

ROSYを用いたglycineの結晶形ごとのスペクトルの分離

関連製品: 核磁気共鳴装置(NMR)

ROSY

ROSY(Relaxation Ordered Spectroscopy)は固体混合物中の各成分の¹Hの縦緩和時間の違いを用いて、化合物ごとに¹³C CPMASスペクトルを分離する手法です。溶液中ではシグナルごとに固有の縦緩和時間を持ちますが、固体中では¹H同士の双極子相互作用によってスピン拡散が起きるため一定距離内のドメインでは全ての¹Hが同一の縦緩和時間を持ちます。ROSY法ではこの¹Hの縦緩和時間の違いを用いて¹³Cスペクトルをドメインごとに分離します。

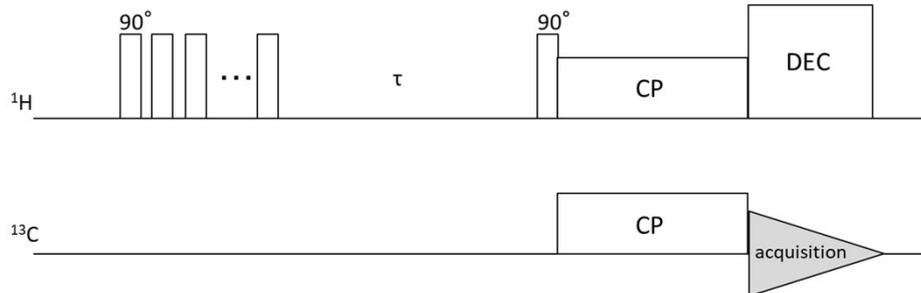


Fig1. pulse sequence of ROSY

結晶多形を持つglycineへの適用

ROSYは混合物サンプルに関して使うことが多いですが、単一化合物でも緩和時間の異なる複数の結晶形を持つ場合、ROSYによって結晶形ごとにスペクトルを分離することが可能です。一例として、常温で2種類の安定な結晶形(α型:立方晶、γ型:六方晶)を持つglycineについて、ROSYを適用した結果を示します。通常のCPMAS(Fig.2)では、glycineの2つの炭素原子に対してそれぞれ2つの結晶形に対応するシグナルが観測されています。このサンプルにROSY法を適用すると、各結晶形に対応するシグナルがY軸上に分離して観測されました(Fig.3)。このように、ROSYは結晶多形を持つ分子の結晶構造の解析に有用です。※α,γの帰属はそれぞれの結晶形のみを含むサンプルを用いて行いました(data not shown)。

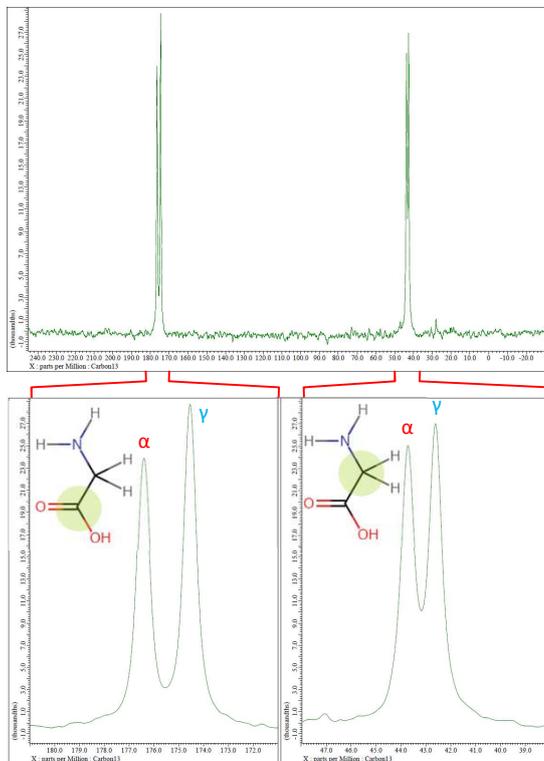


Fig2. ¹³C CPMAS spectrum

Spectrometer :JNM-ECZ400R
 probe :4mm HXMAS probe
 MAS speed :15kHz
 Software :Delta v.5.3.3
 pulse sequence :cpmas_toss.jxp(Fig.2), rosy.jxp(Fig.3)

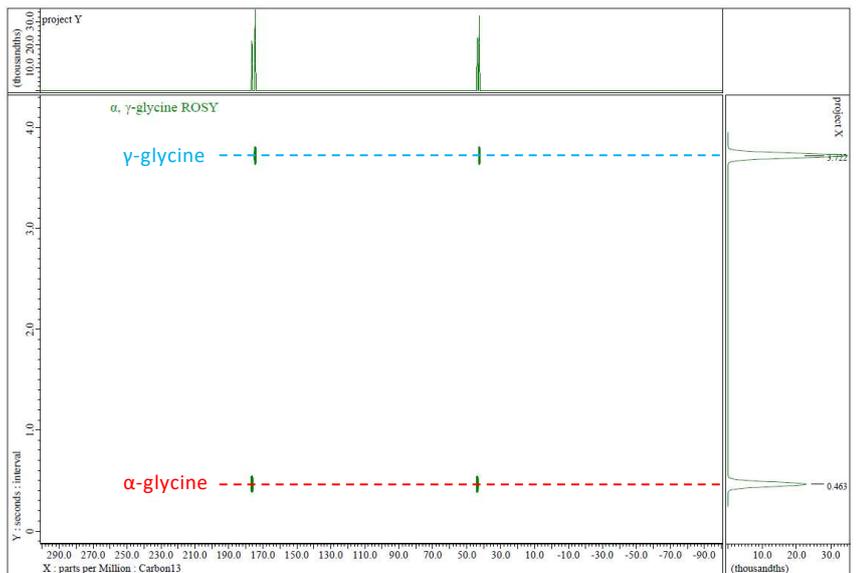


Fig3. ROSY spectrum

参考文献 Y. Nishiyama, M.H. Frey, S. Mukasa, H. Utsumi, J. Magn. Reson. 202(2010) 135.

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ください。 Copyright © 2022 JEOL Ltd.

