

## TÉCNICAS AVANZADAS DE DETERMINACIÓN ESTRUCTURAL GUÍA DOCENTE CURSO 2019-20

<b>Titulación:</b>	Máster Universitario en Química y Biotecnología			<b>760M</b>
<b>Asignatura:</b>	Técnicas avanzadas de determinación estructural			<b>5119</b>
<b>Materia:</b>	Técnicas Avanzadas en Química			
<b>Módulo:</b>	Tecnología Química			
<b>Modalidad de enseñanza de la titulación:</b>	Presencial	<b>Carácter:</b>	Optativa	
<b>Curso:</b>	1	<b>Créditos ECTS:</b>	5,00	<b>Duración:</b> Semestral (Segundo Semestre)
<b>Horas presenciales:</b>	50,00		<b>Horas estimadas de trabajo autónomo:</b>	75,00
<b>Idiomas en que se imparte la asignatura:</b>	Español			
<b>Idiomas del material de lectura o audiovisual:</b>	Inglés, Español			

### DEPARTAMENTOS RESPONSABLES DE LA DOCENCIA

<b>QUÍMICA</b>				<b>R112</b>
<b>Dirección:</b>	C/ Madre de Dios, 53		<b>Código postal:</b>	26006
<b>Localidad:</b>	Logroño	<b>Provincia:</b>	La Rioja	
<b>Teléfono:</b>	941299620	<b>Fax:</b>	941299621	<b>Correo electrónico:</b> <a href="mailto:dpto.dq@unirioja.es">dpto.dq@unirioja.es</a>

### PROFESORADO PREVISTO

<b>Profesor:</b>	Peregrina García, Jesús Manuel		<b>Responsable de la asignatura</b>
<b>Teléfono:</b>	941299654	<b>Correo electrónico:</b>	<a href="mailto:jesusmanuel.peregrina@unirioja.es">jesusmanuel.peregrina@unirioja.es</a>
<b>Despacho:</b>	1218	<b>Edificio:</b>	CENTRO CIENTÍFICO TECNOLÓGICO <b>Tutorías:</b> <a href="#">Consultar</a>
<b>Profesor:</b>	Berenguer Marín, Jesús Rubén		
<b>Teléfono:</b>	941299646	<b>Correo electrónico:</b>	<a href="mailto:jesus.berenguer@unirioja.es">jesus.berenguer@unirioja.es</a>
<b>Despacho:</b>	1210	<b>Edificio:</b>	CENTRO CIENTÍFICO TECNOLÓGICO <b>Tutorías:</b> <a href="#">Consultar</a>
<b>Profesor:</b>	Corzana López, Francisco		
<b>Teléfono:</b>	941299632	<b>Correo electrónico:</b>	<a href="mailto:francisco.corzana@unirioja.es">francisco.corzana@unirioja.es</a>
<b>Despacho:</b>	1116	<b>Edificio:</b>	CENTRO CIENTÍFICO TECNOLÓGICO <b>Tutorías:</b> <a href="#">Consultar</a>

### DESCRIPCIÓN DE LOS CONTENIDOS

La materia "Técnicas Avanzadas en Química" estudia los siguientes temas:

- Métodos de difracción  $\chi$
- Técnicas de resonancia magnética  $\chi$
- Cálculos computacionales. Dinámica molecular, QM/MM

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

#### Recomendados para poder superar la asignatura.

Conocimientos generales sobre Determinación Estructural

#### Asignaturas que proporcionan los conocimientos y competencias:

- Determinación estructural

### CONTEXTO

La asignatura está dividida en 3 bloques, orientados a la determinación de estructuras moleculares mediante métodos de difracción de rayos X (estado sólido), de resonancia magnética nuclear (en disolución) y de computación usando dinámica molecular, respectivamente.

Se trata de técnicas complementarias que ayudan a tener una visión próxima a la realidad acerca de cómo se disponen los átomos de las moléculas en el espacio. Esta información es fundamental dada la estrecha relación existente entre estructura y actividad (SAR).

