



Tema-7

Procesado de espectros

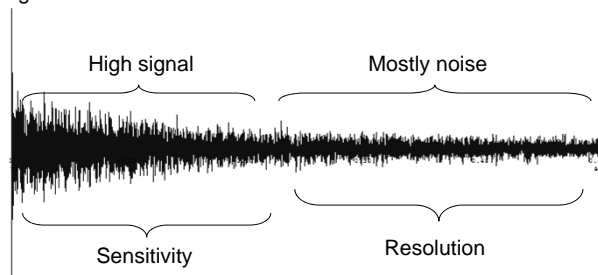


Window functions



The weighting functions can improve the appearance of the spectra and to extract better information

weighting functions = Window functions

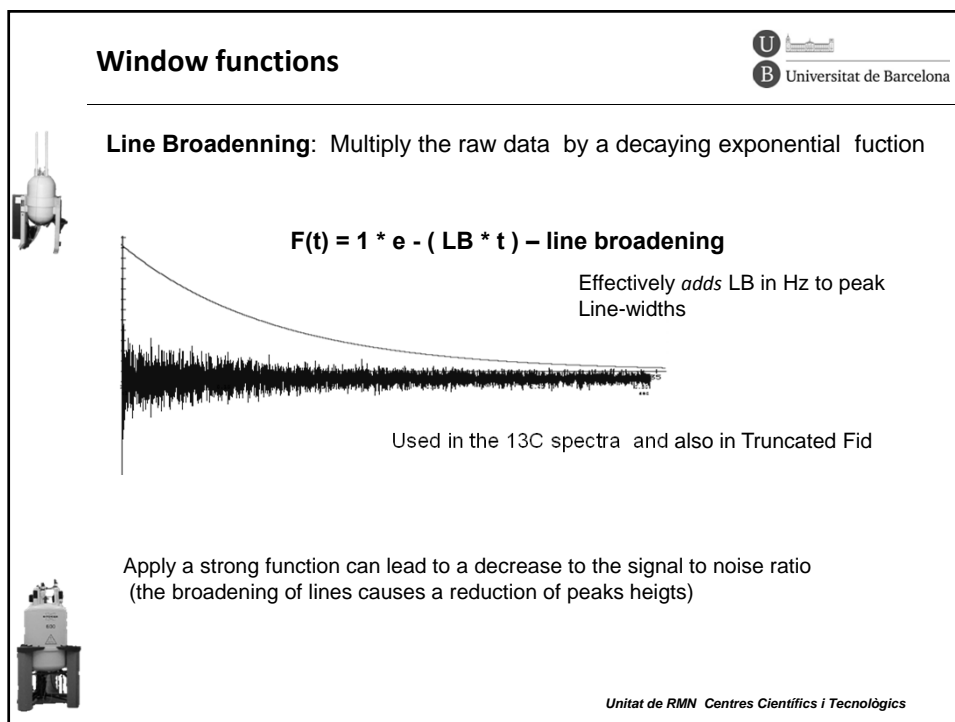
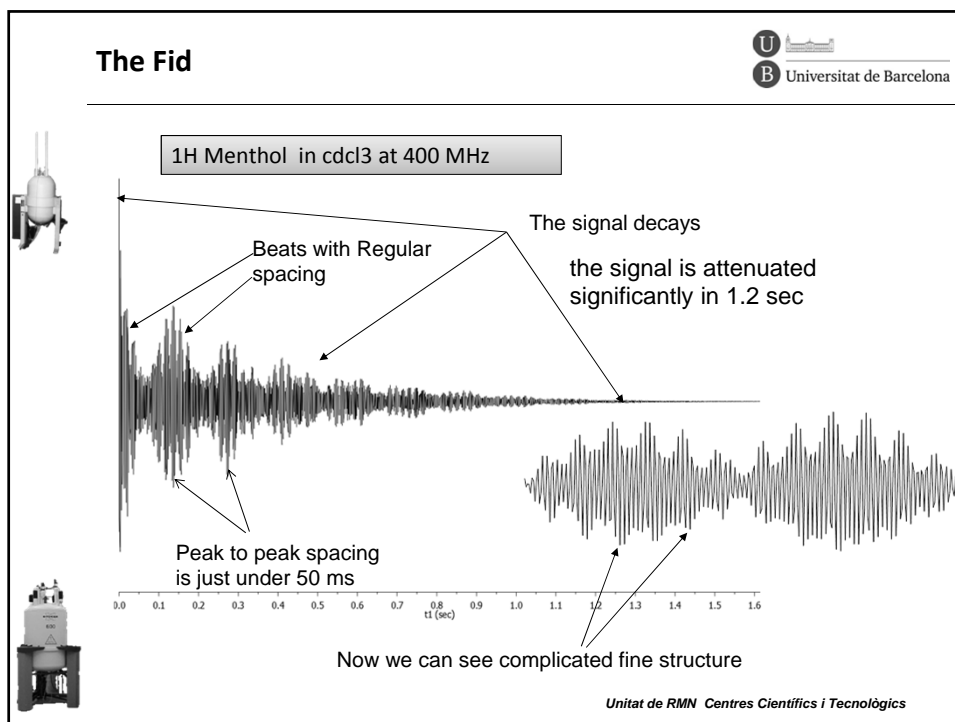


