



Universidade de Vigo

Máster en Industria e Investigación Química

Análisis Estructural Avanzado

Guía Docente

curso 2014-15

1. Datos descriptivos de la materia.

Carácter: Obligatoria

Convocatoria: 1^{er} cuatrimestre

Créditos: 3 ECTS

Profesorado:

Universidad de Santiago

Gabriel Tojo Suárez

Profesor Titular de Química Orgánica,
del Departamento de Química Orgánica,
Facultad de Química

Clases expositivas y Grupos de seminario

Victor M. Sánchez Pedregal

Profesor Titular de Química Orgánica,
del Departamento de Química Orgánica,
Facultad de Química

Clases expositivas y Grupos de seminario

Alejandro A. Macías Luaces (coordinador de la asignatura)

Profesor Titular de Química Inorgánica,
del Departamento de Química Inorgánica,
Facultad de Química

Clases expositivas y Grupos de seminario

Universidad de Vigo

Luis Muñoz López

Catedrático de Química Orgánica,
del Departamento de Química Orgánica,
Facultad de Química

Clases expositivas y Grupos de seminario

Ezequiel M. Vázquez López

Catedrático de Química Inorgánica,
del Departamento de Química Inorgánica,
Facultad de Química

Clases expositivas y Grupos de seminario

Idioma en que es impartida: Castellano, gallego e inglés

2. Situación, significado e importancia de la materia en el ámbito de la titulación.

2.1. Módulo al que pertenece la materia en el Plan de Estudios. Materias con las que se relaciona.

Formación Obligatoria Avanzada

2.2. Papel que juega este curso en ese bloque formativo y en el conjunto del Plan de Estudios.

En este módulo se estudian aspectos avanzados de la Química que son imprescindibles para cursar con las debidas garantías las asignaturas de especialidad, de nivel más elevado, así como para llevar a cabo tareas de iniciación a la investigación interdisciplinar. El alumno cursará obligatoriamente las cinco asignaturas del módulo (15 ECTS), que serán impartidas por las tres universidades del consorcio y serán desarrolladas de manera intensiva a lo largo del primer cuatrimestre.

Estas asignaturas serán impartidas en modalidad presencial y de manera intensiva simultáneamente por las tres universidades durante los meses de setiembre y octubre de cada curso académico.

2.3. Conocimientos previos (recomendados/obligatorios) que los estudiantes han de poseer para cursar la asignatura.

3. Objetivos del aprendizaje y competencias a alcanzar por el estudiante con la asignatura.

3.1. Objetivos del aprendizaje.

- - Ser capaz de proponer la estructura molecular de compuestos tanto orgánicos como inorgánicos mediante el uso de técnicas espectroscópicas y la espectrometría de masas.
- - Demostrar conocimiento de las bases teóricas y prácticas de las técnicas difractométricas, fundamentalmente de monocristal, y su uso en la determinación estructural de moléculas pequeñas.

3.2. Competencias básicas y generales.

- Identificar información de la bibliografía utilizando los canales apropiados e integrar dicha información para plantear y contextualizar un tema de investigación.
- Utilizar terminología científica en lengua inglesa para argumentar los resultados experimentales en el contexto de la profesión química.
- Aplicar correctamente las nuevas tecnologías de captación y organización de información para solucionar problemas en la actividad profesional.
- Ser capaz de trabajar en equipo y adaptarse a equipos multidisciplinares.
- Poseer y comprender conocimientos que aporten una base u oportunidad de ser originales en el desarrollo y/o aplicación de ideas, a menudo en un contexto de investigación.
- Que los estudiantes sepan aplicar los conocimientos adquiridos y su capacidad de resolución de problemas en entornos nuevos o poco conocidos dentro de contextos más amplios (o multidisciplinares) relacionados con su área de estudio.

- Que los estudiantes sepan comunicar sus conclusiones y los conocimientos y razones últimas que las sustentan a públicos especializados y no especializados de un modo claro y sin ambigüedades.
- Que los estudiantes posean las habilidades de aprendizaje que les permitan continuar aprendiendo de un modo que habrá de ser en gran medida autodirigido o autónomo.

