

**Proyecto/Guía docente de la asignatura**

Se debe indicar de forma fiel cómo va a ser desarrollada la docencia. Esta guía debe ser elaborada teniendo en cuenta a todos los profesores de la asignatura. Conocidos los espacios y profesorado disponible, se debe buscar la máxima presencialidad posible del estudiante siempre respetando las capacidades de los espacios asignados por el centro y justificando cualquier adaptación que se realice respecto a la memoria de verificación. Si la docencia de alguna asignatura fuese en parte online, deben respetarse los horarios tanto de clase como de tutorías). La planificación académica podrá sufrir modificaciones de acuerdo con la actualización de las condiciones sanitarias.

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



1. Situación / Sentido de la Asignatura

1.1 Contextualización

La química sintética se basa en la obtención de nuevos compuestos y el estudio de sus propiedades. La forma de conocer la naturaleza de esas nuevas especies y su estructura es crucial para cualquier científico y profesional que se dedique a la obtención de nuevos materiales. El objetivo de este curso es conocer los métodos de caracterización molecular imprescindibles en el campo de la investigación, sintáxis industrial o control de calidad.

1.2 Relación con otras materias

La asignatura se imparte en el primer cuatrimestre del Máster en Química Sintética e Industrial, una vez que el alumno ha superado alguno de los grados que dan acceso a este máster. Esto quiere decir que tiene conocimientos avanzados en Química y conoce los aspectos básicos de enlace y estructura molecular.

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 espectroscopia. 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 ^1H como para el ^{13}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. Contenidos y/o bloques temáticos

Bloque 1: Teoría de Masas y RMN

Contenido Conceptos básicos y aplicados de la Espectrometría de Masas y la Resonancia Magnética Nuclear

Carga de trabajo en créditos ECTS: 1

a. Contextualización y justificación

Las técnicas utilizadas por los químicos sintéticos son muy variadas y con muy distintos objetivos. Este primer bloque sitúa al alumno ante la problemática de saber cuál elegir y se le dan herramientas para poder tomar la decisión de cual utilizar. El potencial de la RMN en el estudio de estructuras moleculares es muy grande y bien conocido pero la implementación de experimentos adecuados a este objetivo no es sencilla y requiere unos conocimientos básicos para cada uno de ellos. Por otro lado, la RMN permite estudiar ciertas propiedades en disolución que no son fácilmente evaluadas de otra forma como es su comportamiento dinámico o las interacciones supramoleculares. Por último, el potencial de la espectroscopia de masas como técnica analítica es bien conocido, pero no la vertiente que ayuda a la determinación estructural. El estudio de esta técnica de alta resolución permite que al conocer la masa molecular con alta precisión identificar el isotópomo al que pertenece.

b. Objetivos de aprendizaje

Al finalizar el bloque el alumnado será capaz de diferenciar las técnicas a utilizar y cuando usarlas. Además, se repasarán los conceptos básicos de RMN y el equipamiento que se utiliza actualmente en estos modernos espectrómetros. Al finalizar el bloque el alumnado también será capaz de diferenciar los distintos experimentos que se pueden realizar en RMN. Aprenderán estrategias para su uso en la determinación de estructuras de compuestos en disolución. Sabrán como estudiar procesos dinámicos e interacciones supramoleculares usando RMN. También conocerán el estudio de las constantes de difusión a través de RMN y cómo usarlo para separar espectros de diferentes compuestos. Por último, al finalizar el bloque el alumnado será capaz de identificar los diferentes sistemas de ionización y detección en la espectroscopia de masas y que tipo de detectores existentes. Además, podrá conocer que información relevante se extrae de los datos obtenidos.

c. Contenidos

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. Espectroscopia DOSY.

d. Métodos docentes

Clases teóricas en el aula

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

Bloque 2: Demostración Práctica de la Teoría

Contenido Demostración Práctica de los conceptos básicos y aplicados de la Espectrometría de Masas y la Resonancia Magnética Nuclear

Carga de trabajo en créditos ECTS: 1

a. Contextualización y justificación

Las técnicas utilizadas por los químicos sintéticos son muy variadas y con muy distintos objetivos. Este segundo bloque sitúa al alumno ante la demostración práctica de los conceptos teóricos que se han visto en el primero.

b. Objetivos de aprendizaje

Al finalizar el bloque el alumnado será capaz de conocer el software y como programar los experimentos en un espectrómetro.

c. Contenidos

Forma de adquirir los datos necesarios para la determinación estructural de compuestos en disolución por RMN. Como programar las diferentes secuencias de las que se comentaron en el bloque 1.

d. Métodos docentes

Clases demostrativas en el laboratorio de instrumentación.

