

2mmMASプローブ: 高速回転と高感度測定が可能なマルチユースプローブ

関連製品: 核磁気共鳴(NMR)

2mmMASプローブは高速回転と高感度測定が可能なマルチユースプローブです。一般的な ^{13}C 測定も感度良く測定できるのに加え、40kHzの高速回転によって高分解能 ^1H スペクトルも得ることができるため、高感度の ^1H 間接観測測定も可能です。他にもスピニングサイドバンドが生じやすい ^{19}F 測定 (JEOL application note: NM180013)や四極子核のMQMAS測定にも適しており、1本で多様な測定に対応できるお勧めのプローブです。



	1mm	2mm	3.2mm
Outer diameter	1mm	2mm	3.2mm
Inner diameter	0.5mm	1.55mm	2.2mm
Maximum spinning frequency	80,000Hz	40,000Hz	22,000Hz
Sample volume	0.8 μl	17 μl	49 μl

^{13}C 感度

2mmプローブは試料量が3.2mmプローブの1/3程度なのにも関わらず、3.2mmプローブの2~3割減程度の感度で ^{13}C 測定が可能です。 ^{13}C CPMAS測定プローブとして十分な感度を有しており、微量試料の測定では特に威力を発揮します。

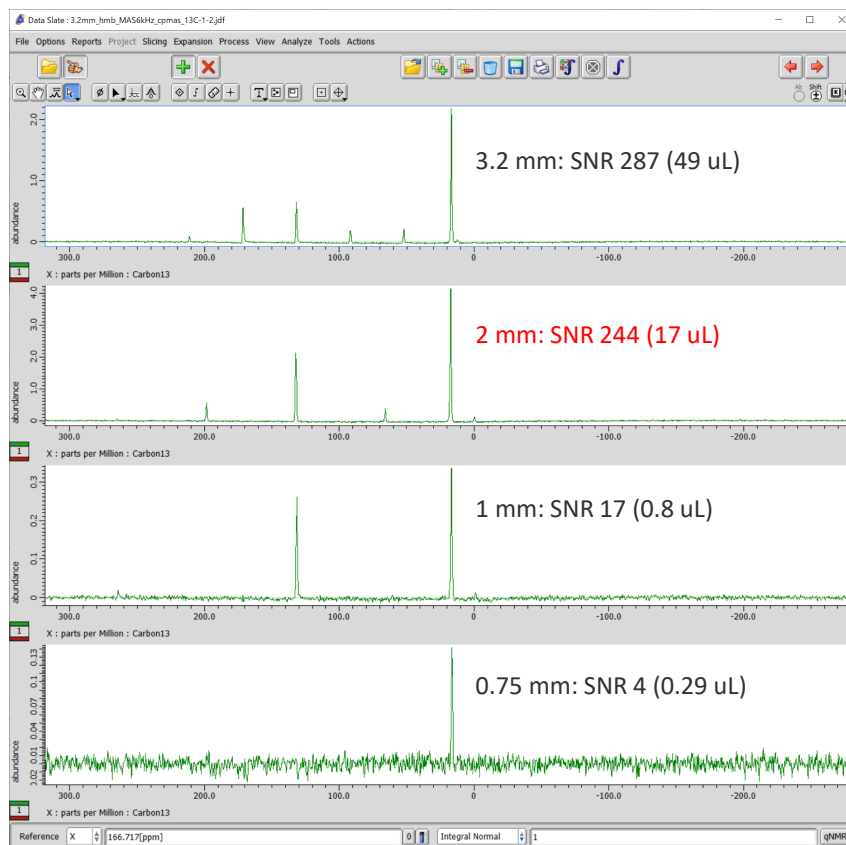


Fig.1 Comparison of ^{13}C sensitivity among various probes. ^{13}C CPMAS spectra for Hexamethylbenzene (HMB) were obtained using 3.2mm, 2mm, 1mm and 0.75mm HXMAS probes. SNRs were calculated using methyl signals of HMB.

