

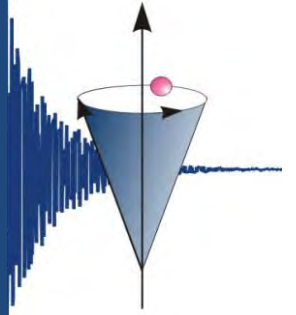
NMR-Auswertung mit SpinWorks

Eine Einführung

Jürgen Conrad – Sabine Mika



NMR-Auswertung mit SpinWorks



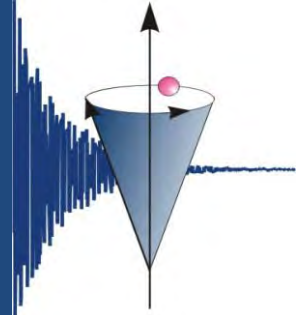
■ Inhalt

- Verbindung mit Samba-Server
- Kopieren der Dateien
- SpinWorks – Grundlegendes
- SpinWorks – 1D-Spektren
- SpinWorks – 2D-Spektren

Donnerstag, 27.10.

Mittwoch, 02.11.

NMR-Auswertung mit SpinWorks



Verbindung zum Samba-Server

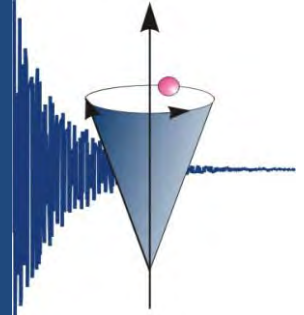


- Start
- Arbeitsplatz aufrufen

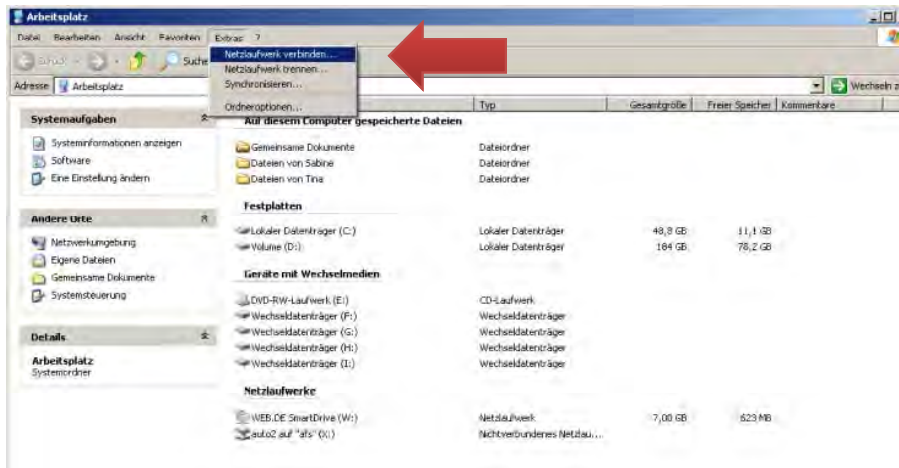
1.

2.

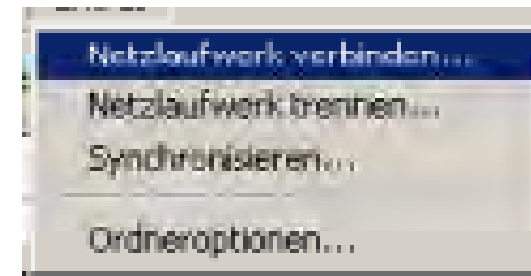
NMR-Auswertung mit SpinWorks



Verbindung zum Samba-Server

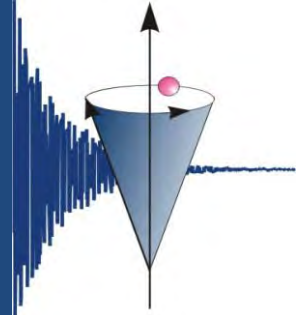


- Netzlaufwerk verbinden...

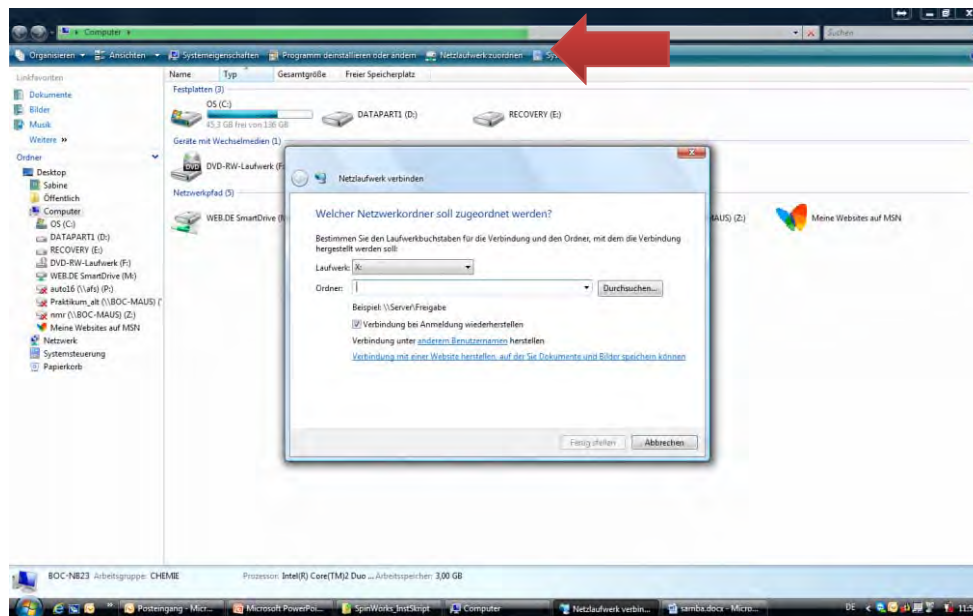


z. B. bei Windows XP

NMR-Auswertung mit SpinWorks

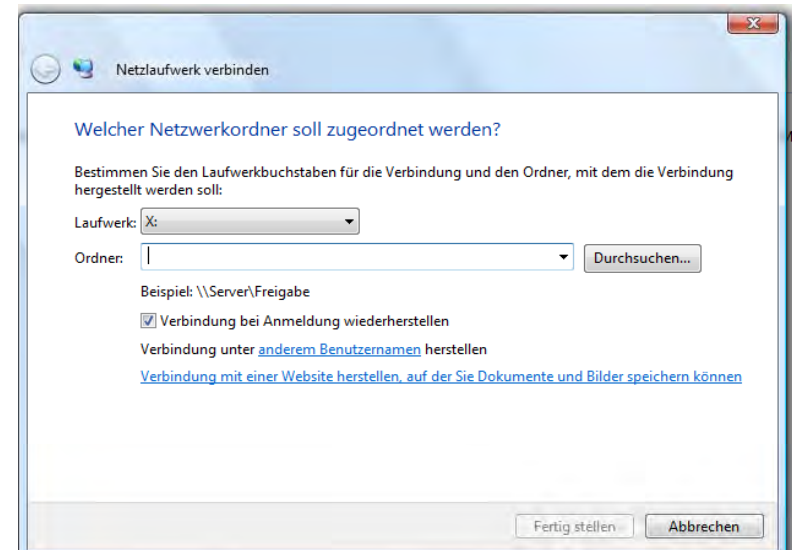


Verbindung zum Samba-Server

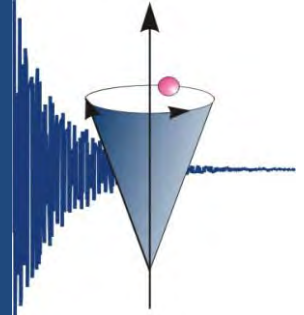


z. B. Windows Vista

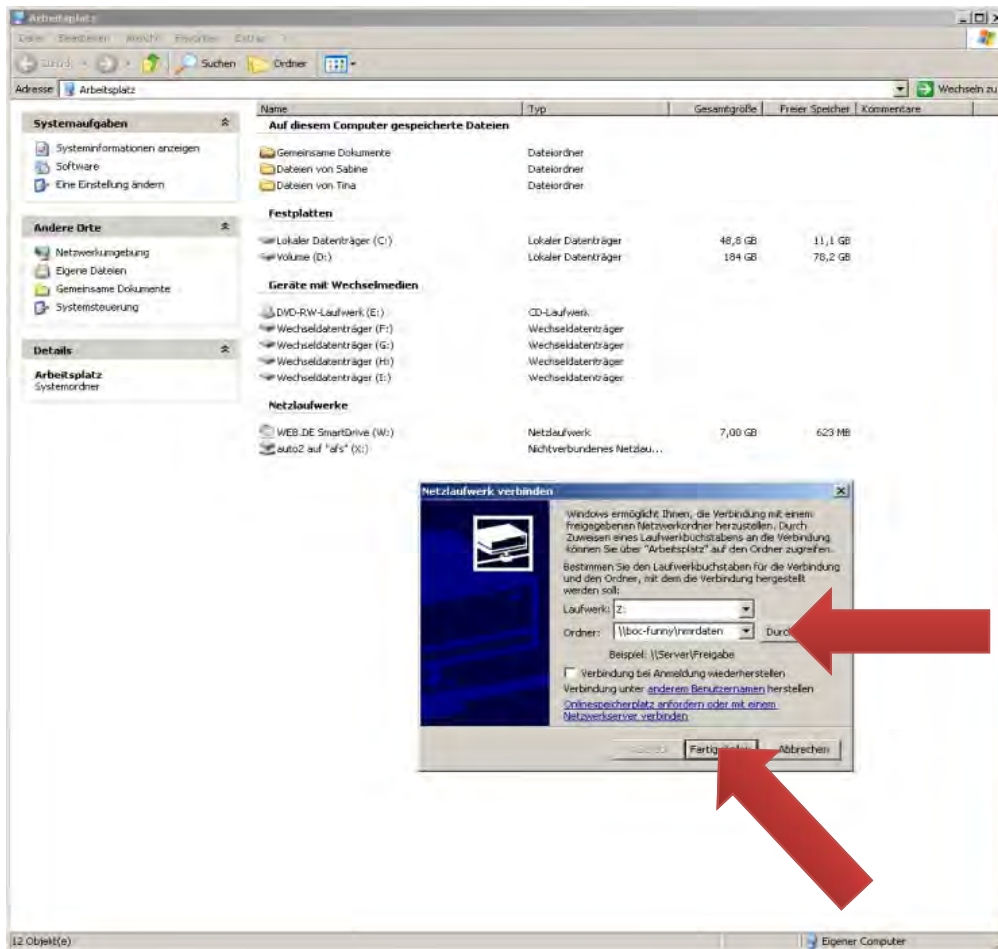
Netzlaufwerk zuordnen...



NMR-Auswertung mit SpinWorks

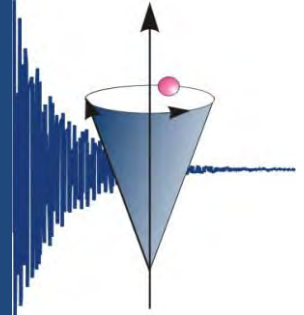


Verbindung zum Samba-Server

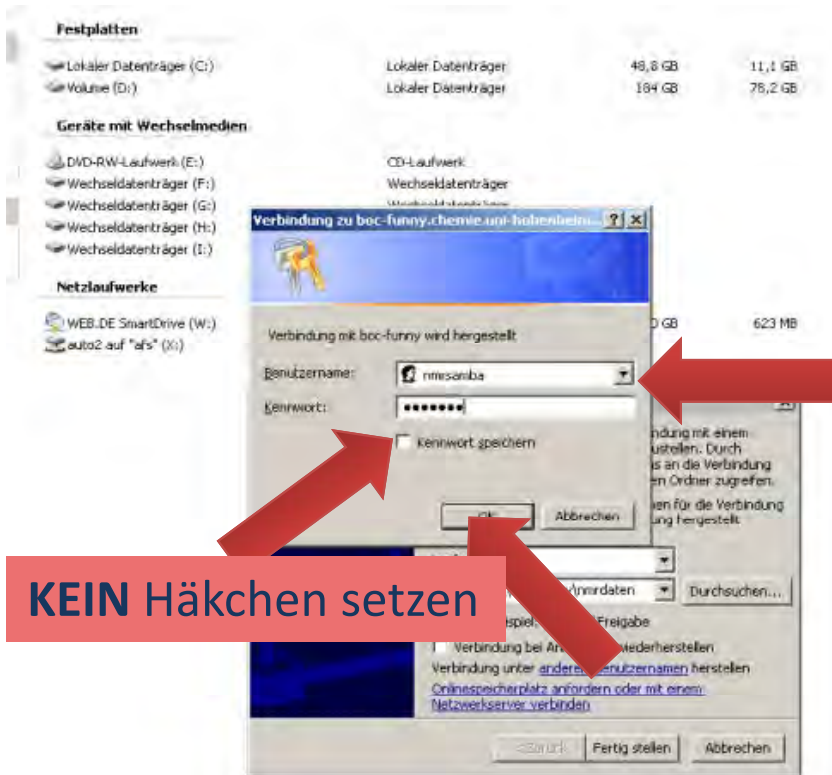


- Laufwerk Z:
- Ordner: \\boc-funny\nmrdaten oder \\144.41.32.113\nmrdaten
- Fertig stellen

NMR-Auswertung mit SpinWorks



Verbindung zum Samba-Server

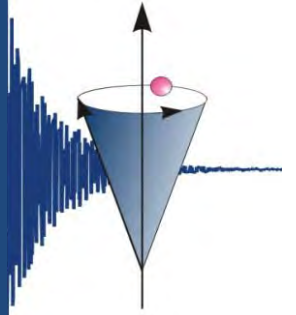


- Benutzername *nrsamba*
- Kennwort: bekannt
- ok

Anmerkung:

Der Zugangsrechte zum Samba-Server sind ausschließlich über die IP-Adresse gesteuert. Die IP-Adressen werden von Jürgen in den Samba-Server eingepflegt. D.h., die Daten können nur von der Uni aus heruntergeladen werden.

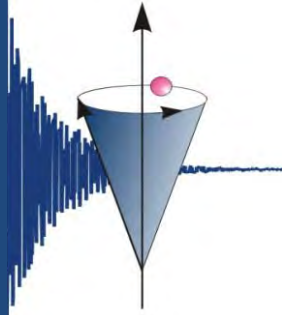
NMR-Auswertung mit SpinWorks



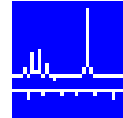
■ Kopieren der Dateien

- Verzeichnis für die NMR-Daten erstellen
- 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! Warum wird später noch deutlich.

NMR-Auswertung mit SpinWorks

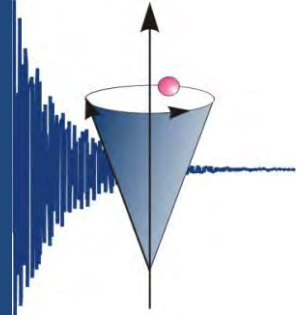


■ SpinWorks – Grundlegendes



- SpinWorks – kostenloses NMR-Programm
Einzige Voraussetzung: Bei Veröffentlichungen muss angegeben werden: *SpinWorks 3.1.8, Copyright © 2011, Kirk Marat, University of Manitoba*
- Neueste Version 3.1.8 – kann heruntergeladen werden:
<http://home.cc.umanitoba.ca/~wolowiec/spinworks/index.html>
oder ftp-Server:
<ftp://davinci.chem.umanitoba.ca/pub/marat/SpinWorks/>
-> die neueste Version SpinWorks_3.1.8_beta4.zip verwenden!

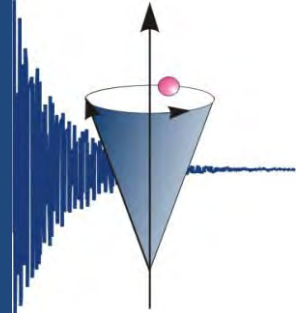
NMR-Auswertung mit SpinWorks



SpinWorks – Grundlegendes



NMR-Auswertung mit SpinWorks

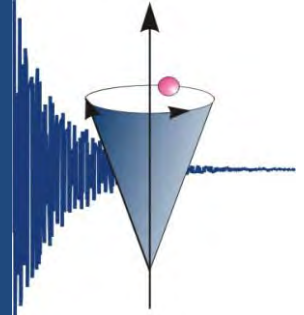


SpinWorks – Grundlegendes

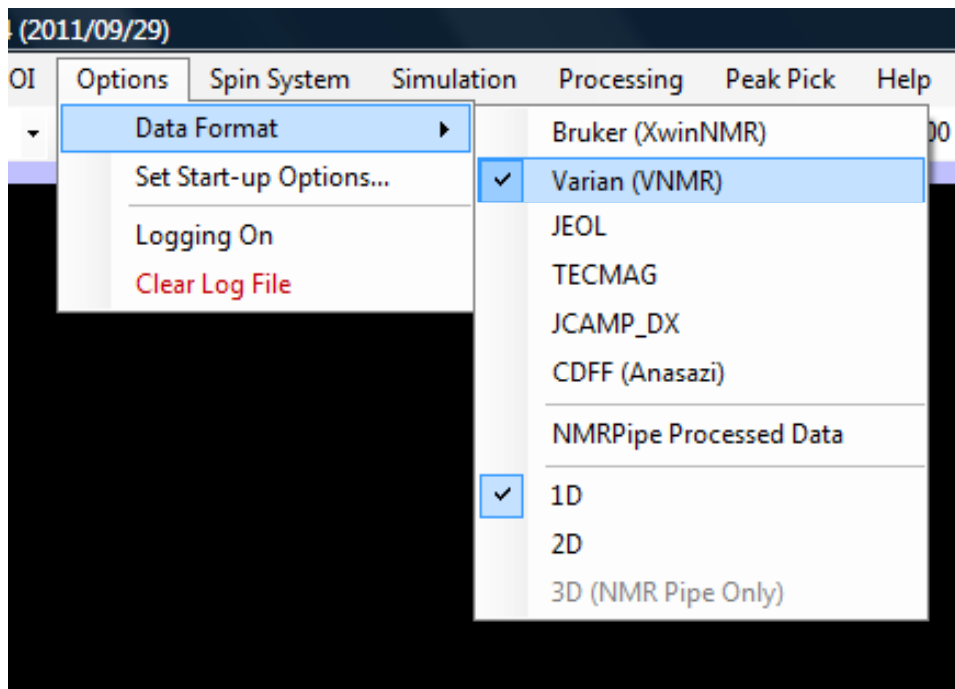
Wenn man auch 2D-Spektren auswerten möchte, ist es sinnvoll auf unterschiedlichen *Workspaces* zu arbeiten

The screenshot shows the SpinWorks 3.1.8 beta 4 (2011/09/29) interface. The main window displays a workspace selection menu with options from Workspace 1 to Workspace 7. A red text box highlights the text: "Wenn man auch 2D-Spektren auswerten möchte, ist es sinnvoll auf unterschiedlichen *Workspaces* zu arbeiten". The interface includes a menu bar (File, Edit, View, ROI, Options, Spin System, Simulation, Processing, Peak Pick, Help), a toolbar, and a vertical toolbar on the right with buttons for Apply Prn, AutoPhase, Magnitude, PP Min., Phase, Integrate, Calibrate, BL Point, and Simulate. The x-axis is labeled PPM and ranges from 9.0 to 1.0. The y-axis is labeled vertical scale = 0.0000. The status bar at the bottom indicates "Ready" and "Mouse: (set cursor, zoom, pick nearest peak)".