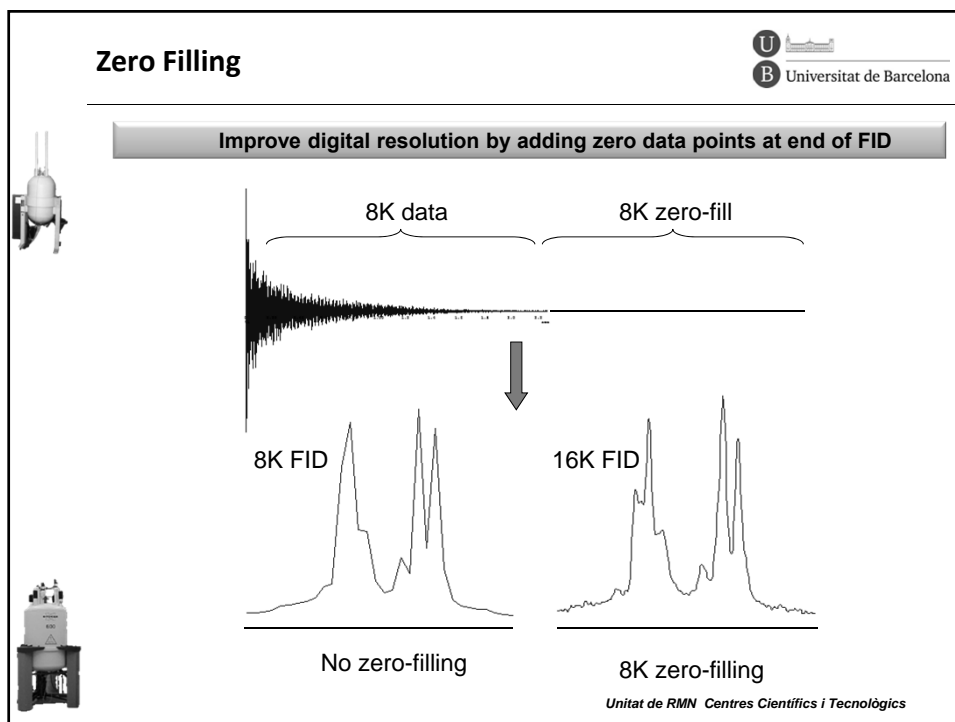
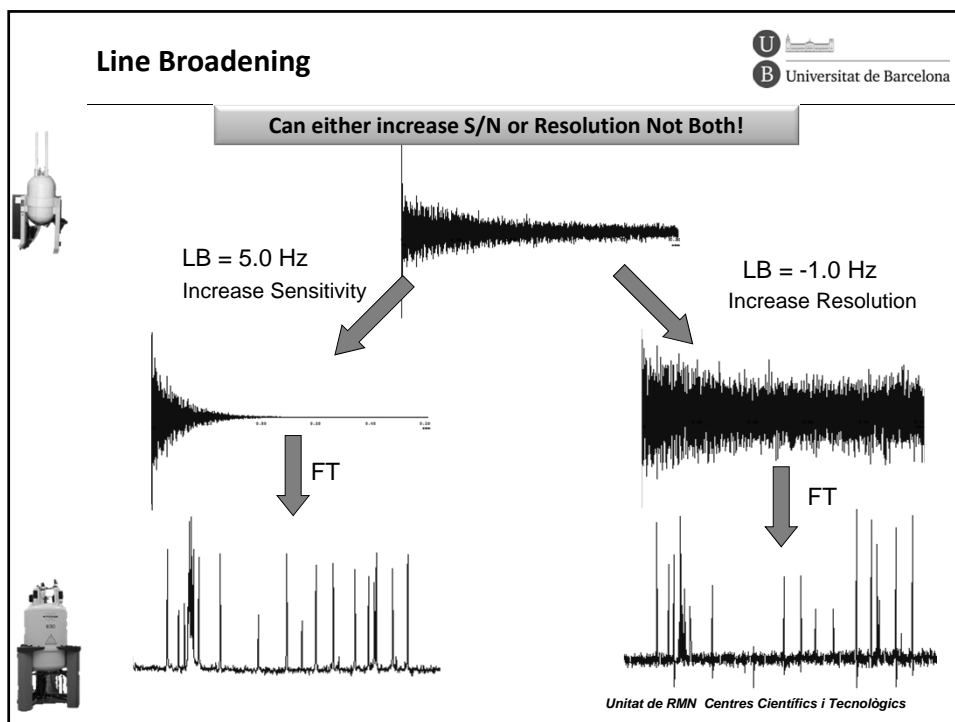
Decreasing the tail of the FID \Rightarrow enhancing sensitivity

