นการเสร็จสิ้นการวิเคราะห์สารตัวอย่าง และสามารถขอ spectrum ที่วิเคราะห์เสร็จแล้วได้โดย double click ที่ Preceding Experiments โดยจะเลือก double click ที่ Holder ที่ 4 No.5 COSY ดังรูปที่ 4.87



รูปที่ 4.87 แสดงหน้าจอ Preceding Experiments เพื่อเปิดดู spectrum ที่วิเคราะห์เสร็จแล้ว

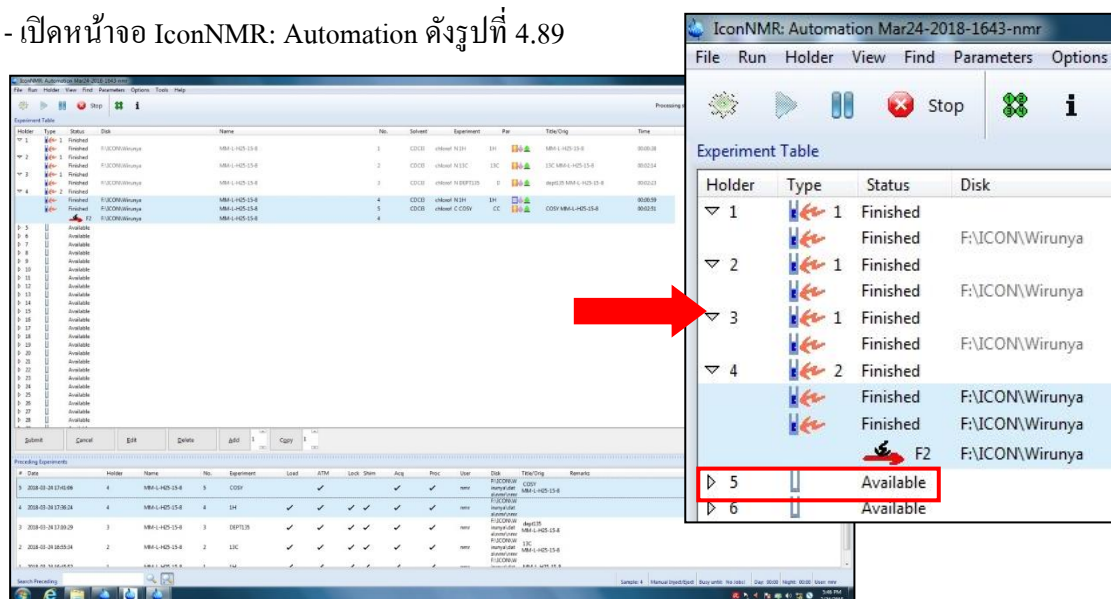
- เมื่อทำการ double click ที่ Preceding Experiments แล้วจะปรากฏ spectrum ดังรูปที่ 4.88



รูปที่ 4.88 หน้าจอแสดงผลของ COSY NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์

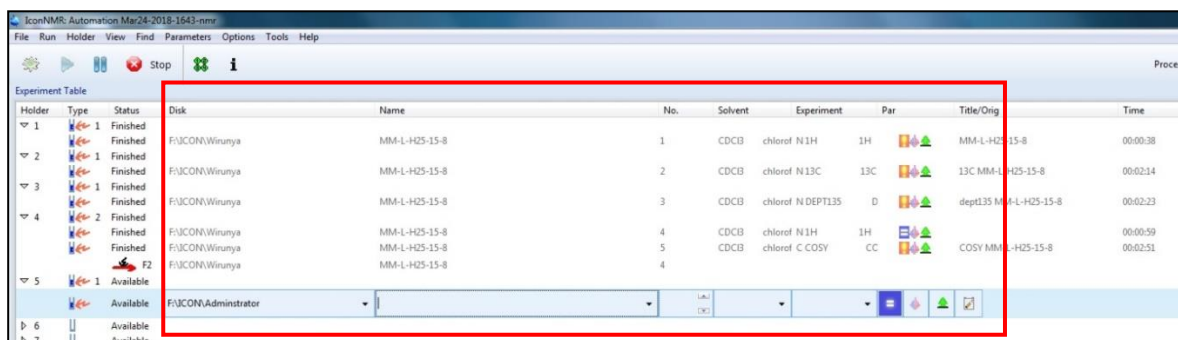
1.5 การวิเคราะห์ HMQC NMR

- เปิดหน้าจอ IconNMR: Automation ดังรูปที่ 4.89



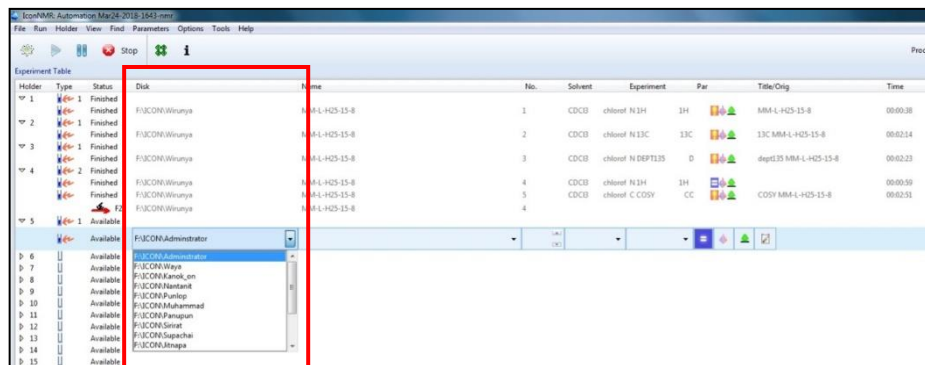
รูปที่ 4.89 แสดงหน้าจอ IconNMR: Automation

- ให้ double click ที่คำว่า Available ของ Holder ที่ 5 ▷ 5 Available จะปรากฏแถบสีฟ้าเพื่อให้กรอกข้อมูล Disk, Name, No., Solvent, Experiment, Par ดังรูปที่ 4.90



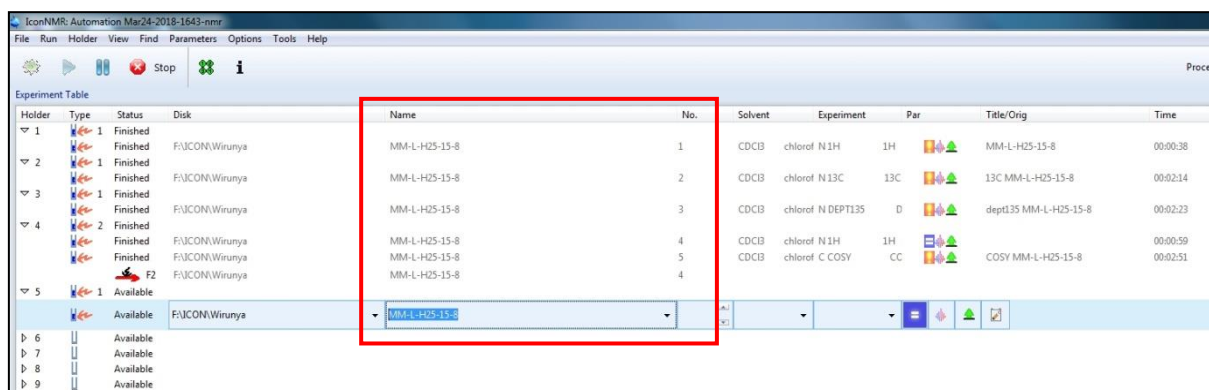
รูปที่ 4.90 แสดงหน้าจอเพื่อกรอกข้อมูล Disk, Name, No., Solvent, Experiment, Par

- จากรูปที่ 4.90 เลือก Disk โดยคลิกที่เครื่องหมาย ▼ ใน column ของ disk จะปรากฏชื่อของ user ดังรูปที่ 4.91



รูปที่ 4.91 แสดงหน้าจอใน column ของ Disk

- ให้คลิกเพื่อเลือกชื่อ user ที่จะทำการ save ข้อมูล
- จากนั้นใส่ชื่อของสารที่จะทำการวิเคราะห์ในช่อง Name และ Experiment number ในช่อง No. ดังรูปที่ 4.92



รูปที่ 4.92 แสดงหน้าจอในช่อง Name และ Experiment number ในช่อง No.

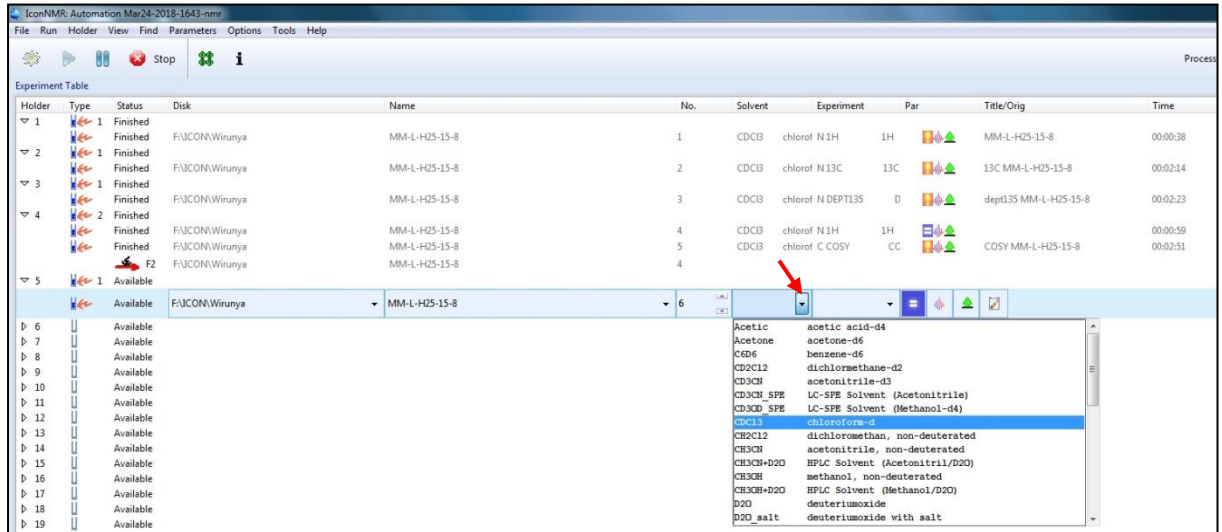
ข้อสังเกต ในกรณีที่ตั้งชื่อ Name ซ้ำเดิมกับสารที่เคยทำการวิเคราะห์มาก่อนหน้านี้แล้ว No. ที่ตั้งจะต้องเป็นตัวเลขใดก็ได้แต่ต้องไม่ใช่ตัวเลขเดิม ยกตัวอย่างเช่น

สารชื่อ MM-L-H25-15-8 No.1 run ^1H

MM-L-H25-15-8 No.2 run ^{13}C

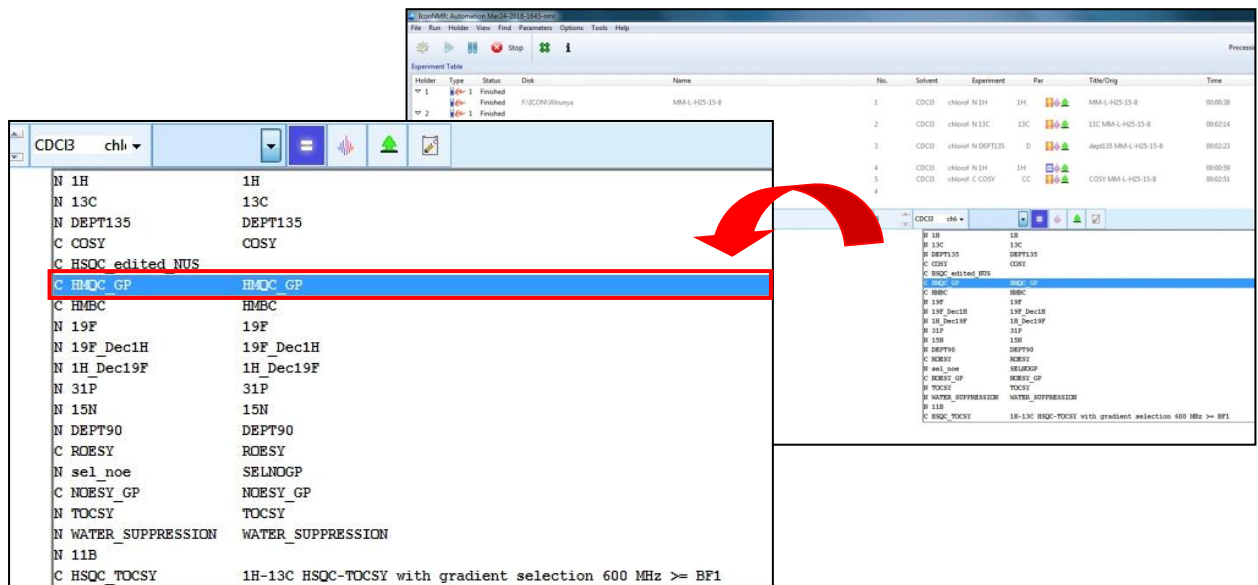
MM-L-H25-15-8 No.3 run DEPT135 เป็นต้น

- ลำดับต่อไป คลิกที่เครื่องหมาย  ใน column ของ solvent เพื่อเลือกตัวทำละลายที่ใช้ดังรูปที่ 4.93



รูปที่ 4.93 แสดงหน้าจอใน column ของ solvent

- เมื่อเลือกตัวทำละลายที่ใช้ได้แล้วจากนั้นให้คลิกที่เครื่องหมาย  ใน column ของ experiment เพื่อเลือกเทคนิคที่ต้องการจะวิเคราะห์ เช่น ^1H , ^{13}C , DEPT135, COSY, HMQC และ HMBC ในกรณีนี้ต้องการวิเคราะห์ HMQC จึงคลิกเลือกที่ C HMQC_GP HMQC_GP ดังรูปที่ 4.94



รูปที่ 4.94 แสดงหน้าจอใน column ของ experiment

- *** สำหรับการวิเคราะห์ HMQC ซึ่งเป็น 2D NMR จะต้องใช้ฟลักของ ^1H เป็นตัวอ้างอิง ดังนั้นเมื่อคลิกเลือกที่ C HMQC_GP HMQC_GP แล้วจะปรากฏหน้าจอเป็น 2 experiment ใน Holder เดียวกัน คือ No.6 จะเป็นการ run ^1H และ No.7 จะเป็นการ run HMQC ดังรูปที่ 4.95

IconNMR Automation Mar24-2018-1643-nmr

File Run Holder View Find Parameters Options Tools Help

Experiment Table

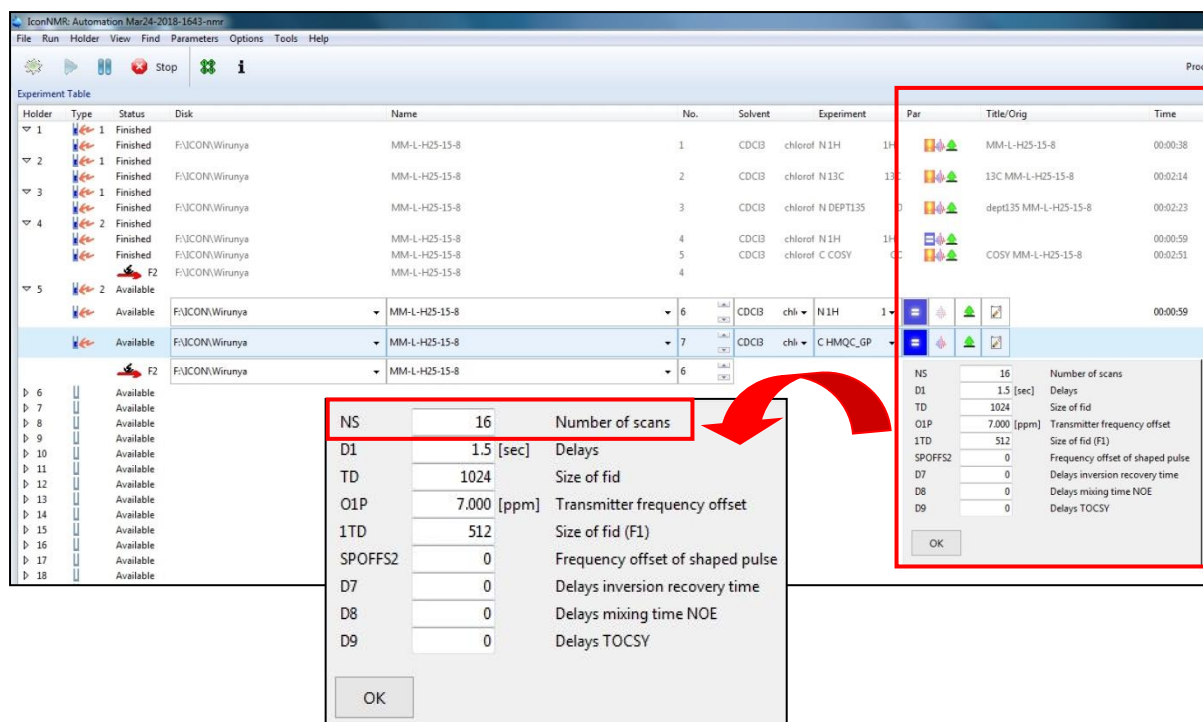
Holder	Type	Status	Disk	Name	No.	Solvent	Experiment	Par	Title/Orig	Time
1	1	Finished	F:\JCON\Wirunya	MM-L-H25-15-8	1	CDCl3	chlorof N1H	1H	MM-L-H25-15-8	00:00:38
2	1	Finished	F:\JCON\Wirunya	MM-L-H25-15-8	2	CDCl3	chlorof N13C	13C	13C MM-L-H25-15-8	00:02:14
3	1	Finished	F:\JCON\Wirunya	MM-L-H25-15-8	3	CDCl3	chlorof N DEPT135	D	dept135 MM-L-H25-15-8	00:02:23
4	2	Finished	F:\JCON\Wirunya	MM-L-H25-15-8	4	CDCl3	chlorof N1H	1H	COSY MM-L-H25-15-8	00:00:59
5	2	Available	F:\JCON\Wirunya	MM-L-H25-15-8	6	CDCl3	chl N1H	1		00:00:59
6	2	Available	F:\JCON\Wirunya	MM-L-H25-15-8	7	CDCl3	chl C HMQC_GP			
7	2	Available	F:\JCON\Wirunya	MM-L-H25-15-8	6					

Name	No.	Solvent	Experiment
MM-L-H25-15-8	1	CDCl3	chlorof N1H
MM-L-H25-15-8	2	CDCl3	chlorof N13C
MM-L-H25-15-8	3	CDCl3	chlorof N DEPT135
MM-L-H25-15-8	4	CDCl3	chlorof N1H
MM-L-H25-15-8	5	CDCl3	chlorof C COSY
MM-L-H25-15-8	4		
MM-L-H25-15-8	6	CDCl3	chl N1H
MM-L-H25-15-8	7	CDCl3	chl C HMQC_GP
MM-L-H25-15-8	6		

รูปที่ 4.95 แสดงหน้าจอของ 2 experiment คือ No.6 เป็นการ run ^1H และ No.7 เป็นการ run HMQC

***หมายเหตุ เนื่องจากตั้งค่า *experiment number (No.)* ของการ run HMQC ไว้ที่ No.6

*** ผู้ทำการวิเคราะห์สามารถเปลี่ยนค่า Parameter ต่างๆ ที่ต้องการใช้ในการวิเคราะห์ได้ โดยการคลิกที่เครื่องหมาย  ใน column ของ Par จะปรากฏค่าตัวแปรต่างๆ ดังรูปที่ 4.96



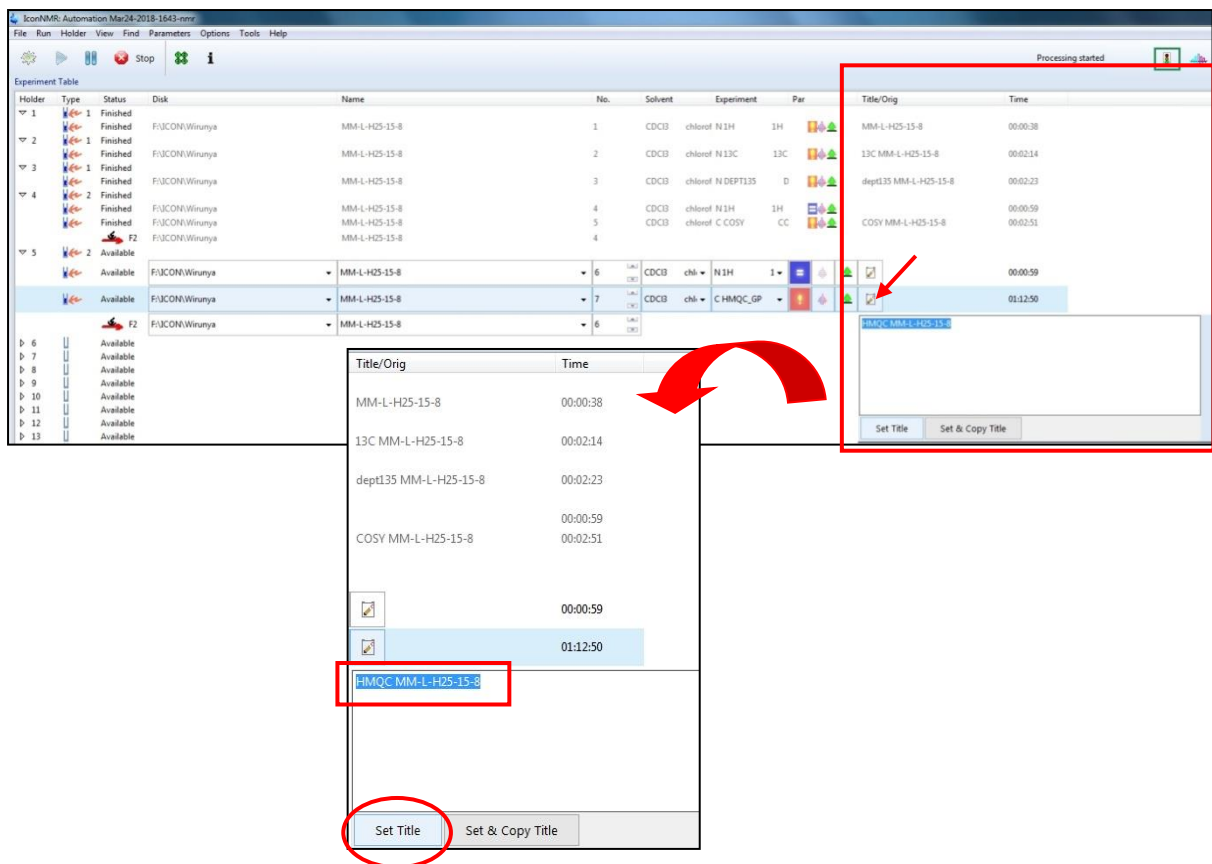
รูปที่ 4.96 แสดงหน้าจอใน column ของ Parameter

- เมื่อเปลี่ยนค่าตัวแปรที่ต้องการเรียบร้อยแล้วให้คลิกที่คำว่า OK

ข้อสังเกต สำหรับ No.6 ซึ่งเป็นการ run ^1H ที่ใช้ในการอ้างอิงจะไม่ทำการเปลี่ยนแปลง parameter ใดๆ แต่จะเปลี่ยน parameter ของ No.7 ซึ่งเป็นการ run HMQC เท่านั้น

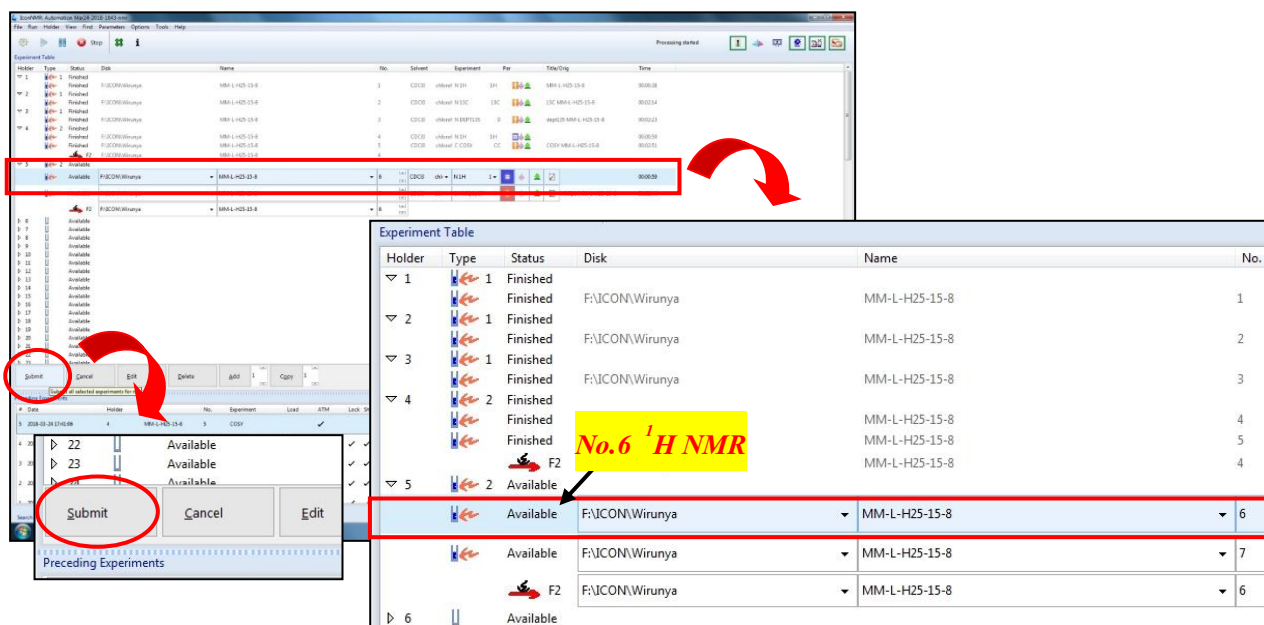
ในกรณีที่วิเคราะห์สารที่มีปริมาณ < 30 mg หรือต้องการเพิ่ม intensity ของ spectrum สามารถเพิ่มจำนวน scan (Number of scans: NS) ได้ โดย NS ที่เปลี่ยนจะต้องเป็นตัวเลขที่หารด้วย 8 ลงตัว เช่น 8, 16, 32, 48 และ 64 เป็นต้น (ค่า default ของเครื่องกำหนดเริ่มต้นที่ 16)

- จากนั้นให้คลิกที่เครื่องหมาย  ใน column ของ Title/Orig เพื่อใส่ชื่อของสารตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์ดังรูปที่ 4.97



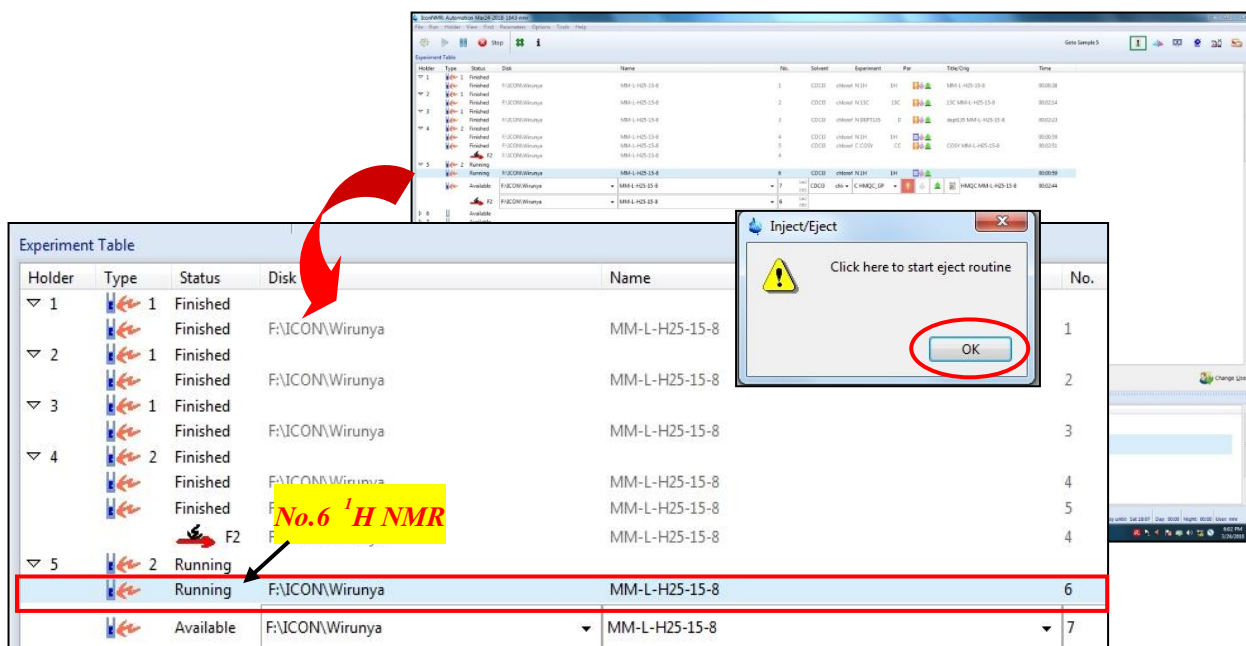
รูปที่ 4.97 แสดงหน้าจอใน column ของ Title/Orig

- เมื่อใส่ชื่อสารที่จะทำการวิเคราะห์แล้ว ให้คลิกที่คำว่า Set Title จะปรากฏหน้าจอ ดังรูปที่ 4.98 (ชื่อของสารตัวอย่างที่ใส่ในช่องของ Name กับ Title/Orig จะใช้ชื่อเดียวกันหรือคนละชื่อก็ได้)



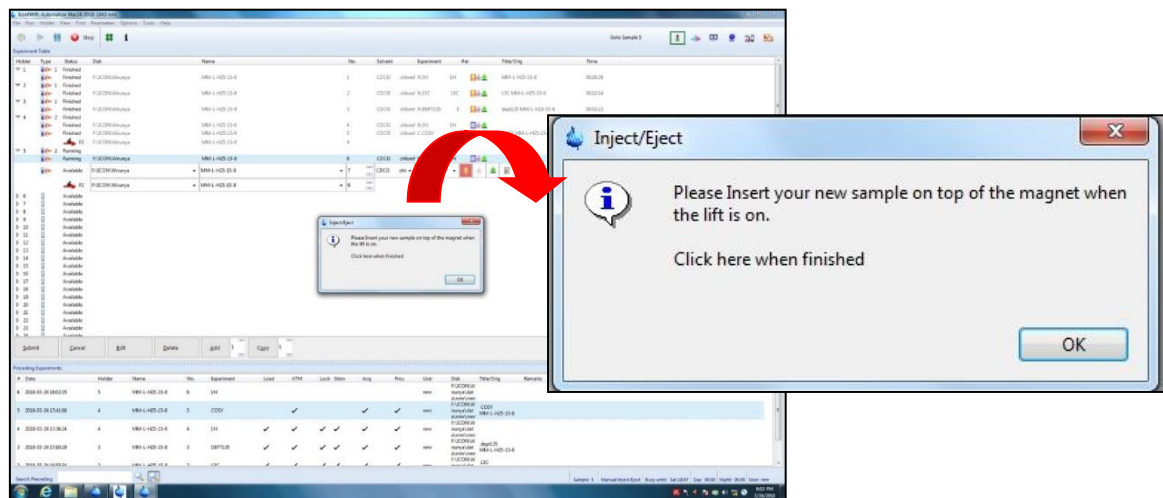
รูปที่ 4.98 แสดงหน้าจอเพื่อรอการ submit ของ No.6 ^1H NMR

- เมื่อกรอกข้อมูลครบถ้วนแล้วให้คลิกเลือกที่ No.6 ซึ่งเป็นการ run ^1H โดยจะเห็นเป็นแถบสีฟ้าเกิดขึ้น จากนั้นให้คลิกที่ปุ่ม submit
- จะสังเกตเห็นว่า No.6 ซึ่งเป็นการ run ^1H ที่ผู้ใช้ได้ทำการ set ข้อมูลไว้ก่อนหน้านี้จะเปลี่ยน status จากคำว่า Available เป็น Running รอสักครู่จะปรากฏคำสั่งให้ click here to start eject routine ดังรูปที่ 4.99 ให้คลิก OK



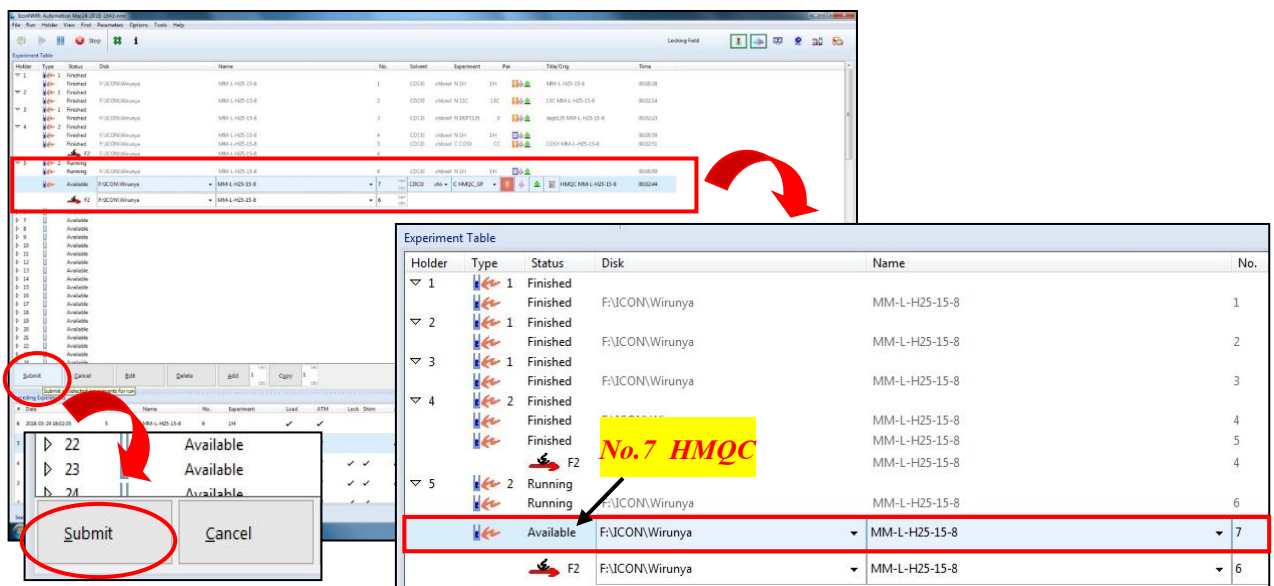
รูปที่ 4.99 แสดงหน้าจอการเปลี่ยน status และหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดลมสำหรับนำสารตัวอย่างใส่ลงใน Probe

- จากนั้นรอชักครู่จะได้ยินเสียงลมคังขึ้นจากเครื่อง NMR พร้อมทั้งปรากฏคำสั่ง Please Insert your new sample on top of the magnet when the lift is on. Click here when finished ดังรูปที่ 4.100



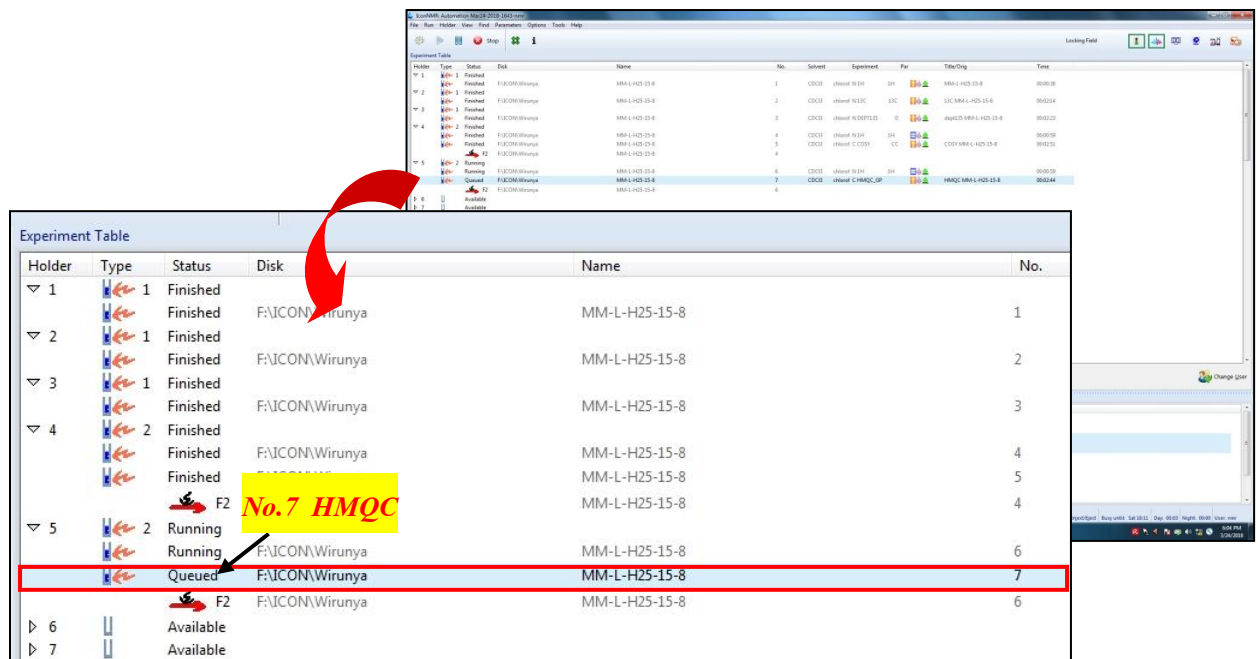
รูปที่ 4.100 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อทำการปิดลมให้สารตัวอย่างค่อยๆ ตกลงสู่ Probe

- เมื่อปรากฏคำสั่งนี้ขึ้นให้นำสารตัวอย่างใส่ลงใน Probe และคลิก OK เครื่องจะเริ่มทำการวิเคราะห์สารตัวอย่าง
- จากนั้นให้คลิกเลือกที่ No.7 ซึ่งเป็นการ run HMQC โดยจะเห็นเป็นแถบสีฟ้าเกิดขึ้น จากนั้นให้คลิกที่ปุ่ม submit ดังรูปที่ 4.101



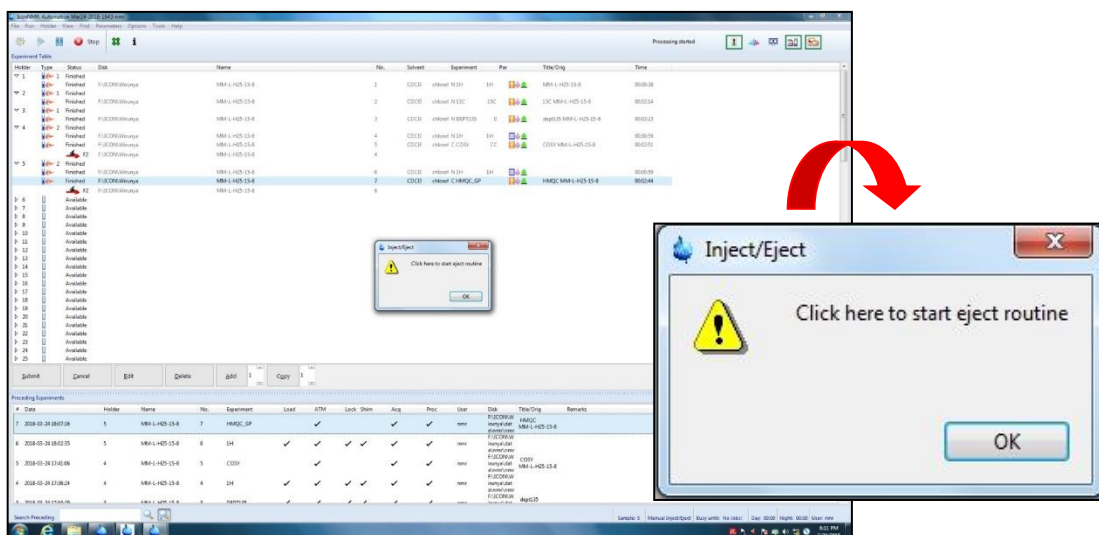
รูปที่ 4.101 แสดงหน้าจอการ submit ของ No.7 HMQC

*** จะสังเกตเห็นว่า No.7 ซึ่งเป็นการ run HMQC ที่ผู้ใช้ได้ทำการ set ข้อมูลไว้ก่อนหน้านี้จะเปลี่ยน status จากคำว่า Available เป็น Queued ดังรูปที่ 4.102



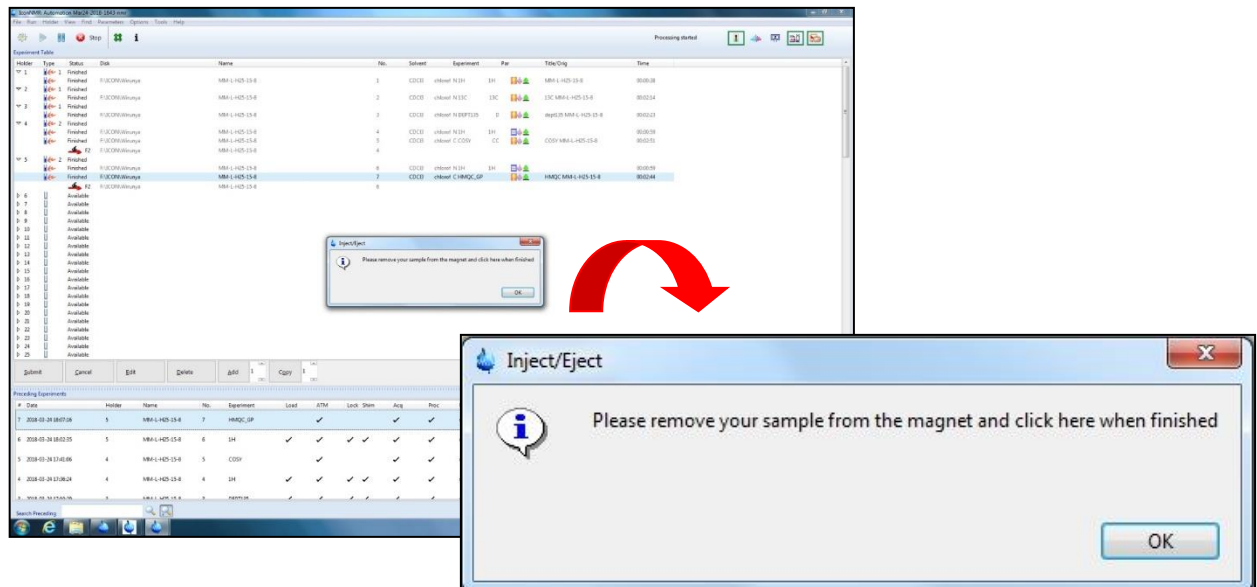
รูปที่ 4.102 แสดงหน้าจอการเปลี่ยน status จากคำว่า Available เป็น Queued ของ No.7 HMQC

