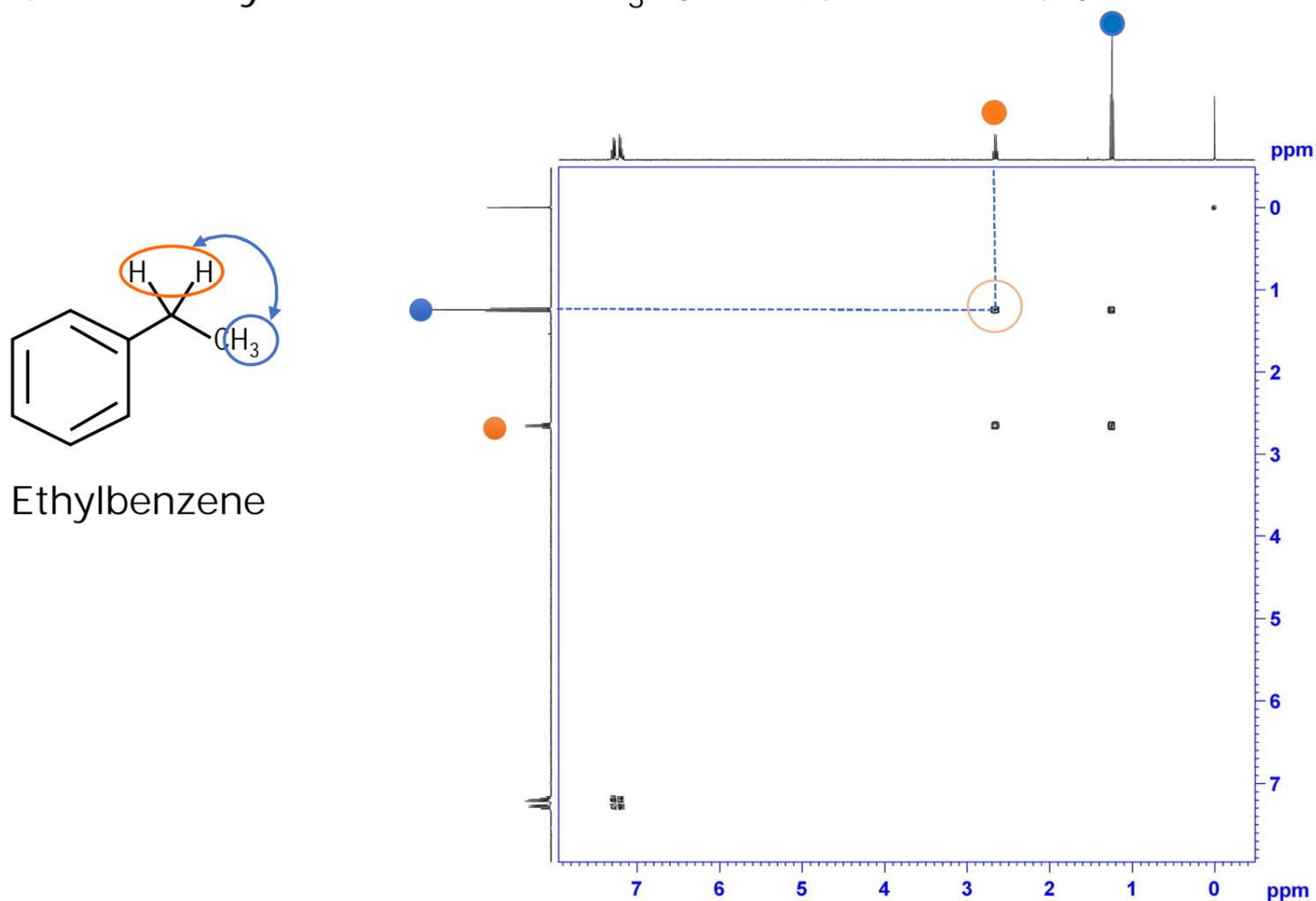


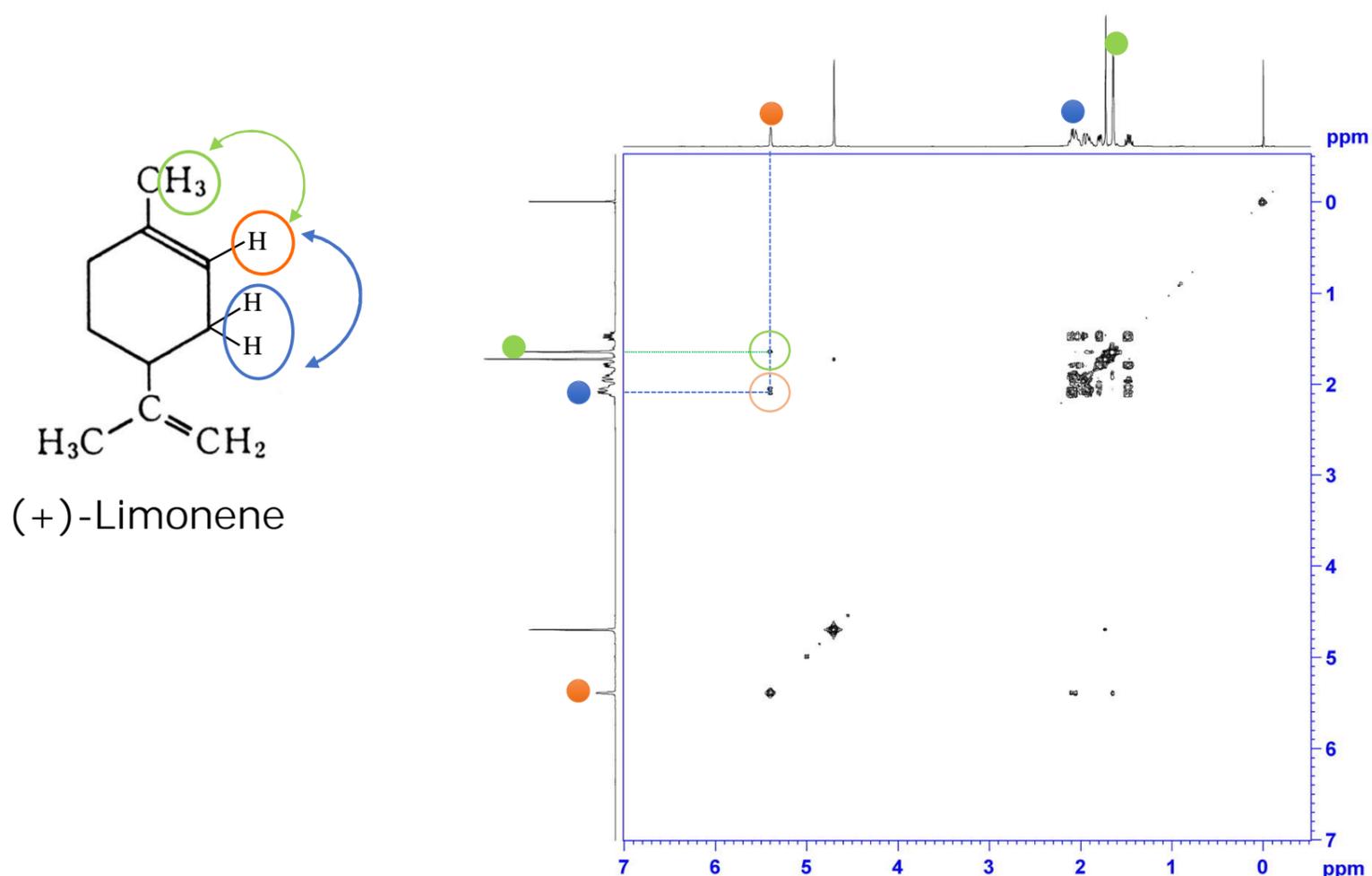
## COSY

- ✓ スピン結合している同種の核の関係を観測する二次元測定
- ✓  $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$  COSYが最もよく使われる。2～3本の結合を隔てた同種核の原子が分かる
