DETERMINACIÓN ESTRUCTURAL
GUÍA DOCENTE CURSO 2019-20

Titulación:	Grado en Química				**702G**
Asignatura:	Determinación estructural				**542**
Materia:	Determinación estructural				
Módulo:	Específico				
Modalidad de enseñanza de la titulación:	Presencial		**Carácter:**	Obligatoria	
Curso:	3	**Créditos ECTS:** 6,00	**Duración:**	Semestral (Segundo Semestre)	
Horas presenciales:	60,00		**Horas estimadas de trabajo autónomo:**	90,00	

Idiomas en que se imparte la asignatura:	Español
Idiomas del material de lectura o audiovisual:	Inglés, Español

DEPARTAMENTOS RESPONSABLES DE LA DOCENCIA

QUÍMICA					**R112**
Dirección:	C/ Madre de Dios, 53			**Código postal:**	26006
Localidad:	Logroño		**Provincia:**	La Rioja	
Teléfono:	941299620	**Fax:** 941299621	**Correo electrónico:**	dpto.dq@unirioja.es	

PROFESORADO PREVISTO

Profesor:	Lalinde Peña, Elena			**Responsable de la asignatura**	
Teléfono:	941299643	**Correo electrónico:**	elena.lalinde@unirioja.es		
Despacho:	1207	**Edificio:**	CENTRO CIENTÍFICO TECNOLÓGICO	**Tutorías:**	Consultar

Profesor:	Peregrina García, Jesús Manuel				
Teléfono:	941299654	**Correo electrónico:**	jesusmanuel.peregrina@unirioja.es		
Despacho:	1218	**Edificio:**	CENTRO CIENTÍFICO TECNOLÓGICO	**Tutorías:**	Consultar

DESCRIPCIÓN DE LOS CONTENIDOS

- Espectrometría de masas y espectroscopias de infrarrojo, Raman y ultravioleta.
- Aspectos generales de la espectroscopia de resonancia magnética nuclear.
- Espectroscopia de resonancia magnética nuclear de protón.
- Espectroscopia de resonancia magnética nuclear de carbono-13.
- Técnicas bidimensionales en resonancia magnética nuclear.
- Determinación estructural de compuestos orgánicos.
- Fenómenos de relajación dipolo-dipolo y cuadrupolar.
- Equivalencia química y magnética. Sistemas de spin de primer y segundo orden.
- Espectroscopia multinuclear, acoplamientos a núcleos con I =1/2 y >1/2.
- Satélites de acoplamiento de espín. Factores que influyen en las constantes de acoplamiento.
- Interpretación de espectros de compuestos inorgánicos u organometálicos
- Procesos dinámicos y resonancia magnética nuclear.
- Análisis de sistemas inorgánicos y organometálicos.

REQUISITOS PREVIOS DE CONOCIMIENTOS Y COMPETENCIAS PARA PODER CURSAR CON ÉXITO LA ASIGNATURA

Recomendados para poder superar la asignatura.

Se aconseja tener conocimientos de las asignaturas “Química Orgánica” y “Química Inorgánica I”

Asignaturas que proporcionan los conocimientos y competencias:

- Química inorgánica I
- Química inorgánica II
- Química orgánica
- Química orgánica experimental

CONTEXTO

En esta asignatura se pretende que el alumno tenga una visión general de las distintas herramientas espectroscópicas que

dispone el químico para poder elucidar las estructuras de los compuestos orgánicos, inorgánicos y organometálicos, siguiendo un protocolo de trabajo determinado. Se hace especial hincapié en la resonancia magnética nuclear, dado que además de ser la técnica más poderosa y que más información ofrece a los químicos acerca de la disposición tridimensional de los átomos que conforman una molécula, se trata de una técnica no invasiva, pudiéndose recuperar la muestra después del análisis.
Se comienza con una breve descripción de diferentes técnicas, tales como la espectroscopia ultravioleta-visible, infrarrojo y Raman así como la espectrometría de masas, para a continuación introducir la resonancia magnética nuclear. Posteriormente, se estudia el comportamiento de otros núcleos diferentes al protón.
Por todo lo anterior, es recomendable que con anterioridad el estudiante ya esté familiarizado tanto con la química orgánica como con la inorgánica, especialmente con la estructura de los grupos funcionales.

