

Materia Optativa de Grado y Postgrado | 2^{do} CUATRIMESTRE 2023

CRISTALOGRAFÍA

Fundamentos y Aplicaciones

+ Complementos de Cristalografía

Florencia Di Salvo | Sebastián Suárez

Departamento de Química Inorgánica, Analítica y Química Física, FCEN, UBA

■ **Días y Horario**

Lunes y Miércoles de 9 a 12:00 hs.

TEORICO-PROBLEMAS: Aula Seminario RFP, INQUIMAE, 3er piso (lado río)

LABORATORIO: Laboratorio de difracción de Rayos X de monocristal (T44 INQUIMAE, 3er piso (lado río))

COMIENZA: Lunes 14 de agosto

FINALIZA: Miercoles 22 de noviembre

■ **Modalidad de las clases**

Clases teóricas, de problemas y clases de laboratorio

CLASES TEORICAS: presentaciones de powerpoint

CLASES de PROBLEMAS: guías de ejercicios

CLASES DE LABORATORIO: guías de laboratorio

■ Cronograma

CFyA

Lunes	Miércoles
14/8	16/8
INICIO MODULO 1 , generalidades del curso Introducción histórica de la difracción la y Cristalografía Interacciones Químicas	Sólidos Cristalinos – Ejemplos prácticos Ingeniería Cristalina: Polimorfos, Solvatos, hidratos, Co-cristales y Sales
21/8	23/8
FERIADO	Introducción al uso del programa Mercury – visualización de interacciones, análisis de fases cristalinas, análisis de propiedades. Problemas: Guía Interacciones y Cristaliz
28/8	30/8
Cristalización y Crecimiento de Cristales	TP1: Cristalización y crecimiento cristalino
4/9	6/9
Simetría en Cristales I: Elementos y Operaciones de simetría puntuales	Simetría en Cristales II: El estado cristalino, redes y celdas elementales. Problemas: Guía Simetría
11/9	13/9
Direcciones y planos cristalográficos. Problemas: Guía de Redes Cristalinas	Difracción, Dispersión de Ondas. Red Recíproca, extinciones sistemáticas, factor de estructura y factor atómico.
18/9	20/9
TP2: Difracción Problemas: Guía Difracción.	Difracción, Esfera de Ewald. Generación de rayos X,
25/9	27/9
Problema de las Fases, Resolución de estructuras cristalinas, Refinamiento de estructuras cristalinas	TP3: Resolución y refinamiento de estructuras cristalinas , utilización de software WinGX y Olex2 Problemas: Guía Resolución y Refinamiento

CC

Lunes	Miércoles
Análisis de resultados, evaluación de la calidad de los datos reportados. Validación	INICIO MODULO 2 , Aplicaciones 1: Difracción de rayos X de polvos. Análisis de Materiales, Uso de Base de Datos.
9/10	11/10
Aplicaciones 2: Cristalografía de Proteínas.	Introducción a Técnicas Calorimétricas
16/10	18/10
FERIADO	Espectroscopia IR y Raman
23/10	25/10
Casos de Estudio: ejemplos de aplicación de la Ingeniería Cristalina/Química Estructural	Introducción a la microscopia óptica. Análisis de material cristalino y manipulación de cristales. Adquisición de Datos DRX monocristal
30/10	1/11
TP4: Microscopia , Análisis de material cristalino TP5: Adquisición datos en DRX Monocristal y Polvo	TP6 - Búsqueda en Base de Datos CSD Análisis en Mercury
6/11	8/11
Repaso General	CONSULTAS PARA EL PARCIAL
13/11	15/11
Parcial escrito MODULO 1 y MODULO 2	CONSULTAS y ARMADO DE LA PRESENTACION
20/11	22/11
FERIADO	Presentación oral de datos experimentales (grupal)