- ✓ 主な測定対象サンプル：  
化合物がやや複雑で $^1\text{H}$  NMRだけでは構造決定できないサンプル

実施例 1 : Ethylbenzene in  $\text{CDCl}_3$  (測定時間 : 9分27秒)



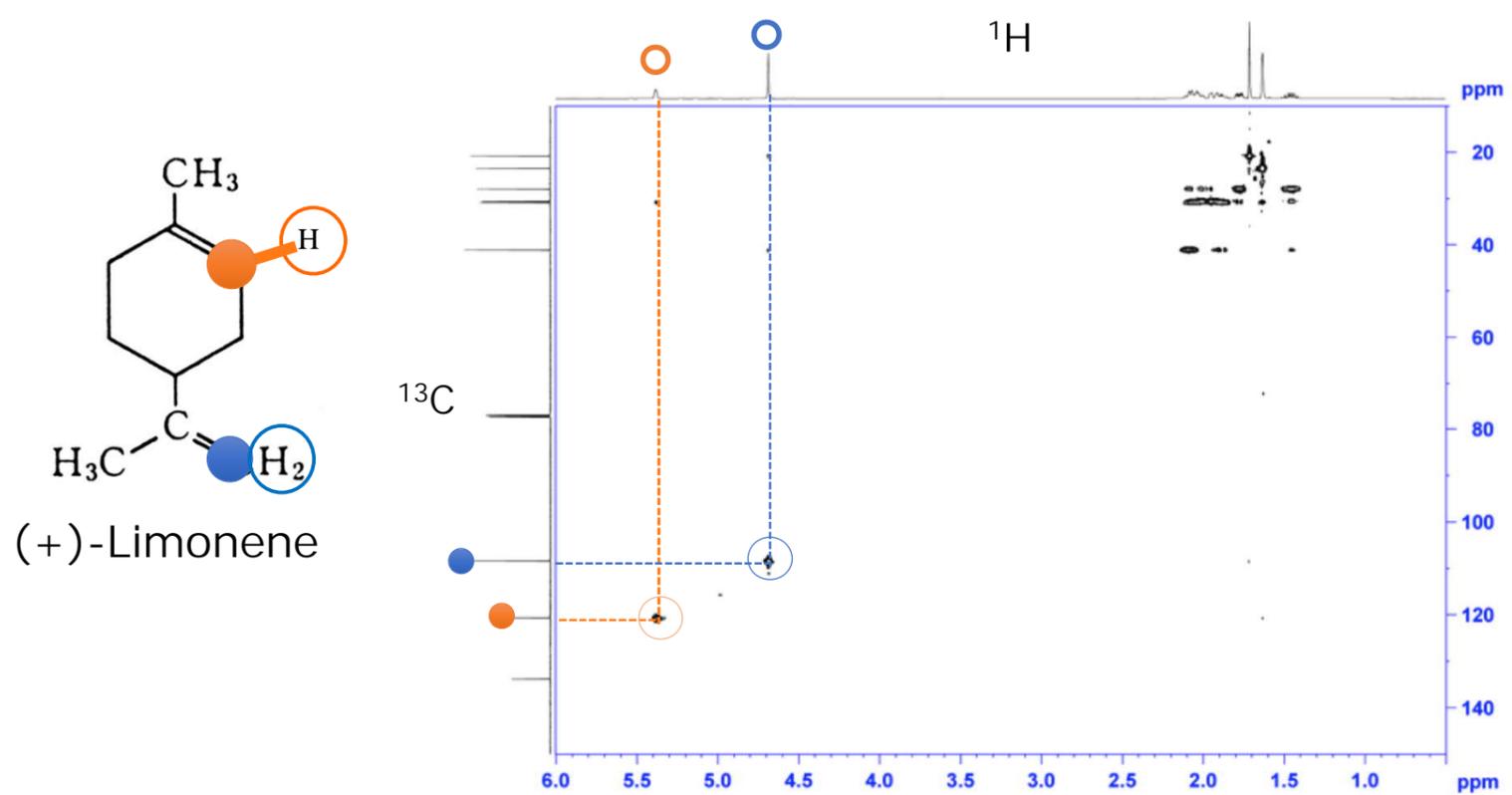
実施例 2 : (+)-Limonene in  $\text{CDCl}_3$  (測定時間 : 10分31秒)