3.3. Competencias específicas.

- Definir conceptos, principios, teorías y hechos especializados de las diferentes áreas de la Química
- Proponer alternativas para la resolución de problemas químicos complejos de las diferentes especialidades químicas
- Innovar en los métodos de síntesis y análisis químico relacionados con las diferentes áreas de la Química.

3.4. Competencias transversales.

• 4. *Contenidos del curso.*

4.1. Epígrafes del curso:

Contenidos teóricos:

1. La espectrometría de masas
2. Experimentos de RMN monodimensionales. RMN de otros núcleos.
3. Experimentos de RMN bidimensionales
4. Difracción de rayos X de monocristal.
5. Otras técnicas de análisis estructural.

4.2. Bibliografía recomendada

4.2.1. Básica (manuales de referencia).

Crews, P, Rodríguez, J., Jaspers, M. (2010). **Organic Structure Analysis**. 2nd Ed. Oxord University Press; New York

Clegg, William (1998). **Crystal Structure Determination (Oxford Chemistry Primers)**, Oxford University Press, 1998

Lifshin, Eric (1999), **X-ray Characterization of Materials**. Wiley-VCH

4.2.2. Complementaria.

Smart, Lesley and Moore, Elaine A. (2012). **Solid state chemistry : an introduction** CRC Press, (4 ed.).

Hesse, M. (1995). **Métodos Espectroscópicos en Química Orgánica**. . Madrid, Síntesis

Silvestein R. M.; Webster, F. X., Kiemle, D. J. (2005) **Spectrometric Identification of Organic Compounds**, 7th Ed. Wiley

Donald E. Sands, **Introducción a la cristalografía**. Ed. Reverté, 1988.

Günther, H. (1995) **NMR Spectroscopy, Basic principles, concepts, and applications in Chemistry**: 2nd Ed. John Wiley

Gross, J. H. (2004) **Mass Spectrometry**, Springer.

Glusker, Jenny P. and Trueblood, Kenneth N. (1985). **Crystal Structure Analysis, a Primer**. Oxford University Press, (2 ed.)

Williams, David B. (1996). **Transmission electron microscopy**. Plenum Press, 1996

TEMA 1. La espectrometría de masas

1. Sentido del tema (Introducción)

Se presentan diferentes modos de ionización diferentes de la ionización electrónica y del FAB. Se hará hincapié en sus **aplicaciones a compuestos orgánicos e inorgánicos**. Se describirán **ejemplos ilustrativos** de grupos isotópicos y cómo calcular la FM de un compuesto.

2. Epígrafes del tema.

Métodos de ionización: ESI, APCI y MALDI. Grupos isotópicos y fórmulas moleculares. Espectrometría de masas de alta resolución. Fragmentaciones en espectrometría de masas.

3. Bibliografía

Crews, P, Rodríguez, J., Jaspers, M. (2010). **Organic Structure Analysis**. 2nd Ed. Oxford University Press; New York. Capítulo 7. Páginas 325-337.

Gross, J. H. (2004) **Mass Spectrometry**, Springer. Capítulo 1, páginas 8-10.

4. Actividades a desarrollar.

Clases expositivas. Seminarios de resolución de ejercicios.

Se utilizarán programas de simulación de grupos isotópicos y para deducir la fórmula molecular a partir del espectro de masas de alta resolución de un compuesto.

TEMA 2. Experimentos de RMN monodimensionales. RMN de otros núcleos.

1. Sentido del tema (Introducción)

El alumno ya conoce los espectros de protón y carbono-13. Se presentan otros experimentos monodimensionales de irradiación selectiva y de determinación de multiplicidad. Se presentan finalmente otros núcleos importantes en RMN, los factores que influyen en sus desplazamientos químicos y las constantes de acoplamiento que pueden aparecer en sus espectros.

2. Epígrafes del tema.

Experimentos de irradiación selectiva, 1D-NOE y 1D-TOCSY. Experimentos heteronucleares editados: INEPT y DEPT. Aplicaciones en la resolución de problemas estereoquímicos.

Experimentos con otros núcleos: RMN de fósforo-31, flúor-19 y nitrógeno-15. RMN de núcleos paramagnéticos.