COMPETENCIAS

Competencias generales

CGIT01: Ser capaz de analizar y sintetizar información.
CGIT02: Mostrar capacidad de organización y planificación.
CGIT03: Comunicar información de manera oral y escrita.
CGIT06: Resolver problemas.
CGIT07: Ser capaz de tomar decisiones.
CGIP03: Adquirir y aplicar el compromiso ético.
CGS01: Razonar de manera crítica.
CGS02: Realizar un aprendizaje autónomo.

Competencias específicas

CE09: Identificar y describir las principales técnicas de caracterización estructural.
CE17: Resolver problemas cualitativos y cuantitativos según modelos previamente desarrollados.
CE18: Reconocer y analizar nuevos problemas y plantear estrategias para solucionarlos.
CE19: Evaluar, interpretar y sintetizar datos e información química.

RESULTADOS DEL APRENDIZAJE

•El alumno deberá conocer los conceptos teóricos básicos de la espectrometría de masas y de las espectroscopias de infrarrojo y Raman, de ultravioleta y especialmente de resonancia magnética nuclear (RMN).
•El alumno sabrá aplicar las técnicas anteriores a la elucidación estructural de compuestos orgánicos, inorgánicos, de coordinación y organometálicos.

TEMARIO

Parte A: DETERMINACIÓN ESTRUCTURAL DE COMPUESTOS ORGÁNICOS
TEMA 1
ESPECTROSCOPIAS ULTRAVIOLETA-VISIBLE, INFRARROJA Y RAMAN. ESPECTROMETRÍA DE MASAS
Introducción a la espectroscopia de absorción: transiciones entre niveles energéticos

Bloque a: **Espectroscopia ultravioleta-visible**

- 1a.1. Técnica experimental
- 1a.2. Conceptos fundamentales
  - *1a.2.1. Ley de Lambert-Beer*
  - *1a.2.2. Efectos del disolvente*
- 1a.3. Absorciones características de las moléculas orgánicas

Bloque b: **Espectroscopia infrarroja y Raman**

- 1b.1. Tipos de vibración
- 1b.2. Ley de Hooke
- 1b.3. Factores que influyen en la posición y forma de las bandas
- *1b.3.1. Acoplamiento de bandas*
  - *1b.3.2. Enlace de hidrógeno*
  - *1b.3.3. Conjugación*
  - *1b.3.4. Efectos electrónicos*
  - *1b.3.5. Tensión anular*
- 1b.4. Aspectos instrumentales
- 1b.5. Absorciones características de los grupos funcionales de las moléculas orgánicas
- 1b.6. Interpretación de espectros
- 1b.7. Espectroscopia Raman, conceptos y aplicaciones

Bloque c: **Espectrometría de masas**

- 1c.1. Fundamento físico
- 1c.2. Instrumentación: métodos de ionización
- 1c.3. El ión molecular: reconocimiento

1c.4. Fragmentaciones de los grupos funcionales más comunes
1c.5. Interpretación de espectros

TEMA 2

ESPECTROSCOPIA DE RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR (RMN). ASPECTOS GENERALES

Bloque a: **Introducción**

2a.1. ¿Por qué estudiar RMN?
2a.2. Teoría básica de RMN
2a.2.1. Momento angular y momento magnético
2a.2.2. Núcleos en un campo magnético
2a.2.3. Población de los niveles de energía
2a.3. Magnetización macroscópica. Modelo vectorial
2a.4. RMN de onda continua y pulsada
2a.5. Después de un pulso de radiofrecuencia
2a.6. Acumulación de espectros
2a.7. Espectrofotómetro de pulsos y transformada de Fourier
2a.7.1. Preparación de la muestra
2a.8. Presentación de parámetros de RMN

