

Sonde Protasis CapNMR[®] DFC (double cellule)

Protasis met sur le marché sa nouvelle génération de sondes CapNMR avec une gamme de sondes doubles cellules (dual flowcell – DFC). Chaque détecteur dans la sonde DFC fournit la même résolution et le même rapport signal/bruit qu'une sonde CapNMR[®] simple cellule, mais en doublant sa capacité.

L'excellente isolation électrique et le matériel magnétique utilisé entre les deux détecteurs, permettent à la sonde DFC d'être utilisée dans un grand nombre de mode d'analyse différents. Chacune des fréquences des microcellules peuvent être shimées à haute résolution simultanément, pour réaliser des acquisitions en parallèle. Une autre alternative : Les shims peuvent être fixés individuellement afin de travailler en série.

Chacune des cellules fournit la même résolution et le même rapport signal/bruit qu'une sonde CapNMR[®] simple cellule

Deux cellules dans un seul corps de sonde



Modes d'utilisation

Les modes d'utilisation de la sonde Protasis double cellule n'ont rien à voir avec la manière dont les cellules de mesure et la RF des bobines sont fluidiquement, ou électriquement, configurés. De plus, les termes « en série » et « en parallèle » font références à la manière dont les séquences de pulse interagissent avec les deux détecteurs.

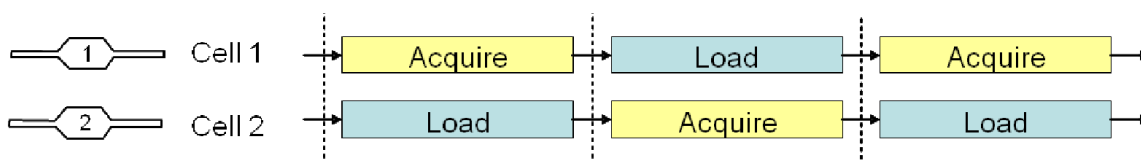
RS²D

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

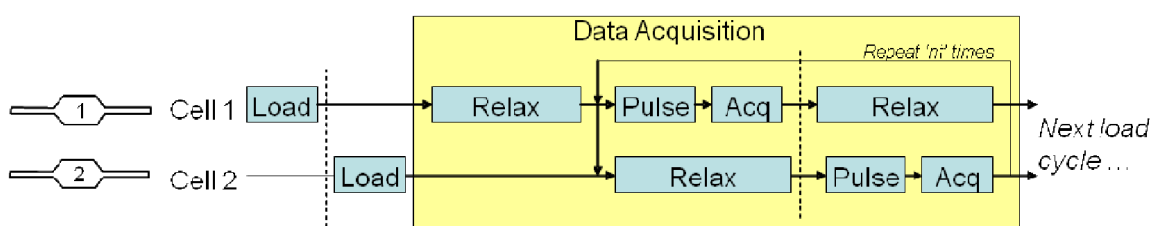
Tél : + 33 (0)3 88 93 92 63 – Fax : + 33 (0)3 88 93 92 59

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

1) En série. Comme illustré ci-dessous, le mode « en série » correspond à la manière dont l'échantillon est injecté dans une cellule de mesure, pendant qu'une acquisition est en cours sur un autre échantillon dans la deuxième cellule de mesure. Le mode opératoire peut être très avantageux, notamment pour le screening haut-débit. La coordination, le timing... sont contrôlés par le logiciel « One-Minute NMR ». Pour ce mode d'acquisition, les shims sont fixés individuellement.



2) En parallèle. Le mode d'acquisition en parallèle permet la réception du signal des deux cellules de mesure simultanément. Ce mode opératoire est le choix logique pour la recherche de résultats de très haute qualité. Les spectromètres qui sont configurés avec une double réception (correspondant au noyau regardé) peuvent les faire fonctionner simultanément lors de la détection de signal. Les spectromètres équipés avec un receveur simple peuvent incorporer le routeur de signal Protasis (Protasis Signal Router – PSR). Cet accessoire fonctionne avec la séquence de pulse Protasis et le logiciel d'automatisation pour coordonner l'excitation et la réception de telle manière à ce que deux signaux indépendants soient obtenus, un de chaque échantillon. le mode d'acquisition en parallèle est décrit ci-dessous. Pour un mode opératoire en parallèle, chacune des cellules de mesures sont shimés simultanément.



