



## ***Ernst Awards 2013***

Wie in jedem Jahr stand die Verleihung der Ernst-Awards am Beginn der diesjährigen Fachgruppentagung. Erneut gab es erfreulicherweise zehn sehr gute Bewerbungen auch aus internationalen Arbeitsgruppen.

Die Auswahlkommission hatte die Qual der Wahl, ist am Ende aber zu einer von allen getragenen Einigung gekommen. Allen Beteiligten sei an dieser Stelle nochmal ausdrücklich für ihre Arbeit (mitten in der Ferienzeit) herzlich gedankt.

Als Preisträger wurden benannt:

**Lukasz und Mariusz Jaremko** vom Max-Planck-Institut für biophysikalische Chemie in Göttingen (Arbeitskreis Zweckstetter) erhielten den Ernst-Award für ihre Arbeit „Cold denaturation of a



protein dimer monitored at atomic resolution“ [Nature Chemical Biology 9, 264 (2013)]. In dieser Arbeit wird die kälteinduzierte Entfaltung eines Protein-Homodimers per NMR-Spektroskopie verfolgt. Im Temperaturbereich von +25 °C bis -16 °C wurden insgesamt sieben NMR-Proteinstrukturen gelöst, die zuerst die fortschreitende Dissoziation des Homodimers in Monomere, und schließlich den Übergang in einen dynamischen und nur partiell gefalteten Zustand dokumentieren. Da Proteinfaltung,

-entfaltung und -missfaltung viele biologische Prozesse bestimmen und für eine Reihe von Krankheiten verantwortlich sind, gibt diese Studie neuartige Einblicke in einem aktuellen Forschungsgebiet.



**Yesu Feng** aus der Arbeitsgruppe von Warren S. Warren an der Duke University in North Carolina, USA, erhielt den Ernst-Award für seine Arbeit “Accessing long-lived nuclear singlet states between chemically equivalent spins without breaking symmetry” [Nature Physics 8, 831 (2012)]. Diese wegweisende Arbeit beschäftigt sich mit einem Thema, das in der NMR allgegenwärtig ist: Dem Wunsch nach Empfindlichkeitssteigerung. Schon seit einiger Zeit werden Methoden zur Hyperpolarisation entwickelt, bei der Magnetisierung von stark polarisierten Elektronen auf schwach polarisierte Kerne übertragen wird. Leider ist die Lebensdauer dieser Hyperpolarisation sehr kurz. Yesu Feng gelang es, mithilfe einer Pulssequenz Hyperpolarisation im Molekül zu “speichern”, um sie zu einem späteren Zeitpunkt wieder “abzurufen”. Falls diese Methode weiterentwickelt werden kann, könnte sie sehr nützlich für besseren Kontrast in bildgebenden Verfahren (magnetic resonance imaging, MRI) sein.



Auch **Franz Schilling** aus der Arbeitsgruppe Steffen Glaser an der TU München hat das Auswahlkomitee mit einer methodischen Arbeit überzeugt. Sein Artikel "Tailored real-time scaling of heteronuclear couplings" berichtet von der Entwicklung einer Pulssequenz mithilfe der "optimal control theory", die eine lineare Skalierung der heteronuklearen Kopplung zur Folge hat. [Journal of Magnetic Resonance 223, 207 (2012)]. Mithilfe dieser Sequenz kann man die chemische Verschiebung des Heterokerns (z.B.  $^{13}\text{C}$ ) im Idealfall direkt aus der Kopplungskonstanten ablesen. Im Prinzip lässt sich damit die Dimensionalität eines NMR-Spektrums reduzieren, so hat z.B. ein eindimensionales Protonenspektrum den gleichen Informationsgehalt wie ein zweidimensionales heteronukleares Korrelationspektrum.

Die Preisträger stellten ihre Arbeiten in ausgezeichneten Kurzvorträgen vor und haben somit zu einem interessanten und spannenden Start der Fachgruppentagung massgeblich beigetragen.

Allen Preisträgern sei hier nochmals herzlich gratuliert, verbunden mit den besten Wünschen für ihre weitere wissenschaftliche Karriere.



wj

## **Fachgruppentagung 2013 Frauenchiemsee**

Die 35. Fachgruppentagung in Frauenchiemsee war ein voller Erfolg. Mehr als 320 Teilnehmerinnen und Teilnehmer erlebten ein hervorragend zusammengestelltes Vortragsprogramm in einer perfekten Umgebung. Zusammen mit unseren Gästen aus Italien und Slowenien konnten wir die Gastfreundschaft des Klosters und natürlich des Klosterwirts genießen. Ein besonderer Dank gilt Schwester Scholastica, die die Organisation mit unglaublicher Ruhe und nicht



endend wollender Freundlichkeit voll im Griff hatte und auch knifflige Fragen, z.B. bezüglich der Internet-Nutzung, souverän löste. Zeitweise spielte auch das Wetter mit, so dass der viertelstündige Inselrundgang zum relaxen zwischen den Sessions einlud. Zum Tagesausklang traf man sich in

den Katakomben zu Wein und Bier, um noch offen gebliebene Fragen eingehend zu erörtern.

Eingeleitet wurde das Treffen von vier gut besuchten Tutorials, denen nach einem Welcome-Dinner der erste Plenarvortrag von G. Wagner (Boston) folgte. Der Abend wurde abgeschlossen mit der Verleihung der Ernst-Awards, den Vorträgen der Preisträger und die Verleihung der GIDRM Medaille unserer italienischen Gäste.

Die nächsten zweieinhalb Tage konnte man sich in mehr als 60 Vorträgen und ca. 160 Postern aus allen Bereichen der Magnetischen Resonanz über die aktuellen Themenstellungen eingehend informieren. Dabei fanden auch die Beiträge unserer europäischen Gäste regen Zuspruch.

Zwei gut besuchte Postersessions in einem Zelt in direkter Sichtweite zu einem Ort spritueller Eingebung rundeten das Bild ab. Die intensiven Diskussionen wurden nur unterbrochen durch eine unerwartete



Enten-Invasion im Posterzelt und die kurzzeitige Sichtung zweier „Nessies“ im Chiemsee.



Nach dem reichhaltigen bayerischen Konferenz-Dinner musste man sich zwar einen Ruck geben, aber die After Dinner Lecture von H. Kessler war es auf jeden Fall wert. Ausgehend von seiner ersten Publikation genau vor 50 Jahren liess er das Publikum nachvollziehen, wie er zur NMR-Spektroskopie kam und sich von den ersten dynamischen Untersuchungen über verschiedene Zwischenstufen zu den komplexeren Experimenten und bio-inspirierten Fragestellungen entwickelt hat. Ein gelungener Abend, der bei geselligem Zusammensein in den Katakomben ausklang.

Ein grosser Dank gebührt dem Münchner Organisationsteam um S. Glaser, B. Reif und M. Sattler sowie allen ihren Helfern, besonders B. Gasset-Vazquez die immer weiterwusste und eine Lösung parat hatte, wenn grosse Fragezeichen in den Gesichtern und Schulterzucken angesagt war. Ebenso gebührt unseren Ansprechpartnern in Italien und Slowenien Dank für ihre Unterstützung und Mithilfe, ohne die das Treffen in dieser Form nicht hätte stattfinden können.

Die nächste Fachgruppentagung ist wieder eine nationale Tagung vom 29.9-2.10.2014 in Berlin-Buch.

*etkh*

P.S.: wer sich nachträglich noch informieren möchte: unter [www.fgmr2013.de](http://www.fgmr2013.de) steht der Tagungsband noch zum download zur Verfügung.

## ***EPR Satellite Meeting***

Im Anschluss an die Fachgruppentagung trafen sich die Teilnehmer des deutschen ESR DFG-Schwerpunktprogramms (SPP) 1601 „*New frontiers in sensitivity for EPR spectroscopy: from biological cells to nano materials*“ zu ihrem jährlichen Workshop auf der Fraueninsel. Das interdisziplinär angelegte Schwerpunktprogramm startete im Mai 2012 und vernetzt etwa 25 ESR-spektroskopisch arbeitende Forschungsgruppen aus verschiedensten Bereichen der Chemie, Physik, Biologie und Materialwissenschaften.

Das Meeting umfasste 30 wissenschaftliche Vorträge von SPP-Teilnehmern und sechs internationalen Gästen, die die verschiedenen Arbeitsgebiete des Verbundprojektes vertraten. Diese reichten von Entwicklungen in der gepulsten Mikrowellenanregung, Terahertz-Spektroskopie bis zu innovativen Detektionstechniken für Elektronenspins kombiniert mit Forschung an komplexen funktionalen Systemen, wie EPR in lebenden Zellen oder in neuen Nanomaterialien. Jedes Themengebiet wurde durch einen längeren Vortrag einer internationalen Expertin oder Experten eingeführt, um die Verknüpfung zwischen den Arbeiten im SPP und dem aktuellen Stand der internationalen Forschung sichtbar zu machen. Besonders erwähnenswert -und von uns allen extrem geschätzt- war die Rolle der Gutachter, die durch Moderation der Präsentationen zu intensiven und stimulierenden Diskussionen beigetragen haben. Insgesamt haben alle Teilnehmer sowie die außergewöhnliche Kulisse des Klosters auf der Frauenchiemseeinsel zu einem herausragenden Meeting beigetragen.

