

HSQC-NOESYを利用したNOEの観測

関連製品: 核磁気共鳴装置(NM)

NOEは原子核の距離情報を得るのに有用な相関信号です。ただし2D NOESYでは一般的に対角信号に対して非常に小さな相関信号となります。そのため化学シフトの近い ^1H 同士の相関では、対角信号の裾に観測されるべき相関信号が埋もれてしまい、いくら積算しても観測されない場合があります。こういった場合、感度は悪いですが対角信号の出ないHSQC-NOESYを利用することで相関信号を得ることができる可能性があります。

図1は45mg Diphenyl(2,4,6-trimethylbenzoyl)phosphine oxide/ CDCl_3 のNOESYスペクトルの拡大図です。明確な芳香族 ^1H 間の相関はH3/H1のみが観測されています。次に図2がHSQC-NOESYのパルスシーケンスです。 ^1H 軸および ^{13}C 軸の二次元スペクトルが得られます。観測時に ^{13}C デカップリングしていないため、HSQC相関は $^1\text{J}_{\text{CH}}$ で分裂したダブルレットとしてすべて同位相で観測されます。一方NOE相関は正のNOEの場合はHSQCと逆位相で観測されます。実際のHSQC-NOESYスペクトルが図3です。NOESYでは対角信号と重なって観測できなかったH4/H1の相関に加え、化学シフトの等しいH3/H3の相関も観測できています(図4)。本試料で ^{13}C デカップリングを行うとH4/H1およびH3/H3のNOE相関は相対的に大きなHSQC相関と重なってしまうため、 ^{13}C デカップリングは行いません。

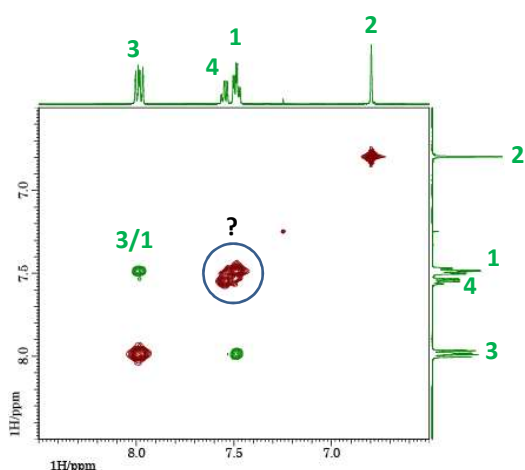


図1: ^1H - ^1H NOESYの拡大図

Scans = 4, Y points = 256, mixing time = 3 s, exp. time = ca. 2.75h



図2: HSQC-NOESYのパルスシーケンス

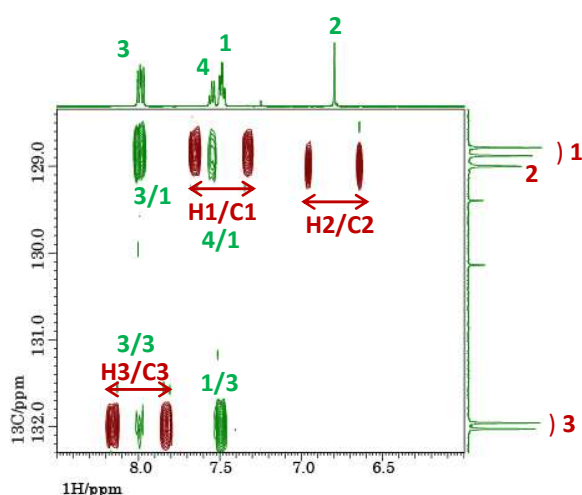


図3: HSQC-NOESYの拡大図

※ C_1 , C_3 は J_{CP} のカップリングによってダブルレットで観測されます。

●はHSQC相関、●は正のNOE相関です。

Scans = 32, Y points = 256, mixing time = 3 s, exp. time = ca. 22 h

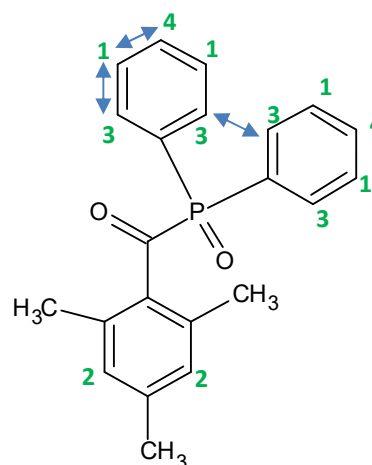


図4: 図3のNOE相関一覧

使用装置: JNM-ECZ500R, ROYALプローブ™HFx

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入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。