Increasing the middle and last part of the FID \Rightarrow enhancing resolution

Truncation correction of FID \Rightarrow 2D processing
 Reconstruction of the FID
 Digital resolution enhancement







Linear Prediction



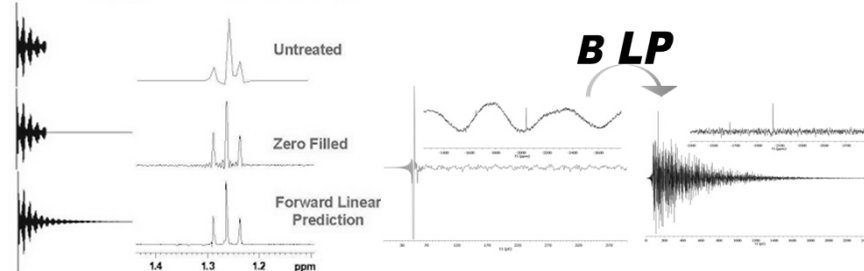
Linear prediction can be used to improve both the digital and real resolution in a spectrum.

Linear prediction uses the data collected in an FID to extrapolate new data and add to the end of the fid



Zero Filling vs Forward Linear Prediction

Backward Linear Prediction



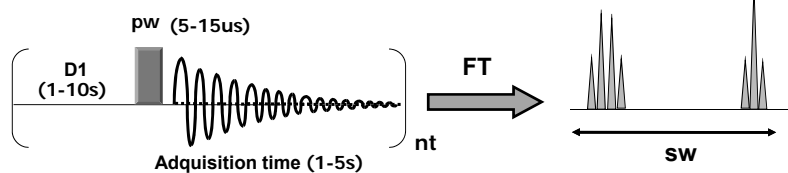
Glenn Facey blog

Unitat de RMN Centres Científics i Tecnològics

Data acquisition



Basic 1D NMR sequence



Basic Concepts

- Relaxation (spin-spin, spin lattice)
- Pulse width
- Acquisition time
- Spectral window
- Scans



Unitat de RMN Centres Científics i Tecnològics




Universitat de Barcelona

7

Unitat de RMN Centres Científics i Tecnològics

Des Campus d' Excel·lència Internacional:

B:KC Barcelona Knowledge Campus **HUB** Health Universitat de Barcelona Campus

www.ub.edu

Segueix-nos a:

 facebook.com/UniversitatdeBarcelona


 twitter.com/#1/ub_endirecte







MNova

Procesado de espectros Utilidades




Overview













- **Requisitos de instalación**
 - Funciona en Windows, Mac y varias versiones de Linux.
 - Licencia de Campus (ordenadores de grupo UB).
 - Es posible instalarlo en portátiles, licencia valida durante 90 días sin conexión al servidor.
- **Ventajas**
 - Reconoce múltiples formatos.
 - Muy intuitivo.
 - Facilidad para generar gráficos y tablas de datos.
- **Información MNova**
 - Pagina Web MestreLab (<http://mestrelab.com>).
 - Nuevas versiones.
 - Manuales y Tutoriales.

Unitat de RMN Centres Científics i Tecnològics



Procesado básicos de espectros 1D

- Abrir Archivos. 
- Ajuste de fase, corrección de la línea de base.  
- Referencia del espectro. 
- Tablas de parámetros 
- Listado de señales.
 - Propiedades y ajustes
- Definición de las zonas de integración. 
 - Propiedades, ajustes y normalización
- Análisis de multipletes.
- Incorporación figuras, ajuste del display, inset 
- Presentación de los resultados
 - Generación de gráficos
 - Incorporación en informes y presentaciones

Unitat de RMN Centres Científics i Tecnològics

Ajuste de fase y corrección de la línea de base

Haga clic aquí y arrastre el ratón arriba o abajo: botón izquierdo para la corrección de PH0; botón derecho para corregir PH1. (Presione la tecla Ctrl para un ajuste más fino).

