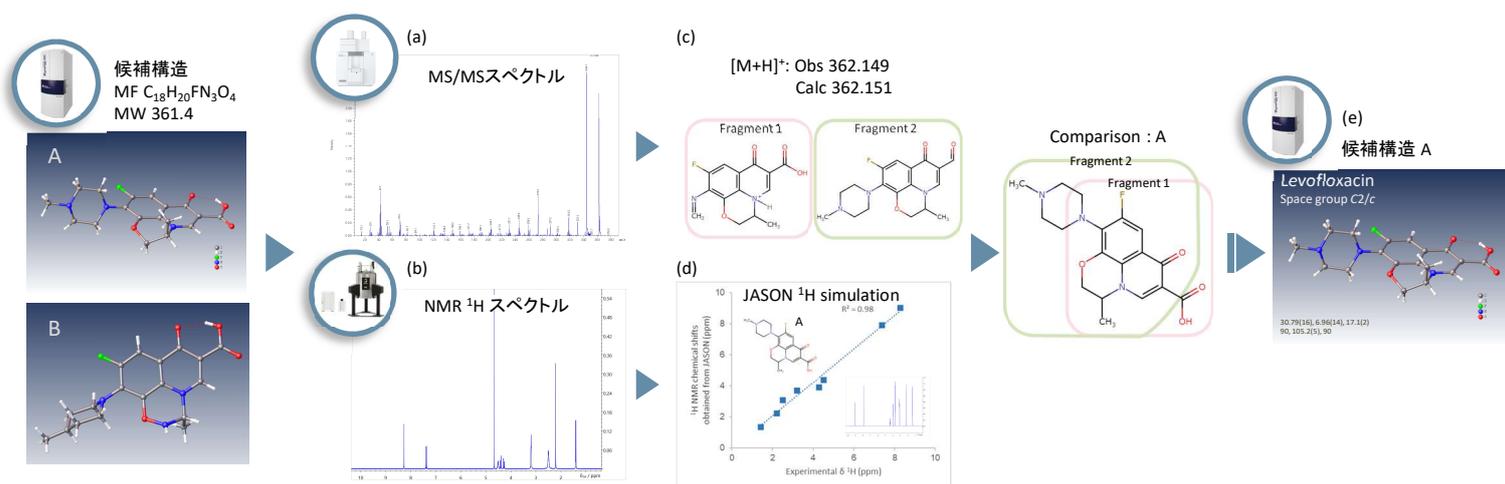


## XtaLAB Synergy-ED, MSおよびNMRを用いた複雑な分子の構造解析ワークフロー part1 : JASON $^1\text{H}$ Spectrum Simulation

関連製品：電子回折装置、質量分析計(MS)、核磁気共鳴装置(NMR)

XtaLAB Synergy-ED, MSおよびNMRデータから最適な三次元分子構造を導く



**Figure 1.** Levofloxacinの三次元分子構造解析ワークフロー

JMS-S3000 SpiralTOF™-plus 2.0による (a) MS/MSスペクトル、JNM-ECZL 500RIによる (b)  $^1\text{H}$  NMRスペクトル、(c) 精密質量分析結果およびフラグメントイオンの解析結果、(d) 候補構造AにおけるJASON  $^1\text{H}$  NMR simulation結果、(e) XtaLAB Synergy-EDによる電子回折構造解析結果

XtaLAB Synergy-EDは、化学および生化学試薬などの粉末試料をそのままの状態で電子回折構造解析を行うことが可能です。さらに日本電子の質量分析計 (MS) および核磁気共鳴装置 (NMR) による精密な分子構造解析との複合分析から、サブミクロン結晶のより最適な分子構造解析を提供します。Figure 1は、Levofloxacinの三次元分子構造解析ワークフローです。実際に得られたMSデータとNMRデータの比較解析から最適な候補構造を選択します。NMRデータについては、測定された $^1\text{H}$  NMRスペクトルと候補構造から得られた予想スペクトルとの比較解析から評価することが可能です。以下、構造解析ワークフローにおいてJASON (JEOL Analytical Software Network) の $^1\text{H}$  NMR spectrum simulation 結果を用いた解析例を紹介いたします。

