

二次元NMRを用いた構造解析(2)

COLOC

HMQC

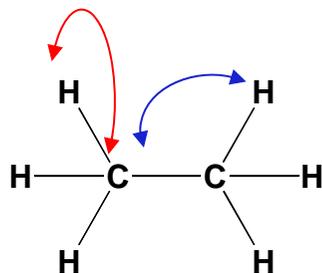
HMBC

今回取り扱う ^{13}C と ^1H の二次元NMR

1

	直接結合した 炭素と水素を見つける	2~3個以内に離れている 炭素と水素を見つける
通常測定 (高解像度)	C-H COSY (26)	COLOC (55)
インバース測定 (高感度)	HMQC (7)	HMBC (31)

直接の結合



ロングレンジの結合

カッコ内の数字は標準的な測定時間(分)

C-H COSY

C-H Correlation SpectroscopY

COLOC

Correlation spectroscopy via Long-range Coupling spectrum

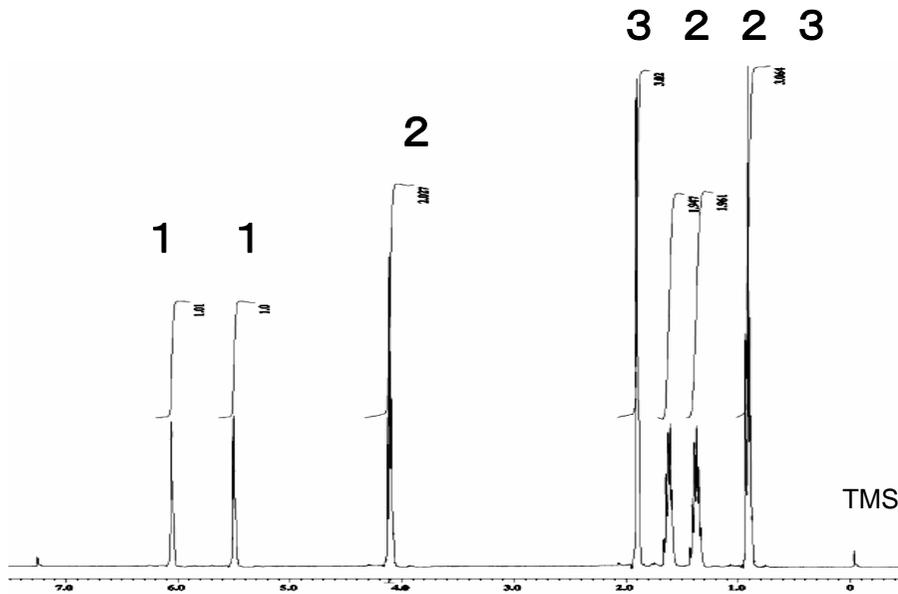
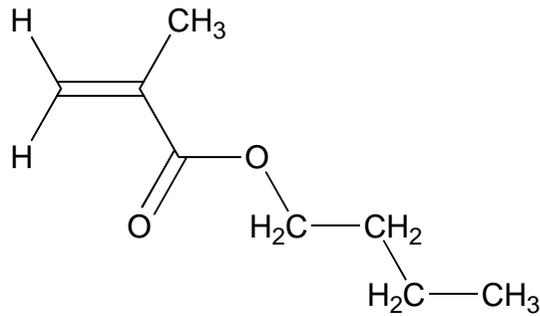
HMQC

