



G-NMR „Teaching Day“

21.11.2013; 10:30-16:00

Goethe Universität Frankfurt

Protokoll

Programm:

- Clemens Glaubitz, Frankfurt: Einführung
- Peter Schmieder, Berlin: "Lehre als Besuch an der Uni"
- Monika Beerbaum, Berlin: "NMR für Schüler-Student-Doktorand in 2-7-14 Tagen – Auswahl von Lehrinhalten"
- Clemens Glaubitz, Frankfurt: "NMR in biophys. Chemie für Biochemiker (BSc, MSc); FK-NMR Modul"
- Jan Ferner, Frankfurt: "Wissensprüfung im NMR-Praktikum mittels Online-Test"
- Harald Schwalbe, Frankfurt: "NMR in der OC für Chemiker (BSc, MSc); NMR Theorie Modul"
- Nils Schloerer, Köln: "NMR in Theorie und Praxis – Erfahrungen in der Chemie"
- Gerd Gemmecker, München: "NMR-Ausbildung für Chemiker & Biochemiker an der TU München"
- Volker Schmidts, Darmstadt: „NMR Ausbildungskonzepte“
- Rainer Kerssebaum; Bruker: „NMR Ausbildung aus Sicht der Industrie“
- Allgemeine Diskussion, Maßnahmen, Austauschkonzepte etc.

Zusammenfassung der Präsentationen:

- Kurze Einführung zu den besonderen Herausforderungen und der Diversität in der Ausbildung in magnetischer Resonanz (Clemens Glaubitz)
- NMR Ausbildung an außeruniversitären Einrichtungen als Dienstleistung für Universitäten im Bereich Bio-NMR, modularisierte NMR Ausbildungskonzepte für alle Ausbildungsstufen vom Schüler zum Doktoranden (Peter Schmieder, Monika Beerbaum)
- NMR Ausbildung in der Biochemie, Grundlagen bei 15 MHz, L-NMR und FK-NMR bei 500-600 MHz, Balance zwischen Grundlagen, Spezialisierung und Anwendung, Einsatz von Simulationssoftware (Clemens Glaubitz)
- Darstellung von Onlinetests zur Unterstützung der NMR Ausbildung in OC Praktika (Jan Ferner)
- Nutzung von E-Lectures, evtl. Austausch zwischen Unis im Falle von Spezialvorlesungen, NMR in der OC-Ausbildung, Organisation der Datenaufnahme in OC-Praktika (Harald Schwalbe)

G-NMR "Teaching Workshop"

21.11.2013, Frankfurt am Main

Teilnehmerliste

Name	Institution	Email
Christoph Rumber	RWTH Aachen - Organ. Chemie	christoph.rumber@rwth-aachen.de
Erica Brendler	TU Bergakademie Freiberg	erica.brendler@chemie.tu-freiberg.de
Bernhard Reif	TU München	reif@tum.de
Gerold Gemmecker	TU München	gg@tum.de
Christina Riesten	Uni Frankfurt	ric@nmr.uni-frankfurt.de
Rainer Kerssebaum	Brock Biospin	rainer.kerssebaum@broker.de
Lothar Hennig	Uni Leipzig, Org. Chemie	hennig@chemie.uni-leipzig.de
Monika Beerbaum	FMP, Berlin	beerbaum@fmp-berlin.de
Ilya Shenderovich	Uni Regensburg	Ilya.Shenderovich@chemie.uni-r.de
Nils Schloerer	Uni Köln	nils.schloerer@uni-koeln.de
Senada Nozinovic	Uni Bonn	nozinovic@uni-bonn.de
Sebastian Kemper	TU Berlin	sebastian.kemper@tu-berlin.de
Jan Feres	Uni Frankfurt	feres@nmr.uni-frankfurt.de
Maximilian Hartl	Uni Bayreuth	maximilian.hartl@uni-bayreuth.de
Christophe FARÈS	MPI Kohlenforschung	fares@kfo.mpg.de
Jörg Fehrer	Uni Hannover	joerg.fehrer@oci.uni-hannover.de
Dirk Bockelmann	MPI Göttingen	dibo@goe.nmr.de
Johanna Baldus	Uni Frankfurt	j.baldus@nmr.uni-frankfurt.de
Erhard Haupt	Uni Hamburg	erhard.haupt@uni-hamburg.de

- NMR in OC-Praktika in einem „Synthetiker-Umfeld“ an der Uni, zunehmend unzureichende Kenntnisse der Möglichkeiten moderner NMR, Veröffentlichte Daten sollten durch Qualitäts- und Konsistenztest (Nils Schlörer, Köln)
- NMR-Ausbildung für Chemiker und Biochemiker an der TUM (Gerd Gemmecker)
- NMR-Ausbildung in der OC (Volker Schmidts)
- NMR-Ausbildungskurse im Industriefumfeld bei Bruker, Marktlage, Angebote und Nachfragen (Rainer Kerssebaum)

Generelle Diskussion

Insbesondere die Teilnehmer, die in der Lehre im Bereiche NMR-Analytik tätig sind, haben großes Interesse an Aufgabensammlungen und Beispieldatensätzen. Es wird angeregt Austauschoptionen zu diskutieren, bspw. über Linksammlung auf G-NMR Webseite.

Generell besteht großes Interesse an Onlinewerkzeugen zur Kurssteuerung und für Prüfungen. Diese Werkzeuge existieren bereits in vielen Studiengängen an verschiedenen Universitäten, basieren aber auf unterschiedliche Softwarelösungen. Speziell für NMR werden diese Werkzeuge bisher jedoch kaum eingesetzt.

Von den Teilnehmern wird betont, dass bei NMR Anwendern („Kunden“) trotz stetig verbesserten Möglichkeiten für NMR-Routinemessungen ein zunehmender Abfall in der Datenqualität und Interpretation zu beobachten ist. Bspw. werden im Bereich NMR an kleinen Molekülen zunehmend eher Peaklisten statt Zuordnungen publiziert. Es gibt auch keine Mindeststandards bei Zeitschriften. Hier könnten klare Ausbildungsrichtlinien Abhilfe schaffen. Ebenso wäre es wichtig zu wissen, welche Anforderungen von Seiten der chemischen Industrie an das Fachwissen ihrer Laborleiter im Bereich NMR-Analytik erwartet werden. Die Teilnehmer (insbesondere Schlörer, Thiele, Schmidts) sind daher aufgerufen diese Informationen von ihren Industriepartnern abzufragen.

Ausgehend von diesem Workshop soll der Istzustand der Lehre in NMR Deutschlandweit festgestellt werden (Themen, SWS, CP). BMRZ Frankfurt wird eine Tabelle erstellen die von anderen ergänzt wird. Als geeignete Plattform erscheint MARS (Online-Plattform der FG Magn. Reson. der GDCh) als geeignet. Auf Basis dieses Istzustandes sollen einfache und kurze Empfehlungen für die Ausbildung in NMR in BSc-Studiengängen erarbeitet werden. Auf dem Niveau von MSc Studiengängen werden Empfehlungen als nicht nötig erachtet, da sich hier von Ort zu Ort sehr unterschiedliche Spezialisierungen niederschlagen. Es erscheint jedoch sinnvoll getrennte Empfehlungen für das Fach Chemie (NMR in OC, AC, PC, Analytik) und für das Fach Biochemie/Biophysik (allg. Bio-NMR) zu formulieren. Entwürfe für Chemie werden von Nils Schlörer, Köln und Jürgen Graf, Heidelberg und für das Fach Biochemie von Gerd Gemmecker, München und Johanna Baldus, Frankfurt erstellt. Diese Empfehlungen sollen zusätzlich durch Statements von Seiten der Industrie und von Seiten von Anwendern (AC, OC etc.) unterstützt werden.

Anlagen:

- Teilnehmerliste
- Präsentationen



G-NMR „Teaching Day“



Goethe Universität Frankfurt am Main
21.11.2013



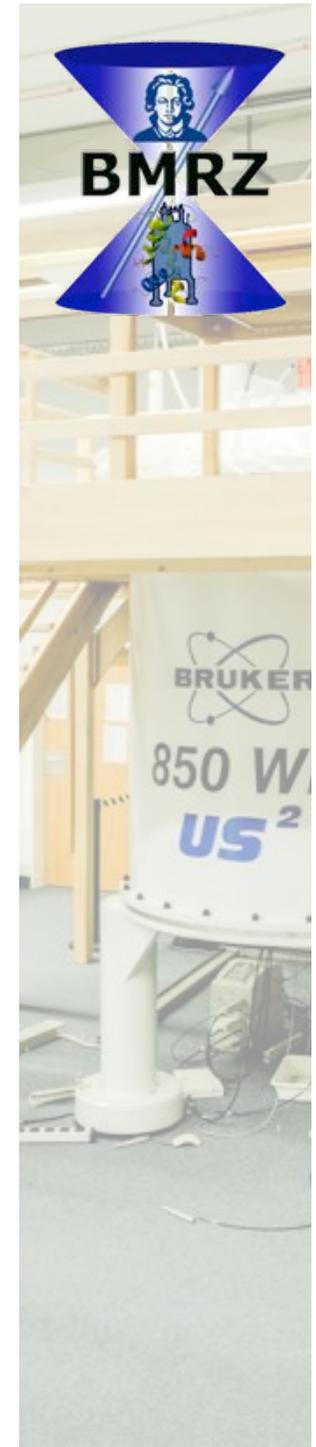
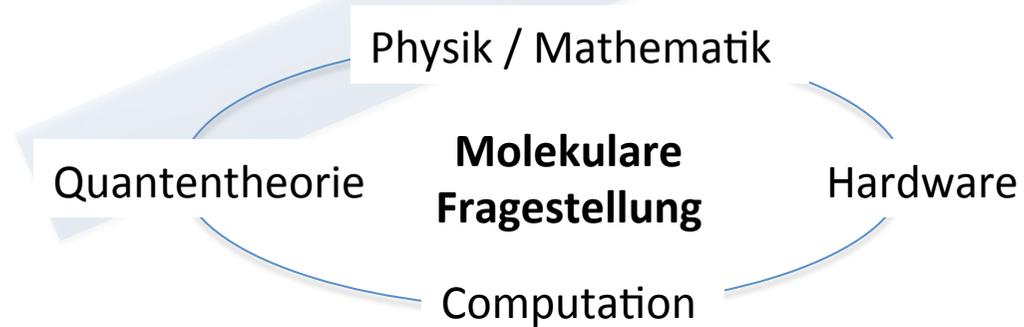
G-NMR „Teaching Day“

Studiengänge:

Chemie, Biochemie, Biophysik, Physik

Fachdisziplinen:

Physikalische Chemie, Biophysik, Analytik, OC





Sinn und Zweck



- Ausbildung in magn. Resonanzspektroskopie ist/soll/muss in molekular ausgerichteten Studiengängen sichergestellt werden
- Training in magn. Resonanzspektroskopie ist ein ideales Beispiel für die Verknüpfung verschiedener Fächer („interdisziplinär“)
- Besondere Herausforderungen:
 - Hohe Einstiegshürde
 - Schwierige (?) Balance zwischen „Methode richtig verstehen“ und Befähigung zur Anwendung der Methode
- Viele verschiedene Facetten der Ausbildung und der Annäherung an das Thema
- Lehrende sind auch Lernende:
 - Austausch von Erfahrungen, Konzepten, Ideen zur Verbesserung der Ausbildung
 - Bestandsaufnahme / Positionspapier zum Stand der Ausbildung in magn. Resonanzspektroskopie



Programm



- **Beginn: 10:30**
 - Peter Schmieder, Berlin: "Lehre als Besuch an der Uni"
 - Monika Beerbaum, Berlin: "NMR für Schüler-Student-Doktorand in 2-7-14 Tagen – Auswahl von Lehrinhalten"
 - Clemens Glaubitz, Frankfurt: "NMR in biophys. Chemie für Biochemiker (BSc, MSc); FK-NMR Modul"
 - Jan Ferner, Frankfurt: "Wissensprüfung im NMR-Praktikum mittels Online-Test"
- **Lunch**
 - Harald Schwalbe, Frankfurt: "NMR in der OC für Chemiker (BSc, MSc); NMR Theorie Modul"
 - Nils Schloerer, Köln: "NMR in Theorie und Praxis – Erfahrungen in der Chemie"
 - Gerd Gemmecker, München: "NMR-Ausbildung für Chemiker & Biochemiker an der TU München"
 - Volker Schmidts, Darmstadt: „NMR Ausbildungskonzepte“
 - Rainer Kerssebaum; Bruker: „NMR Ausbildung aus Sicht der Industrie“
 - Allgemeine Diskussion, Maßnahmen, Austauschkonzepte etc.
- **Ende: ca. 16:00**

Lehre als Besuch an der Uni

Peter Schmieder

"Teaching Magnetic Resonance" (Mini-Workshop of G-NMR)

Frankfurt, 21.11.2013

The logo consists of the letters 'FFMP' in a bold, sans-serif font. The first 'F' is white and positioned to the left of the other letters. The second 'F', 'M', and 'P' are black and overlap each other.

Das FMP ist ein Leibniz-Institut...



Leibniz-Institut für Molekulare Pharmakologie

Forschungsverbund Berlin e.V.

Leibniz-Gemeinschaft

Robert-Rössle-Str. 10, Campus Berlin-Buch, 13125 Berlin, Germany



FMP:

260 Angestellte, davon

90 Wissenschaftler und Postdocs

70 Doktoranden

50 technische Angestellte

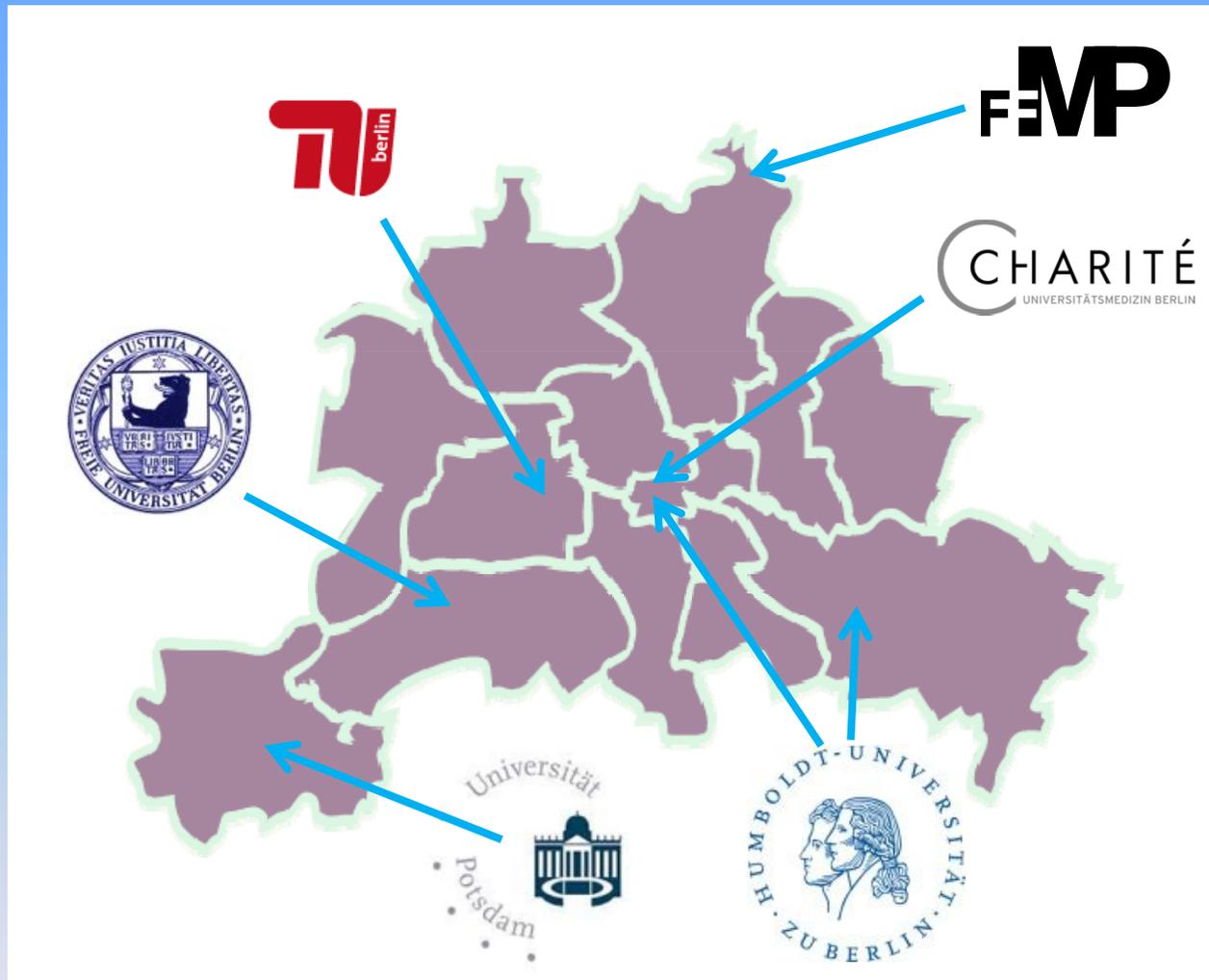


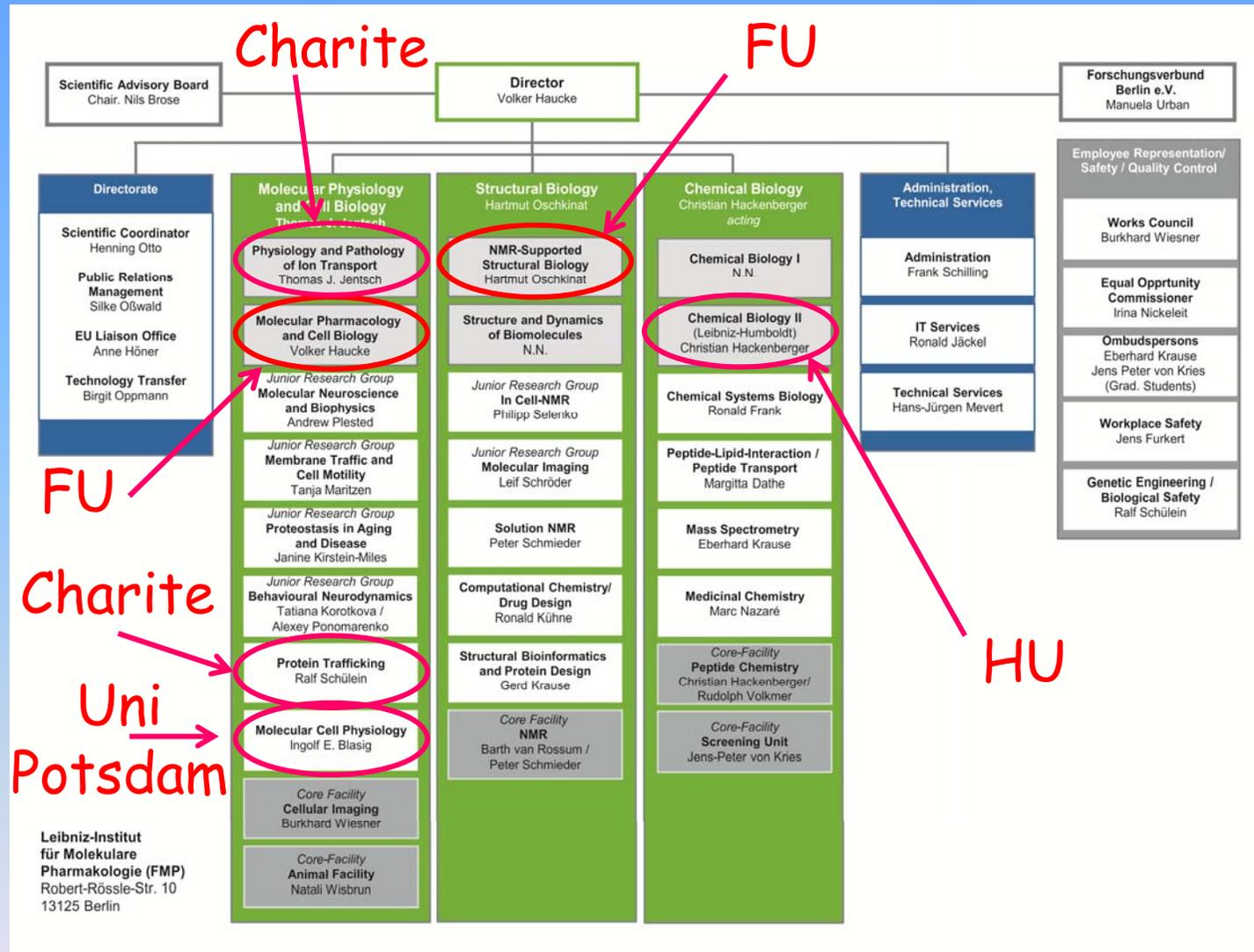
Keine Studenten !!

