

## 【技術資料】ASAP 法による異種核 2 次元 NMR 測定の迅速化

### 概要

異種核 2 次元 NMR ( $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  HSQC<sup>\*a</sup>、HMBC<sup>\*b</sup> が代表的) は有機化合物の分子構造解析に極めて有効な分析手段ですが、通常の 1 次元  $^1\text{H}$  測定 (数分間) と比較して長時間 (数時間~1日) の測定が必要です。

弊社では、ASAP (Acceleration by Sharing Adjacent Polarization) 法<sup>1)</sup> と呼ばれる高速化手法を適用した 2 次元  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  ASAP-HSQC<sup>2)</sup>、IMPACT<sup>\*c</sup>-HMBC (ASAP 法を適用した CT-HMBC)<sup>3)</sup> 測定を導入しており、待ち時間の削減による測定時間の短縮 (1/8~1/4 程度) を実現しています。

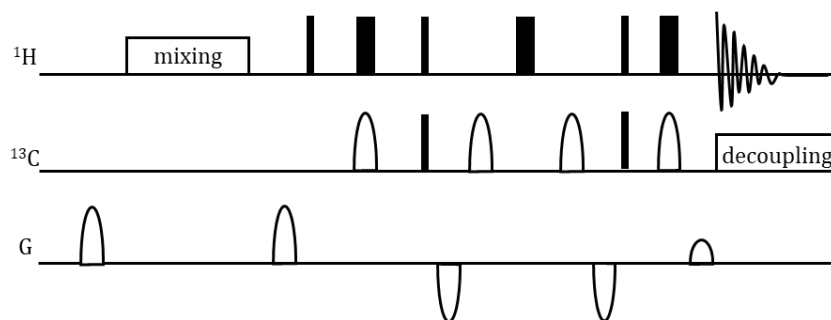
<sup>\*a</sup> Heteronuclear Single Quantum Coherence    <sup>\*b</sup> Heteronuclear Multiple Bond Connectivity

<sup>\*c</sup> IMProved and Accelerated Constant Time

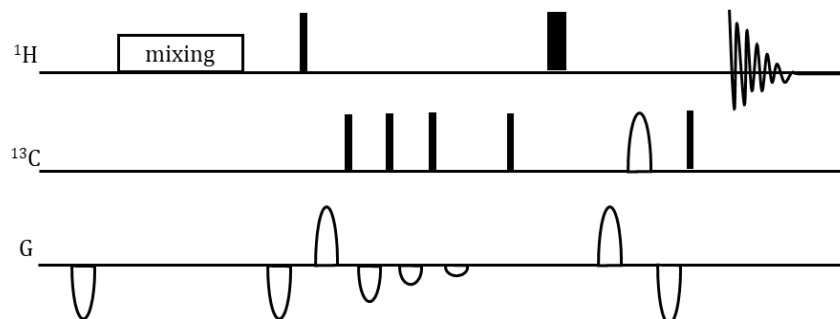
### 分析方法・分析装置

- ・分析方法：2 次元  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  ASAP-HSQC、IMPACT-HMBC
- ・分析装置：700MHz NMR、500MHz NMR

以下にパルスシーケンスダイアグラムを示します。



【図 1】2D  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  ASAP-HSQC のパルスシーケンス



