
Optimisation de la COSY Ultrarapide pour l'analyse structurale de petites molécules

Aurélien Bernard*¹, Patrick Giraudeau¹, and Jean-Nicolas Dumez¹

¹Chimie Et Interdisciplinarité : Synthèse, Analyse, Modélisation (CEISAM) – Université de Nantes, Centre National de la Recherche Scientifique : UMR6230 – UFR des Sciences et des Techniques - 2 rue de la Houssinière BP 92208 - 44322 NANTES Cedex 3, France

Résumé

L'analyse structurale par spectroscopie RMN repose notamment sur une large gamme d'expériences 2D. Ces dernières sont d'autant plus chronophages qu'elles nécessitent d'acquérir de nombreux incréments à plusieurs scans afin d'échantillonner la dimension indirecte avec une résolution suffisante. Cela peut induire une charge importante des spectromètres. De nombreuses méthodes ont été développées par la communauté RMN afin d'accélérer l'acquisition de données 2D, telles que l'échantillonnage non uniforme (NUS), le codage Hadamard, les méthodes à répétition rapide, ou le repliement. Parmi ces méthodes, la RMN 2D ultrarapide (UF) permet d'acquérir en un seul scan la totalité des incréments de la dimension indirecte, en associant un codage spatial de la dimension indirecte et une acquisition de type imagerie spectroscopique (EPSI).

La méthode COSY est une des expériences 2D les plus utilisées pour l'élucidation structurale des petites molécules. Dans cette étude préliminaire, nous avons souhaité explorer le potentiel de l'expérience UF COSY dans le cas de la cyclosporine A et optimiser les paramètres de la séquence d'impulsions pour obtenir un spectre 2D complet en moins de 2 minutes. Plusieurs axes ont été abordés : optimisation des paramètres pour obtenir une carte complète, sensibilité, cyclage de phase, impacts de la modulation J, et intérêt de l'UF COSY-DQF. Il a ainsi été possible d'enregistrer une UF COSY couvrant la totalité de la gamme spectrale de la cyclosporine A (9 ppm) en 1,5 minute. Cependant la modulation J ne permet pas à ce stade d'obtenir toutes les taches de corrélation. Plusieurs pistes sont à l'étude pour tenter d'y remédier.

Ces premiers tests seront élargis à d'autres techniques homonucléaires (TOCSY, diffusion, ...) et appliqués à l'analyse structurale, ainsi qu'au suivi de mélanges hors-équilibre.

*Intervenant