

Zeitschrift: Saussurea : journal de la Société botanique de Genève
Herausgeber: Société botanique de Genève
Band: 15 (1984)

Artikel: Réalisation d'un spectromètre R.M.N. pour l'étude des végétaux
Autor: Lenk, Rudolf / Dupanloup, André / Descouts, Pierre
DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-1099222>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. [Mehr erfahren](#)

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. [En savoir plus](#)

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. [Find out more](#)

Download PDF: 17.04.2026

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, <https://www.e-periodica.ch>

Réalisation d'un spectromètre R.M.N. pour l'étude des végétaux

RUDOLF LENK, ANDRÉ DUPANLOUP
PIERRE DESCOUTS & HUBERT GREPPIN

RÉSUMÉ

LENK, R., A. DUPANLOUP, P. DESCOUTS & H. GREPPIN (1984). Réalisation d'un spectromètre R.M.N. pour l'étude des végétaux. *Saussurea* 15: 25-31. En français, résumé anglais.

Un spectromètre de Résonance Magnétique Nucléaire (R.M.N.), en régime pulsé, a été construit autour d'un aimant permanent, fournissant un champ magnétique de 0,5912 Tesla (fréquence de résonance des protons, $f_p = 25,17$ MHz) pour étudier la relaxation nucléaire dans l'eau biologique des végétaux.

ABSTRACT

LENK, R., A. DUPANLOUP, P. DESCOUTS & H. GREPPIN (1984). Building of a NMR spectrometer for plant study. *Saussurea* 15: 25-31. In French, English abstract.

Using a permanent magnet with the field of 0.5912 Tesla (frequency of proton resonance, $f_p = 25,17$ MHz) a NMR spectrometer has been constructed for the investigation of the nuclear relaxation of the biological water in the plant systems.

Introduction

La R.M.N. est devenue une méthode importante pour la recherche biologique et médicale parce qu'elle est "non-destructive" et qu'elle permet de mesurer sur le volume total des échantillons. Afin d'adapter cette technique dans le domaine de la biologie végétale, où elle est jusqu'à présent peu utilisée (voir par exemple LENK & al., 1979), nous avons élargi notre base expérimentale en construisant un appareil R.M.N. en régime pulsé en vue des études suivantes:

- 1) solutions macromoléculaires
- 2) organes des plantes
- 3) systèmes végétaux entiers in-vivo (cultures de tissus + milieu)

- 4) transitions de phases en fonction de la température
- 5) étude du développement de la plante.

La construction de cet appareil autour d'un aimant permanent nous offre des conditions de travail idéales, avec une faible consommation d'énergie, sans vibrations ni perturbations diverses.

Description sommaire de l'appareil

Aimant

L'aimant permanent, fabriqué par la maison Trüb & Täuber (Zürich), produit un champ magnétique $B_0 = 0,5912$ Tesla. Dans ce champ, les protons de l'eau biologique précessent à la fréquence $f_p = 25,170$ MHz (précession de Larmor). Les pièces polaires ont un diamètre de 17 cm et un entrefer de 2,4 cm. L'échantillon étudié est situé dans la tête de mesure (TM) placée dans l'entrefer de l'aimant (voir fig. 1).

Champs de radiofréquences

En R.M.N. l'échantillon est irradié par des champs de radiofréquences, à une valeur identique ou très légèrement différente de la fréquence de précession de Larmor. Ces champs sont produits par un oscillateur à quartz "OSC", construit à l'aide de circuits intégrés, fournissant des impulsions de radiofréquence autour de $f_p = 25,170$ MHz. Une petite correction de la fréquence de ± 10 kHz est possible grâce à un condensateur variable, branché en série avec le quartz. Les autres circuits, situés dans le tiroir de l'oscillateur, divisent la fréquence f_p par 25 et commandent le programmeur de séquences d'impulsions (PRO).

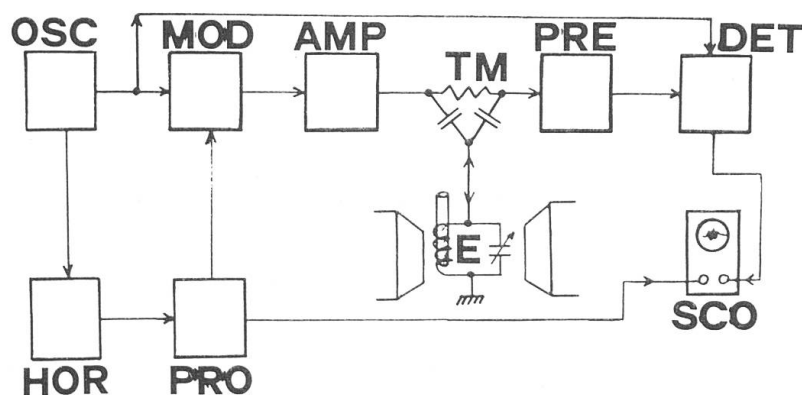


Fig. 1. – Schéma d'ensemble du spectromètre R.M.N. avec l'aimant. *E*: échantillon; *TM*: tête de mesure; *OSC*: oscillateur (source de 25 MHz); *HOR*: horloge; *PRO*: programmeur digital des séquences d'impulsions; *MOD*: modulateur; *AMP*: amplificateur 1W; *PRE*: préamplificateur; *DET*: détecteur; *SCO*: oscilloscope.

