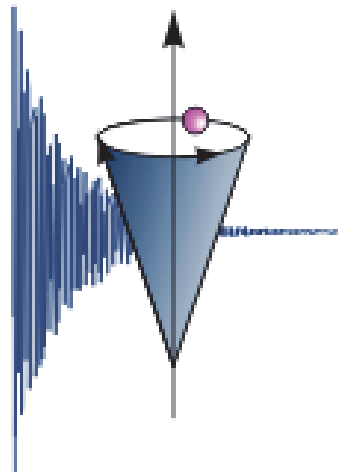


# Anleitung zur NMR-Auswertung mit SpinWorks

---

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



*erstellt von Sabine Mika, Oktober 2011*



## Inhaltsverzeichnis

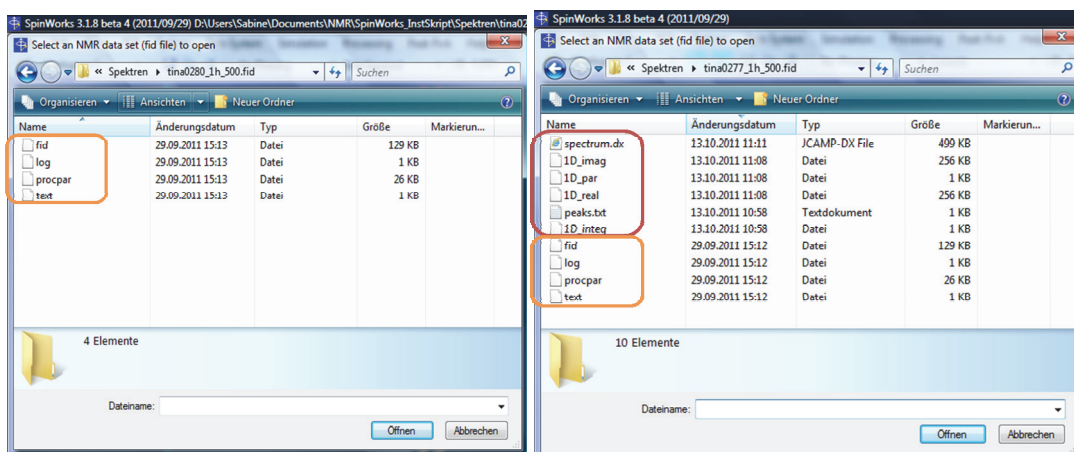
Allgemeines .....	2
Bearbeitung von 1D-Spektren .....	4
Datei öffnen .....	4
Prozessieren.....	4
Phasieren .....	5
Basislinienkorrektur .....	5
Kalibrieren.....	5
Integrale setzen .....	6
Peak Picking .....	6
Drucken / Einbinden in Office-Programme.....	7
Speichern .....	8
Bearbeitung von 2D-Spektren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

# Anleitung zur NMR-Auswertung mit SpinWorks

## 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 Menüleiste *Help* oder *?*. Da die Originalanleitung in Englisch vorliegt, wurde die hier vorliegende Kurzanleitung nicht ins Englische übersetzt.

