

Manual de Usuario

Spinsolve

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE CIENCIAS

ELABORADO POR LUIS DANIEL ORTIZ

El presente manual fue desarrollado bajo el apoyo del programa

UNAM-DGAPA-PAPIME-PE104117

Aclaraciones de seguridad

- 1- El campo magnético generado está dentro del aparato. No utilice materiales ferromagnéticos cerca del magneto.
- 2- Cuando nuestro instrumento está en uso están presentes ondas de radio, los campos magnéticos y las radiaciones (radiofrecuencias) pueden dañar los marcapasos.
- 3- Nuestro sistemas es muy delicado por lo cual queda estrictamente prohibido introducir otro artefacto u objeto que no sean los tubos diseñados para el uso del Spinsolve.
- 4- El sistema maneja altos voltajes, nunca debe ser reparado por el usuario y debe ser debidamente conectado a una fuente o red eléctrica perfectamente conectada a tierra.
- 5- Si se utiliza alguna sustancia peligrosa dentro de los tubos, estas se deben manejar con extrema precaución y se debe usar un tapón para cubrir los tubos. Los ojos y la piel no deben de quedar expuestos, use la protección adecuada como gafas, manga larga y guantes.

Usando el equipo

Este equipo fue diseñado específicamente para Resonancia Magnética y realizar mediciones de muestras de líquidos en los tubos de ensayo diseñados también, exclusivamente para nuestro equipo.

Nunca remueva la cubierta.

La protección y el funcionamiento del equipo pueden verse afectados si el equipo no se usa de manera correcta o como el fabricante lo indica, es esencial seguir las instrucciones del manual.

Conección eléctrica.

El espectrómetro requiere una instalación eléctrica de 100-250 V, 50/60 Hz de salida con una terminal a tierra.

El consumo máximo de energía es de 300W.

Computadora

El software está diseñado para trabajar en un sistema operativo Microsoft Windows 7 o Windows 8.

Requerimientos mínimos: 2GHz CPU, 4GB RAM.

Resolución mínima de la pantalla: 1366x768pixels.

La computadora debe estar conectada al equipo en todo momento.

Conectar y encender.

1.- Conecte el cable de red que viene junto con el sistema Spinsolve.

2-. Conecte el cable a la corriente con la terminal a tierra.

3.- Encienda el sistema con el interruptor de alimentación principal y déjelo encendido durante 24 horas. Si se interrumpe la energía eléctrica durante el ciclo de calentamiento inicial, el tiempo requerido de calentamiento inicial puede ser más largo.

Luces indicadoras

Las luces indican el estado en la energía.

Los dos LED's superiores deben estar en verde y los ventiladores deben producir un sonido.

Después de unos minutos, el LED de calor (heat LED) debe encenderse en color naranja y el LED de baja temperatura (cool LED) debe encenderse en azul.

La luz perteneciente al Fault LED indica un fallo en la alimentación de energía y no debe encenderse en condiciones normales de funcionamiento.





Luz de estado del sistema.

Existe una luz redonda en la cubierta de aluminio, inicialmente ámbar. Esto indica que el imán no ha alcanzado su temperatura establecida.

Una vez que el imán se acerca a su temperatura establecida, la luz se vuelve de color verde.



No utilice el espectrómetro hasta que la luz esté en verde

Uso del software del Spinsolve.

En la pantalla de inicio hacer click en el ícono de Spinsolve Magritek.

Es importante que antes de hacer uso del equipo para adquirir datos, verificar que esté calibrado, de no ser así se necesitará realizar un Powershim, utilizando el protocolo dentro del programa.

Shimming es un proceso en el que se asegura que el espectrómetro funcione normalmente, mejorando la homogeneidad del campo magnético.

Antes de utilizar el software por primera vez y después la luz de estado en la parte delantera, de nuestro aparato se ha vuelto verde:

1.- Se debe preparar una muestra simple para el Shim. Esta muestra debe ser preparada como una muestra 0.5mL donde el 10% debe ser agua (H_2O) y el 90% debe ser agua deuterada (D_2O). Esta muestra se colocará en el tubo especial del Spinsolve.

2.- Inserte la muestra en el agujero del Spinsolve.

- 3.- Ejecute un Powershim.
- 4.- Ejecute un segundo Powershim sí el primero no tuvo éxito.
- 5.- Ejecute un tercer Powershim sí el segundo no tuvo éxito.
- 6.- De no tener el efecto deseado, contacte a su profesor o al fabricante.

Shimming

Como mencionamos anteriormente, el shimming es un proceso en el que se asegura que el espectrómetro funcione normalmente, mejorando la homogeneidad del campo magnético.

Una homogeneidad de campo proporciona picos espectrales de buena resolución y altas amplitudes de pico (buena sensibilidad).

¿Cuándo ejecutar un Shim?

Es recomendable ejecutar un Shim por lo menos una vez al día. Siempre ejecute un Checkshim en el comienzo del día de trabajo. Si el rendimiento se ve afectado o baja la calidad durante el día, ejecute un Quickshim o Powershim.

¿Cómo saber si el rendimiento se degrada?

La degradación en la homogeneidad del campo aparece en una gráfica como un decremento en la intensidad de los picos, incrementando el ancho de la línea o distorsionando el espectro.

Existen tres tipos o tres opciones en el comando Shim los cuales se explicaran a continuación:

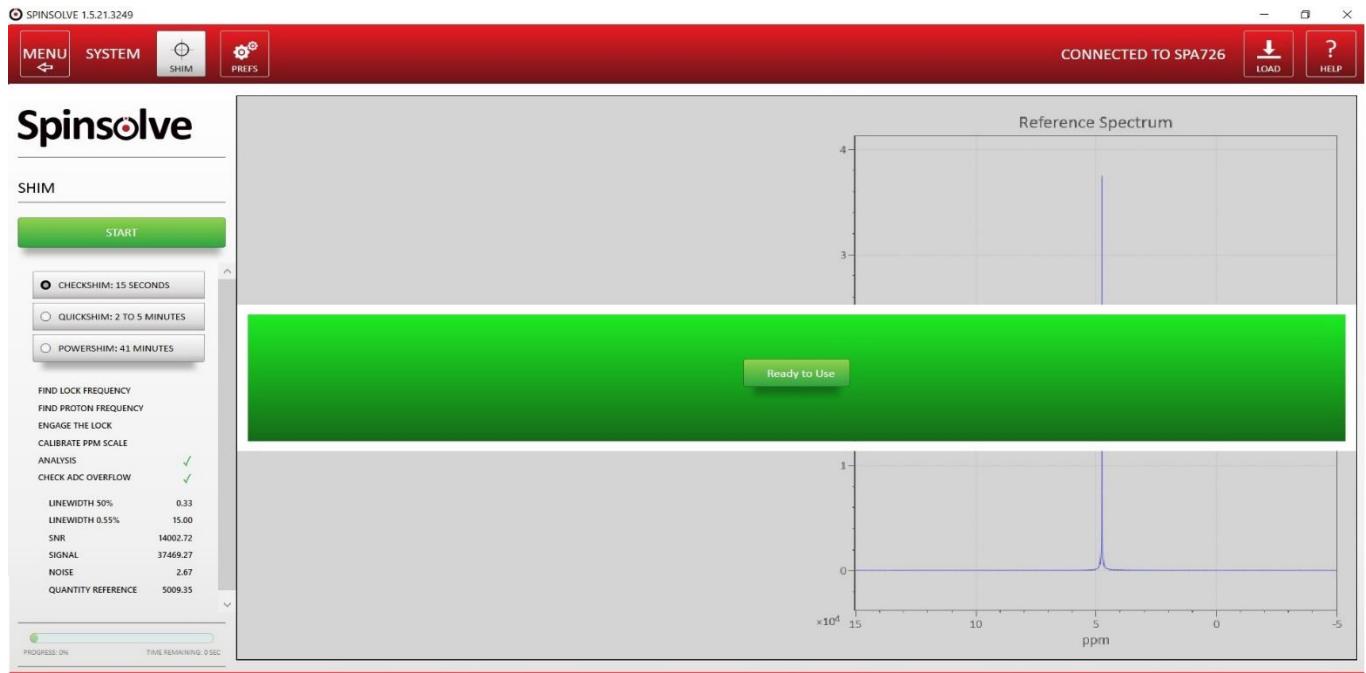
Checkshim

Esta opción solo comprueba el Shim pero no lo ajusta y solo se utiliza para comprobar si el sistema está listo para ser usado. Se muestra una notificación en la pantalla que nos dice si el sistema está listo para ser usado.

Si el sistema no está listo para ser usado también se mostrará un mensaje de advertencia, si eso sucede puede realizar un Quickshim o Powershim.

A continuación se muestran los valores para un Shim.

Campo	Valores normales
Ancho de línea 50 %	< 1 Hz
Ancho de línea 0.55 %	< 40 Hz
SNR	10000
Señal	Alrededor de 33000
Ruido	Alrededor de 3.3



Quickshim

Esta opción puede tardar de 2 a 5 minutos.

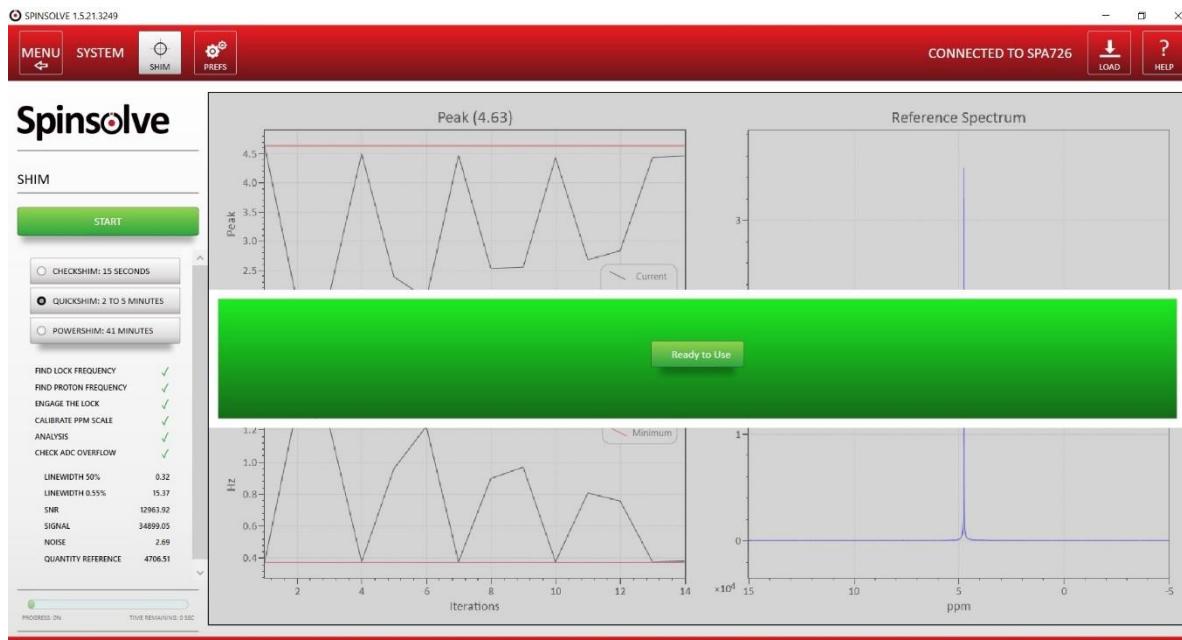
Se muestra la evolución de la amplitud de pico y del ancho de la línea a 50% respecto al pico máximo y el espectro. Las líneas rojas en la ventana de la gráfica muestran la mejora de los valores.

El escaneo final registra un espectro y analiza los anchos de línea al 50% y al 0.55% del pico máximo, la relación señal-ruido (SNR), la amplitud de pico (señal) y el nivel de ruido medio.

Estos valores se muestran en un informe del escaneo como veremos a continuación.

Campo	Valores normales
Ancho de línea 50 %	< 1 Hz
Ancho de línea 0.55 %	< 40 Hz
SNR	10000
Señal	Alrededor de 33000
Ruido	Alrededor de 3.3

Aparecerá una notificación en la pantalla que nos dirá que el sistema está listo para usar.

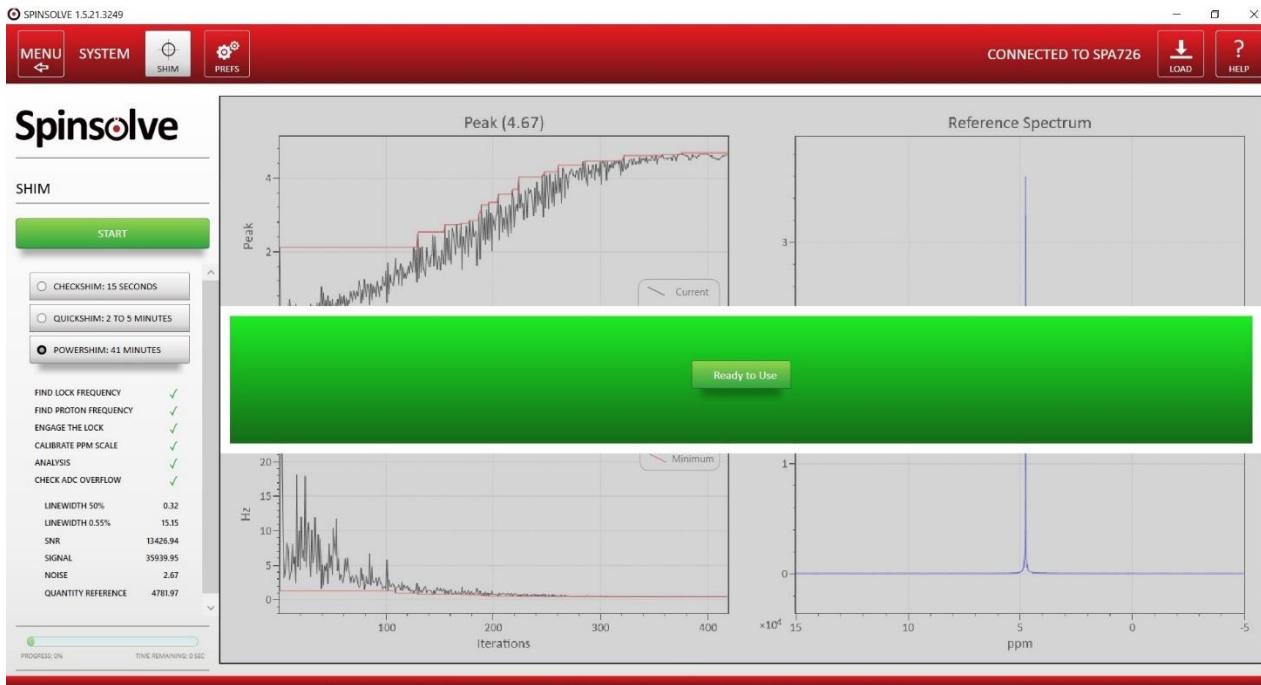


Powershim

Esta opción tarda cerca de 43 minutos.

Las líneas rojas en la pantalla muestran cómo han mejorado los valores del espectro. El escaneo final analiza los anchos de línea y pico máximo así como la relación señal-ruido (SNR), el pico de la amplitud (señal) y el nivel de ruido medio. Estos valores aparecen en la pantalla como una notificación. Si aparece "ready to use" puede cerrar el mensaje y utilice el sistema.

Si el Shim no determina si el sistema está listo, se mostrará una notificación en una barra roja. Cierre la barra roja y a continuación ejecute otro Quickshim o Powershim.



Si el shim falla tres veces contacte al fabricante.

Procedimientos de operación básicos.

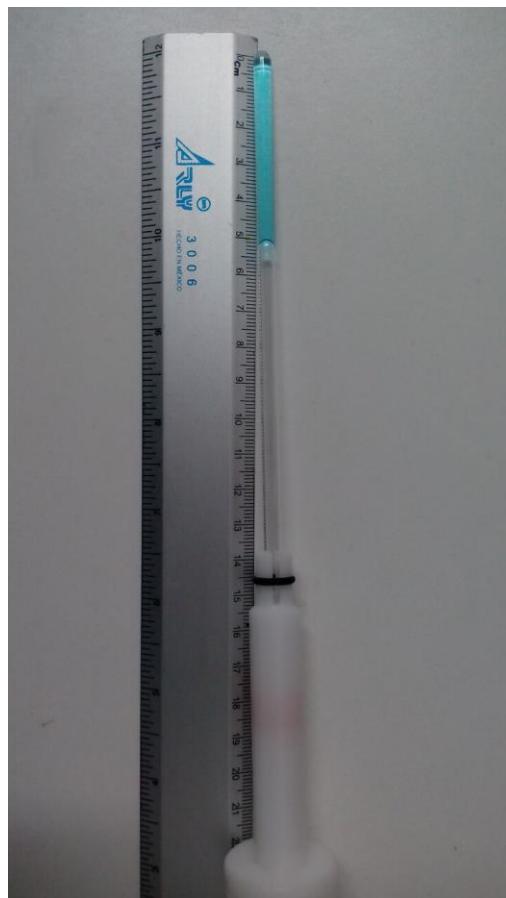
¿Cómo preparar una muestra?

1. Ponga la muestra en el tubo

Coloque las muestras solo en los tubos que vienen con el equipo, ya que el diámetro es el adecuado para entrar en el equipo de RMN.

La altura de llenado debe ser de por lo menos 30 mm, midiendo desde la parte inferior del tubo. Esto es aproximadamente 0,5 ml.

Para medir la cantidad correcta de sustancia en el tubo, puede ocupar una regla



Aclaraciones

Las muestras que coloque en los tubos deben ser solo líquidos.

Se pueden utilizar solventes o líquidos deuterados y no deuterados.

Tenga en cuenta que los solventes no deuterados arrojarán como resultado, picos muy grandes respecto a los picos del soluto y esto puede desvanecer los resultados para el soluto.

2. Coloque el tubo en su soporte.

Inserte el tubo de muestra en la parte superior del soporte y empuje hasta el fondo. es posible que tenga que tirar de la parte inferior. Se debe tener mucho cuidado de no tirar demasiado fuerte ya que la tapa puede salir del soporte o puede romper el tubo de muestra.

3. Compruebe el nivel de muestra



Coloque el tubo de muestra y el soporte en el medidor de muestra del Spinsolve.

- a) Presione firmemente el soporte para asegurarse de que la muestra se encuentra en el mismo calibre o profundidad.
- b) Coloque la parte inferior del tubo en la base redondeada del manómetro (parte inferior)
- c) Verifique que la parte superior del líquido dentro del tubo de muestra esté por encima de la línea negra en el medidor.



4. Colocar el tubo dentro del Spinsolve

Coloque el porta muestras y el tubo en el orificio del Spinsolve. Deje que el soporte de la muestra caiga en el centro del orificio. Si no se despliega completamente por sí mismo, puede empujar suavemente.

Empujar el porta muestras en un ángulo distinto a 90° puede romper el tubo.



Revise el sistema

Verifique el estado de las luces en el Spinsolve

Temperatura y el estado del sistema

Los tiempos requeridos de calentamiento del imán pueden variar.

Se requiere una buena estabilidad de la temperatura del imán para un rendimiento óptimo. Si la temperatura del imán está cambiando rápidamente, el ancho de línea se verá afectado, entonces el sistema necesita ejecutar un Shim.

Condición del espectrómetro	Tiempo necesario para alcanzar la temperatura de funcionamiento
Arranque en frío (21°C)	Rendimiento óptimo en 24 horas
Caida de energía < 60segundos	Puede continuar usando el sistema inmediatamente después de ejecutar un Quickshim
Caída de energía < 5minutos	El sistema se puede recuperar en 5 minutos, pero con un rendimiento reducido. El sistema puede tardar hasta 2 horas en alcanzar un rendimiento óptimo
Caída de energía < 15minutos	La recuperación del sistema tardará 3 horas
Caída de energía > 15minutos	La recuperación puede tardar hasta de 12 a 24 horas

Fault

Esta luz está apagada si el sistema tiene un funcionamiento normal. . Se ilumina en rojo si se detecta un fallo grave en el sistema, o si el equipo se sobrecalienta.

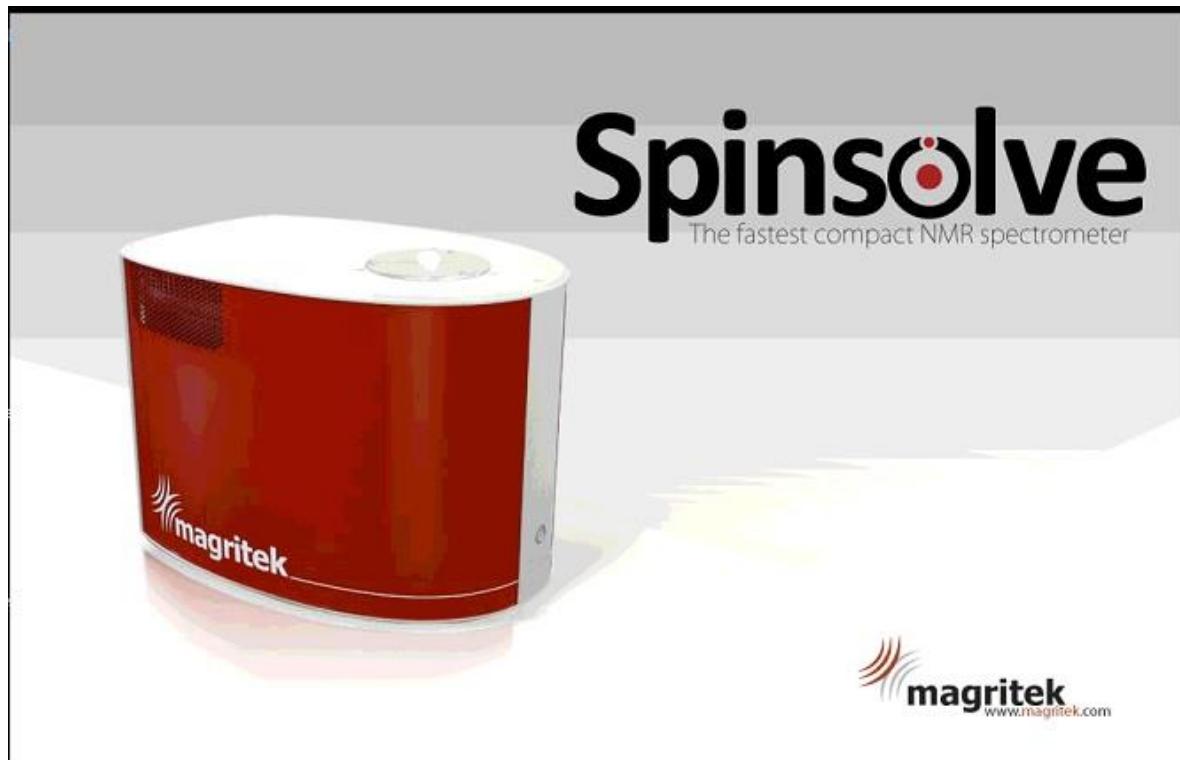
Cuando se enciende la luz de Fault, los componentes electrónicos del espectrómetro se bloquean para limitar cualquier posible daño.



