

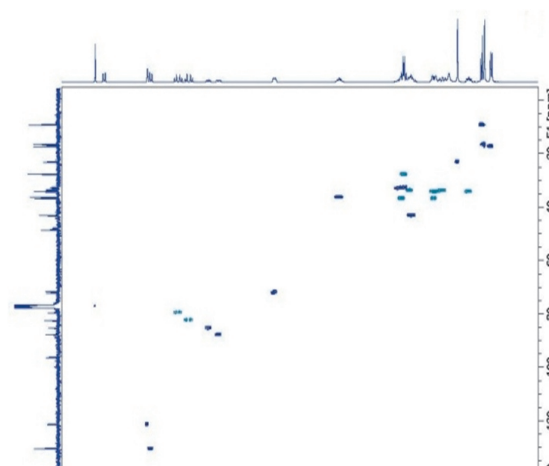
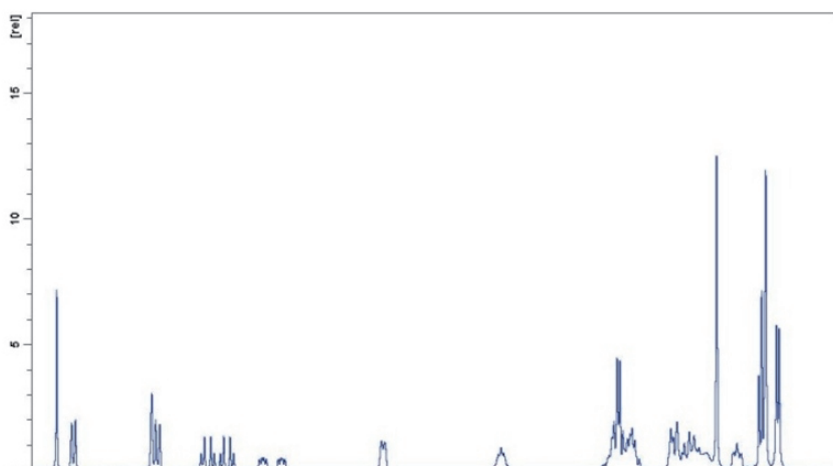


ILV

Institut Lavoisier de Versailles

RMN (RÉSONANCE MAGNÉTIQUE NUCLÉAIRE)

La **Résonance Magnétique Nucléaire** est l'outil d'analyse actuellement le plus utilisé en chimie organique. Elle permet d'obtenir des informations qualitatives ou quantitatives sur l'échantillon analysé, suivant la séquence d'impulsion employée. Les noyaux les plus souvent étudiés sont le ^1H , le ^{13}C , le ^{31}P , le ^{19}F et le ^{15}N qui présentent, pour la plupart, un spin nucléaire non nul égal à $\frac{1}{2}$.





La RMN du ^1H , ^{19}F et du ^{31}P est relativement rapide et permet une analyse quantitative aisée. Grâce à l'interprétation de la nature des massifs obtenus sur le spectre (multiplets) et à la connaissance empirique des déplacements chimiques des noyaux présents dans chaque groupement fonctionnel, il est possible d'identifier en partie la structure développée de toutes les molécules organiques par application d'un raisonnement logique simple. Cependant, l'utilisation de la RMN du ^{13}C et du ^{15}N ainsi que l'emploi de séquences à 2 dimensions sont nécessaires à l'interprétation complète d'un spectre et donc à l'identification d'une molécule.

Equipements



Spectromètre Bruker AVANCE1 300MHz équipé de :

- Une sonde BBFO gradient Z et module ATMA
- Une sonde BBI gradient Z
- Une sonde BB10 allant du ^{31}P (121.49MHz) au ^{183}W (12,48MHz)
- Une sonde QNP (^{13}C , ^{31}P , ^{19}F et ^1H)
- Une unité de température variable
- Un passeur d'échantillons
- Logiciel : Topspin2.1

Cet appareil est utilisé pour les analyses de routine, ainsi que pour des analyses

spécifiques.

Spectromètre Bruker DPX 200MHz équipé de :

- Une sonde QNP (13C, 31P, 19F et 1H).
- Logiciel : Topspin 1.3

Cet appareil est dédié aux analyses de routine.