- รอนจนกระทั่งเครื่องทำการวิเคราะห์เสร็จสิ้นจึงสามารถนำสารตัวอย่างออกจากเครื่องได้โดยจะปรากฏคำสั่ง click here to start eject routine ดังรูป 4.103 ให้คลิก OK



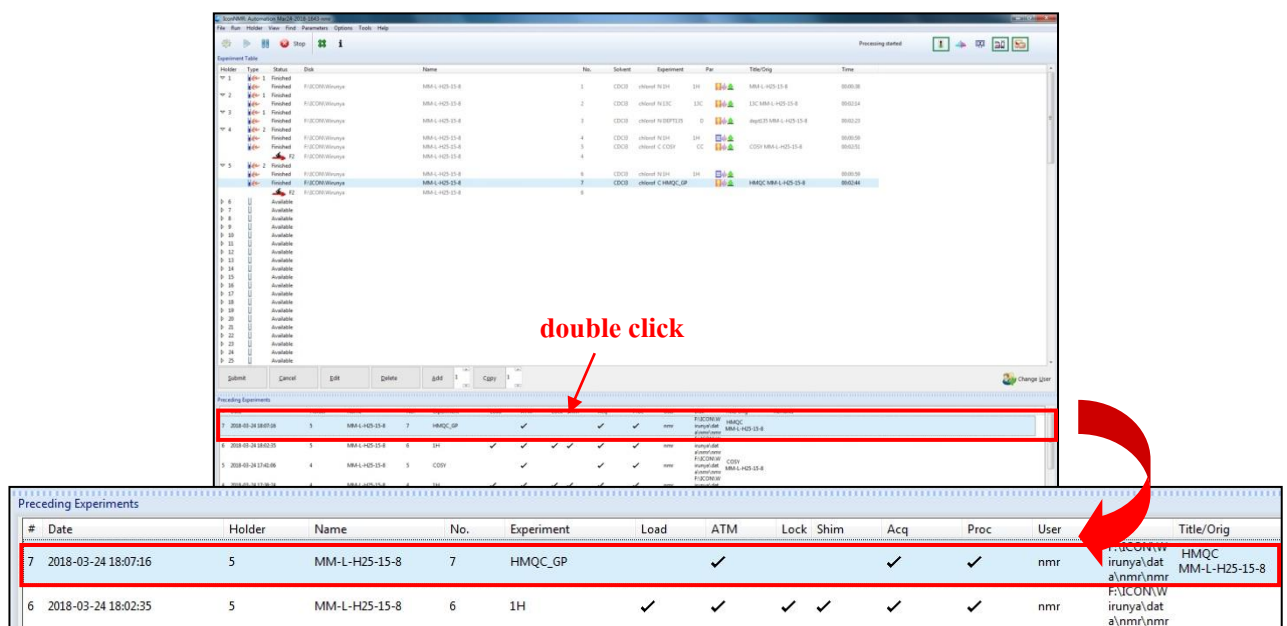
รูปที่ 4.103 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดตมสำหรับนำสารตัวอย่างออกจาก Probe

- จากนั้นรอสักครู่จะได้ยินเสียงลมดังขึ้นจากเครื่อง NMR พร้อมทั้งปรากฏคำสั่ง Please remove your sample from the magnet and click here when finished ดังรูปที่ 4.104



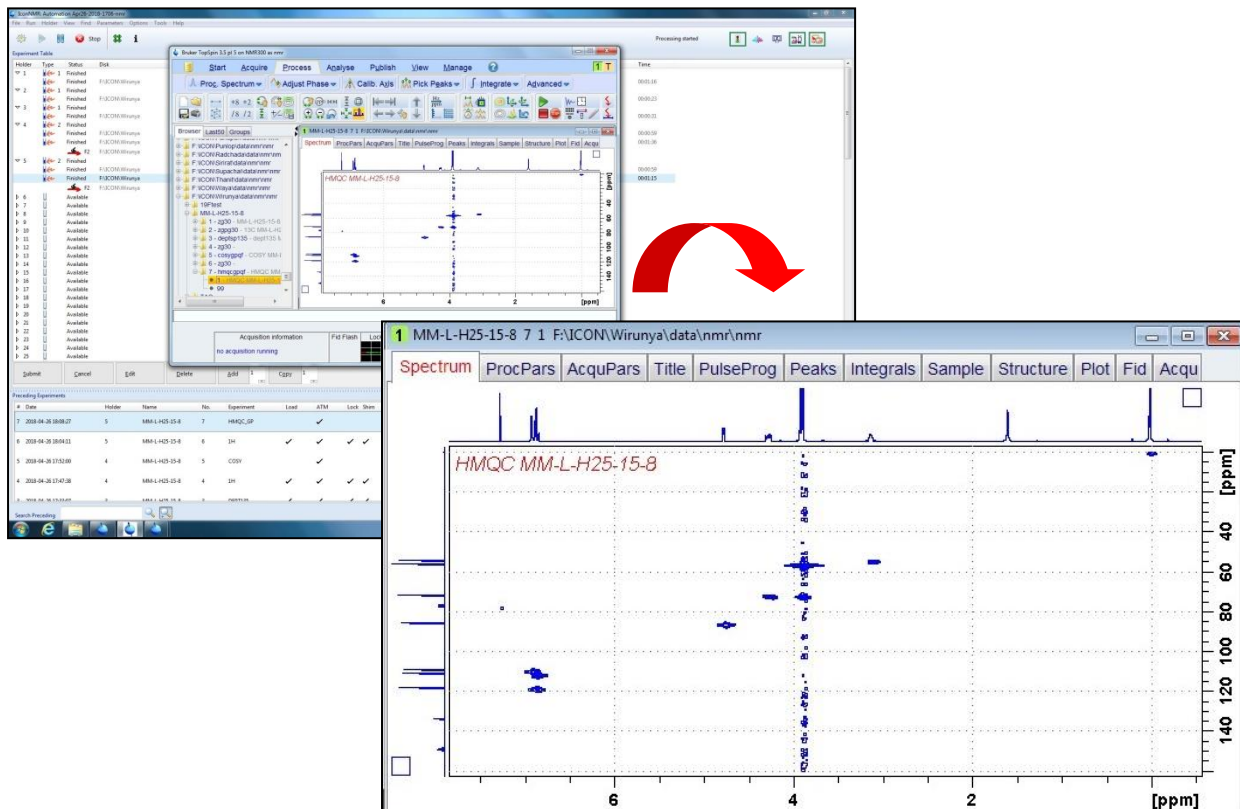
รูปที่ 4.104 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อปิดลมเมื่อทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างเสร็จสิ้น

- จากนั้นให้นำสารตัวอย่างออกจาก Probe เมื่อนำสารตัวอย่างออกจาก Probe แล้วคลิก OK เป็นการเสร็จสิ้นการวิเคราะห์สารตัวอย่าง
- สามารถขุด spectrum ที่วิเคราะห์เสร็จแล้วได้โดย double click ที่ Preceding Experiments โดยจะเลือก double click ที่ Holder ที่ 5 No.7 HMQC ดังรูปที่ 4.105



รูปที่ 4.105 แสดงหน้าจอ Preceding Experiments เพื่อเปิดดู spectrum ที่วิเคราะห์เสร็จแล้ว

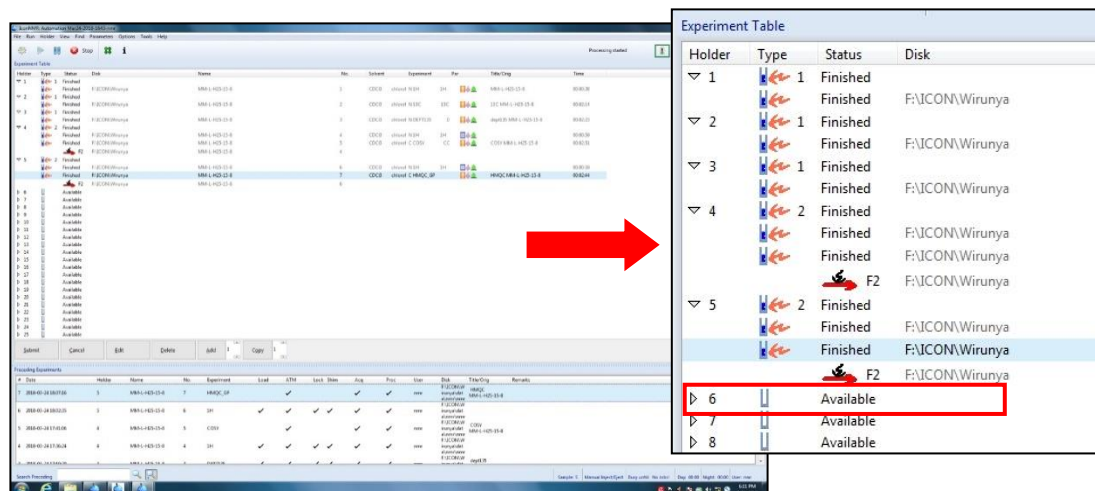
- เมื่อทำการ double click ที่ Preceding Experiments แล้วจะปรากฏ spectrum ดังรูปที่ 4.106



รูปที่ 4.106 หน้าจอแสดงผลของ HMQC NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์

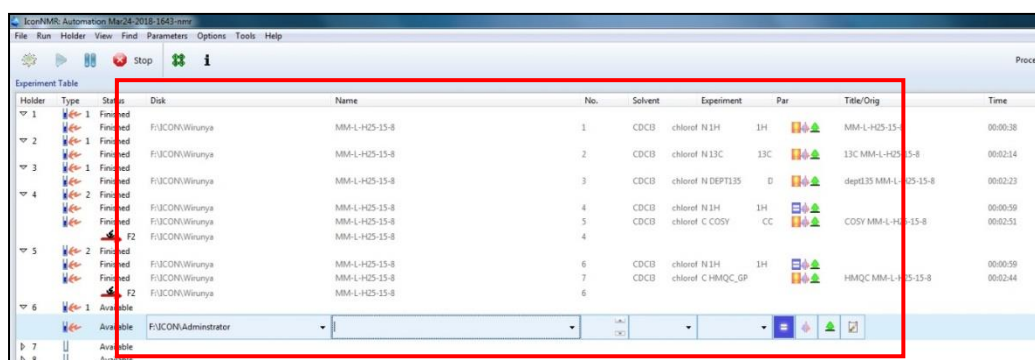
1.6 การวิเคราะห์ HMBC NMR

- เปิดหน้าจอ IconNMR: Automation ดังรูปที่ 4.107



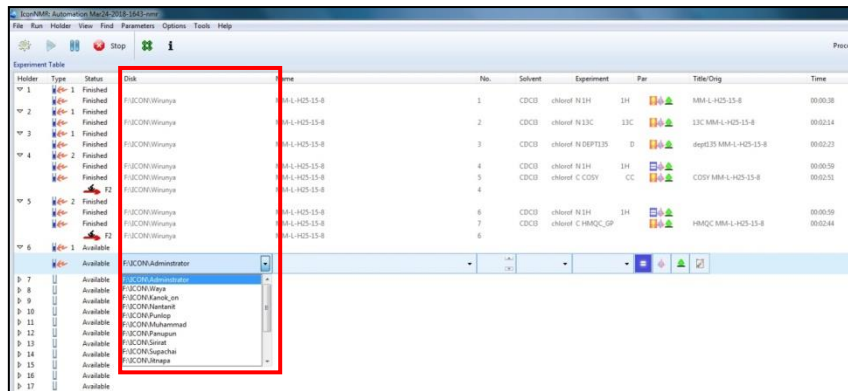
รูปที่ 4.107 แสดงหน้าจอ IconNMR: Automation

- ให้ double click ที่คำว่า Available ของ Holder ที่ 6 ▶ 6 Available จะปรากฏแถบสีฟ้า เพื่อให้กรอกข้อมูล Disk, Name, No., Solvent, Experiment, Par ดังรูปที่ 4.108



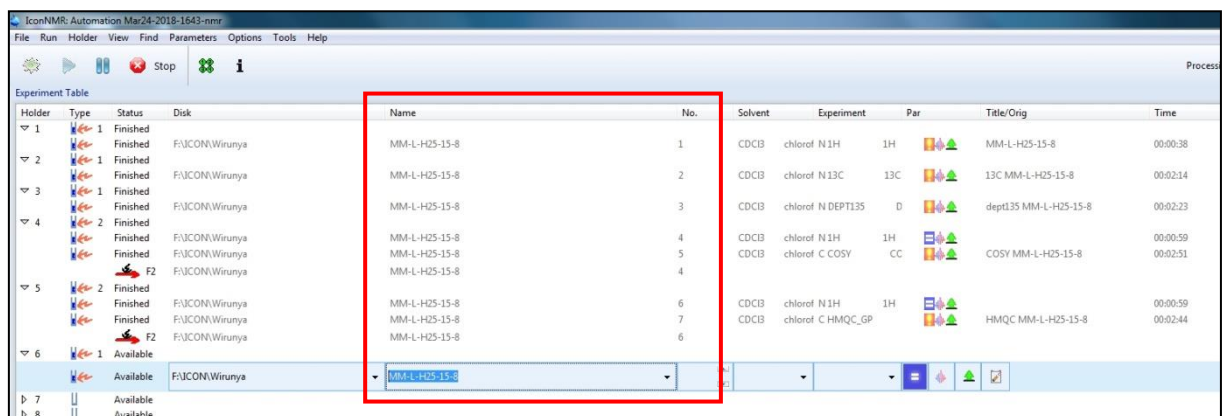
รูปที่ 4.108 แสดงหน้าจอเพื่อกรอกข้อมูล Disk, Name, No., Solvent, Experiment, Par

- จากรูปที่ 4.108 เลือก Disk ให้คลิกที่เครื่องหมาย ▼ ใน column ของ disk จะปรากฏชื่อของ user ดังรูปที่ 4.109



รูปที่ 4.109 แสดงหน้าจอใน column ของ Disk

- ให้คลิกเพื่อเลือกชื่อ user ที่จะทำการ save ข้อมูล
- จากนั้นใส่ชื่อของสารที่จะทำการวิเคราะห์ในช่อง Name และ Experiment number ในช่อง No. ดังรูปที่ 4.110



รูปที่ 4.110 แสดงหน้าจอในช่อง Name และ Experiment number ในช่อง No.

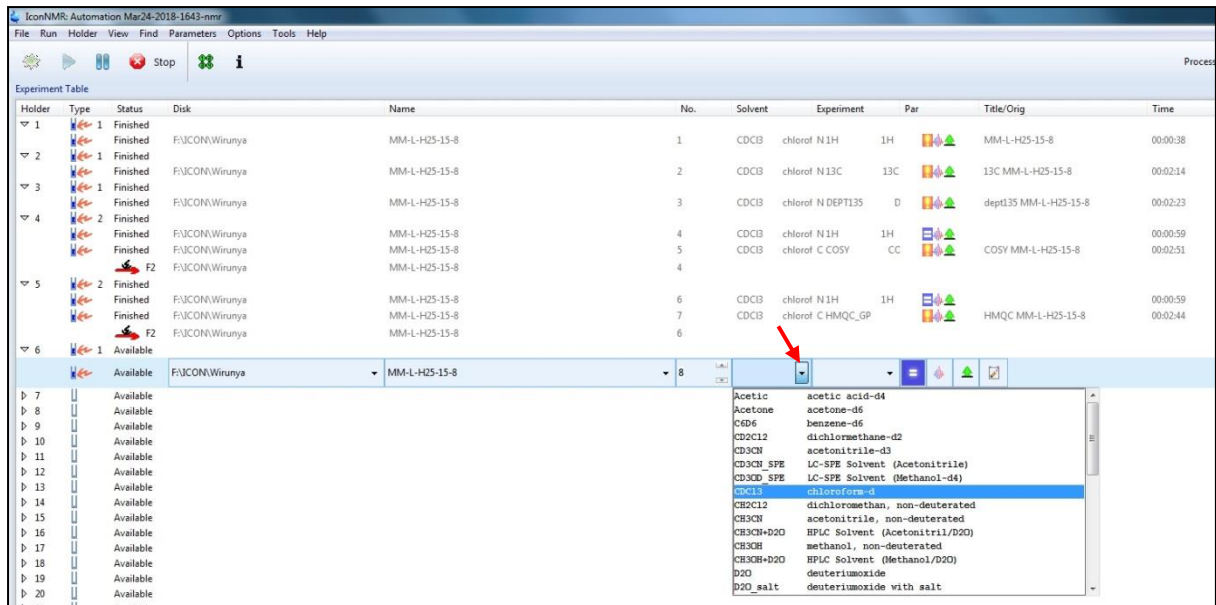
ข้อสังเกต ในกรณีที่ตั้งชื่อ Name ขัดแย้งกับสารที่เคยทำการวิเคราะห์มาก่อนหน้านี้แล้ว No. ที่ตั้งจะต้องเป็นตัวเลขใดก็ได้แต่ต้องไม่ใช่ตัวเลขเดิม ยกตัวอย่างเช่น

สารชื่อ MM-L-H25-15-8 No.1 run ^1H

MM-L-H25-15-8 No.2 run ^{13}C

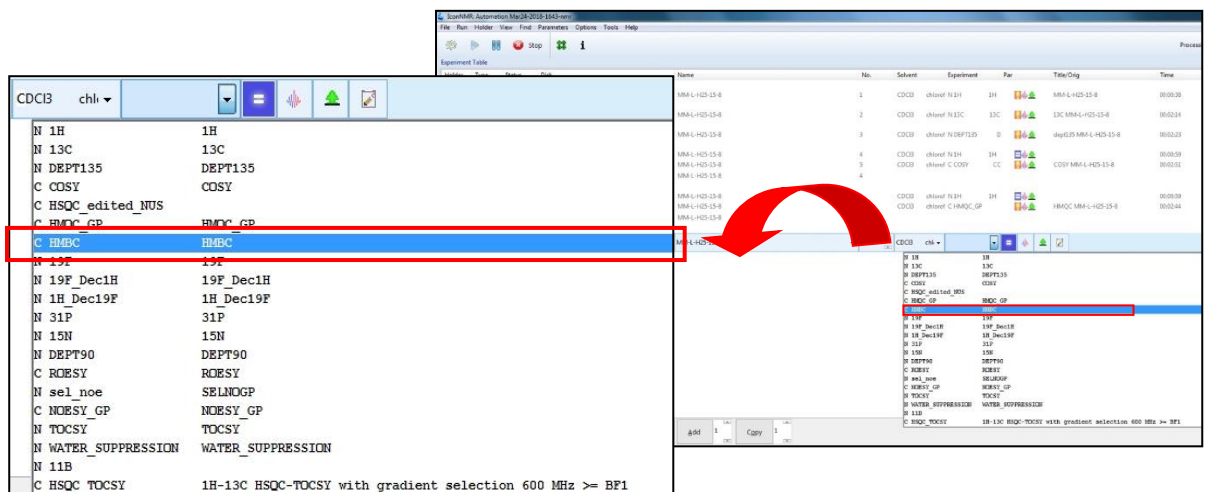
MM-L-H25-15-8 No.3 run DEPT135 เป็นต้น

- ลำดับต่อไป คลิกที่เครื่องหมาย  ใน column ของ solvent เพื่อเลือกตัวทำละลายที่ใช้ดังรูปที่ 4.111



รูปที่ 4.111 แสดงหน้าจอใน column ของ solvent

- เมื่อเลือกตัวทำละลายที่ใช้ได้แล้วจากนั้นให้คลิกที่เครื่องหมาย  ใน column ของ experiment เพื่อเลือกเทคนิคที่ต้องการจะวิเคราะห์ เช่น ^1H , ^{13}C , DEPT135, COSY, HMQC และ HMBC ในกรณีนี้ต้องการวิเคราะห์ HMBC จึงคลิกเลือกที่ C HMBC ดังรูปที่ 4.112



รูปที่ 4.112 แสดงหน้าจอใน column ของ experiment

- *** สำหรับการวิเคราะห์ HMBC ซึ่งเป็น 2D NMR จะต้องใช้พิกของ ^1H เป็นตัวอ้างอิง ดังนั้นเมื่อคลิกเลือกที่ C HMBC แล้วจะปรากฏหน้าจอเป็น 2 experiment ใน Holder เดียวกัน คือ No.8 จะเป็นการ run ^1H และ No.9 จะเป็นการ run HMBC ดังรูปที่ 4.113

KonNMK Automation Mar24-2018-1643-nmr

File Run Holder View Find Parameters Options Tools Help

Experiment Table

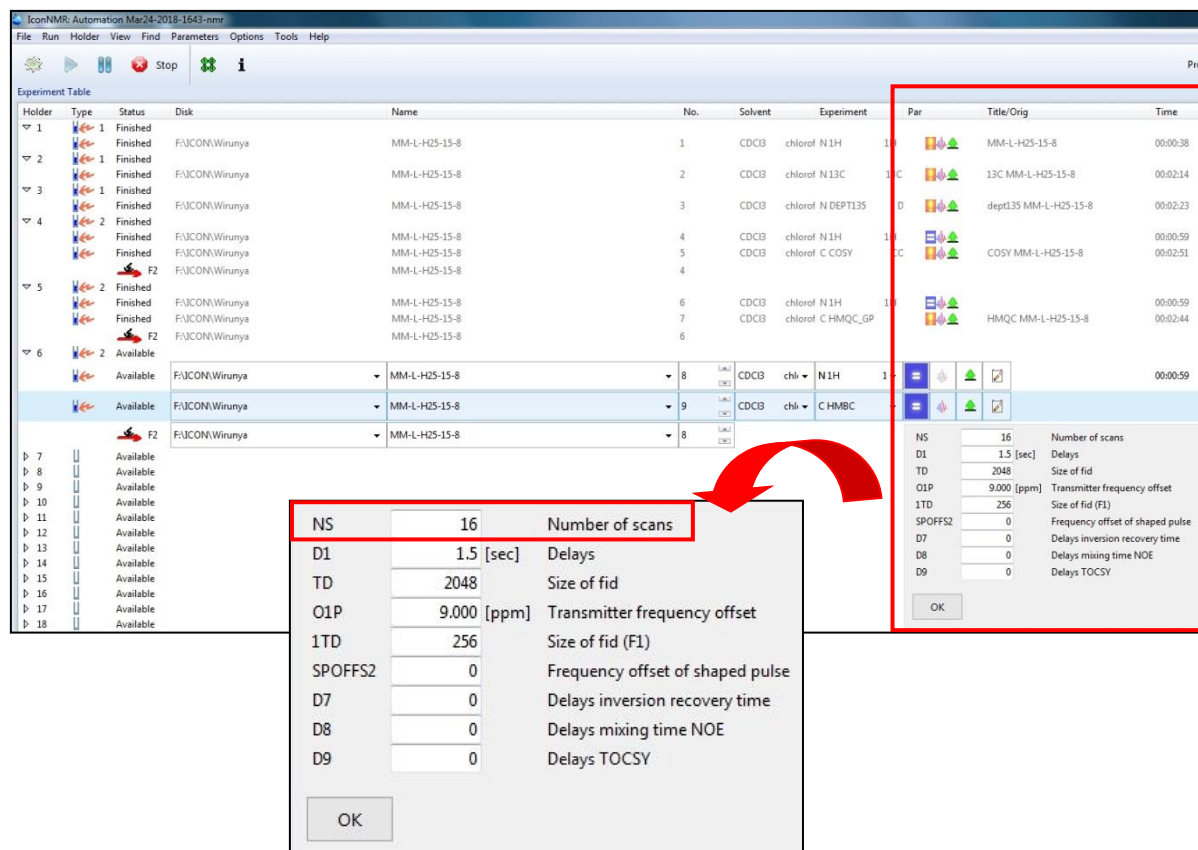
Holder	Type	Status	Disk	Name	No.	Solvent	Experiment	Par	Title/Orig	Time
1	1	Finished	F:\UCON\Wirunya	MM-L-H25-15-8	1	CDCB3	chlorot N1H	1H	MM-L-H25-15-8	00:00:38
2	1	Finished	F:\UCON\Wirunya	MM-L-H25-15-8	2	CDCB3	chlorot N13C	13C	13C MM-L-H25-15-8	00:02:14
3	1	Finished	F:\UCON\Wirunya	MM-L-H25-15-8	3	CDCB3	chlorot N DEPT135	D	dept135 MM-L-H25-15-8	00:02:23
4	1	Finished	F:\UCON\Wirunya	MM-L-H25-15-8	4	CDCB3	chlorot N1H	1H	MM-L-H25-15-8	00:00:59
5	2	Finished	F:\UCON\Wirunya	MM-L-H25-15-8	5	CDCB3	chlorot C COSY	CC	COSY MM-L-H25-15-8	00:02:51
6	2	Finished	F:\UCON\Wirunya	MM-L-H25-15-8	4	CDCB3	chlorot N1H	1H	MM-L-H25-15-8	00:00:59
7	2	Finished	F:\UCON\Wirunya	MM-L-H25-15-8	7	CDCB3	chlorot C HMQC_GP		HMQC MM-L-H25-15-8	00:02:44
8	2	Available	F:\UCON\Wirunya	MM-L-H25-15-8	8	CDCB3	chl N1H	1	MM-L-H25-15-8	00:00:59
9	2	Available	F:\UCON\Wirunya	MM-L-H25-15-8	9	CDCB3	chl C HMBC		MM-L-H25-15-8	
10	2	Available	F:\UCON\Wirunya	MM-L-H25-15-8	8	CDCB3	chl N1H	1	MM-L-H25-15-8	

Name	No.	Solvent	Experiment	Par	Title/Orig	Time
MM-L-H25-15-8	1	CDCB3	chlorot N1H	1H	MM-L-H25-15-8	00:00:38
MM-L-H25-15-8	2	CDCB3	chlorot N13C	13C	13C MM-L-H25-15-8	00:02:14
MM-L-H25-15-8	3	CDCB3	chlorot N DEPT135	D	dept135 MM-L-H25-15-8	00:02:23
MM-L-H25-15-8	4	CDCB3	chlorot N1H	1H	MM-L-H25-15-8	00:00:59
MM-L-H25-15-8	5	CDCB3	chlorot C COSY	CC	COSY MM-L-H25-15-8	00:02:51
MM-L-H25-15-8	4	CDCB3	chlorot N1H	1H	MM-L-H25-15-8	00:00:59
MM-L-H25-15-8	6	CDCB3	chlorot N1H	1H	MM-L-H25-15-8	00:00:59
MM-L-H25-15-8	7	CDCB3	chlorot C HMQC_GP		HMQC MM-L-H25-15-8	00:02:44
MM-L-H25-15-8	6	CDCB3	chlorot N1H	1H	MM-L-H25-15-8	00:00:59
MM-L-H25-15-8	8	CDCB3	chl N1H	1	MM-L-H25-15-8	00:00:59
MM-L-H25-15-8	9	CDCB3	chl C HMBC		MM-L-H25-15-8	
MM-L-H25-15-8	8	CDCB3	chl N1H	1	MM-L-H25-15-8	

รูปที่ 4.113 แสดงหน้าจอของ 2 experiment คือ No.8 เป็นการ run ^1H และ No.9 เป็นการ run HMBC

***หมายเหตุ เนื่องจากตั้งค่า experiment number (No.) ของการ run HMBC ไว้ที่ No.8

*** ผู้ทำการวิเคราะห์สามารถเปลี่ยนค่า Parameter ต่างๆ ที่ต้องการใช้ในการวิเคราะห์ได้ โดยการคลิกที่เครื่องหมาย  ใน column ของ Par จะปรากฏค่าตัวแปรต่างๆ ดังรูปที่ 4.114

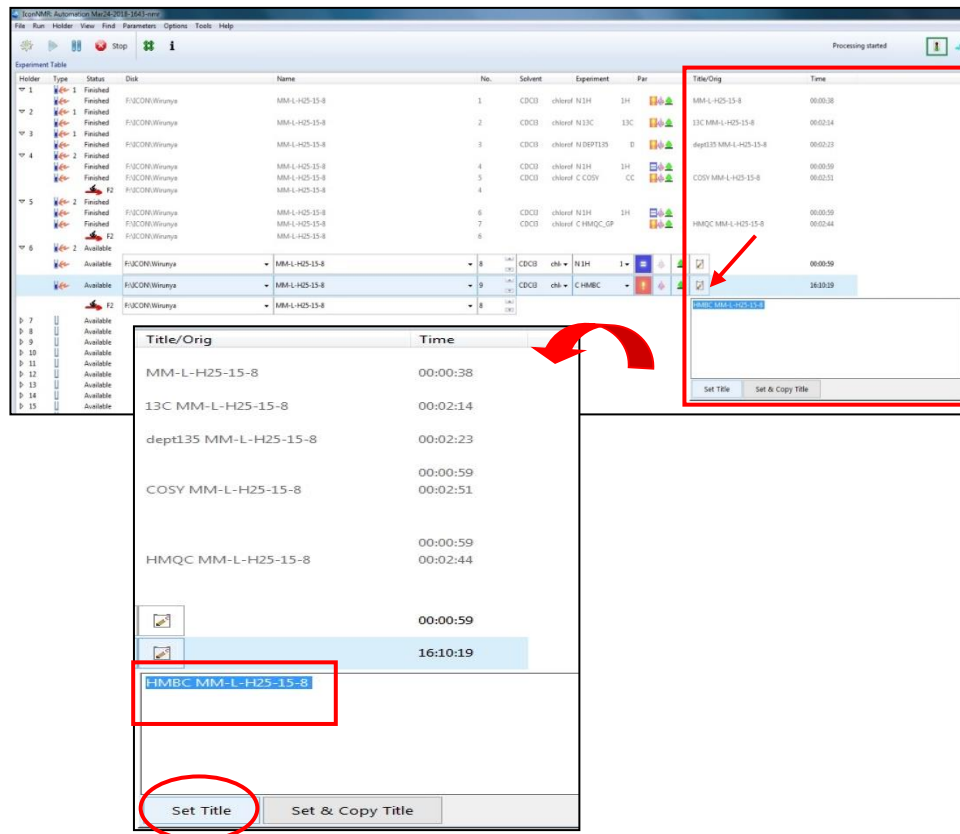


รูปที่ 4.114 แสดงหน้าจอใน column ของ Parameter

- เมื่อเปลี่ยนค่าตัวแปรที่ต้องการเรียบร้อยแล้วให้คลิกที่คำว่า OK

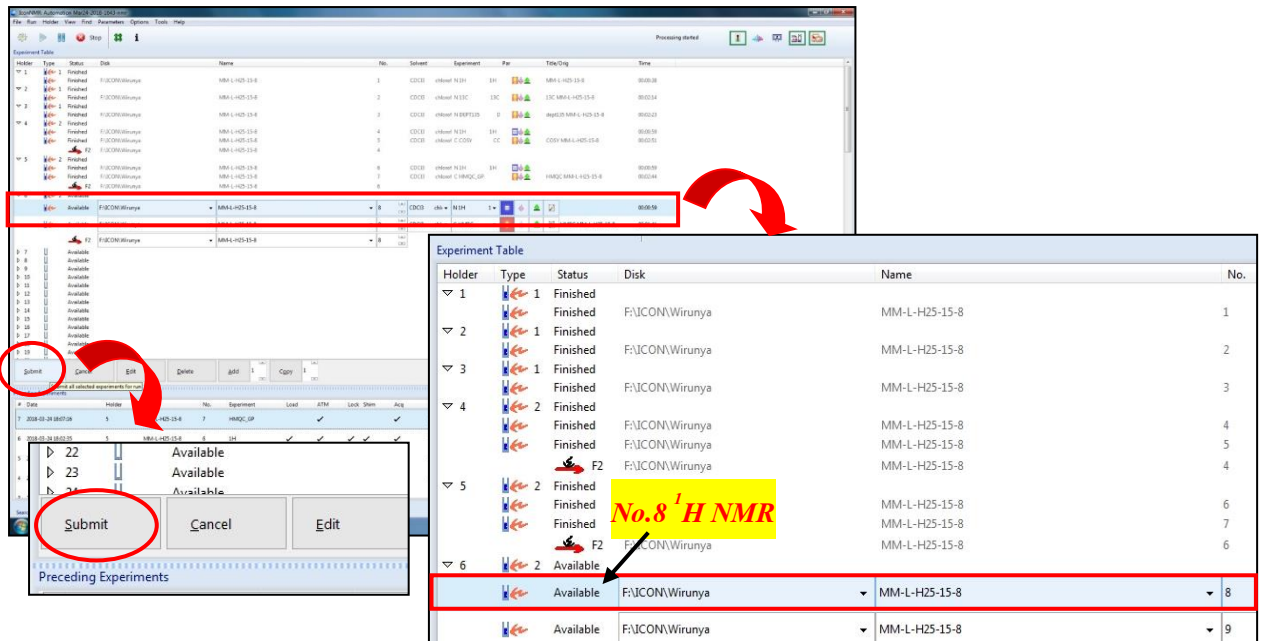
ข้อสังเกต สำหรับ No.8 ซึ่งเป็นการ run 'H' ที่ใช้ในการอ้างอิงจะไม่ทำการเปลี่ยนแปลง parameter ใดๆ แต่จะเปลี่ยน parameter ของ No.9 ซึ่งเป็นการ run HMBC เท่านั้น
ในกรณีที่วิเคราะห์สารที่มีปริมาณ < 30 mg หรือต้องการเพิ่ม intensity ของ spectrum สามารถเพิ่มจำนวน scan (Number of scans: NS) ได้ โดย NS ที่เปลี่ยนจะต้องเป็นตัวเลขที่หารด้วย 8 ลงตัว เช่น 8, 16, 32, 48 และ 64 เป็นต้น (ค่า default ของเครื่องกำหนดเริ่มต้นที่ 16)

- จากนั้นให้คลิกที่เครื่องหมาย  ใน column ของ Title/Orig เพื่อใส่ชื่อของสารตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์ดังรูปที่ 4.115



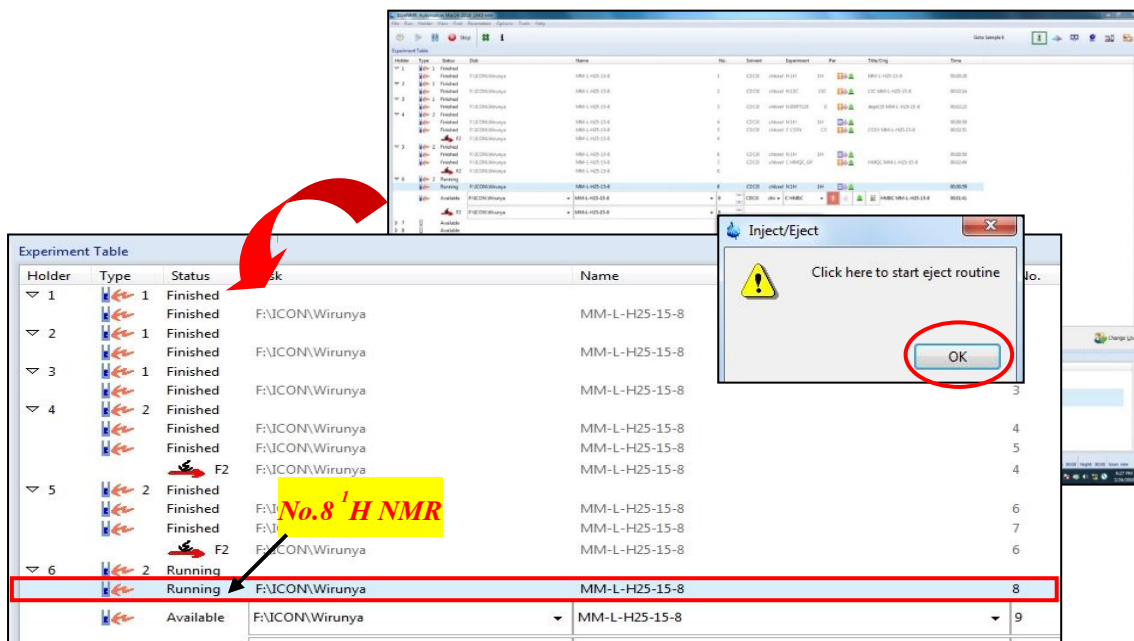
รูปที่ 4.115 แสดงหน้าจอใน column ของ Title/Orig

- เมื่อใส่ชื่อสารที่จะทำการวิเคราะห์แล้ว ให้คลิกที่คำว่า Set Title จะปรากฏหน้าจอ ดังรูปที่ 4.116 (ชื่อของสารตัวอย่างที่ได้ในช่องของ Name กับ Title/Orig จะใช้ชื่อเดียวกันหรือคนละชื่อก็ได้)



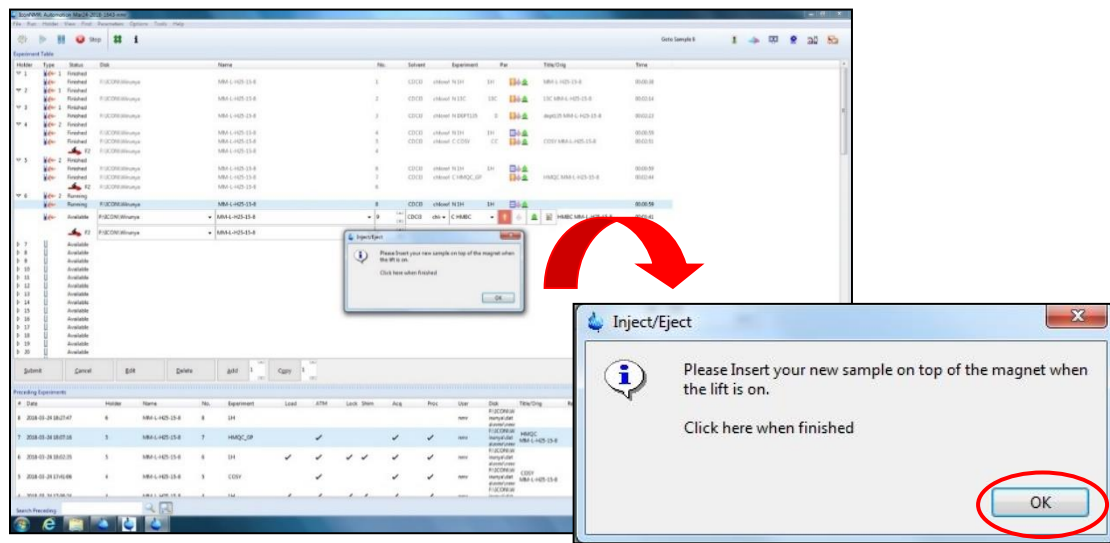
รูปที่ 4.116 แสดงหน้าจอเพื่อรอการ submit ของ No.8 ^1H NMR

- เมื่อกรอกข้อมูลครบถ้วนแล้วให้คลิกเลือกที่ No.8 ซึ่งเป็นการ run ^1H โดยจะเห็นเป็นแถบสีฟ้าเกิดขึ้น จากนั้นให้คลิกที่ปุ่ม submit
- จะสังเกตเห็นว่า No.8 ซึ่งเป็นการ run ^1H ที่ผู้ใช้ได้ทำการ set ข้อมูลไว้ก่อนหน้านี้จะเปลี่ยน status จากคำว่า Available เป็น Running รอสักครู่จะปรากฏคำสั่งให้ click here to start eject routine ดังรูปที่ 4.117 ให้คลิก OK



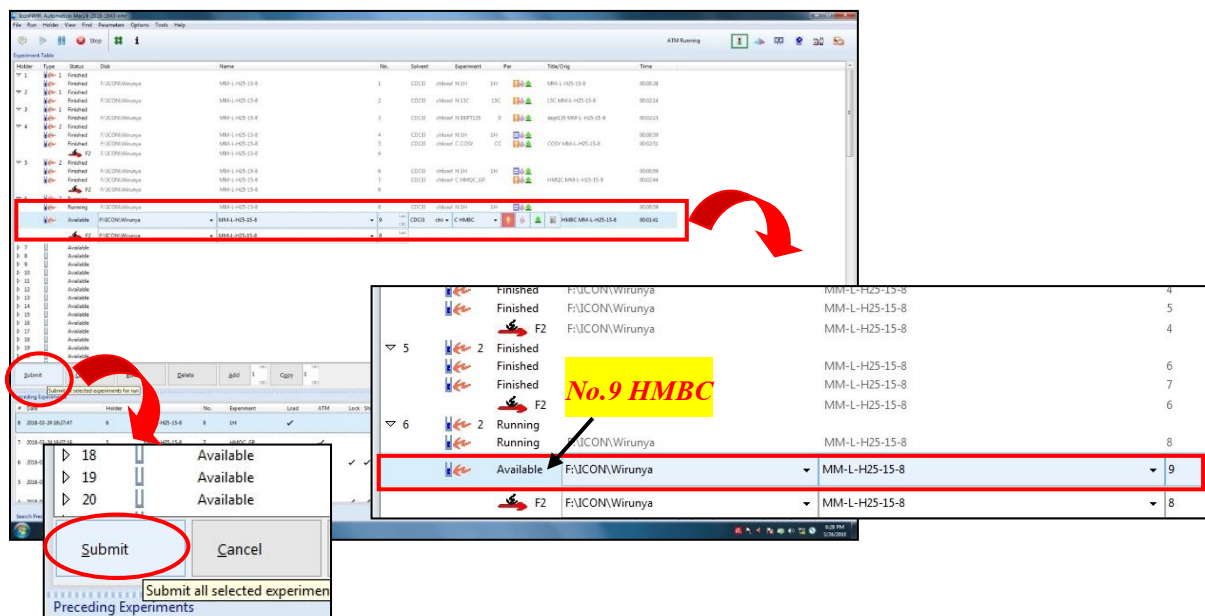
รูปที่ 4.117 แสดงหน้าจอการเปลี่ยน status และหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดลมสำหรับนำสารตัวอย่างใส่ลงใน Probe

