



GUÍA DOCENTE 2012-2013

**Técnicas avanzadas II: resonancia magnética multinuclear,
resonancia paramagnética electrónica y magnetismo
molecular**

1. Denominación de la asignatura:

Técnicas avanzadas II: resonancia magnética multinuclear, resonancia paramagnética electrónica y magnetismo molecular

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

Técnicas avanzadas II: resonancia magnética multinuclear, resonancia paramagnética electrónica y magnetismo molecular

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

Química

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

Rafael Aguado Bernal, Luis Lezama Diago (Universidad del País Vasco) y Javier García Tojal

4.b Coordinador de la asignatura

Javier García Tojal

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

MASTER EN QUÍMICA AVANZADA, 2º semestre

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

Optativa



7. Requisitos de formación previos para cursar la asignatura:

Se recomiendan conocimientos básicos de física y química a nivel de grado.

8. Número de créditos ECTS de la asignatura:

5

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

Competencias específicas

E.1- Disponer de conocimientos y habilidades suficientes para utilizar correctamente las técnicas de resonancia y magnetismo objeto de estudio, siendo consciente de sus posibilidades y limitaciones.

E.2- Tener la destreza de adquirir habilidades experimentales que le lleven a asimilar otras más complejas.

E.3- Tener capacidad para elaborar un informe técnico de modo que sea comprensible para cualquier persona que, habiendo recibido una formación científica, no sea experta en la materia.

Competencias genéricas

G.1- Habilidades para la solución de problemas relativos a la información cualitativa y cuantitativa.

G.2- Habilidades para aplicar los conocimientos teóricos a la práctica.

G.3- Habilidades de comunicación oral y escrita en la lengua nativa

G.4- Habilidades para la búsqueda y obtención de información, ya sea en fuentes primarios como en las secundarias, incluyendo la que se consigue a través de comunicación on-line y mediante acceso a bancos de datos.

G.5- Habilidades para la síntesis, para elaborar informes y para presentarlos

G.6- Habilidades y destrezas en los aspectos prácticos, en la habilidad manual para realizar tareas.

G.7- Habilidades para el estudio y el aprendizaje de forma autónoma, necesarios para la formación continua y el desarrollo profesional

G.8- Habilidades relacionadas con las herramientas informáticas y con las tecnologías de la información (tales como, manejo de procesadores de texto, hojas de cálculo, bases de datos, comunicación en internet, etc.)

G.9- Habilidades interpersonales, apropiadas para la relación con otras personas y para la integración en grupos de trabajo.

G.10- Capacidad para el trabajo en grupo



- G.11- Capacidad para la toma de decisiones
- G.12- Habilidades de cálculo numérico, incluyendo aspectos como valoración de las magnitudes y sus órdenes, correcto uso de las unidades de medida, análisis de errores, estimaciones de índole estadística, etc.
- G.13- Habilidad para integrar la calidad como una de las variables más importantes a considerar en el quehacer cotidiano
- G.14- Habilidades en la aplicación del razonamiento deductivo y en el aprovechamiento de la capacidad creativa, mediante la introducción en la investigación.
- G.15- Capacidad para el reconocimiento de la necesidad del respeto a la vida y al bienestar de las personas y al respeto al ambiente como pautas primordiales de su ejercicio profesional.

10. Programa de la asignatura

10.1- Objetivos docentes
Generales Conocer los fundamentos, conceptos, límites e ideas esenciales de las técnicas. Saber cómo diseñar sistemas y experimentos apropiados para que el alumno pueda aplicar lo aprendido a su campo de investigación. Aprender a interpretar los resultados obtenidos y, si fuera necesario, a rediseñar a partir de ellos nuevos sistemas y/o experimentos que transmitan una mayor información. Específicos Conocer las distintas técnicas al alcance del alumno y los experimentos susceptibles de ser realizados, sabiendo la información que cada uno de ellos puede proporcionarle. Asimismo, comprender los factores que afectan a las propiedades magnéticas de los sistemas. Adquirir los conocimientos que le permitan seleccionar qué experimento o conjunto de experimentos son los más adecuados para obtener la información deseada, así como diseñar sistemas que presenten determinadas propiedades. Y, por último, interpretar y analizar los resultados obtenidos. En base a ello, rediseñar nuevos experimentos o sistemas para obtener información adicional o realizar las modificaciones oportunas.
10.2- Unidades docentes (Bloques de contenidos)



Unidad 1

Espectroscopia de resonancia magnética multinuclear (RMN).

