

## キニーネ

キニーネは、マラリアをはじめとするさまざまな疾患の治療に用いられる薬剤です。WHO（世界保健機関）の「必須医薬品」の一つに指定されています。図1は、CDCl<sub>3</sub>中の250 mMのキニーネの<sup>1</sup>H NMRスペクトルで、10秒のシングルスキャンで測定したものです。

### 1D プロトンスペクトル

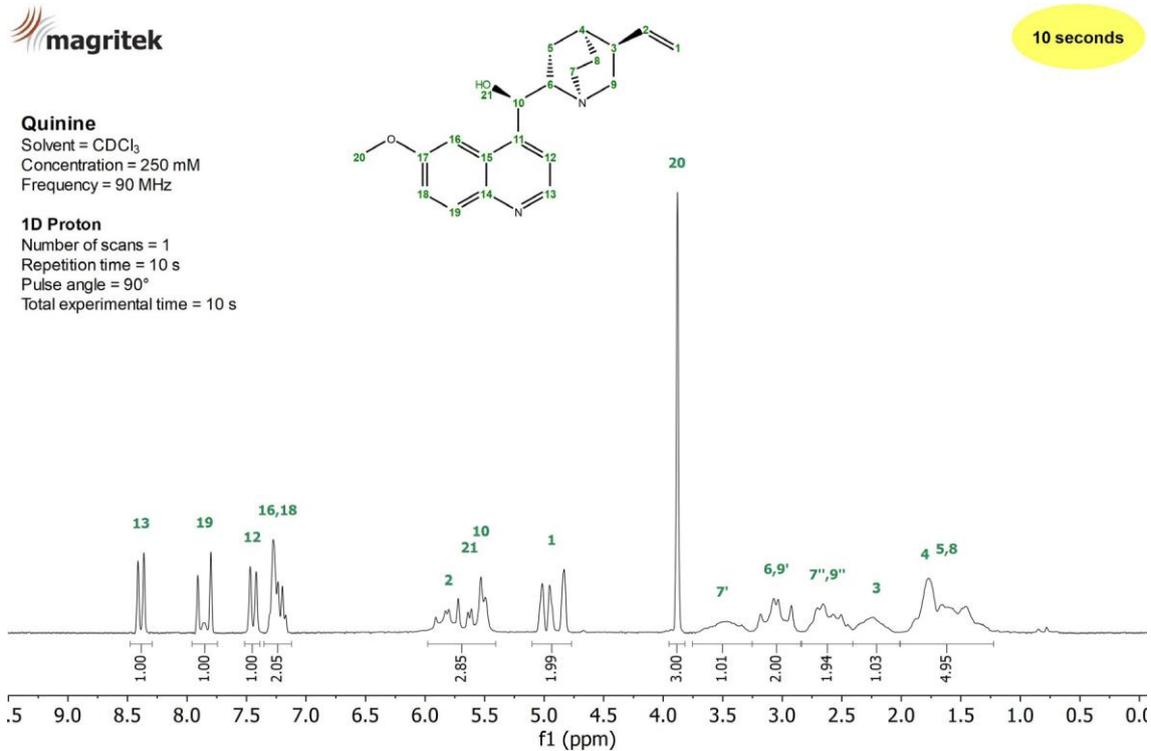


図1: CDCl<sub>3</sub>中の250mMのキニーネの<sup>1</sup>H NMRスペクトルをSpinsolve 90MHzによりシングルスキャンで測定(10分)。

### 1D カーボンスペクトル

図2は、250 mMのキニーネをCDCl<sub>3</sub>中の<sup>13</sup>C NMRスペクトルで、<sup>1</sup>Hから<sup>13</sup>CへのNOEと<sup>1</sup>H decouplingを用いて取得したものである。NOEを用いた1次元カーボンの測定では、試料中のすべての<sup>13</sup>C核に感度があります。また、すべての共鳴を明確に捉えることができます。