Spectromètre Bruker AV-I 400MHz équipé de :

- Une sonde BBI avec gradient z
- Deux sondes BB10
- Logiciel : Topspin 2.1

Cet appareil est utilisé pour études spécifiques.

Spectromètre Bruker AV-I 500MHz équipé des sondes:

- MAS-4mm-(H,F)-X
- MAS-3.2mm-H-X-Y
- MAS-2.5mm-H-F-X
- MAS-2.5mm-(H,F)-X
- MAS-2.5mm-H-F-X-Y-Z
- BBO-10mm(liquide sans signal Al 27)
- Logiciel : Topspin 2.1

Cet appareil est dédié aux analyses multi-irradiation.



Le service de Résonance Magnétique Nucléaire Liquide de l'Institut Lavoisier est ouvert à la communauté scientifique désirant réaliser des analyses en RMN.

Travaux

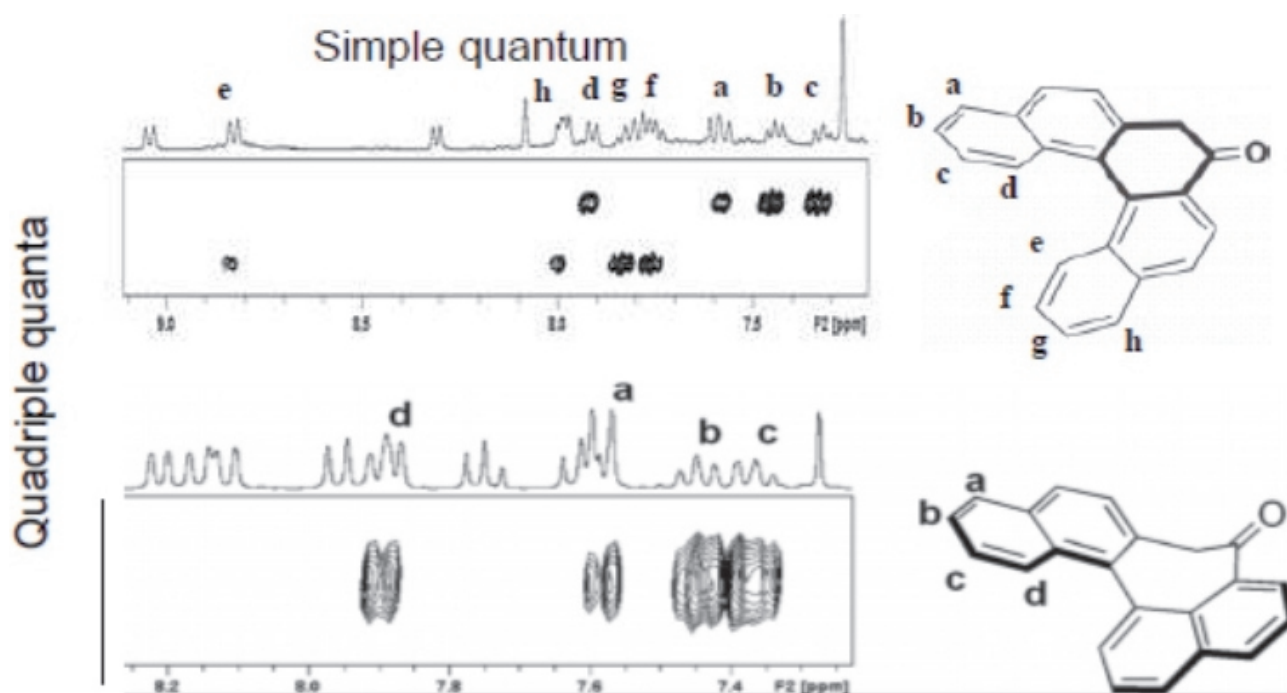
RMN Avance Bruker 300 MHz.

