



HAL
open science

RMN de Paillasse à Transformée de Fourier: Le Renouveau de la RMN à Bas Champ.

Emmy Auguste, Elodie Lucas, Laura Poigniez, Diviya Ramamurthy, Hélène Vaneekhoutte, Philippe Lesot

► To cite this version:

Emmy Auguste, Elodie Lucas, Laura Poigniez, Diviya Ramamurthy, Hélène Vaneekhoutte, et al.. RMN de Paillasse à Transformée de Fourier: Le Renouveau de la RMN à Bas Champ.. Spectra Analyse, 2017, 315, pp.32-62. <hal-02317538>

HAL Id: hal-02317538

<https://hal.science/hal-02317538v1>

Submitted on 7 Aug 2025

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



HAL Authorization

RMN de Paillasse à Transformée de Fourier : Le Renouveau de la Résonance Magnétique Nucléaire à Bas Champ

Emmy Auguste¹, Elodie Lucas¹, Laura Poigniez¹, Diviya Ramamurthy¹,
Hélène vaneekhoutte¹ et Philippe Lesot^{1,2 *}

¹ Étudiantes en Master 2 Pro « Instrumentation et Méthodes d'Analyse Moléculaire » –Promotion IMAM 2017–, Université Paris-Sud/Paris-Saclay, Bât. 460, 15, rue Georges Clémenceau, 91405 Orsay cedex, France.

² Institut de Chimie moléculaire et des Matériaux d'Orsay (ICMMO - ERMN), UMR CNRS 8182, Université Paris-Saclay, UFR des Sciences d'Orsay, Bâtiment 410, F-91400 Orsay, France.

³ Institut National de Chimie (INC), Centre National de la Recherche Scientifique (CNRS), 3, Rue Michel Ange, F-75016 Paris, France.

* **Auteur correspondant** : philippe.lesot@universite-paris-saclay.fr, philippe.lesot@u-psud.fr

Résumé :

Que ce soit dans un cadre académique ou industriel, l'engouement actuel pour les spectromètres RMN dits de paillasse et à transformée de Fourier (TF) ou « *benchtop FT-NMR* » traduit de nouveaux besoins en analyse (enseignement, analyse de routine, contrôle qualité, ...). Ces appareils se caractérisent par un coût d'achat et de fonctionnement moindres comparés aux instruments "classiques" dotés d'aimants supraconducteurs, tout en offrant une implantation peu contraignante pour un laboratoire. Ce ré-intérêt pour la RMN à "bas champ" a vu l'émergence d'une gamme moderne d'instruments compacts combinant les avantages de la TF et l'utilisation d'aimants permanents (< 2 T), dont les performances ont bénéficié des développements continus de la RMN "haut champs". Compte tenu de la diversité de l'offre actuelle, une étude a été lancée auprès des différents constructeurs afin de compiler les principales caractéristiques/performances/spécificités de leurs modèles et offrir un panorama utile à tous futurs acquéreurs. Dans cet article, nous reviendrons sur les enjeux analytiques, le concept, les potentialités et les domaines d'applications de ces nouveaux instruments, complétés par un tableau synoptique regroupant les principales caractéristiques des appareils disponibles sur le marché (juillet 2017). Bien qu'exclus du comparatif, le périmètre analytique et applicatif des relaxomètres RMN, autre catégorie de spectromètres de paillasse sera brièvement abordé.

Mots clés :

RMN de paillasse - Aimant bas champs - Transformée de Fourier - Tableau synoptique

Keywords :

Benchtop NMR - Low field magnet - Fourier transform - Synoptic Table

I – Préambule

Cet article est l'aboutissement d'un projet professionnel universitaire encadré, réalisé au sein du Master 2P « IMAM » (« *Instrumentation et Méthodes d'Analyse Moléculaire* ») de l'Université Paris Sud/Paris-Saclay à Orsay. Il porte sur le renouveau et le marché actuel des spectromètres de RMN compacts à aimants permanents et à transformée de Fourier (TF), dit aussi de RMN de « paillasse » à TF ou « *Benchtop FT-NMR* ». Ce travail a été mené en collaboration avec deux acteurs académiques de benchtop RMN et évidemment les constructeurs présents sur le marché qui ont tous eu la volonté de répondre à nos requêtes.

La synthèse de cette enquête se présente sous la forme d'un article didactique et d'un tableau synoptique (T.S.) dont l'exactitude des réponses apportées pour les rubriques définies relève de la seule responsabilité des fournisseurs interrogés. Ce document ne constitue nullement un audit comparatif des modèles du marché ou des solutions proposées par les constructeurs. Il ne prétend pas non plus à l'exhaustivité. Néanmoins, son objectif premier est de proposer un panorama condensé et multifacettes de ce type d'instruments (caractéristiques/performances/spécificités) qui devrait se révéler très utile à tout futur acquéreur. Pour faciliter l'accès à des informations supplémentaires, une liste de contacts « constructeurs » est proposée aux lecteurs.

II – Introduction

Depuis une trentaine d'années, la spectroscopie/spectrométrie de Résonance Magnétique Nucléaire, RMN, (*liquide ou solide*) est réellement devenue un outil incontournable dans la plupart des domaines de la chimie, tant par ses spécificités théoriques et analytiques que par sa polyvalence instrumentale. Ses domaines d'applications se sont diversifiés et s'étendent aujourd'hui de l'étude structurale de (bio)molécules à leur quantification, en passant par la caractérisation multi-échelle des matériaux. Combinée à l'application de gradients de champ spatialement localisés, la RMN est également à l'origine de l'imagerie par résonance magnétique (IRM), un outil puissant pour le diagnostic médical en milieu hospitalier.

Dès sa mise au point, la recherche d'une sensibilité et d'une résolution toujours plus importantes a été le moteur d'avancées technologiques (*aimants supraconducteurs jusqu'à 23.5 T, sondes de mesures cryogéniques, microsondes, circuits RF de très haute qualité, ...*) [1,2,3] et méthodologiques (*expériences multi-dimensionnelles et/ou sélectives, échantillonnage non uniforme, transfert de polarisation, techniques d'hyperpolarisation (DNP, para-hydrogène), encodage par gradients de champs ...*) [4,5,6]) surprenantes, balayant progressivement l'idée que cette spectroscopie est, de par son principe, peu sensible. La combinaison de ces innovations a permis, par exemple, la détection de noyaux très peu sensibles (faible γ) et peu abondants naturellement comme le deutérium (^2H) [7,8], et donc d'étendre ou d'ouvrir de nouveaux domaines d'applications (*étude du fractionnement isotopique en milieu orienté*) à la fois dans le cadre de recherches académiques [9] et de contrôle dans les laboratoires R&D industriels [10]. Cependant, le revers de cette course est triple: i) une augmentation substantielle de la taille et du poids des aimants amplifiant les contraintes d'implantation; ii) un investissement à l'achat lourd même sur le marché de l'occasion; iii) une progression des coûts de fonctionnement, notamment liés à la gestion des fluides cryogéniques (N_2 et He) dont le prix a augmenté significativement ces dernières années.

Dans un contexte de réductions budgétaires et d'évolution des demandes/besoins analytiques, un changement de paradigme s'est opéré: le retour des spectromètres RMN à aimant permanent (« bas champ », $B_0 < 2\text{T}$) et à TF! Ainsi, depuis une demi-décennie, une nouvelle gamme diversifiée de spectromètres RMN de paillasse est apparue sur le marché. Ces nouveaux systèmes compacts combinent à la fois les possibilités de la RMN impulsionnelle (RMN à TF) et l'avantage des aimants permanents, en termes de dimensionnalité, de poids, de minimisation des opérations d'entretien et de coûts financiers. Loin de concurrencer les possibilités analytiques des spectromètres « haut-champ » classiques, ils offrent, cependant, une alternative instrumentale intéressante, capable de répondre à des attentes en analyse de contrôle/qualité/production dans l'industrie, en termes d'objectifs pédagogiques en enseignement ou dans un cadre plus fondamental, pour suivi en ligne de processus chimiques (voir mêmes biochimiques), rendu possible par le côté « paillasse ».

Cette nouvelle génération d'instruments couvre donc des besoins spécifiques qui ne nécessitent pas forcément le potentiel de spectromètres « supra », mais requiert toutefois d'excellentes performances analytiques (*exp. hétéronucléaires, 2D, ...*) et des exigences techniques élevées (*stabilité magnétique, sensibilité,*

...). Elle s'insère dans un créneau encore peu développé jusque dans les années 2010, celui de la RMN à TF « low-cost ».

Dans cet article, nous présenterons le concept associé à ces nouveaux instruments, puis examinerons les enjeux, les potentialités analytiques actuels et les domaines d'applications. Pour compléter cet article, une étude a été lancée auprès des différents constructeurs afin de compiler les principales caractéristiques, spécificités, performances de leurs modèles et ainsi offrir un panorama du marché actuel (juillet 2017). Leurs réponses ont été rassemblées dans le tableau synoptique ci-dessous (pages 15 - 24). Afin d'éviter toute confusion, un bref rappel sur le concept de RMN de paillasse sans FT (ou TD-NMR) sera également proposé.

III – Les RMN de paillasse à TF

1 - Les atouts de la RMN impulsionnelle à TF

Historiquement, le principe des premiers instruments de RMN, équipés d'aimant à bas champ (structure métallique ferromagnétique ou bobine électromagnétique) consistait à irradier l'échantillon placé dans un champ magnétique B_0 avec une onde radiofréquence de fréquence fixe ν . Le champ était alors modifié jusqu'à ce que la condition de résonance ($\nu_{Larmor} = \gamma B_0 / 2\pi$) pour un noyau donné soit satisfaite et que l'absorption soit détectée, donnant naissance à un spectre de fréquences (*exprimé en Hz*). Quoique efficace, ce principe ne permet pas d'accumuler facilement le signal RMN (*somme de différents balayages*), limitant son utilisation aux noyaux les plus abondants et sensibles, comme l'hydrogène (1H).

Fort heureusement, cette limitation intrinsèque aux techniques de balayage disparaît avec la RMN dite impulsionnelle pour laquelle une onde électromagnétique de radiofréquence (RF) d'excitation, $\nu_{excitation}$, est délivrée sous forme d'une brève impulsion (5 - 50 μs), perturbant simultanément tous les noyaux de même rapport gyromagnétique, γ , ($\nu_{excitation} = \nu_{Larmor} = \gamma B_0 / 2\pi$). Après l'impulsion RF, le signal RMN détecté ($\nu_{détection} = \nu_{excitation}$) pendant la période d'acquisition correspond à une somme de signaux de précession libre (FID) pour chaque noyaux, dont l'équation est du type $S_i(t) = A \times [\cos(\omega_i t + \phi) \times \exp(-t/T_2^*)]$. Ces signaux temporels périodiques (ω) sont ensuite analysés après une transformation de Fourier (TF) conduisant à un spectre de fréquence. (cf. **Figure 1**). Cette opération pouvant être répétée à l'infini, l'addition des FIDs successifs permet la détection des noyaux peu abondants et/ou faiblement sensibles (par exemple les ^{13}C ou les 2H). Par ailleurs, l'utilisation de séquences multi-impulsionnelles permet d'enregistrer des expériences bidimensionnelles (2D) homo- et hétéronucléaires simplifiant considérablement l'analyse spectrale.