### COMPETENCIAS

#### Competencias generales

- CG1 - Capacidad de análisis y síntesis a nivel avanzado en el ámbito de la Química y la Biotecnología.
- CG2 - Capacidad de llevar a cabo proyectos de I+D+i relacionados con las materias propias del Máster.
- CG3 - Habilidad para dar un uso avanzado a las herramientas de búsqueda de información relevante en el ámbito de la Química y la Biotecnología.
- CG4 - Habilidad para comunicarse oralmente a nivel avanzado sobre temas de la Química y la Biotecnología, usando la terminología y técnicas aceptadas por los profesionales del sector.
- CG5 - Habilidad para formular por escrito a nivel avanzado temas de la Química y de la Biotecnología usando correctamente diferentes tipos de enfoques académicos relacionados con su campo de estudio.
- CG6 - Capacidad de iniciativa y autonomía para las distintas tareas propias de la actividad investigadora en el ámbito de las materias propias del Máster

### Competencias específicas

- CE1 - Conseguir un conocimiento avanzado de las técnicas experimentales y métodos instrumentales de mayor relevancia actual usados en la Química y las Biociencias y aplicar esas técnicas y métodos a casos prácticos, tanto de ciencia básica como de tecnología.
- CE2 - Modelar y diseñar de forma avanzada sistemas químicos y biológicos.
- CE9- Seleccionar y utilizar de manera autónoma los métodos computacionales y las distintas técnicas instrumentales de determinación estructural procediendo a la interpretación y validación de los resultados obtenidos de su uso.

### RESULTADOS DEL APRENDIZAJE

El objetivo de esta materia se centra en el estudio y aprendizaje de tres técnicas instrumentales de determinación estructural de remarcada importancia para los químicos.

El alumno aprenderá los fundamentos de los métodos de difracción, familiarizándose con el proceso de resolución de una estructura a partir de los datos obtenidos en un experimento de difracción de rayos-X sobre monocristal.

El alumno conocerá los fundamentos teóricos de las técnicas de resonancia magnética nuclear, tanto mono- como bidimensional, siendo capaz de interpretar espectros correspondientes a experimentos reales.

El alumno estudiará los fundamentos de distintos métodos computacionales; en especial métodos de dinámica molecular y cálculos mixtos QM/MM, de gran aplicación en biomoléculas y sistemas complejos.

Por último, el alumno deberá ser capaz de seleccionar y utilizar de manera autónoma las distintas técnicas arriba mencionada, así como interpretar de forma crítica y validar los resultados obtenidos de las mismas.

### TEMARIO

#### BLOQUE 1

##### MÉTODOS DE DIFRACCIÓN

###### Tema 1- LA TOMA DE DATOS

Toma de datos geométrica. Toma de datos basados en intensidad: Determinación del grupo espacial

###### Tema 2- PROCESAMIENTO DE DATOS

Teoría de Lorentz y Polarización. Reducción de datos y corrección de absorción. Factor estructura. Ley de Friedel. Síntesis de Fourier

###### Tema 3- RESOLUCIÓN ESTRUCTURAL

El problema de la fase. Métodos directos. Métodos de Patterson. Métodos de átomos pesados

###### Tema 4- REFINAMIENTO Y RESULTADOS

Software (Wingx, SHELX, DIRDIF, SIR, PLATON, ORTEP, MERCURY, ENCIFER...). Archivos cristalográficos. Bases de datos. Sistemas de validación de los resultados

#### BLOQUE 2

##### RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR

###### Tema 1- RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR DE PULSOS

Introducción. Descripción de un pulso. Fundamento físico. Magnetización macroscópica. RMN de pulsos en la práctica. Transformada de Fourier (FT) en RMN. El espectrofotómetro.

###### Tema 2- DESPLAZAMIENTO QUÍMICO Y ACOPLAMIENTO *SPIN-SPIN*

Desplazamiento químico e influencias. Acoplamiento y estructura química. Acoplamientos entre núcleos diferentes. Equivalencia magnética y química. Desacoplamiento *spin-spin* homonuclear y heteronuclear.

###### Tema 3- RELAJACIÓN Y EFECTO NOE

Introducción (relajación transversal y longitudinal). Movimientos moleculares y relajación. Medida de T1 y T2. Fundamentos y aplicaciones del efecto NOE.

###### Tema 4- RMN DE CARBONO-13 Y TÉCNICAS DE ASIGNACIÓN

Introducción. Constantes de acoplamiento C-H, C-C y C-X. Desacoplamiento. Modulación por la constante de acoplamiento J (APT). Transferencia de polarización

###### Tema 5- RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR DE DOS DIMENSIONES

Correlaciones heteronucleares protón-carbono: HMBC, HSQC, HMQC

Correlaciones homonucleares protón-protón: COSY, TOCSY y NOESY

**Tema 6- RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR DINÁMICA**

Concepto. Tipos de procesos. Vida media y anchura de línea. Cálculo de constantes de equilibrio. Estudio de interacciones ligando proteína mediante observación de la transferencia de saturación: Experimentos STD. Experimentos tr-NOESY. Difusión (DOSY)