Die erste Programmphase des SPP läuft für drei Jahre mit einer geplanten DFG-Finanzierung für insgesamt sechs Jahre. Nächstes Jahr wird die zweite Laufperiode ausgeschrieben, infolgedessen einzelne Projektanträge von aktuellen Teilnehmern, aber auch von neuen Arbeitsgruppen eingereicht werden können.

*M. Bennati*

## **Faktencheck**

Im Rahmen der Mitgliederversammlung während der FG-Tagung entspann sich eine lebhaft Diskussions über die vermeintlich unzureichende Präsenz von Fachgruppenmitgliedern in den DFG-Fachkollegien, was u.a. auf nicht ausreichende Information zurückgeführt wurde.

Dazu ist festzuhalten: die Fachgruppe kann nicht beliebig Mitglieder vorschlagen sondern wird über die GDCh aufgefordert, zu genau definierten Fachkollegien Vorschläge zu machen. In MARS 35/2010 wurde darüber berichtet und die von uns benannten Kandidaten für drei Kollegien benannt verbunden mit dem Hinweis, dass es im Vorfeld eine Reihe von Absagen gegeben hat. Es wurde weiterhin berichtet, dass der Vorsitzende darauf hingewiesen hat, dass sich die FG eigentlich gewünscht hätte, auch für das Kollegium "Strukturbiologie" einen Vorschlag machen zu dürfen, da wir dort lange durch zwei kompetente Fachgruppenmitglieder vertreten waren. Damit verbunden war der vorsorgliche Vorschlag von zwei Kandidaten. In MARS 39/2011 war nochmals auf die Wahlen mit der Bitte um Beteiligung hingewiesen worden und in MARS 40/2011 das Ergebnis mitgeteilt worden. Von unseren sechs Kandidaten sind drei gewählt worden. Da wir nicht alleine Kandidaten entsenden, scheint das ein passables Ergebnis zu sein.

*etkh*

## **"Praktische Probleme der Kernresonanzspektroskopie"**

Wir möchten Sie auf unsere alljährliche Diskusstagung aufmerksam machen, bei der vorwiegend praxisorientierte Beiträge aus verschiedenen Bereichen der NMR-Spektroskopie vorgestellt werden.

Termin ist der **13. - 14. Januar 2014**.

Bitte beachten Sie, daß die Tagung auch 2014 wieder in \*Erlangen\* stattfindet. Die Teilnahme ist wie immer gebührenfrei.

Alle weiteren Informationen finden Sie unter

<http://www.chemie.uni-erlangen.de/bauer/c14.html>

Anmeldeschluß ist der **31.12.2013**

*wb*

## **G-NMR: DFG Network of German NMR Centers**

Im Anschluss an die Fachgruppentagung gab es ein weiteres Treffen der G-NMR Initiative. Materialien dazu waren mit MARS 46/2013 versandt worden. Leider hatte der Appell, dass dringende Einwände vorab an H. Schwalbe übermittelt werden sollten, nicht alle erreicht, so dass zu Beginn des Treffens sehr überraschend zunächst ein Protestschreiben mit 13 Unterzeichnern verlesen wurde. In der folgenden Diskussion kristallisierte sich jedoch schnell heraus, dass die Kritikpunkte zum grossen Teil auf nicht ausreichender oder falsch verstandener Information beruhen.

Es konnte dann doch sehr einvernehmlich beschlossen werden, der DFG zunächst folgende Kostenpauschalen für Routine-NMR zu übermitteln (Kosten pro Stunde Gerätezeit):

|                             |                                   |
|-----------------------------|-----------------------------------|
| NMR-Basisfrequenz = 400 MHz | NMR-Basisfrequenz = 500 – 600 MHz |
| 5,00 € (15,00 €)            | 10,00 € (20,00 €)                 |

Die Kostenangaben beziehen sich auf Messungen im automatischen Probenwechslerbetrieb bzw. in Klammern durch das Servicepersonal manuell durchgeführte Aufträge. Hierbei handelt es sich um Experimente zur Analytik synthetischer Fragestellungen.

Für Sonderaufgaben wie Temperaturmessungen oder Experimente, die Umbauten erfordern, fallen gesonderte Kosten an.

Hierbei handelt es sich um einen Vorschlag an die DFG, wie in zukünftigen DFG-Anträgen Pauschalen für anfallende Messungen angegeben und entsprechende

Mittel eingeworben werden können. Allerdings besteht die DFG darauf, dass auch für alle anderen Mitglieder der antragstellenden Institution (also z.B. einer Universität) *lokal(!) festzulegende* Kostenpauschalen (die von obigen Beträgen abweichen können, begründet auch gegen Null) gleichermassen gelten, also eine lokal transparente und einsehbare Nutzerordnung mit Kostenangaben vorliegt. Diese Nutzerordnung wird nicht jeweils von der DFG überprüft, es gilt das Vertrauensprinzip.

Um Missverständnissen vorzubeugen: niemand wird verpflichtet, sich an diesem Vorgehen zu beteiligen. Jede Institution entscheidet individuell. Wenn eine Universität weiterhin NMR-Dienstleistung "kostenlos" zur Verfügung stellen und keine Nutzerordnung erstellen will, kann sie das auch weiterhin tun. Allerdings können Antragssteller dann keine Pauschalen für in ihrem Projekt anfallende NMR-Spektren bei der DFG geltend machen.

Des Weiteren wurde über Experimente und Standards für Lösungs-NMR diskutiert, mit deren Hilfe die Funktionsfähigkeit von Spektrometern regelmässig geprüft und Fehler an der Hardware festgestellt werden können. Eine Liste der Vorschläge ist im Anhang zu finden. Bei zentraler Hinterlegung der Daten können die NMR-Gruppen die performance ihrer Hardware dann untereinander vergleichen, wenn gewünscht. In einigen Fällen gibt es noch keine guten Vorschläge (Temperaturkalibrierung, DOSY,  $^{13}\text{C}$ -HSQC nat. abundance), Beiträge sind sehr erwünscht. Ähnliches ist für Festkörper-NMR vorgesehen.

Ausserdem gibt es weitere in Arbeit befindliche Themenfelder im Bereich Datenmanagement bzw. NMR-Workshops und Summer Schools (nächstes MARS).

Aktuell ist das Thema Unterrichtsmaterialien und Lehrkonzepte. Im November wird es einen G-NMR Teaching Day geben, an dem jedes interessierte Institut sein Lehrkonzept vorstellt und ein Vorschlag für eine Minimalanforderung an

eine einheitliche NMR Ausbildung in Deutschland erarbeitet werden soll.

Im Rahmen von G-NMR sollen auch Unterrichtsmaterialien via Intranet ausgetauscht werden. Hier muss sichergestellt werden, dass Lösungen nicht zu Studenten weitergeben werden. Details werden ebenfalls bei dem Workshop besprochen werden.

Interessenten können sich noch unter <http://doodle.com/z7tgkrf8icat2g5b> melden.

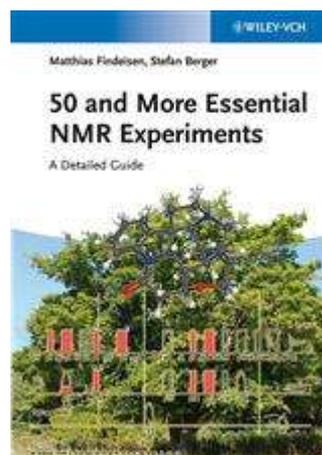
Alle weiteren Informationen entnehmen Sie bitte der Homepage unter:

<http://www.g-nmr.de/home.html>

*ethh*

## **Bücher I**

Frisch aus der Druckerei liegt



auf dem Tisch. Wer „Classics in Spectroscopy“ (MARS 25/2008 und 30/2009) kennt wird sich auch auf dieses Buch des Autorenteam Findeisen/Berger mit Vergnügen stürzen. Bewusst von 200 zurück auf die wohl 50 häufigst genutzten Experimente für den (nicht nur organischen) Chemiker, dafür aber in hervorragender didaktischer Aufbereitung und mit einer Fülle sehr praktischer Tips und ausführlichen Kommentaren zu den Experimenten sowie der Erläuterung von Varianten. Garniert ist das Ganze mit vielen interessanten Zitaten und z.T. Bildern (vermisst werden nur E. Hahn und K. Wüthrich) von „NMR-Grössen“, passend zu den jeweiligen Experimenten.