Bloque b. **Parámetros**

2b.1. Desplazamiento químico
2b.2. Calibración de espectros
2b.3. Equivalencia química
2b.4. Simetría y equivalencia en la escala de tiempos de RMN
2b.5. Integración
2b.6. Acoplamiento spin-spin
2b.7. Multiplicidad. Reglas

TEMA 3

ESPECTROSCOPIA DE RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR DE PROTÓN (^{1}H RMN)

Bloque a. **Desplazamiento químico de protón**

3a.1. Factores que influyen en los desplazamientos químicos de ^{1}H unidos a átomos de carbono
3a.1.1. Efectos inductivos
3a.1.2. Efectos anisotrópicos
3a.1.3. Efectos conjugativos (resonantes)
3a.2. Factores que influyen en los desplazamientos químicos de ^{1}H unidos a heteroátomos
3a.3. Factores intermoleculares que afectan al desplazamiento químico
3a.3.1. Influencia de la concentración, temperatura y disolvente

Bloque b. **Constantes de acoplamiento entre protones**

3b.1. Factores que afectan a las constantes de acoplamiento
3b.1.1. Factores que afectan a las constantes de acoplamiento geminal ^{2}J (H,H)
Ángulo de enlace
Sustituyentes
3b.1.2. Factores que afectan a las constantes de acoplamiento vecinal ^{3}J (H,H)
Ángulo diedro
Sustituyentes
Ángulo de enlace
Longitudes de los tres enlaces implicados
3b.2. Acoplamientos de largo alcance
3b.3. Notación sistemática para los sistemas de espines
3b.4. Desacoplamiento espín-espín
3b.5. Efecto nuclear Overhauser (NOE)

TEMA 4

ESPECTROSCOPIA DE RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR DE CARBONO-13 Y TÉCNICAS BIDIMENSIONALES

Bloque a. **Resonancia magnética nuclear de carbono-13 (^{13}C RMN)**

4a.1. Intensidad de las señales e información fundamental de la ^{13}C RMN
4a.2. Desacoplamiento de protón de banda ancha
4a.3. Desacoplamiento *off-resonance*
4a.4. DEPT: *Distortionless Enhancement by Polarization Transfer*
4a.5. Desplazamiento químico en ^{13}C RMN de los compuestos orgánicos
4a.6. Factores que influyen en los desplazamientos químicos de ^{13}C
4a.6.1. Hibridación del átomo de carbono
4a.6.2. Efectos electrónicos

4a.6.3. Efectos estéricos
4a.6.4. Sustituyentes en alfa, beta y gamma
4a.7. Correlaciones empíricas
4a.8. Acoplamientos en ^{13}C RMN

Bloque b. **Técnicas bidimensionales**

4b.1. ¿Qué es un experimento bidimensional?
4b.2. Formas de representación gráfica
4b.3. Experimentos 2D homonucleares
4b.3.1. COSY: COrrelated SpectroscopY (acoplamientos ^{1}J)
4b.3.2. TOCSY: Total Correlated SpectroscopY (acoplamientos ^{1}J)
4b.3.3. NOESY: NOE SpectroscopY (distancia)
4b.4. Experimentos 2D heteronucleares directos
4b.4.1. HETCOR: HETeronuclear CORrelated spectroscopy (acoplamientos ^{1}J)
4b.5. Experimentos 2D heteronucleares indirectos
4b.5.1. HSQC: Heteronuclear Simple Quantum Coherence (acoplamientos ^{1}J)
4b.5.2. HMQC: Heteronuclear Multiple Quantum Coherence (acoplamientos ^{1}J)
4b.5.3. HMBC: Heteronuclear Multiple Bond Coherence (acoplamientos ^{n}J)

TEMA 5
DETERMINACIÓN ESTRUCTURAL DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

5.1. Resolución de problemas
5.1.1. Aplicación conjunta de los diferentes métodos estudiados en los temas anteriores para establecer la estructura de
los compuestos orgánicos

5.2. Predicción
5.2.1. Predicción de las señales de RMN a partir de una estructura de un compuesto orgánico conocido

.
.