RS²D

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

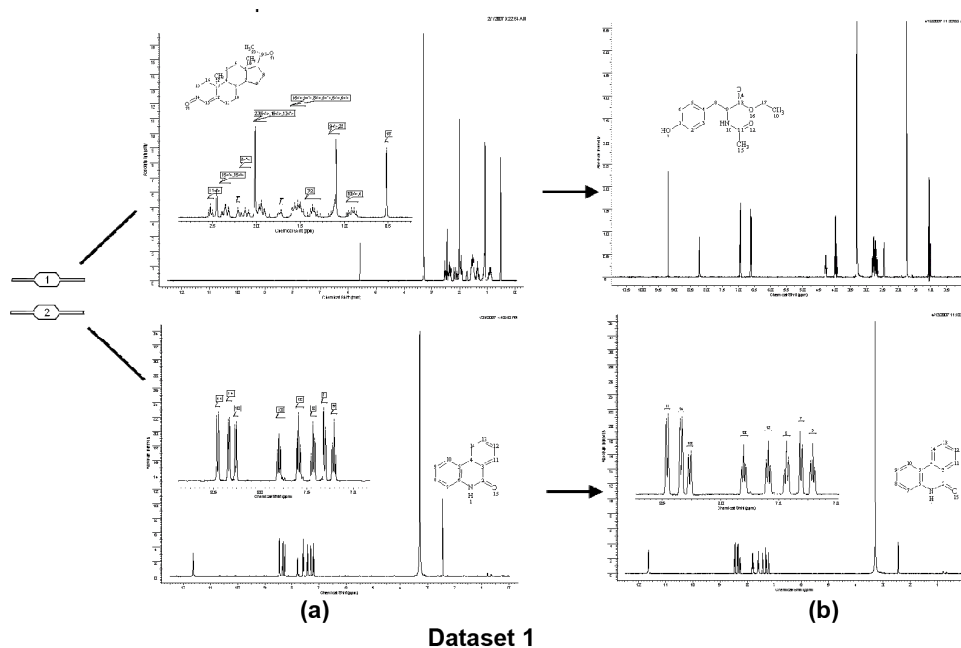
Tél : + 33 (0)3 88 93 92 63 – Fax : + 33 (0)3 88 93 92 59

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

Résultats représentatifs

Les données ci-dessous correspondent à un mode d'acquisition en parallèle sur un spectromètre Varian 400 MHz Inova-class

Dans les résultats 1 (a), 12µl de 25mM de phenanthridinone et 25 mM de progestérone sont injectés dans les deux sondes, respectivement une sonde CapNMR avec une cellule de mesure de 10 µl, et une sonde CapNMR double cellule DFC. Le spectre RMN du proton est obtenu en parallèle (exemples : Quand chacune des cellules de mesure sont shimés simultanément et quand les signaux sont reçut simultanément en utilisant le routeur de signal multi-cellules de Protasis) à 400 MHz. 16 scans sont réalisés pour chacun des spectres. (b) les cellules de mesure sont rincés avec du solvant et on injecte 12µl de 25mM de N-acetyltyrosine ethyl ester et 25 mM de phenanthridinone. Les données sont à nouveau obtenues en travaillant en parallèle à 400 MHz, avec 16 scans pour chacun des spectres