NMR-Auswertung mit SpinWorks

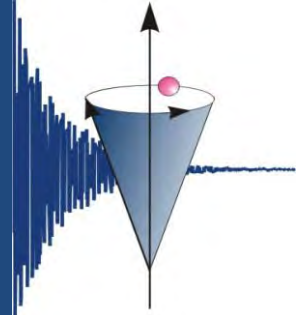


SpinWorks – Grundlegendes

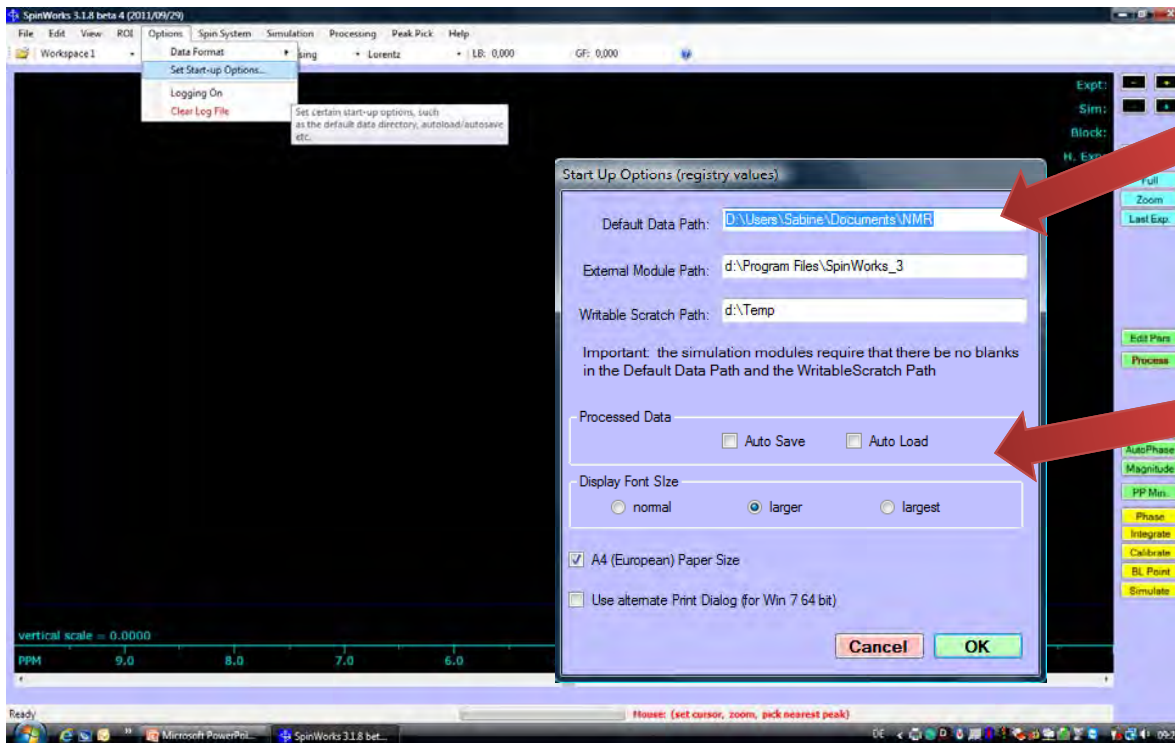


Menuleiste *Options* – *Data Format* wie angeben einrichten

NMR-Auswertung mit SpinWorks



SpinWorks – Grundlegendes

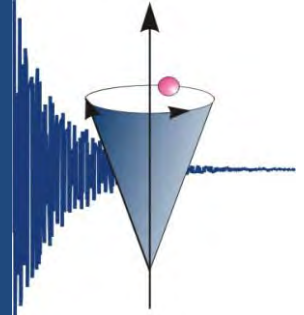


hier ein Verzeichnis angeben, in dem die Spektren abgespeichert wurden.

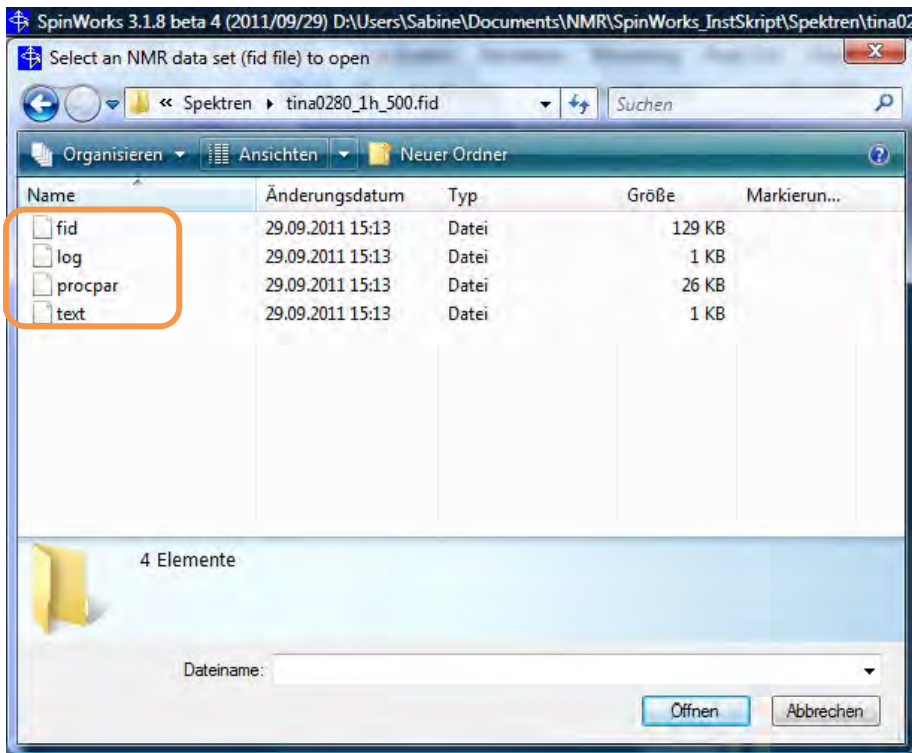
hier kann die Schriftgröße eingestellt werden.

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*).

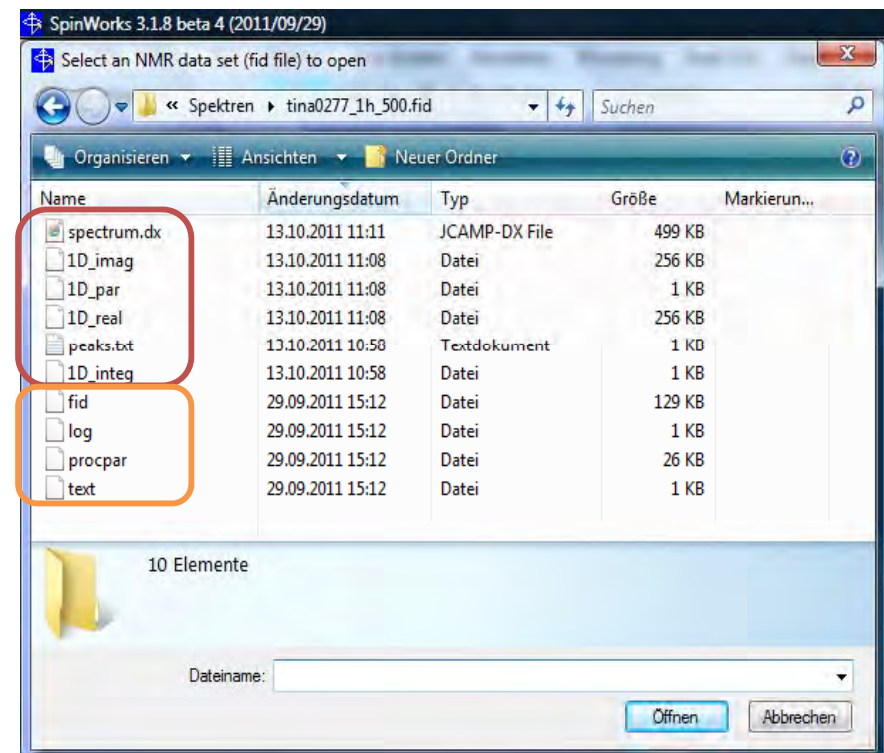
NMR-Auswertung mit SpinWorks



SpinWorks – Grundlegendes

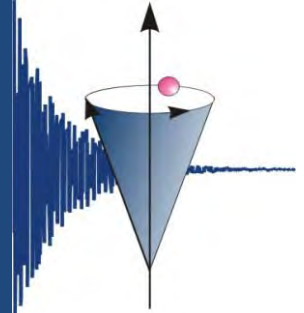


unbearbeitetes Spektrum

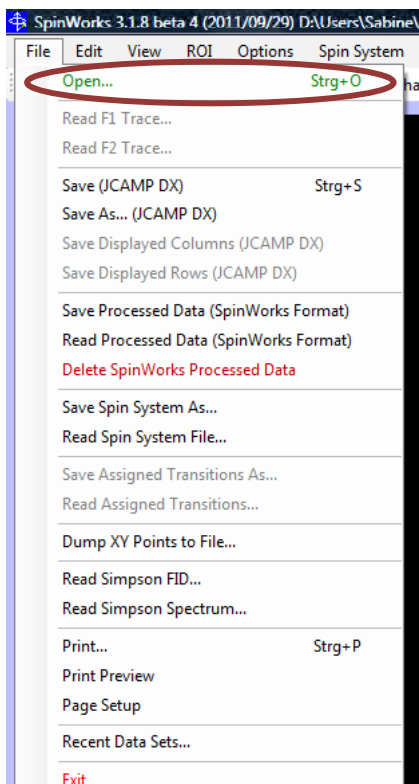


ein bereits in SpinWorks bearbeitetes Spektrum

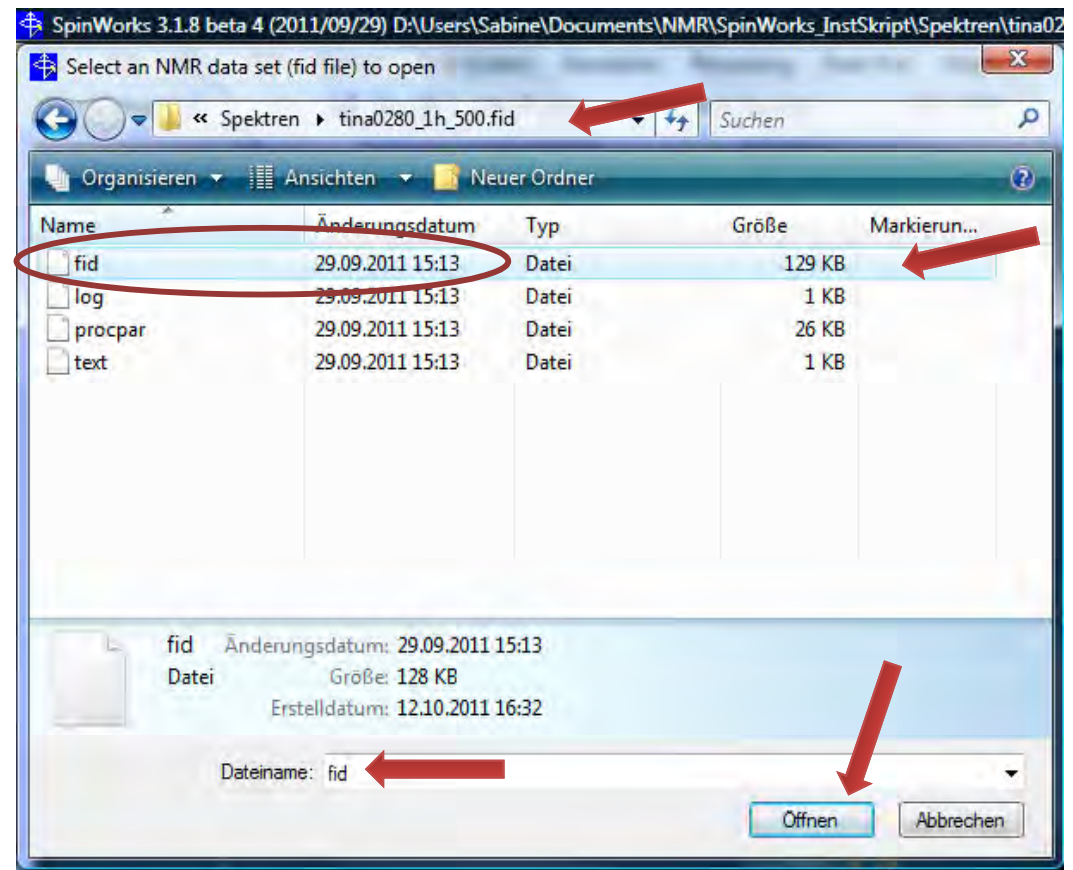
NMR-Auswertung mit SpinWorks



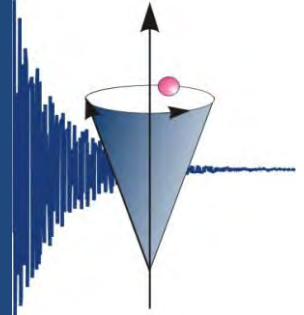
SpinWorks – Datei öffnen



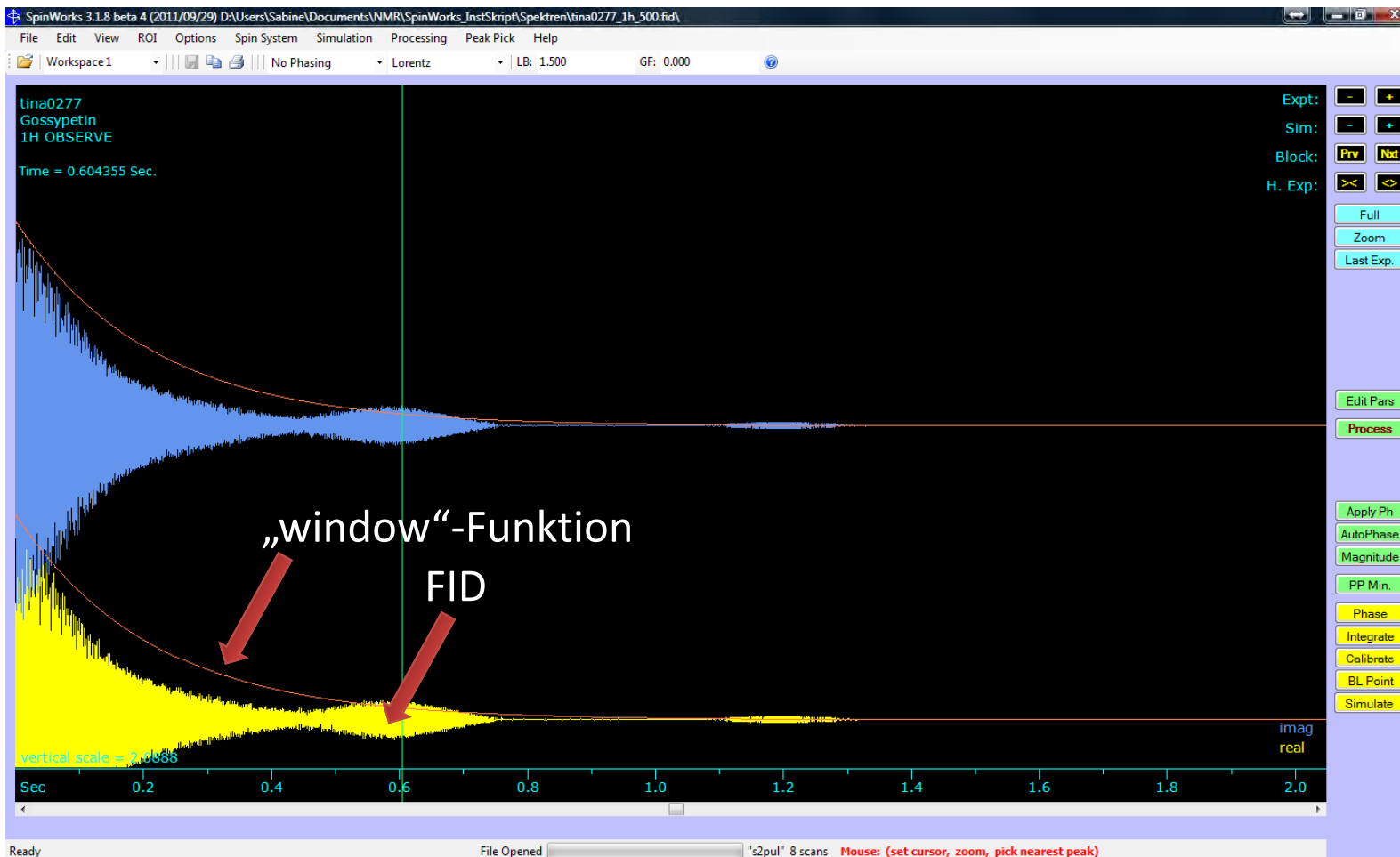
- Menüleiste *File* – *Open*
- Spektrum auswählen
- fid markieren
- Öffnen



