

## 【技術資料】 特定 $^1\text{H}$ 原子核の運動性評価 ～ 2次元 NMR $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ $T_1^{\text{H}}$ -HSQC 測定 ～

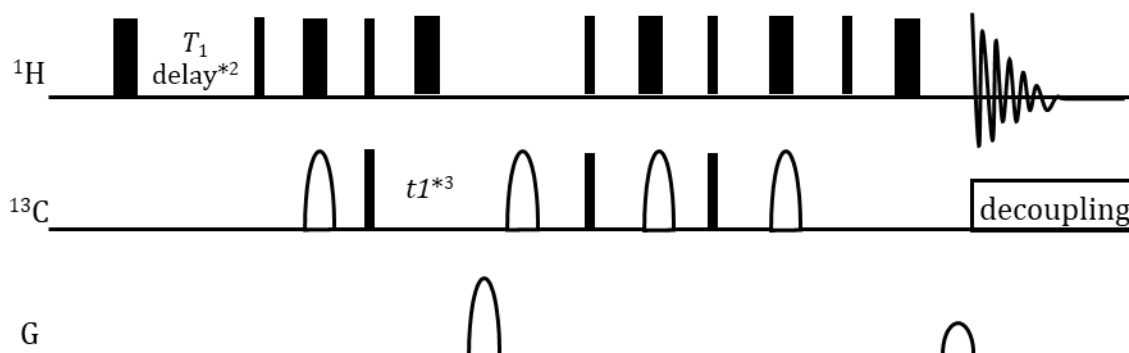
### 概要

溶液NMRを用いて $^1\text{H}$ 原子核の緩和時間を解析し、溶液内における分子の状態や運動性、分子間相互作用等を評価することが可能です。弊社では、通常の1次元の緩和測定を2次元NMRに展開し、 $^1\text{H}$ ピーク重複領域においても各 $^1\text{H}$ 原子核の緩和時間を解析可能です。今回は、2次元 $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  HSQC測定をベースとした $^1\text{H}$ 原子核の縦( $T_1^{\text{H}}$ )緩和時間の解析例をご紹介します。

### 分析方法・分析装置

- ・分析方法：2次元 $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$   $T_1^{\text{H}}$ -HSQC\*1 \*1 Heteronuclear single quantum coherence
- ・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】 2次元  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$   $T_1^{\text{H}}$ -HSQC のパルスシーケンス

\*2  $^1\text{H}$  核の縦緩和時間

\*3  $^{13}\text{C}$  核の展開時間

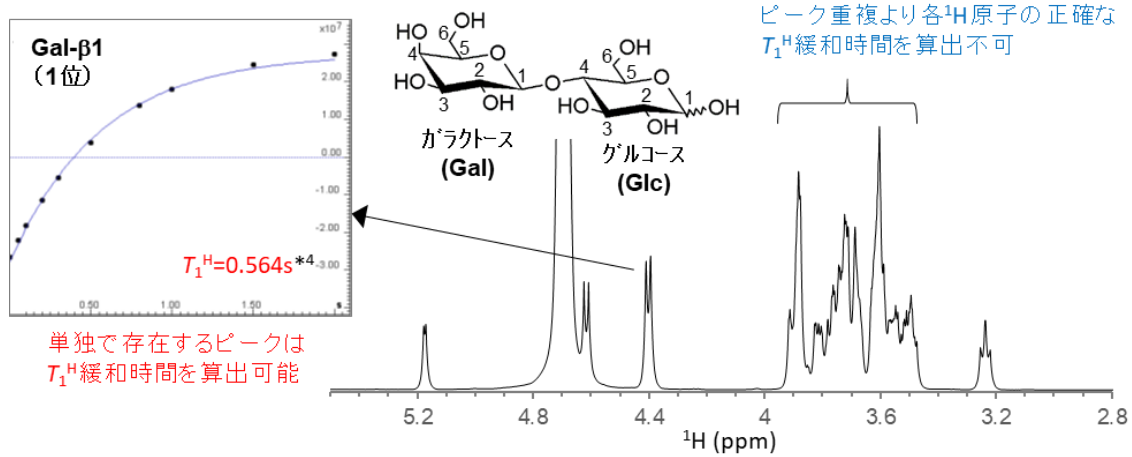
### 試料

ラクトース(ガラクトースとグルコースが $\beta$ -1,4-グリコシド結合した二糖)の重水溶液(5wt%)