^1H -detected Multiple Quantum Coherence spectrum

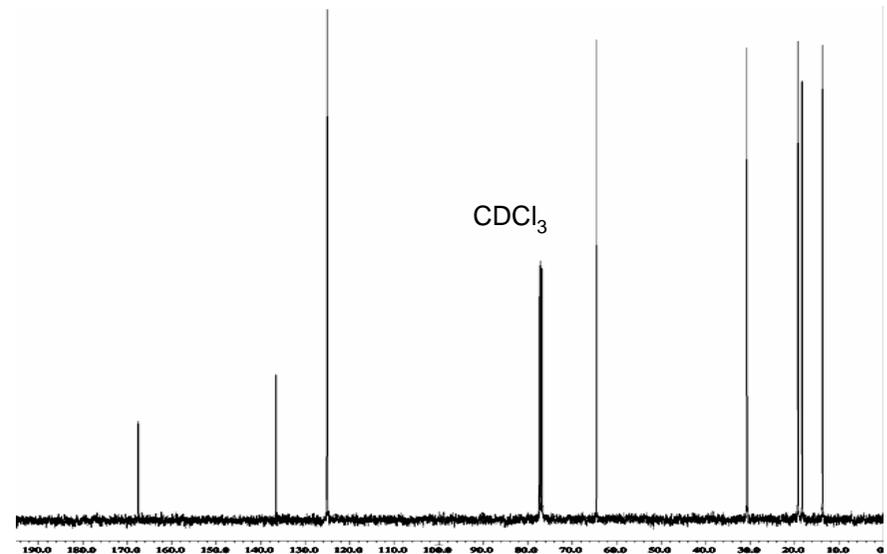
HMBC

^1H -detected Multi-Bond heteronuclear multiple