

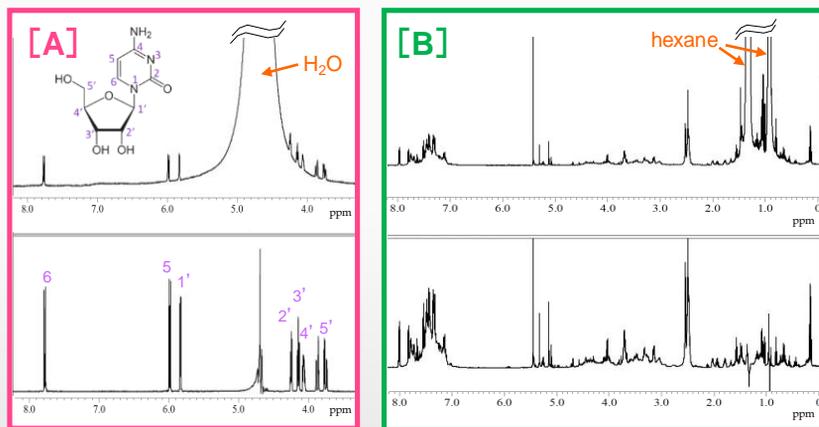


知っておきたい溶媒消去測定

^1H NMRを測定したら、巨大な溶媒のピークに埋もれて試料のピークが見えなかったという経験はありませんか？これまでスコップに寄せられた相談のなかでも、溶媒消去法に関する問い合わせは多数に上ります。そこで今回は、強い信号を抑制して強度の小さい試料のピークを効率よく観測する方法について取り上げます。試料の性質や目的に応じて適切な方法を選択する必要がありますが、問い合わせの多い二つの手法について、学内で測定したデータとともに紹介します。

Presaturation (事前飽和法)

溶媒の ^1H 信号をラジオ波で選択的に照射して飽和させることにより溶媒ピークの強度を抑えます。最も簡便で広く使われる手法です。



[A]は シチジン水溶液の適用例です。上段は通常の ^1H スペクトルです。下段に示すPresaturationでは H_2O の強度が抑えられ、シチジンのピークが感度良く観測されています。

[B]は 試料中の反応試薬由来のヘキサンのピークを飽和させた例です(CDCl_3 溶液, 二箇所照射)。強度の大きい複数のピークを同時に飽和させることで、通常の ^1H 測定より検出感度が向上します。

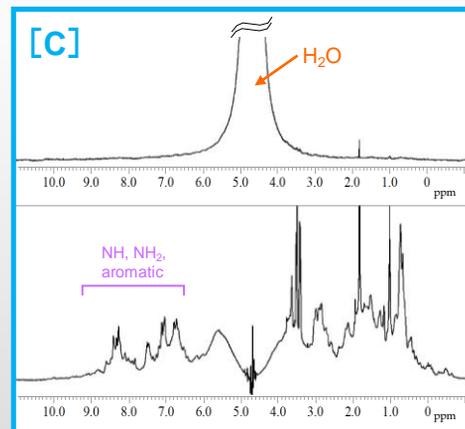
Presaturationでは、化合物にOHやNHのような交換性プロトンがある場合、水を飽和させると交換性プロトンの信号も強度が低下します。このようなケースでは、非飽和系の溶媒消去法が有効です(⇒WATERGATE参照)。

データ提供 **[B]** 工学研究院 応用化学部門 齊藤 亜紀夫 先生, 佐藤 大介 氏
[C] 工学研究院 生命機能科学部門 黒田 裕 先生, Thao Le Ngoc Tu 氏

WATERGATE

WATER-suppression by GrAdient-Tailored Excitation

選択励起パルスと磁場勾配パルスを組み合わせた手法です。磁場勾配を利用して、溶媒信号のみを消去します。この方法では交換性プロトンも観測できるため、生体分子の水溶液試料でよく使用されます。



[C]は 分子量 27,000 のタンパク質への適用例です(320 μM , pH 6.0, 293 K)。

下段のWATERGATEを使用したスペクトルでは、巨大な水信号の裾に埋もれたタンパク質のピークを観測することができます。

【講習会のお知らせ】

11月～12月中に『溶媒消去法の講習会』を開催予定です。適切な測定法の選び方やパラメータ設定のコツについて、解説と実習を行います。

NMR測定ご希望の方は 窓口担当 scoop-groups@go.tuat.ac.jp までお問合せ下さい。