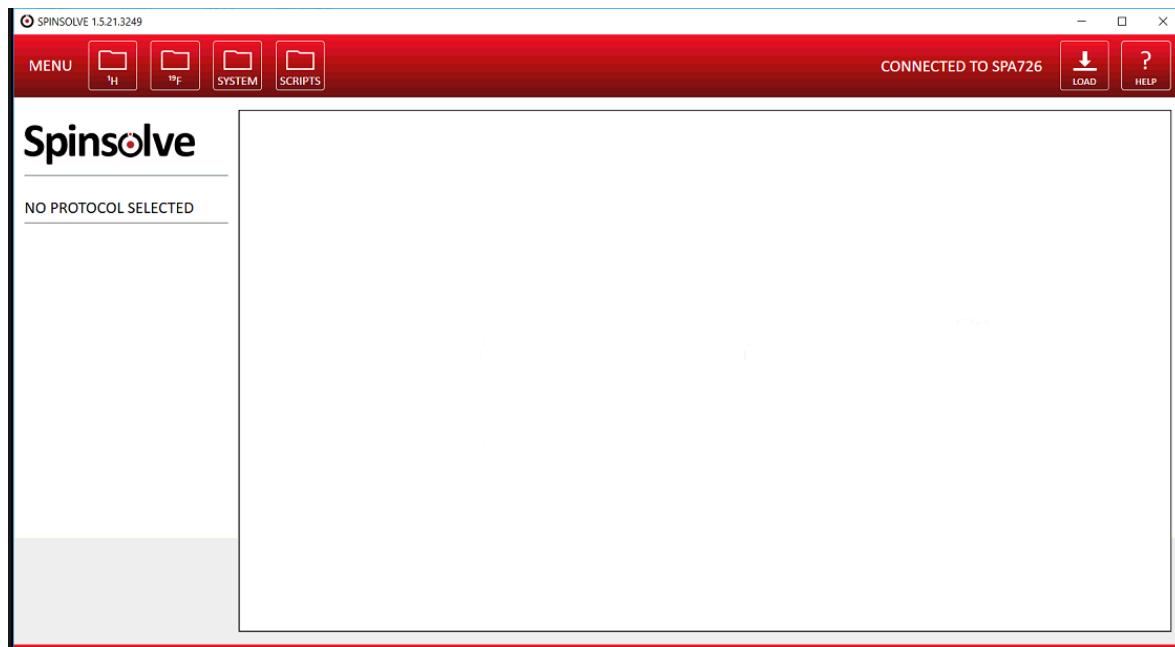
Cuando se enciende la luz de Fault:

1. Desconecte la alimentación del sistema con el interruptor principal.
2. Deje el espetrómetro apagado durante unos 30 minutos antes de volver a encenderlo.
3. Asegúrese de que la temperatura ambiente esté entre 20°C y 25°C y la fluctuación sea de ± 2 °C respecto a la temperatura media antes de encender la máquina.

Software



Una vez cargado el programa, se mostrará la pantalla principal como se ve en la imagen.



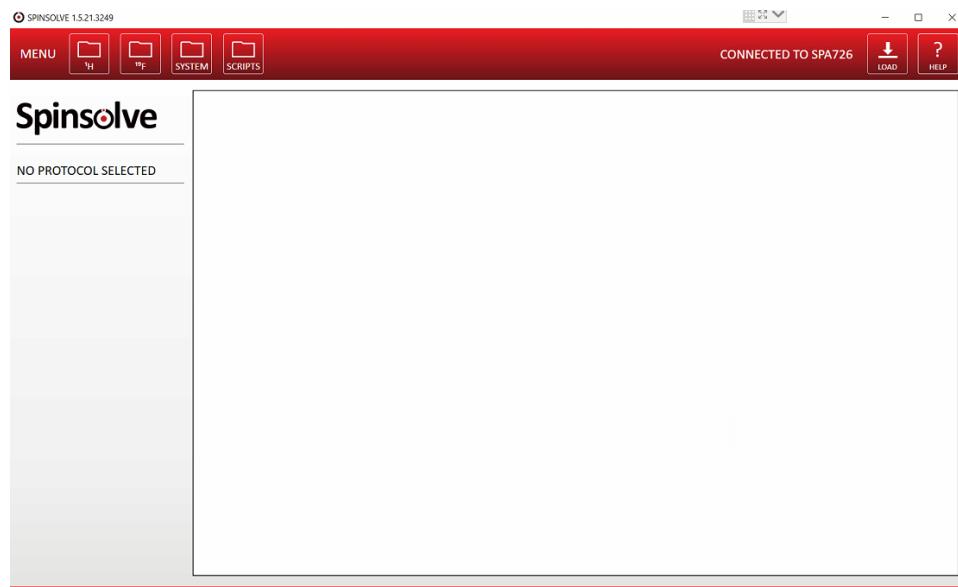
El menú en la parte superior izquierda, muestra las opciones disponible. Los botones de las carpetas de menús tienen un icono similar a una carpeta. Los primeros botones muestran todos los núcleos disponibles en el Spinsolve. Dependiendo del hardware, puede aparecer el botón Carbono o Fósforo.

Algunas de las opciones que muestra el Spinsolve para un sistema educativo son:

¹H protocolo de protones

¹⁹F protocolo de flúor

SYSTEM Un folder el cual contiene opciones como el Shim y las preferencias del menú.



Al hacer clic en la carpeta de menú **¹H** el inicio del menú cambia.

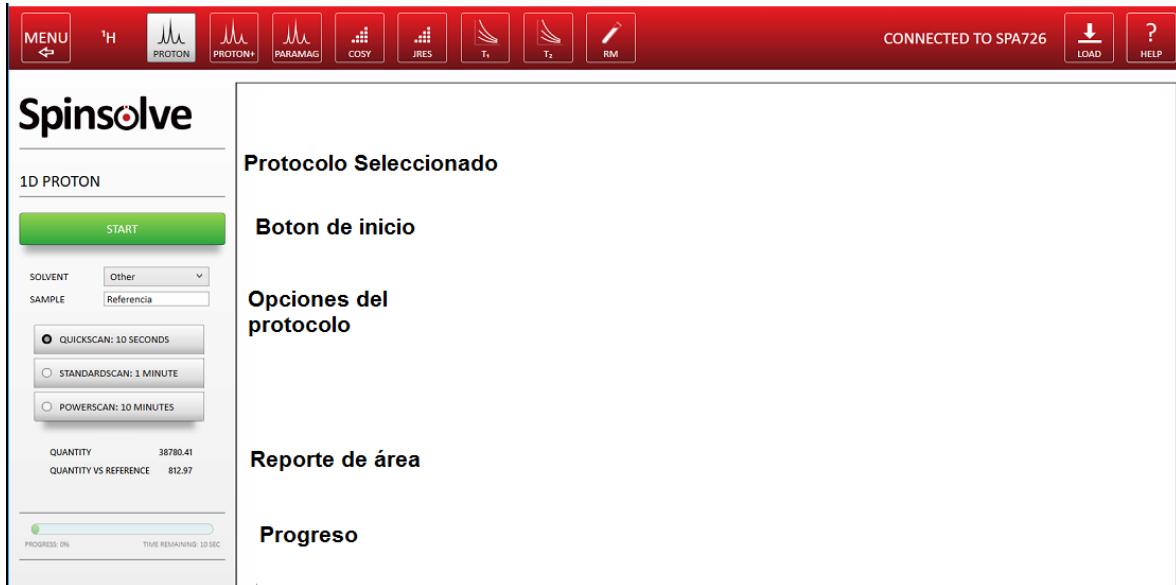
El texto de MENU se convierte en un botón MENU para regresar al menú del nivel superior. El botón **¹H** se convierte en un texto para indicar su ubicación actual en el menú. A la altura de **¹H** se pueden ver los protocolos Proton disponibles. Tenga en cuenta que cada protocolo tiene un icono que le ayudará a integrar protocolos similares.



Después de hacer clic en un protocolo, se muestran los controles y opciones de protocolo disponibles.

El protocolo seleccionado está resaltado en gris y todas sus opciones en se muestran en la sección de protocolo seleccionado.

El contenido de las secciones **Protocol Options and Report Area** cambia dependiendo del protocolo seleccionado. Para algunos protocolos puede estar en blanco.



Al pulsar START se iniciará el protocolo de medición.

Después de adquirir datos, la barra gris con las opciones de procesamiento de protocolo

El botón **HELP** (arriba a la derecha) cambia el sistema al sistema de ayuda.

Si el botón **HELP** está de color gris, la pantalla de ayuda está activa.

Menú de atajos (accesibilidad)

Estos atajos son de gran ayuda para moverse por toda el área de la gráfica.

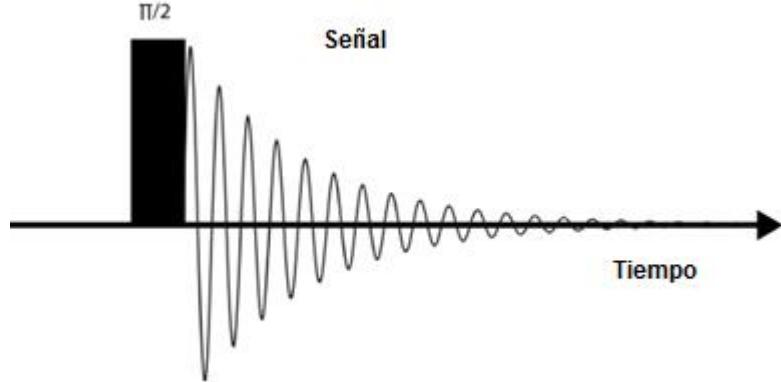
Acción	Atajo (Accesibilidad)
Zoom vertical	Girando el botón <i>scroll</i> del mouse o con la teclas Shift+up/down (flechas)
Zoom horizontal	Shift+girar botón de <i>scroll</i> o con la teclas Shift+left/right (flechas)
Zoom horizontal y vertical	Ctrl + girando el botón <i>scroll</i> del mouse
Shift up/down	Arrastrando el mouse manteniendo presionado click izquierdo o con la tecla Ctrl+up/down (flechas)
Shift left/right	Shift +click izquierdo y arrastrando o Ctrl+left/right (flechas)
Zoom en una región	Ctrl + click izquierdo y arrastrando. Liberar para ampliar.
Región ampliada	Tecla L
Región predeterminada	Tecla Home . La región predeterminada, es el rango de visualización establecido en cada protocolo
Copiar gráfica	Selecciona la gráfica y presiona Ctrl+C

PROTOCOLOS

- 1D Protón
- 1D Protón +
- Paramagnetic
- 2D COSY
- 2D JRES
- T₁
- T₂
- Reaction Monitoring

1D PROTON

El protocolo 1D Proton registra espectros de la muestra usando un solo pulso de excitación de 90 grados. Cubre un rango espectral de 63 a 54 ppm



1D proton tiene entre las opciones de escaneo: Quickscan (1 exploración), Standardscan (4 exploraciones) y Powerscan (40 exploraciones).

El área de reporte muestra:

QUANTITY

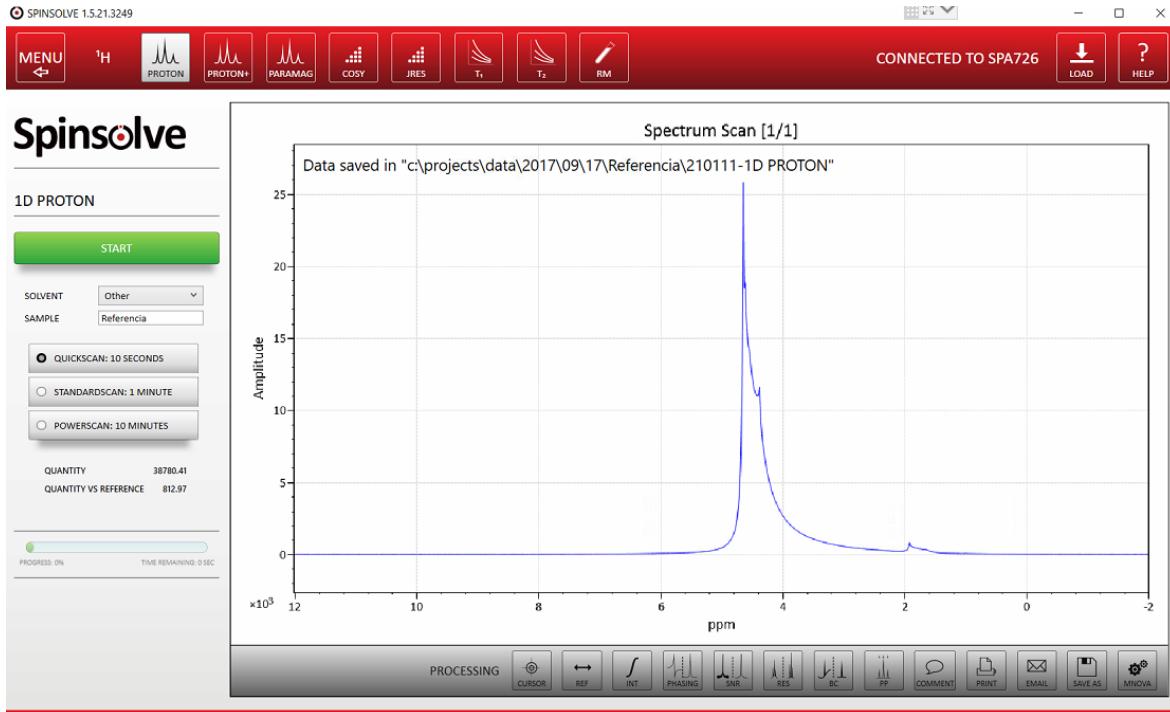
Este valor mide el área de todo el espectro y es proporcional al número de protones en la muestra

QUANTITY VS REFERENCE

Este valor es la relación de los valores de la cantidad de la muestra frente a la muestra de referencia en porcentaje. La cantidad de referencia se registra al ejecutar QuickShim o PowerShim en el protocolo SHIM. Cuando ejecuta un 1D PROTON en la muestra de referencia (después de 1 minuto de espera, para permitir que la muestra se relaje) debe devolver un valor cercano a 100.

Después de cada escaneo, el espectro promediado de señal sufre un desfase usando una corrección de fase de orden cero y mostrada en la ventana de gráfico.

El título del gráfico muestra cuántas exploraciones se han realizado.



El protocolo 1D Proton utiliza secuencia de pulsos con los siguientes parámetros:

- Ancho de banda de adquisición: 5kHz (117ppm)
- Ancho de pulso: 7 microsegundos
- Tiempo de permanencia: 200 microsegundos
- Número de puntos: 32768
- Tiempo de adquisición: 6.554 segundos
- Tiempo de repetición: 15 segundos

1D PROTON+

El protocolo 1D Proton+ es similar al protocolo de 1D Proton, pero puede ajustar y controlar el número de escaneos, el tiempo de adquisición el tiempo de repetición y el ángulo del pulso.

Puede seleccionar las siguientes opciones:

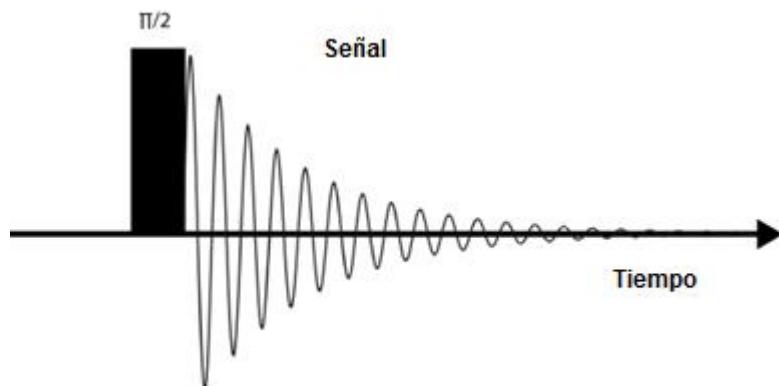
Número de escaneos
1
4
16
32
64
128
256
UNTIL STOPPED

Si el número de exploraciones se establece en "UNTIL STOPPED", la adquisición seguirá funcionando hasta que haga click en STOP. Esto puede usarse para acumular la señal de una muestra de baja concentración.

Tiempo de Adquisición	Número de puntos	Tiempo de permanencia	Rango del espectro
0.4 s	8192	50 μ s	238 a 228 ppm
0.8 s	16384	50 μ s	238 a 228 ppm
1.6 s	32768	50 μ s	238 a 228 ppm
3.2 s	16384	200 μ s	63 a 54 ppm
6.4 s	32768	200 μ s	63 a 54 ppm

El tiempo de adquisición determina el número de puntos adquiridos y el tiempo de permanencia utilizado en el protocolo

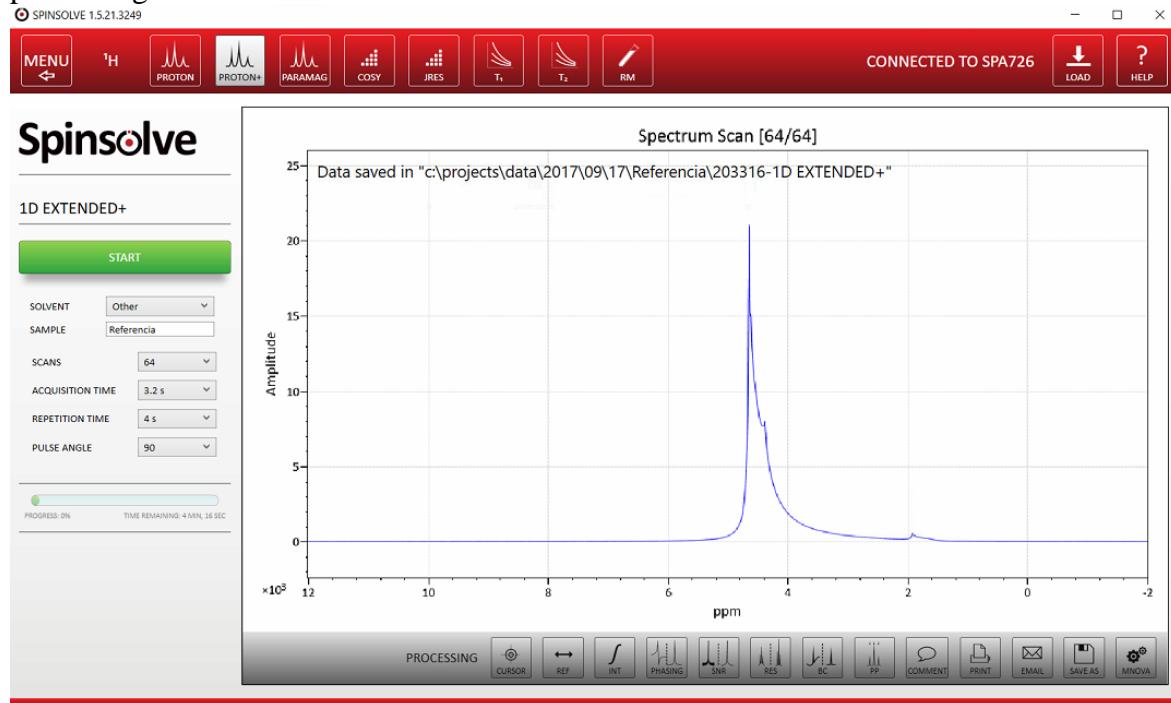
Tiempo de repetición	Pulso (Angulo)
1 s	30 °
2 s	45 °
4 s	60 °
7 s	90 °
10 s	
15 s	
30 s	
60 s	
120 s	



Después de cada exploración, el espectro promedio de la señal se desfase usando una corrección de fase de orden cero y visualizado en la ventana del gráfico

El título del gráfico muestra cuántas exploraciones se han realizado.

El rango de visualización está configurado de 12 a 2 ppm, con una escala automática vertical al pico más grande.