PH0: 27.11 PH1: 34.32

Situación del pivote
Posición: 3.795 Más alto

- Ajuste de la Fase { Manual Automático (métodos)
- Corrección de la línea de base

Unitat de RMN Centres Científics i Tecnològics

Referencia

Desplazamiento químico antiguo: 0.000 ppm Auto-ajuste
Desplazamiento químico nuevo: 0.000 ppm +/- 0.100 ppm

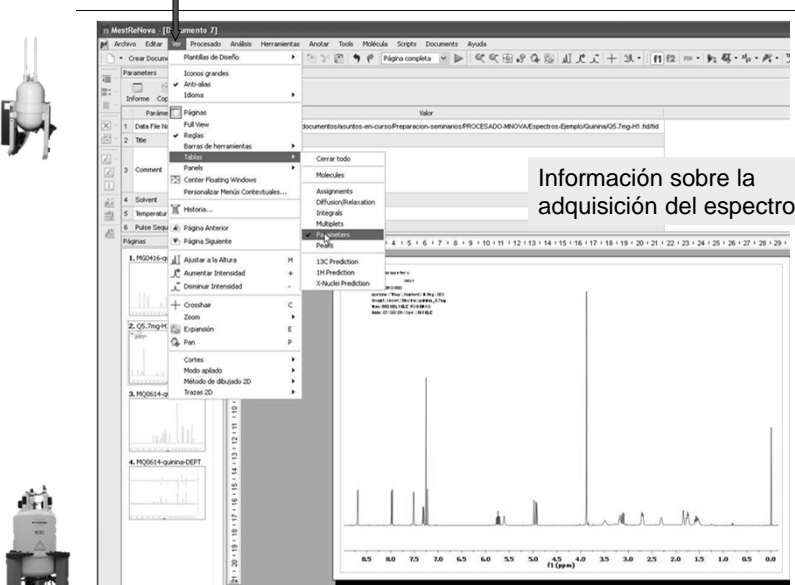
Lista de disolventes
 1H 13C

Nombre	Desplazamiento químico (ppm)	Multiplicidad
1,4-Dioxano-d8	3.530	m
Acético, AcD-6	11.850	1
Acetona-d6	2.090	5
Acetona-d6	2.050	5
Acetonitrilo-d3	1.940	5
Benzona-d6	7.160	1
Cloruro de d	7.240	1

