

**Guía docente de la asignatura**

<b>Asignatura</b>	<b>MÉTODOS DE DETERMINACIÓN ESTRUCTURAL</b>		
<b>Titulación</b>	Máster en Química Sintética e industrial		
<b>Plan</b>	558	<b>Código</b>	52260
<b>Periodo de impartición</b>	1er cuatrimestre	<b>Tipo/Carácter</b>	Obligatorio
<b>Créditos ECTS</b>	3		
<b>Lengua en que se imparte</b>	Español, inglés (solo si hay alumnos no hispanoparlantes)		
<b>Profesor/es responsable/s</b>	Celedonio M. Álvarez González, Juan A. Casares González		
<b>Datos de contacto (E-mail, teléfono...)</b>	Celedonio.alvarez@uva.es		
<b>Horario de tutorías</b>	Consultar la web		
<b>Departamento</b>	Química Física y Química Inorgánica		



## 1. Situación / Sentido de la Asignatura

---

### 1.1 Contextualización

---

### 1.2 Relación con otras materias

---

### 1.3 Prerrequisitos

---

Los necesarios para cursar el Máster





## 2. Competencias

Las recogidas en el Plan de Estudios del Máster

### 2.1 Generales

- G1.- Conocimiento del método científico.
- G2.- Competencia para aplicar los conocimientos adquiridos.
- G3.- Capacidad crítica, de análisis y síntesis, y capacidad de interpretación.
- G4.- Competencias metodológicas.
- G5.- Capacidad para valorar la originalidad y creatividad.
- G6.- Capacidades de comunicación.
- G7.- Capacidad de trabajo en equipo.
- G8.- Capacidad para el uso de las nuevas tecnologías.
- G9.- Desarrollar el interés por la formación permanente.
- G10.- Capacidad de aprendizaje autónomo.

### 2.2 Específicas

- E1.- Adquisición de destrezas técnicas generales en el ámbito de una o varias disciplinas químicas.
- E4.- Capacidad y destrezas para la gestión de las fuentes de la investigación en Química.
- E5.- Capacidad de aplicar y adaptar los modelos teóricos y las técnicas específicas tanto a problemas abiertos en su línea de especialización, como a problemas provenientes de otros ámbitos ya sean científicos o técnicos.
- E11.- Capacidad de relacionar las características espectroscópicas con la estructura molecular.



### 3. Objetivos

#### Objetivos globales

El objetivo global de esta materia será lograr que el alumno sea capaz de determinar la estructura de sustancias orgánicas, inorgánicas y organometálicas desconocidas a partir de los datos obtenidos de los espectros de Espectroscopía de Masas (EM) y Resonancia Magnética Nuclear (RMN).

Además, otros objetivos son el aprendizaje de los fundamentos y técnicas de interpretación de cada tipo de espectroscopía. Precisamente la consideración de los espectros de un compuesto como un todo unitario es un objetivo básico de la asignatura.

Objetivos específicos del bloque RMN:

- Lograr que el alumno distinga entre RMN de pulsos y de onda continua, entendiendo el concepto de pulso.
- Aclarar los conceptos de *desplazamiento químico* y *acoplamiento spin-spin* tanto para el núcleo  $^1\text{H}$  como para el  $^{13}\text{C}$  así como para otros núcleos activos.
- Conseguir que el alumno conozca los experimentos que permitan efectuar desacoplamiento spin-spin.
- Aclarar el concepto de *relajación*, que permite realizar mejores experimentos basados en el efecto NOE.
- Dar a conocer los principales tipos de experimentos de dos dimensiones y su aplicabilidad para la determinación de estructuras.
- Conseguir que el alumno sea capaz de reproducir los tipos de experimentos citados en los objetivos anteriores en los equipos de RMN, aplicándolo a muestras reales.

Objetivos específicos EM:

- Dar a conocer al alumno los métodos de ionización y análisis.
- Obtención de la fórmula molecular.
- Interpretación de espectros de masas de compuestos orgánicos, organometálicos e inorgánicos.

**4. Tabla de dedicación del estudiante a la asignatura**

ACTIVIDADES PRESENCIALES	HORAS	ACTIVIDADES NO PRESENCIALES	HORAS
Clases teóricas	8	Estudio y trabajo autónomo individual*	
Clases prácticas	20	Estudio y trabajo autónomo grupal*	
Laboratorios			
Prácticas externas, clínicas o de campo			
Seminarios			
Otras actividades	2		
<b>Total presencial</b>	<b>30</b>	<b>Total no presencial</b>	

\*Dado su grado de formación, los alumnos tienen autonomía para decidir si prefieren estudiar la asignatura individualmente o de forma grupal, así como para definir la actividad concreta en cada caso, hasta completar el tiempo correspondiente a los créditos de la asignatura.





## 5. Bloques temáticos

### Tema 1: ESPECTROMETRÍA DE MASAS

Métodos de ionización. Métodos de análisis. Ión molecular. Requisitos del ión molecular. Composición elemental: isótopos y conjuntos isotópicos. Fórmula molecular. Espectros de masas de compuestos orgánicos y organometálicos.

### Tema 2: Resonancia Magnética Nuclear

Descripción simple del sistema. Fundamento físico. Precesión nuclear. Magnetización macroscópica. Transición espectroscópica y poblaciones. RMN de pulsos. El espectrofotómetro. Composición de pulsos, experimentos con más de un pulso.

