

TP Cesire ^{13}C en RMN

Mona Dentler, Sabine Engelhardt et Laura Hilpert
Université Joseph Fourier, CEA Grenoble
28 novembre 2011

Le but de ce TP Cesire est de comprendre comment faire un RMN des solides. On sait déjà très bien faire un RMN de solution, mais pour un solide il y a quelques problèmes. Un solide est inhomogène et il y a la force dipolaire qui dérange la mesure car les atomes sont fortement couplés. En solution cette force se moyenne à zéro.

Comment alors obtenir un bon image d'un solide ? D'abord nous avons appris un peu de la théorie d'un RMN et surtout les solutions pour faire un RMN d'un solide pour ensuite les vérifier en mesurant.

Table des matières

1	RMN	3
1.1	RMN d'une solution	3
1.2	Problématique d'un RMN d'un solide	3
1.3	Solutions	3
1.3.1	Découplage	3
1.3.2	Übertragung Magnetisierung	3
1.3.3	Rotation de l'angle magique	3
1.3.4	Puissance de Hartmann-Hahn	3
2	Dispositif expérimental	3
2.1	Montage expérimental	3
2.2	Préliminaire	3
2.3	Influence des paramètres sur la mesure	4
2.3.1	Nombre de scans	4
2.3.2	Fréquence de la rotation	4
2.3.3	Temps de contact	4
2.3.4	Puissance des signaux	4
3	Glycerine	4
3.1	Rotation de l'angle magique	4
3.2	Temps de contact	6
3.3	Puissance de Hartmann-Hahn	6
4	Graines de salade	6
4.1	Condition liquide	6
4.2	CP masse	6
4.3	DEPT ?	6
4.4	2D-Spektrum	6
5	Cellulose	6
5.1	Spectre ^{13}C	6
5.2	Spectre H	7
5.3	Spin-diffusion	7
5.4	Inadequate	7
5.5	Hetcore	7
6	Conclusion	7

1 RMN

1.1 RMN d'une solution

1.2 Problématique d'un RMN d'un solide

1.3 Solutions

1.3.1 Découplage

1.3.2 Übertragung Magnetisierung

1.3.3 Rotation de l'angle magique

1.3.4 Puissance de Hartmann-Hahn

2 Dispositif expérimental

2.1 Montage expérimental

Nous avons utilisé deux différents dispositifs expérimentaux, leur seule différence est que celui pour la mesure de la cellulose donne la possibilité des mesures plus précises.

Le dispositif se compose d'un électroaimant pour le champ magnétique extérieur dans lequel se trouve l'échantillon. L'échantillon est mis dans un petit rotor avec peu d'air pour ne pas déranger la mesure. Ce rotor est placé dans la bobine qui se trouve à l'intérieur refroidi de l'électroaimant. Cette bobine est **Sender** et sonde des ondes radio en même temps.

On peut choisir la fréquence de la rotation et le reste de la mesure est dirigé par l'ordinateur. Les données sont directement transférées à l'ordinateur pour donner la possibilité d'y faire une transformation Fourier des données pour obtenir le spectre.

Le deuxième dispositif donne la possibilité de mesurer plus précisément à cause de deux choses :

- L'intérieur est plus froid, donc il y a moins de dérangement
- La rotation est plus vite, alors la structure est plus homogène

2.2 Préliminaire

Pour voir que l'échantillon est bien placé et le dispositif est bien calibré il faut d'abord faire un «wob». Ça veut dire qu'on regarde l'énergie absorbée en fonction de la fréquence. On connaît la fréquence des atomes de l'échantillon qu'on veut mesurer, ici nous avons utilisé la fréquence pour le ^{13}C et la fréquence pour le H. Cette fréquence est envoyée sur l'échantillon et on observe que le système absorbe l'énergie sauf à la fréquence où on veut mesurer.

Si on ne fait pas cela avant la mesure on peut avoir deux choses qu'on ne veut pas. Premièrement on ne voit rien pendant la mesure car la réponse, donc la fréquence de la

réponse, est absorbé et deuxièmement ce qu'on veut surtout pas il y a la possibilité que l'énergie pas absorbée détruit la sonde, parce qu'elle est trop grande.

2.3 Influence des paramètres sur la mesure

2.3.1 Nombre de scans

La différence signal/ bruit est proportionnel à \sqrt{ns} , donc pour améliorer le résultat par deux il faut avoir un nombre de scans *nd* 4 fois plus grand.

2.3.2 Fréquence de la rotation

2.3.3 Temps de contact

2.3.4 Puissance des signaux

3 Glycerine

Nous avons fait ces expériences pour vérifier les différentes théories pour obtenir un beau spectre.

3.1 Rotation de l'angle magique

La première expérience était de changer la fréquence de la rotation de l'angle magique. On a dit que le solide semble plus homogène le plus vite il est tourné. Nous avons fait une mesure avec une rotation à 4 kHz, puis 3 kHz, 2 kHz, 1 kHz, 0,75 kHz, 0,5 kHz, 0,2 kHz et sans rotation. Dès la mesure de 0,75 kHz nous avons augmenté le nombre de scans de 4 à 16 pour obtenir un meilleur spectre.