Etudes structurales

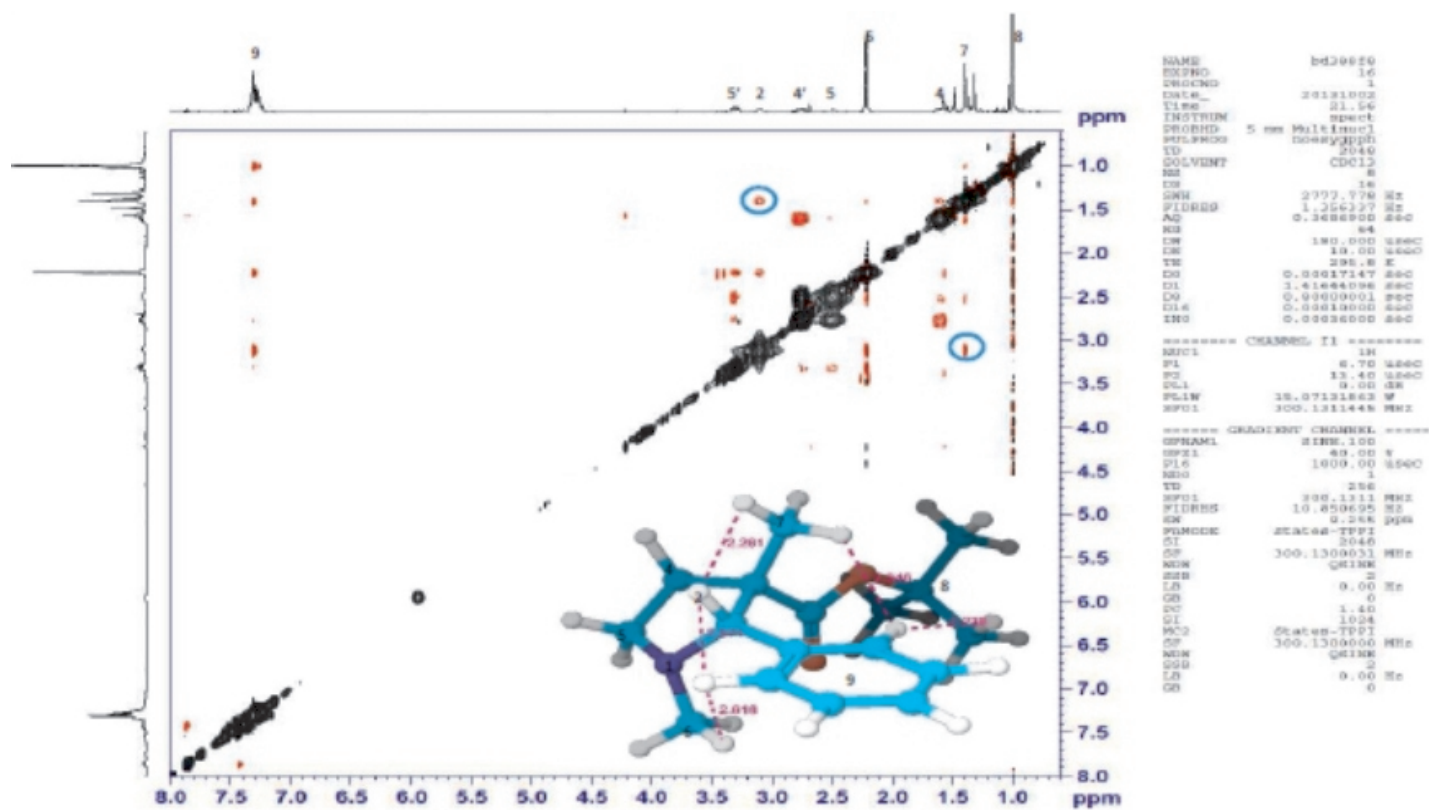
Etudes structurales de composés synthétisés par les chimistes de l'institut.

Différenciation des rotamères (par coalescences), des régiomères et des diastéréomères par des expériences de routines et/ou spécifiques.