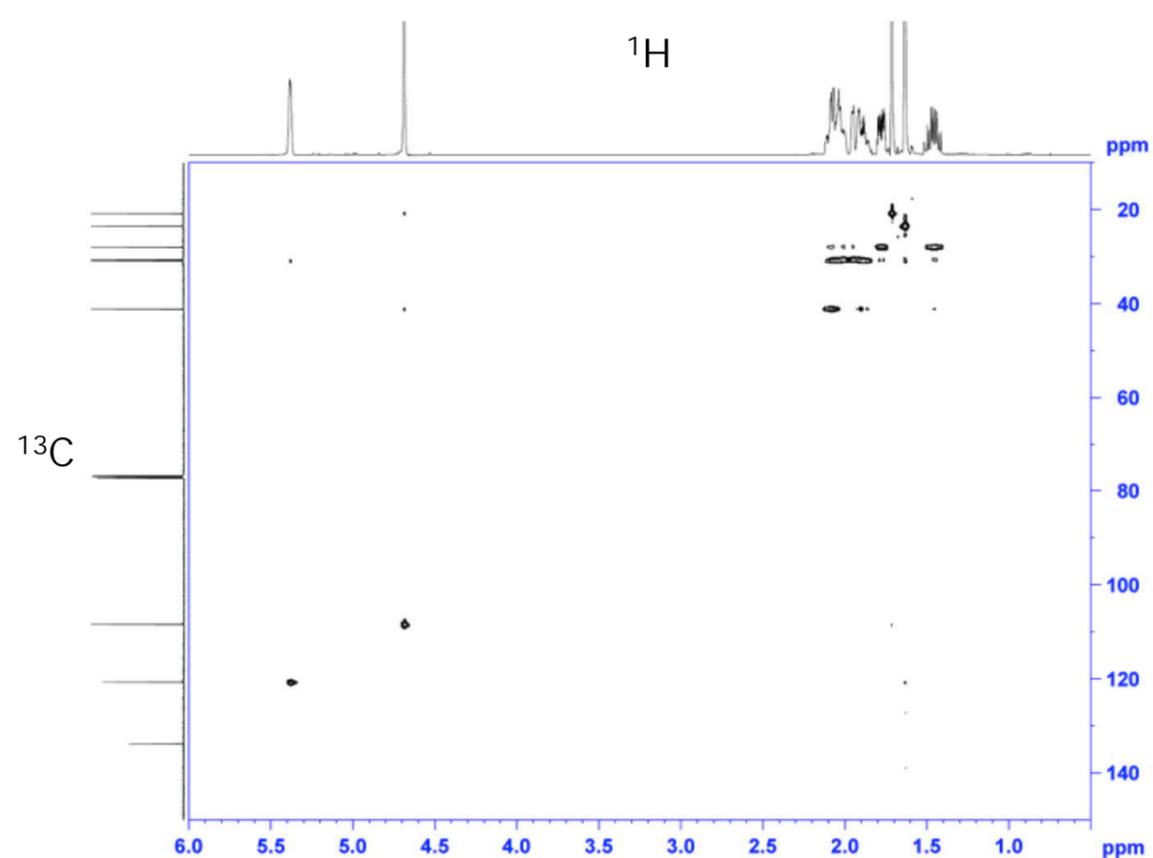
## HSQC

- ✓  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ など異なる種類の核間の相関を観測する二次元測定
- ✓ 異種原子間の直接結合が分かる
- ✓ Non-Uniform Sampling (NUS) 利用により、短時間での測定も可能
- ✓ 主な測定対象サンプル：  
化合物がやや複雑で $^1\text{H}$  NMRや $^{13}\text{C}$  NMRだけでは構造決定できないサンプル

実施例： (+)-Limonene in  $\text{CDCl}_3$



通常測定 (測定時間 : 14m49s)