MASによる温度上昇

固体MAS測定では回転制御ガスと試料管との摩擦で試料温度が上昇しますが、2mmプローブでは3.2mmプローブに比べ効率よくMASが可能のため、試料温度の上昇を抑えることができます。例えば20kHz MASでは3.2mmプローブでは40℃近く上昇するのに対し、2mmプローブでは5℃の上昇にとどまります。試料温度上昇を抑えながらスピニングサイドバンドの少ない ^{13}C スペクトルを得るには2mmプローブがおすすめです。

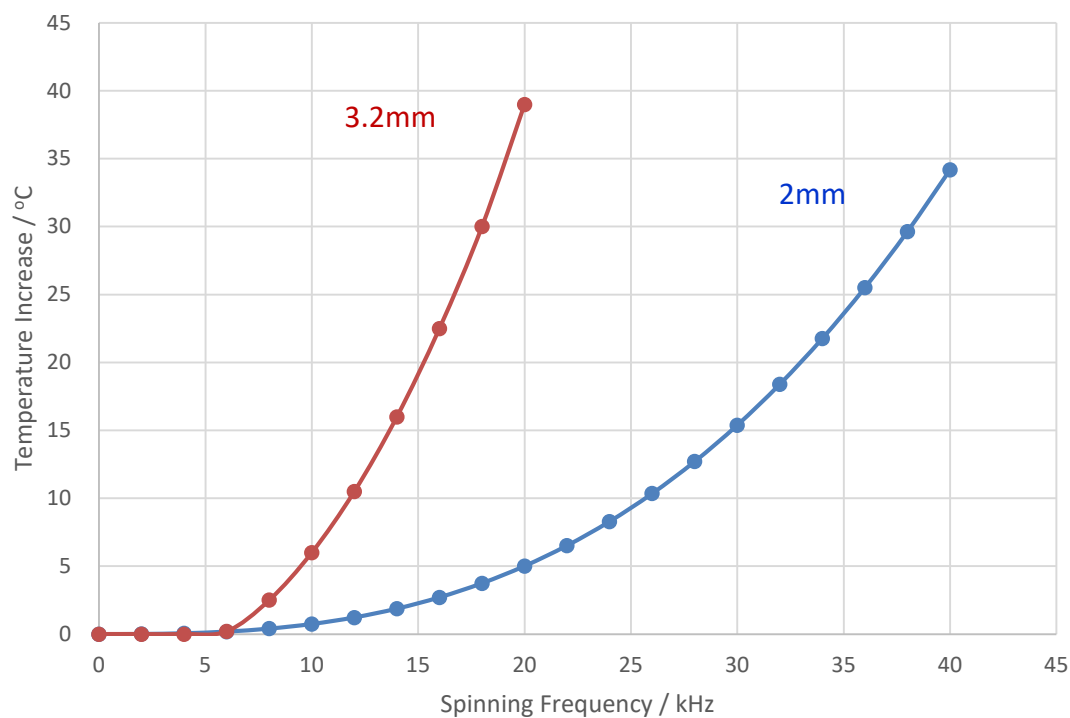


Fig.2 Relation between spinning frequency and temperature increase of samples for 3.2mm and 2mm probes.

^1H 観測X核測定

感度の低い低周波核は感度の良い ^1H を通して間接的に観測することで大幅に感度を改善することができます。2mmプローブは40kHzMASにより高分解能 ^1H 固体スペクトルを取得できますので、高感度の ^1H 観測X核NMRスペクトルを得ることができます。同一試料量での感度は1mmプローブに劣るものの、試料を多く充填できるため、実際には1mmプローブよりも高感度での測定が可能です。ここでは例として1mmプローブと2mmプローブで測定したCimetidineの $^1\text{H}/^{15}\text{N}$ CP-based HSQCスペクトルを示します。2mmプローブを用いることで天然存在比の $^1\text{H}/^{15}\text{N}$ 相関も容易に観測できます。

