

## 1,1-ADEQUATEの利用例

関連製品：核磁気共鳴装置(NM)

HMBCは、主に2結合、3結合離れた異種核の遠距離相関を得るための一般的な測定法です。ただし2結合と3結合の結合定数が類似していることが多いため、HMBCスペクトル単体で分析した場合、スペクトルから結合数を区別することができません。

1,1-ADEQUATE (Adequate Double QUantum Transfer Experiment) は、HMBCのこの欠点を克服することができます。1,1-ADEQUATEでは $^1J_{CH}$ と $^2J_{CH}$  (正確には $^1J_{CH}+^1J_{CC}$ )の相関が観測されるため、HSQCと合わせて解析することで2結合のC-H相関を見分けることができます。図1に1,1-ADEQUATEのパルスシーケンスを示します。

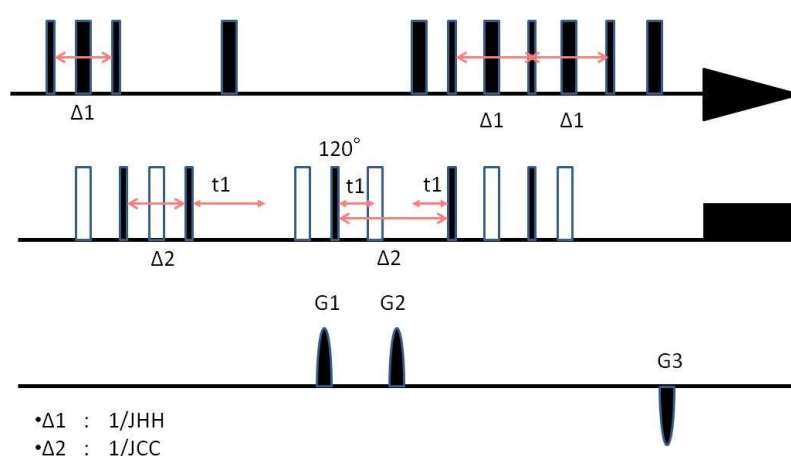


図1 1,1-ADEQUATEのパルスシーケンス

参考文献：B. Reif, M.Kock, R.Kerssebaum, H.Kang, W.Fenical, C.Griesinger JMR ser-A 1996, 118, 282-285  
M.Kock, R.Kerssebaum, W. Bermel MRC 2003, 41, p65-69

図2にHSQCと1,1-ADEQUATEスペクトルの模式図を示します。1,1-ADEQUATEは $^1J_{CH}$ 相関(HSQC相関)に加え、 $^1J_{CC}$ を利用した $^2J_{CH}$ 相関に相当する相関信号が得られます。1,1-ADEQUATEでは天然存在比の点で非常に少ない $^1J_{CC}$ を利用して信号を観測するため、HSQCと比べて感度は1/100以下と低感度な測定法ですが、 $^1H$ 側で測定するインバース測定である分、同じく $^1J_{CC}$ を利用して $^{13}C$ 観測を行うINADEQUATEと比較すると高感度な測定法です。

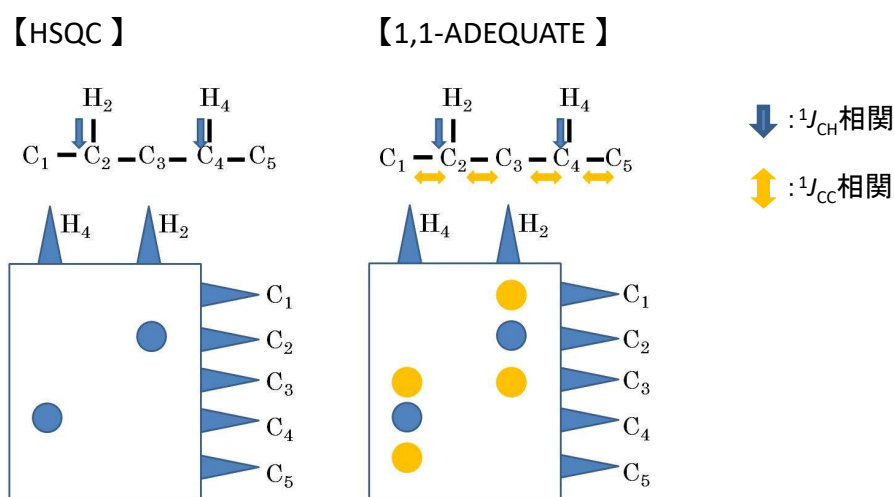
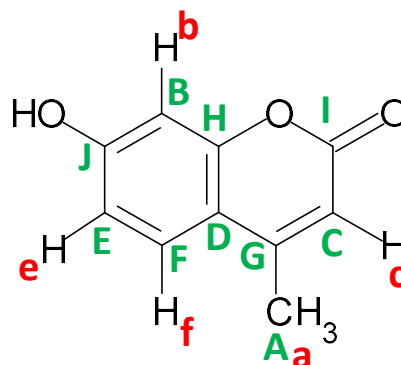


