

Máster en Química Molecular y Catálisis Homogénea

60456 - Cristalografía y técnicas de difracción

Guía docente para el curso 2015 - 2016

Curso: , Semestre: , Créditos: 2.0

Información básica

Profesores

- **Fernando Lahoz Diaz** lahoz@unizar.es
- **José Antonio López Calvo** lopez@unizar.es
- **Mª Pilar García Orduña** mpgaror@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), si bien la asignatura se puede cursar sin esos conocimientos previos. En ese caso se articularán algunas lecturas complementarias al comienzo del curso.

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

Actividades y fechas clave de la asignatura

Asignatura de segundo semestre.

Se impartirá de acuerdo a los horarios que se fijarán oportunamente y que serán públicos en la página web del Instituto de Síntesis Química y Catálisis Homogénea (<http://goo.gl/tDtjLt>) y en la de la Facultad de Ciencias (<http://ciencias.unizar.es/web/>).

Los exámenes de la asignatura se realizarán al final del semestre en las fechas convenidas entre alumnos y profesorado. Se harán públicas de igual modo a los horarios de la asignatura.

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 monocrystalinas.
- 4:** Ser capaz de plantear estrategias de medida adecuadas para muestras monocrystalinos 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 refino 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 monocrystalinas, 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 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 (40 %).

2.- 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:

Para aquellos alumnos que no superen la asignatura, o desean mejorar su calificación, podrán optar a una prueba global que consistirá en el comentario de la parte estructural de una publicación actual relacionada con la temática del Máster (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/norma.pdf>.

Actividades y recursos

Presentación metodológica general

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

Clases teóricas (1.4 ECTS)

Clases de resolución de problemas y seminarios (0.2 ECTS)

Prácticas de tratamiento de datos con ordenador (0.4 ECTS)

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:

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.

2:

Los temas a desarrollar son:

1. Cristalografía. Generalidades. Áreas de trabajo de la Cristalografía. Aplicaciones (1 h.)

2. Simetría espacial. Grupos espaciales. Nomenclatura empleada. Tablas Internacionales (2 h. + 1 h.)

3. Crecimiento cristalino. Métodos para la obtención y manipulación de cristales. (1 h.)

4. Rayos X y otras radiaciones empleadas en los estudios estructurales. Equipamiento científico para los

estudios de difracción (1 h.)

5. 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. (2 h. + 1 h.)

6. El tratamiento de datos de difracción para la determinación de la estructura molecular. El refino de estructuras tridimensionales. Factor de temperatura. Determinación de estructuras absolutas (2 h.)

7. Presentación y validación de resultados. Contextualización de datos estructurales: bases de datos estructurales (1 h.)

8. Experimentos de difracción sobre muestras policristalinas y parcialmente ordenadas. Diversas aplicaciones y metodologías (2 h.)

9. Programas para la determinación estructural a partir de muestras monocrystalinos: WINGX y SHELX. Pasos en un proceso convencional de determinación estructural (trabajo práctico) (2 h. + 2 h.)

10. Seminarios de presentación y discusión de artículos recientes en el área de trabajo de la Química Molecular y Catálisis por parte de los alumnos (2 h.)

Planificación y calendario

Calendario de sesiones presenciales y presentación de trabajos

Los horarios de la asignatura y las fechas de exámenes se publicarán en el tablón de anuncios del Departamento de Química Inorgánica y en la página web de la Facultad de Ciencias <https://ciencias.unizar.es/>

Para las presentaciones de trabajos, el calendario se acordará con los alumnos a la hora del encargo del trabajo, en las horas lectivas del curso.

Material Docente

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/>).

Sitios Web recomendados

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

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

Referencias bibliográficas de la bibliografía recomendada

- Clegg, William [et al.]. Crystal structure analysis : principles and practice. 2nd. ed. Oxford : Oxford University Press, 2009
- Crystal structure analysis : principles and practice / William Clegg ... [et al.] . - [1st ed.] reprinted Oxford : Oxford University Press, 2006
- Crystal structure refinement : a crystallographer's guide to SHELXL / Peter Müller ... [et al.] ; edited by Peter Müller Oxford : Oxford University Press, 2006
- Fundamentals of crystallography / C. Giacovazzo...[et al.] ; Edited by C. Giacovazzo . - 2nd ed. Oxford [etc.] : Oxford University Press, 2002
- Fundamentals of crystallography / C. Giacovazzo...[et al.] ; Edited by C. Giacovazzo. 3rd ed. Oxford [etc.] : Oxford University Press, 2011
- Hammond, Christopher. The basics of crystallography and diffraction / Christopher Hammond Oxford [etc.] : International Union of Crystallography : Oxford University Press, 1998
- Hammond, Christopher. The basics of crystallography and diffraction / Christopher Hammond. 4th ed. Oxford [etc.] : International Union of Crystallography : Oxford University Press, 2015
- International Tables for Crystallography, Volume A, 5th Edition, Space-Group Symmetry. 5th. rev. ed. Wiley. 2005
- International Tables for Crystallography, Volumen A1 (Symmetry relations between space Groups). 2nd. ed. Wiley. 2010
- International tables for crystallography. Vol. A, Space- group symmetry / edited by Theo Hahn . - 2nd, rev. ed Dordrecht [etc] : International Union of Crystallography [etc], 1989

- International tables for crystallography. Vol. A, Space- group symmetry / edited by Theo Hahn . - Brief teaching ed. 2nd rev. ed. reprint with corr. Dordrecht [etc] : International Union of Crystallography [etc], 1989
- Jenkins, Ron. Introduction to x-ray powder diffractometry / Ron Jenkins, Robert L. Snyder. New York [etc.] : John Wiley & Sons, cop. 1996.
- Massa, Werner. Crystal structure determination / Werner Massa ; translated into English by Robert O. Gould . - 2nd completely updated ed. Berlin : Springer, 2004
- Prince, Edward. Mathematical techniques in crystallography and material science / Edward Prince . - 2nd ed. Berlin [etc] : Springer, cop. 1994
- Prince, Edward. Mathematical techniques in crystallography and material science. 3rd ed. Berlin [etc] : Springer, cop. 2004
- Theo Hahn et al., International Tables for Crystallography □ Brief Teaching Edition of Volume A: Space Group Symmetry. 2dn. Ed. Wiley. 2010