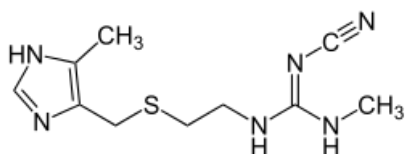


Fig.3. Chemical structure of cimetidine

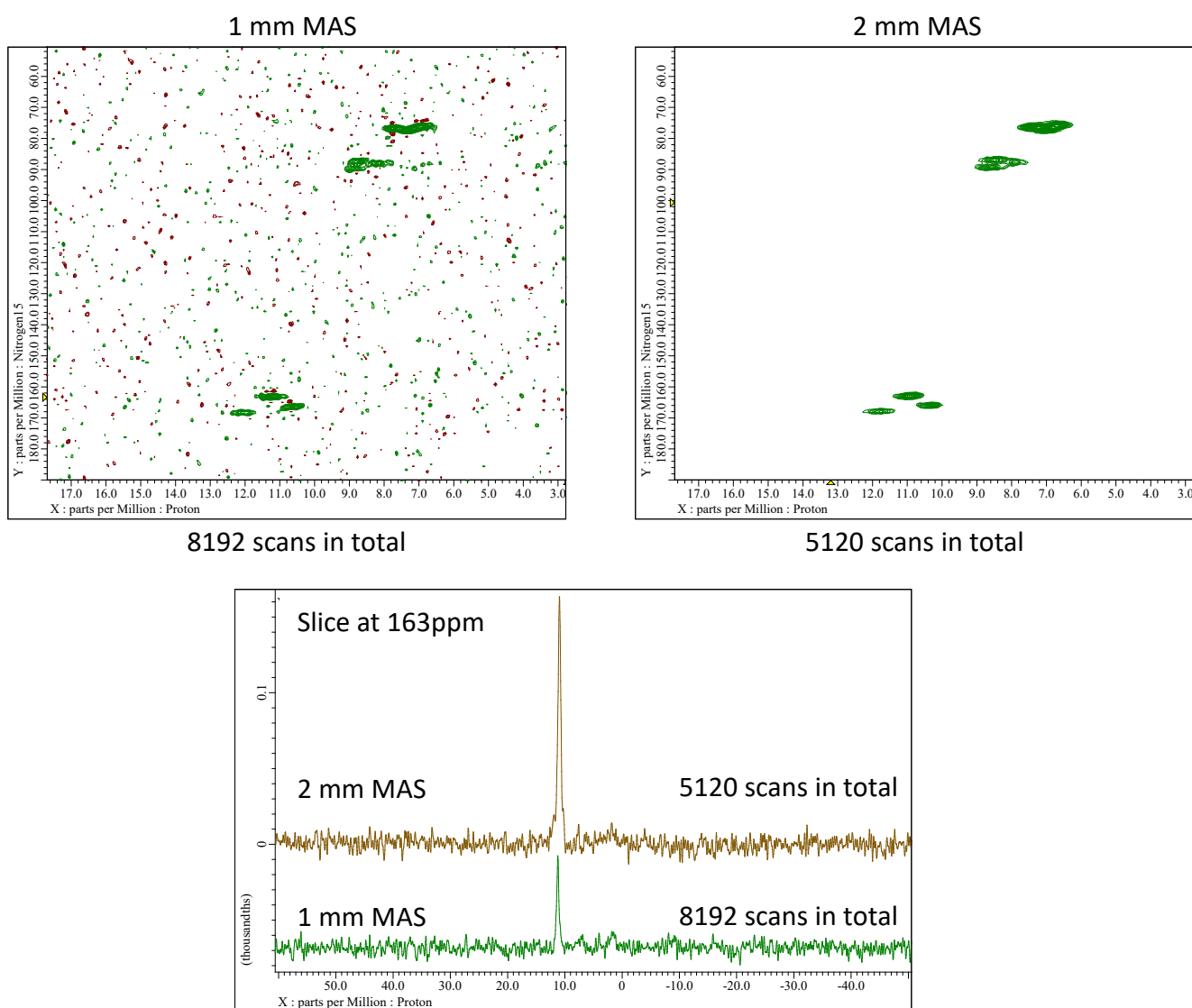


Fig.4 $^1\text{H}/^{15}\text{N}$ CP-based HSQC 2D spectra of cimetidine obtained by 1mm and 2mm HXMAS probes. ^1H sliced spectra at ^{15}N 163ppm are also shown.