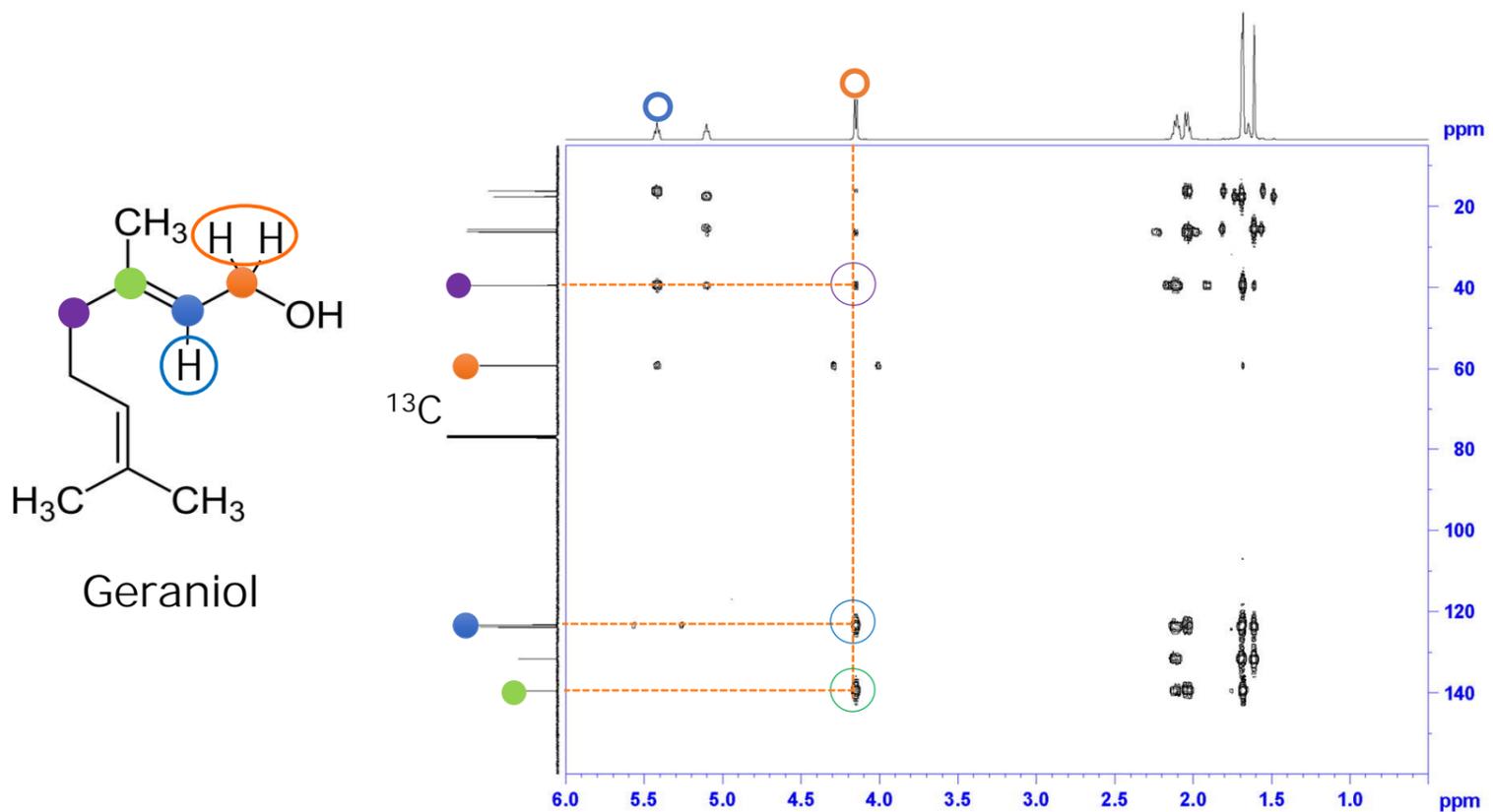


NUS 25% (測定時間 : 3m57s)

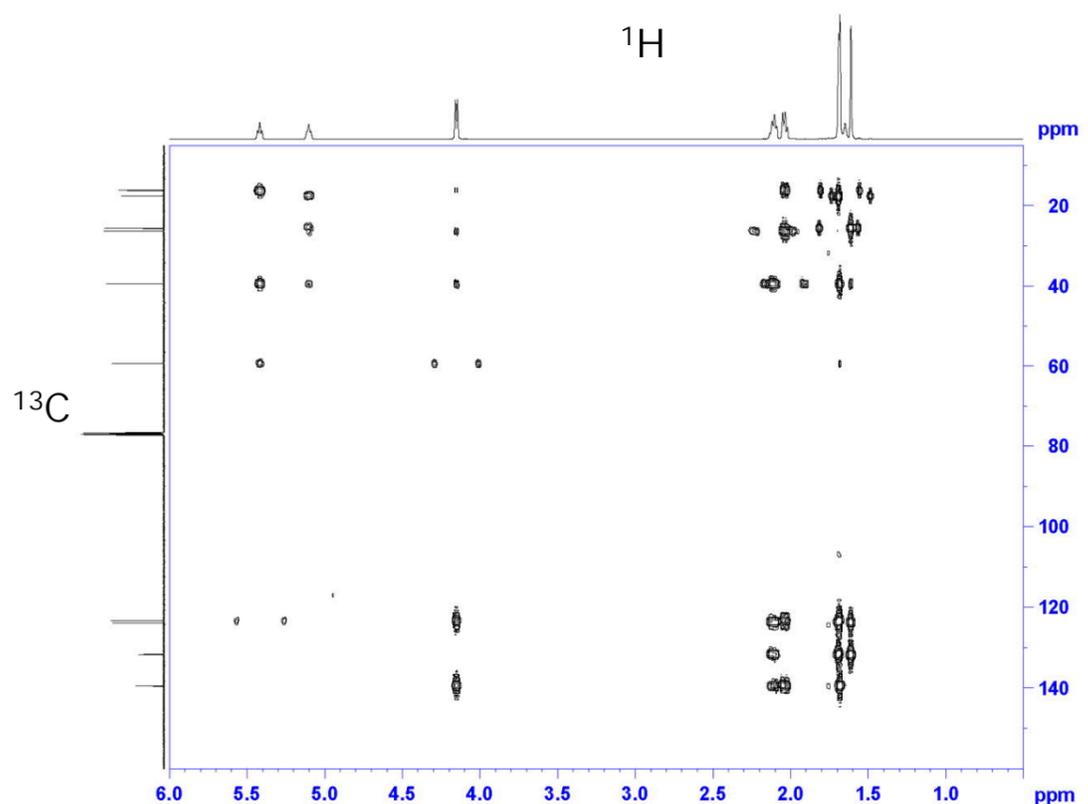
## HMBC

- ✓ 結合を2本ないし3本を隔てた遠隔 $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ スピン結合を観測する二次元測定
- ✓ 結合のつながりが分かる
- ✓ Non-Uniform Sampling (NUS) 利用により、短時間の測定も可能
- ✓ 主な測定対象サンプル：  
化合物がやや複雑で $^1\text{H}$  NMRや $^{13}\text{C}$  NMRだけでは構造決定できないサンプル

実施例： Geraniol in  $\text{CDCl}_3$



通常測定 (測定時間 : 38m24s)