Exemples :

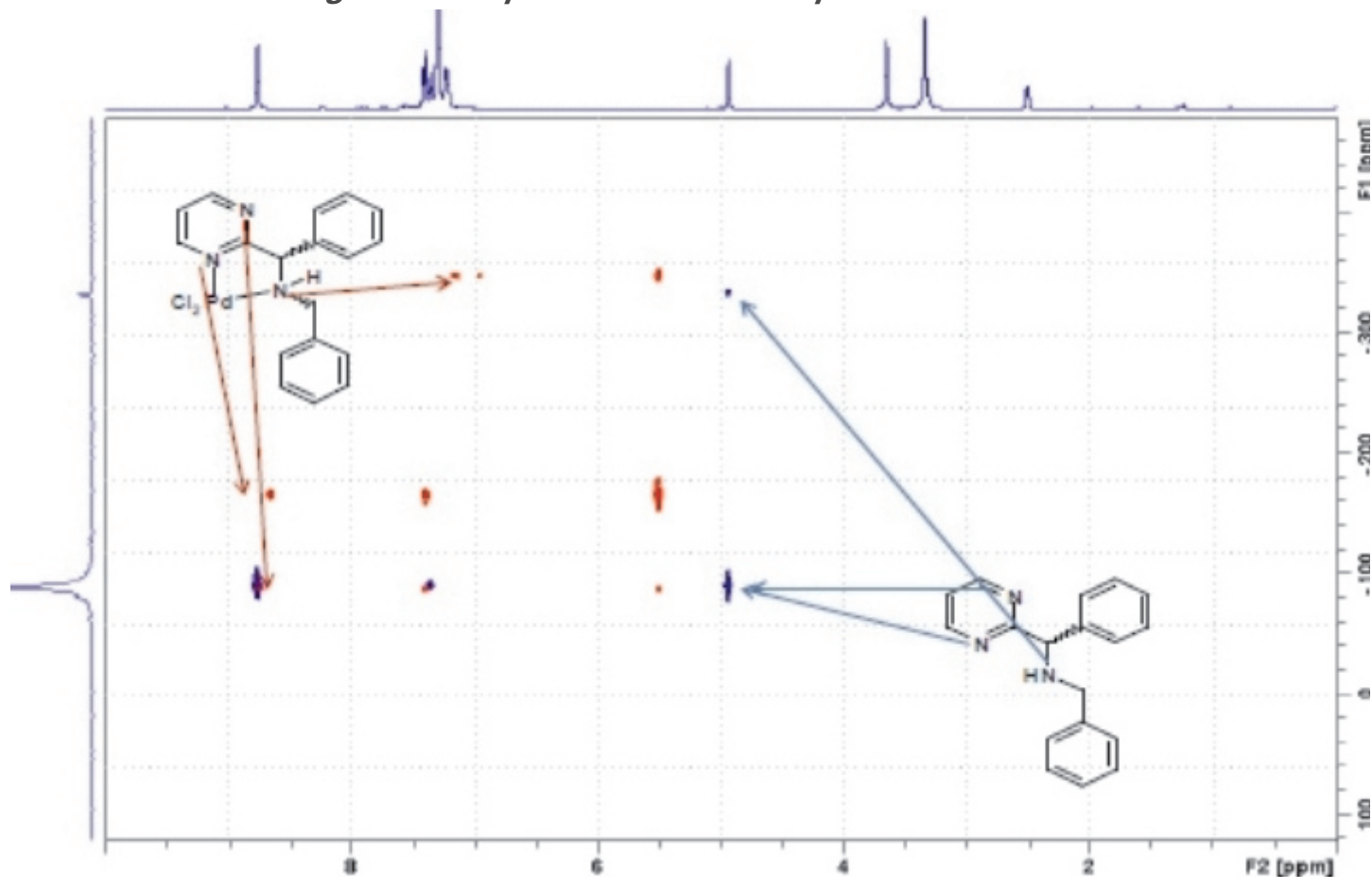


<http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/ejoc.201201370/abstract>



<http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/ejoc.201301536/abstract>

