

基于 NOAH 技术的 2D NMR 快速测定

闫丽, 熊嫣, 彭绍春

(北京理工大学分析测试中心, 北京 102488)

摘要: 2D NMR 实验在有机化合物、药物分子、蛋白质等结构解析中具有重要作用, 而 2D NMR 数据采集时间较长, 对于一些不稳定易分解的化合物, 可能会导致信号缺失, 造成解析困难, 本文以利福霉素-S 为研究对象, 通过 NOAH (NMR by Ordered Acquisition using ^1H -detection) 技术采集其 2D 谱图, 结果表明使用 NOAH 实验技术, 不仅缩短了 60% 的实验时间, 信噪比提高了 7 倍, 同时也相应的提高了谱图的分辨率, 为今后快速鉴定化合物结构以及提高谱仪的共享率提供了参考。

关键词: 核磁共振; NOAH; 2D NMR;

2D NMR rapid determination based on NOAH technology

Yan Li, Xiong Yan, Peng Shaochun

(Analysis & Testing Center, Beijing Institute of Technology, Beijing, 102488, China)

Abstract: 2D NMR experiment in organic compounds, such as drug molecules, protein structure plays an important role in parsing, and 2D NMR data Acquisition takes a long time, for some unstable and easy-decomposing compounds, may lead to loss of signal, caused parsing difficulties, here we take Foramycin-S as the research object, through NOAH (NMR by Ordered Acquisition using ^1H -detection) technology to collect its 2D spectra, the results show that the experiment time is shortened by 60% and the signal-to-noise ratio is increased by 7 times by NOAH experiment technology. Meanwhile, the resolution of the spectrogram is also improved accordingly, which provides a reference for the rapid identification of the compound structure and facilitate the sharing rate of the spectrometer.

Keywords: NMR; NOAH; 2D NMR

1 引言

目前, 核磁共振技术已广泛应用于化学与化工、生命科学、环境科学、材料科学等研究领域, 其中 2D NMR 对有机小分子、药物分子、蛋白质结构表征发挥着重要作用。2D NMR 实验主要包括 COSY、TOCSY、NOESY/ROESY、HSQC、HMQC 和 HMBC¹⁻⁵。通过分析

化学键或空间中原子之间的距离和耦合作用，将分子中的原子关联起来，从而解析复杂的分子结构。然而常规 2D NMR 需要较长的数据收集时间，对于一些不稳定易分解的化合物，可能会随时间增加而发生结构变化，导致信号缺失，造成结构解析困难。

北京理工大学分析测试中心为校级跨学科公共实验平台，目前拥有一台 Bruker AVANCE III 700 MHz 核磁共振波谱仪，并配备有 BBO H & F 宽频超低温探头，满足了绝大多数低丰度天然产物、杂核样品的测试需求。然而随着科研需求的增加，2D NMR 的检测需求不断增长，尤其是对于低浓度样品的测定，长时间的测试会出现谱仪的共享率偏低、机时紧张的情况，而减少扫描时间，又会影响谱图的分辨率和信噪比，给化合物的结构解析带来困难。因此，如何在满足谱图高质量的前提下，快速完成长时间的 2D NMR 实验，避免机时紧张，是公共实验平台亟需解决的问题。

随着 NMR 技术不断发展，建立了快速测定 2D NMR 的 NOAH (NMR by Ordered Acquisition using ^1H -detection) 实验技术，NOAH 是一组嵌套式 NMR 超级序列，基于灵敏度较高的 ^1H 检测基础上有序的采集 NMR 谱图，结合了多个同核、异核相关性 2D NMR 的超级序列^{5,8-14}。本文以利福霉素-S 为例，探讨了基于 NOAH 技术在 700 MHz 核磁共振波谱仪上的实验结果，就数据采集时间、信噪比和分辨率进行讨论，为化合物的快速检测和结构解析提供一种解决思路的参考。

2 实验部分

2.1 实验原理

NOAH 技术和常规 2D NMR 数据采集方式的原理如图 1 所示。常规的 2D NMR 实验开始前都需要一个恢复时间 (d_1)，用于宏观磁化矢量的恢复，该时间是整个脉冲序列最耗时的部分⁸⁻¹¹。

NOAH 技术则结合了多个同核、异核相关性的脉冲序列，通过共享一个恢复时间 (d_1)，利用核磁共振响应的空间编码在一次扫描中获得完整的相关数据集合，可直接从内部自动收集和处理数据，从而生成单独的 2D NMR 实验数据^{6-13,15}。