

¹³C NMRの利点

¹H NMRに比べて、化学シフト範囲が広く、シグナルの分離が良い
条件によって、定量測定が可能

¹³C NMRの欠点

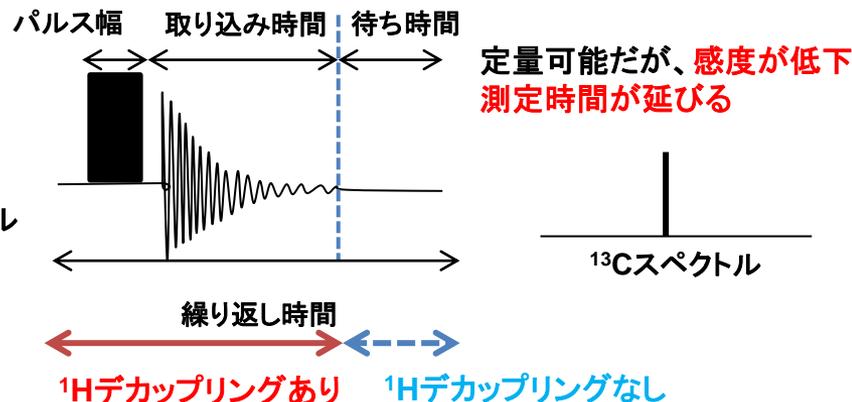
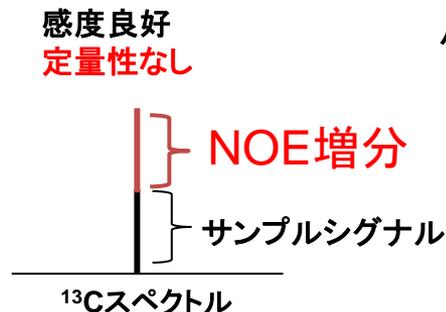
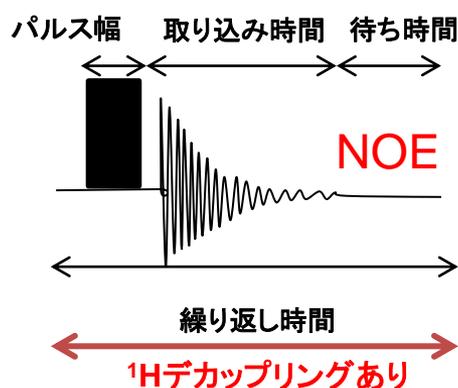
¹H NMRに比べて、感度が低い(1.7×10^{-4} 倍)
¹H NMRに比べて、測定時間が長い(取り込み時間、積算数が多くなる)

¹³C NMRの定量測定時の動作

通常の¹³C NMRでは図のように測定中時に¹Hデカップリングを行い、NOEを発生させて測定感度を上げているが、**定量測定法では待ち時間中は¹Hデカップリングなしで測定することによりNOEを発生させず、サンプルのシグナルのみを測定し、定量を可能に**

通常測定時

定量測定時(今回の測定法)



