

OPTIMISATION DE LA RMN 2D ULTRARAPIDE POUR L'ANALYSE STRUCTURALE DE MOLECULES ORGANIQUES

Patrick Giraudeau et Serge Akoka

⁽¹⁾ CEISAM, UMR 6230 CNRS-Université de Nantes. Faculté des Sciences et des Techniques, BP 92208, 2 rue de la Houssinière, Nantes Cedex 3.
e-mail : <mailto:patrick.giraudeau@univ-nantes.fr>

Introduction

La RMN 2D est un outil puissant pour l'élucidation de structures moléculaires organiques. Elle est cependant limitée par des durées d'expérience élevées, requises pour l'échantillonnage de la dimension indirecte. La RMN 2D ultrarapide¹, proposée en 2002 par l'équipe de L. Frydman, permet d'obtenir l'ensemble du spectre 2D en un seul scan, réduisant ainsi la durée d'expérience à une fraction de seconde. Toutefois, cette méthode souffre de nombreuses limitations (résolution, sensibilité, gamme spectrale accessible...) qui restreignent son utilisation pour l'analyse de routine.

Résultats

Pour rendre la RMN 2D ultrarapide robuste et applicable à une large gamme d'échantillons, nous avons soigneusement étudié les facteurs qui limitent sa résolution et sa sensibilité², afin de proposer un schéma d'excitation réduisant les effets de la diffusion moléculaire, permettant ainsi d'obtenir un compromis optimal entre résolution et rapport S/B. D'autre part, une importante limitation des méthodes ultrarapides est la largeur spectrale accessible³ pour une résolution donnée. Nous avons mis au point une méthode simple et robuste⁴, permettant de multiplier par deux la largeur spectrale tout en conservant la résolution obtenue avec une gamme réduite. Cette méthode ne nécessite pas d'impulsions RF sélectives contrairement aux techniques récemment proposées⁵. Nous avons ainsi pu obtenir en 0,2 s le spectre TOCSY d'un mélange de citrals avec une gamme de 10 ppm et une résolution suffisante pour séparer les signaux des deux isomères (néral et géranial).

Les méthodes développées ont été testées sur une variété de petites molécules organiques et pour différentes séquences d'impulsion, illustrant ainsi les potentialités de la RMN 2D ultrarapide.

Conclusion

Les optimisations réalisées permettent de rendre la RMN 2D ultrarapide facilement applicable à l'analyse de routine de petites molécules organiques. Les méthodes mises au point sont robustes et facile à implémenter en routine, comme le montrent les résultats présentés, exclusivement obtenus sur un spectromètre 400 MHz dédié à l'analyse structurale. Grâce à ces derniers développements, la RMN 2D ultrarapide apparaît comme une alternative prometteuse aux méthodes d'acquisition 2D conventionnelles.

Bibliographie

1. L. Frydman, A. Lupulescu, T. Scherf., *Prod. Natl. Acad. Sci. USA* 2002, **Vol. 99**, 15858-15862.
2. P. Giraudeau, S. Akoka, *J. Magn. Reson.* 2008, **Vol. 192**, 151-158.
3. P. Giraudeau, Y. Shrot, L. Frydman, *J. Am. Chem. Soc.* 2009, **Vol. 131**, 13902-13903.
4. P. Giraudeau, *Promoted talk at the 51th ENC conference*, Daytona Beach (Florida), 2010.
5. P. Pelupessy, L. Duma, G. Bodenhausen, *J. Magn. Reson.* 2008, **Vol. 194**, 169-174.