

ジベレリン酸

ジベレリン酸は植物ホルモンの一種で、ジベレリン類の中で最も利用されている物質です。産業界では、主に茎や根の急速な成長を促したり、発芽を促進するために使用されます。図1は、250 mMのジベレリン酸の¹H NMRスペクトルである。

1D プロトンスペクトル

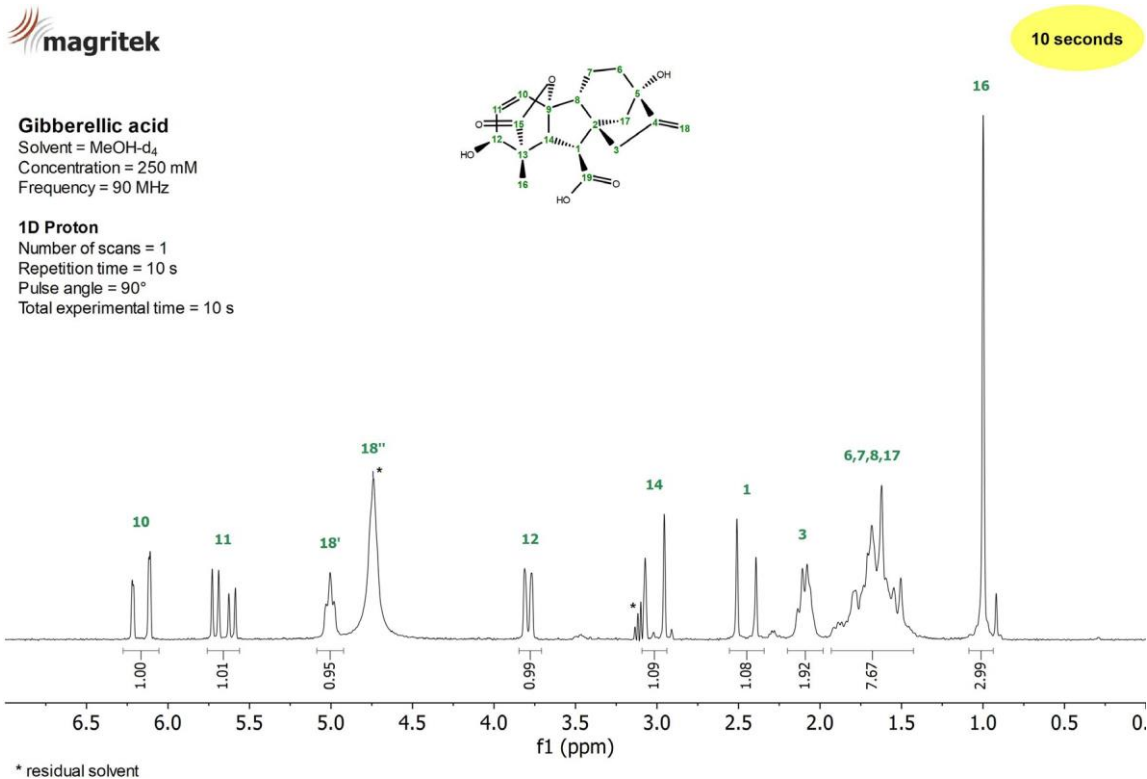


図1 : Spinsolve 90 MHzで測定したd4メタノール中の250 mMジベレリン酸¹H NMRスペクトル (シングルスキャン)。

1D カーボンスペクトル

図2は、MeOH-d₄中の250 mMジベレリン酸の¹³C NMRスペクトルで、¹Hから¹³CへのNOE polarization transferと¹H デカップリングを行いました。NOEを用いた1次元炭素実験は、試料中のすべての¹³C核に感度があります。期待されるすべての共鳴を明確に捉えることができます

