

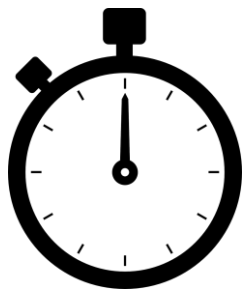
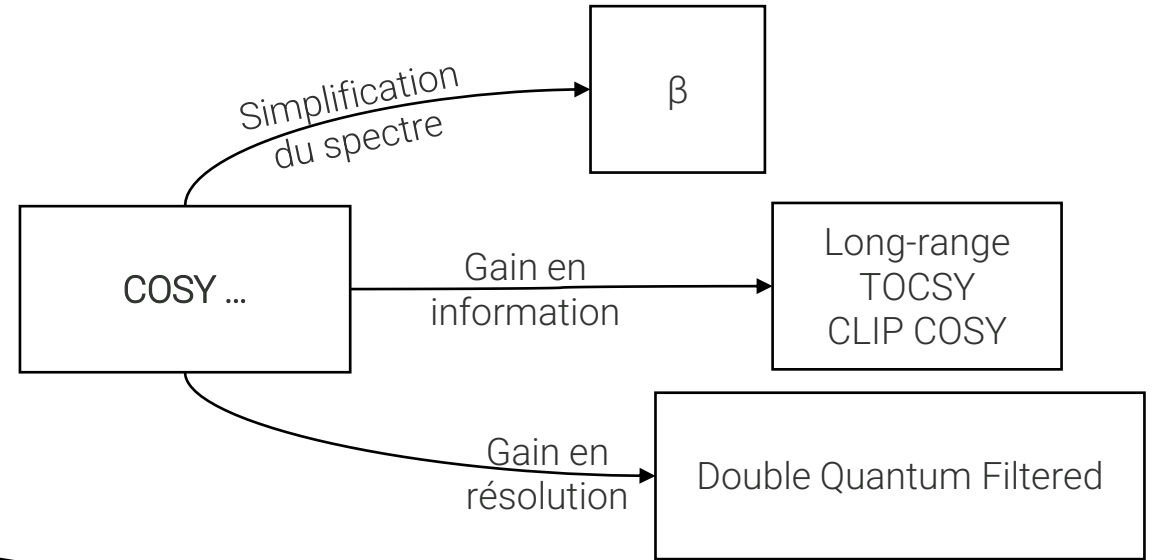
JOURNÉE DES UTILISATEURS RMN BRUKER

La RMN en pratique : réduire significativement le temps d'acquisition d'un spectre COSY

Fabien DELIGEY

Paramétrer une expérience COSY requiert :

Un choix judicieux de jeu de paramètres



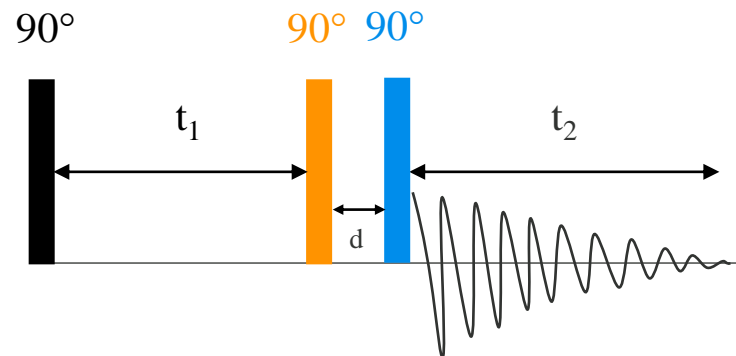
$$t_{\text{expérience}} = NS \times d_1 \times TD_{\text{indirect}}$$

Sensibilité

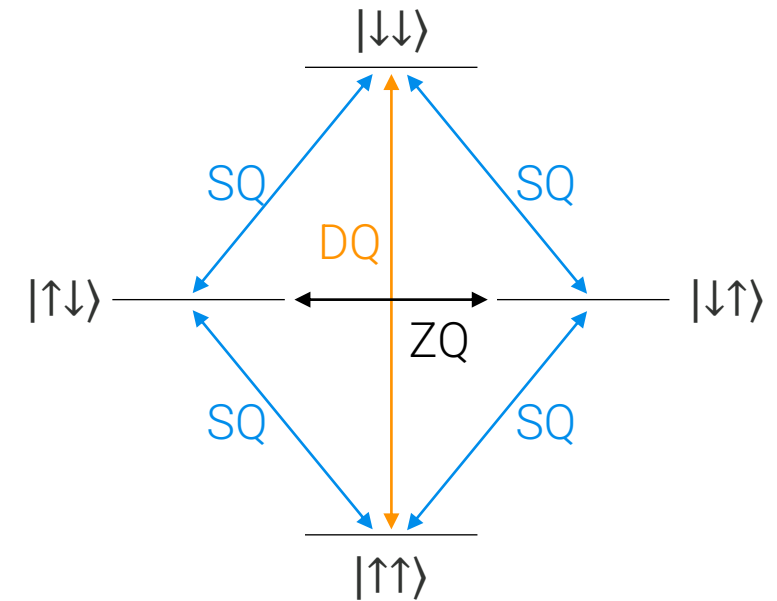
Une bonne gestion du temps expérimental

Résolution

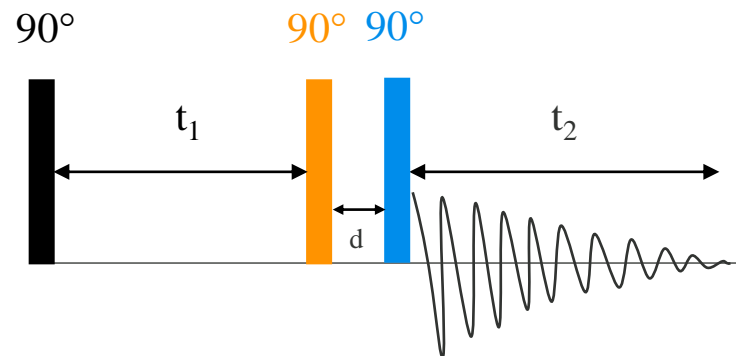
Une expérience COSY avec filtre double quanta