Différenciation de ligands complexés ou non-complexés

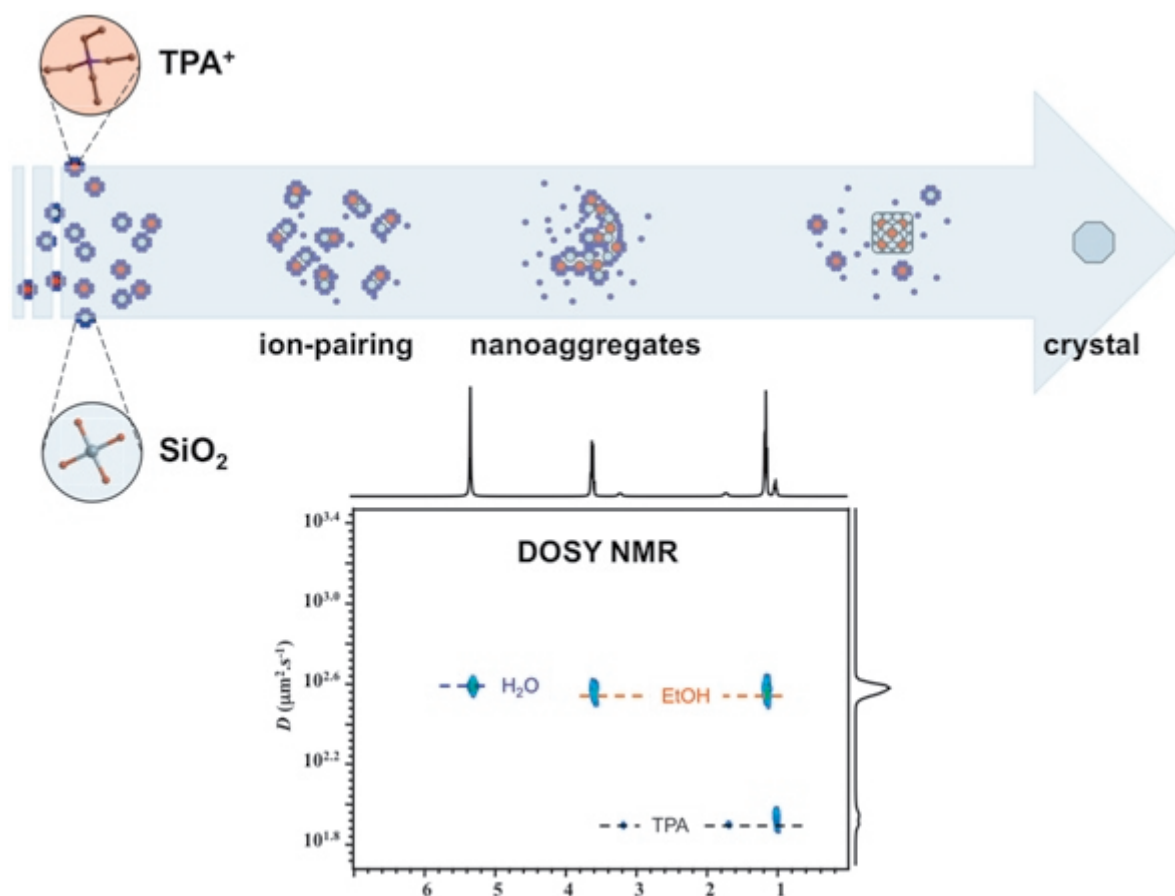


]

RMN Avance Bruker 400 MHz.

Mesures de coefficient de diffusion : méthodologie DOSY

Grâce aux récents développements méthodologiques, les mesures de diffusion par DOSY sont devenues populaires et plus accessibles. Elles couvrent un large domaine d'applications pour l'analyse de mélanges complexes, de processus dynamiques ou d'assemblage supramoléculaires. L'exemple montré ci-dessous est une application de la technique à l'étude de l'occlusion du cation TPA dans les nanoaggrégats de précurseurs de la zéolithe silicalite-1.