Das sollte insbesondere den jüngeren „open access NMRlern“ vermitteln, dass hinter denen von ihnen häufig als black-box genutzten Experimenten Menschen stehen, die oftmals in jahrelanger aufwendiger und manchmal mühevoller Arbeit die NMR-Spektroskopie zu ihrem aktuellen Stand geführt haben. Beibehalten zu den vorherigen Bänden wurde der generelle Aufbau der einzelnen Abschnitte auch mit den beliebten „own observations“ am Ende sowie z.T. recht anspruchsvollen Fragen. Sehr angenehm ist die Anordnung der Literaturzitate am Seitenrand mit den Titeln der Arbeiten so dass sofort ersichtlich ist, welcher weiterführende oder vertiefende Artikel den Leser besonders interessieren könnte.

Neben drei Kapiteln mit vorwiegend für die Strukturaufklärung organischer Verbindungen genutzter Experimente gibt es Kapitel über selektive Methoden, einen Basisüberblick über Experimente mit verschiedenen Heterokernen, Anwendungen in der Physikalisch-Organischen Chemie sowie einen sehr kurzen Ausflug in die Festkörper-NMR und Strukturbiologie. Abgerundet wird das Ganze durch ein Kapitel über einige Gerätetests.

Viele Experimente werden anhand des Beispiels Strychnin demonstriert, dem Lieblingstierchen der Leipziger Gruppe.

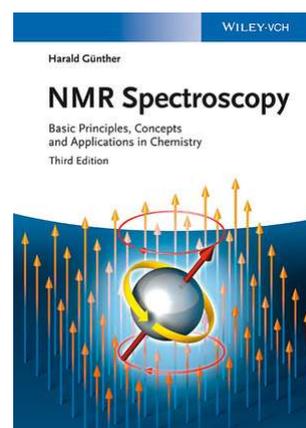
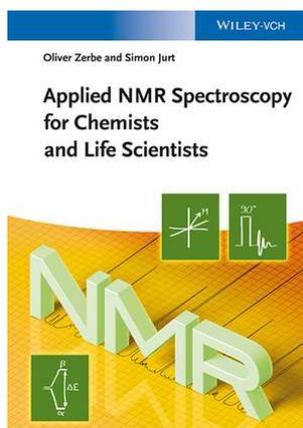
Alles in allem eine gelungene Auswahl, ausgezeichnet präsentiert, fast eher eine interessante Lektüre denn ein Lehrbuch.

Bei aller offensichtlichen Sorgfalt der Autoren ist doch ausgerechnet die Überschrift des  $^{13}\text{C}$ -APT Experimentes zu einem  $^{13}\text{C}$ -ATP Experiment mutiert. Das verspricht interessante Diskussionen mit Studenten bei der Protokollkorrektur.....;-))

etkh

## Bücher II

Das Jahr 2013 scheint ein „NMR-Buch-Jahr“ zu werden. Nachdem die 5. deutsche Auflage des *Friebolin* schon eine Weile erhältlich ist, erscheinen in diesem Herbst noch eine



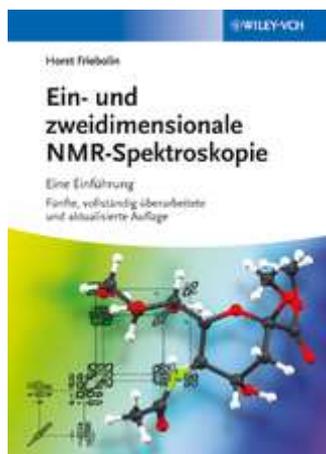
Reihe weiterer Werke. „50 and More...“ (s.o.) wird gerade ausgeliefert. Für Ende des Jahres ist „Applied NMR Spectroscopy for Chemists and Life Scientists“ von O. Zerbe und S. Jurt angekündigt, ein klassisches Lehrbuch auf dem aktuellen Stand. Lange erwartet (erseht ??) auch die neueste Auflage des „Günther“, jahrelang *das Standardwerk*, mit dessen erster Ausgabe eine Reihe der älteren Kolleginnen und Kollegen ihre ersten Gehversuche in der NMR-Spektroskopie unternommen haben. Man darf also gespannt sein. Für kommende kalte Wintertage ist demnach bestens gesorgt.

etkh

## Zu guter Letzt 😊

Am „open access NMR“ wird zufällig der Besitzer einer nur mit einer unleserlichen Hyroglyphe gekennzeichneten Probe angetroffen. Der freundlich vorgebrachte Hinweis, dass in Zukunft ein Zettel an der Probe mit ein paar Basishinweisen (Name, Lömi etc.) angebracht wäre wird mit der Feststellung quittiert:

„wenn SIE wüssten, wieviel ich den ganzen Tag zu tun habe, da kann ich nicht auch noch Zettel schreiben!“



# G-NMR: Establishing a Network of German NMR Centers

Experimente und Standards für Lösungs-NMR

Arbeitsgruppen-Besprechung in  
Frauenchiemsee  
12. September 2013



## Qualitätskontrolle der NMR Spektrometer

- Regelmäßige Durchführung und Dokumentation (z.B. halbjährlich)
- Gewährleistung gleichbleibender Geräte Leistungsvermögen
- Nachweis gegenüber externer Benutzer über die Eignung der Spektrometer

### Proben:

- 0.3 - 3%  $\text{CHCl}_3$  in Acetone- $\text{d}_6$
- 0.1% Ethylbenzene in  $\text{CDCl}_3$
- ASTM (60%  $\text{C}_6\text{D}_6$  / 40% p-Dioxane)
- 10% Ethylbenzene in  $\text{CDCl}_3$
- 2mM Sucrose in 10%  $\text{H}_2\text{O}$  / 90%  $\text{D}_2\text{O}$
- [ $^{13}\text{C};^{15}\text{N}$ ]-Ubiquitin
- ( [ $^2\text{H};^{13}\text{C};^{15}\text{N}$ ]-MBP ), optional



# Qualitätskontrolle der NMR Spektrometer

## Routine NMR-Spektrometer in der Automation

### ☐ Verwendung von Bruker Standard Tests

- WS: Wasserunterdrückungstest an 2mM Succrose, Shim +  $^1\text{H}$ -Puls
- Lsrh: Lineshape mit Rotation, Shim
- Lsnh: Lineshape ohne Rotation, Shim + Störungen
- SNH: Protonempfindlichkeit
- SNA: Kohlenstoffempfindlichkeit ohne Entkopplung
- SNC: Kohlenstoffempfindlichkeit mit  $^1\text{H}$ -Entkopplung

### ☐ Messungen unter Verwendung von IconNMR

### ☐ Auswertung und Dokumentation via **Python-Scripte**

### ☐ Beispiel, AV500HD mit BBO-Prodigy:

|            |      |                     |                      |            |            |
|------------|------|---------------------|----------------------|------------|------------|
| 2013-08-09 | ws   | WaterHump: 6.7/21.9 | Resolution: 9%       | S/N: 425:1 | P1: 11.2us |
| 2013-08-09 | lsnh | Hump: 4.7/13.9      | Resolution: 0.44     |            |            |
| 2013-08-09 | snh  | S/N(2ppm): 1278.8:1 | S/N(200Hz): 1504.2:1 | P1: 11.1us |            |
| 2013-08-09 | sna  | S/N: 822.3:1        | P1: 10.2us           |            |            |
| 2013-08-09 | snc  | S/N: 879.7:1        | P1: 10.2us           |            |            |

20/09/2012



## Akquisitionsparameter für den Wasserunterdrückungstest

Testprobe: 2mM Sucrose mit 0.5mM DSS, 2mM  $\text{NaN}_3$  in 10%  $\text{D}_2\text{O}$  / 90%  $\text{H}_2\text{O}$  (Z10246)

- Temperatur: **298K** (kalibriert mit MeOH d4)
- Pulseprogramm: **zgpr**
- Akquisitionszeit (Aq): **1s**
- TD ( $^1\text{H}$ ) = Abhängig vom Feld
- SW ( $^1\text{H}$ ) = **12ppm**
- Relaxationszeit: d1 = **5s**
- NS = **8**, DS = **4**,
- cw Anregungsfeld: **max. 50Hz**

### Prozessierung:

- ☐ nur FT, keine window function, kein bmod, automatic Basislinie Korrektur
- ☐ Si = **16K** (wenn TD kleiner als 16k sonst **32k**)
- ☐ Bestimmung von S/N: au-prog, **suppcal**