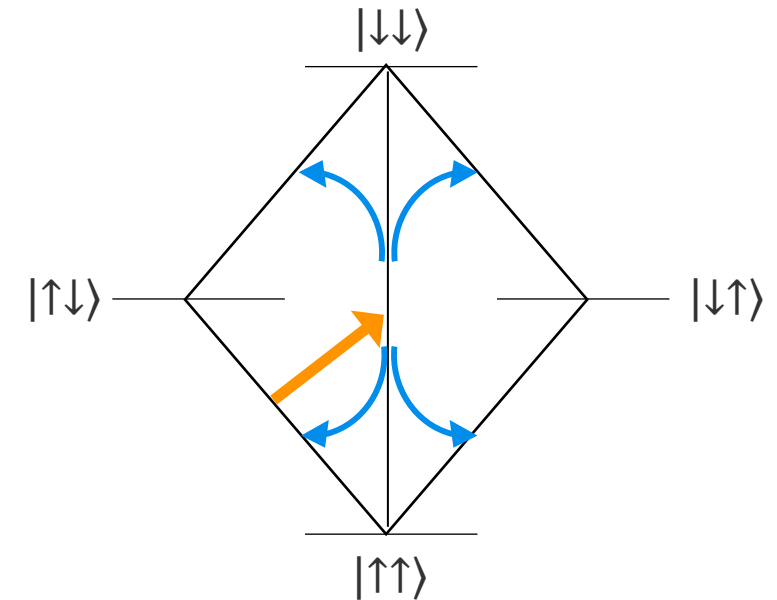
- Suppression des pics diagonaux de type singulet
 - Facilité d'interprétation du spectre accrue
 - Absence de bruit t1 intense
- Absence de perte d'information par rapport à une COSY basique.
- Les pics diagonaux et de corrélations peuvent tous être phasés
 - Amélioration de la qualité du spectre
- Sensibilité deux fois moindre que son homologue sans filtre.



Une expérience COSY avec filtre double quanta

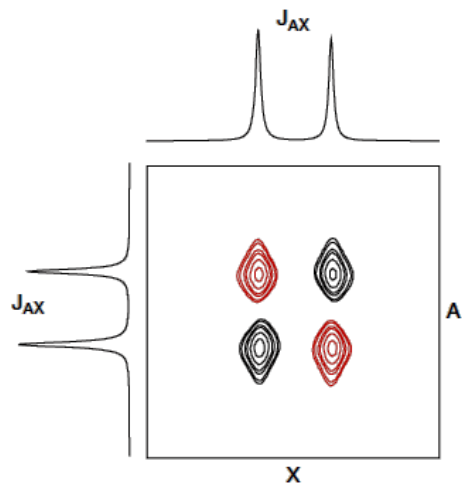


- Suppression des pics diagonaux de type singulet
 - Facilité d'interprétation du spectre accrue
 - Absence de bruit t1 intense
- Absence de perte d'information par rapport à une COSY basique.
- Les pics diagonaux et de corrélations peuvent tous être phasés
 - Amélioration de la qualité du spectre
- Sensibilité deux fois moindre que son homologue sans filtre.

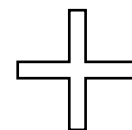


En mode PH : analyse des multiplets

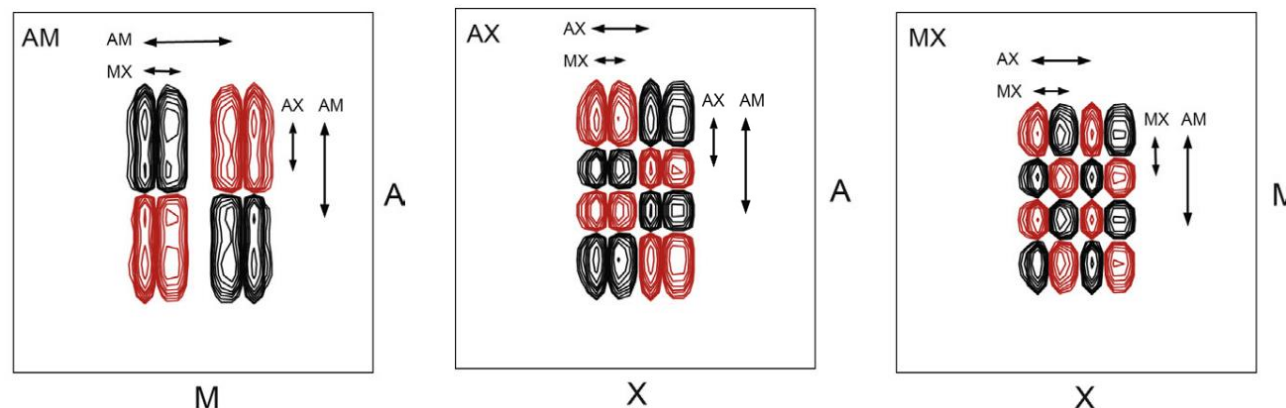
Couplage A-X actif



- Un couplage actif produit une tache de corrélation avec un profil composé d'un doublet en anti-phase dans chaque dimension.