Teóricos:

Introducción a la RMN. Equipos de RMN. Fenómenos de relajación. Apantallamiento y desplazamiento químico. Acoplamiento y constantes de acoplamiento. Sistemas de spin. RMN de ^{13}C : técnicas de pulsos, efecto NOE (Nuclear Overhauser Effect). Aplicación RMN al campo organometálico. RMN dinámica. Experimentos modernos mono y bidimensionales. Aplicaciones actuales de la RMN y avances más recientes: gradientes de campo, difusión, aplicaciones médicas y biológicas, RMN de sólidos. La RMN que viene: La tercera dimensión, la miniaturización y la integración con otras técnicas. Componente práctica del curso.

Prácticos:

Determinación del pulso a 90° . Desacoplamiento homonuclear: doble irradiación coherente en sistemas $1\text{H}/1\text{H}$ sencillos. Desacoplamiento heteronuclear: doble irradiación incoherente en sistemas $1\text{H}/^{31}\text{P}$ sencillos. Supresión de señal de disolvente (agua). RMN 1H dinámico: DMF a temperatura variable, T^a de coalescencia. RMN ^{13}C : Estudio comparativo sobre una misma muestra de RMN ^{13}C , RMN $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$, DEPT-135. Simplificación de acoplamientos por incremento del campo magnético. RMN 1H de una piridina 2,6-disustituida en aparatos de 400 MHz y 80 MHz. Determinación de acoplamientos a centros metálicos mediante satélites en aparatos de 400 MHz y 80 MHz. Calibrado de temperatura mediante RMN 1H : baja temperatura con metanol en $\text{MeOH}-d_4$, alta temperatura con 1,2-etanodiol en $\text{DMSO}-d_6$. Efecto isotópico sobre el desplazamiento químico y la multiplicidad de señales ilustrado mediante RMN ^{13}C : CHCl_3 y CDCl_3 , CH_2Cl_2 y CD_2Cl_2 , acetona y acetona- d_6 . Separación de señales de metilenos en un alcohol (pentanol o superior) mediante RMN 1H : reactivos de contacto. Determinación del exceso enantiomérico de una mezcla de enantiómeros mediante RMN 1H : marcadores quirales, agentes solvatantes quirales. Determinación de pureza enantiomérica de alcoholes mediante RMN ^{31}P : Utilización de un auxiliar aquiral como el PCl_3 . Utilización de heteronúcleos en la determinación de pureza enantiomérica: RMN ^{59}Co para el $[\text{Co}(\text{en})_3]\text{Cl}_3$. Experimentos 2D de complejidad variable sobre sustratos relativamente simples: Etanol, propanol, TMED, ácido glutámico, ... determinación de acoplamientos, constantes de acoplamiento, conectividades y asignación de señales mediante COSY, HETCOR, 1D y 2D-INADEQUATE, y HSQC o HMQC. Determinación de Constantes termodinámicas y de equilibrio mediante observación de heteronúcleos, equilibrio de Schlenck.



Unidad 2

Magnetismo molecular.

Teóricos:

Introducción al magnetismo molecular (magnetización y susceptibilidad magnética). Moléculas con un único centro magnético (sin momento orbital, con momento orbital, transiciones de espín). Compuestos dinucleares (interacción isotrópica –radicales, iones CuII, otros compuestos homodinucleares–; compuestos heteronucleares; modelos orbitales; correlaciones magneto-estructurales; influencia de interacciones dipolares, anisotrópicas y antisimétricas). Compuestos oligonucleares (tri-, tetra-, etc.). Sistemas 1D, 2D, 3D. Compuestos de valencia mixta.

Prácticos:

Análisis de curvas χ_M vs T y deducción de las fórmulas para la obtención del valor de J en sistemas dinucleares.

Unidad 3

Espectroscopia de resonancia paramagnética electrónica (RPE).

Teóricos:

Introducción a la resonancia paramagnética electrónica (fundamentos de la técnica, compuestos que permite estudiar, tipos de señales y cómo se miden). El tensor g (significado, origen de su anisotropía, casuística de radicales e iones paramagnéticos). Acoplamiento hiperfino y superhiperfino. Estructura fina (desdoblamiento a campo nulo). Sistemas de cromóforos con espines electrónicos acoplados. Aspectos experimentales, limitaciones, campos de aplicación y nuevas tendencias.

Prácticos:

Simulaciones de espectros de EPR de muestras en polvo policristalino y disolución (a temperatura ambiente y bajas temperaturas): obtención de los parámetros g y A y detección de desdoblamientos a campo nulo.