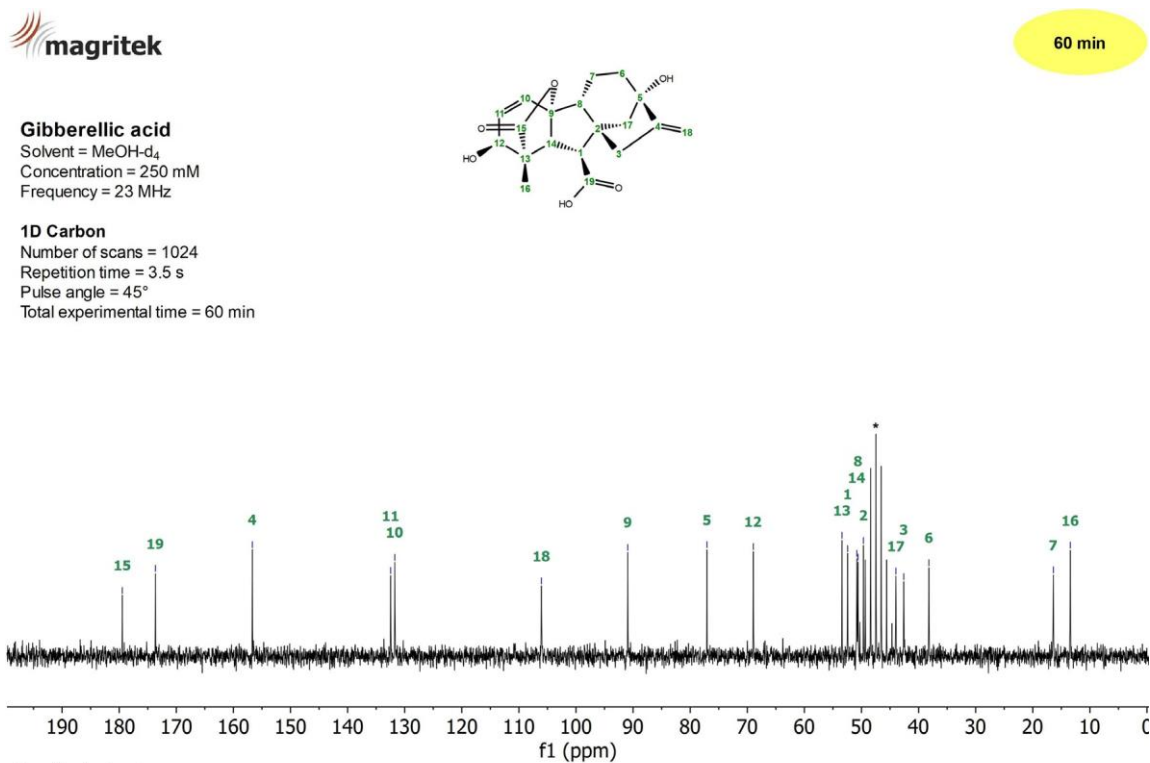


図2: MeOH-d₄中の250mMジベレリン酸を¹³C NMRスペクトルをSpinsolve 90MHz60分で測定。

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上にクロスピークが発生するため、結合した¹Hを識別することができます。図3では、多くのクロスピークがきれいに観察されます。例えば、11位のプロトンは、プロトン16（オレンジ）、プロトン12（薄緑）、プロトン10（濃い青）と結合している。11位のプロトンは、プロトン16（オレンジ）、プロトン12（ライトグリーン）、プロトン10（ダークブルー）と結合し、プロトン16はプロトン14（ダークグリーン）、プロトン12（ライトブルー）とカップリングします。さらに、プロトン1とプロトン14のカップリング（ピンク）も確認できます。