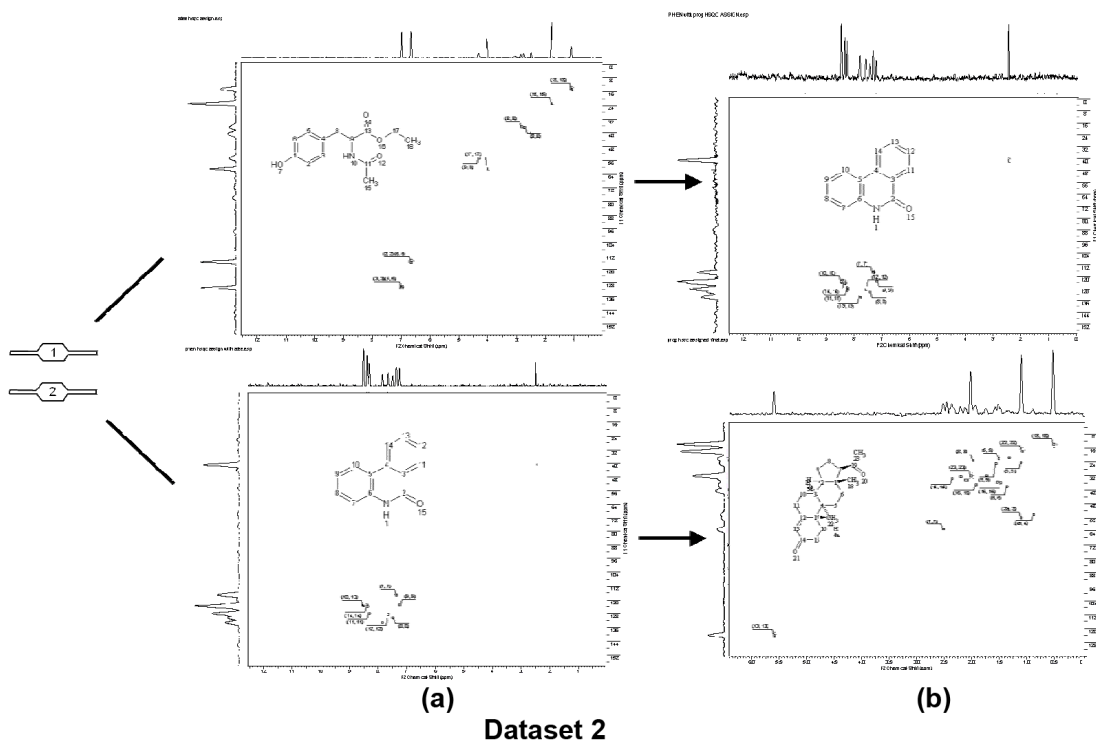


RS²D

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

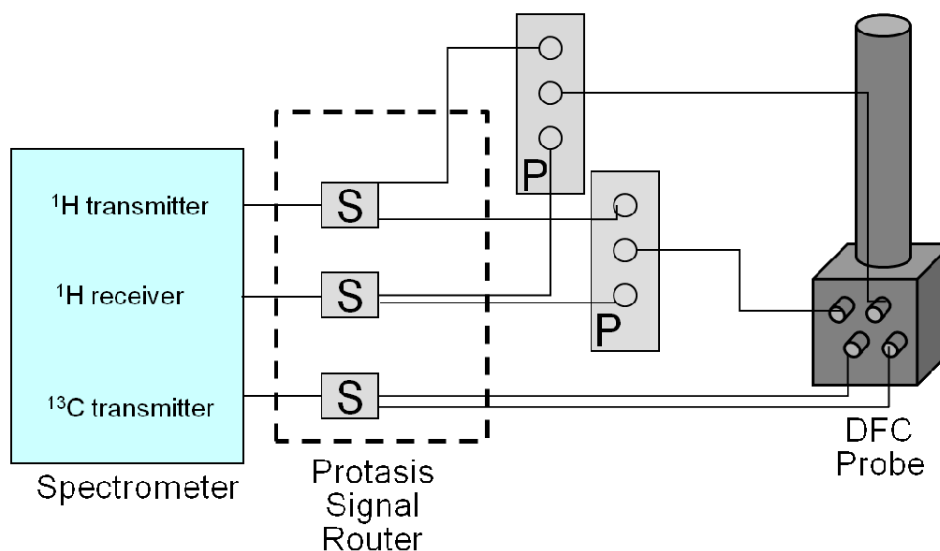
E-mail : rs@rs2d.com – Site internet : www.rs2d.com



