

マルチレシーブ測定による測定時間の短縮

関連製品：核磁気共鳴装置(NM)

NMRの測定時間短縮の方法として近年マルチレシーブ測定が注目されています。マルチレシーブ測定の特徴は1つの測定法の中に複数の取り込み時間が存在することです。それぞれ別々のNMR情報を取り込むことで、1つの測定で複数の測定データが得ることができます。本来は別々に測定をかけるところをマルチレシーブ測定では1回の測定でまとめて測定するため測定時間が短縮されます。さらにそれぞれの測定法はNUS(Non Uniform Sampling)と併用が可能です。

ただしそれぞれの測定法に感度差がある場合、最も感度の悪い測定法に合わせて積算回数を設定する必要があるため、試料量が少ない場合は期待したほど測定時間短縮につながらない場合もあります。

①NOAH測定

NOAH(NMR by Ordered Acquisition using ^1H -detection)は複数の二次元NMRを連続的に測定できる便利な測定です。

図1はHSQC, HMBC, COSYが1セットになったNOAHのパルスシーケンスです。測定終了時に3つのデータが同時に生成されます。図2は10% cinnamic acid *cis*-3-hexen-1-yl ester/ CDCl_3 で図1の測定を行った結果です。NUSを併用し3つの測定を約5分と非常に短時間で行うことができます。

ユーザービリティの向上のため、NOAHに専用のオートメーションを用意しました(図3)。ユーザーは観測範囲、Yポイント、積算回数、NUSの使用/不使用方法を選択し、実行します。測定終了後にそれぞれのデータに適切なファイル名とプロセスリストが自動的にセットされるため、個々に測定する場合と同様に解析を行うことが可能です。

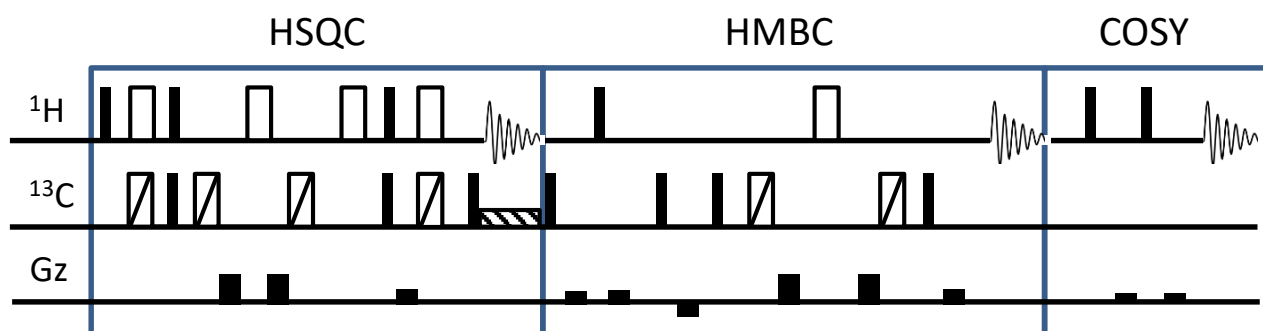


図1: NOAH-3のパルスシーケンス

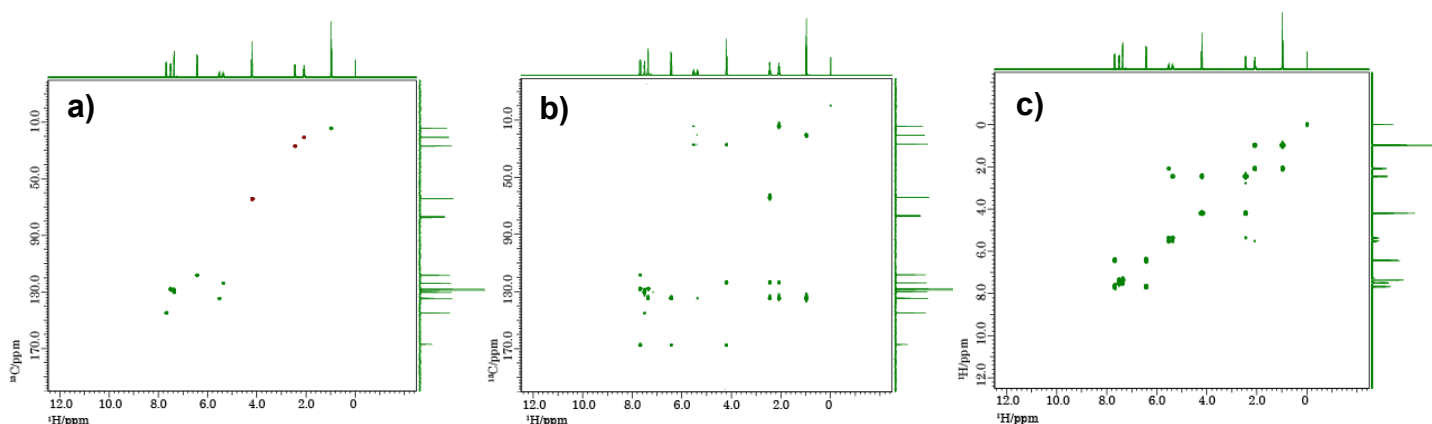
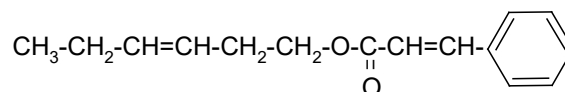


