



## NMR软件

# 利用KBr标样设定并优化CPMAS探头的魔角方向

### 关键词：

基本设置、CPMAS、日常维护工作、MAS、TopSpin、魔角、iProbe

Innovation with Integrity

为保证固体NMR实验的顺利进行，我们在正式实验之前需要先对谱仪系统的性能进行调节和优化。MAS探头的魔角方向是实现最高分辨率的关键参数之一。该应用文档围绕如何通过TopSpin设置来控制 and 重新调节魔角方向进行展开。默认以下准备工作已经完成：

- prosol表已妥善填写
- 或用户了解所用MAS探头的射频场相关参数。

为了进行这些固体NMR实验，您需要使用一个装有KBr标样的转子，其直径与您使用的探头相匹配。对于大多数探头，调节魔角方向时，其转速应设为5 kHz，对于较小直径的转子（1.3 mm、0.7 mm、0.4 mm），转速应设为40 kHz。

定期检查魔角方向对于进行高灵敏度的魔角旋转实验来说至关重要。如果魔角方向不准确，则需使用“KBr”作为参照化合物重新校准。当KBr的魔角旋转谱图中的主峰与其旋转边带的半峰宽（FWHM）相同，误差在10%以内时，则认为是魔角方向准确。通常需要通过比较主峰与距离其20或40 kHz的旋转边带来判断。TopSpin软件包含一个名为“SETUPMAS”的标准实验，可以使用命令“rpar SETUPMAS all”访问，如图1所示。