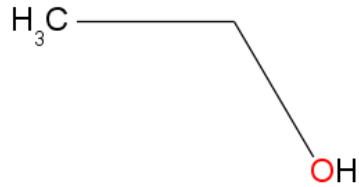


Couplage passif



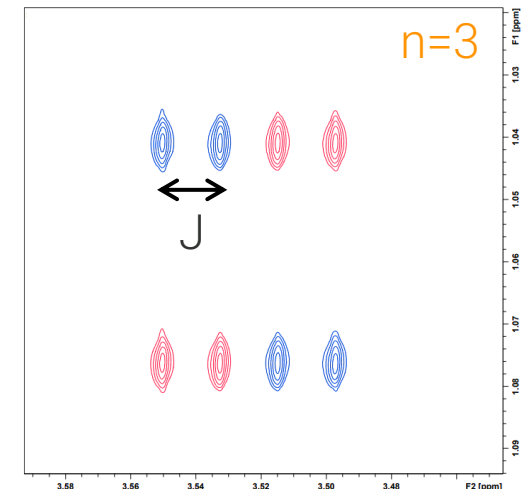
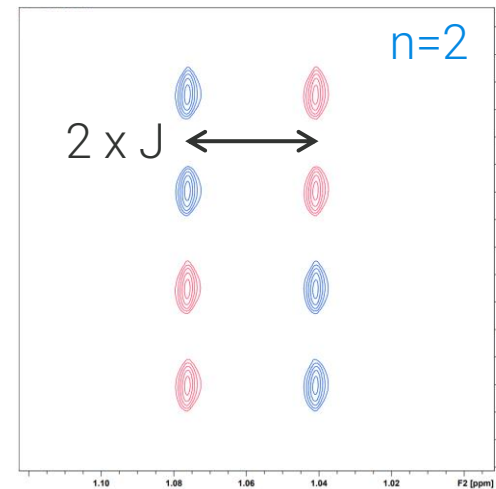
- Tout autre couplage J à cette paire de spin est passif. Il produit des multiplets en phase.
- Par conséquent, le profil généré par le couplage actif est répliqué.

Exemple : éthanol



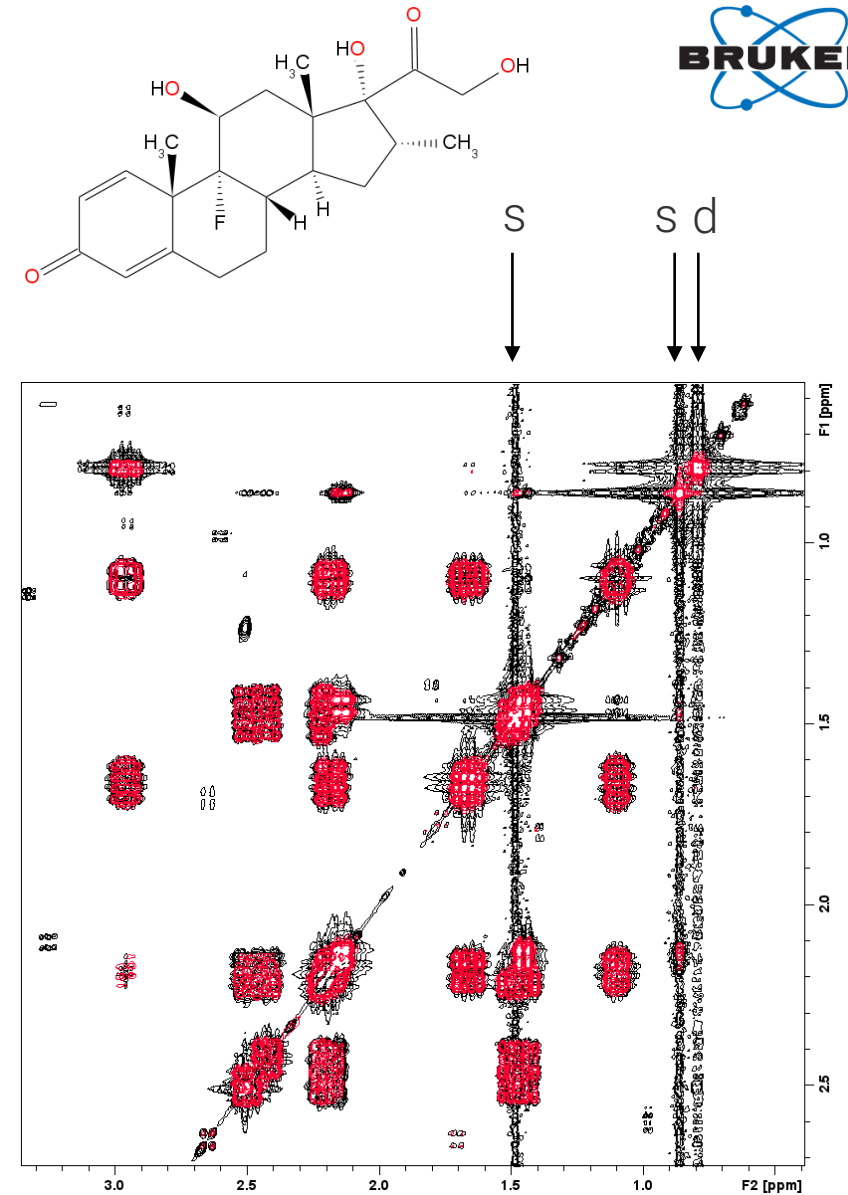
n	0	1	2	3	4	5	6
0							
1							
2							
3							
4		1	2	0	-2	-1	
5	1	3	2	-2	-3	-1	
6	1	4	5	0	-5	-4	-1

- Tout comme pour l'analyse des multiplets sur un spectre 1D, il faut tracer l'arbre des corrélations.
- Cependant, l'intensité des pics suivra un anti-triangle de Pascal.



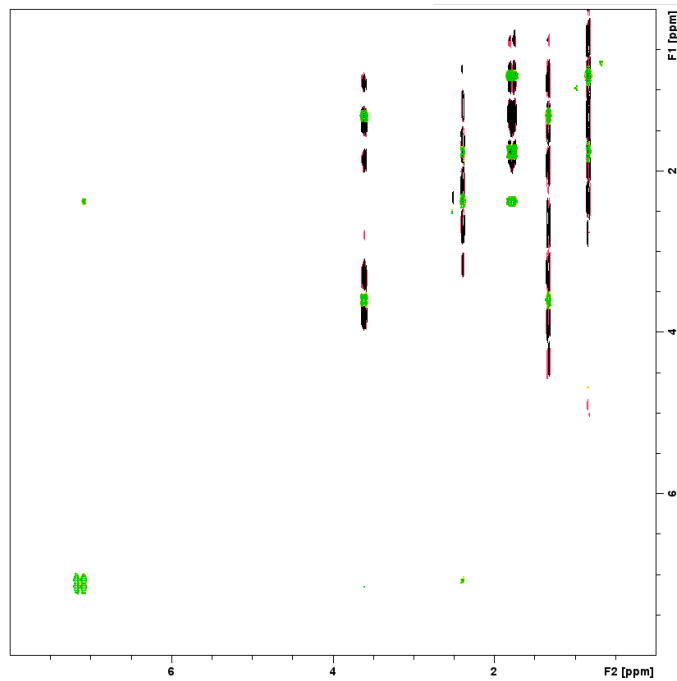
En mode QF

- La conversion SQ / DQ est réalisée grâce aux gradients.
- Cette séquence permet une **flexibilité du nombre de scans**.
- Modifier leur ratio d'intensité permet une **conversion SQ / TQ**.
→ Élimination des singulets et des doublets
- Mais, **perte d'un facteur 2 en sensibilité** (4 en TQ).