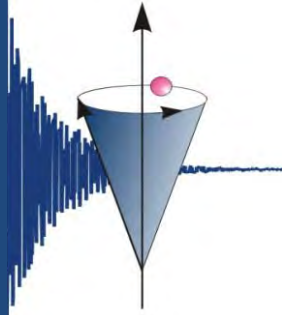
NMR-Auswertung mit SpinWorks



SpinWorks – Grundlegendes

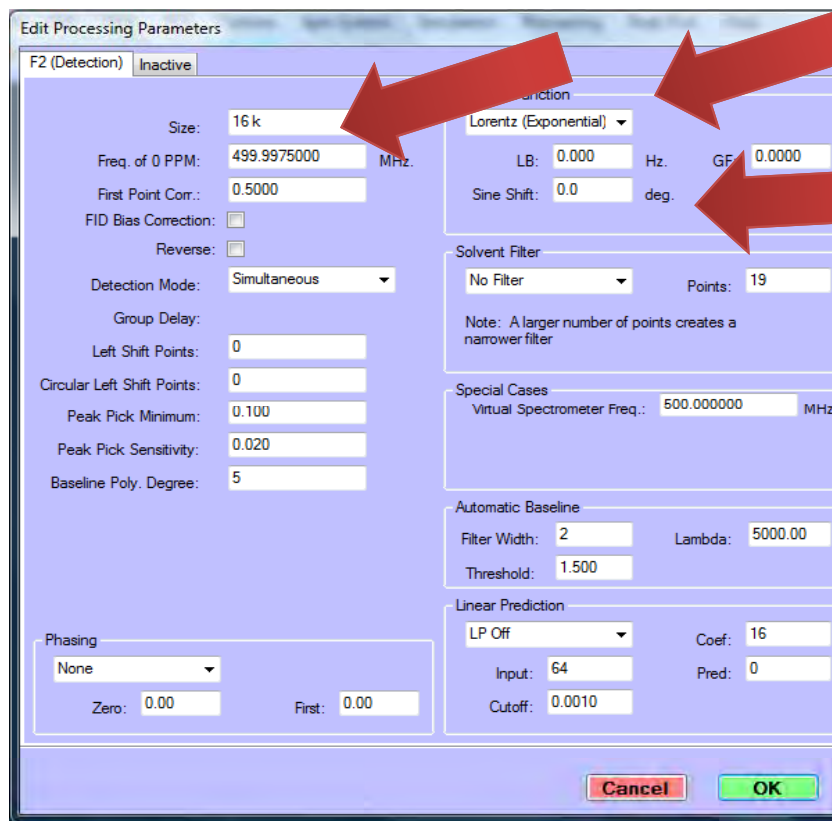


NMR-Auswertung mit SpinWorks



SpinWorks – Prozessieren

Edit – Processing Parameters



Für ^1H -Spektren gilt:

Window Function : *Sinus squared*

Sine Shift: *90 deg.*

Size: *32k oder 64k*

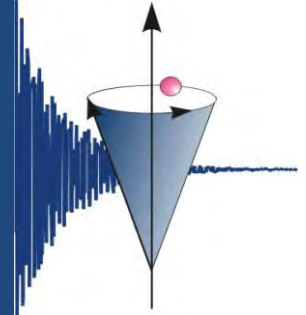
Für ^{13}C -Spektren gilt:

Window Function : *Lorentz (expon.)*

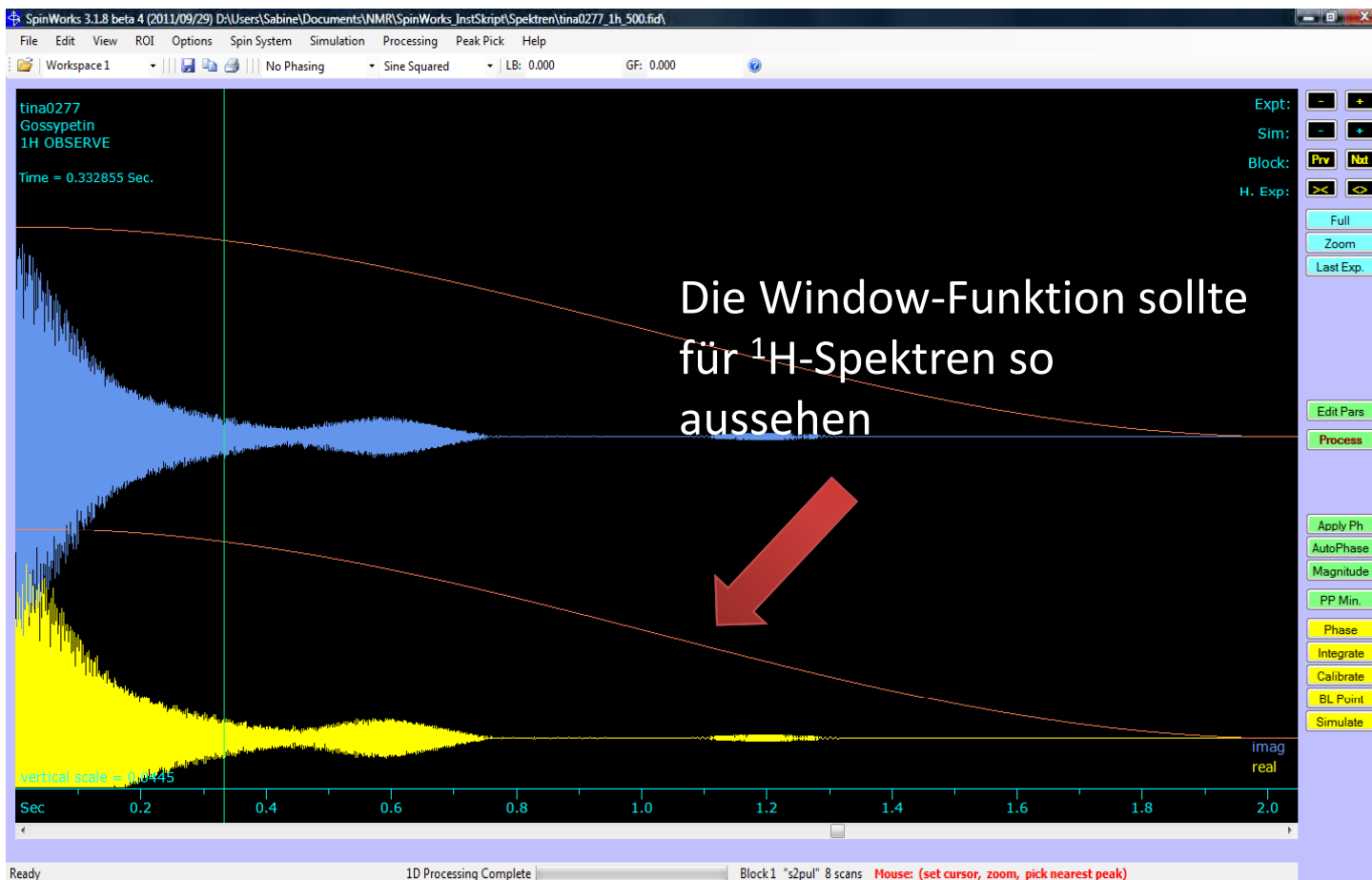
LB: *1.0*

Size: *32k oder 64k*

NMR-Auswertung mit SpinWorks



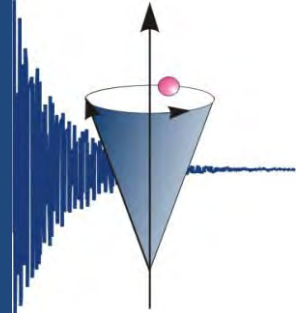
SpinWorks – Prozessieren



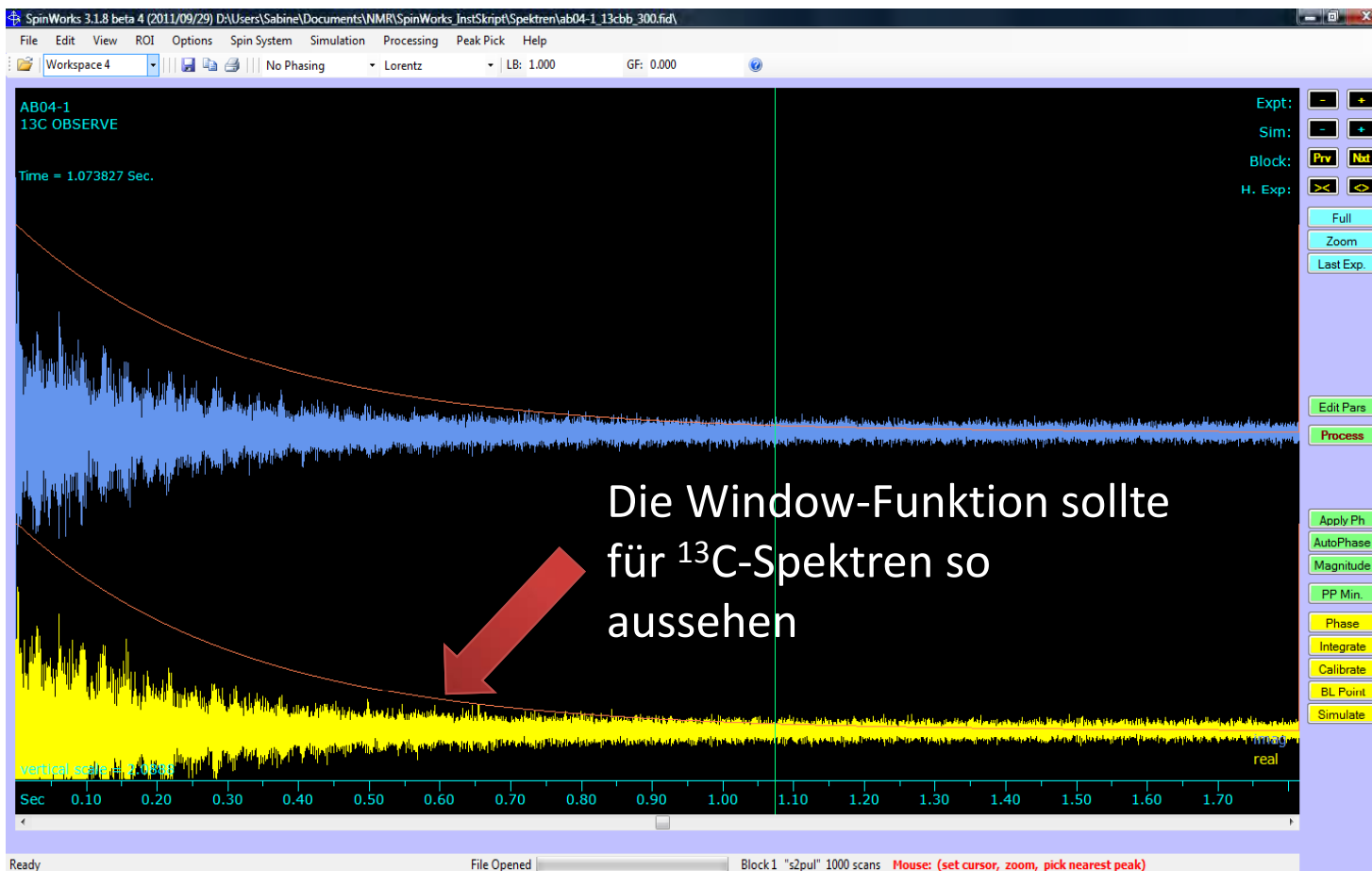
Danach

Process

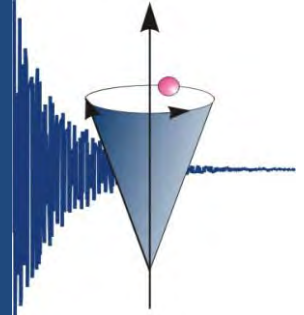
NMR-Auswertung mit SpinWorks



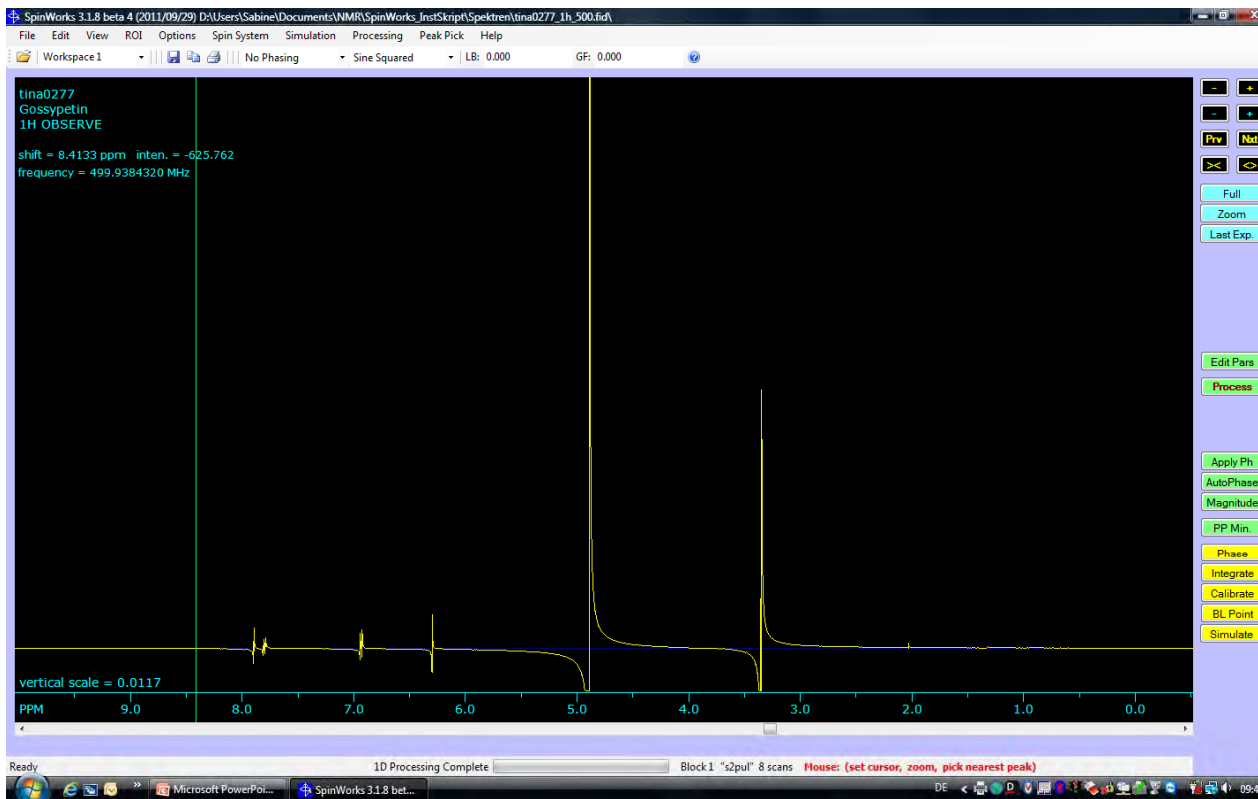
SpinWorks – Prozessieren



NMR-Auswertung mit SpinWorks

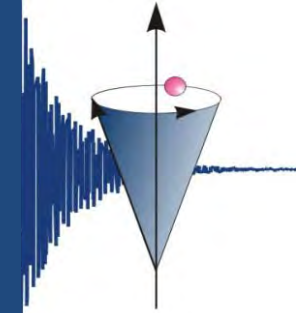


SpinWorks – Phasieren



AutoPhase

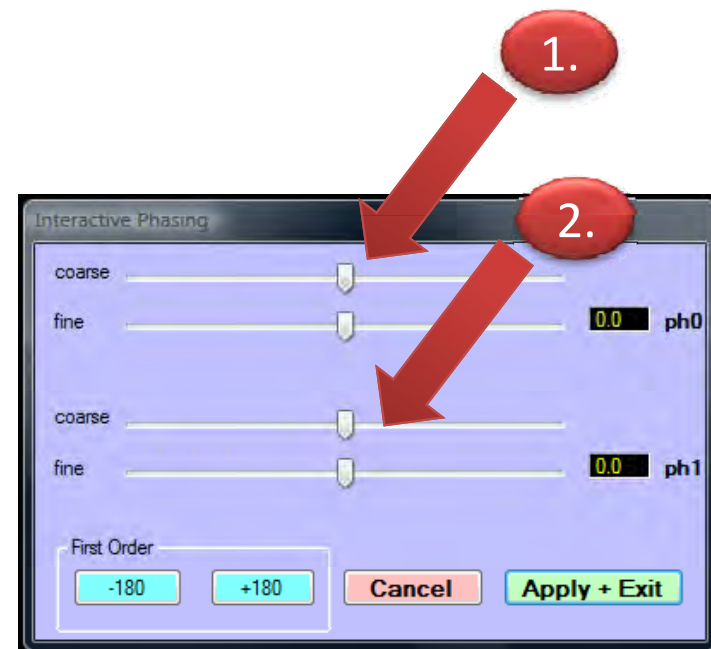
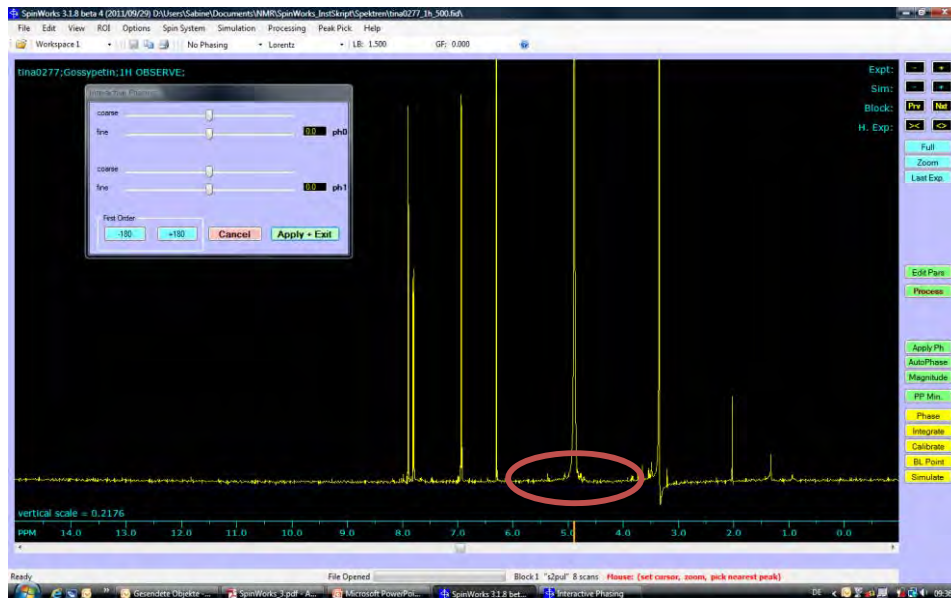
NMR-Auswertung mit SpinWorks