Budget

15 Mio € 50% Bund, 50% Land

5 Mio € Drittmittel (DFG, BMBF, EU, others)





Reduziertes (oder kein) Lehrdeputat (S-Professur)

Ausbildung nur nach dem Vordiplom

- Vorlesung „auf Einladung“ in unterschiedlichen Studiengängen, auch Praktika am FMP
- wenig Einfluss auf die Strukturierung der Lehre eines Studiengangs
- heterogene „Kundschaft“: Chemie, Biochemie, Biophysik, Biologie, Medizin
- variable Zahl an Vorlesungsstunden

4 Vorlesungen:

Mehrdimensionale NMR-Spektroskopie -

Grundlagen und Anwendungen in der Strukturaufklärung

TU Berlin, Organische Chemie (Diplom), 10 Doppelstunden, alleiniger Dozent, danach 4 Doppelstunden von R. Süßmuth, deutsch

Moderne Methoden der Strukturaufklärung (Teil NMR)

TU Berlin, Physikalische Chemie (Diplom), 4 Doppelstunden, einer von drei Dozenten, deutsch

Molekulare Biophysik (Teil NMR)

HU Berlin, Biophysik (Master), 4 Doppelstunden, einer von fünf Dozenten, deutsch

Einführung in die fortgeschrittene Biochemie (Teil NMR)

FU Berlin, Biochemie (Master), 3 Stunden, einer von vielen Dozenten, englisch

Ziel der Vorlesungen:

„volle“ Vorlesung: Vermittlung von Grundlagen und Anwendungen von Lösungs-NMR-Spektroskopie, Überblick mit Gewicht auf Zuordnung mit nD und Peptiden/Proteinen

„Teil“-Vorlesungen: Vermittlung des Konzepts der NMR-Spektroskopie, insbesondere der mehrdimensionalen NMR und die Möglichkeiten im Rahmen von biologischen Projekten

10-teilige Vorlesung, 10 x 2 Stunden

1. Theoretische Grundlagen (1)

Einleitung

Grundlagen der NMR-Spektroskopie

Das rotierende Koordinatensystem

Detektion des Signals

Fouriertransformation

2. Theoretische Grundlagen (2)

Digitalisierung

NMR-Parameter

Vektormodel

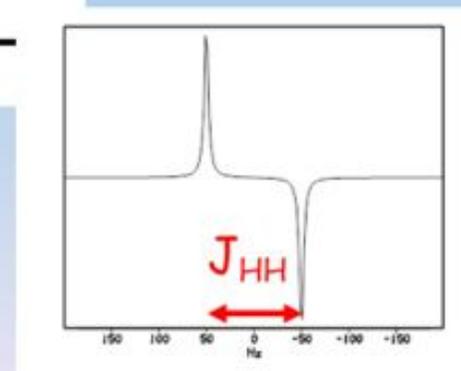
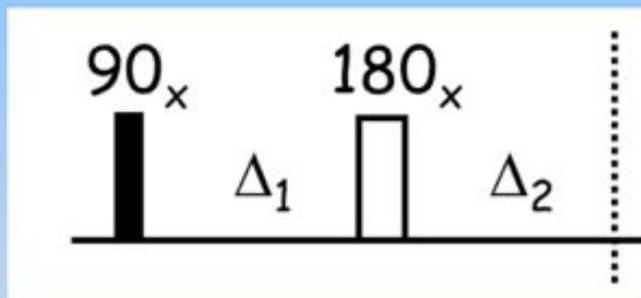
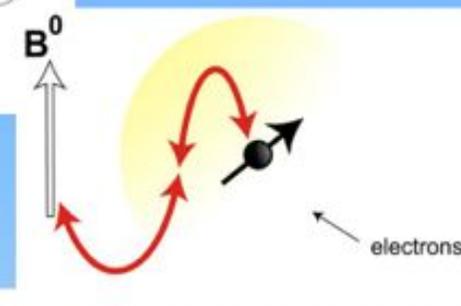
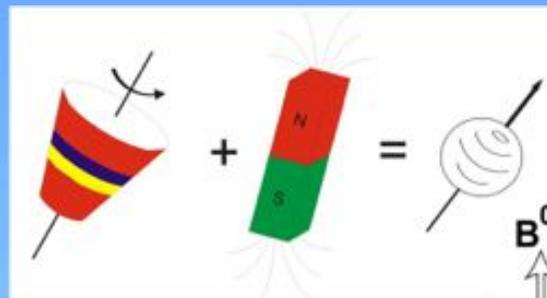
Das NMR-Spektrometer

3. Produktoperatorformalismus

Produktoperatorformalismus

Berechnung von „building blocks“

INEPT, DEPT



10-teilige Vorlesung, 10 x 2 Stunden

4. Mehrdimensionale NMR-Spektroskopie

Mehrdimensionale NMR-Spektroskopie (1)

COSY

DQF-COSY

Das DQF-COSY von Menthol

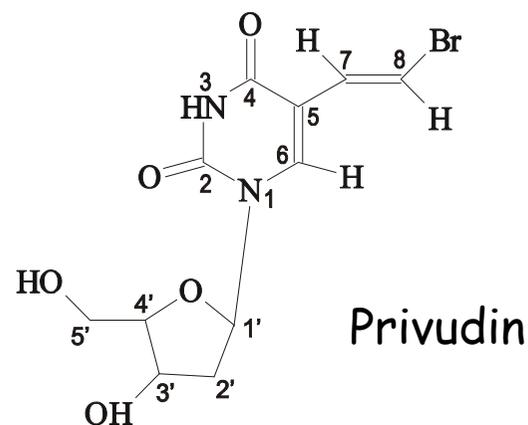
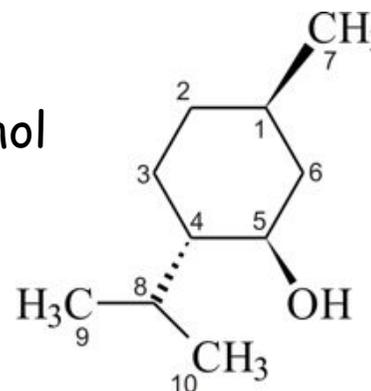
5. Heteronukleare NMR-Spektroskopie

Mehrdimensionale NMR-Spektroskopie (2)

HETCOR, COLOC, HMQC, HMBC

Ein Beispiel: Privudin

Menthol



Privudin

10-teilige Vorlesung, 10 x 2 Stunden

6. NMR-Spektroskopie an Peptiden (1)

Peptide

DQF-COSY, TOCSY

Spinsysteme

NOE und NOESY, ROESY

sequenzspezifische Zuordnung

Bestimmung der 3D-Struktur

7. NMR-Spektroskopie an Peptiden (2)

Heteronukleare NMR-Spektroskopie an Peptiden

HMQC und BIRD-Puls

HMQC-TOCSY, HMQC-COSY

DEPT-HMQC

HMBC und sequenzspezifische Zuordnung

8. NMR-Spektroskopie an Peptiden (3)

Bestimmung von Kopplungskonstanten

Kopplungskonstanten als Strukturparameter

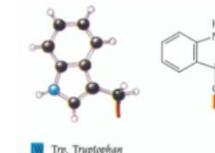
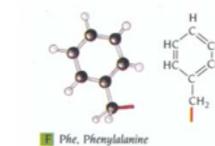
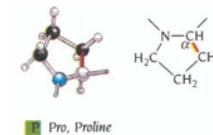
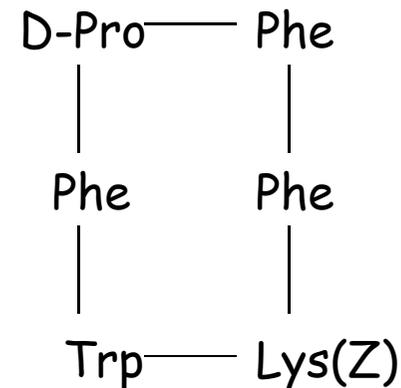
Das Problem mit der Linienbreite

Kim/Prestegard

E.COSY

HETLOC

F3-008: *cyc*-(dP-F-F-K(Z)-W-F)



9. NMR-Spektroskopie an Proteinen (1)

„dynamic range“ Problem

Lösungsmittelunterdrückung

Proteine, sequenzspezifische Zuordnung

Markierung

HSQC

3D, NOESY-HSQC

Screening

10. NMR-Spektroskopie an Proteinen (2)

Tripelresonanzexperimente

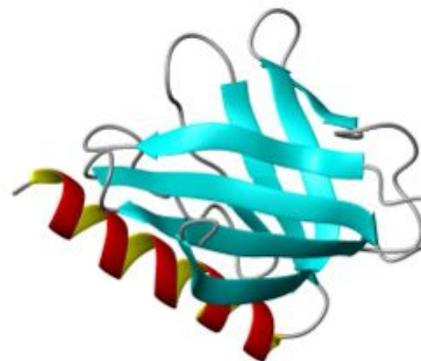
HNCA, HN(CO)CA

CBCACONNH, CBCANNH

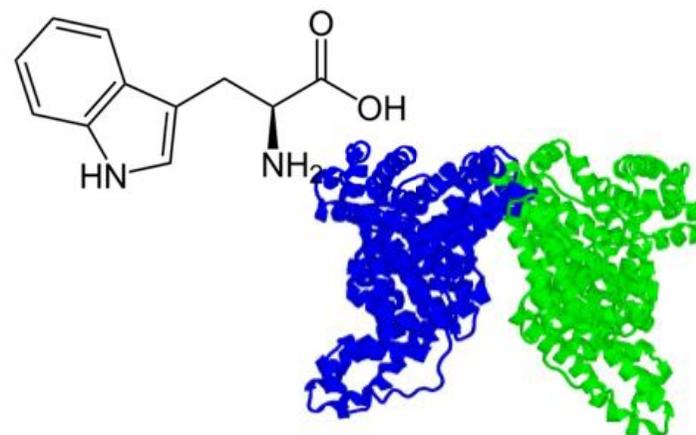
HCCH-Experimente

große Proteine, TROSY

SH3 aus α -Spektrin



Trp/HSA



Aus dieser Vorlesung sind andere durch Kürzen abgeleitet, evt. auch mit der Zeit je nach Publikum und Möglichkeiten ergänzt worden (oder sollten es werden):

Naturstoff-Zuordnung

Deuterierung und CH_3 -Markierung von Proteinen

Protein-Liganden-Wechselwirkung

Relaxation und RDCs

Gradienten und Kohärenzwege

Moderne Methoden der Strukturaufklärung (Teil NMR)

TU Berlin, Physikalische Chemie (Diplom), 4 Doppelstunden

Peptide und Proteine weggelassen, aber Produktoperatoren und 2D als Konzept

Molekulare Biophysik (Teil NMR)

HU Berlin, Biophysik (Master), 4 Doppelstunden

Nur wenig Theorie (z.B. keine Produktoperatoren), 2D knapper, dafür aber Peptide, Proteine und Protein-Ligand-Wechselwirkung

Einführung in die fortgeschrittene Biochemie (Teil NMR)

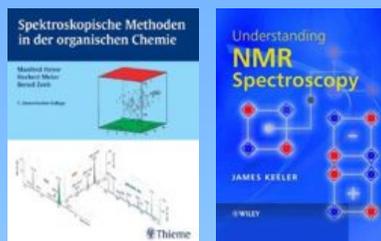
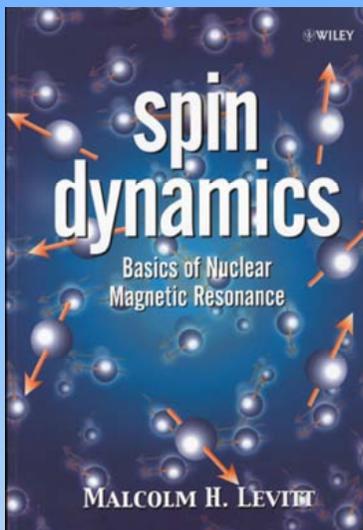
FU Berlin, Biochemie (Master), 3 Stunden

2 Teile: allgemeine Einführung, 2D, sequenzspezifische Zuordnung

Protein-Ligand-Wechselwirkung, Theorie und Beispiel aus der eigenen Arbeit

Material:

für theoretische Abbildungen folgende Bücher:



u.v.a.

Spektren:

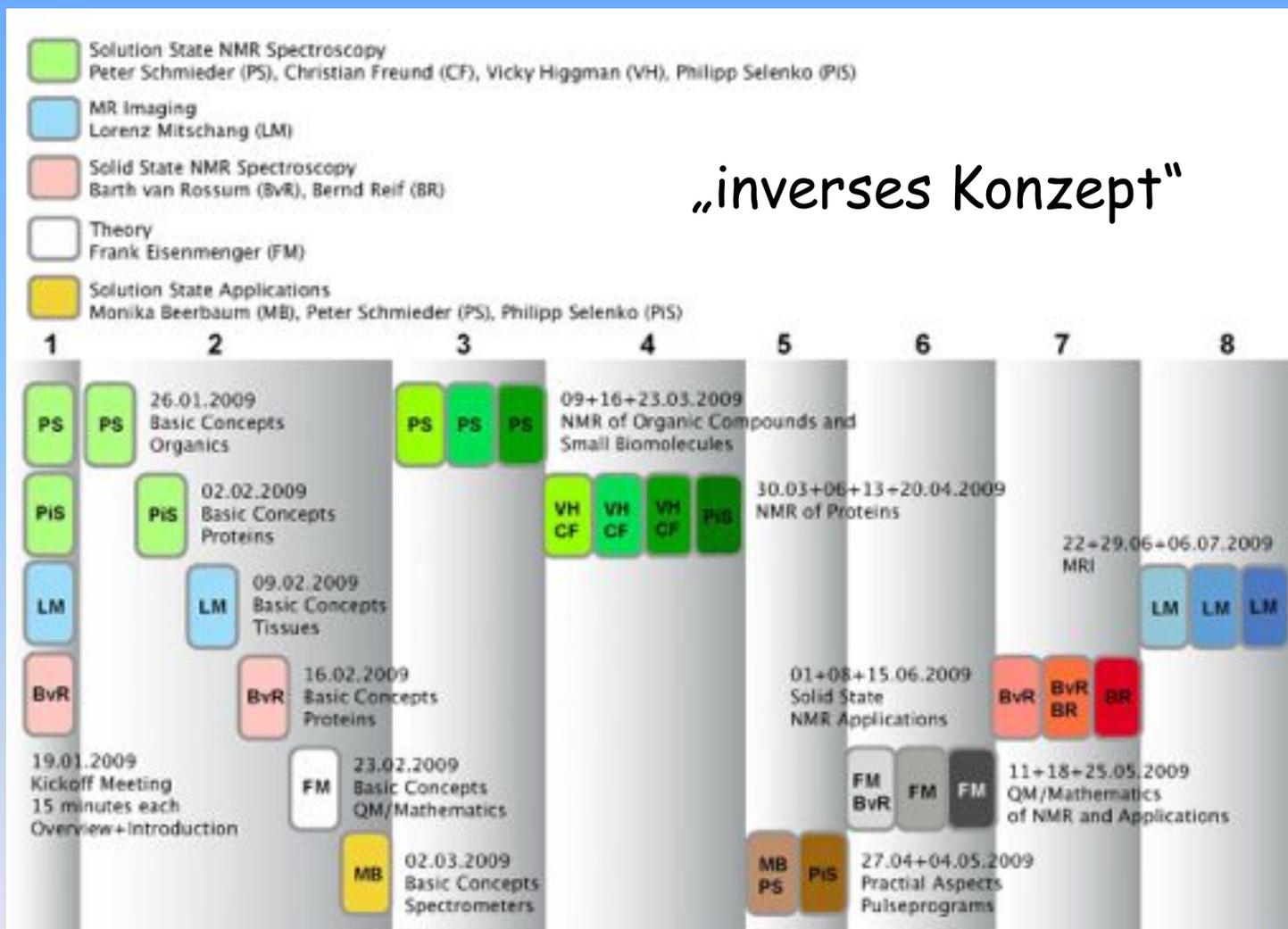
alle selber aufgenommen oder simuliert

Zu allen Vorlesungen „Skripte“ (sprich: die Folien) im Netz verfügbar

www.fmp-berlin.de/schmieder/teaching.htm

Ohne Password !! d.h. das ist evt. ein Problem

Doktoranden-Kurs am FMP: „Selenko-Seminars“



NMR für Schüler - Student -
Doktorand
in 2 - 7 - 14 Tagen

-

Auswahl von Lehrinhalten

Teaching Magnetic Resonance - GNMR - Frankfurt 2013



Monika Beerbaum
AG Solution NMR

- Herausforderungen
- Ziele
- Materialien
- Bausteine der NMR
- Beispiele

und ein paar Lieblingsabbildungen

- **Schüler** Abistufe Jugend-forscht-Gewinn (1 Woche)
- **Schüler** Praktikum als zusätzliche Prüfungskomponente (2 Wochen)
- **Studenten** Praktikum im Hauptstudium/Master Biologen, Mediziner (2Tage)
- **Diplomanden/Master, Doktoranden** zum Einlernen (wöchtentlich über Monate)
- **Doktoranden** des Hauses NMR Kennenlernen (tageweise Autumn school, wöchtentlich - Selenko Seminars)

Außenstehende:

Geräte, Spektren als Bild, grobe Information über Anwendungen

-> **Eindruck vermitteln - Wissenschaft zeigen**

Benachbarte Disziplinen/mögliche Kunden/Kooperationspartner:

Mögliche Anwendungen der NMR zeigen, praktische Beispiele,

knapper Einblick in Grundlagen und Facility, Probenbedarf

-> **Interesse Wecken - In welchen Fällen kann NMR sinnvoll sein?**

Potentieller NMR-Nachwuchs:

Geräte/Technik zeigen, Möglichkeiten der NMR, praktische
Messung und Auswertung, Methoden-Grundlagen oberflächlich,
leicht verständlich
-> **Begeisterung auslösen**

NMR-Anfänger:

fundierte Grundlagen, Messabläufe, Auswertung, praktische
Übungen
-> **Verständnis und Praxisorientierung haben oberste Priorität**

[Monika Beer](#)

Präsentationen

[Peter](#) [Literatur](#)

Experiments	Sammlung zum Verständnis verschiedenster Experimente
Evolution Times	Verschiedene Evolution times mit und ohne crst time und Entkopplungen
Delays	Erklärung wo die für Kopplungdelays verwendeten Standardwerte herkommen. Tabelle mit zugrunde liegenden Rechnungen und Diagrammen
Quadratur Detektion	ENGLISCH Notwendigkeit und Verfahren
Solvent Suppression	Methoden und Anregungsprofile Übersichtstabelle
Folding und Aliasing	Grundlagen des Faltens
Fourier Transformation	Anschauliches und Mathematisches zur Fourier Transformation
Processing	ENGLISCH komplett mit fortgeschrittenen Aspekten, deutsche einfachere Fassung im Basic NMR-Kurs
Phasen-Korrektur	nur indirekte Dimension, sehr anschaulich, kompliziertere Version und vereinfachte Version hinten dran
Praktische Aspekte	ENGLISCH dynamik range, solvent suppression, quadratur detektion, folding aliasing, phase correction, selective pulses überarbeiten!