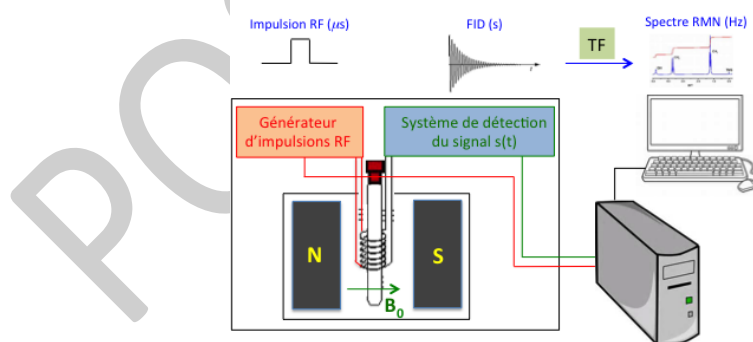


Figure 1 : Principe simplifié d'un RMN de paillasse impulsionnel et à TF.

2 - Des instruments modernes performants

Comparés aux instruments commercialisés dans les années 60, la génération « 2.0 » de spectromètres compacts à FT a largement bénéficié des avancées en électronique (*design optimisé des circuits miniaturisés et qualité des composants*), en informatique (*vitesse des microprocesseurs, interfaces graphiques*) mais aussi de progrès technologiques issus des spectromètres « haut-champ » (*gradient de champs, design des sondes, ...*). De fait, tant sur le plan instrumental que méthodologique, ces nouveaux spectromètres, même si leurs résolutions restent très inférieures à celles de leurs aînés « supra », sont des instruments modernes et performants. Pour preuve, on notera que la durée des impulsions d'excitation est de l'ordre de grandeur de celle des spectromètres classiques, ce qui assure une excitation homogène sur de grandes fenêtres spectrales, même pour des noyaux comme le Fluor (^{19}F).

3 - L'offre instrumentale actuelle

De façon étonnante, les deux principaux constructeurs de spectromètres RMN haut-champ, « Bruker » et « Jeol », ne sont pas pour l'instant (mi 2017) sur le marché des RMN de paillasse à TF, malgré une tentative de lancement par « Bruker » en fin 2013 [11]. Cette opportunité a permis l'essor de plusieurs sociétés dans le domaine, telles que « Magritek », « Nanalysis », « Oxford Instruments » (connu pour ces aimants), ou encore « Thermo Fisher Scientific » (ex société « picoSpin » avant 2012) qui proposent une gamme d'instruments variés dont les solutions techniques sont parfois originales, à l'image de leur morphologie et de leur design (cf. **Figure 3**).

Si le nombre de sociétés concurrentes est pour l'instant faible, elles proposent pour la plupart plusieurs niveaux d'instrumentation (de basique à professionnel) dont l'intensité magnétique et les options instrumentales varient mais dont la mise sur le marché n'excède pas cinq ans. Le tableau synoptique présentera l'offre instrumentale de ces quatre constructeurs.

4 - Résolution spectrale et domaine d'applications

Alors que le champ moyen des spectromètres « supra » de routine se situe autour de 9,4 T (400 MHz pour le ^1H), la gamme de champ des RMN de paillasse à TF disponibles aujourd'hui varie entre 1,0 et 1,9 T (soit une fréquence de Larmor ^1H compris entre 43 et 82 MHz), ce qui leur vaut d'être appelés communément RMN faible-résolution ou bas-champ. En terme de résolutions intrinsèques, les effets sont immédiats puisque deux résonances ^1H séparées par 1 ppm présenteront une différence en fréquence mesurable sur les spectres de 60 Hz à 1,4 T contre 400 Hz à 9,4 T, l'effet étant amplifié pour des noyaux de plus faibles rapports gyromagnétiques comparés aux noyaux ^1H (^{13}C , ^2H , ...).

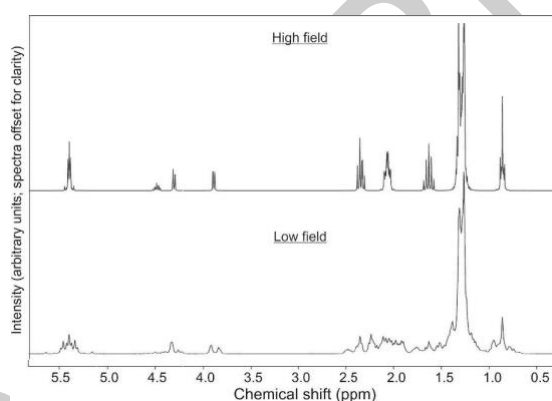


Figure 2 : Spectres RMN ^1H simulés de la trioléine obtenus à (a) 60 MHz (1,4 T) et (b) 300 MHz (7,1 T) (simulation sur le logiciel NMRPredict de MNova). Figure extraite de la référence **12** avec permission.

Pour illustrer notre propos, la **Figure 2** présente le spectre ^1H de la trioléine, (un triglycéride naturel de $M = 885,4$) simulé à 1,4 T et 7,1 T, respectivement. D'un point de vue analytique, le second spectre (b) est caractérisé à la fois par un fort taux de recouvrement des signaux ^1H et l'observation de structures « fines » qui ne sont plus analysables simplement au premier ordre comme sur le premier spectre (a) [12]. Cette double difficulté limite évidemment le potentiel de la RMN à bas champs pour l'analyse structurale de molécules complexes et en particulier l'extraction complète et précise des données spectrales (δ et J).

Si l'analyse de molécules complexes ou l'identification de structures inconnues sont clairement peu envisageables avec des RMN de paillasse à TF, d'autres applications sont néanmoins possibles. On pourra citer, par exemple, le contrôle de la pureté d'un produit (présence de solvant, de produits dérivés, de dégradation ou d'impuretés réactionnelles), ou la vérification d'une structure moléculaire par comparaison spectrale. Dans ces cas, la comparaison des « empreintes spectrales » avec des bases de données de référence permet de conclure rapidement quant à la qualité des échantillons analysés. Ces deux applications justifient pleinement le déploiement de ce type d'appareils dans le cadre d'analyses de contrôle qualité, que ce soit dans la l'industrie alimentaire, pharmaceutique ou chimique.



Gamme « Spinsolve »



Gamme « NMRready »



Gamme « Pulsar »



Gamme « picoSpin »

Figure 3 : Morphologie et design des quatre gammes instrumentales proposées par les constructeurs : « Magritek » (Spinsolve), « Nanalysis » (NMRready), « Oxford instruments » (Pulsar), et « Thermo Fisher » (picoSpin).

Si le manque de résolution reste le point faible des RMN de paillasse, cet inconvénient n'empêche pas leur utilisation dans un cadre pédagogique dédié, que ce soit au niveau de l'enseignement supérieur (formation initiale) ou professionnel (formation continue). Ces appareils sont, en effet, des systèmes robustes, relativement simples d'utilisation (*concept du « plug and play »*). Ils se révèlent plutôt bien adaptés pour présenter les principes instrumentaux et les techniques de la RMN expérimentale moderne, de l'acquisition au traitement des données. Par ailleurs, compte tenu de leurs faibles encombrements, de leurs faibles coûts de fonctionnement, de l'absence d'infrastructures techniques et logistiques particulières), ces spectromètres s'insèrent parfaitement dans le parc analytique d'un laboratoire de travaux pratiques de chimie organique, au même titre qu'un chromatographe en phase gaz ou liquide ou encore un spectromètre UV ou IR.

5 - Caractéristiques technologiques

La gamme d'instruments proposée actuellement sur le marché présente différentes caractéristiques communes : i) une structure ferromagnétique produisant un champ magnétique permanent sans consommation d'énergie (*on notera que l'emploi d'aimants résistifs (bobine) n'a pas été retenu car trop consommateur en énergie*), ii) l'absence de fluides cryogéniques indispensables aux bobines supraconductrices actuelles (*en attendant les futures générations de bobines supraconductrices fonctionnant à des températures proches de l'ambient !*), iii) la forte compacité des aimants qui incorporent ou pas l'électronique RF, ce qui limite leurs encombrements dans un laboratoire; iv) une stabilité thermique des aimants permanents capable de garantir une stabilité magnétique suffisante dans le temps; et enfin v) une très bonne homogénéité magnétique.

5.1 - Un faible dimensionnement

Tout en offrant des intensités de champs magnétiques semblables, le design, les dimensions et le poids des instruments proposés sont très variables selon le constructeur (cf. **Figure 3**), mais d'un volume $< 120 \text{ dm}^3$, et d'un poids de 5 à 60 kg (*version mono-bloc*). Comme indiqué par les constructeurs (cf. **le tableau**), la plupart de ces appareils peuvent se poser directement sur une paillasse voir même être installés à l'intérieur d'une boîte à gant. Ils sont donc d'une grande transportabilité. Notons cependant, que la société « Oxford Instruments » propose un instrument constitué de deux blocs, l'un pour l'aimant (150 kg), et l'autre pour le système électronique. Malgré son poids, l'aimant reste de taille raisonnable (cf. **Figure 3**). Bien que ce bloc soit d'un poids non négligeable pour un appareil de RMN de paillasse, sa taille est de l'ordre de grandeur de tous les appareils proposés.

5.2 - Régulation thermique

Les aimants permanents (*alliage à base de Samarium–Cobalt (SmCo) ou Néodymium-Fer-Bore (NdFeB)*) ont la particularité d'être thermosensibles. Afin de réguler toute variation thermique à l'origine d'instabilités magnétiques dans le temps, tous ces appareils de paillasse sont équipés d'un système de contrôle des températures efficace (chauffage/ refroidissement actif) pouvant réguler jusqu'au millième de degré. Selon « *Oxford Instruments* », la scission de leur appareil (« *Pulsar* ») en deux blocs techniques, l'un pour l'aimant et l'autre pour la partie électronique, permet d'éliminer tout transfert de chaleur induite par les composants électroniques vers l'aimant. La nécessité d'une régulation thermique de qualité a cependant, comme inconvénient, de limiter la gamme de température de l'échantillon. Par exemple, chez « *Magritek* », sa température est imposée et fixée à 29°C. Notons pour finir que la gamme de température de fonctionnement optimal de ces instruments se situe entre 18 et 30 °C.

