

## Service 9 de la PAC

### Résonance Magnétique Nucléaire / RMN des Matériaux

Bâtiment Recherche Balard / PAC / Pièces RJPA 51-52-56-57

#### Contacts

##### Responsable du service

Philippe Gaveau / [philippe.gaveau@umontpellier.fr](mailto:philippe.gaveau@umontpellier.fr) / 04 48 79 21 31 / RJPA23

##### Responsables Techniques

RMN liquide Cédric Totée / [cedric.totee@enscm.fr](mailto:cedric.totee@enscm.fr) / 04 48 79 21 33 / RJPA30

RMN solide Emmanuel Fernandez / [emmanuel.fernandez@enscm.fr](mailto:emmanuel.fernandez@enscm.fr) / 04 48 79 21 32 / RJPA24

##### Gestionnaire

Jennifer Estrach / [jennifer.estrach@umontpellier.fr](mailto:jennifer.estrach@umontpellier.fr) / 04 48 79 22 13 / RJLG09

Pour les questions plus générales

[balard-pac@umontpellier.fr](mailto:balard-pac@umontpellier.fr)

Pour le plateau Technique ICGM

[benedicte.prelot@umontpellier.fr](mailto:benedicte.prelot@umontpellier.fr)



#### RMN DU LIQUIDE

Caractérisation de structure : des petites molécules aux polymères.

Méthodes RMN avancées de la 1D à la 3D.

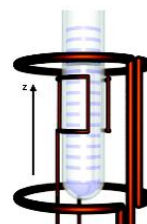
Sonde optimisée <sup>19</sup>F et techniques spécifiques à la RMN du fluor.

Mesure de coefficient de diffusion.

Expériences à température variable -50 à 150 °C.

Expériences haute pression jusqu'à 1kbar.

Contact : Cédric Totée



#### Avance III HD 400

BRUKER



RMN du liquide

#### Avance 400

BRUKER



RMN du liquide

## VNMRS 300

VARIAN

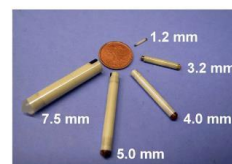
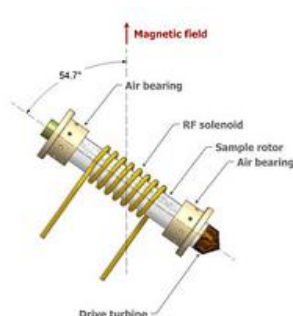


RMN du solide

### RMN DU SOLIDE

Analyse structurale non destructive de matériaux organiques, inorganiques ou hybrides.  
Détermination de l'environnement local de molécules au sein du matériau.  
Accès à la majorité des noyaux actifs en RMN.  
Grand parc de sondes MAS : 1,2mm à 9,5mm.  
Spectromètres 2, 3 et 4 canaux.  
Expériences 1D, 2D, haute résolution solide.  
Expériences à température variable -150 à 250 °C.

Contacts : *Philippe Gaveau*  
*Emmanuel Fernandez*



## VNMRS 600

VARIAN



RMN du solide + HRMAS

## VNMRS 400

VARIAN



RMN du solide

### RMN HRMAS

Haute Résolution à l'angle magique pour les gels, colloïdes et interfaces solide-liquide.  
Sondes spécifiques  $^1\text{H}$  et  $^{19}\text{F}$ .  
Expériences à température variable.  
Contact : *Cédric Totée*



Le service accueille plus de 200 utilisateurs par an, issus non seulement du milieu universitaire Montpelliérain (Pôle Chimie Balard, Laboratoire de Physique), mais aussi des laboratoires extérieurs à l'Université (INRA, CIRAD, CEA Marcoule, École des Mines d'Alès, Arkema, ANSM, Université de Twente/Pays Bas).

