



# MARS

Mitteilungsblatt der Fachgruppe Magnetische Resonanzspektroskopie  
der Gesellschaft Deutscher Chemiker

## Liebe Kolleginnen und Kollegen,

die Jahresmitte ist bereits erreicht und vor der Sommerpause liefern wir Ihnen nun die zweite Ausgabe von MARS in diesem Jahr aus. Einige der großen internationalen NMR-Konferenzen sind schon oder beinahe vorbei, wenn Sie diese elektronische Ausgabe erhalten, aber das wichtigste wissenschaftliche Ereignis der Fachgruppe kündigt sich erst an: Bei der 37. Diskussionstagung in Darmstadt sollten Spinfans fast jeder Couleur auf ihre Kosten kommen – daher sind diesem Thema auch gleich zwei Beiträge gewidmet.

Auch wenn wir selbst bereits einige Pläne haben: Für die nächste Ausgabe würden wir uns einige Vorschläge zu neuen/zusätzlichen Inhalten dieses online-Journals von Ihnen wünschen. Schreiben Sie uns, welche Rubriken zu technischen, methodischen oder didaktischen Themen Sie interessant fänden oder – noch besser – schicken Sie uns einen Beitrag. Auch für unterhaltsame Erlebnisse aus dem Alltag sind wir offen.

Wir wünschen allen einen schönen Sommer, gute Resonanzen und freuen uns auf ein Wiedersehen in Darmstadt!

*Nils Schlörer*

## Inhalt

FGMR-Tagung in Darmstadt . . . . .	2
Hans Wolfgang Spiess erhält ISMAR Prize 2015. . . . .	2
Interessengruppe Kleine Moleküle . . . . .	3
CSEARCH-Technologie frei verwendbar am Internet. . . . .	4
NMR Spectroscopy in the Undergraduate Cur- riculum . . . . .	6

## Impressum

Herausgegeben vom Vorstand der Fachgruppe Magnetische Resonanzspektroskopie in der Gesellschaft Deutscher Chemiker (GDCh), Varrentrappstr. 40-42, 60486 Frankfurt am Main, [www.gdch.de/nmr](http://www.gdch.de/nmr).

Redaktion: Dr. Johannes Liermann (Universität Mainz, [liermann@uni-mainz.de](mailto:liermann@uni-mainz.de)), Dr. Nils Schlörer (Universität Köln, [nilschloerer@uni-koeln.de](mailto:nilschloerer@uni-koeln.de)).

Die nächste Ausgabe 03/2015 erscheint am 2. November 2015 (Redaktionsschluss 16. Oktober 2015).

Vorschau

## FGMR-Tagung in Darmstadt



Wie bereits in der letzten Ausgabe angekündigt findet vom 7. bis 10. September in Darmstadt die nächste FGMR-Tagung in Zusammenarbeit mit der UK NMR Discussion Group, der UK EPR Society und dem SPPI60I statt. Vorgesehen sind Sessions zu folgenden Themenkreisen:

- Materials / Polymers / Catalysis
- Biomaterials / Biomolecules
- Hyperpolarisation / Spin Dynamics / Theory / Quantum Computing
- Small Molecules / Solution State Methods
- Mixtures / Metabolomics / Fragment-based Drug Design
- Engineering Applications / Low-field NMR / Imaging
- EPR Methods

Auf der Tagungshomepage unter der Adresse [www.fgmr2015.de](http://www.fgmr2015.de) findet sich bereits eine umfangreiche Liste von nationalen und internationalen Vortragsgästen. Die Anmeldung zur Tagung ist seit kurzem möglich, Abstracts können noch bis zum 1. Juli eingereicht werden. Abgerundet wird das Tagungsprogramm durch Tutorials zur Methodik der Entfernungsbestimmung mittels dipolarer Kopplungen, weiterhin durch die Verleihung der Ernst-Preise sowie erstmalig der Felix-Bloch-Vorlesung und nicht zuletzt durch ein Konferenzdinner in der Weststadtbar, für das nur begrenzt Plätze zur Verfügung stehen – eine baldige Anmeldung hierfür ist sehr empfehlenswert. Besonders hinweisen möchten wir auch auf die FG-Mitgliederversammlung (8. 9., 19 Uhr) sowie auf die Treffen der Arbeitsgruppen GNMR (10. 9, 12.30 Uhr) und Kleine Moleküle (10. 9., 15 Uhr).

jl

Auszeichnungen

## Hans Wolfgang Spiess erhält ISMAR Prize 2015

Der renommierte Preis der International Society of Magnetic Resonance (ISMAR) wird dieses Jahr an Prof. Dr. Hans Wolfgang Spiess (MPI für Polymerforschung, Mainz) verliehen.