5.3 - Stabilité et homogénéité magnétique

Même si les effets d'instabilité/dérives de champs sont moins marqués avec des champs faibles, le contrôle de stabilité de l'aimant dans le temps (après équilibrage thermique) est indispensable à l'obtention de spectres RMN de qualité. Pour y parvenir, les constructeurs ont adopté différentes stratégies de verrouillage du champ: i) système classique de lock ^2H couplé à l'utilisation de solvants deutérés, ii) système électronique via un lock interne, iii) système informatique via un algorithme dédié. L'autre aspect important impactant la qualité spectrale est évidemment le réglage de l'homogénéité magnétique au niveau de l'échantillon. Tous les constructeurs proposent une procédure automatisée de réglage des bobines de shims. En général, aucun réglage n'est requis entre deux analyses, mais un contrôle périodique (*hebdomadaire*) peut se révéler utile et/ou nécessaire pour rester dans les spécificités techniques de l'instrument (*important dans le cadre d'une procédure qualité standardisée*).

5.4 - Informatique et connexions

A l'exception de la gamme « *NMReady 60* » qui intègre directement une interface graphique dans l'instrument (*dont l'encombrement est le plus faible*), c'est via un ordinateur externe que les opérations électroniques du spectromètre (*impulsions RF, détection du signal, amplification, ...*) et les expériences RMN sont contrôlées/pilotées. Les logiciels proposés permettent l'acquisition des données via des expériences RMN déjà implémentées ou potentiellement programmables par l'utilisateur (*à l'aide d'un langage informatique dédié*). Ils assurent également le traitement des données RMN (TF, apodisation, phasage des signaux, correction de ligne de base, intégration de la surface des signaux, ...) avec un niveau de sophistication variable. Il est à noter que le format des fichiers de données des divers instruments sont généralement compatibles avec d'autres logiciels de traitement (par exemple, « *ACD/NMR processor* » proposé par « *ACD/Labs* », « *Mnova* » proposé par « *Mestrelab Research* », « *Topspin* » proposé par « *Bruker* », ...), ce qui permet de délocaliser le traitement et l'analyse des données expérimentales sur d'autres postes de travail et de libérer des temps d'accès expérimentaux.

Chez l'ensemble des constructeurs, la prise en compte de l'évolution des technologies informatiques et des réseaux permet un pilotage à distance des appareils. Ce contrôle « lointain » (*remote control*) facilite la prise à distance de la machine et donc la possibilité d'une maintenance et/ou de sans l'intervention d'un ingénieur sur la machine.

6 – Noyaux et méthodologies

6.1 - Noyaux détectables

Compte tenu de leur sensibilité et de leur abondance naturelle élevée (100 %), presque tous les appareils disponibles sur le marché permettent basiquement l'enregistrement de spectres du proton (^1H) et du Fluor (^{19}F) avec des conditions optimisées, ce dernier noyau étant présent dans 20% des molécules synthétisées par l'industrie pharmaceutique.

Selon les constructeurs et le modèle, certains appareils permettent également la détection d'autres noyaux abondants « classiques » de grande réceptivité comme le phosphore (^{31}P). La détection de noyaux peu abondants et de faible sensibilité comme le carbone (^{13}C) reste cependant plus confidentiel et n'est possible que chez certains constructeurs, soit en option pour les versions standards, soit sur des machines dédiées (par exemple le « *Spinsolve 43/60 Carbon* » ou avec des versions avancées (pro) de leur gamme (par exemple, le « *NMReady 60Pro* »). Seuls deux constructeurs (« *Nanalysis* » et « *Oxford Instruments*») proposent des spectromètres équipés/équipables de sondes capables d'enregistrer des noyaux magnétiquement actifs plus exotiques comme le lithium (^7Li) ou le sodium (^{23}Na), par exemple (cf. le **T.S.**).

6.2 - Expériences RMN 1D/2D

Basiquement, tous les appareils (sauf « *Spinsolve 43 Education* ») permettent la mesure de temps de relaxation $T_1(^1\text{H})$ et $T_2(^1\text{H})$ à l'aide des séquences classiques d'inversion-recouvrement ou d'écho de spins (cf. **Section VI**). Lorsque la détection d'hétéronoyaux (^{13}C , ^{31}P) est possible, des expériences 1D plus sophistiquées de type DEPT ou NOE sont implantées, concomitamment avec la possibilité de découpler les signaux protons [13]. Ces expériences apportent des informations structurales/moléculaires capables de compléter les données de déplacements chimiques ou de couplages scalaires (J). En particulier, les spectres 1D hétéronucléaires DEPT ^{13}C permettent de l'édition spectrale (*différenciation des groupes CH, CH₂, CH₃ et des carbones quaternaires*) sans la nécessité d'analyser les structures fines de couplages (*obtenues avec une simple expérience d'excitation/acquisition*); solution peu envisageable compte tenu du faible pouvoir de résolution des spectromètres RMN à bas champ.

Malgré leur faible résolution et leur sensibilité limitée, la plupart des instruments d'enregistrer des expériences 2D de corrélation classiques, soit de type homonucléaire (COSY ^1H - ^1H , COSY ^{19}F - ^{19}F , J-résolue ^1H) ou hétéronucléaire comme les expériences inverses (HSQC, HMBC, ...) [13]. L'analyse de ces spectres est possible après une double TF conduisant à des cartes bidimensionnelles ou l'information spectrale est répartie sur deux domaines de fréquences. Dédiées à l'enseignement, et appliquées à des structures moléculaires simples, ces expériences sont des outils pédagogiques extrêmement utiles pour présenter les principes et les particularités des expériences RMN 2D. Compte tenu des spécificités liées au principe de l'injection des échantillons, les instruments de la gamme « *picoSpin* », ne permettent pas, encore, l'acquisition d'expériences 2D.

Quand elles sont disponibles, les séquences d'impulsions associées à ces expériences 2D sont implémentées dans le logiciel RMN. Les logiciels permettent, cependant, la programmation de nouvelles expériences (1D/2D) par l'utilisateur.

7 - Particularités instrumentales et méthodologiques

7.1 - Système d'introduction

A l'image de leurs aînés supraconducteurs, la plupart des constructeurs ont fait le choix de l'introduction des échantillons dans l'aimant *via* des tubes de RMN classiques (5 mm o.d.). Seul « *Thermo Fisher Scientific* » propose une solution radicalement différente basée sur un système capillaire (*cartouches capillaires*) et l'injection de l'échantillon *via* une seringue. Cette approche peut réduire potentiellement le coût des consommables (*tubes RMN, solvant, ...*), cependant, les volumes analysables sont beaucoup plus faibles (*volumes injectés divisés par un facteur 10 comparé à la contenance d'un tube de RMN*).

Une caractéristique commune des machines utilisant des tubes de RMN est l'absence de rotation des échantillons RMN (*ce qui aurait pu être considéré comme un atout en termes d'homogénéités magnétiques*). Le couplage avec un passeur automatique d'échantillons RMN est possible selon les options disponibles. Enfin, que ce soit par injection ou *via* un tube, il est impératif que les échantillons à analyser/contrôler soient des liquides ou, dans le cas de solides, soient solubilisables dans un solvant (deutéié ou pas), l'ère des RMN de paille « solide » à TF n'étant pas encore advenue.

7.2 - Gradients de champ magnétique

Les expériences 2D requièrent un certain nombre de cycles de phase, qui permettent d'éliminer/minimiser des artefacts instrumentaux ou sélectionner un chemin de cohérence particulier pendant l'expérience, donnant ainsi accès à des informations spectrales spécifiques (*par exemple, les cohérences multi-quanta*) [13]. Une alternative, (*avantageuse en termes de temps d'expérience*) consiste à utiliser des gradients de champs pulsés dans l'axe de l'échantillon, qui en manipulant la phase des cohérences permet également la sélection des signaux désirés. Ces impulsions de gradients de champs peuvent être générées en programmant les bobines de shims, mais l'ajout d'une bobine de gradient spécifique permet de produire des impulsions de gradients optimisées (*intensité*). Outre leurs utilisations pour la sélection des chemins de cohérence, ils permettent également le développement d'expériences d'encodage de l'échantillon dont les implications vers des méthodologies RMN avancées et/ou exigeantes (*expériences sélectives, ultrafast, DOSY, ...*) sont immenses (*vide infra*). Malgré son importance, seuls « *Magritek* » et « *Oxford Instruments* » offrent cette possibilité mais ne le proposent qu'en option.

7.3 - Couplages multi-techniques

Afin de simplifier l'analyse de mélanges complexes (*par exemple en métabolomique*), il est parfois utile de coupler/combiner différentes méthodes analytiques. Ainsi est née la combinaison entre chromatographie liquide et spectroscopie de RMN (*en anglais « LC-NMR »*). Cette approche consiste à coupler la chromatographie liquide (*séparation des composants d'un mélange*) à un spectromètre RMN (*identification structurale des composants*) [14,15]. Développé initialement sur des spectromètres supraconducteurs (en mode « on-flow » or « stopped-flow »), ce type de couplage est également possible avec des spectromètres de paillasse. Cette combinaison multi-technique est proposée par deux des constructeurs (et associée à la gamme « Spinsolve » et « picoSpin »). Le principe technique simplifié de cette combinaison analytique est schématisé sur la **Figure 4**.

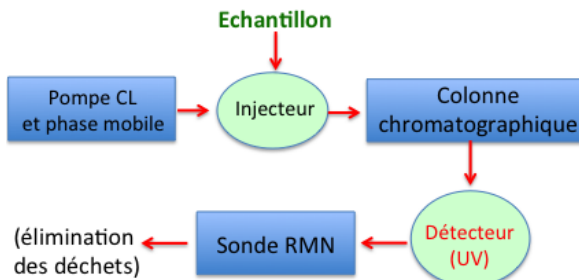


Figure 4 : Principe schématique implifié du couplage CL-RMN.

7.4 - Suivi réactionnel

Le suivi de réactions chimiques (*dosage, avancement de réaction*) est un challenge moderne en chimie analytique, auquel les RMN de paillasse à FT tentent également de répondre, faisant ainsi écho à l'apport des instruments « TD-NMR » (*vide infra*) dans le domaine [16]. Cette possibilité est d'autant plus appréciable qu'elle n'est pas réellement intégrée sur des appareils RMN haut-champ classiques. Ce type d'analyses requiert la possibilité d'un couplage physique (*tuyaux*) entre le réacteur chimique et une cellule de détection adaptée et positionnée au niveau du centre magnétique de l'aimant (cf. **Figure 5**), en remplacement du tube. Ainsi chez « Magritek », le suivi de réactions ou de processus chimiques en temps réel peut être réalisé *via* un système de tuyaux souples fins (*vendu en kit*) qui transfère une faible partie du contenu du ballon réactionnel vers la sonde RMN à l'aide d'une pompe péristaltique [17].

