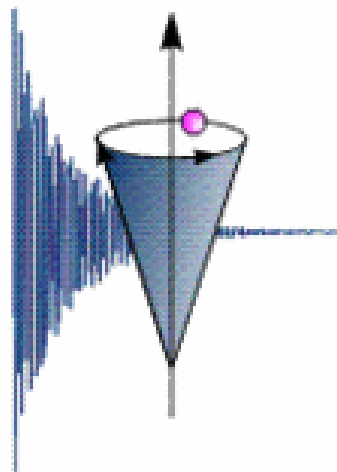


Anleitung zur NMR-Auswertung mit SpinWorks

SpinWorks 4.1.0.0, Copyright © 2014, Kirk Marat, University of Manitoba

Sabine Mika/Mario Wolf



erstellt von Sabine Mika, im Oktober 2011

überarbeitet von Mario Wolf, im Juni 2015

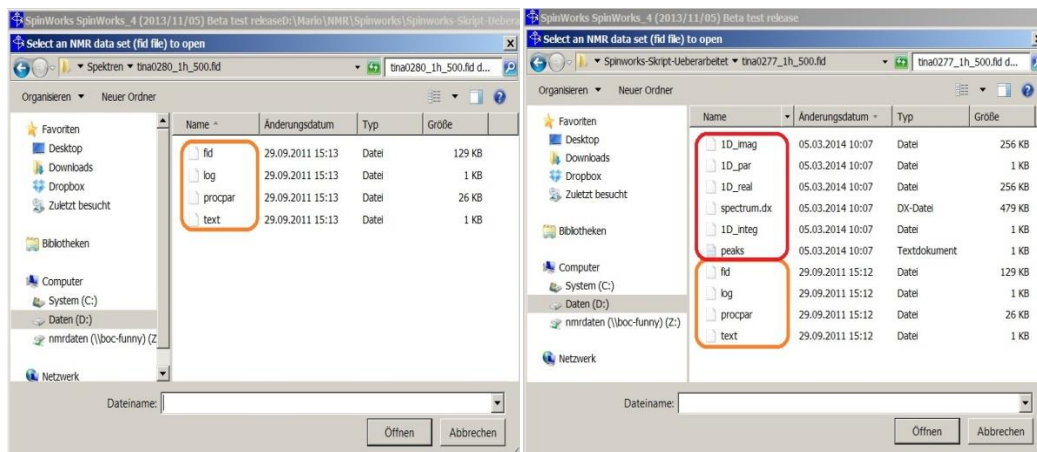
Inhaltsverzeichnis

Allgemeines	2
Bearbeitung von 1D-Spektren	4
Datei öffnen	4
Prozessieren.....	4
Phasieren	5
Basislinienkorrektur	5
Kalibrieren.....	5
Integrale setzen	6
Peak Picking	6
Drucken / Einbinden in Office-Programme.....	7
Speichern	8
Bearbeitung von 2D-Spektren	9
Allgemeines.....	9
Prozessieren.....	9
Ansichten	10
Kalibrieren.....	10
1D-Spuren	11
Phasieren	11
Drucken / Einbinden in Office-Programme.....	12
Anhang.....	13