10.3- Bibliografía

BIBLIOGRAFÍA BÁSICA

- A. Bencini, D. Gatteschi, (1990) Electron paramagnetic resonance of exchange coupled systems, Springer-Verlag, Nueva York (EE. UU.),
- F. E. Mabbs, D. Collison, (1992) Electron Paramagnetic Resonance of d Transition Metal Compounds, Elsevier, Amsterdam (Holanda),
- H. Friebolin, (1998) Basic One- and Two-Dimensional NMR Spectroscopy, 3, Wiley, Nueva York (EE. UU.),
- H. Gunther, (1996) NMR Spectroscopy. Basic principles, concepts, and applications in chemistry, 2ª, Wiley, Nueva York (EE. UU.),



J. A. Weil, (1998) Electron paramagnetic resonance: elementary theory and practical applications, John Wiley & Sons, 2ª Edición como recurso electrónico con el mismo título (2007),

J. J. Giménez Martínez, J. M. Expósito López, (1998) RMN para químicos orgánicos, Servicio de Publicaciones de la Universidad de Almería, Almería,

J. R. Pilbrow, (1991) Transition ion electron paramagnetic resonance, Oxford University Press, Oxford (Reino Unido),

K. Itoh, M. Kinoshita, (2000) Molecular Magnetism: New Magnetic Materials, Kodansha and Gordon & Breach, Tokio - Amsterdam,

O. Kahn,, (1993) Molecular Magnetism, VCH Publishers, Weinheim (Alemania),

R. L. Carlin, (1986) Magnetochemistry, Springer-Verlag, Berlín (Alemania),

S. Berger, S. Braun, (1998) 200 and More NMR Experiments. A Practical Course, 2ª, Wiley, Nueva York (EE. UU.),

BIBLIOGRAFÍA COMPLEMENTARIA

<http://www.chem.queensu.ca/eprnmr/index.htm>,

http://msmd.ims.ac.jp/molspin/03mokuteki_e.html,

C. P. Poole, (1997) Electron spin resonance: a comprehensive treatise on experimental techniques, 2ª, Dover Publications, Nueva York (EE. UU.),

C. P. Poole, H. A. Farach, (1994-1999 (Vols. I-II)) Handbook of electron spin resonance, Springer-Verlag, Nueva York (EE. UU.),

F. Gerson, (2003) Electron spin resonance spectroscopy for organic radicals, Wiley-VCH, Weinheim (Alemania),

J. S. Miller, M. Drillon (Ed.), (2001-2004. (Vols. I–V)) Magnetism: Molecules to Materials, Wiley-VCH, Weinheim (Alemania),

P. Day, A. E. Underhill (Ed.), (2000) Metal-Organic and Organic Molecular Magnets, Royal Society of Chemistry, Londres (Reino Unido),

P. H. Rieger, (2007) Electron spin resonance : analysis and interpretation, Royal Society of Chemistry, Cambridge (Reino Unido),

W. Linert, M. Verdager (Ed.), (2003) Molecular magnets: recent highlights, Springer-Verlag, Viena (Austria),



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

Los conceptos e ideas teóricos se simultanearán con ejemplos prácticos. El curso incluirá algunas sesiones prácticas a realizar tanto en los equipos instrumentales disponibles con la ayuda del técnico encargado como en ordenadores destinados a tal efecto utilizando los paquetes de software habituales.

Metodología	Competencia relacionada	Horas presenciales	Horas de trabajo	Total de horas
Clases teóricas	E1,E3,G1-G5,G7,G8,G12-G15	31	52	83
Seminarios, debates y prácticas de laboratorio	E1-E3,G1-G15	10	17	27
Exámenes y pruebas escritas	E1,G1-G5,G7,G8,G11-G15	4	11	15
Total		45	80	125

12. Sistemas de evaluación:

Se llevará a cabo un seguimiento individualizado de cada alumno, controlando su progresión a lo largo del curso, el nivel de asimilación de los conceptos expuestos, y su capacidad para ponerlos en práctica de modo efectivo. Para ello se recurrirá a la resolución de ejercicios, supuestos prácticos, seminarios, tutorías, simulaciones y ajustes, sesiones teórico-prácticas de manipulación de los equipos, y otras actividades.

A este fin se evaluará el trabajo del alumno durante la parte teórica (30 %). Este porcentaje incluirá: participación activa (20 %), preguntas formuladas y respuestas emitidas (10%). Asimismo, se contabilizarán los supuestos teórico-prácticos (30 %) propuestos, amén del rendimiento del alumno durante el desarrollo de la parte práctica del curso (10 %). Finalmente, los resultados de las pruebas de evaluación contribuirán con un 30 % a la nota global.

Para superar la asignatura será necesario alcanzar en cada uno de los bloques de procedimientos de evaluación una calificación mínima del 30 % y un mínimo de 5 puntos sobre 10 en la nota ponderada que incluye todos los procedimientos



anteriores.

Se considerarán como recuperables las pruebas escritas y el trabajo de los y las estudiantes durante la parte teórica.

Procedimiento	Peso en la calificación final
Trabajo del alumno durante la parte teórica	30 %
Supuestos teórico-prácticos	30 %
Rendimiento del alumno durante el desarrollo de la parte práctica del curso	10 %
Pruebas de evaluación	30 %
Total	100 %