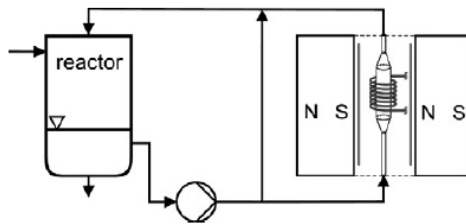


Figure 5 : Principe simplifié d'un couplage réacteur chimique / spectromètre RMN permettant un suivi de réaction. La direction du flux est indiquée par le sens de la flèche. Seule une petite partie des fluides arrive à cellule. Figure extraite de la réf. 16 avec permission.

IV – RMN de paillasse et recherches académiques

Bien qu'initialement développés pour des applications principalement dédiées à des analyses de routine/qualité ou à l'enseignement [18], ces instruments font également l'objet de projets de recherche plus fondamentaux menés par des laboratoires de recherche universitaire. Sans être exhaustif, on pourra citer, par exemple, le laboratoire CEISAM (*Chimie et Interdisciplinarité, Synthèse, Analyse, Modélisation*) à l'Université de Nantes en France, [18,19] ou en l'ITMC (*Institut für Technische und Makromolekulare Chemie*) à l'Université d'Aachen en Allemagne [20,21].

Typiquement, les travaux méthodologiques réalisés au CEISAM ont permis d'implanter le concept d'expériences 2D ultra-rapides (ULTRAFast NMR) sur des instruments de paillasse équipés de gradients de champs. Ces expériences RMN 2D très modernes consistent à encoder spectralement l'échantillon RMN, permettant d'enregistrer des spectres en quelques secondes ou moins [22]. Combiné à des spectromètres bas-champ, ce type

d'expériences pourrait se révéler extrêmement intéressant pour le suivi réactionnel en flux continu et en temps réel [17]. Ces gradients de champs peuvent être aussi utilisés pour une suppression des signaux du solvant [23].

Les travaux menés à l'ITMC ont, quant à eux, pour objectif de simplifier l'analyse des spectres 1D ^1H et ^{19}F et 2D (*COSY* ^{19}F - ^{19}F) obtenus à bas-champ en utilisant des réactifs à base de lanthanides (*Europium, Ytterbium, ...*). Remise au goût du jour, cette méthode qui a fait ses preuves dans les années 70, permet en exploitant les propriétés paramagnétiques des terres rares d'augmenter la dispersion en fréquence des résonances de l'analyte sur les spectres (*via la formation d'un complexe substrat-lanthanide*) [24].

Ces deux axes de recherche, ainsi que de nombreuses autres applications analytiques explorées récemment dans le cadre académique et qui ont en commun l'utilisation de spectromètres RMN compacts, démontrent clairement la vivacité et l'intérêt de la recherche fondamentale à l'échelle internationale dans le domaine [25,26,27,28,29].

V – Les spectromètres RMN de gamme « intermédiaire »

Dans cet article, nous nous sommes focalisés sur la gamme des spectromètres RMN à TF et à aimant permanent, définis comme instruments de paillasse, c'est-à-dire des appareils dont le dimensionnement global, la maniabilité et l'accessibilité permettent une installation sur une table ou une paillasse de laboratoire (*comme son nom l'indique!*).

Cependant, et pour compléter notre analyse, nous devons attirer l'attention de futurs acquéreurs sur l'existence d'une gamme de spectromètres RMN à TF et bas champs ($< 2,1$ T) que l'on pourrait qualifier « d'intermédiaire » dans la mesure où le dimensionnement et les contraintes d'implantation ne correspondent plus totalement à la définition même « d'instruments de paillasse ». A ce titre, deux constructeurs ont ainsi été identifiés sur cette gamme de produits spécifiques. On pourra ainsi citer les sociétés « *Imaging impact* » (*plus connus pour ses instruments IRM compacts*) et « *Anasazi Instruments* », basées en Israël et aux USA, respectivement [30]. Ces deux sociétés proposent des instruments (60 et 90 MHz en ^1H) couvrant, en version basique ou en option, une large gamme de noyaux et d'expériences RMN (1D et 2D). Cette instrumentation peut satisfaire des utilisateurs dont le problème d'implantation ne soit pas un facteur critique.

VI – Les relaxomètres RMN

1 - Des RMN de paillasse sans TF

Le développement et la commercialisation des spectromètres RMN bas-champ à TF ont été précédés par celui des instruments opérant uniquement dans le domaine du temps (DT) (*en anglais « benchtop Time-Domain NMR (TD-NMR) analyser or NMR relaxometer »*), systèmes de paillasse compacts principalement dédiés aux expérimentations de relaxométrie RMN. Appliqué à l'étude des processus de dynamiques moléculaires, ce type d'analyses conçues pour la détermination des temps de relaxations ($T_{1,2}$) ou des paramètres de diffusion (D) ne nécessite pas la conversion des données expérimentales dans le domaine des fréquences. C'est donc une technique alternative à la RMN classique dans ces domaines, qui permet de caractériser les mouvements atomiques ou moléculaires et d'en déduire des caractéristiques propres des échantillons analysés. Même si ces appareils sont antérieurs à leurs homologues à TF, les deux types de systèmes sont vendus sous l'appellation générique « *benchtop NMR* » en raison de leur compacité, ce qui peut parfois induire une certaine confusion.

2 - Relaxation RMN et informations moléculaires

L'étude des processus de retour à l'équilibre d'un ensemble de spins nucléaires après la perturbation du système apporte des informations uniques sur le comportement dynamique des molécules. Ainsi, la mesure des temps de relaxation longitudinale ou spin-réseau (T_1) permet d'analyser la mobilité / les mouvements internes des molécules où sont engagés les noyaux observés (^1H). D'un point de vue analytique, les temps de relaxation sont reliés à des propriétés physiques de l'échantillon qui sont, par exemple, sensibles à la masse moléculaire, à la viscosité (*liquide*), ou encore à la rigidité pour un échantillon solide. D'un point de vue pratique, ces informations peuvent être obtenues dans le domaine de temps (s) ou dans le domaine de fréquence (Hz) après TF.

3 - Les RMN DT

Compte tenu de leur domaine d'applications, les relaxomètres utilisent généralement des aimants très bas champs (à partir de 5 MHz, soit 0.12 T), ce qui n'est pas un problème en soit puisque les échantillons étudiés sont généralement purs (sans solvants). Les résolutions accessibles pour ces champs sont si faibles qu'il est plus avantageux de travailler dans le domaine temporel que dans le domaine spectral. Appliqué à l'étude des processus dynamiques mésoscopiques (ns-0,1 μ s) dans différents systèmes moléculaires (*liquides complexes, tissus biologiques, ...*), ce type d'analyses, basées sur la mesure des temps de relaxation « spin-réseau », T_1 , ne nécessite pas une TF des données expérimentales. Dans ce cas, la dépendance temporelle de l'intensité d'un signal RMN peut alors être utilisée pour accéder directement aux constantes de relaxation du système, soit être ajustée avec les équations appropriées selon le type d'information recherchée [31].

4 - Domaines d'applications et offre instrumentale

Ce type d'instruments est très souvent utilisé dans l'industrie alimentaire pour des applications en contrôle et/ou analyse qualité, comme, par exemple, l'étude de la teneur en matière grasse solide (ISO 8292) ou la détermination des huiles ou du taux d'humidité dans les graines oléagineuses (ISO 10565 et ISO 10632). Les relaxomètres trouvent également des applications dans d'autres domaines multidisciplinaires tels que la l'analyse de polymères [32], production de carburant carburants (ASTM D7171-05), la production de produits chimiques ou encore la protection de l'environnement.

Les appareils de relaxométrie RMN représentent un marché très implanté depuis plus de deux décennies, autant en France qu'à l'international. De fait, les fournisseurs de relaxomètres RMN sont aujourd'hui beaucoup plus nombreux que ceux proposant des RMN de paillasse à TF. Sans être exhaustif, on pourra citer, par exemple, les instruments proposés par les constructeurs historiques de ce type d'analyseurs, à savoir « Bruker » ou « Oxford Instruments », « Resonance systèmes », concurrencé plus récemment par de plus petites compagnies telles que « Cosa-Xentaur » ou « SpinLock », par exemple. Ces constructeurs proposent une gamme étendue de relaxomètres parfois très sophistiqués et opérant à des champs très élevés (jusqu'à 1.5 T soit 60 MHz). Hors du cadre de cette étude dédiée aux instruments à TF, ces RMN de paillasse ne seront pas intégrés dans le comparatif.

VII – Présentation du tableau synoptique

L'objectif du tableau synoptique proposé est de rassembler les différentes caractéristiques, paramètres et possibilités instrumentales de chaque instrument, données factuelles susceptibles de faciliter ou d'orienter le choix de tout acheteur potentiel, tant sur le plan technique que commercial. Ce tableau présente la gamme instrumentale proposée par les différents constructeurs identifiés sur le marché des RMN de paillasse à TF. De fait, il exclu les fournisseurs de relaxomètres et les instruments RMN « intermédiaires ».

Le tableau se décompose en cinq grandes sections (S-1 à S-5): i) Caractéristiques "appareillage"; ii) Spécificités "RMN"; iii) Caractéristiques de l'échantillon; iv) Informatique et interface proposées; v) Distribution et contrat utilisateur. Toutes ces sections sont ensuite décomposées en différents items portant sur des points incontournables associés à tous instruments de RMN, comme par exemple, son encombrement et son poids (S-1), l'intensité du champ magnétique B_0 , les caractéristiques de la sonde, le type de noyaux détectables et les expériences RMN (1D/2D) déjà implantées (ou programmables) (S-2) ou encore les caractéristiques de l'échantillon (S-3), le type de logiciel et la compatibilité des données avec d'autres logiciels de traitement (S-4); et enfin les garanties ou contrats proposés (S-5). Par ailleurs, pour les cinq sections, nous avons laissé la possibilité aux constructeurs d'apporter des informations supplémentaires dans la rubrique portant le même nom.

Par mesure d'objectivité, les constructeurs apparaissant dans le tableau synoptique ont été classés par ordre alphabétique.

VIII - Conclusion

L'arrivée récente de systèmes RMN de paillasse bas-champ combinant efficacement aimants permanents, technologie impulsionnelle et TF illustre l'évolution du marché de l'instrumentation RMN, répondant ainsi a des besoins/ambitions analytiques nouveaux et/ou des exigences spécifiques des utilisateurs, tant dans le monde industriel qu'académique.