- จากนั้นรอชักครู่จะได้ยินเสียงลมดังขึ้นจากเครื่อง NMR พร้อมทั้งปรากฏคำสั่ง Please Insert your new sample on top of the magnet when the lift is on. Click here when finished ดังรูปที่ 4.118



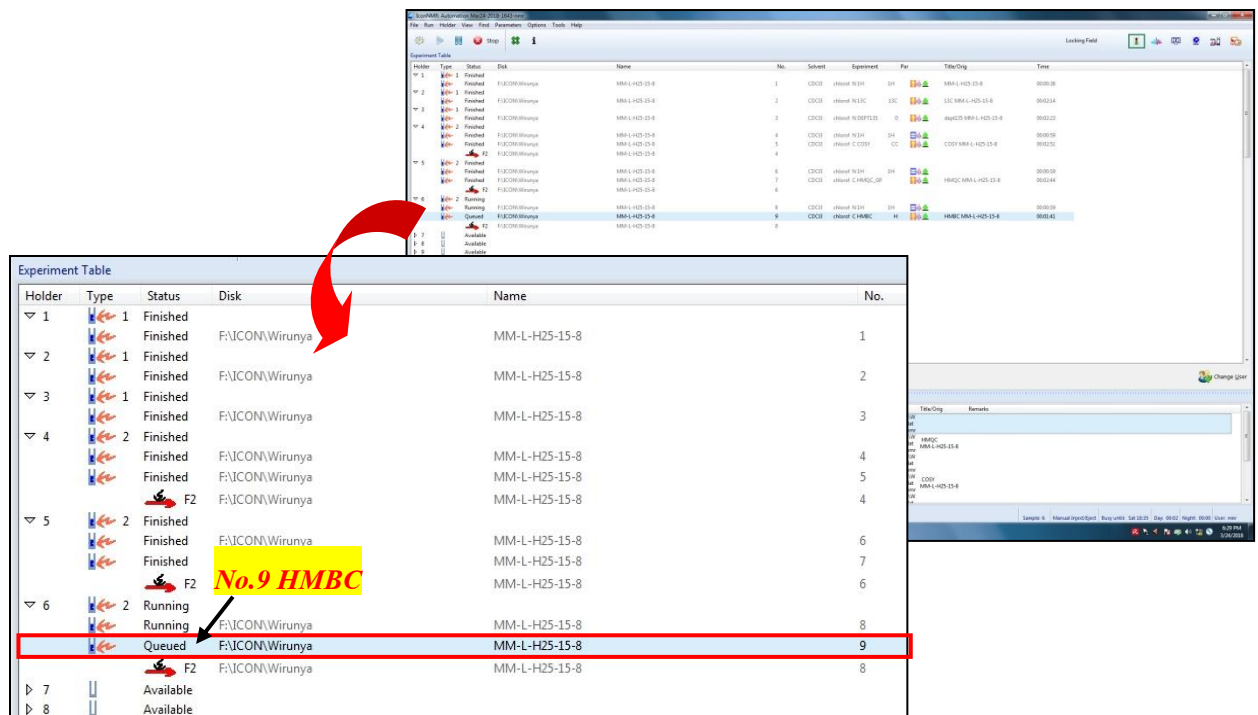
รูปที่ 4.118 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อทำการปิดลมให้สารตัวอย่างค่อยๆ ตกลงสู่ Probe

- เมื่อปรากฏคำสั่งนี้ขึ้นให้นำสารตัวอย่างใส่ลงใน Probe และคลิก OK เครื่องจะเริ่มทำการวิเคราะห์สารตัวอย่าง
- จากนั้นให้คลิกเลือกที่ No.9 ซึ่งเป็นการ run HMBC โดยจะเห็นเป็นแถบสีฟ้าเกิดขึ้น จากนั้นให้คลิกที่ปุ่ม submit ดังรูปที่ 4.119



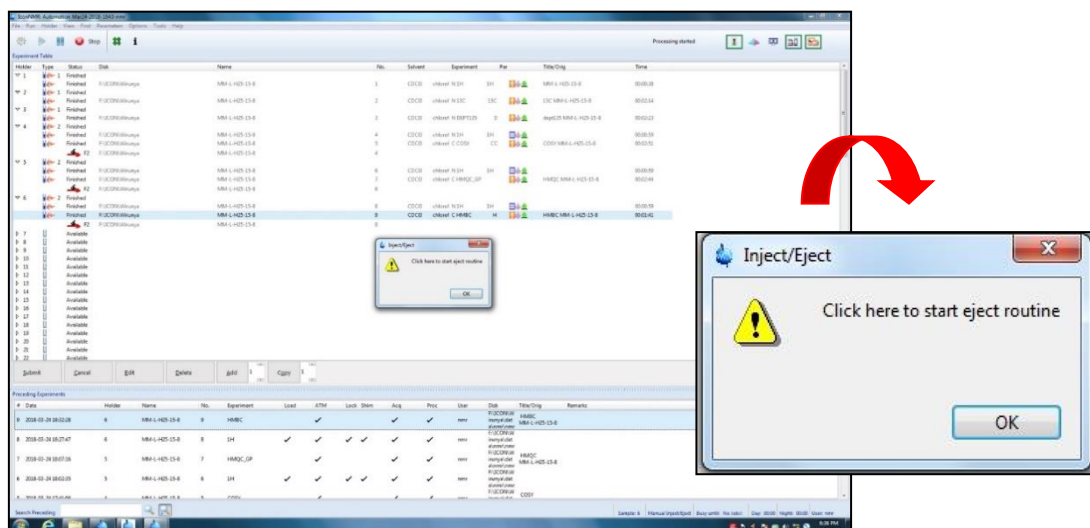
รูปที่ 4.119 แสดงหน้าจอการ submit ของ No.9 HMBC

*** จะสังเกตเห็นว่า No.9 ซึ่งเป็นการ run HMBC ที่ผู้ใช้ได้ทำการ set ข้อมูลไว้ก่อนหน้านี้จะเปลี่ยน status จากคำว่า Available เป็น Queued ดังรูปที่ 4.120



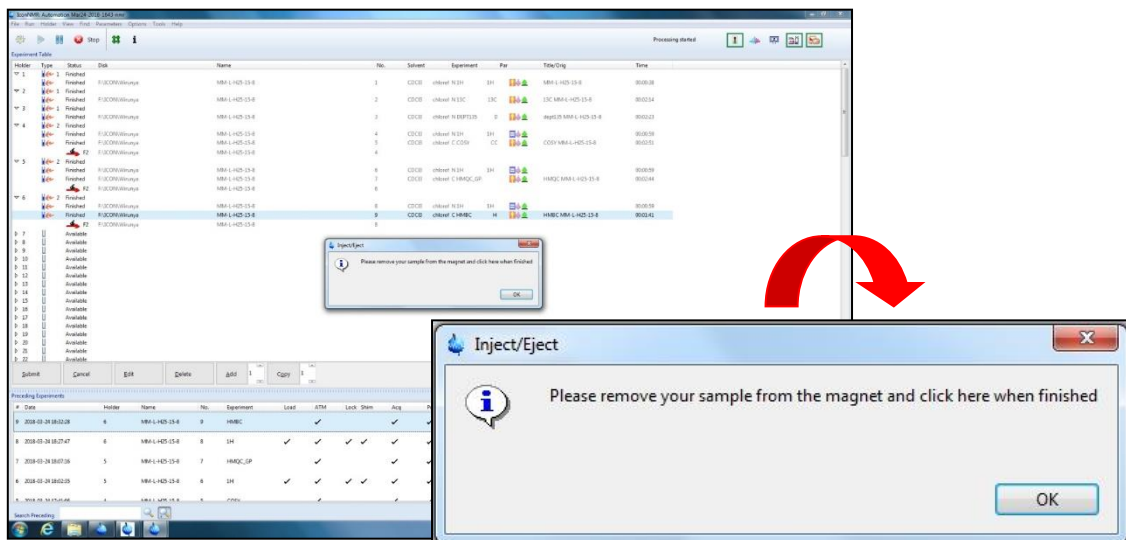
รูปที่ 4.120 แสดงหน้าจอการเปลี่ยน status จากคำว่า Available เป็น Queued ของ No.9 HMBC

- รอจนกระทั่งเครื่องทำการวิเคราะห์เสร็จสิ้นจึงสามารถนำสารตัวอย่างออกจากเครื่องได้โดยจะปรากฏคำสั่ง click here to start eject routine ดังรูปที่ 4.121 ให้คลิก OK



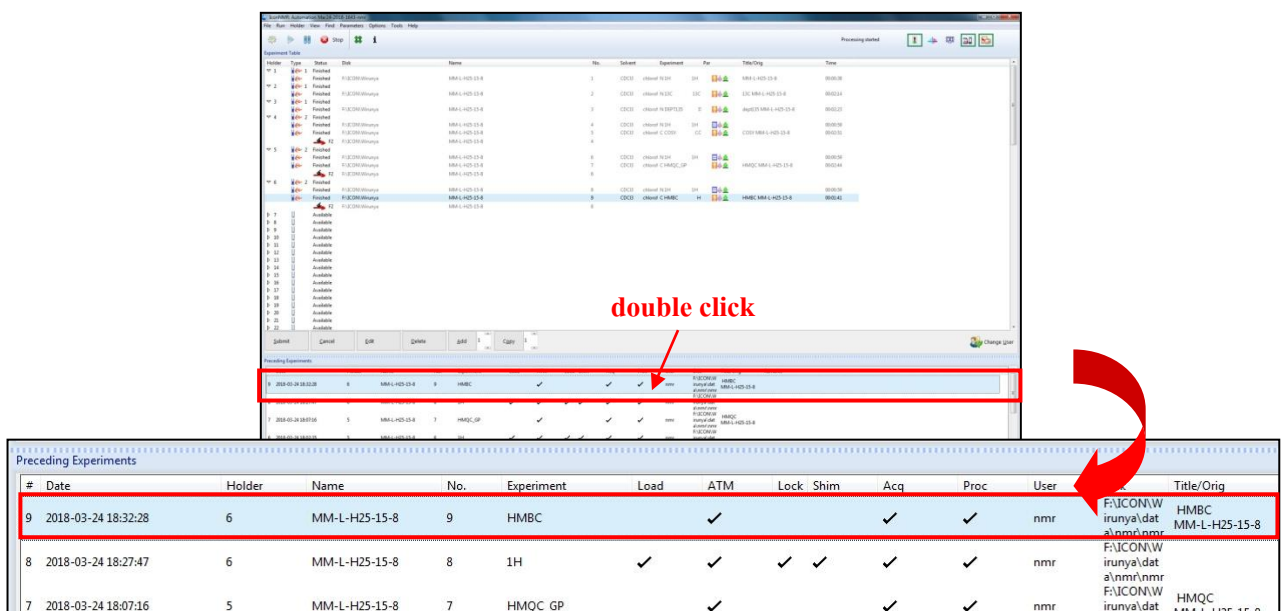
รูปที่ 4.121 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อเปิดลมสำหรับนำสารตัวอย่างออกจาก Probe

- จากนั้นรอสักครู่จะได้ยินเสียงลมดังขึ้นจากเครื่อง NMR พร้อมทั้งปรากฏคำสั่ง Please remove your sample from the magnet and click here when finished ดังรูปที่ 4.122



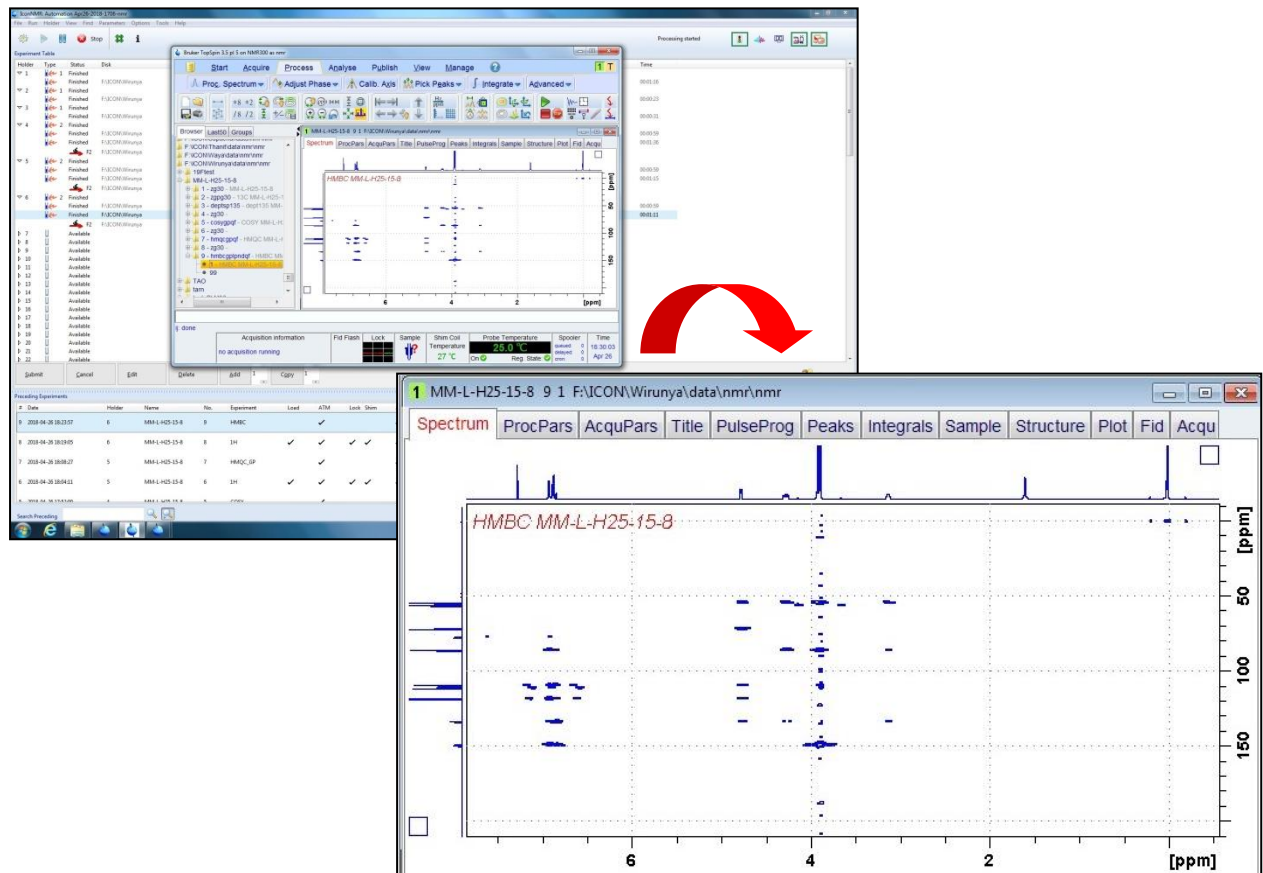
รูปที่ 4.122 แสดงหน้าจอ Inject/Eject เพื่อปิดลมเมื่อทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างเสร็จสิ้น

- จากนั้นให้นำสารตัวอย่างออกจาก Probe เมื่อนำสารตัวอย่างออกจาก Probe แล้วคลิก OK เป็นการเสร็จสิ้นการวิเคราะห์สารตัวอย่าง และสามารถขุด spectrum ที่วิเคราะห์เสร็จแล้วได้โดย double click ที่ Preceding Experiments โดยจะเลือก double click ที่ Holder ที่ 6 No.9 HMBC ดังรูปที่ 4.123



รูปที่ 4.123 แสดงหน้าจอ Preceding Experiments เพื่อเปิดดู spectrum ที่วิเคราะห์เสร็จแล้ว

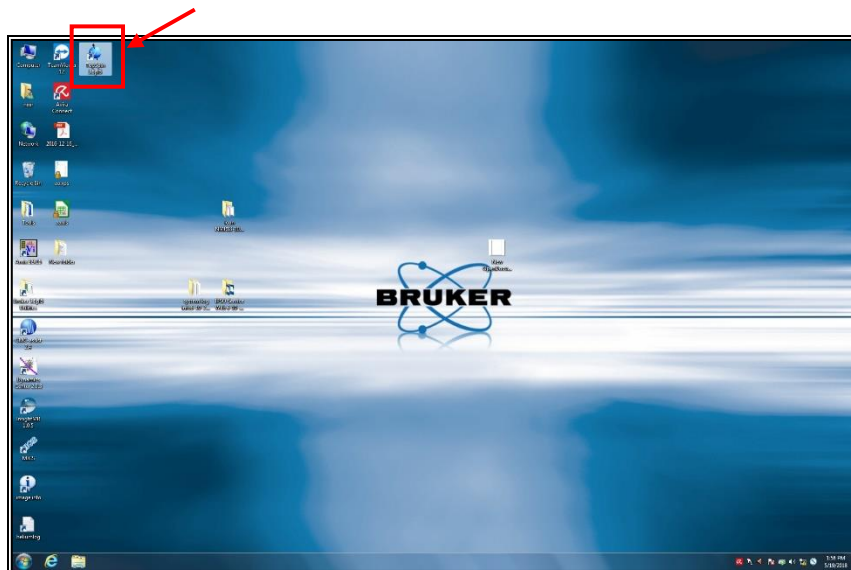
- เมื่อทำการ double click ที่ Preceding Experiments แล้วจะปรากฏ spectrum ดังรูปที่ 4.124



รูปที่ 4.124 หน้าจอแสดงผลของ HMBC NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์

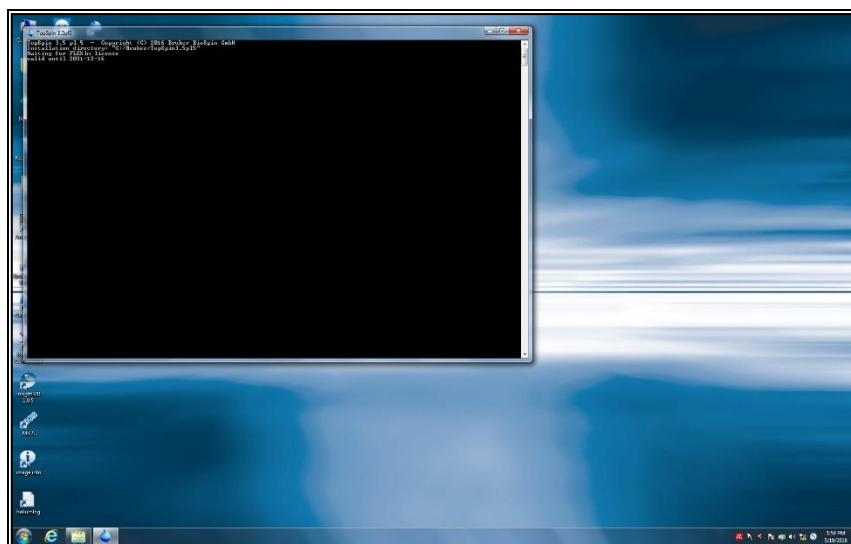
2. วิธีการใช้โปรแกรม Manual สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่างของเครื่อง Bruker 300 MHz รุ่น AVANCE III HD

2.1 การวิเคราะห์ ^1H NMR



รูปที่ 4.125 แสดงหน้าจอ desktop

- Double click ที่ไอคอน TopSpin 3.5 p15 ดังรูปที่ 4.125 จะปรากฏหน้าจอ ดังรูปที่ 4.126 และ รูปที่ 4.127 ตามลำดับ

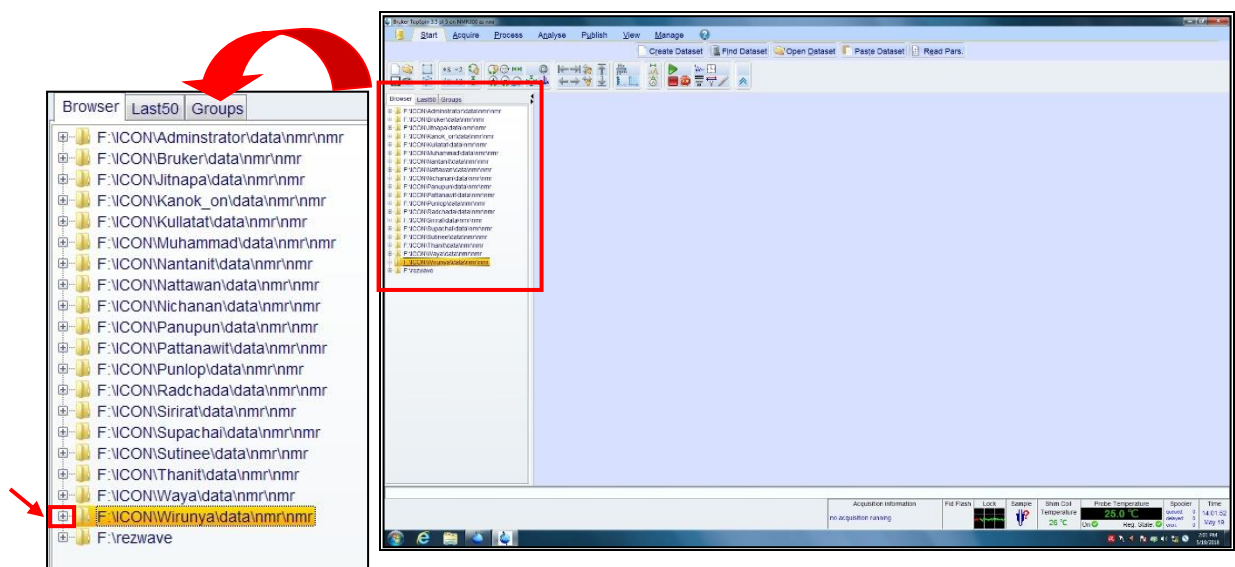


รูปที่ 4.126 แสดงหน้าจอ TopSpin 3.5p15



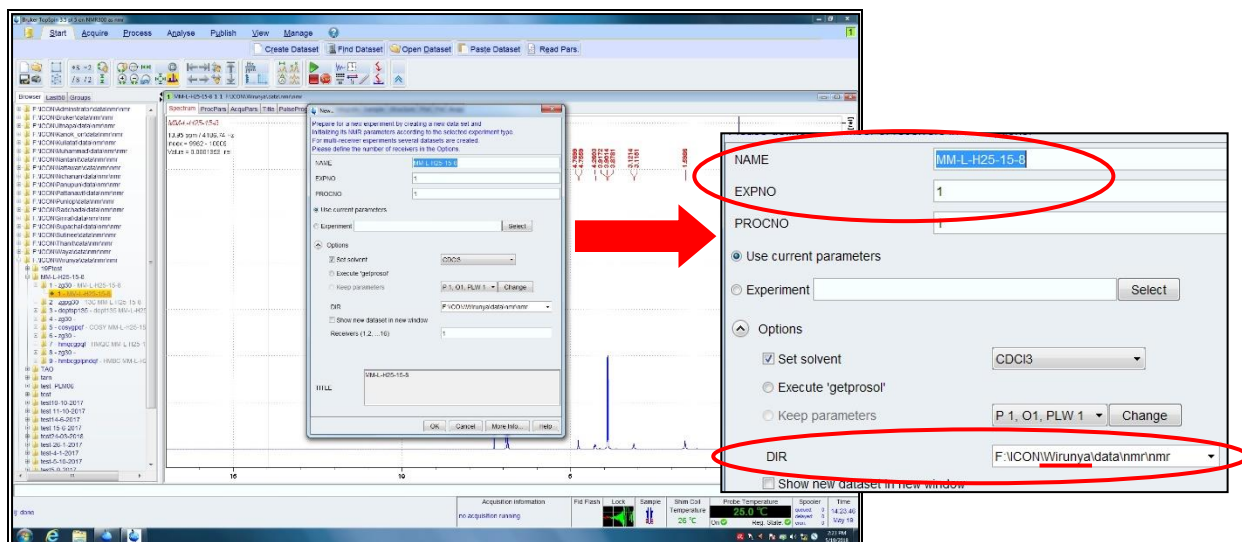
รูปที่ 4.127 แสดงหน้าจอ Bruker TopSpin pl5 on NMR300 as nmr

- จากรูป 4.127 ให้คลิกที่เครื่องหมาย  เพื่อ maximize หน้าจอ Bruker TopSpin pl5 on NMR300 as nmr ให้มีขนาดใหญ่ขึ้นดังรูปที่ 4.128



รูปที่ 4.128 แสดงภาพขยายของหน้าจอ Bruker TopSpin pl5 on NMR300 as nmr

- จากรูป 4.128 ในช่อง Browser ให้คลิกที่เครื่องหมาย + หน้าชื่อ user ที่ต้องการจะเปิด file จะปรากฏหน้าจอ ดังรูปที่ 4.129

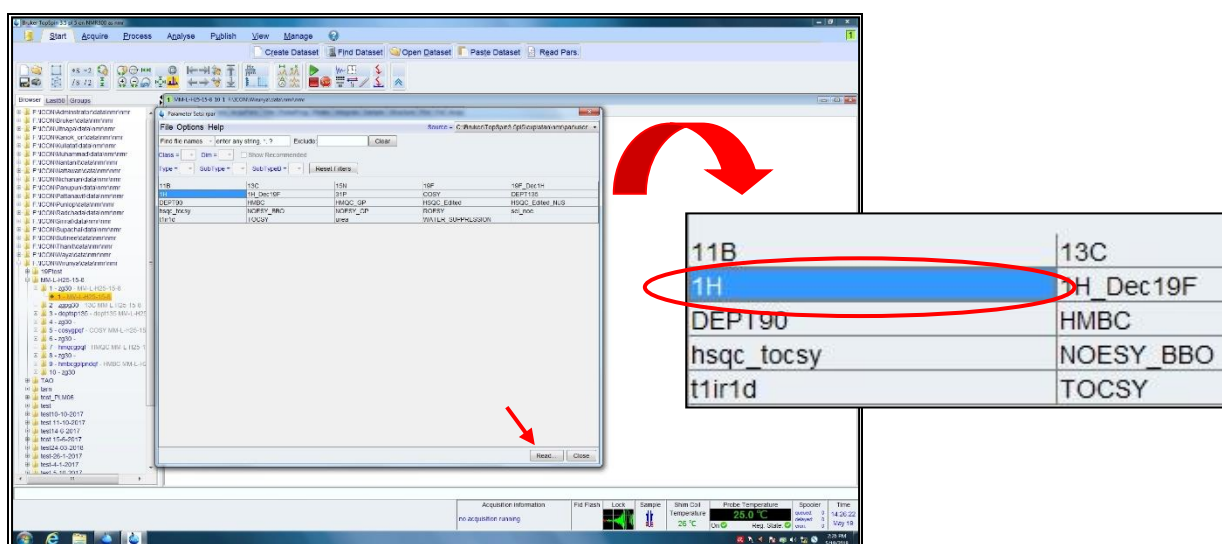


รูปที่ 4.131 แสดงหน้าจอ New

- ใส่ชื่อของสารที่จะทำการวิเคราะห์ในช่อง Name, Experiment number ในช่อง EXPNO และเปลี่ยนชื่อของ user ในช่อง DIR แล้วคลิก OK

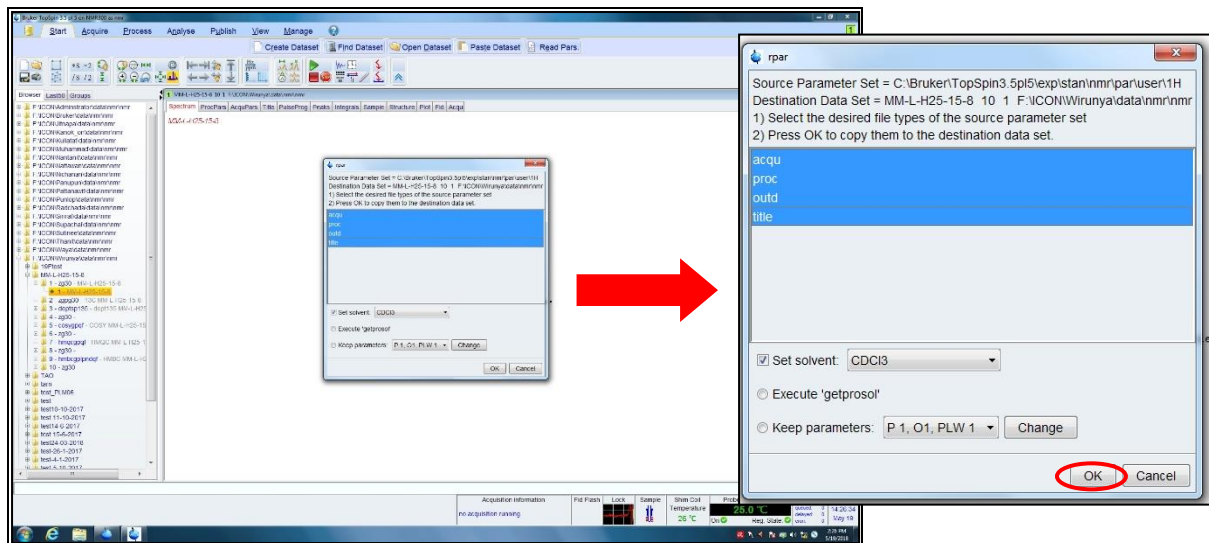
ข้อสังเกต ในกรณีที่ตั้งชื่อ Name ซ้ำเดิมกับสารที่เคยทำการวิเคราะห์มาก่อนหน้านี้แล้ว EXPNO ที่ตั้งจะเป็นตัวเลขใดก็ได้แต่ต้องไม่ใช่ตัวเลขเดิม

- พิมพ์คำสั่ง rpar แล้วกด Enter จะปรากฏหน้าจอเพื่อให้เลือกเทคนิคที่ต้องการวิเคราะห์เช่น ^1H , ^{13}C , DEPT135, COSY, HMQC และ HMBC ดังรูปที่ 4.132



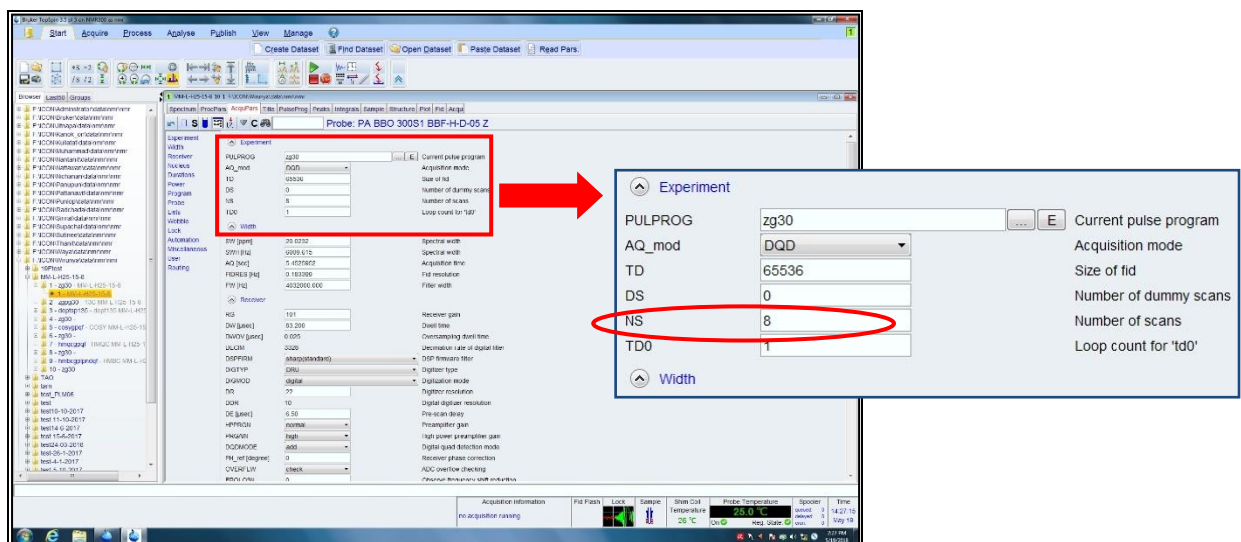
รูปที่ 4.132 แสดงหน้าจอ Parameter Sets: rpar

- จากรูป 4.132 กรณีที่ต้องการวิเคราะห์ 'H ให้คลิกเลือกที่ 1H และคลิก Read จะปรากฏหน้าจอ ดังรูปที่ 4.133



รูปที่ 4.133 แสดงหน้าจอ rpar

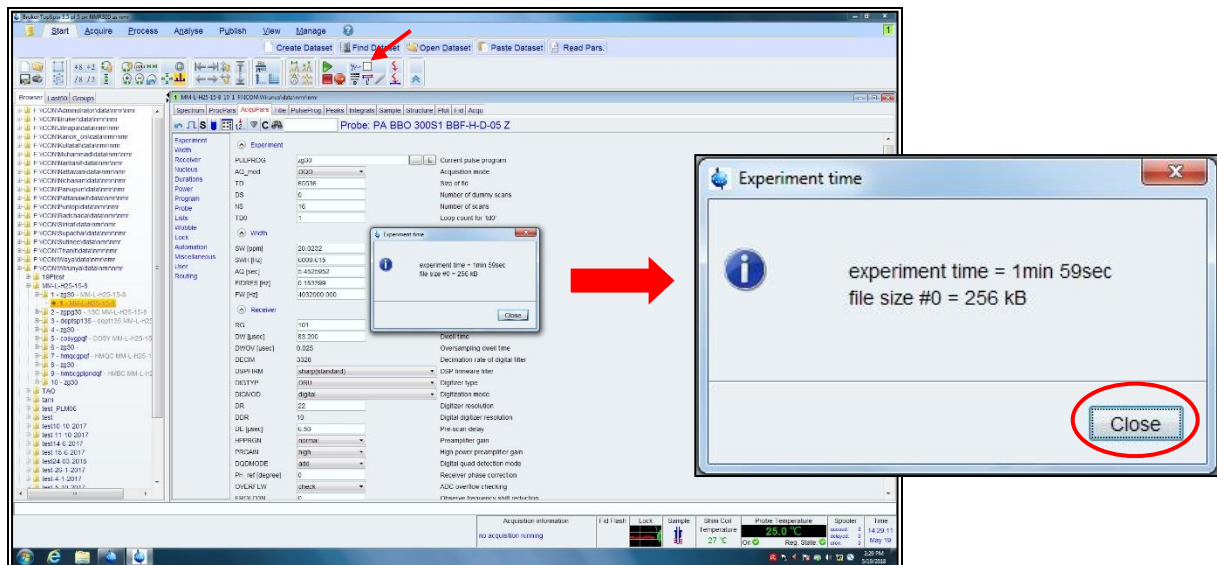
- คลิก OK
- พิมพ์คำสั่ง eda แล้วกด Enter จะปรากฏหน้าจอเพื่อให้เปลี่ยนค่า parameter ต่างๆ ที่ต้องการวิเคราะห์ ดังรูปที่ 4.134



รูปที่ 4.134 แสดงหน้าจอ AcquPars

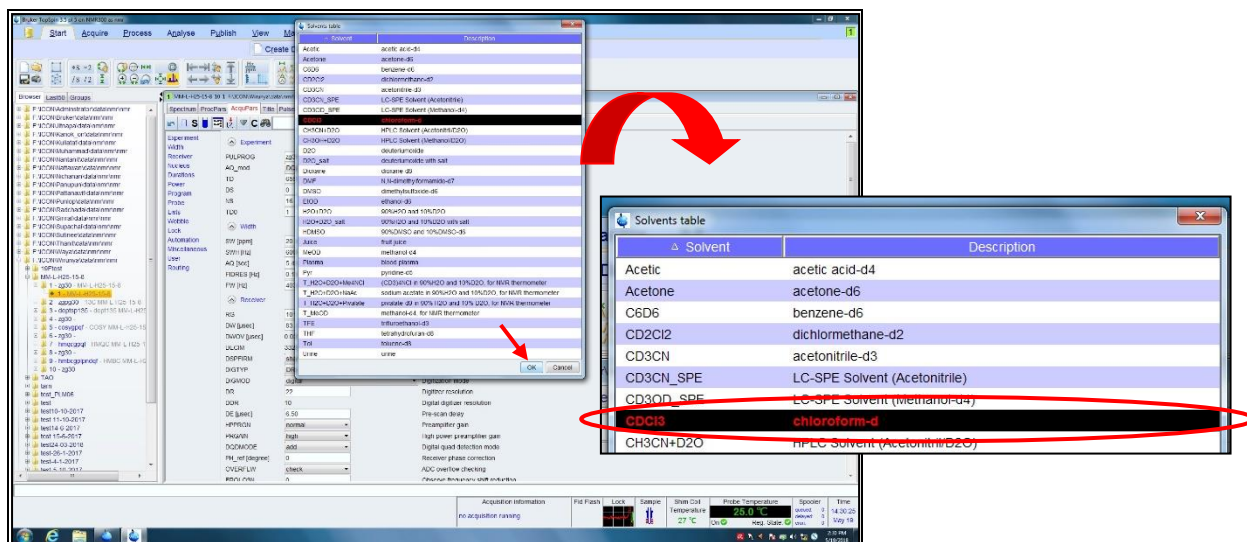
ข้อสังเกต ในกรณีทีวิเคราะห์สารที่มีปริมาณ < 10 mg หรือต้องการเพิ่ม intensity ของ spectrum สามารถเพิ่มจำนวน scan (Number of scans : NS) ได้ โดย NS ที่เปลี่ยนจะต้องเป็นตัวเลขที่หารด้วย 8 ลงตัว เช่น 8, 16, 32, 48 และ 64 เป็นต้น (ค่า default ของเครื่องกำหนดเริ่มต้นที่ 8)

- หากต้องการทราบเวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์สารตัวอย่างให้คลิกที่เครื่องหมาย  จะปรากฏหน้าจอ Experiment time ดังรูปที่ 4.135



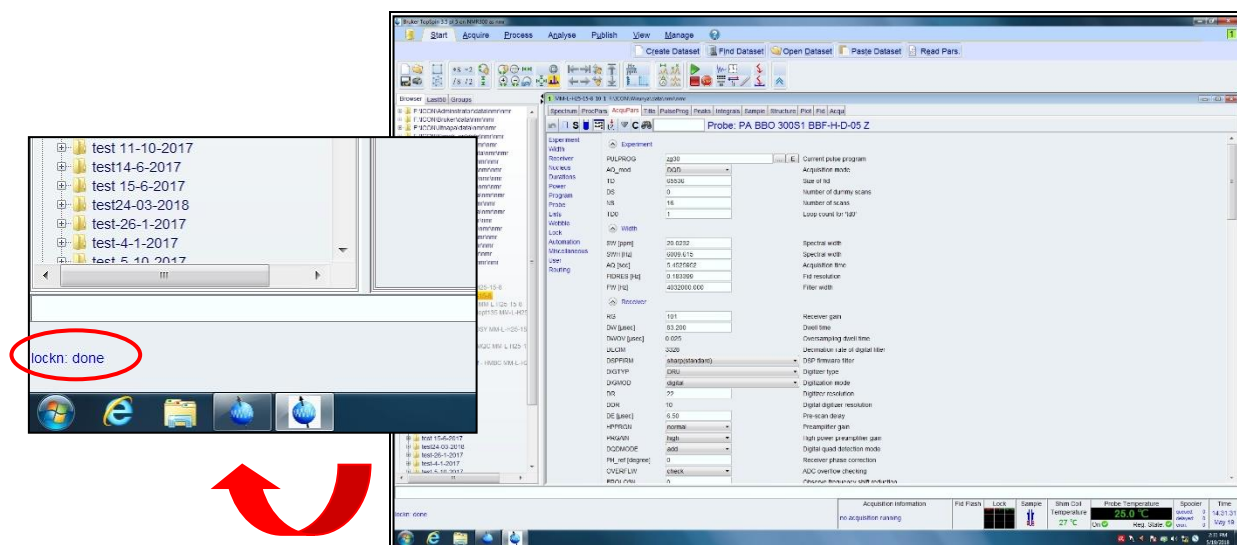
รูปที่ 4.135 แสดงหน้าจอ Experiment time

- คลิก Close
- พิมพ์คำสั่ง lock แล้วกด Enter จะปรากฏหน้าจอเพื่อให้เลือกตัวทำละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์ ดังรูปที่ 4.136



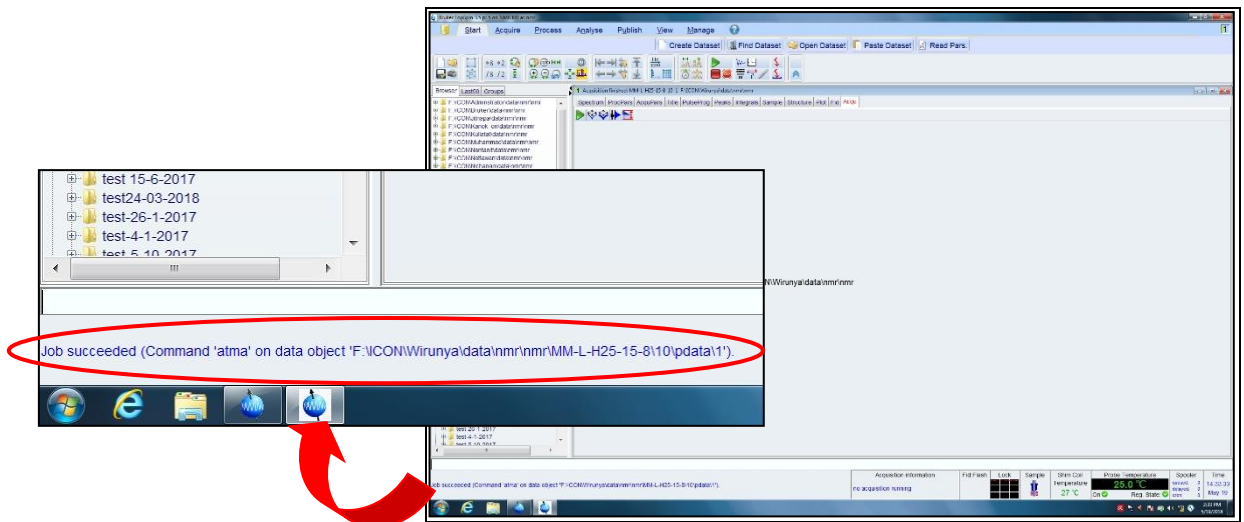
รูปที่ 4.136 แสดงหน้าจอ Solvents table

- จากรูปที่ 4.136 ให้คลิกเลือกตัวทำละลายแล้วคลิก OK รอสักครู่จะปรากฏคำว่า lockn: done แสดงว่าเครื่อง lock สัญญาณของตัวทำละลายเสร็จแล้ว ดังรูปที่ 4.137