Allgemeines

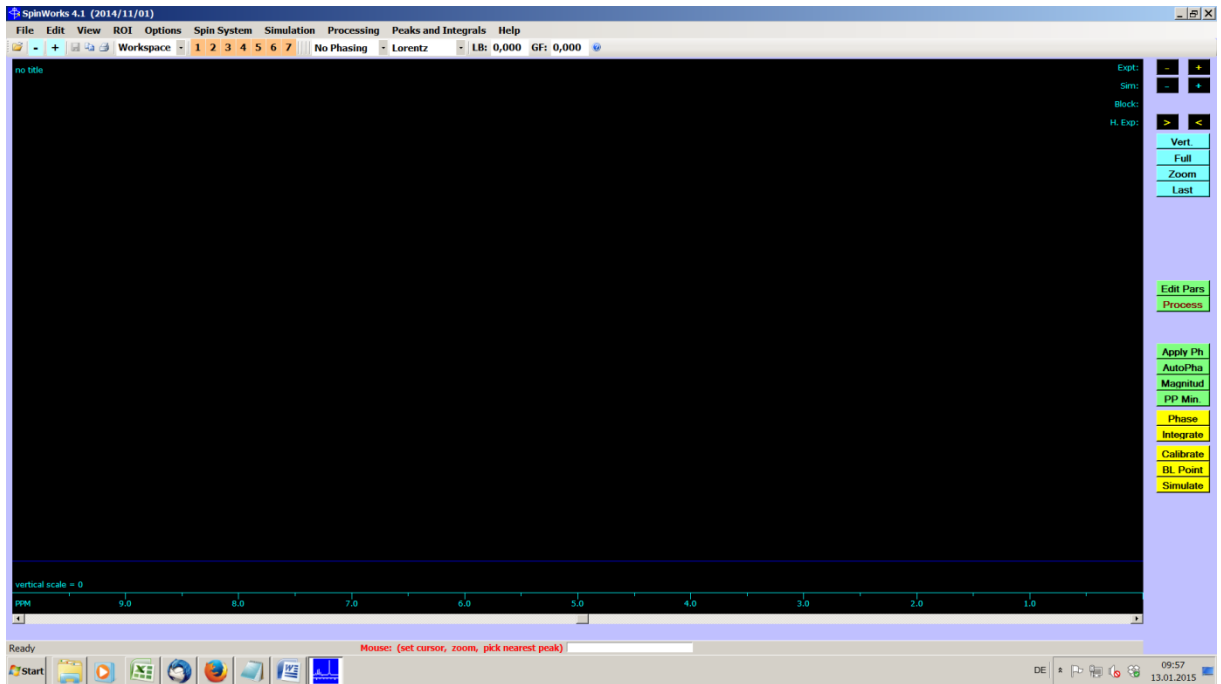
Diese Anleitung wurde für die Programmversion 4.0.5.0 erstellt und erprobt. Beschrieben wird jeweils eine mögliche Methode um die Spektren zu bearbeiten. Eine vollständige und ausführliche Anleitung im PDF-Format erhält man im Programm über die Menüleiste *Help* oder *?*. Da die Originalanleitung in Englisch vorliegt, wurde die hier vorliegende Kurzanleitung nicht ins Englische übersetzt.

- Verzeichnis für die NMR-Daten auf dem eigenen Rechner erstellen – falls sich die Dateien auf einer CD befinden, müssen diese auch auf den Rechner kopiert werden.
- Messdaten in das Verzeichnis auf dem eigenen Rechner kopieren
Grund: auf Laufwerk Z:\ nur Leserechte; SpinWorks speichert aber eigene Daten zurück
- Bitte das komplette fid-Verzeichnis auf den eigenen Rechner kopieren!



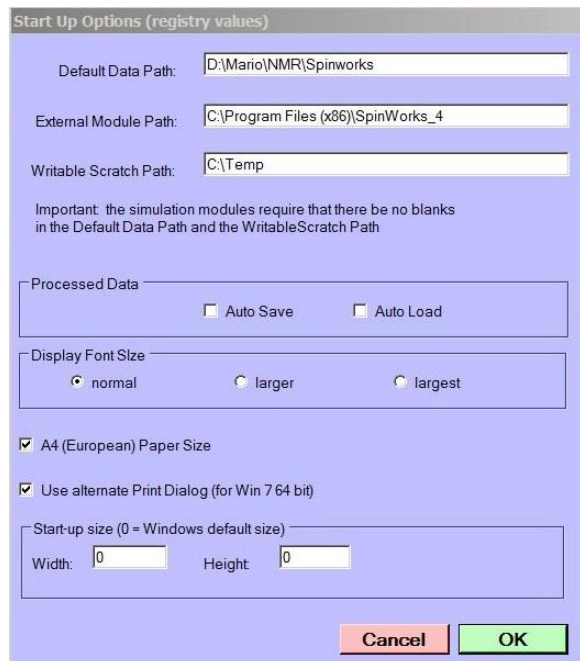
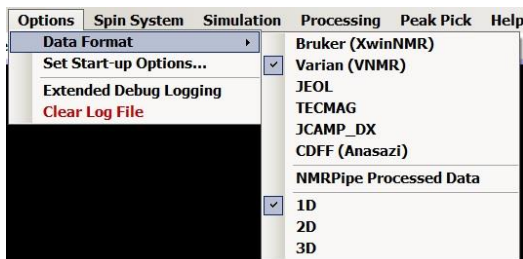
- SpinWorks ist ein kostenloses NMR-Programm. Es kann von der u. g. Seite heruntergeladen werden.
- Einzige Voraussetzung zur kostenlosen Nutzung ist, dass bei Veröffentlichungen die Verwendung des Programms und dessen Autor angegeben werden muss:
SpinWorks 4.1.0.0, Copyright © 2014, Kirk Marat, University of Manitoba
- Neueste Version 4.1.0.0 – kann heruntergeladen werden bei
<http://home.cc.umanitoba.ca/~wolowiec/spinworks/index.html>
oder über den ftp-Server: <ftp://davinci.chem.umanitoba.ca/pub/marat/SpinWorks/>
→ die neueste Version SpinWorks_4.1.0.zip verwenden!