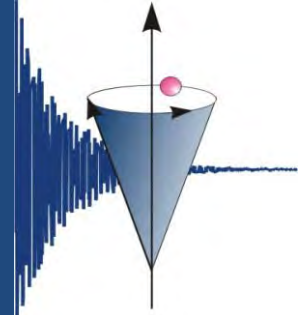
SpinWorks – Phasieren

- Wenn die Autophasierung nicht optimal ist -> manuell
- Spektrum groß ziehen (Mausrad)

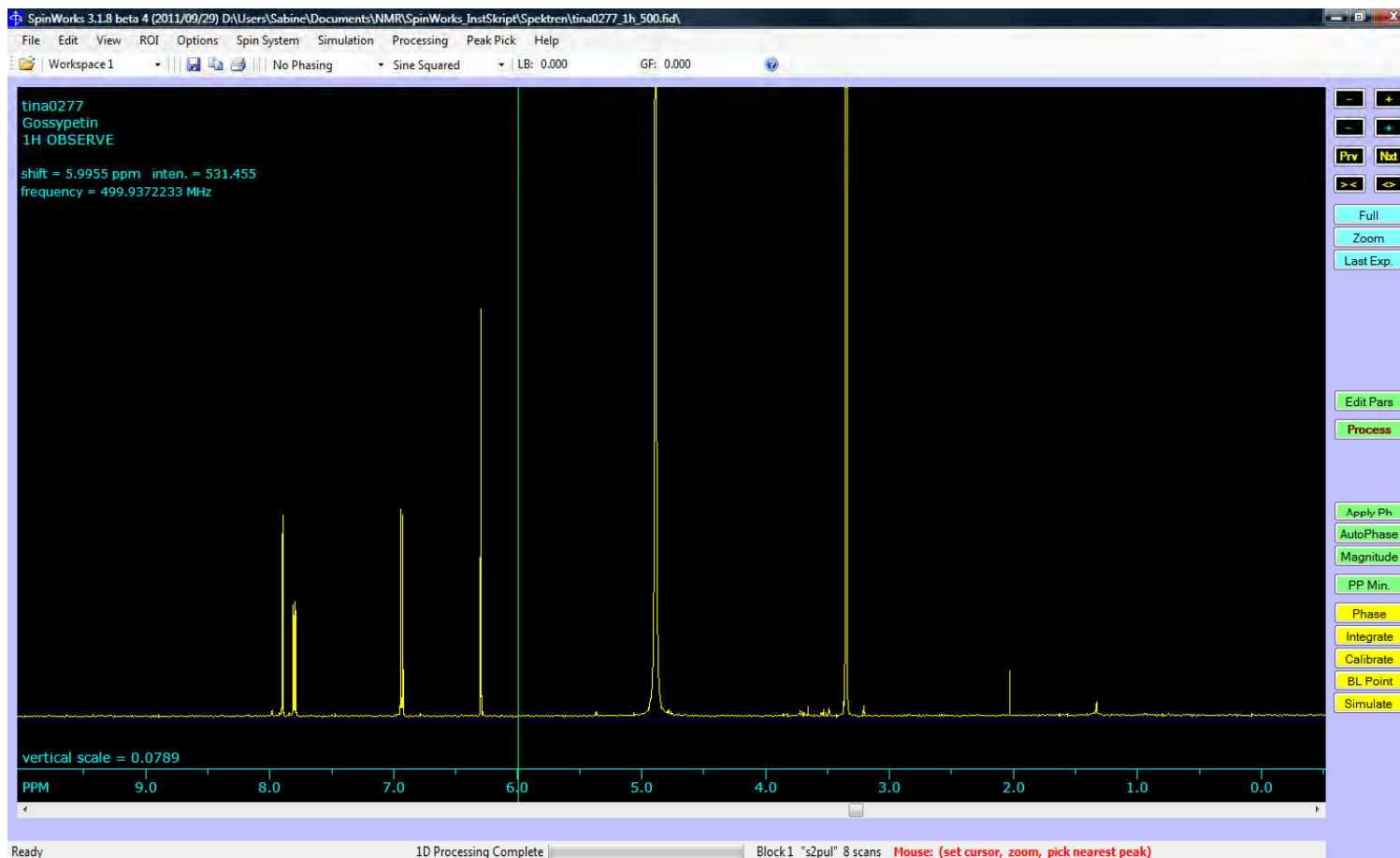
Phase



NMR-Auswertung mit SpinWorks

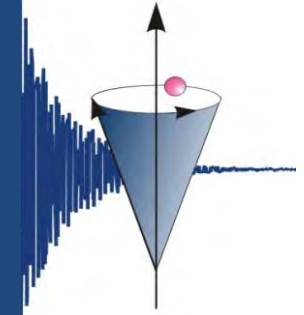


SpinWorks – Phasieren



So sollte ein gut phasiertes Spektrum aussehen

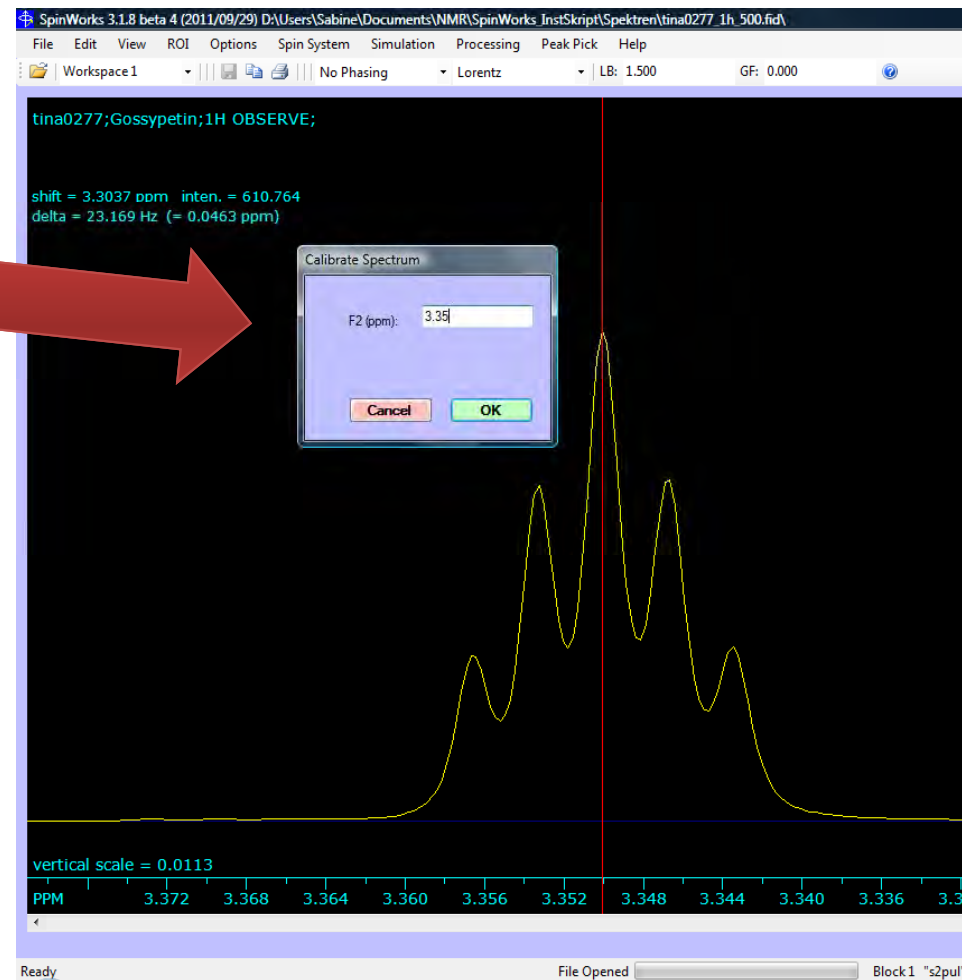
NMR-Auswertung mit SpinWorks



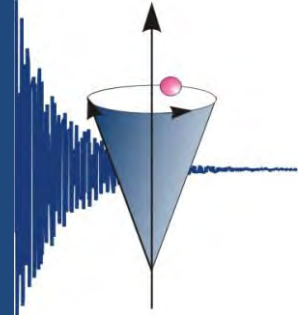
SpinWorks – Kalibrierung

- Referenzpeak vergrößern
- linke MT – Zentrum markieren
- Wert eintragen

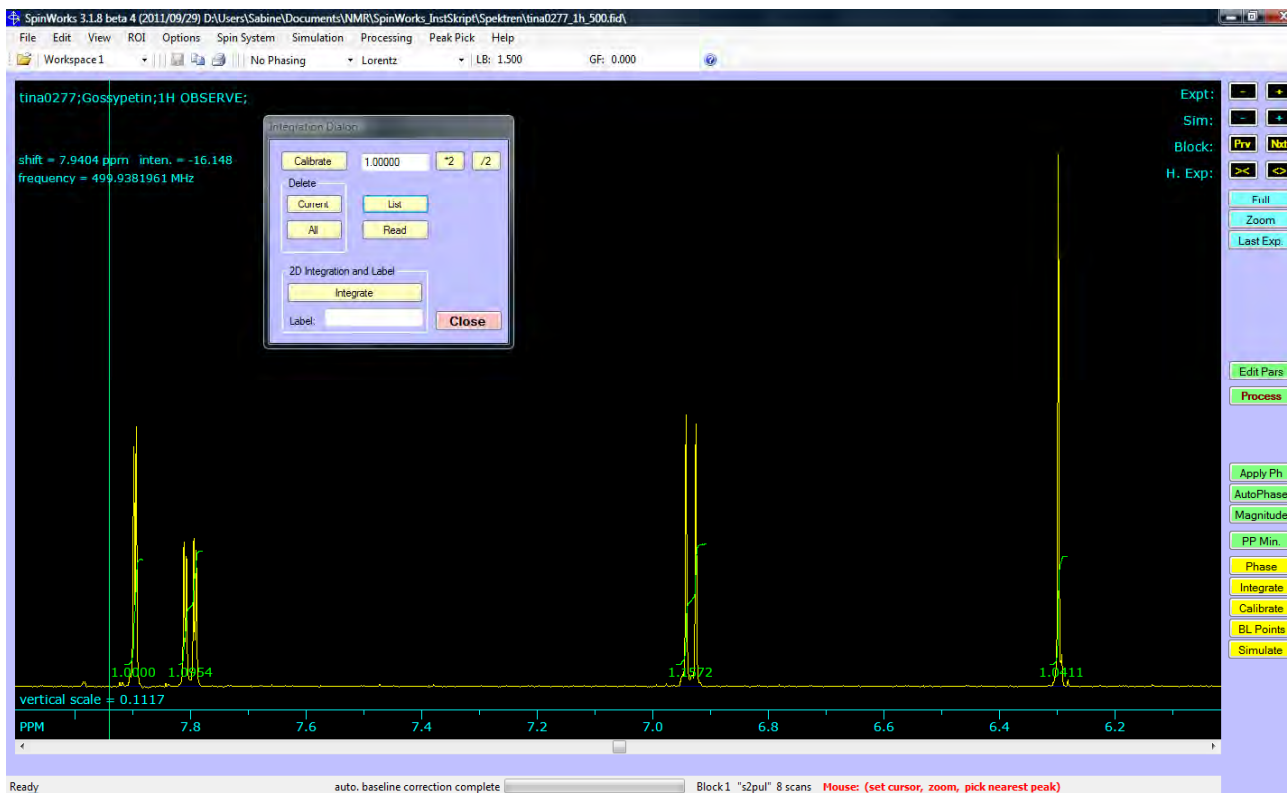
Calibrate



NMR-Auswertung mit SpinWorks

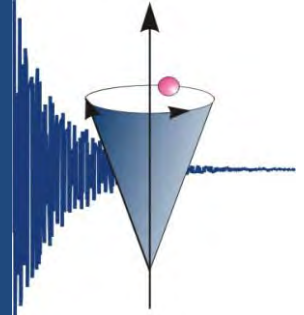


SpinWorks – ^1H -Spektren – Integrale

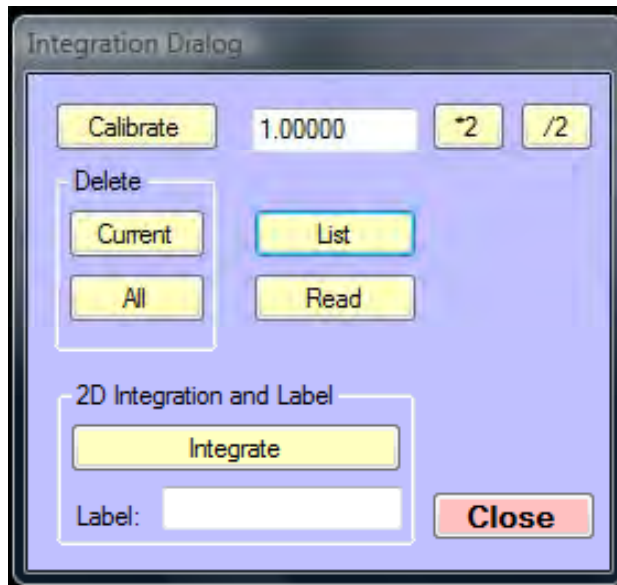


- Bereiche größer ziehen –
- auf der linken Spektrumseite beginnen
- **Integrate**
- mit der linken Maustaste auf der linken Seite des Peaks klicken
- mit der linken Maustaste auf der rechten Seite des Peaks klicken
- zum nächsten Peak gehen, bis alle Integrale gesetzt sind.
- Close.

NMR-Auswertung mit SpinWorks

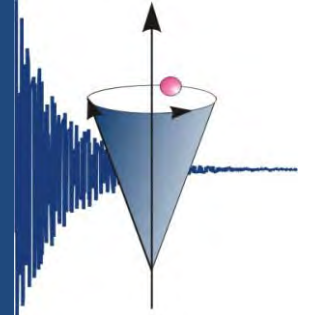


SpinWorks – ^1H -Spektren – Integrale

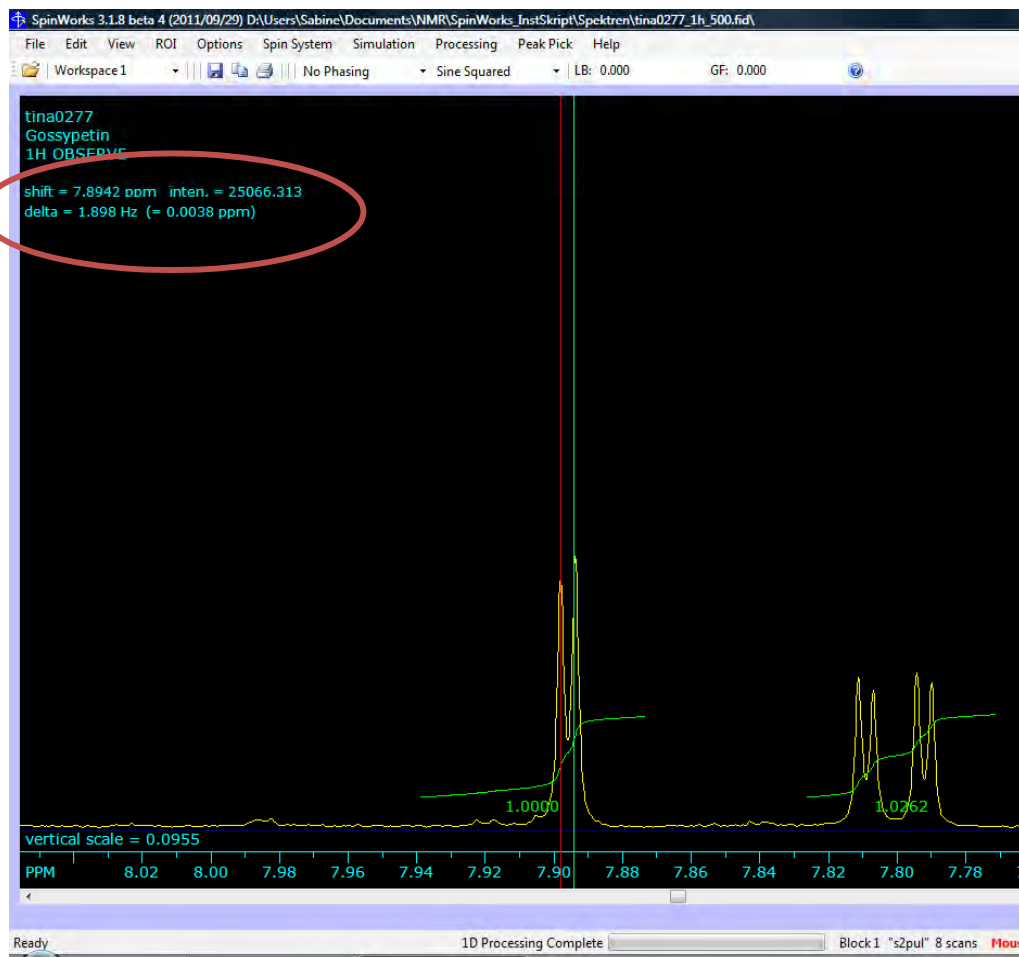


- Ferner gibt es die Möglichkeit, Integrale zu löschen oder zu kalibrieren.
 - Integrale löschen: *Delete All*
 - Bestimmte Integrale löschen: gewünschtes Integral markieren – *Delete Current*
 - Integral kalibrieren: gewünschtes Integral markieren – Wert eintragen – *Calibrate*
 - Integral-Liste anzeigen: *List*

