

60456 - Cristalografía y técnicas de difracción

Información del Plan Docente

Año académico	2016/17
Centro académico	100 - Facultad de Ciencias
Titulación	543 - Máster Universitario en Química Molecular y Catálisis Homogénea
Créditos	2.0
Curso	1
Periodo de impartición	Segundo Semestre
Clase de asignatura	Optativa
Módulo	---

1. Información Básica

1.1. Recomendaciones para cursar esta asignatura

Es recomendable poseer conocimientos básicos de Química del estado sólido y de Cristalografía (simetría puntual/espacial), 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, la lectura de los textos sugeridos y el trabajo continuado facilitarán la superación de la asignatura.

1.2. Actividades y fechas clave de la asignatura

Asignatura optativa de 2 ECTS que se imparte en el segundo semestre. Toda la información sobre horarios, calendario y exámenes se publica en la web de la Facultad de Ciencias: <https://ciencias.unizar.es/calendario-y-horarios> , y en la web del Máster: <http://masterqmqmch.unizar.es> .

2. Inicio

2.1. Resultados de aprendizaje que definen la asignatura

Asimilar 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.

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.

Conocer los métodos experimentales más comunes para la realización de diagramas de difracción, tanto para muestras en polvo, como para muestras monocristalinas.

Entender las estrategias de medida adecuadas para muestras monocristalinas, que aseguren una calidad óptima para la resolución estructural a nivel molecular.

Conocer los conceptos fundamentales para la solución del problema de la fase y los procedimientos experimentales

60456 - Cristalografía y técnicas de difracción

adecuados para la determinación de estructuras moleculares a partir de datos de difracción.

Interpretar las principales características de los diagramas de difracción y evaluar la calidad de los datos obtenidos.

Procesar los datos de difracción para la obtención de la información estructural requerida, a nivel cristalino o bien a nivel molecular.

Interpretar los resultados estructurales obtenidos de los experiment

Conocer otros procesos de determinación estructural basados en la difracción de otras radiaciones distintas de los rayos X.

2.2.Introducción

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 refinado 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, ésta mostrará también las técnicas más comunes para la caracterización de muestras policristalinas y, en menor medida, para especies 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 la Catálisis.

3.Contexto y competencias

3.1.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.

La comprensión de los conceptos fundamentales asociados a las técnicas de difracción debe contribuir a la formación del alumno de manera que éste disponga de criterio autónomo para acudir a estas metodologías ante determinados problemas en el ámbito académico, o en el entorno empresarial, tanto en los laboratorios de I+D, como en los departamentos de producción y de control de calidad.

3.2.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

60456 - Cristalografía y técnicas de difracción

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.

Por otra parte, las técnicas de difracción ocupan un lugar de extraordinaria importancia en la identificación de fases cristalinas, simples o en mezclas, así como en el análisis cualitativo y cuantitativo de muestras en estado sólido, circunstancia esta que las hace de especial interés en la industria química siempre que se manejan muestras en estado sólido.

Su extraordinario potencial, tanto para muestras mono como policristalinas, su complejidad y las distintas opciones experimentales para el tratamiento de muestras, hacen que esta asignatura forme parte del módulo de *Caracterización Estructural* como asignatura independiente 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. Adicionalmente aportará conceptos básicos para el estudio de muestras policristalinas en la identificación o cuantificación de distintas fases cristalinas.

3.3.Competencias

Diseñar experimentos de difracción para la obtención de información estructural de índole molecular o cristalina, con comprensión de los equipos de medida más adecuados, sean de laboratorio o en grandes instalaciones.

Extraer de forma adecuada y con criterio la información de los datos experimentales y acometer el proceso de normalización de los datos experimentales.

Capacidad para llevar a cabo 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.

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.

Capacidad para diseñar, ante un problema que implique una muestra en estado sólido (cristalina), el mecanismo experimental más adecuado para su identificación o caracterización de la forma más detallada posible.

3.4.Importancia de los resultados de aprendizaje

Para muestras monocristalinas, 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.

En el caso de muestras policristalinas, los análisis por difracción permiten la identificación -y en determinadas circunstancias, cuantificación,- de las fases presentes en una muestra determinada, lo que puede dar luz en la comprensión de procesos reactivos que impliquen sólidos, así como servir de mecanismo de control de calidad previo o posterior al proceso químico en cuestión.

60456 - Cristalografía y técnicas de difracción

4.Evaluación

La evaluación del estudiante, en relación a los resultados de aprendizaje previstos, se realizará de modo continuo sobre la base de las siguientes actividades:

- 1.- Controles de resolución de problemas, cuestiones prácticas, ejercicios, análisis de simulaciones y otras actividades semejantes realizados a lo largo del proceso de impartición de la asignatura (30 %).
- 2.- Presentación de los resultados estructurales publicados en un trabajo reciente de interés del alumno y convenido con los profesores de la asignatura (20 %).
- 3.- Prueba escrita u oral (a decidir por los alumnos), a realizar al final de la impartición de la asignatura, consistente en la resolución de problemas y cuestiones sobre los contenidos impartidos (50 %).