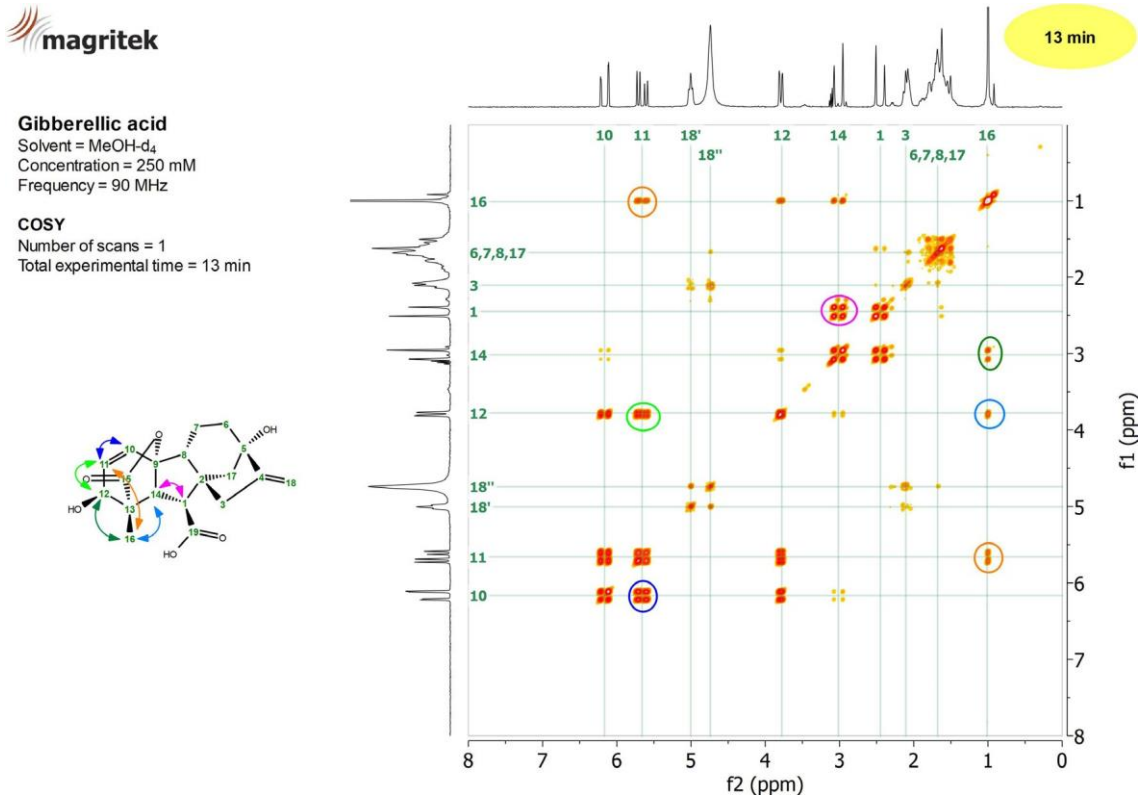


図3: d4-メタノール中の250 mMジベレリン酸の¹H 2D COSY実験（Spinsolve 90 MHzでは13分で取得）。

2D HSQC-ME

HSQCは、¹Hと単結合した¹³Cの相関をとるために広く使われている強力なシーケンスです。SpinsolveはHSQC-MEを搭載しています。DEPT-135配列を備えており、CH₂基の信号(青)との区別に有効です。CH₂基(青)とCHおよびCH₃基(赤)の信号を区別するのに有効です。図4は、d4-メチル中の250 mMジベレリン酸の 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。