quantum Coherence spectrum

n-butyl methacrylateの¹Hおよび¹³C-NMRスペクトル

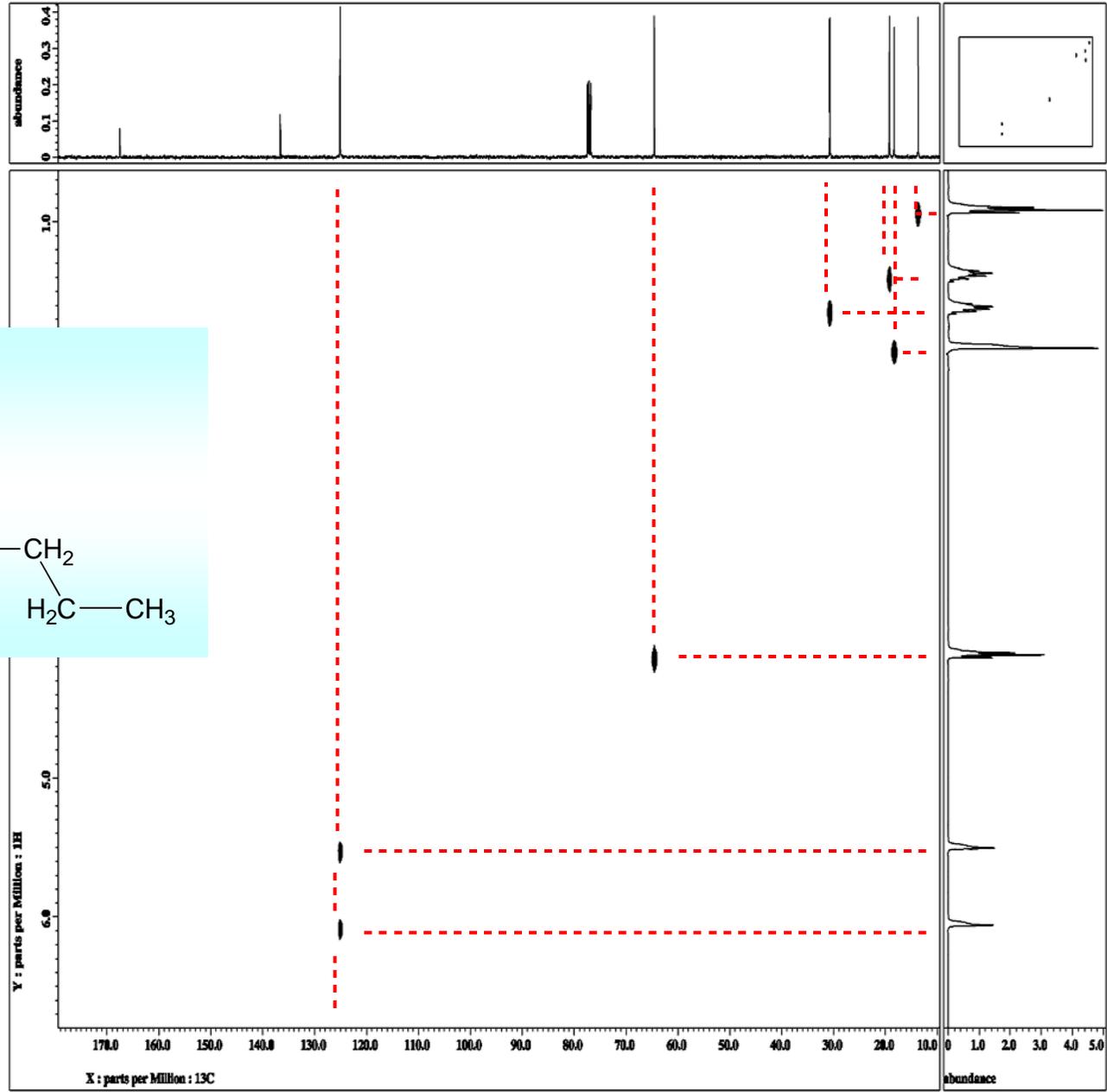
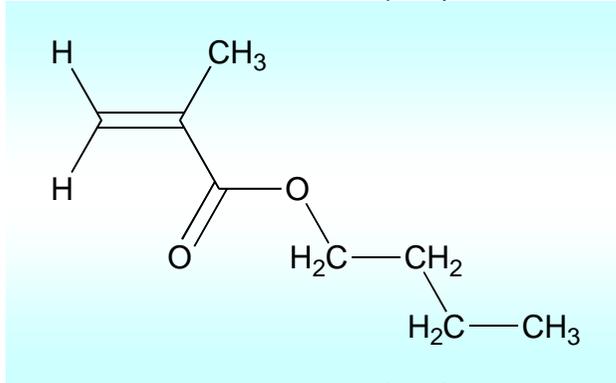


