



Máster en Química Molecular y Catálisis Homogénea 60456 - Cristalografía y técnicas de difracción

Guía docente para el curso 2014 - 2015

Curso: 1, Semestre: 2, Créditos: 2.0

Información básica

Profesores

- **M^a Pilar García Orduña** mpgaror@unizar.es
- **Fernando Lahoz Diaz** lahoz@unizar.es
- **Joaquín Manuel Barberá Gracia** jbarbera@unizar.es

Recomendaciones para cursar esta asignatura

Es recomendable poseer conocimientos previos de Química del estado sólido y de Cristalografía (simetría).

La asistencia a clase y el trabajo continuado facilitará la superación de la asignatura.

Actividades y fechas clave de la asignatura

Las actividades programadas se realizarán durante el segundo semestre en sesiones de dos horas semanales. Toda la información sobre horarios, calendario y exámenes está disponible en: <http://ciencias.unizar.es/web/horarios.do>. La presentación de trabajos se realizará de acuerdo al calendario que se anunciará oportunamente con suficiente antelación.

Inicio

Resultados de aprendizaje que definen la asignatura

El estudiante, para superar esta asignatura, deberá demostrar los siguientes resultados...

- 1:** Haber asimilado los conceptos fundamentales de simetría espacial, mostrando una comprensión adecuada de la nomenclatura y de la aplicación a la Cristalografía de la teoría de grupos espaciales.
- 2:** Manejar con criterio los conceptos implicados en el proceso de difracción, y en especial en la interrelación entre la difracción y la estructura interna de los cristales.
- 3:** Conocer los métodos experimentales más comunes para la realización de diagramas de difracción, tanto para

muestras en polvo, como para muestras monocristalinas.

- 4:** Ser capaz de plantear estrategias de medida adecuadas para muestras monocristalinas que aseguren una calidad óptima para la resolución estructural a nivel molecular.
- 5:** Conocer los conceptos fundamentales para la solución del problema de la fase y los procedimientos experimentales adecuados para la determinación de estructuras moleculares a partir de datos de difracción.
- 6:** Ser capaz de interpretar las principales características de los diagramas de difracción y evaluar la calidad de los datos obtenidos.
- 7:** Procesar los datos de difracción para la obtención de la información estructural requerida, a nivel cristalino o bien a nivel molecular.
- 8:** Interpretar los resultados estructurales obtenidos de los experimentos de difracción en el contexto químico.
- 9:** Conocer otros procesos de determinación estructural basados en la difracción de otras radiaciones distintas de los rayos X.

Introducción

Breve presentación de la asignatura

La asignatura pretende iniciar a los alumnos en la Cristalografía estructural, campo de investigación con claras conexiones con la Química, pero también con la Ciencia de Materiales, la Física, la Biología o la Geología, tanto en el marco académico como en el entorno industrial.

La asignatura abordará, en una primera parte teórica, los conceptos básicos de simetría y del proceso de difracción, así como las estrategias de medida adecuadas y los procedimientos de solución y refinamiento de estructuras cristalinas y moleculares. En una segunda parte, de componente marcadamente práctica, se presentarán los programas más comunes para el tratamiento de datos y para la representación de resultados.

Si bien la asignatura se dirigirá al estudio de estructuras moleculares a partir de muestras monocristalinas, la asignatura mostrará también las técnicas más comunes para la caracterización de muestras policristalinas y parcialmente ordenadas.

La caracterización estructural por difracción representa el mecanismo más directo y preciso para la comprensión de la estructura molecular, aportando información cuantitativa en la caracterización de parámetros moleculares e intermoleculares de especial relevancia en la Química molecular y Catálisis.

Contexto y competencias

Sentido, contexto, relevancia y objetivos generales de la asignatura

La asignatura y sus resultados previstos responden a los siguientes planteamientos y objetivos:

El objetivo de esta asignatura es habilitar al alumno para reconocer el potencial de las diferentes técnicas de difracción en el marco de su investigación particular y poder ser capaz de seguir, e incluso realizar personalmente, el proceso de medida y tratamiento posterior de los datos hasta la obtención de la información estructural perseguida, bien de naturaleza molecular o cristalina.