^{13}C NMR(定量測定)の条件

^{13}C NMR(定量測定) 測定条件

積算回数: 5120 回

温度: 90 °C

繰り返し時間: 30 s

測定角度: 30°

測定濃度: 50 mg/mL

溶媒: DMSO- d_6

サンプル調製

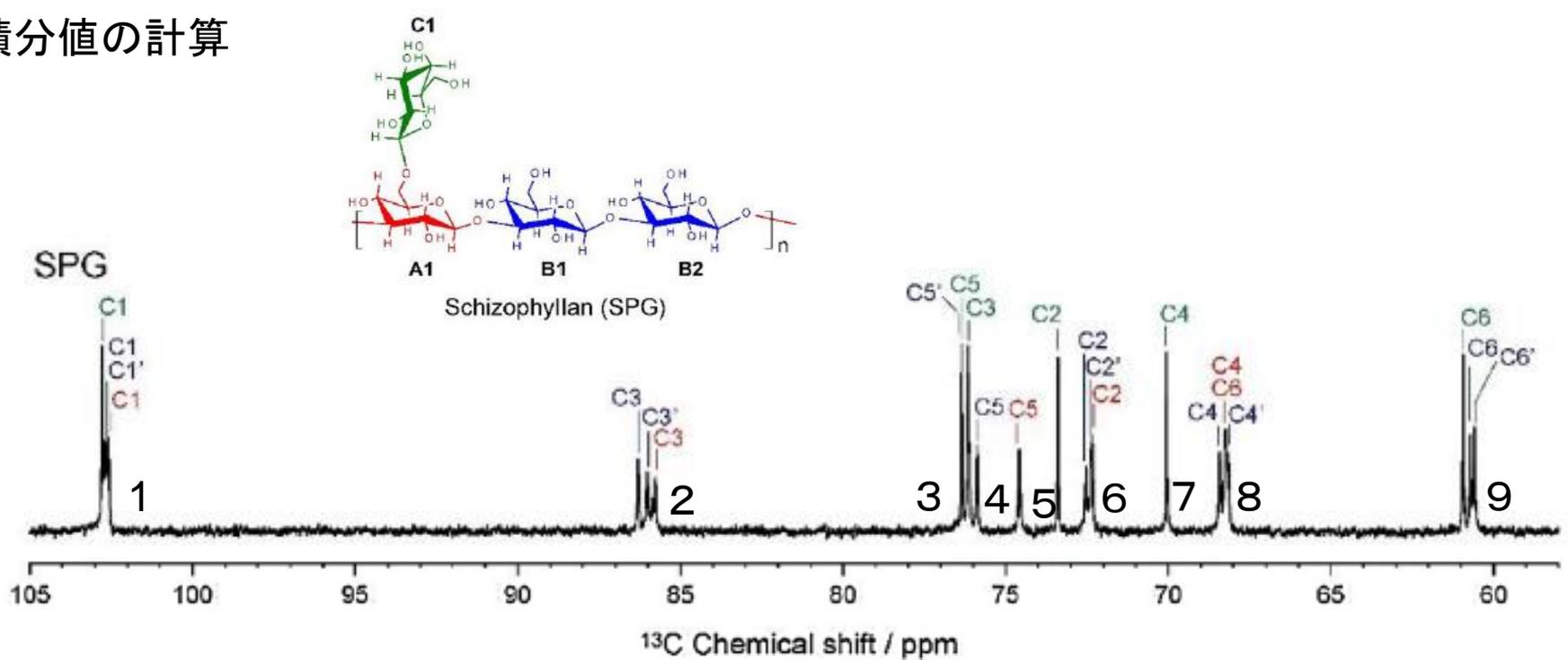
SPG 30 mg



DMSO- d_6 0.6 mL
300 rpm, 攪拌3日

NMR測定

積分値の計算



NMR spectroscopic structural characterization of a water-soluble -(1→3, 1→6)-glucan from Aureobasidium pullulans

ピーク番号	ピーク内訳 (SPG)
1	A+B1+B2+C
2	A+B1+B2
3	2C+B1+B2
4	A
5	C
6	A+B1+B2
7	C
8	2A+B1+B2
9	C+B1+B2

ピーク4からAの積分値

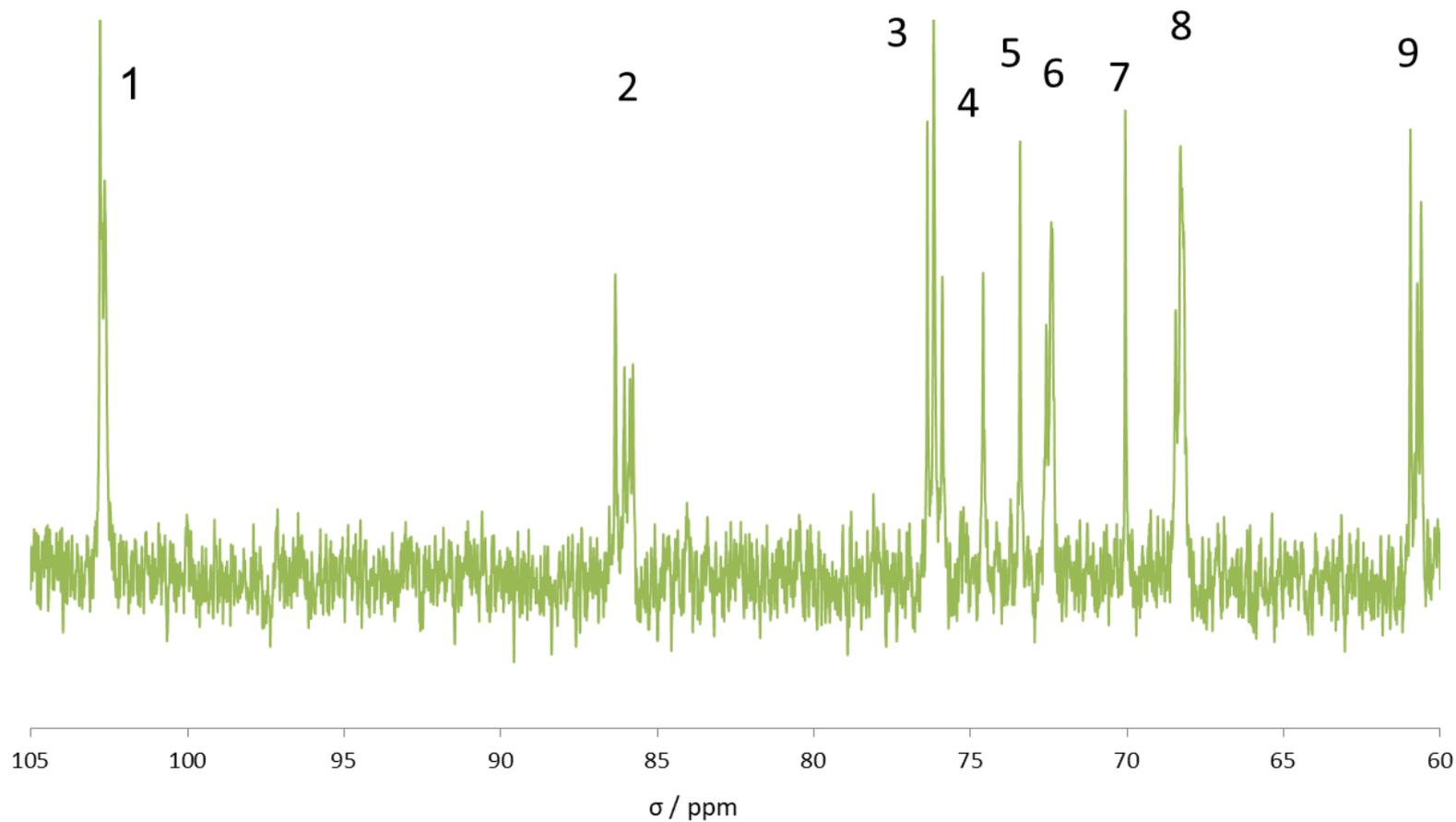
ピーク5、7からCの積分値(平均)

ピーク1~9よりAまたはCの積分値を引いてBの積分値を算出(平均)



$$\text{主鎖/側鎖} = (A + 2B) / (C)$$

^{13}C NMR 定量測定結果



	SPG
主鎖/側鎖	2.96±0.07

※主鎖/側鎖理論値 : SPG 3.0