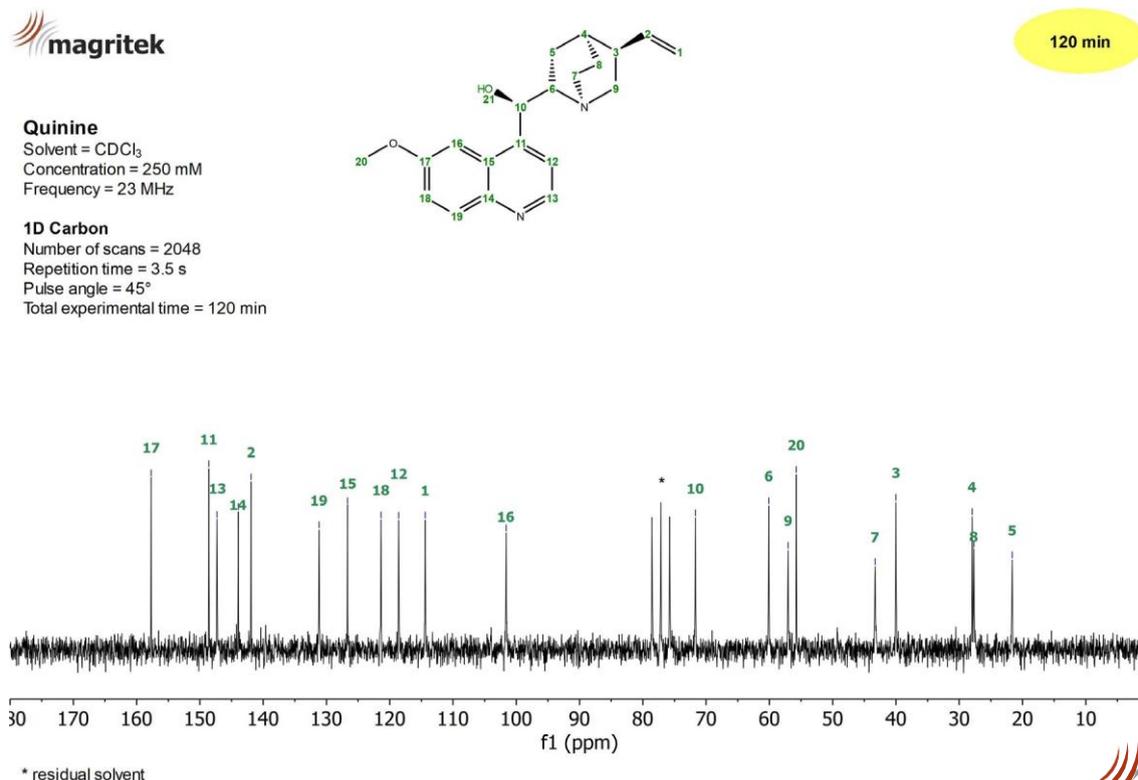


Figure 2: CDCl<sub>3</sub>中の250 mMのキニーネの<sup>13</sup>C NMRスペクトルをSpinsolve 90 MHzにより測定(120分)。

## 2D COSYスペクトル

2次元COSY実験では、2次元データセットの対角線にクロスピークが発生するため、結合した1H核を識別することができます。図3では

には、多数のクロスピークがきれいに観察されます。例えば、13位の炭素にある水素は12位の水素とカップリング（紺色）、16位と18位の水素は20位の水素とカップリングしている（オレンジ色）。

18はプロトン20と結合し（オレンジ）、プロトン18はプロトン19と結合し（ライトグリーン）、プロトン2はプロトン1と結合し（ピンク）、プロトン3と結合している（ライトブルー）。さらに、3と9のプロトンとカップリング（濃い緑）、6と10のプロトンもカップリング（赤）も観察できます。