同じ積分比のピークが存在

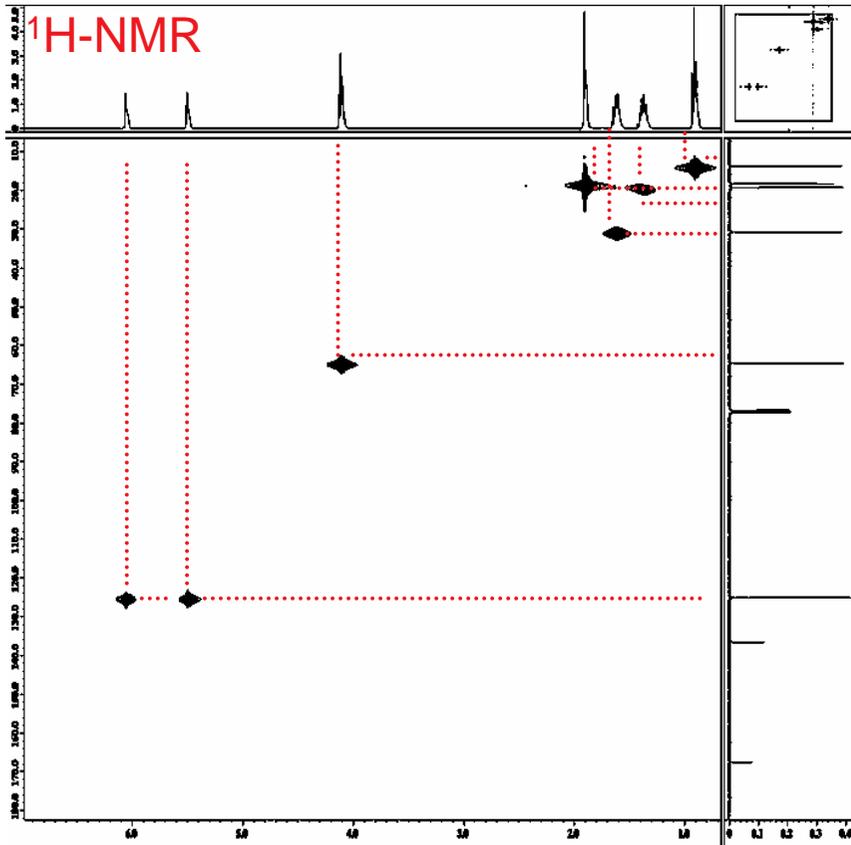


非常に近いピークが存在

C-H COSY

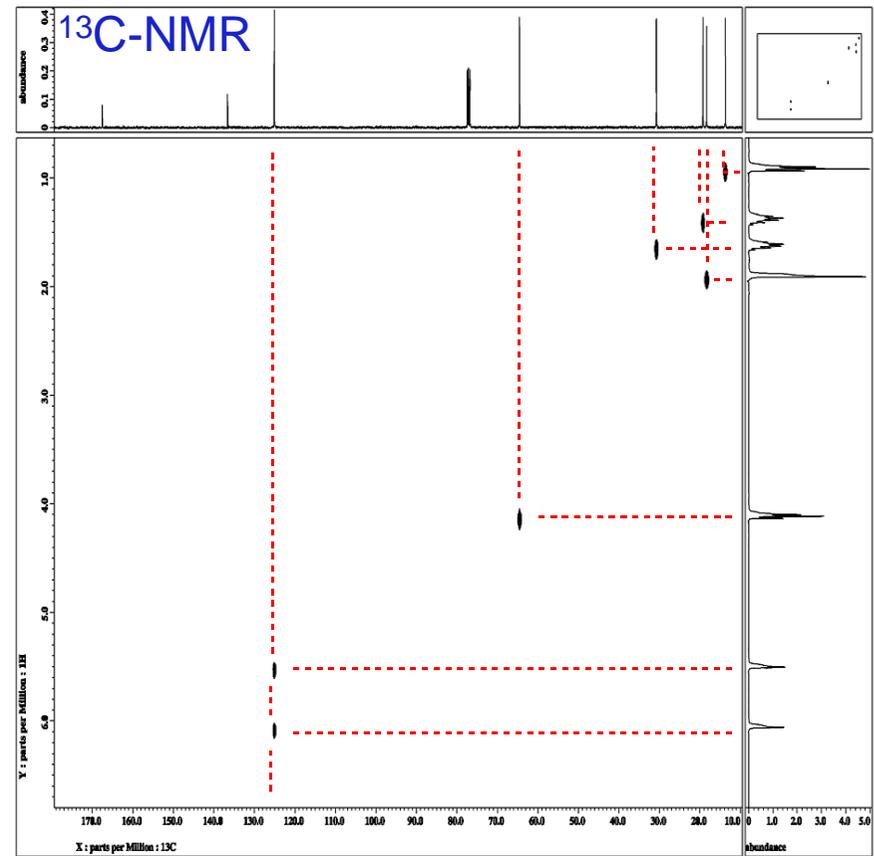


HMQC



