

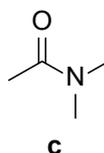
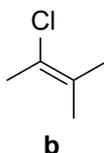
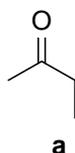
PROCESO SELECTIVO PARA LA CREACIÓN DE LA BOLSA DE TRABAJO DE TITULADO SUPERIOR DE APOYO A LA DOCENCIA E INVESTIGACIÓN EN LA DIVISIÓN DE RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR DEL SERVICIO CENTRAL DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE LA UNIVERSIDAD DE CÁDIZ.
(RESOLUCIÓN UCA/REC170GER/2022, DE 16 DE SEPTIEMBRE DE 2022)

SEGUNDO EJERCICIO
30 de marzo de 2023

Las respuestas deben reflejarse en la “Hoja de Respuestas”.

1) ¿Cuántas señales atribuibles a grupos metilos se observarán en un espectro de ^1H -RMN para los siguientes compuestos?

- a. a=2, b=2, c=2
- b. a=3, b=3, c=3
- c. a=2, b=3, c=2
- d. a=2, b=3, c=3



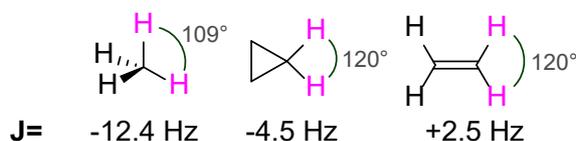
2) Un estudiante del Grado en Química registra un espectro de ^{13}C -RMN de un producto de fórmula molecular $\text{C}_7\text{H}_{12}\text{O}$ sintetizado en las clases prácticas. Sin embargo, en el espectro aparecen sólo 6 señales atribuibles a carbonos alifáticos. Cuando le comenta este aspecto al profesor, éste le dice que el carbono ausente puede atribuirse al carbono de un grupo carbonilo y que la mejor opción para visualizar esta señal es:

- a. Registrar el espectro en otro disolvente.
- b. Registrar el espectro en otro espectrómetro.
- c. Registrar el espectro con un *delay* superior.
- d. Registrar el espectro con un *delay* inferior.

3) El experimento APT (*Attached Proton Test*) permite determinar la naturaleza de los carbonos de un compuesto químico mostrando una apariencia en la que:

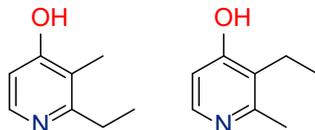
- a. Carbonos CH y CH_3 aparecen del mismo lado.
- b. Carbonos CH y CH_3 aparecen de lado contrario.
- c. C/CH_3 aparecen de un lado y CH/CH_2 de lado contrario.
- d. Los carbonos cuaternarios no aparecen.

4) En relación a los valores de J a 2 enlaces mostrados en la siguiente figura se deduce que:



- a. El valor de J es directamente proporcional al ángulo H-C-H.
- b. El valor de J incrementa con el carácter “s” del carbono que soporta los protones.
- c. No existe relación entre la constante de acoplamiento y la hibridación del C.
- d. El valor de J sólo depende del campo magnético.

5) ¿Cuál sería la opción más fiable e inequívoca para distinguir las siguientes estructuras isómeras?



- Mediante un experimento NOE 1D irradiando los grupos etilo y metilo.
 - Mediante un experimento bidimensional ^1H - ^{13}C -HSQC-TOCSY.
 - Mediante un experimento bidimensional ^1H - ^{13}C -HMBC.
 - Mediante un experimento NOE 1D irradiando el protón del grupo hidroxilo.
- 6) Para ser usuario del Servicio de RMN de la UCA, de las siguientes situaciones ¿cuál debe cumplirse siempre?
- Ser Doctor.
 - Ser Graduado.
 - Ser Contratado de Investigación.
 - Ser Investigador externo.
- 7) De las siguientes aplicaciones ¿cuál no está disponible en la División de RMN de la UCA?
- Estudios de composición de mezclas.
 - Movilidad molecular: determinación de conformaciones en disolución.
 - Determinación de exceso enantiomérico.
 - Registro de muestras en estado sólido.
- 8) El $\text{N}_2(\text{l})$ usado para el llenado de los imanes superconductores en los SC-ICYT:
- Se obtiene a través de un generador de nitrógeno situado en los SC-ICYT.
 - Se adquiere de forma periódica a través de una empresa suministradora en rangos de 100L.
 - Lo suministra una empresa gasística en un tanque de 5000L disponible en los SC-ICYT.
 - Se adquiere de forma simultánea con el $\text{He}(\text{l})$ para el mantenimiento de los imanes superconductores.
- 9) Para realizar un experimento a temperatura variable en un equipo de RMN ¿cuál de las siguientes propuestas es errónea?
- Se deberá tener en cuenta las especificaciones de la sonda.
 - Se deberá tener en cuenta el punto de ebullición del disolvente.
 - Se deberá tener en cuenta el punto de congelación.
 - Se deberá tener en cuenta el grado de deutерación del disolvente.

10) Para realizar un experimento qRMN se requiere:

- a. El uso de una sustancia estándar con mayor número de señales que el analito de manera que la relación de intensidades permita una cuantificación apropiada.
- b. Usar un tiempo de relajación D1 de valor adecuado según el protón del analito con menor tiempo de relajación.
- c. Usar un tiempo de relajación D1 de valor adecuado según el protón del analito con mayor tiempo de relajación.
- d. El uso de una sonda específica que detecte protón con una relación S/N=7000.