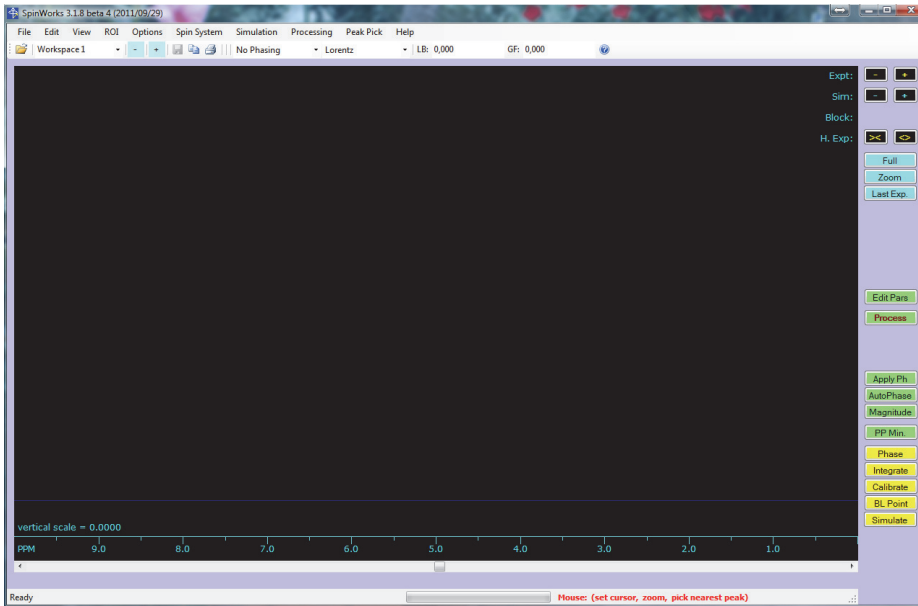
- Verzeichnis für die NMR-Daten auf dem eigenen Rechner erstellen – falls sich die Dateien auf einer CD befinden, müssen diese auch auf den Rechner kopiert werden.
- Messdaten in das Verzeichnis auf dem eigenen Rechner kopieren  
**Grund:** auf Laufwerk Z:\ nur Leserechte; SpinWorks speichert aber eigene 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 3.1.8, Copyright © 2011, Kirk Marat, University of Manitoba*
- Neueste Version 3.1.8 – 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\_3.1.8\_beta4.zip verwenden!

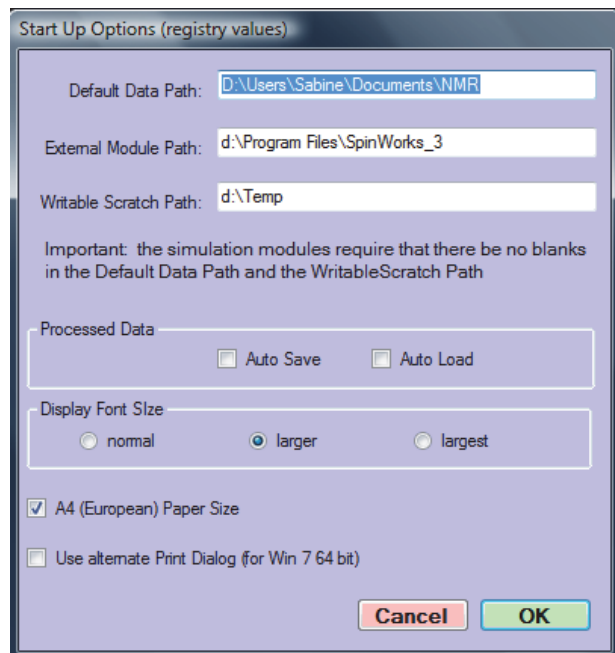
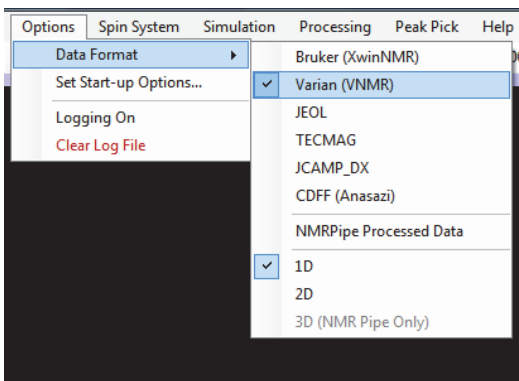
-  öffnen

# Anleitung zur NMR-Auswertung mit SpinWorks



Menüleiste *Options* – *Data Format* wie angegeben 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*).