図2 HSQCと1,1-ADEQUATEスペクトルの模式図

図3に100mg 4-Methylumbelliferone in DMSO-d<sub>6</sub>の1,1-ADEQUATEの全体図、および拡大図を示します。各<sup>1</sup>Hから2結合以内の<sup>13</sup>Cとの相関が観測されており、ここからHSQC相関(<sup>1</sup>J<sub>CH</sub>相関)を除くと2結合のC-Hを確認できます。

使用装置：JNM-ECZ400S, ROYALプローブ™  
測定条件：scans: 48, J\_constant：140 Hz, J<sub>CC</sub>：60 Hz



4-Methylumbelliferone

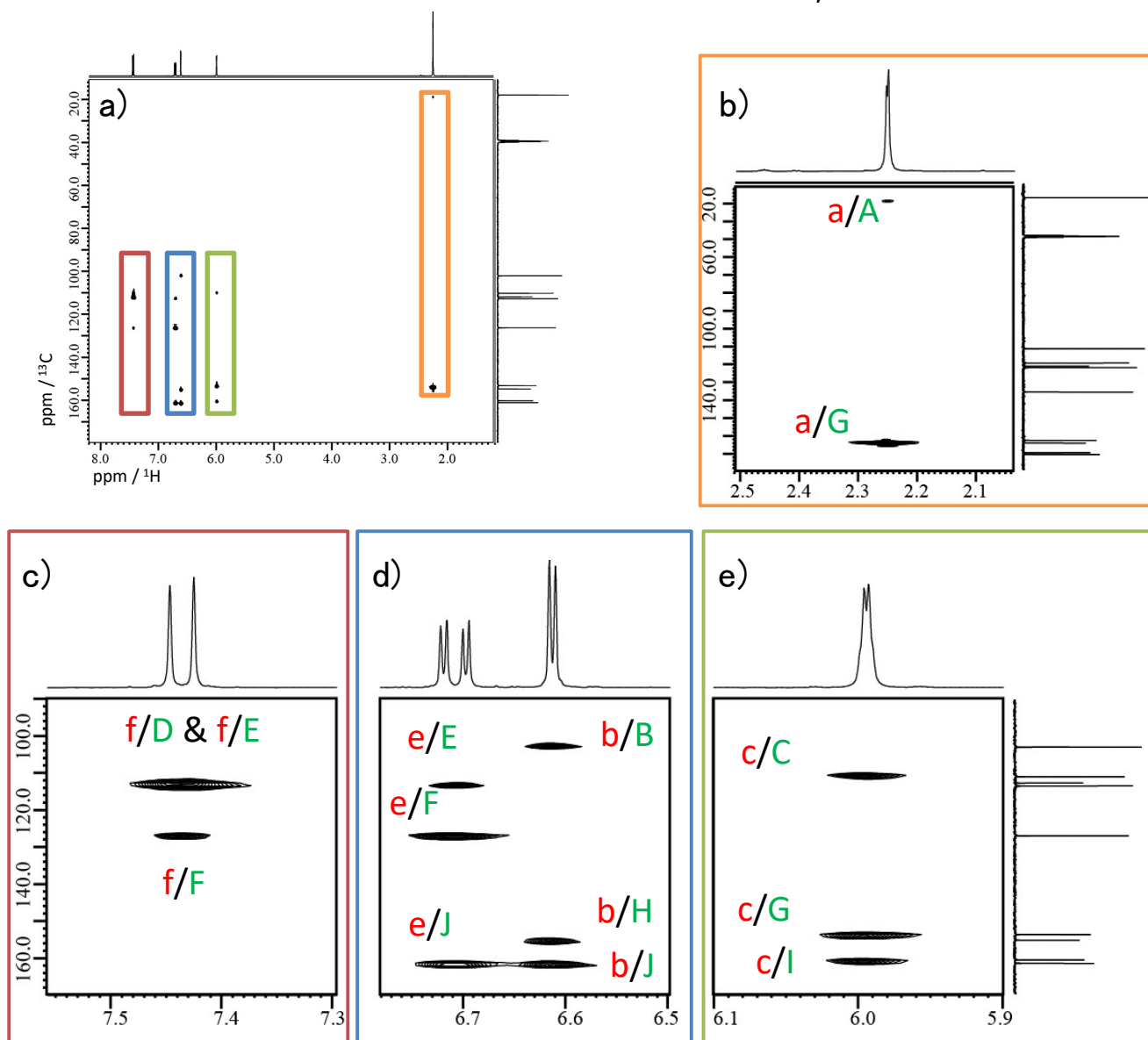


図3 100mg 4-Methylumbelliferone in DMSO-d<sub>6</sub>の1,1-ADEQUATEスペクトル a)全体図、b)~e)拡大図

Copyright © 2020 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。