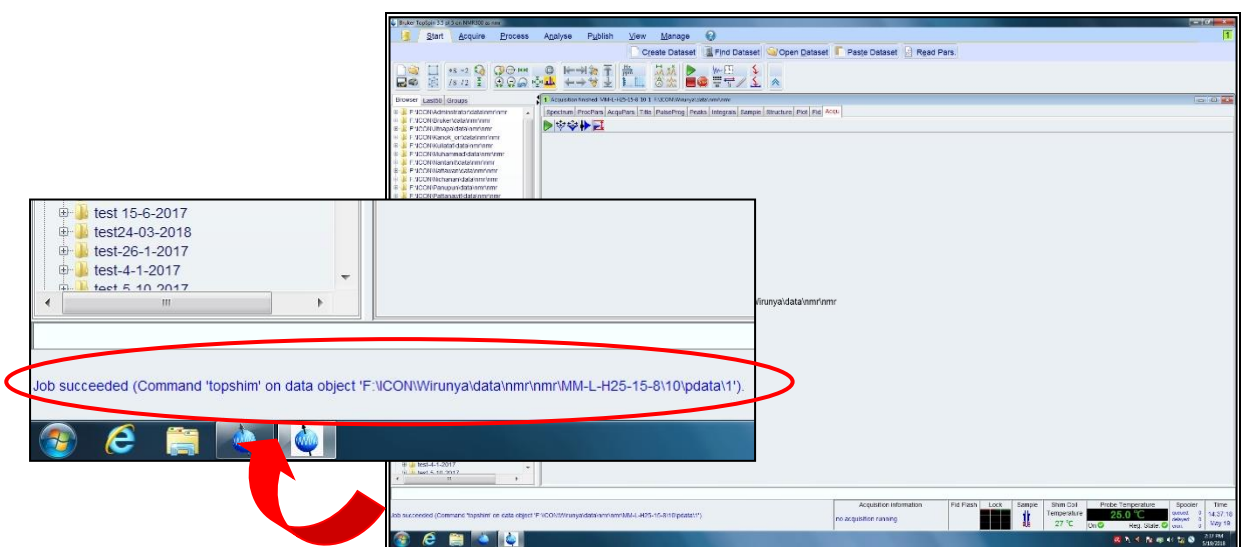
รูปที่ 4.137 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า lockn: done

- พิมพ์คำสั่ง atma แล้วกด Enter รอสักครู่ เมื่อเครื่องทำการ atma เรียบร้อยแล้วจะปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'atma') ดังรูปที่ 4.138



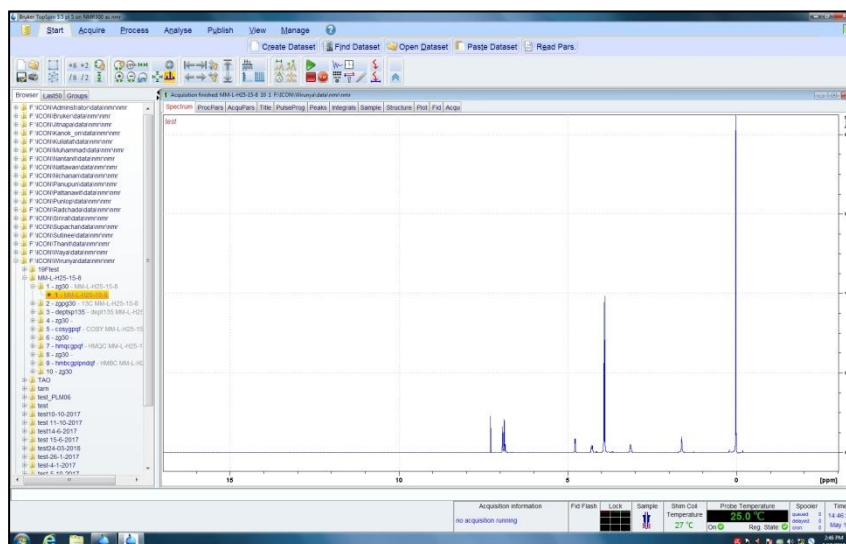
รูปที่ 4.138 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'atma')

- จากรูปที่ 4.138 ให้พิมพ์คำสั่ง topshim แล้วกด Enter รอสักครู่ เมื่อเครื่องทำการ topshim เรียบร้อยแล้วจะปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'topshim') ดังรูปที่ 4.139



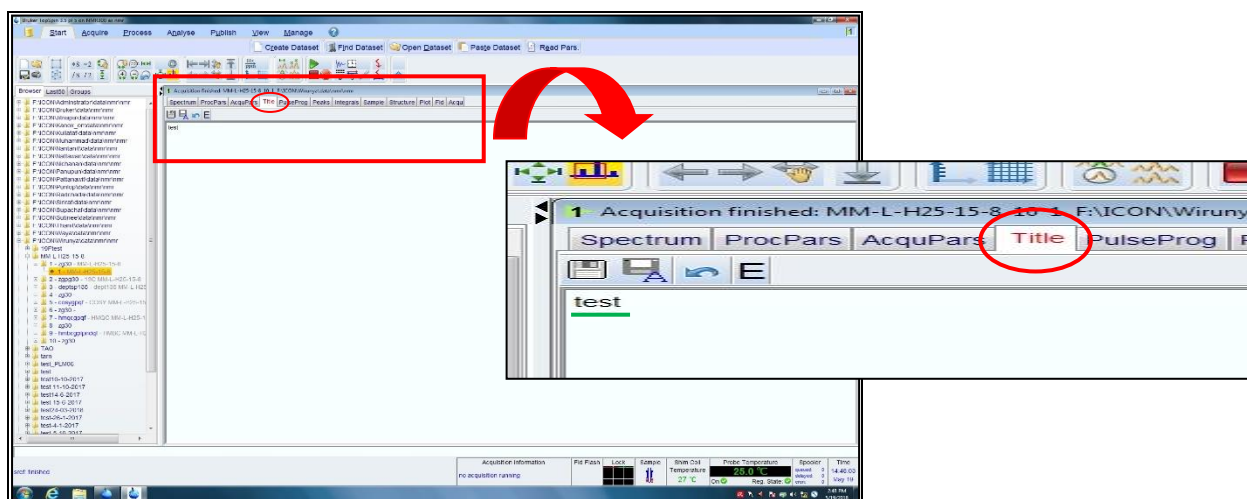
รูปที่ 4.139 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'topshim')

- พิมพ์คำสั่ง getprosol แล้วกด Enter จะปรากฏคำว่า getprosol finished!
- พิมพ์คำสั่ง rga แล้วกด Enter รอสักครู่จะปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'rga')
- จากนั้นพิมพ์คำสั่ง zgefz แล้วกด Enter รอจนกระทั่งเครื่องทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างเรียบร้อยแล้วจะปรากฏ spectrum ของ ^1H ดังรูปที่ 4.140



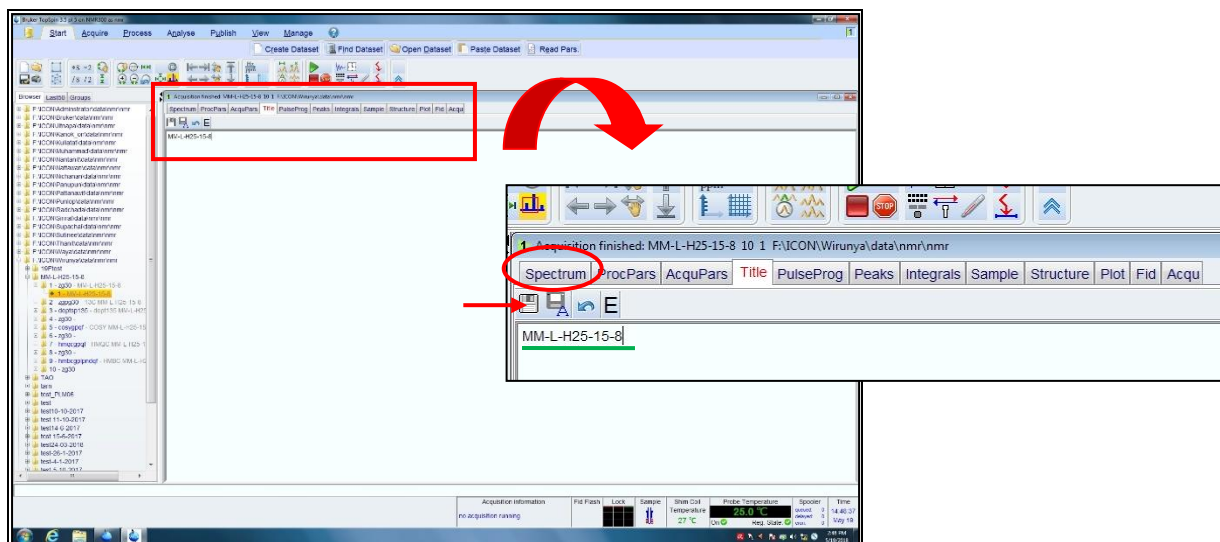
รูปที่ 4.140 หน้าจอแสดงผลของ ^1H NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์

- จากนั้นพิมพ์คำสั่ง apk แล้วกด Enter เพื่อปรับ phase
- พิมพ์คำสั่ง abs แล้วกด Enter เพื่อปรับ baseline
- พิมพ์คำสั่ง sref แล้วกด Enter เพื่อ calibration internal standard (TMS)
- พิมพ์คำสั่ง pps แล้วกด Enter เพื่อใส่ค่า chemical shift
- พิมพ์คำสั่ง .int แล้วกด Enter เพื่อใส่ integration
- จากนั้นให้คลิกคำว่า Title ในแถบเมนูเพื่อใส่ชื่อของสารตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์ดังรูปที่ 4.141



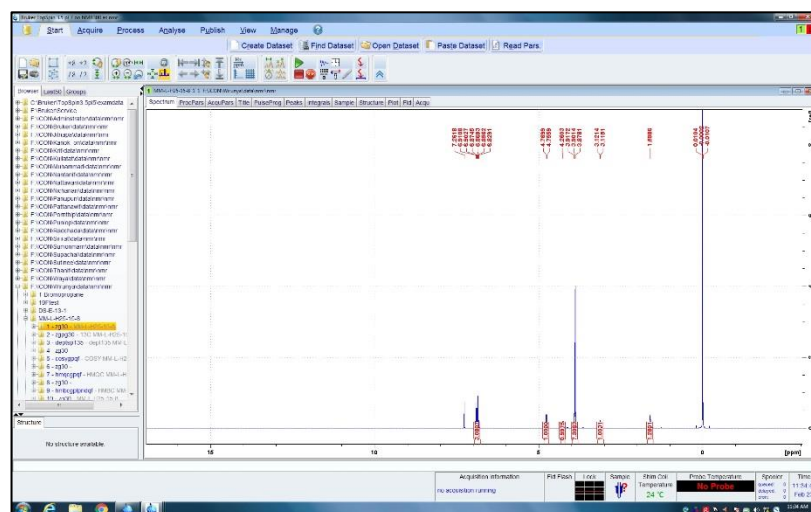
รูปที่ 4.141 แสดงหน้าจอ Title

- จากรูปที่ 4.141 ให้ลบคำว่า test ออกแล้วใส่ชื่อของสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ลงไปแทนที่ดังรูปที่ 4.142



รูปที่ 4.142 แสดงหน้าจอเพื่อ save ชื่อใหม่ และการกลับสู่หน้าจอ Spectrum

- จากนั้นให้คลิกที่เครื่องหมาย  เพื่อทำการ save ชื่อใหม่
- คลิกคำว่า Spectrum ในแถบเมนูเพื่อกลับสู่หน้าจอที่แสดง Spectrum ของ ^1H NMR ดังรูปที่ 4.143

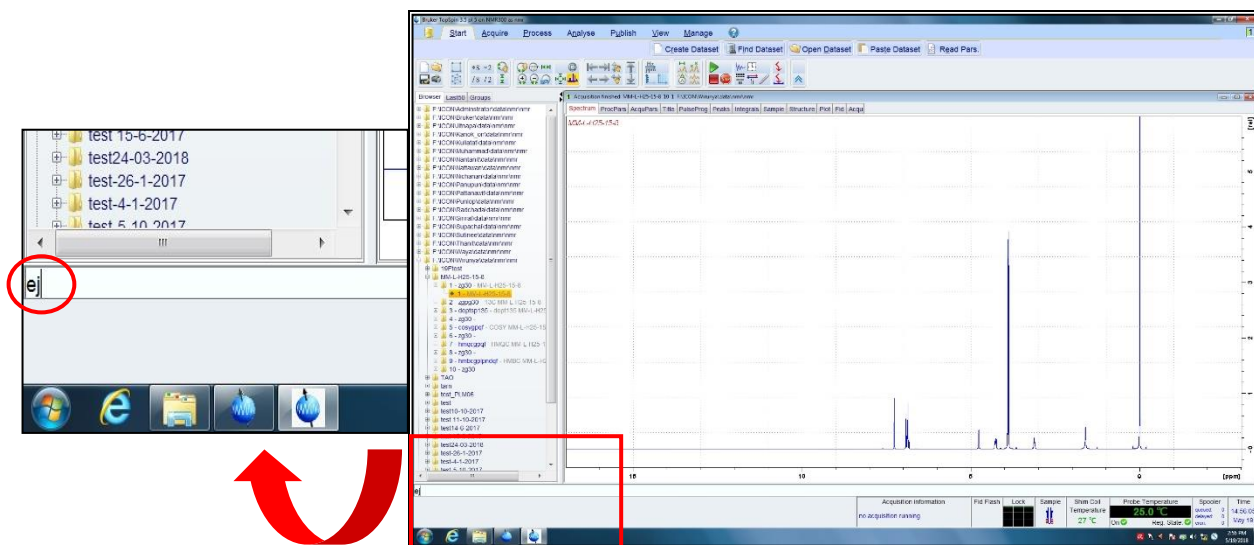


รูปที่ 4.143 แสดงหน้าจอ Spectrum ของ ^1H NMR

- พิมพ์คำสั่ง ej แล้วกด Enter จะได้ยินเสียงลมดังขึ้นจากเครื่อง NMR ให้นำสารตัวอย่างออกจาก probe
- จากนั้นพิมพ์คำสั่ง ij เพื่อเป็นการปิดลม

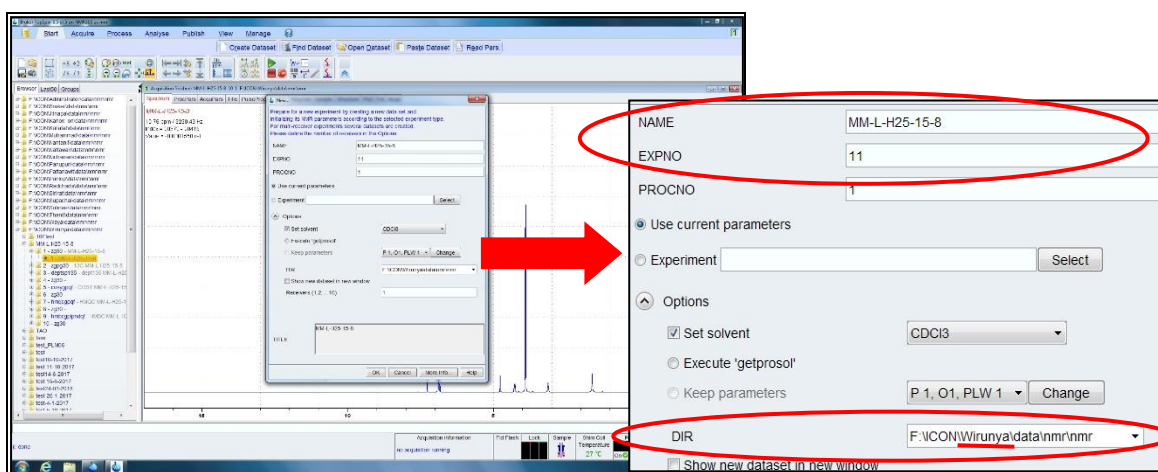
2.2 การวิเคราะห์ ^{13}C NMR

- เปิดหน้าจอ Bruker TopSpin pl5 on NMR300 as nmr ดังรูปที่ 4.144



รูปที่ 4.144 แสดงหน้าจอ Bruker TopSpin pl5 on NMR300 as nmr

- จากรูปที่ 4.144 ให้พิมพ์คำสั่ง ej ลงใน command line แล้วกด Enter รอซักครู่จะได้ยินเสียงลมดังขึ้นจากเครื่อง NMR ให้นำสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ใส่ลงใน probe
- จากนั้นให้พิมพ์คำสั่ง ij แล้วกด Enter เสียงลมจะหายไปสารตัวอย่างจะตกลงสู่ probe เพื่อทำการวิเคราะห์ต่อไป
- พิมพ์คำสั่ง edc แล้วกด Enter จะปรากฏหน้าจอ New เพื่อให้ตั้งชื่อ file ใหม่ดังรูปที่ 4.145

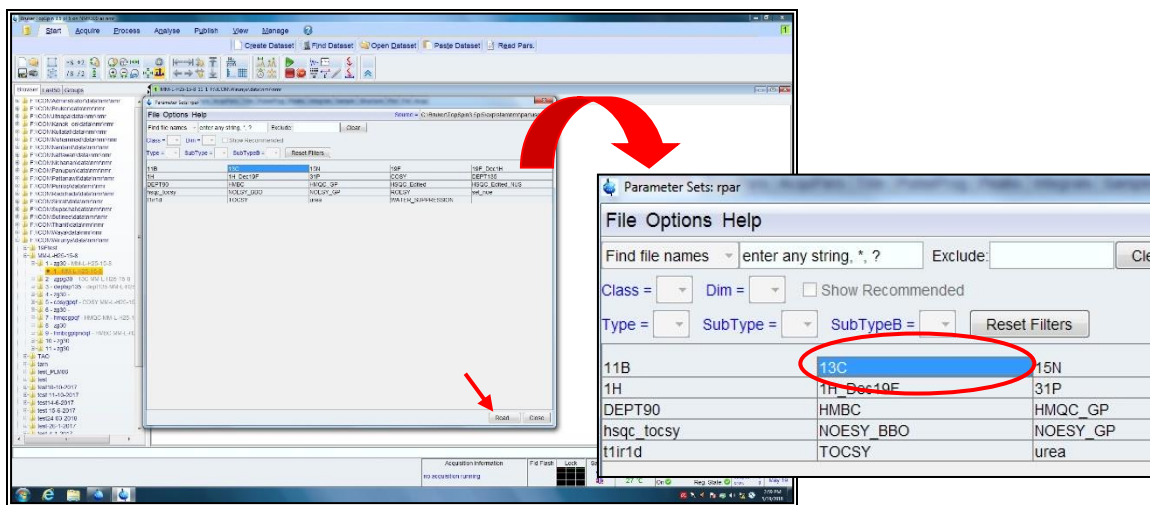


รูปที่ 4.145 แสดงหน้าจอ New

- ใส่ชื่อของสารที่จะทำการวิเคราะห์ในช่อง Name, Experiment number ในช่อง EXPNO และเปลี่ยนชื่อของ user ในช่อง DIR แล้วคลิก OK

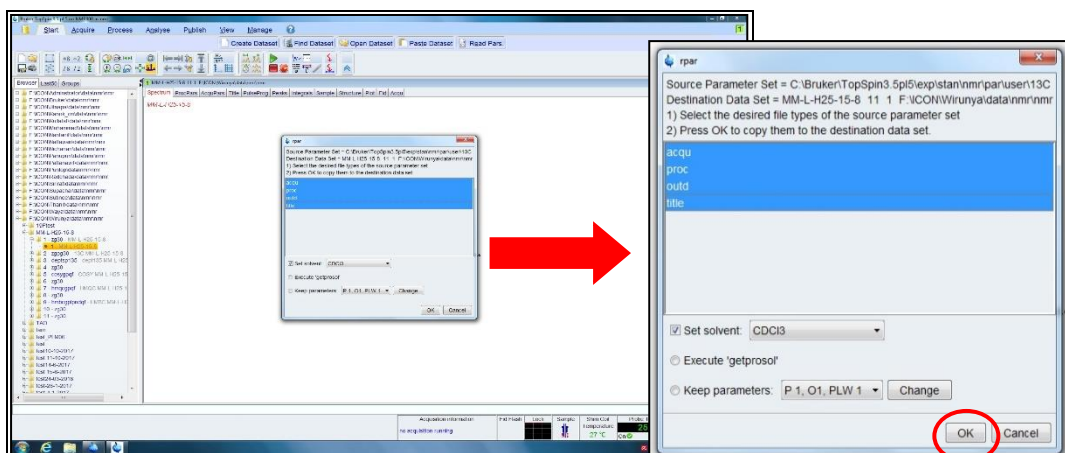
ข้อสังเกต ในกรณีที่ตั้งชื่อ Name ซ้ำเดิมกับสารที่เคยทำการวิเคราะห์มาก่อนหน้านี้แล้ว EXPNO ที่ตั้งจะเป็นตัวเลขใดก็ได้แต่ต้องไม่ใช่ตัวเลขเดิม

- พิมพ์คำสั่ง rpar แล้วกด Enter จะปรากฏหน้าจอเพื่อให้เลือกเทคนิคที่ต้องการวิเคราะห์เช่น ^1H , ^{13}C , DEPT135, COSY, HMQC และ HMBC ดังรูปที่ 4.146



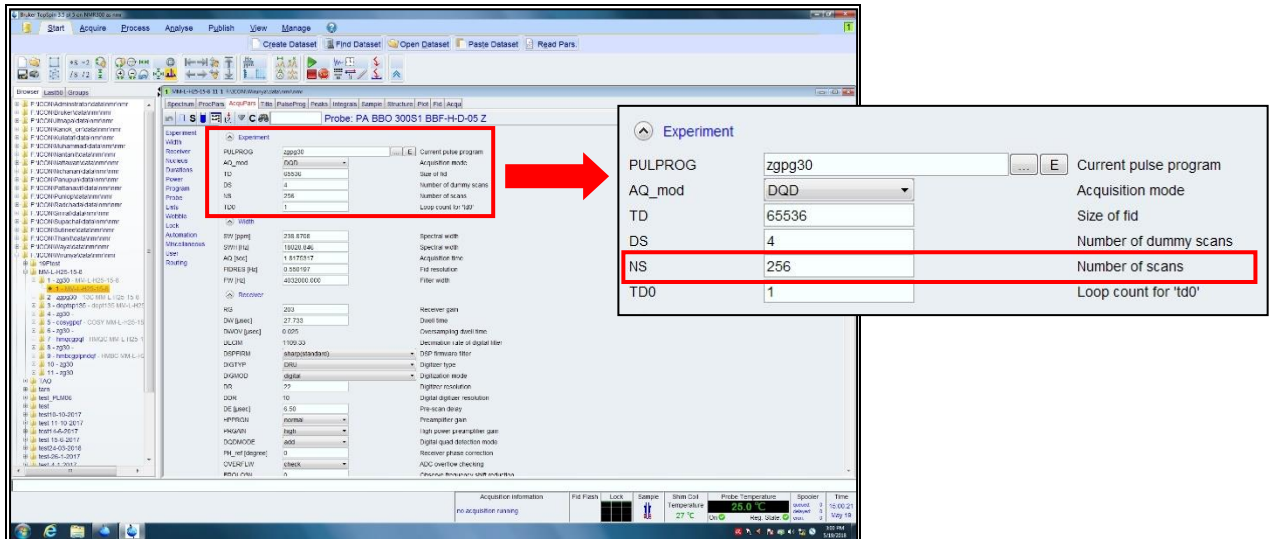
รูปที่ 4.146 แสดงหน้าจอ Parameter Sets: rpar

- จากรูป 4.146 กรณีนี้ต้องการวิเคราะห์ ^{13}C ให้คลิกเลือกที่ 13C และคลิก Read จะปรากฏหน้าจอ ดังรูปที่ 4.147



รูปที่ 4.147 แสดงหน้าจอ rpar

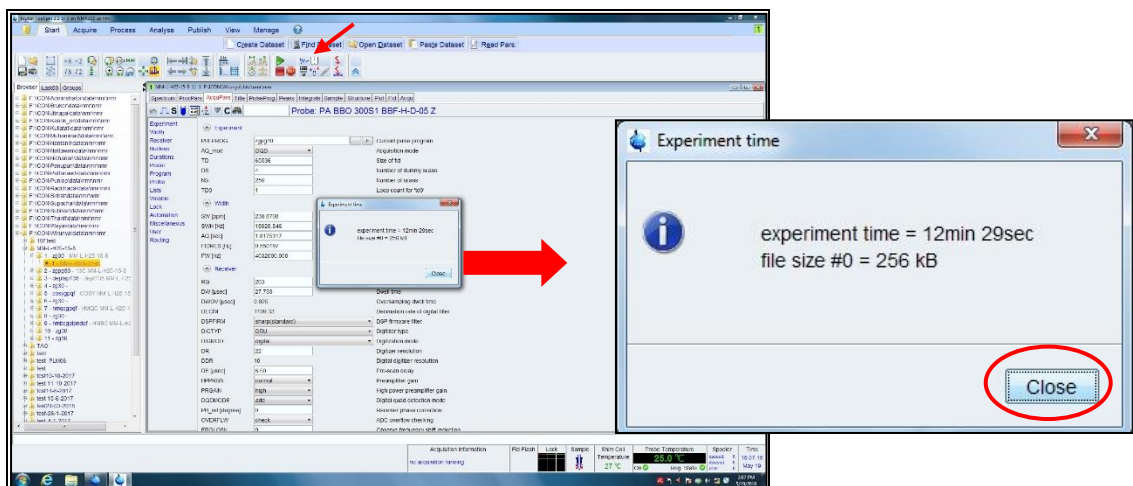
- คลิก OK
- พิมพ์คำสั่ง eda แล้วกด Enter จะปรากฏหน้าจอเพื่อให้เปลี่ยนค่า parameter ต่างๆ ที่ต้องการวิเคราะห์ ดังรูปที่ 4.148



รูปที่ 4.148 แสดงหน้าจอ AcqPars

ข้อสังเกต ในกรณีที่เราวิเคราะห์สารที่มีปริมาณ < 30 mg หรือต้องการเพิ่ม intensity ของ spectrum สามารถเพิ่มจำนวน scan (Number of scans: NS) ได้ โดย NS ที่เปลี่ยนจะต้องเป็นตัวเลขที่หารด้วย 8 ลงตัว เช่น 256, 512, 1024(1K) และ 2048(2K) เป็นต้น (ค่า default ของเครื่องกำหนดเริ่มต้นที่ 256)

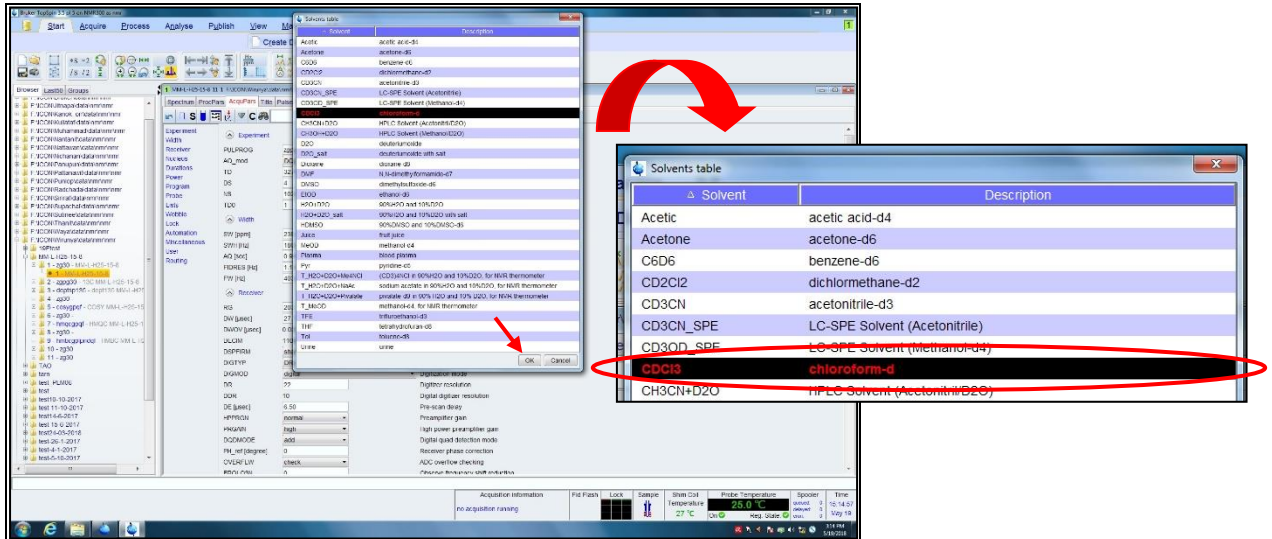
- หากต้องการทราบเวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์สารตัวอย่างให้คลิกที่เครื่องหมาย  จะปรากฏหน้าจอ Experiment time ดังรูปที่ 4.149



รูปที่ 4.149 แสดงหน้าจอ Experiment time

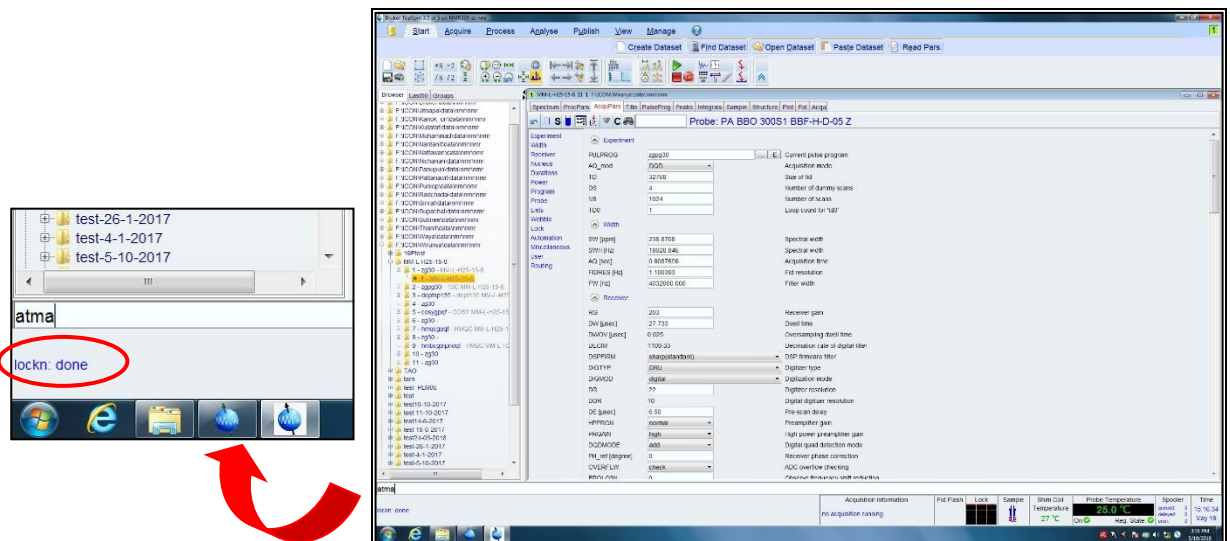
- คลิก Close

- พิมพ์คำสั่ง lock แล้วกด Enter จะปรากฏหน้าจอเพื่อให้เลือกตัวทำละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์ ดังรูปที่ 4.150



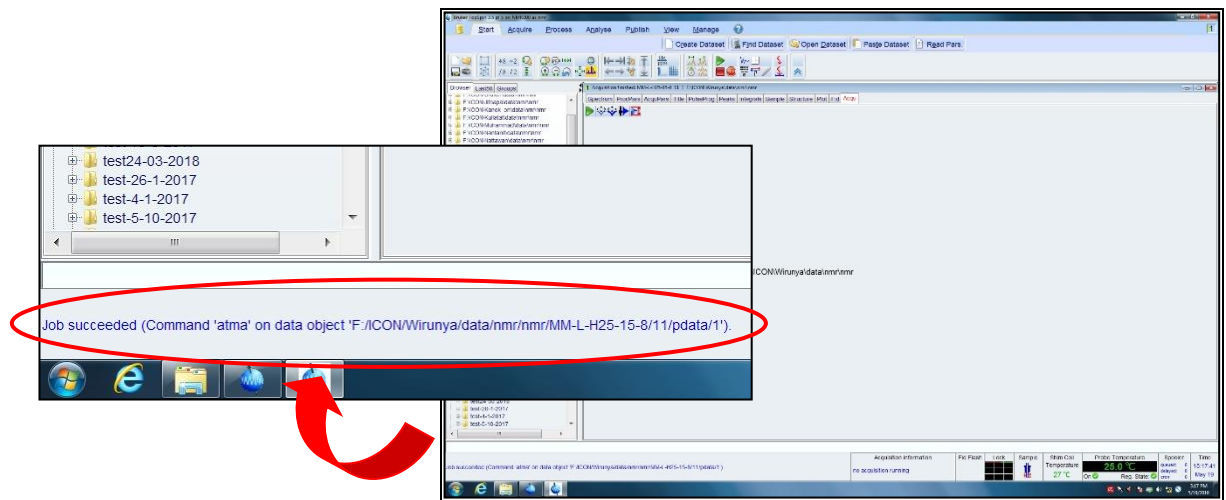
รูปที่ 4.150 แสดงหน้าจอ Solvents table

- จากรูปที่ 4.150 ให้คลิกเลือกตัวทำละลายที่ใช้แล้วคลิก OK รอสักครู่จะปรากฏคำว่า lockn: done แสดงว่าเครื่อง lock สัญญาณของตัวทำละลายเสร็จแล้ว ดังรูปที่ 4.151



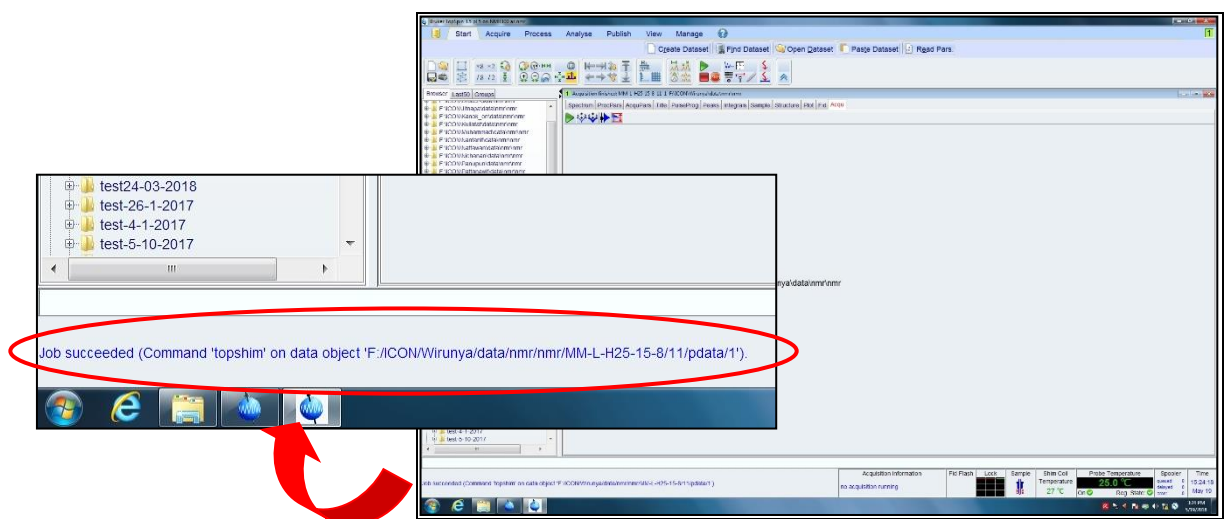
รูปที่ 4.151 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า lockn: done

- ลำดับต่อมาให้พิมพ์คำสั่ง atma แล้วกด Enter รอสักครู่ เมื่อเครื่องทำการ atma เรียบร้อยแล้วจะปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'atma') ดังรูปที่ 4.152



รูปที่ 4.152 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'atma')

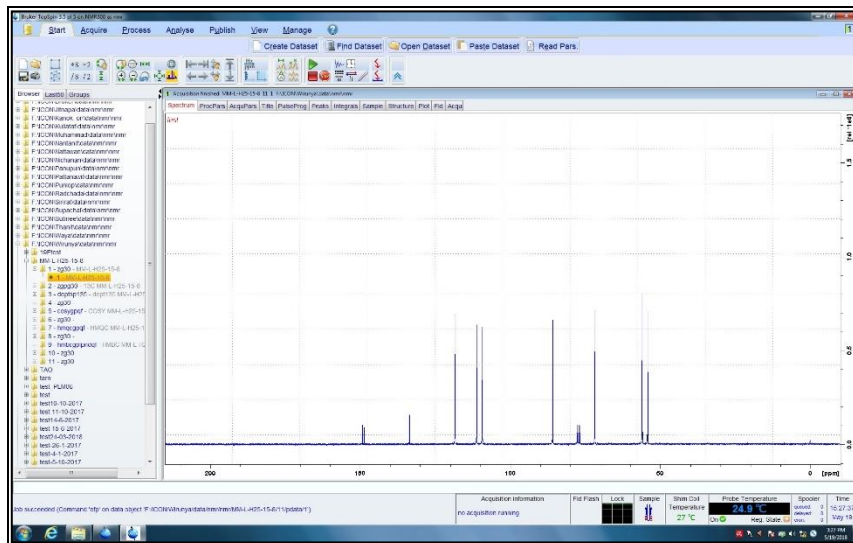
- จากรูปที่ 4.152 ให้พิมพ์คำสั่ง topshim แล้วกด Enter รอสักครู่ เมื่อเครื่องทำการ topshim เรียบร้อยแล้วจะปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'topshim') ดังรูปที่ 4.153



รูปที่ 4.153 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'topshim')

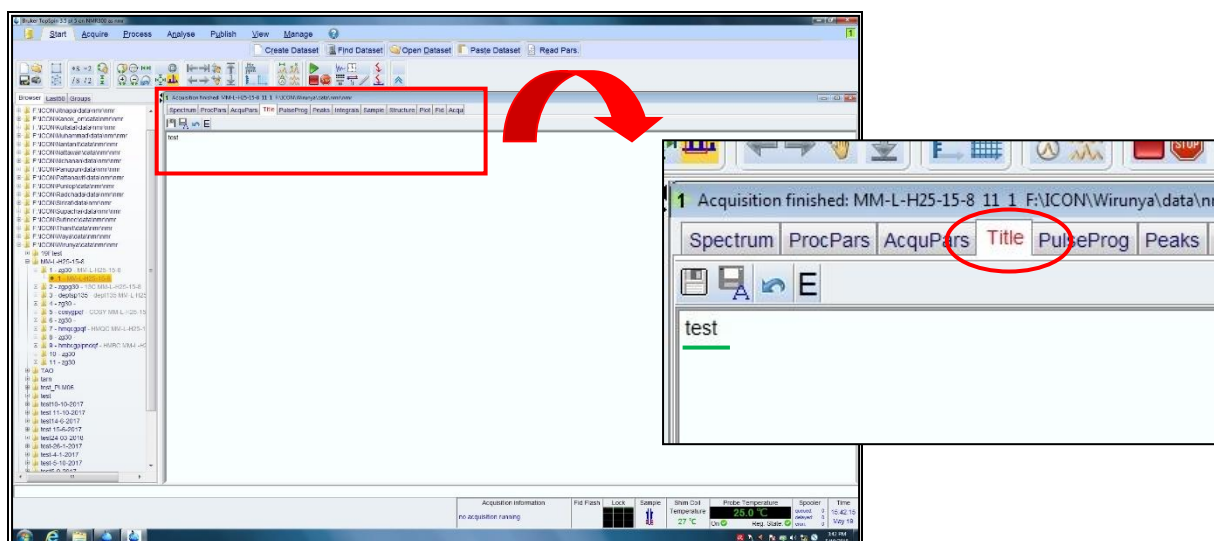
- จากนั้นพิมพ์คำสั่ง getprosol แล้วกด Enter จะปรากฏคำว่า getprosol finished!
- พิมพ์คำสั่ง rga แล้วกด Enter รอสักครู่จะปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'rga')

- กดปุ่ม **zgc** แล้วกด **Enter** รอจนกระทั่งเครื่องทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างเรียบร้อยแล้วจะปรากฏ spectrum ของ ^{13}C ดังรูปที่ 4.154



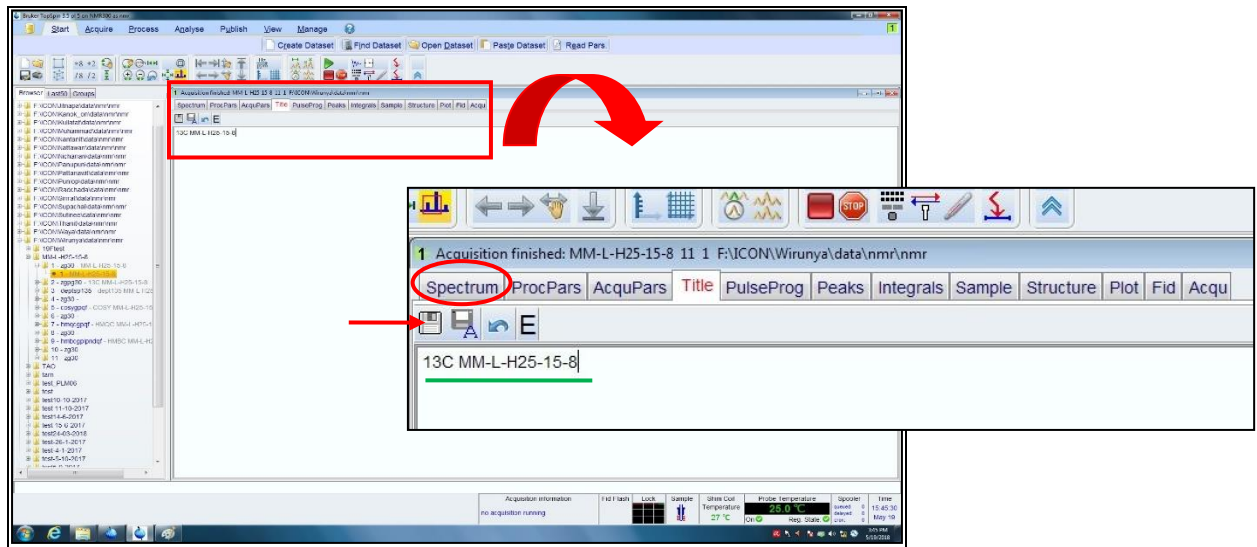
รูปที่ 4.154 หน้าจอแสดงผลของ ^{13}C NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์