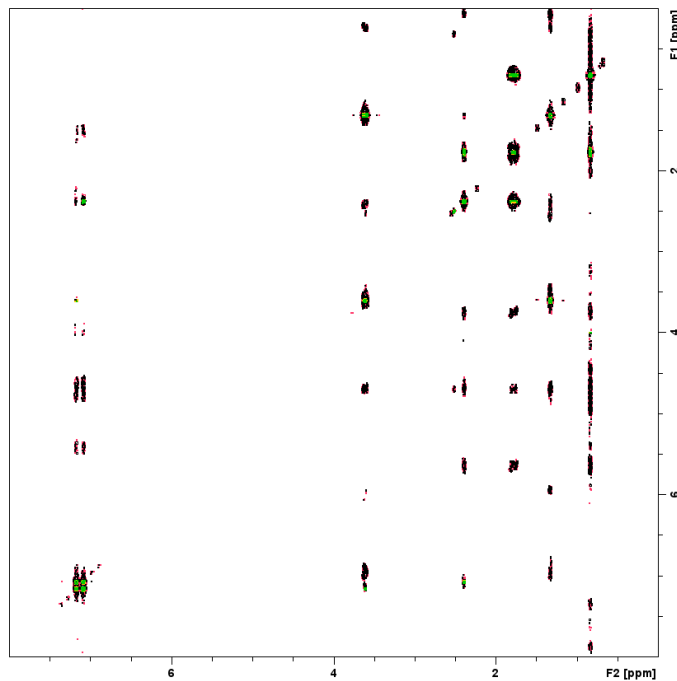


Quelques erreurs à éviter !

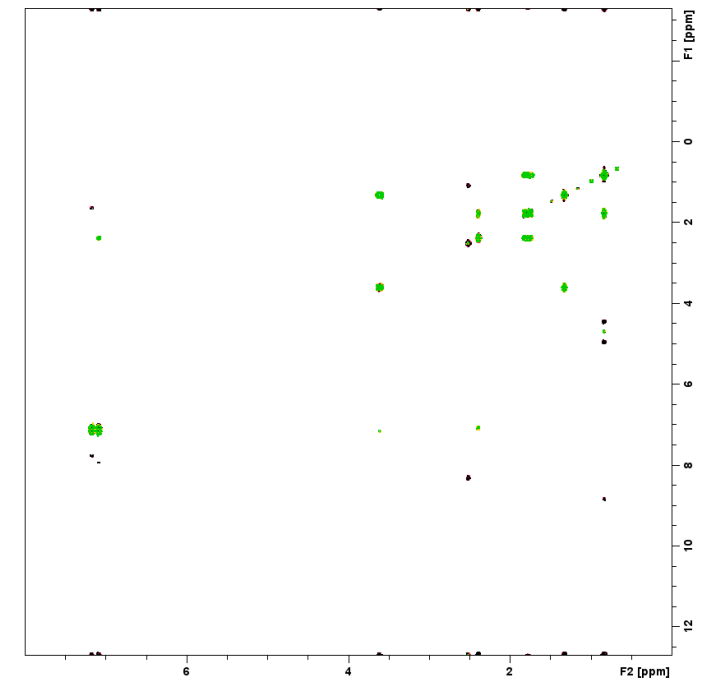
- TD_{indirect} trop petit
→ troncature du FID



- $d1$ trop court
→ artefacts de répétition



- Nombre de scans erroné
→ mauvais cyclage de phase



Comment réduire le temps expérimental ?

- Plusieurs méthodes ont été développées pour réduire le temps nécessaire à l'acquisition d'un spectre 2D.

$$t_{\text{expérience}} = NS \times d_1 \times TD_{\text{indirect}}$$

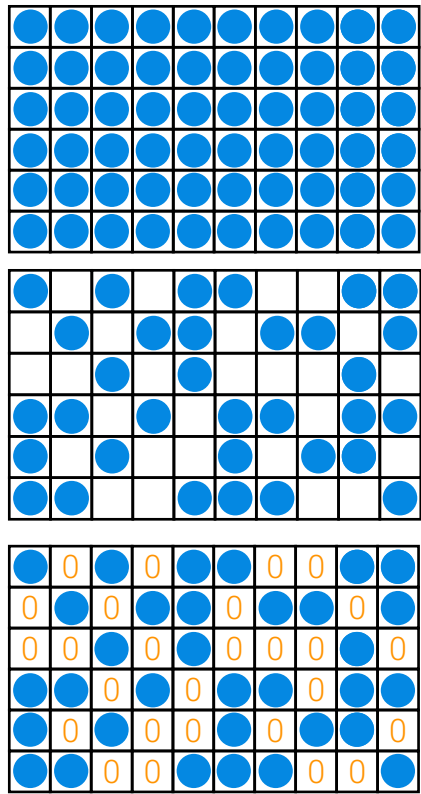
- L'expérience FAST-COSY vise à réduire drastiquement le délai inter-scan (d_1).