Horloge et programmeur

Le tiroir de l'oscillateur nous fournit la fréquence de 1 MHz servant à piloter le programmeur digital "PRO". Le tiroir de l'horloge "HOR" commande les signaux de déclenchement périodique (trigger) avec un taux de répétition compris entre 0,1 et 32 s. Les séquences d'impulsions (fig. 2) pour mesurer les temps de relaxation, T_1 (spin-réseau) et T_2 (spin-spin), sont générées dans le programmeur digital "PRO". Ce dernier contient trois "monoflops" pour produire des impulsions carrées de largeur t_{w1} et t_{w2} et un retard τ de la deuxième impulsion par rapport à la première.

Modulateur et amplificateur

Le courant de radiofréquence fourni par l'oscillateur est envoyé au modulateur "MOD" où il est divisé en deux voies et attaqué, séparément, par les impulsions carrées produites par le programmeur. Cette modulation séparée est nécessaire pour utiliser le déphasage mutuel entre les "paquets" de radiofréquences, correspondant à la première et à la deuxième impulsion. Les signaux modulés sont encore amplifiés par un amplificateur à large bande "AMP" avec une puissance de 1 W et sont finalement dirigés vers la tête de mesure "TM".

Tête de mesure

Dans cette tête, l'éprouvette contenant l'échantillon, est entourée par une bobine faisant partie du circuit oscillant. L'excitation impulsionnelle du système de spins, dans l'échantillon étudié, conduit à un état excité produisant une réponse sous la forme d'un signal électrique très faible.

Pour nos expériences, nous avons construit quatre têtes de mesure interchangeables, pour des éprouvettes de 5, 7,5 et 8,5 mm de diamètre. La tête de mesure à température variable fonctionne seulement avec des éprouvettes R.M.N. de 5 mm de diamètre; elle est utilisée surtout pour les basses températures.

Le dispositif permettant d'obtenir des températures variables est schématiquement représenté sur la figure 3. Une pompe à membrane produit un courant d'air dont le débit est réglé par une vanne. L'air est purifié à l'aide d'une colonne à silica-gel et enfin refroidi par un échangeur thermique. Dans celui-ci se trouve un serpentín, plongé dans un liquide frigorifique. Pour les températures comprises entre -30 et $+10^\circ\text{C}$, nous utilisons un mélange d'alcool isopropylique et de glace carbonique. La température peut être modifiée soit par le réglage du débit de l'air, soit par un préchauffage partiel avec une résistance électrique.

Finalement, le flux d'air est dirigé vers la tête de mesure (fig. 4). La température est mesurée par un thermomètre électrique qui est en contact thermique avec l'échantillon.

Réception

Les signaux électriques, produits par le système de spins après l'excitation impulsionnelle, sont amplifiés par un préamplificateur "PRE" (fig. 1); puis détectés par un détecteur sensible à la phase "DET". La mesure des signaux R.M.N. est faite à l'aide d'un oscilloscope, dont le balayage horizontal est synchronisé par les impulsions de déclenchement périodique (trigger) générées

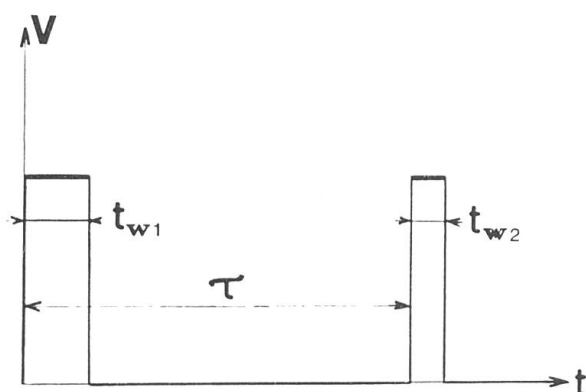


Fig. 2. – Les séquences d'impulsions pour mesurer les temps de relaxation, T_1 et T_2 . t_{w1} : largeur de la première impulsion; t_{w2} : largeur de la seconde impulsion; τ : intervalle entre les impulsions.