-  öffnen



Menuleiste *Options* – *Data Format* wie angeben einrichten und *Set Start-up Options* – Default Data Path eingeben.

Bei *Processed Data* kann *Auto Load* angekreuzt werden. Wenn der File bereits bearbeitet wurde, wird der gespeicherte Datensatz geladen (*manchmal 😊, das hat sich mir noch nicht erschlossen*).

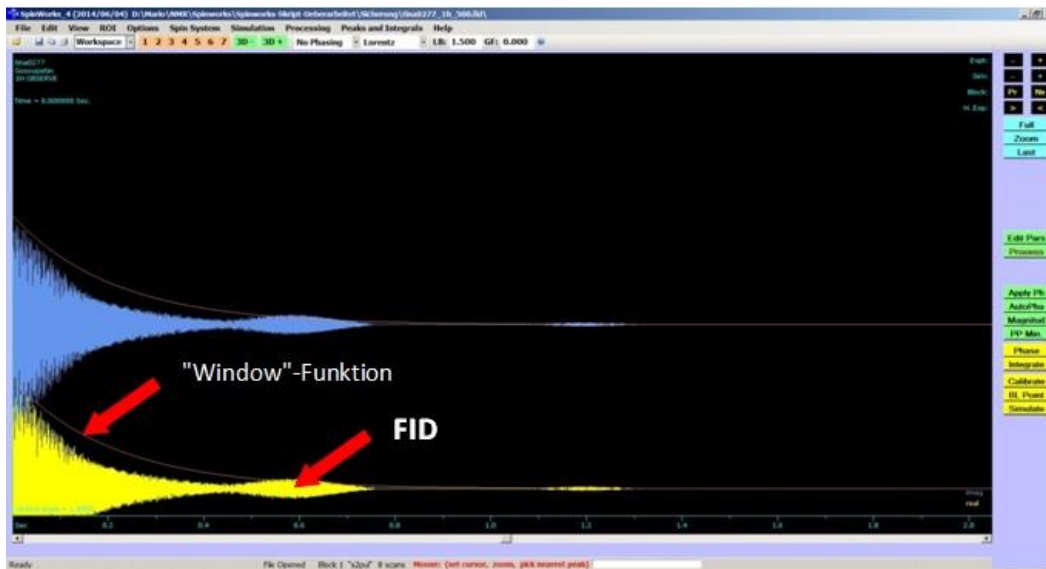


Bearbeitung von 1D-Spektren

Datei öffnen

Menüleiste *File – Open* – Datei auswählen – fid auswählen – öffnen.

Fid imag und real mit der "Window"-Funktion werden sichtbar.



Prozessieren

Edit Pars

oder Menüleiste *Edit – Processing Parameters*

	Size	Window Function	LB	Gf	Sine Shift
^1H	32 k	sine squared	0	0	90.0
	32 k	Lorentz to Gauss *	-1	0.3	0
	32 k	Lorentz to Gauss *	-2	0.6	0
^{13}C	32 k	Lorentz	1.0	0	0