COSY	FAST-COSY
$d_1 = 5 \times T_1 = 1 \text{ à } 5 \text{ s}$	$d_1 = 0,1 \text{ s}$

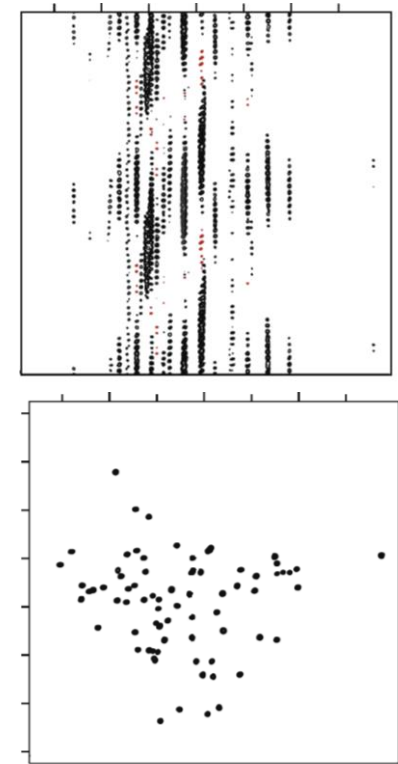
- L'échantillonnage non-uniforme permet de réduire le nombre de points TD_{indirect} .

COSY en FT-RMN	COSY avec NUS
$TD = 128 - 1k$	$TD \div 2-10$

Échantillonnage non uniforme (NUS)



$$t_{\text{exp}} = NS d_1 \prod TD_{\text{indirects}}$$



- Correction de la phase
- Fonction d'apodisation
- Prédiction linéaire
- ...

FAST-COSY

- Suivre le lien :

<https://www.bruker.com/en/services/bruker-user-library.html>



Liquids

The latest contributions available for liquids

→ [READ MORE \(LOGIN REQUIRED\)](#) 

Small Molecules

FAST COSY



SEARCH

RESET

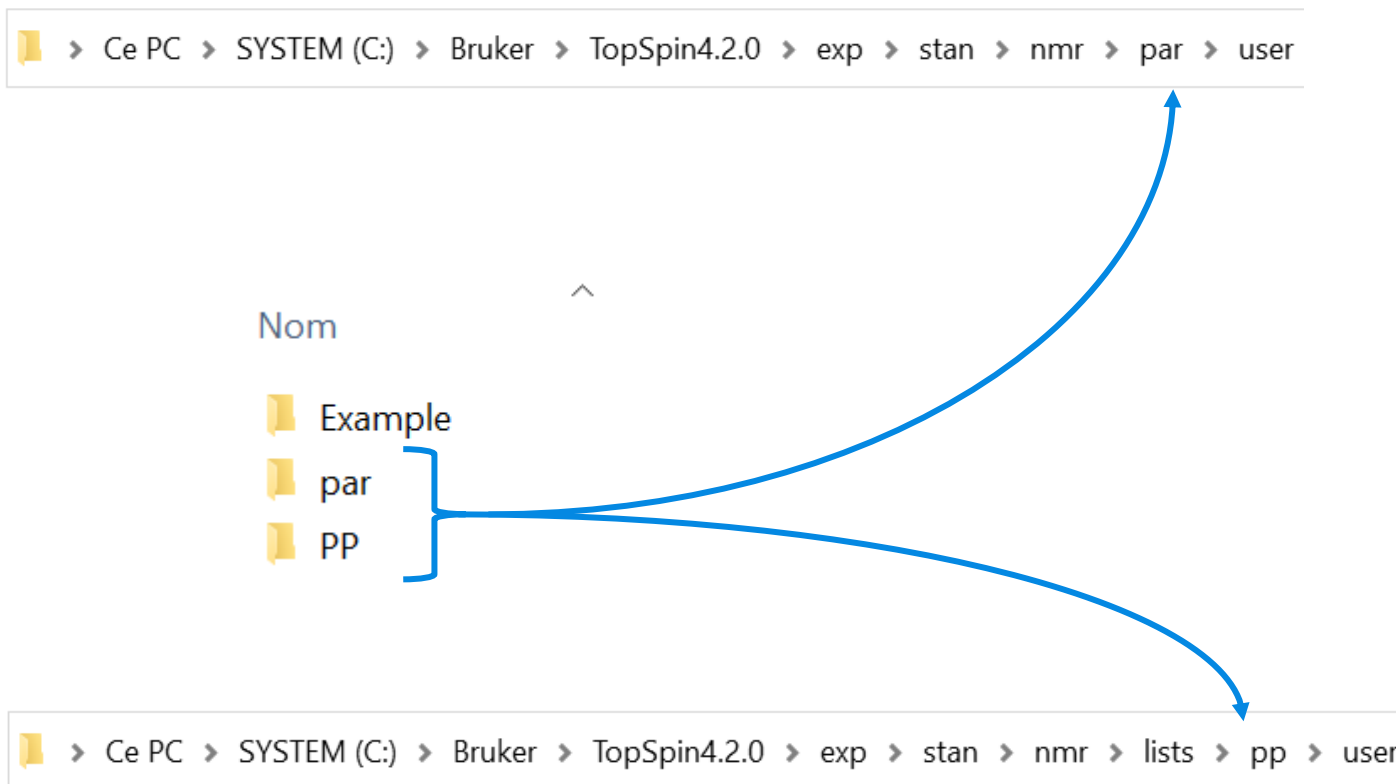
Results 1 - 1 of 1

 [FAST COSY](#)

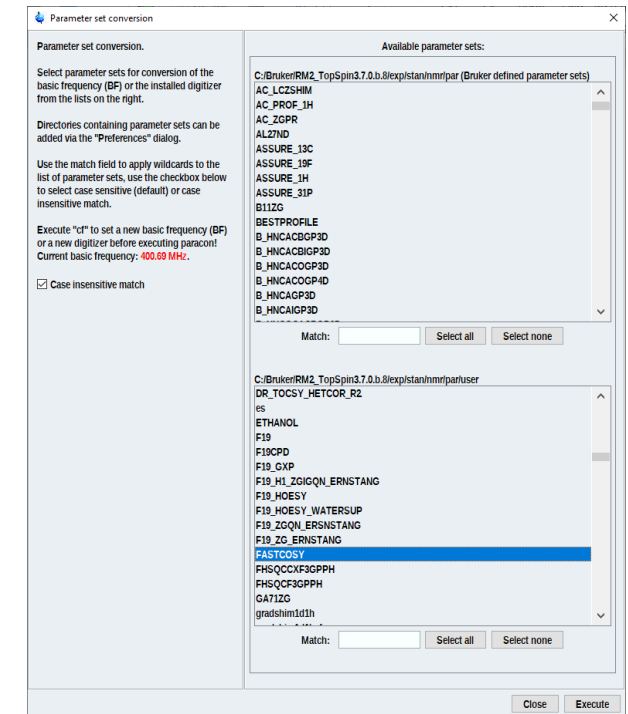
- Télécharger le dossier compressé "FAST COSY"

Comment installer ce jeu de paramètres ?