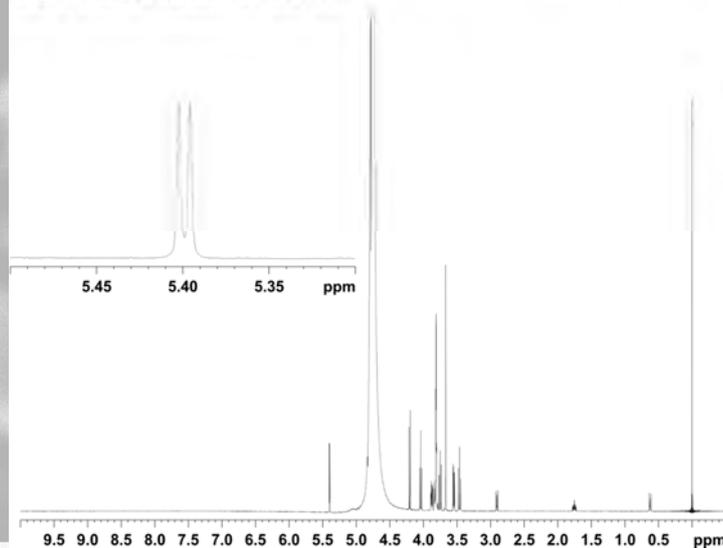
20/09/2012

# Sucrose: 1D presat. Experiment

(Standard Bruker Test mit 2mM Sucrose, 0.5mM DSS, 2mM NaN<sub>3</sub> in 10% D<sub>2</sub>O / 90% H<sub>2</sub>O)

- Wasserunterdrückung
- Auflösung
- s/n

- ACCEPTANCE - System: AVII+600 OrderNo.: HH001806 Customer: Uni FRANKFURT Engineer: DGB  
P/N Console: H03128/0027 Shim system: BOSS II  
Probe: 5 mm CPTXI 1H-15N/13C/D Z-GRD 244866/0030 Sample depth: 21 Gas: O<sub>2</sub> depleted air  
Water suppression test: Sample: 2 mM Sucrose with 0.5 mM DSS, 2 mM NaN<sub>3</sub> in 10% D<sub>2</sub>O and 90% H<sub>2</sub>O (P/N: Z10246)  
T=298K EU-NMR sample sucrose\_599/3 21.3.2012  
Hump= 60.9/129.1 Hz Resolution= 12% Sino= 845.1



Current Data Parameters  
NAME sucrose\_599  
EXPNO 3  
PROCNO 1  
F2 - Acquisition Parameters  
Date\_ 20120321  
Time 14.56  
INSTRUM spect  
PROBHD 5 mm CPTXI 1H-  
PULPROG zgpg30  
TD 14386  
SOLVENT H2O+D2O  
NS 8  
DS 4  
SWH 7183.998 Hz  
FIDRES 0.499368 Hz  
AQ 1.0012656 sec  
RG 128  
DW 69.600 usec  
DE 6.50 usec  
TE 298.0 K  
D1 5.0000000 sec  
D12 0.00002000 sec  
TD0 1  
===== CHANNEL f1 =====  
SFO1 599.882180 MHz  
NUC1 1H  
P1 8.00 usec  
PLW1 6.5000000 W  
PLW9 0.00001000 W  
F2 - Processing parameters  
SI 32768  
SF 599.879499 MHz  
WDW no  
SSB 0  
LB 0 Hz  
GB 0  
PC 1.00

20/09/2012

# Protein Test-Experimente

(1 mM [ $u$ -<sup>13</sup>C/<sup>15</sup>N] Ubiquitin in 50mM HEPES pH=7, 10% D<sub>2</sub>O)

- 2D [<sup>15</sup>N,<sup>1</sup>H]-HSQC
- 2D [<sup>13</sup>C,<sup>1</sup>H]-HSQC
- 2D [<sup>13</sup>C,<sup>1</sup>H] plane of 3D HNCO
- 2D [<sup>1</sup>H,<sup>1</sup>H] plane of 3D NOESY-<sup>[13</sup>C,<sup>1</sup>H]-HSQC  
**nur bei ≥ 700 MHz**
- 2D [<sup>13</sup>C,<sup>1</sup>H] plane of 3D (H)CC(CO)NH-TOCSY  
**nur bei ≤ 800MHz**
- optional: 2D <sup>13</sup>C-detected CON  
**nur für entsprechende Probenköpfe**

20/09/2012

## Globale Parameter für Experimente mit der Ubiquitin-Probe

Temperatur: 298K

Frequenz:

- ☐  $^1\text{H}$  = 4.7 ppm (optimiert)
- ☐  $^{13}\text{C}$ (Aliphatic) = 40ppm,  $^{13}\text{C}$ (CO) = 176 ppm (Referenziert auf DSS)
- ☐  $^{15}\text{N}$  = 118.5 ppm

sweep widths:

- ☐  $^1\text{H}$  = 12ppm
- ☐  $^{13}\text{C}$  (Aliphatic) = 70 ppm,  $^{13}\text{C}$  (CO) = 12 ppm (außer für CON)
- ☐  $^{15}\text{N}$  = 40 ppm

Datenpunkte:

Sollten in allen Dimensionen an die Akquisitionszeit der individuellen Experimente angepasst werden, in Abhängigkeit von der Feldstärke

Relaxationsintervall: d1 = 1s (außer für (H)CC(CO)NH-TOCSY)

gradient shape: p16 = 1ms, gnam = SMSQ10.100 (smoothed square amplitude)

Prozessierung:

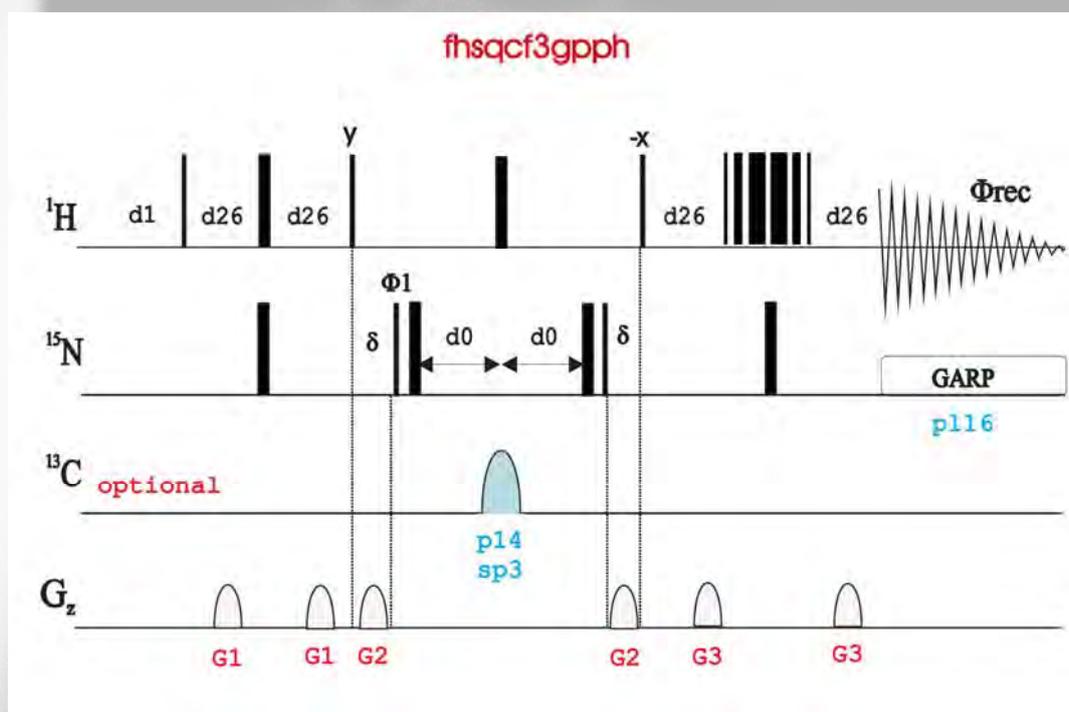
SI in F2 = 2048, SI in F1 = 1024

window function: squared sine (qsine) shifted by  $90^\circ$  (ssb=2)

keine extra Filterfunktion(bcmo=no), keine linear prediction, Basislinie kann verwendet werden wenn nötig

20/09/2012

## $[^{15}\text{N}, ^1\text{H}]$ -FHSQC, Pulssequenz



20/09/2012

# [<sup>15</sup>N,<sup>1</sup>H]-FHSQC, Akquisitionsparameter

pulse program: **fhsqcf3ggph**

Ref.: S. Mori, C. Abeygunawardana, M. O'Neil-Johnson & P.C.M. van Zijl, J. Magn. Reson. B 108, 94-98 (1995)

Aq (<sup>1</sup>H) = **71ms**, Aq (<sup>15</sup>N) = **105ms**

SW (<sup>1</sup>H) = **12ppm**, SW (<sup>15</sup>N) = **40ppm**

NS = **2**, DS = **32**,

Δ (d26) = **2.631ms** (cnst4 = **95 Hz**)

<sup>1</sup>H 3919-Watergate: d19 = **2 \* DW** (Dwell time), p27 = p0 = p1, pl18= pl1

