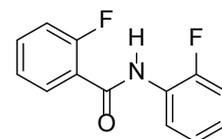


ROYALプローブ™ HFXを用いたフッ素とアミド間の水素結合の解析： ^{14}N デカップリング ^1H - ^{19}F HETCOR

関連製品：核磁気共鳴装置(NM)

含フッ素、及び含窒素有機化合物は、医薬や材料科学などの様々な分野で用いられています。このような化合物の多くは分子のコンホメーションや分子間に働く相互作用により、特異な機能を持つことが知られています。そのため、分子内/分子間に働く弱い相互作用の解析が重要となります。ここでは、フッ素化ベンズアニリド1のN-HとF間に働く水素結合の解析手法として、 ^{14}N デカップリング ^1H - ^{19}F HETCORをご紹介します。



フッ素化ベンズアニリド(1)

^{14}N デカップリング条件下での ^1H NMR測定

NMRは水素結合の解析において力を発揮する分析法です。そのような目的では、スピン結合定数を求めることが重要です。図1(a)にフッ素化ベンズアニリドの ^1H NMRスペクトルを示します。最も低磁場の信号がアミド ^1H (H11)の信号です。 ^{14}N 核の影響により、信号がブロード化しています。このままでは、結合定数を求めることができません。図1(b)は ^{14}N デカップリングを行った場合のスペクトルです。アミド ^1H の信号がシャープな信号として観測されています。アミド ^1H 信号がダブルダブレットに分裂しているのは、二つのフッ素(F5とF6)と水素結合を介したスピン結合によるものです。