Tabla de disolventes

Unitat de RMN Centres Científics i Tecnològics

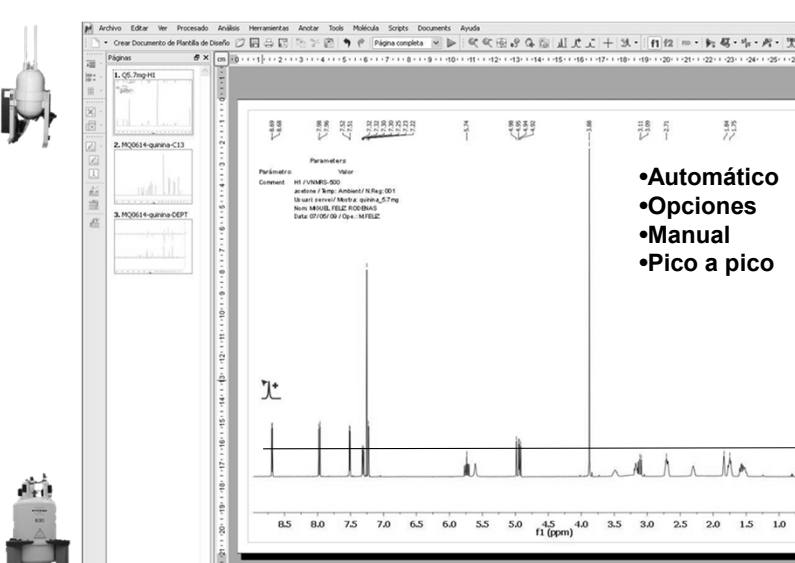
Tablas de parámetros



Información sobre la adquisición del espectro

Unitat de RMN Centres Científics i Tecnològics

Listado de señales

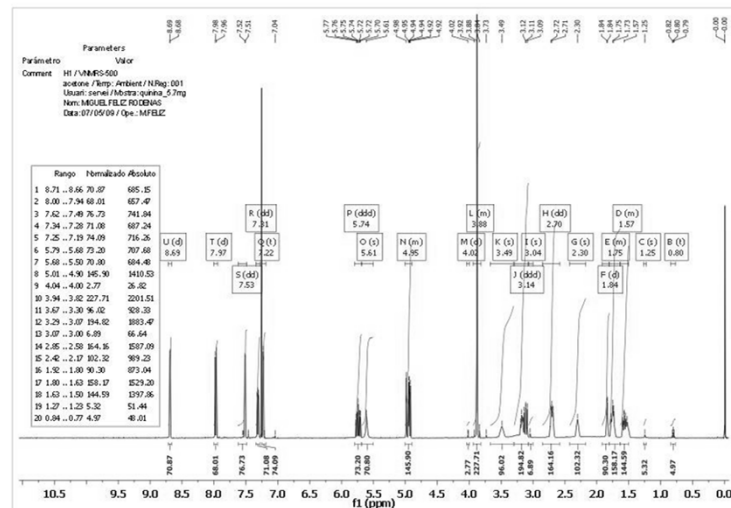


•Automático
 •Opciones
 •Manual
 •Pico a pico

Unitat de RMN Centres Científics i Tecnològics

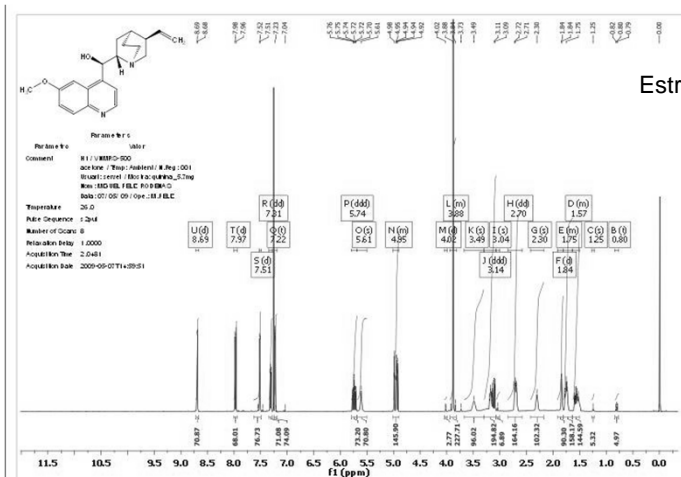
Determinación multipletes

▼ Análisis de multipletes → Automático



Unitat de RMN Centres Científics i Tecnològics

Incorporación del grafico de la estructura

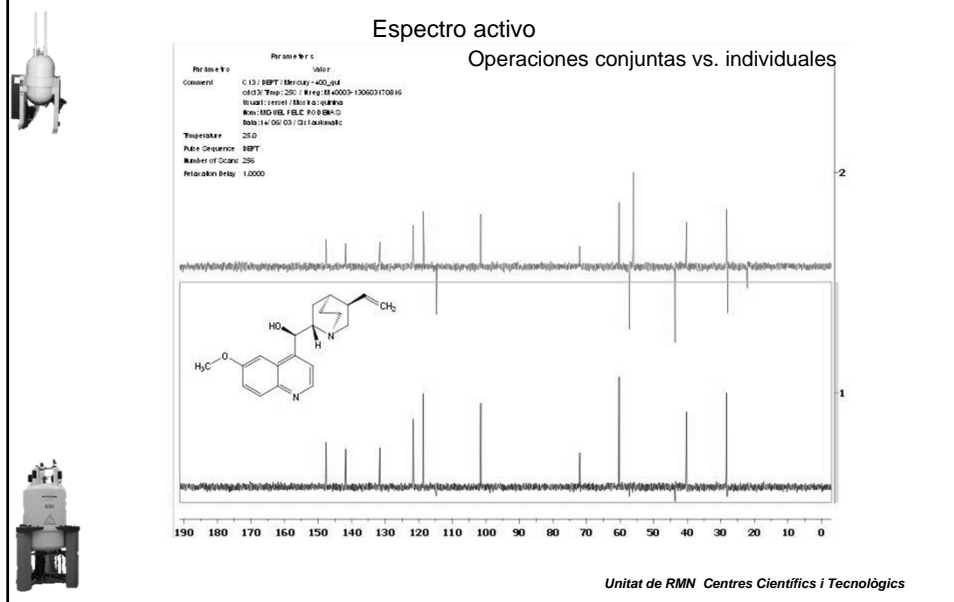


- Estructuras:
- ChemDraw
 - IsisDraw
 - ChemsSketch

Incorporación de los datos a un doc word, excel o Powerpoint

Unitat de RMN Centres Científics i Tecnològics

Dept con espectros múltiples)