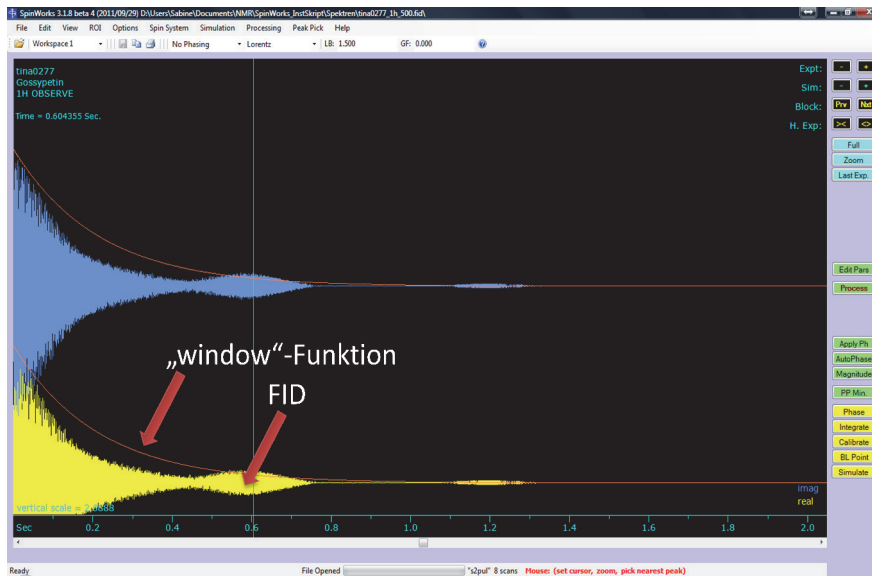
# Anleitung zur NMR-Auswertung mit SpinWorks

## Bearbeitung von 1D-Spektren

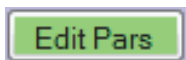
### Datei öffnen

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

Fid imag und real mit Window-Funktion werden sichtbar.



### Prozessieren



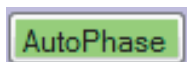
oder Menuleiste *Edit – Processing Parameters*

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



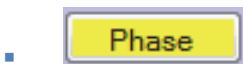
## Anleitung zur NMR-Auswertung mit SpinWorks

### Phasieren



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

- Spektrum groß ziehen (Mausrad)



- Größter Peak wird automatisch markiert.



ph0: coarse -> den größten Peak optimal phasieren

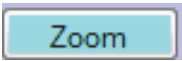
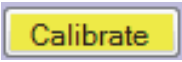
ph1: coarse -> Peaks am linken Spektrumrand optimal phasieren

- Apply + Exit

### Basislinienkorrektur

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

### Kalibrieren

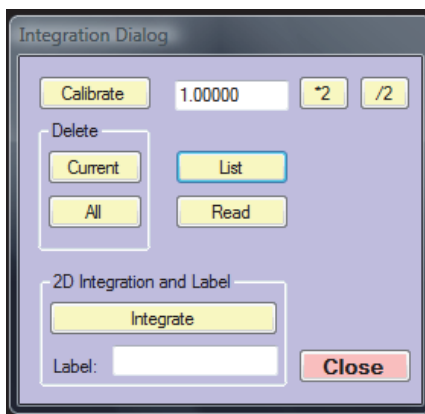
Referenzpeak auswählen –  möglichst breit auswählen, damit man den Peakmittelpunkt gut auswählen kann, mit linker Maustaste markieren –  – den entsprechenden Wert eintragen – ok – full.

## Anleitung zur NMR-Auswertung mit SpinWorks

### Integrale setzen

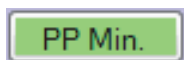
Bereiche größer ziehen – auf der linken Spektrumseite beginnen – **Integrate** – mit der linken Maustaste auf der linken Seite des Peaks klicken – mit der linken Maustaste auf der rechten Seite des Peaks klicken – zum nächsten Peak gehen, bis alle Integrale gesetzt sind – Close.

