



GUÍA DOCENTE 2016-2017
Caracterización Estructural en Química Inorgánica

1. Denominación de la asignatura:

Caracterización Estructural en Química Inorgánica

Titulación

Grado en Química

Código

5291

2. Materia o módulo a la que pertenece la asignatura:

Química Inorgánica

3. Departamento(s) responsable(s) de la asignatura:

Departamento de Química

4.a Profesor que imparte la docencia (Si fuese impartida por mas de uno/a incluir todos/as) :

Aránzazu Mendía Jalón (M. Asunción Muñoz Santamaría en el caso de más de un grupo)

4.b Coordinador de la asignatura

ARÁNZAZU MENDÍA JALÓN

5. Curso y semestre en el que se imparte la asignatura:

Tercer curso, sexto semestre

6. Tipo de la asignatura: (Básica, obligatoria u optativa)

Obligatoria



7. Requisitos de formación previos para cursar la asignatura:

No se han establecido requisitos previos para esta asignatura, si bien se recomienda haber superado Química Física II: Espectroscopia y Termodinámica y Química Orgánica: Caracterización Estructural

8. Número de créditos ECTS de la asignatura:

6

9. Competencias que debe adquirir el alumno/a al cursar la asignatura

Competencias Transversales: T1-T2, T4-T6, T9, T13-T14, T17
Competencias Generales: G1-G12, G14-G16
Competencias Específicas: E1-E2, E6, E11-E15, E22

10. Programa de la asignatura

10.1- Objetivos docentes

Al finalizar esta asignatura los estudiantes deberían ser capaces de:

- 1.- Identificar la cantidad y la calidad de la información estructural que aporta cada una de las técnicas de caracterización estructural
- 2.- Explicar las limitaciones más importantes de dichas técnicas
- 3.- Discriminar en el conjunto de la información estructural obtenida aquella que es relevante
- 4.- Dar importancia a la información redundante cuando es necesario
- 5.- Proponer unas técnicas sobre otras teniendo en cuenta la naturaleza química del problema o las características de la muestra.
- 6.- Proponer estrategias de caracterización estructural adaptadas a problemas comunes y habituales en Química Inorgánica.
- 7.- Elaborar estrategias de caracterización permitiendo optimizar tiempo y recursos.

10.2- Unidades docentes (Bloques de contenidos)

Bloque 1. Introducción

Actividades del bloque:

Seminario inicial: cómo y por qué determinar estructuras en Química Inorgánica. La importancia de elaborar estrategias de caracterización.

Contenidos del bloque Introducción:

Utilización de diferentes estrategias de caracterización tanto en estado sólido como en disolución. Aplicaciones del análisis elemental cuantitativo –C,H,N,S,O–, análisis cuantitativo –ICP masas–, análisis termogravimétrico, conductividad iónica molar en disolución, espectroscopia IR, Raman, espectroscopia de absorción Uv-V, espectrometría de masas en general, RMN, RPE, difracción de RX –polvo, monocristal, etc–, y otras.



Bloque 2. Espectroscopia vibracional en Química Inorgánica

Actividades del bloque:

Sesiones de laboratorio:

- Realización del espectro de IR medio y/o IR lejano de $[\text{VO}(\text{acac})_2]$ y $[\text{VO}(\text{acac})_2(\text{piperidina})]$. Estudio del desplazamiento de la frecuencia $\nu(\text{V}=\text{O})$ con la coordinación del ligando N-dador.
- Preparación de muestras (pastilla de KBr y Nujol-polietileno), realización y caracterización estructural de complejos de metales de transición: $\text{cis-}[\text{PtCl}_2(\text{PPh}_3)_2]$, $\text{trans-}[\text{PtCl}_2(\text{PPh}_3)_2]$ y $[\text{PtCl}_2(\text{dppm})]$

Seminario: iniciación a la elaboración de estrategias de caracterización estructural a partir de dos casos prácticos reales en Química Inorgánica.