Process

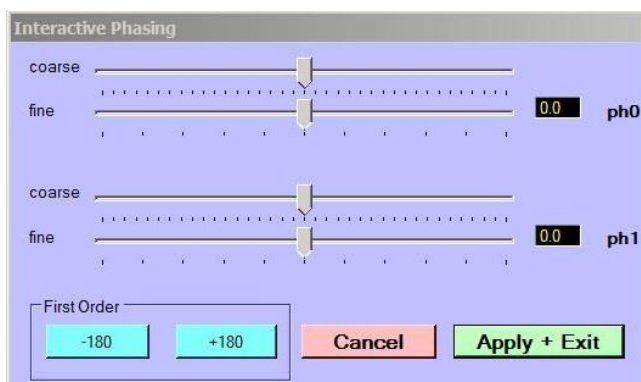
* = Bei ^1H -Spektren kann auch mit "Lorentz to Gauss" statt "sine squared" gearbeitet werden, um eine bessere Auflösung zu erzielen.

Phasieren

AutoPhase

Falls das Ergebnis nicht zufriedenstellend ist, muss manuell phasiert werden:

- Spektrum groß ziehen (Mausrad)
- **Phase**
- Größter Peak wird automatisch markiert.



ph0: coarse -> den größten Peak optimal phasieren

ph1: coarse -> Peaks am linken Spektrumrand optimal phasieren

- Apply + Exit

Basislinienkorrektur

Menüleiste – *Processing* – *Fully Automatic Baseline Correction* funktioniert in der Regel gut.

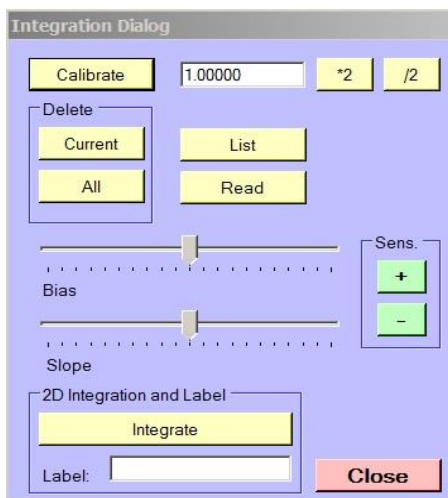
Kalibrieren

Referenzpeak auswählen – **Zoom** möglichst breit auswählen, damit man den Peakmittelpunkt gut auswählen kann, mit linker Maustaste markieren – **Calibrate** – den entsprechenden Wert eintragen – ok – full.

Integrale setzen

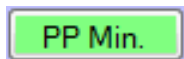
Bereiche größer ziehen – auf der linken Spektrumseite beginnen – **Integrate** – mit der linken Maustaste auf der linken Seite des Peaks klicken – mit der linken Maustaste auf der rechten Seite des Peaks klicken – zum nächsten Peak gehen, bis alle Integrale gesetzt sind – Close.

Ferner gibt es die Möglichkeit, Integrale zu löschen oder zu kalibrieren.



- Integrale löschen: Delete All
- Bestimmte Integrale löschen: gewünschtes Integral markieren – Delete Current
- Integral kalibrieren: gewünschtes Integral markieren – Wert eintragen – Calibrate
- Integral-Liste anzeigen: List

Peak Picking

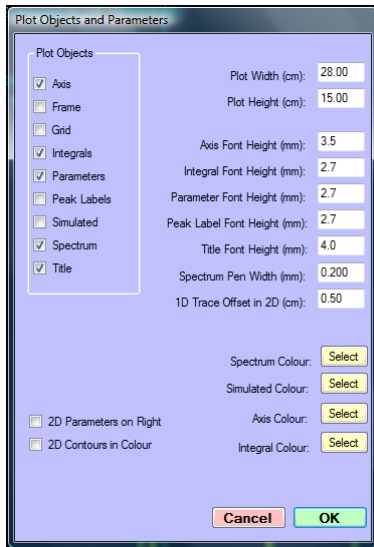


– ins Spektrum klicken – rosa Linie erscheint – mit der linken Maustaste kann die Höhe eingestellt werden – **Return** – Menüleiste *Peak Pick – Peak Pick and Append to List*.

Weitere Menüpunkte:

- *Clear Peak List*: löscht die komplette Peakliste
- *Clear Peaks in Region*: Bereich auswählen (z. B. Lösungsmittel- oder Wasserpeak) → diese Peaks werden aus der Peakliste gelöscht.
- *List*: zeigt die Peakliste an, diese wird als peaks.text im Spektrum-Ordner gespeichert und kann dann z. B. in Word eingefügt werden.
- *Units*: hier kann man auswählen, ob das Peak Picking in Hz oder ppm angezeigt werden.