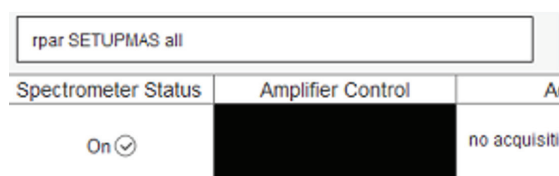


图1: 通过读取标准实验来设置实验参数

通过“getprosol”命令读取脉冲参数后,标准实验参数准备就绪,然后,使用“zg”命令采集第一个参考谱,如图2所示。

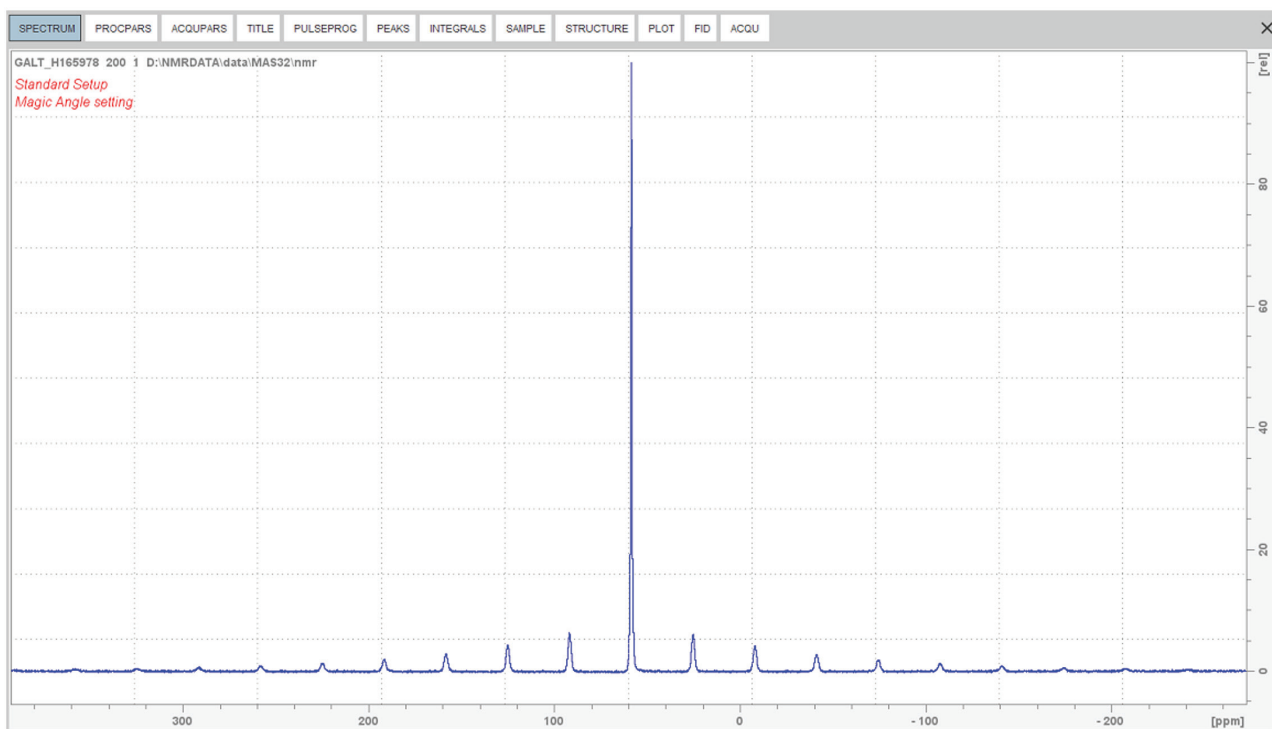


图2:使用标准实验参数采集到的KBr标样的79Br谱

在这种情况下,探头的魔角位置显然不正确,需要重新调节。为了确认这一点,您可以在转子仍保持之前设定的MAS速率下,运行AU程序“Angle\_Check”,如图3所示。该程序将自动评估KBr标样的79Br谱,并将魔角的稳定性状态写入该实验的备注栏(title)。



图3:AU程序,用于检查魔角方向是否满足10%的误差标准

您可以根据当前使用的探头类型选择合适的方法进行MAS探头魔角方向的重新校准:

- iProbe探头:自动调整;
- 非ATMA探头:手动调整。

如果使用的是iProbe探头,您可以在MASDISP界面的相应选项卡中找到自动魔角调节功能(如图4所示)。待程序完成后,按下“保存”按钮,可以将准确的魔角方向参数保存在探头的永久性存储文件内。