Parte B: DETERMINACIÓN ESTRUCTURAL DE COMPUESTOS INORGÁNICOS Y ORGANOMETÁLICOS

TEMA 6
RESONANCIA MAGNÉTICA MULTINUCLEAR

Propiedades de los núcleos

6.1. Introducción. Características de los núcleos spines nucleares: núcleos activos y momento de cuádruplo nuclear. Tipos de núcleos
6.2. Intensidad de las señales en Resonancia Magnética Multinuclear: abundancia de los núcleos, Sensibilidad, receptividad intrínseca
6.3. Fenómenos de relajación. Tiempos de relajación. Mecanismos de relajación: relajación dipolo-dipolo, núcleos con momento de cuadruplo electrónico: relajación cuadrupolar. Compuestos paramagnéticos. Influencia en las señales. Estudio de algunos ejemplos.

TEMA 7
RESONANCIA MAGNÉTICA MULTINUCLEAR. ASPECTOS GENERALES II

Parámetros de los núcleos activos en RMN

7.1. Desplazamientos químicos, escalas de ppm y referencias empleadas
7.2. *Factores que influyen en los desplazamientos*
7.2.1. Factores inherentes al núcleo: efecto de la co-ordinación sobre el metal, efecto de la coordinación sobre los ligandos (chemical shift coordination), geometría, electronegatividad, carga y estado de oxidación. Ligandos fosfinas y complejos con grupos fosfuro puente.
7.2.2. Factores externos al núcleo: Efectos de anisotropía: corrientes diamagnéticas y paramagnéticas de ligandos insaturados. Efecto de apantallamiento paramagnético del centro metálico. Hidruros complejos. Modificaciones en el desplazamiento químico del ^{1}H y ^{13}C por coordinación en complejos organometálicos. Ejemplos
7.3. Acoplamiento de spines
7.3.1. Acoplamiento Homonuclear y Heteronuclear. Mecanismo de acoplamiento, acoplamiento escalar. Constante de acoplamiento.
*7.3.2. Factores que influyen en la constante de acoplamiento: relación giromagnética, periodicidad, carácter **s** en el enlace, número de coordinación, electronegatividad, influencia trans, ángulos de enlace, pares solitarios, estado de oxidación*
7.3.3. Condiciones para que se observe el acoplamiento. Relajación y estructura. Desacoplamientos. Acoplamiento a núcleos con cuadruplo

TEMA 8
ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE ESPECTROS

8.1. Equivalencia química y equivalencia magnética
8.1.1. Sistemas de espín, clasificación y nomenclatura: equivalencia química y magnética
8.2. Interpretación de espectros de primer orden
8.2.1. Acoplamiento a núcleos con I = 1/2
8.2.2. Sistemas AX, AX2, AnXm, AMX, AMX_2, etc...
8.3. Acoplamiento a núcleos con I > 1/2.
8.3.1. Acoplamiento a un solo núcleo, acoplamiento a varios núcleos
8.4. Satélites de acoplamiento spin-spin
8.5. Espectros de segundo orden
8.5.1. Sistemas AB, AB2, ABX
8.5.2. Sistemas AA'XX' y Sistemas A3XX'A3'. Acoplamiento virtual
8.6.- Estudio de casos