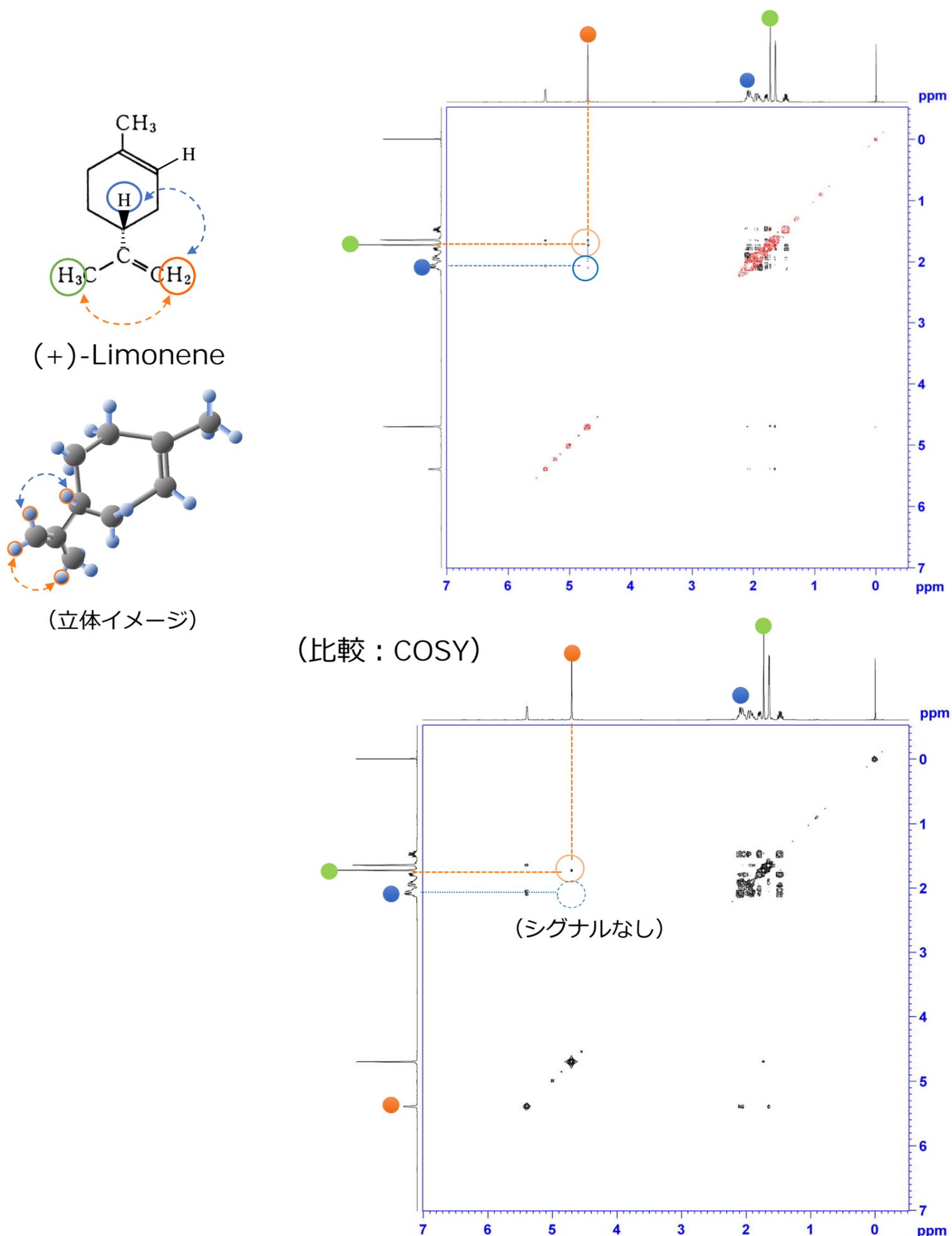


NUS 15% (測定時間 : 6m12s)

## NOESY

- ✓ 空間的に近接した核間の共鳴を観測する二次元測定
- ✓ 結合数とは無関係に、分子間で近距離に存在すればシグナルが観測されるため、立体に関する情報が得られる
- ✓ 主な測定対象サンプル：  
タンパク質や核酸など立体的に複雑なサンプル

実施例： (+)-Limonene in CDCl<sub>3</sub> (測定時間：11分10秒)

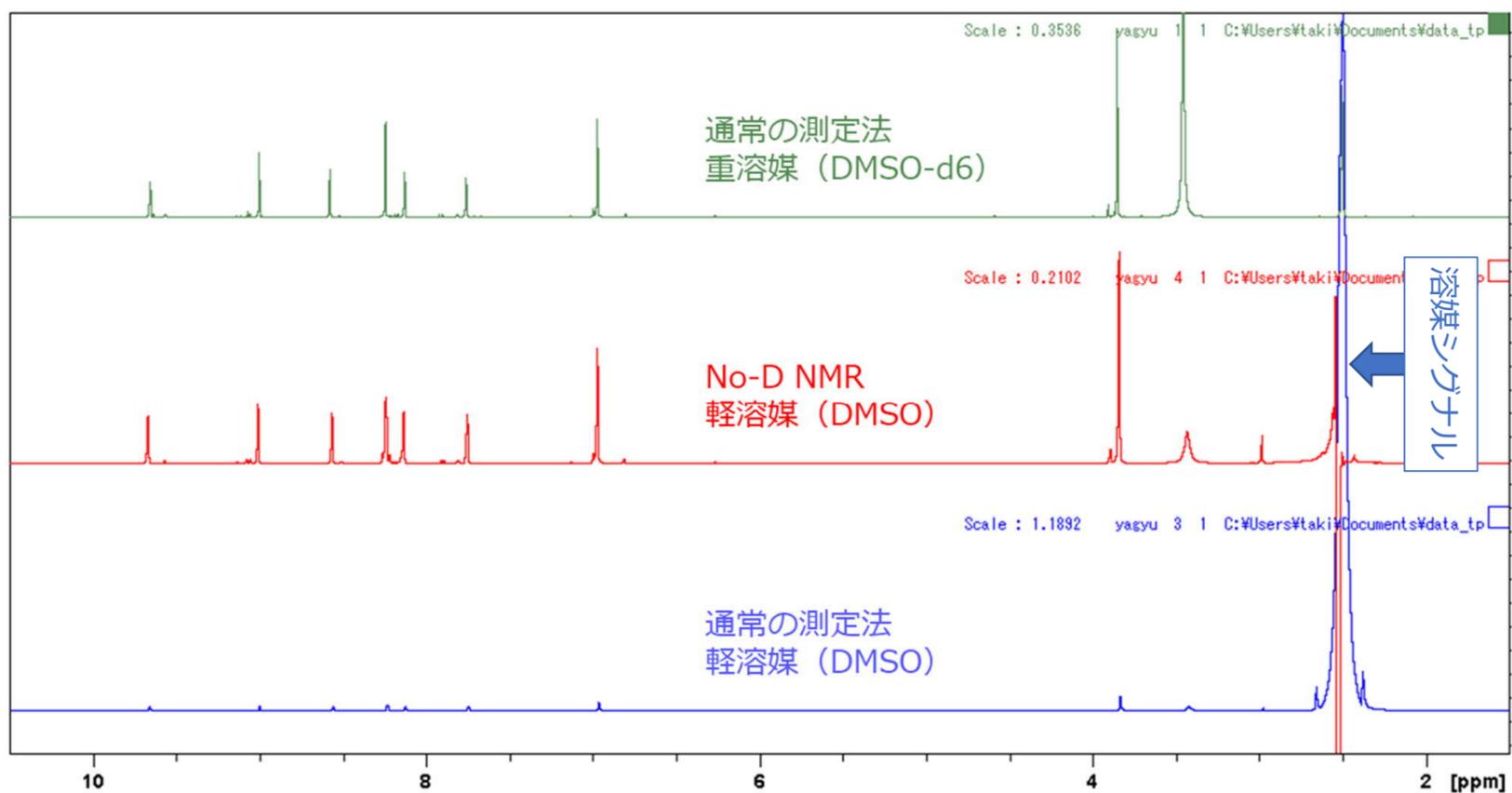


## No-D測定

- ✓ 重水素化溶媒を使用しないNMR測定
- ✓ 反応モニタリングで反応溶液をそのまま測定したい！
- ✓ 手持ちの重水素化溶媒では溶解度が足りない！
- ✓ 重水素化溶媒のコストを抑えたい！