$^{13}\text{C-NMR}$

C-H COSY

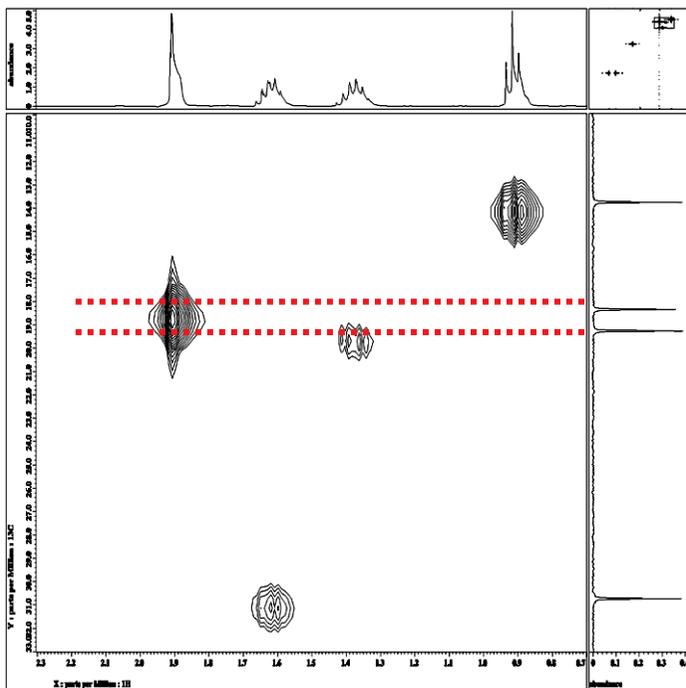


$^1\text{H-NMR}$

HMQCとC-H COSYでは縦横が逆になる(観測核側が横軸)