Exp 2D

- Procesado espectros 2D
 - Dimensión F1 y F2 (¿que importancia tiene?)
 - Representación gráfica (mapas de color, de contorno, etc.)
 - Ajuste de los contornos, paleta de colores.
 - Espectros AV (Cosy, HMBC
 - Espectros sensibles a la fase (hsqc, noesy.....)
 - Ajuste de la fase
 - Referencia.
 - Trazas y proyecciones (incorporación del espectro 1D).
 - Optimización del procesado
 - Predicción lineal
 - Listado de señales
 - Operaciones en el Cosy
 - Simetrización
 - Eliminación de la diagonal.

Dimensión F1 y F2

- Control del Procesado
 - Selección de la dimensión
 - Hasta donde llega el procesado?

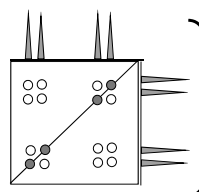
Define donde se aplica el ajuste manual de fase, LP, etc



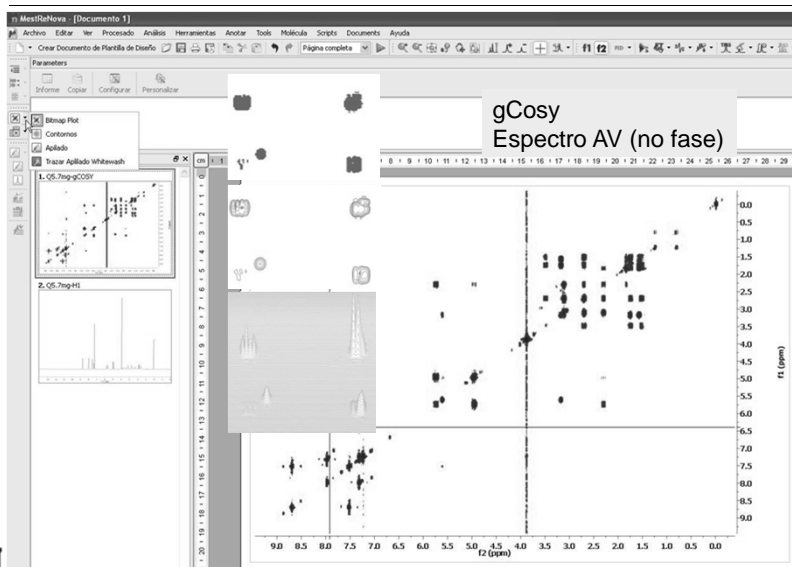
Para seguir el procesado y ver el resultado de las etapas intermedias

La señal obtenida es función de dos tiempos de adquisición


$$A(t_1, t_2) \xrightarrow{FT} S(F_1, F_2)$$



Mapas de contorno



Tipos de experimentos 2D


U  Universitat de Barcelona

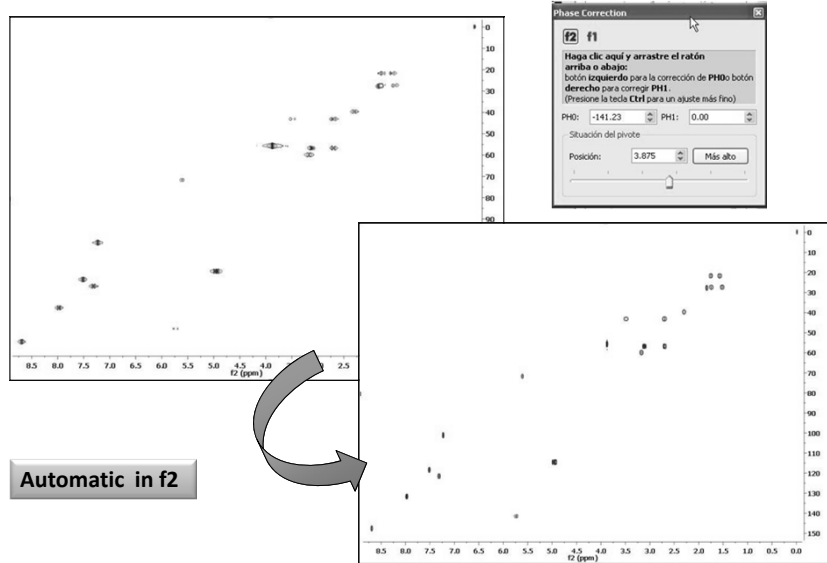
- **Espectros en AV**
 - COSY
 - HMBC
- **Espectros sensibles a la fase**
 - HSQC
 - TOCSY
 - DQFCOSY
 - gHMBCAD (parcial)
 - NOESY
 -