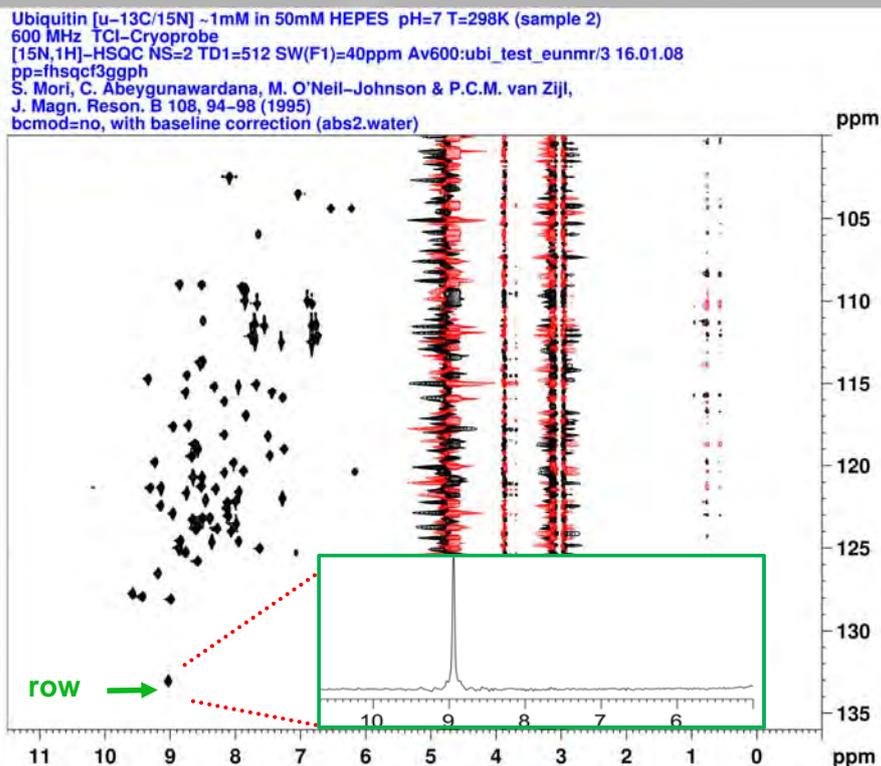
<sup>13</sup>C dec.: p14 = **500μs**, Adiabaticpuls = **Crp60,0.5.20.1** or **Crp80,0.5.20.1** für hohe Felder

<sup>15</sup>N dec.: pcpd3 = **250μs** (@ 600 MHz, zu skalieren in Abhängigkeit von der Feldstärke) CPD\_prog = **bi\_garp\_2pl**

Gradients: G1 = **50%**, G2 = **80%**, G3 = **30%**

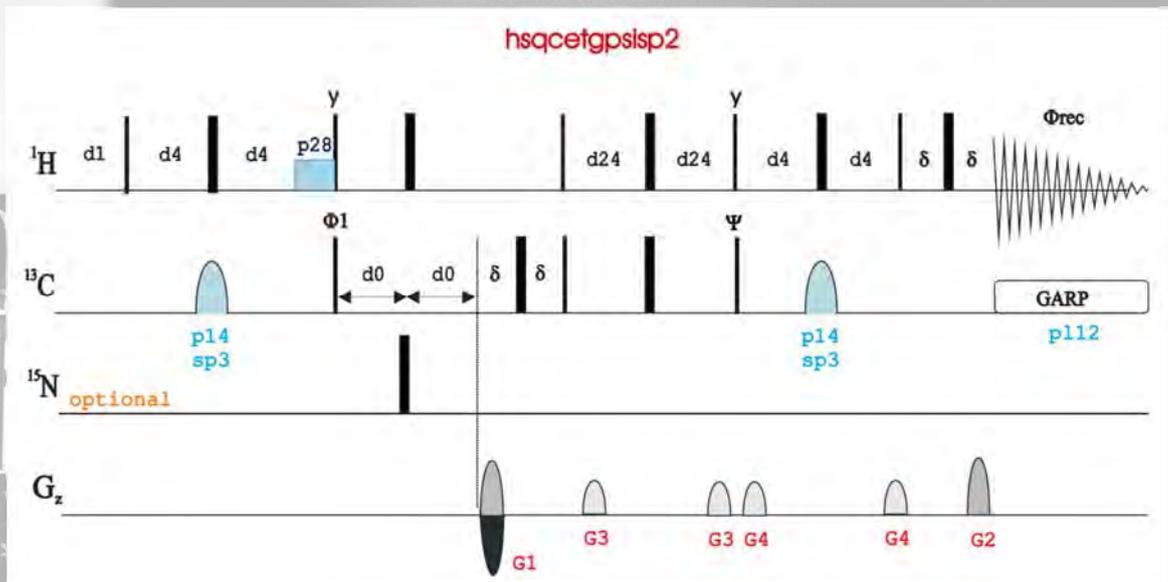
20/09/2012

# [<sup>15</sup>N,<sup>1</sup>H]-FHSQC, Spektrum von Ubiquitin



20/09/2012

# [<sup>13</sup>C, <sup>1</sup>H]-HSQC, Pulssequenz



20/09/2012

# [<sup>13</sup>C, <sup>1</sup>H]-HSQC, Akquisitionsparameter

pulse program: **hsqcetgpsisp2**

Refs: A.G. Palmer III, J. Cavanagh, P.E. Wright & M. Rance, J. Magn. Reson. 93, 151-170 (1991)

L.E. Kay, P. Keifer & T. Saarinen, J. Am. Chem. Soc. 114, 10663-5 (1992)

Aq (<sup>1</sup>H) = **71ms**, Aq (<sup>13</sup>C) = **12.1ms**

SW (<sup>1</sup>H) = **12ppm**, SW (<sup>13</sup>C) = **70ppm**

NS = **4**, DS = **64**,

D (d4) = **1.72ms** (cnst2 = **145Hz**), → d24 = **0.86ms**

no <sup>1</sup>H trim pulse: p28 = **0 μs**

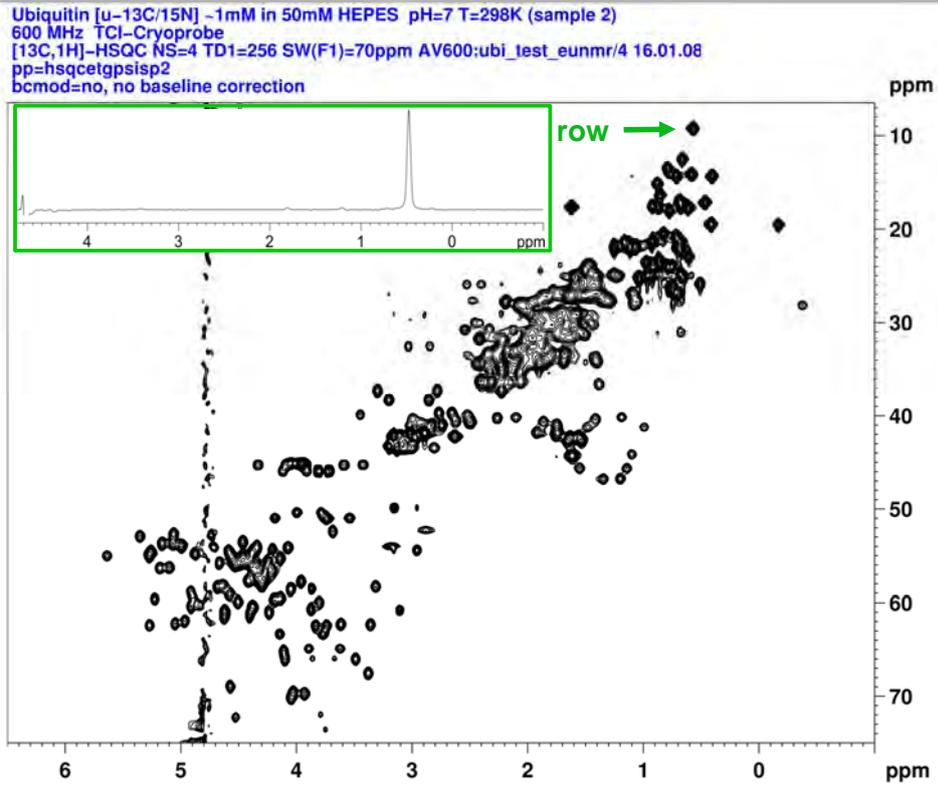
<sup>13</sup>C: p14 = **500μs**, adiabatic pulse = **Crp60,0.5.20.1** or **Crp80,0.5.20.1** für hohe Felder

