

Acoustic Ringing

Palabras clave: Artefactos en RMN, Predicción lineal. RMN de órgano metálicos

En la adquisición del FID es posible que se produzcan “accidentes”, que afecten a los primeros puntos. Las consecuencias se manifiestan en el espectro en forma de graves distorsiones de fase y de la línea de base e incluso pueden originar la pérdida de señales anchas (si el tiempo de relajación es muy corto).

Las causas pueden ser muy variadas; saturación del receptor, problemas en los filtros, distorsiones creadas por los pulsos o los gradientes de campo. El denominado **Acoustic Ringing** es uno de estos “accidentes” y se ocasiona por la interacción de los pulsos con los materiales de la sonda. Los pulsos pueden generar vibraciones en los materiales de la sonda, que a su vez ocasionan señales de RF que son detectadas por las bobinas (Cita-1). El resultado es la aparición de una señal muy intensa en los primeros puntos del FID, Figura-1(a). La zona afectada por esta interferencia puede oscilar desde unas decenas a más de un centenar de puntos. El fenómeno es más importante, en el caso de campos magnéticos elevados y frecuencias de observación bajas (Cita-2), agravándose cuando las ventanas espectrales utilizadas son muy amplias. El **Acoustic Ringing** es muy frecuente en núcleos cuadrupolares como el O(17), S(33) pero también se da en núcleos con spin 1/2, como el Pt (195) y la Ag (109)

Hay tres vías para solventar el problema del Acoustic Ringing.

- Modificar el delay previo a la adquisición, esta alternativa no suele ser valida ya que implica la perdida de bastantes puntos y afectaría irremediamente a las señales anchas.
- Utilización de secuencias especiales, como RIDE, ACOUSTIC, ARING.
- Reconstrucción de los puntos afectados mediante la Predicción Lineal hacia atrás

En esta nota de aplicación, nos centraremos en la opción de la **Predicción Lineal (PL)** para mejorar algunos espectros adquiridos en los equipos de la Unidad en los que se presentaba este problema. La Figura-1(a) muestra el FID y el correspondiente espectro de Pt(195), adquirido en el espectrómetro Bruker-250. En el FID se aprecia con claridad el artefacto, con una zona afectación de aproximadamente unos 70 puntos. El resultado es la presencia de unas grandes ondulaciones en la línea de base del espectro. Por otra parte, una de las señales es difícil de visualizar y no es de descartar la pérdida de información. Con el **MNova** se ha efectuado la predicción lineal hacia atrás para la reconstrucción de los puntos afectados (70). En el último apartado de esta nota se indican los pasos necesarios. El resultado se muestra en la Figura-1 (b), donde las ondulaciones de la línea de base están totalmente corregidas y se ve con claridad la señal a -1648 ppm, que en el espectro inicial podía confundirse con el ruido de fondo. La aplicación de la PL no implica una modificación significativa de la relación SN en el espectro

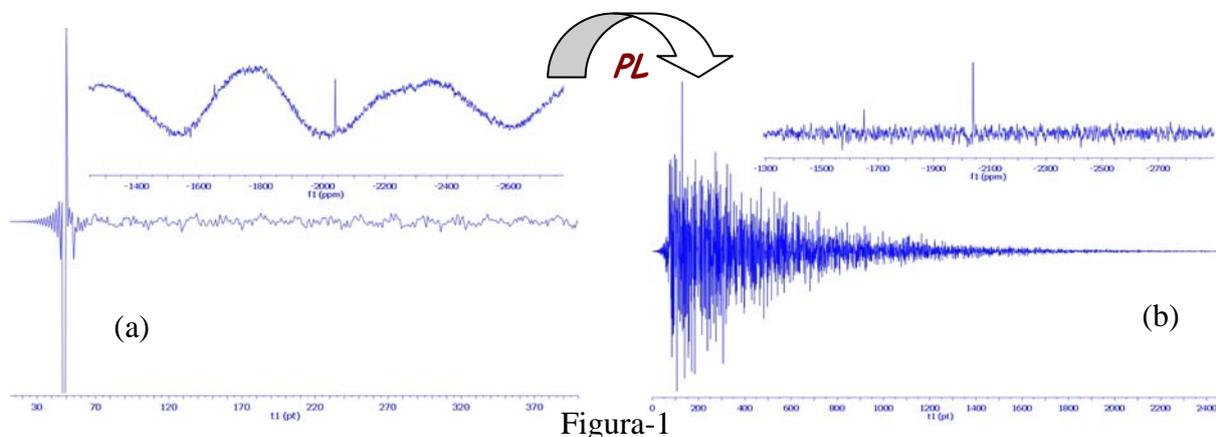


Figura-1

Este problema también se presenta en la observación de Ag(109), tal como se muestra Figura-2 (a). En este caso, la afectación por el **Acoustic Ringing** es más importante (120 puntos), ya que no sólo impide el ajuste de fase en el espectro inicial, sino que hace que la señal casi no sea visible. Esta mayor afectación está de acuerdo con que la interferencia se acentúa a frecuencias bajas. La aplicación de la predicción lineal hacia atrás permite recuperar una cierta normalidad, tal como se puede apreciar en la Figura-2 (b), en la que se muestra tanto el FID después de la reconstrucción, como el resultado de su transformada de Fourier (con la aplicación de una gaussiana con un coef de 3). Después de esta operación, se ve la señal de Ag(109) con claridad.