Grace à son large éventail de spectromètres et de sondes RMN, le service propose l'ensemble des analyses standards en RMN du liquide ( $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{19}\text{F}$ ,  $^{31}\text{P}$ ,  $^{15}\text{N}$ ,  $^{29}\text{Si}$ , ...) et en RMN du solide ( $^1\text{H}$ ,  $^7\text{Li}$ ,  $^{11}\text{B}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{19}\text{F}$ ,  $^{27}\text{Al}$ ,  $^{29}\text{Si}$ ,  $^{31}\text{P}$ , ...). La plupart des séquences de pulse classiques sont implémentées. La diversité des équipements permet une grande variété des configurations expérimentales.

### Spécificités en RMN du liquide

- Sonde dédiée pour le  $^{19}\text{F}$  avec séquences de pulse et découplages spécifiques.
- Cellule haute pression "Daedalus Innovations" jusqu'à 1 kBar.

### Spécificités en RMN du solide

- Nombreuses sondes large bande et équipements "low-gamma" permettant l'accès aux noyaux plus « difficiles » :  $^{17}\text{O}$ ,  $^{43}\text{Ca}$ ,  $^{14}\text{N}$ ,  $^{71}\text{Ga}$ , ... Compétences locales pour ce type d'analyse.
- Sonde MAS 2.5mm 4 canaux  $^1\text{H}$  /  $^{19}\text{F}$  / X / Y adossée aux 4 canaux du 600MHz.
- Sonde MAS 1.2mm et 1.6mm pour les très hautes vitesses.
- Sonde 7.5mm et 9.5mm pour les noyaux peu sensibles.

### HRMAS

Le service dispose de 2 sondes HRMAS utilisées en standard pour les analyses  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{19}\text{F}$ ,  $^{29}\text{Si}$ ,  $^{31}\text{P}$  sur le 600MHz.  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$  sur le 400MHz.

## Procédure à suivre pour prise de rendez-vous

### Libre-service RMN du liquide (mode automatique)

L'utilisation des passeurs d'échantillons sur les spectromètres RMN du liquide est conditionnée au suivi d'une formation au "mode automatique" dispensée par le service. Les demandes de formation sont à adresser à Emmanuel Fernandez ([emmanuel.fernandez@enscm.fr](mailto:emmanuel.fernandez@enscm.fr)).

### Mode manuel en liquide, solide et HRMAS

Les analyses en mode manuel sont effectuées après discussion avec le personnel en charge des appareils. La prise de rendez-vous s'effectue auprès de Cédric Totée ([cedric.totee@enscm.fr](mailto:cedric.totee@enscm.fr)) pour le liquide et/ou HRMAS et Emmanuel Fernandez ([emmanuel.fernandez@enscm.fr](mailto:emmanuel.fernandez@enscm.fr)) pour le solide. Un créneau d'analyse sera fixé suite à cette discussion.

### Exemples d'études menées à l'ICGM et utilisant le service RMN

*Functionalised Polyhedral Oligomeric Silsesquioxane with Encapsulated Fluoride - First Observation of Fluxional Si Center Dot Center Dot Center Dot F Interactions in POSS.* Laird, M.; Totee, C.; Gaveau, P.; Silly, G.; der Lee, A.; Carcel, C.; Unno, M.; Bartlett, J. R.; Wong Chi Man, M. *Dalt. Trans.*, **2021**, 50 (1), 81–89. DOI : 10.1039/d0dt03057k



*Effect of the Molecular Structure of Poly(3-Hydroxybutyrate-Co-3-Hydroxyvalerate) (P(3HB-3HV)) Produced from Mixed Bacterial Cultures on Its Crystallization and Mechanical Properties.* Bossu, J.; Angellier-Coussy, H.; Totee, C.; Matos, M.; Reis, M.; Guillard, V. *Biomacromolecules*, **2020**, 21 (12), 4709–4723. DOI : 10.1021/acs.biomac.0c00826

*May Trifluoromethylation and Polymerization of Styrene Occur from a Perfluorinated Persistent Radical (PPFR)?* Briou, B.; Gimello, O.; Totee, C.; Ono, T.; Ameduri, B. *Chem. Eur. J.*, **2020**, 26 (68), 16001–16010. DOI : 10.1002/chem.202002602