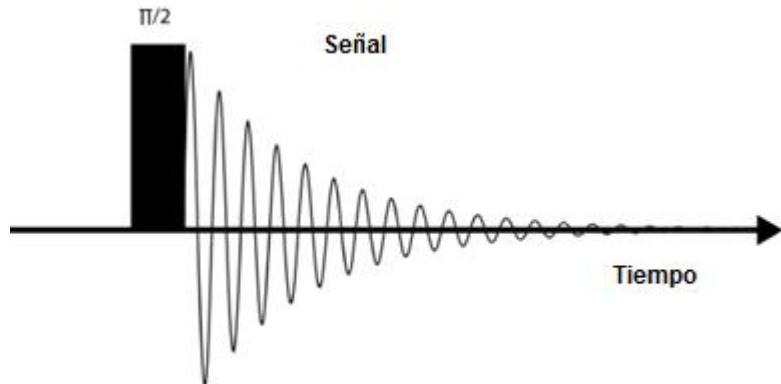


El protocolo 1D PROTON+ utiliza secuencia de pulsos con los siguientes parámetros:

- Ancho de banda de adquisición: 5kHz (117ppm) para un tiempo de adquisición de 3.2 a 6.4 segundos y 20 kHz (466pm) para los otros.
- Ancho de pulso: 7 microsegundos
- Tiempo de permanencia: 200 microsegundos para un tiempo de adquisición de 3.2 a 6.4 segundos y 50 microsegundos para los otros.
- Número de puntos: 8192, 16384 o 32768, dependiendo del tiempo de adquisición.
- Número de escaneos: 1, 4, 16, 64, 256, o hasta detenerse.
- Tiempo de adquisición: 0.4, 0.8, 1.6, 3.2, o 6.4 segundos
- Tiempo de repetición: 1, 2, 4, 7, 10, 15, 30, 60, o 120 segundos

1D PARAMAGNETIC

El protocolo PARAMAGNETIC se utiliza para muestras con una difusión de desplazamiento químico más amplia que la normal y tiempos de relajación más cortos. Esto es a menudo el caso cuando los iones paramagnéticos están presentes. Cubre un rangopectral de 238 a 228 ppm.

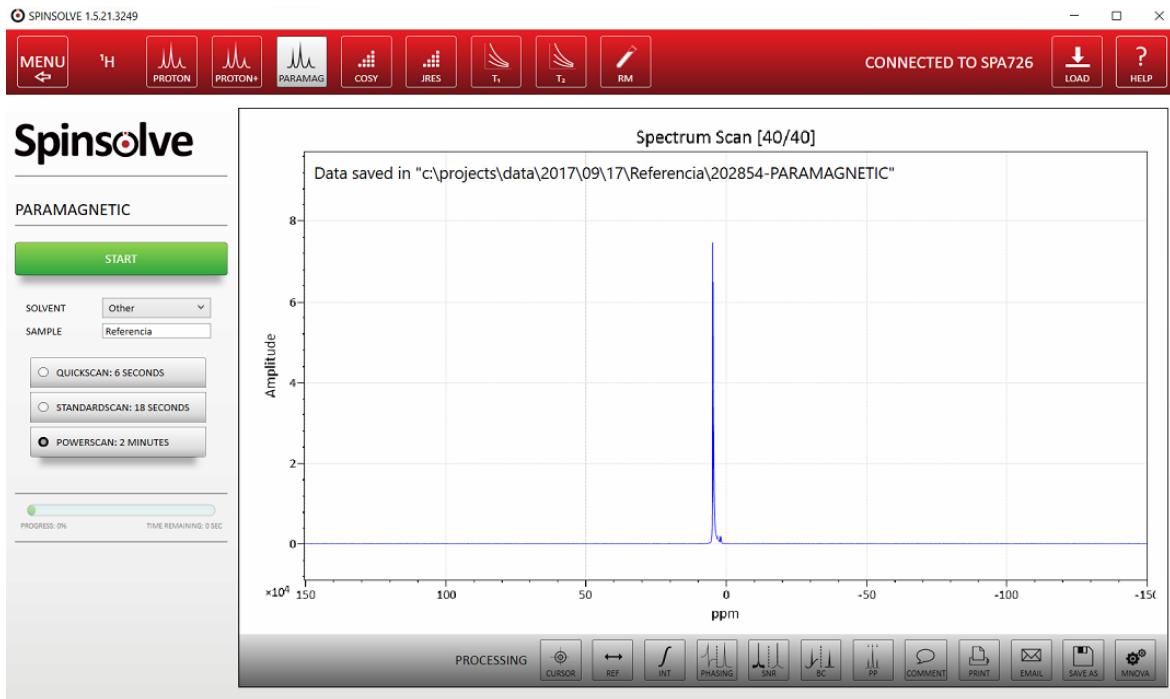


Cuenta con tres opciones a elegir: Quickscan (1escaneo), Standardscan (4escaneos), y Powerscan (40 escaneos).

Después de cada exploración, el espectro promedio de la señal se desfasa usando una corrección de fase de orden cero y visualizado en la ventana del gráfico.

El título del gráfico muestra cuántas exploraciones se han realizado.

El rango de visualización está configurado de 150 a -150 ppm, con una escala automática vertical al pico más grande.



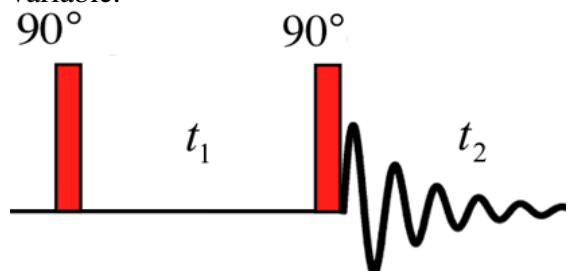
El protocolo PARAMAGNETIC utiliza secuencia de pulsos con los siguientes parámetros:

- Ancho de banda de adquisición: 20kHz (466ppm).
- Ancho de pulso: 7 microsegundos
- Tiempo de permanencia: 50 microsegundos
- Número de puntos: 32768.
- Tiempo de adquisición: 1.638 segundos
- Tiempo de repetición: 4 segundos

2D COSY

El protocolo 2D COSY registra un espectro de RMN bidimensional con las señales de un espectro 1D normal correlacionado entre sí.

Los picos cruzados aparecen en el espectro 2D si los protones correspondientes se acoplan entre sí. Esto proporciona información sobre la estructura química y sobre el enlace de la molécula. La secuencia de pulsos consiste en dos pulsos de 90 grados de intensidad rf separados por un retardo variable.

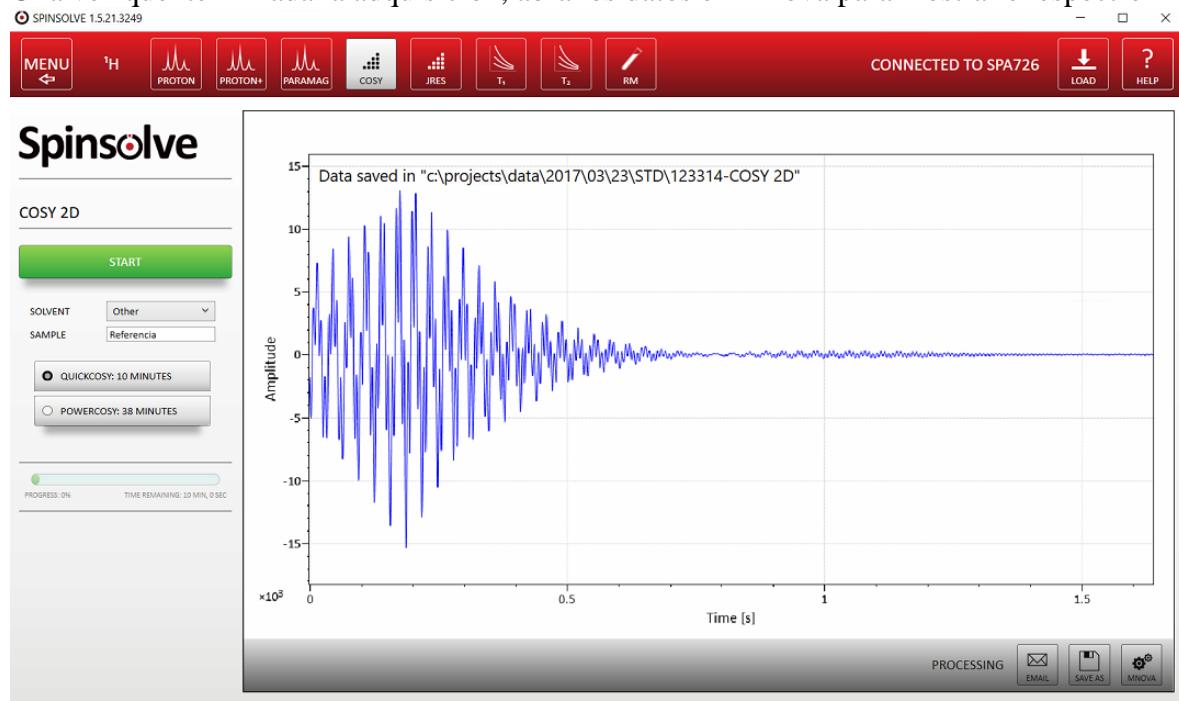


Puede elegir entre dos opciones de escaneos: Quickcosy(1 escaneo) y Powercosy(4 escaneos)

La obtención del espectro 2D toma 10 minutos en un Quickcosy y 38 minutos en un Powercosy.

La ventana del gráfico muestra los datos FID acumulados a lo largo de la dirección t_2 para cada paso t_1 .

Una vez que terminada la adquisición, abra los datos en Mnova para mostrar el espectro 2D.



El protocolo 2D COSY utiliza secuencia de pulsos con los siguientes parámetros:

- Número de puntos a lo largo de t_1 : 256
- Incremento en t_1 : 1.43 ms
- Número de puntos a lo largo de t_2 : 8192
- Ancho de banda de f_1 : 0.7 kHz(16 ppm)
- Ancho de banda de f_2 : 5 kHz(117 ppm)
- Tiempo de permanencia: 200 microsegundos
- Tiempo de adquisición: 1.638 segundos
- Tiempo de repetición: 4 segundos

2D JRES

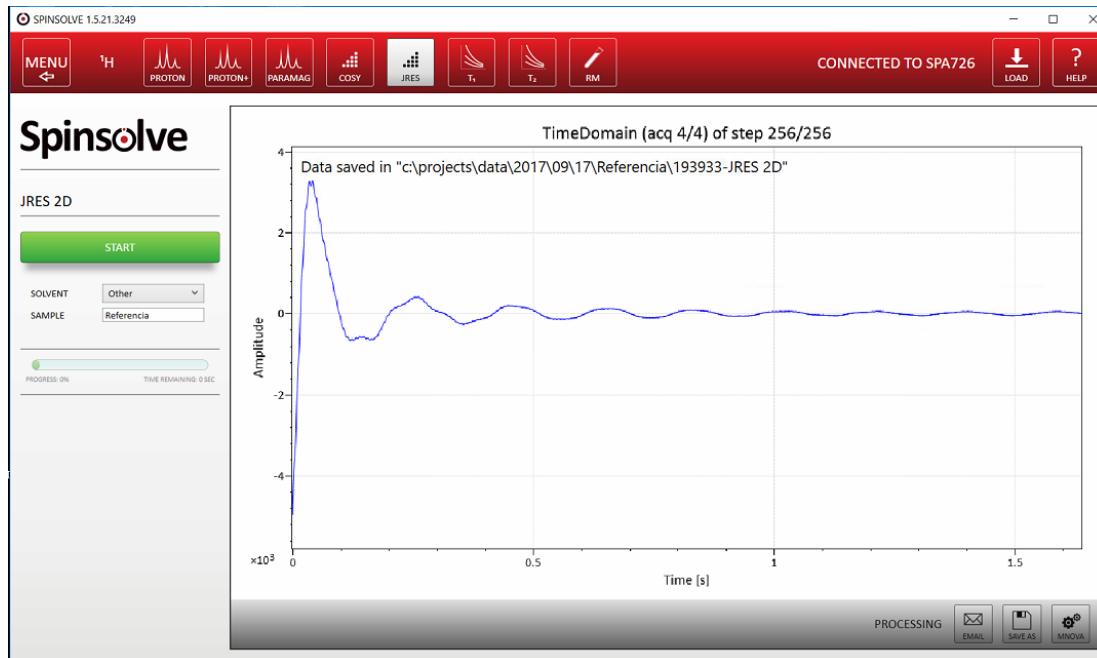
El protocolo 2D JRES registra un espectro homonuclear j-resolved en dos dimensiones.

En un espectro 1D normal, el pico de división resulta de la combinación de desplazamiento químico y acoplamiento j, y puede ser difícil asignar picos en situaciones de múltiples traslapes. En el experimento homonuclear 2D j-resolved, estos dos acoplamientos se separan y se muestran en diferentes ejes del espectro 2D.

La secuencia del pulso es, un pulso excitación de 90 grados seguido de un pulso de reenfoque de 180 grados. La señal de eco se adquiere con el tiempo en que se está incrementando.

Una exploración de un espectro 2D tarda 41 minutos. La ventana del gráfico muestra los datos FID acumulados a lo largo de la dirección t₂ para cada paso t₁.

El número de escaneos actuales y los pasos de t₁ se indican en el título del gráfico.
Una vez finalizada la adquisición de datos, abra los datos en Mnova para mostrar el espectro 2D.



El protocolo 2D JRES utiliza secuencia de pulsos con los siguientes parámetros:

- Número de puntos a lo largo de t_1 : 256
- Incremento en t_1 : 5 ms
- Número de puntos a lo largo de t_2 : 8192
- Ancho de banda de f_1 : 200 Hz(4.5ppm)
- Ancho de banda de f_2 : 5 kHz(117 ppm)
- Tiempo de permanencia: 200 microsegundos
- Tiempo de adquisición: 1.638 segundos
- Tiempo de repetición: 2 segundos
- Numero de escaneos: 4
- Tiempo total de la exploración: 36 minutos

T₁

El protocolo T₁ proporciona un método para medir los tiempos de relajación. Utiliza una secuencia invertida de pulsos de recuperación. Comenzando con el retardo de inversión TIR más corto (1 ms).

Puede seleccionar las siguientes opciones:

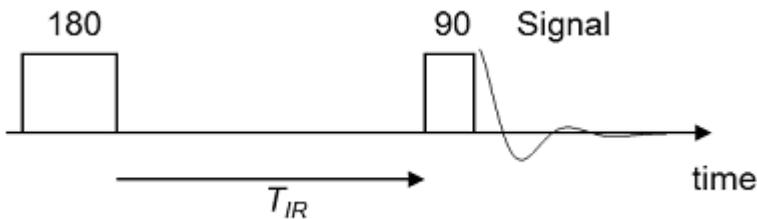
Numero de escaneos
2
4
8
16

Tiempo de adquisición	Número de puntos	Tiempo de Permanencia	Rango del espectro
0.4 s	8192	50 μ s	238 to -228 ppm
0.8 s	8192	100 μ s	238 to -228 ppm
1.6 s	8192	200 μ s	238 to -228 ppm
3.2 s	16384	200 μ s	63 to -54 ppm
6.4 s	32768	200 μ s	63 to -54 ppm

El tiempo de adquisición determina el número de puntos adquiridos y el tiempo de permanencia utilizado en el protocolo.

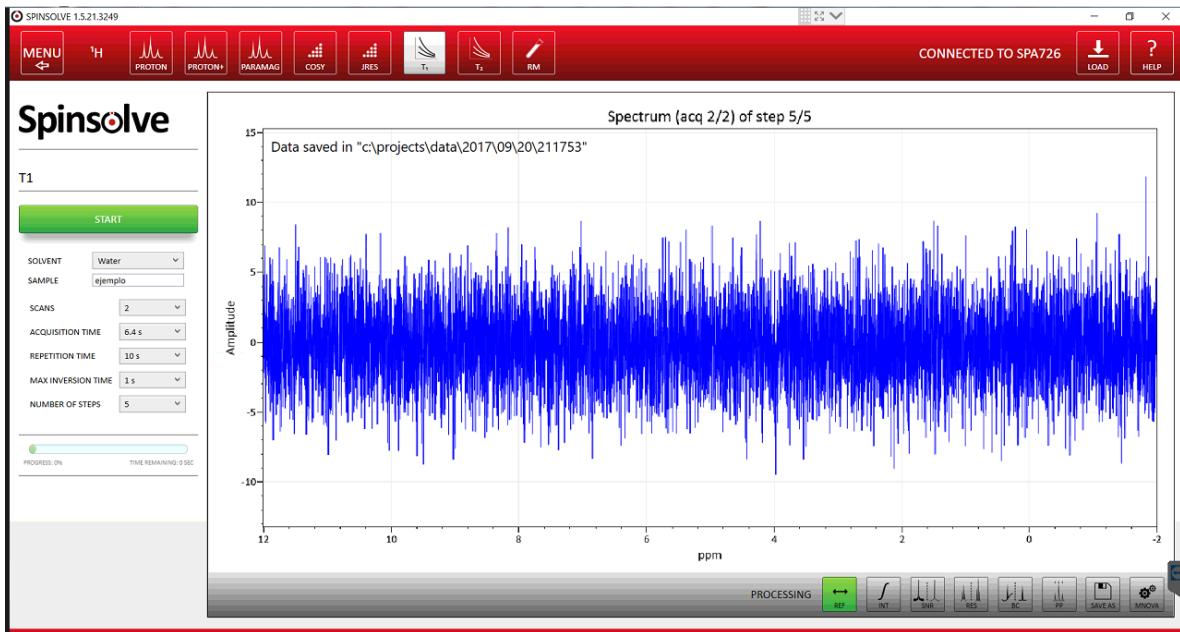
Tiempo máximo de inversión	Tiempo de repetición
20 ms	1 s
50 ms	2 s
100 ms	4 s
200 ms	7 s
500 ms	10 s
1000 ms	15 s
2000 ms	30 s
5000 ms	1 min
10000 ms	2 min
	5 min
	10 min
	20 min
	30 min

Número de pasos
5
11
21
41



Después de cada exploración, la señal muestra el FID en la ventana del gráfico.

El título del gráfico muestra cuántas exploraciones se han realizado.



El rango de visualización se establece de 12 a -2 ppm, con una escala vertical automática al pico más grande.

Una vez finalizada la adquisición, abra los datos en Mnova para mostrar los espectros apilados.

El protocolo T1 utiliza los siguientes parámetros de secuencia de pulsos:

- Ancho de banda de adquisición: 20 kHz (466 ppm) durante 0,4 segundos, 10 kHz (233 ppm) durante 0,8 segundos y 5 kHz (117 ppm) para los demás
- Ancho de pulso: 7 microsegundos
- Tiempo de espera: 50 microsegundos durante 0,4 segundos, 100 microsegundos durante 0,8 segundos y 200 microsegundos para todos los demás.
- Número de puntos: 8192, 16384 o 32768, dependiendo del tiempo de adquisición. Véase la tabla anterior.
- Número de exploraciones: 2, 4, 8, 16
- Tiempo de adquisición: 0,4, 0,8, 1,6, 3,2 ó 6,4 segundos
- Tiempo de repetición: 1, 2, 4, 7, 10, 15, 30, 60 o 120 segundos
- Tiempo máximo de inversión: 200, 500, 1000, 2000 o 5000 milisegundos
- Número de pasos: 5, 11, 21, 41

T₂

El protocolo T₂ proporciona un método para medir los tiempos de relajación T₂. Utiliza una secuencia de impulsos CPMG con un tiempo de eco τ CPMG dado. Comenzando con el

tiempo de eco más corto τ , se realiza una serie de experimentos en los que el número de pulsos de 180 grados es escalonado linealmente, de manera que el último experimento se realiza con el tiempo de eco final.

Puede seleccionar las siguientes opciones:

Numero de escaneos
4
8
16

Tiempo de adquisición	Número de puntos	Tiempo de permanencia	Rango espectral
0.4 s	8192	50 us	238 to -228 ppm
0.8 s	8192	100 us	238 to -228 ppm
1.6 s	8192	200 us	238 to -228 ppm
3.2 s	16384	200 us	63 to -54 ppm
6.4 s	32768	200 us	63 to -54 ppm

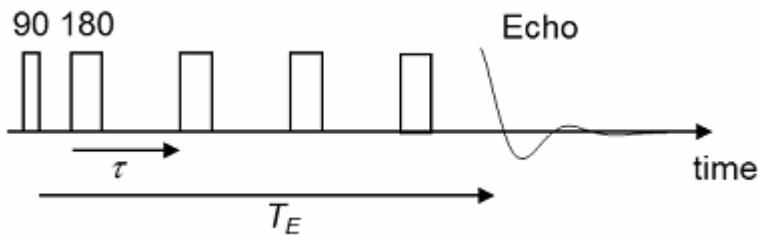
El tiempo de adquisición determina el número de puntos adquiridos y el tiempo de permanencia utilizado en el protocolo.