3. Bibliografía

Crews, P, Rodríguez, J., Jaspers, M. (2010). **Organic Structure Analysis**. 2nd Ed. Oxford University Press; New York. Capítulo 5. Páginas 188-194.

Silvestein R. M.; Webster, F. X., Kiemle, D. J. (2005) **Spectrometric Identification of Organic Compounds**, 7th Ed. Wiley. Capítulo 6.

4. Actividades a desarrollar.

Clases expositivas. Seminarios de resolución de ejercicios.

Aquellos alumnos que tengan especial dificultad con los ejercicios que se realizan en este tema deberán contactar en el horario de tutorías con el profesor para recibir el apoyo necesario.

TEMA 3. Experimentos de RMN bidimensionales

1. Sentido del tema (Introducción)

Se presenta el concepto de espectros de correlación bidimensional en RMN, con los diferentes parámetros que pueden interrelacionar los núcleos más estudiados en Química.

2. Epígrafes del tema. Experimentos homonucleares: COSY, NOESY, ROESY y 2D-TOCSY. Experimentos heteronucleares: HMQC, HSQC, HSQC editado y HMBC.

3. Bibliografía

Crews, P, Rodríguez, J., Jaspers, M. (2010). **Organic Structure Analysis**. 2nd Ed. Oxford University Press; New York. Capítulo 5.

4. Actividades a desarrollar.

Clases expositivas. Seminarios de resolución de ejercicios.

Aquellos alumnos que tengan especial dificultad con los ejercicios que se realizan en este tema deberán contactar en el horario de tutorías con el profesor para recibir el apoyo necesario.

TEMA 4. Difracción de rayos X de monocristal

1. Sentido del tema (Introducción)

La técnica de difracción de rayos X de monocristal resulta casi definitiva para la caracterización estructural de sólidos. En el presente tema se pretende dar una visión general y práctica de dicha técnica. Por ello se hará una breve introducción en la que se establecerán brevemente las bases teóricas en las que se sustenta para a continuación aplicar dichos conocimientos de manera práctica a la resolución de algunos ejemplos sencillos.

2. Epígrafes del tema.

Bases teóricas del método. Métodos de resolución y refinamiento de los modelos estructurales: ejemplos prácticos. Criterios de calidad del modelo. Uso de herramientas informáticas para representación de las estructuras y cálculo.

3. Bibliografía

Clegg, William (1998). **Crystal Structure Determination** (Oxford Chemistry Primers), Oxford University Press.

Glusker, Jenny P. and Trueblood, Kenneth N. (1985). **Crystal Structure Analysis, a Primer**. Oxford University Press, (2 ed.)

Donald E. Sands, **Introducción a la cristalografía**. Ed. Reverté, 1988.

4. Actividades a desarrollar.

Tras las clases expositivas donde se establecerán las bases de la técnica se comenzará la aplicación de la técnica a algunos ejemplos sencillos. En estas clases los alumnos deberán utilizar los programas adecuados para la resolución de algunas ejemplos escogidos aplicando todos los pasos desde la resolución, pasando por el refinamiento de la estructura, hasta la elaboración y comentario crítico de los resultados. El profesor podrá recoger algunas de estos ejercicios realizados para su evaluación.

Aquellos alumnos que tengan especial dificultad con los ejercicios que se realizan en este tema deberán contactar en el horario de tutorías con el profesor para recibir el apoyo necesario.

TEMA 5. Otras técnicas de análisis estructural.

1. Sentido del tema (Introducción)

En este tema se pretende dar una visión general de algunas otras técnicas más específicas de análisis estructural. Para ello se hará una introducción en la que se establecerán brevemente las bases teóricas de las diferentes técnicas para a continuación mostrar ejemplos de aplicaciones.

2. Epígrafes del tema.

Otras técnicas de análisis estructural: Magnetismo molecular; otras técnicas espectroscópicas.

3. Bibliografía

Smart, Lesley and Moore, Elaine A. (2012). **Solid state chemistry : an introduction** CRC Press, (4 ed.).

Lifshin, Eric (1999), **X-ray Characterization of Materials**. Wiley-VCH.

