SpinWorks 3.1.8, Copyright © 2011, Kirk Marat, University of Manitoba



erstellt von Sabine Mika, Oktober 2011

# Inhaltsverzeichnis

Allgemeines
عearbeitung von 1D-Spektren ۲
Datei öffnen
Prozessieren
Phasieren
Basislinienkorrektur
Kalibrieren
Integrale setzen
Peak Picking
Drucken / Einbinden in Office-Programme
Speichern
Bearbeitung von 2D-Spektren
Allgemeines
Prozessieren
Ansichten
Kalibrieren10
1D-Spuren
Phasieren11
Drucken / Einbinden in Office-Programme12
Anhang13

### Allgemeines

Diese Anleitung wurde für die Programmversion 3.1.8 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 Menuleiste *Help* oder ?. Da die Originalanleitung in Englisch vorliegt, wurde die hier vorliegende Kurzanleitung nicht ins Englische übersetzt.

- Verzeichnis f
  ür die NMR-Daten auf dem eigenen Rechner erstellen falls sich die Dateien auf einer CD befinden, m
  üssen 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 3.1.8 beta 4	(2011/09/29) D:\Users\Sa	bine\Documents	\NMR\SpinWorks_Inst	Skript\Spektren\tina	2 🛱 SpinWorks 3.1.8 beta 4	4 (2011/09/29)				
🙀 Select an NMR data se	et (fid file) to open	W. Second	· Because its	X	Select an NMR data :	set (fid file) to open	are feralation	Receiving Por		x
🕒 🗢 📕 « Spekt	tren 🕨 tina0280_1h_500.f	id 👻	Suchen	م	G v 🖟 « Spel	ktren ▶ tina0277_1h_500.f	id 👻 🐓	Suchen		9
🌗 Organisieren 👻 📋	Ansichten 👻 📑 Ne	uer Ordner		?	🄄 Organisieren 👻 🛛	📗 Ansichten 🔻 📑 Ne	uer Ordner			0
Name	Änderungsdatum	Тур	Größe	Markierun	Name	Änderungsdatum	Тур	Größe	Markierun	
fid leg procpar text	29.09.2011 15:13 29.09.2011 15:13 29.09.2011 15:13 29.09.2011 15:13	Datei Datei Datei Datei	129 КВ 1 КВ 26 КВ 1 КВ		fid procpar text	13.10.2011 11.11 13.10.2011 11.08 13.10.2011 11.08 13.10.2011 11.08 13.10.2011 10.58 23.00.2011 10.58 23.00.2011 15.12 29.09.2011 15.12 29.09.2011 15.12	JCAMP-DX File Datei Datei Textdokument Datei Datei Datei Datei Datei	499 KB 256 KB 1 KB 256 KB 1 KB 1 KB 1 29 KB 1 KB 26 KB 1 KB		
4 Element	e				10 Eleme	ente				
Dateir	name:		Offnen	Abbrechen	Date	iname:		Offnen	Abbrecher	•

- 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 3.1.8, Copyright © 2011, Kirk Marat, University of Manitoba
- Neueste Version 3.1.8 kann heruntergeladen werden bei <u>http://home.cc.umanitoba.ca/~wolowiec/spinworks/index.html</u> oder über den ftp-Server: <u>ftp://davinci.chem.umanitoba.ca/pub/marat/SpinWorks/</u> → die neueste Version SpinWorks\_3.1.8\_beta4.zip verwenden!



🐴 Spi	inWorks 3.1.8 be	eta 4 (201	1/09/29)	1.0	2004	100	6.0		3.92			12		100	1	<u> </u>	1.00		- <b>-</b> X
File	Edit View	ROI	Options	Spin System	Simulation	Processing	Peak Pick	Help											
1	Workspace 1	•	- +	B 🖬 🎒	No Phasing	<ul> <li>Lorer</li> </ul>	itz	•   LB:	0,000		GF: 0,000		0						
	_				_								_		_		_	Expt:	
																		Sime	
																		BIOCK:	
																		H. Exp:	×
																			Full
																			Zoom
																			Last Exp.
																			Edit Pars
																			Process
																			TIOCESS
																			Apply Ph
																			AutoPhase
																			Magnitude
																			PP Min.
																			Phase
																			Integrate
																			Calibrate
																			BL Point
ver	tical scale = 0	.0000																	Simulate
PPM	1 9	9.0		8.0	7.0		5.0		5.0		4.0		3.0		2.0		1.0		
•																		+	
Ready	_	_	_	_					_	_		Mouse:	(set cursor	, zoom, p	ick neares	t peak)			

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* <sup>©</sup>, *das hat sich mir noch nicht erschlossen*).