- จากนั้นพิมพ์คำสั่ง **apk** แล้วกด **Enter** เพื่อปรับ phase
- พิมพ์คำสั่ง **abs** แล้วกด **Enter** เพื่อปรับ baseline
- พิมพ์คำสั่ง **sref** แล้วกด **Enter** เพื่อ calibration internal standard (TMS)
- พิมพ์คำสั่ง **pps** แล้วกด **Enter** เพื่อใส่ค่า chemical shift
- จากนั้นให้คลิกคำว่า **Title** ในแถบเมนูเพื่อใส่ชื่อของสารตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์ดังรูปที่ 4.155



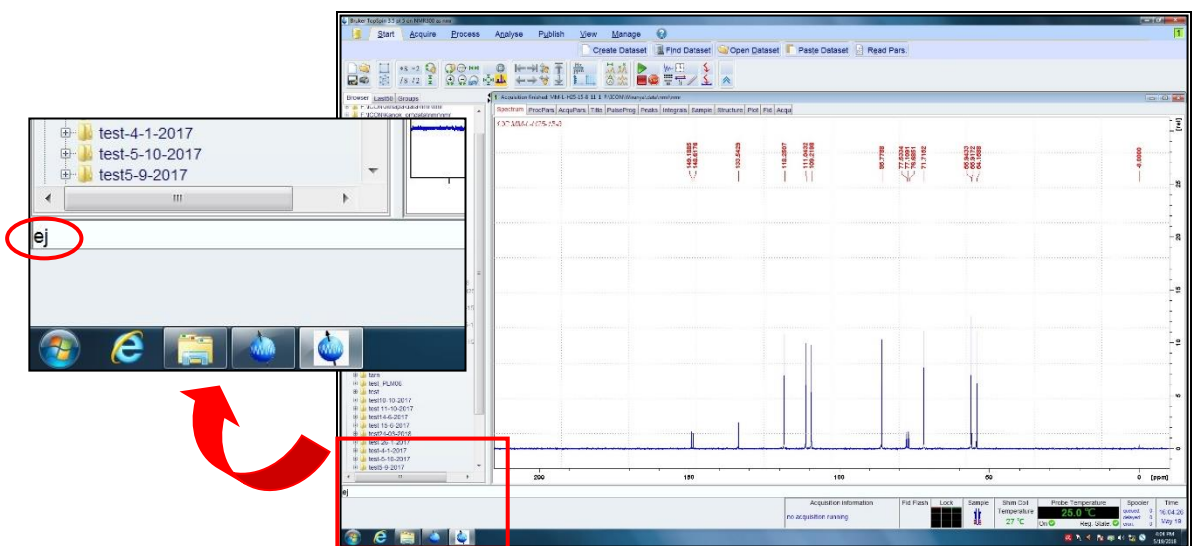
รูปที่ 4.155 แสดงหน้าจอ Title

- จากรูปที่ 4.155 ให้ลบคำว่า test ออกแล้วใส่ชื่อของสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ลงไปแทนที่ ดังรูปที่ 4.156



รูปที่ 4.156 แสดงหน้าจอเพื่อ save ชื่อใหม่ และการกลับสู่หน้าจอ Spectrum

- จากนั้นให้คลิกที่เครื่องหมาย  เพื่อทำการ save ชื่อใหม่
- คลิกคำว่า Spectrum ในแถบเมนูเพื่อกลับสู่หน้าจอ Spectrum ของ ^{13}C NMR ดังรูปที่ 4.157

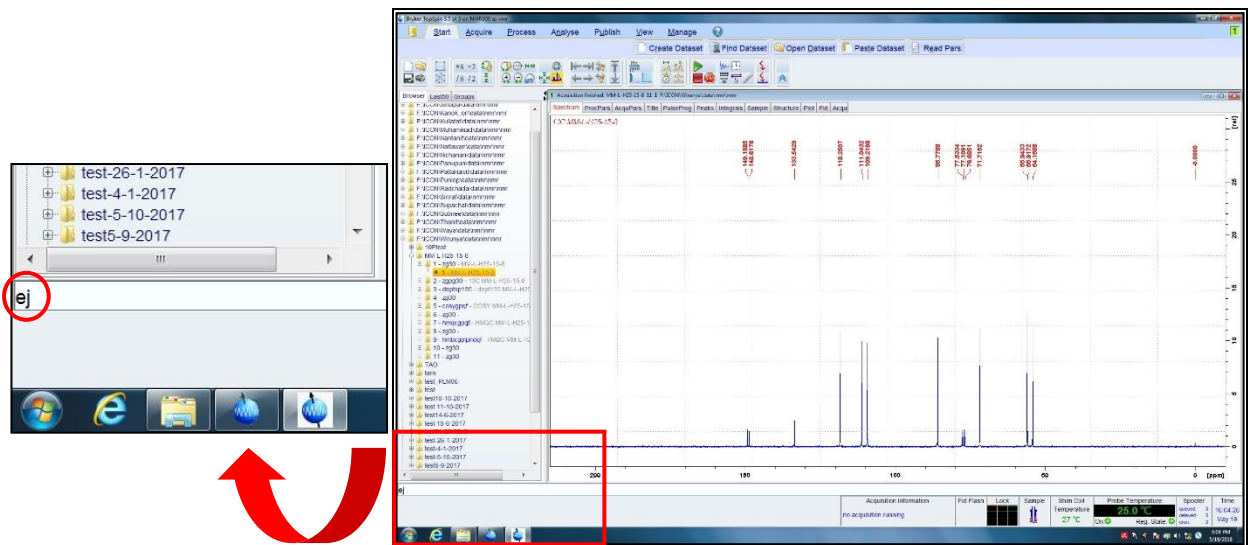


รูปที่ 4.157 แสดงหน้าจอ Spectrum ของ ^{13}C NMR

- พิมพ์คำสั่ง ej แล้วกด Enter จะได้ยินเสียงลมดังขึ้นจากเครื่อง NMRให้นำสารตัวอย่างออกจาก probe
- จากนั้นพิมพ์คำสั่ง ij เพื่อเป็นการปิดลม

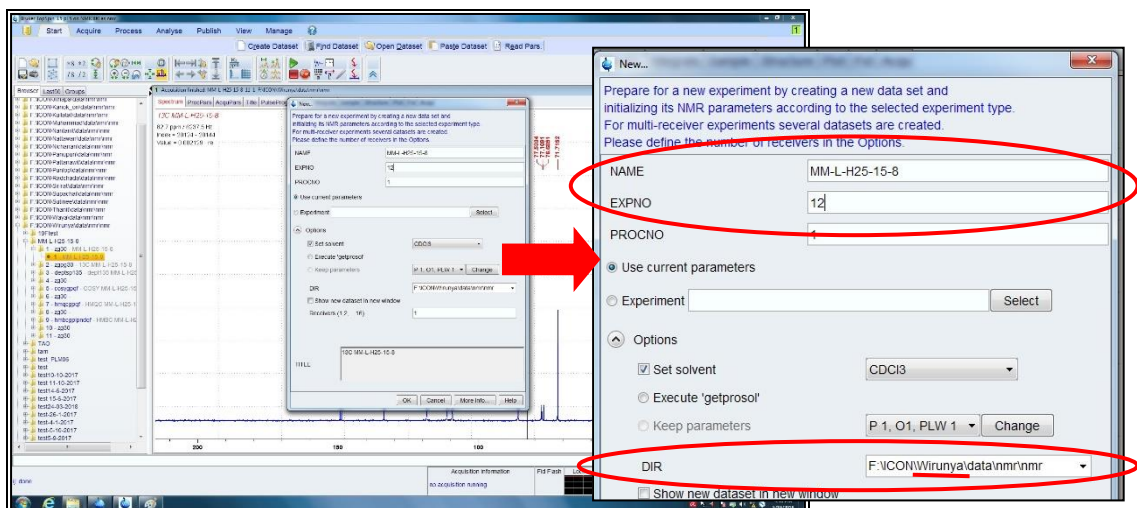
2.3 การวิเคราะห์ DEPT135 NMR

- เปิดหน้าจอ Bruker TopSpin pl5 on NMR300 as nmr ดังรูปที่ 4.158



รูปที่ 4.158 แสดงหน้าจอ Bruker TopSpin pl5 on NMR300 as nmr

- จากรูปที่ 4.158 ให้พิมพ์คำสั่ง ej ลงใน command line แล้วกด Enter รอซักรูจะได้นับเสียงลมดังขึ้นจากเครื่อง NMR ให้นำสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ใส่ลงใน probe
- จากนั้นให้พิมพ์คำสั่ง ij แล้วกด Enter เสียงลมจะหายไปสารตัวอย่างจะตกลงสู่ probe เพื่อทำการวิเคราะห์ต่อไป
- พิมพ์คำสั่ง edc แล้วกด Enter จะปรากฏหน้าจอ New เพื่อให้ตั้งชื่อ file ใหม่ดังรูปที่ 4.159



รูปที่ 4.159 แสดงหน้าจอ New

- ใส่ชื่อของสารที่จะทำการวิเคราะห์ในช่อง Name, Experiment number ในช่อง EXPNO และเปลี่ยนชื่อของ user ในช่อง DIR แล้วคลิก OK

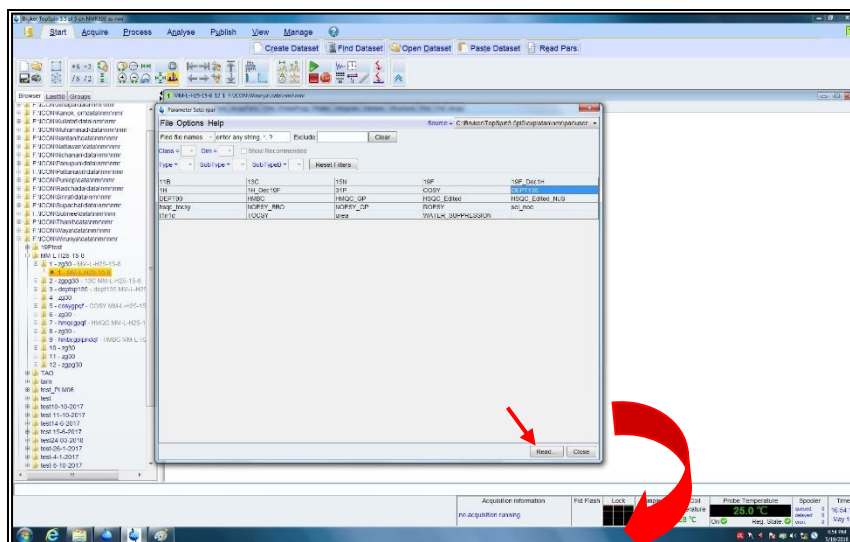
ข้อสังเกต ในกรณีที่ตั้งชื่อ Name ข้างเดิมกับสารที่เคยทำการวิเคราะห์มาก่อนหน้านี้แล้ว EXPNO ที่ตั้งจะเป็นตัวเลขใดก็ได้แต่ต้องไม่ใช่ตัวเลขเดิม ยกตัวอย่างเช่น

สารชื่อ MM-L-H25-15-8 No.1 run ^1H

MM-L-H25-15-8 No.2 run ^{13}C

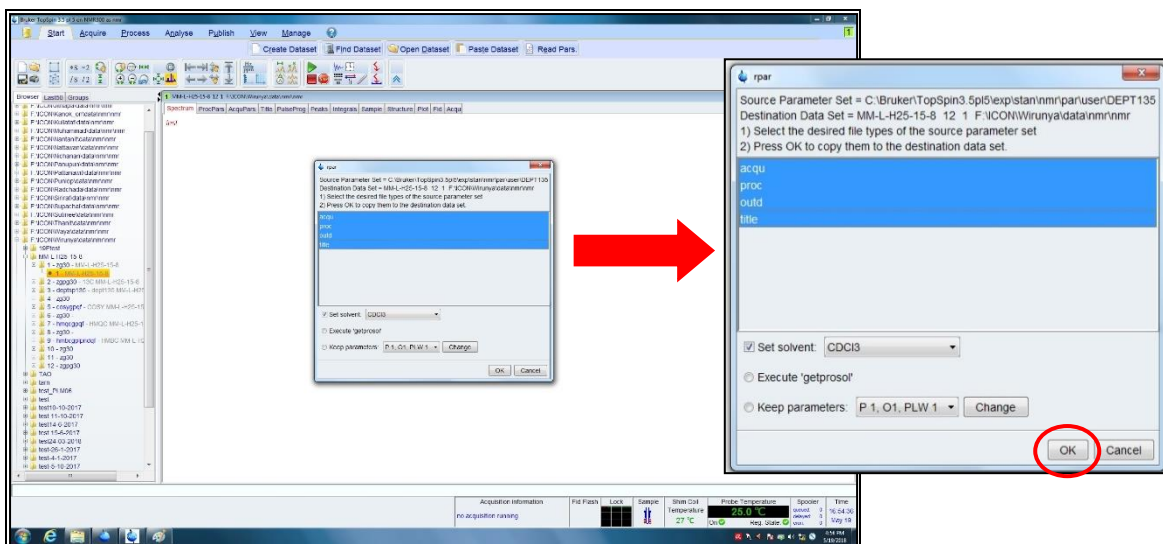
MM-L-H25-15-8 No.3 run DEPT135 เป็นต้น

- พิมพ์คำสั่ง rpar แล้วกด Enter จะปรากฏหน้าจอเพื่อให้เลือกเทคนิคที่ต้องการวิเคราะห์เช่น ^1H , ^{13}C , DEPT135, COSY, HMQC และ HMBC ดังรูปที่ 4.160



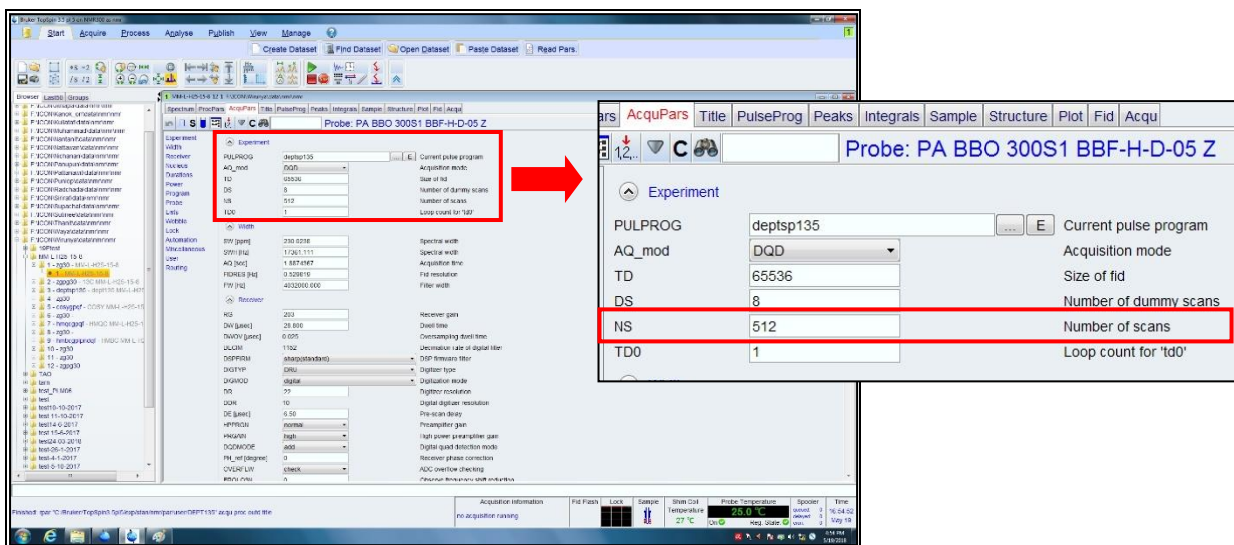
รูปที่ 4.160 แสดงหน้าจอ Parameter Sets: rpar

- จากรูป 4.160 กรณีนี้ต้องการวิเคราะห์ DEPT135 ให้คลิกเลือกที่ DEPT135 และคลิก Read จะปรากฏหน้าจอ ดังรูปที่ 4.161



รูปที่ 4.161 แสดงหน้าจอ rpar

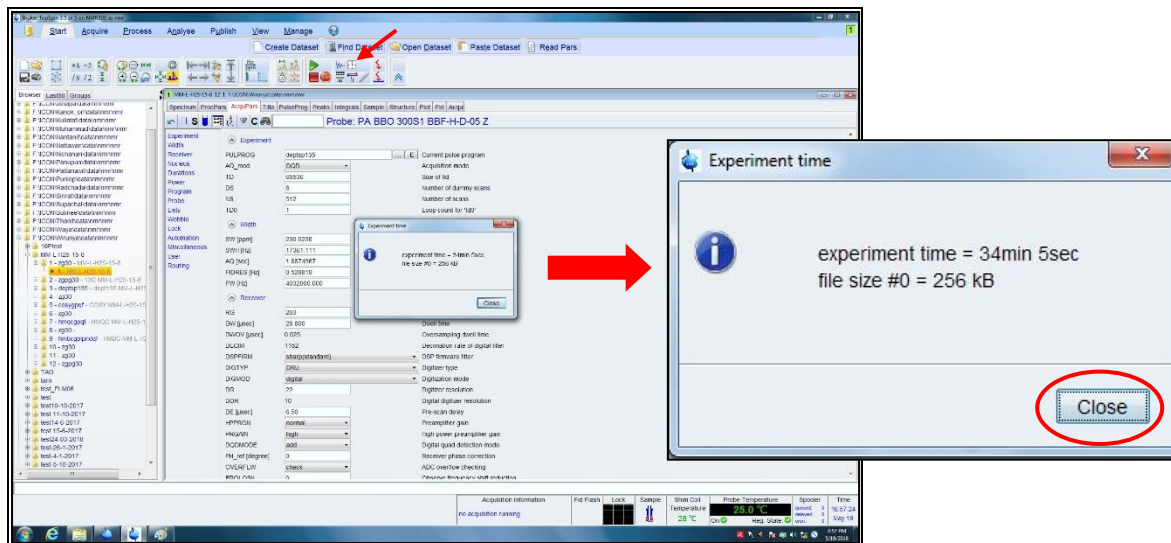
- คลิก OK
- พิมพ์คำสั่ง eda แล้วกด Enter จะปรากฏหน้าจอเพื่อให้เปลี่ยนค่า parameter ต่างๆ ที่ต้องการวิเคราะห์ ดังรูปที่ 4.162



รูปที่ 4.162 แสดงหน้าจอ AcquPars

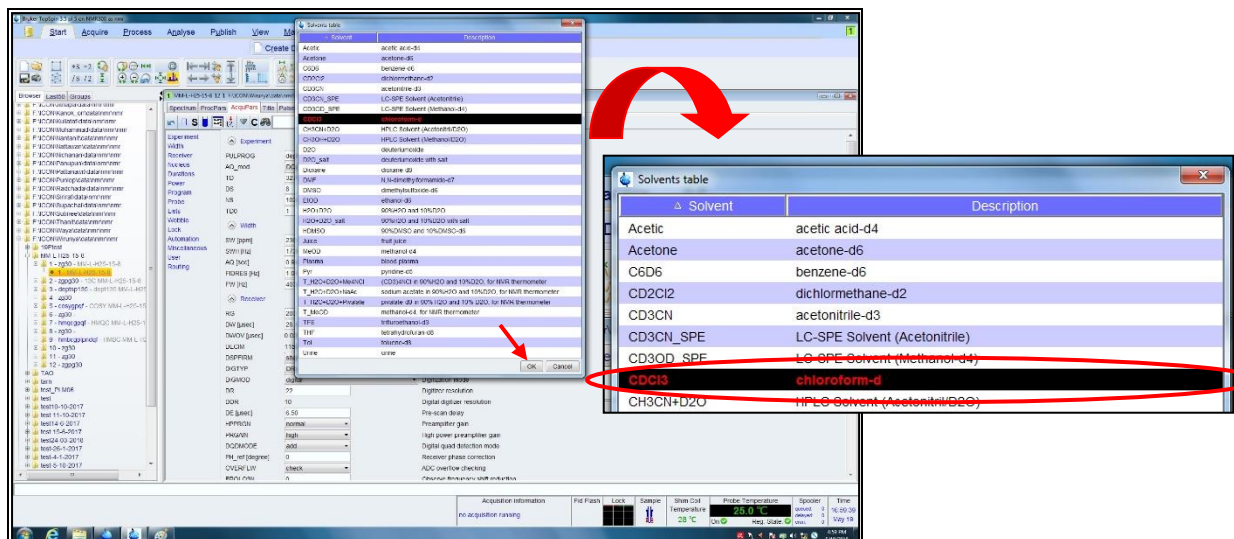
ข้อสังเกต ในกรณีทีวิเคราะห์สารที่มีปริมาณ < 30 mg หรือต้องการเพิ่ม intensity ของ spectrum สามารถเพิ่มจำนวน scan (Number of scans: NS) ได้ โดย NS ที่เปลี่ยนจะต้องเป็นตัวเลขที่หารด้วย 8 ลงตัว เช่น 256, 512, 1024(1K) และ 2048(2K) เป็นต้น (ค่า default ของเครื่องกำหนดเริ่มต้นที่ 512)

- หากต้องการทราบเวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์สารตัวอย่างให้คลิกที่เครื่องหมาย  จะปรากฏหน้าจอ Experiment time ดังรูปที่ 4.163



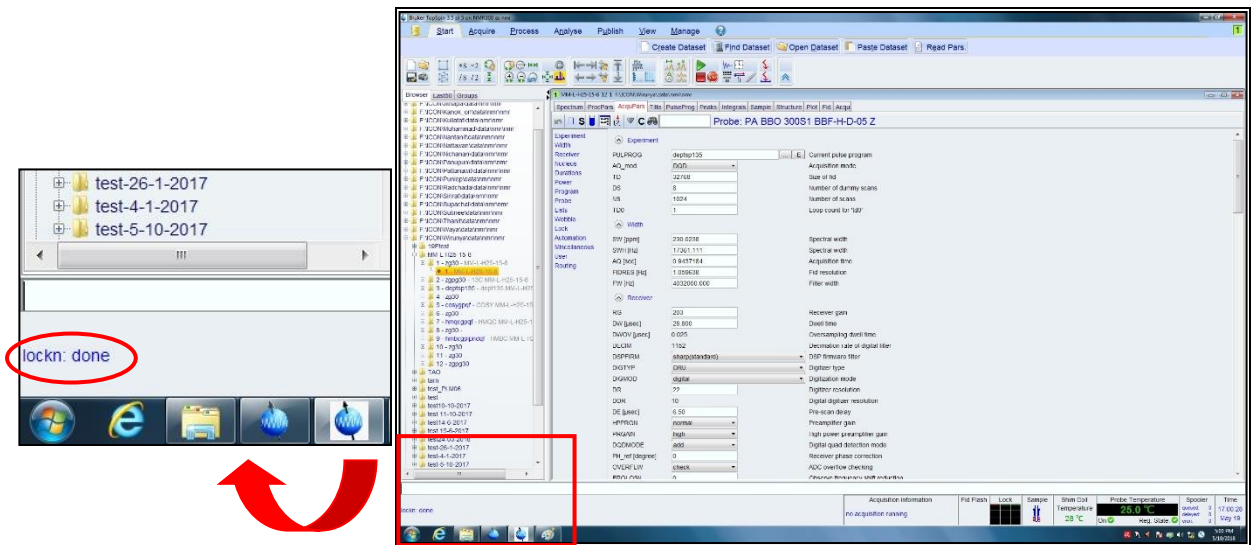
รูปที่ 4.163 แสดงหน้าจอ Experiment time

- คลิก Close
- พิมพ์คำสั่ง lock แล้วกด Enter จะปรากฏหน้าจอเพื่อให้เลือกตัวทำละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์ ดังรูปที่ 4.164



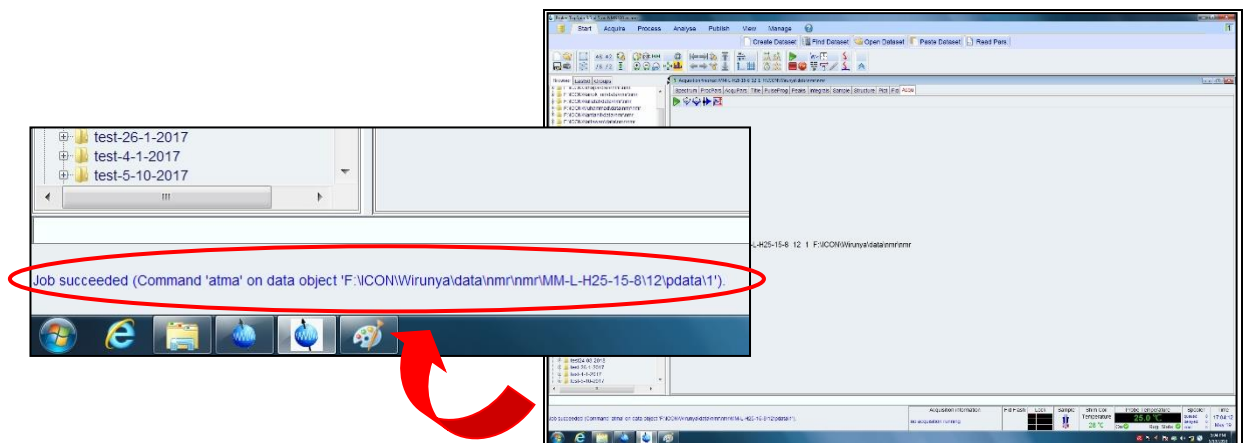
รูปที่ 4.164 แสดงหน้าจอ Solvents table

- จากรูปที่ 4.164 ให้คลิกเลือกตัวทำละลายที่ใช้แล้วคลิก OK รอสักครู่จะปรากฏคำว่า lockn: done แสดงว่าเครื่อง lock สัญญาณของตัวทำละลายเสร็จแล้ว ดังรูปที่ 4.165



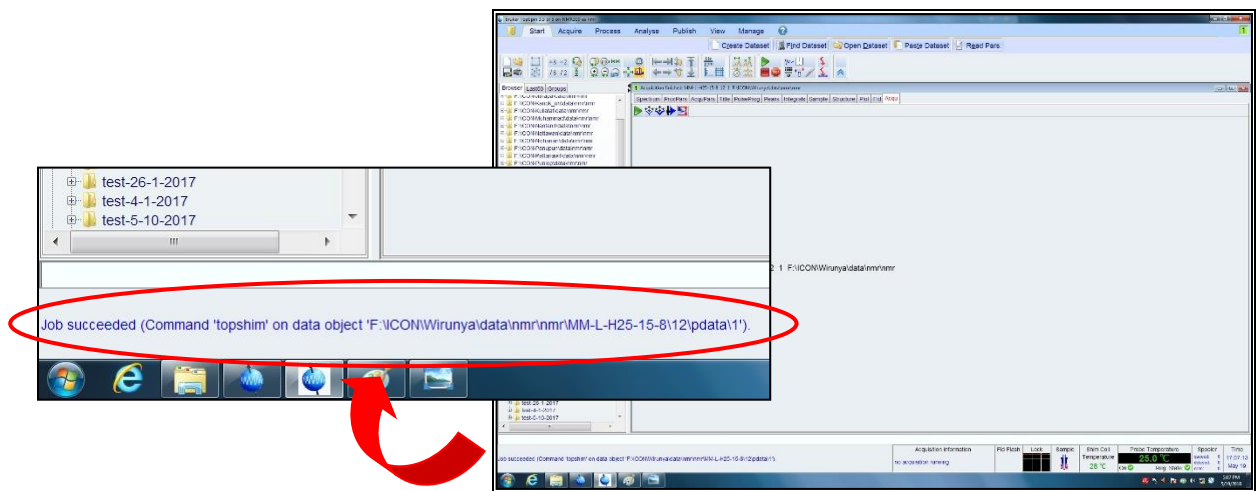
รูปที่ 4.165 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า lockn: done

- ลำดับต่อมาให้พิมพ์คำสั่ง atma แล้วกด Enter รอสักครู่ เมื่อเครื่องทำการ atma เรียบร้อยแล้วจะปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'atma') ดังรูปที่ 4.166



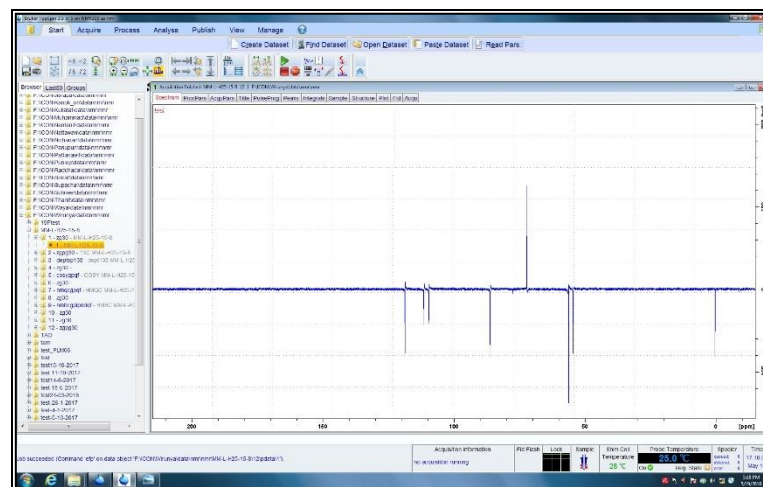
รูปที่ 4.166 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'atma')

- จากรูปที่ 4.166 ให้พิมพ์คำสั่ง topshim แล้วกด Enter รอสักครู่ เมื่อเครื่องทำการ topshim เรียบร้อยแล้วจะปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'topshim') ดังรูปที่ 4.167



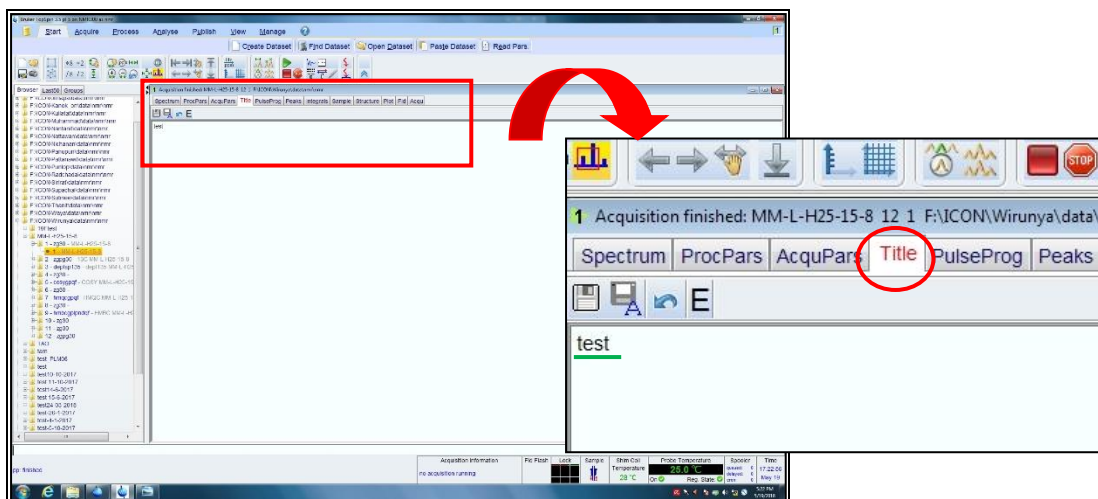
รูปที่ 4.167 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'topshim')

- จากนั้นพิมพ์คำสั่ง getprosol แล้วกด Enter จะปรากฏคำว่า getprosol finished!
- พิมพ์คำสั่ง rga แล้วกด Enter รอสักครู่จะปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'rga')
- ลำดับถัดไปพิมพ์คำสั่ง zgpgf แล้วกด Enter รอจนกระทั่งเครื่องทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างเรียบร้อยแล้วจะปรากฏ spectrum ของ DEPT135 ดังรูปที่ 4.168



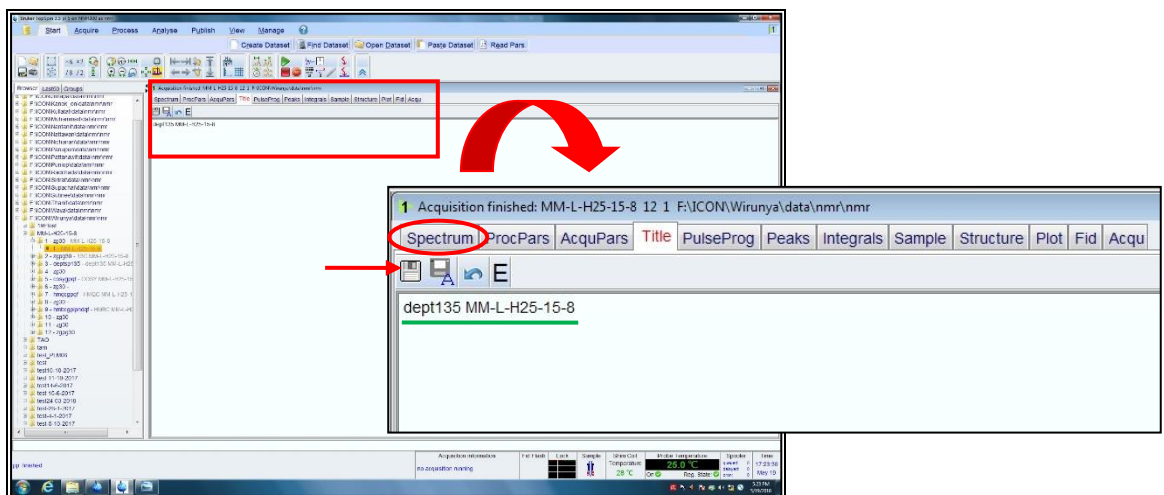
รูปที่ 4.168 หน้าจอแสดงผลของ DEPT135 NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์

- จากนั้นพิมพ์คำสั่ง apk แล้วกด Enter เพื่อปรับ phase
- พิมพ์คำสั่ง abs แล้วกด Enter เพื่อปรับ baseline
- พิมพ์คำสั่ง sref แล้วกด Enter เพื่อ calibration internal standard (TMS)
- พิมพ์คำสั่ง pps แล้วกด Enter เพื่อใส่ค่า chemical shift
- ลำดับถัดไปให้คลิกคำว่า Title ในแถบเมนูเพื่อใส่ชื่อของสารตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์ดังรูปที่ 4.169



รูปที่ 4.169 แสดงหน้าจอ Title

- จากรูปที่ 4.169 ให้ลบคำว่า test ออกแล้วใส่ชื่อของสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ลงไปแทนที่ ดังรูปที่ 4.170

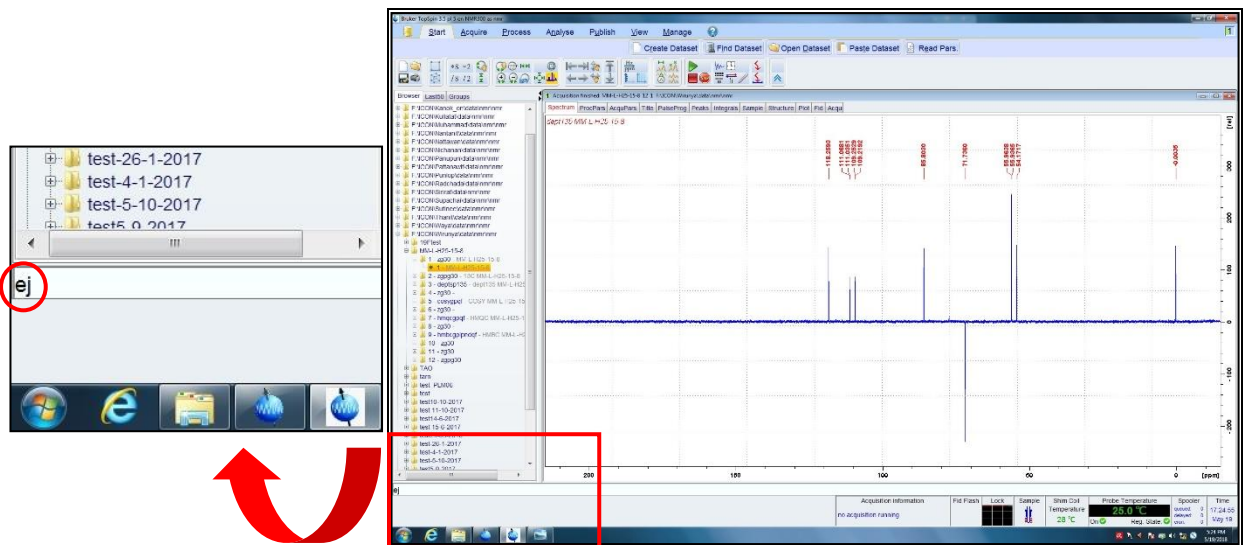


รูปที่ 4.170 แสดงหน้าจอเพื่อ save ชื่อใหม่ และการกลับสู่หน้าจอ Spectrum

- จากนั้นให้คลิกที่เครื่องหมาย  เพื่อทำการ save ชื่อใหม่
- คลิกคำว่า Spectrum ในแถบเมนูเพื่อกลับสู่หน้าจอ Spectrum ของ DEPT135 NMR ดังรูปที่ 4.171

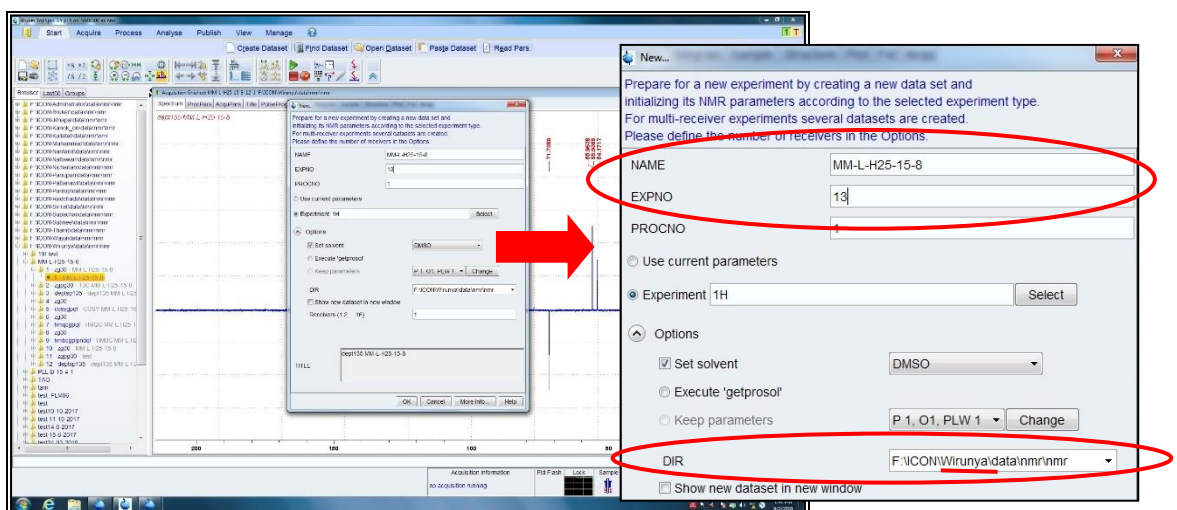
2.4 การวิเคราะห์ COSY NMR

- เปิดหน้าจอ Bruker TopSpin pl5 on NMR300 as nmr ดังรูปที่ 4.172



รูปที่ 4.172 แสดงหน้าจอ Bruker TopSpin pl5 on NMR300 as nmr

- จากรูปที่ 4.172 ให้พิมพ์คำสั่ง ej ลงใน command line แล้วกด Enter รอซักครู่จะได้ยินเสียงลมดังขึ้นจากเครื่อง NMR ให้นำสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ใส่ลงใน probe
- จากนั้นให้พิมพ์คำสั่ง ij แล้วกด Enter เสียงลมจะหายไปสารตัวอย่างจะตกลงสู่ probe เพื่อทำการวิเคราะห์ต่อไป
- พิมพ์คำสั่ง edc แล้วกด Enter จะปรากฏหน้าจอ New เพื่อให้ตั้งชื่อ file ใหม่ดังรูปที่ 4.173



รูปที่ 4.173 แสดงหน้าจอ New

- ใส่ชื่อของสารที่จะทำการวิเคราะห์ในช่อง Name, Experiment number ในช่อง EXPNO และเปลี่ยนชื่อของ user ในช่อง DIR แล้วคลิก OK

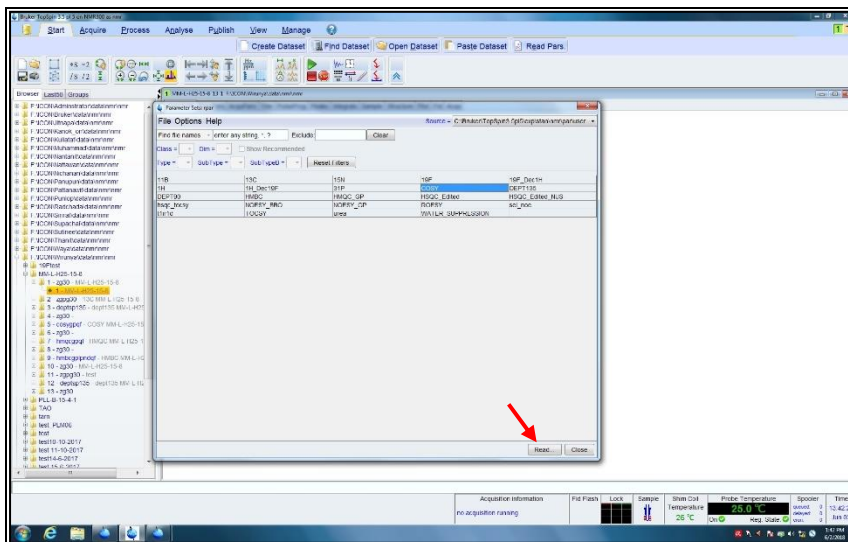
ข้อสังเกต ในกรณีที่ตั้งชื่อ Name ข้างเดิมกับสารที่เคยทำการวิเคราะห์มาก่อนหน้านี้แล้ว EXPNO ที่ตั้งจะเป็นตัวเลขใดก็ได้แต่ต้องไม่ใช่ตัวเลขเดิม ยกตัวอย่างเช่น