<sup>13</sup>C dec. : pcpd2 = **100μs**, (@ 600 MHz, zu skalieren in Abhängigkeit von der Feldstärke), CPD\_prog = **bi\_garp\_4pl**

gradients: G1 = **80%**, G2 = **20.1%**, G3 = **11%**, G4 = **-5%**

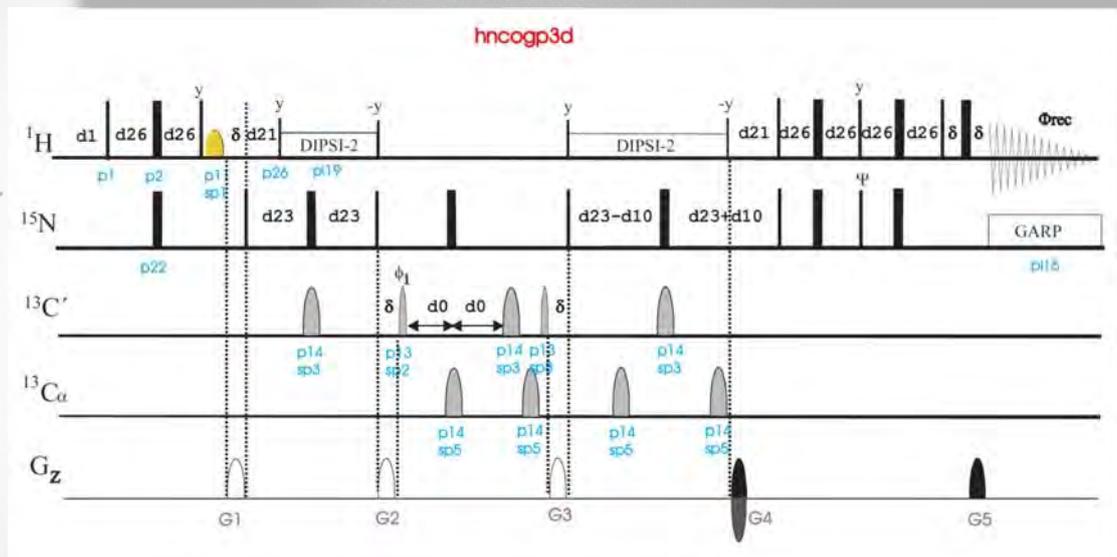
20/09/2012

# [<sup>13</sup>C, <sup>1</sup>H]-HSQC, Spektrum von Ubiquitin



20/09/2012

# 3D HNC0 Pulssequenz



20/09/2012

# Akquisitionsparameter für 2D H(N)CO

pulse program: **hncogp3d**

Refs: S. Grzesiek & A. Bax, J. Magn. Reson. 96, 432 - 440 (1992)  
J. Schleucher, M. Sattler & C. Griesinger, Angew. Chem. Int. Ed. 32, 1489-1491 (1993)  
L.E. Kay, G.Y. Xu & T. Yamazaki, J. Magn. Reson. A109, 129-133 (1994)

Aq ( $^1\text{H}$ ) = **71ms**, TD ( $^{15}\text{N}$ ) = **1**, Aq ( $^{13}\text{C}$ ) = **35.3ms**

NS = **4**, DS = **32**,

$^1\text{H}$  flip-back: p11 = **1ms**, pulse (spnam1) = **Gaus.1000**

$^1\text{H}$  dec. : pcpd = **70 $\mu\text{s}$**  (@ 600 MHz, zu skalieren in Abhängigkeit von der Feldstärke), CPD\_prog = **dipsi2**

$^{13}\text{C}$ : sel. 90° pulse: p13 = **320us** (spnam2,8) = **Q5.1000**,  
sel. 180° pulse: p14 = **256us** (spnam3,5) = **Q3.1000**

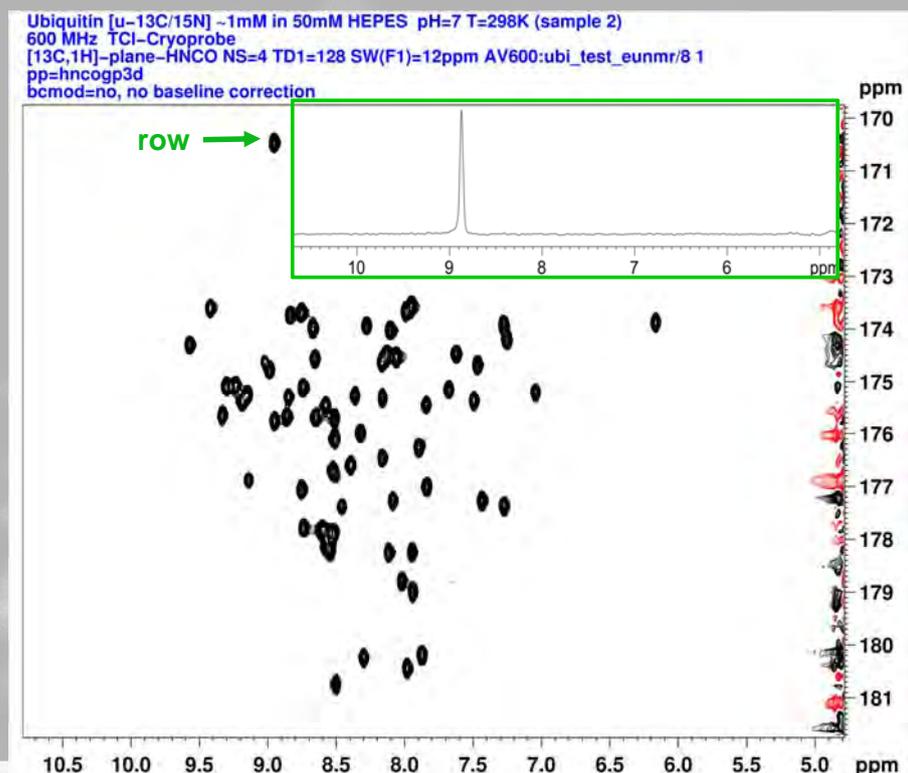
(@ 600 MHz, zu skalieren in Abhängigkeit von der Feldstärke)

$^{15}\text{N}$  dec. : pcpd3 = **250 $\mu\text{s}$**  (@ 600 MHz, zu skalieren in Abhängigkeit von der Feldstärke), CPD\_prog = **bi\_garp\_4pl**

Gradients: G1 = **60%**, G2 = **-40%**, G3 = **10%**, G4 = **80%**, G5 = **8.1%**

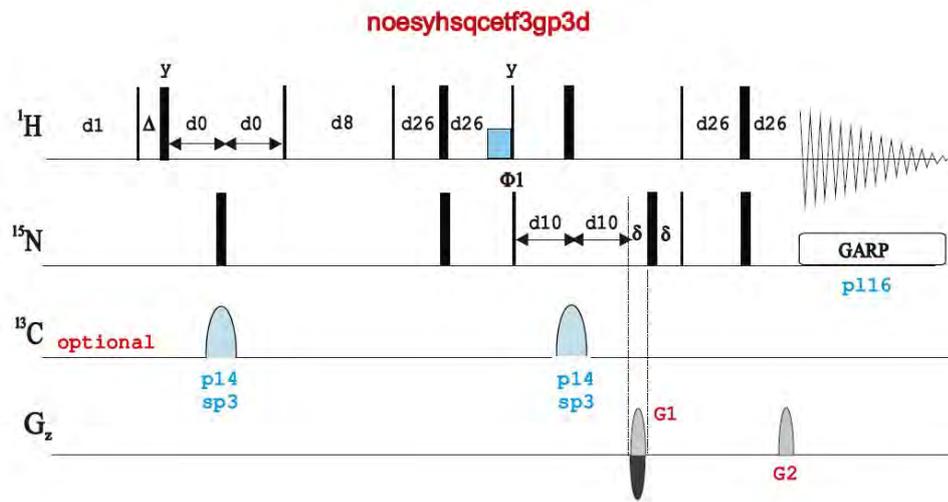
20/09/2012

# 2D H(N)CO Spektrum von Ubiquitin



20/09/2012

# 3D NOESY- $^{13}\text{C}$ , $^1\text{H}$ ]-HSQC Pulssequenz



20/09/2012

## Akquisitionsparameter für eine $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$ plane eines NOESY- $^{13}\text{C}$ , $^1\text{H}$ ]-HSQC

pulse program: **noesyhsqcetgp3d**

mit gradient coherence selection, no sensitivity enhancement

Aq ( $^1\text{H}$ ) = **71ms**, TD ( $^{13}\text{C}$ ) = **1**, Aq ( $^1\text{H}$  indirect) = **17.8ms**

SW ( $^1\text{H}$ ) = **12ppm** in F1 and F3

NS = **8**, DS = **32**,

$\Delta$  ( $d4$ ) = **1.72ms** (cnst2 = **145Hz**)

Mischzeit:  $d8$  = **100ms**

no  $^1\text{H}$  trim pulse:  $p28$  = **0  $\mu\text{s}$**

$^{13}\text{C}$ :  $p14$  = **500 $\mu\text{s}$** , adiabatic pulse = ***Crp60,0.5.20.1* or *Crp80,0.5.20.1*** für hohe Feldstärken