- Naviguer dans le dossier d'installation de Topspin et y extraire les fichiers compressés dans les dossiers "user" correspondants.

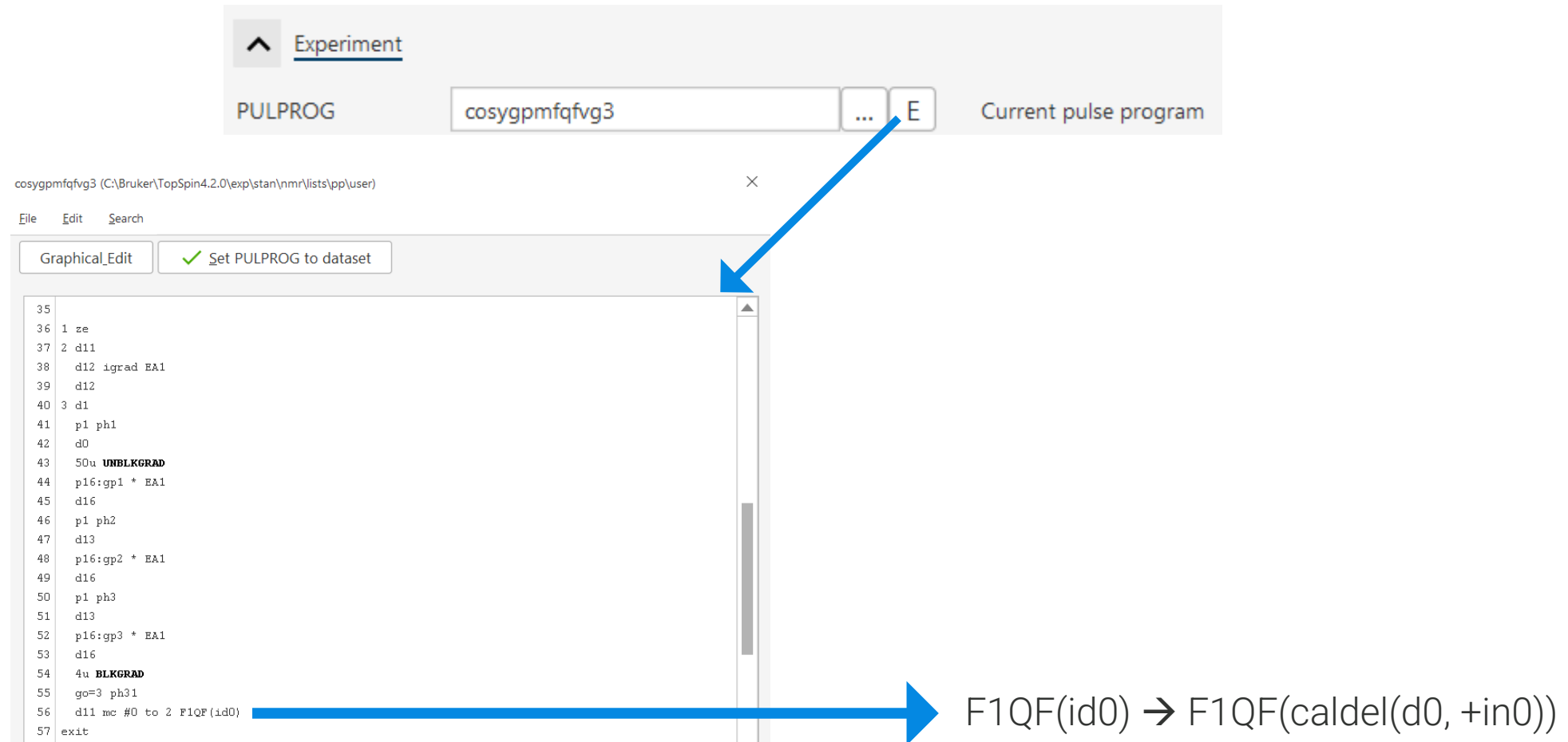


- La commande `paracon` permet d'adapter un jeu de paramètres au champs B_0 .



Combiner FAST-COSY & NUS

- Pour permettre une acquisition NUS, il faut actualiser la syntaxe en ligne 56 du programme d'impulsion.



Experiment

PULPROG ... E Current pulse program

cosygpmfqfvg3 (C:\Bruker\TopSpin4.2.0\exp\stan\nmr\lists\pp\user)

File Edit Search

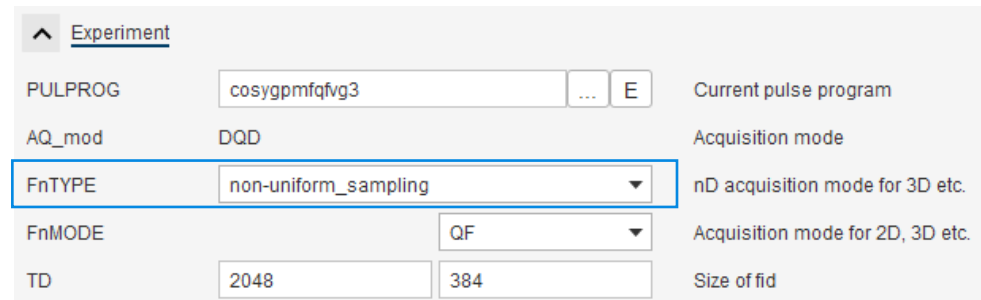
Graphical_Edit Set PULPROG to dataset

```
35
36 1 ze
37 2 d11
38   d12 igrad EA1
39   d12
40 3 d1
41   p1 ph1
42   d0
43 50u UNBLKGRAD
44   p16:gp1 + EA1
45   d16
46   p1 ph2
47   d13
48   p16:gp2 + EA1
49   d16
50   p1 ph3
51   d13
52   p16:gp3 + EA1
53   d16
54 4u BLKGRAD
55   go=3 ph31
56   d11 mc #0 to 2 F1QF(id0)
57 exit
```