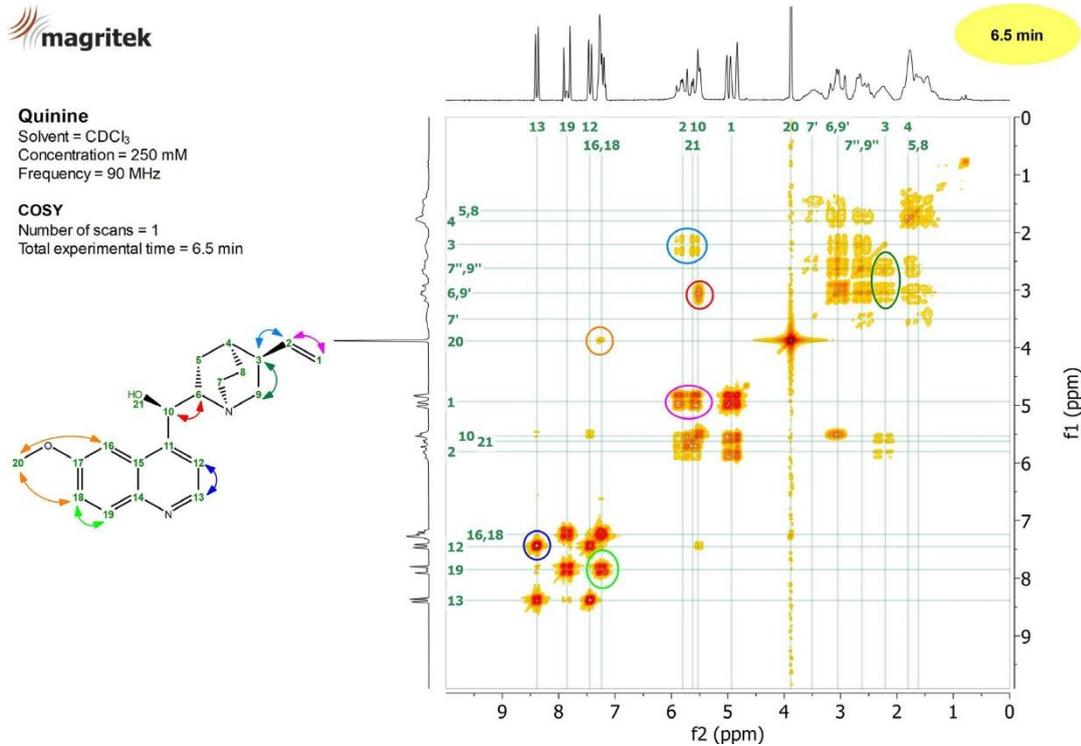


図3: CDCl<sub>3</sub>中の250mMキニーネの1H 2D COSY実験をSpinsolve 90MHzにて6.5分で取得しました

## 2D HSQC-ME

HSQCは、<sup>1</sup>Hと単結合した<sup>13</sup>C原子核の相関をとるために広く用いられている強力なパルス配列です。SpinsolveにはHSQC-MEが搭載されています。これにより、DEPT-135 が得られ、CH<sub>2</sub>基の信号(青)とCHやCH<sub>3</sub>基の信号(赤)を区別するのに有効です。図4は、4分間で取得したCDCl<sub>3</sub>中の250mMキニーネのHSQC-MEスペクトルです。NUS(non uniform sampling)を用いて測定時間を最適化しています。

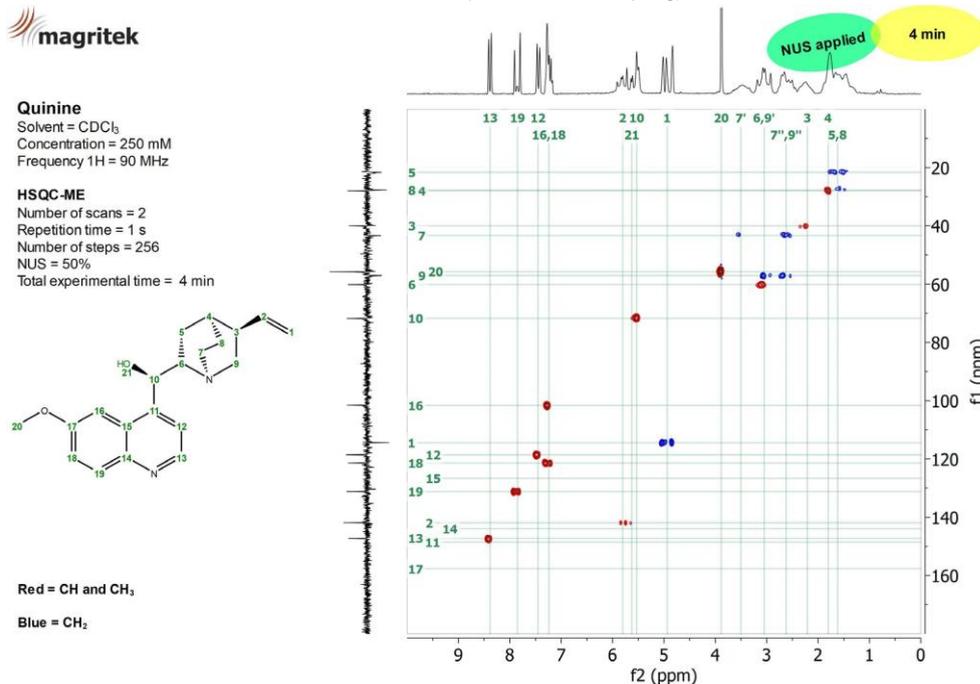


図4: CDCl<sub>3</sub>中の250mMキニーネ試料のHSQC-MEスペクトルで、<sup>1</sup>H (横) と<sup>13</sup>C (縦) の信号の相関を示します。