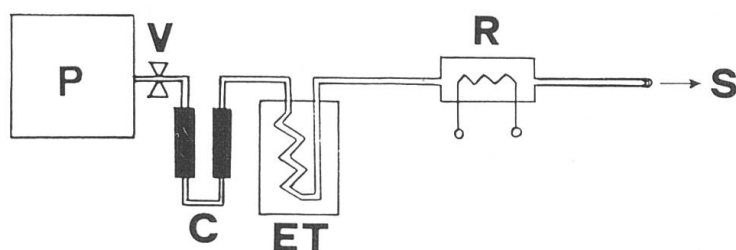


Fig. 3. – Dispositif à température variable. P : pompe à membrane. V : vanne pour contrôler le débit; C : colonne à silica-gel; ET : échangeur thermique; R : résistance chauffante; S : sortie du gaz vers la tête de mesure.

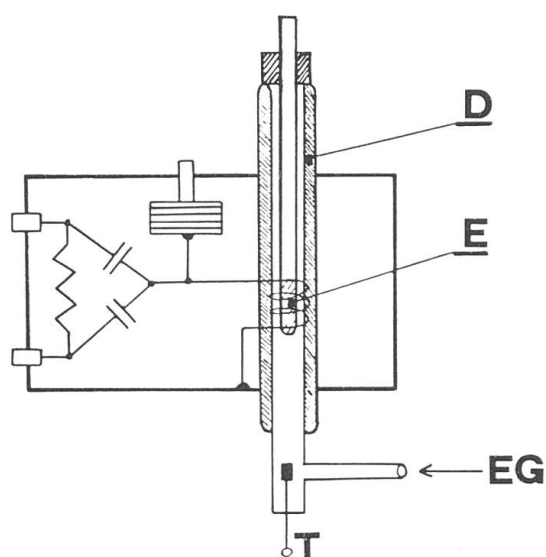


Fig. 4. – Tête de mesure pour les températures variables. E : échantillon; D : dewar d'isolation thermique; EG : entrée du gaz à température variable; T : thermomètre électrique à affichage digital.

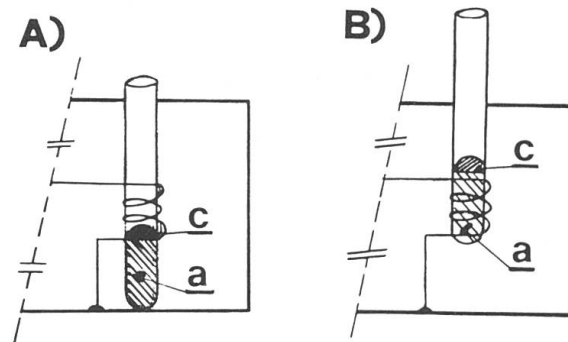


Fig. 5. - Etude des cultures de tissu de tabac, implantés sur un milieu d'agar. c: culture de tissu; a: milieu d'agar. A) Mesure sur la culture. B) Mesure sur l'agar.

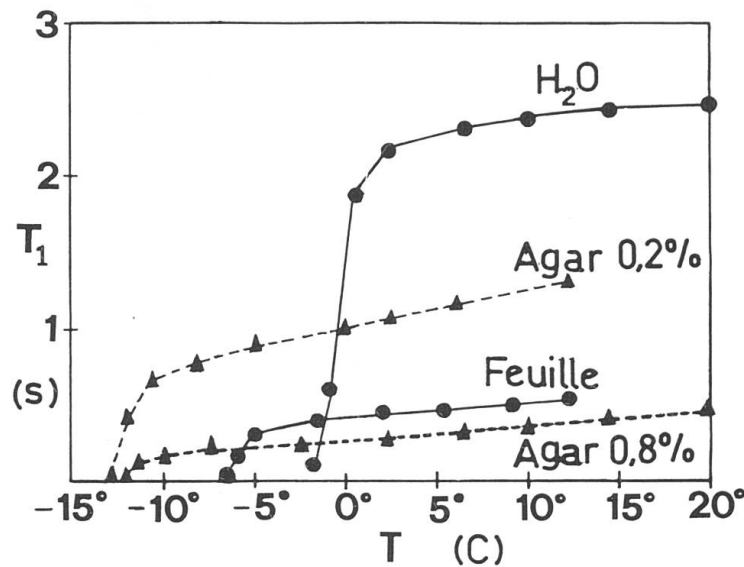


Fig. 6. - Allure des courbes des temps de relaxation T_1 en fonction de la température (détermination des transitions de phases).

par l'horloge. L'oscillogramme montre les réponses impulsionnelles correspondant à la relaxation de l'aimantation nucléaire des protons dans l'échantillon étudié.

