

## Sonde Doty CryoMAS™

Cette sonde est en phase finale de développement  
Elle sera mise sur le marché au courant de l'année 2010

L'objectif du travail de développement réalisé par Doty est de parvenir à une augmentation significative du rapport signal/bruit sur widebore, avec une sonde RMN en rotation à l'angle magique (Magic Angle Spinning – MAS), en utilisant des bobines RF cryogéniques refroidies. Cela permettra d'augmenter le gain en sensibilité pour les analyses RMN des échantillons strictement solides, tel que les systèmes mobiles inhomogènes (comme des échantillons de cristaux liquides).

Comme pour les sondes cryogéniques refroidies utilisés pour la RMN du liquide, la sonde CryoMAS™ parvient à augmenter le rapport signal/bruit en combinant les effets de la baisse de température et de l'augmentation de débit, en dépit de la réduction du facteur de remplissage magnétique. Cela permettra d'augmenter sur la CryoMAS™ le rapport signal/bruit d'un facteur 8. Pour comparaison, une sonde liquide n'atteindra qu'un facteur 4. En plus de l'augmentation du rapport signal/bruit pour les échantillons à la température de la pièce, la sonde CryoMAS™ devrait permettre d'étendre la gamme de variation de température des échantillons de 30K à 400K, alors que les bobines RF et les capacitanceurs sont bloqués à 23K.

*CryoMAS™ Doty pour wide bore, sonde RMN 3 mm MAS <sup>1</sup>H/<sup>13</sup>C/<sup>15</sup>N*



**RS<sup>2</sup>D**

Parc d'activité « Les couturiers », 24 rue des couturières, 67240 Bischwiller, France

Tél : + 33 (0)3 88 93 92 63 – Fax : + 33 (0)3 88 93 92 59

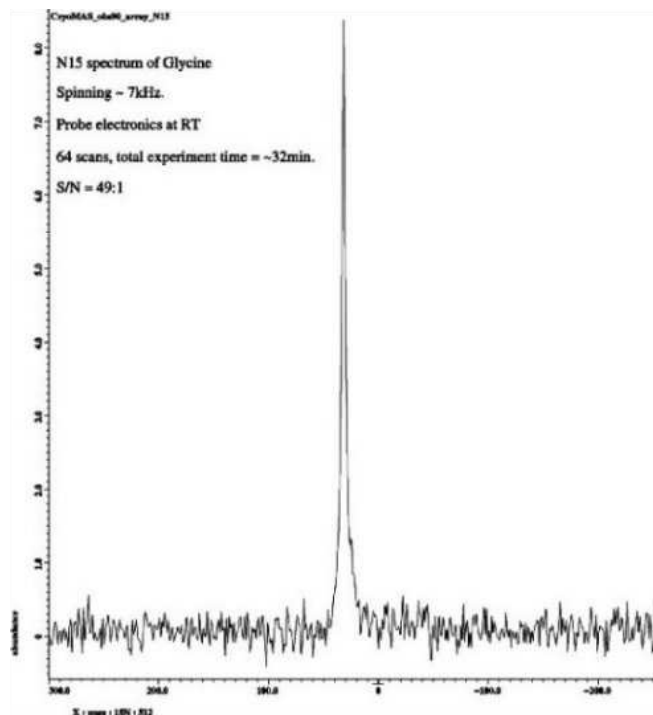
E-mail : rs@rs2d.com – Site internet : www.rs2d.com

La tâche que représente le développement d'une CryoMAS<sup>TM</sup> est un challenge compliqué, mais pas insurmontable. La sonde (ci-dessus) contient un circuit RF triple canaux (<sup>1</sup>H/<sup>13</sup>C/<sup>15</sup>N), un centrifugeur céramique isolé de 3 mm qui permet de maintenir la température de l'échantillon de manière indépendante, le vide isole la région de la bobine, ce qui permet le refroidissement cryogénique à 25K (+/- 2K). La sonde CryoMAS<sup>TM</sup> a montré une capacité de vitesse de rotation de 18 kHz, et un gain en rapport signal/bruit d'un facteur 4 dans une pièce à la température de la glycine avec un refroidissement cryogénique de la bobine d'échantillon et du circuit (notez que les pré-amplis n'ont pas été refroidis dans ce test).

