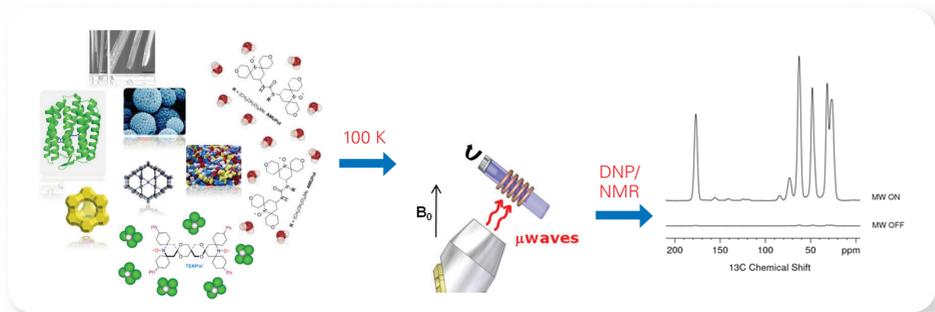


让无形可视化

动态核极化 (DNP) 技术通过微波激发未成对电子的极化, 将电子自旋的强极化传递给核自旋。布鲁克 DNP-NMR 谱仪专为拓展固体 NMR 实验的应用而设计, 动态核极化技术带来的卓越灵敏度和稳定性可以促进固体核磁共振技术在生物固体、材料科学和制药等领域开辟更多新的应用。



回旋管和速调管微波源

截至目前, 已经安装的 38 台布鲁克 DNP-NMR 谱仪配置的定制化回旋管微波源和低温魔角旋转 (LT-MAS) 探头仍保持着最佳性能的记录。此外, 布鲁克还可提供输出功率 5 W 且具有高频率/高功率稳定性的 263 GHz 扩展交互速调管 (EIK)。263 GHz 速调管微波源的 DNP 效率可达到回旋管微波源的 80-100% (具体取决于实际样品), 同时, 其购买价格、占地面积和设施要求较低。

磁场	¹ H NMR 频率	EPR/μ 波频率	微波源
9.4 T	400 MHz	263 GHz	速调管
14.1 T	600 MHz	395 GHz	回旋管
18.8 T	800 MHz	527 GHz	回旋管
21.1 T	900 MHz	593 GHz	回旋管

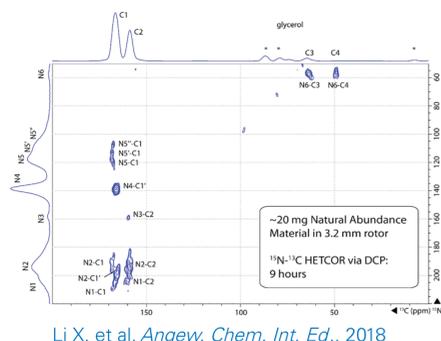
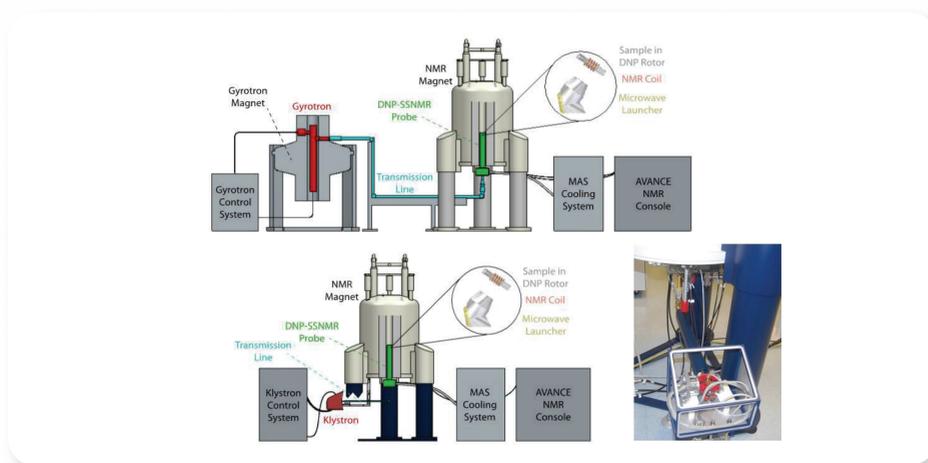


图 1: 掺有 15mM AMUPol 水溶液的氮化碳聚合物材料在 5w 的微波功率下, 实现了优异的 DNP 信号增强倍数 (71 倍), 因此, 即使是没有进行同位素富集的天然丰度样品, 在布鲁克 DNP-NMR 谱仪上也能快速获得 ¹⁵N-¹³C 相关谱。

