

Asignatura: AMPLIACIÓN DE DETERMINACIÓN ESTRUCTURAL

Plan	Código	Tipo	Curso	Créditos (Teóricos+Prácticos)	Periodos de docencia
6	57250	OPTATIVA	QUINTO	4,5 (3+1,5)	

Equipo docente

ANTONIO DE LA HOZ AYUSO

Objetivos

Estudio de las técnicas de pulso mono y bidimensionales en RMN desde un punto de vista práctico, es decir, con vistas a la determinación de estructuras orgánicas. Estudio de las técnicas blandas de ionización en espectrometría de masas y la ionización de moléculas de peso molecular elevado.

Temario

Tema 1. Aplicaciones dinámicas de la RMN

Introducción. Cálculos cuantitativos. Análisis de forma de banda. Temperatura de coalescencia. Aplicaciones. Intercambio intermolecular de protón. Tautomería. Inversión de anillo. Rotación en enlaces con carácter parcialmente doble. Análisis conformacional de compuestos acíclicos.

Tema 2. Experimentos con secuencias de pulso

Introducción. Concepto de fase. Tiempos de relajación. Experimentos sin transferencia de polarización (SEFT, APT). Transferencia de polarización, SPI. Experimentos con transferencia de polarización (INEPT, DEPT). 1D-INADEQUATE.

Tema 3. Resonancia en dos dimensiones

Introducción. Experimentos J-resueltos homo y heteronucleares. Experimentos de correlación. Correlación a través de enlaces (C,H-COSY, H,H-COSY, relay, TOCSY, 2D-INADEQUATE). Correlación a través del espacio (NOESY). Correlación por procesos de intercambio (EXSY).

Tema 4. Reactivos de desplazamiento. Agentes de relajación.

Reactivos de desplazamiento. Interacción. Aplicaciones. Lantánidos quirales. Reactivos solvatantes. Agentes de relajación. Aplicaciones.

Tema 5. Otras técnicas y aplicaciones de la RMN.

Aplicaciones en Bioquímica y Medicina. Imagen por RMN. Gradientes de pulso. Difusión. Detección inversa. Resonancia de sólidos. Aplicaciones. Experimentos en marco rotante.

Tema 6. Estrategias para la elucidación estructural por RMN mono y bidimensional (seminario)

Tema 7. Nuevos métodos en espectrometría de masas

Técnicas blandas de ionización. Ionización química (CI). Ionización por campos (FD). Ionización de moléculas de alto peso molecular. Técnicas de bombardeo (FAB, MALDI). Electrospray (ESI). Iones multicarga. Determinación de la carga y de la masa molecular. Medida exacta de masas. Alta resolución. Espectrometría tandem (MS/MS). Sistemas mixtos LC-RMN-MS.

Bibliografía

-básica

1. H. Günther, NMR Spectroscopy, Wiley, 1997, ISBN 047195201X
2. R. Freeman, Magnetic Resonance in Chemistry and Medicine, Oxford University Press, 2003, ISBN 019926225x.
3. M.E. Rose, R.A.W. Johnstone, Mass Spectrometry for Chemists and Biochemists, Cambridge, 1996. ISBN 0521424976

-complementaria

4. H. Günther, NMR Spectroscopy, Wiley, 1997, ISBN 047195201X
5. F. W. McLafferty, F. Turecek, Interpretation of Mass Spectra, University Science Book, 1993. ISBN 0-935702-23-3
6. L. Esteban, La Espectrometría de Masas en imágenes, ACK Editores, 1993.

Metodología docente

- Clases teóricas.
- Resolución de problemas por parte de los alumnos en aula.
- Prácticas de procesado de espectros en aula de informática.
- Prácticas con los equipos de RMN.

Evaluación

- Evaluación continua en las clases de resolución de problemas.
- Evaluación de un supuesto práctico de procesado de FID y determinación estructural.
- Examen final.

Otras indicaciones