Tiempo de repetición
1 s
2 s
4 s
7 s
10 s
15 s
30 s
1 min
2 min
5 min
10 min
20 min
30 min

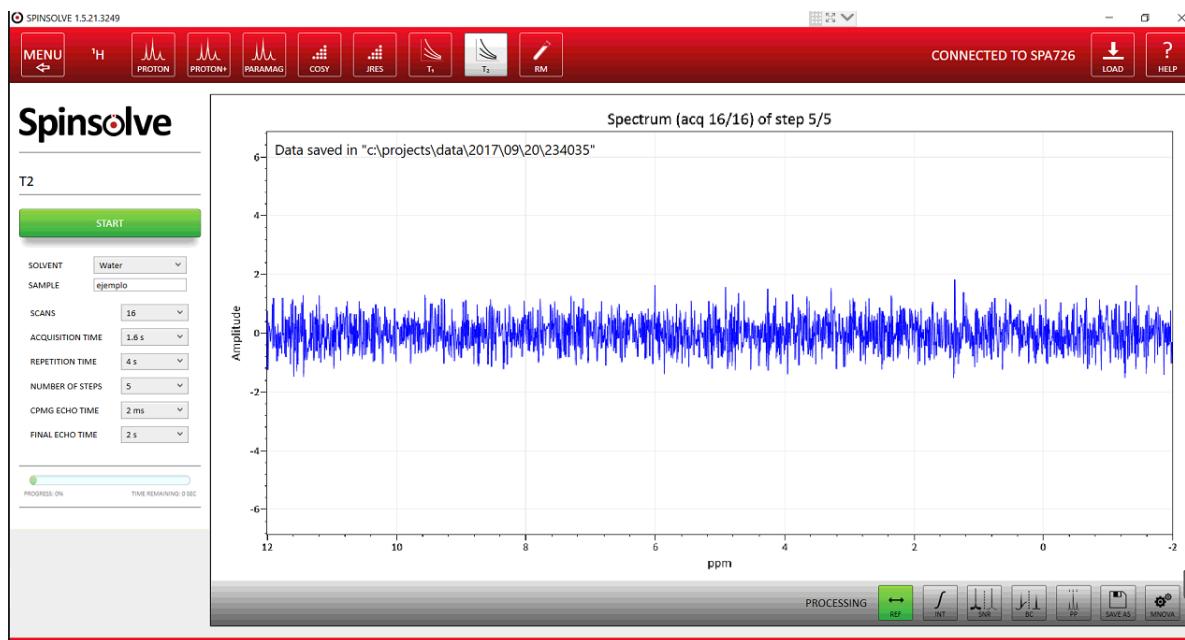
Numero de pasos
5
10
20
50

Tiempo de eco CPMG
0.1 ms
0.2 ms
0.5 ms
1.0 ms
2.0 ms
5.0 ms
10.0 ms

Tiempo de eco final
200 ms
500 ms
1000 ms
2000 ms
5000 ms



Después de cada exploración, la señal muestra el FID en la ventana del gráfico.
El título del gráfico muestra cuántas exploraciones se han realizado.



El rango de visualización se establece de 12 a -2 ppm, con una escala vertical automática al pico más grande.

Una vez finalizada la adquisición, abra los datos en Mnova para mostrar los espectros.

El protocolo T2 utiliza estos parámetros de secuencia de pulsos:

- Ancho de banda de adquisición: 20 kHz (466 ppm) durante 0.4 segundos, 10 kHz (233 ppm) durante 0.8 segundos y 5 kHz (117 ppm) para los demás.
- Ancho de pulso: 7 microsegundos
- Tiempo de espera: 50 microsegundos durante 0.4 segundos, 100 microsegundos durante 0.8 segundos y 200 microsegundos para todos los demás.
- Número de puntos: 8192, 16384 o 32768, dependiendo del tiempo de adquisición.
Véase la tabla anterior.
- Número de exploraciones: 4, 8, 16
- Tiempo de adquisición: 0,4, 0,8, 1,6, 3,2 ó 6,4 segundos
- Tiempo de repetición: 1, 2, 4, 7, 10, 15, 30, 60 o 120 segundos
- Tiempo de eco CPMG: 0,1, 0,2, 0,5, 1, 2, 5 o 10 milisegundos
- Tiempo de eco final: 200, 500, 1000, 2000 o 5000 milisegundos
- Número de pasos: 5, 10, 20, 50

RM

El protocolo Reaction Monitor (RM) se usa para monitorear una reacción, capturando una secuencia de exploraciones de protones 1D (escaneado simple) con un cierto intervalo de tiempo. El procesamiento de los datos como espectros puede visualizarlos en MNOVA y permite ver los cambios en el espectro que se producen a lo largo del tiempo.

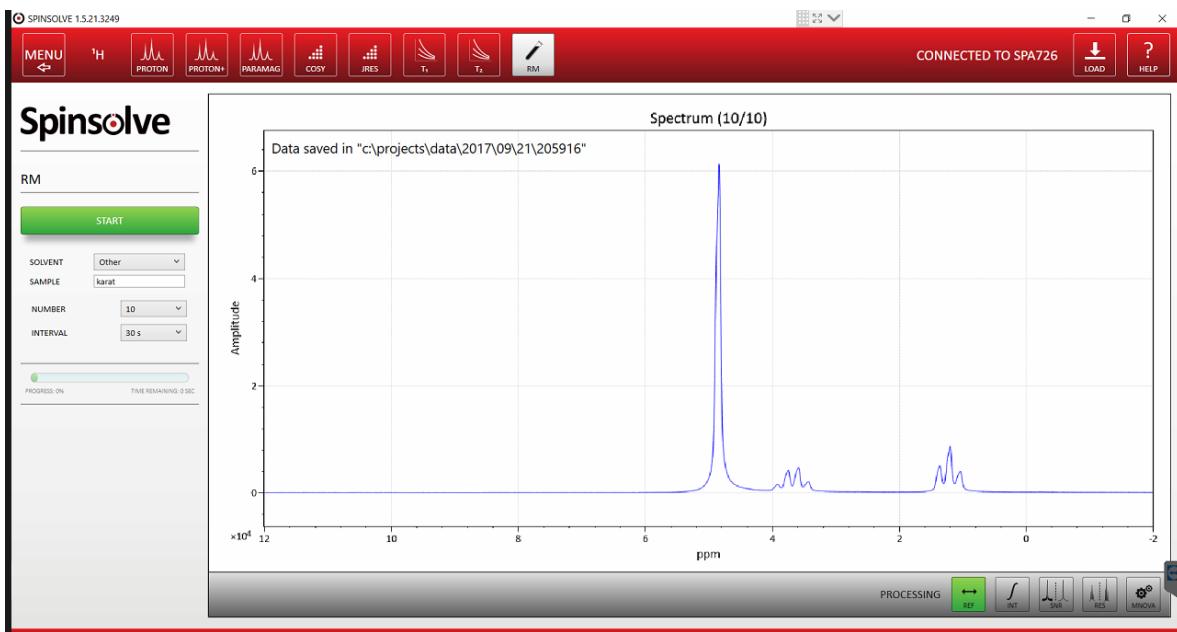
Puede seleccionar las siguientes opciones:

Numero
UNTIL STOPPED
5
10
25
50
100
250
500
1000

Si el número está ajustado en "UNTIL STOPPED", la adquisición continuará funcionando hasta que haga click en STOP

Intervalo
MANUAL
15 s
30 s
45 s
1 min
2 min
5 min
10 min
15 min
30 min
45 min
1 h

Si el Intervalo está ajustado en "MANUAL", el usuario deberá hacer click en el botón **Next** para realizar una medición manual.



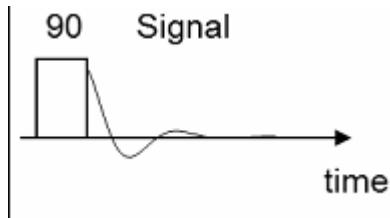
El protocolo Reaction Monitor utiliza los mismos parámetros de secuencia de impulsos que el Proton 1D:

- Ancho de banda de adquisición: 5kHz (117ppm)
- Ancho de pulso: 7 microsegundos
- Tiempo de espera: 200 microsegundos
- Cantidad de puntos: 32.768
- Tiempo de adquisición: 6.554 segundos

Protocolos del flúor

1D FLUORINE

El protocolo 1D Fluorine registra espectros de muestras "normales" usando un solo pulso de excitación de 90 grados. Cubre un rango espectral de 180 a -320 ppm.



Puede elegir entre tres opciones de escaneo: Quickscan (1 exploración), Standardscan (4 exploraciones) y Powerscan (40 exploraciones).

Después de cada exploración, el espectro promediado de señal se desfase usando una corrección de fase de orden cero y se muestra en la ventana de gráfico.

El título del gráfico muestra cuántas exploraciones se han realizado.

La gama de la exhibición se fija de 50 a -200 ppm, con un ajuste de escala vertical al pico más grande.

El protocolo 1D Fluorine usa estos parámetros de secuencia de pulso:

- Ancho de banda de adquisición: 20kHz (490ppm)
- Ancho de pulso: 27 microsegundos
- Tiempo de espera: 50 microsegundos
- Cantidad de puntos: 32.768
- Tiempo de adquisición: 1.638 segundos
- Tiempo de repetición: 5 segundos

1D FLUORINE+

El protocolo 1D PROTON + es similar al protocolo 1D Fluorine, pero también puede ajustar el número de exploraciones, el tiempo de adquisición, el tiempo de repetición y el ángulo del pulso.

Puede seleccionar las siguientes opciones:

Escaneos
UNTIL STOPPED
1
2
4
8
16
32
64
128
256
512
1024
2048
4096
8192
16384

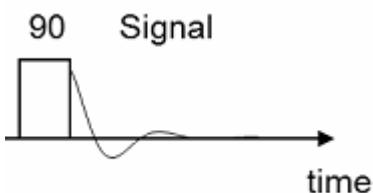
Si el número de exploraciones se establece en "UNTIL STOPPED", la adquisición seguirá funcionando hasta que haga clic en STOP. Esto puede usarse para acumular la señal de una muestra de baja concentración.

Tiempo de adquisición	Número de puntos	Tiempo de permanencia	Rango espectral
0.32 s	32768	10 μ s	1159 to -1301 ppm
0.64 s	32768	20 μ s	544 to -686 ppm
1.64 s	32768	50 μ s	175 to -317 ppm

El tiempo de adquisición determina el número de puntos adquiridos y el tiempo de permanencia utilizado en el protocolo.

Tiempo de repetición
1 s
2 s
4 s
7 s
10 s
15 s
30 s
60 s
120 s

Ángulo de pulso
30 °
45 °
60 °
90 °



El título del gráfico muestra cuántas exploraciones se han realizado.

El rango de visualización está configurado de 50 a -200 ppm, con un ajuste de escala vertical al pico más grande.

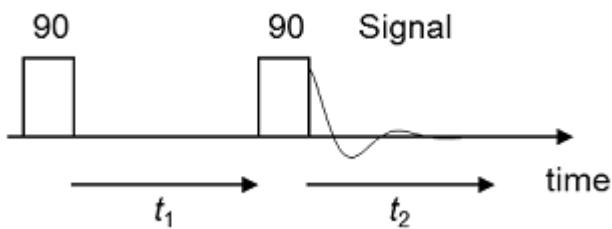
El protocolo 1D Fluorine + utiliza estos parámetros de secuencia de pulso:

- Ancho de banda de adquisición: 100 kHz (2460 ppm) para el tiempo de adquisición 0.32 segundos, 50 kHz (1230 ppm) para el tiempo de adquisición 0.64 segundos, o 20 kHz (492 ppm) durante 1.64 segundos
- Ancho de pulso: 30 microsegundos
- Tiempo de espera: 10 microsegundos para el tiempo de adquisición 0.32 segundos, 20 microsegundos para el tiempo de adquisición 0.64 segundos o 50 microsegundos para 1.64 segundos
- Cantidad de puntos: 32.768
- Número de exploraciones: 1, 2, 4, 8, 16, 64, 128, 256, 512, 1024, 2048, 4096, 8192, 16384 o hasta que se detenga
- Tiempo de adquisición: 0.32, 0.64 y 1.64 segundos
- Tiempo de repetición: 1, 2, 4, 7, 10, 15, 30, 60 o 120 segundos

F-COSY

El protocolo F-COSY registra un espectro de NMR bidimensional con las señales de un espectro 1D normal correlacionado entre sí.

Los picos cruzados aparecen en el espectro 2D si los correspondientes núcleos de flúor se entrelazan entre sí. Esto proporciona información sobre la estructura química y el enlace de la molécula. La secuencia de pulsos consta de dos pulsos de 90 grados de radiofrecuencias separados por un retardo variable.



Se puede elegir entre dos opciones de escaneo: Quickcosy (1 exploración) y Powercosy (4 exploraciones).

La exploración de un espectro 2D tarda 10 minutos en Quickcosy y 38 minutos en Powercosy.

La ventana de gráficos muestra los datos FID acumulados a lo largo de la dirección t_2 para cada paso t_1 .

El número de exploración actual y el paso t_1 se indican en el título del gráfico.

Una vez finalizada la adquisición, abra los datos en Mnova para mostrar el espectro 2D.

El protocolo F-COSY utiliza estos parámetros de secuencia de pulsos:

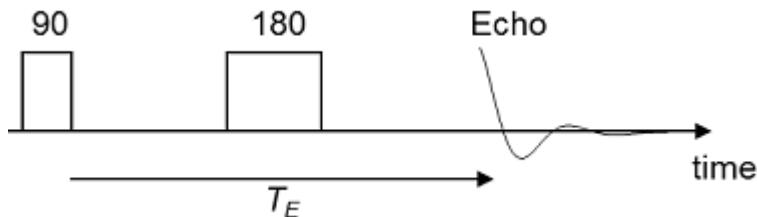
- Número de puntos a lo largo de t_1 : 256
- incremento t_1 : 0.1 ms
- Número de puntos a lo largo de t_2 : 8.192
- Ancho de banda f_1 : 10 kHz (246 ppm)
- Ancho de banda f_2 : 20 kHz (492 ppm)
- Tiempo de espera: 50 microsegundos
- Tiempo de adquisición: 0.4 segundos
- Tiempo de repetición: 2 segundos

F-JRES

El protocolo F-JRES registra un espectro homonuclear bidimensional.

En un espectro 1D normal, la división de picos resulta de la combinación de cambio químico y acoplamiento j , y puede ser difícil asignar picos en situaciones de multipletes superpuestos. En el experimento homonuclear 2D j-resolved, estos dos acoplamientos se separan y se muestran en diferentes ejes del espectro 2D.

La secuencia de impulsos es un impulso de excitación de 90 grados seguido por un pulso de 180 grados. La señal de eco se adquiere con el tiempo de eco incrementado.



Una exploración de espectro 2D tarda 41 minutos. La ventana de gráficos muestra los datos FID a lo largo de la dirección t_2 para cada paso t_1 .
El número de exploración actual y el paso t_1 se indican en el título del gráfico.
Una vez finalizada la adquisición de datos, abra los datos en Mnova para mostrar el espectro 2D.

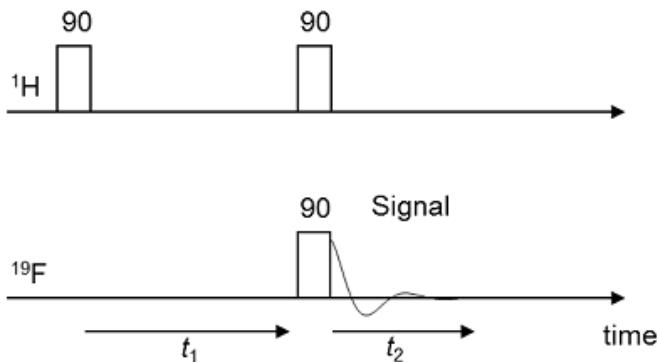
El protocolo F-JRES utiliza estos parámetros de secuencia de pulsos:

- Número de puntos a lo largo de t_1 : 256
- Incremento t_1 : 5 ms
- Número de puntos a lo largo de t_2 : 8.192
- Ancho de banda f_1 : 200 Hz
- Ancho de banda f_2 : 20 kHz (492 ppm)
- Tiempo de espera: 50 microsegundos
- Tiempo de adquisición: 0.4 segundos
- Tiempo de repetición: 2 segundos
- Cantidad de escaneos: 4
- Tiempo de exploración total: 36 minutos

FH-COSY

El protocolo 2D COSY heteronuclear registra un espectro de RMN bidimensional con las señales de los espectros 1D normales correlacionados entre sí.

El espectro bidimensional muestra el espectro ^{19}F a lo largo de la dimensión directa (f_2) y el espectro ^1H a lo largo de la dimensión indirecta (f_1). Los picos cruzados en el espectro revelan qué pico de ^{19}F está correlacionado con el de ^1H .



Puede elegir entre dos opciones de escaneo: Quickcosy (1 exploración) y Powercosy (4 exploraciones).

La exploración de espectro 2D tarda 10 minutos en Quickcosy y 38 minutos en Powercosy. La ventana de gráficos muestra los datos FID a lo largo de la dirección t_2 para cada paso t_1 . El número de exploración actual y el paso t_1 se indican en el título del gráfico. Una vez finalizada la adquisición de datos, abra los datos en Mnova para mostrar el espectro 2D.

El protocolo FH-COSY utiliza estos parámetros de secuencia de impulsos:

- Número de puntos a lo largo de t_1 : 256
- Incremento t_1 : 1 ms
- Número de puntos a lo largo de t_2 : 8.192
- Ancho de banda f_1 : 1 kHz (23 ppm)
- Ancho de banda f_2 : 20 kHz (492 ppm)
- Tiempo de espera: 50 microsegundos
- Tiempo de adquisición: 0.4 segundos
- Tiempo de repetición: 2 segundos

Protocol processing options

Dependiendo del protocolo seleccionado, las siguientes opciones de procesamiento podrían aparecer en la parte inferior de la ventana del gráfico.

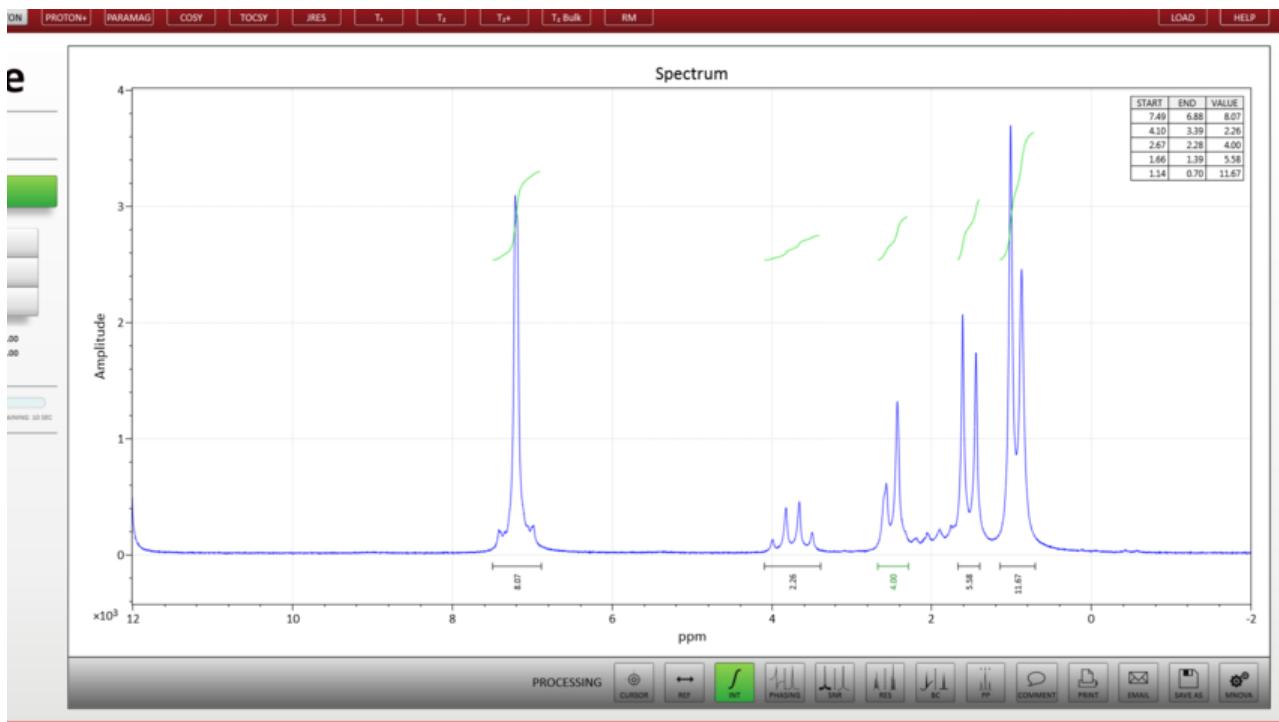
OPCIONES DE PROCESAMIENTO

- Integration
- Reference
- SNR Enhancement
- Resolution Enhancement
- Baseline Correction
- Peak Picking
- Manual Phase
- Comment
- MNOVA
- Print
- Save

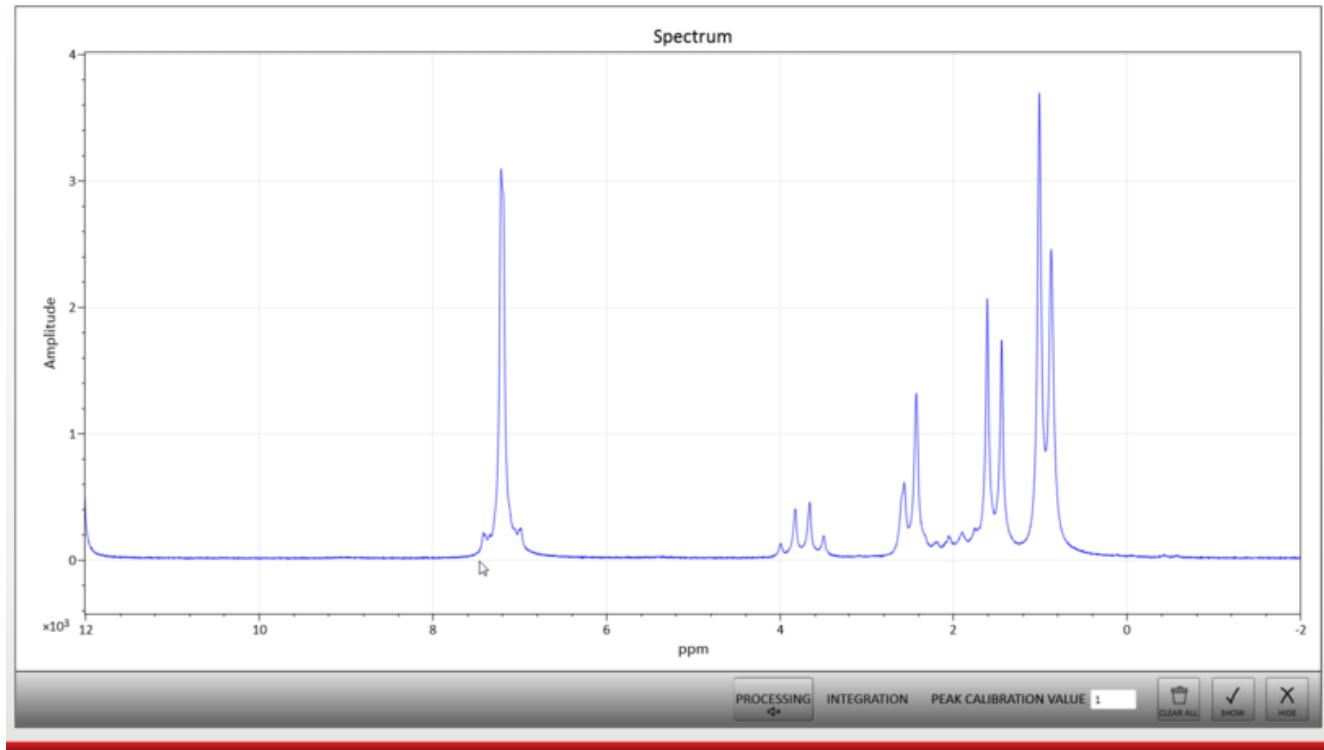
Integration

Este menú permite medir y comparar áreas de integración espectral. Los rangos de las integrales y las relaciones se almacenan en un archivo "integrals.csv" en la carpeta de datos adquirida.

