

# Mestrec 3.4.0

## Kurzanleitung zur Bearbeitung von Spektren

Die folgende Kurzanleitung ist als Hilfe zur Spektrenbearbeitung gedacht und erhebt keineswegs den Anspruch auf Vollständigkeit oder soll gar den einzig gangbaren Weg von den Messdaten bis zum ausgedruckten Spektrum beschreiben. Vielmehr gibt es immer noch eine Reihe von Möglichkeiten, den einen oder anderen Schritt zu verbessern oder effektiver zu gestalten. Dazu mögen sie bitte im Manual nachschlagen, welches sich, wie auch das Programm selbst, über die Mestrec-Homepage ([www.mestrec.com](http://www.mestrec.com)) herunterladen lässt. Natürlich ist auch Ihrem eigenen Experimentierdrang keine Grenze gesetzt, probieren Sie ruhig hin und wieder die Änderung verschiedener Parameter aus!

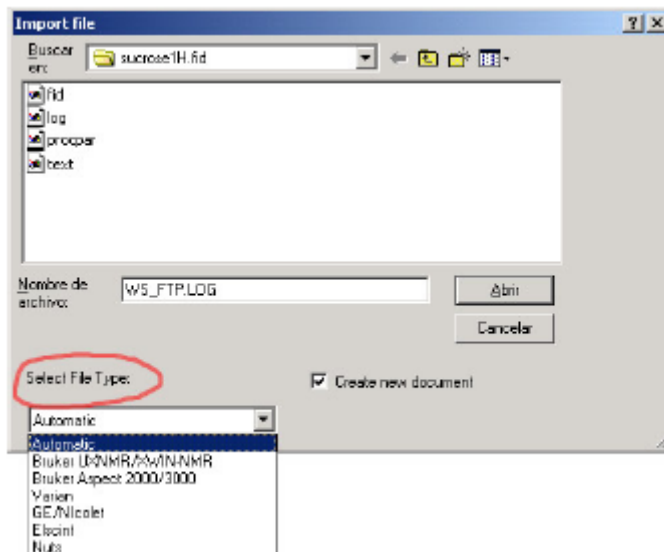
### 1. 1D-Spektren

#### 1.1. <sup>1</sup>H-Spektren

1.1.1. Importieren Sie aus dem Datensatz, der Ihr Spektrum repräsentiert, die Datei „fid“:



Die Option „automatic“ sollte gesetzt sein:

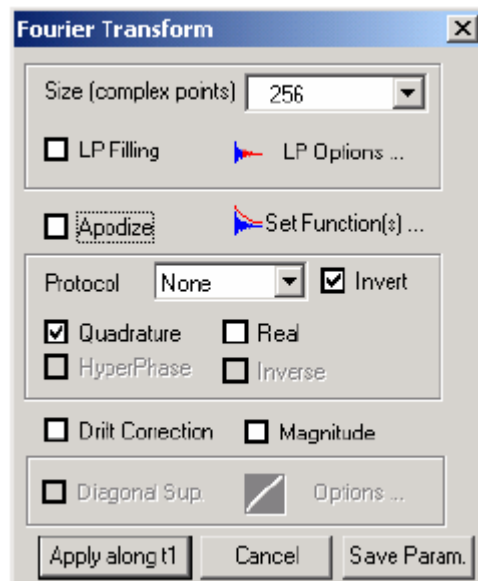


1.1.2. Wählen Sie unter „process“ den Menüpunkt „zero filling“ aus und klicken sie auf „OK“.

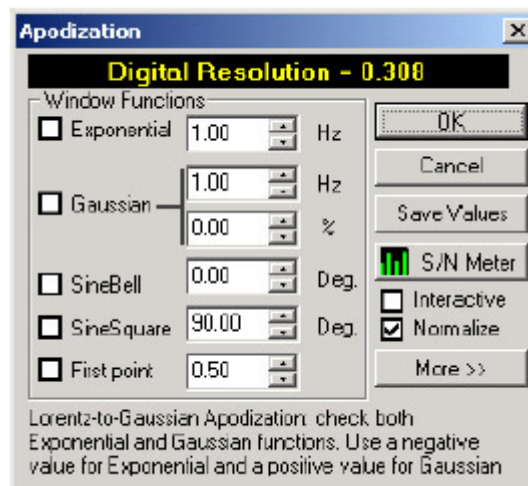
1.1.3. Starten Sie nun die Fourier-Transformation mit Exponentialmultiplikation:



Es öffnet sich ein Fenster:



Markieren Sie das Kästchen „Apodize“ und öffnen Sie „Set Function(s)...“. Ein weiteres Fenster öffnet sich:

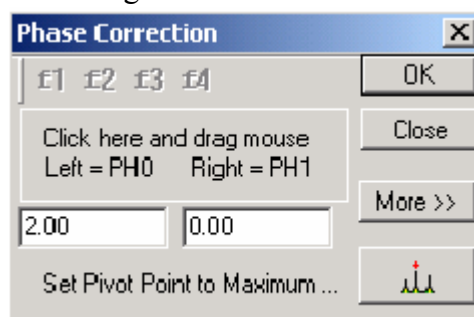


Markieren Sie das Kästchen „Exponential“ und tragen Sie „0.4 Hz“ (für  $^{13}\text{C}$ -Spektren: 0.5 Hz) ein. Dieser Wert sollte ungefähr dem Doppelten der digitalen Auflösung entsprechen. Bestätigen sie mit „OK“ und im vorherigen Fenster mit „Apply along t1“.

1.1.4. Führen Sie eine Phasenkorrektur durch:



In der folgenden Dialogbox



setzen Sie den Pivot Point auf das größte Signal Ihres Spektrums:

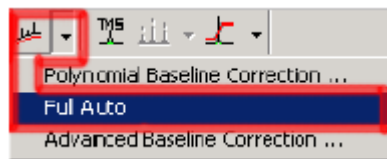


und korrigieren Sie die Phase Ihres Spektrums zunächst mit der linken Maustaste für das größte Signal, danach mit der rechten Maustaste für das von diesem am weitesten entfernt liegende Signal. Der Mauszeiger muß sich dabei in der Dialogbox befinden. Danach sollten alle Signale des Spektrums in der richtigen Phase vorliegen. Bestätigen sie mit „OK“.

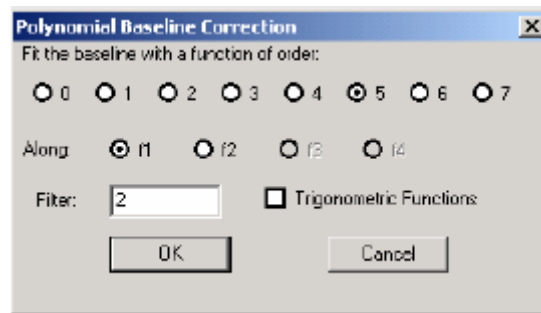
1.1.5. Klicken auf den Pfeil des „Base Line Correction“-Buttons:



und wählen Sie „Full Auto“:



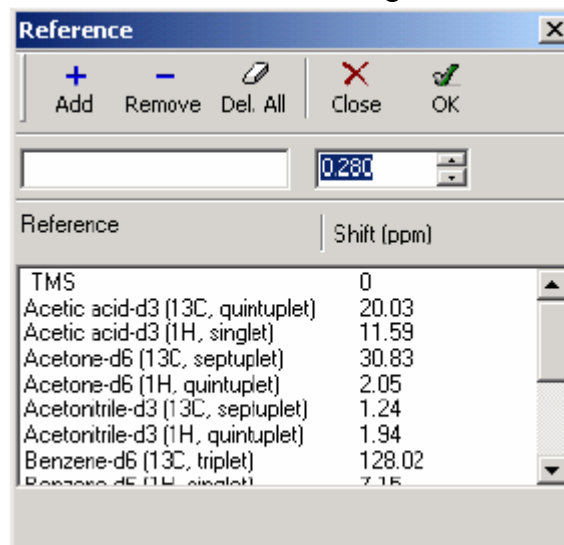
Sollte dies nicht zu einer geraden Basislinie führen, versuchen sie die Ordnung des Polynoms und andere Parameter zu ändern. Öffnen Sie dazu die „Polynomial Baseline Correction dialog box“:



1.1.6. Referenzieren Sie das Spektrum:



Bewegen Sie den Mauszeiger zum zu referenzierenden Signal und drücken sie die linke Maustaste. Der Referenzpeak wird automatisch erkannt. Mit der „Solvent Signals dialog box“ können Sie die entsprechende chemische Verschiebung einstellen:



### 1.1.7. Integrieren Sie das Spektrum:



Die Werte der normalisierten Integrale können Sie ändern, indem Sie mit der rechten Maustaste im „Integral Label“ den „Integration Manager“ öffnen und Ihren gewünschten Referenzwert eintragen.

Sollte die Phase des Integrals zu korrigieren sein, klicken Sie im „Integration Manager“ auf „More“ und ändern Sie die Werte für „Bias“ (wirkt auf den linken Anstieg) und „Slope“ (wirkt auf den rechten Anstieg).