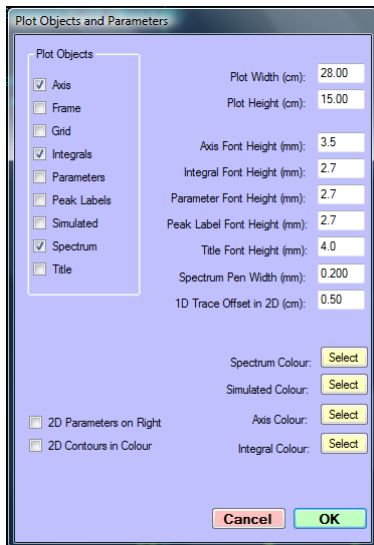
Drucken / Einbinden in Office-Programme

Menuleiste – *Edit – Plot Options and Parameters*

Drucken:

folgende Optionen markieren:

- **Axis**
- **Integrals**
- **Parameters**
- **Peak Labels**
- **Spectrum**
- **Title**

Menuleiste – *Print* – Drucker auswählen (hier kann man sich auch pdf-Files erstellen)

Einbinden in Office-Programme:

folgende Optionen markieren:

- **Axis**
- **Integrals**
- **Peak Labels**
- **Spectrum**

Damit die Linien beim Ausdruck besser herauskommen, kann man auch noch mit *Spectrum Pen Width* ein wenig experimentieren → einfach mal ausprobieren.

Menuleiste – *Edit – Copy MetaFile to Clipboard (Win 32 API format)* oder Ctrl-C – dann in Word oder Powerpoint Ctrl-V.

Speichern

Menüleiste *File – Save (JCAMP DX)* oder Ctrl-S.

Falls man die Spektren auch für 2D nutzen möchte, unbedingt abspeichern. Es wird im Kapitel „2D-Auswertung“ nochmals darauf eingegangen.

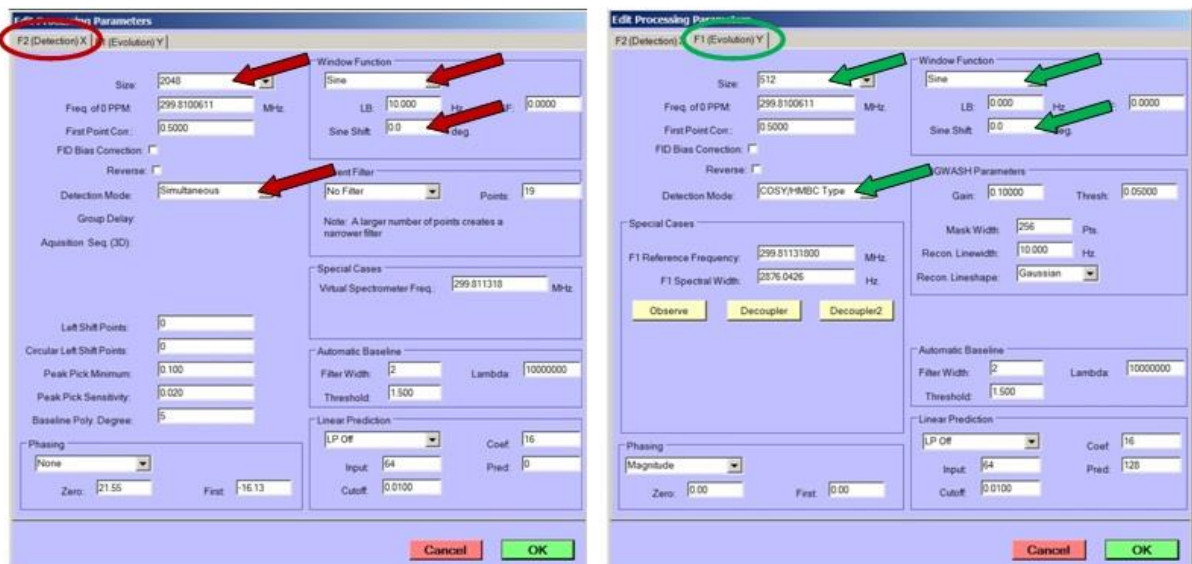
Bearbeitung von 2D-Spektren

Allgemeines

Es ist ratsam, zuerst die 1D-Spektren zu bearbeiten und zu speichern (Ctrl-S). Das Öffnen der Dateien funktioniert auf die gleiche Art und Weise wie bei den 1D-Spektren. Es wird lediglich noch nachgefragt, ob man in den 2D-Modus wechseln möchte.