สารชื่อ MM-L-H25-15-8 No.1 run ^1H

MM-L-H25-15-8 No.2 run ^{13}C

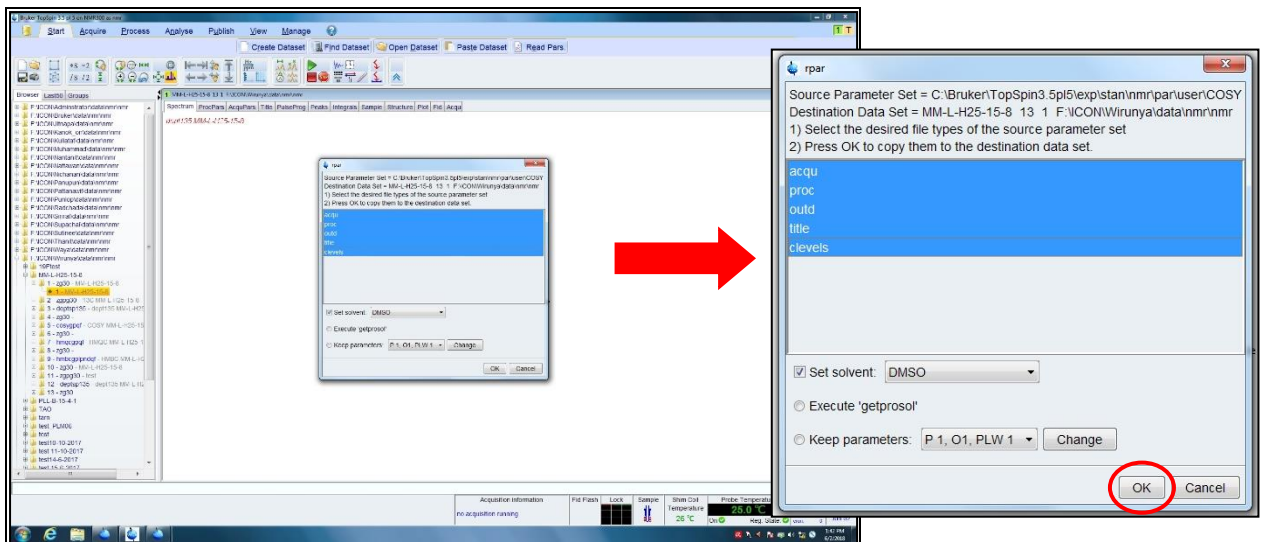
MM-L-H25-15-8 No.3 run DEPT135 เป็นต้น

- พิมพ์คำสั่ง rpar แล้วกด Enter จะปรากฏหน้าจอเพื่อให้เลือกเทคนิคที่ต้องการวิเคราะห์เช่น ^1H , ^{13}C , DEPT135, COSY, HMQC และ HMBC ดังรูปที่ 4.174



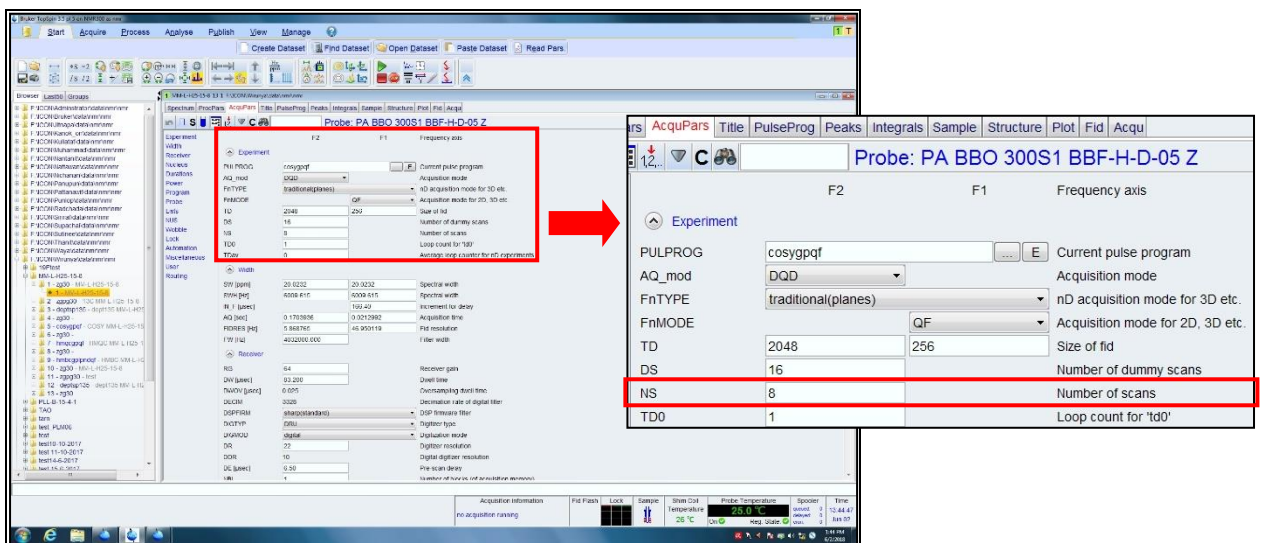
รูปที่ 4.174 แสดงหน้าจอ Parameter Sets: rpar

- จากรูป 4.174 กรณีนี้ต้องการวิเคราะห์ COSY ให้คลิกเลือกที่ COSY และคลิก Read จะปรากฏหน้าจอ ดังรูปที่ 4.175



รูปที่ 4.175 แสดงหน้าจอ rpar

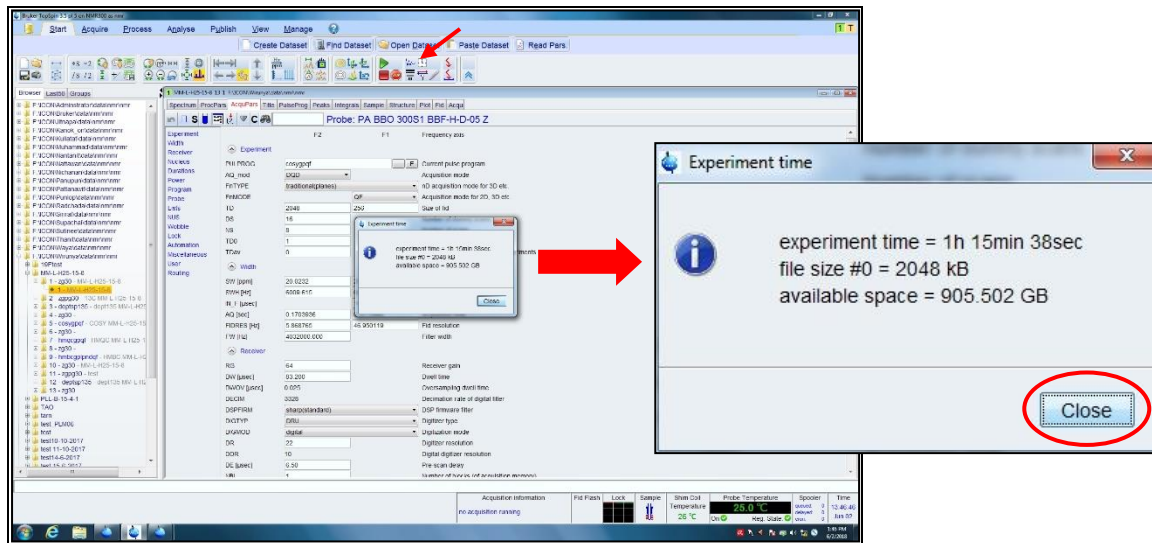
- คลิก OK
- พิมพ์คำสั่ง eda แล้วกด Enter จะปรากฏหน้าจอเพื่อให้เปลี่ยนค่า parameter ต่างๆ ที่ต้องการวิเคราะห์ ดังรูปที่ 4.176



รูปที่ 4.176 แสดงหน้าจอ AcquPars

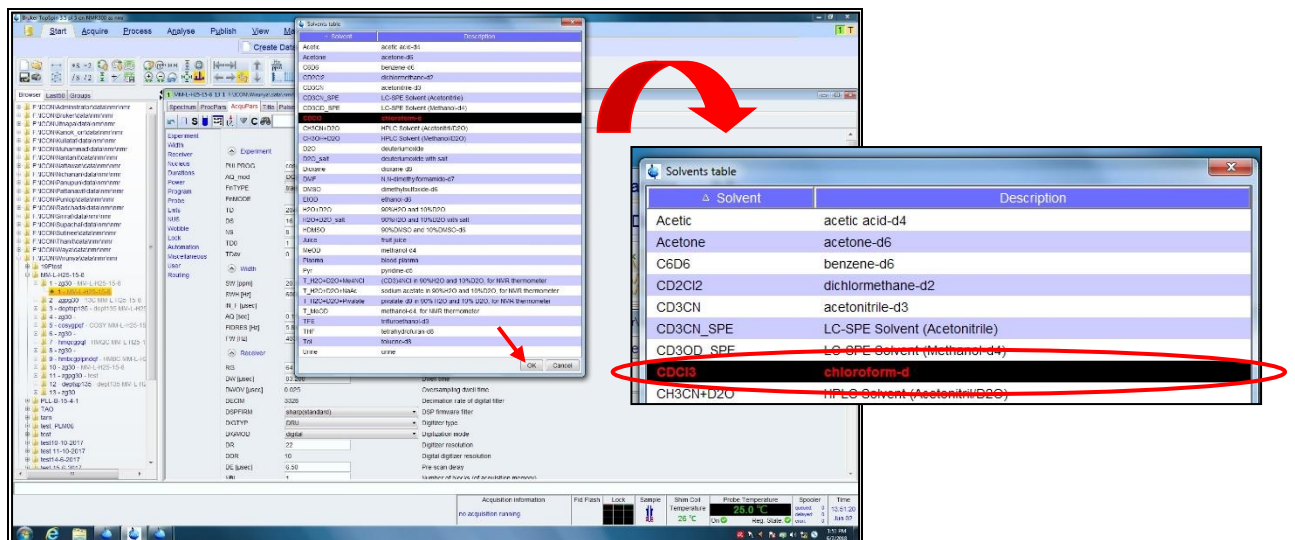
ข้อสังเกต ในกรณีที่เราวิเคราะห์สารที่มีปริมาณ < 30 mg หรือต้องการเพิ่ม intensity ของ spectrum สามารถเพิ่มจำนวน scan (Number of scans: NS) ได้ โดย NS ที่เปลี่ยนจะต้องเป็นตัวเลขที่หารด้วย 8 ลงตัว เช่น 8, 16, 32, 48 และ 64 เป็นต้น (ค่า default ของเครื่องกำหนดเริ่มต้นที่ 8)

- หากต้องการทราบเวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์สารตัวอย่างให้คลิกที่เครื่องหมาย  จะปรากฏหน้าจอ Experiment time ดังรูปที่ 4.177



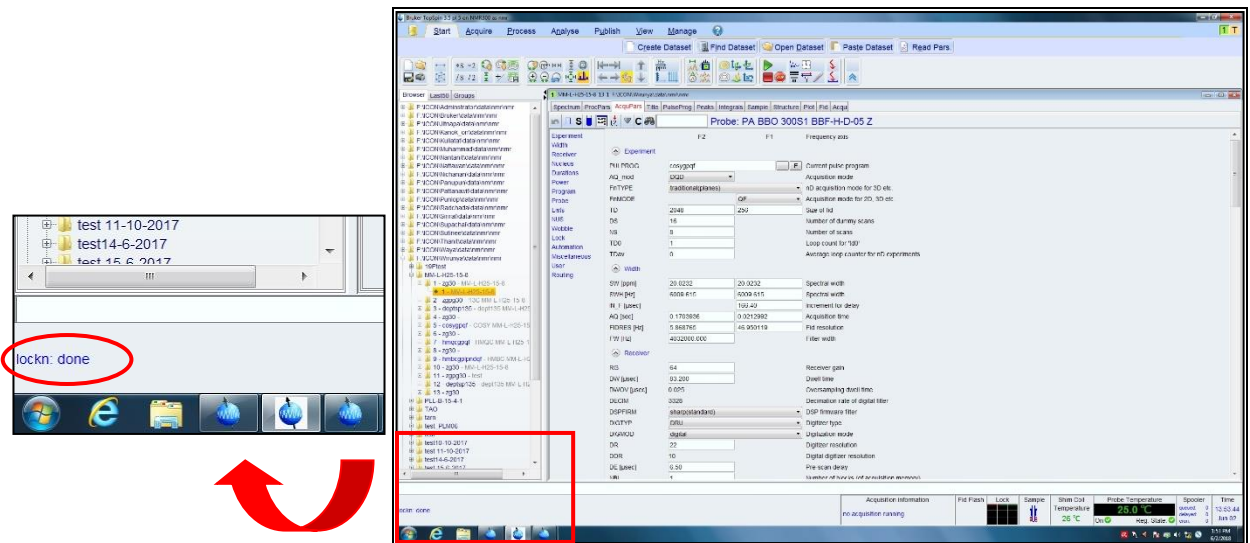
รูปที่ 4.177 แสดงหน้าจอ Experiment time

- คลิก Close
- พิมพ์คำสั่ง lock แล้วกด Enter จะปรากฏหน้าจอเพื่อให้เลือกตัวทำละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์ ดังรูปที่ 4.178



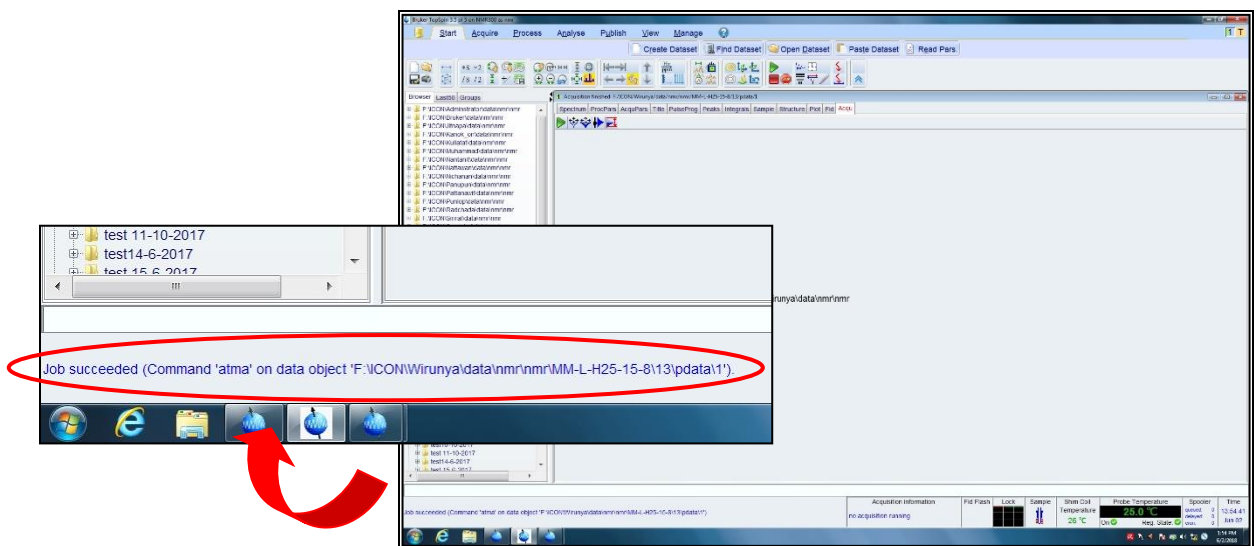
รูปที่ 4.178 แสดงหน้าจอ Solvents table

- จากรูปที่ 4.178 ให้คลิกเลือกตัวทำละลายที่ใช้แล้วคลิก OK รอสักครู่จะปรากฏคำว่า lockn: done แสดงว่าเครื่อง lock สัญญาณของตัวทำละลายเสร็จแล้ว ดังรูปที่ 4.179



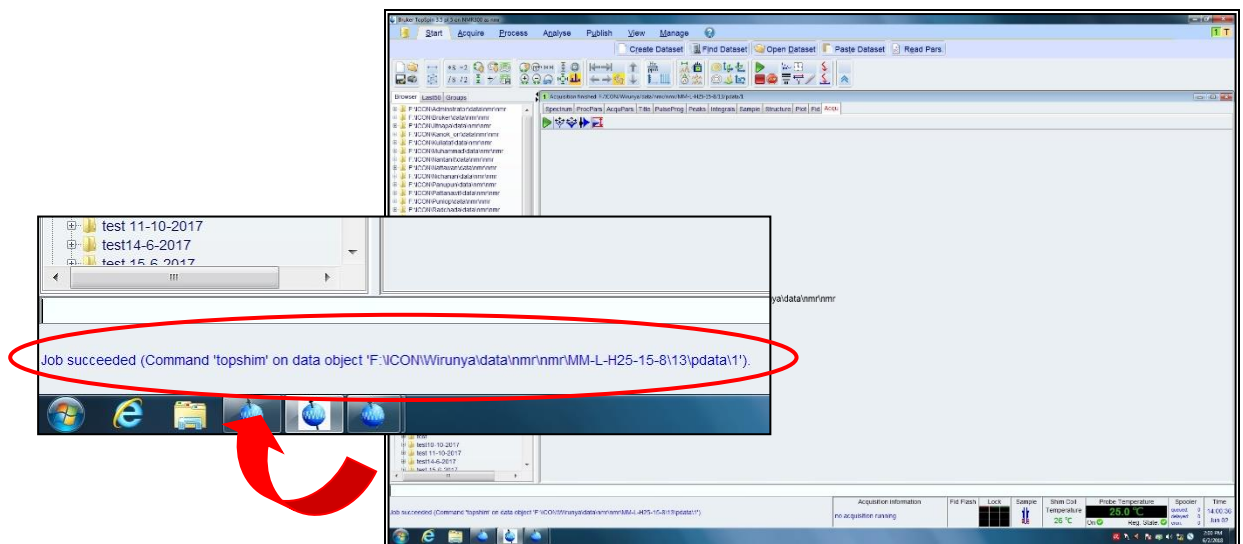
รูปที่ 4.179 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า lockn: done

- ลำดับต่อมาให้พิมพ์คำสั่ง atma แล้วกด Enter รอสักครู่ เมื่อเครื่องทำการ atma เรียบร้อยแล้วจะปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'atma') ดังรูปที่ 4.180



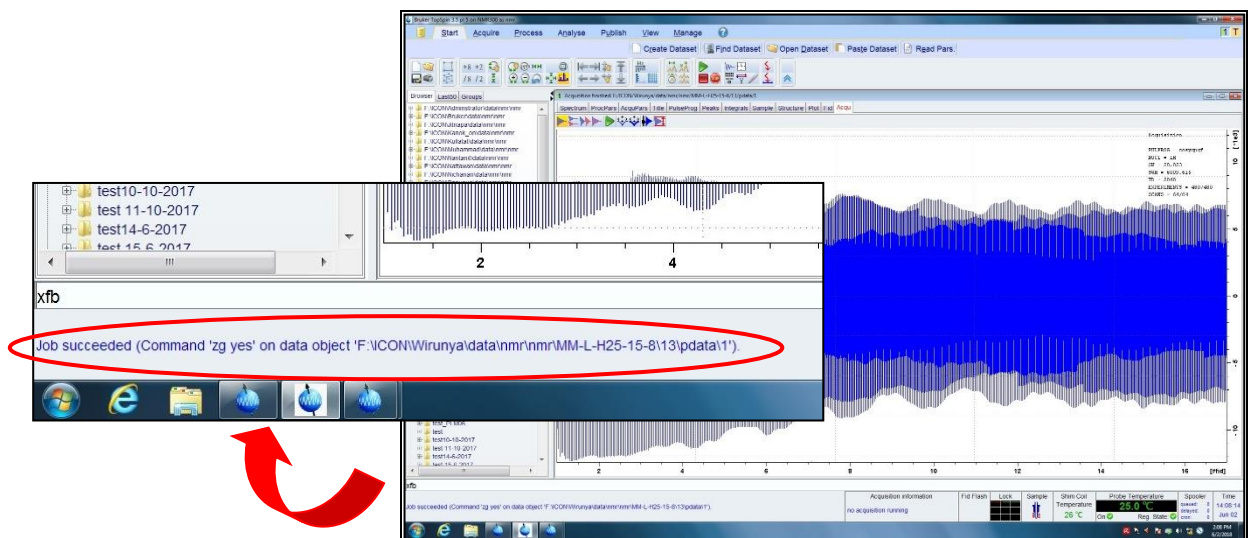
รูปที่ 4.180 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'atma')

- จากรูปที่ 4.180 ให้พิมพ์คำสั่ง topshim แล้วกด Enter รอสักครู่ เมื่อเครื่องทำการ topshim เรียบร้อยแล้วจะปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'topshim') ดังรูปที่ 4.181



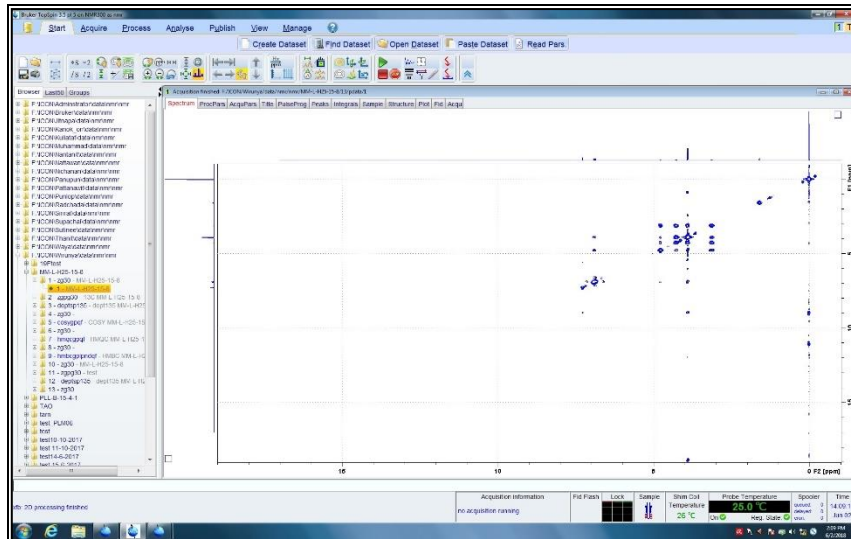
รูปที่ 4.181 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'topshim')

- จากนั้นพิมพ์คำสั่ง getprosol แล้วกด Enter จะปรากฏคำว่า getprosol finished!
- พิมพ์คำสั่ง rga แล้วกด Enter รอสักครู่จะปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'rga')
- ลำดับถัดไปพิมพ์คำสั่ง zg แล้วกด Enter รอจนกระทั่งเครื่องทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างเรียบร้อยแล้ว จะปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'zg') ดังรูปที่ 4.182



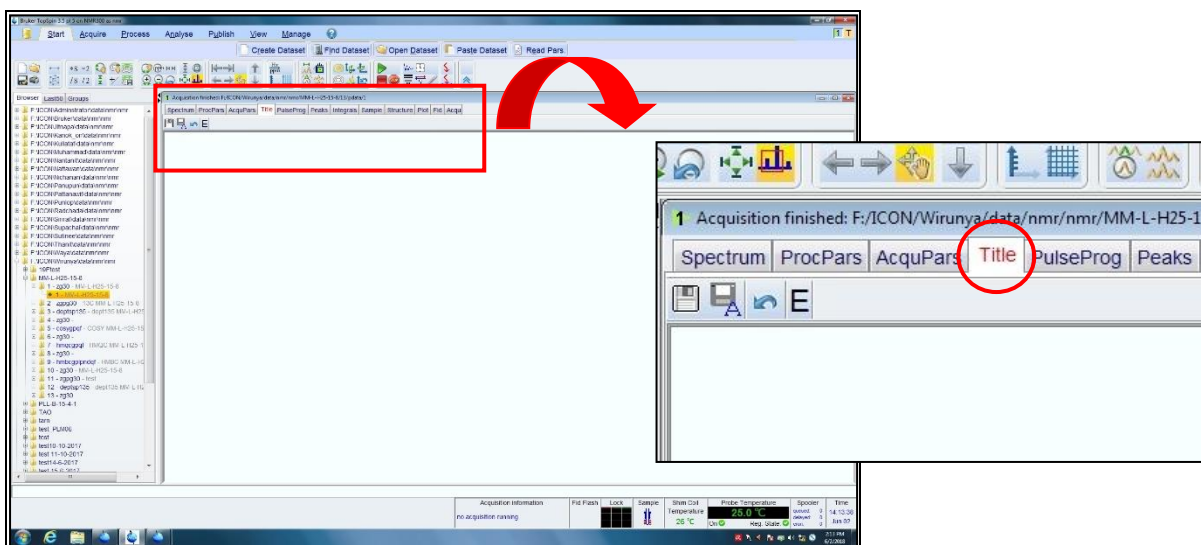
รูปที่ 4.182 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'zg')

- จากรูปที่ 4.182 ให้พิมพ์คำสั่ง xfb แล้วกด Enter เพื่อทำ Fourier Transform จะปรากฏ spectrum ดังรูปที่ 4.183



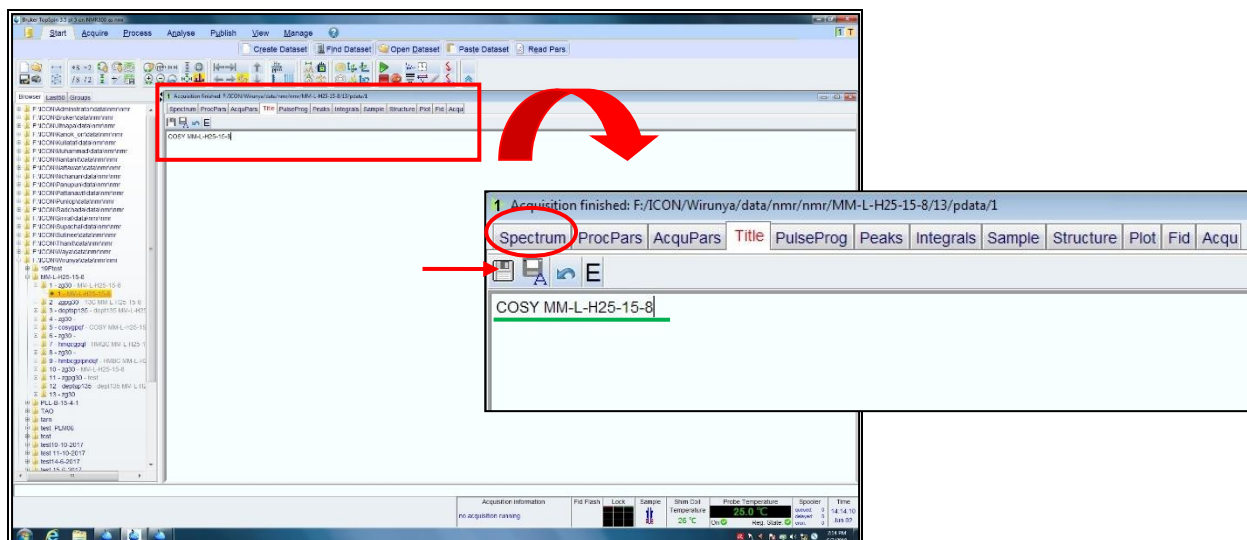
รูปที่ 4.183 หน้าจอแสดงผลของ COSY NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์

- พิมพ์คำสั่ง sref แล้วกด Enter เพื่อ calibration internal standard (TMS)
- ลาดับถัดไปให้คลิกคำว่า Title ในแถบเมนูเพื่อใส่ชื่อของสารตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์ดังรูปที่ 4.184



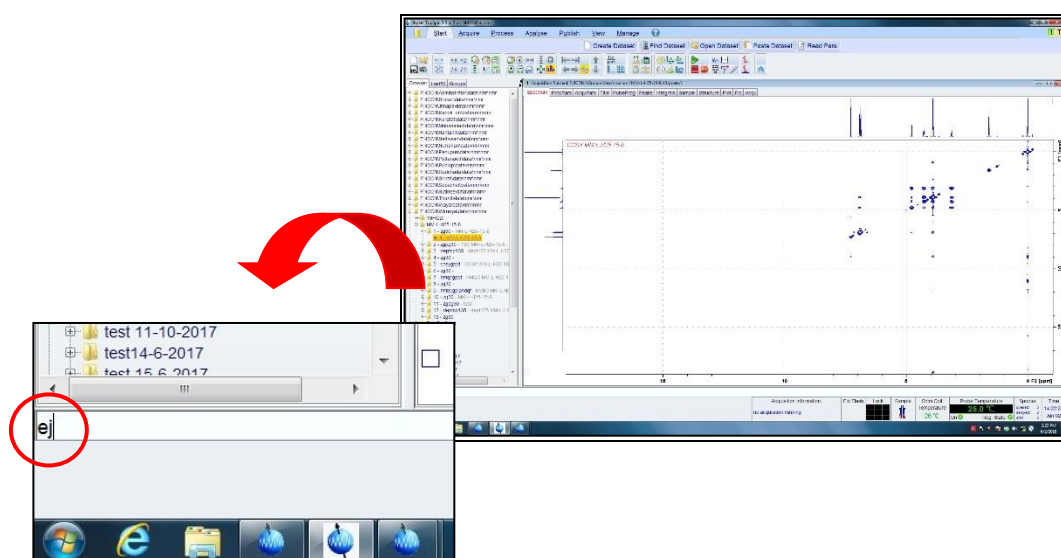
รูปที่ 4.184 แสดงหน้าจอ Title

- จากรูปที่ 4.184 ให้ใส่ชื่อของสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ ดังรูปที่ 4.185



รูปที่ 4.185 แสดงหน้าจอเพื่อ save ชื่อของสารตัวอย่าง และการกลับสู่หน้าจอ Spectrum

- จากนั้นให้คลิกที่เครื่องหมาย  เพื่อทำการ save ชื่อใหม่
- คลิกคำว่า Spectrum ในแถบเมนูเพื่อกลับสู่หน้าจอ Spectrum ของ COSY ดังรูปที่ 4.186

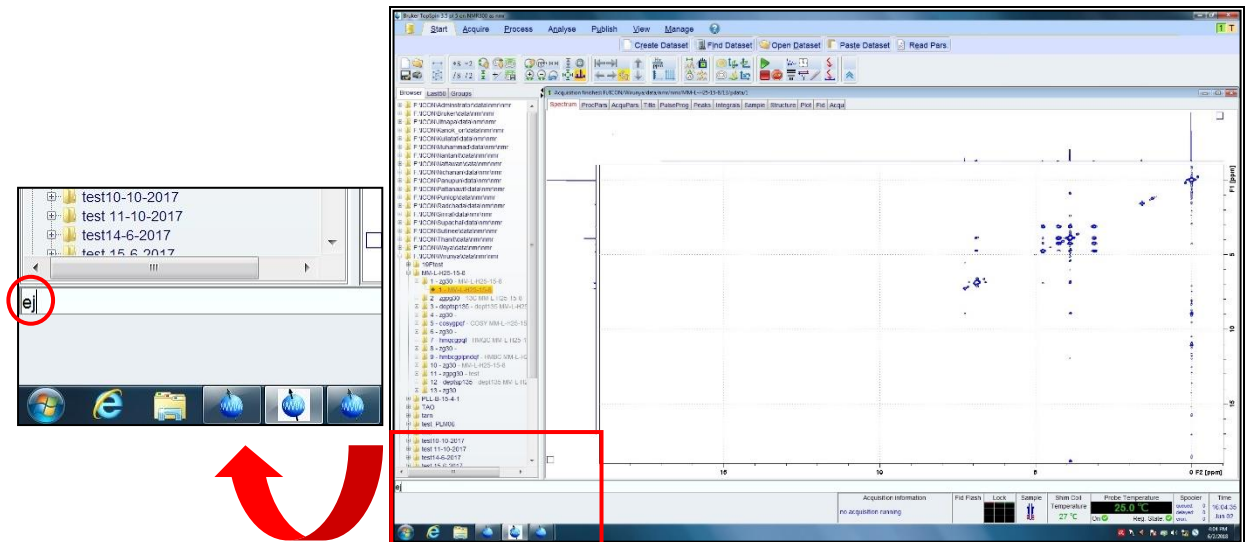


รูปที่ 4.186 แสดงหน้าจอ Spectrum ของ COSY

- พิมพ์คำสั่ง ej แล้วกด Enter จะได้ยินเสียงลมดังขึ้นจากเครื่อง NMR ให้นำสารตัวอย่างออกจาก probe
- จากนั้นพิมพ์คำสั่ง ij เพื่อเป็นการปิดลม

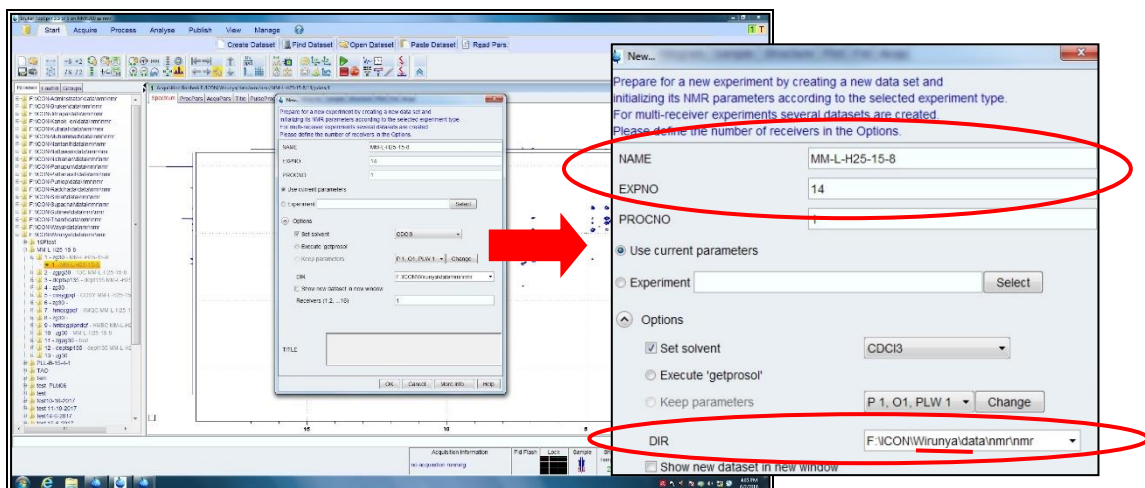
2.5 การวิเคราะห์ HMQC NMR

- เปิดหน้าจอ Bruker TopSpin pl5 on NMR300 as nmr ดังรูปที่ 4.187



รูปที่ 4.187 แสดงหน้าจอ Bruker TopSpin pl5 on NMR300 as nmr

- จากรูปที่ 4.187 ให้พิมพ์คำสั่ง ej ลงใน command line แล้วกด Enter รอซักครู่จะได้ยินเสียงลมดังขึ้นจากเครื่อง NMR ให้นำสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ใส่ลงใน probe
- จากนั้นให้พิมพ์คำสั่ง ij แล้วกด Enter เสียงลมจะหายไปสารตัวอย่างจะตกลงสู่ probe เพื่อทำการวิเคราะห์ต่อไป
- พิมพ์คำสั่ง edc แล้วกด Enter จะปรากฏหน้าจอ New เพื่อให้ตั้งชื่อ file ใหม่ดังรูปที่ 4.188



รูปที่ 4.188 แสดงหน้าจอ New

- ใส่ชื่อของสารที่จะทำการวิเคราะห์ในช่อง Name, Experiment number ในช่อง EXPNO และเปลี่ยนชื่อของ user ในช่อง DIR แล้วคลิก OK

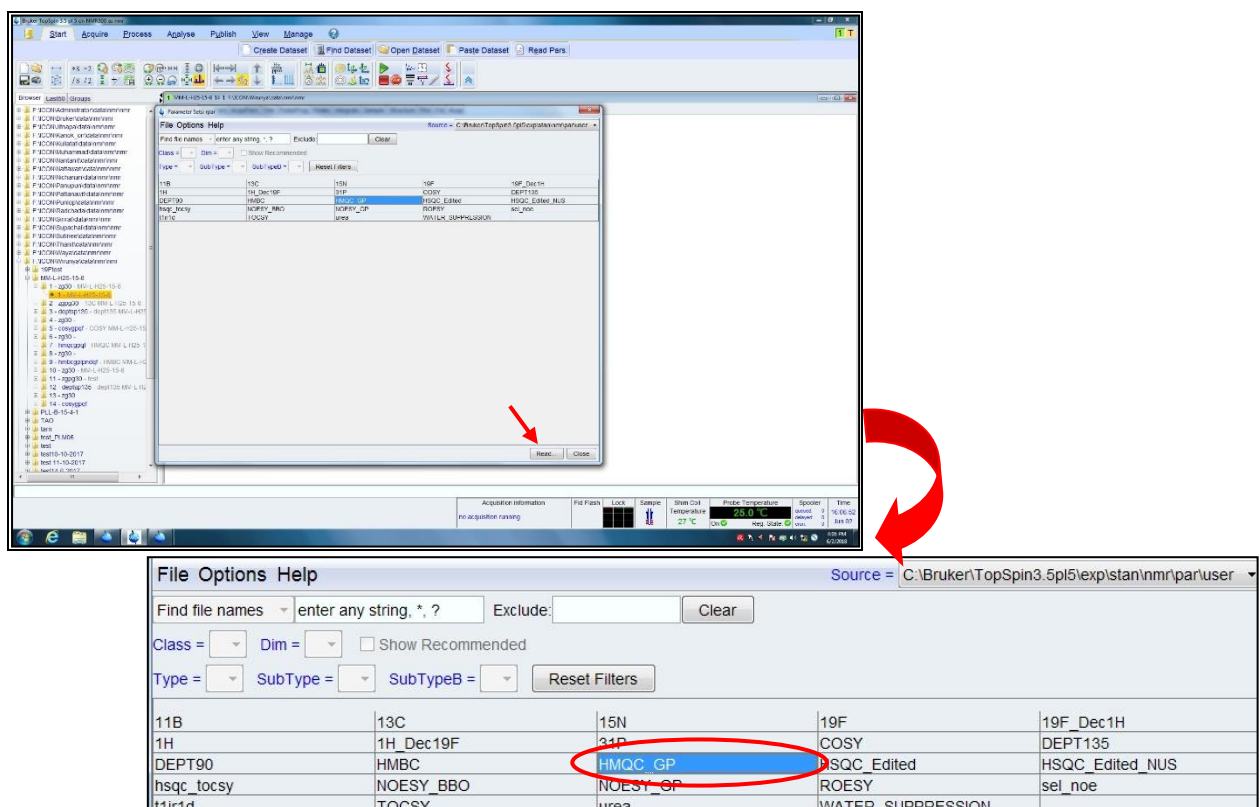
ข้อสังเกต ในกรณีที่ตั้งชื่อ Name ซ้ำเดิมกับสารที่เคยทำการวิเคราะห์มาก่อนหน้านี้แล้ว EXPNO ที่ตั้งจะเป็นตัวเลขใดก็ได้แต่ต้องไม่ใช่ตัวเลขเดิม ยกตัวอย่างเช่น

สารชื่อ MM-L-H25-15-8 No.1 run ^1H

MM-L-H25-15-8 No.2 run ^{13}C

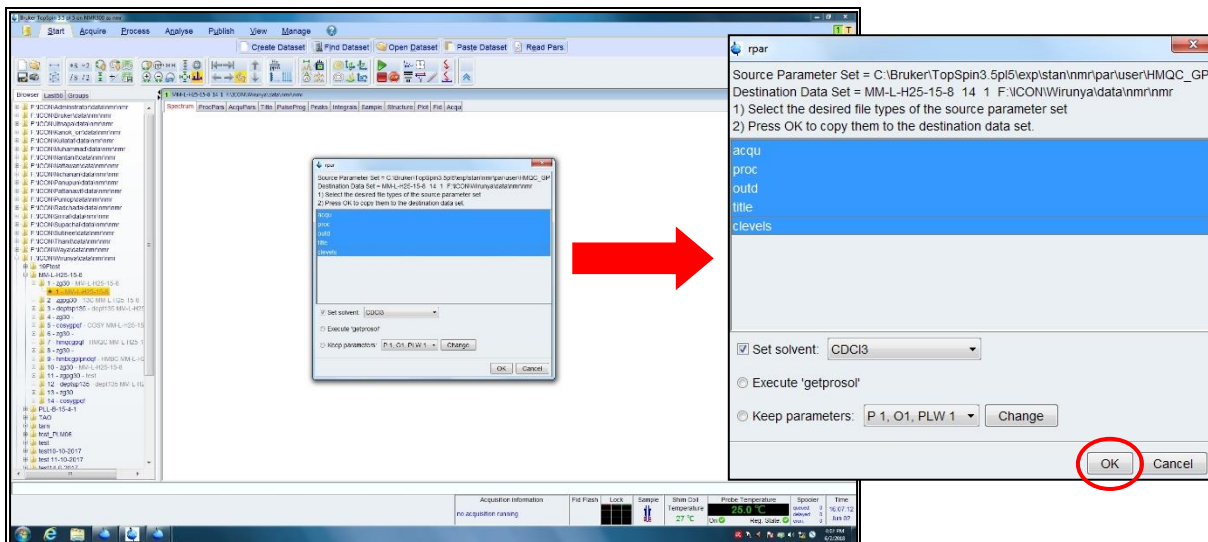
MM-L-H25-15-8 No.3 run DEPT135 เป็นต้น

- พิมพ์คำสั่ง rpar แล้วกด Enter จะปรากฏหน้าจอเพื่อให้เลือกเทคนิคที่ต้องการวิเคราะห์เช่น ^1H , ^{13}C , DEPT135, COSY, HMQC และ HMBC ดังรูปที่ 4.189