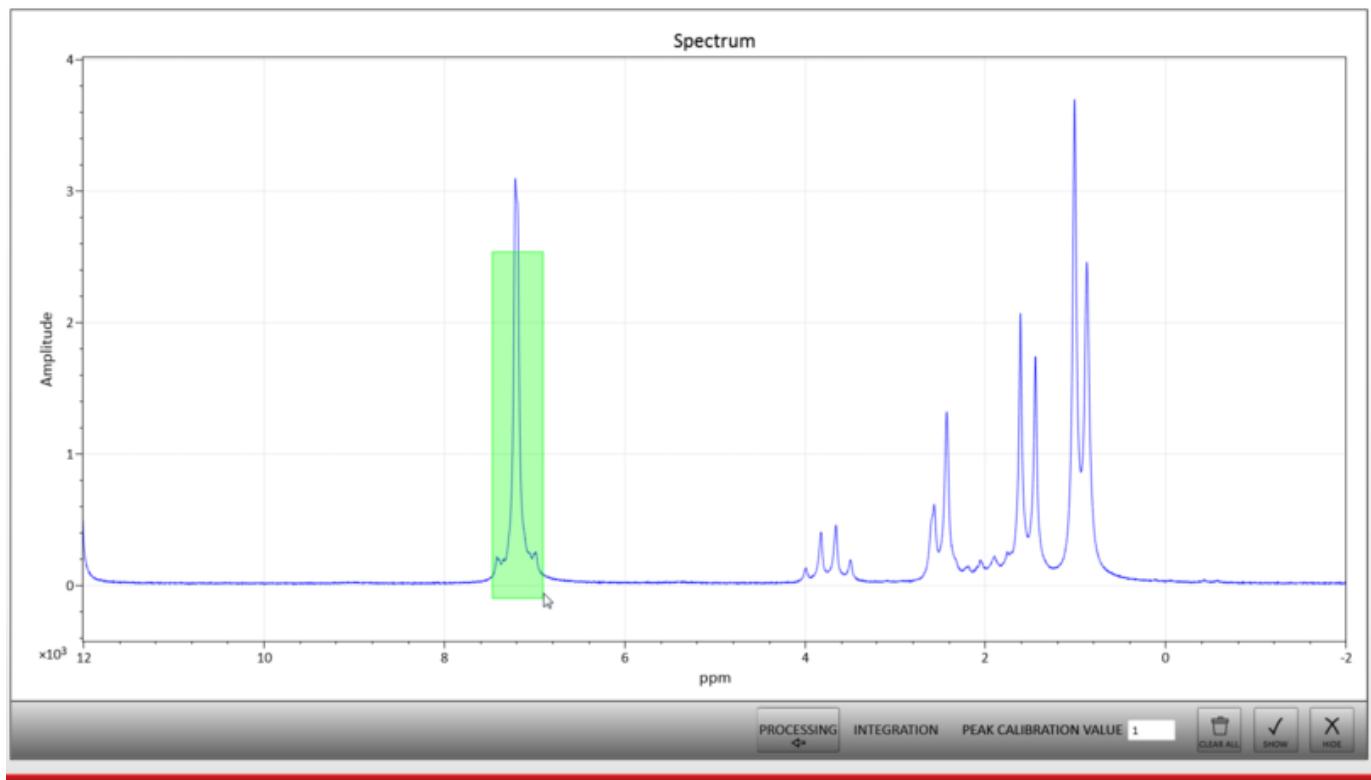
Opción	Descripción
Haga clic en el botón izquierdo del ratón, arrastre y suelte.	Crear un área de integración.
Mueve el ratón.	Si está dentro del área de integración, selecciona el área y muestra el rectángulo verde.
Pulse "Delete" dentro del área seleccionada.	Borra el área de integración seleccionada.
Presione "Insert" dentro del área seleccionada.	Vuelve a asignar el "valor de calibración de pico" al área seleccionada y vuelve a ajustar otras áreas. Tenga en cuenta que el área de calibración se dibuja en verde en lugar de negro para otras áreas.
Muévase dentro del área de integración y arrastre con el botón izquierdo del ratón presionado.	Reajusta el tamaño del área de integración seleccionada. Si el área se vuelve muy pequeña, el rectángulo verde cambia de color a rojo y luego se eliminará cuando se suelte el botón izquierdo del ratón.
Cambiar " Peak calibration value " en la barra inferior.	Aplica un nuevo valor de pico de calibración y ajusta la escala de las áreas.
Presionando "Clear all" en la barra inferior.	Borra todas las áreas de integración.
Presionando "Show Integration" en la barra inferior.	Cierra el menú de integración y vuelve a la vista normal, mostrando las áreas de integración y una tabla de datos.
Presionando "Hide Integration" en la barra inferior."	Cierra el menú de integración y vuelve a la vista normal.



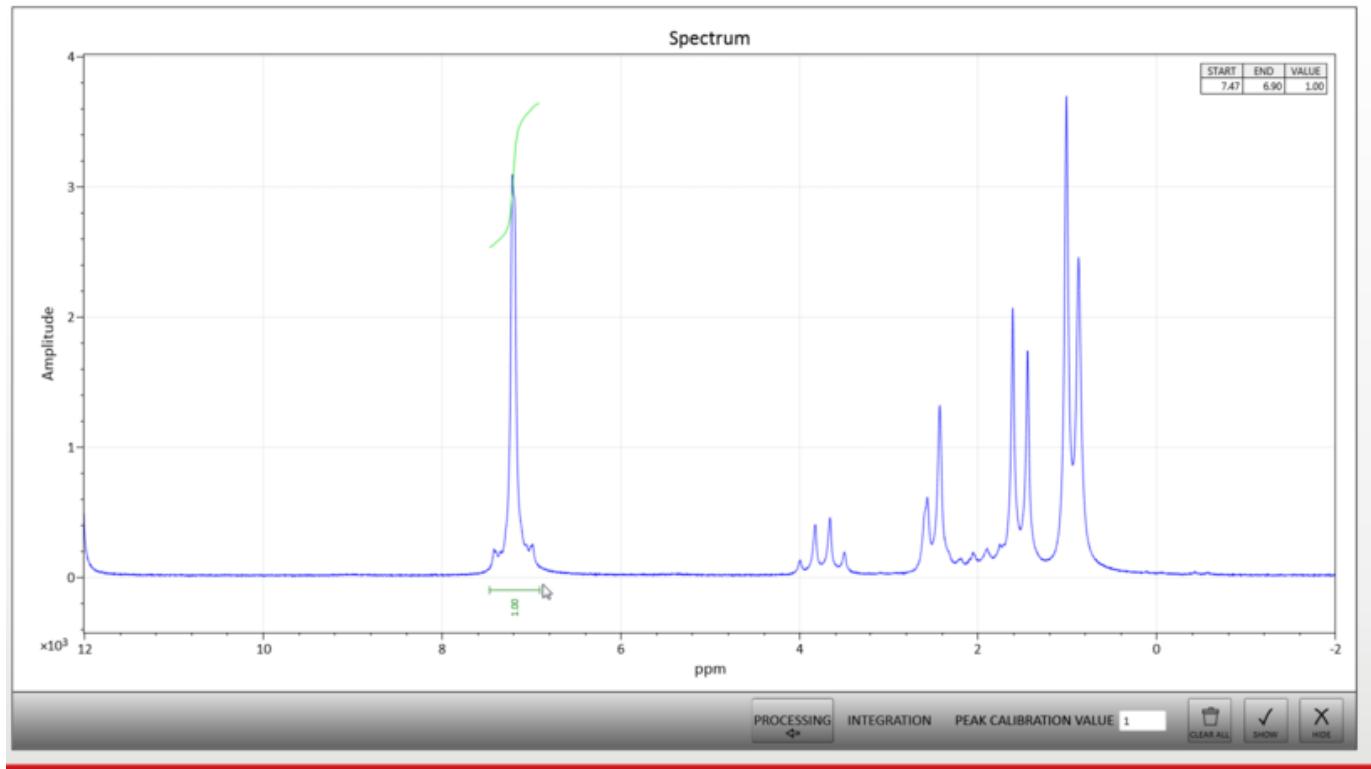
Creando área de integración



Mueva el ratón a la ubicación inicial y a continuación pulse el botón izquierdo del ratón.

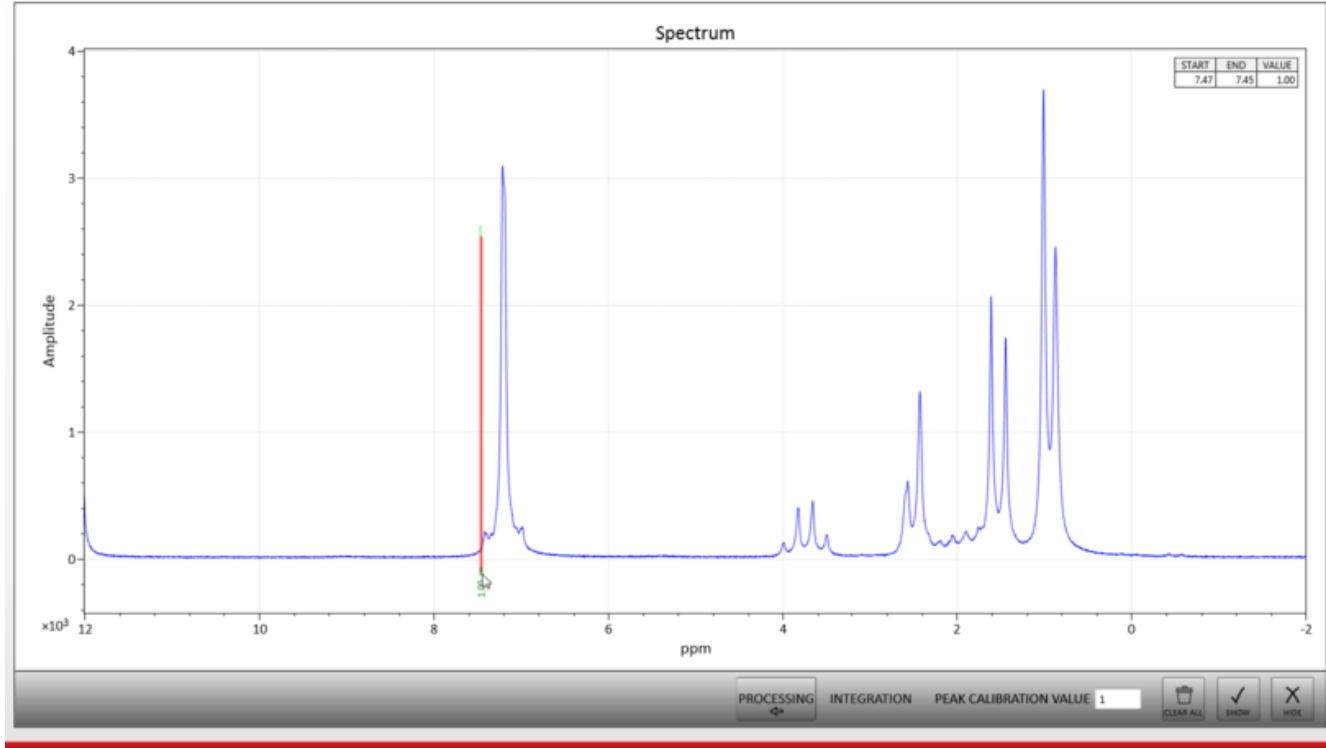


Arrastre con el botón izquierdo del ratón presionado.



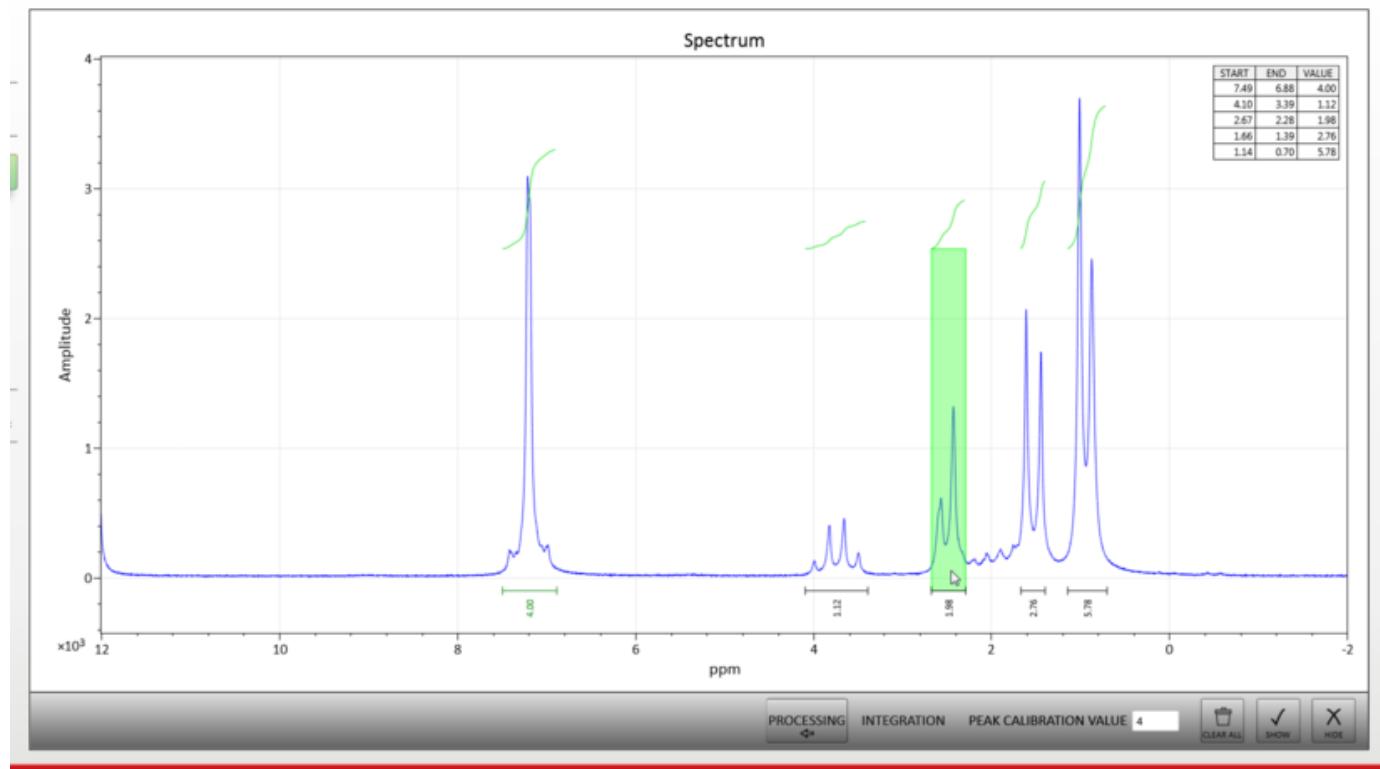
Suelte el botón izquierdo del ratón.

Elimine un área de integración haciéndola muy pequeña

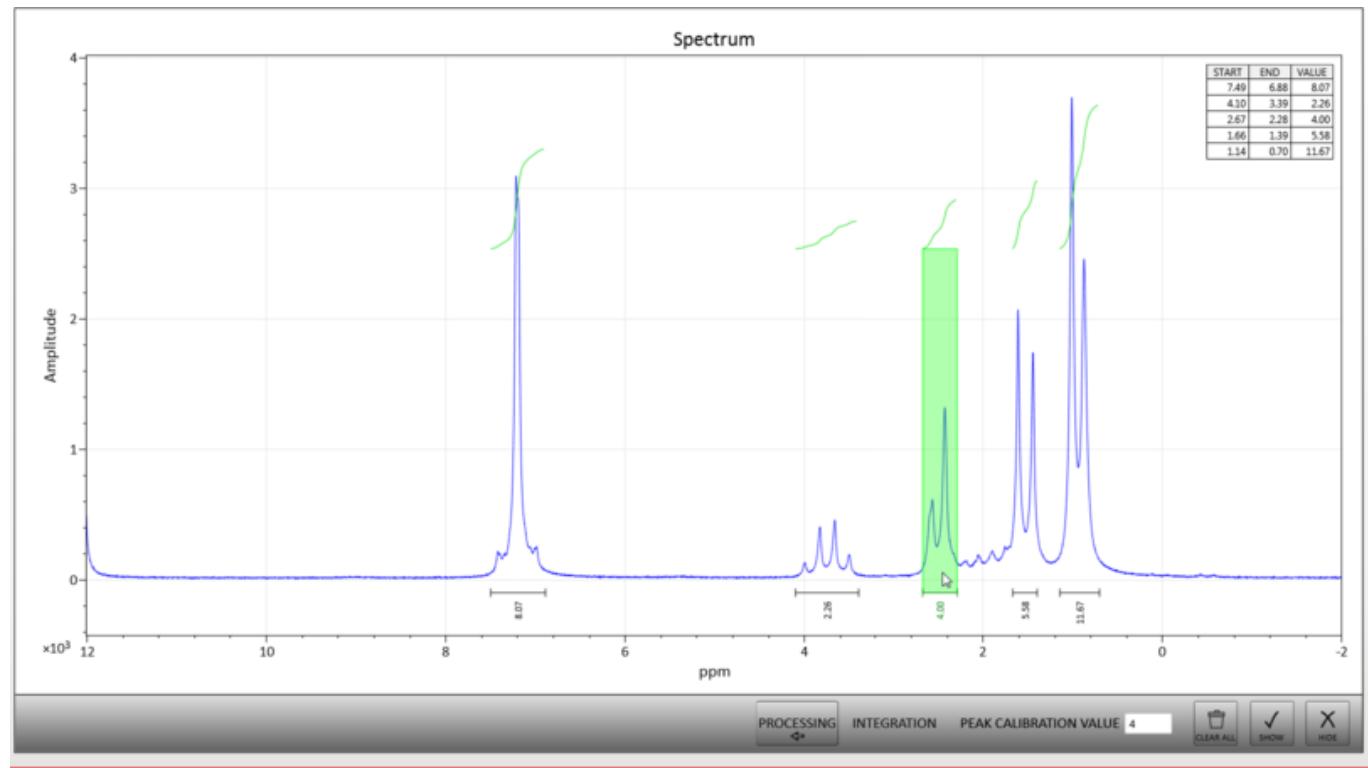


Mueva el ratón en un área de integración. Se mostrará un rectángulo verde para indicar que está seleccionado. Pulse el botón izquierdo del ratón y arrastre para que el rectángulo se haga muy pequeño. El rectángulo se vuelve rojo, para indicar que se borrará.

Reasignación del pico de calibración



Ingrese un nuevo valor en el "PEAK CALIBRATION VALUE" y mueva el mouse al área de integración que desea hacer la referencia.