## 測定例

- 溶媒：軽DMSO
- パルスシーケンス：wetdc
- 積算回数：8回
- 測定時間：約5分



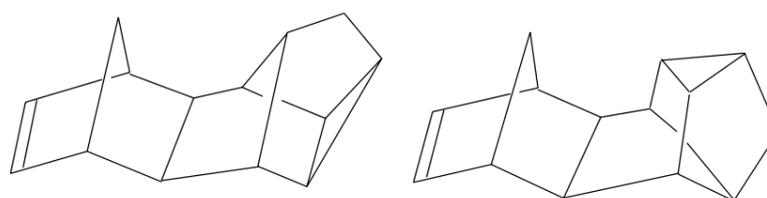
- サンプルシグナルと溶媒シグナルが近接している場合は近接したサンプルシグナルに影響が出てしまうので注意が必要。

# INADEQUATE

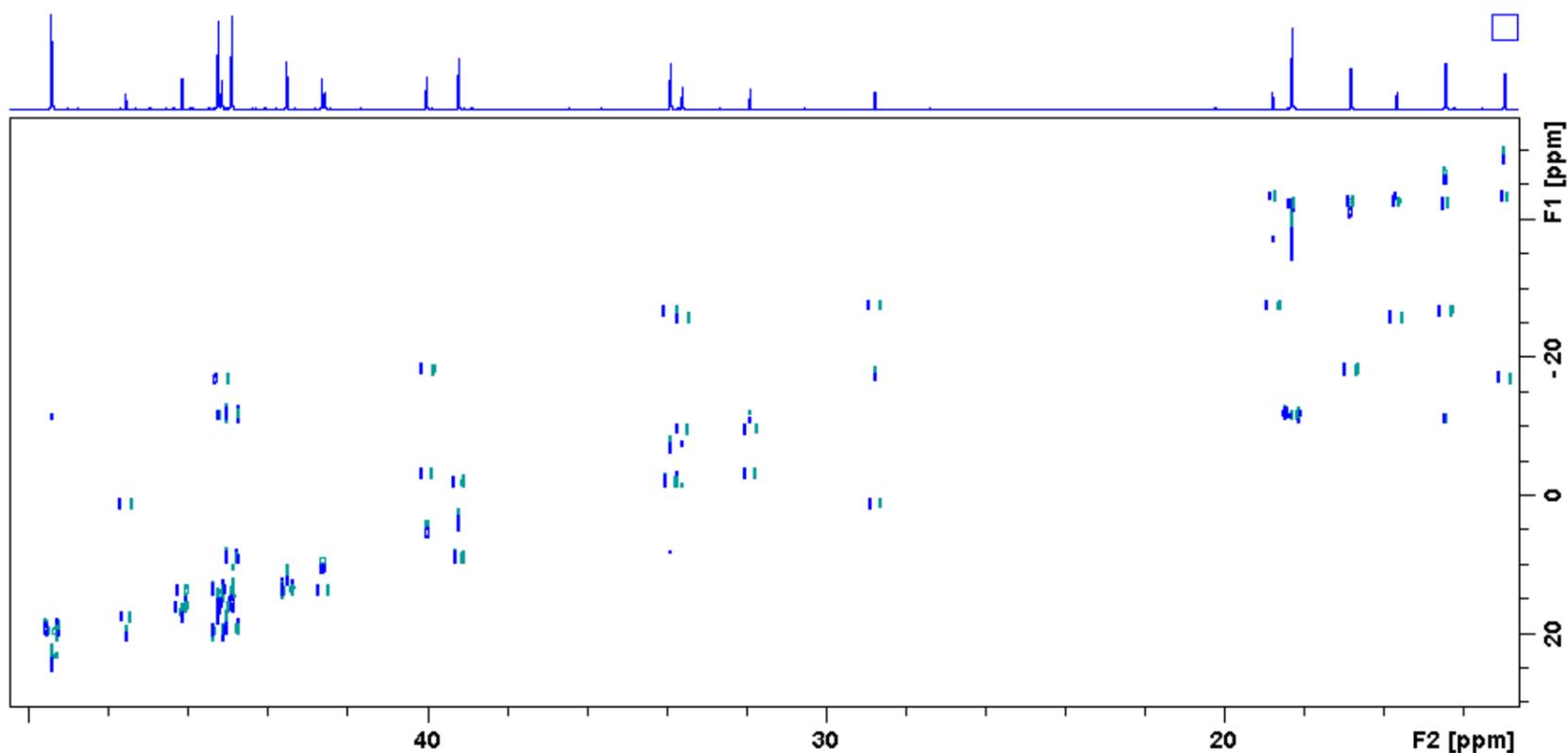
- ✓  $^{13}\text{C}$ - $^{13}\text{C}$ 直接結合を観測する二次元測定
- ✓ クライオプローブを搭載した超高感度プローブにより、天然存在比のサンプルでも測定可能
- ✓ 天然存在比 1.1%の $^{13}\text{C}$ と隣り合う $^{13}\text{C}$ とのカップリングを検出するため、検出感度が非常に低く、測定に長時間を必要とする。そのためサンプル濃度はできるだけ濃いほうが良い
- ✓ 主な測定対象サンプル：  
     $^1\text{H}$ が少ないサンプルや $^1\text{H}$  NMR、その他二次元測定では構造決定できないサンプル

## 測定例

- 測定サンプル： Norbornadiene dimer in  $\text{CDCl}_3$
- パルスシーケンス： inadphsp
- 積算回数： 512回
- 測定時間： 60時間