■ Contactos y material de la materia

Florencia Di Salvo: flor@qi.fcen.uba.ar

Sebastián Suárez: seba@qi.fcen.uba.ar

Guías, clases teórica y de laboratorio: <http://cristalografia.qi.fcen.uba.ar/>

Material adicional (papers, libros y programas): carpeta de DROPBOX compartida

■ Programa

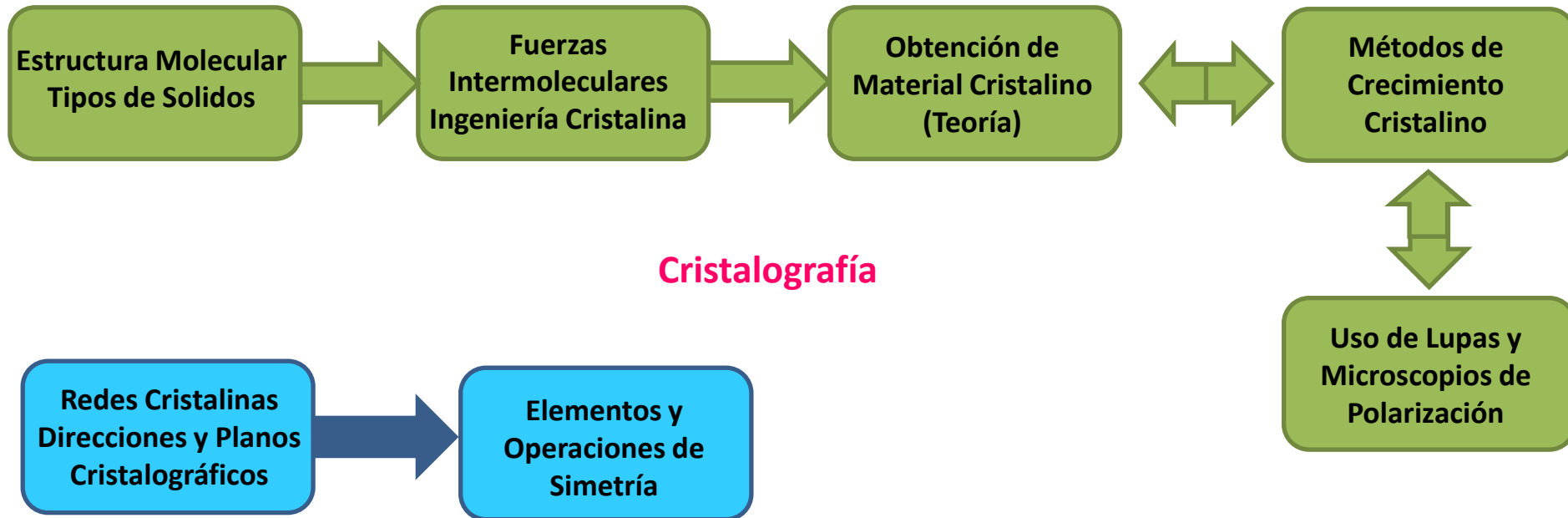
1. Estructura molecular. Tipos de sólidos. Interacciones intermoleculares. Redes cristalinas, elementos y operaciones de simetría en sólidos cristalinos.
2. Obtención y análisis estructural de sólidos cristalinos: Cristalización y Crecimiento cristalino. Propiedades diferenciales de los sólidos cristalinos: Ingeniería Cristalina de Polimorfos, Solvatos, Cocristales y Sales.
3. Técnicas de caracterización de sólidos cristalinos: Difracción de Rayos X de monocristal

■ Regimen de aprobación

Parcial teórico práctico
Informes para completar y entregar

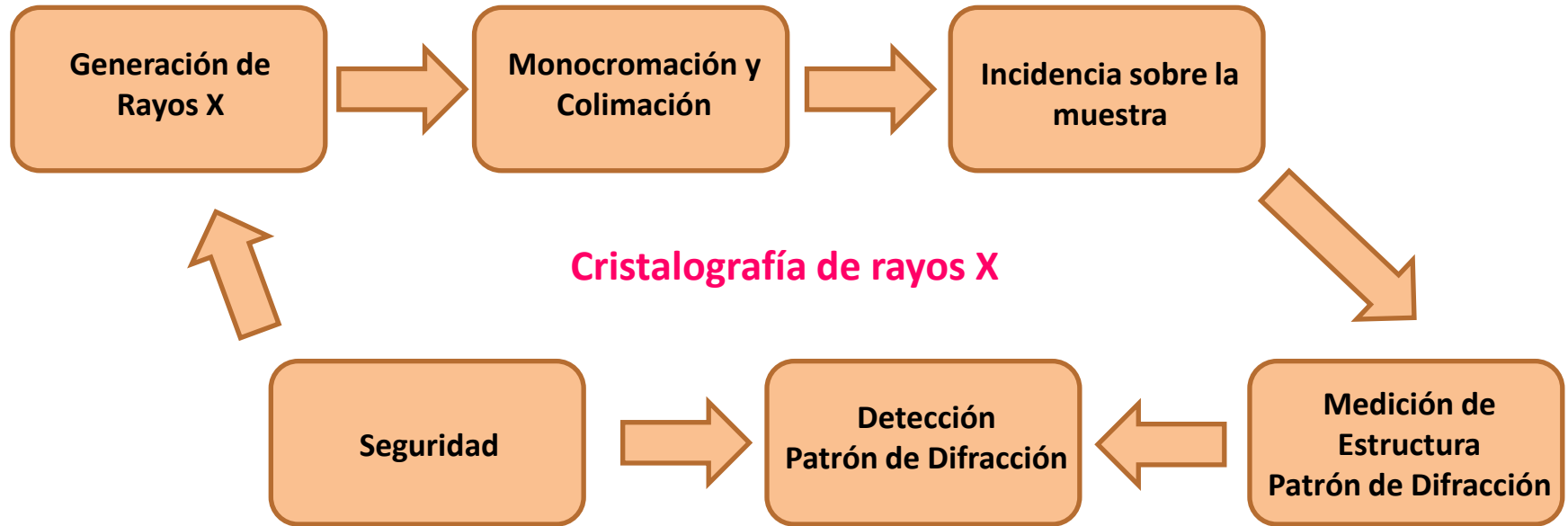
Presentación oral grupal de datos
experimentales