Prozessieren

Beim Prozessieren gilt es für die unterschiedlichen Pulssequenzen, unterschiedliche Parameter zu beachten. Diese sind der Übersichtlichkeit wegen in einer Tabelle am Ende zusammengefasst.

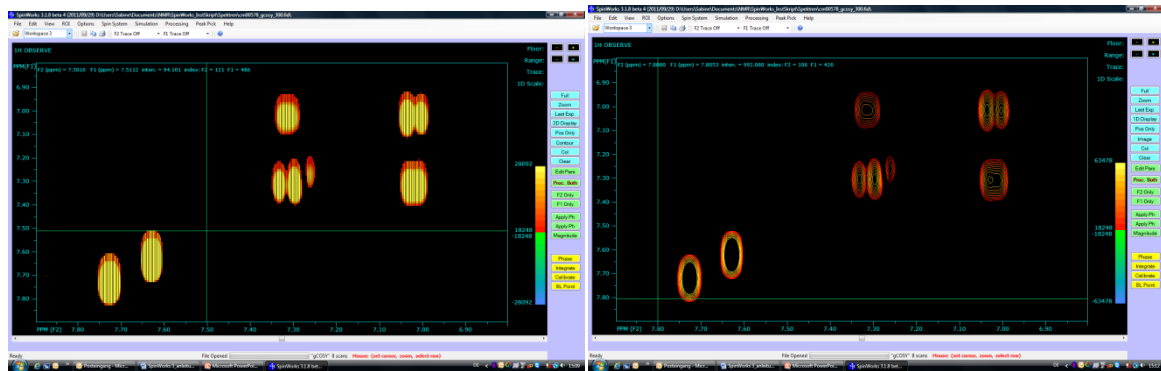


F2 (Detection)

F1 (Evolution)

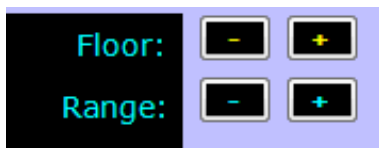
Ansichten

Es gibt zwei unterschiedliche Ansichten: Image und Contour. Nach dem Prozessieren sollte man zuerst die Ansicht Image wählen (benötigt weniger Rechnerkapazität). Mit „Floor –“ kann man die Darstellung optimieren. Mit „Range +“ kann die Darstellung im Contour-Modus optimiert werden.



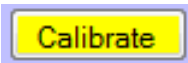
Image

Contour



Kalibrieren

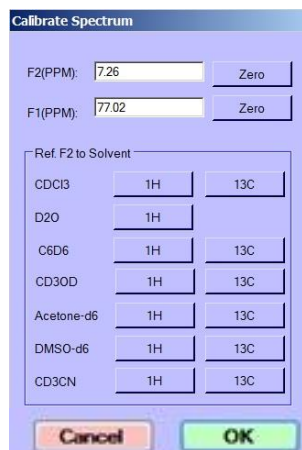
Gewünschten Peak (Zoom) – das Zentrum markieren (Klick mit der linken Maustaste) –



– Werte eintragen – ok.