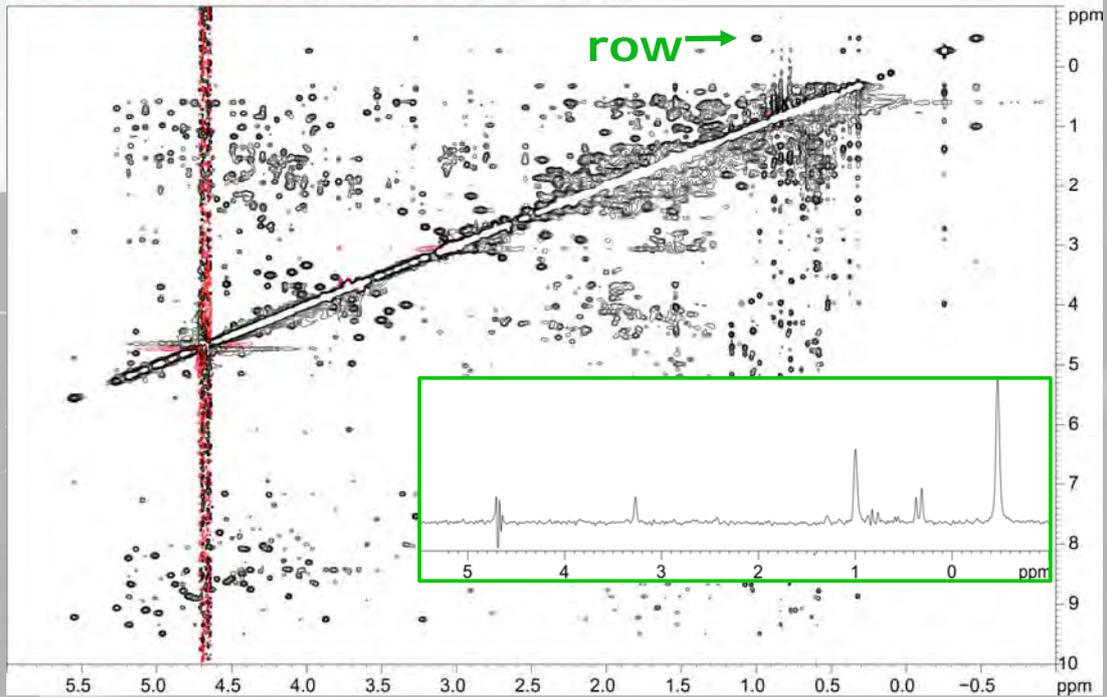
$^{13}\text{C}$  dec. :  $pcpd2$  = **100 $\mu\text{s}$**  ( @ 600 MHz, zu skalieren mit der Feldstärke), CPD\_prog = ***bi\_garp\_4pl***

gradients:  $G1$  = **80%**,  $G2$  = **20.1%**

20/09/2012

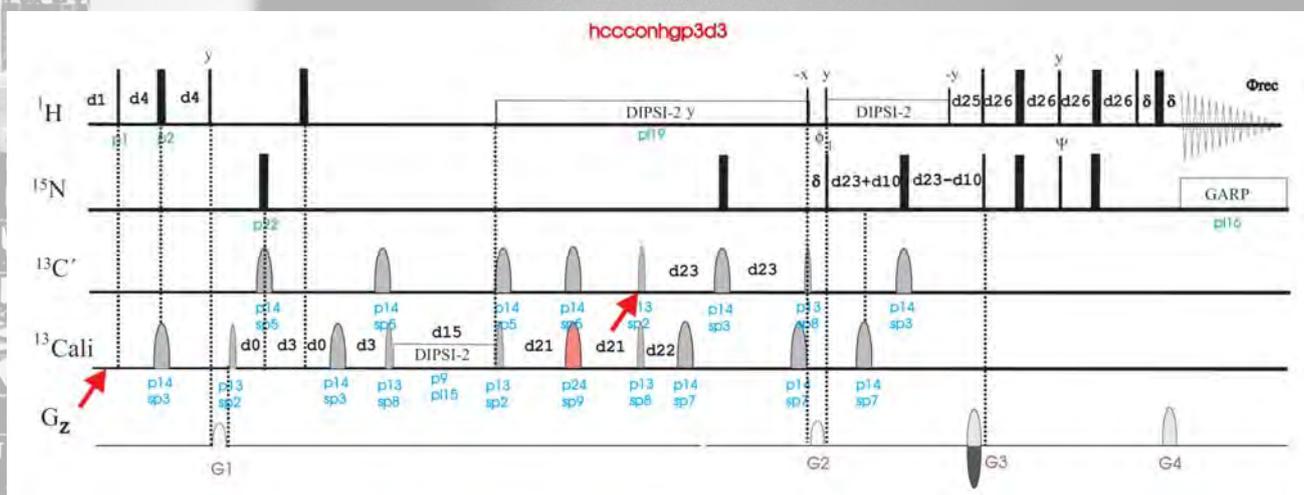
# $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$ plane eines NOESY- $^{13}\text{C}$ , $^1\text{H}$ -HSQC von Ubiquitin

Ubiquitin [ $\mu$ - $^{13}\text{C}/^{15}\text{N}$ ] 1mM in 50mM HEPES pH=7 T=298K  
 AV III 950 TCI-HCN Cryoprobe  
 2D NOESY- $^{13}\text{C}$ , $^1\text{H}$ -HSQC ( $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$  plane) gradient-selected, non-sensitivity enhanced version  
 100ms mixing time NS=8 TD1=406 SW(F1)=12ppm ubi\_test\_950/2 14.5.2012



20/09/2012

# 3D (H)CC(CO)NH-TOCSY Pulssequenz



20/09/2012

## Akquisitionsparameter für ein 2D (H)CC(CON)H-TOCSY

pulse program: **hccconhgp3d3**

Refs: G.T. Montelione, B.A. Lyons, S.D. Emerson & M. Tashiro, J. Am. Chem. Soc. 114, 10974-75 (1992)

S. Grzesiek, J. Anglister & A. Bax, J. Magn. Reson. 101 B, 114-9 (1993)

B.A. Lyons & G.T. Montelione, J. Magn. Reson. 101 B, 206-9 (1993)

T.M. Logan, E.T. Olejniczak, R.X. Xu & S.W. Fesik, J. Biomol. NMR 3, 225-31 (1993)

R.T. Clowes, W. Boucher, C.H. Hardman, P.J. Dommelle & E.D. Laue, J. Biomol. NMR 3, 349-354 (1993)

Aq ( $^1\text{H}$ ) = **71ms**, TD ( $^{15}\text{N}$ ) = **1**, Aq ( $^{13}\text{C}$ ) = **6ms**

relaxation delay (d1) = **2s**, NS = **8**, DS = **64**,

CC-TOCSY: mixing time: d15 = **21ms**, pulse length: p6 = **32 $\mu\text{s}$**   
(@ 600 MHz, should be scaled according to the field)

$^1\text{H}$  dec.: pcpd = **70 $\mu\text{s}$**  (@ 600 MHz, should be scaled according to the field), CPD\_prog = **dipsi2**

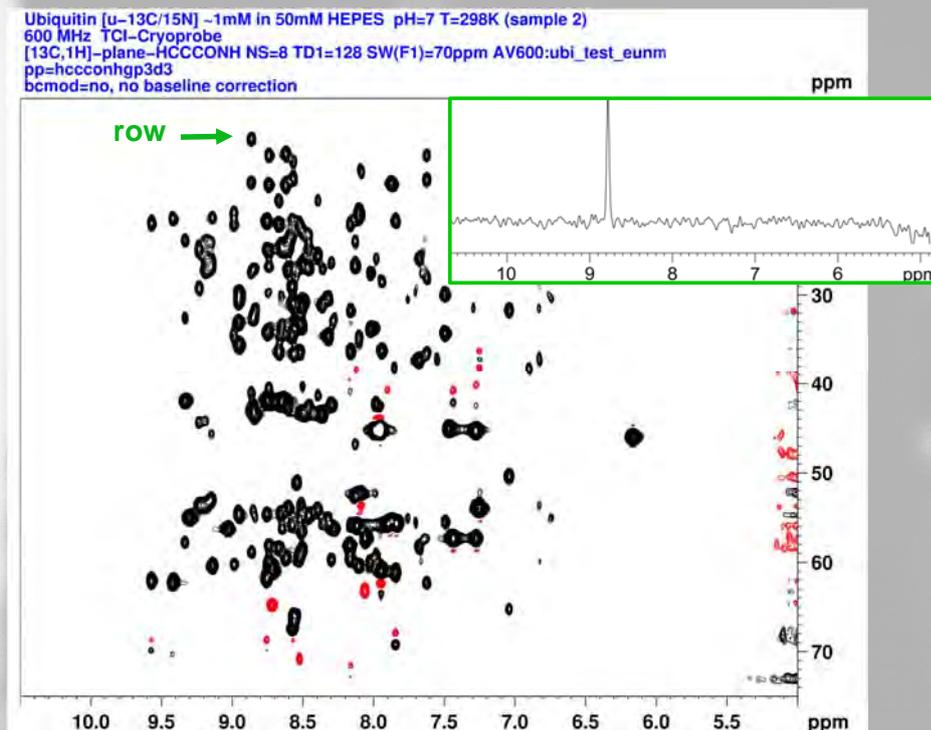
$^{13}\text{C}$ : sel. 90° pulse: p13 = **320us** (spnam2,8) = **Q5.1000**,  
sel. 180° pulse: p14 = **256us** (spnam3,5) = **Q3.1000**  
sel 180° (CA) pulse p24 = **320 $\mu\text{s}$**  (spnam9) = **Q3.1000**  
(@ 600 MHz, should be scaled according to the field)