Contenidos del bloque Espectroscopia vibracional en Química Inorgánica:

Aplicaciones a la determinación estructural de compuestos inorgánicos. Relación entre la fuerza de enlace y el desplazamiento de la frecuencia. Cambios en los espectros de los ligandos y por transformación de la simetría del complejo tras la coordinación.

Bloque 3. Espectroscopia electrónica en Química Inorgánica

Actividades del bloque:

Sesiones de laboratorio

- Realización de los espectros Uv/Vis de los complejos $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_2$, $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]\text{Cl}_2$ y $[\text{NEt}_4]_2[\text{NiCl}_4]$ y análisis de los datos resultantes. Importancia del disolvente.
- Observación de transiciones prohibidas por espín y transferencias de carga: $[\text{Mn}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ y $[\text{Fe}(\text{ox})_3]^{3-}$
- Observación de efecto Jahn-Teller: $[\text{Ti}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$

Contenidos del bloque Espectroscopia electrónica en Química Inorgánica:

Tipos de transiciones electrónicas en compuestos inorgánicos y reglas de selección. Espectros electrónicos de complejos octaédricos y tetraédricos. Diagramas de Orgel y de Tanabe-Sugano. Covalencia. Transiciones prohibidas. El acoplamiento espín-órbita. Influencia del efecto Jahn-Teller. Otras geometrías. Espectros de transferencia de carga (TC) e intervalencia. Los espectros electrónicos de lantánidos y actínidos.

Bloque 4. Espectrometría de masas en Química Inorgánica

Actividades del bloque:

Sesión de laboratorio espectrometría de masas:

- Conocimiento "in situ" de diferentes espectrómetros de masas, precauciones en la preparación de muestras.

Seminario: análisis de la utilización de diferentes técnicas de espectrometría de masas, tomando como ejemplo los ligandos PTA y 2-tiolpiridina, y algunos derivados de Pd(II) y Pt(II) con estos ligandos.

Seminario: análisis de la relación entre las estructuras de diferentes complejos de



metales de transición y la información se sus espectros de masas.

Contenidos del bloque Espectrometría de masas en Química Inorgánica:

Diferentes métodos de ionización y análisis aplicables a compuestos inorgánicos (EI, FAB, MALDI, ESMS...). Relación entre la información estructural y el espectro de masas que presentan.

Bloque 5. Métodos de difracción en Química Inorgánica

Actividades del bloque:

Seminario: Utilización de bases de datos cristalográficos (CCDB).

Seminario: Simetría de los cristales. Grupos espaciales.

Sesión de laboratorio difracción de RX:

- Preparación de muestras: polvo y crecimiento de monocristales

Seminario: interpretación de tablas de datos y de patrones de difracción, tanto de monocristal como de polvo.

Contenidos del bloque Métodos de difracción en Química Inorgánica:

Elementos de simetría en estado sólido. Grupos espaciales y representación de la celda unidad. El difractómetro, interacción de los RX con la materia y la ley de Bragg.

Difracción de RX sobre monocristal: etapas en la resolución de una estructura cristalina, información estructural y parámetros cristalográficos. Difracción de RX sobre polvo policristalino.

Bloque 6. Resonancia magnética nuclear en Química Inorgánica (I)

Actividades del bloque:

Sesión de laboratorio RMN básico en Química Inorgánica:

- Preparación y registro de espectros de RMN ^1H , ^{31}P y ^{13}C de los complejos: $\text{cis-}[\text{PtCl}_2(\text{PPh}_3)_2]$, $\text{trans-}[\text{PtCl}_2(\text{PPh}_3)_2]$ y $[\text{PtCl}_2(\text{dppm})]$
- Determinación estructural de complejos de metales de transición: complejos de Ni(II) con distintas bases de Schiff

Seminario: discusión de resultados de experimentos anteriores IR+RMN

Contenidos del bloque Resonancia magnética nuclear en Química Inorgánica (I):

Núcleos activos en RMN de interés en Química Inorgánica. Información relevante obtenida a partir de los desplazamientos químicos (de protón y de otros elementos).