Options	Spin System	Simula	tion	Processing Pe	eak Pick	Help	3	Start Up Options (regist	ry values)			
Data	Format	•		Bruker (XwinNMF	R)	00	ſ					
Set S	tart-up Options.		~	Varian (VNMR)		1	Default Data Path:	D:\Users\Sabine\Documents\NMR				
Logo	jing On			JEOL			1					
Clear	r Log File			TECMAG			1	External Module Path:	d:\Program Files\	SpinWorks_3		
				JCAMP_DX			1					
				CDFF (Anasazi)			d.	Writable Scratch Path:	d:\Temp			
				NMRPipe Process	sed Data							
			~	1D			Important: the simulation modules require that there be no					
				2D				in the Delauit Data P	aut and the write	Dieocratch Fath		
				3D (NMR Pipe On	nly)			Processed Data				
					-			Tiblessed Data	Auto Savo	Auto Load		
									Auto Save			
								Display Font Size				
								normal	Iarger	Iargest		
									0			
								🔽 A4 (European) Paper S	Size			
								Use alternate Print Dia	llog (for Win 764 bi	t)		
										Cancel OK		

## **Bearbeitung von 1D-Spektren**

## Datei öffnen

Menuleiste *File – Open –* Datei auswählen – fid auswählen – öffnen. Fid imag und real mit Window-Funktion werden sichtbar.



#### Prozessieren

Edit Pars

oder Menuleiste Edit – Processing Parameters

	Size	Window Function	LB	Gf	Sine Shift
¹Н	32 k	sine squared	0	0	90.0
<sup>13</sup> C	32 k	Lorentz	1.0	0	0

Process

#### **Phasieren**

AutoPhase

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

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

Interactiv	ve Phasin	g					
coarse							
fine			-0			. <b>O</b> p	oh0
coarse			-0				
fine			-0			. <b>0</b> p	h1
-First C	Order	+180	Canc	el 🛛	Apply +	Exit	]

ph0: coarse -> den größten Peak optimal phasieren

ph1: coarse -> Peaks am linken Spektrumrand optimal phasieren

Apply + Exit

#### Basislinienkorrektur

Menuleiste – 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.

Integration Dialo	g				
Calibrate	1.00000	2 /2			
Delete					
Current	List				
All	Read				
2D Integration	and Label				
Label:		Close			

- 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**

 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.
 List.

Weitere Menupunkte:

- 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



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

Plot Objects and Param	neters	
Plot Objects		
Axis	Plot Width (cm):	28.00
Frame	Plot Height (cm):	15.00
Grid		
✓ Integrals	Axis Font Height (mm):	3.5
Parameters	Integral Font Height (mm):	2.7
Peak Labels	Parameter Font Height (mm):	2.7
Simulated	Peak Label Font Height (mm):	2.7
Spectrum	Title Font Height (mm):	4.0
Title	Spectrum Pen Width (mm):	0.200
	1D Trace Offset in 2D (cm):	0.50
	Spectrum Colour:	Select
	Simulated Colour:	Select
2D Parameters on I	Right Axis Colour:	Select
2D Contours in Colo	our Integral Colour:	Select
	Cancel	ок

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  $\rightarrow$  einfach mal ausprobieren.

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

# Speichern

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

Falls man die Spektren auch für 2D nutzen möchte, unbedingt abspeichern. Es wird im Kapitel "Bearbeitung von 2D-Spektren" 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.

Edit Pro	cessing Parameters						
F2 (Let	ection) F1 (Evolution	)					
				-Window Fund	-		
	Size:	2048	-	Sine	-		
	Freq. of 0 PPM:	299.8100611	MHz.	LB:	10.000	Hr. GF:	0.0000
	First Point Corr.:	0.5000		Sine Shift:		deg.	
	FID Bias Correction:						
	Reverse:			Solvent Filter			
	Detection Mode:	Smultaheous	•	No Filter	<b>.</b>	Points:	19
	Group Delay:			Note: A larg	er number of po	ints creates a	
	Left Shift Points:	0		narrower filte	ar		
Circula	ar Left Shift Points:	0		- Special Cases			
P	eak Pick Minimum:	0.100		Virtual Spec	ctrometer Freq.:	299.811318	MH
Pea	ak Pick Sensitivity:	0.020					
Base	sline Poly. Degree:	5					
				- Automatic Bas	seline		
				Filter Width:	2	Lambda:	500000.00
				Threshold:	1500.000		
				Linear Predict	ion		
Phas	ing			LP Off	-	Coef:	16
Nor	ne 👻			Input:	64	Pred:	0
	Zero: 21.55	First: -16	6.13	Cutoff:	0.0010		
					Canc	el	OK
		F2 (De	etec	tion)			
				· · · · /			

En rocessing Falameters							_
F2 (Detection) F1 (Evolution	·)		Western France	·			
	512		Sine	tion	-	_	
Size:	012	•	Sille	0.000	-		0.0000
Freq. of 0 PPM:	299.8100611	MHz.	LB:	0.000	Hz.	GE	0.0000
First Point Corr.:	0.5000		Sine Shift:	0.0	19		
FID Blas Correction:							
Heverse:	- 4		HOGWASH P	aramete	ns		
Detection Mode:	COSY/HMBC Type	-	Gain:	0.1000	0	Thresh:	0.05000
Special Cases			Maek W	Neth: 2	256	Pte	
	200.01121000		Pages Lines	delta -	10.000	U.,	
F1 Reference Frequency:	2000 0400	MHz.	Deser User		Saussian	<b>•</b>	
F1 Spectral Width:	2876.0426	Hz.	Hecon, Linesh	ape:			
Observe De	coupler Decou	upler2					
			Automatic Bas	eline	_		
			Filter Width:	2	1	Lambda:	500000.0
			Threshold:	1500.0	000		
			Linear Predict	ion			
Phasing			LP Off		-	Coef:	16
Magnitude -			Input:	64		Pred:	128
Zero: 0.00	Erest 0.00		Cutoff:	0.0010	-		
				_			
					Cancel		ОК

#### 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.



#### Kalibrieren

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

Calibrate – Werte eintragen – ok.