TEMA 9

PROCESOS DINÁMICOS Y RMN

9.1. Influencia de los efectos dinámicos en los espectros de resonancia magnética nuclear. Equivalencias por reorganizaciones rápidas intramoleculares. Quiralidad
9.2. Relación entre la detección de un proceso-Técnica-Temperatura y Ea. Tiempo de respuesta de la técnica
9.3. Límites de intercambio rápido y lento. Relación de espectros en una situación estática y dinámica. Influencia de la temperatura en los espectros
9.4. Fenómenos de equivalencia por intercambio intermolecular. Efectos en las constantes de acoplamiento
9.5. Análisis de sistemas inorgánicos y organometálicos estereoquímicamente no rígidos

BIBLIOGRAFÍA

Tipo:	Título
Básica	NMR spectroscopy in inorganic chemistry
Básica	Structural methods in inorganic chemistry
Básica	NMR, NQR, EPR and Mossbaüer Spectroscopy in Inorganic Chemistry
Básica	Nuclear magnetic resonance
Básica	Organic structures from spectra
Básica	RMN para químicos orgánicos
Básica	Spectrometric identification of organic compounds
Básica	Structural Methods in Molecular Inorganic Chemistry
Complementaria	Espectroscopía in vivo por resonancia magnética nuclear
Complementaria	NMR--from spectra to structures : an experimental approach

Recursos en Internet

METODOLOGÍA

Modalidades organizativas

Clases teóricas
Seminarios y talleres
Estudio y trabajo en grupo
Estudio y trabajo autónomo individual

Métodos de enseñanza

Método expositivo - Lección magistral
Estudio de casos
Resolución de ejercicios y problemas

ORGANIZACIÓN

Actividades presenciales	Tamaño de grupo	Horas
Clases teóricas	Grande	40,00
Seminarios y talleres	Reducido	20,00
Total de horas presenciales		60,00

Trabajo autónomo del estudiante	Horas
Estudio autónomo individual o en grupo	30,00
Preparación de exámenes	30,00

Resolución de ejercicios, cuestiones u otros trabajos	15,00
Tareas propuestas por el profesor.	15,00
Total de horas de trabajo autónomo	90,00
Total de horas	150,00

EVALUACIÓN

Sistemas de evaluación	Recuperable	No Recup.
Pruebas de ejecución de tareas reales y/o simuladas		20%
Escalas de actitudes		5%
Técnicas de observación		5%
Pruebas escritas	70%	
Total	100%	

Comentarios

- Se podrá conseguir el 70% en las pruebas escritas **(ver punto final)** de las siguientes maneras:

1. Realización de dos exámenes parciales (35% cada uno de ellos), uno a mitad del semestre y otro al final del semestre, antes del examen final. La superación de cualquiera de los dos exámenes parciales liberará materia para el examen final , de modo que aquel alumno que supere los dos no tiene que presentarse al examen final, a no ser que quiera subir nota y/o
2. Realización de un examen final.

- La evaluación continua (30 %) se realizará mediante los sistemas de evaluación de pruebas de ejecución de tareas reales y/o simuladas, escala de actitudes y técnicas de observación
- El material didáctico se encontrará disponible en el aula virtual para todos los alumnos matriculados en esta asignatura
- Para los estudiantes a tiempo parcial (reconocidos como tales por la Universidad), las actividades de evaluación no recuperable pordrán ser sustituidas por otras, a especificar en cada caso. Esta posibilidad se habilitará siempre y cuando la causa que le impida la realización de la actividad de evaluación programada sea la que ha llevado al reconocimiento de la dedicación a tiempo parcial.
- **Dada la situación originada en el presente curso académico, que ha conllevado el establecimiento del estado de alarma por el Covid 19, todas las pruebas previstas escritas desde el 8 de abril, se realizarán de forma online a través del aula virtual**

Criterios críticos para superar la asignatura

El examen final escrito estará dividido en dos partes, de acuerdo con el temario establecido.
Así, la puntuación de este examen, en una escala de 0 a 20, se conseguirá obteniendo como máximo 10 puntos en cada una de las partes.
Además de tener como mínimo 10 puntos para superar dicho examen, es requisito imprescindible obtener al menos 4 puntos en cada una de las partes.