### Tema 3: RELAJACION Y EFECTO NOE.

Introducción (relajación transversal y longitudinal). Movimientos moleculares. Tipos de relajación (dipolo-dipolo, por anisotropía del desplazamiento químico, por spin-rotación, cuadrupolar, escalar y por sustancias paramagnéticas). Medida de T1. Medida de T2 y secuencia eco de spin. Fundamentos del efecto NOE. Relación entre relajación y movilidad molecular. Dependencia del efecto NOE. Principios básicos para analizar el efecto NOE. NOE transitorio. Medida experimental del efecto NOE. Experimentos NOE-diferencia. Aplicaciones: asignación de espectros, determinación de estructuras y análisis conformacional.

### Tema 4: RESONANCIA MAGNETICA NUCLEAR DINAMICA.

Concepto. Tipos de procesos. Vida media y anchura de línea.

### Tema 5: RESONANCIA MAGNETICA NUCLEAR DE DOS DIMENSIONES.

Correlaciones heteronucleares: Correlaciones heteronucleares protón-heteronúcleo: HMBC, HSQC, HMQC. Correlaciones homonucleares: COSY y TOCSY. Espectroscopia de dos dimensiones con resolución de J (J-spectroscopy) heteronuclear y homonuclear. Espectroscopia NOE y de intercambio: NOESY, ROESY.

### Tema 6: USO DE GRADIENTES DE CAMPO EN RESONANCIA MAGNETICA NUCLEAR.

Qué es y qué efecto tiene un gradiente de campo. Espectroscopía DOSY.

## Métodos docentes y plan de trabajo

### Clases teóricas en el aula

Para conseguir un aprendizaje significativo, la principal herramienta a utilizar en este curso es la clase magistral participativa. Para este tipo de clase se utilizarán los medios audiovisuales habituales.

### Clases prácticas en el aula y Clases prácticas en el laboratorio de instrumentación.

Se realizarán clases de problemas seleccionados en el aula. El tiempo restante será de prácticas en los equipos de RMN, es decir se enseñará a los alumnos como utilizar dicho equipamiento, una vez puestas en su conocimiento las normas de utilización de los equipos. Se realizarán experimentos con muestras reales y a continuación se sacarán las correspondientes conclusiones de cada experimento realizado. Para llevar a cabo estas prácticas se repartirán los alumnos en grupos de cuatro.



### Trabajos a realizar por el alumno fuera del aula

Fuera del aula el alumno realizará ejercicios de resolución de problemas e interpretación de espectros.

### Evaluación

---

Examen tipo test: 20%

Examen caso práctico: 80%

### Bibliografía básica

---

#### TITULO

- Modern NMR Spectroscopy: A Guide for Chemists. Segunda Edición. 1993.  
Autores: Jeremy K.M. Sanders y Brian K. Hunter. Editorial: OUP Oxford. ISBN: 0198555679
- A Handbook of Nuclear Magnetic Resonance. Segunda Edición. 1997  
Autor: Ray Freeman. Editorial: Addison-Wesley Longman. ISBN: 9780582251847
- Spin Dynamics: Basics of Nuclear Magnetic Resonance. 2008.  
Autor: Malcom H. Levitt. Editorial: Wiley-Blackwell. ISBN: 0470511176
- NMR In Organometallic Chemistry. 2012.  
Autor: Paul S. Pregosin. Editorial: Wiley-VCH. ISBN: 3527330135
- Understanding NMR Spectroscopy. Segunda Edición. 2010.  
Autor: James Keeler. Editorial: Wiley-VCH. ISBN: 0470746084

#### Bibliografía Complementaria

- A Dictionary of Concepts in NMR. 1995.  
Autor: S. W. Homans. Editorial: Clarendon Press. ISBN: 019854765X
- Multidimensional NMR Methods for The Solution State / Editors: Gareth A. Morris, James W. Emsley  
Autores: Gareth A. Morris, James W. Emsley. Editorial: Wiley-VCH. ISBN: 0470770759
- Understanding Mass Spectra. Segunda Edición. 2004.  
Autor: R. Martin Smith. Editorial: Wiley-VCH. ISBN: 047142949X

### Recursos necesarios

---

#### Recursos de aprendizaje:

Los alumnos tienen a su disposición la instrumentación necesaria para la realización de las prácticas. Su uso está sujeto a la normativa de la UVa vigente para su uso por parte de los grupos de investigación. También dispone del software de tratamiento de datos espectroscópicos (Topspin, VNMRJ, MestReNova, etc) y de las bases de datos bibliográficos (SciFinder, Web of Knowledge, etc) y del resto de recursos propios de la Biblioteca Universitaria.

#### Apoyo tutorial:

Los alumnos pueden concertar tutorías en las horas de tutoría de los profesores, preferiblemente comunicándolo por correo electrónico con 24 h de anticipación.



**6. Temporalización (por bloques temáticos)**

BLOQUE TEMÁTICO	CARGA ECTS	PERIODO PREVISTO DE DESARROLLO

**7. Sistema de calificaciones – Tabla resumen**

INSTRUMENTO/PROCEDIMIENTO	PESO EN LA NOTA FINAL	OBSERVACIONES

**8. Consideraciones finales**