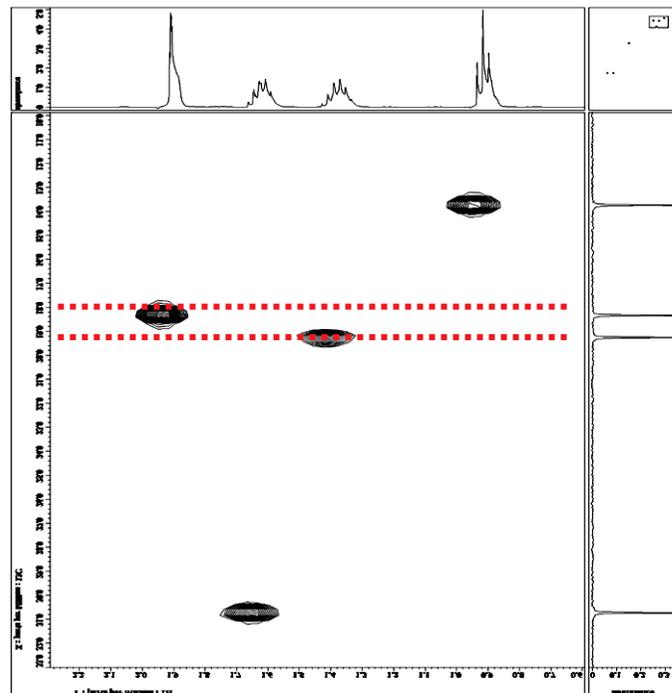
HMQC

¹H-NMR

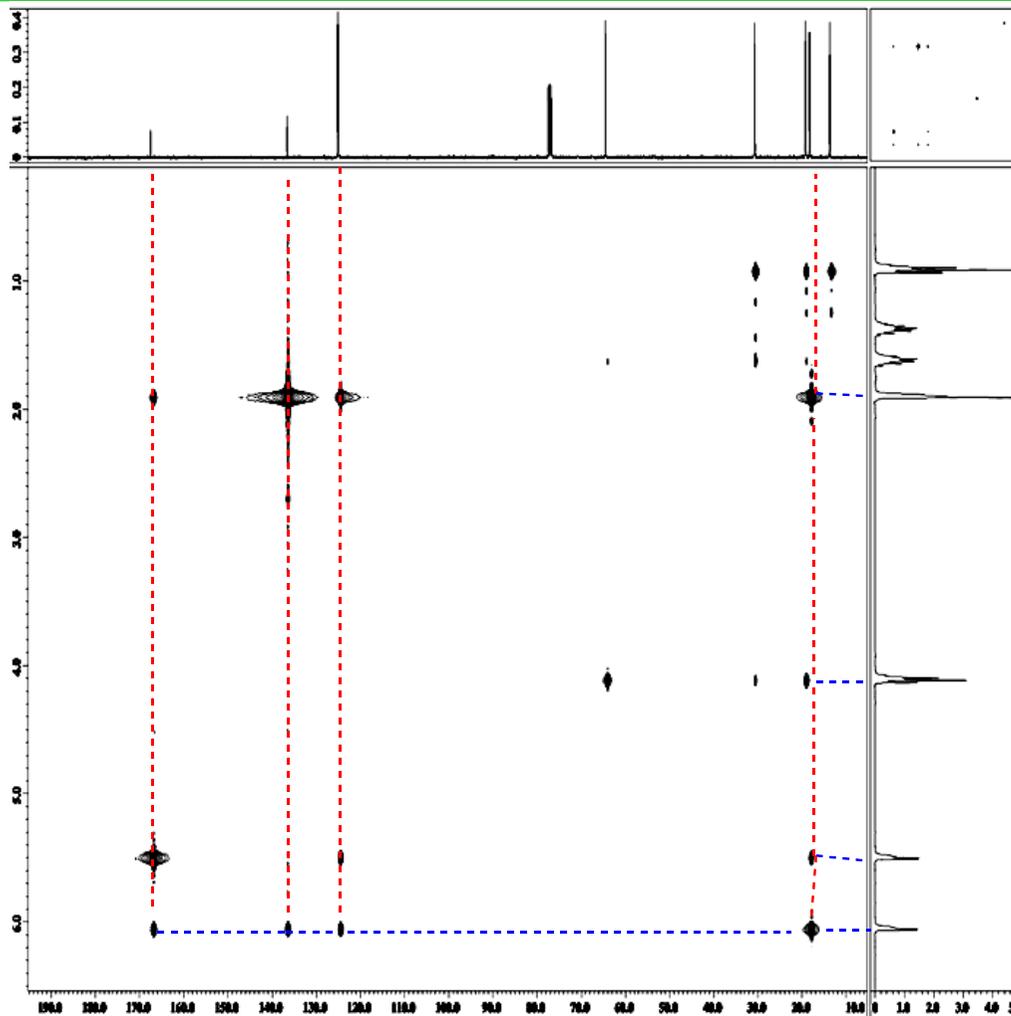
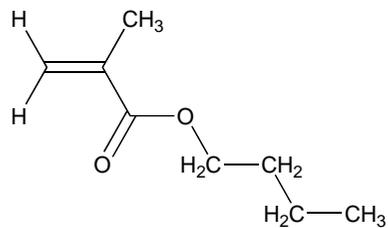