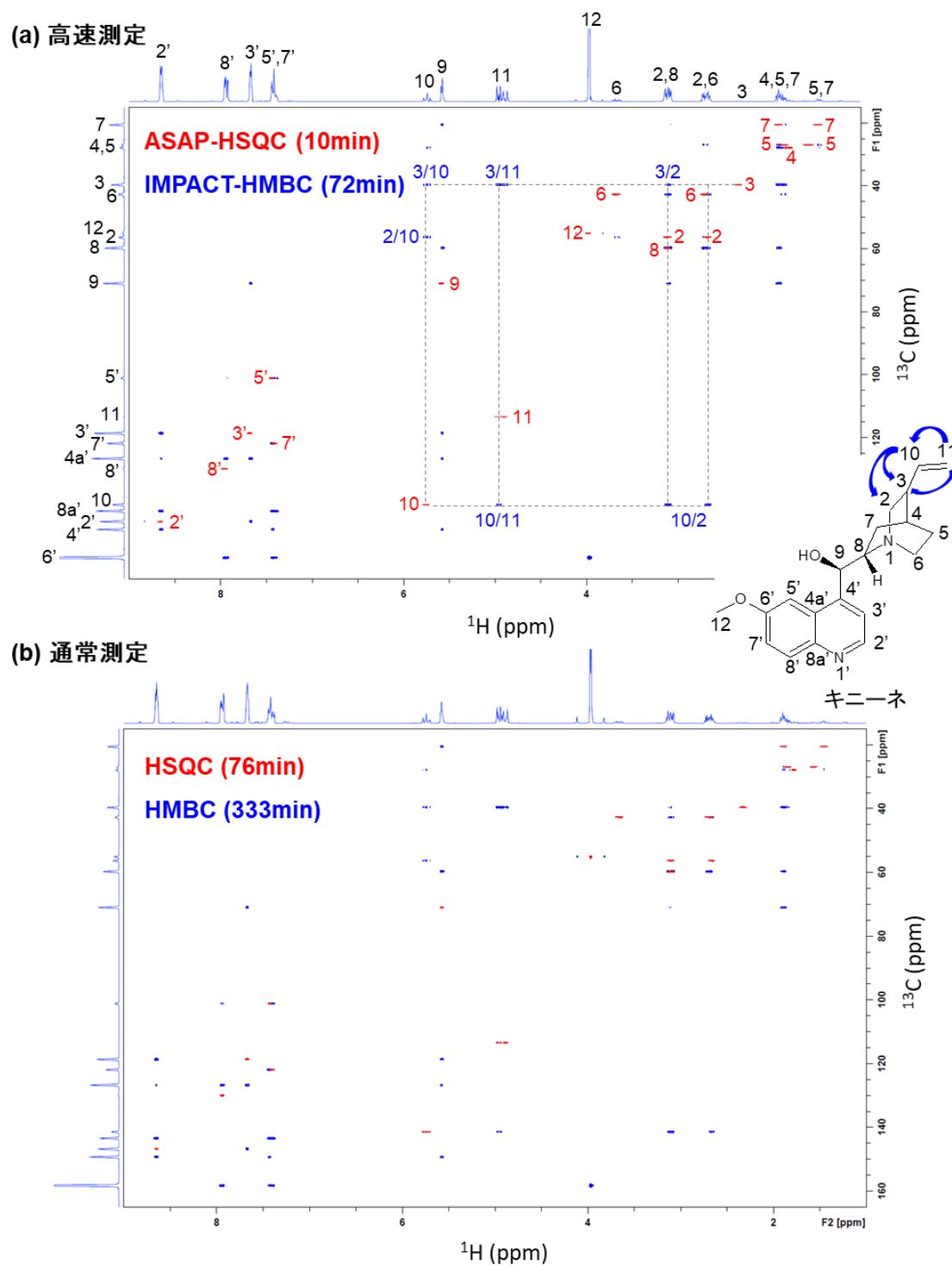
【図 2】2D  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  IMPACT-HMBC のパルスシーケンス

### 試料

キニーネ 重メタノール溶液

## 結果

キニーネの2次元  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  ASAP-HSQC(図 3a 赤)、IMPACT-HMBC(図 3a 青)の測定結果を、通常の HSQC(図 3b 赤)、HMBC(図 3b 青)測定結果と比較して示します。ASAP-HSQC、IMPACT-HMBC 測定では両者を合わせ通常測定の 1/5 の時間で同等のスペクトルを取得可能でした。



【図 3】 a. キニーネの  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  ASAP-HSQC(赤)と IMPACT-HMBC(青)の重ね書きスペクトル  
b. キニーネの  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  HSQC(赤)と HMBC(青)の重ね書きスペクトル  
HSQC 相関ピークと HMBC 相関ピークの一部について帰属を示した。

## まとめ

2次元  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  ASAP-HSQC、IMPACT-HMBC 測定では、有機化合物の構造解析に有効な HSQC、HMBC スペクトルを通常測定より短時間で取得可能です。経時変化を起こす不安定な化合物の構造解析や、繰り返し測定の反応追跡による反応機構解析等への活用が期待されます。

## 参考文献

- 1) E. Cupce et al. *Magn. Reson. Chem.* **45**, 2-4 (2007)
- 2) D. S. Sunninghausen et al. *J. Am. Chem. Soc.* **136**, 1242-1245 (2014)
- 3) J. Furrer *Chem. Commun.* **46**, 3396-3398 (2010)

適用分野：NMR、分子構造解析、測定時間短縮

キーワード：医薬品、農薬、天然物、有機化合物