Información relevante obtenida de la intensidad relativa de las señales de RMN.

Sistemas de espín sencillos debidos al acoplamiento: acoplamiento homonuclear y acoplamiento heteronuclear. Acoplamiento a núcleos con momento cuadrupolar.

Información relevante obtenida de los valores de las constantes de acoplamiento.



Bloque 7. Resonancia magnética nuclear en Química Inorgánica (II)

Actividades del bloque:

Sesión de aula RMN avanzado en Química Inorgánica:

- Ejemplos de RMN dinámico de complejos de metales de transición.
- Ejemplos de RMN bi-dimensional de complejos de metales de transición.

Seminario: discusión de casos prácticos de RMN avanzado.

Seminario: resolución de los problemas planteados en RMN avanzado.

Contenidos del bloque Resonancia magnética nuclear en Química Inorgánica (II):

Espectros de mayor complejidad (espectros de segundo orden; inequivalencia quiral y pro-quiral). La aproximación multinuclear. Relajación (fenómenos y experimentos). Experimentos de resonancia múltiple: doble resonancia y triple resonancia. El efecto NOE. Técnicas de pulsos. Seguimiento de reacciones: medida de la concentración y reacciones de intercambio. Seguimiento de procesos dinámicos mediante RMN. Compuestos paramagnéticos.

Bloque 8. Estrategias de caracterización estructural en Química Inorgánica.

Actividades del bloque:

Seminario: Estudio de estrategias de caracterización sobre casos históricos: cómo extraer la información relevante y cómo evitar la información redundante.

Tutoría: Resolución de casos prácticos de forma individual con elaboración de informe.

10.3- Bibliografía

BIBLIOGRAFÍA BÁSICA

- A.B.P. Lever, (1997) Inorganic Electronic Spectroscopy, 2nd Edition, 3rd Reprinted, Elsevier,
- D.W.H. Rankin, N.W. Mitzel, C. A. Morrison, (2013) Structural Methods in Molecular Inorganic Chemistry, Wiley,
- E. de Hoffmann, V. Stroobant, (2007) Mass Spectrometry: Principles and Applications, 3rd Edition, Wiley, ISBN: 978-0-470-03310-4,
- E.A.V. Ebsworth, (1992) Solutions Manual for Structural Methods in Inorganic Chemistry, Blackwell,
- E.A.V. Ebsworth, David W. H. Rankin, and Stephen Cradock, (1991) Structural Methods in Inorganic Chemistry, Second Edition, Blackwell,
- F. Wells, (1986) Structural Inorganic Chemistry, 5th Edition, Oxford University Press,
- G. H. Stout, L. H. Jensen, (1989) X-ray Structure Determination. A Practical Guide, 1st Edition, John Wiley & Sons,
- H. Friebolin, (2005) Basic One- and Two-Dimensional NMR Spectroscopy, Fourth Edition, Wiley-VCH,
- K. Namamoto, (2009) Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds. Part A, Theory and Applications in Inorganic Chemistry--Part B, Applications in Coordination, Organometallic, and Bioinorganic Chemistry, 6th ed.,



John Wiley & Sons,
Peter Atkins, Tina Overton, Jonathan Rourke, Mark Weller, Fraser Armstrong, (2006) Inorganic Chemistry, Fourth Edition, Oxford University Press, 978-0-19-926463-6,
S.F.A. Kettle, (2007) Symmetry and Structure : Readable Group Theory for Chemists, 3rd Edition, John Wiley & Sons, cop.,
W. Henderson and J.S. McIndoe, Mass Spectrometry of Inorganic, Coordination and Organometallic Compounds: Tools - Techniques - Tips, John Wiley & Sons,,

BIBLIOGRAFÍA COMPLEMENTARIA

J. Keeler, (2005 (reprinted 2007)) Understanding NMR Spectroscopy, 1st Edition, Wiley,
W. Clegg, (1998) Crystal Structure Determination, Oxford Science Publications,

11. Metodología de enseñanza y aprendizaje y su relación con las competencias que debe adquirir el estudiante:

Clases presenciales en el laboratorio, seminarios evidencias prácticas presenciales en el aula, tutorías, elaboración de informes, examen escrito.