¹³C-NMR

C-H COSY (軸は反転してある)



- HMQC {
- 長所: 高感度 (短時間・やや低濃度でも測定可能)
 - 短所: ¹³C側の解像度が低いので近いピークの判別が難しい



赤の炭素と
青の水素に
相関ピーク

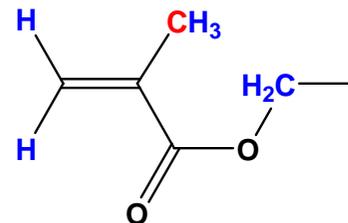
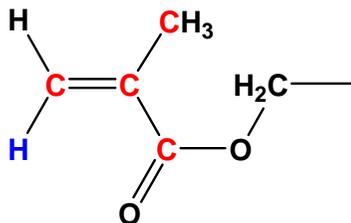
COLOCは出にくい
(この場合Bu基は
わかりにくい)



積算回数は**多めに**



まずは後述のHMBC
がおすすめ



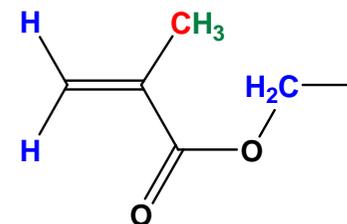
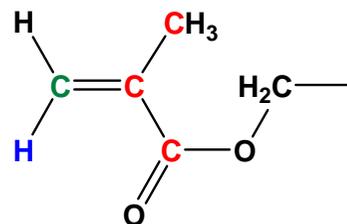
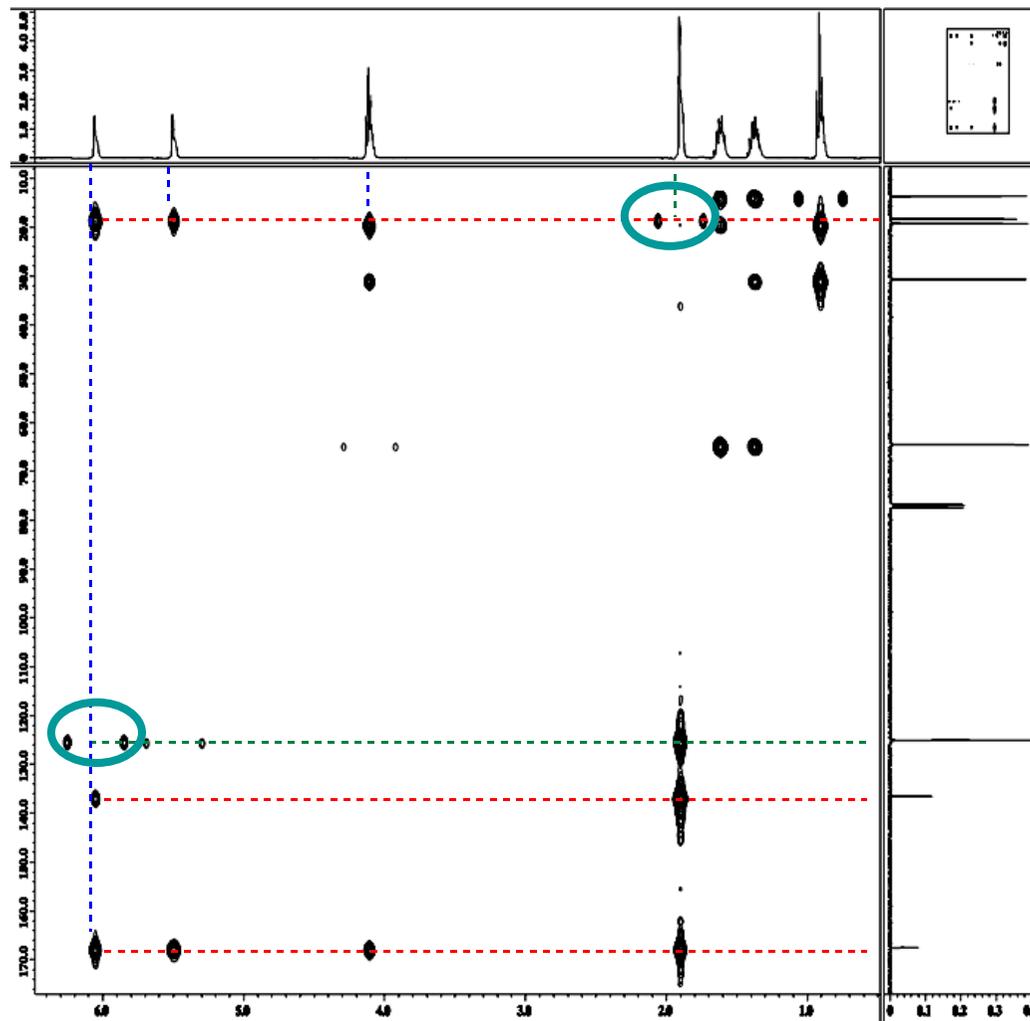
HMBC