Williams, David B. (1996). **Transmission electron microscopy**. Plenum Press.

4. Actividades a desarrollar.

Clases expositivas. Seminarios de resolución de ejercicios.

5. - Indicaciones metodológicas y atribución de carga ECTS.

5.1. Atribución de créditos ECTS.

TRABAJO PRESENCIAL EN EL AULA	HORAS	TRABAJO PERSONAL DEL ALUMNO	HORAS
Clases expositivas en grupo grande	10	Estudio autónomo individual o en grupo	15
Clases interactivas en grupo reducido (Seminarios)	12	Resolución de ejercicios, u otros trabajos propuestos	31
Tutorías en grupo muy reducido	2	Elaboración de ejercicios propuestos.	5
Total horas trabajo presencial en el aula o en el laboratorio	24	Total horas trabajo personal del alumno	51

5.2. Actividades formativas en el aula con presencia del profesor

A) *Clases expositivas en grupo grande* ("L" en las *tablas horarias*): Se llevarán a cabo 10 sesiones de clases magistrales en grupo único donde se desarrollarán los contenidos teóricos de la materia acompañados de los correspondientes ejemplos ilustrativos. Consistirá mayoritariamente en presentaciones con proyector. Los alumnos tendrán, con suficiente antelación, las copias de las correspondientes presentaciones a través del aula virtual de la materia, con el fin de que el alumno pueda preparar previamente la materia que se va a impartir, además de facilitar el seguimiento de las explicaciones. Se fomentará en todo momento la participación interactiva del alumno. La asistencia a estas clases no es obligatoria, pero resulta muy recomendable.

B) *Clases interactivas en grupo reducido* (Seminarios, "S" en las *tablas horarias*): Se propone llevar a cabo 12 sesiones de seminarios de problemas de grupo reducido donde los alumnos resolverán los problemas planteados por el profesor en los boletines correspondientes. Los alumnos dispondrán con suficiente antelación de dichos boletines a través del aula virtual de la materia para que los elaboren individualmente antes del inicio de estas clases. Se utilizarán también para resolver las dudas que vayan surgiendo al dar el temario. La asistencia a estas clases es obligatoria.

D) *Tutorías de pizarra en grupo muy reducido* ("T" en las *tablas horarias*): Tutorías programadas por el profesor y coordinadas por el Centro. Supondrán para cada alumno 2 horas. Se proponen actividades como la supervisión de trabajos dirigidos, aclaración de dudas sobre teoría o las prácticas, problemas, ejercicios, lecturas u otras tareas propuestas; así como la presentación, exposición, debate o comentario de trabajos individuales o realizados en pequeños grupos. En muchos casos el profesor exigirá a los alumnos la entrega de ejercicios previa a la celebración de la tutoría. Estas entregas vienen recogidas en el calendario de actividades que van a realizar los alumnos a lo largo del curso incluido en esta *Guía Docente*. La asistencia a estas clases es obligatoria.

Aquellos alumnos que tengan especial dificultad con cualquier aspecto de la asignatura deberán contactar en el horario de tutorías con el profesor para recibir el apoyo necesario.

• 5.4. Calendario de actividades.

Universidad de Santiago de Compostela

Setiembre						Octubre					Noviembre				
	L	Ma	Mi	X	Vi	L	Ma	Mi	X	V	L	Ma	Mi	X	Vi
					5			1	2	3	3	4	5	6	7
09-10															
10-14															
16-17															
17-18															
18-19									L3						
19-20									S3						
	8	9	10	11	12	6	7	8	9	10	10	11	12	13	14
09-10															
10-14															
16-17															
17-18															
18-19							S1		S3						
19-20							S3		L4						
	15	16	17	18	19	13	14	15	16	17	17	18	19	20	21
09-10															
10-14															
16-17															
17-18															
18-19		L1		L2			L4		S4						
19-20		L2		S2			S4		S4						
	22	23	24	25	26	20	21	22	23	24	24	25	26	27	28
09-10															
10-14															
16-17															
17-18															
18-19		L1		L3			S4		T						
19-20		S2		L3			L5		T						
	29	30				27	28	29	30	31					
09-10															
10-14															
16-17															
17-18															
18-19		S1													
19-20		S3													
Diciembre						Otras actividades					Notas				
	L	Ma	Mi	X	Vi	<i>Entrega de trabajos</i>					Clases expositivas (teóricas) L				
	1	2	3	4	5	General					Clases interactivas				
09-10						Seminarios					(Seminarios) S1 (Tema 1), S2, ..., Sn				
10-14						Tutorías					Clases interactivas (tutorías) T				
16-17						<i>Exámenes</i>					Clases prácticas de laboratorio				
17-18						30 octubre					P1 (Grupo 1º), P2, ..., Pn				
18-19											Días no lectivos festivos				
19-20															
	8	9	10	11	12										
09-10															
10-14															
16-17															
17-18															
18-19															
19-20															
	15	16	17	18	19										
09-10															
10-14															
16-17															
17-18															
18-19															
19-20															