### MS-JASON $^1\text{H}$ NMR spectrum simulation and XtaLAB Synergy-ED : Diflubenzuron

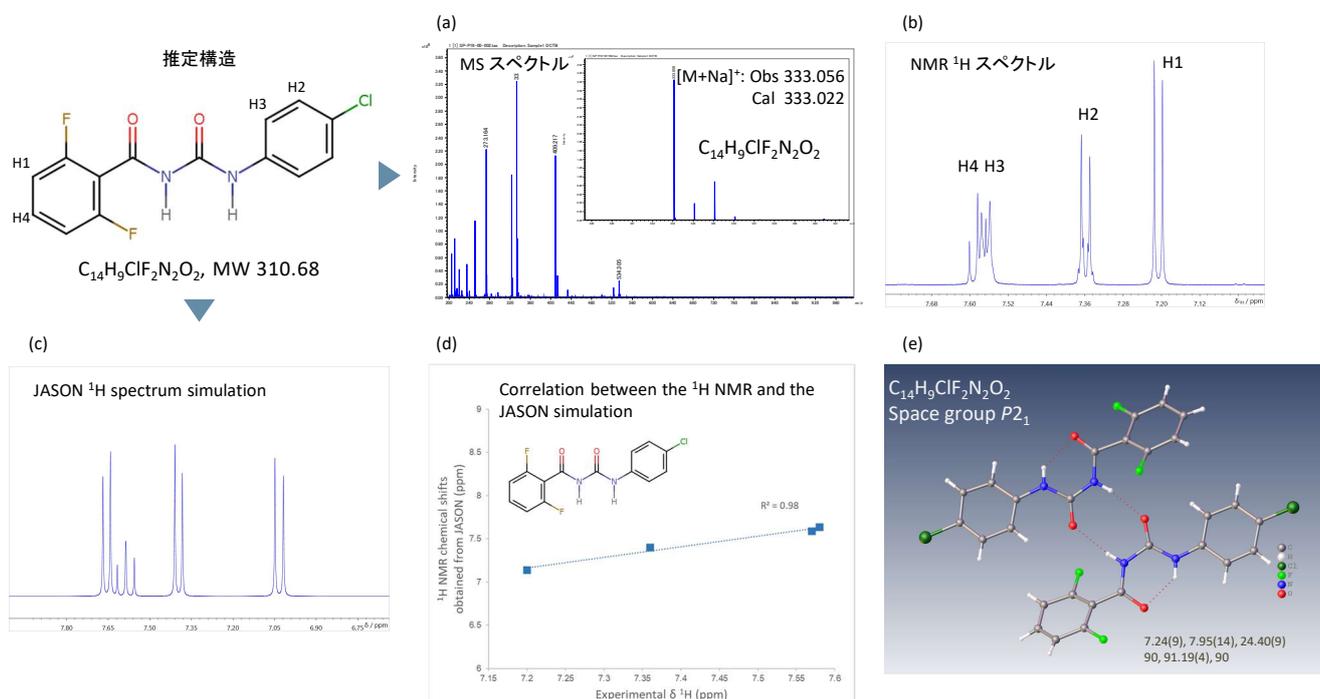


Figure 2. Diflubenzuronの三次元分子構造解析結果

JMS-S3000 SpiralTOF™-plus 2.0による (a) MSスペクトル、JNM-ECZL 500Rによる (b)  $^1\text{H}$  with  $^{19}\text{F}$  decoupling NMRスペクトル、(c) JASON  $^1\text{H}$  spectrum simulation結果、(d)測定された $^1\text{H}$  NMR化学シフトとJASONを使用して予測された $^1\text{H}$  NMR化学シフトの相関関係、(e) XtaLAB Synergy-EDによる電子回折構造解析結果

Figure 2 は、Diflubenzuron の JMS-S3000 SpiralTOF™-plus 2.0による分析、JNM-ECZL 500R によるNMR分析および XtaLAB Synergy-ED との複合分析結果です。マトリックス支援レーザー脱離イオン化飛行時間質量分析法 (MALDI-TOFMS) による精密質量の分析結果 (Figure 2(a))から、分子式を推定することができます。また、測定された $^1\text{H}$  NMRスペクトル (Figure 2(b))とJASONによる  $^1\text{H}$  NMR simulation結果 (Figure 2(c)) の相関関係から、推定された分子構造の整合性を評価することができます。Figure 2(d)より、測定された $^1\text{H}$  NMR結果と推定分子構造を用いたJASONの予測結果に良い一致が得られました。さらに、電子回折測定から得られた分子構造について、MALDI-TOFMS および NMR による複合解析から得られた結果との整合性から最適な三次元分子構造を導くことが可能です。Figure 2(e)は、MS-NMR分析および XtaLAB Synergy-ED の複合分析から得られた分子構造の解析結果です。