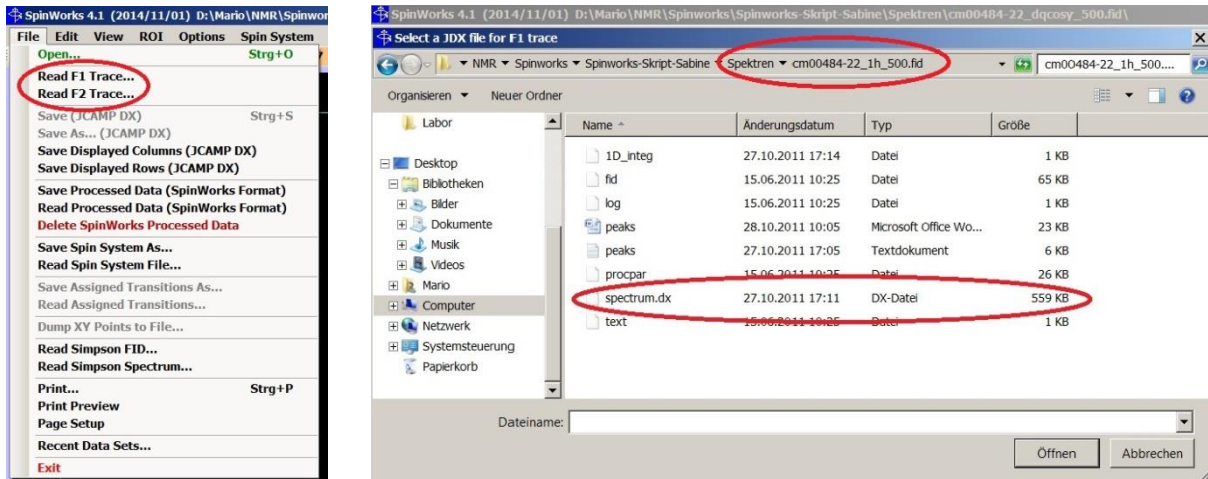
F1 → ¹³C, F2 → ¹H bei CH-Korrelationen.

Falls kein Lösungsmittel-Peak zu sehen ist, empfiehlt es sich, aus den 1D-Spektren einen Peak auszuwählen und diese Werte zum Kalibrieren zu verwenden.



1D-Spuren

Menüleiste *File* – *Read F1 Trace* – entsprechendes Spektrum laden, für *F2 Trace* entsprechend wiederholen.



F1 → ^{13}C , F2 → ^1H bei CH-Korrelationen, bei HH-Korrelationen zweimal das Protonenspektrum einfügen.

Phasieren

Mit „Floor –“ die gewünschte Peakhöhe einstellen. Peak mit der rechten Maustaste auswählen. im unteren Bereich erscheint eine 1D-Spur mit einem aus der Phase geratenem Peak.

Phase

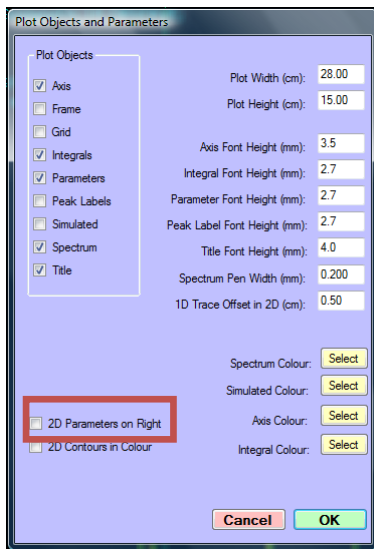
und den Peak wie im 1D phasieren. Mit **Clear** verschwindet die Spur wieder. Das Spektrum sollte nun gut phasiert sein.

Magnitude

Für HMBC-Spektren ist eine „Magnitude“-Kalkulation zu empfehlen. Dazu in der Menüleiste *Processing* – *2D* – *Magnitude Calculation F2* drücken und für die Magnitude Calculation in F1 die

Taste **Magnitud** drücken (die Meldung, die dann erscheint einfach mit „Ja“ bestätigen).

Drucken / Einbinden in Office-Programme

Menuleiste – *Edit* – *Plot Options and Parameters*

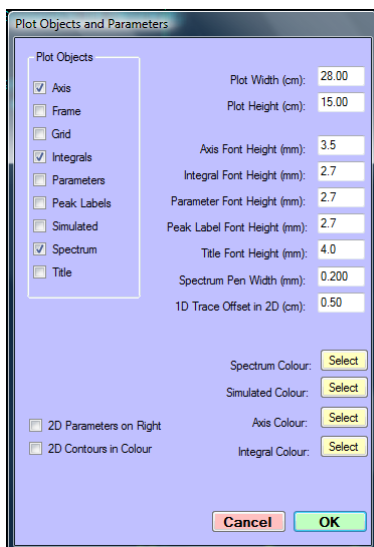
Drucken:

folgende Optionen markieren:

- **Axis**
- **Frame**
- **Parameters**
- **Spectrum**
- **Title**

2D-Parameter on Right → hier kann ausgewählt werden, ob die Parameter rechts vom Spektrum oder unter dem Spektrum gedruckt werden.