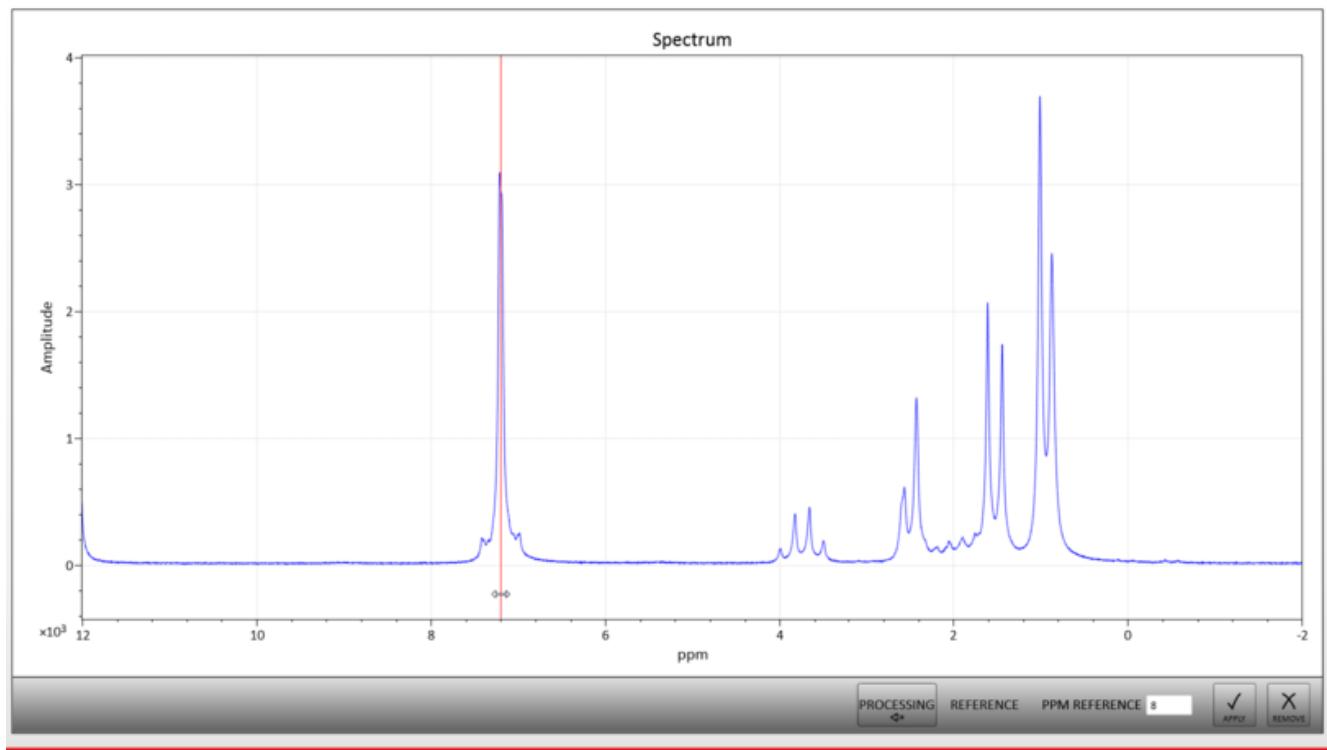


Reference

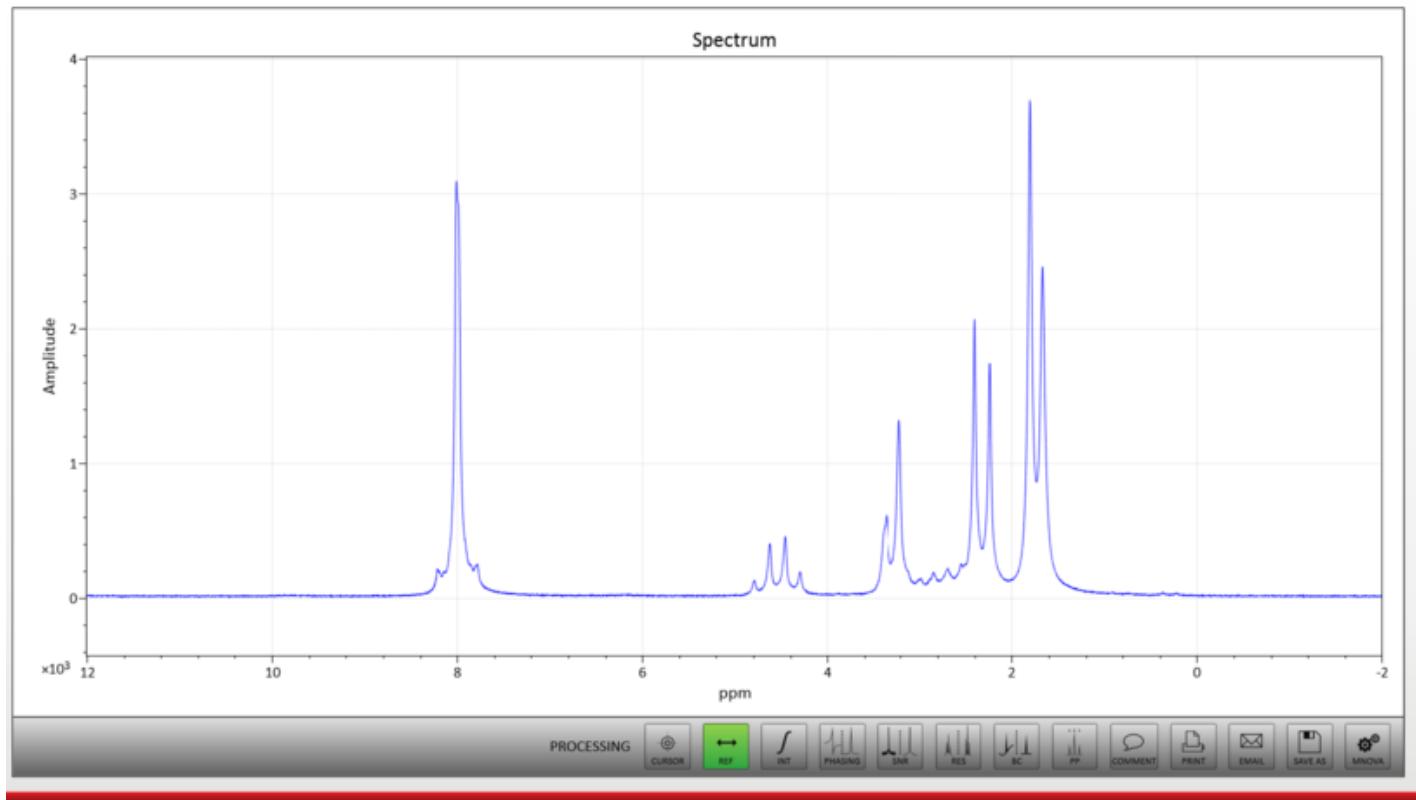
Este menú permite configurar la referencia de protones en ppm. La nueva referencia se aplicará a todos los experimentos. Cuando el sistema haga un Shimming nuevamente, aplicará correctamente el cambio de referencia especificado.

Ejecute el protocolo ^1H PROTON. Arrastre la línea roja hasta el pico de su interés. El software siempre asegura que la línea roja permanezca dentro de la gráfica, incluso cuando se hace una panorámica o se amplía el zoom. Escriba el valor ppm de referencia. Al hacer click en Apply Reference realinearán un pico a un determinado valor de ppm.

Remove Reference restablecerá el pico a 4,74 ppm.



Ajuste de la referencia ppm de protones.

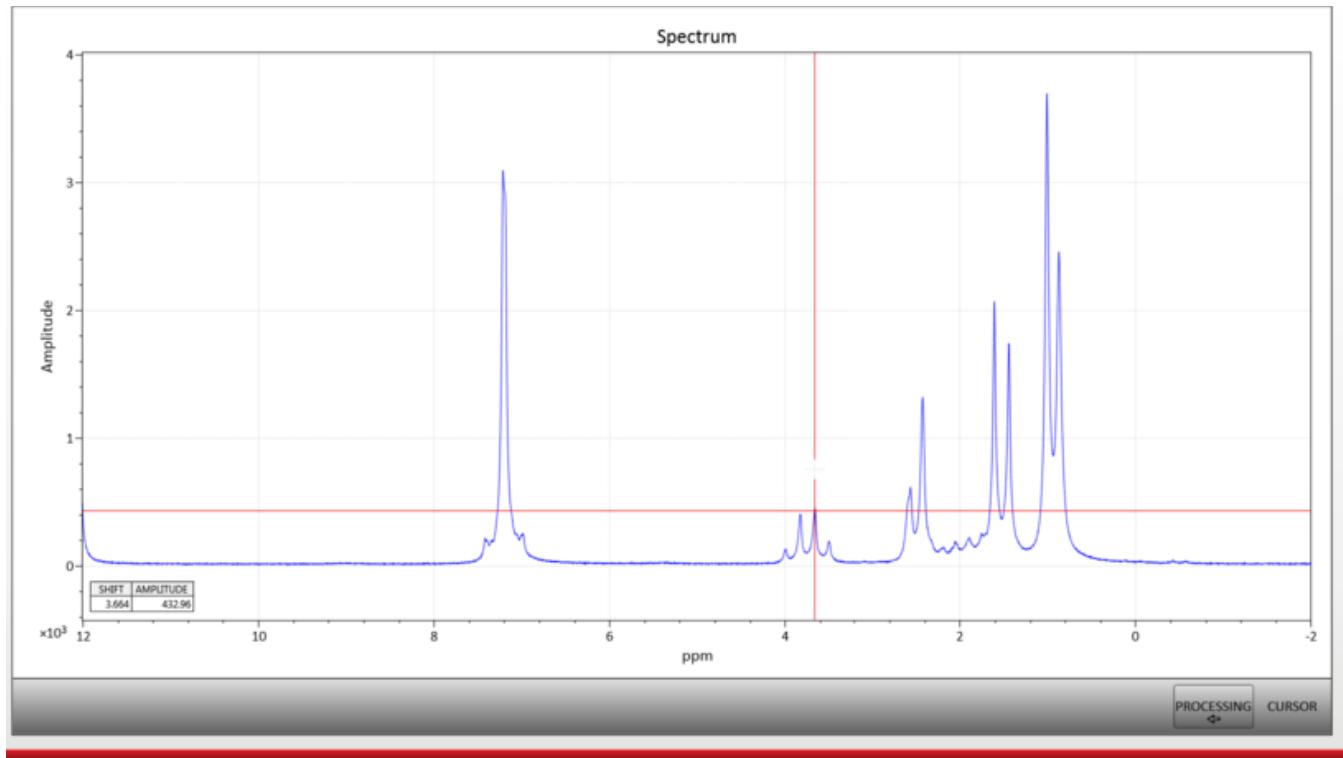


Una vez aplicada Reference

Cursor

Este menú permite usar el cursor para leer los valores del espectro.

Ejecute el protocolo ^1H PROTON. Arrastre la línea roja vertical hasta el pico de su interés. Observe los valores en el cuadro de detalles.



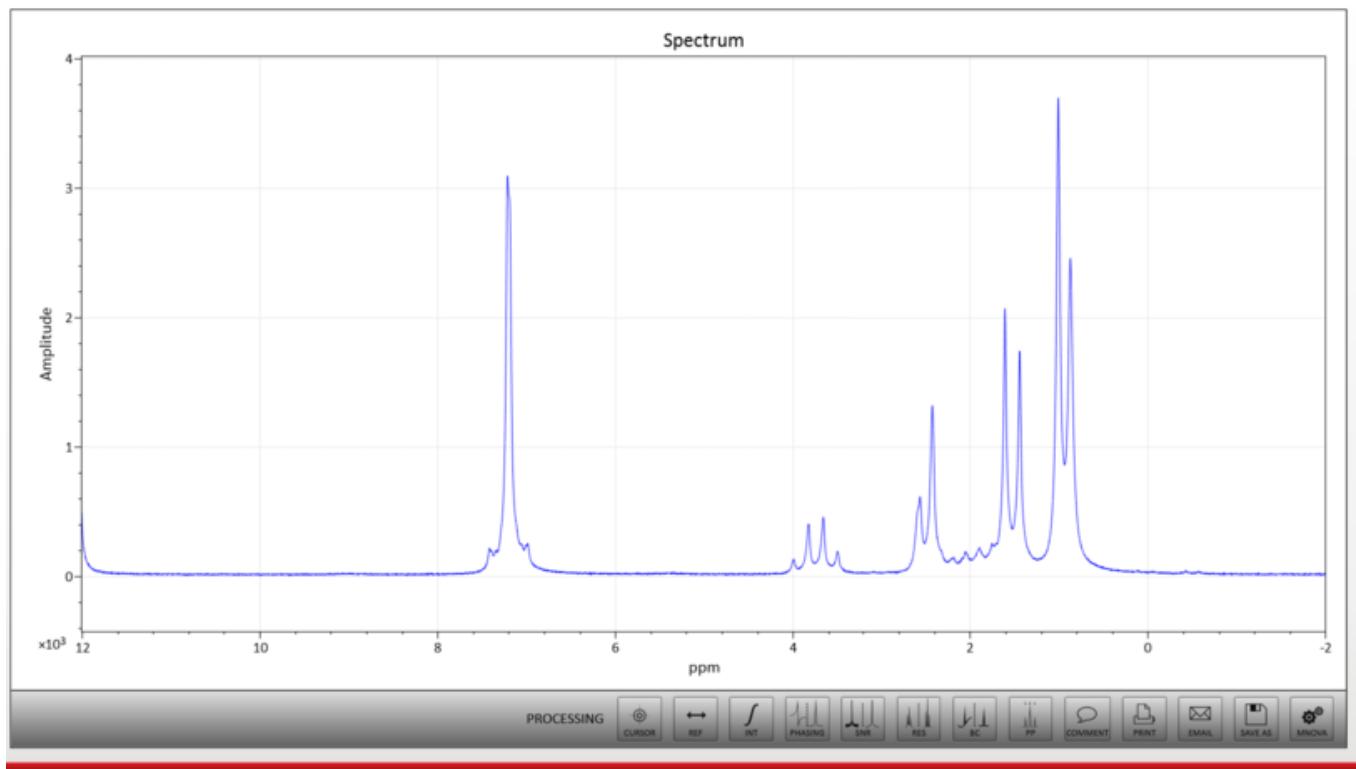
Usando el cursor.

SNR enhancement

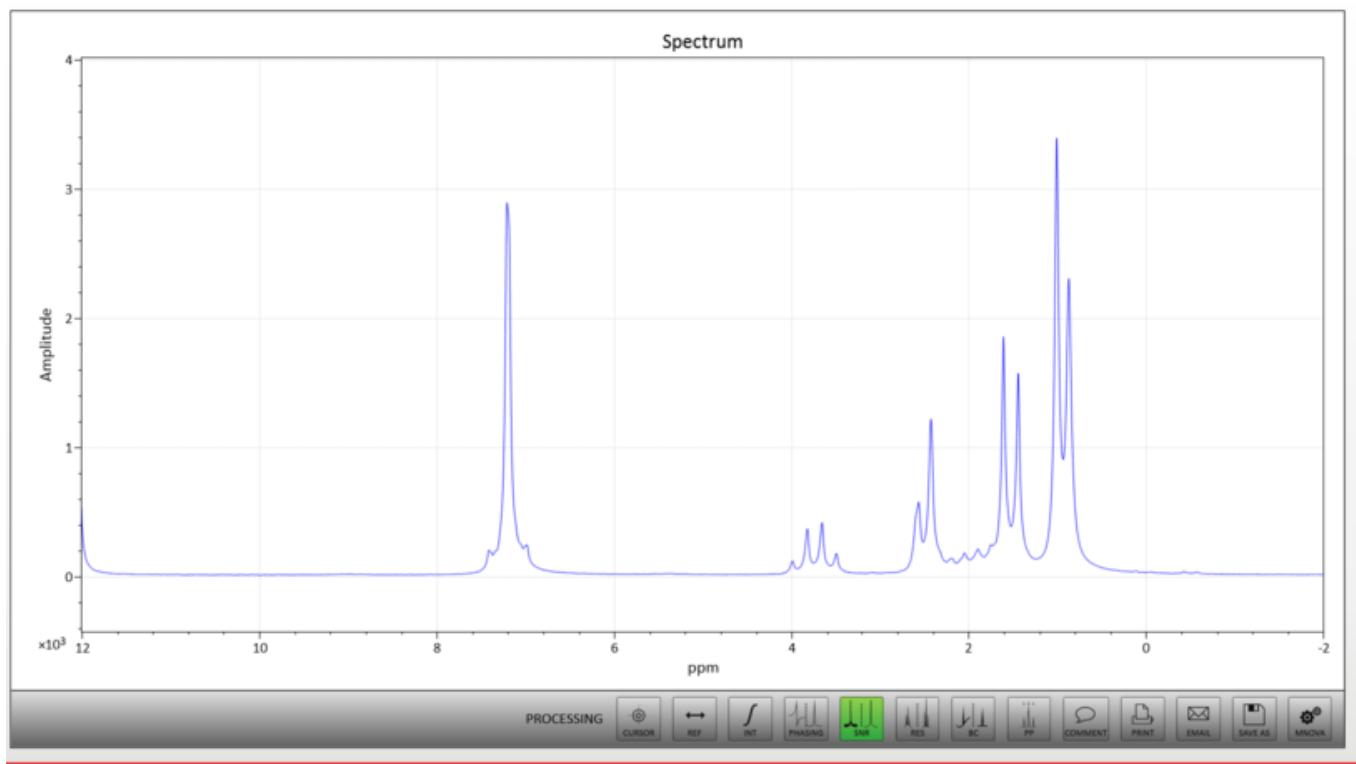
Esta opción reduce el ruido aplicando una línea Lorentziana que se amplía al espectro mostrado.

La ampliación de la línea es de 0,2 Hz para los protocolos Proton, con la excepción de Paramagnetic que utiliza 0,5 Hz. Para Fluor, la ampliación de la línea se establece en 0,5 Hz.

SNR enhancement alterna entre el filtro de ruido activo (botón verde) e inactivo (botón gris).



Datos sin SNR enhancement.

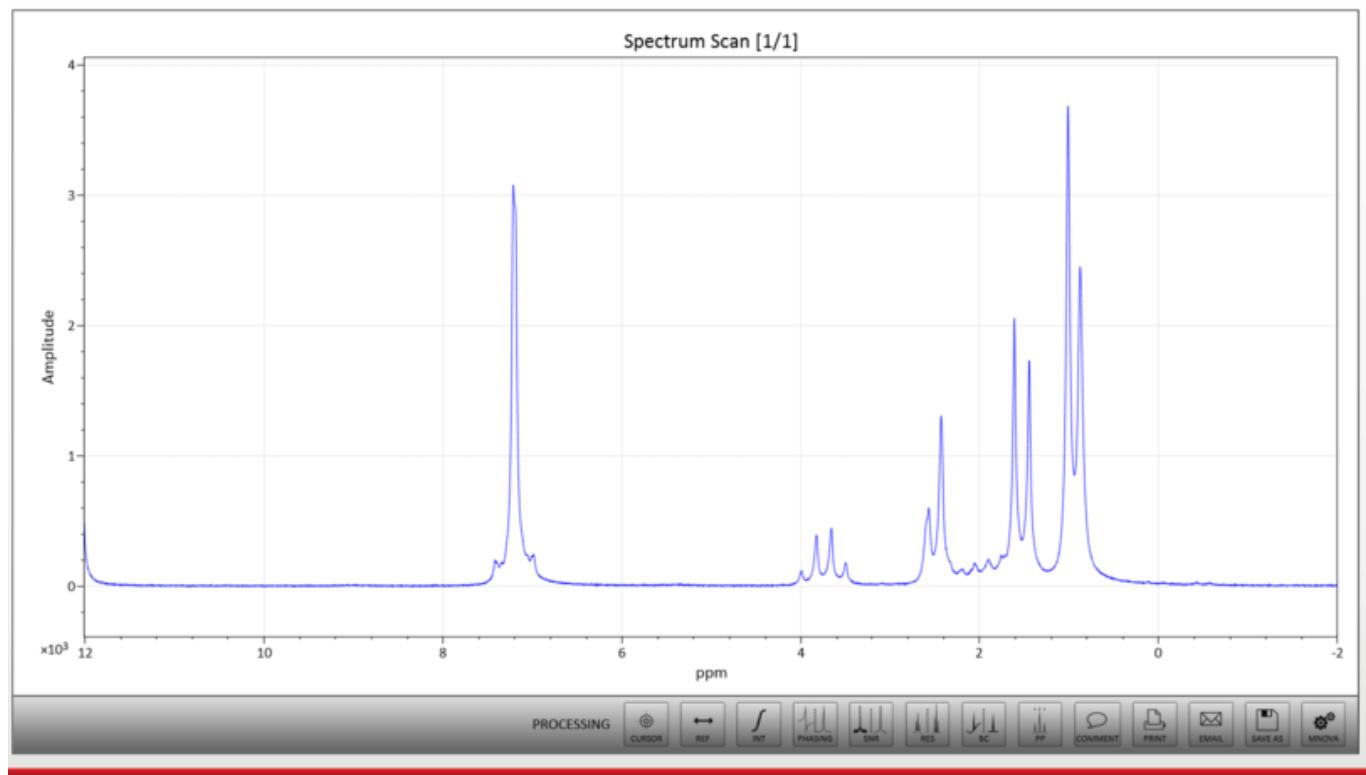


Datos con SNR enhancement activo. Tenga en cuenta la reducción de ruido

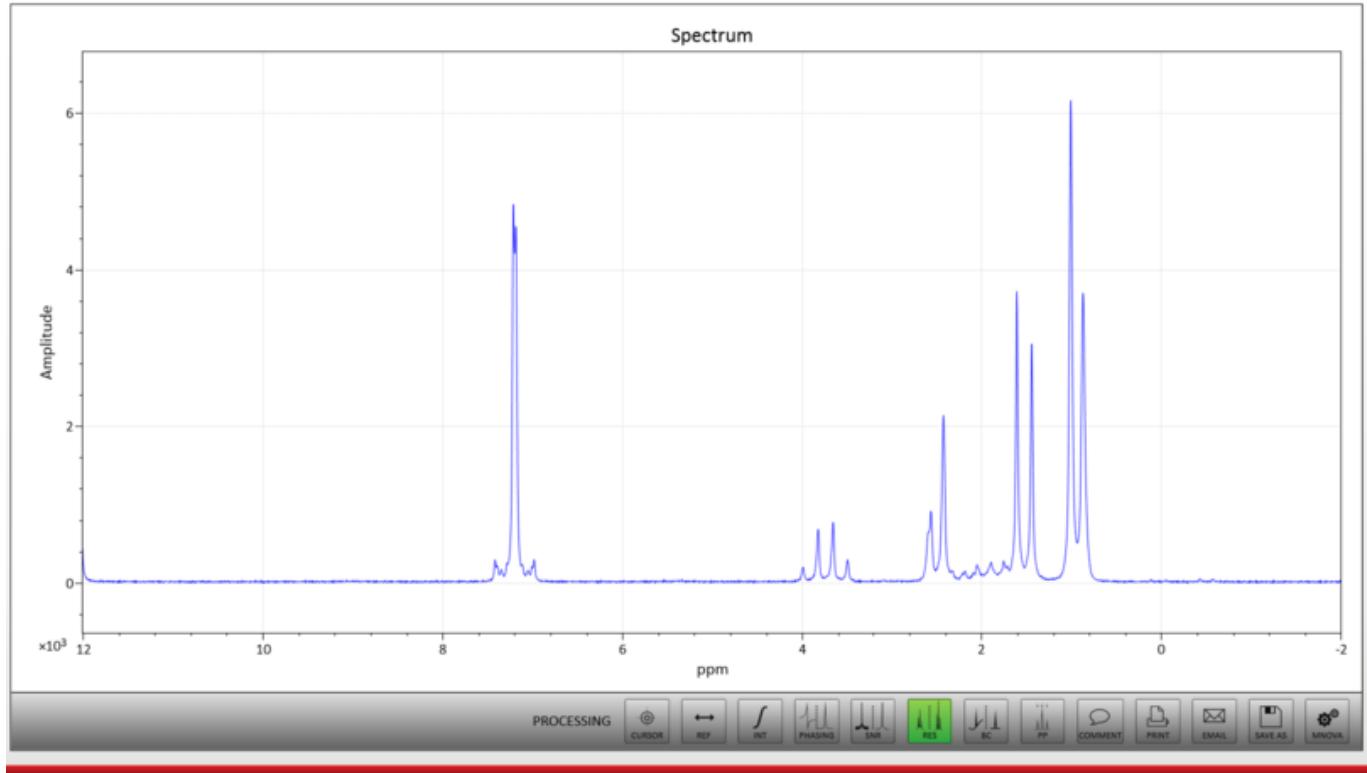
Resolution enhancement

Esta opción aplica un filtro de horizontal de línea al espectro actualmente mostrado.