図2: NOAH-3の測定結果: a) HSQC, b) HMBC, c) COSY

Scans: 1, Y points: 256, NUS: 25%使用 測定時間: 5分



使用装置: JNM-ECZ400S, ROYALプローブ™ HFX

NOAHの参考資料

Eriks. Kupce and Tim D.W. Claridge, *Angew. Chem. Int. Ed. Eng.*, vol.56 (39), pp. 11779-11783 (2017).

JEOL アプリケーションノート NM190005

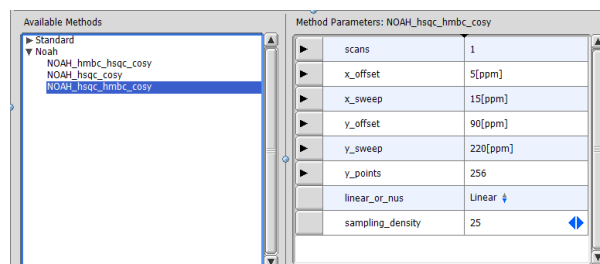


図3: NOAHのautomation 設定画面

② Interleaved測定

Interleaved測定もNOAHと同じく1つの測定法の中に複数の取り込み時間が存在します。NOAHはすべて同一の核種の測定になりますが、こちらはそれぞれ異なった核種を別々のレシーバーで取り込む測定法です。

図4にinterleaved COSYのパルスシーケンスを示します。1つめのレシーバーで ^1H - ^1H COSY、2つめのレシーバーで ^{19}F - ^{19}F COSYを観測します。

図5は10mg voriconazole/DMSO-d₆のinterleaved COSYの測定結果です。NUSとの併用で2つの測定を約3分で行うことができます。

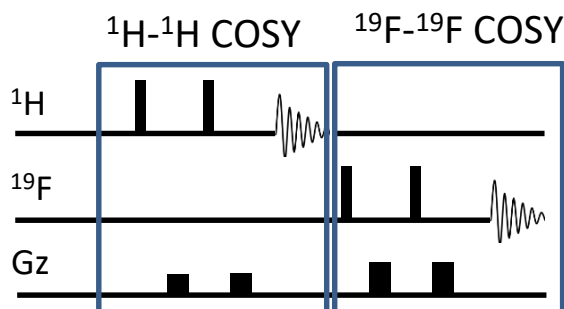


図4: Interleaved COSYのパルスシーケンス

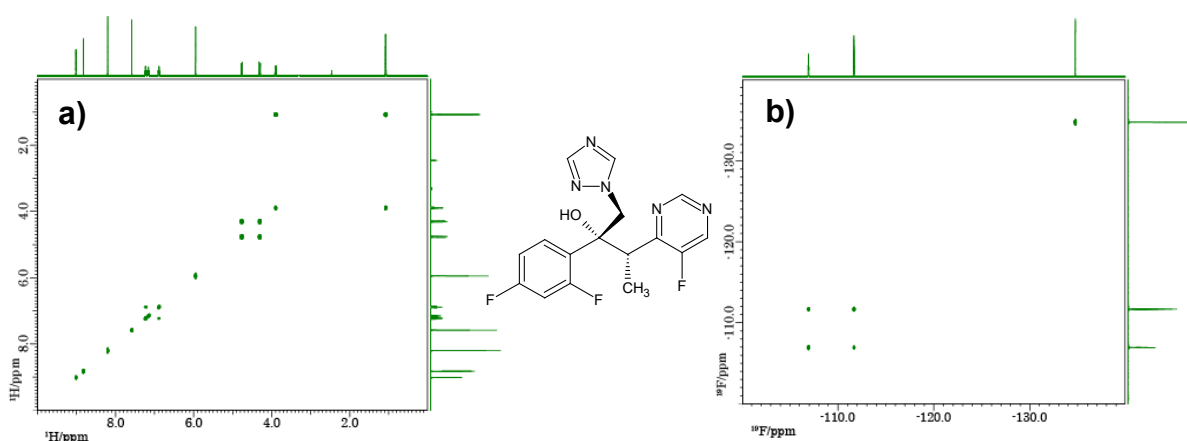


図5: Interleaved COSYの測定結果 a) ^1H - ^1H COSY, ^{19}F - ^{19}F COSY

Scans: 1, Y points: 256, NUS: 25%使用, 測定時間: 3分

使用装置: JNM-ECZ500R HF拡張構成, 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。



③PANSY測定

PANSY(Parrallel Acquisition Nmr Spectroscopy)は複数の取り込みを並列で行う測定法です。主に2つの測定法を組み合わせでできており、それぞれの観測核で取り込みを行います。Interleaved測定との違いは取り込みのタイミングが同一であるという点です。