Dans le dataset 2, (a) 12 μ l ont été injectés contenant respectivement 25mM d’N-acetyltyrosine ethyl ester et 25mM de phenanthridinone. La HSQC à été réalisée en utilisant les cellules de mesure en parallèle et en utilisant le routeur décrit un peu plus haut, sur un 400 MHz. Le temps total d’acquisition à été de 52 minutes, ce qui correspond à un temps d’acquisition effectif de 26 minutes pour chacun des échantillons. Pour les spectres en (b), les cellules de mesures ont été rincées avec le solvant, puis 12 μ l ont été injecté, contenant 25mM de phenanthridinone et 25mM de progesterone. L’acquisition à été réalisée en mettant les cellules de mesure en parallèle à 400 MHz. Pour les données (b), le temps total d’acquisition à été seulement de 26 minutes, et représente donc un temps effectif d’acquisition par échantillon de 13 minutes.

Configuration du spectromètre

L'illustration simplifiée ci-dessous montre comment la sonde Protasis DFC double cellule fonctionne de manière homogène avec les spectromètres RMN traditionnels (un seul récepteur), dans le cas du proton (homonucléaire et hétéronucléaire). Cette configuration requiert l'achat d'un préamplis supplémentaire (proton) correspondant au noyau observé, et l'achat du routeur de signal Protasis (Protasis Signal Routeur – PSR).



Options de configuration de la sonde

La sonde Protasis DFC double cellule permet une multitude de configurations différentes et peut être adaptée à vos applications et à vos besoins spécifiques. Actuellement Protasis propose deux volumes de cellules, 5 µl et 10 µl, dans la configuration (¹H/²H {¹³C}) de la traditionnelle sonde carbone inverse avec gradient {Z} (Indirect Carbon with z-gradient – ICG). Chacune des cellules de mesure à un gradient Z indépendant qui est contrôlé par le routeur de signal Protasis. Le lock de fréquence est fourni par le détecteur du bas uniquement, et sert à maintenir le lock des deux cellules de mesure dans le champ B₀, à condition qu'au moins 10% de solvant est utilisé dans la cellule du haut.

RS²D

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

Caractéristiques de la sonde Protasis double cellules CapNMR[®] DFC

- Utilisation des formats moderne de tiroirs d'échantillons et de micros-flacons
- Très grande sensibilité d'analyse pour les micros-quantités d'échantillon
- Consommation minimale de solvant pour des coûts de fonctionnement extrêmement réduit
- Excellente qualité de spectres
- Grande performance de fluide: le capillaire permet le transport de quelques microlitres d'échantillon sur des distances de 5 à 10 mètres sans causer la moindre dégradation
- Matériaux utilisés parfaitement compatibles avec les solvants

Spécifications de la sonde (5 µl 500 MHz DFC)

Sonde double cellule CapNMR [®] DFC		
Noyau	¹ H { ¹³ C } / ² H lock	
Fréquence du ¹H	500 MHz	
Gradient	z-direct/z-direct	
Cellule de mesure	5 µL EOF/5 µL EOF	
Raccords	1/16" diam. ext. en Téflon FEP [®]	
Résolution en proton (par cellules)	(5% CHCl ₃ dans de l'acétone-d ₆ , cellule pleine, LB=0)	
	50%	< 1 Hz
	0.55%	< 10 Hz
	0.11%	< 20 Hz
Séquence de pulse Proton 90°	≤ 5 µs/≤ 5 µs	
Séquence de pulse détection indirecte du Carbon 90°	≤ 15 µs/≤ 15 µs	
Contrôle de la température	0 - 50 °C	
Signal/bruit en proton 10 mM de sucrose dans 90% de D ₂ O/10% ACN-d ₃ , quantité suffisante pour remplir la cellule. LB=0.7 Hz.	> 25:1/> 25:1 un seul scan	
Connecteurs RF	BNC	
Isolation du proton (Signal dans une bobine créée par impulsion dans une autre)	<0,1%	

RS²D

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