F1QF(id0) → F1QF(caldel(d0, +in0))

NUS & Topspin : une implémentation simple

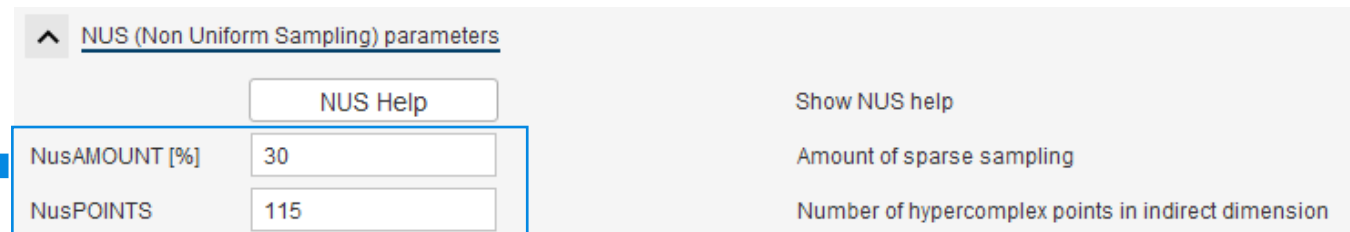
- Dans le menu Experiment



Experiment

PULPROG	cosygpmfvg3	...	E	Current pulse program
AQ_mod	DQD			Acquisition mode
FnTYPE	non-uniform_sampling			nD acquisition mode for 3D etc.
FnMODE		QF		Acquisition mode for 2D, 3D etc.
TD	2048	384		Size of fid

- Dans le menu NUS



NUS (Non Uniform Sampling) parameters

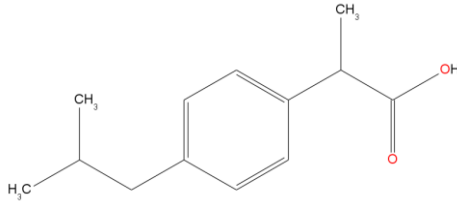
NUS Help

NusAMOUNT [%]	30	Show NUS help
NusPOINTS	115	Amount of sparse sampling
		Number of hypercomplex points in indirect dimension

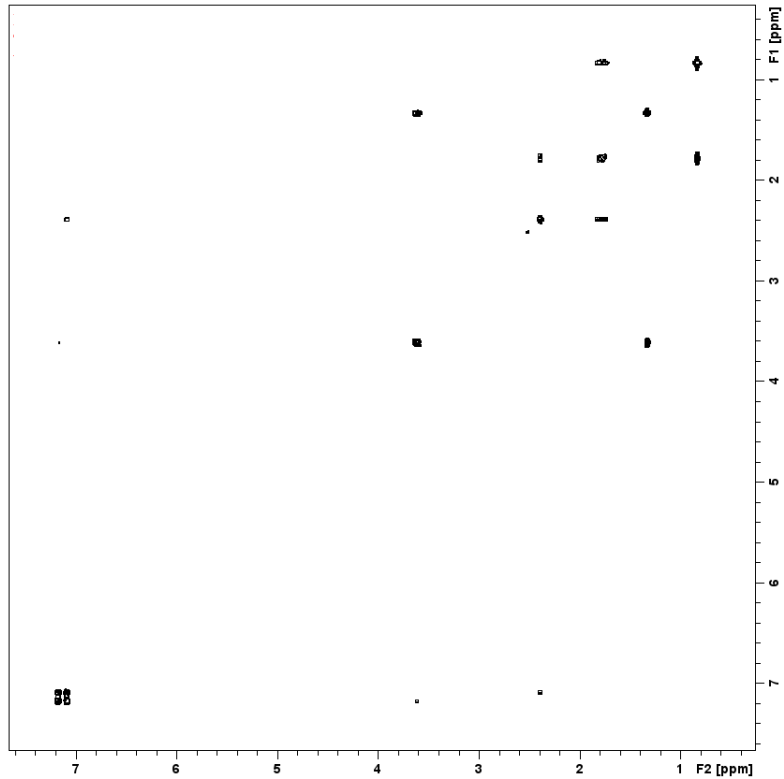
« Choisir en fonction du nombre de corrélations attendues »

