

# Hautes performances en Résonance Magnétique Nucléaire Applications

Elodie Salager

Université de Lyon,  
CNRS / ENS Lyon / UCBL

Centre de RMN à très hauts champs, 5 rue de la Doua, Villeurbanne



## Le déplacement chimique

Chaque noyau ressent un champ magnétique légèrement différent, dépendant de son environnement.

$$\vec{B}_{local} = \vec{B}_0 - \sigma \vec{B}_0$$

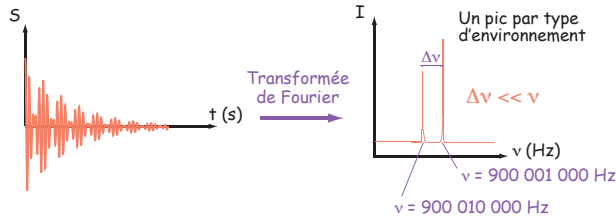
Champ induit par les électrons environnants

La fréquence de précession des noyaux est légèrement modifiée:

$$\nu = \nu_0(1 - \sigma)$$

Blindage (<10 kHz pour <sup>1</sup>H)

Pour observer toutes les fréquences présentes dans le signal temporel, on effectue une transformée de Fourier.



Pour avoir une quantité indépendante du champ magnétique, on définit le **déplacement chimique** :

$$\delta = \frac{\nu - \nu_{ref}}{\nu_0} = \sigma_{ref} - \sigma$$

Exprimé en parties par million (ppm) = 10<sup>-6</sup> Hz.  
Typiquement δ = 0-14 ppm pour <sup>1</sup>H.

Le déplacement chimique contient des informations sur l'environnement du noyau. On peut en déduire des **propriétés structurales**.

Les variations dues au déplacement chimique sont faibles donc le champ magnétique total doit être très stable :  
- dérive < 5 Hz/h (10<sup>-9</sup> par rapport au champ total)  
- homogénéité spatiale > 0.1 Hz sur 3 cm<sup>3</sup> (10<sup>-10</sup> par rapport au champ total)

## Pourquoi des champs élevés?

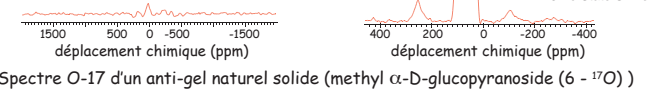
### Sensibilité

Plus le champ magnétique sera intense, plus le moment macroscopique sera élevé.



9.4 Tesla (400 MHz)

19.6 Tesla (830 MHz)

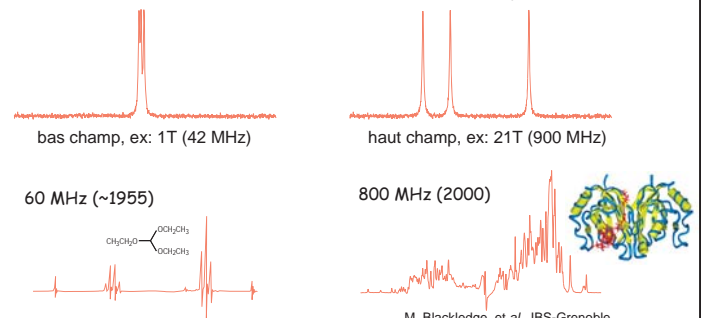


Spectre O-17 d'un anti-gel naturel solide (methyl α-D-glucopyranoside (6 - <sup>17</sup>O))

Prof. P.J. Grandinetti, Ohio State University.

### Résolution

L'écartement des pics augmente avec le champ B<sub>0</sub>.



bas champ, ex: 1T (42 MHz)

haut champ, ex: 21T (900 MHz)

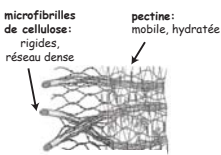
60 MHz (~1955)

800 MHz (2000)

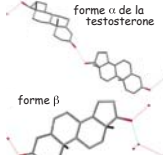
M. Blackledge, et al., IBS-Grenoble

## RMN des solides

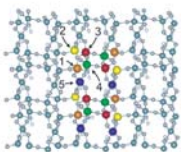
### Polymères



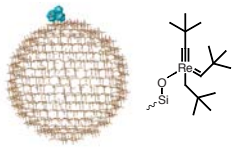
### Chimie organique



### Matériaux



### Chimie de surface, catalyse



### Biologie structurale

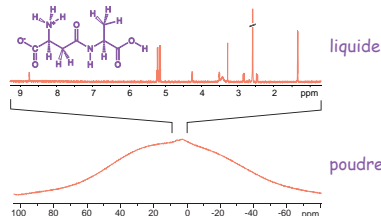


La RMN du solide permet d'étudier de nombreux types de matériaux sous forme solide : composés pharmaceutiques, nanomatériaux, catalyseurs, plaques responsables de la maladie d'Alzheimer...

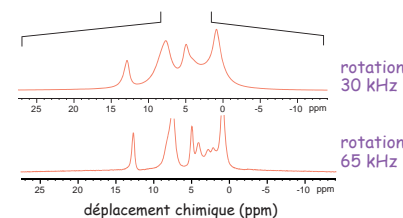
## Recherche actuelle

### Spectres <sup>1</sup>H en solide ?

A l'état liquide, les interactions dipolaires sont moyennées par le mouvement brownien des molécules.  
A l'état solide, ces interactions provoquent un élargissement des raies.



La rotation de l'échantillon à l'angle magique θ<sub>m</sub> (MAS, pour Magic Angle Spinning) permet de moyenniser en partie ces interactions pour retrouver l'information de déplacement chimique (donc des informations structurales).

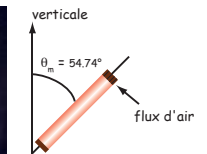
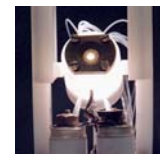


## Rotation à l'angle magique

La rotation à l'angle magique est effectuée en mettant l'échantillon dans un rotor. Le stator est situé au centre du spectromètre et est orienté à l'angle magique. Un premier flux d'air soulève le rotor pour éviter le contact avec le stator, un deuxième flux d'air souffle sur les hélices pour mettre le rotor en rotation.



schéma et photo de stator



orientation du rotor

On réalise des rotors de plus en plus petits pour pouvoir les faire tourner de plus en plus vite.

### Rotors

diamètre  
vitesse maximale  
vitesse du bord extérieur (m.s<sup>-1</sup>)



1.3 mm 2.5 mm 3.2 mm 4 mm 7 mm

70 kHz 35 kHz 23 kHz 18 kHz 8 kHz

285 275 231 226 176 < v<sub>son</sub>

A 70 kHz (4 200 000 tours/min), la température dans l'échantillon s'élève de 50°.