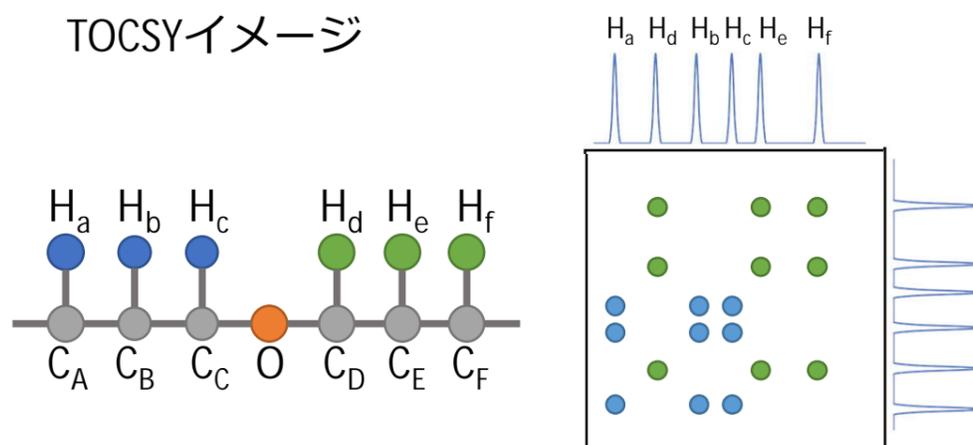


Norbornadiene dimer



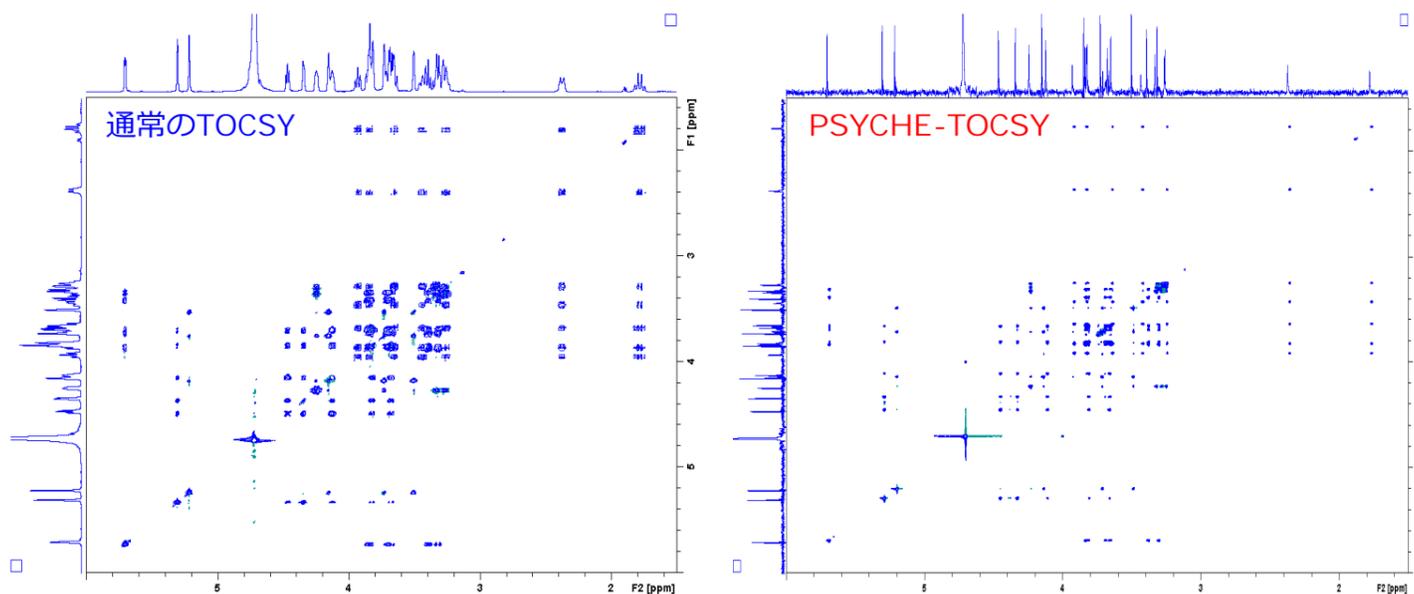
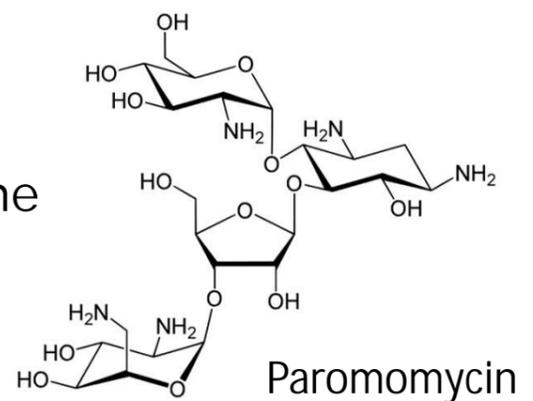
## PSYCHE-TOCSY

- ✓  $^1\text{H}$ のカップリングをなくしたTOCSY測定
- ✓ 通常のTOCSYよりも分解能が上がるため、解析が容易になる
- ✓ TOCSY : スピン結合によって繋がる  $^1\text{H}$ のグループ (スピンネットワーク) を区別できる
- ✓ 主な測定対象サンプル :  
糖鎖、ペプチド等、 $^1\text{H}$ シグナルが狭い化学シフト範囲にまとまっているサンプル



### 測定例

- 測定サンプル : Paromomycin in  $\text{D}_2\text{O}$
- パルスシーケンス : dipsi2gpphzs\_psyche
- 積算回数 : 8回
- 測定時間 : 4時間40分