Puede ser necesario reajustar los parámetros de fase y efectuar una corrección de línea de base

Unitat de RMN Centres Científics i Tecnològics

Ajuste fase (HSQC)

U  Universitat de Barcelona



Phase Correction

Haga clic aquí y arrastre el ratón arriba o abajo:
 botón izquierdo para la corrección de PH0; botón derecho para corregir PH1.
 (Presione la tecla Ctrl para un ajuste más fino)

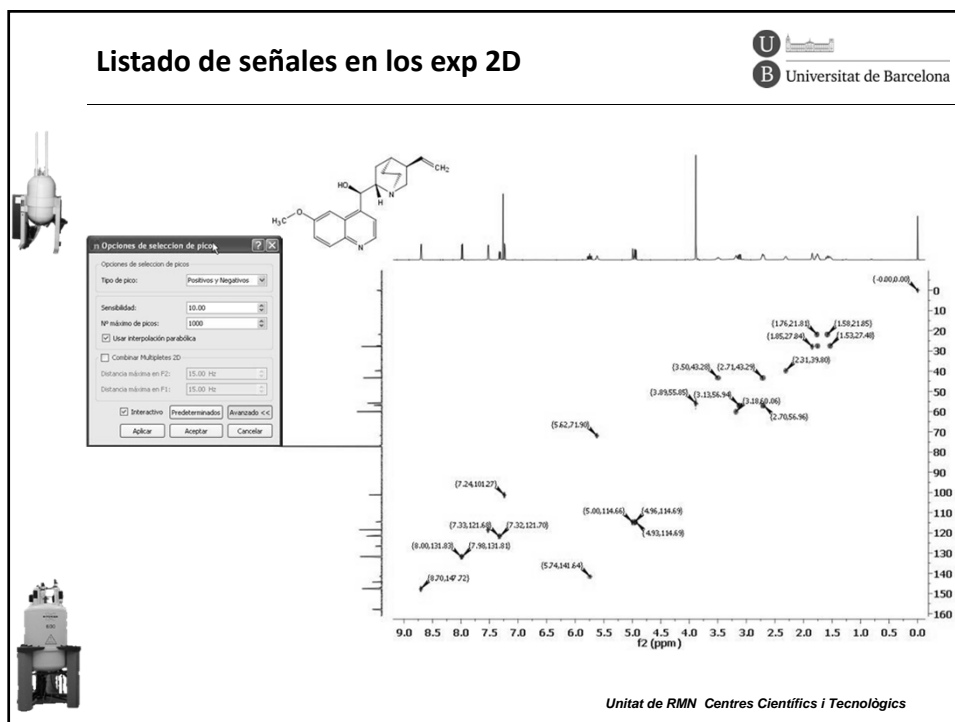
PH0: -141.23 PH1: 0.00

Situación del pivote


Posición: 3.075 Más alto

Automatic in f2

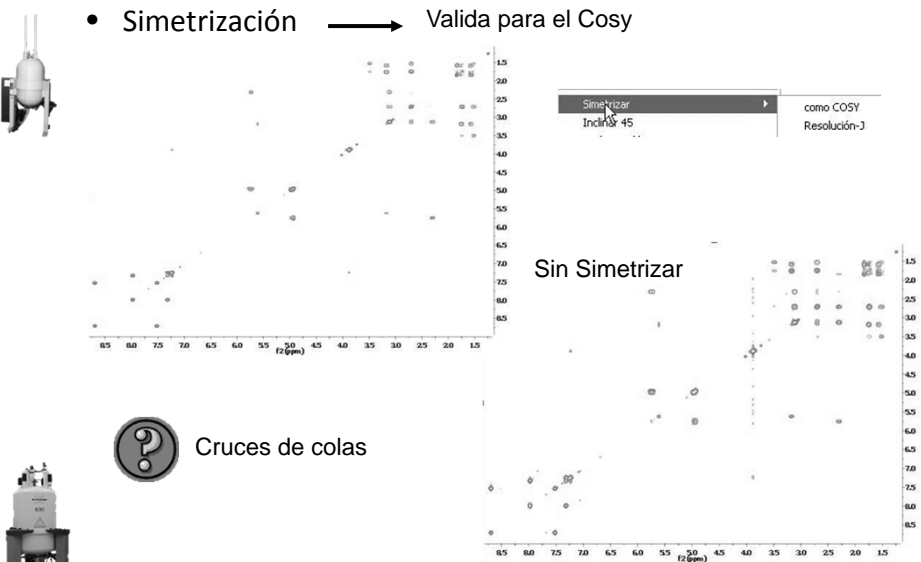
Unitat de RMN Centres Científics i Tecnològics



Opciones en el Cosy -I

U  Universitat de Barcelona

- Simetrización → Valida para el Cosy



Simetrizar
Indice: 45

como COSY
Resolución: 3


Sin Simetrizar

?