COLOCに対応する
インバース測定

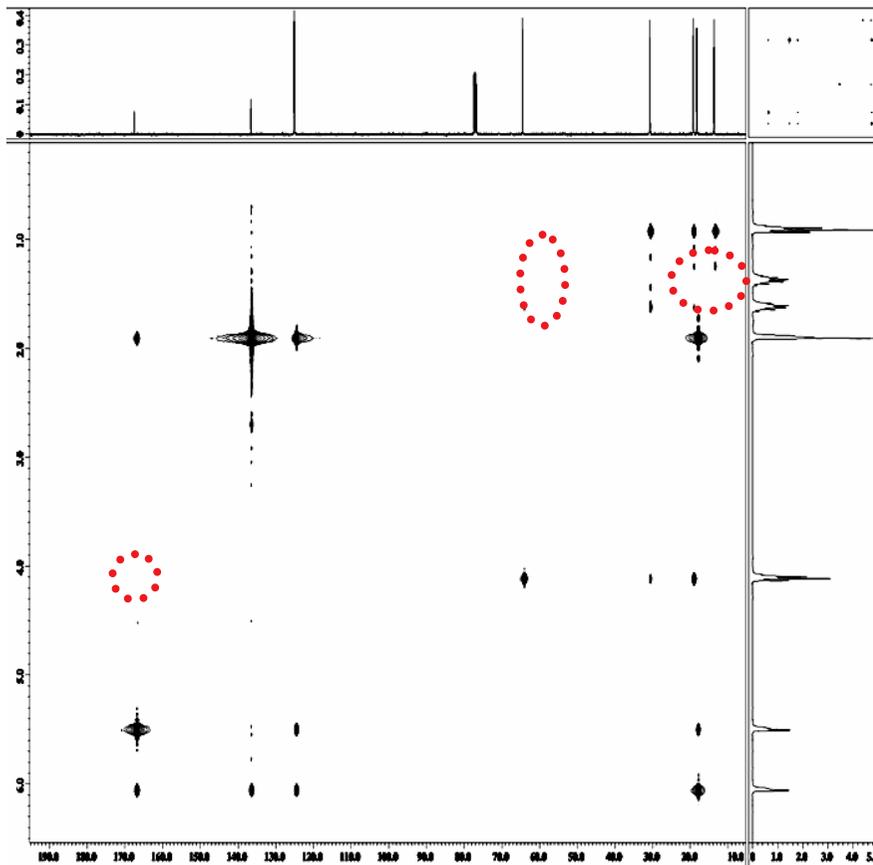
赤の炭素と
青の水素に
相関ピーク

高感度なので
Bu基にも相関が見られる

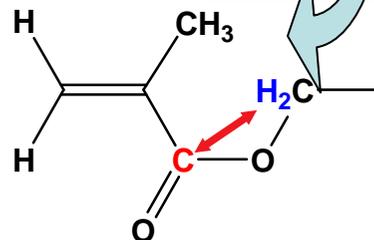
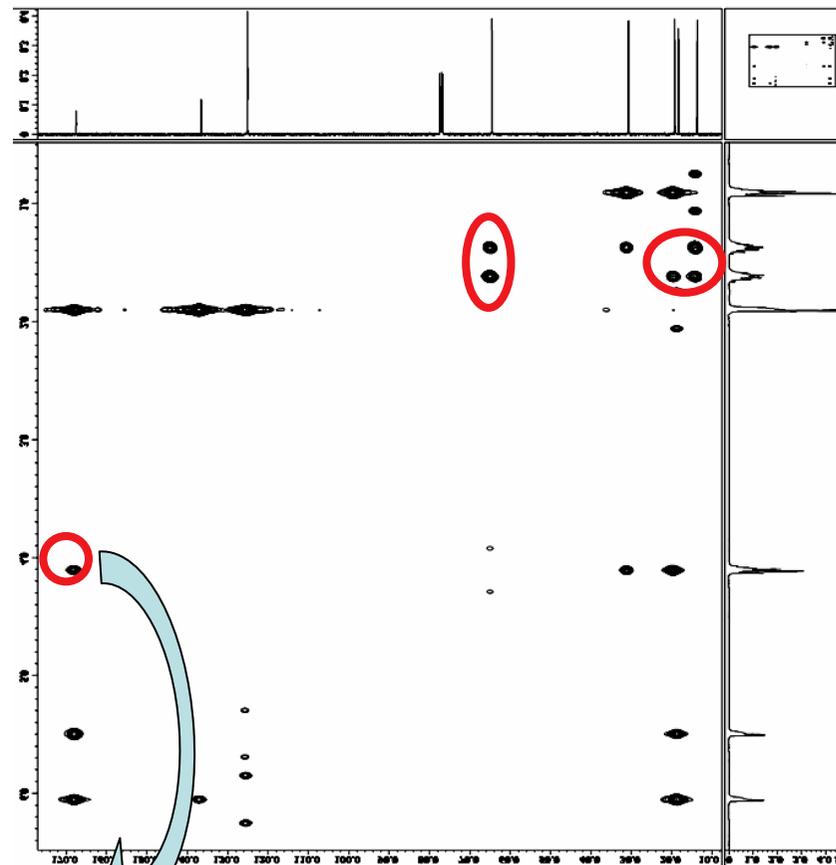
ただし、
直接結合した原子の
クロスピークは
サイドバンドとの
相関が出やすい
(緑色)



COLOC



HMBC (軸は反転してある)



ロングレンジのカップリングを見るときは、
まずHMBCで大枠をつかむ。必要に応じてCOLOC