Bénéficiant des acquis et des innovations technologiques développées pour les spectromètres RMN haut-

champ, les RMN « compacts » à TF sont des instruments analytiques modernes, simples d'utilisation et peu coûteux en fonctionnement. Par ailleurs, la volonté des constructeurs de transférer/adapter des méthodologies récentes (*par exemple, le couplage chromatographie-RMN*) des issues de la RMN haut-champs vers les bas-champs montre l'intérêt et le renouveau analytique de ces systèmes. Enfin, l'existence de projets de recherche académique intégrant l'exploitation ce type d'instrumentation RMN traduit le besoin d'innovation dans le domaine. A l'image de leurs aînés « supra » dont nombre de développements technologiques et méthodologiques trouvent son origine dans des interactions « académiques/constructeurs » fortes et continues, la vitalité universitaire portée sur les spectromètres RMN de paillasse devrait susciter de nouveaux développements instrumentaux chez les constructeurs les plus dynamiques, assurant ainsi un avenir pérenne pour cette gamme d'instruments.

Même si le nombre de constructeurs mondiaux actuels reste encore limité (*deux fois plus pourtant comparé au marché des RMN supra depuis la disparition d'Agilent (ex-Varian)*), il existe de nombreux modèles dont les spécificités et les options diffèrent. La variété des modèles proposés impose à tout acheteur la nécessité de connaître l'offre disponible afin de sélectionner l'appareil (et ses options) le mieux adapté à ses besoins (*objectifs analytiques et applications envisagées*). Le but de cet article était donc de rassembler les informations utiles pour appréhender le concept de RMN de paillasse à TF, tout en proposant un panorama des choix possibles qui lui sont offerts.

Nul doute que la loi de l'offre et de la demande sur ce type d'instrumentation compact devrait à terme conduire les deux constructeurs historiques de spectromètres haut-champ à se (re)lancer dans l'aventure excitante des spectromètres RMN de paillasse à TF.

Comme déjà souligné en préambule, ce document ne doit pas être considéré comme un comparatif des solutions technologiques proposées par les fournisseurs actuels, puisque son objectif est avant tout de présenter sous une forme synthétique et simplifier les instruments et leurs principales caractéristiques.

IX - Remerciements

Les auteurs remercient chaleureusement tous les acteurs/actrices ayant contribué à ce travail, que ce soit dans la compréhension des enjeux ou leurs retours d'expérience, que les réponses apportées par les constructeurs et qui ont permis l'élaboration du tableau synoptique. P.L. remercie Camille Saisset.

Parmi les académiques, les auteurs remercient, en particulier, Stéphane Balayssac et Patrick Giraudeau, tous deux, maîtres de conférences à l'Université Paul Sabatier de Toulouse (Lab. SPCMIB) et à l'Université de Nantes (Lab. CEISAM), respectivement, pour leurs discussions enrichissantes et leurs aides précieuses. P.L. (DR au CNRS) remercie également Marie-Christine Schermann professeure à l'Université Paris Sud/Paris-Saclay et enseignante à l'IMAM.

Chez les constructeurs, sont remerciées les personnes suivantes (par ordre alphabétique): M. Patrick Bernard-Moulin, chef de produit Infrarouge au sein de la société « *Thermo Fisher Scientific, France* », Mme Emilce Chacon, administratrice des ventes au sein de la société « *Magritek* », M. Thierry Guiheneuf, spécialiste en RMN/IRM au sein de la société « *Oxford Instruments* », M. Sean Krakiwsky, PDG de la société Nanalysis, Mme Susie Riegel, chef de produit RMN au sein de la société « *Nanalysis* » et M. David Williamson, chef de produit de la société « *Oxford Instruments* ».

X - Références et notes

- (1) Ecole Normale Supérieure de Lyon - *Le premier spectromètre RMN 1 GHz mondial a été inauguré !* [En ligne] (publié le 30/09/2009). Disponible sur : < <http://www.ens-lyon.fr/recherche/le-premier-spectrometre-rmn-1-ghz-mondial-a-ete-inaugure--80854.kjsp> >
- (2) KOVACS H., MOSKAU D., SPRaul M. Cryogenically cooled probes, a leap in NMR technology. *Prog. Nucl. Magn. Reson. Spectrosc.* 2005, 45, 131-155.
- (3) SCHROEDER C., GRONQUIST M. Extending the Scope of NMR Spectroscopy with Microcoil Probes, *Angew. Chem. Int. Ed.* 2006, 45, 7122-7131.

- (4) MOBLI M., HOCH J.C., Nonuniform Sampling and Non-Fourier Signal Processing Methods in Multidimensional NMR, *Prog. in Nucl. Magn. Reson. Spectrosc.* 2014, 83, 21–41.
- (5) GRIESINGER, C., BENNATI M., VIETH H.M., LUCHINA C., PARIGI G., HÖFER P., ENGELKE F., GLASER S.J., DENYSENKOV V., PRISNER T.F., Dynamic Nuclear Polarization at High Magnetic Fields in Liquids, *Prog. Nucl. Magn. Reson. Spectrosc.* 2012, 64, 4-28.
- (6) TAL A., FRYDMAN, L., Single-scan Multidimensional Magnetic Resonance, *Prog. in Nucl. Magn. Reson. Spectrosc.* 2010, 57, 241-292.
- (7) LESOT, P. COURTIEU J. Natural Abundance Deuterium NMR Spectroscopy: Developments and Analytical Applications in Liquids, Liquid Crystals and Solid Phases, *Prog. Nucl. Magn. Reson Spectrosc.* 2009, 55, 128-159.
- (8) LESOT P., LAFON O., Experimental Detection of Achiral and Chiral Naturally Abundant ^{13}C - ^2H Isotopomers by 2D-NMR in Liquids and Chiral Oriented Solvents, *Anal. Chem.* 2012, 84, 4569-4573.
- (9) LESOT P., RMN 2D DAN dans les CLC: de Nouveaux Outils pour l'Étude du Fractionnement Isotopique Naturel ($^2\text{H}/^1\text{H}$) d'Acides Gras et de Triglycérides, *Spectra Analyse* 2014, 2999, 62-72.
- (10) JAMIN E., MARTIN F., MARTIN G.G. Determination of Site-specific (Deuterium/hydrogen) Ratios in Vanillin by ^2H NMR Spectrometry, *J. AOAC Int.* 2007, 90, 187–195.
- (11) <http://ir.bruker.com/investors/press-releases/press-release-details/2013/Bruker-Introduces-New-Benchtop-FT-NMR-System-FOURIER-60/default.aspx>
- (12) PARKER T., LIMER E., WATSON A.D., DEFERNEZ M., WILLIAMSON D. KEMSLEY E.K. 60 MHz ^1H NMR spectroscopy for the analysis of edible oils. *Trends in Analytical Chemistry* 2014, 57, 147-158.
- (13) BERGER S., BRAUN S.A., 200 and more Basic NMR Experiments, Wiley-VCH, 2004.
- (14) HAJDUK P.J., GERFIN T., BOEHLEN J.-M., HÄBERLI M., MAREK D., High-throughput Nuclear Magnetic Resonance-based Screening, *J. Med. Chem.* 1999, 42, 2315–2317.LC RMN
- (15) ALBERT K., On-Line LC-NMR and Related Techniques, Wiley, Chichester, 2002.
- (16) DALITZ F., CUDAJ M., MAIWALD M., GUTHAUSEN G. Process and Reaction Monitoring by Low-Field NMR Spectroscopy, *Prog. Nucl. Magn. Reson. Spectrosc.* 2012, 60, 52-70.
- (17) BORIS G., CHARRIER B., ERNESTO D., DUMEZ J.-N., AKOKA S., FELPIN F.-X., RODRIGUEZ-ZUBIRI M., GIRAUDEAU P, Real-time Reaction Monitoring by Ultrafast 2D NMR on a Benchtop Spectrometer, *Analyst* 2015, 140, 7854-7858.
- (18) RIEGEL S.D., LESKOWITZ, G.M., Benchtop NMR spectrometers in academic teaching, *TRAC-Trends in Anal. Chem.* 2016, 83, 27-38.
- (19) GOUILLEUX, N., CHARRIER B., AKOKA S., FELPIN F.-X., RODRIGUEZ-ZUBIRI M., GIRAUDEAU P., Ultrafast 2D NMR on a Benchtop Spectrometer: Applications and Perspectives, *TRAC-Trends in Anal. Chem.* 2016, 83, 65-75.
- (20) BLUMICH B., Introduction to Compact NMR: A Review of Methods, *TRAC-Trends in Anal. Chem.* 2016, 83, 2-11.
- (21) SINGH K., BLUMICH B., Compact NMR Spectroscopy with Shift Reagents, *Applied Magn. Reson.* 2016, 47, 1135-1146.
- (22) GOUILLEUX B., ROYHER L., GIRAUDEAU P. Ultrafast Multi-dimensional NMR: Principles and Recent Applications, *eMagRes* 2016, 5, 913-922.
- (23) GOUILLEUX B., CHARRIER B., AKOKA S., GIRAUDEAU P., Gradient-based solvent suppression methods on a benchtop spectrometer, *Magn. Reson. Chem.* 2017, 55, 91–98.
- (24) REUBEN J., Paramagnetic Lanthanide shift Reagents in NMR Spectroscopy: Principles, Methodology and Applications, *Prog. Nucl. Magn. Reson. Spectrosc.* 1973, 9, 3-70.
- (25) ELIPE M.V.S., MILBURN R.R. Monitoring Chemical Reactions by Low-field Benchtop NMR at 45MHz: Pros and Cons, *Magn. Reson. Chem.* 2016, 54, 437–443.
- (26) BATTOL A., SLIWINSKI E., CERROTI J.P., LEY S.V., Continuous Processing and Efficient in Situ Reaction Monitoring of a Hypervalent Iodine(III) Mediated Cyclopropanation Using Benchtop NMR Spectroscopy, *Org. Proc. Res. & Dev.*, 2016, 20, 1603-1614.
- (27) ARCHAMBAULT C.M., LEADBEATER N.E. Abenchtop NMR spectrometer as a tool for monitoring mesoscale continuous-

flow organic synthesis: equipment interface and assessment in four organic transformations, *RSC Adv.*, 2016, 6, 101171-101177.

(28) TEYMOURI, Y., ADAMS A., BLUMICH B., Compact Low-field NMR: Unmasking Morphological Changes from Solvent-induced Crystallization in Polyethylene, *Eur. Polymer. J.* 2016, 80, 48-57.

(29) Virtual special issue: Magnetic Resonance at Low Fields, *J. Magn Reson.* 2016, 274, 145-147.

(30) Pour contacter les deux constructeurs mentionnés: Mail (*Impact imaging*): info@aspectimaging.com; Mail (*Anasazi Instruments*): sales@aainmr.com

(31) STEINER E., BOUGUET-BONNET, S., ROBERT, A., CANET, D., Relaxometry Experiments and Analysis of Dispersion Curves: An Illustrative Example of Toluene in Liquid and in Organogel Phases, *Concepts In Magn. Reson. A*, 2012, 40A, 80-89.