Resolution enhancement alterna entre el filtro de estrechamiento de línea activo (botón verde) e inactivo (botón gris).



Datos sin RES enhancement.



Datos con RES enhancement activo.

Si resolution enhancement muestra los picos principales con picos pequeños en ellos apuntando hacia abajo, tendrá que ejecutar un Quickshim o Powershim y luego ejecutar su muestra con la mejora de la resolución de nuevo.

Manual phase

Utilice Manual Phase para aplicar una corrección de fase de primer orden manual al espectro.

Primero arrastre la línea roja hasta el pico de su interés. Si la línea roja no está en el rango de visualización, puede que tenga que alejar y arrastrar la línea más cerca del área que desea establecer como referencia antes de volver a acercar el zoom.

Los dos controles deslizantes del menú de procesamiento pueden utilizarse para realizar la corrección de fase manual.

- El primer deslizador (Phase0) establece la corrección de fase de orden cero (constante).
- Los segundos deslizadores (Phase1) establecen la corrección de fase de primer orden (lineal).

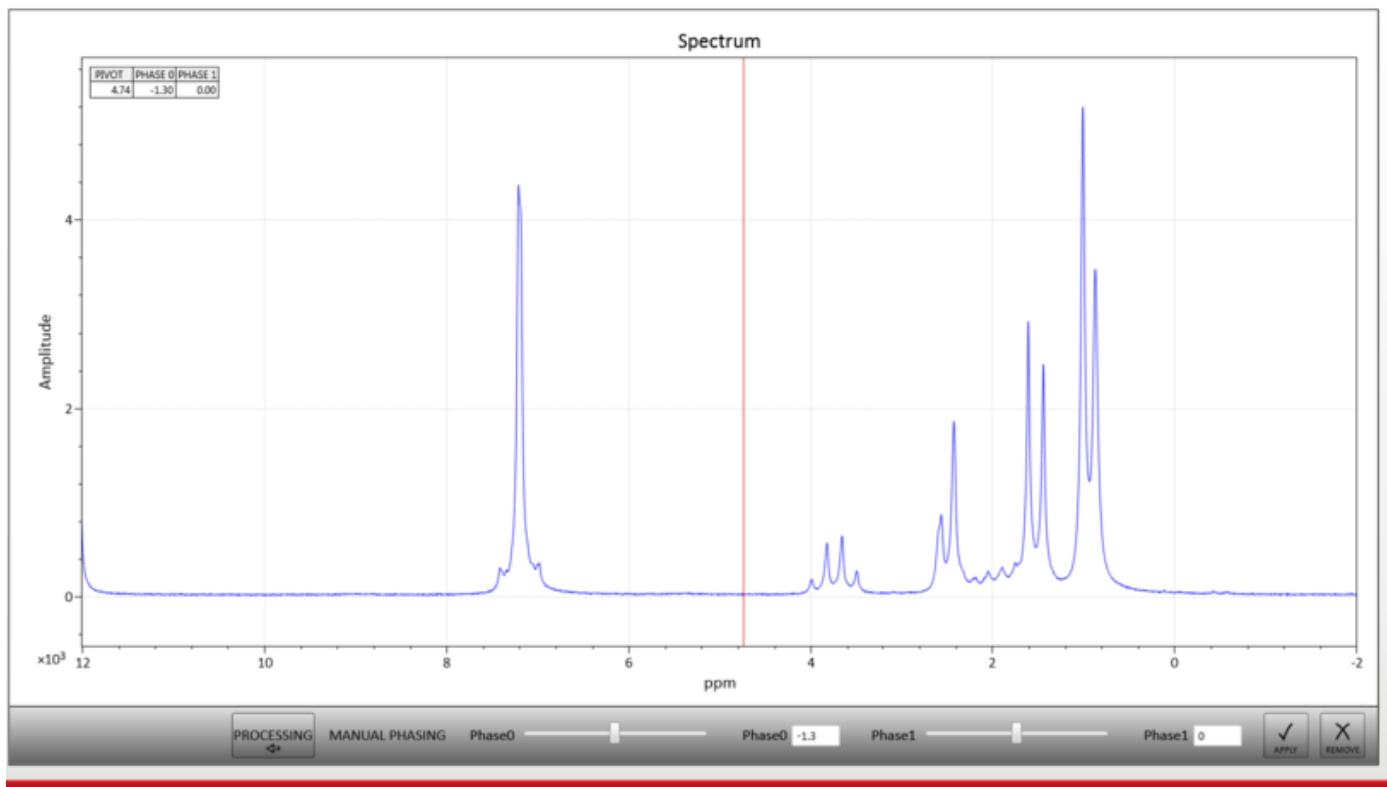
En la esquina superior derecha se muestran los valores para el punto de referencia, fase0 y fase1.

Al pulsar Apply se cierra el menú de fase manual y el botón de fase manual se pondrá en verde para indicar que se ha ajustado la fase manual.

Al pulsar Remove se cierra el menú de procesamiento y la fase manual ya no se aplicará.

Haga click en **Apply Manual** para volver a la pantalla principal con la corrección de fase manual activa.

Haga click en **Remove Manual** para cancelar la corrección de fase manual y volver a la pantalla principal.



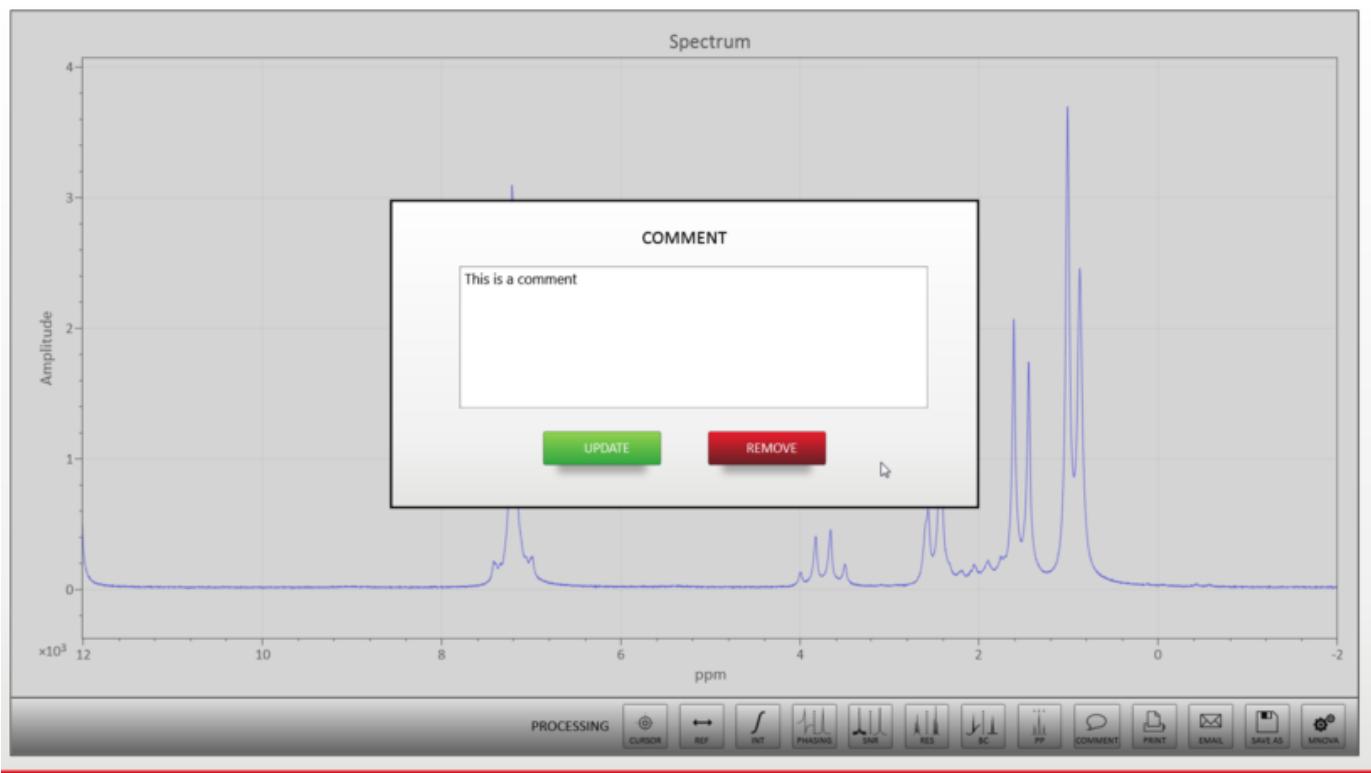
Datos con un Manual Phase.

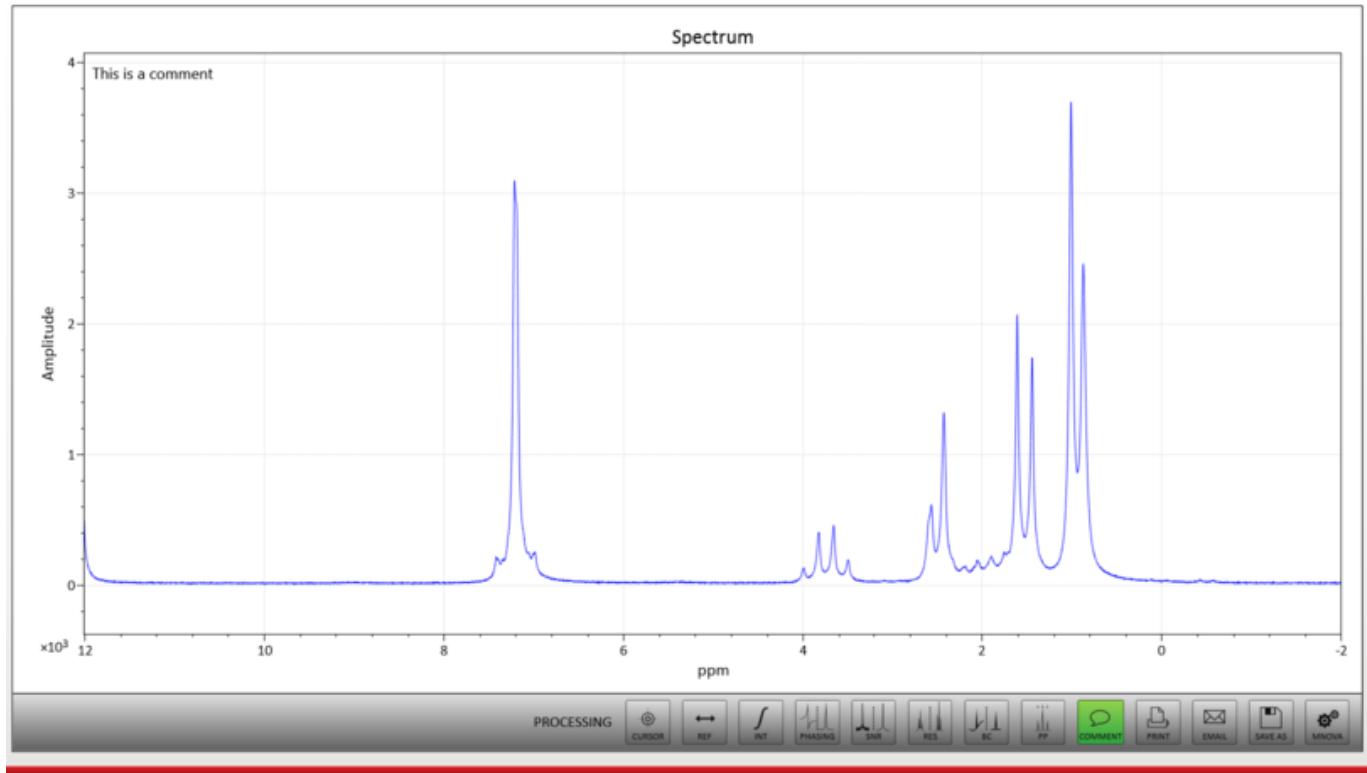
Comment

Esta opción abre el cuadro de diálogo Comment, donde puede agregar una línea de comentario al espectro.

After pressing the button, this comment displays in the top left corner of the graph window. The comment remains active for subsequent spectra until you click.

Después de presionar el botón **Update**, este comentario aparece en la esquina superior izquierda de la ventana del gráfico. El comentario permanece activo para los espectros posteriores hasta que haga clic en **Remove**.





Comentario aplicado al cuadro del gráfico

Print

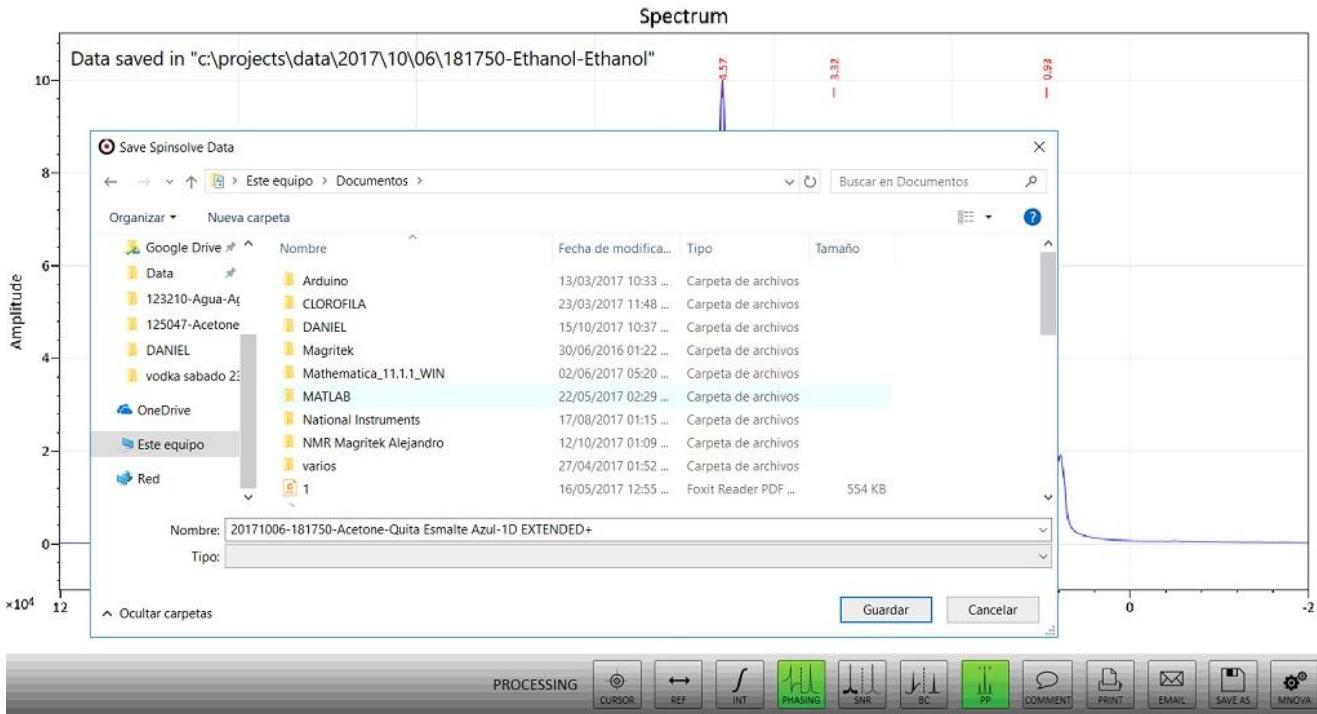
Print envía el gráfico a la impresora predeterminada de su equipo.

Save As

Utilice esta opción para guardar sus datos en una carpeta.

Al presionar el botón de procesamiento " Save As ", aparece un explorador de archivos "Save Spinsolve Data ". El explorador de archivos guarda una carpeta con todos los datos en ella. El usuario puede cambiar el nombre del archivo y navegar fácilmente a una ubicación donde se van a guardar los datos. Esto puede ser útil para guardar datos en un dispositivo de almacenamiento extraíble.

Tenga en cuenta que los datos siempre se guardan automáticamente en una carpeta especificada por la plantilla de datos en Preferences.



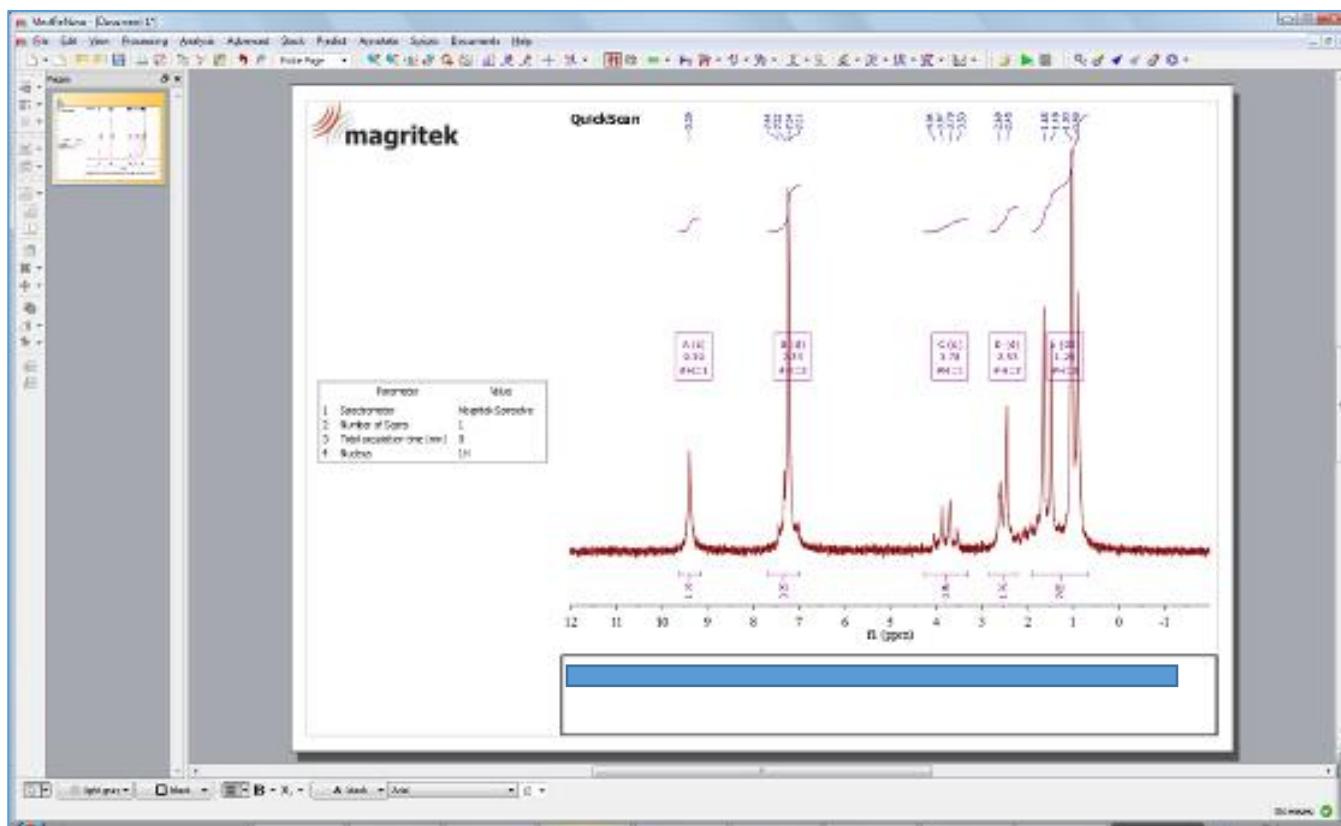
Guardando los datos del Spinsolve

MNOVA

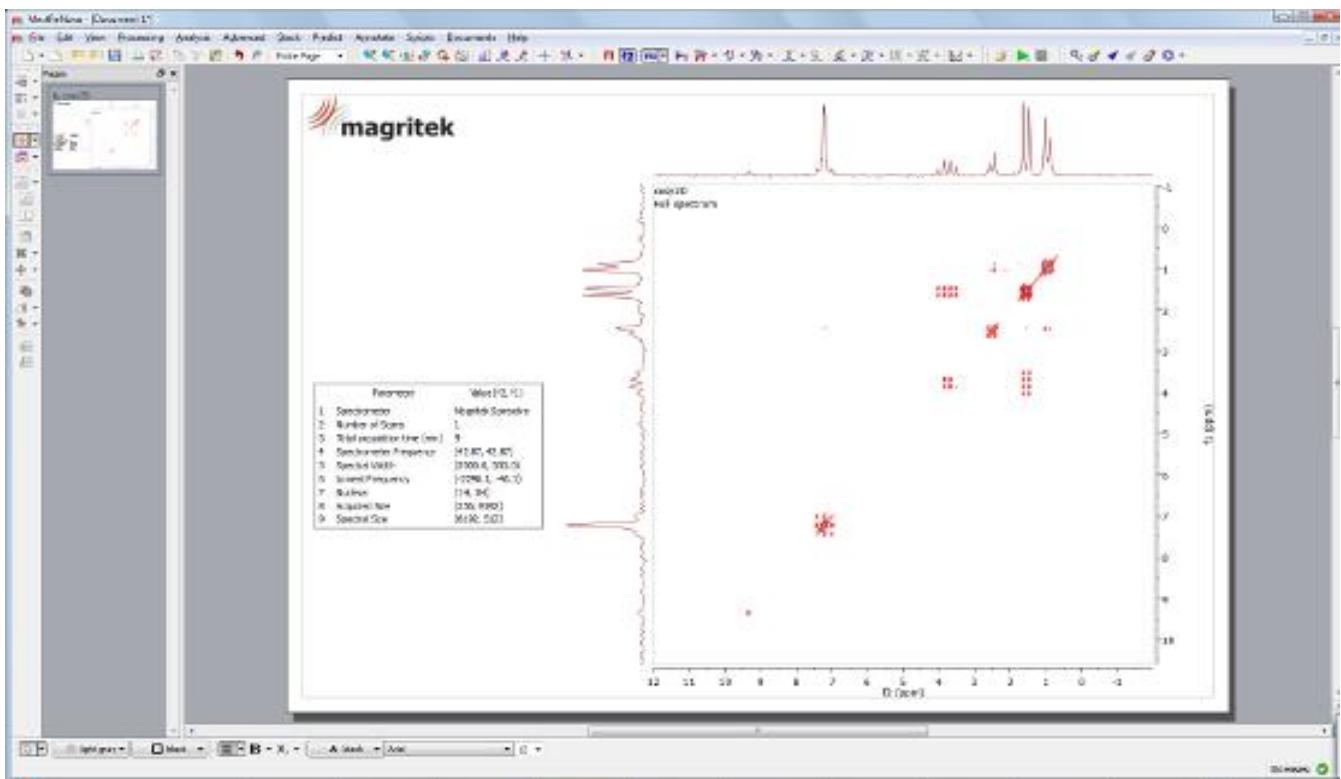
MNOVA abre el espectro actualmente mostrado en MNOVA (software de análisis de RMN) para su posterior procesamiento.