NMR-Auswertung mit SpinWorks

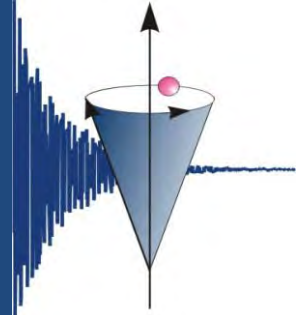


SpinWorks – ^1H -Spektren - Kopplungskonstanten

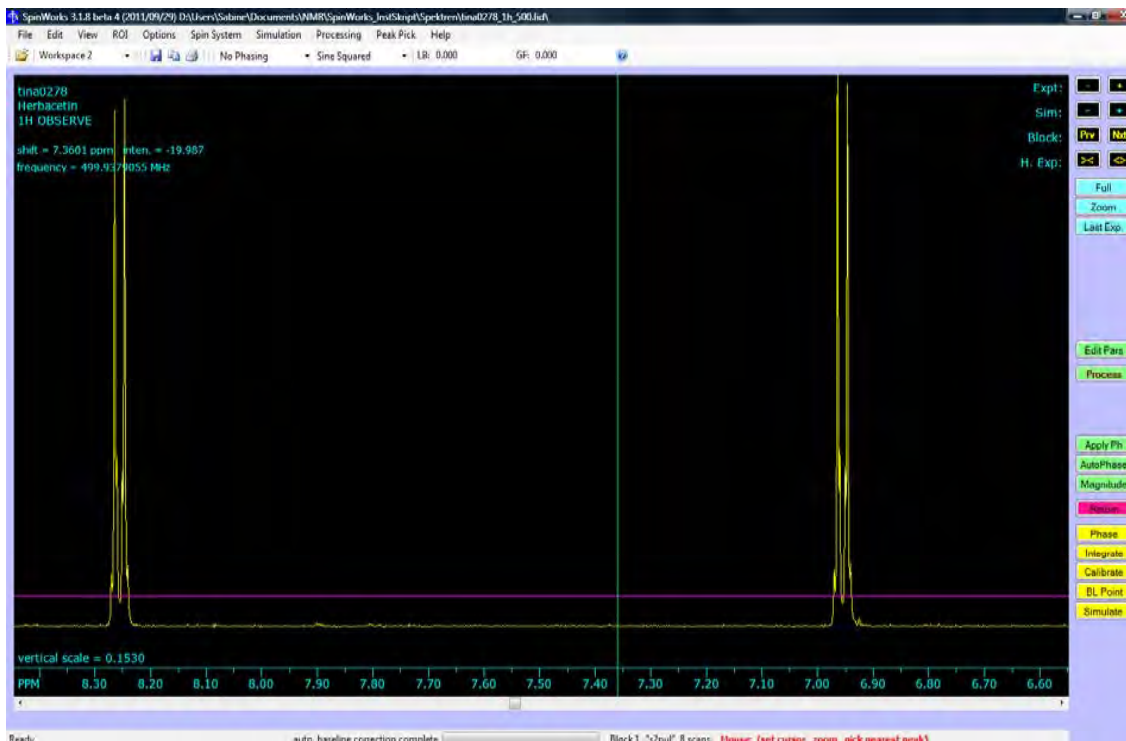


- Wie im VNMR-Programm ist möglich, Kopplungskonstanten abzulesen.
- mit linker Maustaste auf Peak klicken (rote Linie), dann mit der grünen Linie auf einen weiteren gehen und oben links die Kopplungskonstante (delta) ablesen.

NMR-Auswertung mit SpinWorks

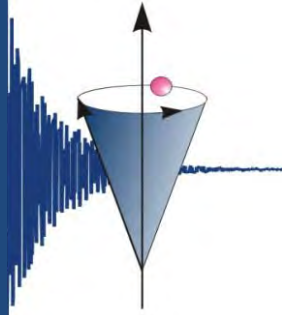


SpinWorks – Peak Picking



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

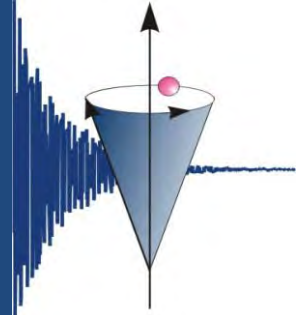
NMR-Auswertung mit SpinWorks



■ SpinWorks – Peak Picking

- 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.

NMR-Auswertung mit SpinWorks

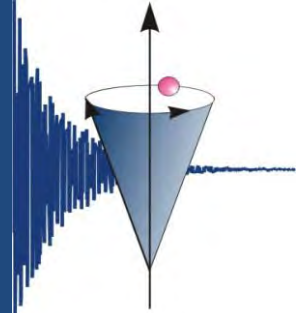


SpinWorks – Drucken



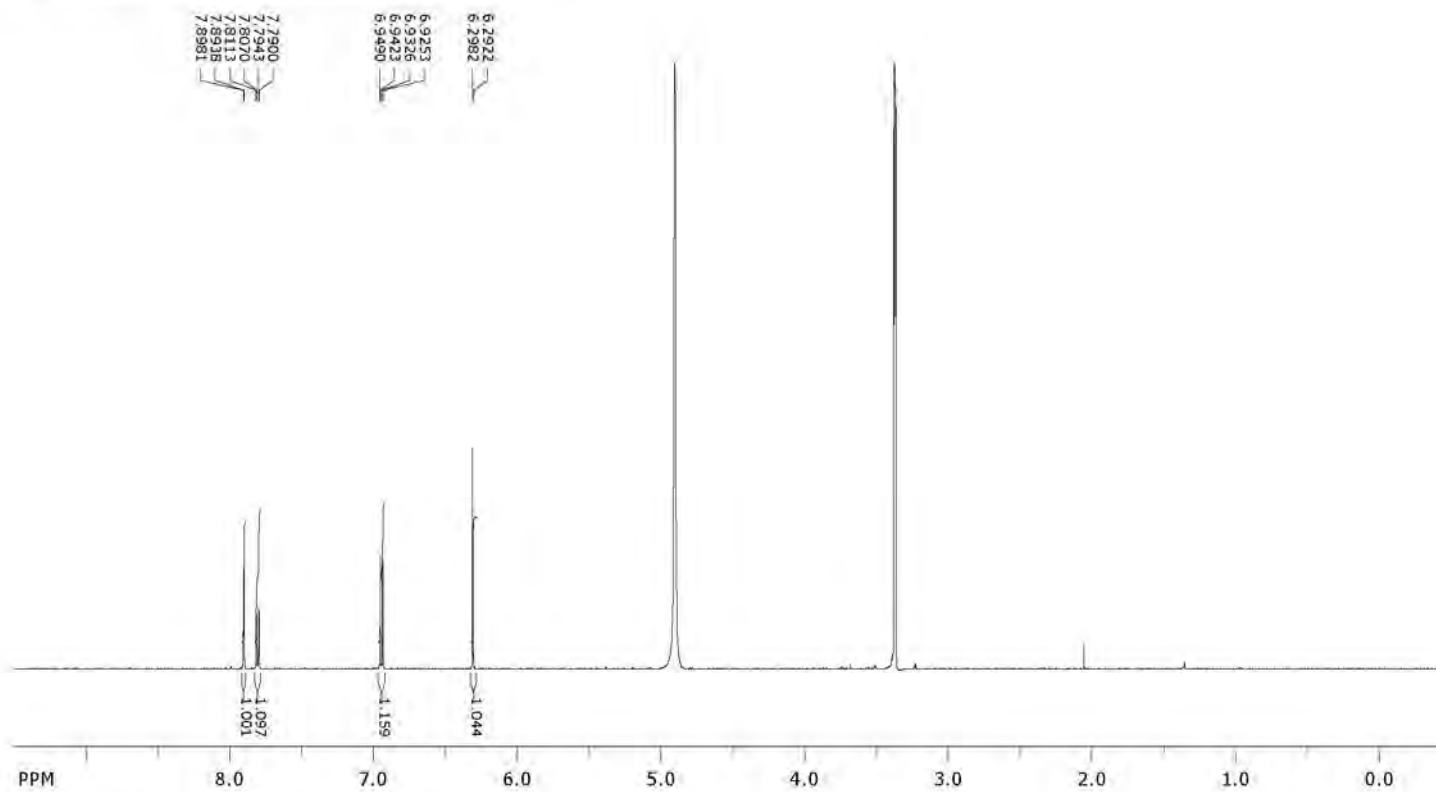
- folgende Optionen markieren:
 - Axis
 - Integrals
 - Parameters
 - Peak Labels
 - Spectrum
 - Title
- Ok
- Drucker auswählen

NMR-Auswertung mit SpinWorks



SpinWorks – Drucken

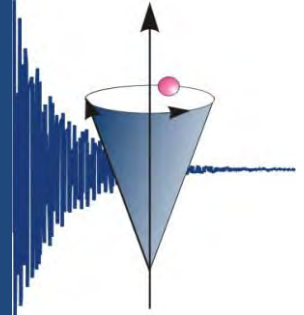
SpinWorks 3: tina0277;Gossypetin;1H OBSERVE;



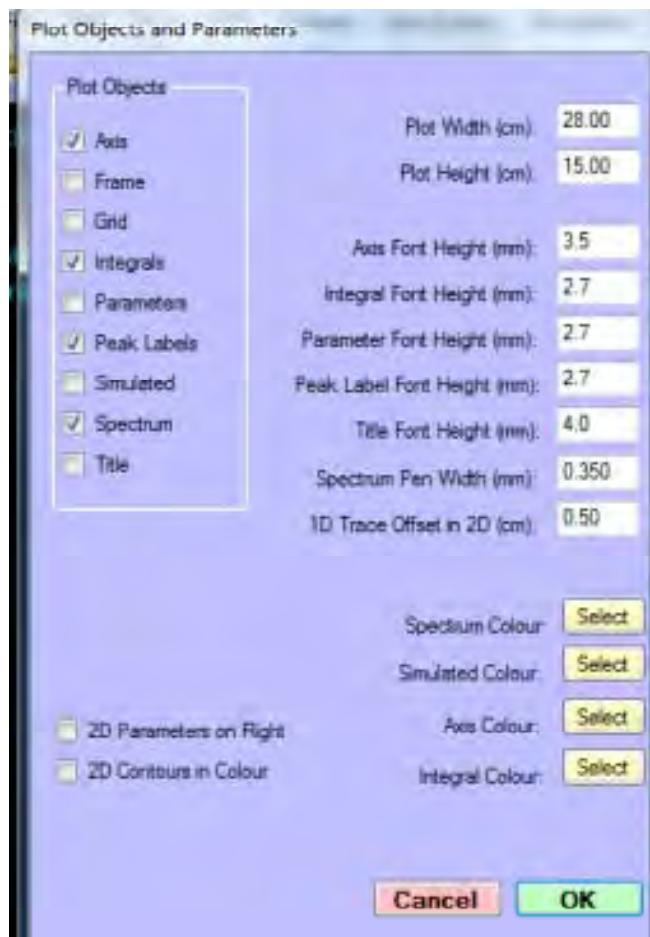
file: ...t\Spektren\tina0277_1h_500.fid\fid_block# 1 expt: "s2pul"
transmitter freq.: 499.937735 MHz
time domain size: 32764 points
width: 8000.00 Hz = 16.0020 ppm = 0.244170 Hz/pt
number of scans: 8

freq. of 0 ppm: 499.934226 MHz
processed size: 65536 complex points
LB: 0.000 GF: 0.0000
Hz/cm: 178.548 ppm/cm: 0.35714

NMR-Auswertung mit SpinWorks

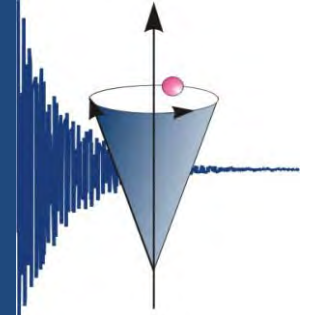


SpinWorks – Einbinden in Office-Programme

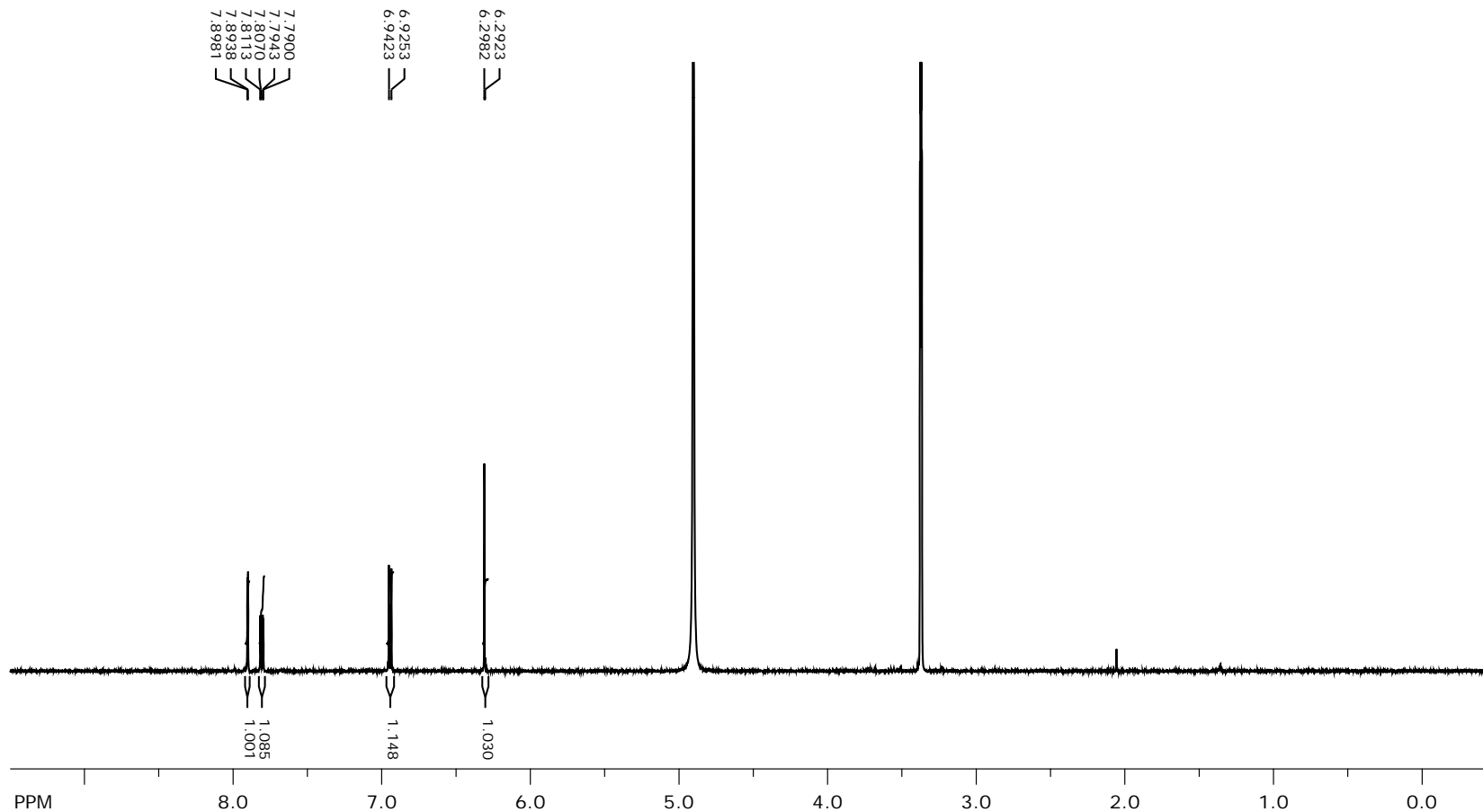


- folgende Optionen markieren:
 - Axis
 - Integrals
 - Peak Labels
 - Spectrum
- *Spektrum Pen Width (mm)*: hier kann man ein wenig experimentieren → 0.3 oder 0.35 ist ok
- Menüleiste – Edit
- *Copy MetaFile to Clipboard (Win 32 API format)* oder Ctrl-C
- dann in Word oder Powerpoint Ctrl-V.

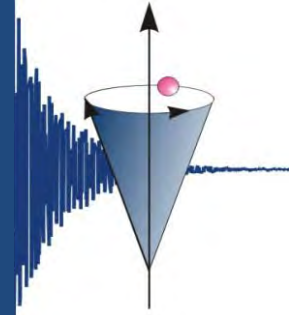
NMR-Auswertung mit SpinWorks



SpinWorks – Einbinden in Office-Programme

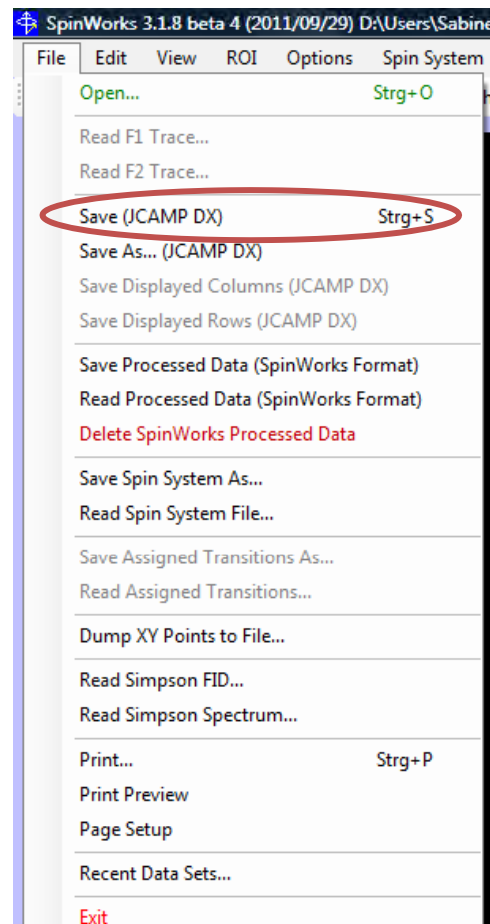


NMR-Auswertung mit SpinWorks

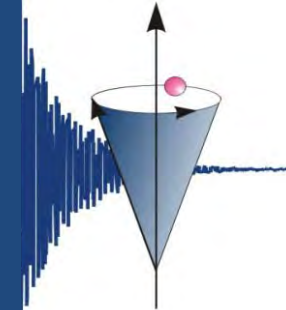


SpinWorks – Speichern

- Menuleiste *File*
- Save (JCAMP DX) oder Ctrl-S (Strg-S)



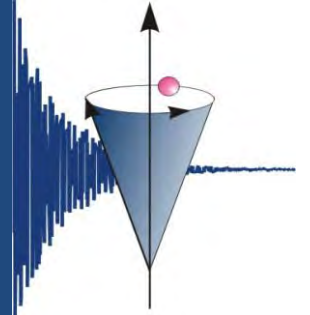
NMR-Auswertung mit SpinWorks



■ Homepage

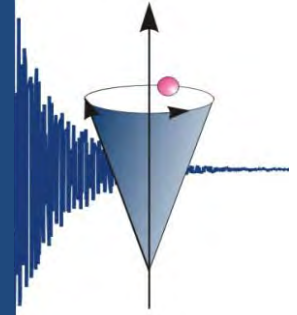
- Wir haben übrigens auch eine Seite auf unserer Homepage, auf der Wissenswertes, Formulare und natürlich auch diese Anleitung zu finden sind:
- <https://bioorganische-chemie.uni-hohenheim.de/nmr>

NMR-Auswertung mit SpinWorks



VIEL SPASS UND
DANKE FÜR DIE
AUFMERKSAMKEIT

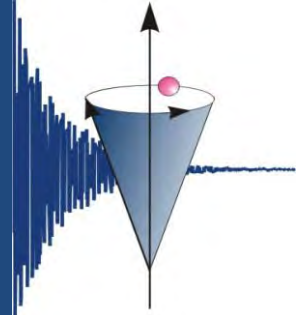
NMR-Auswertung mit SpinWorks



SpinWorks – 2D-Spektren

A screenshot of the SpinWorks 3.1.8 beta 4 software interface. The main window displays a 1D NMR spectrum with a horizontal axis labeled 'PPM' ranging from 9.0 to 1.0. A vertical scale of 0.1861 is indicated. A dialog box titled 'SpinWorks 3' is open in the center, displaying a question mark icon and the text 'This appears to be 2D data. Switch to 2D mode?'. The dialog box has two buttons: 'Ja' (Yes) and 'Nein' (No). A red arrow points to the 'Ja' button. The software interface includes a menu bar (File, Edit, View, ROI, Options, Spin System, Simulation, Processing, Peak Pick, Help) and a toolbar with various processing options like 'Edit Pars', 'Process', 'Apply Ph', 'AutoPhase', 'Magnitude', 'PP Min.', 'Phase', 'Integrate', 'Calibrate', 'BL Point', and 'Simulate'. The status bar at the bottom indicates 'Opening Data Set' and 'Block1 undefined 8 scans'.