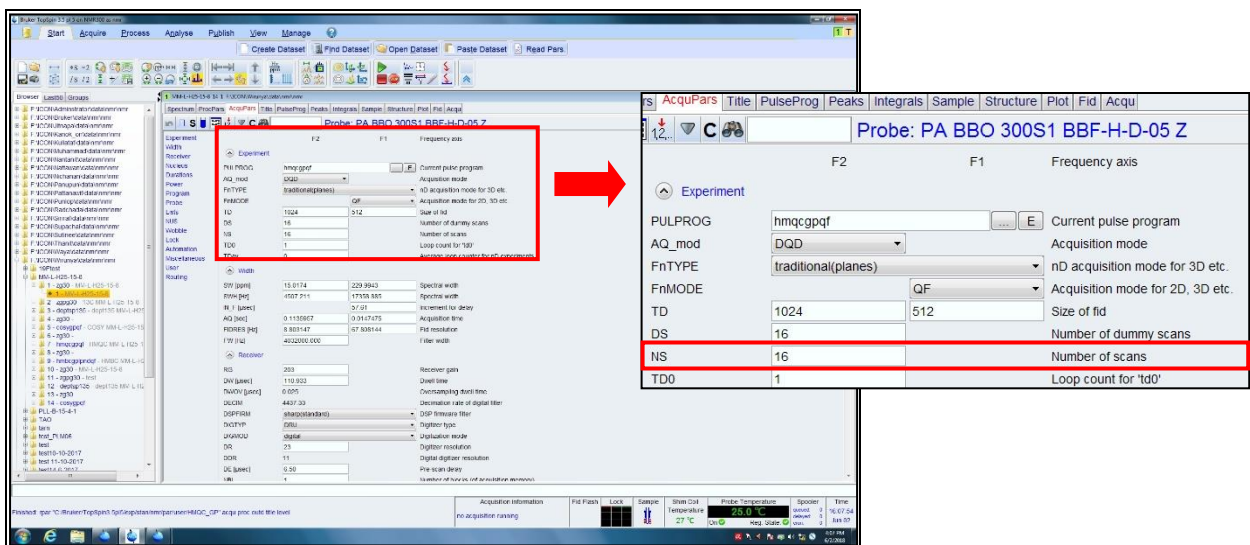
รูปที่ 4.189 แสดงหน้าจอ Parameter Sets: rpar

- จากรูป 4.189 กรณีนี้ต้องการวิเคราะห์ HMQC ให้คลิกเลือกที่ HMQC_GP และคลิก Read จะปรากฏหน้าจอ ดังรูปที่ 4.190



รูปที่ 4.190 แสดงหน้าจอ rpar

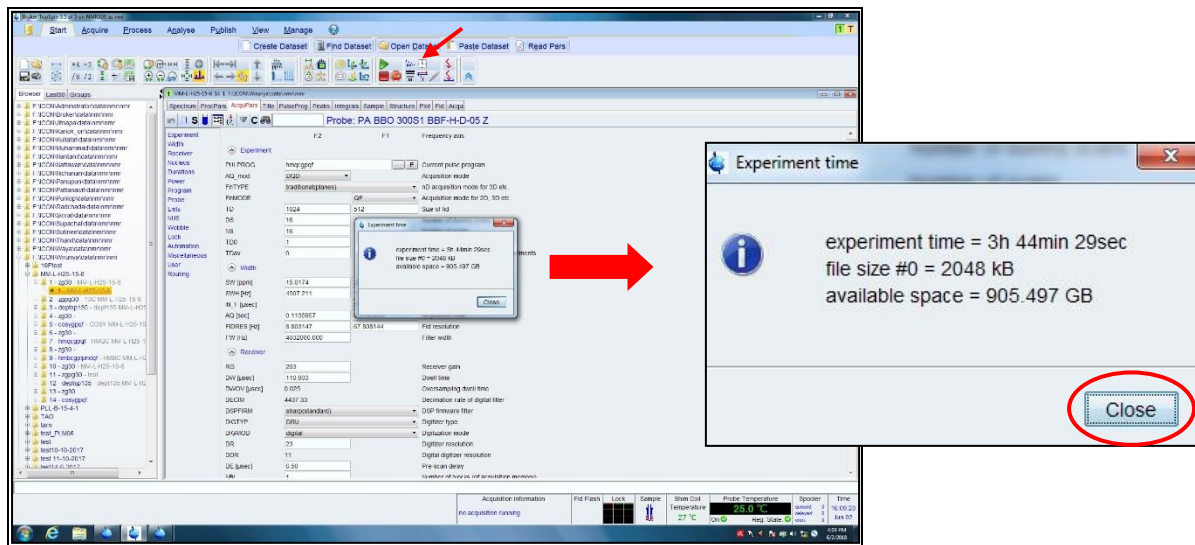
- คลิก OK
- พิมพ์คำสั่ง eda แล้วกด Enter จะปรากฏหน้าจอเพื่อให้เปลี่ยนค่า parameter ต่างๆ ที่ต้องการวิเคราะห์ ดังรูปที่ 4.191



รูปที่ 4.191 แสดงหน้าจอ AcquPars

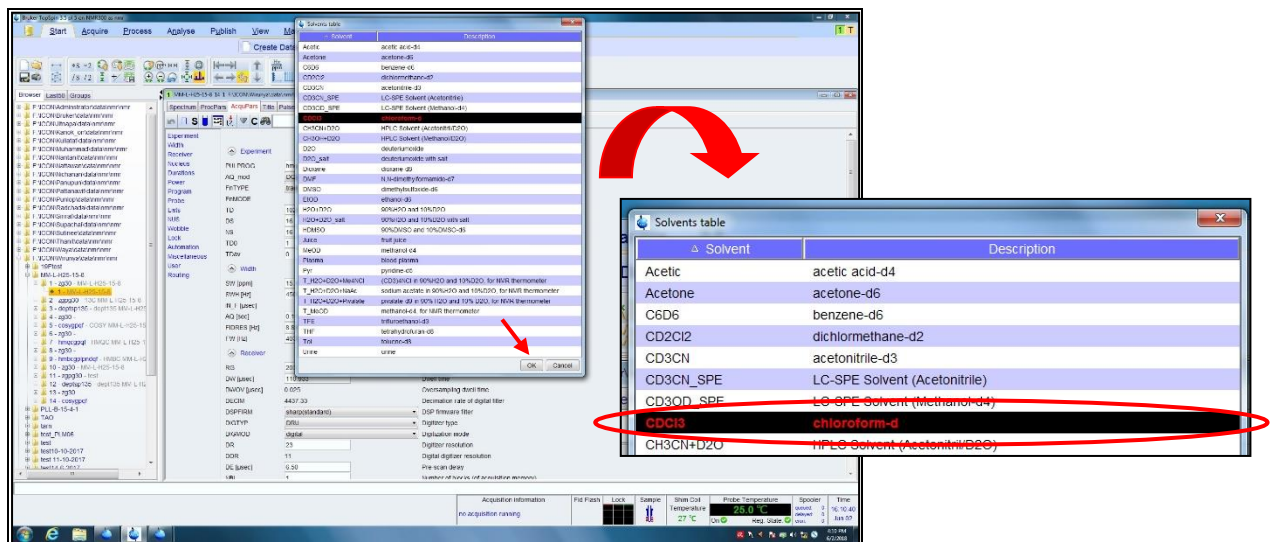
ข้อสังเกต ในกรณีที่เราวิเคราะห์สารที่มีปริมาณ < 30 mg หรือต้องการเพิ่ม intensity ของ spectrum สามารถเพิ่มจำนวน scan (Number of scans : NS) ได้ โดย NS ที่เปลี่ยนจะต้องเป็นตัวเลขที่หารด้วย 8 ลงตัว เช่น 8, 16, 32, 48 และ 64 เป็นต้น (ค่า default ของเครื่องกำหนดเริ่มต้นที่ 16)

- หากต้องการทราบเวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์สารตัวอย่างให้คลิกที่เครื่องหมาย  จะปรากฏหน้าจอ Experiment time ดังรูปที่ 4.192



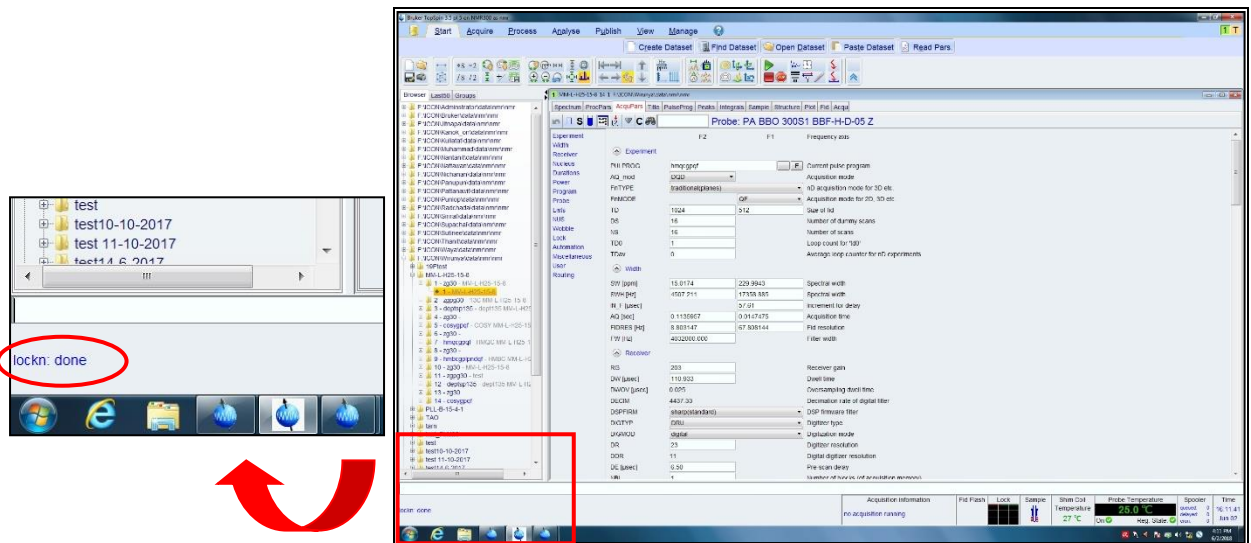
รูปที่ 4.192 แสดงหน้าจอ Experiment time

- คลิก Close
- พิมพ์คำสั่ง lock แล้วกด Enter จะปรากฏหน้าจอเพื่อให้เลือกตัวทำละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์ ดังรูปที่ 4.193



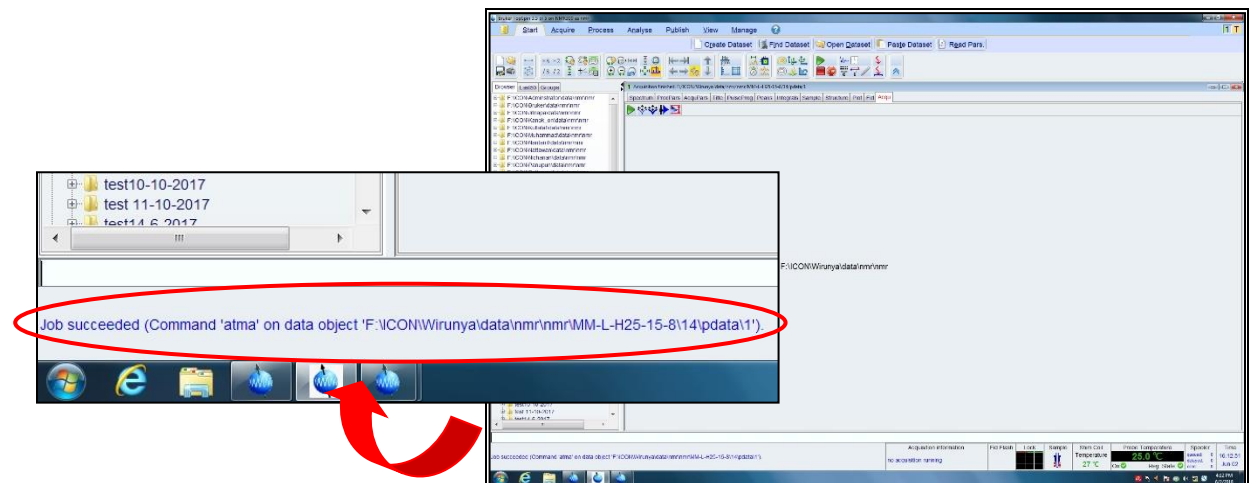
รูปที่ 4.193 แสดงหน้าจอ Solvents table

- จากรูปที่ 4.193 ให้คลิกเลือกตัวทำละลายที่ใช้แล้วคลิก OK รอสักครู่จะปรากฏคำว่า lockn: done แสดงว่าเครื่อง lock สัญญาณของตัวทำละลายเสร็จแล้ว ดังรูปที่ 4.194



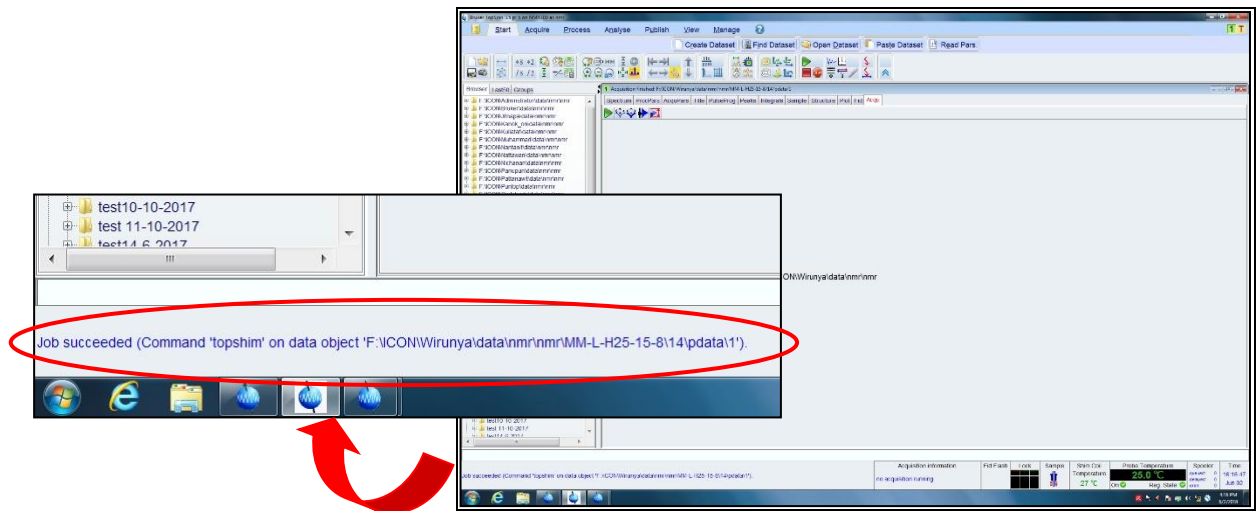
รูปที่ 4.194 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า lockn: done

- ลำดับต่อมาให้พิมพ์คำสั่ง atma แล้วกด Enter รอสักครู่ เมื่อเครื่องทำการ atma เรียบร้อยแล้วจะปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'atma') ดังรูปที่ 4.195



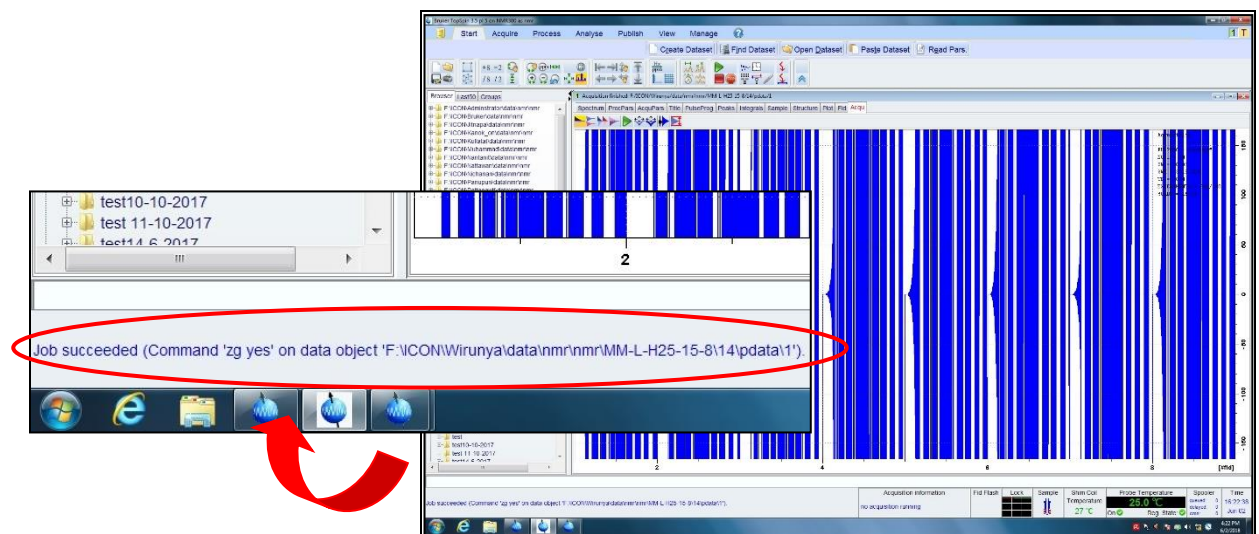
รูปที่ 4.195 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'atma')

- จากรูปที่ 4.195 ให้พิมพ์คำสั่ง topshim แล้วกด Enter รอสักครู่ เมื่อเครื่องทำการ topshim เรียบร้อยแล้วจะปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'topshim') ดังรูปที่ 4.196



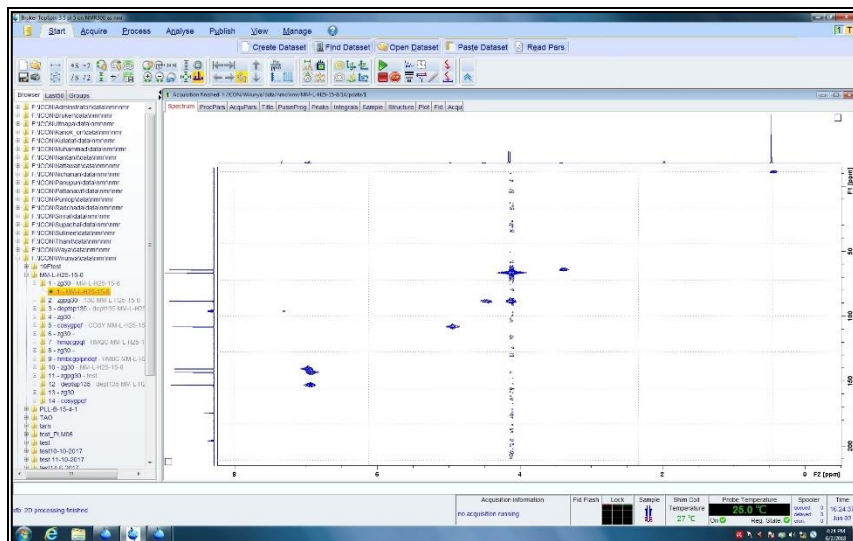
รูปที่ 4.196 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'topshim')

- จากนั้นพิมพ์คำสั่ง getprosol แล้วกด Enter จะปรากฏคำว่า getprosol finished!
- พิมพ์คำสั่ง rga แล้วกด Enter รอสักครู่จะปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'rga')
- ลำดับถัดไปพิมพ์คำสั่ง zg แล้วกด Enter รอจนกระทั่งเครื่องทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างเรียบร้อยแล้ว จะปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'zg') ดังรูปที่ 4.197



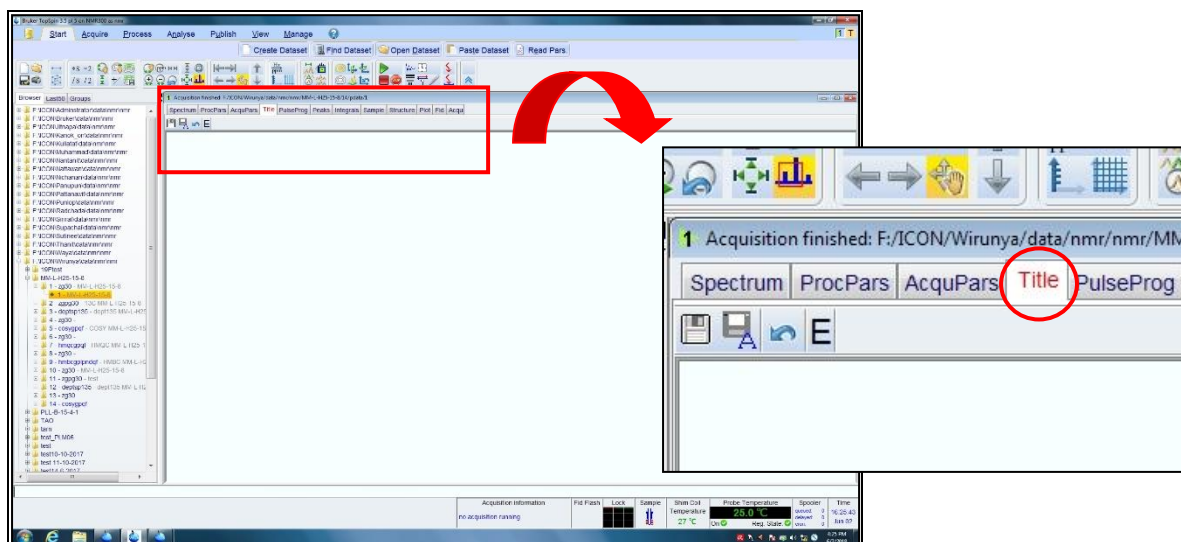
รูปที่ 4.197 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'zg')

- จากรูปที่ 4.197 ให้พิมพ์คำสั่ง xfb แล้วกด Enter เพื่อทำ Fourier Transform จะปรากฏ spectrum ดังรูปที่ 4.198



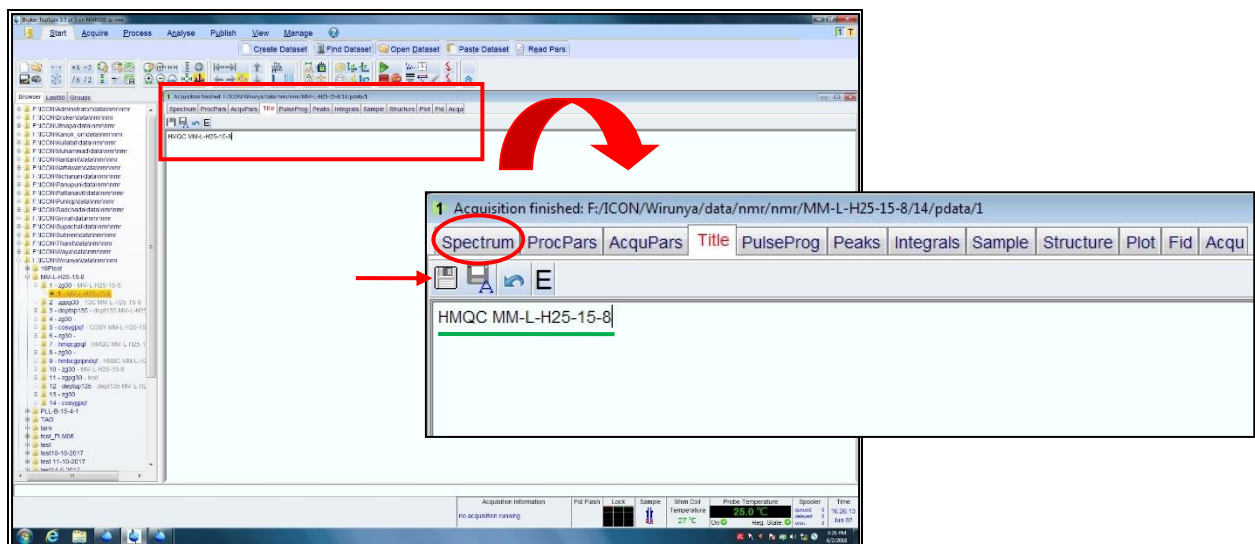
รูปที่ 4.198 หน้าจอแสดงผลของ HMQC NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์

- พิมพ์คำสั่ง sref แล้วกด Enter เพื่อ calibration internal standard (TMS)
- ลำดับถัดไปให้คลิกคำว่า Title ในแถบเมนูเพื่อใส่ชื่อของสารตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์ดังรูปที่ 4.199



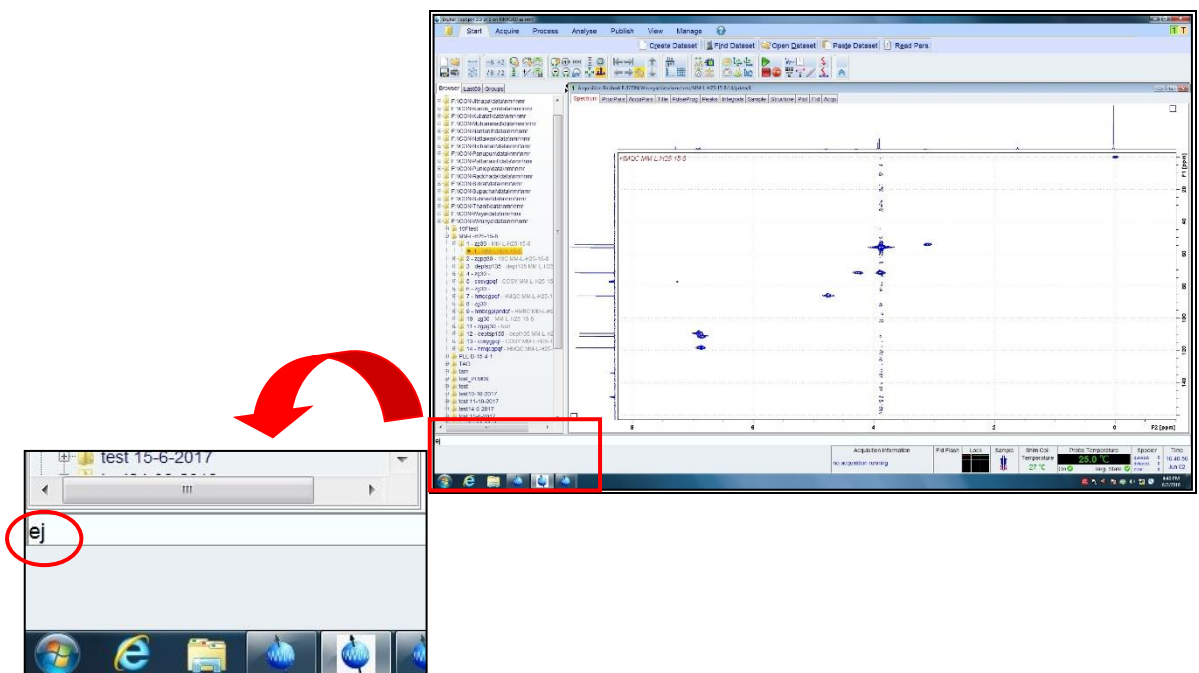
รูปที่ 4.199 แสดงหน้าจอ Title

- จากรูปที่ 4.199 ให้ใส่ชื่อของสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ ดังรูปที่ 4.200



รูปที่ 4.200 แสดงหน้าจอเพื่อ save ชื่อของสารตัวอย่าง และการกลับสู่หน้าจอ Spectrum

- จากนั้นให้คลิกที่เครื่องหมาย  เพื่อทำการ save ชื่อใหม่
- คลิกคำว่า Spectrum ในแถบเมนูเพื่อกลับสู่หน้าจอ Spectrum ของ HMQC ดังรูปที่ 4.201

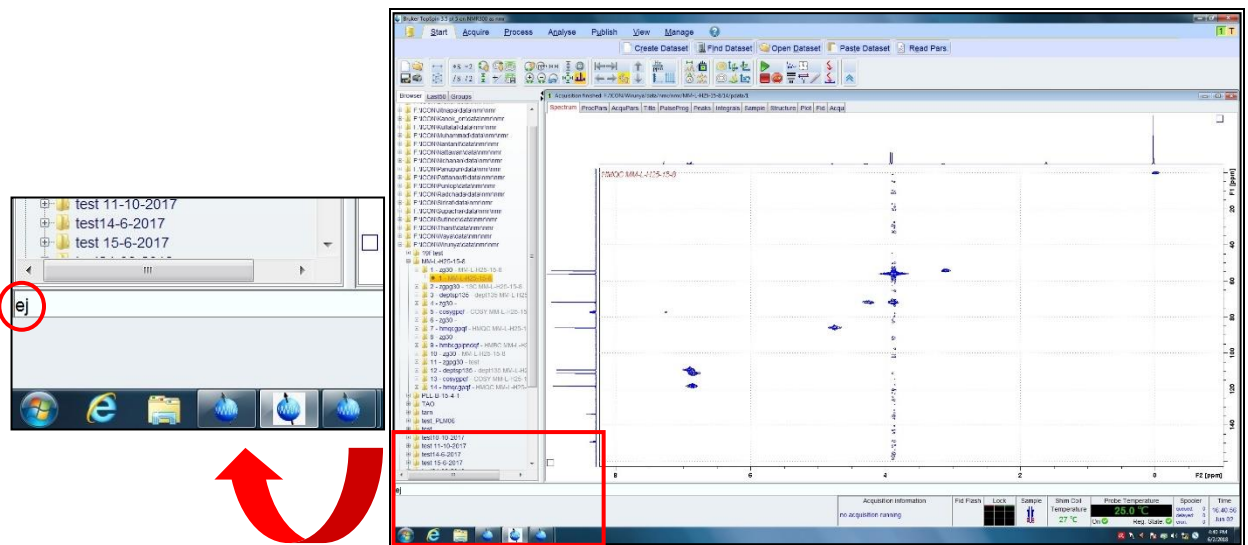


รูปที่ 4.201 แสดงหน้าจอ Spectrum ของ HMQC

- พิมพ์คำสั่ง ej แล้วกด Enter จะได้ยินเสียงลมดังขึ้นจากเครื่อง NMR ให้นำสารตัวอย่างออกจาก probe
- จากนั้นพิมพ์คำสั่ง ij เพื่อเป็นการปิดลม

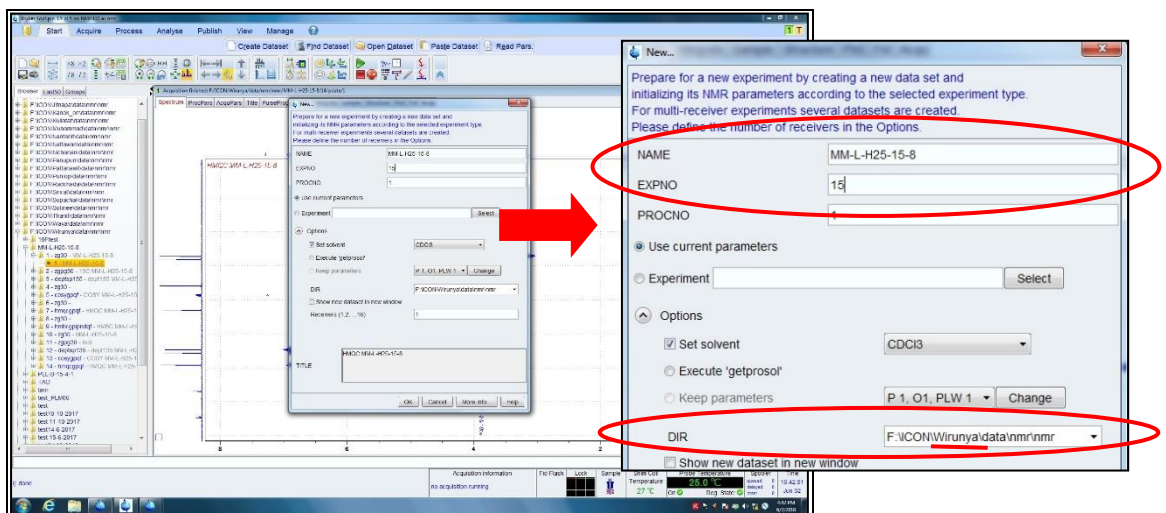
2.6 การวิเคราะห์ HMBC NMR

- เปิดหน้าจอ Bruker TopSpin pl5 on NMR300 as nmr ดังรูปที่ 4.202



รูปที่ 4.202 แสดงหน้าจอ Bruker TopSpin pl5 on NMR300 as nmr

- จากรูปที่ 4.202 ให้พิมพ์คำสั่ง ej ลงใน command line แล้วกด Enter รอซักครู่จะได้ยินเสียงลมดังขึ้นจากเครื่อง NMR ให้นำสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ใส่ลงใน probe
- จากนั้นให้พิมพ์คำสั่ง ij แล้วกด Enter เสียงลมจะหายไปสารตัวอย่างจะตกลงสู่ probe เพื่อทำการวิเคราะห์ต่อไป
- พิมพ์คำสั่ง edc แล้วกด Enter จะปรากฏหน้าจอ New เพื่อให้ตั้งชื่อ file ใหม่ดังรูปที่ 4.203



รูปที่ 4.203 แสดงหน้าจอ New

- ใส่ชื่อของสารที่จะทำการวิเคราะห์ในช่อง Name, Experiment number ในช่อง EXPNO และเปลี่ยนชื่อของ user ในช่อง DIR แล้วคลิก OK

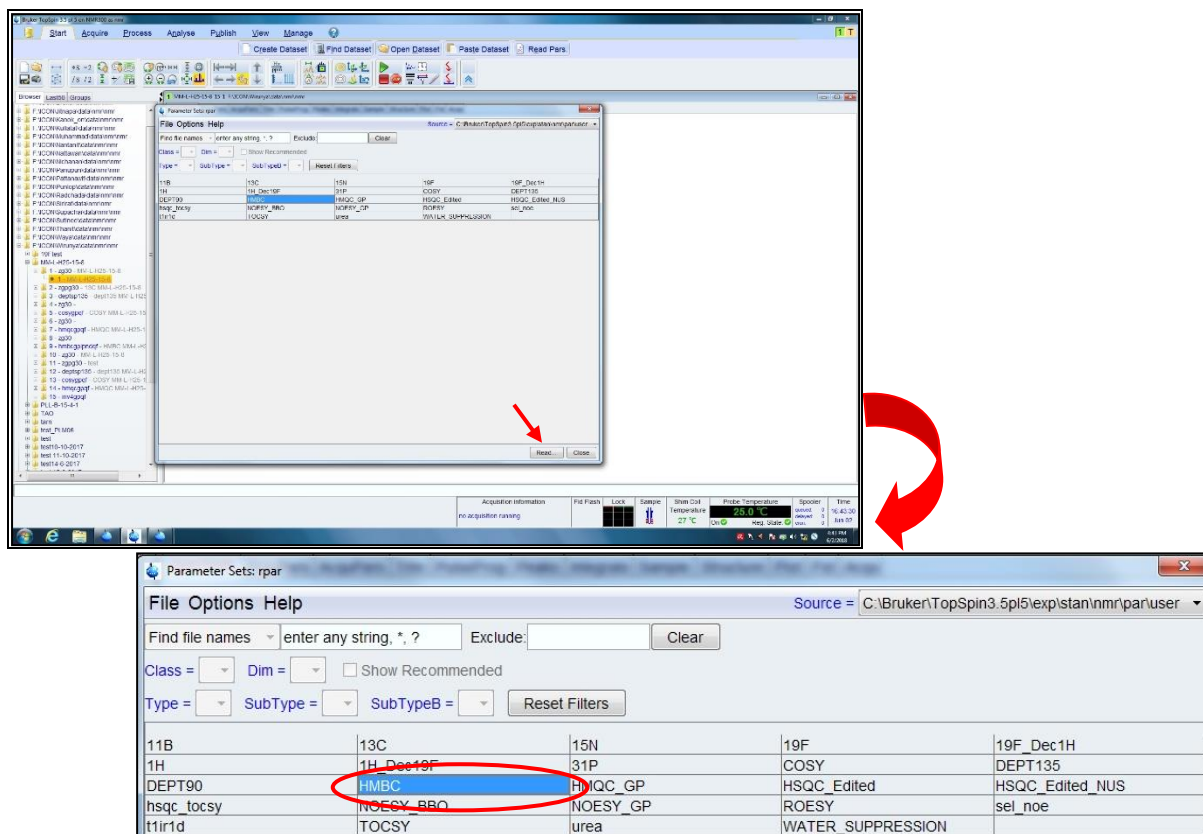
ข้อสังเกต ในกรณีที่ตั้งชื่อ Name เข้าเดิมกับสารที่เคยทำการวิเคราะห์มาก่อนหน้านี้แล้ว EXPNO ที่ตั้งจะเป็นตัวเลขใดก็ได้แต่ต้องไม่ใช่ตัวเลขเดิม ยกตัวอย่างเช่น

สารชื่อ MM-L-H25-15-8 No.1 run ^1H

MM-L-H25-15-8 No.2 run ^{13}C

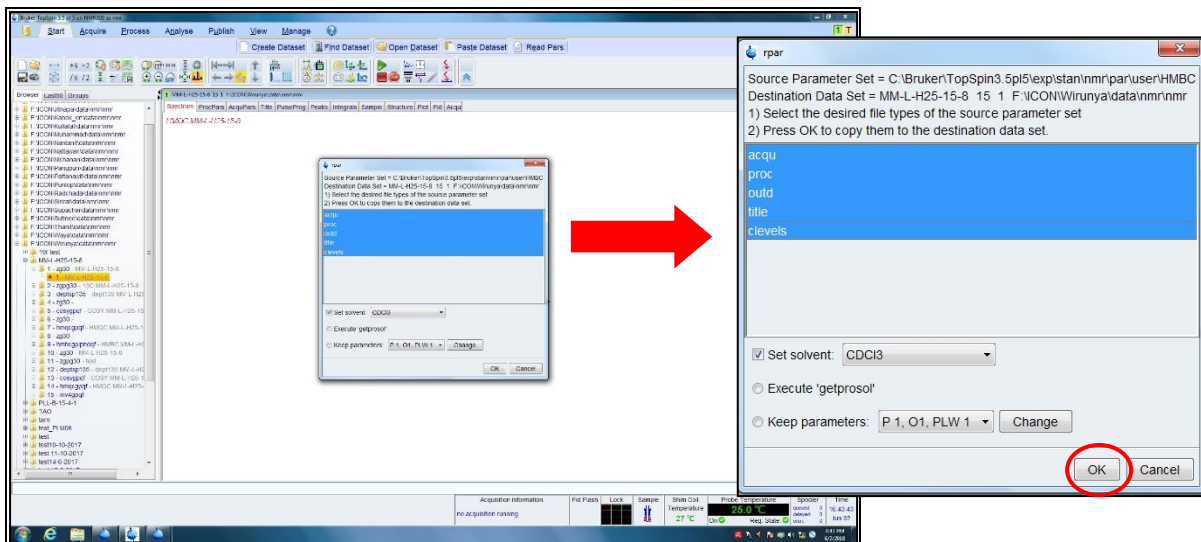
MM-L-H25-15-8 No.3 run DEPT135 เป็นต้น

- พิมพ์คำสั่ง rpar แล้วกด Enter จะปรากฏหน้าจอเพื่อให้เลือกเทคนิคที่ต้องการวิเคราะห์เช่น ^1H , ^{13}C , DEPT135, COSY, HMQC และ HMBC ดังรูปที่ 4.204



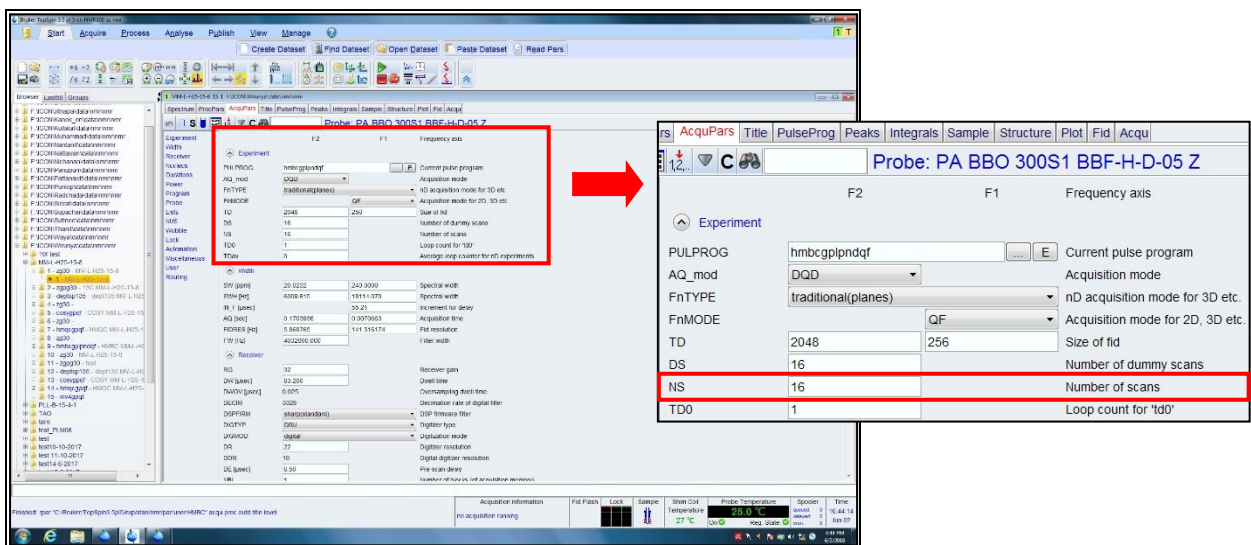
รูปที่ 4.204 แสดงหน้าจอ Parameter Sets: rpar

- จากรูป 4.204 กรณีนี้ต้องการวิเคราะห์ HMBC ให้คลิกเลือกที่ HMBC และคลิก Read จะปรากฏหน้าจอ ดังรูปที่ 4.205



รูปที่ 4.205 แสดงหน้าจอ rpar

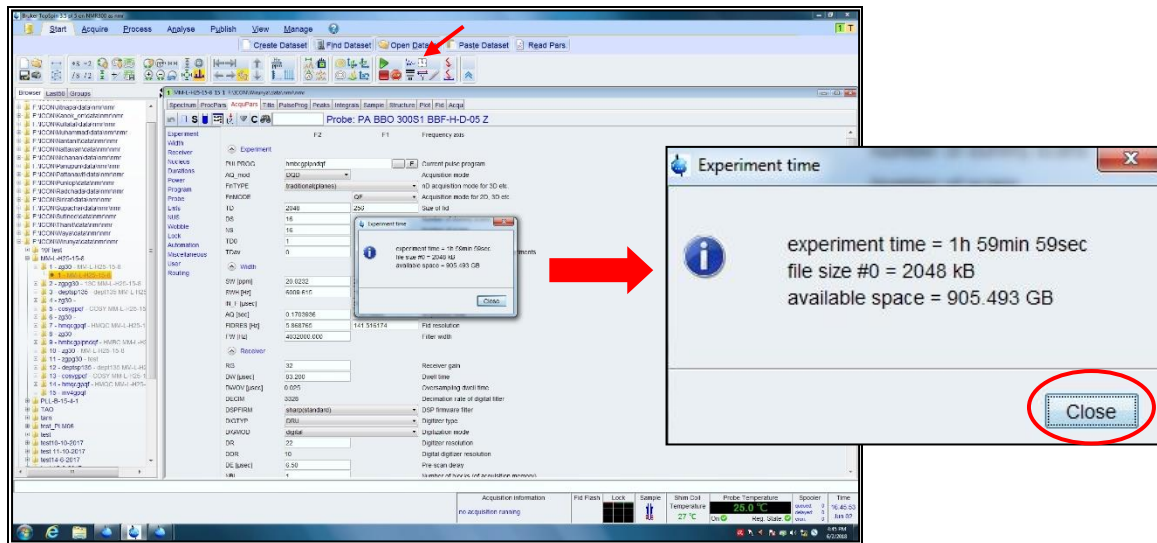
- คลิก OK
- พิมพ์คำสั่ง eda แล้วกด Enter จะปรากฏหน้าจอเพื่อให้เปลี่ยนค่า parameter ต่างๆ ที่ต้องการวิเคราะห์ ดังรูปที่ 4.206