Ansetzhilfe

praktische Übersicht zum Ansetzen der Basisexperimente organische Lösungsmittel und Tripleresonanz: $\alpha 2$, Increments, Scans, Laufzeiten

Protein-Ligand-WW

Protein-Ligand-Wechselwirkungen, Experimente

DEPT

Grundlagen von DEPT und DEPT-HMQC und Projekt zum Thema [DEPT-HMQC und EA](#)

Prolin-Experimente

Vortrag zu Prolinselektiven Experimenten mit Grundlagen Magnetisierungstransfer für's Gruppenseminar

exakte J Bestimmung

Verfahren zur exakten Bestimmung von Kopplungskonstanten mit Hilfe des DQF-COSY

HN(CO)CANH

Seminarvortrag Vorstellung und Erklärung von HNCANH-Typ-Experimenten

Advanced NMR

Sammelsurium von fortgeschrittenen Aspekten, die sonst nirgends enthalten sind

Maximum Entropie and Nonlinear Sampling

Angefangene Ausführung zu FT, Maximum Entropie und Nonlinear Sampling NUS

Relaxation

Einfache Erklärung und Mitschrift von Keeler, [Vortrag von Marco](#) (Schneider Seminar)

selektive Pulse

kompliziert Berechnung von Nullstellen selektiver Pulse, Berechnung von Phasenkorrekturen, adiabatische Pulse

Spektrometer

viele Bilder und sehr fortgeschrittene Hardware-Informationen

Stabilität des Magneten

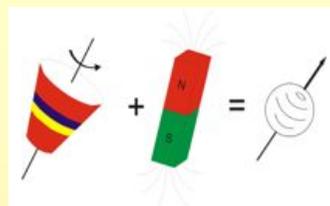
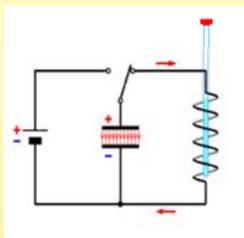
Mitschrift vom Bruker Hardwarekurs

Lock und Shim

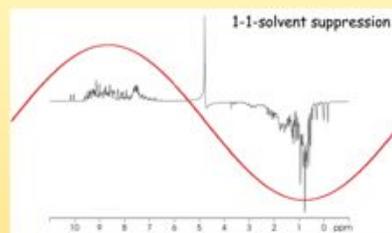
Kurzer word Text zum Sinn von lock und shimmen

theoretische Bausteine

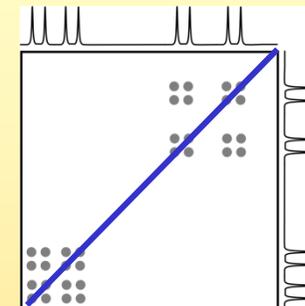
Praxisaspekte



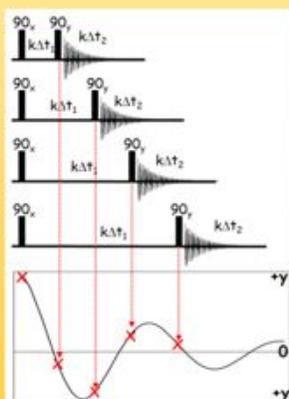
Physikalische Grundlagen



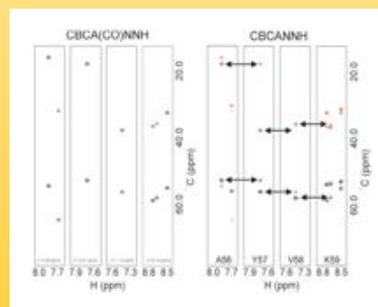
Experimente



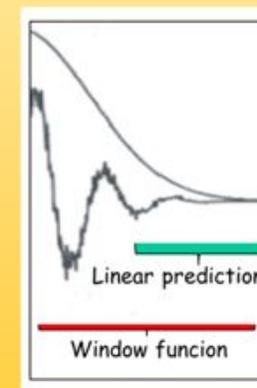
Spektren-Entstehung



Pulsprogrammtechniken



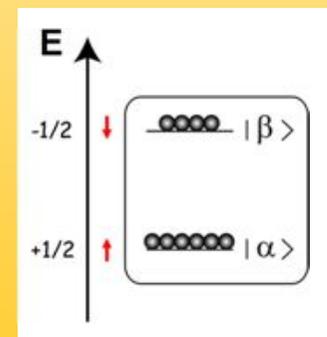
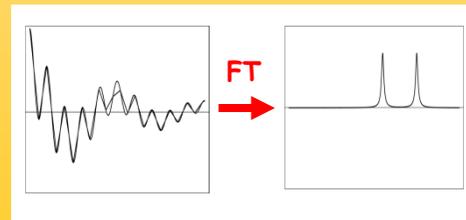
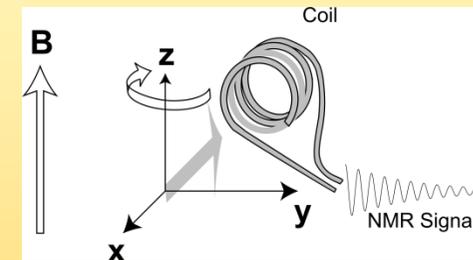
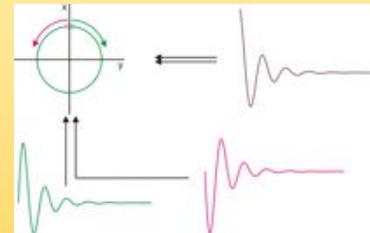
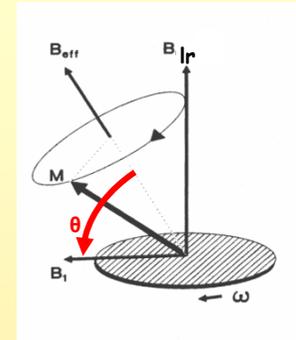
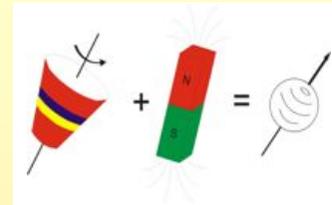
Prozessierung

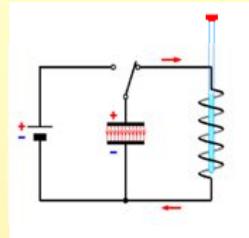
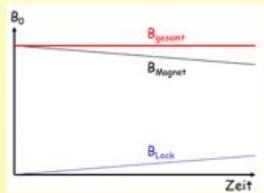


Auswertung

Physikalische Grundlagen:

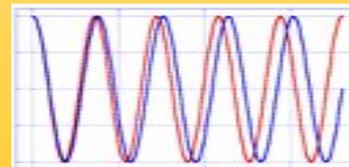
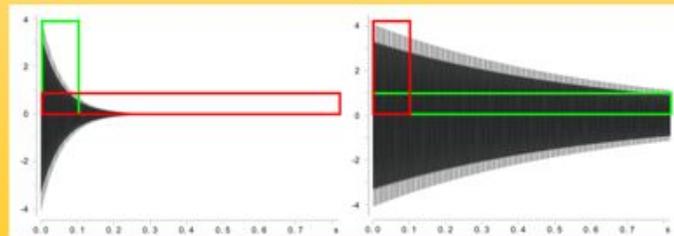
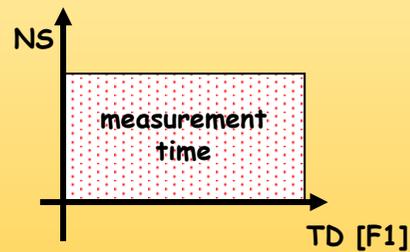
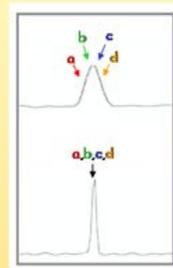
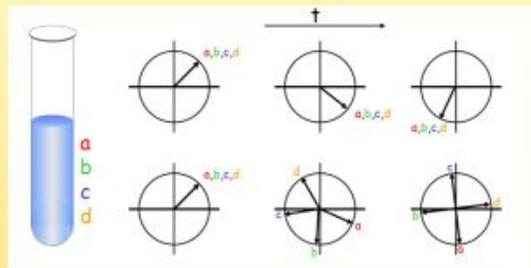
- Kernspin - Magnet - Kreisel
- Vektormodell
- Energieniveauschema
- Rotierendes Koordinatensystem
- Pulse
- Fourier Transformation
- Quadraturdetektion
- Markierungsnotwendigkeit
- (selektive Pulse)
- (Quantenmechanik)



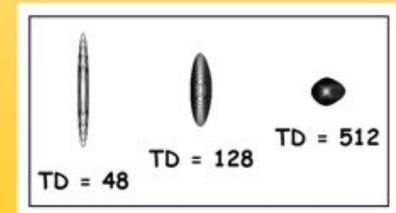


Praxisaspekte:

- Shimmen
- Lock-Mechanismus
- Lösungsmittelunterdrückung
- dynamic range - Receiver Gain
- Spektrale Weite
- Auflösung
- Falten

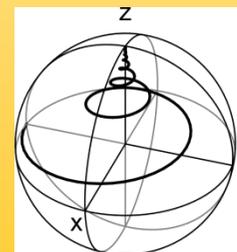
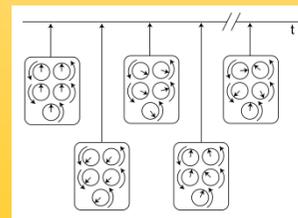
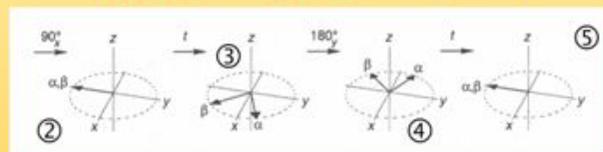
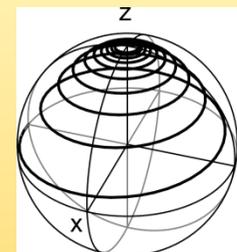
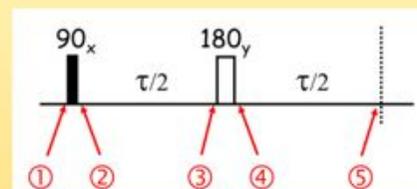
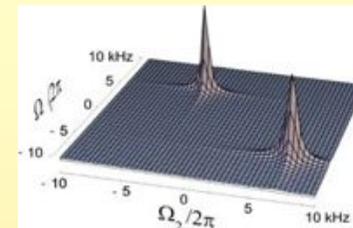
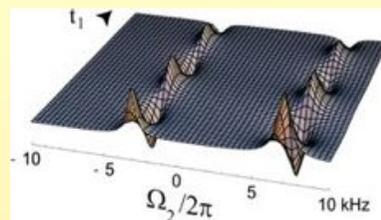


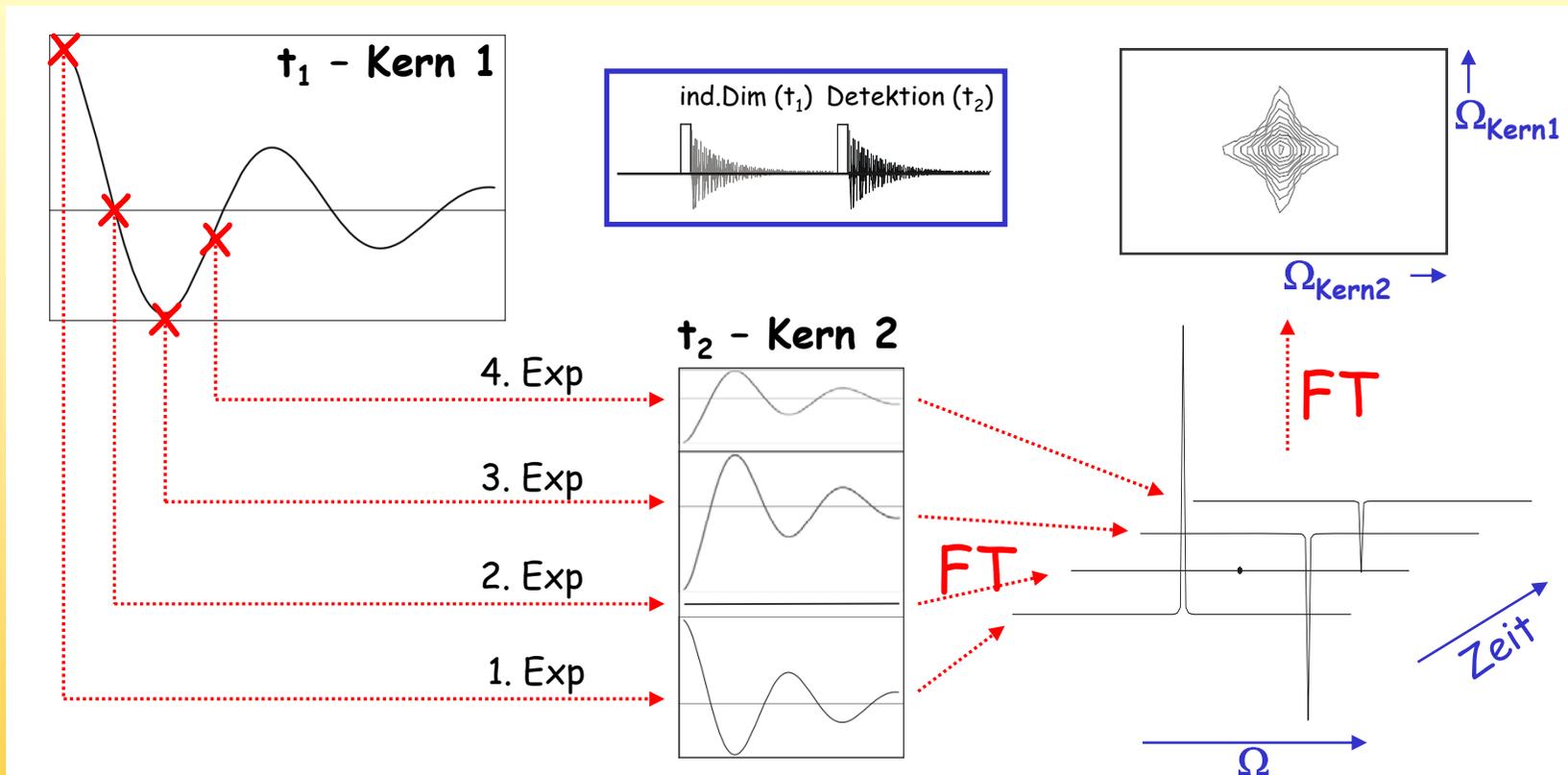
$$t_{1max} = TD \cdot \Delta t$$

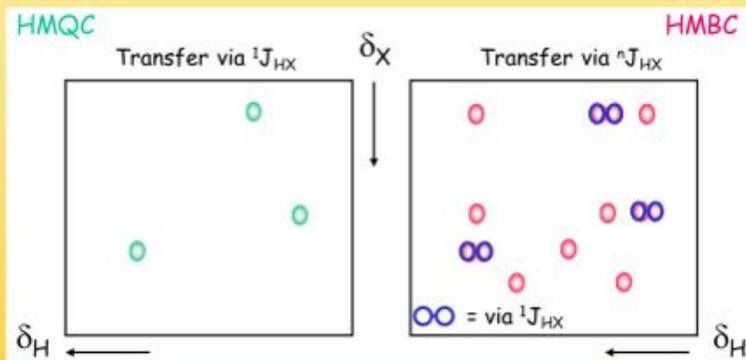
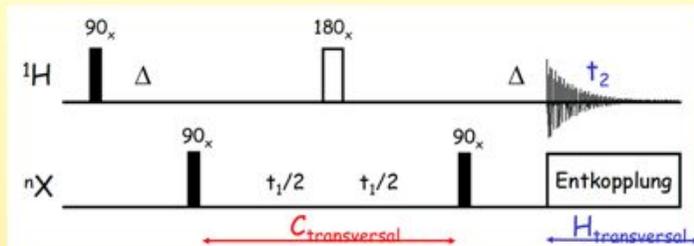


Spektren-Entstehung:

- chemische Verschiebung
- Kopplung
- 2D, 3D, 4D
- Vektormodell
- Nuklear Overhauser Effect
- Relaxation
- Produktoperatorformalismus
- Entstehung indirekter Dimensionen





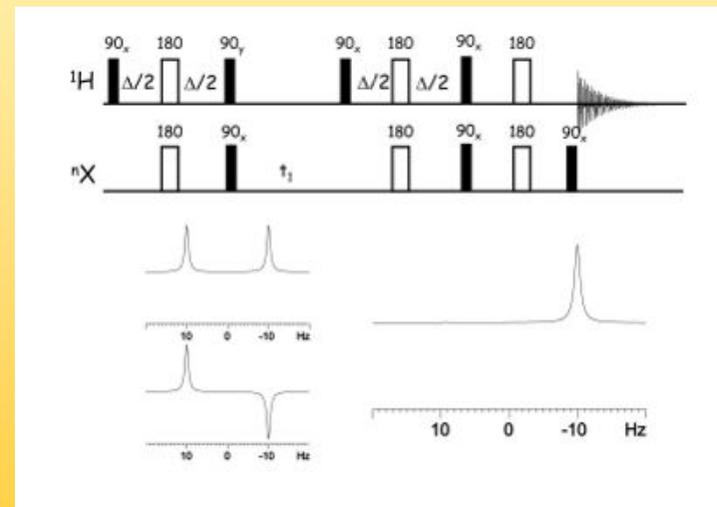
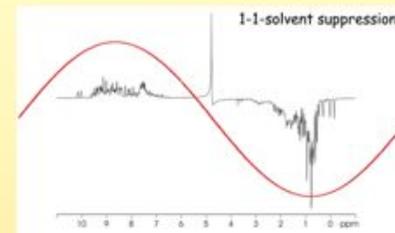


Experimente:

- COSY, TOCSY, NOESY
- HMQC, HMBC
- Triple resonance exp
- HSQC
- NOESYHSQC, ...
- Pulsprogrammschema
- Pulsprogramm
- Transfererklärung
- Produktoperatorformalismen
- (Kohärenzordnungen)

Pulsprogrammtechniken:

- Lösungsmittelunterdrückung
- schnelle Acquisition (sofast, best)
- non uniform sampling (NUS)
- Trosy - Große Moleküle
- Artefaktbeseitigung
- (constant time Techniken)
- (sensitivity enhancement)
- (Gradientenselektion)
- (Phasencyclen)

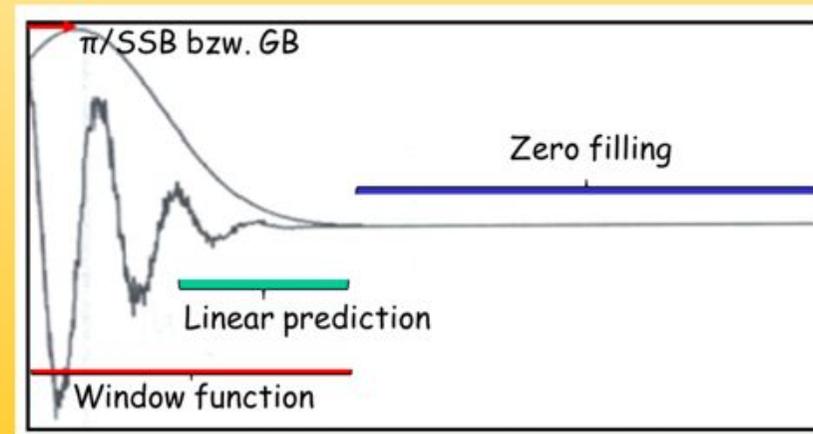


Prozessierung:

- Wellenfunktionen
- Prediction
- zero filling
- solvent suppression
- Phasenkorrektur
- Basislinienkorrektur
- Referenzierung

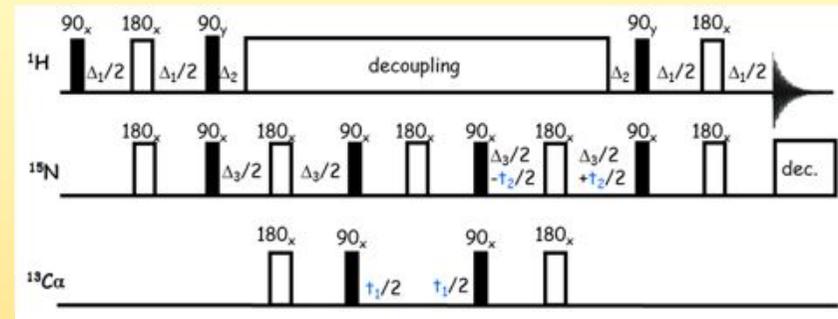
Auswertung:

- Zuordnung organischer Moleküle
- Proteinzuzuordnung
- Protein - Ligand WW
- Umgang mit Programmen
(Topspin, sparky, ccpn)



Immer:

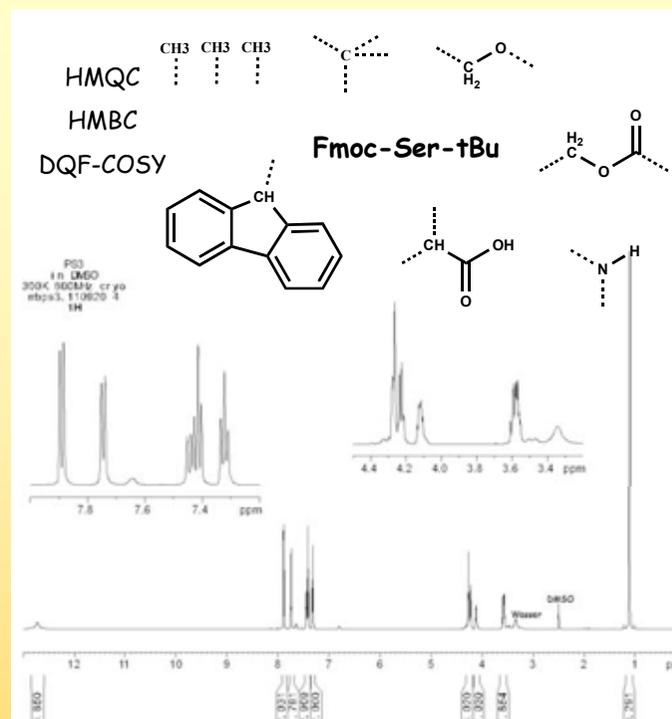
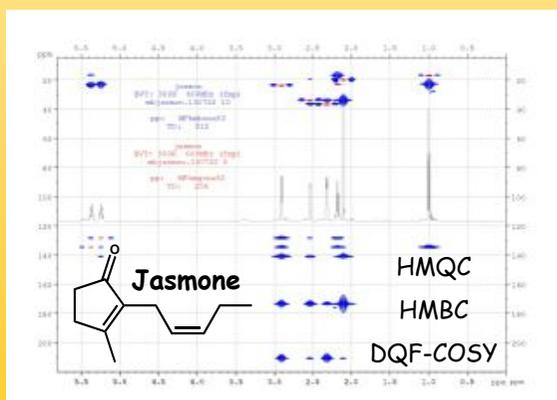
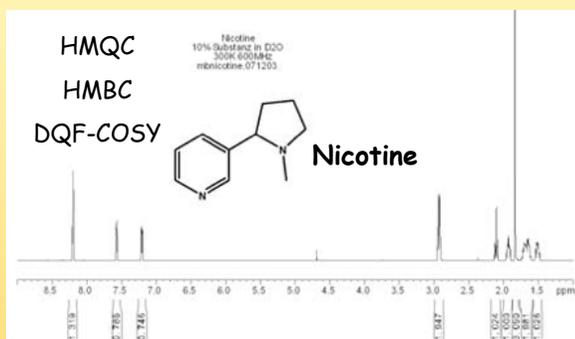
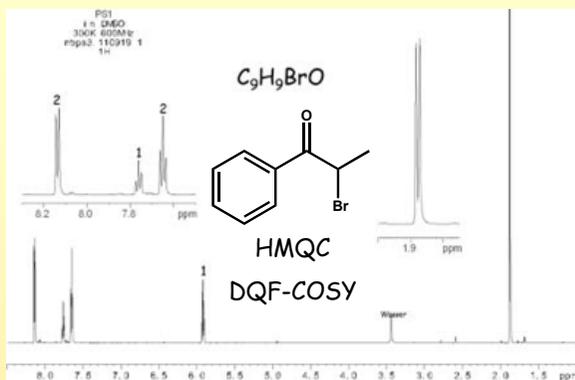
- Mögliche Anwendung
- Kernspin - Magnet
- Pulsprogrammschema