El tipo de procesamiento disponible y la vista de los datos dependen del tipo de protocolo que se esté ejecutando.

Es posible crear un procesamiento de MNOVA personalizado utilizando sus propias secuencias de comandos.



Espectro típico 1D.



Espectro 2D usual, analizado en MNova.

Especificaciones

Especificaciones del espectrómetro

Especificaciones técnicas principales

Especificación	Valor
Voltaje de entrada	100-250 V
Frecuencia	50/60 Hz
Potencia	300 Wmax (~100 W andando)
Fusibles (2)	4 A / 250 V HRC

Amplificador RF interno

Especificación	Valor
Potencia máxima de salida	~1 W 42 MHz

NMR magneto

Especificación	Valor
Ancho de línea a 50% de altura del pico	<0,7 Hz (para calibración estándar 10% v / v de H ₂ O / D ₂ O)
Ancho de línea a 0,55% de la altura del pico	<20 Hz (para calibración estándar de 10% v / v de H ₂ O / D ₂ O)
Campo	1 Tesla
Frecuencia de Larmor del Protón	43 MHz

Especificaciones de la sonda

Canal

Especificación	Valor
pulso de 90 grados	7 microsegundos
Relación señal-ruido	10.000 para 10% de muestra de agua

A continuación se muestran prácticas realizadas con el equipo Spinsolve con productos de uso común en el hogar.



Composición química de productos domésticos. Vodka y Vinagre

Objetivos

En este experimento, se usará la espectroscopia $^1\text{H-NMR}$ para determinar los compuestos orgánicos que se encuentran presentes en productos comunes para el hogar, como lo es el vinagre, y algunos licores, más específicamente vodka.

Descripción

Debido a que el equipo de resonancia ocupa un solvente de referencia para cada análisis, se le asignará a ambos productos un solvente de referencia, el más común de ocupar es agua. Se depositó aproximadamente 0,5 ml de cada líquido a un tubo de RMN de 5 mm.

Antes de cada adquisición de datos es preferible ejecutar el protocolo shim, de preferencia powershim (consultar manual de usuario).

Después se adquirió el espectro $^1\text{H-NMR}$ de cada una de las muestras por medio de un protocolo PROTON+ ajustando los siguientes valores:

Solvent: Water

Scans: 8192

Acquisition time: 1.6 s

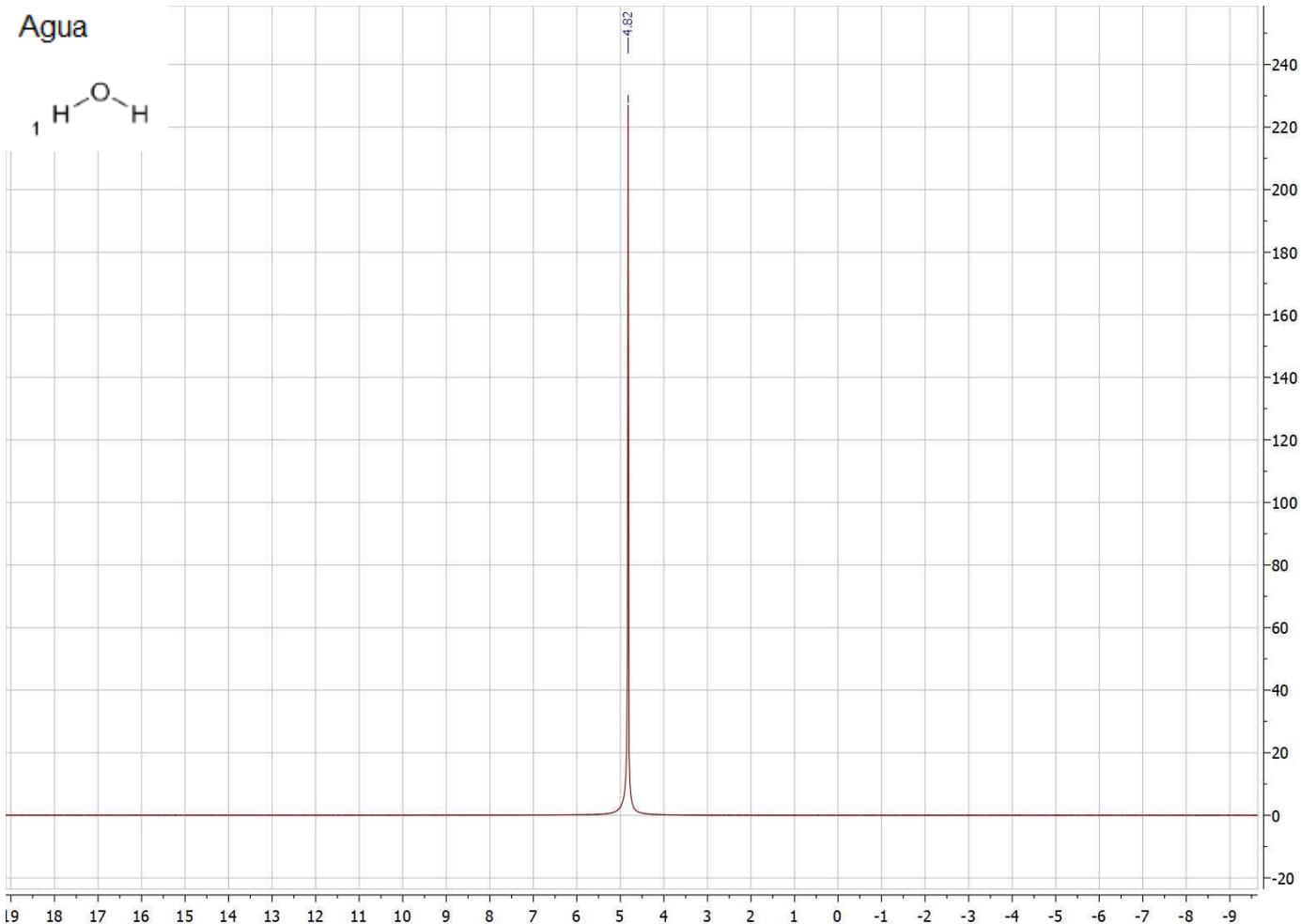
Repetition time: 4 s

Pulse angle: 90

Se registra la información obtenida del espectro NMR y con el software MestReNova se analizan los datos en una tabla.

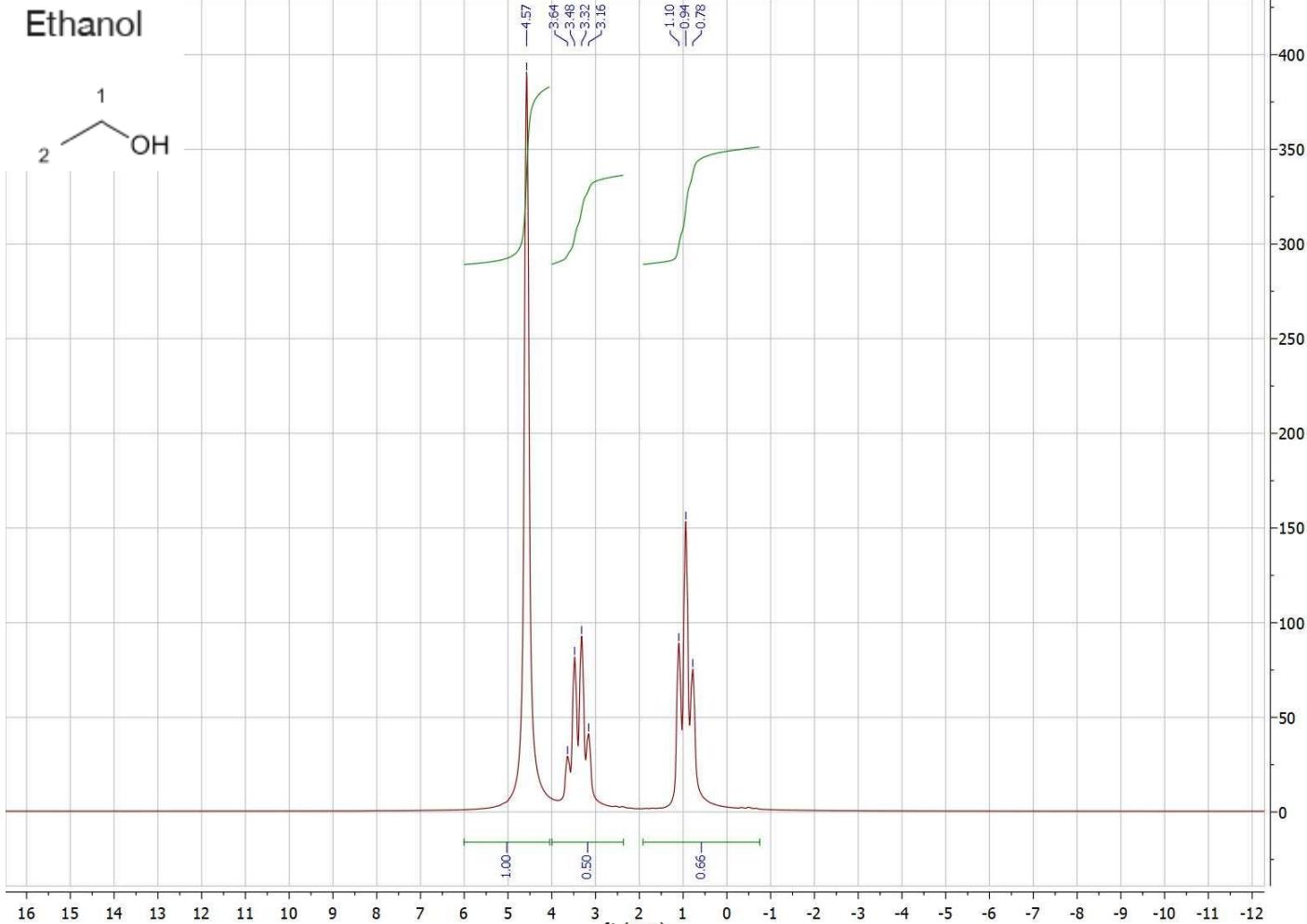
Ejemplos de solventes

Aqua



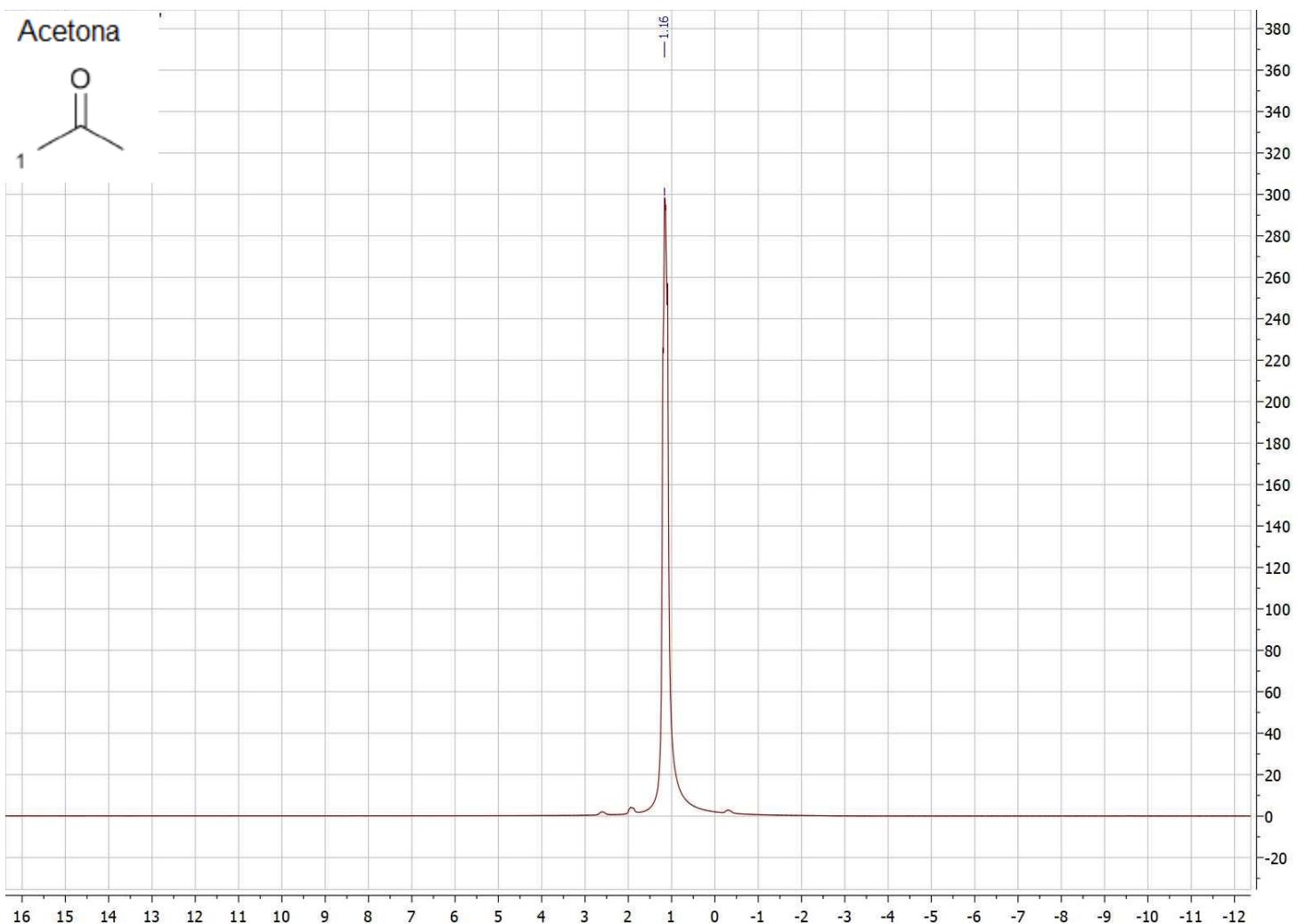
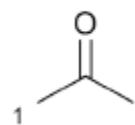
Desplazamiento químico(ppm)	Integración	Multiplicidad	Referencia
4.82	-----	Singulete	1

Ethanol



Desplazamiento químico(ppm)	Integración	Multiplicidad	Referencia
4.57	1	Singulete	OH
3.4	0.5	Cuatriplete	1
0.94	0.66	Triplete	2

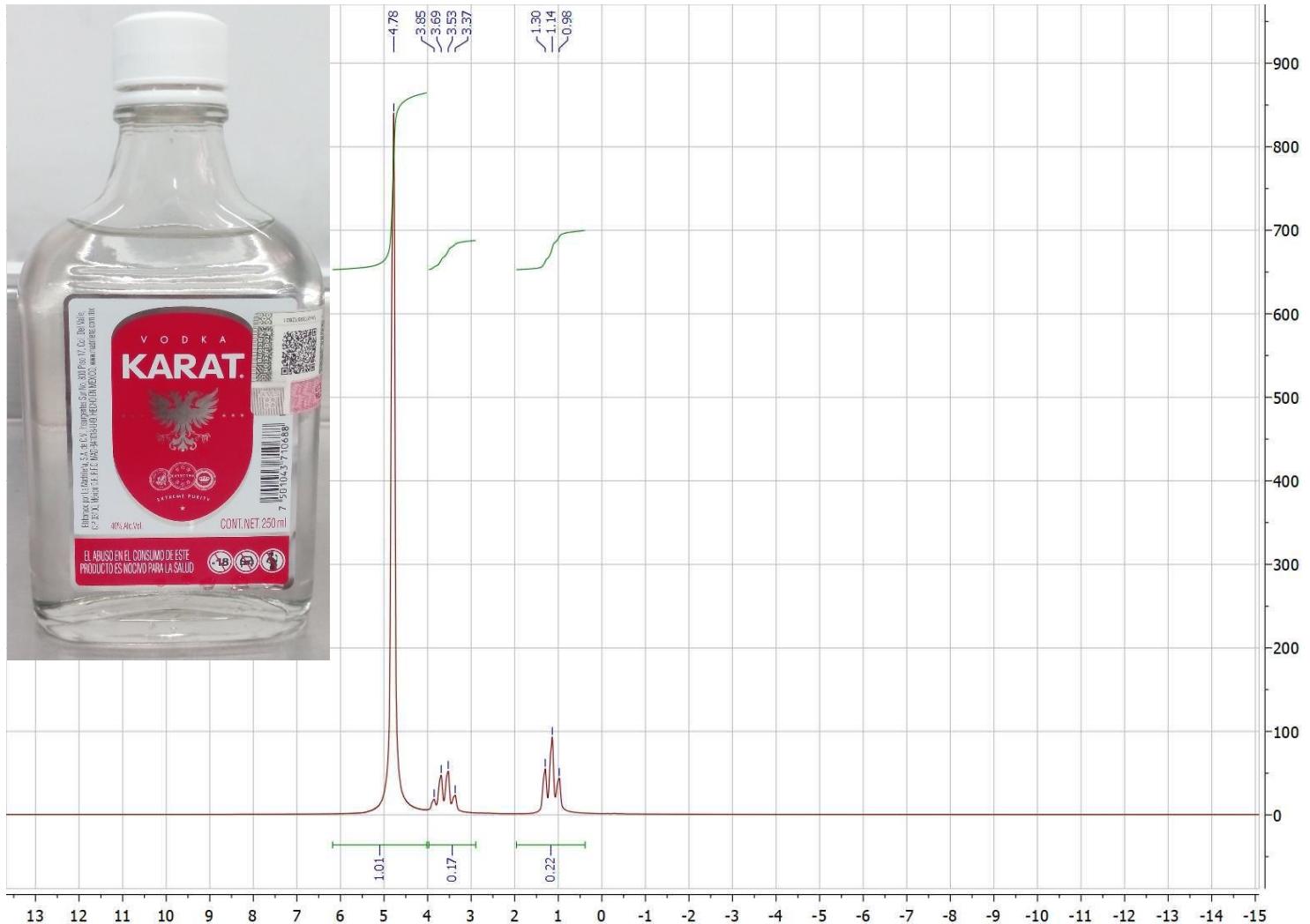
Acetona



Desplazamiento químico(ppm)	Integración	Multiplicidad	Referencia
1.16	-----	Singulete	1

Productos cotidianos del hogar

Licor, Vodka



Composición:

Integrales			Referencia	Integral (1 proton)	Masa (g)	Volumen (mL)	% Composición (v/v)
1.01	0.17	0.22	Total	-	-	Total = 250	100
0.01	0.17	0.22	Ethanol	1	88.02	110.30	44.12
1	0	0	Agua	0.56	118.53	118.53	47.42

El espectro de vodka parece ser idéntico al del etanol, incluso el pico máximo en la integración parece ser 1 aunque no se debe descartar también la presencia de agua.

Vinagre blanco



Composición:

Integrales		Referencia	Integral (1 proton)	Masa (g)	Volumen (mL)	% Composición (v/v)
1		Total	-	-	Total = 1000	100
0.006		Ácido acético	0.006	41.85	39.85	4.0
0.993		Agua	0.996	966.36	920.35	92.04

El espectro de vinagre contiene dos picos. El pico grande en 4.86 ppm corresponde al agua y el pico restante es un singulete. Hay dos disolventes de referencia que tienen un singulete como el mostrado en este espectro: acetona y ácido acético. Se esperaría que el pico de acetona aparezca, alrededor de 1.16 ppm. El pico en el disolvente de referencia del ácido acético es 2.1 ppm, el cambio químico variará con la concentración y el pH. No se espera el mismo comportamiento para la acetona, por lo que el vinagre contiene agua y ácido acético.