Menuleiste – *Print* – Drucker auswählen (hier kann man sich auch pdf-Files erstellen)



Einbinden in Office-Programme:

folgende Optionen markieren:

- **Axis**
- **Frame**
- **Spectrum**

Spektrum Pen Width (mm): hier kann man ein wenig experimentieren → 0.3 oder 0.35 ist ok

Menuleiste – *Edit*

Copy MetaFile to Clipboard (Win 32 API format) oder Ctrl-C dann in Word oder Powerpoint Ctrl-V.

Menuleiste – *Edit* – *Copy MetaFile to Clipboard (Win 32 API format)* oder Ctrl-C – dann in Word oder Powerpoint Ctrl-V.

Anhang

		F2 (Detection)					F1 (Evolution)				
		Detect. Mode	Size	Win. Func	Sine Shift	Reverse	Detect. Mode	Size	Wind. Funct	Sine Shift	
300	gCOSY	Simultaneous	2048	Sine Square	0		COSY/HMBC	512	Sine Square	0	
	gDQFCOSY	Simultaneous	2048	Sine Square	90		States	1024	Sine Square	90	
	gHMBC	Simultaneous	2048	Sine Square	20		Echo-Antiecho	1024	Sine Square	90	
	gHSQC	Simultaneous	2048	Sine Square	90	X	Echo-Antiecho	1024	Sine Square	90	
500	gCOSY	Simultaneous	2048	Sine	0		COSY/HMBC	512	Sine	0	
	DQFCOSY	Simultaneous	2048	Sine Square	90		States	1024	Sine Square	90	
	TOCSY	Simultaneous	2048	Sine Square	90	X	States	1024	Sine Square	90	
	ROESY	Simultaneous	2048	Sine Square	90	X	States	1024	Sine Square	90	
	gHSQCad	Simultaneous	2048	Sine Square	90		Echo-Antiecho	1024	Sine Square	90	
	ghsqtocsy_da	Simultaneous	2048	Sine Square	90	X	States	1024	Sine Square	90	
*	D_bsgHMBC	Simultaneous	2048	Sine Square	60 - 90		Echo-Antiecho	1024	Sine Square	0 - 20	
*	bsgHMBC	Simultaneous	2048	Sine Square	60 - 90		Echo-Antiecho	1024	Sine Square	0 - 20	
*	gHMBCad	Simultaneous	2048	Sine Square	60 - 90		Echo-Antiecho	1024	Sine Square	0 - 20	
*	HSQMBC	Simultaneous	2048	Sine Square	90	X	Echo-Antiecho	1024	Sine Square	90	
*	GHSQC_DA	Simultaneous	2048	Sine Square	90		Echo-Antiecho	1024	Sine Square	90	
*	GHMBC_DA	Simultaneous	2048	Sine Square	0	X	COSY/HMBC	1024	Sine Square	0	
*	¹ H ¹⁵ N gHMBC	Simultaneous	2048	Sine Square	0		Echo-Antiecho	1024	Sine Square	0 - 45	

*) = Ergänzungen siehe nächste Seite

***) Ergänzende Bemerkungen:**

ghsqctocsy_da:

Phasing auf "none" in F1 und F2!

D_bsgHMBC, bsgHMBC und gHMBCad:

Linear prediction: "Real Forward"

Grüne "Magnitude"-Taste drücken

HSQMBC:

Manuelle Phasierung zu Antiphase Signalen (Antiphase-Doublet)

GHSQC_DA:

F1: Decoupler-Taste drücken, Neu prozessieren, Spektrum kalibrieren

GHMQC_DA:

F1: Decoupler-Taste drücken, Neu prozessieren, Spektrum kalibrieren

Neu prozessieren, Magnitude-Kalkulation durchführen -> grüne "Magnitude"-Taste drücken

¹H¹⁵N gHMBC:

Shift = 0: Wiggles werden entfernt, S/N verschlechtert sich aber

Linear prediction: "Real Forward"

Prozessierung für beide Ebenen (F1/F2), grüne "Magnitude"-Taste drücken

NUMRIT: Max. 12 Einträge bzw. 12 Spins !