Este bloque se realizará en el laboratorio de instrumentación y consistirá en clases demostrativas llevadas a cabo por el profesor. También se pondrá 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.



Bloque 3: Prácticas en el laboratorio

Contenido Practicar los conceptos básicos y aplicados de la Espectrometría de Masas y la Resonancia Magnética Nuclear

Carga de trabajo en créditos ECTS: 1

a. Contextualización y justificación

Las técnicas utilizadas por los químicos sintéticos son muy variadas y con muy distintos objetivos. Este tercer bloque sitúa al alumno ante los equipos y practicarán los conceptos teóricos que se han visto en el primer y segundo bloque.

b. Objetivos de aprendizaje

Al finalizar el bloque el alumnado será capaz de realizar por sí mismo los experimentos en un espectrómetro.

c. Contenidos

Forma de adquirir los datos necesarios para la determinación estructural de compuestos en disolución por RMN. Como programar las diferentes secuencias de las que se comentaron en los bloques 1 y 2.

d. Métodos docentes

Clases prácticas en el laboratorio de instrumentación.

Este bloque se realizará en el laboratorio de instrumentación y consistirá en clases prácticas llevadas a cabo por el alumno. Se realizarán experimentos con muestras reales y a continuación se sacarán las correspondientes conclusiones de cada experimento realizado.

e. Plan de trabajo

f. Evaluación de los 3 bloques

Examen tipo test: 20%

Examen caso práctico: 80%

g Material docente para los tres bloques

Enlace permanente a Leganto.

https://buc-uva.alma.exlibrisgroup.com/leganto/public/34BUC_UVA/lists/5012865640005774?auth=SAML

g.1 Bibliografía básica para los 3 bloques

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

g.2 Bibliografía complementaria para los 3 bloques

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

g.3 Otros recursos telemáticos (píldoras de conocimiento, blogs, videos, revistas digitales, cursos masivos (MOOC), ...)

h. Recursos necesarios para los 3 bloques

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.

i. Temporalización para los 3 bloques

CARGA ECTS	PERIODO PREVISTO DE DESARROLLO
1	Teoría de Masas y RMN
1	Demostración Práctica de la Teoría
1	Prácticas en el laboratorio

5. Métodos docentes y principios metodológicos

6. Tabla de dedicación del estudiante a la asignatura

ACTIVIDADES PRESENCIALES o PRESENCIALES A DISTANCIA ⁽¹⁾	HORAS	ACTIVIDADES NO PRESENCIALES	HORAS
Clases teóricas	8	Estudio y trabajo autónomo individual*	40
Clases prácticas	20	Estudio y trabajo autónomo grupal*	5
Laboratorios			
Prácticas externas, clínicas o de campo			
Seminarios			
Otras actividades	2		
Total presencial	30	Total no presencial	45
TOTAL presencial + no presencial			75

(1) Actividad presencial a distancia es cuando un grupo sigue una videoconferencia de forma síncrona a la clase impartida por el profesor.

7. Sistema y características de la evaluación

INSTRUMENTO/PROCEDIMIENTO	PESO EN LA NOTA FINAL	OBSERVACIONES
Examen tipo tes	20%	
Examen caso práctico	80%	

CRITERIOS DE CALIFICACIÓN

- **Convocatoria ordinaria:**
5 para superar el curso.
- **Convocatoria extraordinaria:**
5 para superar el curso. En la Convocatoria extraordinaria el examen caso práctico será el 100 % de la calificación.

8. Consideraciones finales