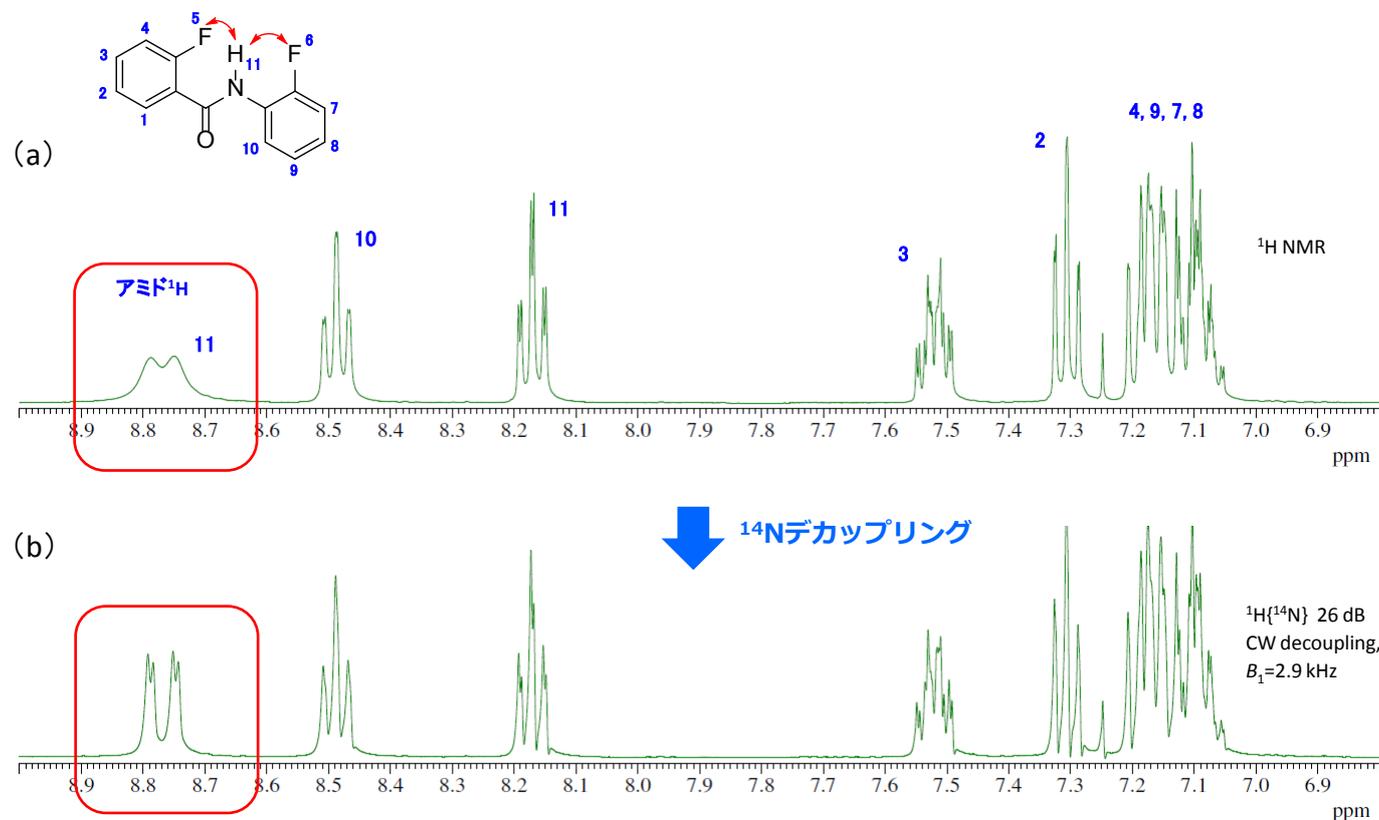


図1. (a) 1の ^1H NMRスペクトル (b) $^1\text{H}\{^{14}\text{N}\}$ NMRスペクトル

試料：36 mg フッ素化ベンズアニリド/ CDCl_3

使用装置：JNM-ECZ400S、ROYALプローブ™ HFX (^{14}N 核測定対応プローブ)

¹⁴Nデカップリング¹H-¹⁹F HETCOR(異種核COSY)の測定

¹⁴Nデカップリングありとなしの条件で一次元¹H-¹⁹F HETCORを測定しました(図2)。¹H NMRと同様に¹⁴Nデカップリングを行うことで、アミド¹Hはシャープな信号として観測されます。一次元HETCORはアンチフェイズ信号で分かりやすくスピン結合定数を求めることができます。図3に示すように¹⁴Nデカップリング条件下での二次元HETCOR測定も可能です。