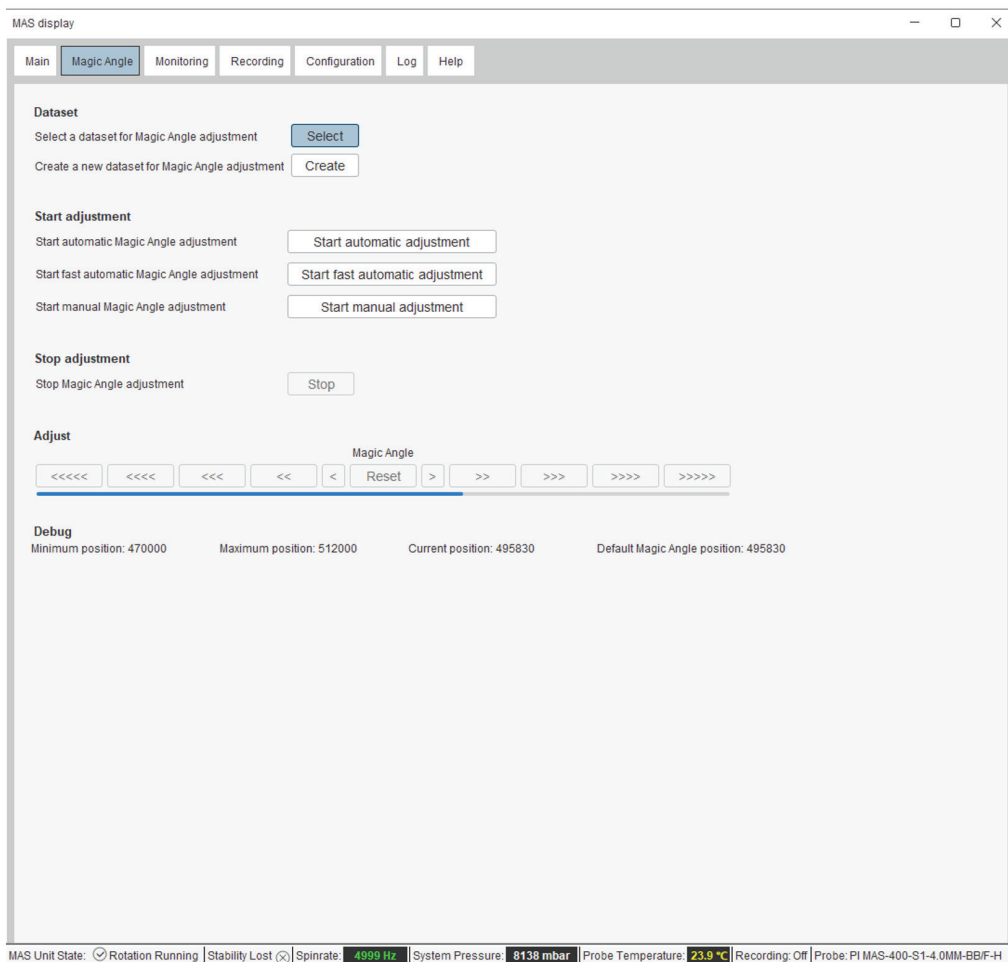


图4: 如果连接的是iProbe探头, 则“MAS disp”界面会显示“魔角”选项卡。点击按钮“启用自动调节”, 即可调用相应的程序, 根据旋转中的标准样品, 重新调节魔角位置。

如果使用的是非ATMA型探头, 则没有完全自动化调整程序可选, 必须手动旋转探头底部的魔角旋钮来重新调整角度位置。为此, 请按照上述说明读取标准实验参数, 填写相应的脉宽值及其对应功率值, 然后在打开的标准实验界面, 输入“gs”, 启动实时采集。接着, 您需要优化<sup>79</sup>Br FID的长度或KBr谱旋转边带的强度。调节魔角, 需要在转动探头底座上的魔角调节杆的同时观察电脑屏幕上的实时采样情况。在最新设计的探头中, 魔角调节杆末端是一个黑色旋钮并标有字母“A”, 代表角度的意思。当FID持续时间为最长或实时傅里叶变换得到的旋转边带强度最高时, 我们认为魔角已调节到最佳位置。

调整完成后, 如果对结果感到满意, 请输入“stop”, 然后使用“zg”命令采样, 获取一个新的参考谱, 将最终的结果存储到标准实验中。无论是通过手动还是自动, 都需要再次调用“Angle\_Check”程序, 来确认设置是否正确或是否需要重新调节。

评估魔角位置是否准确的一个标准是比较中心峰和距离其20或40 kHz的边带的半峰宽。如果这两个峰的线宽相同, 且误差范围在10%以内, 则认为基于KBr标样的魔角设置是准确的, 可以进行基于<sup>13</sup>C的CP等相关实验。但是对于四极核实验, 则需要使用比KBr更精确的标准样品来校准魔角方向, 例如硝酸铷或硫酸铷。



布鲁克磁共振微信公众号

● **布鲁克 (北京) 科技有限公司**

网址: [www.bruker.com](http://www.bruker.com)  
E-mail: [sales.bbio.cn@bruker.com](mailto:sales.bbio.cn@bruker.com)  
布鲁克应用技术咨询:  
400-898-5858  
布鲁克售后技术支持:  
400-898-1088

布鲁克 (北京) 科技有限公司  
北京市海淀区西小口路66号  
中关村东升科技园B-6号楼C座8层  
邮编: 100192  
电话: (010) 58333000  
传真: (010) 58333299

上海办公室  
上海市闵行区合川路  
2570号1号楼9楼  
邮编: 200233  
电话: (021) 51720800  
传真: (021) 51720810

广州办公室  
广州市海珠区新港东路  
618号南丰汇6楼A12单元  
电话: (020) 22365885/  
(020) 22365886