

METODOS ESPECTROSCOPICOS

Coordinador: Dr. Sergio R. Peraza Sánchez

Profesores Invitados:

Dr. Luis M. Peña Rodríguez

Dra. Marcela Gamboa Angulo

Dra. Rocío Borges Argáez

Horas: 48

Créditos:

Frecuencia: El primer semestre de cada dos años

Horario: martes y jueves, de 3:00 a 5:00 pm

Duración: 1 semestre, iniciando en 2006-I

JUSTIFICACION

Este curso tiene la finalidad de introducir al estudiante, de manera práctica, al uso de las modernas técnicas espectroscópicas para el análisis de moléculas orgánicas y a la resolución rutinaria de problemas estructurales. Está especialmente dirigido a estudiantes con conocimientos de Química, Bioquímica y Biología interesados en la elucidación de vías metabólicas de plantas y microorganismos, en el estudio de la biogénesis y biosíntesis metabólicas, en el análisis de la diversidad molecular y su papel en las interrelaciones planta-planta, planta-insecto y planta-microorganismo y en el descubrimiento de nuevas estructuras químicas provenientes de fuentes naturales que sean, especialmente, de interés agroquímico o farmacéutico.

En este curso se pondrá especial énfasis en el estudio de la resonancia magnética nuclear (RMN). La RMN se usa extensamente en investigaciones bioquímicas y fisiológicas y una de sus aplicaciones más importantes se encuentra en el área del metabolismo vegetal. Su flexibilidad inherente como una técnica analítica la hace especialmente útil para un amplio rango de aplicaciones, incluyendo: identificación y cuantificación de metabolitos; definición del ambiente intracelular en el cual el metabolismo ocurre; caracterización de las vías metabólicas primarias y secundarias; análisis de la respuesta metabólica a estrés ambiental y perturbación fisiológica; y medición del flujo metabólico. Como ejemplos más específicos se puede mencionar la aplicación de experimentos de RMN multidimensionales para la elucidación estructural de proteínas de alto peso molecular mediante un marcaje selectivo de sus aminoácidos; el estudio por ^{13}C RMN de la estructura electrónica de la porción *heme* de proteínas y sus relaciones estructura-función; y el uso de la RMN como una técnica para investigaciones globales del metabolismo microbiano, ya que permite monitorear en tiempo real los procesos metabólicos de la célula viviente sin perturbar su organización interna, entre otros.

PRE-REQUISITOS

Para poder llevar este curso, el estudiante deberá haber adquirido conocimientos básicos de Química Orgánica, Bioquímica y Biología a nivel de licenciatura.

OBJETIVO GENERAL

Proporcionar al estudiante los conocimientos, habilidades y estrategias fundamentales que le permitirán ser capaz de elucidar las estructuras químicas moleculares de metabolitos orgánicos, sintéticos o naturales.

OBJETIVOS PARTICULARES

1. Proveer al estudiante de las herramientas elementales para poder analizar e interpretar los espectros de infrarrojo y obtener información referente a los diferentes grupos funcionales presentes en la molécula orgánica objeto de estudio.
2. Procurar al estudiante de los conocimientos teóricos y prácticos para aprender a analizar los espectros de ultravioleta y obtener información relacionada con la presencia de grupos cromóforos y de absorción en metabolitos secundarios de interés.
3. Proporcionar al estudiante información esencial para identificar en un espectro típico de masas el ion molecular, el ion base, así como reconocer las señales características de fragmentos lógicos y las resultantes de rearrreglos y descomposiciones de fragmentos primarios, que le permitirán discernir y postular una estructura básica de la molécula analizada.

4. Suministrar al estudiante conocimientos teóricos y prácticos que le permitirán interpretar los espectros de resonancia magnética nuclear protónica y de carbono trece, así como los correspondientes experimentos homo y hetero bidimensionales, para recabar información relevante concerniente a la estructura molecular que se desea resolver.
5. Presentar al estudiante información referente a los usos y aplicaciones que la resonancia magnética nuclear (RMN) tiene, así como su manejo como una poderosa herramienta para diversos estudios en áreas especializadas de la ciencia.
6. Instruir al estudiante con la información concerniente al manejo de los equipos y a la preparación de las muestras.