2D HMBC

2つまたは3つの結合を介して<sup>1</sup>H-<sup>13</sup>C相関を得るには、HMBC (Heteronuclear Multiple Bond Correlation) 測定を使用することができます。図5は、250 mMのキニーネのHMBCスペクトルを、Spinsolve 90 MHzを用いて測定したものです (34分)。一例として、プロトン13と炭素12 (濃青)、14 (薄緑)、11 (赤) との長距離相関や、プロトン19と炭素15 (水色)、17 (ピンク) とのカップリング、プロトン12と炭素10 (オレンジ)、プロトン20と炭素17 (濃緑) とのカップリングを丸で示しています。この測定では、第4級炭素との相関も示されています。

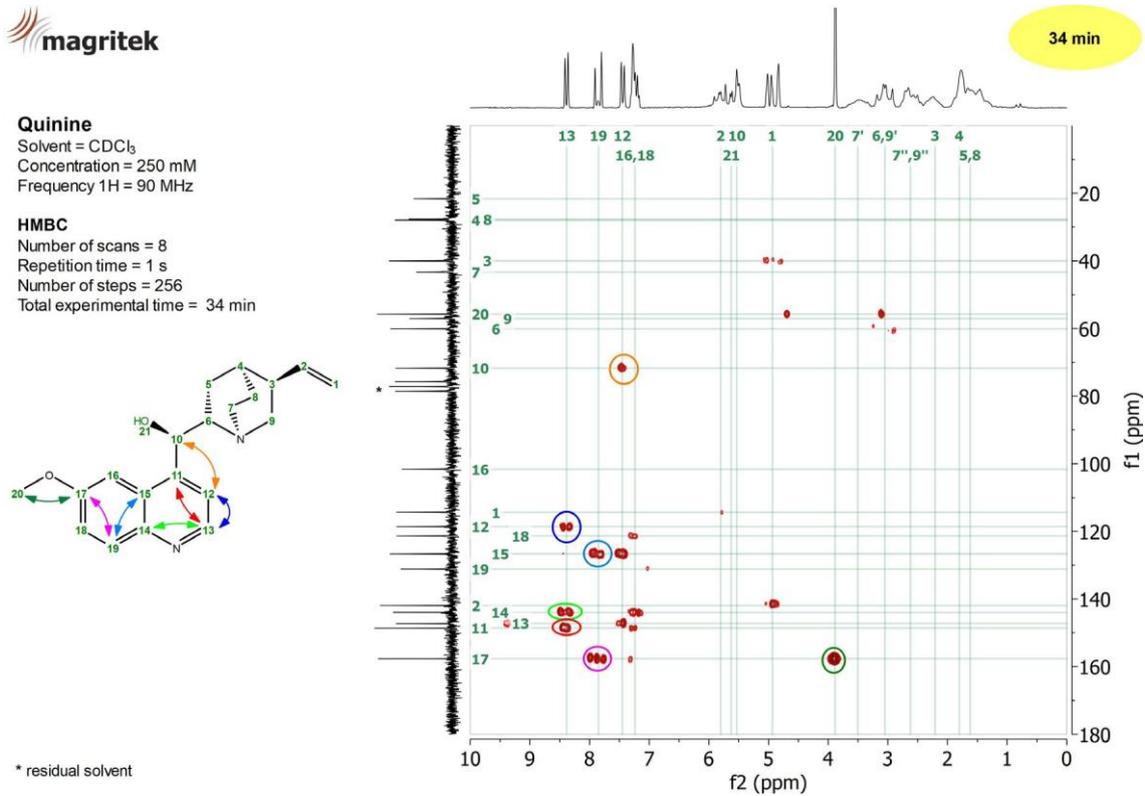


図 5: <sup>1</sup>Hと<sup>13</sup>C核の長距離結合を示すCDCl<sub>3</sub>中の250mMキニーネ試料のHMBCスペクトル