Nie:

- Quantenmechanik
- Kohärenzordnungen (Gradienten-Selektion)
- Selektive Pulse
- DQF-COSY oder TROSY rechnen

Zuordnungsbeispiele

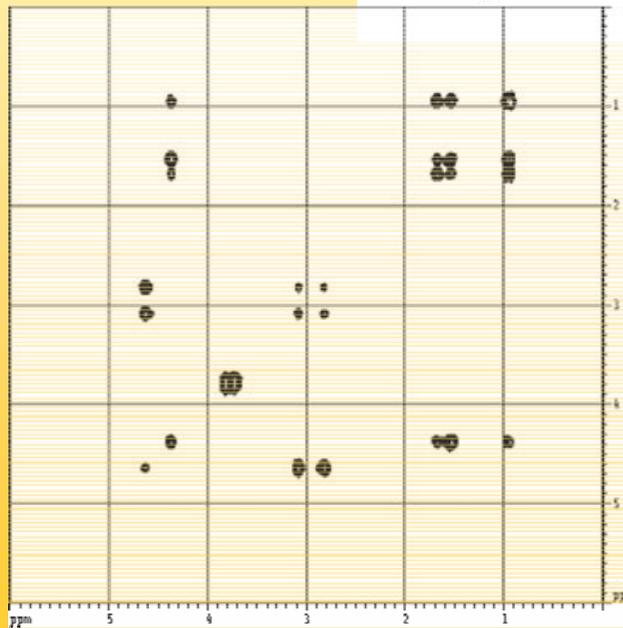
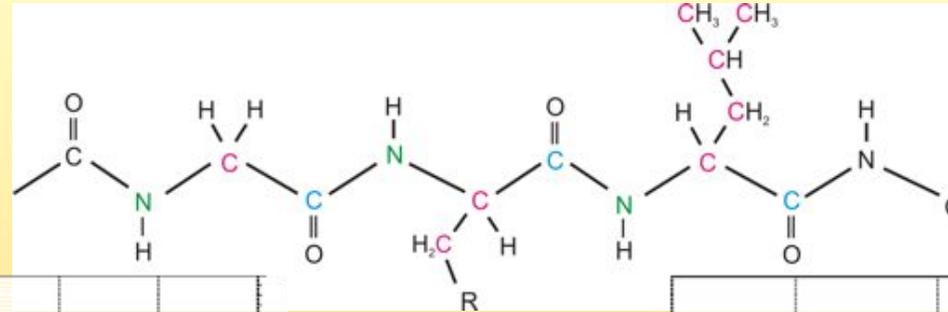


- Spektren
- Zuordnung als Präsentation
- Aufgaben/Fragen

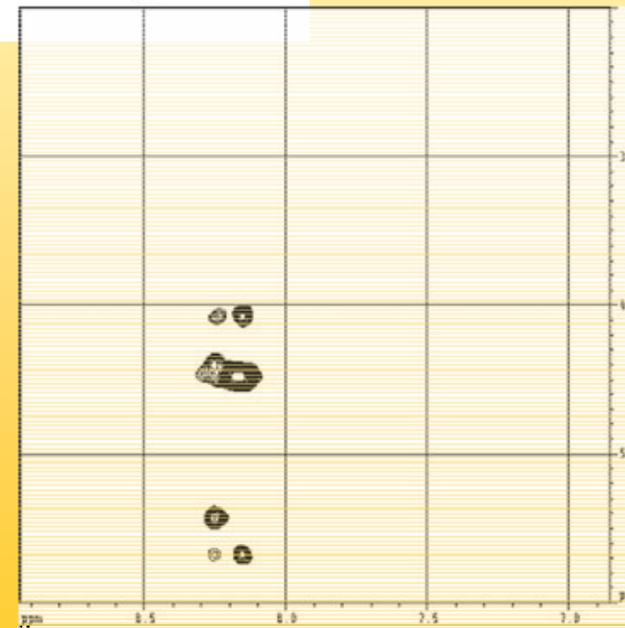
Zuordnungsbeispiele

GFL-Peptide

H-Tyr-Gly- ^{13}C , ^{15}N -Gly- ^{13}C , ^{15}N -Phe- ^{13}C , ^{15}N -Leu-Arg-Ile-OH



^{13}C -HMQC
 ^{15}N -HSQC
 COSY
 TOCSY
 CBCANNH
 CBCACONNH



Physikalische Grundlagen (2):

- Kernspin-Magnet-Kreisel: Rotierende Mini-Magneten
- Energieniveauschema: Orientierung mit Feld günstiger
- Pulse : Auslenken der Magnete durch Energieeintrag möglich
- Fourier Transformation: Computer ermittelt enthaltene Frequenzen

Spektren-Entstehung (3):

- chemische Verschiebung
- Kopplung: Wechselwirkung existiert, sichtbar machen, zuordnen von Nachbarn, Übertragung von Information
- 2D, 3D, 4D: mehrere Kerne nacheinander auslenken, Informationsübertragung durch Kopplung

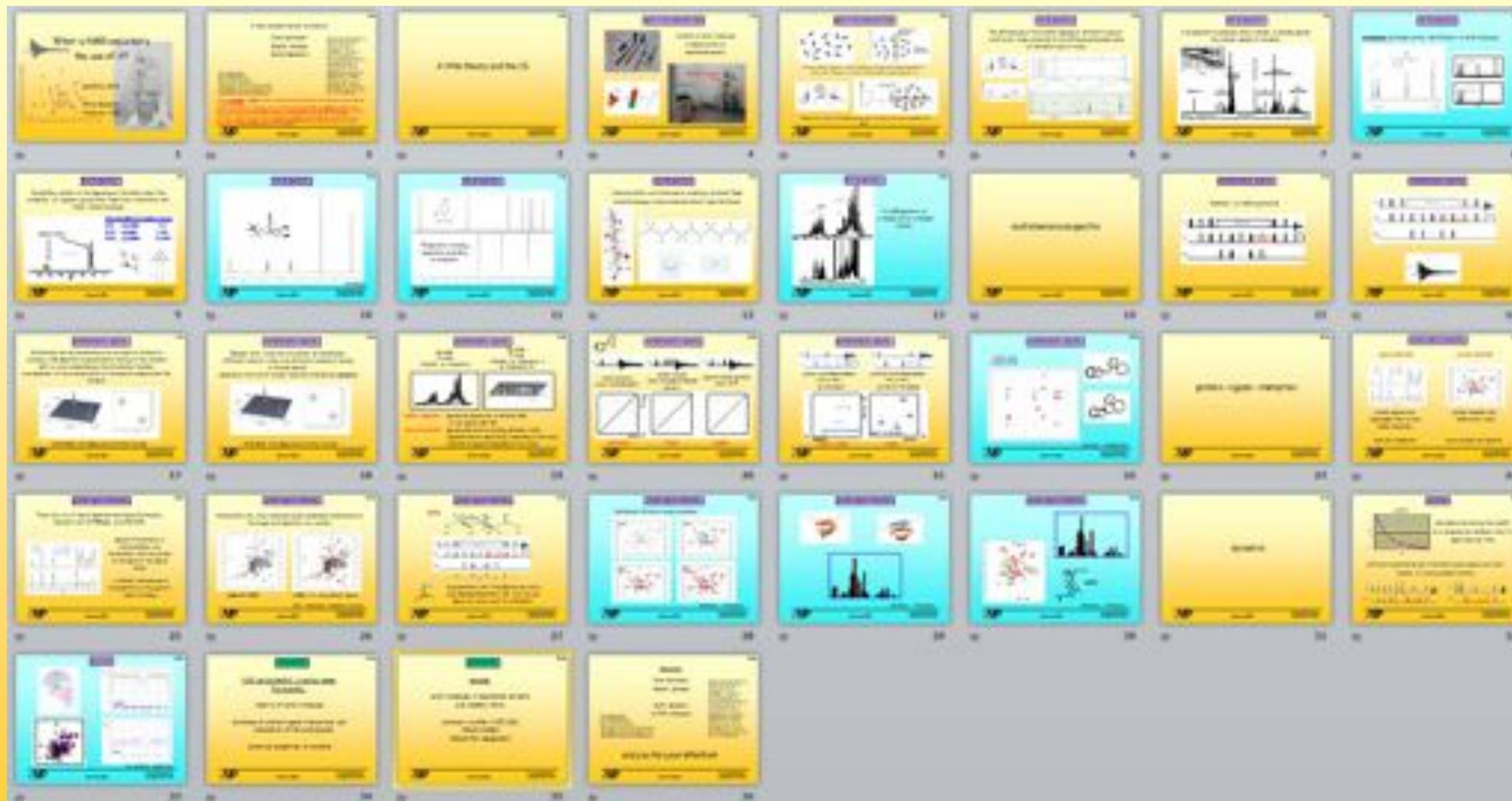
Experimente (4):

- COSY, TOCSY: Exp. zur Nachbarschaftsermittlung
- NOESY: Abstände im Raum - 3D Strukturen
- HSQC: Fingerprint zum Identifizieren von Veränderungen/Wechselwirkungen
- Pulsprogrammschema: Design von Exp. durch gezielte Abfolge von Energieeinträgen und Wartezeiten

Auswertung (5):

- Zuordnung organischer Moleküle: Möglichkeit nennen
- Proteinzuzuordnung: Möglichkeit nennen, HSQC zeigen
- Protein - Ligand WW: HSQCs mit shift zeigen
- Umgang mit Programmen (Topspin, sparky, ccpn): nur Optik zeigen

Interesse wecken





Begeisterung auslösen

Spektrometereinführung - Demonstration

Praxiserläuterung:

- Zuordnungsaufgabe
- Spektrenarten gezeigt, erklärt was man sieht
 - Zuordnungsstrategie erklärt

Selbständige Zuordnung:

- Gruppenarbeit
- Hilfestellung alle 20 Minuten
 - Kontrollfragen

<p>Grundlagen NMR-Kurs kleine Moleküle ca. 10* 90 Minuten Seminar</p>	<p>Inhalt Eckpfeiler Teil 1: Grundlagen Teil 2: NMR-Parameter Teil 3: Vektormodell und building blocks Teil 4: Magnetisierungstransfer Teil 5: Entstehung, Aufnahme und Prozessierung von 2Ds Teil 6: homonukleare 2Ds Teil 7: heteronukleare 2Ds Teil 8: Zuordnung Spektrometereinführung</p>	<p>Fragen 1 Fragen 2 Fragen 5 Fragen 6 Fragen 7 Fragen 8</p>
<p>Autumn school</p>	<p>Script Spektrometerbegleitzettel Tasks</p>	<p>engl. Text</p>
<p>Praktikum 90 Minuten Einführung Peter, 1 Tag Praktikum</p>	<p>Spektrometerbegleitzettel Übung auf Folien</p>	
<p>Schülerpraktikum eine Woche</p>	<p>Ablaufplan Jugend forscht 2011 Grundlagen 2D-Entstehung Zuordnung</p>	<p>Fragen 1 Fragen 2</p>

Intensives Verständnis

Abiturpraktikum

eine Woche Lösung-NMR

Ablaufplan Praktikum als zusätzliche Abitar-Prüfungs-Komponente 2013

Teil 1: Grundlagen

Teil 1.1: NMR-Parameter

Teil 1.2: Proteine

Teil 2: Zuordnung

Teil 3: Proteine-Ligand-Interaction dieser Teil englisch

Teil 4: 2D Entstehung

Spektrometereinführung aus mb_basic

[Jasmonat Spektren](#)

[Enah-EVH-II Titration](#)

Tripel Resonanz

Basis-Experimente Übersicht

SW und e2 Übersicht

Interesse Wecken

30 Minuten

Schmilka 2012

MF-Setup

30 Minuten

Abteilungseminar 2011

Handout

Phasenkorrektur

Gruppenseminar 2011

Topspin 3

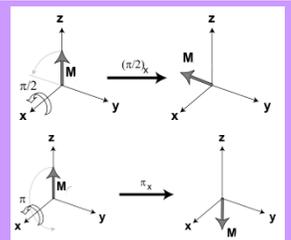
30 Minuten

Abteilungseminar 2012

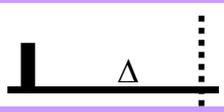
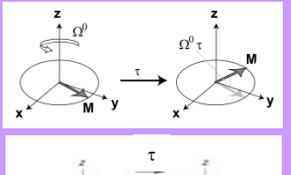
4D Zuordnung

30 Minuten Abteilungsfahrt

Brückentag 2013



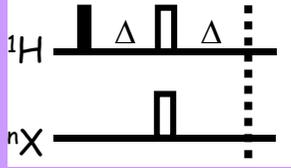
Es wird ein „rechtshändiges“ Koordinatensystem verwendet



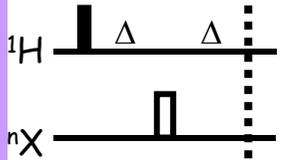
- + chemische Verschiebung
- + heteronukleare Kopplung
- + homonukleare Kopplung



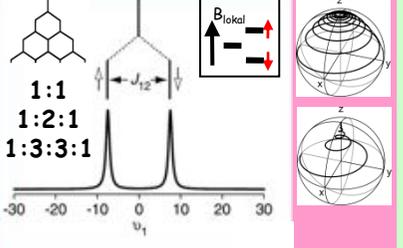
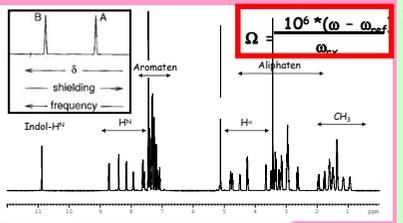
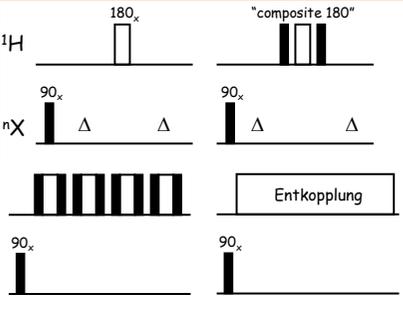
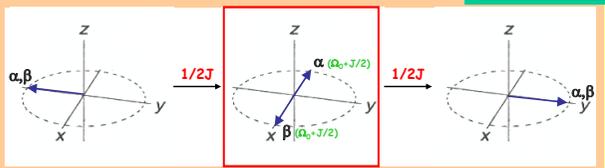
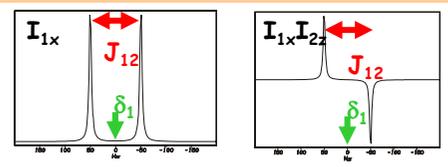
- chemische Verschiebung
- heteronukleare Kopplung
- + homonukleare Kopplung



- chemische Verschiebung
- + heteronukleare Kopplung
- + homonukleare Kopplung



- + chemische Verschiebung
- heteronukleare Kopplung
- + homonukleare Kopplung



Die Eckpfeiler

Net Magnetic Moment

Thermal Equilibrium

Rotating

Oscillating

Net Moment

Coil

NMR Signal

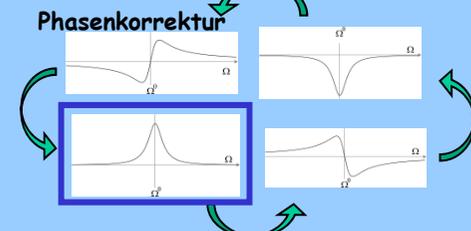
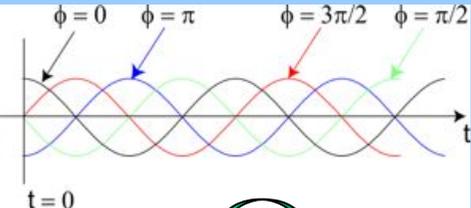
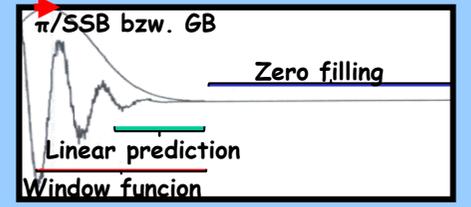
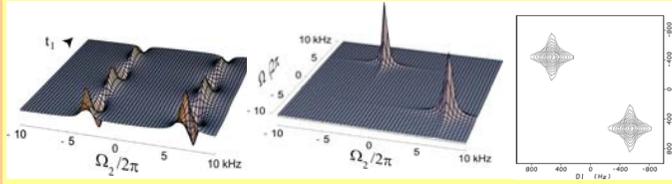
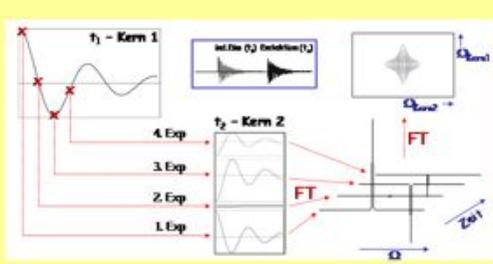
B_0

B_{gesamt}

B_{Magnet}

B_{Lock}

Zeit



Spektrale Weite: $\Delta f = 1/SW$

Auflösung:

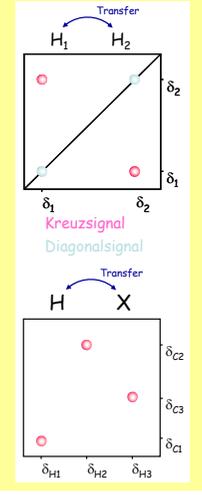
Signal zu Rausch: $S \sim ns$, $N \sim \sqrt{ns}$, $S/N \sim \sqrt{ns}$

Messzeit $\neq ns * TD$

$t_{\text{max}} = TD * \Delta f$

$\Omega = 10^6 * (\omega - \omega_{\text{ref}}) / \omega_{\text{ref}}$

o1 -> Acquisitionsdimension
o2 -> Kohlenstoff
o3 -> Stickstoff



n	0	1	2	3	4
PH0	0	90	0	90	0
PH1	0	-180	0	-180	0
Fcor	0.5	1	0.5	1	0.5
ME_mod	no	no	LPbc	LPbc	LPbc
TDoff	0	0	-2	-2	-4

Physikalische Grundlagen				
Vektormodell	Kernspin-Magnet Kreisel, rotierende Stabmagneten	Einzelspin und Gesamtmagnetisierung	Spinecho	Entkopplung
Energieniveauschema	Orientierung mit Magnetfeld günstiger	Bild, Besetzungsunterschied	Verbesserung der Besetzung	
Pulse	Energieeintrag dreht Stabmagneten	rotierendes Koordinatensystem, on Resonance		
FT	Computer ermittelt Frequenzen aus Überlagerung	Multiplizieren mit geraten Freq und Integrieren	mathematisch korrekt	
Quadraturdetektion	Zwei Richtungen um Drehrichtung zu bestimmen	Cos/Sin, komplexes Signal	Methoden	
Markierung	NMR-Aktive Kerne	Entkopplung, passive Kopplungen		
selektive Pulse	Anregung kleiner Bereiche	Scheibchen-Aufbau, Shape	off resonance pulse	Adiabatische Pulse erklären
Quantenmechanik	Kernspin ist QM objekt			
Praxisaspekte				
Abstimmen		Schwingkreis/Radio analog		
Lock-Mechanismus	LM-Signal konstant halten, Drift-Kompensierung	Deuteriumspektrometer		
Shimmen	Homogenität des Magneten Ausgleichsspulen	Erläuterung Signalverbreiterung		
Lösungsmittelunterdrückung		Konzentrationsverhältnisse, Sättigung		
Receiver Gain	Scheunentorbeispiel	Digitalisierung		
Messzeit	Signal zu Rausch	Auflösung TD 2D	Spektrale Weite, Zusammenhänge	Falten
Spektrenentstehung				
chem. Verschiebung	lokales Magnetfeld, Rotationsgeschw., Spektrum	ppm Skala	Anisotropieeffekte	
Kopplung	darstellbare Wechselwirkung von Nachbarn	Spinzustand Nachbar - lokales Magnetfeld	Werte, Aufspaltungsmuster, Entkopplung	Vektormodell, starke Kopplung
Mehrdim. Spektren	Dim. = Zahl ppm-Achsen	Fourier Trafo in mehreren Richtungen		
Relaxation	Signalverlust über Zeit	T1 und T2 Vektormodell	Einflüsse (Protonendichte, Molekülgröße,..)	
Produkt				

Die Vielzahl der unterschiedlichen Zeitfenster und Interessentengruppen macht es immer wieder spannend, aber eben auch kompliziert, weil man nicht jedes mal die gleichen Konzepte und Materialien nutzen kann, sondern immer selektieren und Prioritäten setzen muss.

Alles kann jeder erzählen, die Kunst ist nicht zu viel zu wollen.

Man muss immer überlegen, was will man das beim Lernenden wirklich ankommt und wie erreicht man das am effektivsten.



Dr. Peter Schmieder

Thank you!



