



Title	新しいLRJCHの精密測定法
Author(s)	福土, 江里
Description	投稿発表
Citation	北海道大学農学部技術部研究・技術報告, 3, 41-41
Issue Date	1996-03
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/35313
Type	departmental bulletin paper
File Information	3_p41.pdf



新しい $^L R J_{CH}$ の精密測定法

G C-M S・N M R測定室 福士 江里 (作物・分析系 共同利用班)

目 的

重要なNMR情報の一つである遠隔CH結合定数 $^L R J_{CH}$ を反位相ピークではなく二つのピークのずれから読む2D ω_1 hetero half-filtered 法の利点をさらにいかにするため、これを1D化し二つの1Dサブスペクトルのピークのずれから J 値を高精度に求める方法を確立する事を目的とした。

方法および結果

2D法で着目する二つのピークは $^1 J_{CH}$ によって分裂したダブルットピーク(サテライト)由来なので、通常の1D化法では別々に得ることはできない。そこで、 ^{13}C の選択パルスに加えて、 1H パルスの中心周波数の設定と適当な遅延時間($\Delta_1=1/2^1 J_{CH}$, $\Delta_3=1/4^1 J_{CH}$)を組み合わせサテライトを片方ずつ選択的に励起するPASS (Paired satellite selection)を考案した。選択励起部分は、選択パルスの不完全性やこの間の 1H 磁化展開による感度低下と不要シグナルを抑えるため、 ^{13}C パルスの配置と 1H スピンロック挿入により改良した。

次に、このPASSにNOESYをつないでPASS-NOESY法(下図)を作成し、モデル化合物としてp-dimethylaminocinnamaldehydeの8位の測定を行った。得られた二つのサブスペクトルでH-8/H-9間のNOEピークは $^L R J(C-8/H-9)=+24Hz$ だけずれてあらわれた。この値は、非デカップリング ^{13}C -NMRスペクトルで求めた値と一致した。また、チャラン科ヒトリシズカ成分のセスキテルペン二量体 cycloshizukaol Aの9位のPASS-NOESYスペクトルから $^3 J(C-9/H-1)=+6Hz$ を得た。

さらに、PASS-ROESY法を作成し天然のテトラスチルベン hopeaphenol を測定した。ROESY部分は、TOCSY-ROESY偽ピークを抑えるためDANTEスピンロックを使用した。現在得られた J 値を検証中である。

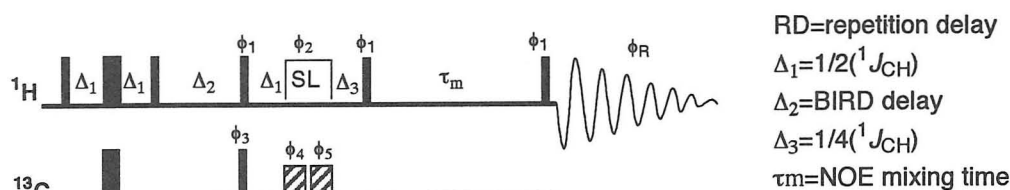


Fig.1 Pulse sequence of PASS-NOESY

Narrow and wide bars represent 90° and 180° pulses, respectively.

研究発表

Eri Fukushima and Jun Kawabata, Heteronuclear Long-Range Couplings from Displacement of Signals in Two 1D Subspectra, J. Magn. Reson. A108, 103-105 (1994)

川端 潤、福士江里、PASS-NOESYによるユニット内NOEとユニット間NOEの区別、第32回NMR討論会、平成6.11、神戸、講演要旨集p.133

福士江里、川端 潤、PASS-NOESY(ROESY)、日本農芸化学会1995年度大会、平成7.8、札幌