Contexto y sentido de la asignatura en la titulación

El conocimiento de las técnicas cristalográficas es fundamental en la caracterización estructural definitiva y precisa de nuevas sustancias a nivel molecular o cristalino, a partir de muestras en estado sólido. La información estructural obtenida a partir de estas medidas es información básica en la racionalización de los procesos reactivos, o incluso, a través de las interacciones intermoleculares determinadas, en los mecanismos operativos o en las propiedades físicas macroscópicas observadas.

A pesar de su extraordinario potencial, su complejidad y el requerimiento experimental de muestras en estado sólido, hacen que esta asignatura forme parte del módulo de *Caracterización Estructural* como asignatura optativa de 2 ECTS que se imparte en el segundo cuatrimestre. Sin duda, complementa de forma especial la asignatura obligatoria *Técnicas de Caracterización Estructural*.

Esta asignatura será muy recomendable para todos aquellos estudiantes motivados por el estudio de nuevas moléculas donde la complejidad molecular sea elevada o requieran el conocimiento de los parámetros moleculares básicos.

Al superar la asignatura, el estudiante será más competente para...

- 1: El diseño de experimentos de difracción para la obtención de información estructural tridimensional de índole molecular o cristalina, con comprensión de los equipos de medida más adecuados, sean de laboratorio o de grandes instalaciones.
- 2: Extraer de forma adecuada y con criterio la información de los datos experimentales y acometer el proceso de normalización de los datos experimentales.
- 3: El tratamiento de los datos de difracción, la evaluación de su calidad y la representación más adecuada de los resultados obtenidos de acuerdo al contexto del tema de investigación que se realiza.
- 4: Utilizar la información estructural obtenida para la comprensión e interpretación de procesos reactivos en Química Molecular y Catálisis, y contextualizarlos con resultados análogos o relacionados.

Importancia de los resultados de aprendizaje que se obtienen en la asignatura:

La caracterización estructural tridimensional precisa y parametrizada, - fruto final de los análisis por difracción de rayos X o de otras radiaciones, - es información de vital importancia en el desarrollo de nuevas moléculas o materiales, de escala nano- micro- o macroscópica, y en particular, en la comprensión de los procesos reactivos en Química Molecular y en Catálisis.

Evaluación

Actividades de evaluación

El estudiante deberá demostrar que ha alcanzado los resultados de aprendizaje previstos mediante las siguientes actividades de evaluación

- 1: La evaluación continua de la asignatura está basada en la media ponderada de una serie de actividades de evaluación que se detallan a continuación:
 - 1.- Controles de resolución de problemas, cuestiones prácticas, ejercicios, análisis de simulaciones, presentaciones de otros estudios relacionados y otras actividades semejantes realizados a lo largo del proceso de impartición de la asignatura (20 %).

2.- Realización del tratamiento de unos datos de difracción de manera individual y extracción de la información química relevante de la molécula o del cristal (20 %).

3.- Prueba escrita, a realizar al final de la impartición de la asignatura, consistente en la resolución de problemas y cuestiones sobre los contenidos impartidos (60 %).

2: La asignatura se considerará superada si la media ponderada de las tres calificaciones según los porcentajes indicados es igual o mayor de 5. Para aquellos alumnos que no superen la asignatura, o desearan mejorar su calificación, podrán optar a una prueba global que consistirá en el tratamiento práctico de unos datos (40 %) y la respuesta a una serie de cuestiones de carácter teórico sobre los conceptos impartidos a lo largo del curso (60%).

3: El número de convocatorias oficiales de examen a las que la matrícula da derecho (2 por matrícula) así como el consumo de dichas convocatorias se ajustará a la Normativa de Permanencia en Estudios de Máster y Reglamento de Normas de Evaluación del Aprendizaje. A este último reglamento, también se ajustarán los criterios generales de diseño de las pruebas y sistema de calificación, y de acuerdo a la misma se hará público el horario, lugar y fecha en que se celebrará la revisión al publicar las calificaciones. Dicha normativa puede consultarse en: <http://wzar.unizar.es/servicios/coord/norma/evalu/evalu.html>.

Actividades y recursos

Presentación metodológica general

El proceso de aprendizaje que se ha diseñado para esta asignatura se basa en lo siguiente:

El proceso de aprendizaje diseñado para la asignatura está basado esencialmente en clases expositivas de carácter participativo que se complementarán con clases de resolución de problemas, seminarios y tutorías. El curso se organizará sobre presentaciones temáticas explicadas en detalle, ejercicios programados para ser realizados por los estudiantes y sobre datos prácticos simulados o reales que serán procesados y relacionados con los conceptos teóricos en clases prácticas con ordenador. En todas las actividades se promoverá que el alumno tenga una participación activa, con discusión de los conceptos teóricos y fundamentalmente en los procesos prácticos planteados.