NMR/EPR in biophysikalischer Chemie für Biochemiker (BSc, MSc) an der Goethe Uni

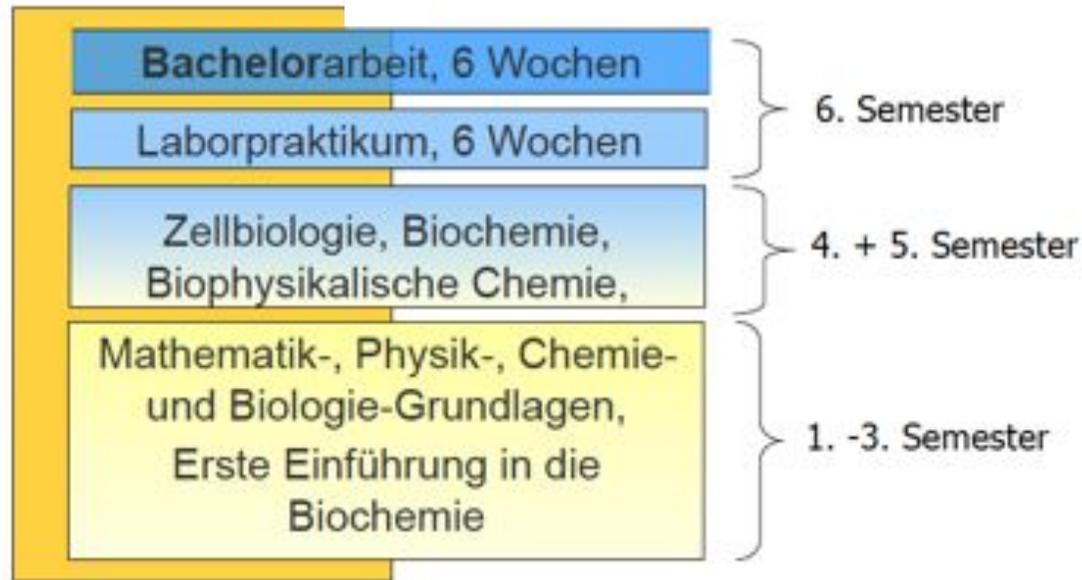
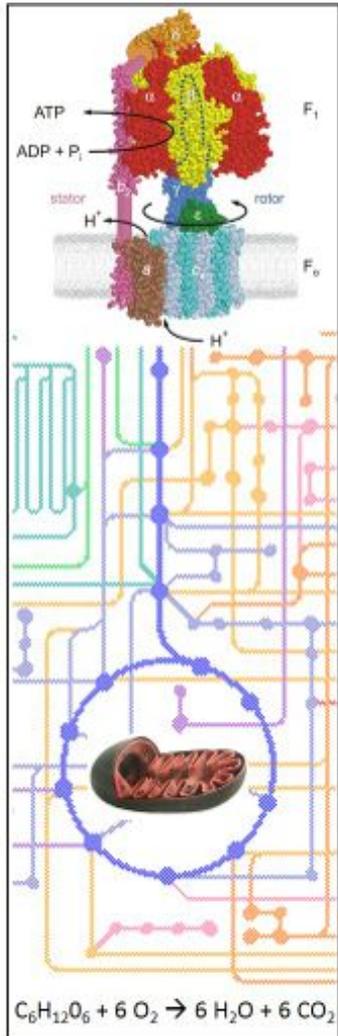


Clemens Glaubitz

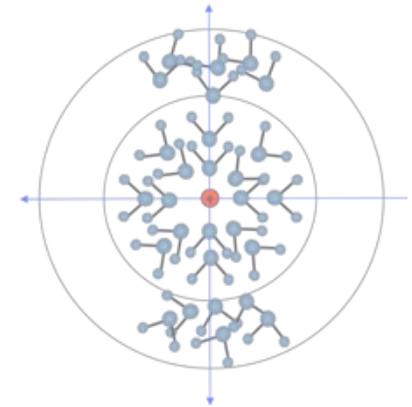
- **Einordnung in den Kontext des Studienganges**
- **BSc-Studiengang: Vorlesung und Praktikum**
- **MSc-Studiengang:**
 - **Vorlesung**
 - **Praktika**
 - **Vertiefungsmodule**

BSc Biochemie

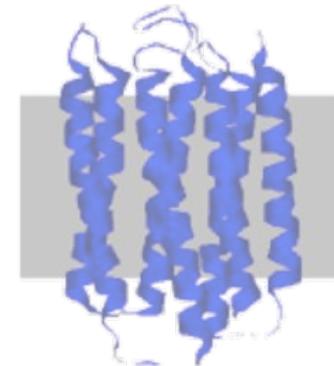
60 Studienplätze / NC + Interviews / 6 Semester



70% Prüfungsleistungen, 30% Studienleistungen



$$\Psi_v(x) = N_v \times H_v(y) \times e^{-y^2/2}$$

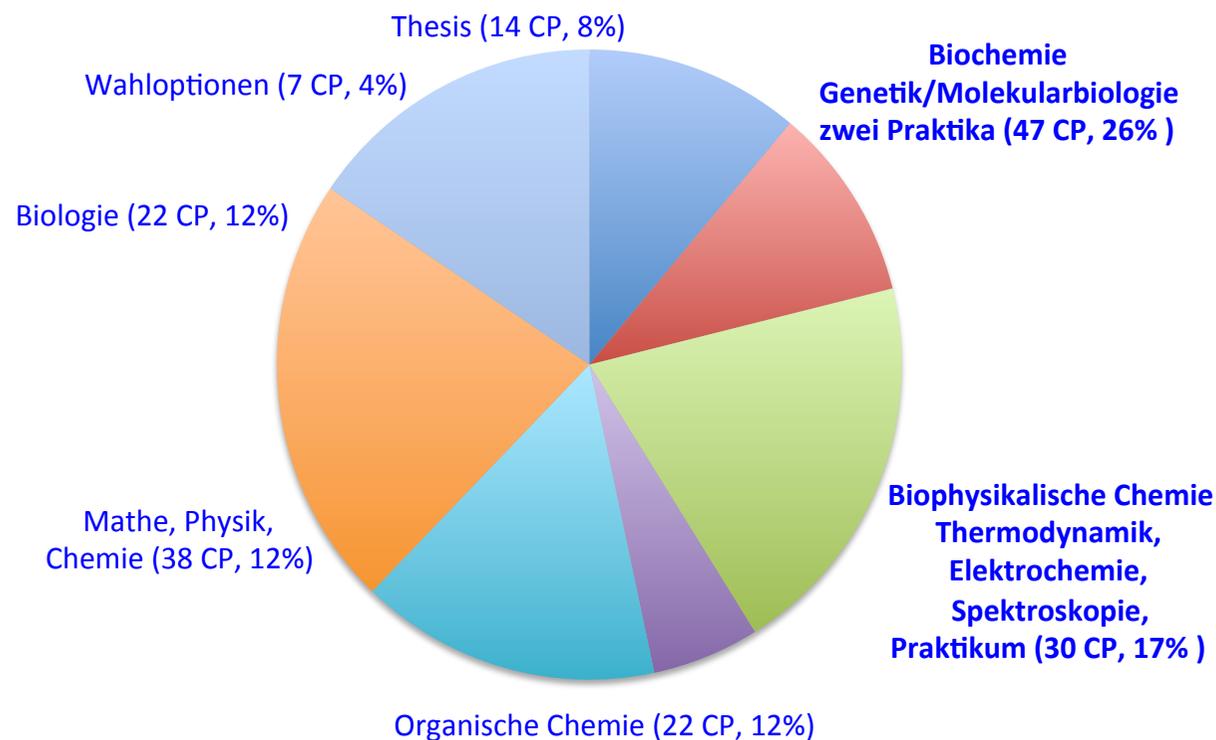


Partner: MPI Biophysik / PEI / GSH

Austausch: University of Oxford, Université de Strasbourg

BSc Biochemie

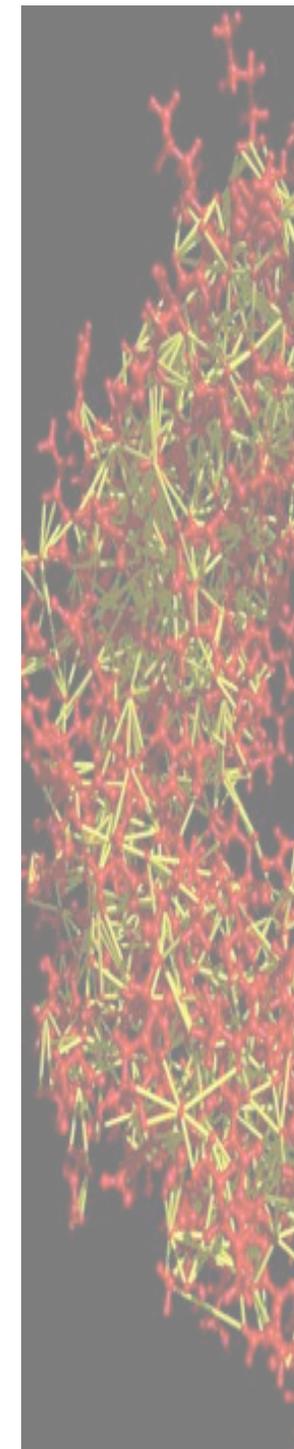
60 Studienplätze / NC + Interviews / 6 Semester



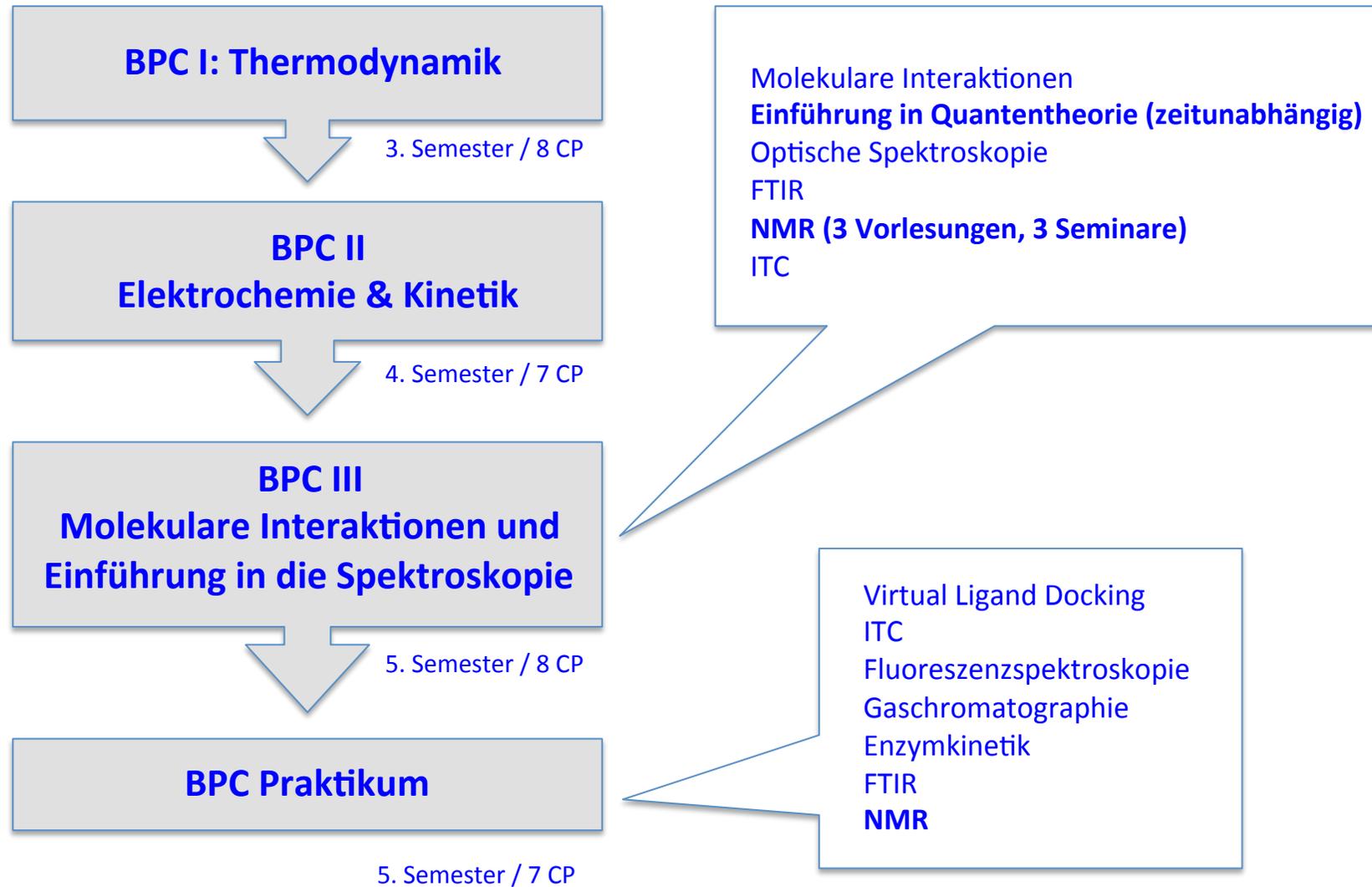
70% Prüfungsleistungen, 30% Studienleistungen

Partner: MPI Biophysik / PEI / GSH

Austausch: University of Oxford, Université de Strasbourg



Biophysikalische Chemie im BSc Biochemie



NMR im BSc Biochemie

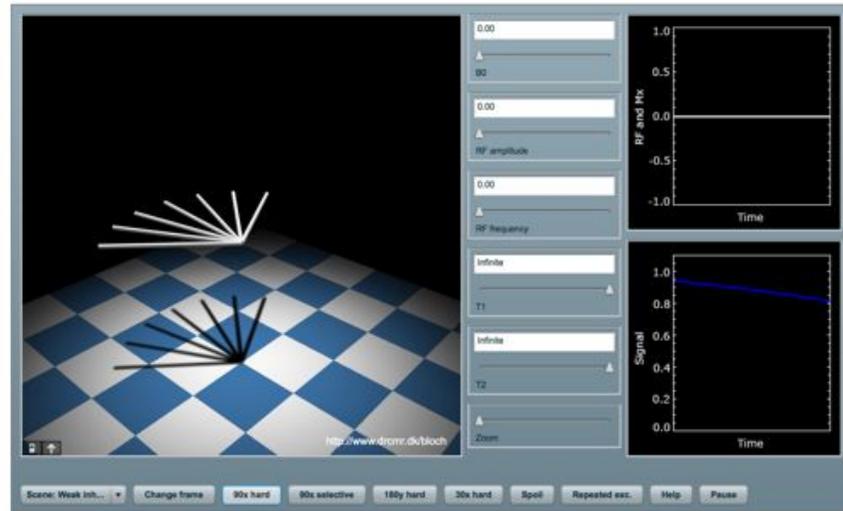
Vorlesung / Seminar



Magneto-mechanical Model for explaining:

- Larmor frequency
- Gyromagnetic ratio
- Rotating frame
- Magnetic resonance

www.teachspin.com



<http://www.drmmr.dk/BlochSimulator/>

- QM Drehimpuls und Spin (wichtigste Aussagen, keine Herleitungen)
- Kernspin und Magnetismus
- Magnetische Resonanz
- FT-NMR (RKS, Pulse)
- Chemische Verschiebung und J-Kopplung, T1 und T2

Zusätzlicher Kontakt mit NMR Anwendungen: OC Praktikum

NMR im BSc Biochemie



Pulsed NMR Spectrometer at 15.4 MHz to teach:

- Pulsed NMR
- Spectrometer hardware
- FID, T1, T2
- Fourier transformation

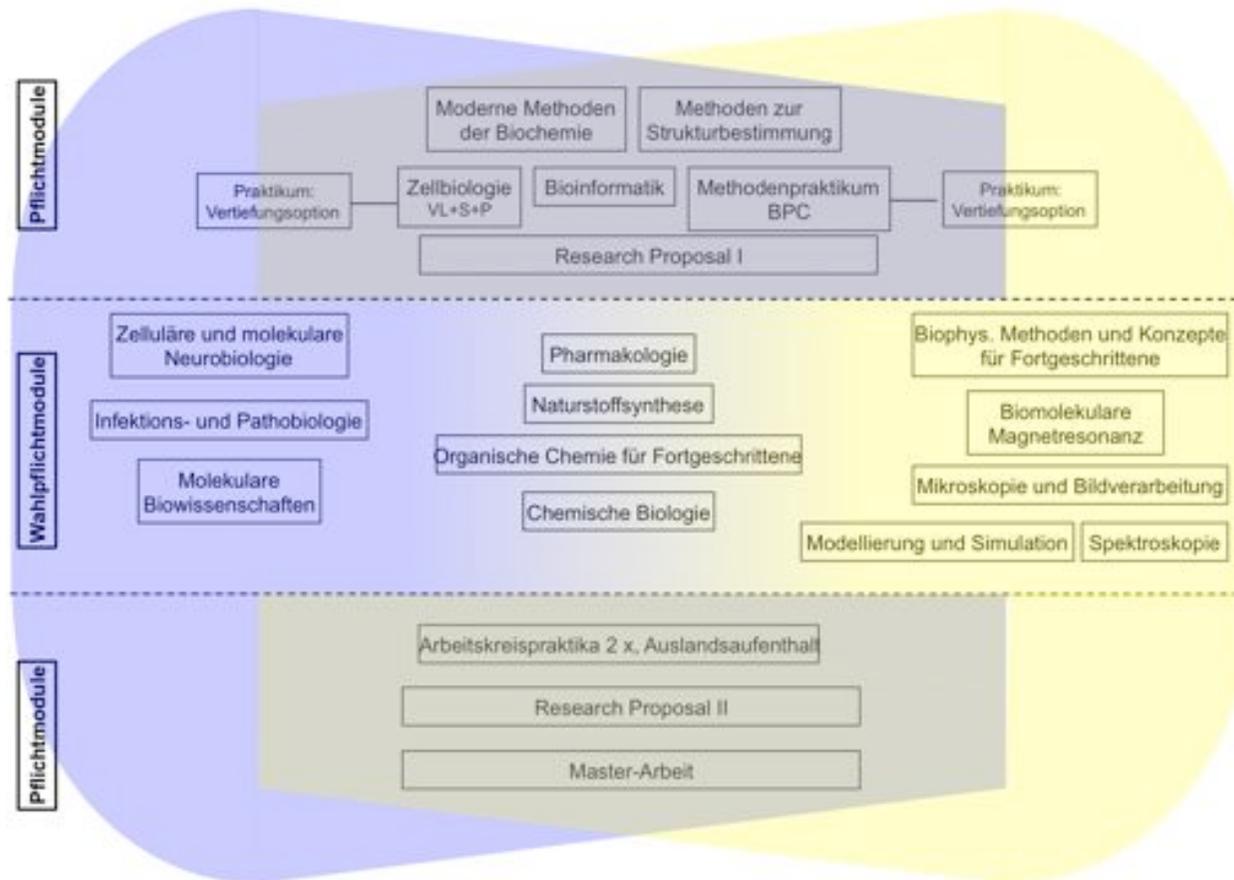
www.teachspin.com

Praktikum

- ^1H -T1 an Glycerol in Abhängigkeit von Viskosität
- Ziel:
 - Verstehen gepulster NMR
 - FID / Spektrum
 - T1 / T2
 - Fouriertransformation
 - 90° , 180° , Inversion recovery
- Durchführung in 2er Gruppen
- Versuch kann nach Anleitung alleine durchgeführt werden
- Dauer: $\frac{1}{2}$ Tag für Experiment, 3 Wochen bis Protokollabgabe