図6にPANSY COSYのパルスシーケンスを示します。PANSY COSYで得られるスペクトルは ^1H - ^1H COSYと ^{19}F - ^1H HETCORです。図7は15mg 1-Ethoxy-2,3-difluoro-4-(*trans*-4-propylcyclohexyl)benzene/ CDCl_3 のPANSY COSYの測定結果です。また図8はPANSY HMBCのパルスシーケンスで ^1H - ^{13}C HMBCと ^{19}F - ^{13}C HMBCのスペクトルが得られます。図9は同試料でのPANSY HMBCの測定結果です。それぞれNUSとの併用により短時間で測定を行うことができます。

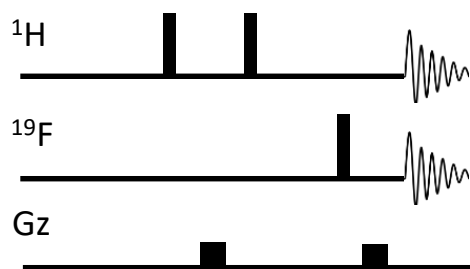


図6: PANSY COSY測定のパルスシーケンス

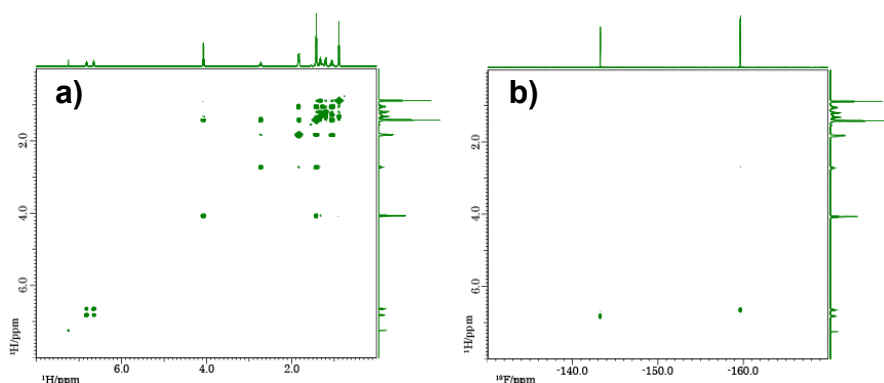


図7: PANSY COSYの測定結果 a) ^1H - ^1H COSY, b) ^{19}F - ^1H HETCOR

Scans: 1, Y points: 256, NUS: 25%使用, 測定時間: 3分

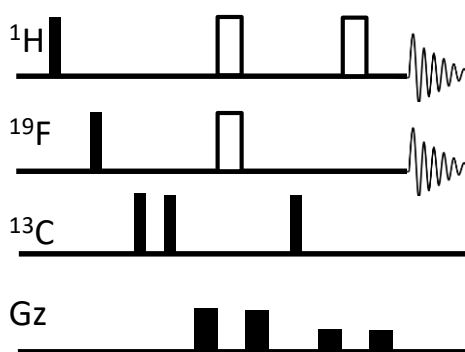
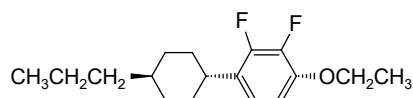


図8: PANSY HMBC測定のパルスシーケンス

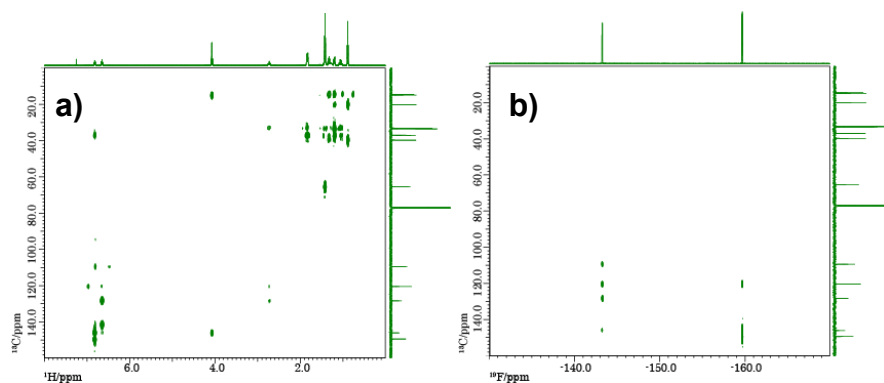


図9: PANSY HMBCの測定結果 a) ^1H - ^{13}C HMBC, ^{19}F - ^{13}C HMBC

Scans: 4, Y points: 256, NUS: 25%使用, 測定時間: 8分

使用装置: JNM-ECZ500R HF拡張構成, ROYALプローブ™HFx

InterleavedおよびPANSYの参考文献:

Helena Kovacs and Eriks Kupce, Magn. Reson. Chem. 2016, 54, 544-560.

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。