(32) GUTHAUSEN G., TODT H., BURK W., KAMLOWSKI A., SCHMALBEIN D., Quality control with NMR: selected examples and applications in polymer industry. *KGK Kautschuk Gummi Kunststoffe*, 2003, 56, 578-581.

Contacts constructeurs

✓ **MAGRITEK**

Philipsstrasse 8
52 068 Aix-la-Chapelle
ALLEMAGNE
www.magritek.com
sales@magritek.com

Contact :

Emilce Chacon
E-mél : emilce@magritek.com
Tél. : +49 (0)241 705256020
Fax : +49 (0)241 539 4375

✓ **NANALYSIS**

Bay 4, 4500 5 Street NE
T2E 7C3 Calgary, Alberta
CANADA
www.nanalysis.com
sales@nanalysis.com
Tél. (Support tech.) : +1 855 667 3239

Contact :

Tobias Böhringer
E-mél :
tobias.boehringer@nanalysis.com
Tél. : +49 721 174 64001
Mobile : +49 1590 452 99751
Fax : +49 721 170 297109

✓ **OXFORD INSTRUMENTS**

Tubney Woods
OX13 5QX Abingdon, Oxfordshire
ROYAUME-UNI
www.oxford-instruments.com
industrial@oxinst.com

Contact :

David Williamson
E-mél : david.williamson@oxinst.com
Tél. : +44 1865 393200
Fax : +44 1865 393333

✓ **THERMO FISHER SCIENTIFIC
FRANCE**

16, Av. du Québec - Silic
91 140 Villebon-sur-Yvette
FRANCE
www.thermofisher.com

Contact :

E-mél : patrick.bernard-moulin@thermofisher.com
Patrick Bernard-Moulin
Tél. : 01 60 92 48 00
Fax : 01 60 92 49 00

Définition des abréviations/acronymes

1D / 2D : 1 dimension / 2 dimensions

COSY : Correlation Spectroscopy

B₀ : Champ magnétique nominal

DEPT : Distorsionless Enhanced Polarization Transfer

DNP : Dynamic Nuclear Polarisation

DOSY : Diffusion-ordered Spectroscopy

FID : Free Induction Decay

HETCOR : HETeronuclear CORrelation (détection en X)

HMQC : Heteronuclear Multiple-Quantum Correlation

HMBC : Heteronuclear Multiple-Bond Correlation

HSQC : Heteronuclear Single-Quantum Correlation

IRM : Imagerie par Résonance Magnétique

LC-NMR : Liquid Chromatography – NMR

Magnétique

Lock : Système de verrouillage du champ

NOE : Nuclear Overhauser Effect

NUS : Non Uniform Sampling

o.d. : Outer diameter (diamètre externe tube)

RMN : Résonance Magnétique Nucléaire (NMR : Nuclear Magnetic Resonance)

RF : Radiofréquence

TD : Time Domain (Domaine de temps)

TF : Transformée de Fourier (Fourier Transform)

T₁ : Temps de relaxation longitudinale

T₂ : Temps de relaxation transversale

POST-PRINT

Caractéristiques techniques des appareils RMN de paillasse présents sur le marché français en 2017 (avril) Tableau A 2/5				
CONSTRUCTEUR		Magritek		
Dénomination de l'instrument	Spinsolve 43 Education	Spinsolve 43	Spinsolve 43 Multicanaux	Spinsolve 60
		Magritek		
		Spinsolve 60 Multicanaux	Spinsolve 60 ULTRA	Spinsolve 60 ULTRA Multicanaux
I - Caractéristiques « appareillage » (suite)				
Couplage multi-analyses et accessoires				
Possibilité de couplage avec d'autres techniques	Chromatographie liquide (HPLC, perméation de gel, ...)	Chromatographie liquide (HPLC, perméation de gel, ...)	Chromatographie liquide (HPLC, perméation de gel, ...)	Chromatographie liquide (HPLC, perméation de gel, ...)
Accessoires disponibles	Kit de contrôle de réaction Système de gradients (en option)	Kit de contrôle de réaction Système de gradients (en option)	Kit de contrôle de réaction Système de gradients (en option)	Kit de contrôle de réaction
Informations supplémentaires	Evolution possible vers Spinsolve 43 et Spinsolve 43 Multicanaux	Evolution possible vers Spinsolve 43 Multicanaux	S.O.	Evolution possible vers Spinsolve 60 ULTRA Multicanaux
II - Spécificités « RMN »				
Instrumentation				
Champ magnétique	1,01 T / 43 MHz (H)	1,01 T / 43 MHz (H)	1,01 T / 43 MHz (H)	1,41 T / 60 MHz (H)
Système de lock	Système de lock externe par un hardware Solvants dérivés non nécessaires	Système de lock externe par un hardware Solvants dérivés non nécessaires	Système de lock externe par un hardware Solvants dérivés non nécessaires	Système de lock externe par un hardware Solvants dérivés non nécessaires
Type de régulation thermique pour la stabilité du champ	Système actif Chauffage - Refroidissement	Système actif Chauffage - Refroidissement	Système actif Chauffage - Refroidissement	Système actif Chauffage - Refroidissement
Test de résolution	¹ H à 50 %	< 0,5 Hz	< 0,5 Hz	< 0,5 Hz
	¹ H à 0,55 %	< 20 Hz	< 20 Hz	< 6 Hz
Sensibilité (¹ H)	Rapport signal/bruit	100:1	70:1	180:1
	Référence utilisée et nombre de scans	1 % éthylbenzène sur 1 scan	1 % éthylbenzène sur 1 scan	1 % éthylbenzène sur 1 scan
Caractéristiques du shim	Shim nécessaire une fois par semaine (si variation de température < 2 - 3 °C dans la journée) ; Système de shim automatique.	Shim nécessaire une fois par semaine (si variation de température < 2 - 3 °C en une journée) ; Système de shim automatique.	Shim nécessaire une fois par semaine (si variation de température < 2 - 3 °C dans la journée) ; Système de shim automatique.	Shim nécessaire une fois par semaine (si variation de température < 2 - 3 °C dans la journée) ; Système de shim automatique.
Informations supplémentaires	Hormis l'opération de shim, le système n'a besoin d'aucun autre réglage qu'effectuerait l'utilisateur.	Hormis l'opération de shim, le système n'a besoin d'aucun autre réglage qu'effectuerait l'utilisateur.	Hormis l'opération de shim, le système n'a besoin d'aucun autre réglage qu'effectuerait l'utilisateur.	Test de résolution ¹ H à 0,11 % : 12 Hz Hormis l'opération de shim, le système n'a besoin d'aucun autre réglage qu'effectuerait l'utilisateur.
Caractéristiques de la sonde et impulsions RF				
Sonde	Type de sonde	¹ H, ¹³ C, ¹⁵ N, ³¹ P, ¹⁹ F, ²⁹ Si, ³¹ P (évolution vers X-noyaux possible)	¹ H, ¹³ C, ¹⁵ N, ³¹ P, ¹⁹ F, ²⁹ Si, ³¹ P (et autres noyaux sur demande)	¹ H, ¹³ C, ¹⁵ N, ³¹ P, ¹⁹ F, ²⁹ Si, ³¹ P (et autres noyaux sur demande)
	Spécificités	Tous les noyaux disponibles simultanément (pas de re-tuning nécessaire)	Tous les noyaux disponibles simultanément (pas de re-tuning nécessaire)	Tous les noyaux disponibles simultanément (pas de re-tuning nécessaire)
Possibilité de changer la sonde	Oui (seulement par une personne formée)	Oui (seulement par une personne formée)	Oui (seulement par une personne formée)	Oui (seulement par une personne formée)

Caractéristiques techniques des appareils RMN de paillasse présents sur le marché français en 2017 (avril)* Tableau A 4/5											
CONSTRUCTEUR		Magritek				Magritek					
Dénomination de l'instrument		Spinsolve 43 Education		Spinsolve 43		Spinsolve 60		Spinsolve 60 ULTRA		Spinsolve 60 ULTRA Multicanaux	
III - Caractéristiques de l'échantillon											
Type d'échantillon		Liquide		Liquide		Liquide		Liquide		Liquide	
Moyen d'introduction de l'échantillon		Tubes RMN standards		Tubes RMN standards		Tubes RMN standards		Tubes RMN standards		Tubes RMN standards	
Dimensions des tubes		5 mm o.d.		5 mm o.d.		5 mm o.d.		5 mm o.d.		5 mm o.d.	
Volume d'échantillon nécessaire		300 µl		300 µl		300 µl		300 µl		300 µl	
Chauffage de l'échantillon		Non		Non		Non		Non		Non	
Possibilité de suivi de réactions		Oui		Oui		Oui		Oui		Oui	
Passer automatique d'échantillons		En option (nouveau)		En option (nouveau)		En option (nouveau)		En option (nouveau)		En option (nouveau)	
Rotation de l'échantillon		Non		Non		Non		Non		Non	
Informations supplémentaires		S.O.		Changement en configuration «écoulements» (flow-through) en moins de 10 minutes		Changement en configuration «écoulements» (flow-through) en moins de 10 minutes		Changement en configuration «écoulements» (flow-through) en moins de 10 minutes		Changement en configuration «écoulements» (flow-through) en moins de 10 minutes	
IV - Informatique et interface											
Environnement informatique											
Ecran de visualisation intégré à l'appareil		Non		Non		Non		Non		Non	
Mode de liaison avec un ordinateur externe		USB		USB		USB		USB		USB	
Système(s) d'exploitation(s) compatibles		Windows 7 ou plus		Windows 7 ou plus		Windows 7 ou plus		Windows 7 ou plus		Windows 7 ou plus	
Périphériques		Imprimantes		Imprimantes		Imprimantes		Imprimantes		Imprimantes	
Logiciel d'acquisition/traitement											
Nom du logiciel constructeur		Logiciel Spinsolve - Magritek		Logiciel Spinsolve - Magritek		Logiciel Spinsolve - Magritek		Logiciel Spinsolve - Magritek		Logiciel Spinsolve - Magritek	
Durée de validité de la licence		Pérennelle		Pérennelle		Pérennelle		Pérennelle		Pérennelle	
Autre(s) logiciel(s) compatible(s) avec l'appareillage		ACD / Labs Minova / TopSpin		ACD / Labs Minova / TopSpin		ACD / Labs Minova / TopSpin		ACD / Labs Minova / TopSpin		ACD / Labs Minova / TopSpin	
Documentation disponible en français		Non		Non		Non		Non		Non	
Informations supplémentaires		Logiciel Spinsolve Expert pour développer ses propres programmes d'impulsions en option		Logiciel Spinsolve Expert pour développer ses propres programmes d'impulsions en option		Logiciel Spinsolve Expert pour développer ses propres programmes d'impulsions en option		Logiciel Spinsolve Expert pour développer ses propres programmes d'impulsions en option		Logiciel Spinsolve Expert pour développer ses propres programmes d'impulsions en option	
V - Distribution et contrat utilisateur											
Conditions de vente											
Distribution		En France		Oui		Oui		Oui		Oui	
		Hors de France		Oui		Oui		Oui		Oui	
Conformité Norme CE		Oui		Oui		Oui		Oui		Oui	
Gamme de prix		35 - 45 k€		40 - 55 k€		55 - 70 k€		70 - 85 k€		80 - 95 k€	
Possibilité de réductions tarifaires pour les académiques		Oui		Oui		Oui		Oui		S.O.	

