

# Caracterización estructural mediante difracción de rayos X

**Carga lectiva:** 5 créditos

**Profesores:** Jesús R. Berenguer (3 créditos)  
Elena Olmos Pérez (1 crédito)  
Larry Falvelo (1 crédito)

## Contenido

### Tema 1: Los rayos X

Los rayos X. absorción y filtrado. Selección de la radiación. Tubos de rayos X. Seguridad.

### Tema 2: Cristales, simetría y grupos espaciales

Sistema cristalino y simetría. Redes no primitivas. Grupos puntuales. Grupos espaciales. Nomenclatura

### Tema 3: La difracción de rayos X

Redes, planos e índices. La difracción de rayos X. Ley de Bragg. Red recíproca. La ley de Bragg en el espacio recíproco

### Tema 4: La toma de datos

Técnicas de película: teorías de rotación y oscilación, de Weissenberg y métodos de precesión y oscilación. Tomas de datos basados en intensidad (Difractómetros automáticos). Determinación de la simetría: Determinación de la celdilla unidad y del grupo espacial (ausencias sistemáticas).

### Tema 5: La reducción de datos, factores de estructura y síntesis de Fourier

Teoría de Lorentz y Polarización. Reducción de datos. Factor estructura. Ley de Friedel. Síntesis de Fourier. Difracción anómala y sus efectos.

### Tema 6: El Problema de la fase, métodos directos y de Patterson

El problema de la fase. Métodos directos. Métodos de Patterson.

### Tema 7: Refino y resultados

Software (Collect, Denzo y Scalepack, Wingx, DIRDIF, SHELX97, PLATON, ORTEP...). Ficheros cristalográficos. Bases de datos. Sistemas de validación de los resultados.

## Bibliografía.

- "X-ray structure determination. A practical guide." G. H. Stout, L. H. Jensen. 2ª Ed. 1989. John Wiley & sons. New York.

- “Crystallography” W. Borchardt-Ott. 2ª Ed.1995. Springer-Verlag.Berlín.
- “Crystal Structure determination” W. Clegg. 1998. Oxford Chemistry Primers, 60. Oxford University Press. Oxford.
- “Fundamentals of crystallography”. C. Giacovazzo. Ed. 2ª Ed. 2002. (International Union of Crystallography Texts on Crystallography- 7) Oxford University Press. Oxford.
- “The basics of crystallography and diffraction” C. Hammond. 1997. (International Union of Crystallography Texts on Crystallography- 3) Oxford University Press. Oxford.
- “Basic crystallography” J. –J. Rousseau.1998. John Wiley & sons. New York.
- “Crystal Structure Analysis. Principles and practice.” W. Clegg, Ed. 2001. (International Union of Crystallography Texts on Crystallography- 6) Oxford University Press. Oxford.

### **Objetivos**

El análisis estructural mediante difracción de rayos-X es una de las herramientas más potente y accesible de las que se dispone para la caracterización del estado sólido. Dado que en la Universidad del Rioja existen varios grupos que trabajan dentro del campo de la Química Molecular (compuestos orgánicos, organometálicos y de coordinación) y que en ella se dispone de un difractor de rayos-X Nonius k-CCD para difracción sobre monocristales, este curso se centra en este tipo de técnica. Así, en su parte teórica, este curso pretende que el alumno conozca y utilice los fundamentos de las técnicas de difracción, así como las cuestiones relacionadas con la simetría que conlleva la utilización de este tipo de técnicas, mientras que en la parte práctica se centra en que el alumno, al finalizar el curso, sea capaz de organizar una toma de datos para un monocristal en un difractor y de resolver su estructura a partir de las reflexiones obtenidas.

### **Metodología**

El curso consta de 50 horas que se reparten, en función de los siete temas propuestos, de la siguiente manera:

- **Tema 1.** 3 horas (incluyendo una visita al difractor para conocer su funcionamiento básico).

- **Tema 2.** 8 horas (incluyendo problemas relacionados con cuestiones de simetría y de representación de grupos espaciales)
- **Tema 3.** 5 horas.
- **Tema 4.** 6 horas (incluyendo simulaciones de organización de tomas de datos en un difractor llevado a cabo con el software Collect de Nonius y problemas de determinación de grupos espaciales mediante ausencias sistemáticas)
- **Tema 5.** 4 horas (incluyendo el manejo de los programas Denzo y Scalepack de Nonius).
- **Tema 6.** 4 horas (incluyendo problemas de resolución estructural por Patterson).
- **Tema 7.** 20 horas dedicadas al conocimiento del software para la resolución y refinamiento de las estructuras, así como para la validación y presentación de los resultados.

Las clases se llevan a cabo en un aula informática, donde cada alumno dispone de un ordenador, a partir del tema 4. En las clases teóricas se hace uso de la clase magistral participativa, combinándola con la resolución de problemas propuestos, bien por grupos o de forma individual dependiendo de la situación, en el caso de los temas 2, 4 y 6. Para los temas 4 y 5, las clases teóricas se combinan con la explicación del funcionamiento del software en el Laboratorio de Cristalografía de la Universidad de La Rioja, mientras que para el tema 7 se explica el funcionamiento de los distintos programas mientras que los alumnos van avanzando de forma personal en la resolución de las cuatro estructuras propuestas. La puesta en común de los problemas que van surgiendo sirve para ir reajustando el proceso de enseñanza al conjunto del grupo, lo que ayuda a reforzar aquellos aspectos que hayan quedado menos claros.

### **Criterios de evaluación**

La evaluación de la asignatura es continua, poniendo especial énfasis en el seguimiento del avance en la resolución de los cuatro problemas cristalográficos propuestos por parte de cada uno de los alumnos, lo que permite al profesor tener una idea clara del nivel alcanzado por cada alumno. Por todo ello, la asistencia es obligatoria.