NMR-Auswertung mit SpinWorks



SpinWorks – 2D-Spektren

Floor:
Range:
Trace:
1D Scale:

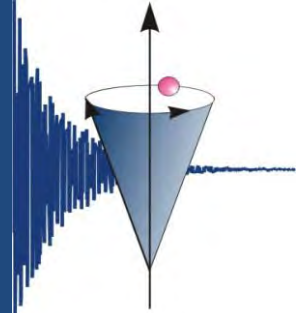
Full
Zoom
Last Exp.
1D Display
Pos Only
Image
Col
Clear

Full
Zoom
Last Exp.
2D Display
Pos Only
Contour
Col
Clear

Edit Pars
Proc. Both
F2 Only
F1 Only
Apply Ph
Apply Ph
Magnitude

Phase
Integrate
Calibrate
BL Point

NMR-Auswertung mit SpinWorks



SpinWorks – 2D-Spektren – Edit Processing Parameters

The screenshot shows the 'Edit Processing Parameters' dialog box for the 'F2 (Detection)' channel. The 'F2 (Detection)' tab is selected and circled in red. Red arrows point to the 'Size' (2048), 'Window Function' (Sine), 'LB' (10.000 Hz), 'Sine Shift' (0.0 deg), and 'Detection Mode' (Simultaneous) fields.

Edit Processing Parameters
F2 (Detection) | F1 (Evolution)

Size: 2048
Freq. of 0 PPM: 299.8100611 MHz
First Point Corr.: 0.5000
FID Bias Correction:
Reverse:
Detection Mode: Simultaneous
Group Delay:
Left Shift Points: 0
Circular Left Shift Points: 0
Peak Pick Minimum: 0.100
Peak Pick Sensitivity: 0.020
Baseline Poly. Degree: 5

Window Function: Sine
LB: 10.000 Hz
Sine Shift: 0.0 deg

Solvent Filter: No Filter Points: 19
Note: A larger number of points creates a narrower filter

Special Cases
Virtual Spectrometer Freq.: 299.811318 MHz

Automatic Baseline
Filter Width: 2 Lambda: 500000.00
Threshold: 1500.000

Linear Prediction
LP Off
Coef: 16
Input: 64
Cutoff: 0.0010
Pred: 0

Phasing
None
Zero: 21.55 First: -16.13

Buttons: Cancel, OK

F2 (Detection)

The screenshot shows the 'Edit Processing Parameters' dialog box for the 'F1 (Evolution)' channel. The 'F1 (Evolution)' tab is selected and circled in green. Green arrows point to the 'Size' (512), 'Window Function' (Sine), 'Sine Shift' (0.0 deg), 'Detection Mode' (COSY/HMBC Type), and 'F1 Reference Frequency' (299.81131800 MHz) fields.

Edit Processing Parameters
F2 (Detection) | F1 (Evolution)

Size: 512
Freq. of 0 PPM: 299.8100611 MHz
First Point Corr.: 0.5000
FID Bias Correction:
Reverse:
Detection Mode: COSY/HMBC Type
Special Cases
F1 Reference Frequency: 299.81131800 MHz
F1 Spectral Width: 2876.0426 Hz
Buttons: Observe, Decoupler, Decoupler2

Window Function: Sine
LB: 0.000 Hz
Sine Shift: 0.0 deg

HOGWASH Parameters
Gain: 0.10000 Thresh: 0.05000
Mask Width: 256 Pts.
Recon. Linewidth: 10.000 Hz
Recon. Lineshape: Gaussian

Automatic Baseline
Filter Width: 2 Lambda: 500000.00
Threshold: 1500.000

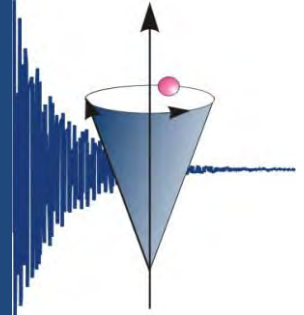
Linear Prediction
LP Off
Coef: 16
Input: 64
Cutoff: 0.0010
Pred: 128

Phasing
Magnitude
Zero: 0.00 First: 0.00

Buttons: Cancel, OK

F1 (Evolution)

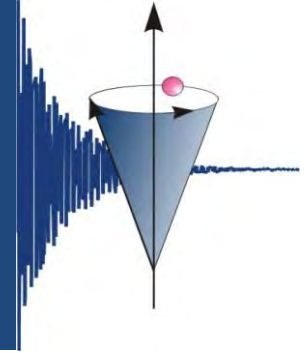
NMR-Auswertung mit SpinWorks



SpinWorks – 2D-Spektren – Processing Parameter

		F2 (Detection)				F1 (Evolution)				
		Detect. Mode	Size	Win. Func.	Sine Shift	Reverse	Detec. Mode	Size	Wind. Func.	Sine Shift
300	gCOSY	Simultaneous	2048	Sine	0		COSY/HMBC	512	Sine	0
	DQFCOSY	Simultaneous	2048	Sine Square	90		States	1024	Sine Square	90
	gHMBC	Simultaneous	2048	Sine	0		COSY/HMBC	1024	Sine	0
	gHSQC	Simultaneous	2048	Sine Square	90	X	Echo-Antiecho	512 / 1024	Sine Square	90
500	gCOSY	Simultaneous	2048	Sine Square				512		
	DQFCOSY	Simultaneous	2048	Sine Square	90	X	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
	ghmbcad	Simultaneous	2048	Sine Square	0		Funktioniert noch nicht richtig			