Metodología	Competencia relacionada	Horas presenciales	Horas de trabajo	Total de horas
Clases de laboratorio	T1-T4,T6,T8, T9,T11, T12,T17-T22,G1-G4, G14-G16,E1-E5,E9,E11,E12	10	30	40
Seminarios evidencias prácticas	T1-T4,T6,T8,T10-T12, T17-T22,G1-G4,G14-G16, E1-E5,E9,E11,12	37	20	57
Elaboración de informes	T1,T3,T4,T6,T8,T9,T11, T17-T18,T21,T22 ,G1-G4, G14-G16,E1-E5,E9,E11°,E12	0	15	15
Tutorías	T1-T4,T6,T8, T10-T12,T17-T22,G1-G4,G14-G16,E1-E5,E9,E11, E12	4	16	20
Examen	T1,T2,T5,T6,T8,T11, T12,T17-T22,G1-G4, G14-G16	3	15	18



Total	54	96	150
--------------	----	----	-----

12. Sistemas de evaluación:

La asignatura será evaluada de forma continua considerando: los resultados del Trabajo en el laboratorio y en seminarios mediante la resolución de casos prácticos (denominado actividades personales A1 y A2); la Evaluación de destrezas prácticas adquiridas: \"propuesta de una práctica de caracterización utilizando al menos 3 de las técnicas estudiadas y su solución\" (A3); y el Examen escrito (prueba final escrita en la que el/la profesor/a valorará el grado en que el/la estudiante ha adquirido los contenidos abordados a lo largo de la asignatura).

La CALIFICACIÓN FINAL de esta asignatura se calculará como la MEDIA PONDERADA de las calificaciones obtenidas en los procedimientos de evaluación recogidos en la tabla inferior.

Para superar la asignatura, ninguno de los procedimientos podrá tener una calificación inferior al 30% de dicho apartado.

La segunda convocatoria incluye la evaluación de cualquiera de aquellas partes del sistema de evaluación de la asignatura que no han sido superadas en la primera convocatoria con la misma ponderación en el total de la evaluación.

NOTA. En la segunda convocatoria la/os estudiantes podrán siempre tener la oportunidad de mejorar la calificación obtenida en la primera convocatoria para cada uno de los procedimientos del sistema de evaluación, siempre atendiendo a la normativa vigente al respecto.

Procedimiento	Peso primera convocatoria	Peso segunda convocatoria
Trabajo en el laboratorio y en seminarios: resolución de casos prácticos (actividades personales A1 + A2)	35 %	35 %
Evaluación de una \"propuesta de una práctica de caracterización utilizando al menos 3 de las técnicas estudiadas y su solución\" (A3)	25 %	25 %
Examen escrito	40 %	40 %
Total	100 %	100 %



Evaluación excepcional:

En atención al reglamento vigente en la UBU se considerará la excepcionalidad para aquellos casos que se ajusten al mencionado reglamento y se propone un sistema de evaluación, también ajustado a él, que incluye el siguiente procedimiento para evaluar de igual manera los resultados de aprendizaje:

- Examen escrito que aborda cualquiera de los contenidos incluidos en la guía docente de la asignatura, con un peso del 40 %, y un 30% en una prueba escrita de cuestiones sobre la materia. Se deberá obtener un 5/10 en esta prueba de evaluación para realizar la media correspondiente con el resto de procedimientos.
- Evaluación de una propuesta de una práctica de caracterización utilizando al menos tres de las técnicas que incluye la asignatura, con un peso del 30%.

13. Calendarios y horarios:

Ver web del Grado en Química

14. Idioma en que se imparte:

Castellano