11) ¿Cuál es la secuencia lógica de pasos que se debe seguir para adquirir un experimento de ^1H RMN en el software TOPSPIN de Bruker?:

- a. Lock-shim-prosol-gain-run.
- b. Tune-shim-lock-prosol-run.
- c. Shim-prosol-lock-tune-sample.
- d. Sample-lock-tune-spin-run.

12) Para registrar un espectro de ^{19}F RMN en el equipo Bruker 400:

- a. Es necesario ajustar un *lock* a ^{19}F .
- b. El ^{19}F no es activo en RMN.
- c. La frecuencia de resonancia del ^{19}F está fuera del rango del equipo.
- d. La frecuencia de resonancia del ^{19}F está muy próxima a la del ^1H .

13) Qué está sucediendo cuando aparecen estos mensajes en el software TOPSPIN de Bruker:

Time	Status Message
10:28:18	ATMA: successfully finished
10:28:18	Job succeeded (Command 'atma' on data object 'D:/nmrd...)
10:28:20	lockn: LOCKGAIN = 88.0
10:28:27	lockn: LOCKPOWER =-17.0 LOCKGAIN =114.7
10:28:28	lockn: LOCKGAIN =119.4
10:28:38	lockn: LOCKGAIN = 88.0
10:28:46	lockn: LOCKPOWER =-17.0 LOCKGAIN =114.7
10:28:54	lockn: LOCK = 2
10:28:57	lockn: LOCKPOWER =-27.0 LOCK = 1
10:28:58	lockn: LOCKGAIN =116.5
10:28:59	lockn: LOCKGAIN =123.1
10:29:00	lockn: LOCKGAIN =124.9
10:29:03	lockn: LOCKGAIN =124.4
10:29:08	lockn: finished.
10:29:08	lockn: done

- Se ha ajustado la homogeneidad el campo.
 - Se ha realizado la sintonía y el bloqueo de campo.
 - Se ha iniciado el giro.
 - Se ha iniciado la adquisición de la fid.
- 14) ¿Cuál de estos parámetros no debe cambiarse cuando se realiza un experimento dado?:

- El número de adquisiciones.
- El programa de pulso.
- El tiempo de relajación.
- La ventana de adquisición.

15) Los usuarios autorizados del Servicio de Resonancia Magnética Nuclear de la UCA:

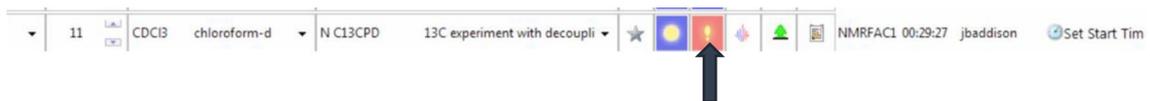
- Pueden acceder a las fid de los experimentos realizados utilizando un pendrive en el ordenador de adquisición.
- Pueden acceder a las fid en remoto desde los ordenadores de la red UCA.
- Deben solicitar al técnico del servicio las fid mediante correo electrónico.
- No tienen permiso para utilizar las fid de los experimentos ya que son archivos confidenciales.

16) En el software *iconNMR* instalado en el equipo de RMN Bruker400 de los SC-ICYT aparece en el panel de preparación de los experimentos un botón que muestra un sol. ¿Qué significa?



- Que su selección hará que el experimento sólo puede registrarse en el turno de 9:00 a 14:00 horas.
- Que su selección hará que el experimento comience durante el turno de noche y aparecerá como icono una luna.
- Que el experimento se realizará durante el día y se interrumpirá al comenzar el turno de noche.
- Que el experimento sólo se registrará cuando estemos en luna llena.

17) ¿Qué significa en el software *iconNMR* el icono señalado en la figura mostrada a continuación?



- Que se han modificado los parámetros de adquisición estándar del experimento.
- Que se ha añadido un nuevo experimento al listado.
- Que el experimento está en proceso.
- Que ha habido un error en el inicio del experimento.

18) En los espectros de RMN de la heptan-3-ona del ejercicio práctico en el espectrómetro de RMN de 400 MHz:

- La señal a 2.41 ppm en el ^1H RMN corresponde a los protones equivalentes de los metilenos en α al grupo carbonilo.
- La simetría de la molécula disminuye el número de señales de los espectros.
- El espectro de ^{13}C RMN muestra la mayoría de las señales a campo bajo.
- Las señales a 1.31 y 1.56 ppm en el ^1H RMN integran para 2H cada una de ellas.

19) La señal a 7.57 ppm del espectro del ejercicio práctico en el espectrómetro de RMN de 500 MHz:

- Es un doblete de quintupletes.
- Tiene una intensidad de tres protones.
- Es un triplete de doblete.
- Tiene una intensidad de dos protones.

20) Después de adquirir el experimento 1D NOESY del ejercicio práctico en el espectrómetro de RMN de 500 MHz:

- a. Se observa efecto nOe con la señal a 7.35 ppm.
- b. Se deduce que el espectro es bidimensional.
- c. Se deduce que la señal seleccionada es un singlete.
- d. Se deduce que la señal seleccionada corresponde a un hidrógeno que se encuentra cerca en el espacio de un metilo.

PREGUNTA DE RESERVA

21) Los equipos de RMN de los SC-ICYT de la UCA están disponibles para los usuarios:

- a. En sesiones distribuidas a lo largo del día.
- b. Bajo demanda al técnico de la División.
- c. En sesiones de lunes a viernes y bajo demanda los fines de semana.
- d. En sesiones los equipos de 400 y 500 MHz y bajo demanda para el equipo de 700 MHz.