

(1) NMR スペクトルにおいて「高磁場」は左と右のどちらか？

右。磁場掃引法の箇所を読んで復習すること。反射的にわかるまで反芻せよ。

(2) 400 MHz の分光計を用いた際の ^{19}F NMR における共鳴周波数を求めよ。

$$400 \times (25.181/26.752) = 376.5 \text{ MHz}$$

※ ^{19}F 核の共鳴周波数は ^1H 核の共鳴周波数に非常に近い。通常はこの ^{19}F 核のみが「高(共鳴)周波数」の核に分類される=装置を ^{19}F 核の測定に合わせてチューニングしている際は ^1H 核を測定することはできない= ^{19}F 核を測定後は ^1H 核のセッティングに戻さないと他の人に迷惑がかかる。

(3) 現在手元に 20 mg のサンプルを持っており、そのうち 5 mg のサンプルで NMR を測定したが、満足いく S/N 比が得られなかった。残りのサンプルを全量追加投入して再度同じ積算回数で測定を行うのと、サンプル量は同じで積算回数を 2 倍にするのとでは、どちらが S/N 比の改善ができるか？理由と共に説明せよ。

残りのサンプルを全量追加投入するとサンプル量は 4 倍なので S/N 比も 4 倍。

一方で積算回数を 2 倍にすると S/N 比は $\sqrt{2}$ 倍になる。よって、残りサンプルを全量投入する方が S/N 比の改善につながる。

※一般に NMR 測定は使用した化合物が回収できる非破壊測定なので、質量スペクトルなどの破壊測定(サンプルが戻って来ない)よりも先に行うのが良い。

(4) ^1H NMR スペクトルにおいて重水素化溶媒を使用する理由を 2 点挙げよ。

重水素のシグナルを利用して重水素ロックをかけ、磁場を安定させるため。

また、 ^1H NMR において重水素のシグナルは出現せず、目的の化合物のシグナルを観測しやすくなるため。

※ ^{11}B , ^{31}P , ^{19}F 等の核については、磁場を安定させなくともそれなりに正確なスペクトルを測定可能であるため、重水素化溶媒の使用は必須ではない=通常の溶媒のままの測定ができる。