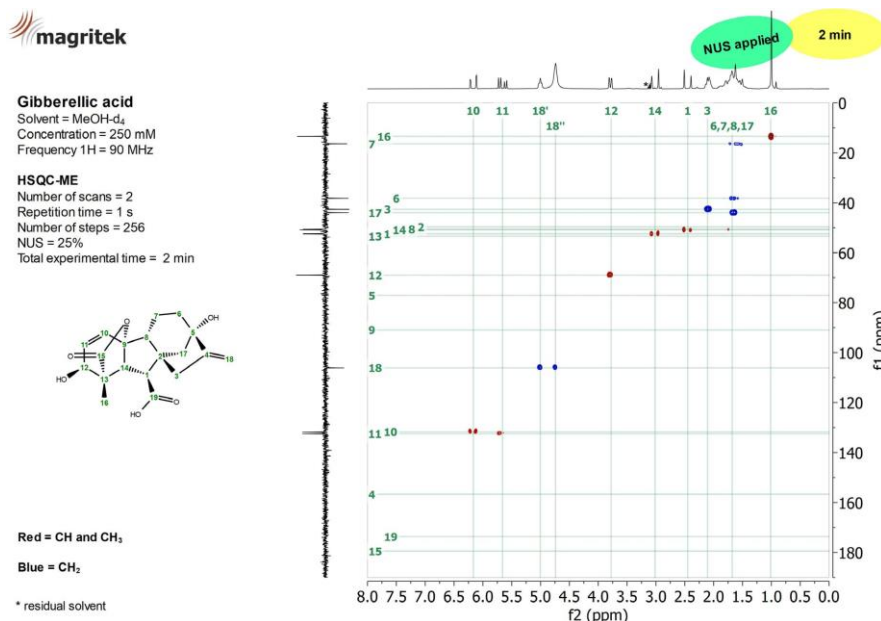


図4: d4-MeOH中の250 mMジベレリン酸のHSQC-MEスペクトル。13C(垂直)信号の相関を示す。

2D HMBC

2つまたは3つの結合を介して長距離の¹H-¹³C相関を得るには、HMBC (Heteronuclear Multiple Bond Correlation)測定を用いることができます。図5は、250 mMジベレリン酸をSpinsolve 90 MHzで34分かけて測定したHMBCスペクトルです。一例として、プロトン11と炭素13(オレンジ)、12(青)、9(緑)との長距離相関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。

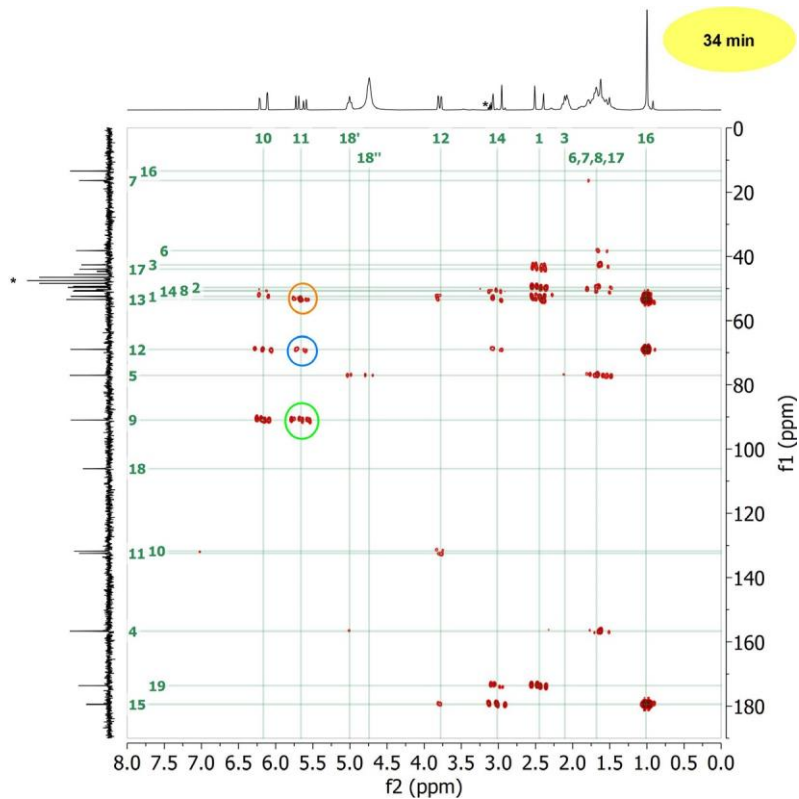
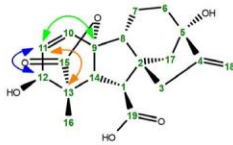


Gibberellic acid

Solvent = MeOH-d₄
 Concentration = 250 mM
 Frequency 1H = 90 MHz

HMBC

Number of scans = 8
 Repetition time = 1 s
 Number of steps = 256
 Total experimental time = 34 min



* residual solvent

図5：¹H核と¹³C核の長距離結合を示すd₄-MeOH中の250mMジベレリン酸のHMBCスペクトル。