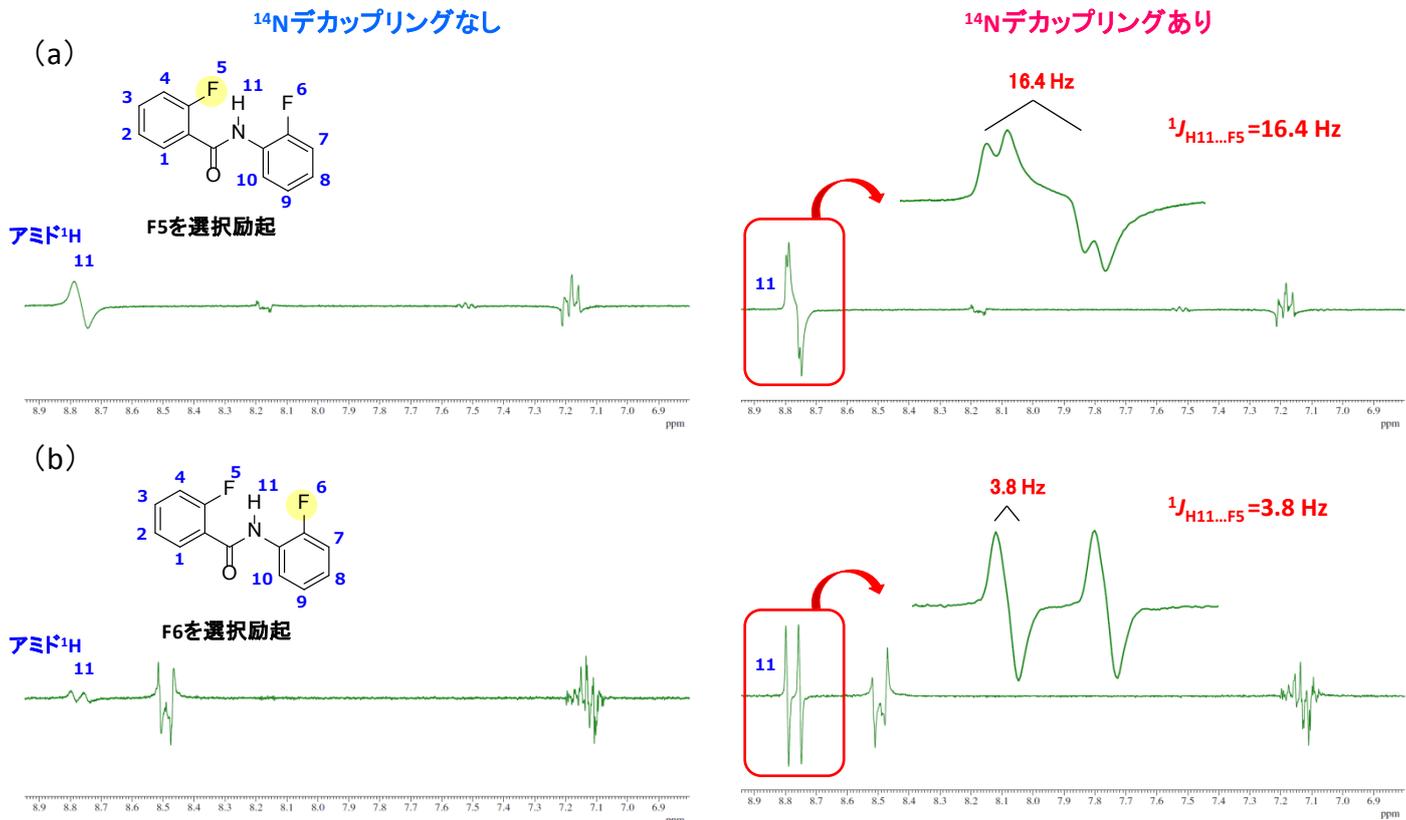


図2. 1の一次元HETCORと¹⁴Nデカップリング一次元¹H-¹⁹F HETCORスペクトル(a: F5を選択励起 b: F6を選択励起)

積算: 4回

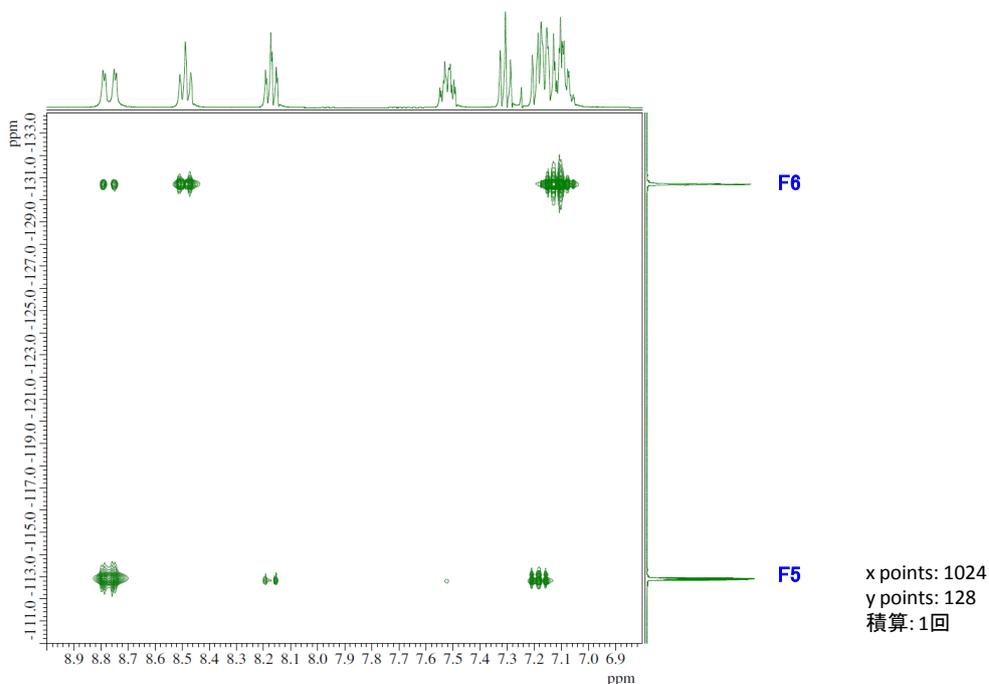


図3. 1の¹⁴Nデカップリング二次元¹H-¹⁹F HETCORスペクトル

参考文献

G. N. Manjunatha Reddy, M. V. Vasantha Kumar, T. N. Guru Row, N. Suryaprakash, *Phys. Chem. Chem. Phys.*, **12**, 13232–13237 (2010).

Copyright © 2019 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。

