

# Caracterización estructural por difracción de rayos x

## GUÍA DOCENTE

Curso 2011-2012

<b>Titulación:</b>	MÁSTER EN QUÍMICA AVANZADA	Código	755M		
<b>Asignatura:</b>	Caracterización estructural por difracción de rayos x	Código	755302000		
<b>Materia:</b>	Optativa				
<b>Módulo:</b>					
<b>Semestre:</b>	1º				
<b>Créditos ECTS:</b>	5	<b>Horas presenciales:</b>	55	<b>Horas de trabajo autónomo estimadas:</b>	70
<b>Idiomas en los que se imparte:</b>	Castellano				
<b>Idiomas del material de lectura o audiovisual:</b>	Castellano / Inglés				

### Departamentos responsables de la docencia:

<b>Departamento de Química</b>	Código	112			
<b>Dirección:</b>	Madre de Dios, 51	<b>Código postal:</b>	26006		
<b>Teléfono:</b>	941 299 620	<b>Fax :</b>	941 299 621	<b>Correo electrónico:</b>	dpto.quimicas@unirioja.es

### Profesores

<b>Profesor responsable de la asignatura:</b>	Jesús Rubén Berenguer Marín				
<b>Teléfono:</b>	941 299 646	<b>Correo electrónico:</b>	jesus.berenguer@unirioja.es		
<b>Despacho:</b>	1210	<b>Edificio :</b>	CCT		
<b>Horario de tutorías:</b>	lunes de 16.00 a 18.00 / miércoles de 16.00 a 18.00 /jueves de 10.00 12.00				
<b>Nombre profesor:</b>	Elena Olmos Pérez				
<b>Teléfono:</b>	941 299 648	<b>Correo electrónico:</b>	m-elena.olmos@unirioja.es		
<b>Despacho:</b>	1212	<b>Edificio :</b>	CCT		
<b>Horario de tutorías:</b>	Jueves y viernes de 9.00 a 12.00 horas				

### Descripción de contenidos:

Se pretende que el alumno acabe familiarizado con el proceso de toma de datos de la técnica de

difracción de rayos-x sobre monocristal y que sea capaz de tratar e interpretar los datos obtenidos mediante dicha técnica. Para ello, el curso está pensado de forma cronológica como si de una toma de datos y posterior resolución de los mismos se tratase, de manera que los alumnos puedan orientarse temporalmente en cada una de las labores a realizar.

#### Requisitos previos:

No hay requisitos previos, pero se aconseja conocer los fundamentos de cristalografía.

### PROGRAMA GENERAL

#### Contexto:

La difracción de rayos-x sobre muestras monocristalinas es una de las técnicas de caracterización estructural de estado sólido más potente de las que se disponen normalmente en un laboratorio de síntesis química. Además, los nuevos difractómetros hacen que esta técnica sea cada vez más asequible para su uso por aquellas personas que ya tienen unos ciertos conocimientos químicos y cristalográficos. Por ello, parece fundamental que los alumnos de un Máster en Química Avanzada sean capaces de manejar dicha técnica con una cierta soltura o, al menos, ser capaces de interpretar y resolver los datos de difracción que de ella se obtienen, aprendiendo el manejo de los últimos programas relacionados con la misma.

#### Competencias:

- Conocer los fundamentos físicos de las cuestiones de simetría relacionadas con la Química.
- Conocer los conceptos teóricos del fenómeno de la difracción de rayos-X y del tratamiento de los datos obtenidos en un experimento real de difracción de rayos-X.
- Conocer los pasos a seguir para organizar con éxito una toma de datos de difracción de rayos-X sobre monocristal.
- Ser capaz de resolver una estructura completa a partir de los datos obtenidos en un experimento de difracción de rayos-X sobre monocristal

#### Resultados del aprendizaje:

- El alumno tiene claro y conoce cuales son los sistemas cristalinos y las posibles operaciones de simetría en cristalografía. El alumno sabe aplicarlas y agruparlas (conoce y sabe operar con los grupos puntuales y espaciales).
- El alumno conoce y comprende los fundamentos de cristalografía, tales como la Ley de Bragg, el espacio recíproco o la Esfera de Ewald. Asimismo, el alumno conoce desde un punto de vista teórico el tratamiento que se debe dar a los datos obtenidos en un experimento real.
- El alumno es capaz de utilizar los fundamentos anteriores (competencias 1 y 2) para poder diseñar experimentos que conduzcan a una toma de datos cristalográficos correctos y completos.
- El alumno conoce y sabe manejar el software adecuado para tratar y resolver los datos obtenidos en un experimento real.