### 1.1.8. Mit dem Kommando „Peak Picking“ können Sie sowohl die Peaks beschriften als auch eine Liste der Peaks erstellen:



1.1.9. Wenn Sie sich mit dem Mauszeiger im Spektrum befinden, können Sie mit der rechten Maustaste den Menüpunkt „Properties“ aufrufen. Wählen Sie „Preferences“ und im „Title“-Fenster erscheint der Name, den Sie dem Spektrum gegeben haben. Markieren und kopieren Sie diesen Namen. Öffnen Sie das Textfenster



und fügen Sie den Namen ein. Mit „OK“ erscheint dann der Name im Spektrum. Sie können das Spektrum nun ausdrucken.

## 1.2. $^{13}\text{C}$ -Spektren

Die Verarbeitung von  $^{13}\text{C}$ -Spektren erfolgt analog den Punkten 1.1.1. bis 1.1.4., 1.1.6., 1.1.8. und 1.1.9. Eine Basislinienkorrektur ist normalerweise nicht nötig, ebenfalls fällt das Integrieren weg.

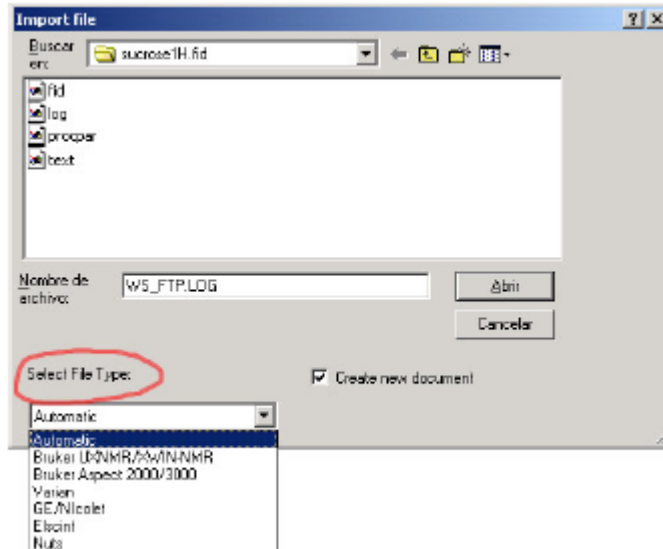
## 2. 2D-Spektren

### 2.1. H,H-COSY

2.1.1. 2.1.1. Importieren Sie aus dem Datensatz, der Ihr Spektrum repräsentiert, die Datei „ser“:



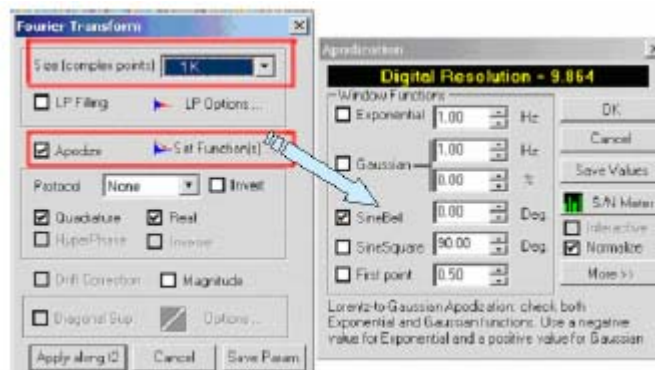
Die Option „automatic“ sollte gesetzt sein:



2.1.2. Starten Sie nun die Fourier-Transformation:



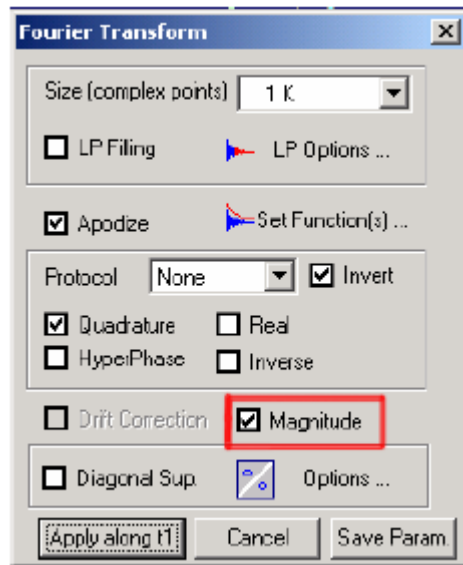
Es öffnet sich ein Fenster, klicken Sie auf „Set Function(s)“ und wählen Sie „Exponential“ mit 5 Hz:



