

## SuperCOOLプローブを利用したINADEQUATE法

関連製品：核磁気共鳴装置(NM)

4級炭素同士の結合が多く含まれるような化合物では普段構造解析で用いているCOSY, HSQC, HMBCだけでは構造を決めることは困難です。そういった化合物に対しては $^{13}\text{C}$ - $^{13}\text{C}$ の結合を観測できるINADEQUATE法を用いることで構造を帰属できる可能性があります。ただし、INADEQUATE法は通常の $^{13}\text{C}$ 測定のS/Nに比べ、約1/200と著しく感度の悪い測定法です。そのため非常に高濃度で調製した試料を長時間測定しない限り相関信号が観測ができません。このような低感度の測定法ですので、極低温プローブを使うことによる測定時間短縮のメリットが非常に大きいです。

## INADEQUATE法の解析の仕方

INADEQUATE法の相関信号は傾き2の対角線に対して左右対称にダブルレットで観測されます。

図1では $\text{C}_b$ と $\text{C}_c$ が互いに隣り合っている $^{13}\text{C}$ であることを示します。またお互いの分裂幅は等しく $J(\text{C}_b\text{C}_c)$ のカップリング定数になります。

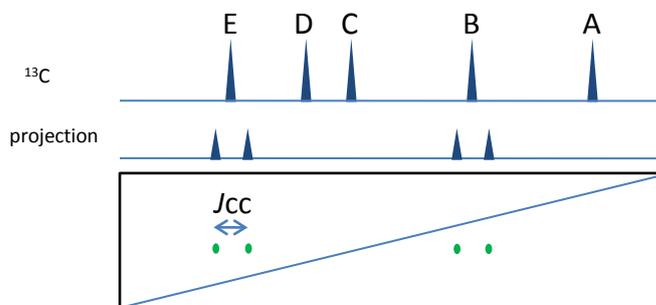


図1: INADEQUATE相関の模式図

Genisteinは大豆由来のイソフラボンの1つで抗酸化作用が確認されている化合物です。構造中に多くの4級炭素を持ち、また4級炭素同士の結合箇所も多く存在します。この化合物のINADEQUATE法の結果が図2になります。極低温プローブを用いることで $^{13}\text{C}$ の約1/200の低感度の測定法が十数mgの試料量で測定可能です。INADEQUATE法によりGenisteinの全ての $^{13}\text{C}$ - $^{13}\text{C}$ 相関が明らかとなりました。

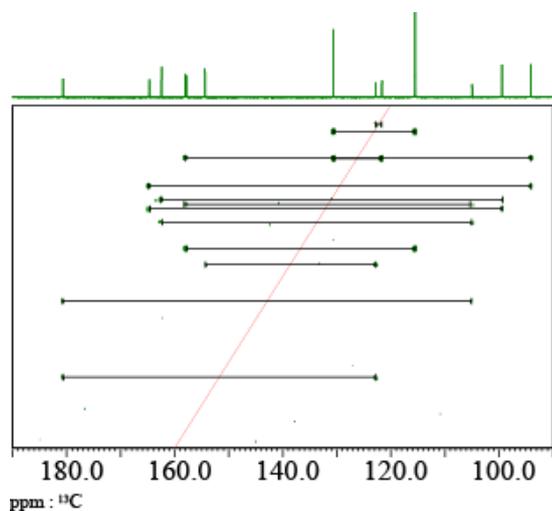
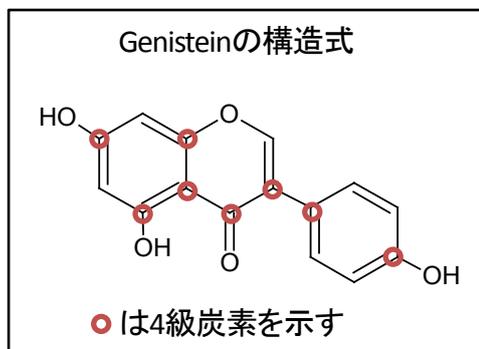


図2: INADEQUATEスペクトル



使用装置: JNM-ECZ600R, SuperCOOLプローブ  
試料: 100mM(16mg) Genistein/DMSO- $d_6$   
測定時間: 18時間 (standard tubeを使用)

Copyright © 2018 JEOL Ltd.

このカタログに掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせ下さい。