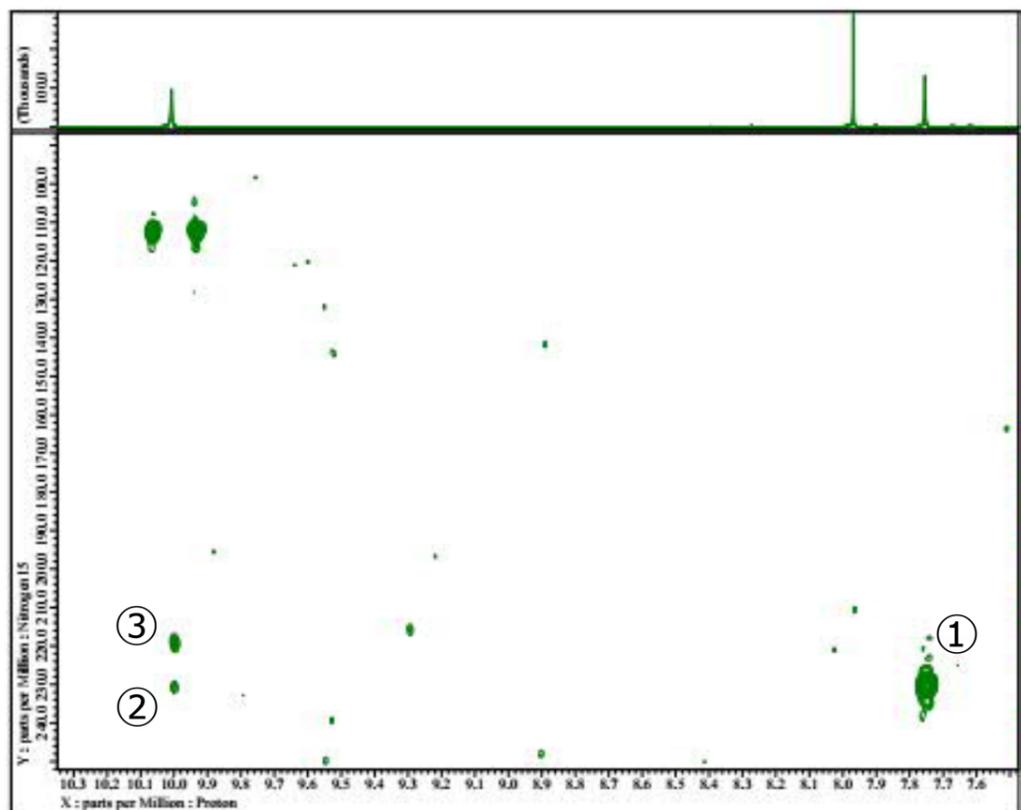


## $^{15}\text{N}$ HMBC

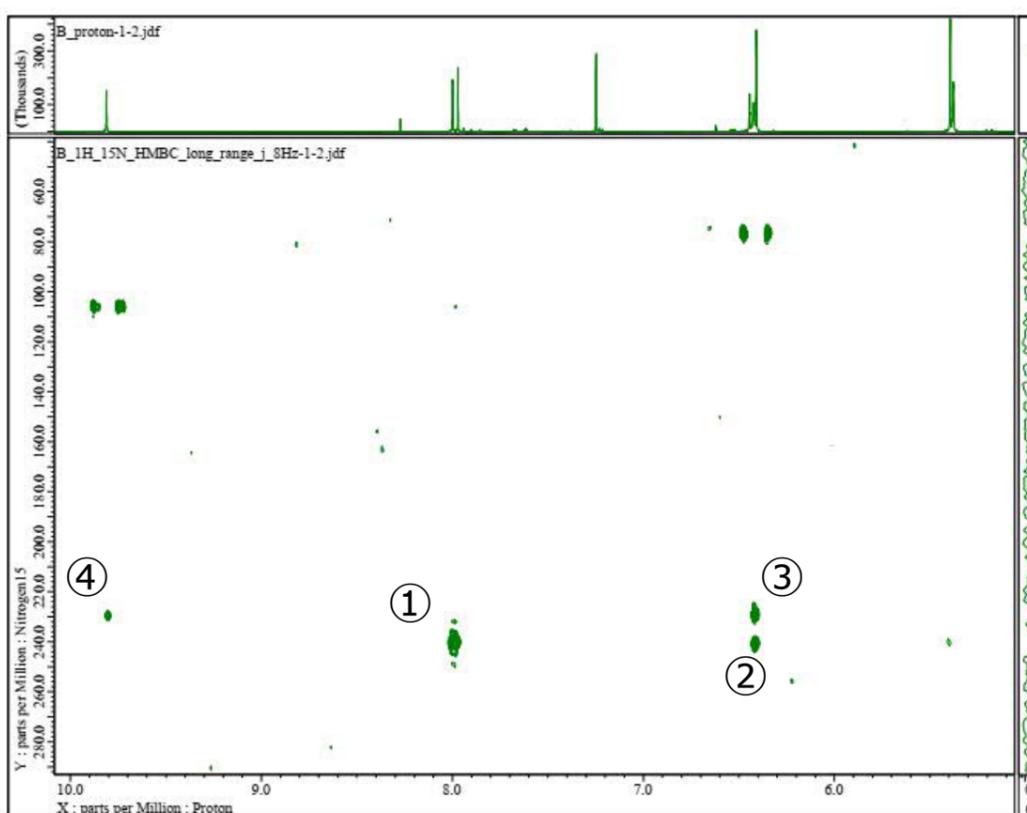
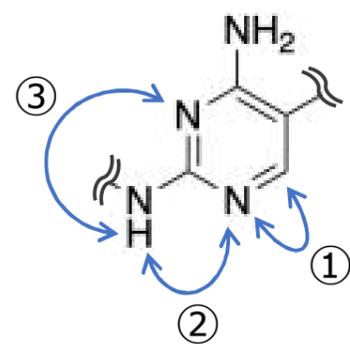
- ✓  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ の遠隔スピン結合カップリングを検出するHMBC
- ✓ 主な測定対象サンプル：  
ペプチド、ヘテロ環化合物 等

### 測定例

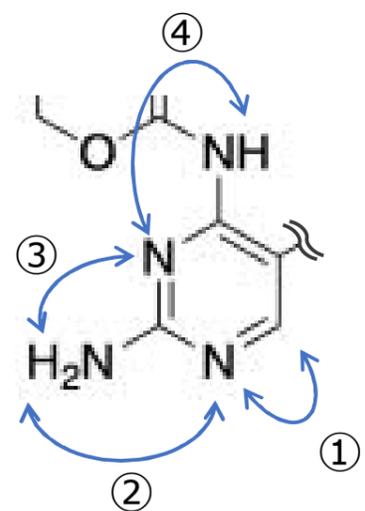
- 測定サンプル：アミノピリジン誘導体 in  $\text{DMSO-}d_6$
- パルスシーケンス：hmbc.jxp
- 積算回数：512回
- 測定時間：54時間40分



サンプルA



サンプルB



## $^{95}\text{Mo}$ NMR

✓ 低周波核専用プローブを用いた $^{95}\text{Mo}$  NMR測定

### 測定例

- 測定サンプル： $\text{Na}_2\text{MoO}_4$  in  $\text{D}_2\text{O}$
- パルスシーケンス：single\_pulse.jxp
- 積算回数：256回
- 測定時間：45分