In der Laudatio werden seine Beiträge in der Festkörper-NMR-Spektroskopie hervorgehoben, im Besonderen von seiner Arbeitsgruppe erarbeitete Techniken, um Bewegung in Festkörpern mithilfe der zweidimensionalen NMR-Spektroskopie darzustellen, und für Anwendungen der Festkörper-NMR-Spektroskopie im Bereich der Struktur und Dynamik von Polymeren.

Hans Wolfgang Spiess ist nach Hans Dehmelt und Günther Laukien (1980) der erste deutsche Preisträger seit 35 Jahren. Im Namen der Fachgruppe möchten wir Hans Wolfgang Spiess sehr herzlich zu dieser Auszeichnung gratulieren.



Hans Wolfgang Spiess  
Foto: MPIP Mainz

jl

## Neue Arbeitsgruppe in der Fachgruppe Interessengruppe Kleine Moleküle

Während Arbeitsgruppen und Wissenschaftler in Bereichen wie Bio-NMR oder DNP im Allgemeinen sehr gut vernetzt sind, läßt der Austausch in den Bereichen Kleinmolekülspektroskopie und NMR-Anwendung bislang eher zu wünschen übrig. Hierfür gibt es verschiedene Gründe – zum einen schlägt sich die Beschäftigung mit anwendungsorientierter NMR-Spektroskopie wenig in Publikationen nieder, so daß dieser Personenkreis akademisch kaum sichtbar



Was passiert mit den Daten aus der Routine-NMR?  
Ein wichtiges Thema der neuen Interessengruppe  
Foto: jl

ist, eine Rolle spielt aber auch der Umstand, daß sich die meisten Tagungen eher an ein akademisches Publikum denn an NMR-Anwender richten. Zudem ist das Arbeitsumfeld der angewandten Kleinmolekülspektroskopie relativ heterogen und reicht von Service-Laboratorien an Universitäten über Behörden bis hin zur Industrie.

Um diesem Defizit zu begegnen, gibt es nun eine neue Initiative. In den letzten Monaten fanden zwei Treffen von Interessierten statt (November 2014 in Ettlingen, Januar 2015 in Erlangen) mit dem Ziel, eine entsprechende Arbeitsgruppe zu gründen. Diese Interessengruppe (IG) „Kleine Moleküle“ in der Fachgruppe soll im Rahmen der diesjährigen Fachgruppentagung in Darmstadt (7.-10. September) zunächst der Mitgliederversammlung vorgestellt und mit ihrer ersten offiziellen Sitzung am 10. September ins Leben gerufen werden. Der Fachgruppenvorstand unterstützt die

Gründung der neuen IG und lädt Johannes Liermann schon seit Ende 2013 ein, als Gast an den Vorstandssitzungen teilzunehmen.

Neben dem allgemeinen Informations- und Erfahrungsaustausch sind bei den bisherigen Treffen einige Themen festgehalten worden, die im Rahmen der IG diskutiert werden sollen. Ein Kernproblem ist mehr denn je die häufig mangelhafte Qualität und Kontrolle von NMR-spektroskopischen Daten in Publikationen. Die IG soll einen Rahmen bieten, um das im letzten Jahr angestoßene Fachgruppenprojekt zur NMR-Datenqualität in Zusammenarbeit mit nmrshiftdb2 und dem CSEARCH Robot Referee im Rahmen einer „Roadshow“ an verschiedenen deutschen Universitäten zu verankern. Ebenso soll darüber diskutiert werden, wie NMR-Daten zeitgemäßer als in der bisherigen Form in Journalen veröffentlicht und hinterlegt werden können. Weitere Themen könnten allgemeine Qualitätsstandards in der Routine-Analytik, Kriterien für die Koautorenschaft bei Publikationen oder die Zugänglichkeit von Fördermitteln sein.

Alle Interessierten sind herzlich eingeladen, im September in Darmstadt zum Gründungstreffen der IG zu kommen und sich einzubringen. Wenn Sie weitere Informationen wünschen, können Sie sich gerne im Vorfeld an uns wenden:

Johannes Liermann ([liermann@uni-mainz.de](mailto:liermann@uni-mainz.de))  
Burkhard Luy ([Burkhard.Luy@kit.edu](mailto:Burkhard.Luy@kit.edu))  
Nils Schlörer ([nils.schloerer@uni-koeln.de](mailto:nils.schloerer@uni-koeln.de))

jl

### ■ Interessengruppe Kleine Moleküle

Gründungstreffen im Rahmen der FGMR-  
Tagung 2015, TU Darmstadt

10. September 2015, 15 Uhr  
Technische Universität Darmstadt  
Campus Lichtwiese  
L2|04 F2



## Datenqualität

# CSEARCH-Technologie frei verwendbar am Internet

Der CSEARCH-Robot-Referee steht unter <http://nmrpredict.orc.univie.ac.at/c13robot/robot.php> frei zur Verfügung. Eine Registrierung ist vor der ersten Verwendung notwendig – ein entsprechender Hinweis wird bei der Dateneingabe zu Beginn eingeblendet.