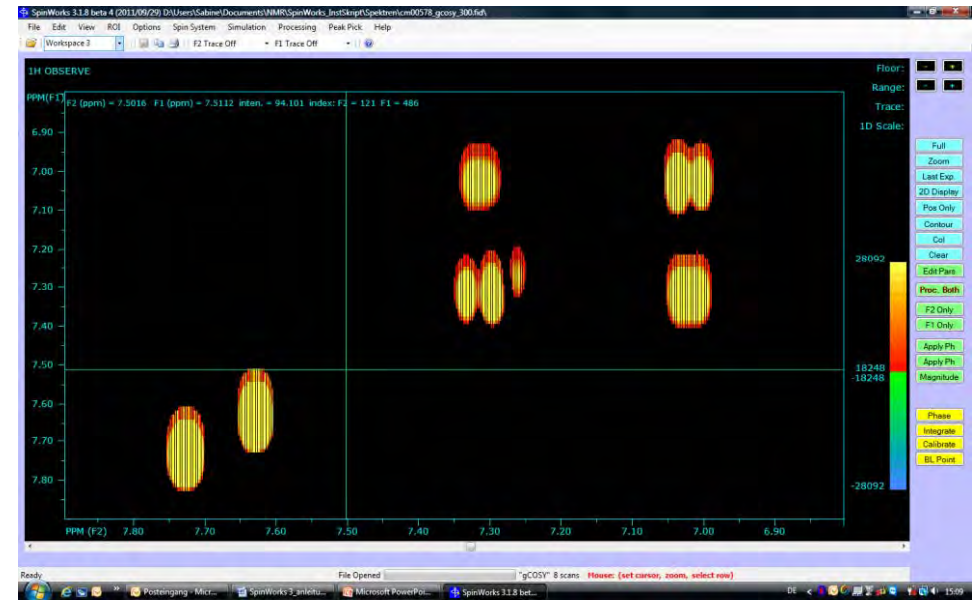
NMR-Auswertung mit SpinWorks



SpinWorks – 2D-Spektren

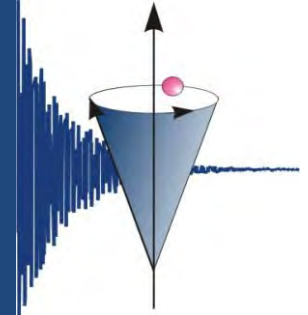


Contour

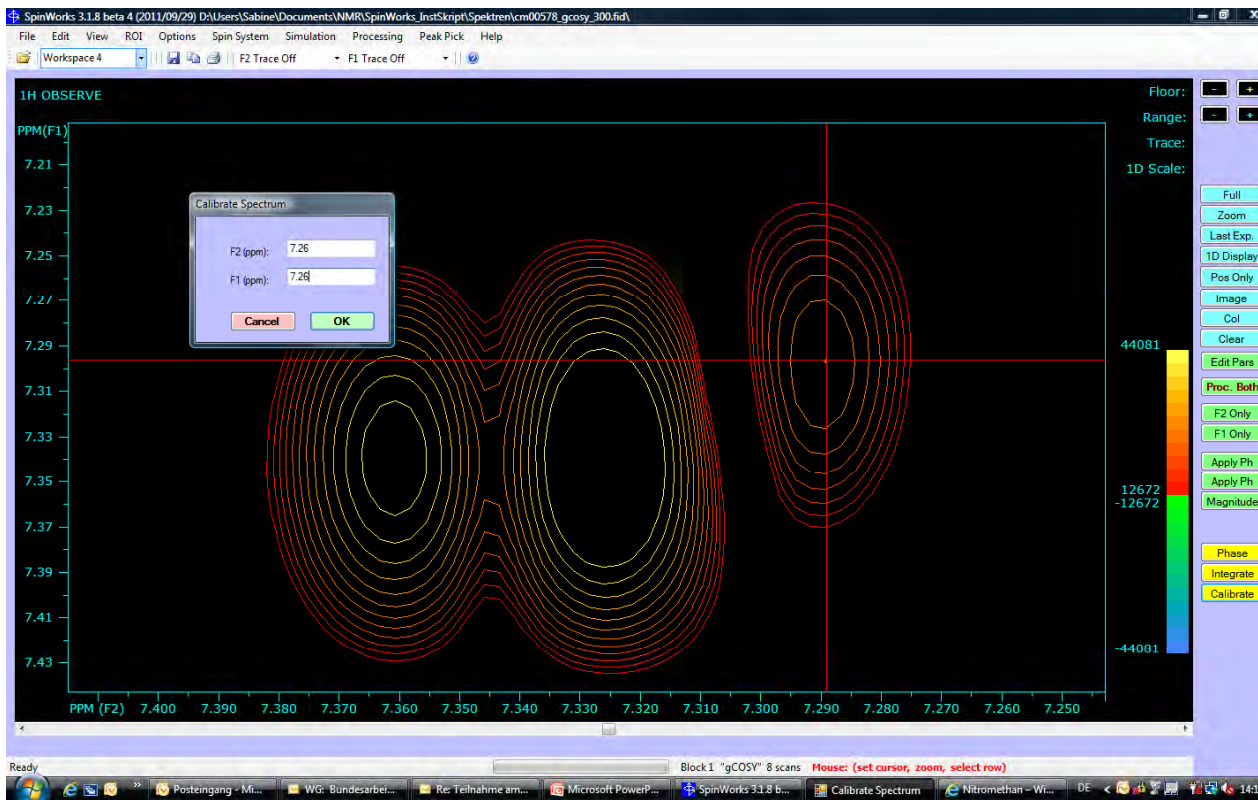


Image

NMR-Auswertung mit SpinWorks



SpinWorks – 2D-Spektren – Kalibrieren



Calibrate

Calibrate Spectrum

F2 (ppm): 7.26

F1 (ppm): 7.26

Cancel OK

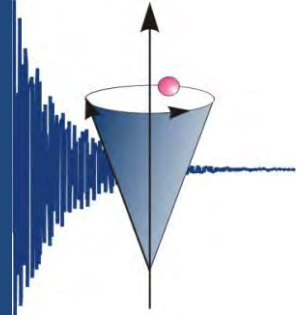
Calibrate Spectrum

F2 (ppm): 7.047290

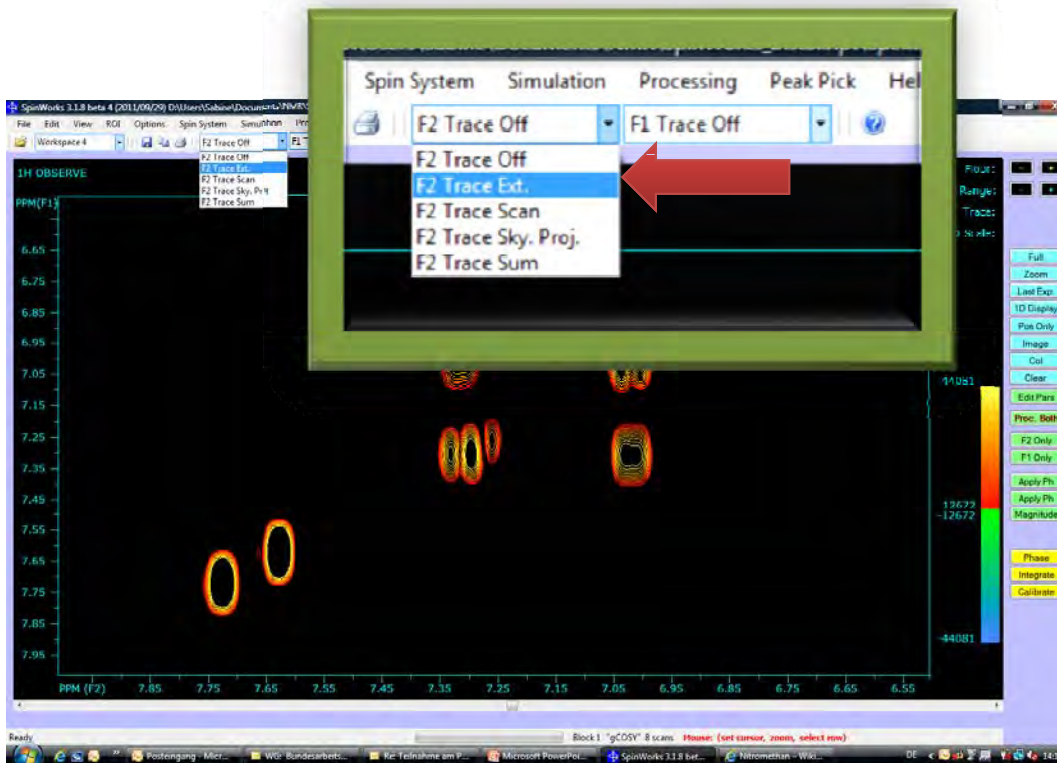
F1 (ppm): 115.437858

Cancel OK

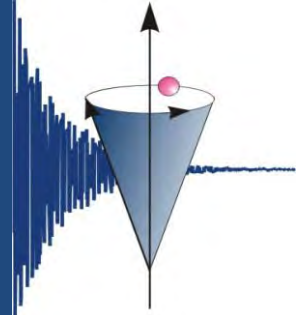
NMR-Auswertung mit SpinWorks



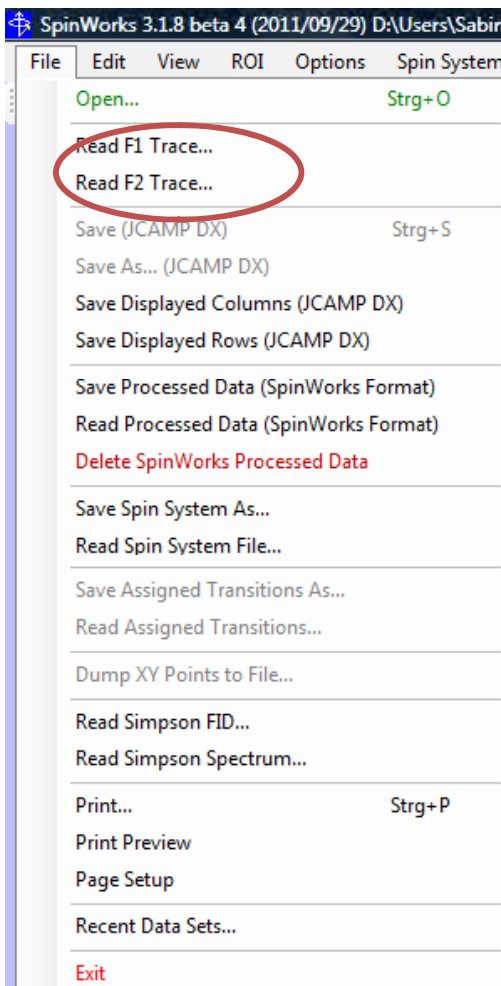
SpinWorks – 2D-Spektren – Traces



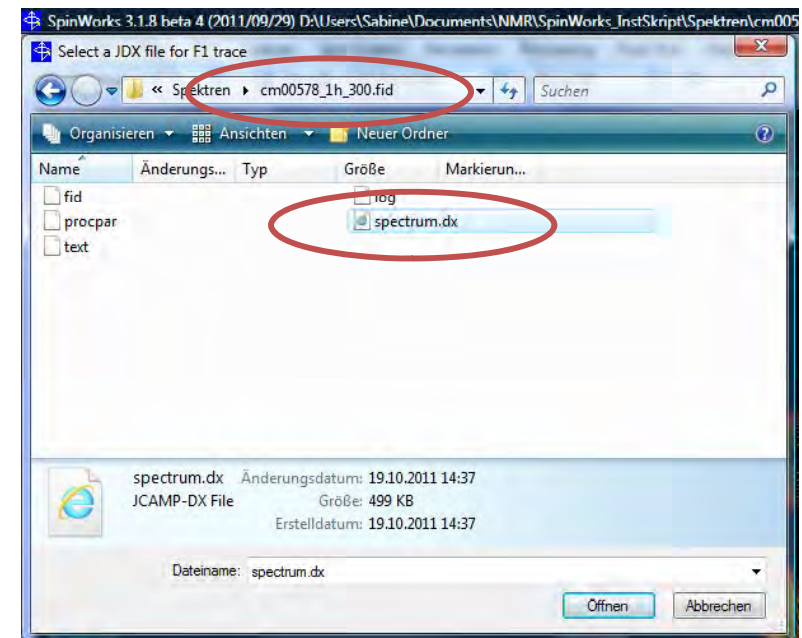
NMR-Auswertung mit SpinWorks



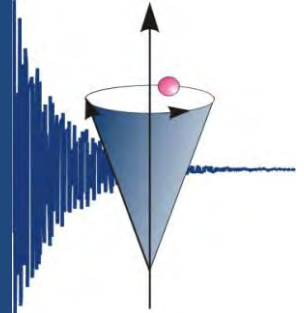
SpinWorks – 2D-Spektren – Traces



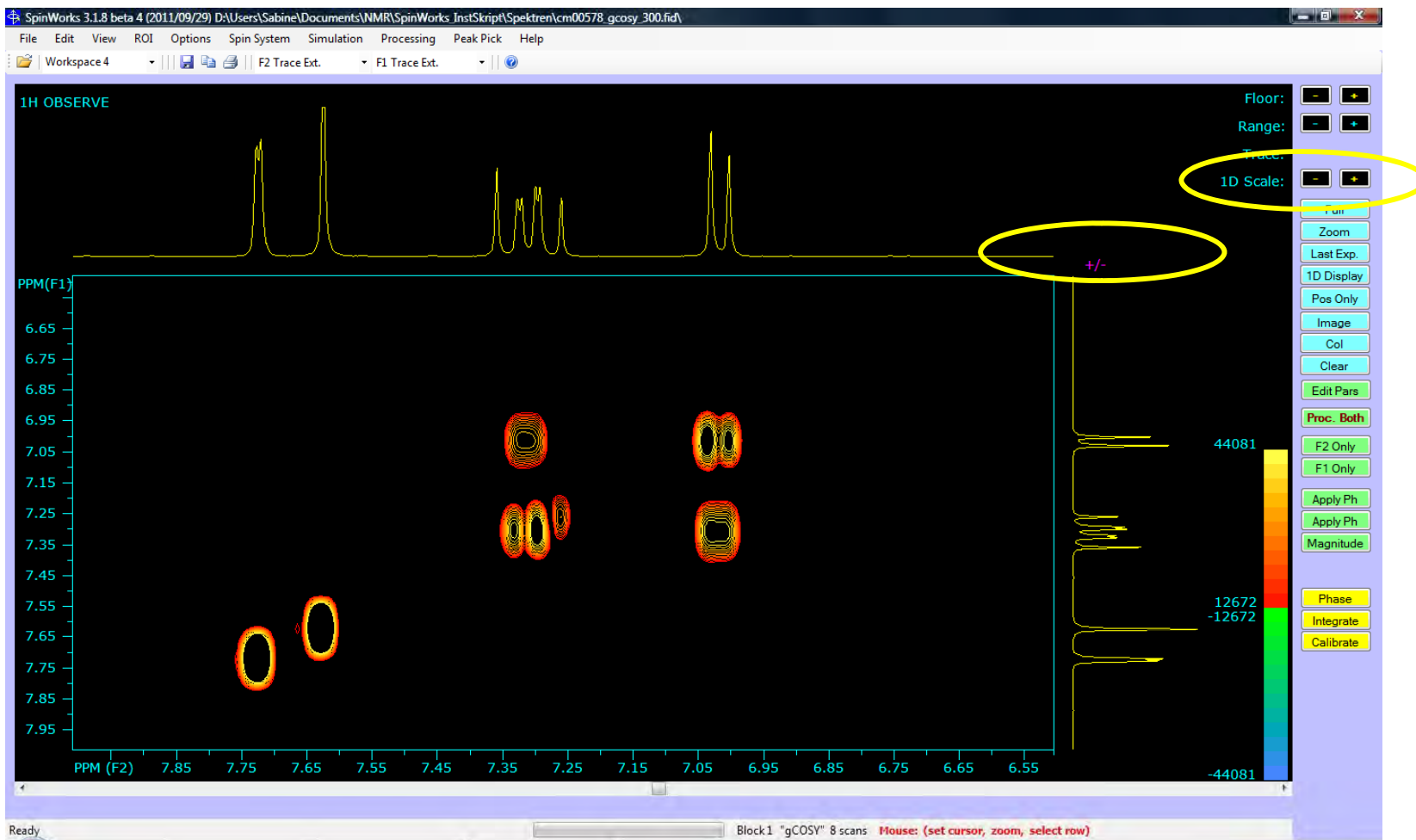
- Menuleiste *File* – *Read F1 Trace* – entsprechendes Spektrum laden, für *F2 Trace* entsprechend wiederholen.
- $F1 \rightarrow {}^{13}\text{C}$, $F2 \rightarrow {}^1\text{H}$ bei CH-Korrelationen, bei HH-Korrelationen zweimal das Protonenspektrum einfügen.



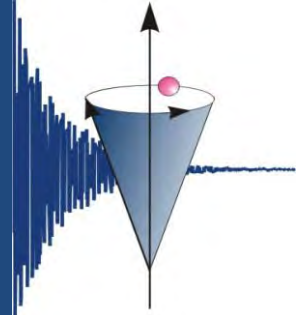
NMR-Auswertung mit SpinWorks



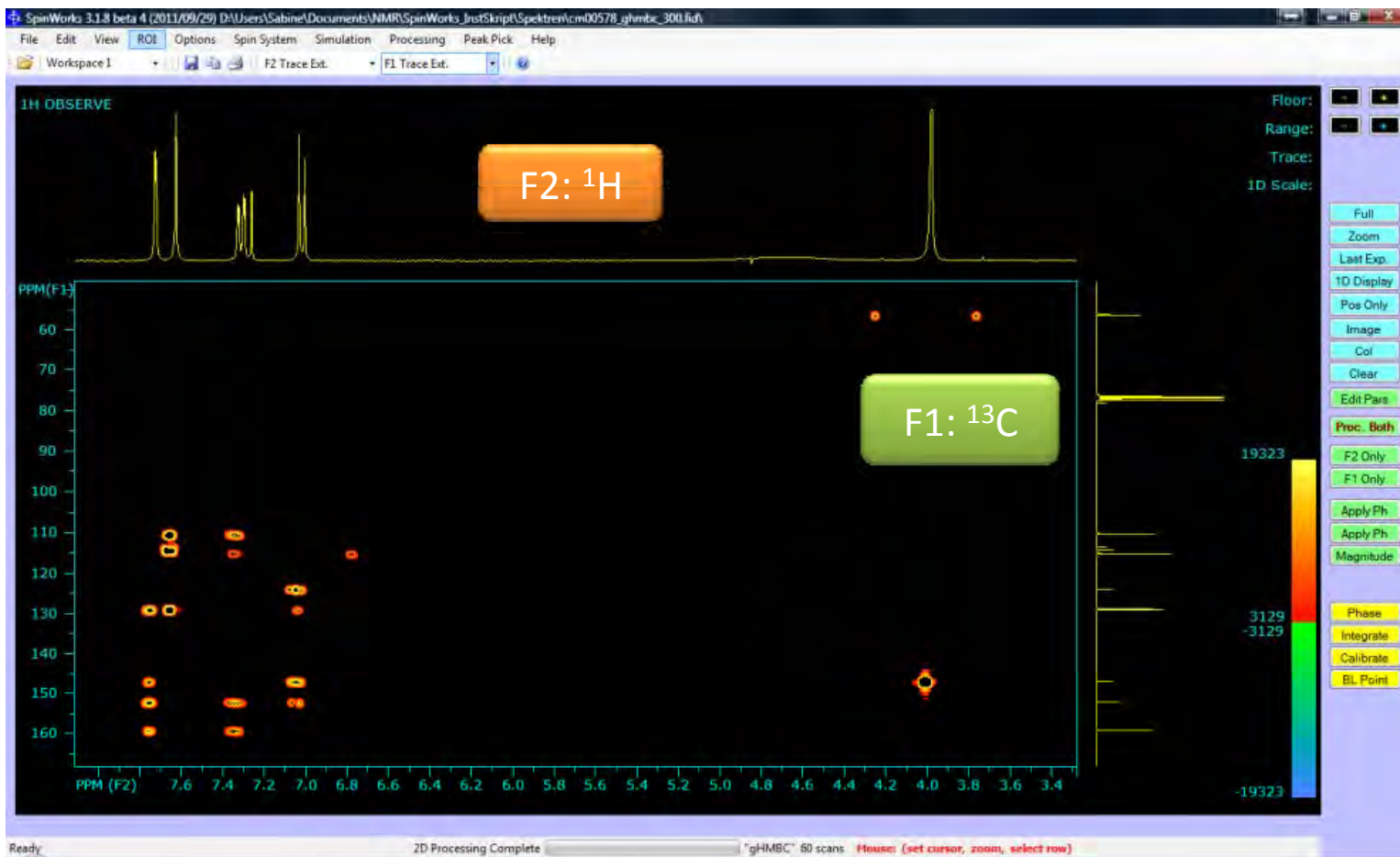
SpinWorks – 2D-Spektren – Traces



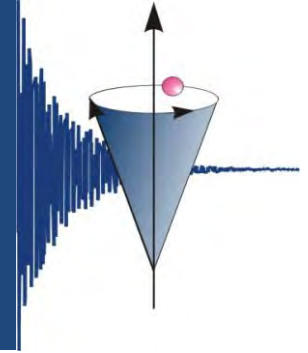
NMR-Auswertung mit SpinWorks



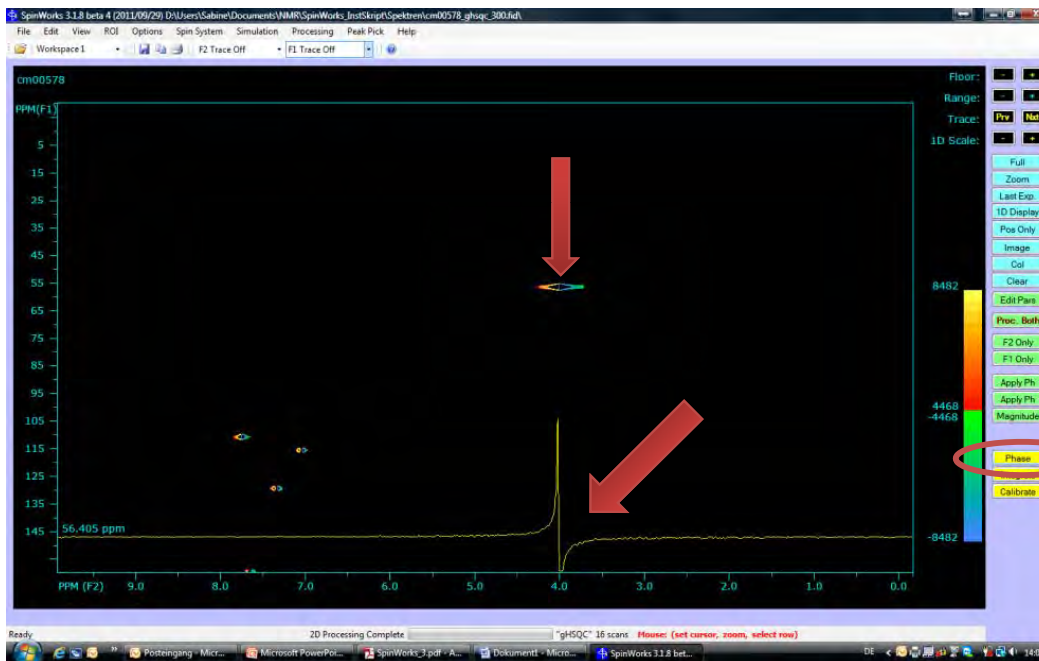
SpinWorks – 2D-Spektren – Traces



NMR-Auswertung mit SpinWorks



SpinWorks – 2D-Spektren - Phasieren

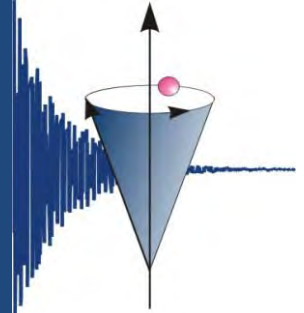


Peak mit der **rechten** Maustaste auswählen

Phase



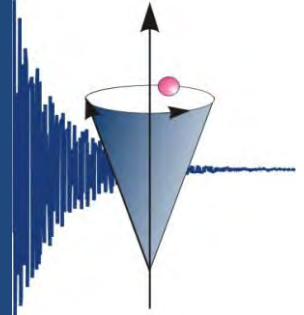
NMR-Auswertung mit SpinWorks



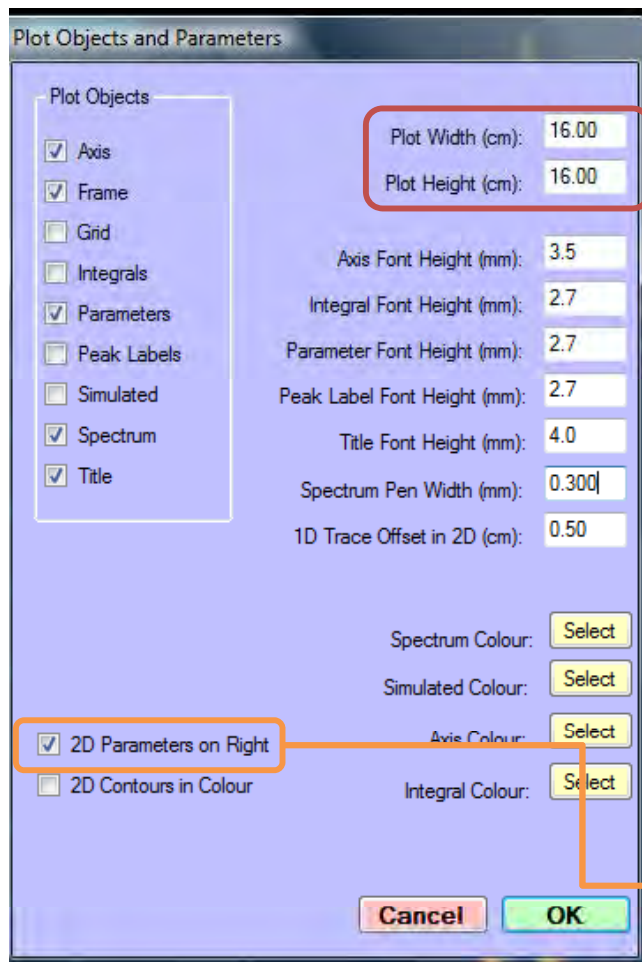
SpinWorks – 2D-Spektren - ghsqctocsy



NMR-Auswertung mit SpinWorks



SpinWorks – 2D-Spektren

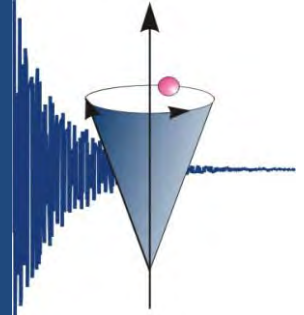


- folgende Optionen markieren:
 - Axis
 - Frame
 - Parameters
 - Spectrum
 - Title
- OK
- Drucker auswählen

hier kann man die Größe einstellen – für HH-Cosy könnte man gleiche Größen, für CH-Korr. über die ganze Seite (26 cm Breite)

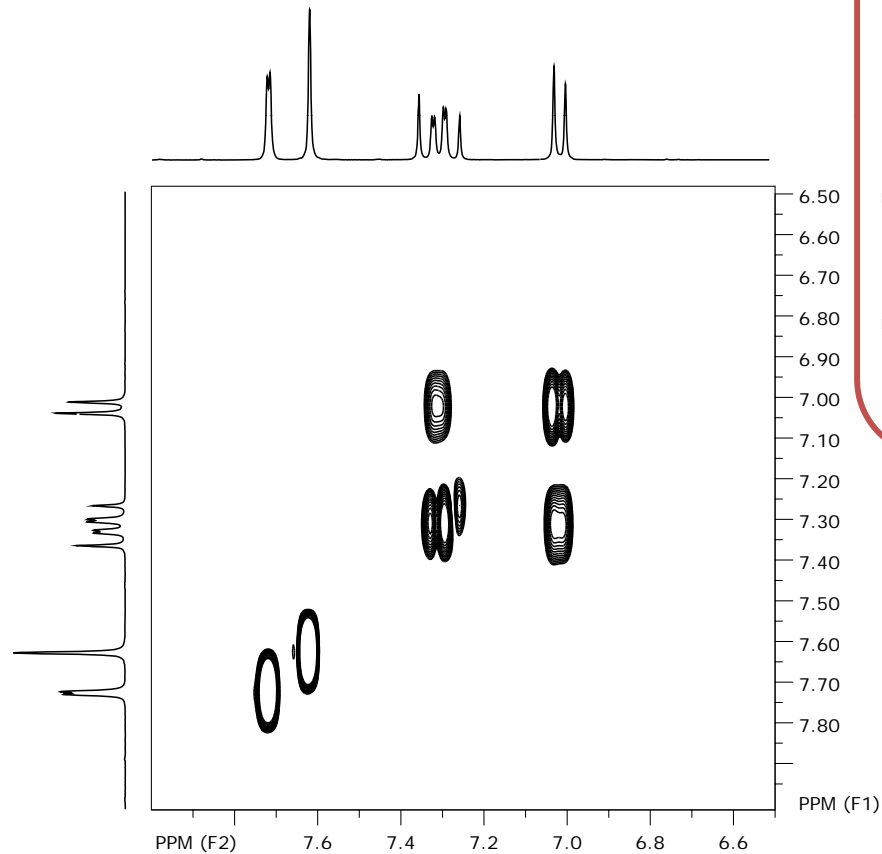
Für HH-Cosy kann man die Parameter rechts neben das Spektrum drucken lassen