EVALUACION DEL ESTUDIANTE

El estudiante presentará exámenes parciales, cuya frecuencia será convenida al principio del curso según el número de profesores, capítulos y/o temas vistos. La calificación final, que será con base en 100 puntos, se obtendrá por la suma de los resultados obtenidos en los siguientes rubros:

Exámenes parciales	75%
Resolución de problemas	25%

TEMA Y SUBTEMAS

Capítulo I, Espectrometría Infrarroja

- 1.1. Introducción
- 1.2. Teoría
- 1.3. Instrumentación
- 1.4. Manejo de la Muestra
- 1.5. Interpretación de Espectros
- 1.6. Tablas de Grupos de Absorción
- 1.7. Resolución de Problemas

Capítulo II Espectrometría Ultravioleta

- 2.1. Introducción
- 2.2. Teoría
- 2.3. Instrumentación
- 2.4. Manejo de la Muestra
- 2.5. Absorciones Características de Compuestos Orgánicos
- 2.6. Tablas de Grupos de Absorción
- 2.7. Resolución de problemas

Capítulo III, Espectrometría de Masas

- 3.1. Introducción
- 3.2. Instrumentación
- 3.3. El Espectro de Masas
- 3.4. Determinación y Uso de la Fórmula Molecular
- 3.5. Pico del Ion Molecular
- 3.6. Fragmentación
- 3.7. Rearreglos
- 3.8. Derivados
- 3.9. Resolución de Problemas

Capítulo IV, Espectrometría de Resonancia Magnética Nuclear Protónica (¹H RMN)

- Introducción
- Teoría
- Instrumentación
- Manejo de la Muestra
- Desplazamiento Químico
- Acoplamiento *Spin* Simple
- Equivalencia Química y Magnética
- Protones Unidos a Heteroátomos
- Sistemas AMX, ABX y ABC con Tres Constantes de Acoplamiento
- Sistemas *Spin* de Acoplamiento Fuerte y Débil
- Efectos de un Centro Quiral

Acoplamiento Vecinal y Geminal en Sistemas Rígidos
Acoplamiento a Largo Alcance
Desacoplamiento de *Spin*
Reactivos de Desplazamiento
Resolución de Problemas

Capítulo V. Espectrometría de Resonancia Magnética Nuclear de Carbono 13 (¹³C RMN)

- 5.1. Introducción
- 5.2. Interpretación de Espectros de ¹³C
- 5.3. Desplazamientos Químicos
- 5.4. Acoplamiento de *Spin*
- 5.5. Experimentos APT, DEPT 90 y DEPT 135
- 5.6. Resolución de Problemas

Capítulo VI, Espectrometría Bidimensional

- 4.1. Introducción
- 4.2. Consideraciones Prácticas de las Conectividades
 - 4.2.1. Conectividad ¹H – ¹H (COSY)
 - 4.2.2. Conectividad ¹H – ¹³C (HSQC, HMBC)
 - 4.2.3. Conectividad ¹³C – ¹³C (INADEQUATE)
 - 4.2.4. Proximidad Espacial ¹H – ¹H (NOESY, ROESY)
- 4.3. Resolución de Problemas

BIBLIOGRAFIA

Infrarrojo, Ultravioleta, Masas, Resonancia Magnética Nuclear

- R.M. Silverstein, G.C. Bassler, T.C. Morrill. Spectrometric Identification of Organic Compounds. John Wiley & Sons, Inc., New York, 5th edition, 1991.
- D.L. Pavia, G.M. Lampman, G.S. Kriz. Introduction to Spectroscopy: A Guide for Students of Organic Chemistry, Saunders College Publishing, Philadelphia, 1979.
- D.H. Williams, I. Fleming. Spectroscopic Methods in Organic Chemistry, McGraw-Hill, London, 4th edition, 1989.
- W. Kemp. Organic Spectroscopy, MacMillan, London, 3rd edition, 1991.

Resonancia Magnética Nuclear

- S. Braun, H.-O. Kalinowski, S. Berger. 150 and More Basic NMR Experiments. Wiley-VCH Verlag, Weinheim, Germany, 2nd edition, 1998.
- E. Breitmaier. Structure Elucidation by NMR in Organic Chemistry. A Practical Guide, John Wiley & Sons, West Sussex, England, 1993.
- J.K.M. Sanders, B.K. Hunter. Modern NMR Spectroscopy. A Guide for Chemists, Oxford University Press Inc., New York, 1993.
- A.E. Derome. Modern NMR Techniques for Chemistry Research, Pergamon Press Ltd., Kidlington, UK, 1987.

Masas

- F.W. McLafferty, F. Turecek. Interpretation of Mass Spectra, University Science Books, Sausalito, California, 4th edition, 1993.

Tablas de Infrarrojo, Masas y Resonancia Magnética Nuclear

- E. Pretsch, T. Clerc, J. Seibl, W. Simon. Tables of Spectral Data for Structure Determination of Organic Compounds. Springer-Verlag, New York, 2nd edition, 1989.