Caractéristiques techniques des appareils RMN de paillasse présents sur le marché français en 2017 (avril) * Tableau A 5/5					
CONSTRUCTEUR		Magritek			
Dénomination de l'instrument	Magritek		Magritek		
	Spinsolve 43 Education	Spinsolve 43	Spinsolve 60	Spinsolve 60 Multicanaux	Spinsolve 60 ULTRA Multicanaux
V - Distribution et contrat utilisateur (suite)					
Conditions de vente					
Informations supplémentaires	Bureaux de vente directe Magritek : Allemagne, Aix-la-Chapelle Royaume-Uni, Londres Etats-Unis, San Diego Nouvelle-Zélande, Wellington	Bureaux de vente directe Magritek : Allemagne, Aix-la-Chapelle Royaume-Uni, Londres Etats-Unis, San Diego Nouvelle-Zélande, Wellington	Bureaux de vente directe Magritek : Allemagne, Aix-la-Chapelle Royaume-Uni, Londres Etats-Unis, San Diego Nouvelle-Zélande, Wellington	Bureaux de vente directe Magritek : Allemagne, Aix-la-Chapelle Royaume-Uni, Londres Etats-Unis, San Diego Nouvelle-Zélande, Wellington	Bureaux de vente directe Magritek : Allemagne, Aix-la-Chapelle Royaume-Uni, Londres Etats-Unis, San Diego Nouvelle-Zélande, Wellington
Garantie et maintenance					
Garantie	jusqu'à 3 ans	jusqu'à 3 ans	jusqu'à 3 ans	jusqu'à 3 ans	jusqu'à 3 ans
Extension de garantie	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui
Service «après-vente» localisé en France	Non	Non	Non	Non	Non
Action(s) préventive(s) de maintenance	Pas de maintenance spéciale nécessaire Pas de calibration nécessaire Néanmoins, option possible	Pas de maintenance spéciale nécessaire Pas de calibration nécessaire Néanmoins, option possible	Pas de maintenance spéciale nécessaire Pas de calibration nécessaire Néanmoins, option possible	Pas de maintenance spéciale nécessaire Pas de calibration nécessaire Néanmoins, option possible	Pas de maintenance spéciale nécessaire Pas de calibration nécessaire Néanmoins, option possible
Possibilité de prise en main à distance de l'appareil par le constructeur	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui
Informations supplémentaires	L'architecture en modules de l'appareil Spinsolve permet de remplacer les modules détecteurs par l'outil de diagnostic, suivi si nécessaire d'un retour à l'usine d'Aix-la-Chapelle (Allemagne) dans les 24 à 48 h.	L'architecture en modules de l'appareil Spinsolve permet de remplacer les modules détecteurs par l'outil de diagnostic, suivi si nécessaire d'un retour à l'usine d'Aix-la-Chapelle (Allemagne) dans les 24 à 48 h.	L'architecture en modules de l'appareil Spinsolve permet de remplacer les modules détecteurs par l'outil de diagnostic, suivi si nécessaire d'un retour à l'usine d'Aix-la-Chapelle (Allemagne) dans les 24 à 48 h.	L'architecture en modules de l'appareil Spinsolve permet de remplacer les modules détecteurs par l'outil de diagnostic, suivi si nécessaire d'un retour à l'usine d'Aix-la-Chapelle (Allemagne) dans les 24 à 48 h.	L'architecture en modules de l'appareil Spinsolve permet de remplacer les modules détecteurs par l'outil de diagnostic, suivi si nécessaire d'un retour à l'usine d'Aix-la-Chapelle (Allemagne) dans les 24 à 48 h.
Informations commerciales					
Web	www.magritek.com	www.magritek.com	www.magritek.com	www.magritek.com	www.magritek.com
Informations supplémentaires	Francophones parmi le personnel technico-commercial	Francophones parmi le personnel technico-commercial	Francophones parmi le personnel technico-commercial	Francophones parmi le personnel technico-commercial	Francophones parmi le personnel technico-commercial

NB :
S.O. - Sans objet
Option - Equipement en option complétant la configuration standard.

* Le présent tableau a été établi à partir des informations communiquées par les fournisseurs, elles demeurent sous leurs responsabilités respectives.

Caractéristiques techniques des appareils RMN de paillasse présents sur le marché français en 2017 (avril)* Tableau B 1/5			
CONSTRUCTEUR		Nanalysis	
Dénomination de l'instrument		NMReady 60e	NMReady 60Pro
		Oxford Instrument	
		Puisar-60	picoSpin45 series II
		Thermo Scientific	
		picoSpin80 series II	
I – Caractéristiques «appareillage»			
Généralités			
Date de première commercialisation	2012	2015	2014
Domaines d'applications	Analyses de routine / Assurance et contrôle qualité / Education / Recherche / Contrôle de réaction / pétrologie / Pharmacocinétique / biotechnologies / Petrochimie / Polymères / Sciences de l'alimentation / Sécurité	Analyses de routine / Assurance et contrôle qualité / Education / Recherche / Contrôle de réaction / pétrologie / Pharmacocinétique / biotechnologies / Petrochimie / Polymères / Sciences de l'alimentation / Sécurité	Enseignement / Recherche / Contrôle Qualité / Identification et authentification de produit
Nombre de blocs instrumentaux	1	1	2
Dimensions (l x l x H)	49 l x 29 L x 30 H (cm)	49 l x 29 L x 30 H (cm)	Bloc électronique: 42 l x 30 L x 60 H (cm) Bloc de l'aimant: 43 l x 43 L x 63 H (cm)
Poids	25 kg	25 kg	Bloc électronique: 22 kg Bloc de l'aimant: 150 kg
Conditions environnementales	16 - 28 °C 90 % sans condensation	16 - 28 °C 90 % sans condensation	18 - 28 °C 90 % sans condensation
Informations supplémentaires	Instrument compact, facile à installer (sans besoin de connexion à un ordinateur). Installation sur une paillasse, un chariot, sous une boîte, dans un laboratoire mobile ou une boîte à gants. Commandé à distance possible	Instrument compact, facile à installer (sans besoin de connexion à un ordinateur). Installation sur une paillasse, un chariot, sous une boîte, dans un laboratoire mobile ou une boîte à gants. Commandé à distance possible	Séparer les blocs électroniques de l'aimant pour améliorer la stabilité thermique. Aimant de grande masse pour assurer une grande stabilité.
Caractéristiques techniques			
Tension / Fréquence / Puissance	100 - 240 V / 50 - 60 Hz / 70 W	100 - 240 V / 50 - 60 Hz / 70 W	100 - 230 V / 50 - 60 Hz / 750 W
Lignes de fuite	Ligne de < 2 G dans l'enceinte du spectromètre	Ligne de < 2 G dans l'enceinte du spectromètre	Ligne de 5 G confinée à l'intérieur du coffrage extérieur de l'appareil
Blindage magnétiquement actif	Oui	Oui	Oui
Délai minimum d'équilibre thermique	Opérationnel après une mise sous tension de plusieurs heures	Opérationnel après une mise sous tension de plusieurs heures	Opérationnel après une mise sous tension de 1 heure
Informations supplémentaires	Adaptateur de prise standard fourni (toute région). L'aimant étant magnétiquement protégé, l'instrument ne doit pas interférer avec les autres équipements du laboratoire.	Adaptateur de prise standard fourni (toute région). L'aimant étant magnétiquement protégé, l'instrument ne doit pas interférer avec les autres équipements du laboratoire.	Après un court arrêt, un retour à l'équilibre thermique est requis (~ 30 minutes).
Couplage multi-analyses et accessoires			
Possibilité de couplage avec d'autres techniques	Kit de flux permettant un couplage avec la chromatographie en phase liquide (HPLC)	Kit de flux permettant un couplage avec la chromatographie en phase liquide (HPLC)	Techniques séparatives (HPLC)
Accessoires disponibles	Kit de flux « NMReady » pour un suivi de réactions en temps réel	Kit de flux « NMReady » pour un suivi de réactions en temps réel	Accessoire pour suivi réactionnel
Informations supplémentaires	L'instrument peut être converti en un « kit en ligne » pilotable, compatible avec des systèmes de pipetage (liquide) et d'exploitation informatique (ex Labview).	L'instrument peut être converti en un « kit en ligne » pilotable, compatible avec des systèmes de pipetage (liquide) et d'exploitation informatique (ex Labview).	Compacte permettant l'installation sous hotte Déplaçable entre laboratoires avec remise en service directement par l'utilisateur Valeur de transport, conçue pour le transport aérien