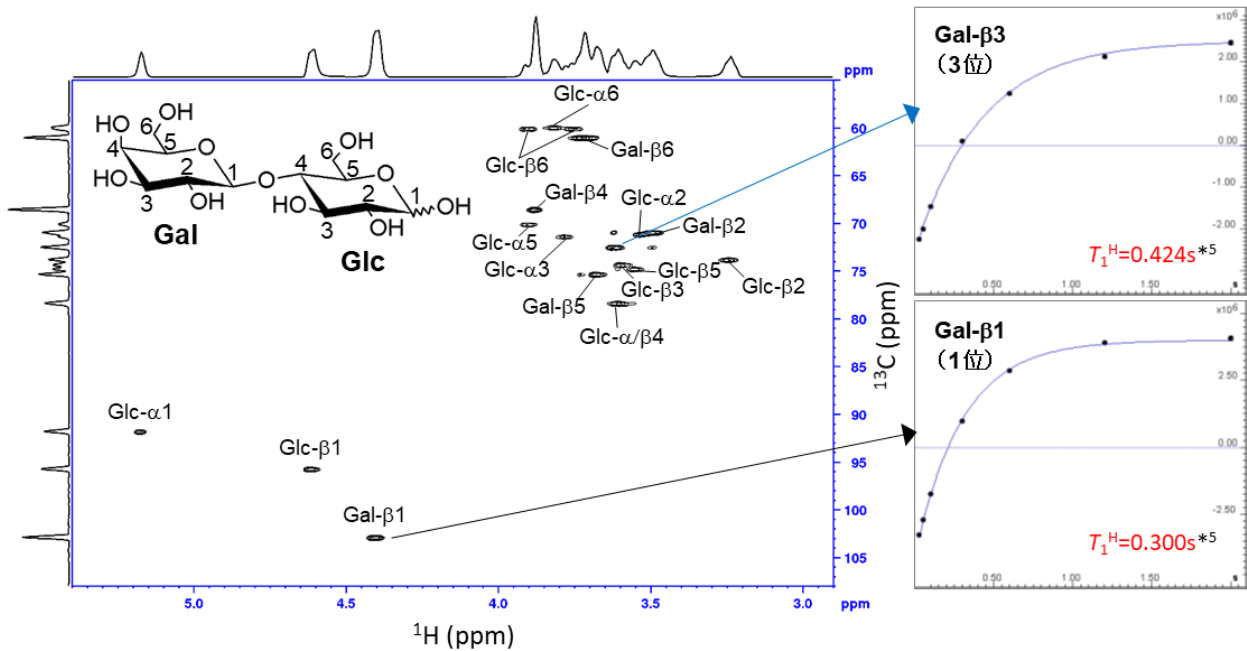
### 結果

ラクトースの1次元 $^1\text{H}$ NMRスペクトルと $T_1^{\text{H}}$ 緩和時間解析結果を図2に示します。単独で存在する $^1\text{H}$ ピークについては $T_1^{\text{H}}$ 緩和時間を算出することができますが、ピーク重複領域は一意的な $T_1^{\text{H}}$ 緩和時間の算出は不可能でした。

今回、2次元 $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$   $T_1^{\text{H}}$ -HSQCにより $^{13}\text{C}$ 方向に各 $^1\text{H}$ ピークを分離することで、ピーク重複領域の各 $^1\text{H}$ 原子核についても一意的な $T_1^{\text{H}}$ 緩和時間の算出が可能となりました(図3)。ガラクトース(Gal)残基内においても、1位(グリコシド結合部位)の $^1\text{H}$ の方が3位の $^1\text{H}$ よりも $T_1^{\text{H}}$ 緩和時間が短く、局所的な分子運動が制限されていることが分かりました。



【図2】ラクトースの1次元<sup>1</sup>H NMRスペクトルと縦緩和時間( $T_1^H$ )の評価  
\*4 <sup>12</sup>C 及び <sup>13</sup>C 核と結合した <sup>1</sup>H 核の縦緩和時間



【図3】ラクトースの2次元<sup>1</sup>H-<sup>13</sup>C  $T_1^H$ -HSQCスペクトルと縦緩和時間( $T_1^H$ )の評価  
\*5 <sup>13</sup>C 核と結合した <sup>1</sup>H 核の縦緩和時間

### まとめ

<sup>1</sup>H 原子核の  $T_1^H$  緩和時間を解析することで、分子の状態や運動性を評価することが可能です。有機化合物の分子構造の確認や相互作用の検出、分子サイズの評価等に役立つと期待されます。

適用分野：NMR、運動性、構造解析、相互作用、分子サイズ

キーワード：糖鎖、天然物、有機化合物、分子構造解析、医薬品、化粧品、農薬