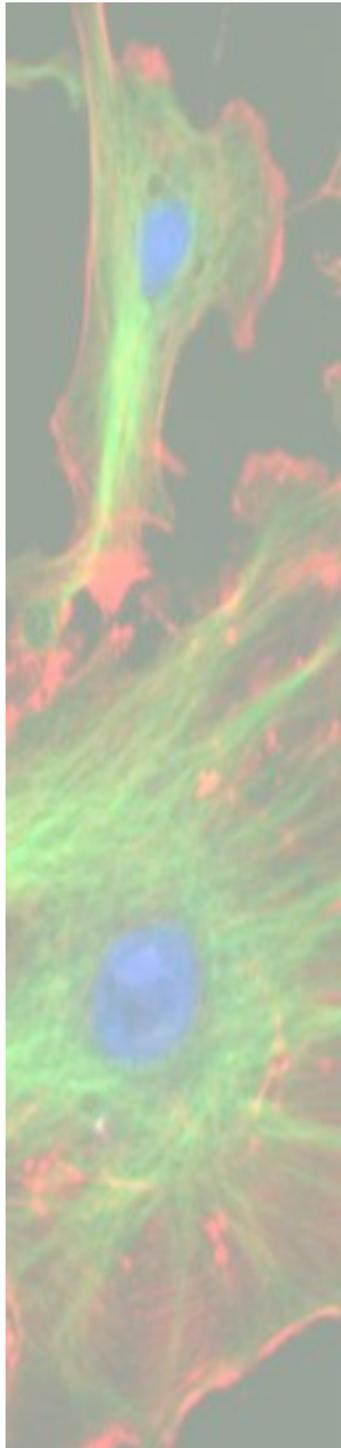
MSc Biochemie

40 Studienplätze / NC + Interviews / 4 Semester



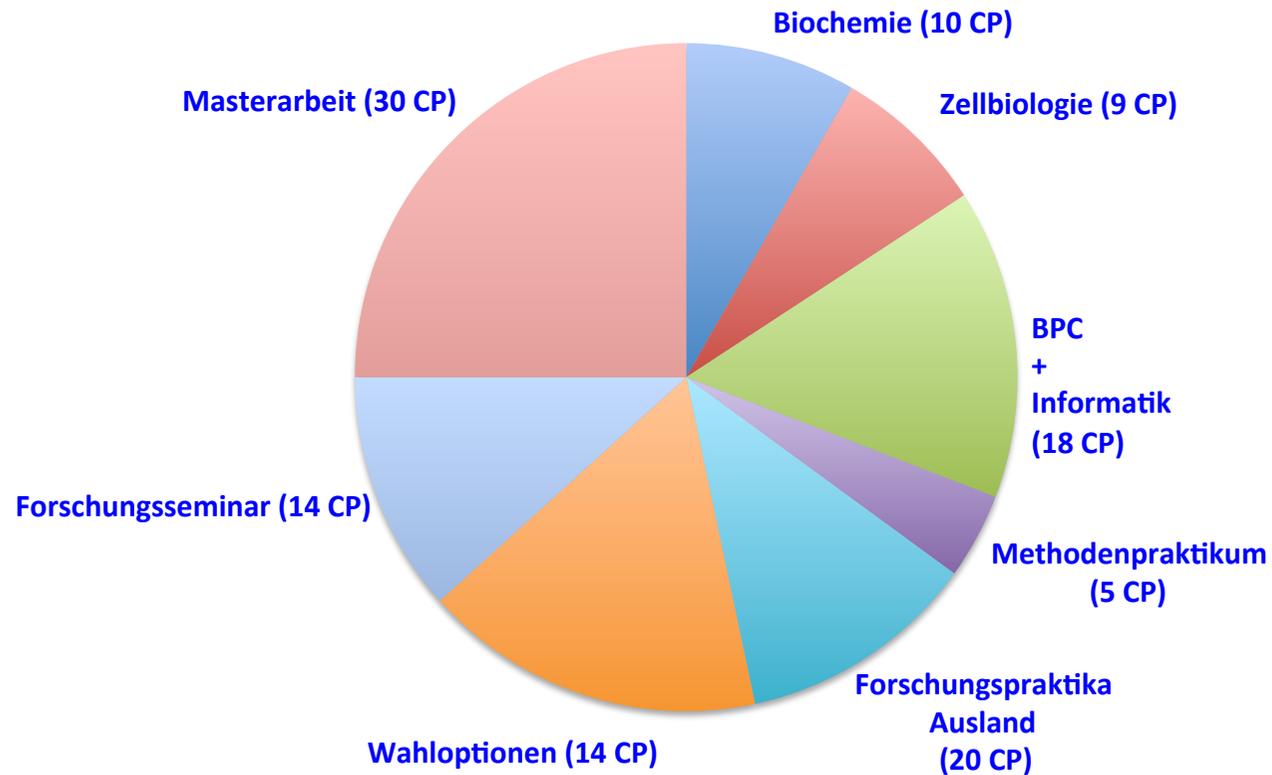
Partner: MPI Biophysik / PEI / GSH

Austausch: University of Oxford, Université de Strasbourg



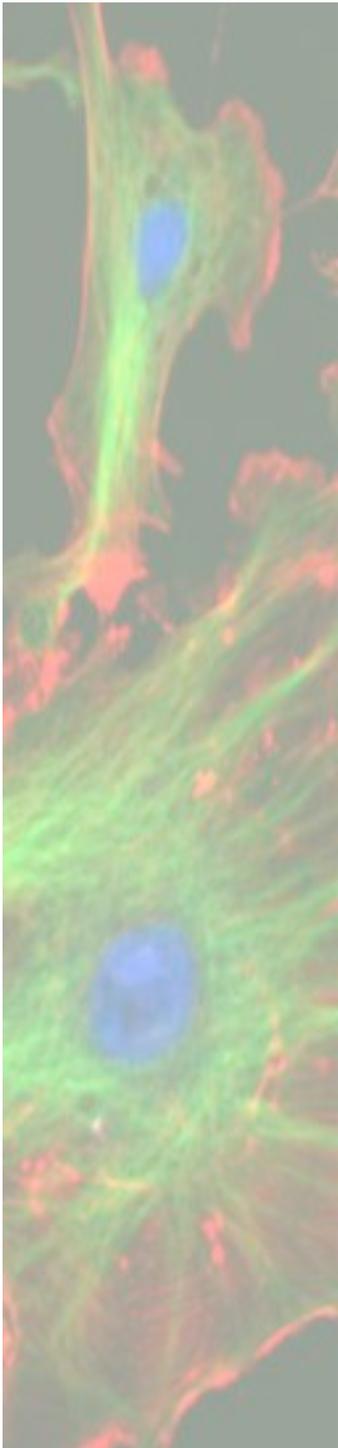
MSc Biochemie

40 Studienplätze / NC + Interviews / 4 Semester



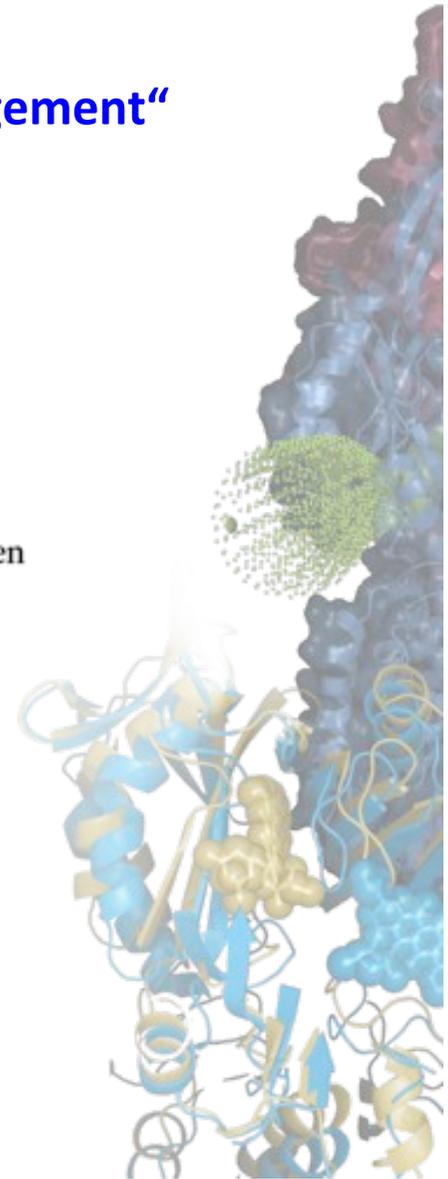
Partner: MPI Biophysik / PEI / GSH

Austausch: University of Oxford, Université de Strasbourg



MSc Biochemie

Innovative Lehrkonzepte: „Research Project Management“



NMR im MSc Biochemie

Methoden der Strukturbestimmung

1. Semester / 12 CP

Methodenpraktikum

2. Semester / 7 CP

L-NMR
FK-NMR (WP)
X-Ray
Membranbiophysik
Faltung und Kinetik (WP)
MS
Membranproteinbiochemie

QM der Rotation / Spin (1VL)

NMR Grundlagen (4 VL)

- MR, RKS, Pulse, FT
- Spektrometerhardware
- NMR Interaktionen (isotrop/anisotrop)
- Bewegung (molekular vs. MAS)
- Relaxation

Biopolymere - Strukturbestimmung (5 VL)

- 2D, NOESY, COSY etc.
- Strukturrechnung
- Proteine, DNA, RNA

EPR (1VL)

Fluoreszenz (2VL)

Kristallographie (3VL)

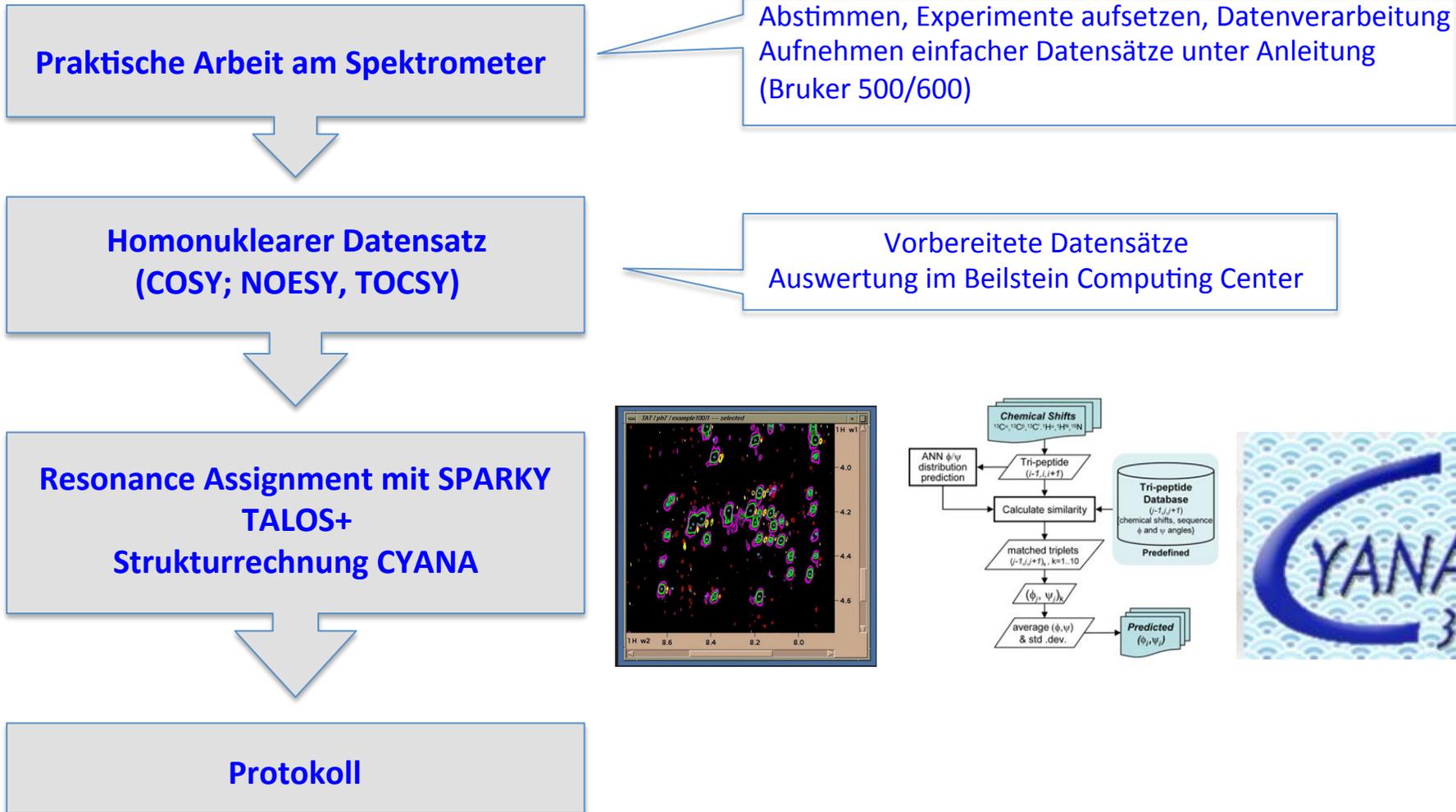
WP: Advanced Methods and Concepts
(QM of Spin, product operators etc.)

WP: Struktur und Funktion (OCIV)
(MSc Chemie)

WP-Modul Magnetische Resonanz (Theorie, L-NMR, FK-NMR, EPR)

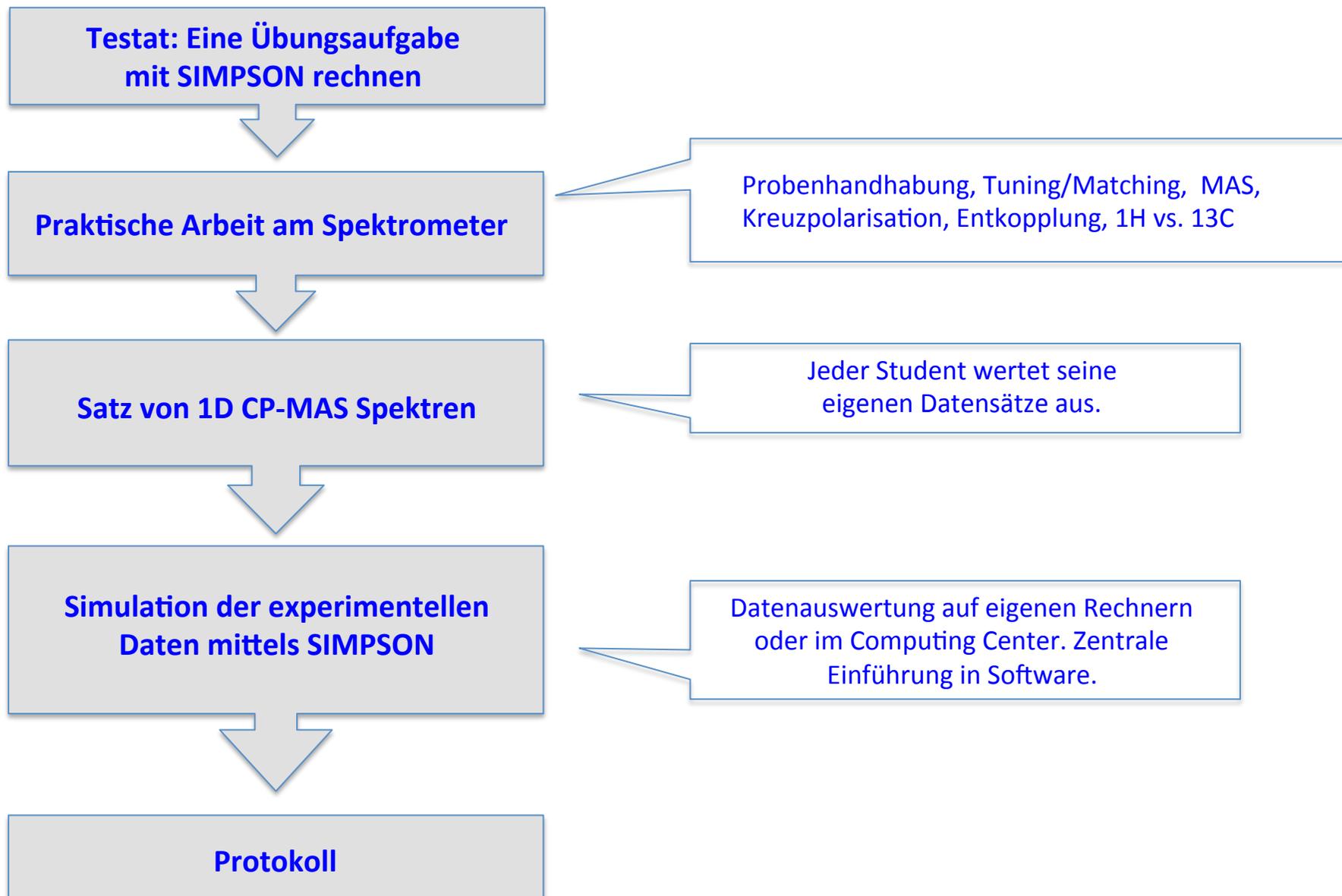
NMR im MSc Biochemie

Praktikum Lösungs-NMR: Strukturbestimmung eines Neuropeptids



Dauer: 3-4 Tage Präsenz + Protokoll ausarbeiten

Praktikum Festkörper-NMR: Anisotrope Interaktionen



Dauer: 1-2 Tage Präsenz + Protokoll ausarbeiten

Praktikum Festkörper-NMR: Anisotrope Interaktionen

Testat: Eine Übungsaufgabe mit SIMPSON rechnen

Praktische Arbeit am Spektrometer

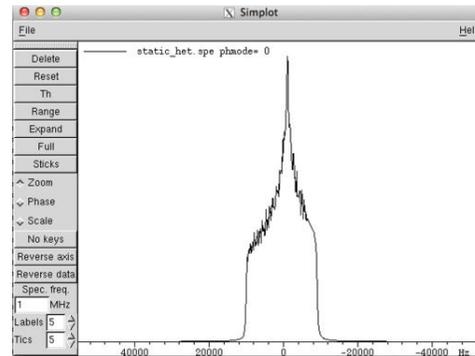
Satz von 1D CP-MAS Spektren

Simulation der experimentellen Daten mittels SIMPSON

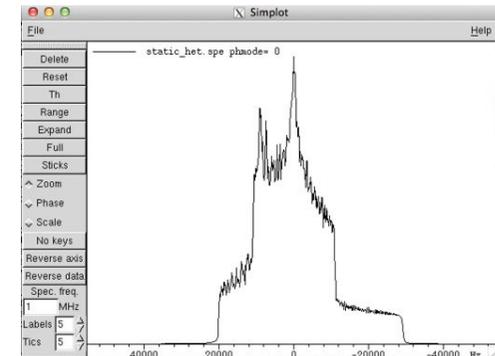
Protokoll

Kristalline Proben: U-13C-Val, U-13C-Gly, Gly

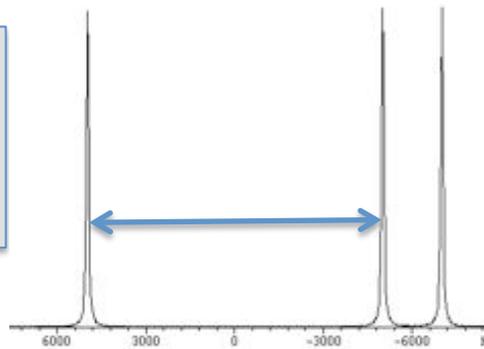
CSA



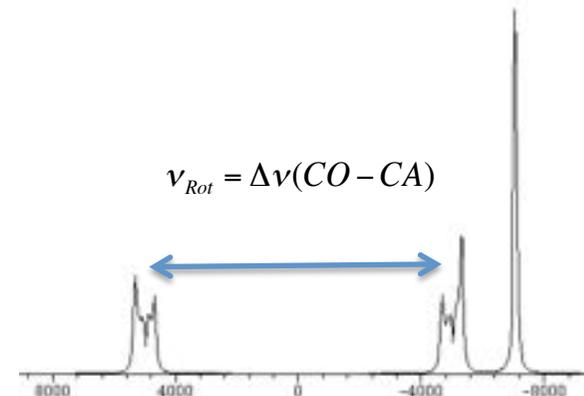
CSA+DC



MAS



MAS+R2



Wie genau können dipolare Abstände in Spinpaaren im Festkörper bestimmt werden?

Dauer: 1-2 Tage Präsenz + Protokoll ausarbeiten

Wahlpflichtmodul Magnetische Resonanz (Schwalbe, Prisner, Glaubitz)

Für: MSc Chemie, Biochemie, Biophysik, Physik

Mathematische Grundlagen der NMR
(Schwalbe)

Festkörper-NMR
(Glaubitz)

EPR Spektroskopie
(Prisner)

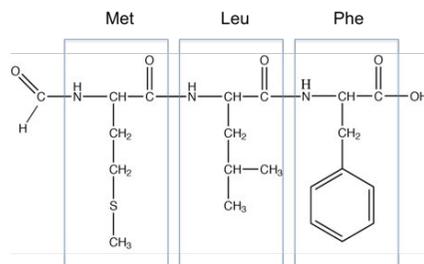
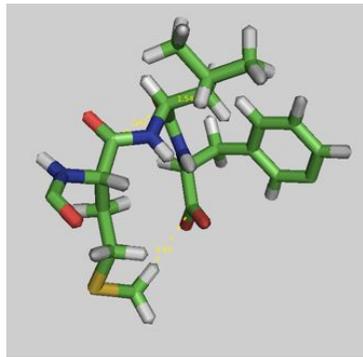
Literaturseminar

Wahlpflichtmodul Magnetische Resonanz (Schwalbe, Prisner, Glaubitz)

Einführung in die FK-NMR (1 Semester)

Overview: NMR Interactions in the solid-state
Tensors, Euler angles and rotations
The chemical shift tensor
Homo- and heteronuclear dipole coupling
Magic Angle Sample Spinning
Cross polarisation
Heteronuclear decoupling (CW, multi-pulse)
Homonuclear decoupling (frequency switched Lee-Goldberg)
Heteronuclear recoupling: REDOR/TEDOR
Homonuclear recoupling: R2, RFDR
Multidimensional experiments:
 Separated local field spectroscopy
 HETCOR
 Broadband CC correlation spectroscopy (dipolar, spin diffusion)
 Assignment experiments (NCACX, NCOCX, CANCO)
Double quantum spectroscopy
 AHT, C/R sequences
 Double quantum filtering (1D, 2D)
Molecular dynamics in the solid state
 Time scales and NMR parameters
 Relaxation studies
 Lineshape analysis
 Exchange spectroscopy
 2H NMR
Dynamic Nuclear Polarisation
Lab visit