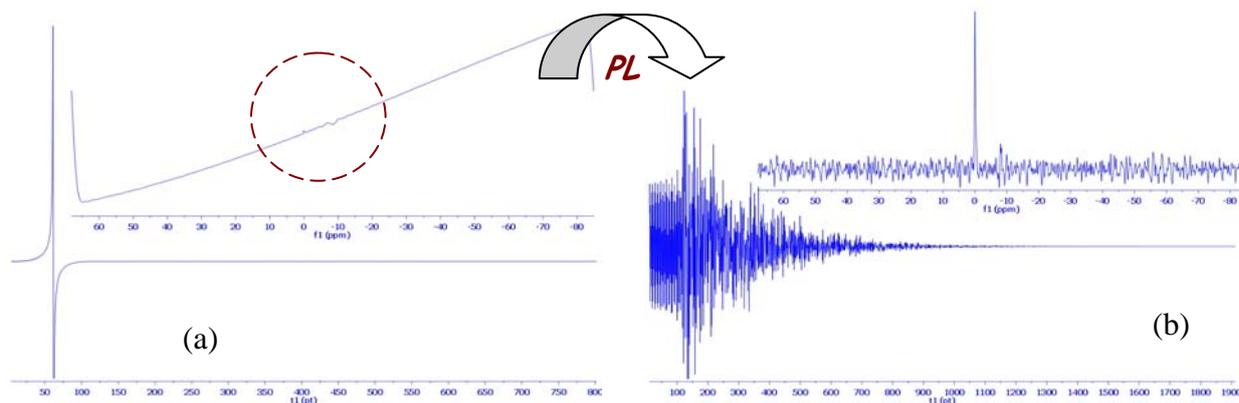


Figura-2

Al aplicar la PL hacia atrás debe tenerse en cuenta que las señales anchas sólo podrán recuperarse cuando los puntos utilizados para reconstruir el FID todavía contengan información de las mismas. Así, en situaciones como las del ejemplo anterior en el que se han tenido que reconstruir más de 100 puntos, es posible que la información de señales anchas se pierda. No obstante, en el caso de la observación de Ag este problema no debería presentarse, ya que los tiempos de relajación son grandes.

Al realizar un experimento en el que aparezca el **Acoustic Ringing** debe tenerse en cuenta su presencia en el momento de ajustar la ganancia del detector. Un ajuste automático puede tener en cuenta sólo el artefacto, con lo que el gain será inadecuado para la muestra (que posiblemente estará muy diluida). El ajuste incorrecto de la ganancia del receptor del espectrómetro, puede ocasionar una pérdida de sensibilidad (ver la nota de aplicación “Efectos del gain en los espectros de RMN”).

COMO HACER LA PL

La predicción lineal es un proceso en el que utilizando la información de los puntos adquiridos del FID, es posible calcular nuevos puntos del mismo, ya sea para prolongarlo o bien para reconstruir la parte inicial afectada por algún accidente. Todos los programas de procesado de espectros disponen de esta utilidad, pero en el caso del **MNova** su utilización es muy asequible. La metódica es la siguiente:

En la opción del menú de procesado debe activarse el ítem correspondiente a *Rellenado de ceros y PL ...*. Con ello se abre un menú que permite escoger los parámetros, en este caso debe seleccionarse la opción de PL hacia atrás y simplemente fijar el número de puntos a corregir, activando la opción aceptar para aplicar la PL.



En la línea del menú principal se puede seleccionar distintas opciones de visualización del resultado: FID (inicial), FID (después de aplicar la operación) y el espectro transformado. De este modo es fácil el ajuste de las condiciones hasta conseguir el resultado deseado.



TEMAS RELACIONADOS.

Para más información puede consultar las siguientes notas de aplicación

[Predicción lineal en los exp de 2D \(en elaboración\)](#)

[Efectos del Gain en los exp de RMN \(en elaboración\)](#)

Bibliografía

1. Timothy D W Claridge : High Resolution NMR Techniques in Organic Chemistry Ed-2009 pag 126
2. Eiichi Fukushima, Stephen B.W. Roeder; Experimental Pulse NMR: A Nuts and Bolts Approach (Addison-Wesley 1981)