Klicken Sie



Wiederholen Sie diesen Schritt für die F1-Richtung, jedoch mit “Sine Bell” und 0°. Achten Sie jetzt darauf, dass die Option „Magnitude“ aktiviert ist:



2.1.3. Wählen Sie nun die Intensität des Spektrums mit der „+“- bzw. „-“-Taste. Mit dem Button

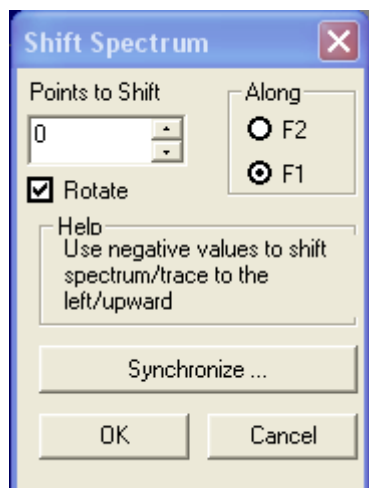


stellen Sie „Contour Plot“ ein, das Spektrum erscheint nun mit Konturlinien. Die Projektion der entsprechenden 1D-Spektren an beide Achsen erreichen Sie mit:



und „Setup 1D traces“. Im nun folgenden Fenster aktivieren Sie für beide Achsen „Show 1D Spectrum“ und wählen die entsprechenden 1D-Spektren, die natürlich schon vorher verarbeitet sein müssen, aus. Schliessen Sie das Fenster, beide Projektionen erscheinen nun an den Achsen. Sie können nun das Spektrum ausdrucken.

2.1.4. Sollte es zu Differenzen zwischen den Referenzierungen der projizierten 1D-Spektren und dem 2D-Spektrum kommen (die 2D-Peaks liegen also nicht genau an den Kreuzungspunkten der 1D-Spektren), so kann man das 2D-Spektrum entsprechend verschieben. Voraussetzung ist, dass man zumindest einen Crosspeak genau zuordnen kann. Dieser ist dann auszuwählen (zu zoomen). Anschließend öffnen Sie das Menü „Advanced“, wählen „Shift Spectrum Vector(s)“ und folgende Dialogbox erscheint:



Wählen sie nun die Richtung, in der das Spektrum verschoben werden soll (F1 für vertikal, F2 für horizontal) und klicken Sie auf die Pfeile im Fenster „Points to Shift“. Versuchen Sie so, die bestmögliche Übereinstimmung mit Ihren projizierten 1D-Spektren herzustellen. Bestätigen Sie mit OK. Beachten sie, dass die digitale Auflösung von 2D-Spektren, insbesondere in der F1-Richtung relativ schlecht ist und daher, insbesondere bei einem sehr großen Zoomfaktor, immer noch geringe Abweichungen auftreten können.

## 2.2. gs-HMQC- und gs-HMBC-Spektren

Gehen Sie analog zu den Punkten 2.1.1. bis 2.1.4. vor. Wählen Sie jedoch als apodize function für beide Dimensionen „SineSquare“ mit 60°.

## 2.3.NOESY-Spektren

Gehen Sie analog zu den Punkten 2.1.1. bis 2.1.4. vor. Wählen Sie jedoch als apodize function für beide Dimensionen „SineBell“ mit 90°, achten Sie nun darauf, dass die Option „Magnitude“ nicht aktiviert ist.

Nach der Fourier-Transformation ist eine Phasenkorrektur unbedingt notwendig. Dazu klicken Sie auf den Button



und aktivieren Sie „Show traces“. Als Nächstes klicken Sie auf den „phase correction“ button:



und wählen „f2“. Klicken Sie nun auf



und bewegen Sie den Cursor so, dass der am weitesten rechts liegende, möglichst intensive Diagonal-Peak in der Spur erscheint. Wichtig ist, dass dieser Peak nicht zu Protonen gehört, die aus Symmetriegründen mit sich selbst einen NOE geben können – das TMS-Signal ist daher ungeeignet! Bewegen Sie nun den „Pivot Point“ auf dieses Signal und korrigieren Sie dieses mit „zero order“ dergestalt, dass dieser Peak exakt negativ wird. Wählen Sie nun einen möglichst weit links liegenden Diagonal-Peak aus und korrigieren diesen in gleicher Weise, jedoch „first order“ und ohne den „Pivot Point“ dahin zu verschieben!

Unter Umständen ist es nötig, die gleiche Prozedur auch für die t1-Richtung zu wiederholen. Die NOE's erscheinen jetzt ausschliesslich „in-phase“, d. h., als positive Signale. Durch Aktivieren des „Lev +“ – und Deaktivieren des „Lev –“-Buttons werden nur diese dargestellt.