#### Temario:

**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. Este texto aunque ya con unos años es una excelente aproximación al proceso de toma de datos y resolución de una estructura cristalina mediante difracción de monocristal. Buena parte de la asignatura se apoya en el mismo.
- "Crystal Structure Analysis. Principles and practice." W. Clegg, Ed. 2001. (International Union of Crystallography Texts on Crystallography- 6) Oxford University Press. Oxford. Con una pretensions similares al primer libro de esta relación es un buen texto por su actualización
- "Fundamentals of crystallography". C. Giacovazzo. Ed. 2ª Ed. 2002. (International Union of Crystallography Texts on Crystallography- 7) Oxford University Press. Oxford. Texto muy eficiente en la explicación de cuestiones teóricas acerca de difracción.
- Otros textos:
- "Crystallography" W. Borchardt-Ott. 2ª Ed.1995. Springer-Verlag.Berlín.
- "Crystal Structure determination" W. Clegg. 1998. Oxford Chemistry Primers, 60. 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.

### Metodología

Modalidades organizativas:

Métodos de enseñanza:

<ul style="list-style-type: none"> <li>- MO1: Clases teóricas</li> <li>- MO2: Seminarios y talleres</li> <li>- MO3: Clases prácticas</li> <li>- MO5: Tutorías</li> <li>- MO7: Estudio y trabajo autónomo del alumno</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ME1: Lección magistral</li> <li>- ME2: Estudio de casos</li> <li>- ME3: Resolución de ejercicios y problemas</li> <li>- ME4: Aprendizaje basado en problemas</li> <li>- ME5: Aprendizaje orientado a proyectos</li> <li>- ME6: Aprendizaje cooperativo</li> </ul>
--	--

## Organización

Actividades presenciales:	Horas
- Clases teóricas	25
- Clases prácticas de aula y prácticas en laboratorio de instrumentación (aula informática)	25
- Pruebas presenciales de evaluación	5
- Otras actividades	
<b>Total horas presenciales</b>	<b>55</b>

Actividades no presenciales (trabajo autónomo):	Horas estimadas
- Estudio autónomo individual o en grupo	25
- Resolución individual de ejercicios, cuestiones u otros trabajos, actividades en biblioteca o similar	45
- Preparación en grupo de trabajos, presentaciones (orales, debates,...), actividades en biblioteca o similar	
<b>Total horas estimadas de trabajo autónomo</b>	<b>70</b>
<b>Total horas</b>	<b>125</b>

## Evaluación

Sistemas de evaluación:	% sobre total	Recuperable/No Recuperable
Evaluación continua del trabajo individual realizado por los alumnos durante las clases prácticas de aula y laboratorio (aula informática) (SE7)	20	No recuperable
Portafolio con la resolución de los problemas y cuestiones correspondientes a los temas 2, 4 y 6 y con los resultados e informes finales de las estructuras resueltas durante el curso (SE9)	25	No recuperable
Evaluación final de la capacidad de resolver estructuras mediante difracción de rayos-X a través de una prueba realizada en aula informática en la que se parte de datos reales experimentales (SE5)	55	Recuperable

### Criterios críticos para superar la asignatura:

La asistencia a clase es obligatoria.  
Ser capaz de resolver una estructura cristalina a partir de los datos de difracción

### Estudiantes a tiempo parcial:

Para los estudiantes a tiempo parcial (reconocidos como tales por la Universidad), las actividades de evaluación no recuperable podrán ser sustituidas por otras, a especificar en cada caso. Esta posibilidad se habilitará siempre y cuando la causa que le impida la realización de la actividad de evaluación programada sea la que ha llevado al reconocimiento de la dedicación a tiempo parcial.