Clases expositivas:
Seminarios:
Tutorías:

Universidad de Vigo

Setiembre						Octubre					Noviembre				
	L	Ma	Mi	X	Vi	L	Ma	Mi	X	V	L	Ma	Mi	X	Vi
					5			1	2	3					
09-10									L3						
10-11									T						
16-17															
17-18															
18-19															
19-20															
	8	9	10	11	12	6	7	8	9	10	10	11	12	13	14
09-10							L4		L4						
10-11							S4		S4						
16-17															
17-18															
18-19															
19-20															
	15	16	17	18	19	13	14	15	16	17	17	18	19	20	21
09-10		L1		L2			L4		L4						
10-11		S1		S2			S4		S4						
16-17															
17-18															
18-19															
19-20															
	22	23	24	25	26	20	21	22	23	24	24	25	26	27	28
09-10		L2		L3			S4		L5						
10-11		S2		S3			S4		T						
16-17															
17-18															
18-19															
19-20															
	29	30				27	28	29	30	31					
09-10		L3													
10-11		S3													
16-17															
17-18															
18-19															
19-20															
Diciembre						Otras actividades					Notas				
	L	Ma	Mi	X	Vi	<i>Entrega de trabajos</i>						Clases expositivas (teóricas) L			
	1	2	3	4	5	General						Clases interactivas			
09-10						Seminarios						(Seminarios) S1 (Tema 1), S2, ..., Sn			
10-11						Tutorías						Clases interactivas (tutorías) T			
16-17						<i>Exámenes</i>						Clases prácticas de laboratorio			
17-18						30 octubre						P1 (Grupo 1º), P2, ..., Pn			
18-19												Días no lectivos festivos			
19-20															
	8	9	10	11	12										
09-10															
10-14															
16-17															
17-18															
18-19															
19-20															
	15	16	17	18	19										
09-10															
10-14															
16-17															
17-18															
18-19															
19-20															

Clases expositivas:
Seminarios:
Tutorías:

6. Indicaciones sobre la evaluación.

6.1. Procedimiento de evaluación.

La evaluación de esta materia se hará mediante evaluación continua y la realización de un examen final, estando condicionado el acceso al examen a la participación en al menos el 80% de las actividades docentes presenciales de asistencia obligatoria (seminarios y tutorías).

La evaluación continua (N1) tendrá un peso del 40% en la calificación de la asignatura y constará de dos componentes: clases interactivas en grupo reducido (seminarios) y clases interactivas en grupo muy reducido (tutorías). Los seminarios y las tutorías incluirán los elementos siguientes: resolución de problemas y casos prácticos (15%), realización de trabajos e informes escritos (10%), exposición oral [(trabajos, informes, problemas y casos prácticos), 10%] y preguntas y cuestiones orales durante el curso (5%).

El examen final (N2) versará sobre la totalidad de los contenidos de la asignatura.

La calificación del alumno se obtendrá cómo resultado de aplicar la fórmula siguiente:

$$\text{Nota final} = 0.4 \times N1 + 0.6 \times N2$$

Siendo N1 la nota numérica correspondiente a la evaluación continua (escala 0-10) y N2 la nota numérica del examen final (escala 0-10).

Los alumnos repetidores tendrán el mismo régimen de asistencia a las clases que los que cursan la asignatura por primera vez.