*Direct O-17 Isotopic Labeling of Oxides Using Mechanochemistry.* Chen, C.-H.; Gaillard, E.; Mentink-Vigier, F.; Chen, K.; Gan, Z.; Gaveau, P.; Rebiere, B.; Berthelot, R.; Florian, P.; Bonhomme, C.; et al. Direct O-17 Isotopic Labeling of Oxides Using Mechanochemistry. *Inorg. Chem.*, **2020**, 59 (18), 13050–13066. DOI : 10.26434/chemrxiv.11354216.v1

*Unveiling the Structure and Reactivity of Fatty-Acid Based (Nano)Materials Thanks to Efficient and Scalable O-17 and O-18-Isotopic Labeling Schemes.* Spackova, J.; Fabra, C.; Mitteleite, S.; Gaillard, E.; Chen, C.-H.; Cazals, G.; Lebrun, A.; Sene, S.; Berthomieu, D.; Chen, K.; et al. *J. Am. Chem. Soc.*, **2020**, 142 (50), 21068–21081. DOI : 10.1021/jacs.0c09383

*Initial Steps toward the Development of Grafted Ionic Liquid Membranes for the Selective Transport of CO<sub>2</sub>.* Pizzoccaro-Zilamy, M.-A.; Drobek, M.; Petit, E.; Totee, C.; Silly, G.; Guerrero, G.; Cowan, M. G.; Ayral, A.; Julbe, A. *Ind. & Eng. Chem. Res.*, **2018**, 57 (47, SI), 16027–16040. DOI : 10.1021/acs.iecr.8b02466

*Probing Disorder in Al-ZSM-5 Zeolites by N-14 NMR Spectroscopy.* Dib, E.; Mineva, T.; Gaveau, P.; Veron, E.; Sarou-Kanian, V.; Fayon, F.; Alonso, B. *J. Phys. Chem. C*, **2017**, 121 (29), 15831–15841. DOI : 10.1021/acs.jpcc.7b04861

*A Journey into the Microstructure of PVDF Made by RAFT.* Guerre, M.; Lopez, G.; Soulestin, T.; Totee, C.; Ameduri, B.; Silly, G.; Ladmira, V. *Macromol. Chem. Phys.*, **2016**, 217 (20, SI), 2275–2285. DOI : 10.1002/macp.201600109

*From crystalline to amorphous calcium pyrophosphates: A solid state Nuclear Magnetic Resonance perspective.* Gras P, Baker A, Combes C, Rey C, Sarda S, Wright AJ, Smith ME, Hanna JV, Gervais C, Laurencin D, Bonhomme C. *Acta Biomater.* 2016 Feb;31:348-357. DOI: 10.1016/j.actbio.2015.10.016

*Recent Advances in N-14 Solid-State NMR.* Dib, E.; Mineva, T.; Alonso, B. In *ANNUAL REPORTS ON NMR SPECTROSCOPY*, **2016**; Vol. 87, pp 175–235. DOI : 10.1016/bs.arnmr.2015.08.002.

*One-Dimensional Oxygen Diffusion Mechanism in Sr<sub>2</sub>ScGaO<sub>5</sub> Electrolyte Explored by Neutron and Synchrotron Diffraction, O-17 NMR, and Density Functional Theory Calculations.* Corallini, S.; Ceretti, M.; Silly, G.; Piovano, A.; Singh, S.; Stern, J.; Ritter, C.; Ren, J.; Eckert, H.; Conder, K.; et al. *J. Phys. Chem. C*, **2015**, 119 (21), 11447–11458. DOI : 10.1021/acs.jpcc.5b02173

*Drug Nano-Domains in Spray-Dried Ibuprofen-Silica Microspheres.* Fatnassi, M.; Tourne-Petieilh, C.; Mineva, T.; Devoisselle, J.-M.; Gaveau, P.; Fayon, F.; Alonso, B. *Phys. Chem. Chem. Phys.*, **2012**, 14 (35), 12285–12294. DOI : 10.1039/c2cp42092a