*Spectre de l'abondance naturel du <sup>15</sup>N, gain du facteur signal/bruit : Facteur 4 avec une sonde CryoMAS<sup>TM</sup>. Il est espéré pouvoir doubler ce gain avec un préampli refroidit.*

*Pour tous les spectres : L'échantillon est de la glycine à la température de la pièce, 10 μs <sup>15</sup>N π/2, pas de découplage proton, 11,7 T, 7 kHz MAS.*

Bobines RF à 294 K, 64 scans, signal/bruit = 49/1



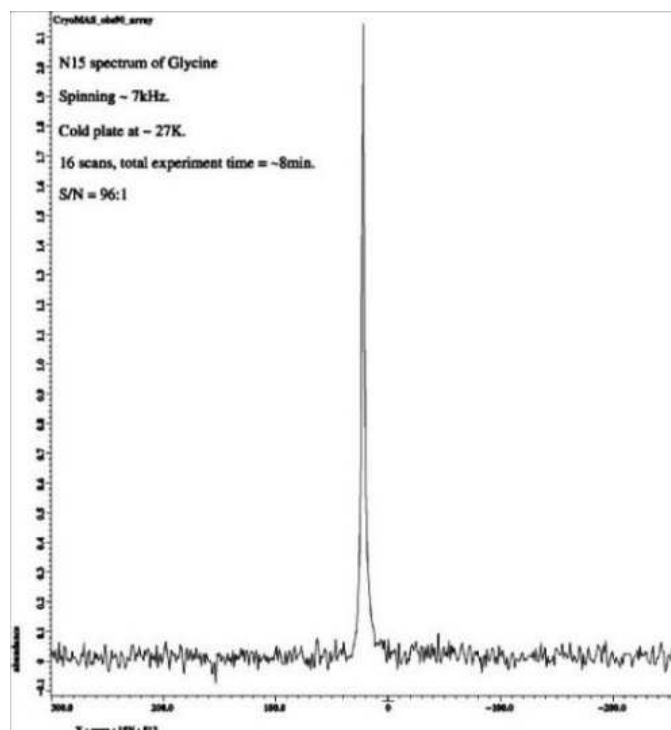
**RS<sup>2</sup>D**

Parc d'activité « Les couturiers », 24 rue des couturières, 67240 Bischwiller, France

Tél : + 33 (0)3 88 93 92 63 – Fax : + 33 (0)3 88 93 92 59

E-mail : rs@rs2d.com – Site internet : www.rs2d.com

Bobines RF à 25 K, 16 scans, signal/bruit = 96/1



Doty continue à améliorer les performances de la CryoMAS en développant une série de conducteurs thermiques, haut débit, haut voltage, capaciteurs céramiques, qui sont utilisés pour permettre un refroidissement de la bobine de l'échantillon. Aucun des capaciteurs disponibles sur le marché ne fonctionnent dans le froid, sous vide et à ces voltages bien inférieur à ceux qu'ils auraient dans l'air. Les nouveaux capaciteurs développés chez Doty sont designés pour résister à la pression de la RF et aux répétitions de cycles thermiques, requis dans les sondes RMN cryogéniques pour des séquences de pulse type solide.

**RS<sup>2</sup>D**

Parc d'activité « Les couturiers », 24 rue des couturières, 67240 Bischwiller, France

Tél : + 33 (0)3 88 93 92 63 – Fax : + 33 (0)3 88 93 92 59

E-mail : [rs@rs2d.com](mailto:rs@rs2d.com) – Site internet : [www.rs2d.com](http://www.rs2d.com)

Dans les plus récents développements de sondes, Doty a récemment travaillé avec des températures d'échantillon inférieures à 85K (-188°C) avec du nitrogène gazeux pour les centrifugeurs Doty DI-4 (drop-in 4 mm) sur les sondes OptiMAS™ (voir page OptiMAS™). Le design de la sonde CryoMAS™ rend les rotations à très basse température beaucoup plus facile. La vitesse de rotation du centrifugeur CryoMAS™ 3 mm est espérée à 25 kHz à la fin du développement, de même qu'une vitesse de rotation de 70 kHz pour le proton est espérée sur tout les canaux.

### **Résumé des caractéristiques de la sonde CryoMAS™**

- Centrifugeur 3 mm
- Vitesse de rotation de 18 kHz (développement en cours pour atteindre 25 kHz)
- circuit triple canaux <sup>1</sup>H/<sup>13</sup>C/<sup>15</sup>N (<sup>1</sup>H/<sup>13</sup>C/<sup>15</sup>N/lock en développement)
- Bobines RF maintenus à 25 K
- Température de l'échantillon contrôlé de manière indépendante de -188°C à +80°C avec du N<sub>2</sub> gazeux (baisse de 30 K avec du He gazeux, actuellement en développement)
- Ejection automatique de l'échantillon
- Pour les aimants widebore jusqu'à 600 MHz (développement en cours pour atteindre 750 Mhz)

### **RS<sup>2</sup>D**