MQMAS

2mmプローブは四極子核のMQMAS測定にも効果的です。MQMAS法は四極子核を高分解能で観測できる方法の一つで、一般的な固体NMRプローブで測定できるため広く利用されています。MQMAS法の感度には多量子遷移の励起効率が影響するため、高いrf磁場強度を用いることが重要です。2mmプローブは従来の3.2mmプローブに比べ、より高いrf磁場強度を照射できるため、高感度でのMQMAS測定が可能です。ここでは2mmおよび3.2mmプローブで測定したKyanite(Al_2SiO_5)の ^{27}Al 3QMASスペクトルを示します。

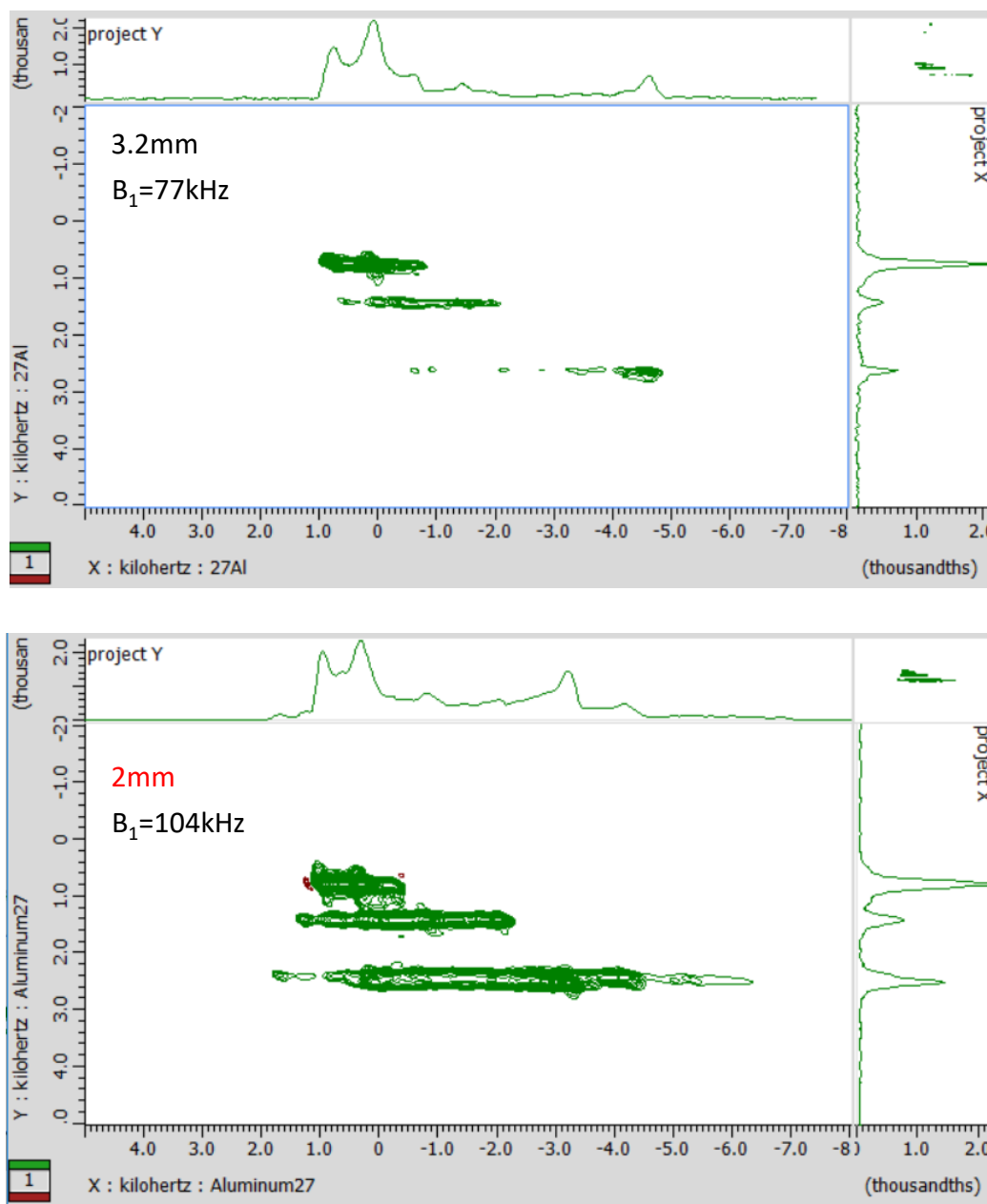


Fig.5 ^{27}Al 3QMAS spectra of kyanite (Al_2SiO_5) obtained by 3.2mm and 2mm HXMAS probes. The rf field strength B_1 of multi-quantum excitation are 77kHz for 3.2mm and 104kHz for 2mm, respectively.

Copyright © 2021 JEOL Ltd.

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。