## Eingabedaten

Die Eingabedaten bestehen aus:

- Chemischer Struktur
- Peakliste mit optionaler Multiplizität soweit wie möglich zugeordnet; sowie vertauschbaren Zuordnungen bzw. nicht zugeordneten Verschiebungswerten

## Resultat

Das Resultat orientiert sich an der üblichen Klassifizierung im *peer reviewing*:

- Accept as it is
- Minor revision
- Major revision
- Reject

## Bewertete Kriterien

- Abweichungen zwischen gemessenen Verschiebungen und den Vorhersagewerten nach zwei unterschiedlichen Verfahren unter Berücksichtigung der Stereochemie
- Ähnlichkeit der Anfragestruktur mit den Referenzstrukturen in den verwendeten

CSEARCH-Datenbanken – bei geringer Ähnlichkeit werden etwas größere Abweichungen toleriert

- Formale Kriterien bei Strukturen, wie z. B. Wertigkeiten, Definition der Stereozentren usw.
- Formale Kriterien von Peaklisten, wie z. B. Anzahl der Linien, Symmetrieeigenschaften, formale Sinnhaftigkeit von vertauschbar zugeordneten Linien, usw.

## Zusätzliche Angaben

- Internetsuche nach Anfragestruktur via INCHIKEY
- Identitätssuche innerhalb der CSEARCH-Datenbanken
- Suche nach alternativen Strukturvorschlägen zur vorgegebenen Peakliste

Im Falle einer schlechten Bewertung kann mit der vorgegebenen Peakliste automatisch ein ‚Spectral-Similarity-Search‘ gestartet werden, der alternative Strukturvorschläge liefert – dies ist für jede validierte E-Mail-Adresse unabhängig einstellbar.

Die Verwendung dieser Technologie hat beim *European Journal of Organic Chemistry* – einem High-Impact Journal des Wiley-Verlags – bereits Eingang in den Publikationsprozeß gefunden (siehe: <http://www.eurjoc.org/>)

## Spectral-Similarity-Search

- Datenbank aus 65 Millionen berechneten Spektren zu den PUBCHEM-Strukturen

- Für jede Linie kann optional Multiplizität und erlaubte Abweichung angegeben werden
- Die Vorgabe der Elementzusammensetzung, des Molekulargewichtsbereichs sowie die Anzahl der Linien in den Referenzstrukturen kann als Einschränkungskriterium für die resultierende Ergebnisliste verwendet werden
- Das Ergebnis wird aufgrund der Abweichung zwischen experimentellen und vorhergesagten Verschiebungswerten aufsteigend sortiert
- Die chemischen Strukturen in der Ergebnisliste werden auf gemeinsame Strukturfragmente analysiert, wobei die Geschwindigkeit bei etwa 50.000 Strukturen pro Sekunde liegt
- Weiter werden alle erhaltenen PUBCHEM-Strukturen mit den CSEARCH-Strukturen abgeglichen und ein Link auf jene Datenbanken gesetzt, wo die experimentellen CNMR-Verschiebungswerte in elektronischer Form bekannt sind
- Automatische Erkennung von Lösungsmittellinien
- Sollte die erhaltene Trefferliste zu klein bzw. zu groß sein, werden automatisch die entsprechenden Parameter variiert und die Berechnung wird erneut gestartet. Um die Übersichtlichkeit zu wahren, wird nach erfolgreicher Bearbeitung eines Problems automatisch eine Tabelle erstellt, die alle Einzelberechnungen und deren Parameter zusammenfasst und Zugriff auf jedes einzelne Zwischenresultat erlaubt.

Eine wesentlich elegantere Nutzung dieses Service ist die Übersendung der Peakliste direkt vom Spektrometer – eine entsprechende Möglichkeit wurde in das *TopSpin*- und *CMC*-Programmpaket der Firma Bruker eingebaut und steht ab Release 3.5 zur Verfügung.