**BLOQUE 3**
**CÁLCULOS DE MECÁNICA Y DINÁMICA MOLECULAR**
**Tema 1- ASPECTOS GENERALES DE LA MECÁNICA Y DINÁMICA MOLECULAR**
**Tema 2- APLICACIÓN AL ANÁLISIS CONFORMACIONAL DE MOLÉCULAS DE INTERÉS BIOLÓGICO**
**BIBLIOGRAFÍA**

Tipo:	Título
Básica	Basic one- and two-dimensional NMR Spectroscopy <a href="#">Absys Biba</a>
Básica	NMR spectroscopy and computer modeling of carbohydrates <a href="#">Absys Biba</a>
Básica	The art of Molecular Dynamics Simulations <a href="#">Absys Biba</a>
Básica	Introduction to Practice of Molecular Simulation <a href="#">Absys Biba</a>
Básica	X-ray structure determination. A practical guide <a href="#">Absys Biba</a>
Básica	Fundamentals of crystallography <a href="#">Absys Biba</a>
Complementaria	200 and more NMR experiments : a practical course <a href="#">Absys Biba</a>
Complementaria	NMR spectroscopy of glycoconjugates <a href="#">Absys Biba</a>
Complementaria	Crystal Structure Analysis: Principles and practice <a href="#">Absys Biba</a>

**Recursos en Internet**

Herramientas para usuarios de la espectroscopia de RMN

<http://www.nmrdb.org/about/>

Cálculo generalizado de constantes de acoplamiento vecinales

<http://www.stenutz.eu/conf/haasnoot.php>

Predicción de espectros

<http://neural.dq.fct.unl.pt/spinus/>

Curso de determinación estructural utilizando RMN

<http://www.chem.wisc.edu/areas/reich/chem605/index.htm>

Curso de RMN on-line

<http://live.wp2.queensu.ca/nmrwww/nmr-web-course>

Tutoriales de dinámica molecular utilizando AMBER

<http://ambermd.org/tutorials/>

GLYCAM web

<http://glycam.org/>

Web de cristalografía del CSIC

<http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/>

Unión Internacional de Cristalografía

<http://www.iucr.org/>
**METODOLOGÍA**
**Modalidades organizativas**

Clases teóricas

Seminarios y talleres

Clases prácticas

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

Aprendizaje basado en problemas

Aprendizaje orientado a proyectos

Aprendizaje cooperativo

**ORGANIZACIÓN**

Actividades presenciales	Tamaño de grupo	Horas
Clases teóricas	Grande	20,00
Seminarios y talleres	Grande	10,00
Clases prácticas	Grande	5,00
Clases prácticas	Informática	15,00
<b>Total de horas presenciales</b>		<b>50,00</b>
Trabajo autónomo del estudiante		Horas
Estudio y trabajo en grupo		20,00
Estudio y trabajo autónomo individual		55,00
<b>Total de horas de trabajo autónomo</b>		<b>75,00</b>
<b>Total de horas</b>		<b>125,00</b>

### EVALUACIÓN

Sistemas de evaluación	Recuperable	No Recup.
Técnicas de observación		10%
Trabajos y proyectos		30%
Pruebas escritas	60%	
<b>Total</b>		<b>100%</b>

### Comentarios

**Prueba escrita:** RECUPERABLE (60%):

Consistirá en una prueba al final de las distintas partes de la asignatura. **Esta prueba será no presencial, utilizando las herramientas del campus virtual.**

**Técnicas de observación:** NO RECUPERABLE (10%)

Evaluación continua del trabajo individual realizado por los alumnos durante las clases prácticas de aula, así como la actitud y asistencia a clase, **tanto presencial como no presencial.**

**Trabajos y proyectos:** NO RECUPERABLE (30%)

Resolución de problemas y cuestiones propuestas por el profesor.

**Las clases teóricas que no se han podido realizar de manera presencial debido al estado de alerta por COVID19, se han sustituido por clases no presenciales mediante videoconferencia.**

**Las clases prácticas de RMN, caso que no puedan ser realizadas hasta final de curso, se sustituirán por un vídeo.**

*Para los estudiantes a tiempo parcial (reconocidos como tales por la Universidad), las actividades de evaluación no recuperable podrán 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.*

### Crterios críticos para superar la asignatura

Obtener al menos 35 puntos sobre 100 en el sistema de evaluación correspondiente a la prueba escrita.