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:

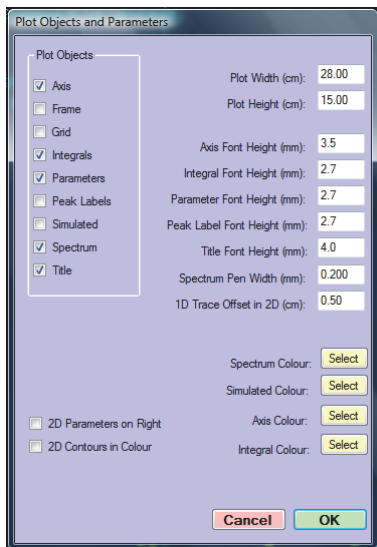
- *Clear Peak List*: löscht die komplette Peakliste
- *Clear Peaks in Region*: Bereich auswählen (z. B. Lösungsmittel- oder Wasserpeak) → diese Peaks werden aus der Peakliste gelöscht.
- *List*: zeigt die Peakliste an, diese wird als peaks.text im Spektrum-Ordner gespeichert und kann dann z. B. in Word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



# Anleitung zur NMR-Auswertung mit SpinWorks

## Drucken / Einbinden in Office-Programme

### Menuleiste – Edit – Plot Options and Parameters

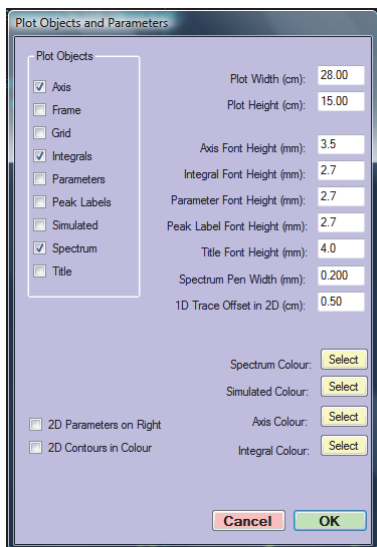


Drucken:

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.

## Anleitung zur NMR-Auswertung mit SpinWorks

### Speichern

Menüleiste *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.

# Anleitung zur NMR-Auswertung mit SpinWorks

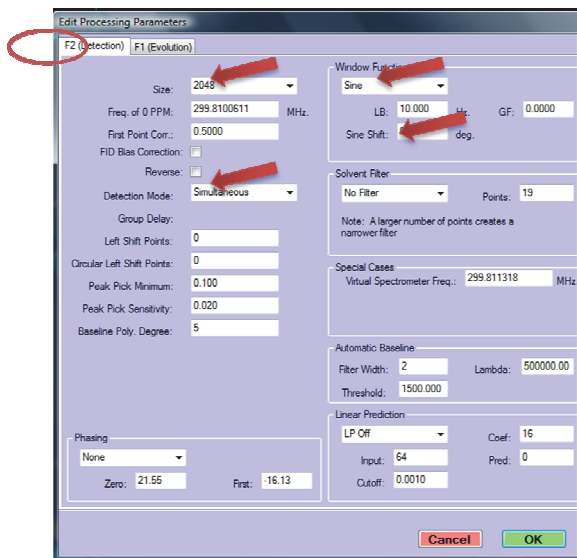
## Bearbeitung von 2D-Spektren

### Allgemeines

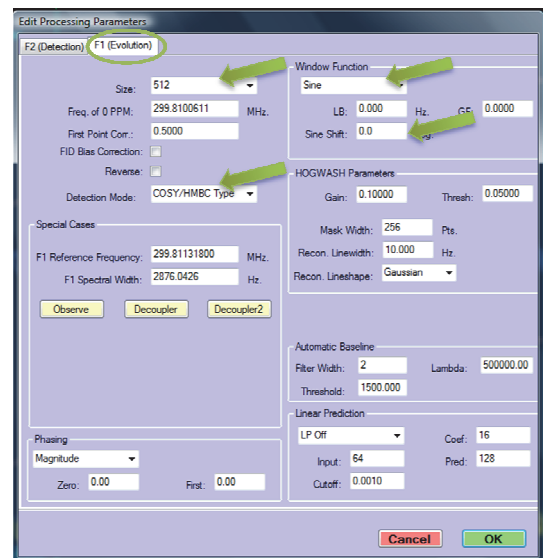
Es ist ratsam, zuerst die 1D-Spektren zu bearbeiten und zu speichern (Ctrl-S). Das Öffnen der Dateien funktioniert auf die gleiche Art und Weise wie bei den 1D-Spektren. Es wird lediglich noch nachgefragt, ob man in den 2D-Modus wechseln möchte.