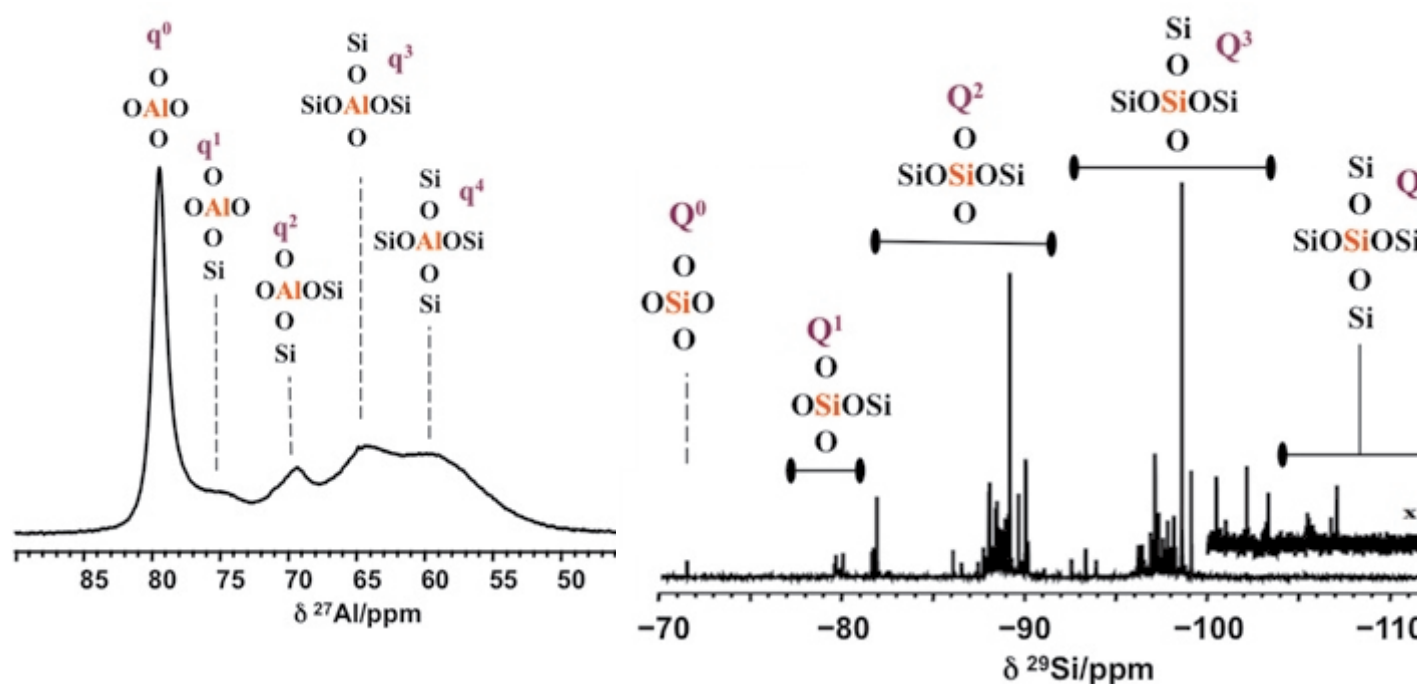
RMN Avance Bruker 500 MHz.

RMN liquide

RMN ²⁹Si, ²⁷Al et ¹¹B sans bruit de fond.

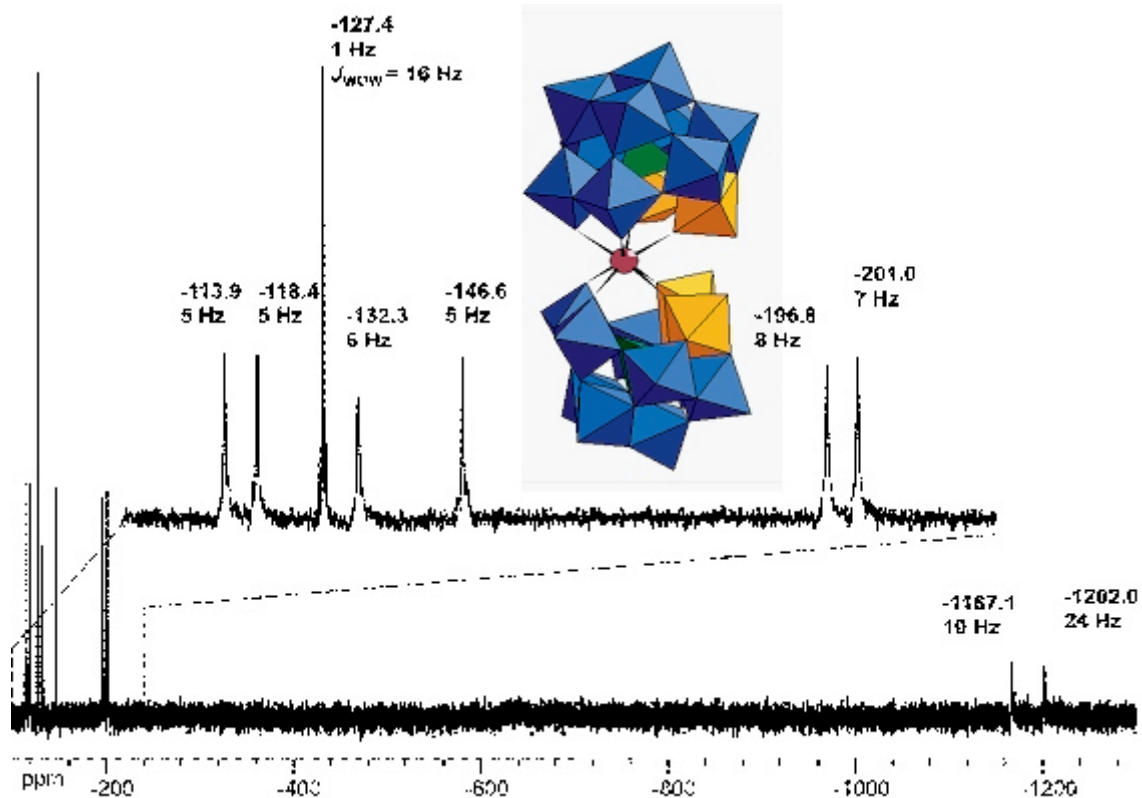
Nous disposons d'une tête de sonde 10 mm modifiée sans composant vitreux, adaptée pour des mesures RMN ²⁷Al, ²⁹Si et ¹¹B. Les spectres RMN sans bruit de fond permettent une analyse quantitative, notamment pour les résonances larges et