Actividades de aprendizaje programadas (Se incluye programa)

El programa que se ofrece al estudiante para ayudarle a lograr los resultados previstos comprende las siguientes actividades...

1: Clases teóricas (1.2 ECTS)

1: Clases de resolución de problemas y seminarios (0.4)

1: Prácticas de tratamiento de datos con ordenador (0.4)

1: Tutorías en grupo reducido o personalizadas.

2: Las actividades de aprendizaje están basadas en el siguiente programa:

Tema 1.- Cristalografía. Generalidades. Áreas de trabajo. Aplicaciones.

Tema 2.- Simetría espacial. Grupos espaciales. Nomenclatura empleada. Tablas Internacionales.

Tema 3.- Crecimiento cristalino. Métodos para la obtención y manipulación de cristales.

Tema 4.- Estructura cristalina y difracción. Métodos de análisis de muestras mono y policristalinas. Reflexiones e intensidades. Ley de Bragg, red recíproca y factor de estructura. Modelo de Ewald.

Tema 5.- Rayos X y otras radiaciones empleadas en los estudios estructurales. Equipamiento científico para los estudios de difracción.

Tema 6.- El tratamiento de datos de difracción para la determinación de la estructura molecular. El refinado de estructuras tridimensionales.

Tema 7.- Presentación y validación de resultados. Contextualización de datos estructurales: bases de datos estructurales.

Tema 8.- Ideas sobre el análisis de macromoléculas y sobre los estudios de densidades electrónicas.

Tema 9.- Aplicaciones de los experimentos de difracción sobre muestras policristalinas y parcialmente ordenadas.

Tema 10.- Programas para la determinación estructural a partir de muestras monocristalinos (trabajo práctico).

Planificación y calendario

Calendario de sesiones presenciales y presentación de trabajos

Los horarios de la asignatura y fechas de exámenes se publican en el tablón de anuncios y en la página web de la Facultad de Ciencias: <http://ciencias.unizar.es/web/horarios.do>. La presentación de trabajos se realizará de acuerdo al calendario que se anunciará oportunamente.

Bibliografía

Bibliografía Básica

En reprografía y/o a través del Anillo Digital Docente se proporcionará al alumno diverso material docente preparado por los profesores de la asignatura (<https://moodle2.unizar.es/add/>).

- 1.- Crystal Structure Determination. W. Clegg. Ed. Oxford University Press, 1998 (Oxford Chemistry Primers).
- 2.- Crystal Structure Analysis: Principles and Practice. W. Clegg, A. J. Blake, R. O. Gould, P. Main. Ed. Oxford University Press, 2001 (1ª edición), 2009 (2ª edición).
- 3.- Crystal Structure Determination. W. Massa. Ed. Springer-Verlag, 2004.
- 4.- The Basics of Crystallography and Diffraction (2ª edición). C. Hammond. Ed. Oxford University Press, 2001 (IUCr Texts on Crystallography 3).
- 5.- Fundamentals of Crystallography. C. Giacovazzo. Ed. Oxford Science Publications (IUCr), 1992 (1ª edición), 2002 (2ª edición), 2011 (3ª edición).
- 6.- Structure Determination by X-Ray Crystallography (4ª edición). M. F. C. Ladd, R. A. Palmer. Ed. Kluwer/Plenum, 2003.

Bibliografía Complementaria

- 1.- Mathematical Techniques in Crystallography and Material Science (3ª edición). E. Prince. Ed. Springer Verlag, 2004.
- 2.- Crystal Structure Refinement (A Crystallographer's Guide to SHELX). P. Mueller. Ed. Oxford Science Publications, 2006 (IUCr Texts on Crystallography 8).
- 3.- International Tables for Crystallography (5ª edición). Volume A, 2002. Volumen A1 (Symmetry relations between space Groups) 2004.
- 4.- International Tables for Crystallography – Brief Teaching Edition of Volume A: Space Group Symmetry (5ª edición). T. Hahn. Ed. IUCr/Kluwer, 2002.

Sitios Web

Sitios Web Recomendados

- 1.- <http://www.iucr.org/education>
- 2.- <http://www.iucr.org/books>

Referencias bibliográficas de la bibliografía recomendada