### 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)

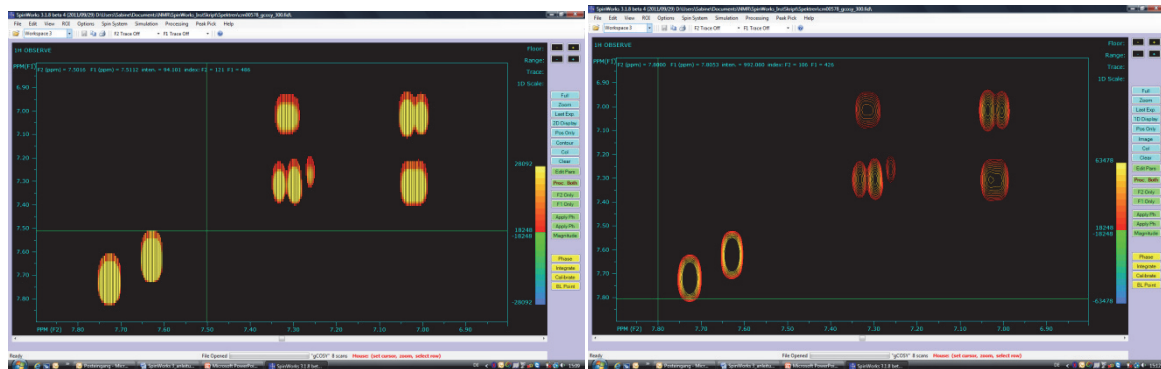


F1 (Evolution)

# Anleitung zur NMR-Auswertung mit SpinWorks

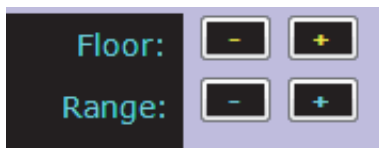
## Ansichten

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.



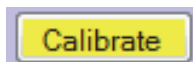
Image

Contour



## Kalibrieren

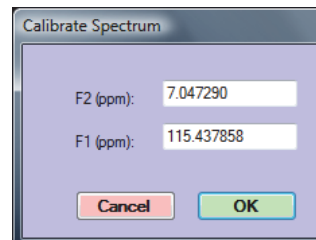
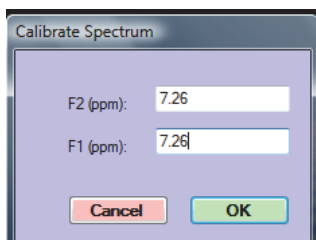
Gewünschten Peak (Zoom) – das Zentrum markieren (Klick mit der linken Maustaste) –



– Werte eintragen – ok.

F1 →  $^{13}\text{C}$ , F2 →  $^1\text{H}$  bei CH-Korrelationen.

