

低温プローブを搭載した600MHz NMRによる高感度測定

低温プローブを搭載した600 MHz NMRを新規に導入した。これにより、従来よりも大幅に高感度・短時間での測定が可能となった。特に、低感度な核種の多核NMR測定や従来装置では実質的に測定困難なINADEQUATE測定が可能となった。これにより、複雑な構造の解析が可能となる例を紹介する。

低温プローブを搭載したNMRの特徴

● 低温プローブとは？

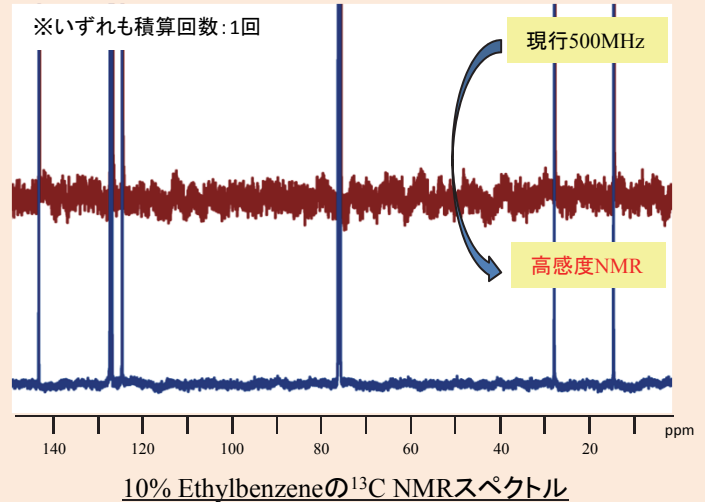
検出部のユニットを液体窒素(またはヘリウム)で冷却することで電気抵抗・熱ノイズを減少させ、取得する信号強度を相対的に高めるプローブ。

● 特徴

現行装置(500MHz)と比べて ^1H 核で約4倍、 ^{13}C 核などで約4~5倍と、圧倒的に感度が向上!

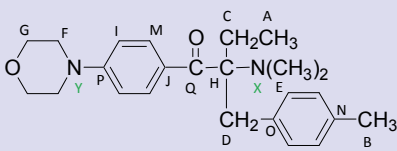
● 新規測定法

従来装置では非現実的であったINADEQUATE測定が可能に!

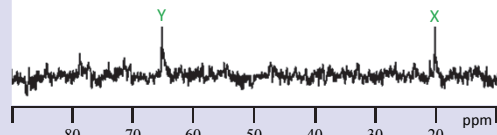


多核NMRの高感度測定

試料; 下記構造の光開始剤
濃度; 約20 wt/v%

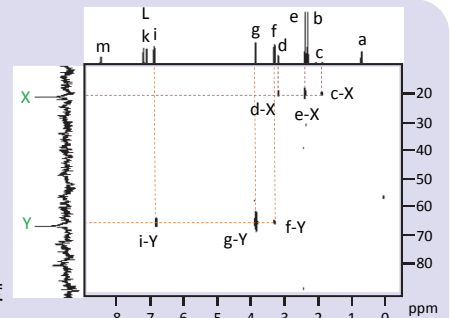


その他、 ^{29}Si 、 ^{31}P 核なども観測可能



^{15}N 核は非常に感度が低い(^1H の約1/250000)ため、低濃度では測定に長時間を要し、また時間をかけてもピークが検出されないことが多々あった。そのような核種に対しても、ピークを検出することができる。

^{15}N NMRスペクトル



多核を用いた2次元NMR測定により、
詳細な構造解析へも適応可能である。

^1H - ^{15}N HMBSCスペクトル

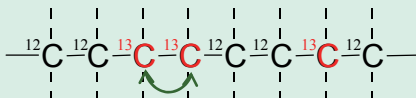
INADEQUATE測定

INADEQUATE; Incredible Natural Abundance Double QUantum Transfer Experiment

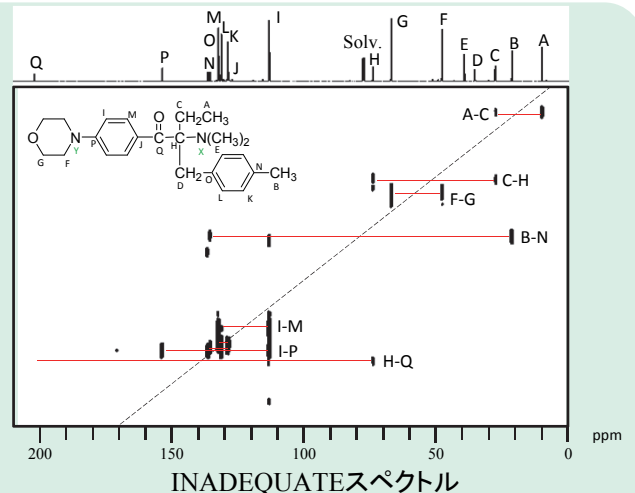
⇒ C-C間の結合を観測する二次元相関分光法

炭素骨格のつながりを把握できる測定法だが、天然存在比1%の ^{13}C 核が構造中に連続して存在する確率は0.01%と極めて低く、感度は極めて悪い。

※「inadequate; 不十分な」の意をもじって命名されるほど感度が低く、従来装置では実質的に測定してもピークが得られなかった。



しかし、高感度NMRによって現実的に観測可能な手法となった。
スペクトルを解析することで、より詳細に構造決定を行うことが可能である。



INADEQUATEスペクトル