### MS-JASON $^1\text{H}$ NMR spectrum simulation and XtaLAB Synergy-ED : Voriconazole

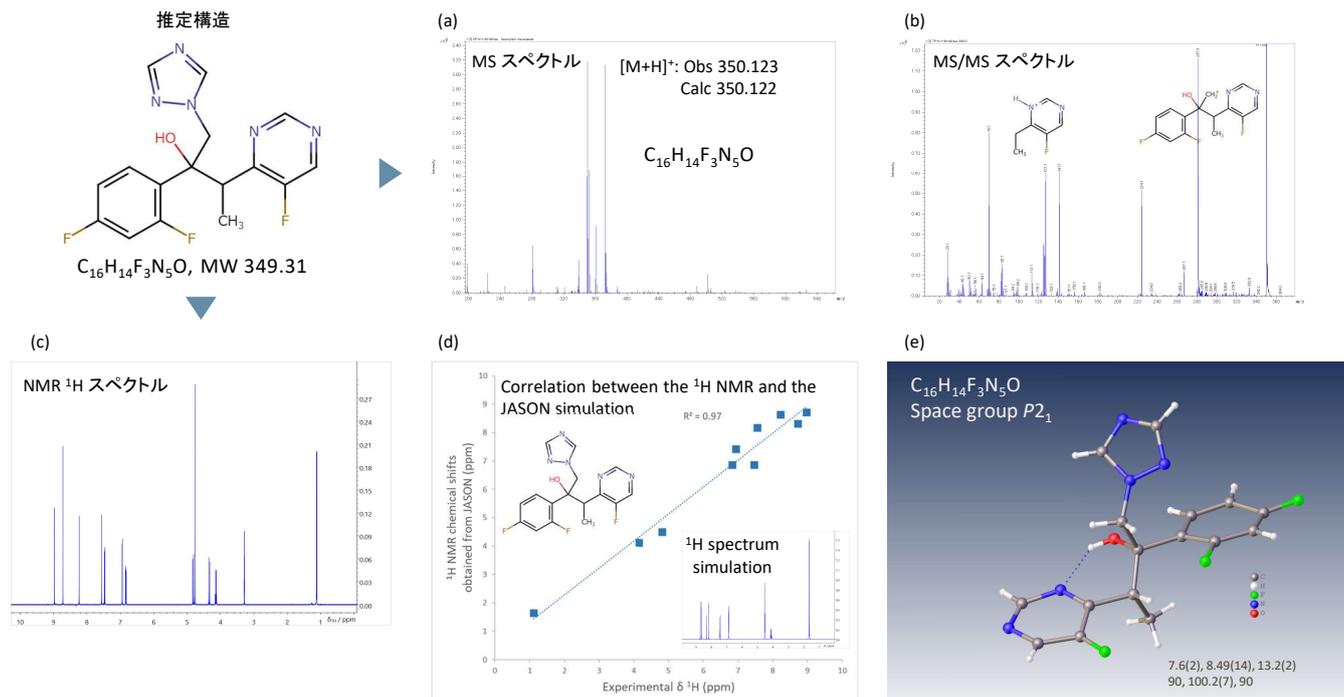


Figure 3. Voriconazoleの三次元分子構造解析結果

JMS-S3000 SpiralTOF™-plus 2.0による (a) MSスペクトルおよび(b) MS/MSスペクトル、JNM-ECZL 500Rによる (c)  $^1\text{H}$  with  $^{19}\text{F}$  decoupling NMRスペクトル、(d) JASON  $^1\text{H}$  spectrum simulation結果および測定された $^1\text{H}$  NMR化学シフトとJASONを使用して予測された $^1\text{H}$  NMR化学シフトの相関関係、(e) XtaLAB Synergy-EDによる電子回折構造解析結果

Figure 3 は、Voriconazole のMALDI-TOFMS、NMRおよびXtaLAB Synergy-EDによる複合分析結果です。MALDI-TOFMSによる精密質量の分析結果 (Figure 3(a))およびMS/MSスペクトル (Figure 3(b))から、分子式および分子構造を推定することができます。また、測定された $^1\text{H}$  NMRスペクトル (Figure 3(c))とJASONによる  $^1\text{H}$  NMR simulation結果の相関関係から、推定された分子構造の整合性をMALDI-TOFMS結果と合わせて評価することができます (Figure 3(d))。Figure 3(e)は、MALDI-TOFMS、NMRおよび XtaLAB Synergy-ED の複合分析から得られた分子構造の解析結果です。MS-NMR複合分析結果を用いて、XtaLAB Synergy-EDより得られた電子回折結果の構造精密化を行いました。

このカタログに掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせください。 Copyright © 2023 JEOL Ltd.