NMR-Auswertung mit SpinWorks



SpinWorks – 2D-Spektren – Drucken

SpinWorks 3: 1H OBSERVE

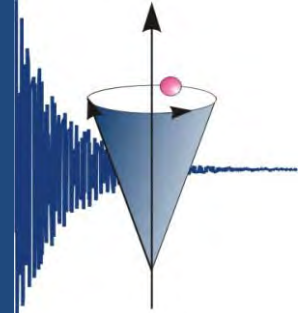


file: ...Spektrn\cm00578_gcosy_300.fid\fid_block# 1
expt: "gCOSY"
transmitter freq: 299.811514 MHz
time domain size: 1024 by 128 points
width (F2): 3024.35 Hz = 10.0875 ppm
= 2.9535 Hz/pt
width (F1): 3024.35 Hz = 10.0875 ppm
= 23.6277 Hz/pt
number of scans: 8

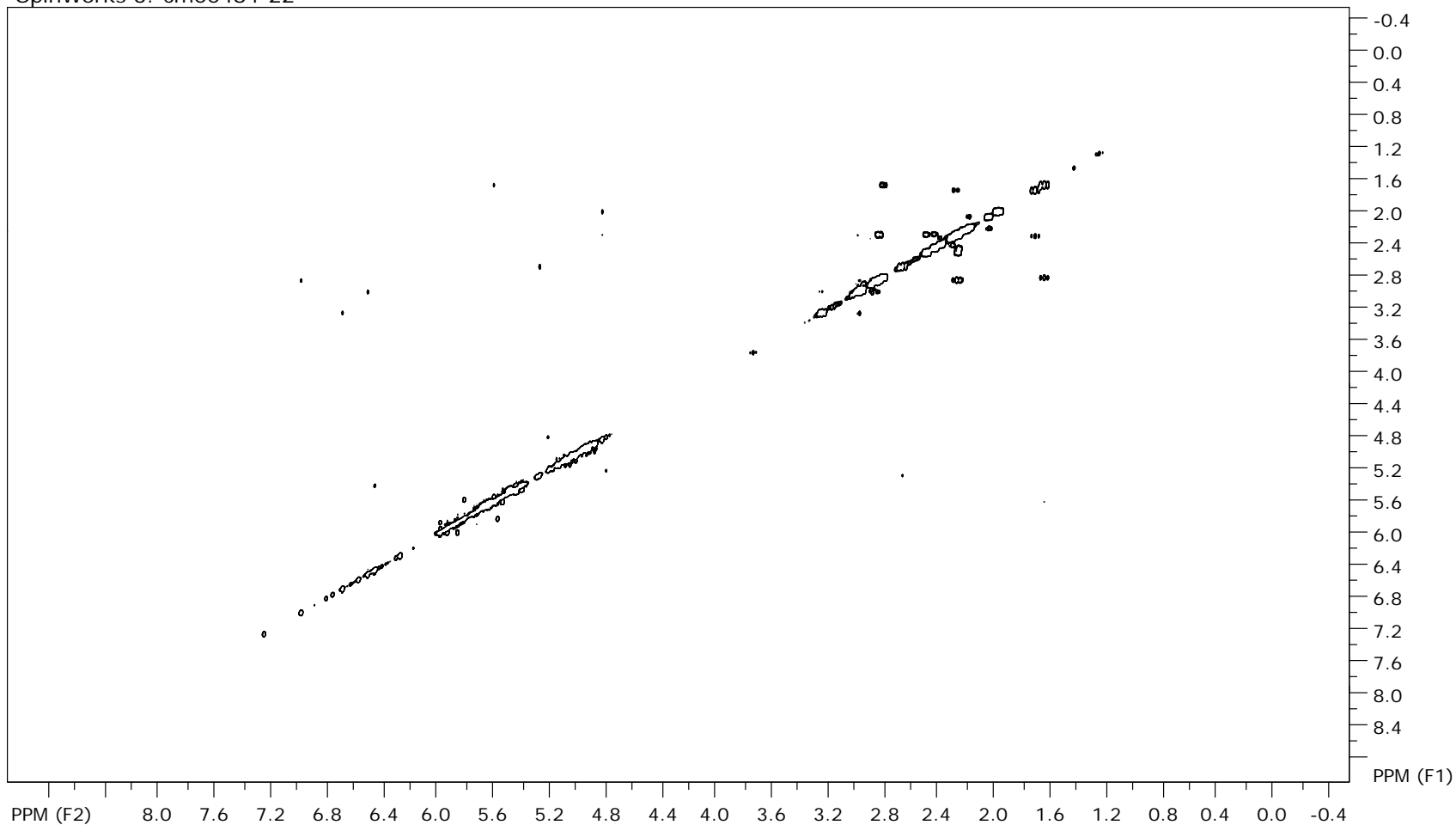
F2: freq. of 0 ppm: 299.8100587 MHz
processed size: 2048 complex points
window function: Sine
shift: 0.0 degrees
Hz/cm: 37.536 ppm/cm: 0.12520

F1: freq. of 0 ppm: 299.8100612 MHz
processed size: 512 complex points
window function: Sine
shift: 0.0 degrees
Hz/cm: 38.293 ppm/cm: 0.12772

NMR-Auswertung mit SpinWorks



SpinWorks 3: cm00484-22

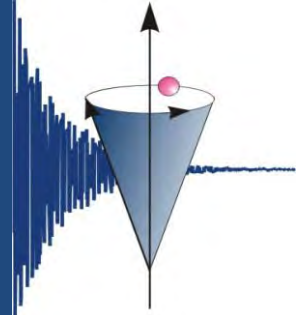


file: ...ktren\cm00484-22_roesy_500.fid\fid_block# 1
expt: "ROESY"
transmitter freq: 499.934425 MHz
time domain size: 2048 by 512 points
width (F2): 4820.44 Hz = 9.6421 ppm = 2.3537 Hz/pt
number of scans: 32

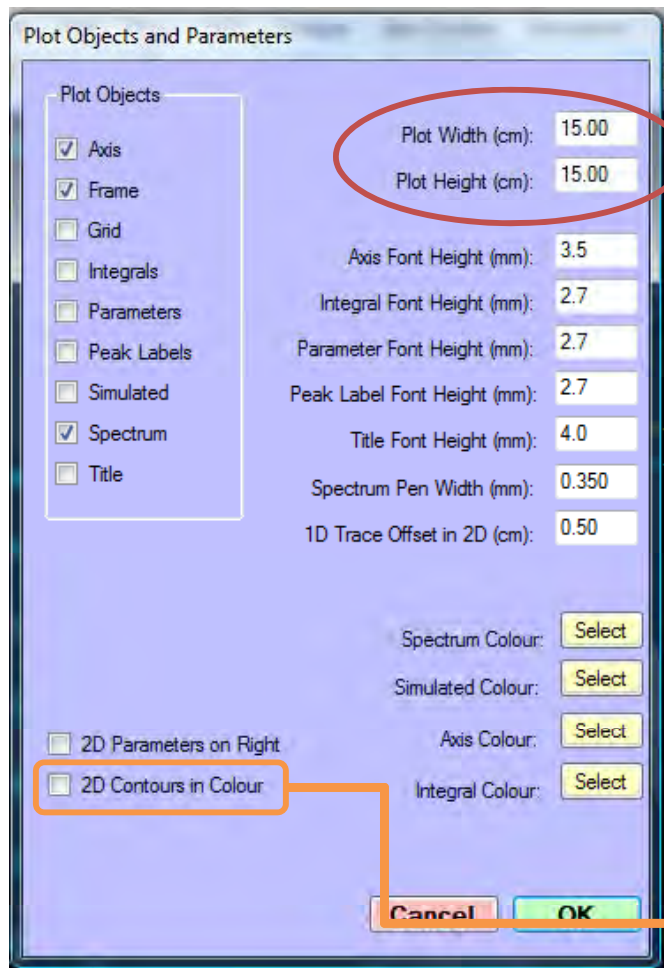
F2: freq. of 0 ppm: 499.9322800 MHz
processed size: 2048 complex points
window function: Sine Squared
shift: 90.0 degrees
Hz/cm: 185.401 ppm/cm: 0.37085

F1: freq. of 0 ppm: 499.9322794 MHz
processed size: 2048 complex points
window function: Sine Squared
shift: 90.0 degrees
Hz/cm: 321.440 ppm/cm: 0.64296

NMR-Auswertung mit SpinWorks



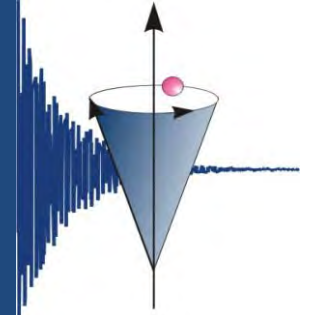
SpinWorks – 2D-Spektren – Exportieren



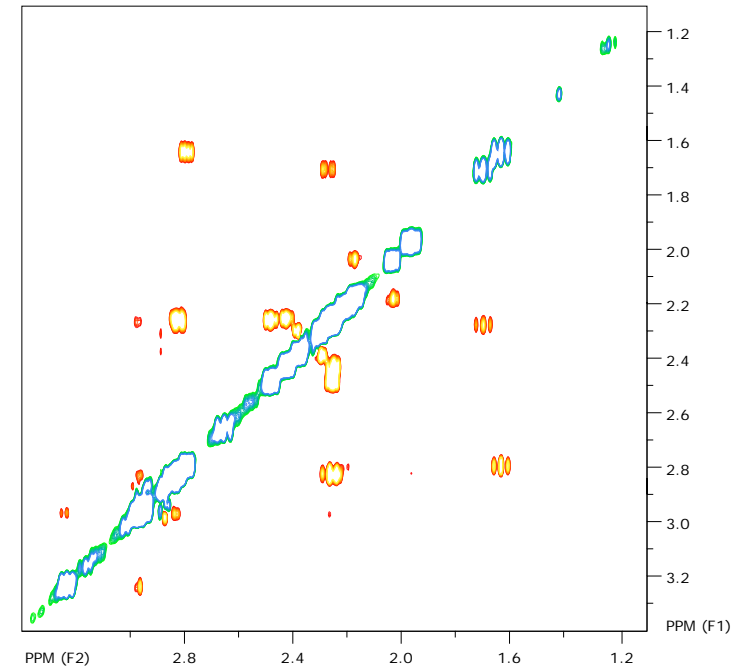
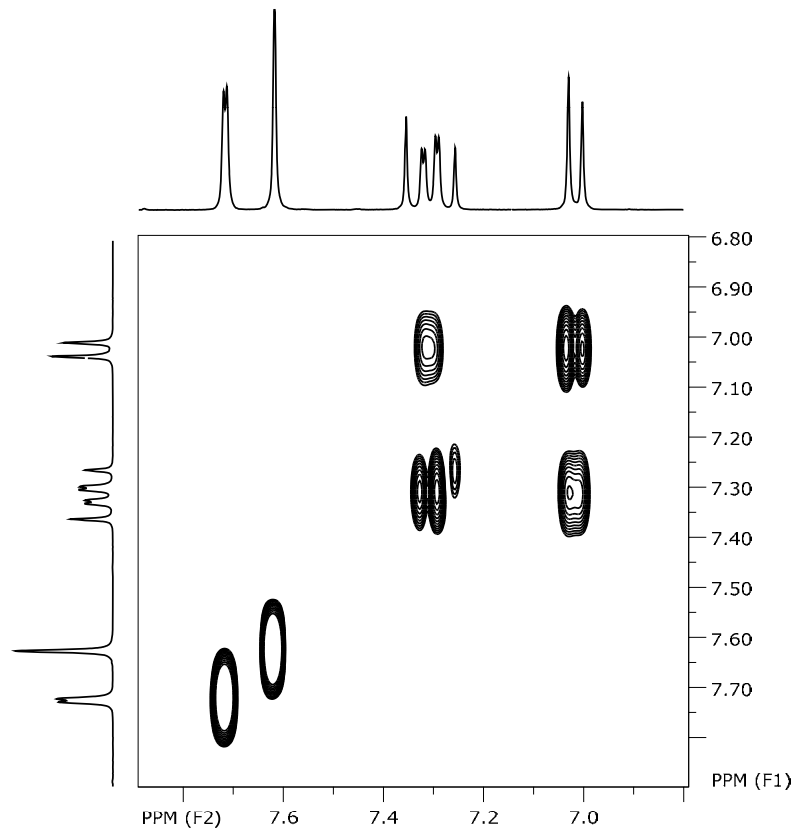
- folgende Optionen markieren:
 - Axis
 - Frame
 - Spektrum
- *Spektrum Pen Width (mm)*: hier kann man ein wenig experimentieren → 0.3 oder 0.35 ist ok
- Menuleiste – Edit
- *Copy MetaFile to Clipboard (Win 32 API format)* oder Ctrl-C
- dann in Word oder Powerpoint Ctrl-V.

Das Ganze kann man auch in Farbe drucken oder exportieren

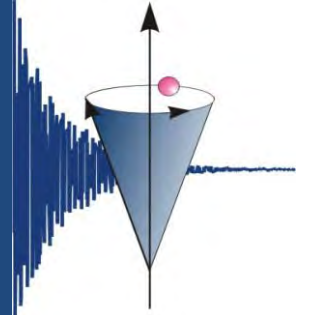
NMR-Auswertung mit SpinWorks



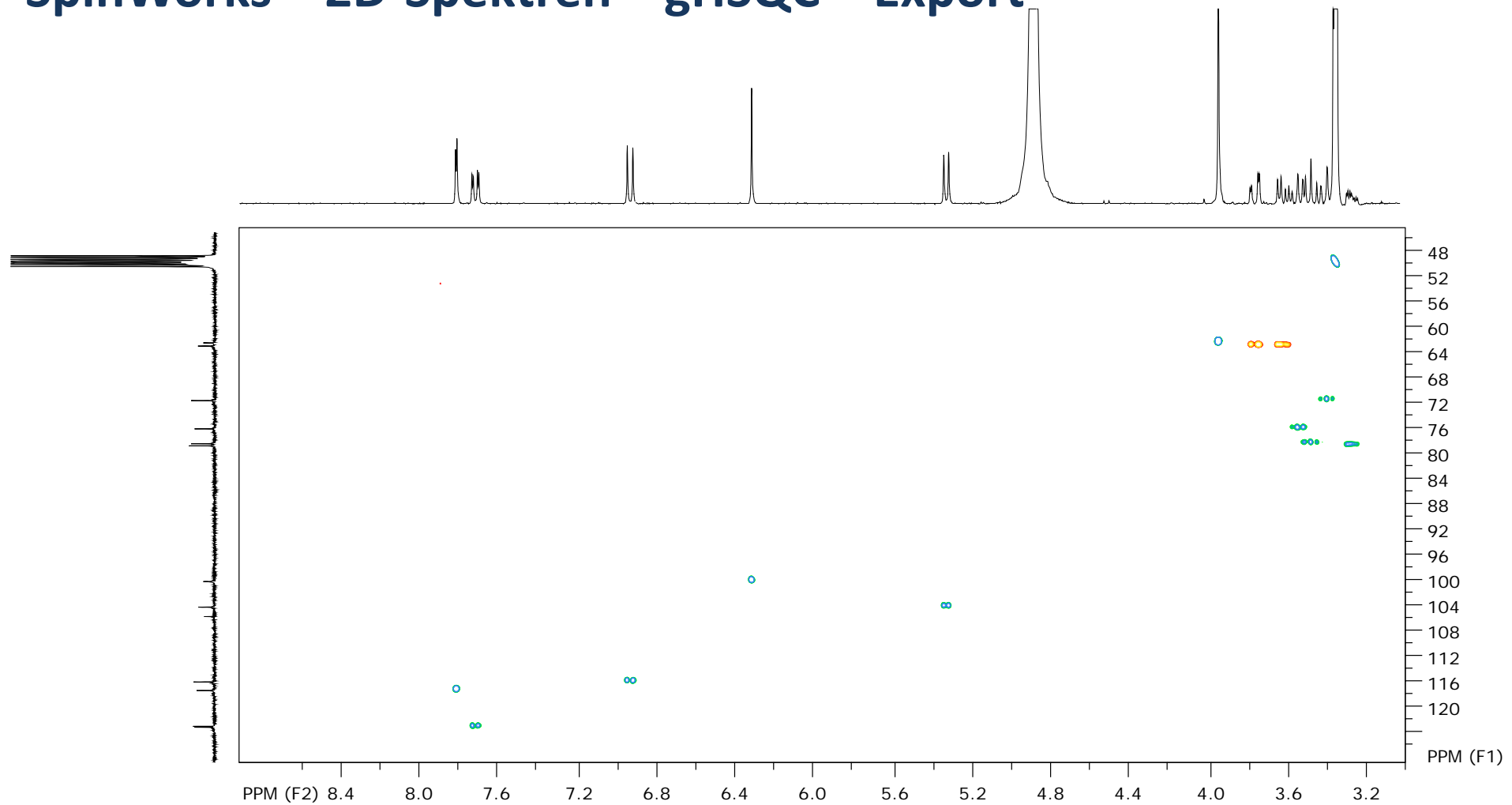
SpinWorks – 2D-Spektren – Exportieren



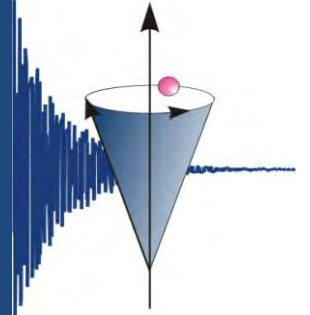
NMR-Auswertung mit SpinWorks



SpinWorks – 2D-Spektren – gHSQC – Export



NMR-Auswertung mit SpinWorks



VIEL SPASS UND
DANKE FÜR DIE
AUFMERKSAMKEIT