L'interprétation des mesures R.M.N. a été abondamment discutée dans les articles de revue (PACKER, 1977; LENK & al., 1979; PYKETT, 1982) et dans divers ouvrages (ABRAGHAM, 1961; FERRAR & BECKER, 1971; WÜTHRICH, 1976; KNOWLES & al., 1977; LENK, 1977).

Exemples d'application

Etudes "in-vivo" de la relaxation nucléaire dans des cultures de tissu

Notre appareil permet de déterminer assez facilement les temps de relaxation dans des systèmes aqueux contenant du matériel végétal de petite taille. A titre d'exemple, nous décrivons ici une étude de cultures de tissu de tabac, implantées sur un milieu d'agar (fig. 5). Il faut souligner que l'appareil détecte les molécules de l'eau qui se trouvent dans le volume "effectif", déterminé par la bobine du

circuit oscillant de la tête de mesure. Pour faire des mesures dans cette culture, le milieu de la bobine est placé au niveau de l'interface culture-agar (fig. 5A). Après ces mesures, le niveau de l'éprouvette est modifié pour étudier seulement le milieu contenant de l'agar (fig. 5B). Les autres détails et les résultats expérimentaux seront publiés séparément.

Etudes de "transition de phases" dans les systèmes aqueux

Ce phénomène est caractérisé par un changement brusque des propriétés physico-chimiques à une température bien déterminée (température de transition, T_g). Il y a notamment blocage (ou déblocage) de la dynamique et de l'ordre accompagné par une décroissance de l'entropie. Par exemple pour l'eau pure le point de transition liquide/solide est à 0°C. La structure de l'eau pure ressemble aux macromolécules par suite de la présence de ponts d'hydrogène. En ajoutant un soluté, la structure des ponts d'hydrogène de l'eau est perturbée. Ceci conduit au déplacement de la transition T_g vers des températures plus basses.

La R.M.N. est une méthode^g adéquate pour mesurer la température de transition T_g et elle peut remplacer, dans ce domaine, la technique de l'analyse thermique différentielle (ATD). La procédure est simple: on mesure le temps de relaxation T_1 en fonction de la température. Les temps de relaxation diminuent brusquement avec la température, au voisinage de la transition de phase, par suite du blocage de la dynamique moléculaire.

Un exemple de ce genre d'expériences est présenté sur la figure 6, où nous comparons l'allure des courbes $T_1 = f(T)$ pour l'eau distillée, les solutions de 0,2% et de 0,8% d'agar et pour le système aqueux dans une feuille d'épinard (92% d'eau environ). Ces échantillons ont été mesurés dans la tête de mesure à température variable (fig. 4). L'eau distillée manifeste une brusque diminution de la relaxation T_1 autour de la température de 0°C. Les autres systèmes étudiés ont leur point de transition à des températures plus basses: pour la feuille on a trouvé $T_g = -6,6^\circ\text{C}$ et pour les solutions d'agar le point de transition se situe autour de $-12,6^\circ\text{C}$ (fig. 6).

Cette différence peut être expliquée par le fait que les macromolécules d'agar perturbent davantage la cohérence des ponts d'hydrogène que le système cellulaire de la feuille.

La détermination de la transition dans un système aqueux biologique peut servir à une meilleure compréhension de la fixation des molécules d'eau dans les systèmes cellulaires. D'autre part, cette technique peut aussi être utilisée pour l'étude des transitions de phases dans les membranes.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- ABRAGHAM, A. (1961). *Principes du Magnétisme Nucléaire*. Presses Universitaires de France, Paris.
- FERRAR, T. C. & E. D. BECKER (1971). *Pulse and Fourier transform NMR spectroscopy*. Acad. Press, New York.
- KNOWLES, P. E., D. MARSCH (1971) & H. W. E. RATTLE (1976). *Magnetic Resonance of biomolecules*. J. Wiley & Sons, London.
- LENK, R. (1977). *Brownian motion and spin relaxation*. Elsevier, Amsterdam.

- LENK, R., M. BONZON, P. DESCOUTS & H. GREPPIN (1979). La résonance magnétique nucléaire: une approche nouvelle en biologie végétale. *Saussurea* 10: 11-48.
- PACKER, K. J. (1977). The dynamics of water in heterogeneous system. *Philos. Trans. Ser. B*, 278: 59-87.
- PYCKETT, I. (1982). Les applications médicales de la résonance magnétique nucléaire. *Pour la Science*. Juillet: 48-59.
- WÜHTRICH, K. (1976). *NMR in biological research. Peptides and proteins*. North-Holland, Amsterdam.

Adresses des auteurs: R. L. & H. G.: Laboratoire de physiologie végétale, 3, place de l'Université, CH-1211 Genève 4.

A. D. & P. D.: Département de physique de la matière condensée, 32, boulevard d'Yvoy, CH-1211 Genève 4.