Einführung in die FK-NMR: Einheitliche Vorlesungsstruktur



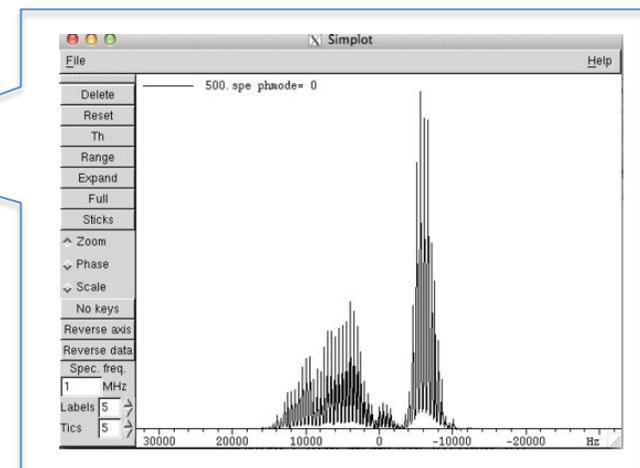
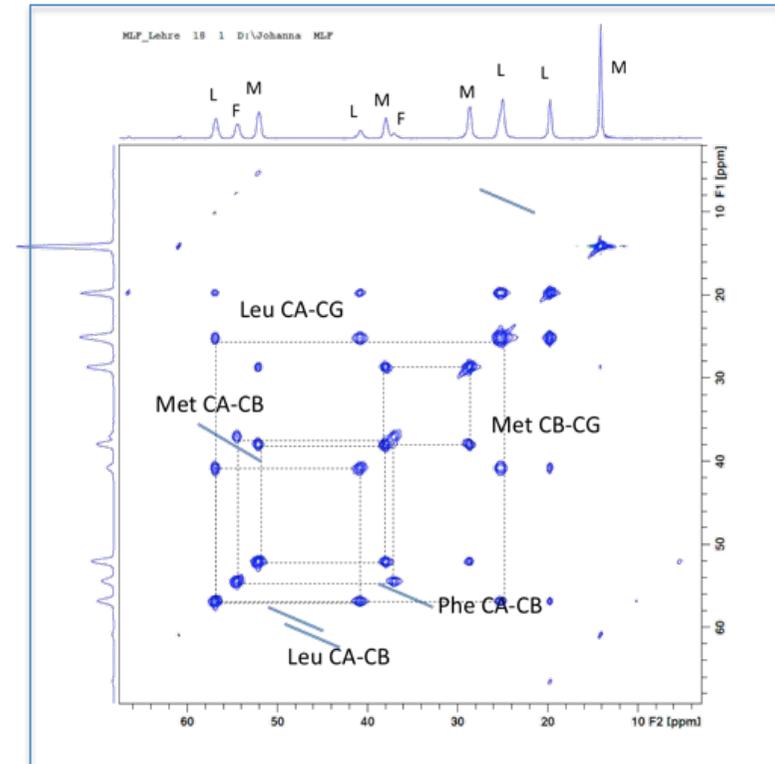
3D Structure by MAS-NMR:
1Q70.pdb

Theorie / Methoden

Illustration mit
Experimentellen
Daten an MLF

SIMPSON DEMO
(Script online verfügbar)

Anwendungsbeispiel
(Literatur)



Einführung in die FK-NMR: Beispiel für Hausarbeiten

(a) SLF-Spektroskopie an Membranproteinen: Berechnung von PISA-Wheels aus gegebener 3D Struktur

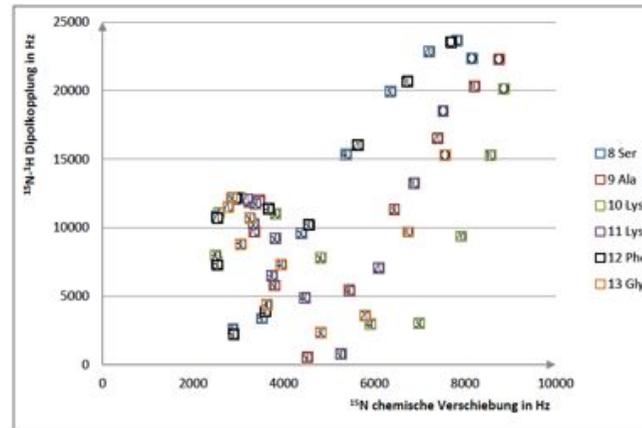
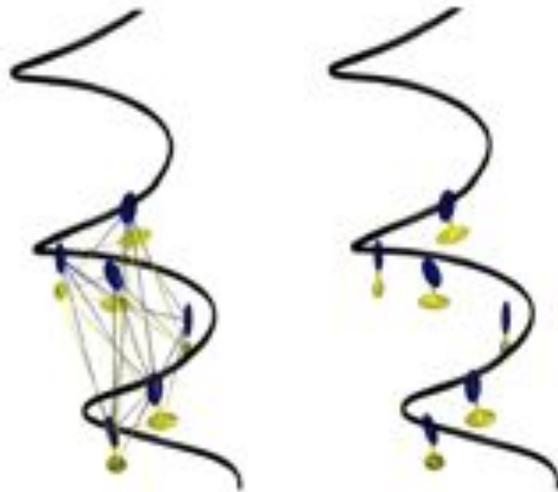
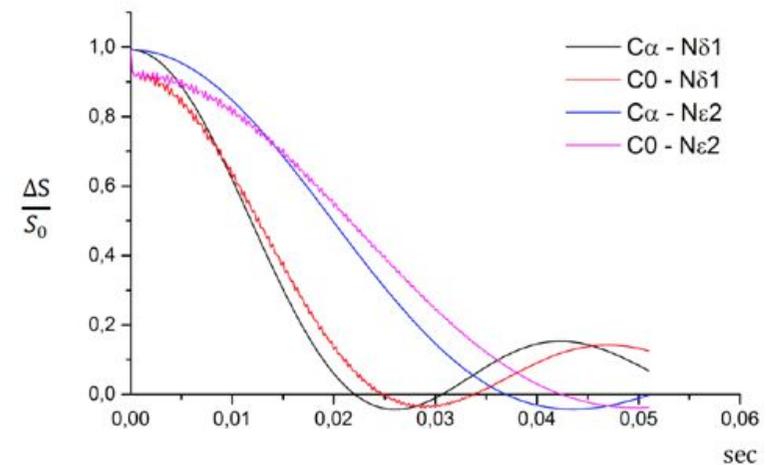
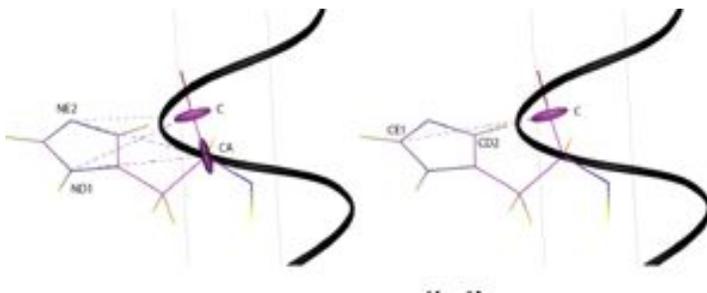


Diagramm 3: Dargestellt ist die ¹⁵N-¹H Dipolkopplung der sechs betrachteten Aminosäuren des Peptids Magainin-2 in Abhängigkeit von der jeweiligen chemischen Verschiebung.

Anja Huste, Sven Hock, SS 2013

(b) Seitenkettenorientierung mittels REDOR und R2



Andreas Jakob, SS 2013

G-NMR Meeting 21.11.2013

Arbeitsgruppe Lehre

NMR-Wissensüberprüfung im Organisch- Chemischen Grundpraktikum per Online- Test

Bachelor Chemie – Goethe Universität Frankfurt



NMR im Bachelor Chemie

- **Einführung in die NMR im organischen Grundpraktikum:**
 - **Spektroskopische Einführungskurse (4 * 2h) und wöchentliches NMR-Seminar in Kleingruppen**
 - **Jede synthetisierte Verbindung muss mittels NMR charakterisiert werden**

- **Seminar:**
 - **Lösung von 1D und einfachen 2D NMR-Aufgaben mittels eines Online-Tests**
 - **Vorstellung und Besprechung der Aufgaben**



Ziele im Studium Bach Chemie

- ❑ **Verständnis von ^1H und ^{13}C chemischen Verschiebungen in organischen Molekülen, Kopplungen, Quantifizierung, Chemischer und Konformationeller Austausch**
- ❑ **Analytik von Syntheseprodukten**
- ❑ **Identifizierung von Verunreinigungen und Nebenprodukten**
- ❑ **Zuordnung von organischen Molekülen und Naturstoffen mittels einfacher 2D NMR-Experimenten (COSY, HSQC, NOESY/ROESY, TOCSY und HMBC)**
- ❑ **Grundlagen zur Vertiefung der NMR an Biomakromolekülen und anorganischen Substanzen**



Probleme der Studenten

- ❑ **komplizierte Theorie und Fehlen der physikalischen Grundlagen der Spektroskopie (Vorlesung Molekulare Spektroskopie im 5. Semester)**
- ❑ **Spektrenauswertung ist Erfahrungssache! Es fehlt die zeitnahe Anwendung zur Übung**
- ❑ **Korrektur abhängig vom Fachgebiet des Assistenten**

Online-Test – Aufbau

- Nutzen der OLAT-Plattform der Goethe-Universität („Online Learning and Teaching“)**
- Studenten müssen sich registrieren**
- Übungsblätter als PDF zum Download und Bearbeiten**
- Eingabe im Onlinetest ohne Ergebnisanzeige**
- Eingabeverpflichtung innerhalb einer Woche bis zum Vorabend des Seminars**
- Besprechung im Seminar und Vorbereitung auf die nächste Aufgabe**

Online-Test – Vorteile und Herausforderungen

- **Vorteile**

- einfache Kontrolle der Ergebnisse (auch für große Studentenzahlen)
- einfache Analyse, wo die generellen Missverständnisse liegen
- Verpflichtung verstärkt die Mitarbeit, da alle sich mit den Aufgaben befasst haben müssen

- **Herausforderungen**

- eindeutige Fragen mit einfachen Antworten
- Kompatibilität zu anderen Online Plattformen
- Datenschutz

Online-Test – Inhalt im Seminar

- **1D NMR**

1. Multiplizität, Integral, Chemische Verschiebung (leichte 1D ^1H Aufgaben, Molekül ist vorgegeben, Spektrum gezeigt)
2. Masse, UV, IR, DBÄ (leichte ^1H Aufgaben, in denen Masse, UV, IR, DBÄ eine Rolle spielen)
3. Spinsysteme im Aromaten, ^1H Inkrementsystem (1H Aromaten (Substitutionsmuster erkennen, chemische Verschiebung berechnen))
4. ^{13}C : 1D Spektren (entkoppelt, gekoppelt, DEPT...), Nicht Integrierbarkeit von ^{13}C (hetNOE, T1), ^{13}C Inkrementsystem ($^1\text{H}/^{13}\text{C}$ 1D Aufgaben)
5. Kopplung, Karplus, Doppelbindung, Zucker, Dacheffekt (Doppelbindungsaufgaben)
6. Äquivalenz (Aufgaben zur Pople Nomenklatur, Topizität)
7. Weitere Anwendungen von NMR: Quantitative NMR, Austausch (Zuordnung von Monorden mittels 1D NMR)

- **2D NMR**

8. Einführung 2D (Anhand von Monorden), COSY (Zuordnung mittels COSY)
9. HSQC (Zuordnung mittels COSY und HSQC)
10. NOESY, ROESY, TOCSY (2D Zuordnungsaufgaben)
11. HMBC (2D Zuordnungsaufgaben mit Schwerpunkt HMBC)
12. Zusammenfassung

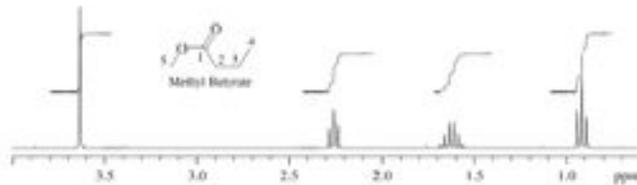


Online-Test – Beispiel 1

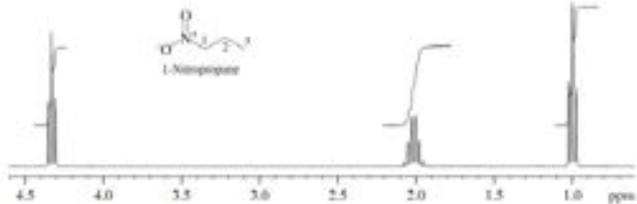
Hausaufgabe 1

Ordnen sie die unten stehenden Spektren zu. Messen sie hierfür auch die Integrale aus und beachten sie die Multiplizitäten der Signale. Tragen sie die Ergebnisse im OLAT ein.

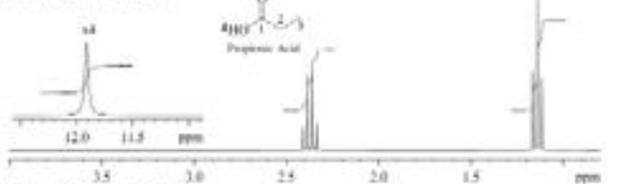
Aufgabe 1, 500MHz in CDCl₃



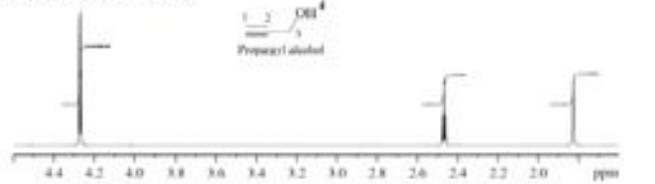
Aufgabe 2, 500MHz in CDCl₃



Aufgabe 3, 500MHz in CDCl₃



Aufgabe 4, 500MHz in CDCl₃



Aufgabe 1

Ordnen sie die Signale der Spektren in Arbeitsblatt 1 den Atomen/Atomgruppen im gegebenen Molekülen zu.

Möglichkeiten bei der Multiplizität sind s, d, t, m, dd, ddd, dt, q, quint, sext, sept, oct, non (für Singulett, Duplett, Triplet, Multipllett, Duplett von Dupletts, Duplett von Duplett von Dupletts, Duplett von Triplets, Quartett, Quintett, Sextett, Septett, Octett, Nonett).

chem. Versch.	Mult.	H Atome	Zuordnung
3,62 ppm	s	3	5
2,25 ppm	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
1,62 ppm	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
0,92 ppm	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>

Antwort speichern

NMR Hausaufgabe 1 (Kursbaustein vom Typ Test)

Auswahl eines Kursteilnehmers aus Gruppe "Seminargruppe Richter"

=Zurück

Alle bewertbaren Kursbausteine anzeigen

Anzeige NMR Hausaufgabe 1

8 Einträge

Vorname	Nachname	Versuche	Punkte	Bestanden
Alia		1	11.000	Bestanden ✓
Chantal isabell		1	12.000	Bestanden ✓
George		1	12.000	Bestanden ✓
Leyla		1	11.750	Bestanden ✓
Mathias		1	10.750	Bestanden ✓
Monika		2	11.750	Bestanden ✓
Plamina		1	11.000	Bestanden ✓
Vico		1	12.000	Bestanden ✓

Microsoft Excel - NMR_Aufgabe1 Übersicht.xls

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O	AH	AI	AJ	AK	AL	AM	AN	AO	AP	
1																									
2	Vorname	Test Punkte	Bestanden	IP-Adresse	Dauer (s)	1,81	1,82	1,83	1,84	1,85	1,86	1,87	1,88	1,89	1,90	4,81	4,82	4,83	4,84	4,85	4,86	4,87	4,88	4,89	
3	0 Korrekt					1	2	2	sext	2	3	t	3	4	d	2	3	t	1	1	1	1	1	4	
4	1 Vico	12 true	109.90.184.2	655 t	2	2	sext	2	3	t	3	4	d	2	3	t	1	1	1	1	1	1	1	4	
5	2 Plamina	11 true	141.2.179.15	21061 t	2	2	sext	2	3	t	3	4	d	2	3	t	1	1	1	1	1	1	1	4	
6	3 George	12 true	141.2.102.10	2506 t	2	2	sext	2	3	t	3	4	d	2	3	t	1	1	1	1	1	1	1	4	
7	4 Mathias	10.75 true	84.178.30.17	1363 t	2	2	sext	2	3	t	3	4	d	2	3	t	1	1	1	1	1	1	1	4	
8	5 Cofrin	11 true	84.59.220.17	1251 t	2	2	sext	2	3	t	3	4	d	2	3	t	1	1	1	1	1	1	1	4	
9	6 Daniel	11 true	37.24.145.20	551 t	2	2	sext	2	3	t	3	4	d	2	3	t	1	1	1	1	1	1	1	4	
10	7 Bastian	0 false	86.153.17.12	44																					
11	8 Bastian	12 true	141.2.180.16	505 t	2	2	sext	2	3	t	3	4	d	2	3	t	1	1	1	1	1	1	1	4	
12	9 Bastian	0 false	141.2.180.16	6																					
13	10 Bastian	0 false	141.2.180.16	16																					
14	11 Bastian	12 true	141.2.180.16	224 t	2	2	sext	2	3	t	3	4	d	2	3	t	1	1	1	1	1	1	1	4	
15	12 Robin	12 true	141.2.102.15	2147 t	2	2	sext	2	3	t	3	4	d	2	3	t	1	1	1	1	1	1	1	4	
16	13 Leyla	11.75 true	213.61.144.3	4639 t	2	2	sext	2	3	t	3	4	d	2	3	t	1	1	1	1	1	1	1	4	
17	14 Tiffany	11 true	141.2.176.38	2237 t	2	2	sext	2	3	t	3	4	d	2	3	t	1	1	1	1	1	1	1	4	
18	15 Chantal	12 true	89.204.154.5	718 t	2	2	sext	2	3	t	3	4	d	2	3	t	1	1	1	1	1	1	1	4	
19	16 Julia	12 true	93.194.62.22	290 t	2	2	sext	2	3	t	3	4	d	2	3	t	1	1	1	1	1	1	1	4	
20	17 Tobias	0 false	141.2.222.22	17																					
21	18 Tobias	10.75 true	141.2.222.22	1262 t	2	2	sext	2	3	t	3	4	d	2	3	t	1	1	1	1	1	1	1	4	
22	19 Alia	11 true	37.24.151.20	301 t	2	2	sext	2	3	t	3	4	d	2	3	t	1	1	1	1	1	1	1	4	
23	20 Isolda	10.75 true	188.97.164.2	957 t	2	2	sext	2	3	t	3	4	d	2	3	t	1	1	1	1	1	1	1	4	
24	21 Monika	0 false	188.107.80.1	57																					
25	22 Monika	11.75 true	188.107.80.1	4454 t	2	2	sext	2	3	t	3	4	d	2	3	t	1	1	1	1	1	1	1	4	

Online-Test – Beispiel 2

Hausaufgabe 2

Bearbeiten sie Aufgaben zunächst auf dem Arbeitsblatt und übertragen sie dann ihre Ergebnisse ins OLAT.

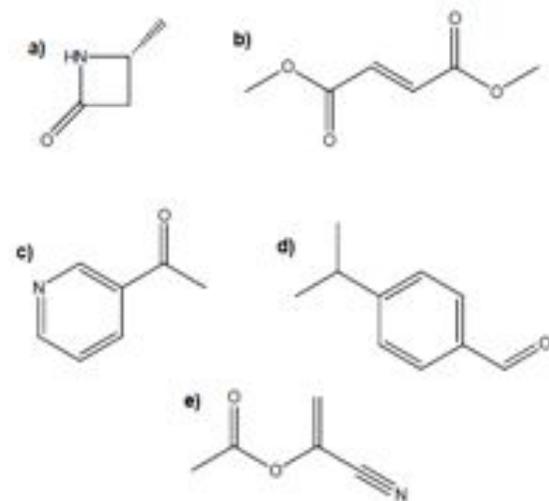
Aufgabe 1

Geben sie die Anzahl der Doppelbindungsäquivalente (DBÄ) für die folgenden Summenformeln an:

- a) C₄H₈O
- b) C₅H₉NO
- c) C₉H₁₀N₂O₂
- d) C₄H₇NO
- e) C₄H₆NBr

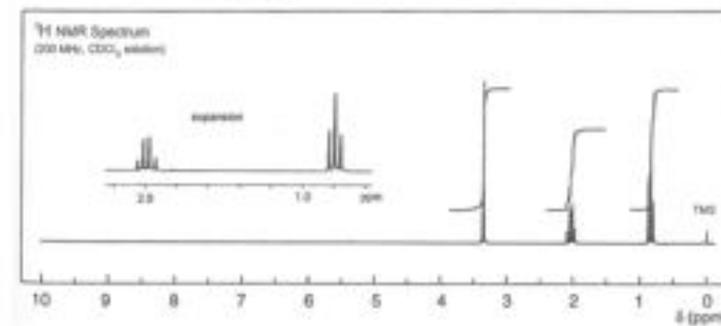
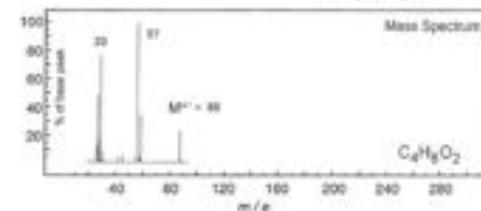
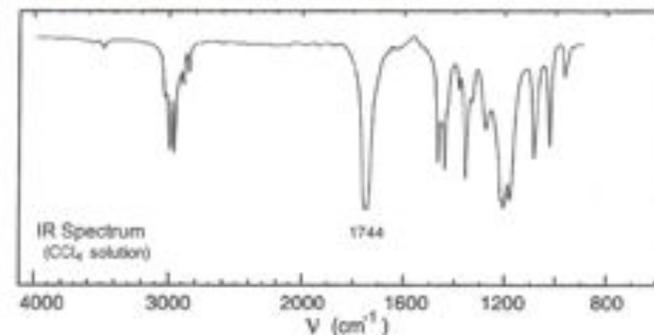
Aufgabe 2

Geben sie die Anzahl der Doppelbindungsäquivalente für die folgenden Strukturformeln an:



Aufgabe 3

Bestimmen sie mithilfe der gegebenen Spektren und Informationen, um welches Molekül es sich handelt, ordnen sie die Signale im ¹H-NMR. Beachten sie hierbei, welche Informationen sie jeweils aus den gegebenen Spektren/Aussagen (IR-Spektrum, Summenformel, UV, ¹H-NMR) erhalten.