Seul paramètre à libérer pour réaliser du NUS avec IconNMR

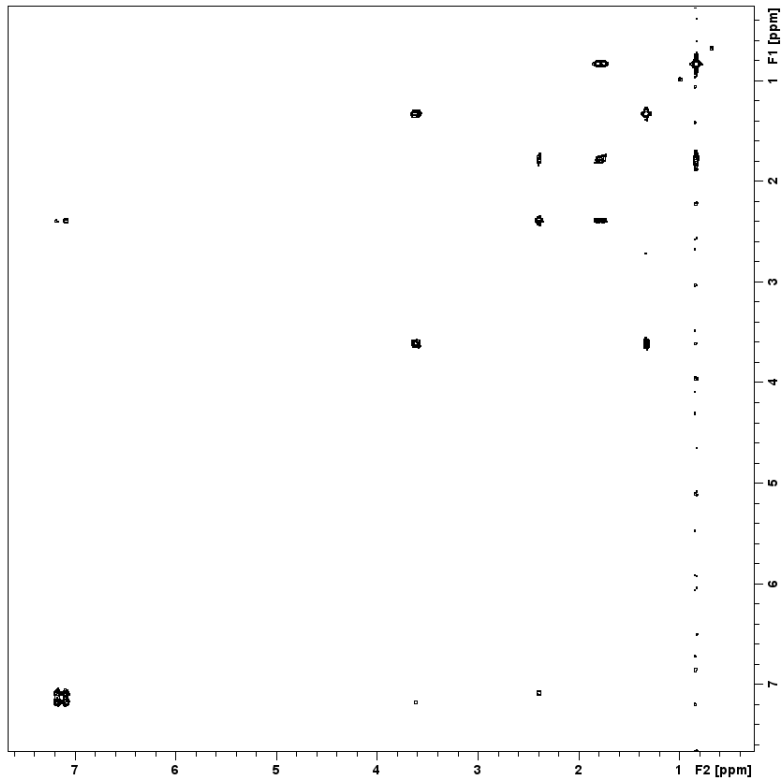
Exemple : Ibuprofène



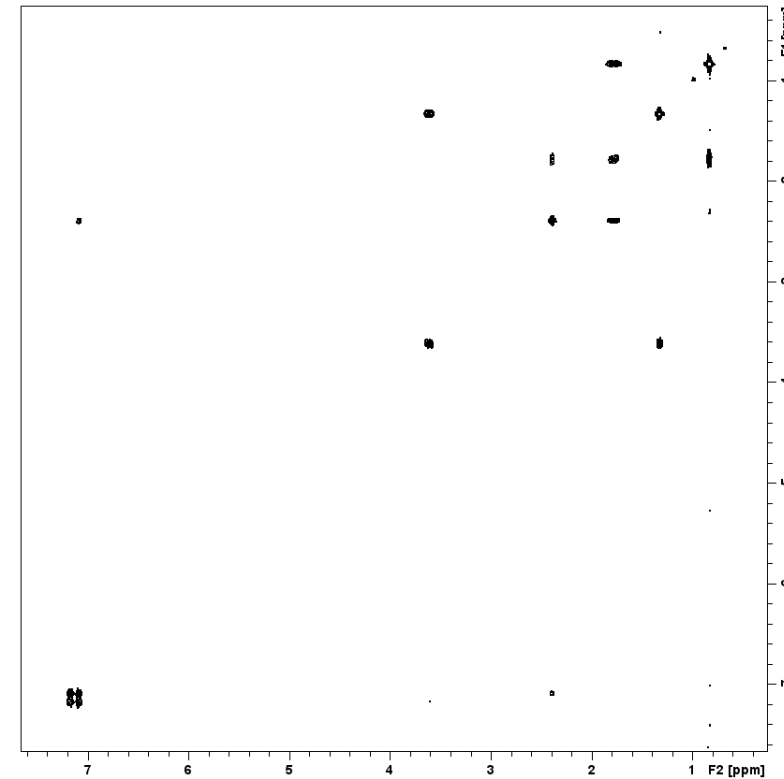
NS = 1
TD = 384
 $T_1 \sim 1''$



COSY DQF
FT-NMR
36' 15''

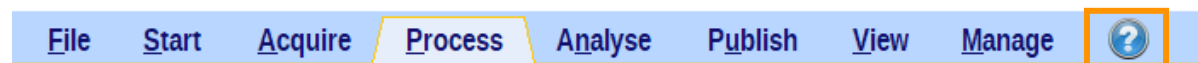


FAST COSY
FT-NMR
4' 43''

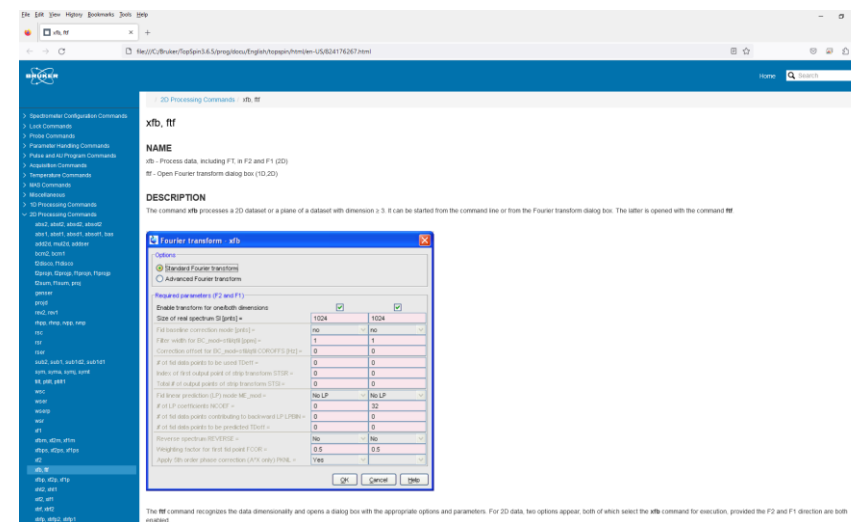


FAST COSY
30% NUS
1' 27''

- Dans les manuels de Topspin



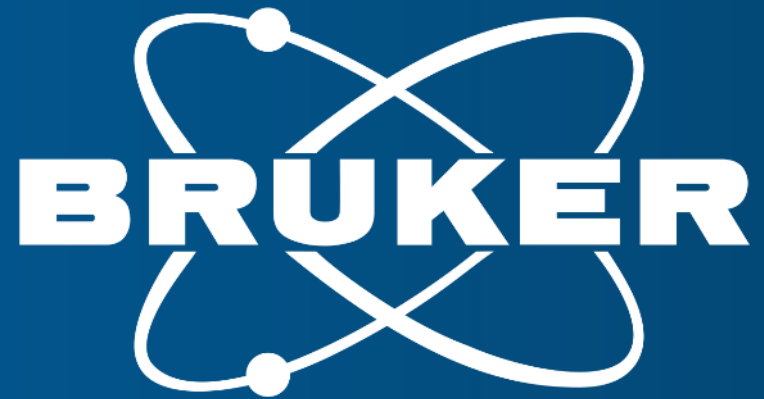
- Avec la commande `help` _____



- Par e-mail à l'adresse suivante :

Support-RMN@bruker.com

Où trouver de l'aide ?



Innovation with Integrity