Aquellos alumnos que no superen la asignatura, o desearan 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%).

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.

5.Actividades y recursos

5.1.Presentación metodológica general

El proceso de aprendizaje utilizará presentaciones en clase, previamente disponibles por lo alumnos, sobre las que los profesores disertarán planteando cuestiones diversas a los alumnos y estimulando su participación en la descripción y comprensión de los conceptos.

La distribución de las clases, desde una perspectiva clásica, se puede clasificar del modo siguiente:

- 1.- Clases teóricas interactivas (1.4 ECTS)
- 2.- Clases de resolución de problemas y seminarios (0.2 ECTS)
- 3.- 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 aportaciones sustanciales en los procesos prácticos planteados.

5.2.Actividades de aprendizaje

60456 - Cristalografía y técnicas de difracción

El programa que se ofrece al estudiante para ayudarle a lograr los resultados previstos comprende actividades de aprendizaje de distintos tipos.

Aparte de las clases interactivas con los alumnos, al comienzo del curso se incluirá la lectura de textos de adaptación curricular de aquellos alumnos que lo requiera, y el análisis, estudio y comentario posterior de textos complementarios a los conceptos desarrollados en clase, tanto de modo previo al desarrollo de los conceptos en clase (flipped classroom), como con posterioridad.

Adicionalmente se plantearán ejercicios prácticos sobre simetría espacial, evaluación de ausencias sistemáticas, red recíproca, métodos de Patterson, a trabajar en grupo por los alumnos.

El profesor realizará la resolución paso a paso de una estructura molecular en clase, a raíz de las indicaciones de los alumnos.

5.3.Programa

De acuerdo con la formación previa de los alumnos en temas relacionados con la Cristalografía (estado sólido y/o simetría) se podrá realizar pequeñas adaptaciones curriculares al programa previsto de la asignatura que se recoge a continuación:

0 .- Estructura/Propiedad: Paradigma de la Ciencia moderna - El Cristal: ¿Cómo simplificar algo complejo? - Experimentos de difracción: camino a la estructura molecular sin ambigüedades.

1 .- ¿Qué es la Cristalografía estructural?. Generalidades. Áreas de trabajo de la Cristalografía. Aplicaciones.

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

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

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

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.

6 .- El tratamiento de datos de difracción para la determinación de la estructura molecular. El refinamiento de estructuras tridimensionales. Factor de temperatura. Determinación de estructuras absolutas.

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

8 .- Experimentos de difracción sobre muestras policristalinas y parcialmente ordenadas. Diversas aplicaciones y metodologías.

9 .- Programas para la determinación estructural a partir de muestras monocristalinos: WINGX y SHELX. Pasos en un

60456 - Cristalografía y técnicas de difracción

proceso convencional de determinación estructural (trabajo práctico).

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.

5.4. Planificación y calendario

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.

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>).

5.5. Bibliografía y recursos recomendados

Bibliografía básica

- Clegg, William [et al.]. Crystal structure analysis: principles and practice. 1st ed. Oxford: Oxford University Press, 2006
- Clegg, William [et al.]. Crystal structure analysis : principles and practice. 2nd. ed. Oxford: Oxford University Press, 2009
- Massa, Werner. Crystal structure determination; translated into English by Robert O. Gould. 2nd completely updated ed. Berlin : Springer, 2004
- Hammond, Christopher. The basics of crystallography and diffraction. 4th ed. Oxford: International Union of Crystallography: Oxford University Press, 2015
- Giacovazzo, Carmelo [et al.]. Fundamentals of crystallography. Edited by C. Giacovazzo . 2nd ed. Oxford: Oxford University Press, 2002
- Giacovazzo, Carmelo [et al.]. Fundamentals of crystallography. Edited by C. Giacovazzo . 3rd ed. Oxford: Oxford University Press, 2011

Bibliografía Complementaria

- Muller, Petter [et al.]. Crystal structure refinement : a crystallographer's guide to SHELXL. Edited by Peter Müller Oxford : Oxford University Press, 2006
- Prince, Edward. Mathematical techniques in crystallography and material science. 2nd ed. Berlin. Springer, cop. 1994
- Prince, Edward. Mathematical techniques in crystallography and material science. 3rd ed. Berlin. Springer, cop. 2004
- Jenkins, Ron; Snyder, Robert L. Introduction to x-ray powder diffractometry. John Wiley & Sons, cop. 1996.
- International tables for Crystallography. Vol. A, Space- group symmetry. Edited by Theo Hahn. 2nd, rev. ed Dordrecht : International Union of Crystallography, 1989
- 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 . Brief teaching ed. 2nd rev. ed. reprint with corr. Dordrecht : International Union of Crystallography, 1989
- International tables for crystallography. Vol. A, Space- group symmetry. Edited by Theo Hahn . Brief teaching ed. 2nd rev. ed. reprint with corr. Dordrecht : International Union of Crystallography, 2010
- International Tables for Crystallography, Volume A, 5th Edition, Space-Group Symmetry. 5th. rev. ed. Wiley. 2005

Sitios Web recomendados

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

60456 - Cristalografía y técnicas de difracción