$^{15}\text{N}$  dec.: pcpd3 = **250 $\mu\text{s}$**  (@ 600 MHz, should be scaled according to the field), CPD\_prog = **bi\_garp\_4pl**

gradients: G1 = **50%**, G2 = **-30%**, G3 = **80%**, G4 = **8.1%**

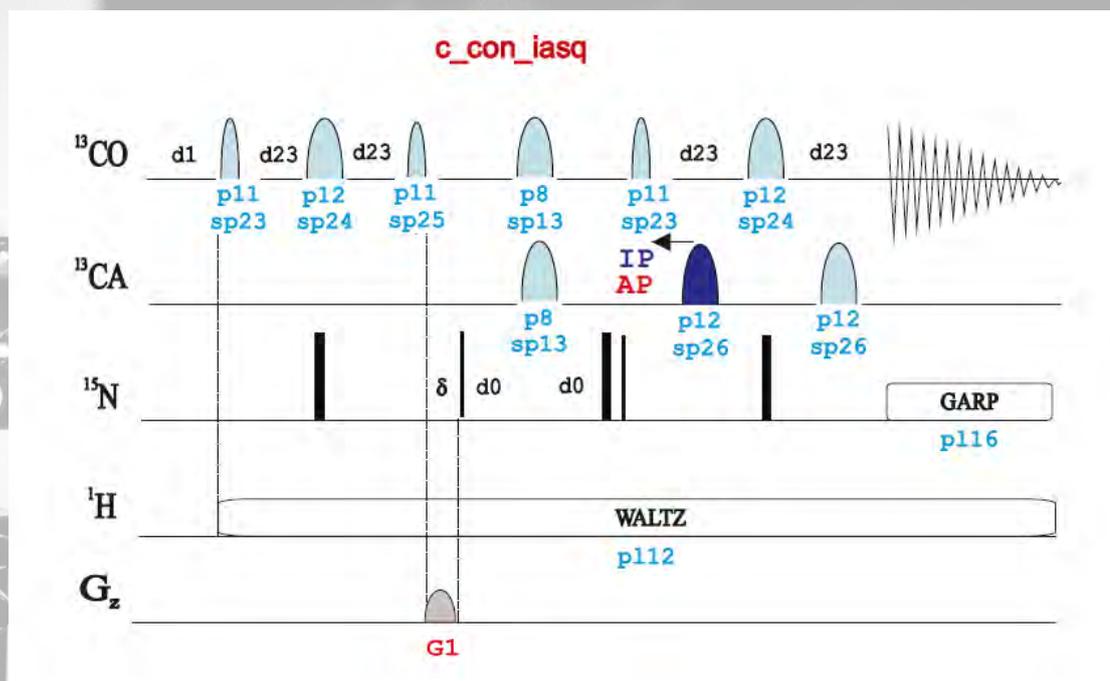
20/09/2012

## 2D (H)CC(CON)H-TOCSY plane von Ubiquitin



20/09/2012

## <sup>13</sup>C-Detektion: 2D CON Pulssequenz (optionales Experiment)



20/09/2012

## <sup>13</sup>C-Detektion: Akquisitionsparameter

pulse program: **c\_con\_iasq** (uses IPAP to "decouple" <sup>13</sup>C<sub>a</sub> in F<sub>2</sub>)

Refs: W. Bermel, I. Bertini, L. Duma, I.C. Felli, L. Emsley, R. Pieratteli & P.R. Vasos, Angew. Chem. Int. Ed. 44, 3089-3092 (2005)

L. Duma, S. Hediger, A. Lesage & L. Emsley, J. Magn. Reson. 164, 187-195 (2003)

SW (<sup>13</sup>C) = **20ppm**, SW (<sup>15</sup>N) = **40ppm**

Aq (<sup>13</sup>C) = **106ms**, Aq (<sup>15</sup>N) = **52.5ms** (TD1=256\*2, IP and AP recorded interleaved, use au-program splitcomb for processing)

NS = **8**, DS = **64**,

<sup>1</sup>H dec. : pcpd = **70µs** (@ 600 MHz, should be scaled according to the field), CPD\_prog = **waltz65**

<sup>13</sup>C: sel. 90° pulse: p11 = **320us** spnam23,25 = **Q5.1000, Q5tr.1000**  
 sel. 180° pulse: p12 = **250us** spnam24,26 = **Q3.1000**  
 (@ 600 MHz, should be scaled according to the field)  
 broadband (<sup>13</sup>C<sub>a</sub> + <sup>13</sup>CO) decoupling in F1: p8 = 500us  
 (adiabatic pulse) spnam13 = **Crp60,0.5,20.1**

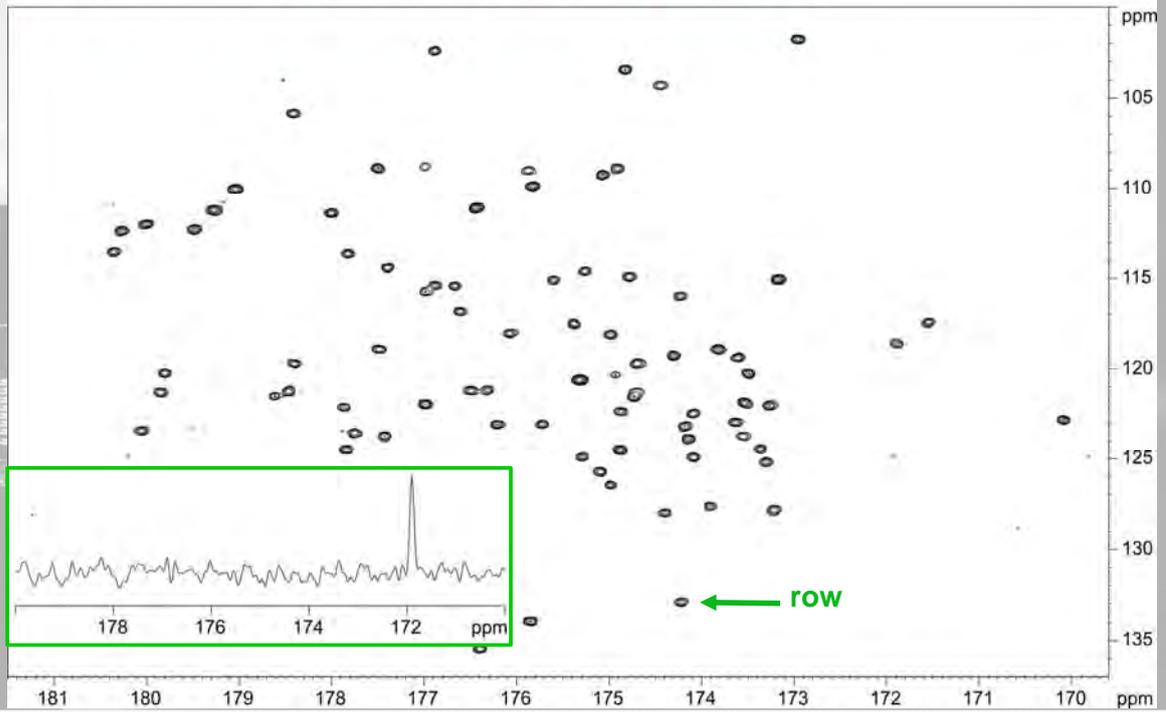
<sup>15</sup>N dec. : pcpd3 = **300µs** (@ 600 MHz, should be scaled according to the field), CPD\_prog = **garp4**

gradient: G1 = **50%**

20/09/2012

# <sup>13</sup>C-Detektion: 2D CON Spektrum von Ubiquitin

Ubiquitin [ $\alpha$ -<sup>13</sup>C/<sup>15</sup>N] 1mM in 50mM HEPES pH=7 T=298K  
AV II 600 TCI-HCN Cryoprobe  
2D <sup>13</sup>C-detected CON (Ca-CO IPAP) NS=8 TD1=256+2 SW(F1)=40ppm ubi\_test\_600/2 2.4.2012



20/09/2012