Cruces de colas

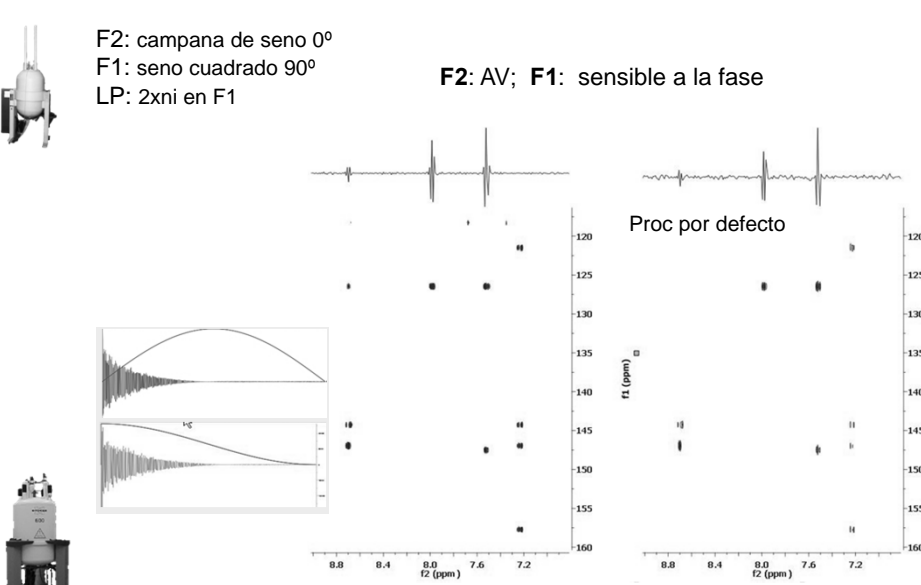
Unitat de RMN Centres Científics i Tecnològics

gHMBCAD

U  Universitat de Barcelona

F2: campana de seno 0°
F1: seno cuadrado 90°
LP: 2xni en F1

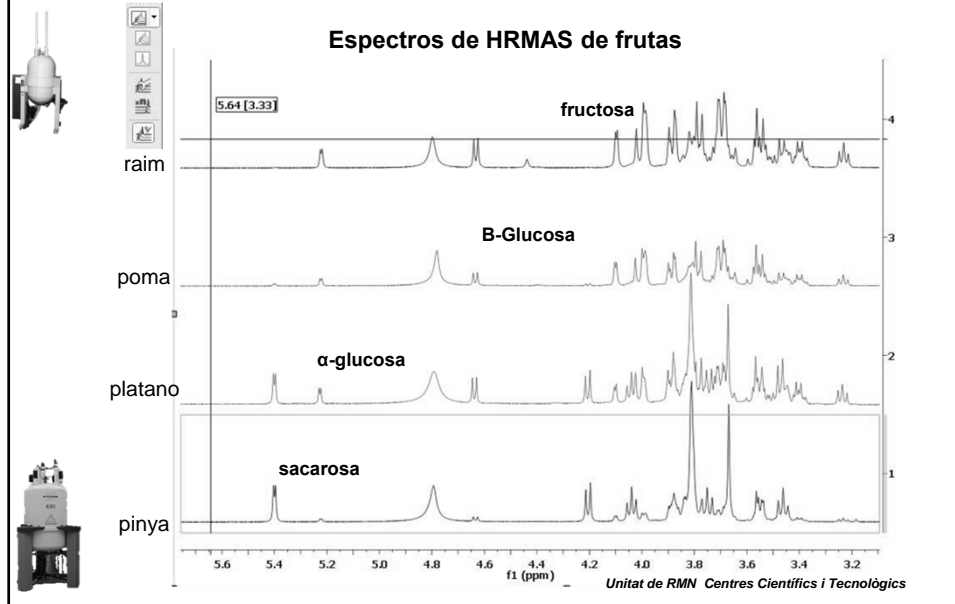
F2: AV; F1: sensible a la fase



Proc por defecto

Unitat de RMN Centres Científics i Tecnològics

Apilado de espectros (stacked)



Superposició de espectros