distribuées. Des exemples typiques de spectres RMN ^{27}Al et ^{29}Si d'aluminosilicates en solution sont présentés sur la figure ci dessous.



RMN des polyoxométallates : noyaux bas-gamma

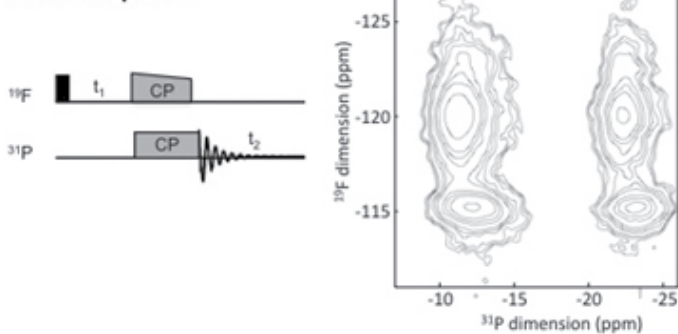
Nous disposons d'une tête de sonde 10 mm spécifique pour les expériences RMN de noyaux bas-gamma (notamment ^{183}W). La figure ci-dessous montre le spectre ^{183}W d'un sel de lithium de $\{\text{Eu}(\text{SiW}_9\text{Mo}_2\text{O}_{39})_2\}^{13-}$ dans une solution de D_2O , montrant la présence des 9 sites W attendus pour une forme dimère de symétrie ponctuelle C_2 . Ceci est en accord avec la conformation éclipsée déterminée par DRX.



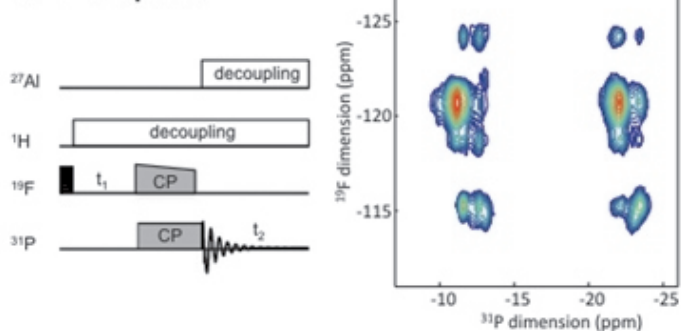
RMN solide

Sonde RMN MAS 2.5 mm 1H-19F-X-Y permet des irradiations simultanées sur les canaux 1H et 19F. Cette technologie est bien adaptée pour des solides contenant des noyaux 1H et 19F (MOFs, zéolithes, aluminés fluorés, composés pharmaceutiques, etc) car elle offre une meilleure résolution (double-découplage 1H-19F, voir figure ci-dessous) et l'accès à de nouvelles données (distances ou corrélations H-F).