Online-Test – Ausblick

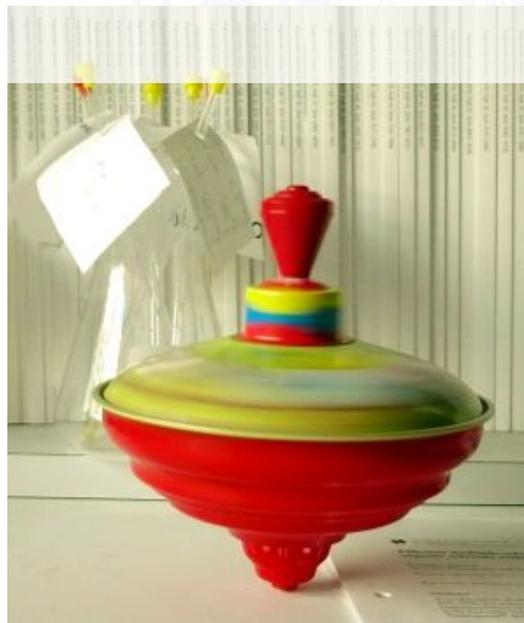
- ❑ **Optimierung des Inhalts und Ablaufs im NMR-Seminar**
- ❑ **Erfahrungsaustausch anderer NMR-Grundausbildungen und E-Learning Plattformen**
- ❑ **Austausch geeigneter Übungen und Fragestellungen über die G-NMR Plattform**



Mitarbeit am Online-Test

- Prof. Dr. Harald Schwalbe**
- Dr. Julia Wirmer-Bartoscheck**
- Dr. Ute Scheffer**
- Dr. Christian Richter**
- Dr. Jan-Peter Ferner**

NMR in Theorie und Praxis – Erfahrungen in der Chemie



Department für Chemie, NMR-Abteilung
N. Schlörer

Gliederung des Kurzvortrags

- **Einleitung**
- **Lehrveranstaltungen**
- **Praktika und „Nebenschauplätze“**
- **Erfahrungen aus der Praxis - Vorschläge zum Inhalt**
- **Software?**
- **Generelle Anmerkungen und „Outlook“**



1. Einleitung - Motivation

- **Thematisierung von NMR in der Lehre**
- **Trotz großer Bedeutung der Methode in Chemie gibt es keinen „Kanon“**
- **Festlegung der Lehrinhalte wird oft von Synthetikern vorgenommen**
- **Inzwischen werden Potential und Bedeutung der NMR von synthetischen Chemikern eher zu niedrig eingestuft und aktuelle Möglichkeiten sind nicht bekannt**
- **Nicht nur deshalb wäre eine Empfehlung aus der „community“ wünschenswert**



2. Lehrveranstaltungen

Veranstaltungen zu NMR in Bachelor-, Master-(Diplom-) und Promotions-Studium, sowie für Nebenfächler (Lehramt, in Zukunft auch Biochemie)



2. Lehrveranstaltungen

B.Sc. / Lehramt

- **Modulvorlesung Analytik und Spektroskopie I & II**

4. und 5. Semester, mit 4-5 anderen Kollegen über 2 Semester, gleiche Gewichtung
VL und Übung: NMR-Teil im ersten Semester Einführung mit 12 h VL und 12 h
Übung. Im zweiten Semester nimmt NMR bei sog. Kombinierten Übungen
Schlüsselstellung ein (insbesondere 2D und sel. 1D-Experimente werden zusätzlich
vertieft), 8 h VL und 12 h Übung. Prüfung: Abschlussklausuren

- **Methoden der Chemie (Lehramt)**

VL 6 h und Übung 3 h, mit 4 anderen Kollegen, Praktikum und Vortrag. Mündliche
Prüfung.

2. Lehrveranstaltungen

M.Sc. / Promotionsstudium

- **Spezialvorlesung NMR-Spektroskopie**

8. oder 9. Semester und Doktoranden, für M.Sc. mit Seminar und P-Modul-Praktikum, Wöchentlich 1 h VL, mündliche Prüfung.

Kurse und Workshops für Studierende und Doktoranden

- NMR-Einführungen (Crashkurse Theorie, Prozessierung und Auswertung, Hands-on-Einweisung am Gerät) vor den Praktika OC-G (B.Sc.) und OC-E (M.Sc.).
- Workshops zur Prozessierung und zur Zuordnung mit Datenbanknutzung (1-2mal jährlich im Computer Pool)
- Einführung für „advanced“ Nutzer aus Arbeitsgruppen an den Forschungsspektrometern (2tägig, Theorie mit Antestat, 1.5 Tage Praxis, am Department derzeit etwa 15 „Operateure“). Ausschließlich für Doktoranden.



3. Praktika

NMR-Spektroskopie läuft an vier Geräten im „open access“-Betrieb, eines davon ist ein dezidiertes Praktikumsgerät. Ab dem 3. Semester dürfen die Studierenden selbst an den Probenwechslern messen.



3. Praktika

B.Sc. / Lehramt

- Open Access OC-Grundpraktikum (3. Semester, 80-100 Praktikanten)
- Open Access Synthese-Praktikum (AC/OC/PC - 4. Semester, 60-80 Teilnehmer).
- Lehramts-Praktikum (zwei Gruppen mit 3 Praktikanten, jeweils 1tägig)

M.Sc. / Diplom

- Versuch „Moderne Methoden“ (Diplom-Studium, ab 2015 nicht mehr vorhanden – 2 tägiger Vertiefungsversuch, mit Antestat, Protokoll und Prüfungsrelevanz – ca. 4-6 Studierende pro Semester).
- P-Modul zur Spezialvorlesung NMR (4wöchiges Vertiefungsprojekt – ca. 3-4 Studierende pro Jahr).
- Open Access für OC-F-Praktikum (7. Semester)
- Open Access für AC-F-Praktikum (7. oder 8. Semester)
- NMR-Versuch (physikalische Grundlagen) PC-F-Praktikum (7. oder 8. Semester – ca. 10 Studierende pro Semester)



4. „Nebenschauplätze“

Berufskolleg (Laborantenausbildung - halbtägig), Schülerversuche (Gymnasium – 1täglich), Seminare mit Thema NMR in der Biochemie (im neuen M.Sc.-Studiengang als VL fest verankert).



5. Vorlesungsinhalte - Erfahrungen aus der Praxis

Inhalt stark auf avisierte „Klientel“ zugeschnitten - NMR wird zunehmend als „selbstverständlich“, automatisiert und weitgehende Routinemethode wahrgenommen. Unterschiedliche Nutzergruppen mit unterschiedlichem Anspruch:

- „Standard“-Nutzer
- Methoden-„Spezialisten“ (ca. 5% pro Semester, verteilt über alle Methoden)
- Synthetiker mit Zusatzinteresse

5. Vorlesungsinhalte

Wichtig für „Standard“-Nutzer

- Korrekte Interpretation von Spektren (high throughput)
- Aufbereitung und Präsentation von Daten für Publikationen
- Grundsätzliche Kenntnis des Potentials moderner NMR-Anwendungen
- Zugrundeliegendes Prinzip der Methode (ohne Vektor- oder POF)



5. Vorlesungsinhalte

Wichtig für an Methode interessierte Nutzer („Spezialisten“)

- Spezialvorlesungen, die auf Grundlagen genauer eingehen
- Theorie hinter modernen Experimenten
- Besondere Anwendungsbereiche



5. Vorlesungsinhalte

Synthetiker mit Interesse an NMR

- Gründlicherer Einblick in moderne Anwendungen der NMR
- Hands-on-Ausbildung als Operateure
- Vertiefungs- und Forschungsmodul-Praktika



5. Vorlesungsinhalte

Wichtig für alle Nutzer

- Rolle des Strukturbeweises
- Richtige Auswertung von Spektren
- Datenpräsentation in experimentellen Publikationen („Peaklisten“)



6. Software???

Kommerzielle Software oder Freeware oder Beides? – Nutzertraining und Support?

- In Köln relativ schlechte Versorgung mit Standard-Software („kein ChemDraw“).
- Ausstattung mit NMR-Prozessierungs-Software für die Ausbildung basiert auf durch Geräteanträge eingeworbenen (Floating-)Lizenzen (ca. 20 Floating-Plätze TopSpin) und Nutzung der freien Software SpinWorks für die Praktika.



7. Generelle Aspekte

Sensibilisierung der Nutzer für Zuordnungspraxis und Datenspeicherung:

- Unter den o.g. Aspekten wurde in Köln in Zusammenarbeit von Nutzern und NMR-Abteilung versucht, eine gemeinsame Praxis für die Spektren-Sicherung und – Zuordnung zu etablieren.
- Diese nutzt das von nmrshiftdb vorgegebene Format und Zuordnungen aus den Gruppen können in einem „quick check“ vom robot referee (CSEARCH) auf Kohärenz geprüft werden.
- Daten, die in der lokalen Datenbank abgelegt worden und damit von der NMR-Abteilung „durchgewinkt“ worden sind können veröffentlicht werden.



Zusammenfassung

- Durch einen „**Mindeststandard**“ könnte vermieden werden, dass NMR im Routinebereich zu einer Randerscheinung verkümmert, bzw. dass das Potential der modernen Anwendungen und die Aussagekraft der Experimente richtig eingeschätzt werden.
- Thema Lehre in der NMR ist im heutigen „high-throughput“-Zeitalter wichtig, weil
 - (a) die Zahl der gemessenen Proben zu groß ist um die Resultate von den „Fachleuten“ einzeln überprüft zu werden,
 - (b) Das Potential der NMR-Spektroskopie (unterschiedliche Einsatzbereiche) bei Anwendern heute eher weniger bekannt ist als vor 20 Jahren, bei technischem „Höchststand“
 - (c) Studierende potenzielle Multiplikatoren im späteren Berufsleben sind
- Eine gezielte und fundierte Ausbildung sollte verhindern, dass die derzeitigen **Misstände im Umgang mit experimentellen Daten** weiter eskalieren.



NMR-Ausbildung an der TU München: **Chemie**

Bachelor (CH, LebCH, MBT, LAG z.T.) Anzahl: ca. 200-250		Master (CH) ca. 30-50	
„Strukturelle Analytik“ (S)	"5/5"*	„Advanced NMR“ (V)	2/4*
OC-Grundpraktikum	"16/16"	„Biomolecular NMR“ (V + P)#	2+2/4+2
Messen am 250 MHz-Gerät	(2 h)	„Quantenchem. Grundlagen“ (V)	2/4
		Forschungspraktika	4/4
		Messen an Routinegeräten (ICON-NMR)	



21.11.2013

Pflicht / Wahlpflicht
* SWS / ECTS
Pflicht für CH / NF Biochemie

NMR-Ausbildung an der TU München: **Biochemie**

Bachelor (BioCH) Anzahl: ca. 50		Master (BioCH, MBT) ca. 1-10	
„Biophys. Chemie“ (V)	"2/4"*	„Biomolecular NMR“ (V + P)# als "Chem. Nebenfach"	2+2/4+2
OC-Grundpraktikum	"8/8"	(Biochem. Forschungspraktika	4/4)
Messen am 250 MHz-Gerät	(2 h)	Messen an Routinegeräten (ICON-NMR)	



21.11.2013

Pflicht / Wahlpflicht
* SWS / ECTS
Pflicht für CH / NF Biochemie

NMR-Ausbildung an der TU München



Bachelor-Studiengang (alles Pflicht-Veranstaltungen)

Vorlesung+Übung (Haessner):

Einführung in die (1D-) NMR im Rahmen der "Strukturellen Analytik"

(Bachelor Ch, LebCh, LAG, BioCh), Klausur

Organisch-Chemisches Praktikum:

Analyse von NMR-Spektren

Freiwilliges Zusatzangebot: *selbständige Spektren-Aufnahme (250 MHz)*

(Bachelor Ch, LebCh, BioCh, Master LAG)



21.11.2013

NMR-Ausbildung an der TU München



Master-Studiengang (alles Wahlpflicht- oder Wahl-Veranstaltungen)

Vorlesung „Advanced NMR“ (Gemmecker):

FT, Produktoperatoren, 2D-NMR, NOE, ... (Wahlpflicht Haupt-/Nebenfach OC)

Vorlesung „Biomolecular NMR“ (Sattler):

2D-/3D-Tripleresonanz, Zuordnung, Struktur und Dynamik von Protein/RNA

(Pflicht im Nebenfach Biochemie) mit Übungen

dazu Praktikum „Biomolecular NMR“ (Gemmecker):

Aufsetzen von 2D-Messungen am Spektrometer, 2D-Auswertung (COSY, TOCSY,

HSQC/HMBC, ROESY); Backbone-Zuordnung / Sekundärstruktur eines

Proteinfragments, Ligamentitration



21.11.2013

NMR-Ausbildung an der TU München



Master-Studiengang (alles Wahlpflicht- oder Wahl-Veranstaltungen)

- Vorlesung „Quantenchemische Grundlagen der NMR-Spektroskopie“ (Glaser)**
(Wahlpflicht Haupt-/Nebenfach OC)

- Forschungspraktika für Masterstudenten (4 Wochen):**
verschiedene Schwerpunkte (Proteinexpr., NMR-Aufnahme/Auswertung)



21.11.2013

NMR-Ausbildung an der TU München



Veranstaltungen für Master / Doktoranden / Postdocs

- Seminar „Practical aspects/ NMR-Seminar“ (2-wöchentlich):**
theor. & prakt. Aspekte von NMR-Messungen; Vorträge

- Seminar „Computational Methods for Structure Determination“ (Lange, Nilges):**
MD-Simulationen, Strukturbestimmung mit ROSETTA, NOE-Zuordnung mit ARIA

- Einführung am Spektrometer für eigene Doktoranden etc.:**
ein Nachmittag am Spektrometer, kleine Gruppe (3-5); Shimmen/Umgang mit Topspin, Pulskalibrierung (pulsecal, PROSOL), selektive Pulse



21.11.2013

NMR-Ausbildung an der TU München



Zusätzliche Veranstaltungen

- "EMBO Practical Course: Structure, dynamics and function of biomacromolecules by solution NMR" (abwechselnd München/Basel):**
 - Theorie & Praxis
 - Praktika an Spektrometern
 - Datenprozessierung, Auswertung
 - Strukturrechnungen

- Tag der Offenen Tür, Schülertage, etc.**



21.11.2013

NMR-Kurse bei Bruker

Rainer Kerssebaum, Bruker BioSpin



Angebotene Kurse



- **Avance/Fourier300/TopSpin Basis** 4/5 Tage
- **Avance/TopSpin Fortgeschrittene** 4/5 Tage
- **TopSpin Automation** 1 Tag
- **CP-MAS Basic** 3 Tage
- **Proton-detected Solids NMR** 2 Tage
- **Solids NMR on Quadrupoles** 2 Tage
- **HR-MAS** 1 Tag
- **LC-NMR** 2 Tage
- **LC-SPE-NMR** 3 Tage
- **Metabonomics** 3 Tage
- **AMIX** 2 Tage
- **Avance Maintenance** 5 Tage

Tiefergehende Einführung in den Betrieb des Spektrometers / Fortgeschrittene NMR Methoden

Themen

- **Aufnahme, Prozessierung und Plotten von 1D- und 2D-Spektren**
- **Wie optimiere ich Parameter für die Datenaufnahme und die Prozessierung**
- **Anspruchsvolle Verwendung von TopSpin, des Plot-Editors und des NMR Guide**
- **Pulsprogramme für anspruchsvollere 1D und 2D Experimente, AU-Programme und Macros**
- **Weitere Informationen über die Spektrometer-Hardware**

- **Bemerkungen**

Dieser Kurs wendet sich an Avance/TopSpin Benutzer, die bereits einige Erfahrung gesammelt haben.

Er baut auf den Kursinhalten des Avance/TopSpin Basis Kurses auf und vertieft das Wissen über das Spektrometer und NMR-Experimente.

Der überwiegende Teil des Kurses ist praktische Arbeit am Gerät. Wir werden einige NMR-Experimente des Basis-Kurses optimieren. Einige neue Experimente sind: Wasser-Unterdrückung (bzw. allgemeiner Lösungsmittel-Unterdrückung), T1/T2-Zeiten Bestimmung, selektive 1D-Experimente, adiabatische Pulse, "Gradienten-Shimmen".

Kursinhalte



Woche 2	AVANCE / TopSpin Kurs Fortgeschrittene			
	Montag	Dienstag	Mittwoch	Donnerstag
9:00 - 10:30 (Mo 9:30)	Einführung / Wiederholung	Troubleshooting (Software)	Hardware (A) / Plotten (B) Plotten (A) / Hardware (B)	Wasser Unterdrückung (A) / DOSY (B)
10:30 - 11:00	Pause	Pause	Pause	Pause
11:00 - 12:30	Wiederholung Intro Homo- nukleare Exp.	Intro Hetero- nukleare und sel. Exp.	HMBC	DOSY (A) / Wasser Unterdrückung (B)
12:30 - 14:00	Mittag	Mittag	Mittag	Mittag
14:00 - 15:30	COSYDQF / TOCSY	HSQC / HMQC	HMBC für Fortgeschrittene	selektive 1D Experimente
15:30 - 16:00	Pause	Pause	Pause	
16:00 - 17:30	T1	NOESY / ROESY	weitere Experimente	
		Theorie (Seminarraum)	Praxis (NMR Labor)	

Angebotene Kurse



- **Avance/Fourier300/TopSpin Basis** 4/5 Tage
- **Avance/TopSpin Fortgeschrittene** 4/5 Tage
- **TopSpin Automation** 1 Tag
- **CP-MAS Basic** 3 Tage
- **Proton-detected Solids NMR** 2 Tage
- **Solids NMR on Quadrupoles** 2 Tage
- **HR-MAS** 1 Tag
- **LC-NMR** 2 Tage
- **LC-SPE-NMR** 3 Tage
- **Metabonomics** 3 Tage
- **AMIX** 2 Tage
- **Avance Maintenance** 5 Tage

Angebotene Kurse



- **Avance/Fourier300/TopSpin Basis** 4/5 Tage
- **Avance/TopSpin Fortgeschrittene** 4/5 Tage
- **TopSpin Automation** 1 Tag
- **CP-MAS Basic** 3 Tage
- **Proton-detected Solids NMR** 2 Tage
- **Solids NMR on Quadrupoles** 2 Tage
- **HR-MAS** 1 Tag
- **LC-NMR** 2 Tage
- **LC-SPE-NMR** 3 Tage
- **Metabonomics** 3 Tage
- **AMIX** 2 Tage
- **Avance Maintenance** 5 Tage

Topics:

- **Sample preparation and tools for typical HR-MAS samples like polymers, resins, soil, food, and tissue.**
- **Setup of HR-MAS probe, shim procedures, standard automation 1D and 2D experiments.**
- **HR-MAS experiments with various filter techniques: T2 filter, diffusion filter.**

Prerequisite Qualification:

**NMR knowledge and experience with AVANCE spectrometers.
Practical part will be carried out on AVANCE spectrometers.**

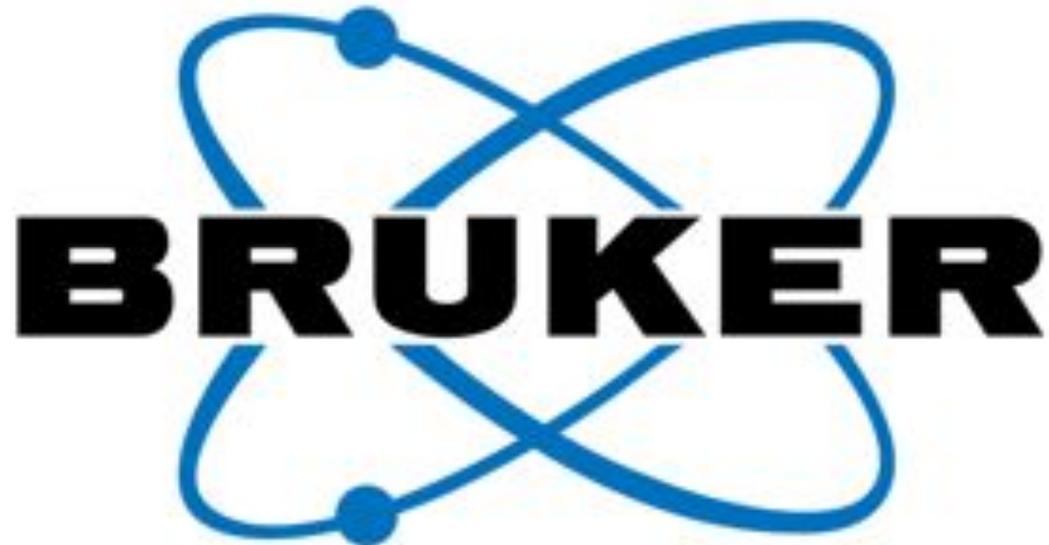
Topics:

- **Metabonomics NMR standards, protocols, procedures, and related optimization.**
- **Sample preparation and Metabonomics experimental work.**
- **AMIX in Metabonomics NMR applications.**
- **Metabonomics data analysis.**

Remarks: A maximum of six participants is possible.

Prerequisite Qualification:

Basic NMR knowledge and experience with AVANCE spectrometers will be assumed. Attendance at the AVANCE Course or equivalent knowledge is recommended.



www.bruker.com