1.3 mm 和 1.9 mm MAS DNP 探头

DNP LTMAS 探头的工作温度范围为 100-200 K, 支持冷插拔。可供选择的 LT-MAS 探头有 HCN、HX、HXY (多样性的 X/Y 组合) 等多种共振模式或低频配件, 以及多种不同尺寸的转子, 以此来满足 400-900MHz 谱仪在不同应用领域的需求。

- 3.2 mm: 15 kHz MAS @ 100 K
- 1.9 mm: 24 kHz MAS @ 100 K
- 1.3 mm: 40 kHz MAS @ 100 K

1.3 mm 探头优化了样品微波耦合, 可实现较高 DNP 效率和快速魔角旋转。

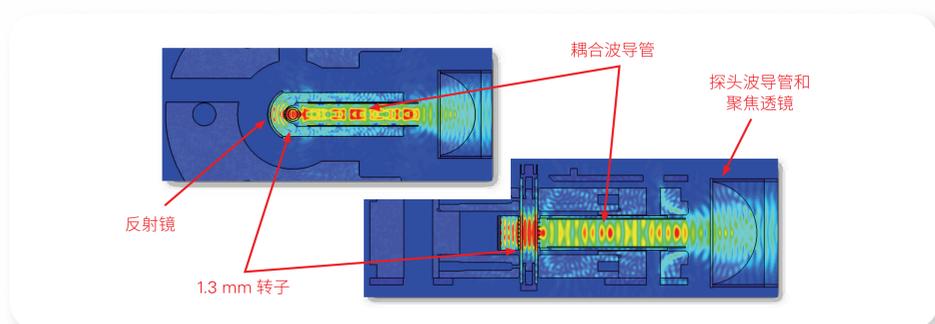


图 2: 在 263 GHz 磁场强度下, 使用 1.3 mm 优化 DNP 转子和波导管的 EM 模拟结果。

快速 MAS + DNP

与传统固体 NMR 类似, 快速魔角旋转技术能有效平均掉偶极耦合作用, 实现去耦, 通常可产生有利的弛豫特性, 甚至可支持 ¹H 检测。同时, 通过结合 DNP 带来的显著信号增强效应, 该技术在结构生物学和材料科学领域开辟了一系列全新应用。

对于数量有限的样品, 1.3mm DNP 探头可提供理想的灵敏度。例如, 对于 ¹³C-¹⁵N 特异性氨基酸标记的二氢叶酸还原酶样品, 只需要 4μL 浓度为 0.65mM 的样品, 在短短 26 分钟时间内即可获得一张 ¹H-¹³C 异核相关谱。

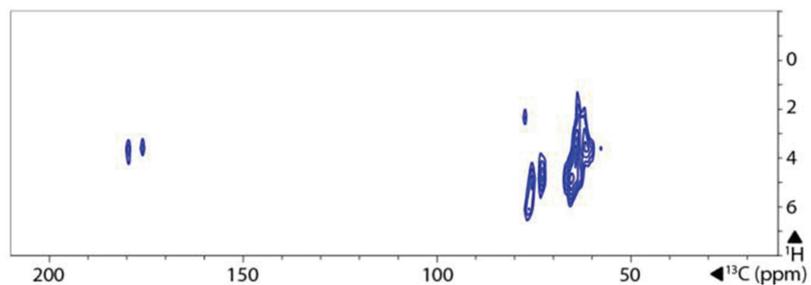


图 3: 浓度为 0.65mM 的 ¹³C-¹⁵N 特异性氨基酸标记二氢叶酸还原酶 (转子中的蛋白质为 2.6 纳摩尔) 的 ¹H-¹³C 固体异核相关二维谱 (HETCOR), 极化试剂为 20mM TOTAPOL 溶解在 3:7 v/v 甘油 -d₆/D₂O 缓冲液中, 魔角旋转速率为 40kHz。

总结

- 为高磁场条件下的 DNP 增强固体 NMR 实验提供了一站式解决方案。
- 可提供独特的高功率 CW 回旋管微波源 (频率包括 263 GHz、395 GHz、527 GHz、593 GHz)。
- 可供选择的 263 GHz 速调管微波源使 DNP-NMR 技术不再触不可及。
- 低温 (100K) MAS 探头技术, 内置波导管和冷旋气体供应。
- 多种不同类型的样品, 均可实现 DNP 信号显著增强。