

二次元¹⁹F-¹⁹F TOCSYによる混合物の分離 —成分ごとに一次元¹⁹Fスペクトルを得る方法—

関連製品：核磁気共鳴装置(NM)

医薬品や農薬の研究開発において、ペルフルオロアルキル化合物は重要な役割を果たしています。これらの化合物の解析には、一次元¹⁹F NMRが強力なツールとなり、需要が高まっています。¹⁹Fは¹Hに次いで感度が高く、観測が容易です。さらに、化学シフト範囲が広く、信号の分離がよいという特長があります。ところが、混合物の解析は非常に複雑になります。それぞれの化合物の化学的性質が類似しており、¹⁹F信号の重複が起こり得るためです。同様の理由でクロマトグラフィーによる分離も難しく、混合物のまま各化合物の一次元NMRスペクトルを得る方法が望まれています。

混合物のスペクトルから一次元スペクトルを得る方法としては、二次元TOCSYが知られています。高磁場のNMR装置で¹⁹F-¹⁹F TOCSY [1]を測定するには、¹⁹Fの広い化学シフト範囲をカバーするラジオ波パルスが必要です。ところが、このようなラジオ波パルスの使用は難しく、¹⁹F TOCSYを汎用的に測定するには問題がありました。近年、¹⁹Fの化学シフト範囲に対応するために、図1に示すBURBOPパルスを用いた¹⁹F TOCSY [2]が報告されました。ここでは、BURBOPパルスを用いた¹⁹F TOCSYにより、化合物ごとに一次元¹⁹F スペクトルを抽出する方法をご紹介します。

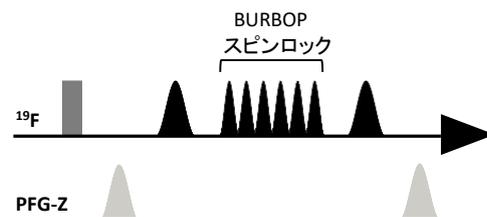


図1. BURBOPパルスを用いた二次元¹⁹F TOCSYのパルスシーケンス

二次元¹⁹F TOCSYによる混合物のスペクトル分離

二次元TOCSYは十分に長い混合時間で測定すると、カップリングがあるすべてのスピンの磁化移動が起こります。そのため、化合物ごとに一次元スペクトルを抽出することが可能です。例として、図2に二種類の有機フッ素化合物の混合試料の二次元¹⁹F TOCSYスペクトルを示します。-121.8 ppm (赤い点線)と-126.8 ppm (青い点線)でスライスデータを作成しました。図3の(a)は混合物の一次元¹⁹Fスペクトル、(b)が δ -121.8 ppm、(c)が δ -126.8 ppmのスライスデータです。得られたスライスデータが各成分の一次元に相当する¹⁹Fスペクトルです。このように、混合物の二次元¹⁹F TOCSYより各成分の一次元¹⁹Fスペクトルを抽出し、混合物の信号を区別することができます。

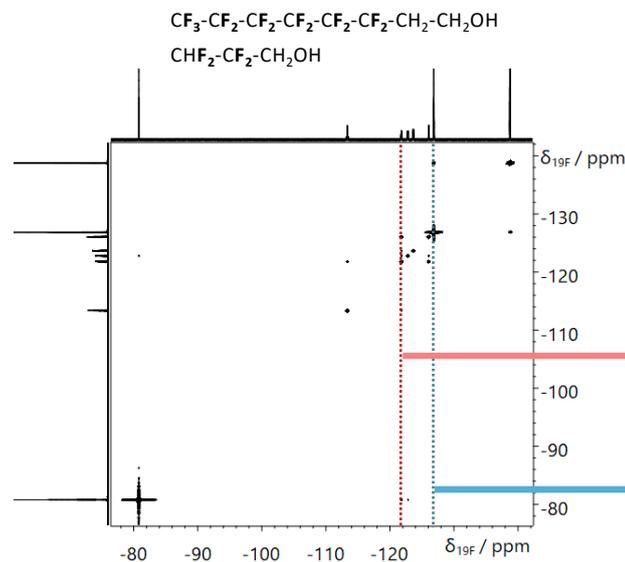


図2. ¹⁹F TOCSYスペクトル (混合時間 100 ms)

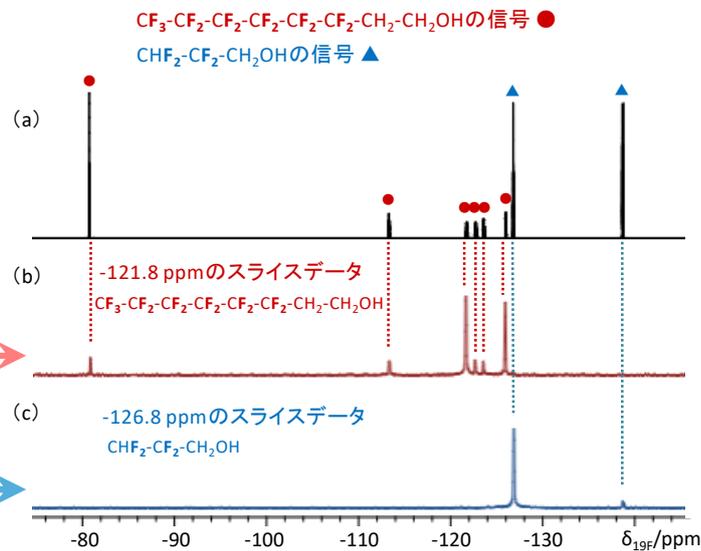


図3. ¹⁹F TOCSYのスライスデータ

(a) ¹⁹Fスペクトル (b) -121.8 ppmスライスデータ (c) -126.8 ppmスライスデータ

装置：JNM-ECZL400S (Delta NMRソフトウェア V6.3), ROYALプローブ™ HFx
シーケンス：19f_tocsy_burbop_abs_pfg.jp
試料：2,2,3,3-tetrafluoro-1-propanol, 3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-tridecafluoro-1-octanol in CDCl₃

[1] *Anal. Chem.*, **65**, (1993) 752-758, [2] *J. Magn. Reson.*, **285**, (2018) 143-147.

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 © 2023 JEOL Ltd.