รูปที่ 4.206 แสดงหน้าจอ AcquPars

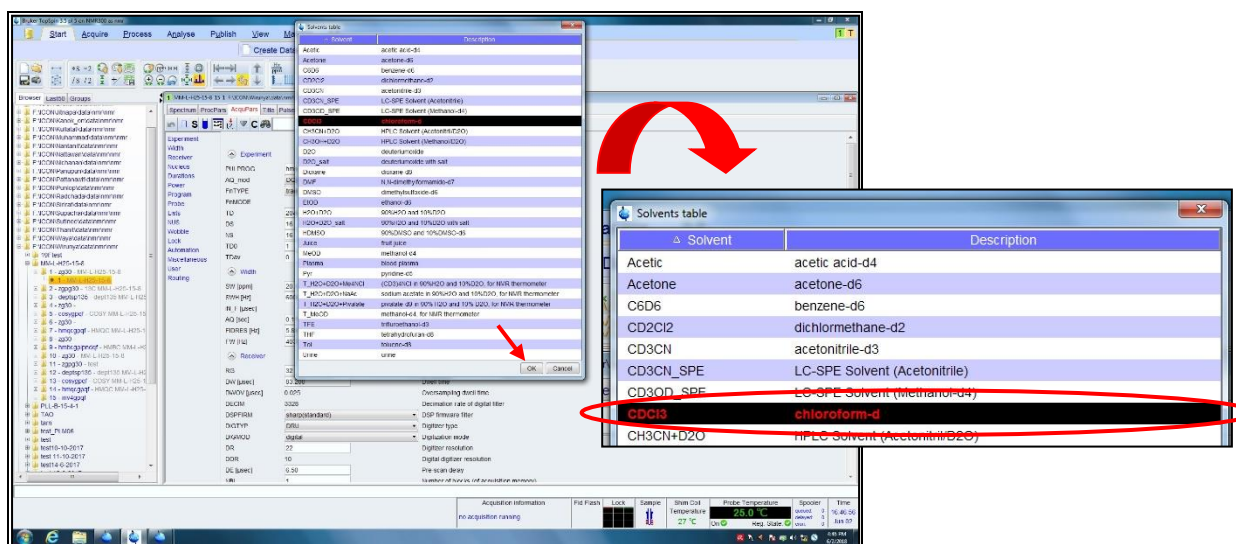
ข้อสังเกต ในกรณีที่เราวิเคราะห์สารที่มีปริมาณ < 30 mg หรือต้องการเพิ่ม intensity ของ spectrum สามารถเพิ่มจำนวน scan (Number of scans: NS) ได้ โดย NS ที่เปลี่ยนจะต้องเป็นตัวเลขที่หารด้วย 8 ลงตัว เช่น 8, 16, 32, 48 และ 64 เป็นต้น (ค่า default ของเครื่องกำหนดเริ่มต้นที่ 16)

- หากต้องการทราบเวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์สารตัวอย่างให้คลิกที่เครื่องหมาย  จะปรากฏหน้าจอ Experiment time ดังรูปที่ 4.207



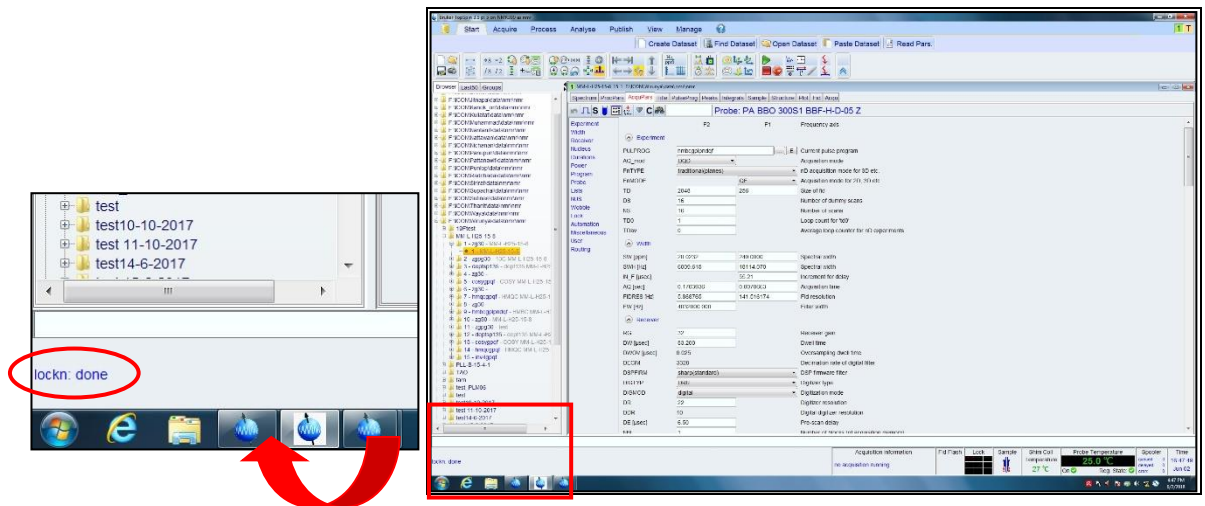
รูปที่ 4.207 แสดงหน้าจอ Experiment time

- คลิก Close
- พิมพ์คำสั่ง lock แล้วกด Enter จะปรากฏหน้าจอเพื่อให้เลือกตัวทำละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์ ดังรูปที่ 4.208



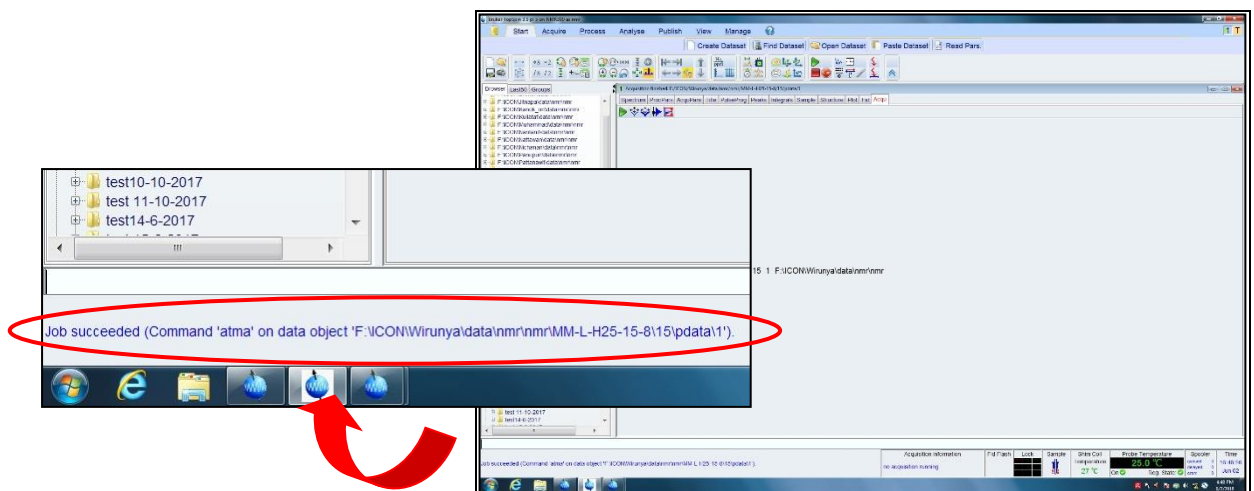
รูปที่ 4.208 แสดงหน้าจอ Solvents table

- จากรูปที่ 4.208 ให้คลิกเลือกตัวทำละลายที่ใช้แล้วคลิก OK รอสักครู่จะปรากฏคำว่า lockn: done แสดงว่าเครื่อง lock สัญญาณของตัวทำละลายเสร็จแล้ว ดังรูปที่ 4.209



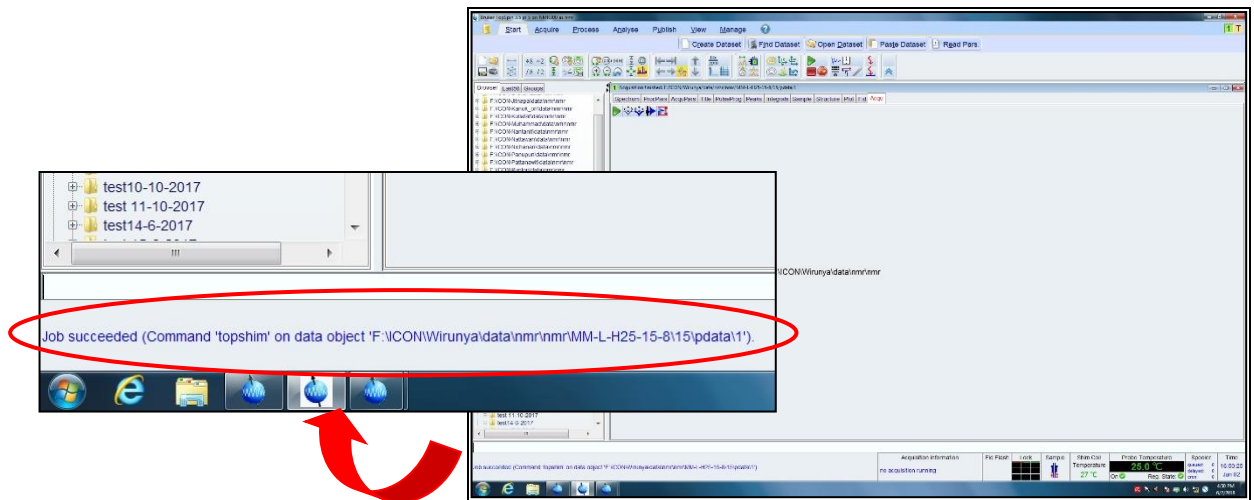
รูปที่ 4.209 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า lockn: done

- ลำดับต่อมาให้พิมพ์คำสั่ง atma แล้วกด Enter รอสักครู่ เมื่อเครื่องทำการ atma เรียบร้อยแล้วจะปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'atma') ดังรูปที่ 4.210



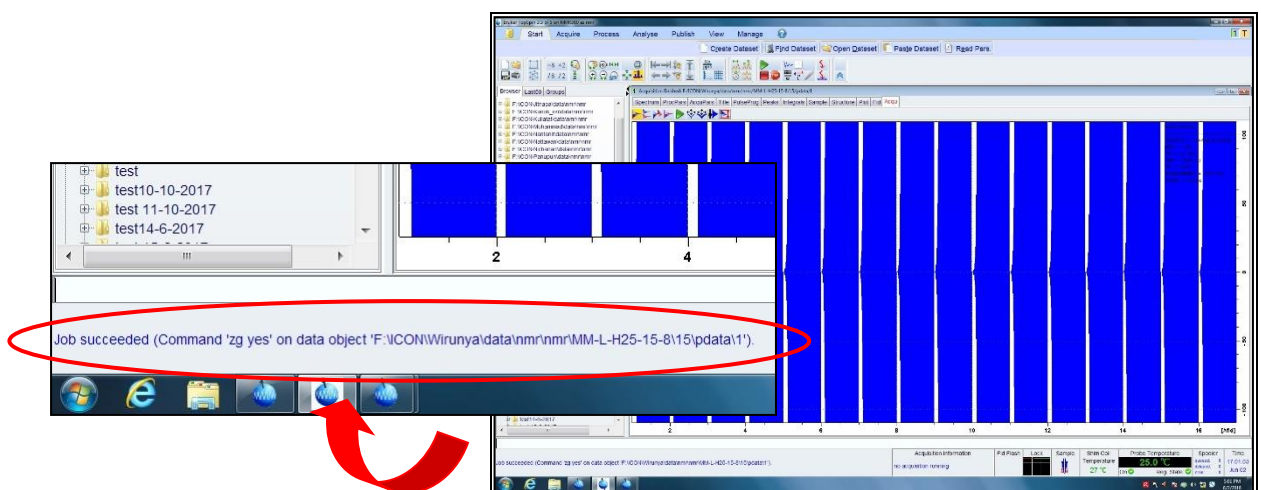
รูปที่ 4.210 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'atma')

- จากรูปที่ 4.210 ให้พิมพ์คำสั่ง topshim แล้วกด Enter รอสักครู่ เมื่อเครื่องทำการ topshim เรียบร้อยแล้วจะปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'topshim') ดังรูปที่ 4.211



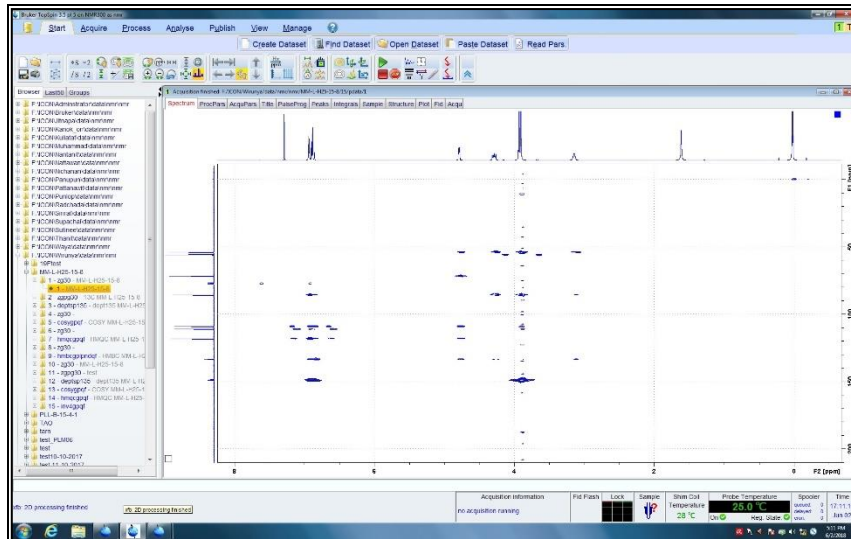
รูปที่ 4.211 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'topshim')

- จากนั้นพิมพ์คำสั่ง getprosol แล้วกด Enter จะปรากฏคำว่า getprosol finished!
- พิมพ์คำสั่ง rga แล้วกด Enter รอสักครู่จะปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'rga')
- ลำดับถัดไปพิมพ์คำสั่ง zg แล้วกด Enter รอจนกระทั่งเครื่องทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างเรียบร้อยแล้ว จะปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'zg') ดังรูปที่ 4.212



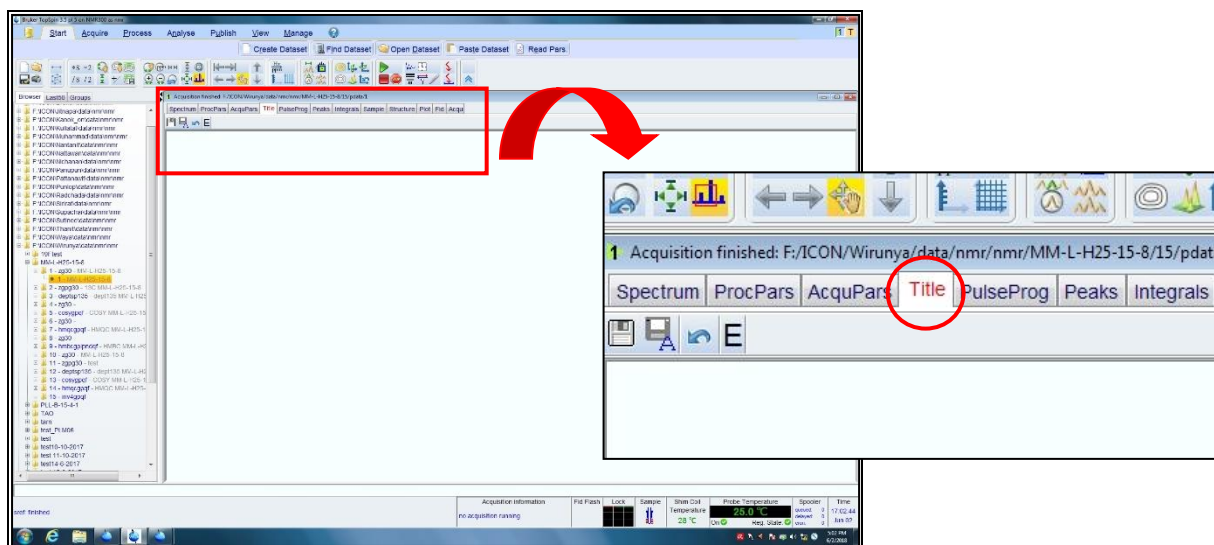
รูปที่ 4.212 แสดงหน้าจอที่ปรากฏคำว่า Job succeeded (Command 'zg')

- จากรูปที่ 4.212 ให้พิมพ์คำสั่ง xfb แล้วกด Enter เพื่อทำ Fourier Transform จะปรากฏ spectrum ดังรูปที่ 4.213



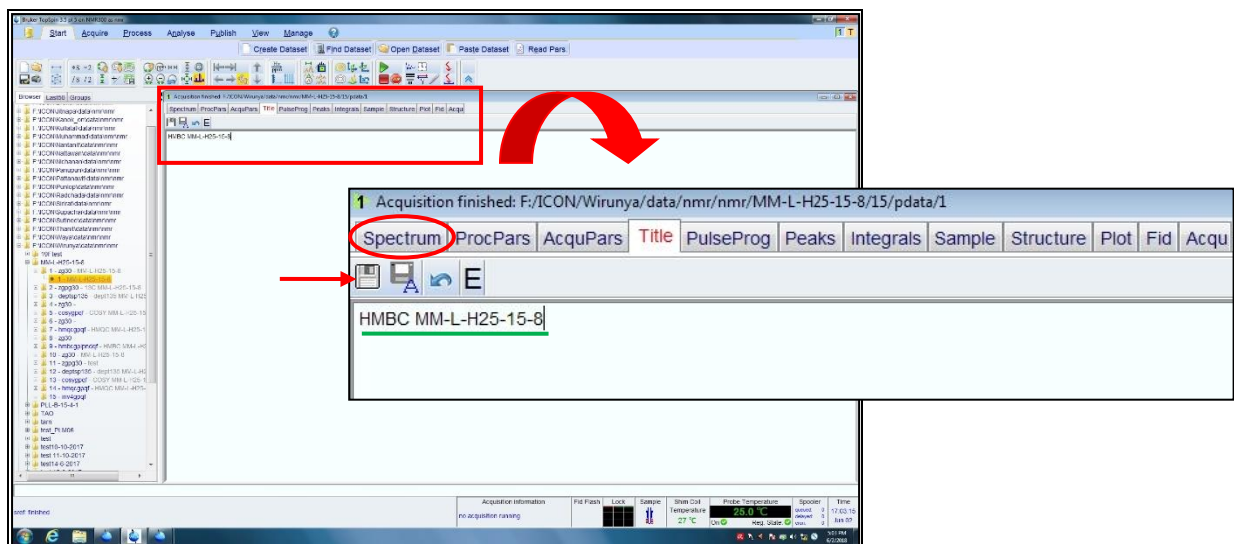
รูปที่ 4.213 หน้าจอแสดงผลของ HMBC NMR spectrum ที่ได้จากการวิเคราะห์

- พิมพ์คำสั่ง sref แล้วกด Enter เพื่อ calibration internal standard (TMS)
- ลาดับถัดไปให้คลิกคำว่า Title ในแถบเมนูเพื่อใส่ชื่อของสารตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์ดังรูปที่ 4.214



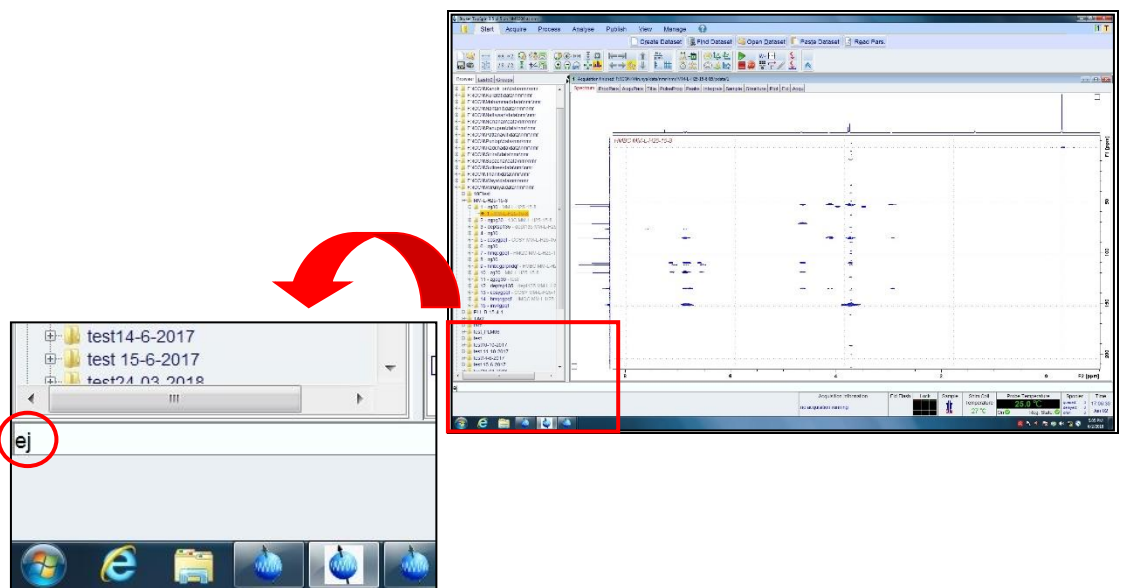
รูปที่ 4.214 แสดงหน้าจอ Title

- จากรูปที่ 4.214 ให้ใส่ชื่อของสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ ดังรูปที่ 4.215



รูปที่ 4.215 แสดงหน้าจอเพื่อ save ชื่อของสารตัวอย่าง และการกลับสู่หน้าจอ Spectrum

- จากนั้นให้คลิกที่เครื่องหมาย  เพื่อทำการ save ชื่อใหม่
- คลิกคำว่า Spectrum ในแถบเมนูเพื่อกลับสู่หน้าจอ Spectrum ของ HMBC ดังรูปที่ 4.216



รูปที่ 4.216 แสดงหน้าจอ Spectrum ของ HMBC

- พิมพ์คำสั่ง ej แล้วกด Enter จะได้ยินเสียงลมดังขึ้นจากเครื่อง NMRให้นำสารตัวอย่างออกจาก probe
- จากนั้นพิมพ์คำสั่ง ij เพื่อเป็นการปิดลม

ขั้นตอนที่ 5 ตรวจสอบการทำงานของเครื่อง NMR ขณะทำการวิเคราะห์สารตัวอย่าง

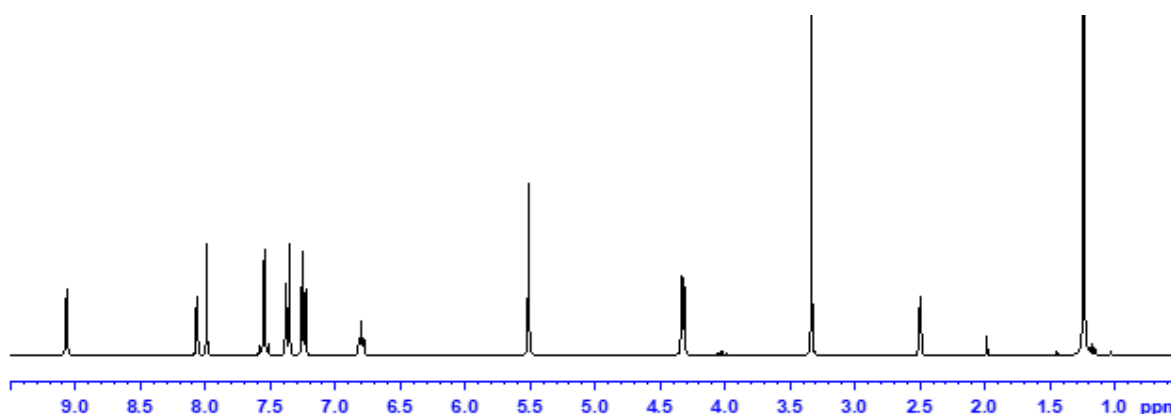
ขณะที่เครื่อง NMR ทำการวิเคราะห์สารตัวอย่าง หากขั้นตอนในการวิเคราะห์เกิดความผิดพลาดหรือเกิดความผิดปกติ จะปรากฏข้อความหรือสัญลักษณ์แจ้งเตือนบนหน้าจอที่ทำการวิเคราะห์ดังรูปที่ 4.217 ซึ่งปัญหาโดยส่วนใหญ่เมื่อทำการทวนสอบกลับไปพบว่าเป็นปัญหาที่มีสาเหตุมาจากขั้นตอนที่ 3 คือการเตรียมสารละลายตัวอย่าง และ ขั้นตอนที่ 4 คือการใช้โปรแกรมทำการวิเคราะห์สารตัวอย่าง ให้กลับไปตรวจสอบในขั้นตอนดังกล่าวเพื่อตรวจสอบข้อผิดพลาดที่เกิดขึ้นแล้วดำเนินการแก้ไข

40	Available														
41	Available														
Submit	Cancel	Edit	Delete	Add	1	Copy	1								
Preceding Experiments															
#	Date	Holder	Name	No.	Experiment	Load	ATM	Lock	Shim	Acq	Proc	User	Disk	Title/Orig	Remarks
32	2017-01-10 16:31:48	27	BankAsp01801-1	1	1H	✓	✓	✓	✗			nmr	F:\CON\p\nmr\data \nmr\nmr	Dimethyl crude with CH3OH	
31	2017-01-10 16:27:18	26	Golfsia-029-1	1	1H	✓	✓	✓	✓	✓	✓	nmr	F:\CON\p\nmr\data \nmr\nmr	N-butylaton	
30	2017-01-10 11:04:49	25	MINT-Beta-Furoyl	7	1H	✓	✓	✓	✓	✓	✓	nmr	F:\CON\W aya\data\n	crystal	

รูปที่ 4.217 แสดงข้อความหรือสัญลักษณ์แจ้งเตือนความผิดปกติบนหน้าจอขณะทำการวิเคราะห์

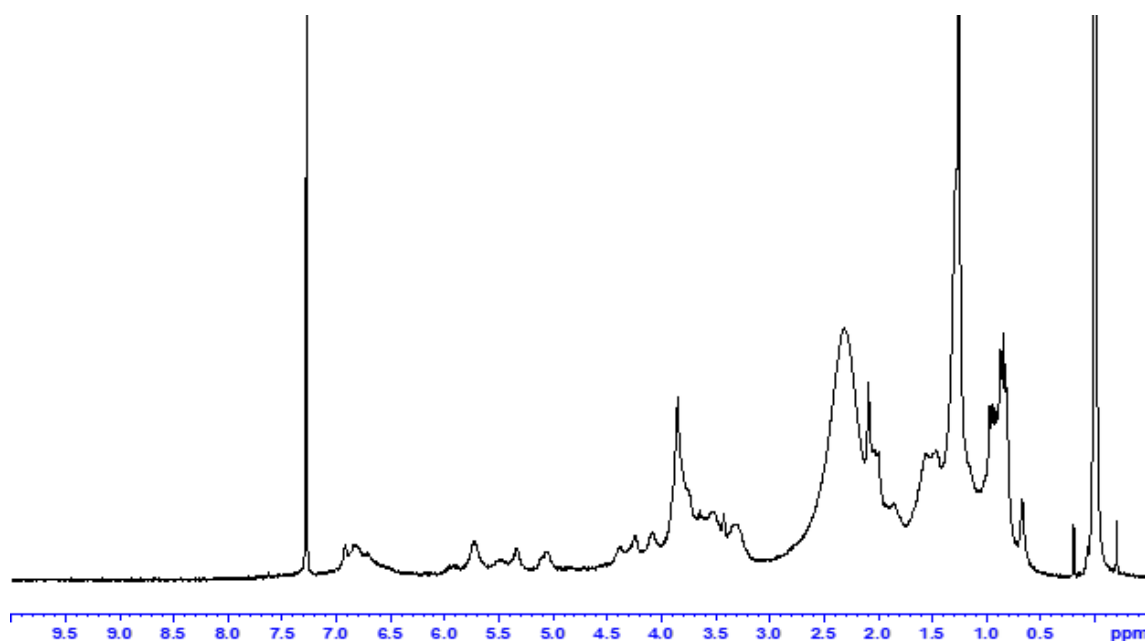
ขั้นตอนที่ 6 ประเมินผลที่ได้จากการวิเคราะห์

ตรวจสอบสเปกตรัม NMR ที่ได้จากการวิเคราะห์ หากสเปกตรัมที่ได้มีคุณภาพดี (sharp peak) จะทำการพิมพ์ออกผลการวิเคราะห์ให้กับผู้รับบริการดังรูปที่ 4.218



รูปที่ 4.218 แสดงสเปกตรัมที่มีคุณภาพดี (sharp peak)

แต่ถ้าหากสเปกตรัมที่ได้มีคุณภาพไม่ดี/ต่ำ (broad peak) หรือสเปกตรัมที่ได้มีความผิดปกติดังรูปที่ 4.219 ให้กลับไปตรวจสอบในขั้นตอนที่ 3 คือการเตรียมสารละลายตัวอย่างหรือตัวอย่างเป็นสารผสมไม่บริสุทธิ์ และขั้นตอนที่ 4 คือการใช้โปรแกรมทำการวิเคราะห์สารตัวอย่าง หากพบความผิดพลาดในขั้นตอนใดให้ดำเนินการแก้ไข แล้วทำการวิเคราะห์ซ้ำ ทำการบันทึกข้อผิดพลาดที่เกิดขึ้นเพื่อเป็นข้อมูลในการพัฒนาและปรับปรุงแก้ไขในครั้งต่อไป



รูปที่ 4.219 แสดงสเปกตรัมที่มีคุณภาพไม่ดี/ต่ำ (broad peak) หรือสเปกตรัมที่ได้มีความผิดปกติ

4.3 การติดตามและประเมินผลการปฏิบัติงาน

การติดตามและประเมินผลการปฏิบัติงานเป็นขั้นตอนในการตรวจสอบผลการปฏิบัติงานจริงโดยนำข้อผิดพลาดที่เกิดขึ้นในขั้นตอนการปฏิบัติงาน ผลการประเมิน และสอบถามความพึงพอใจของผู้รับบริการมาใช้ประกอบการพัฒนางานและการวางแผนงานในการปฏิบัติงานครั้งต่อไป ตลอดจนการทบทวนกระบวนการปฏิบัติงานการใช้งานเครื่อง NMR สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่าง หากพบข้อบกพร่องควรปรับปรุงแก้ไขจะได้ นำข้อมูลที่ได้มาดำเนินการปรับปรุงแก้ไขตามกระบวนการปฏิบัติงาน PDCA เพื่อพัฒนากระบวนการใช้งานเครื่อง NMR สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่างในครั้งต่อไป

บทที่ 5

ปัญหาอุปสรรค ข้อเสนอแนะ และการพัฒนางาน

ผู้ปฏิบัติงานในตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ ระดับปฏิบัติการ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร มีบทบาทหน้าที่รับผิดชอบในการใช้งานเครื่อง NMR สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่าง การปฏิบัติงานนี้ใช้หลักการปฏิบัติงาน PDCA เป็นมาตรฐานการปฏิบัติงาน ขั้นตอนการปฏิบัติงาน วิธีการติดตามและประเมินผล การปฏิบัติงาน คุณธรรม จริยธรรม และจรรยาบรรณในการปฏิบัติงานที่เกี่ยวข้องมาใช้ในการปฏิบัติงาน นอกจากนี้ผู้ปฏิบัติงานในตำแหน่งนี้จะต้องมีความรู้ความเข้าใจในลักษณะงาน วิธีการปฏิบัติงาน การวางแผนงาน การประสานงาน การให้บริการ และกฎระเบียบที่เกี่ยวข้องได้เป็นอย่างดี ดังนั้นผู้ปฏิบัติงานจึงได้รวบรวมองค์ความรู้และประสบการณ์ จัดทำคู่มือการใช้งานเครื่อง NMR สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่าง เพื่อช่วยให้ผู้ปฏิบัติงานสามารถใช้งานเครื่อง NMR ในการวิเคราะห์สารตัวอย่าง ได้อย่างราบรื่น มีประสิทธิภาพ ลดความผิดพลาดที่จะเกิดขึ้น และผู้ปฏิบัติงานสามารถปฏิบัติงานแทนกันได้บนมาตรฐานเดียวกัน ซึ่งในการปฏิบัติงานพบปัญหาอุปสรรคและแนวทางการแก้ไขปัญหารวมไปถึงข้อเสนอแนะเพื่อการพัฒนาการพัฒนางานดังนี้

5.1 ปัญหา อุปสรรคแนวทางแก้ไขปัญหาในการปฏิบัติงาน และการพัฒนางาน

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.1 ปัญหา อุปสรรคแนวทางแก้ไขปัญหาในการปฏิบัติงาน และการพัฒนางาน

ในการนี้ผู้ปฏิบัติงานได้รวบรวมปัญหาอุปสรรค และข้อเสนอแนะเพื่อการพัฒนาหรือปรับปรุง กระบวนการปฏิบัติงานดังสรุปในตารางที่ 5.1

ตารางที่ 5.1 แสดงปัญหา อุปสรรคแนวทางแก้ไขปัญหาในการปฏิบัติงาน และการพัฒนางาน

การปฏิบัติงาน	ปัญหา/อุปสรรค	แนวทางแก้ไขและการพัฒนางาน
การใช้งานเครื่อง NMR สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่าง	- ผู้รับบริการส่วนใหญ่ยังขาดความรู้ความเข้าใจในการเตรียมสารละลายตัวอย่าง การเลือกตัวทำละลาย การเลือกเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์เพื่อให้ได้ผลการวิเคราะห์ที่ต้องการ การแปลผลข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์	- จัดให้มีการอบรมการเพื่อสร้างความเข้าใจเบื้องต้นแก่นักศึกษาและผู้สนใจ ที่ต้องใช้เครื่อง NMR ในการทำงานวิจัยหรือจัดทำคู่มือการใช้เครื่อง NMR สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่าง เพื่อใช้เป็นแนวทางในให้แก่ผู้รับบริการในการทำความเข้าใจเบื้องต้นเกี่ยวกับเครื่อง NMR
	- การใช้ทรัพยากรที่สิ้นเปลืองโดยเฉพาะตัวทำละลาย	- ทำรายการการเบิกจ่ายตัวทำละลายเพื่อควบคุมปริมาณตัวทำละลายที่ใช้
	- ต้องจัดทำข้อมูลที่ซ้ำซ้อนเนื่องจากผู้รับบริการไม่ทำศึกษาผลการวิเคราะห์ที่ต้องการมาก่อน	- แจ้งให้ผู้รับบริการทราบตั้งแต่ผู้รับบริการมีความต้องการที่จะส่งสารตัวอย่างให้ทำการศึกษาข้อมูลผลการวิเคราะห์ที่ต้องการมาก่อนล่วงหน้า
	- ผู้รับบริการไม่ได้ทดสอบการละลายของสารตัวอย่างมาก่อน	- แจ้งผู้รับบริการให้ทดสอบการละลายของสารตัวอย่าง ก่อนส่งสารตัวอย่างมาทำการวิเคราะห์หรือจัดทำ Flowchart อธิบายขั้นตอนการเตรียมตัวอย่าง

การปฏิบัติงาน	ปัญหา/อุปสรรค	แนวทางแก้ไขและการพัฒนางาน
	- ผู้รับบริการนำสารตัวอย่างที่ยังไม่บริสุทธิ์ และมีปริมาณน้อยมาทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคที่ต้องใช้เวลาในการวิเคราะห์ เช่น ^{13}C และ 2D NMR ทำให้เสียเวลารวมไปถึงทรัพยากรต่างๆ ในการวิเคราะห์	- จัดตารางเรียงลำดับก่อน-หลังการใช้งาน พร้อมทั้งจำกัดเวลาการใช้งานสำหรับผู้รับบริการทุกท่าน เพื่อการบริการอย่างทั่วถึง
	- มีนักศึกษาแลกเปลี่ยนจากต่างประเทศมาใช้บริการทำให้ต้องสื่อสารโดยใช้ภาษาอังกฤษ	- เข้าร่วมโครงการอบรมเพิ่มพูนทักษะการใช้ภาษาอังกฤษในการสื่อสารและการปฏิบัติงาน

5.2 ข้อเสนอแนะ

ตามที่ได้ผู้จัดทำได้กล่าวถึงปัญหาอุปสรรคและแนวทางการแก้ไขจากการจัดทำคู่มือการใช้งานเครื่อง NMR สำหรับวิเคราะห์สารตัวอย่างไปแล้วนั้น เพื่อให้การปฏิบัติงานเป็นไปอย่างราบรื่น ลดขั้นตอนการปฏิบัติงาน และงานที่ได้มีประสิทธิภาพเพิ่มขึ้น ผู้ปฏิบัติงานจึงมีข้อเสนอแนะเพื่อพัฒนางานหรือปรับปรุงงานดังนี้

1. หาโอกาสเข้าร่วมการอบรมเพิ่มพูนความรู้ หรือร่วมงานประชุมที่เกี่ยวข้องกับเครื่อง NMR เพื่อแลกเปลี่ยนความรู้และเป็นการเพิ่มทักษะการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคใหม่ๆ
2. เพิ่มการประชาสัมพันธ์การให้บริการวิชาการด้วยเครื่อง NMR ให้เข้าถึงกลุ่มเป้าหมาย เช่น มหาวิทยาลัยหรือหน่วยงานเอกชนในภูมิภาคเดียวกันที่มีความต้องการวิเคราะห์หาโครงสร้างทางเคมีของสารตัวอย่างด้วยเครื่อง NMR
3. จัดการอบรมเพื่อสร้างความเข้าใจเบื้องต้นให้กับนักศึกษาหรือผู้ที่สนใจที่ต้องใช้เครื่อง NMR ในการทำงานวิจัย
4. หาโอกาสเข้าร่วมโครงการอบรมเพิ่มพูนทักษะการใช้ภาษาอังกฤษในการสื่อสาร เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการทำงานกรณีที่ต้องสื่อสารกับผู้รับบริการต่างชาติ หรือเข้าถึงองค์ความรู้จากผู้เชี่ยวชาญด้าน NMR จากต่างประเทศ
5. หาโอกาสเข้าอบรมเพิ่มพูนความรู้ความเข้าใจในการปฏิบัติงานและพัฒนางานโดยใช้หลัก PDCA
6. ควรทำการสำรวจความพึงพอใจของผู้รับบริการเพื่อรับทราบความคาดหวังจากผู้รับบริการ พร้อมทั้งนำข้อเสนอแนะไปพัฒนางาน ลดขั้นตอน และการปรับเปลี่ยนวิธีการในการปฏิบัติงาน ส่งผลต่อการปฏิบัติงานที่ดี

7. ควรมีเวทีแลกเปลี่ยนเรียนรู้การปฏิบัติงานและการพัฒนางานเพื่อความก้าวหน้าในการปฏิบัติงานที่
สูงขึ้น

บรรณานุกรม

- คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร. (2020). **จรรยาบรรณนักวิทยาศาสตร์**. เข้าถึงเมื่อ 28 มกราคม 2563. จาก <http://edoc.sc.su.ac.th/LectureDoc.php>
- ธนวิทย์ โพธิ์ศรี. (2540). นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี. *MTEC*. 67-70.
- ธีรยุทธ วิลาวรรณ. (2012). **คู่มือการใช้เครื่อง Varian Mercury + 400 NMR Spectrometer (Jun 2012 revision)**. เข้าถึงเมื่อ 7 มกราคม 2563. จาก www.chemistry.sc.chula.ac.th/nmrdoc_varian/.../Varian_manual_full_Jun12.pdf.
- ประกาศมหาวิทยาลัยศิลปากร เรื่องหลักเกณฑ์และวิธีการในการจัดตั้ง การรวม การยุบเลิกส่วนงาน การแบ่งหน่วยงานภายในและหน่วยงานย่อยของส่วนงาน และการบริหารวิชาการของคณะ พ.ศ. 2561. **โครงสร้างการบริหาร คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร**.
- ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร. **โครงสร้างการบริหารภาควิชาเคมี**. เข้าถึงเมื่อ 10 กุมภาพันธ์ 2563. จาก <http://www.chem.sc.su.ac.th/>
- วิชัย รุ่งตระกูล, โกศลย์ คุณสำราญ, พิเชษฐ์ วิริยะจิตรา, สุรัชช์ นิยมจิรวรรณ, อภิชาติ สุขสำราญ. (2527). *การประยุกต์สเปกโตรสโกปีในเคมีอินทรีย์*. พิมพ์ครั้งที่ 2. กรุงเทพฯ: ห.จ.ก.นำอักษรการพิมพ์. หน้า 154-224.
- สรายุทธ เวชสิทธิ์. (2016). *การเตรียมตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์*. เข้าถึงเมื่อ 20 มกราคม 2563. จาก <http://science.buu.ac.th/part/nmr/index.php/services/analysis.html>.
- Field, L. D. Sternhell, S. Kalman, J. R. (2008). "Organic Structures from Spectra". 4th ed. England: John Wiley & Sons Ltd. pp. 33-64.
- Kitisak Website. **NMR Sample Preparation**. (2562). เข้าถึงเมื่อ 30 มกราคม 2563. จาก http://chemsci.kku.ac.th/kitisak/contents/chem/sample_prep.php.
- Pavia, D. L. Lampman, G. M. Kriz, G. S. Vyvyan, J. R. (2009). "Introduction to Spectroscopy". 4th ed. United States of America: Brooks/Cole, Cengage Learning. pp. 105-175.
- Silverstein, R. M. Webster, F.X. Kiemle, D. J. (2005). "Spectrometric Identification of Organic Compounds". 7th ed. United States of America: John Wiley & Sons, Inc. pp. 127-176.