Standard probe

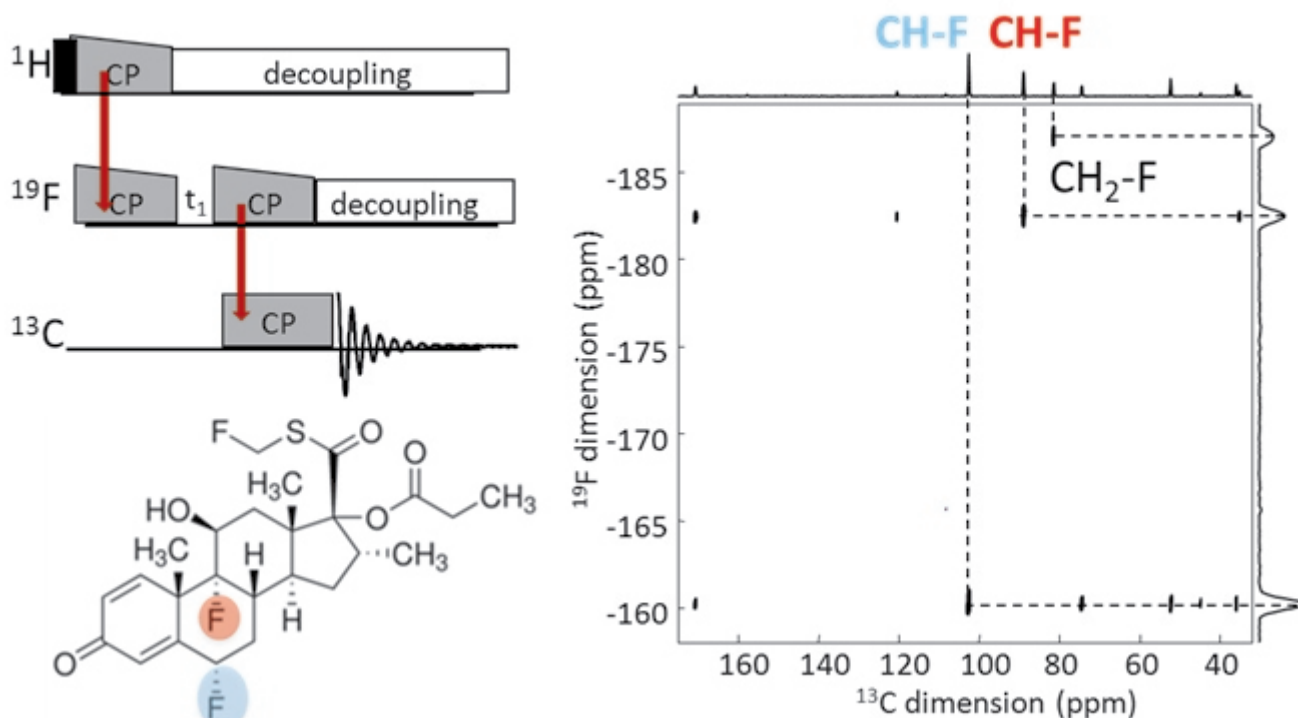


^1H - ^{19}F -X-Y probe



Méthodes RMN solide : noyaux quadripolaires, méthodes de découplage et corrélation homo/hétéronucléaire.

La figure ci-dessous présente le spectre RMN double-CP en cascade 1H19F13C obtenu sous double-découplage (1H-19F) d'un principe actif fluoré. Ce spectre permet l'attribution des raies 19F aux raies 13C correspondantes.



Matériel : sondes MAS de 4 à 1.9 mm, double ou triple résonance, sonde 2.5 mm quadruple résonance ^1H - ^{19}F -X-Y

LE SERVICE DE RMN DE L'INSTITUT LAVOISIER EST OUVERT À TOUTE LA COMMUNAUTÉ SCIENTIFIQUE.

Responsable 200MHz & 300MHz :

[Flavien Bourdreux](#)

Tél : 01.39.25.43.59

Email : flavien.bourdreux@uvsq.fr

Responsable 400MHz & 500MHz :

[Mohamed Haouas](#)

Tél : 01.39.25.44.75

Email : mohamed.haouas@uvsq.fr