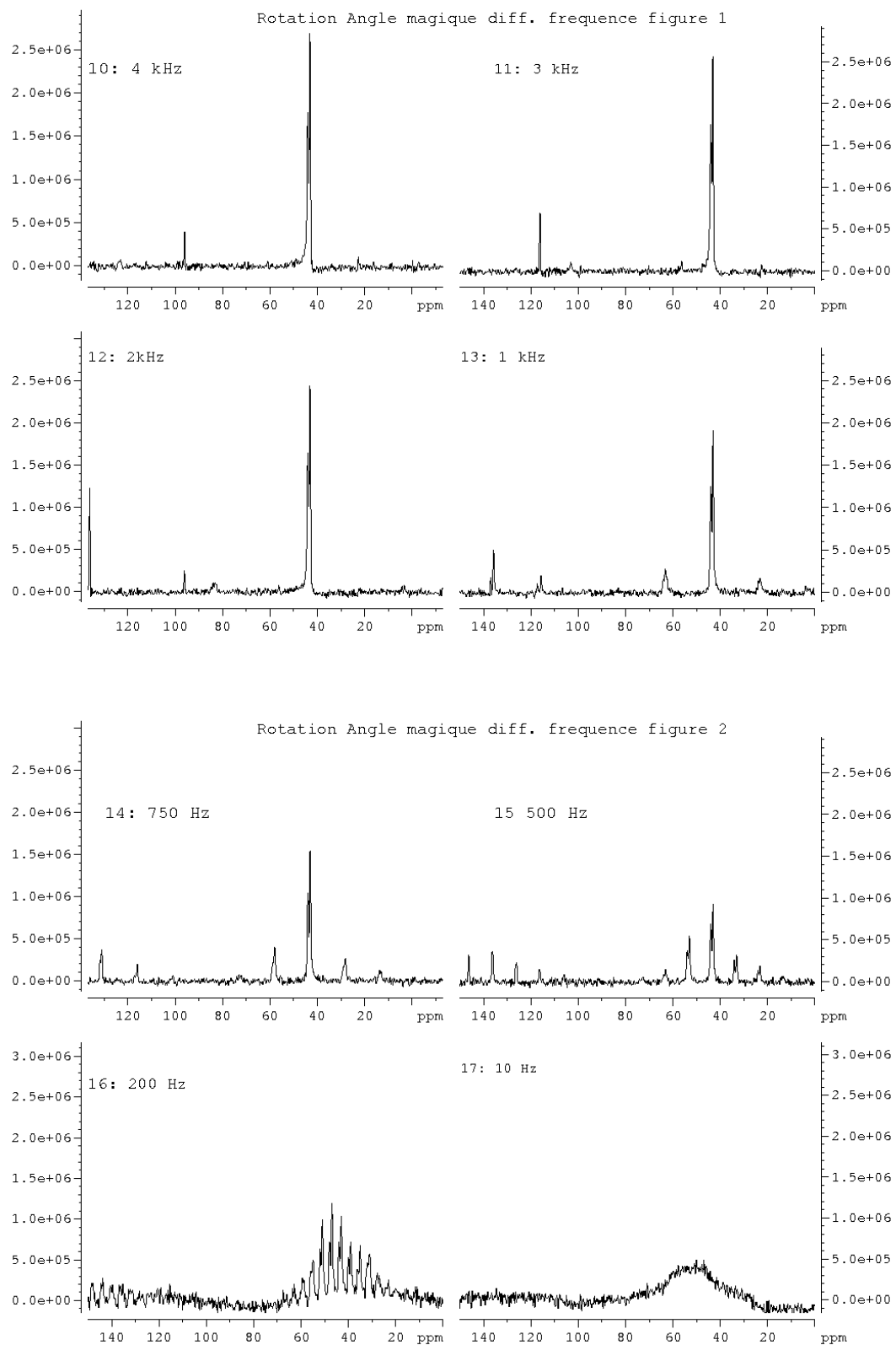


FIGURE 1: Les spectres pour les différents fréquences.

Interprétation On voit bien dans les spectres de la figure 1 à la p. 5 que les signaux qu'on veut obtenir se diminuent proportionnellement à la fréquence de la rotation. C'est à cause du nombre de pics qui augmente. La même **Anzahl** de signaux est détectée, mais ils sont distribués sur différents pics. Dans le premier spectre avec 4kHz on ne voit que les deux pics fins assez grands de **welche?** C et C. Dans le deuxième spectre on voit déjà plusieurs autres pics, les bandes rotationnelles. On sait que ce sont des bandes rotationnelles car la **Abstand** entre le signal vrai et ses bandes rotationnelles est $d = n \cdot f_{rot}$ avec f_{rot} la fréquence de la rotation de l'angle magique. Dans le dernier spectre on ne voit rien. Il n'y a qu'un pic très large avec le maximum même pas à la position correcte. Le deuxième pic, le plus petit, n'est plus vu.

Conclusion Donc nous avons vu que c'est vrai quand diminuent les artefacts causés par l'inhomogénéité **???** du solide avec la rotation de l'angle magique.

3.2 Temps de contact

Le temps de contact c'est le temps pendant laquelle on transfère **die Quermagnetisierung** des atomes d'H aux atomes de C.

3.3 Puissance de Hartmann-Hahn

4 Graines de salade

4.1 Condition liquide

4.2 CP masse

4.3 DEPT ?

Spektrum mit gekippten Peaks, wenn an ungerader Anzahl von Protonen, irgendwie mit Kopplung

4.4 2D-Spektrum

wie Dept, aber Entkopplung glaube ich später

5 Cellulose

5.1 Spectre ^{13}C

nicht erkennbar was was ist, am Ende Spektrum nochmal zeigen + beschriftet

5.2 Spectre H

Wasser peak und Artefakt, bandes rotationelles

5.3 Spin-diffusion

5.4 Inadequate

5.5 Hetcore

abgeschnitten Spinning sidebands, noch da fehler wegen zu kurz gemessen = Signal abgeschnitten

6 Conclusion