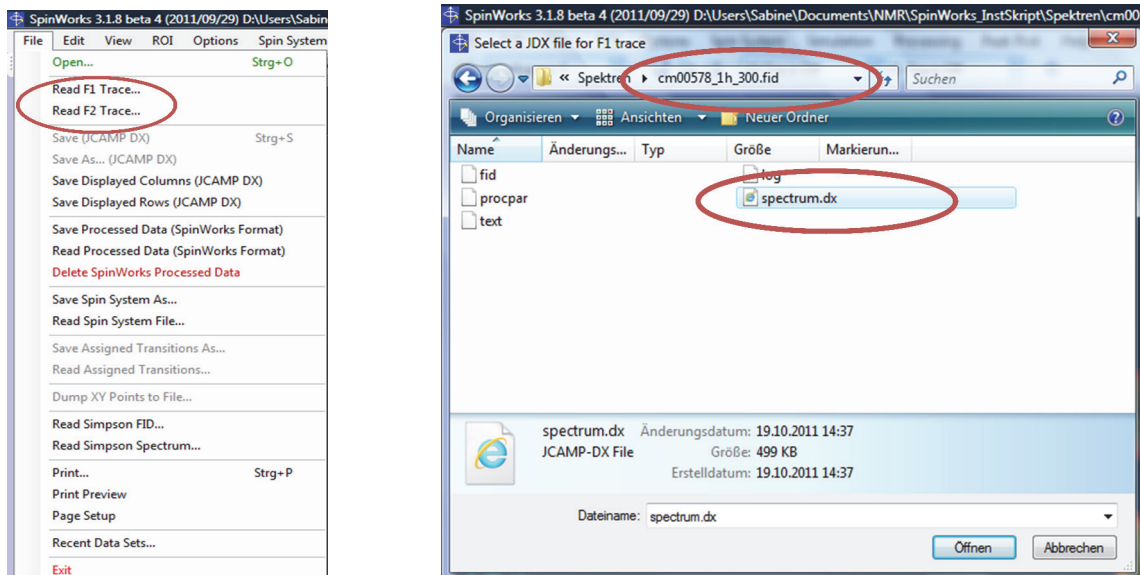
Falls kein Lösungsmittel-Peak zu sehen ist, empfiehlt es sich, aus den 1D-Spektren einen Peak auszuwählen und diese Werte zum Kalibrieren zu verwenden.



# Anleitung zur NMR-Auswertung mit SpinWorks

## 1D-Spuren

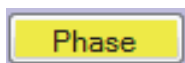
Menüleiste *File* – *Read F1 Trace* – entsprechendes Spektrum laden, für *F2 Trace* entsprechend wiederholen.



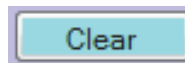
F1 →  $^{13}\text{C}$ , F2 →  $^1\text{H}$  bei CH-Korrelationen, bei HH-Korrelationen zweimal das Protonenspektrum einfügen.

## 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.



und den Peak wie im 1D phasieren. Mit



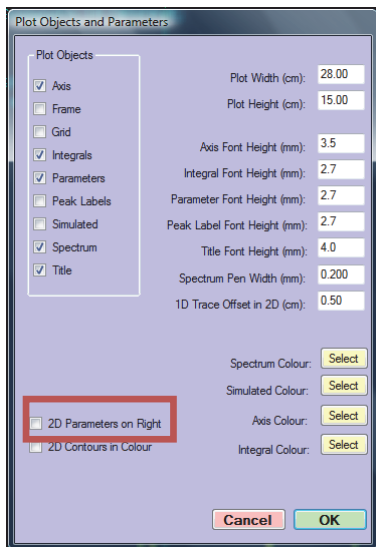
verschwindet die Spur

wieder. Das Spektrum sollte nun gut phasiert sein.

# Anleitung zur NMR-Auswertung mit SpinWorks

## Drucken / Einbinden in Office-Programme

### Menuleiste – Edit – Plot Options and Parameters



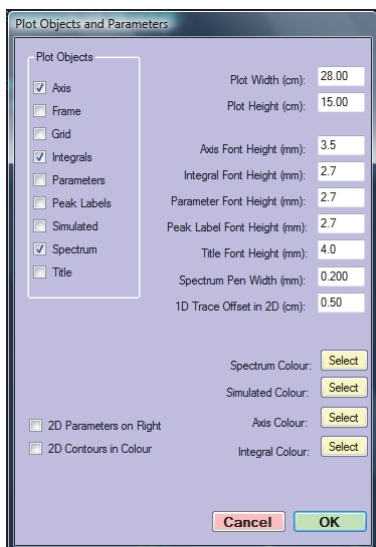
Drucken:

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	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	1024	Sine Square	90	
500	gCOSY	Simultaneous	2048								
	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!				