 $F1 \rightarrow {}^{13}C$ ,  $F2 \rightarrow {}^{1}H$  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.

Calibrate Spectrur	n
F2 (ppm):	7.26
F1 (ppm):	7.26
Cancel	ОК

Calibrate Spectrum	1				
F2 (ppm):	7.047290				
F1 (ppm):	OK				
Cancer					

#### **1D-Spuren**

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

🔁 SpinWorks 3.1.8 beta 4 (2011/09/29) D:\Users\Sabin	💠 SpinWorks 3.1.8 beta 4 (2011/09/29) D:\Users\Sabine\Documents\NMR\SpinWorks_InstSkript\Spektre	n\cm00
File Edit View ROI Options Spin System	Select a JDX file for F1 trace	X
Open Strg+O	Suchen	Q
Read F1 Trace		
Read F2 Trace	🎍 Organisieren 🔻 🎬 Ansichten 🔻 🛅 Neuer Ordner	?
Save (JCAMP DX) Strg+S	Name Änderungs Typ Größe Markierun	
Save As (JCAMP DX)	D fid	
Save Displayed Columns (JCAMP DX)	procpar Spectrum.dx	
Save Displayed Rows (CAMP DX)	l Dtext	
Save Processed Data (SpinWorks Format)		
Read Processed Data (SpinWorks Format)		
Delete SpinWorks Processed Data		
Save Spin System As		
Read Spin System File		
Save Assigned Transitions As		
Read Assigned Transitions		
Dump XY Points to File		
Read Simpson FID	spectrum.dx Änderungsdatum: 19.10.2011 14:37	
Read Simpson Spectrum	JCAMP-DX File Größe: 499 KB	
Print Strg+P	Erstelldatum: 19.10.2011 14:37	
Print Preview		
Page Setup	Dateiname: spectrum.dx	-
Recent Data Sets	Offnen Abbrecht	en
Exit		

 $F1 \rightarrow {}^{13}C$ ,  $F2 \rightarrow {}^{1}H$  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.



wieder. Das Spektrum sollte nun gut phasiert sein.

#### Drucken / Einbinden in Office-Programme

Menuleiste – Edit – Plot Options and Parameters



2D-Parameter on Right  $\rightarrow$  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)

Plot Objects and Param	neters										
Plot Objects											
Avis	Plot Width (cm):	28.00									
Frame	Plot Height (cm):	15.00									
Grid											
✓ Integrals	Axis Font Height (mm):	3.5									
Parameters	Integral Font Height (mm):	2.7									
Peak Labels	Parameter Font Height (mm):	2.7									
Simulated	Peak Label Font Height (mm):	2.7									
Spectrum	Title Font Height (mm):	4.0									
Title	Spectrum Pen Width (mm):	0.200									
	0.50										
Seaton Colum Select											
Spectrum Colour:											
	Simulated Colour:										
2D Parameters on F	Right Axis Colour:	Select									
2D Contours in Colour     Integral Colour:     Select											
Cancel OK											

Einbinden in Office-Programme: folgende Optionen markieren:

- Axis
- Frame
- Spectrum

Spektrum Pen Width (mm): hier kann man ein wenig experimentieren  $\rightarrow$  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

F1 (Evolution)	Sine Shift	0	06	0	06		06	06	06	06				
	Wind. Funct	Sine	Sine Square	Sine	Sine Square		Sine Square	Sine Square	Sine Square	Sine Square				
	Size	512	1024	1024	1024		1024	1024	1024	1024				
	Detect. Mode	созу/нмвс	States	COSY/HMBC	Echo-Antiecho		States	States	States	Echo-Antiecho	Funktioniert noch nicht!			
	Reverse				×		х	×	х					
F2 (Detection)	Sine Shift	0	06	0	06		06	06	06	06	0			
	Win. Func	Sine	Sine Square	Sine	Sine Square		Sine Square	Sine Square	Sine Square	Sine Square	Sine Square			
	Size	2048	2048	2048	2048	2048	2048	2048	2048	2048	2048			
	Detect. Mode	Simultaneous	Simultaneous	Simultaneous	Simultaneous	Simultaneous	Simultaneous	Simultaneous	Simultaneous	Simultaneous	Simultaneous			
		gCOSY	DQFCOSY	gHMBC	gHSQC	gCOSY	DQFCOSY	tocsy	roesy	ghsqcad	ghmbcad			
		300				500								