## Zusammenfassung der URLs

- **CSEARCH-Robot-Referee:**  
<http://nmrpredict.orc.univie.ac.at/cl3robot/robot.php>
- **Beschreibung – Eingabe**  
[http://nmrpredict.orc.univie.ac.at/cl3robot/robot\\_example.html](http://nmrpredict.orc.univie.ac.at/cl3robot/robot_example.html)
- **Beschreibung – Resultat**  
<http://nmrpredict.orc.univie.ac.at/robothelp.html>
- **Status-Abfrage/Auslastung**  
<http://nmrpredict.orc.univie.ac.at/robotstatus.html>
- **Similarity-Search**  
<http://nmrpredict.orc.univie.ac.at/similar/eval.php>
- **European Journal of Organic Chemistry**  
<http://www.eurjoc.org>  
<http://dx.doi.org/10.1002/ejoc.201403496>
- **Bruker TopSpin**  
<https://www.bruker.com/products/mr/nmr/nmr-software/software/topspin/overview.html>
- **Bruker CMC-se**  
<https://www.bruker.com/products/mr/nmr/nmr-software/software/complete-molecular-confidence/cmc-se/overview.html>

Wolfgang Robien (Universität Wien)

Die Eingabemaske ist unter <http://nmrpredict.orc.univie.ac.at/similar/eval.php> verfügbar.



## Buchbesprechung

# NMR Spectroscopy in the Undergraduate Curriculum

Kein übliches NMR-Buch, sondern eine Sammlung von Artikeln zum Thema Grundausbildung in NMR (vorwiegend aus amerikanischer Sicht). Einer allgemeinen Einführung folgt eine Zusammenstellung der gängigen Experimente (wobei off-resonance  $^{13}\text{C}$  vielleicht doch etwas out-fashioned ist). Anschließend gibt es Kapitel unter den Überschriften Organic Chemistry, Inorganic/Heteronuclear Chemistry, Physical Chemistry and Biochemistry, NMR Across the Undergraduate Curriculum und Collaborative Strategies, Resources and Grant Writing. Das Organik-Kapitel umreißt in sehr kurzer Form, aber mit guten Beispielen, eine Reihe fundamentaler Konzepte auch über die übliche Zusammenfassung von chem. Verschiebung, Kopplung und Integral hinaus (Konformation, Diastereotopie, Austausch, Reaktionskinetik), beschreibt eine Laborinstallation zur Studentenausbildung mit modernen Softwarekonzepten (iNMR, Dropbox etc.) sowie einer ausgearbeiteten Reaktionsverfolgung. Abgerundet wird das Ganze durch einen ausführlichen Artikel über No-D NMR. Das Highlight ist ein Kapitel mit sehr detailliert ausgearbeiteten Beispielen von Zuordnungen unter Nutzung von COSY, HSQC und HMBC. Dieses Kapitel sollte man jedem Studenten (m/w) wärmstens zum Selbststudium empfehlen und zum Vergleich dann die vielen sinnlosen ppm-Listen in den supporting-materials aktueller Publikationen heranziehen. Das Anorganische Kapitel beschäftigt sich besonders mit  $^{31}\text{P}$ -NMR mit der interessanten Idee, eine Reihe studentischer Kommentare zu den Experimenten wiederzugeben. Ansonsten geht es vorwiegend um die Nutzung der Information durch Analyse von Satelliten und einige wenige Beispiele von anderen Kernen (z. B.  $^{11}\text{B}$ ,  $^{27}\text{Al}$ ). Das nächste Kapitel ist geprägt durch eine ausführlichere Diskussion von kinetischen Experimenten und eine rudimentäre Einführung in die Berechnung

chemischer Verschiebungen, u. a. unter Nutzung von DFT-Methoden. Der Bio-Anteil wirkt etwas als Fremdkörper und betrifft  $^1\text{H}$ -NMR MAS an Lipidmembranen. Das dürfte in der Grundausbildung eher etwas verloren wirken. Im Folgenden wird die Einbindung von NMR in das curriculum beschrieben und die reale Umsetzung am Beispiel der University Notre Dame beschrieben. Beide Artikel sind sehr aus amerikanischer Sicht beschrieben und eher nicht besonders hilfreich. Spannender sind die Beschreibung eines „Konsortiums“ in Oregon zur dezentralen Datenverteilung und remote spectrometer access über das Internet, die Nutzung von ChemSpider im Unterricht und Tips zum Schreiben von Anträgen (US-Sichtweise). Alles in allem ein nettes Werk mit der einen oder anderen Anregung, aber mit Beiträgen sehr unterschiedlicher Qualität. Sicher kein Buch, welches auf jedem Schreibtisch liegen muss (auch wegen des stolzen Preises), aber ein Exemplar in der Bibliothek zum gelegentlichen stöbern kann nicht schaden.

Erhard Haupt (Universität Hamburg)

---

## ■ NMR Spectroscopy in the Undergraduate Curriculum

David Soulsby, Laura J. Anna, Anton S. Wallner (Hrsg.)

ACS Symposium Series 1128, 2013

ISBN: 978-0841227941

DOI: 10.1021/bk-2013-1128

ca. 140,- €