Caractéristiques techniques des appareils RMN de paillasse présents sur le marché français en 2017 (avril)* Tableau B 2/5			
CONSTRUCTEUR	Nananalysis		Thermo Scientific
Dénomination de l'instrument	NMReady 60e	NMReady 60Pro	picoSpin45 series II / picoSpin80 series II
Instrumentation			
Champ magnétique	1,4 T / 60 MHz (H)	1,4 T / 60 MHz (H)	1,1 T / 45 MHz (H) / 1,9 T / 82 MHz (H)
Système de lock	Deutérium et non-deutérium	Deutérium et non-deutérium	Lock interne par logiciel avec algorithme propriétaire développé par Thermo Fisher Scientific. Pas de solvants deutérés
Type de régulation thermique pour la stabilité du champ	Chauffage direct de l'aimant combiné à un système propriétaire de contrôle de la température (faibles volatiles)	Chauffage direct de l'aimant combiné à un système propriétaire de contrôle de la température (faibles volatiles)	Aimant permanent contrôlé au millième de degré
Test de résolution	0,5 Hz < 20 Hz	0,5 Hz < 20 Hz	1,8 Hz / 45 MHz = 0,04 ppm (40 ppb) S.O.
Rapport signal/bruit	100:1	100:1	4 000:1
Sensibilité (H)	1 % éthylbenzène sur 1 scan	1 % éthylbenzène sur 1 scan	100 % H ₂ O sur 1 scan
Caractéristiques du shim	Système automatique de shim Si la température ambiante varie, un préajustage du shim à intervalles réguliers est recommandé. Différentes options et un mode "Standby" permettant un shim périodique quand l'instrument n'est pas utilisé.	Système automatique de shim Si la température ambiante varie, un préajustage du shim à intervalles réguliers est recommandé. Différentes options et un mode "Standby" permettant un shim périodique quand l'instrument n'est pas utilisé.	Shim nécessaire 1 fois par jour. Pas de réglage entre échantillons Système de shim automatique
Informations supplémentaires	Verrouillage du champ sur un signal H ou H L'instrument peut fonctionner avec des paramètres réglés automatiquement ou manuellement. Les spécifications données concernent des tubes RMN standard (5 mm o.d., volume d'échantillon > 400 µl).	Verrouillage du champ sur un signal H ou H	Algorithmes de lock développés par Thermo Scientific. Auto-alignement entre chaque scan successif d'une acquisition multiscaus et Auto Tk. entre deux échantillons
Caractéristiques de la sonde et impulsions RF			
Type de sonde	H, F	H, Li, Tl, B, C, N, F, P, S, Si, sp, ²⁹ Si, ³¹ P	H, F
Spécificités	H (60 MHz) ou en F (56 MHz)	Sonde doublement accordée, par ex. ¹ H/ ¹³ C, ¹ H/ ³¹ P, ¹ H/ ¹⁵ N, ¹ H/ ¹⁹ F, ¹ H/ ⁷ Li (Réglage réalisé en usine selon la demande à l'achat)	Cartouche spécifique (H ou F)
Possibilité de changer la sonde	Non	Non	L'utilisateur peut changer lui-même la sonde de mesure (la cartouche capillaire).
Accord de sonde possible	Sonde pré-accordée ne nécessitant pas de modification supplémentaire	Non	S.O.
Présence de gradients de champ magnétique	Non	Non	Non
Durée d'impulsion du 90° (H)	N.C.	N.C.	45 µs en moyenne
Durée d'impulsion du 90° (13C)	N.C.	N.C.	S.O.

Caractéristiques techniques des appareils RMN de paillasse présents sur le marché français en 2017 (avril)* Tableau B 3/5			
CONSTRUCTEUR	Nanalysis	Oxford Instrument	Thermo Scientific
Dénomination de l'instrument	NMReady 60e	Pulsar-60	picoSpin45 series II picoSpin80 series II
II - Spécificités « RMN » (suite)			
Caractéristiques de la sonde et impulsions RF			
Durée d'impulsion du 90° (autres noyaux)	N.C.	7 - 15 µs	< 10 µs pour ¹³ C
Durée moyenne d'acquisition d'un spectre ¹³ C en routine pour une concentration de 1 M	N.C.	≈ 10 minutes	S.O.
Méthodologie RMN			
Possibilité d'expériences RMN 2D	Oui	Oui	Non
Mesures de T ₁ , T ₂	Oui	Oui, spécifique au noyau	S.O.
Séquences 1D	¹ H ¹³ C	¹ H ¹³ C X-1(¹ H, ou X = ⁷ Li, ¹⁹ F, ³¹ P, ¹⁵ N, ¹⁷ O, ²⁹ Si) (noyaux spécifiques par l'utilisateur) Découplage des ¹ H avec ou sans effet NOE (mode inverse)	¹ H et ¹³ C
Séquences 2D	¹ H ¹³ C	COSY ¹ H- ¹³ C J-Resolue X HMBC ¹ H- ¹³ C HSQC ¹ H- ¹³ C HECTOR ¹³ C- ¹ H TOCSY ¹ H- ¹³ C	S.O.
Drivers	- Routines de shim automatique, enchaînement d'expériences RMN, module cinétique - Programmeur d'expériences permettant aux utilisateurs expérimentés de concevoir leurs propres séquences d'impulsions	- Routines de shim automatique, enchaînement d'expériences RMN, module cinétique - Programmeur d'expériences permettant aux utilisateurs expérimentés de concevoir leurs propres séquences d'impulsions	Suivi réactionnel avec accessoire Thermo Fisher Scientific.
Programmation de nouvelles séquences d'impulsions	Oui	Oui	Oui
Informations supplémentaires	Concepteur d'expériences pour les séquences d'impulsions des clients	Concepteur d'expériences pour les séquences d'impulsions des clients	La version actuelle du logiciel supporte seulement les expériences RMN 1D. L'appareil contient un séquenceur d'impulsions programmable avec une résolution temporelle de 20 ns. Le programme d'impulsions peut contenir jusqu'à 1024 instructions.
III - Caractéristiques de l'échantillon			
Type d'échantillon	Liquides ou émulsions	Liquides, solutions	Liquides purs ou mélanges, solides après dilution
Moyen d'introduction de l'échantillon	Les solides doivent être dissous dans un solvant	Les solides doivent être dissous dans un solvant	Injection via seringue
Dimensions des tubes	Tubes RMN standards 3 ou 5 mm o.d.	Tubes RMN standards 3 ou 5 mm o.d.	Injection via seringue S.O.
Volume d'échantillon nécessaire	> 400 µl	> 400 µl	40 µl de solution
Chauffage de l'échantillon	Non	Non	Non
Possibilité de suivi de réactions	Oui	Oui	Oui
Passer automatique d'échantillons	En option	En option	En option
Rotation de l'échantillon	Non	Non	S.O.
Informations supplémentaires	Appareil compatible avec les minotubes (échantillons à très faible volume) Kit de flux disponible (convenant logiciel et matériel informatique nécessaires)	Appareil compatible avec les minotubes (échantillons à très faible volume) Kit de flux disponible (convenant logiciel et matériel informatique nécessaires)	S.O.
IV - Informatique et interface			
Environnement informatique			
Écran de visualisation intégré à l'appareil	Oui	Oui	Non
Mode de liaison avec un ordinateur externe	Wifi, Ethernet, USB	Wifi, Ethernet, USB	Ethernet

Caractéristiques techniques des appareils RMN de paillasse présents sur le marché français en 2017 (avril)* Tableau B 4/5			
CONSTRUCTEUR		Thermo Scientific	
Dénomination de l'instrument		Oxford Instrument	picoSpin80 series II
Nanalysis		Pulsar-60	picoSpin45 series II
IV - Informatique et interface (suite)		NMRReady 60Pro	
Environnement informatique			
Système(s) d'exploitation(s) compatibles	Windows, MAC, Linux	Windows, MAC, Linux (incluant Windows 10)	Logiciel d'acquisition embarqué sur RMN Logiciel lisible par Firefox, Chrome, Internet Explorer, mobile Safari
Périphériques	Imprimantes, ordinateurs, routeurs	Imprimante	Imprimante
Logiciel d'acquisition/traitement			
Nom du logiciel constructeur	Logiciel Nanalysis	Oxford Instruments (acquisition) / Mestrebb Minova	Logiciel d'acquisition picoSpin embarqué sur PC et non verrouillé
Durée de validité de la licence	Perpétuelle Mises à jour incluses tant que l'instrument est sous garantie	1	Pas de limite pour logiciel acquisition, 1 an ou perpétuelle pour Minova
Autre(s) logiciel(s) compatible(s) avec l'appareillage	Tous logiciels (Ex: Delta V, Minova, ACD/Labs, Spinworks, vNMRJ)	Tous logiciels lisant le format NUTS (Ex: ACD labs)	Tous logiciels de traitement (Ex : Minova)
Documentation disponible en français	Oui	Oui	Oui
Informations supplémentaire	Possibilité de contrôler l'instrument via un ordinateur externe	Possibilité de contrôler l'instrument via un ordinateur externe	Le logiciel acquisition est embarqué pilotable par câble Ethernet sur un PC ou via réseau. Le logiciel affiche simultanément les données dans le domaine temps et fréquence. Le logiciel visualise les données en cours d'acquisition et de traitement et sauvegarde les données sur l'instrument, ou les exporte sur un ordinateur externe. Exemples de TP clés en main pour l'enseignement, à réaliser avec picoSpin.
V - Distribution et contrat utilisateur			
Conditions de vente			
Distribution	En France	Oui	Oui
	Hors de France	Oui	Oui
Conformité Norme CE			
	Oui	Oui	Oui
Gamme de prix	30 - 45 k€	60 - 75 k€	40 - 55 k€
Possibilité de réductions tarifaires pour les académiques	Oui	Oui	Oui
Informations supplémentaires	S.O.	S.O.	S.O.
Garantie et maintenance			
Garantie	1 an (inclue)	1 an	5 ans
Extension de garantie	Oui (jusqu'à 5 ans)	Oui	Consulter
Service après-vente localisé en France	Oui	Non	Oui

Caractéristiques techniques des appareils RMN de paillasse présents sur le marché français en 2017 (avril)* Tableau B 5/5			
CONSTRUCTEUR	Nanalysis		Thermo Scientific
Dénomination de l'instrument	NMRReady 60e	NMRReady 60Pro	picoSpin45 series II / picoSpin80 series II
V - Distribution et contrat utilisateur (suite)			
Garantie et maintenance			
Action(s) préventive(s) de maintenance	Peu de maintenance requise (aucune calibration nécessaire) Les règles « GMP/G.P » (Good Manufacturing/Laboratory Practice) peuvent être mises en place facilement. Nettoyage du filtre à air une ou deux fois par an	Peu de maintenance requise (aucune calibration nécessaire) Les règles « GMP/G.P » (Good Manufacturing/Laboratory Practice) peuvent être mises en place facilement. Nettoyage du filtre à air une ou deux fois par an	Pas de maintenance spéciale nécessaire Nettoyage de la cellule de mesure en fin d'utilisation journalière de l'appareil avec un solvant
Possibilité de prise en main à distance de l'appareil par le constructeur	Oui	Oui	Oui (liaison Ethernet directe ou via réseau, connexion TCP/IP)
Informations supplémentaires	Fonctionnalité d'assistance en ligne avec un manuel d'utilisateur et un service client (diagnostic des erreurs à distance) Les erreurs rectifiables sur place seront prises en charge dans les 74-48 heures. Appareil de remplacement fourni si la réparation requière le retour au dépôt de l'instrument.	Fonctionnalité d'assistance en ligne avec un manuel d'utilisateur et un service client (diagnostic des erreurs à distance) Les erreurs rectifiables sur place seront prises en charge dans les 74-48 heures. Appareil de remplacement fourni si la réparation requière le retour au dépôt de l'instrument.	Consommables : pas de fluides, pas de tubes RMN, pas de solvants deutériés
Informations commerciales			
Web	www.nanalysis.com	www.nanalysis.com	www.thermofisher.com
Informations supplémentaires	Service client français basé dans notre siège social	Service client français basé dans notre siège social	S.O.

S.O.: Sans objet
N.C.: Pas d'informations communiquées

* Le présent tableau a été établi à partir des informations communiquées par les fournisseurs; elles demeurent sous leurs responsabilités respectives.