■ Objetivos y metas



- Dotar de los conocimientos y herramientas básicas requeridas para la obtención de sólidos cristalinos
- Que el estudiante adquiera conocimientos básicos sobre cristalografía
- Introducir la problemática de la obtención de cristales

■ Objetivos y metas

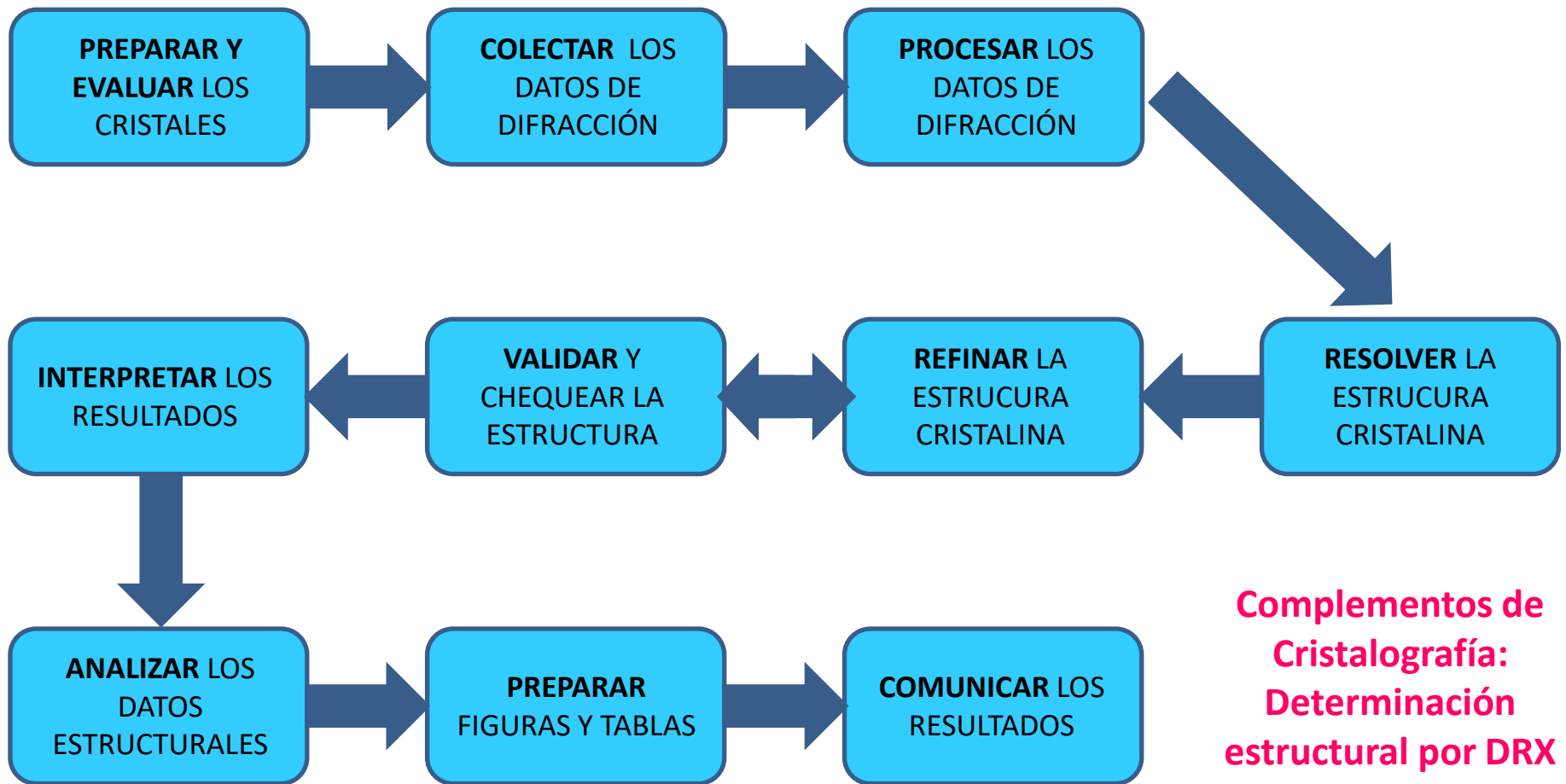


■ Aplicaciones y derivaciones de los contenidos:

Difracción de rayos X de monocristal de proteínas

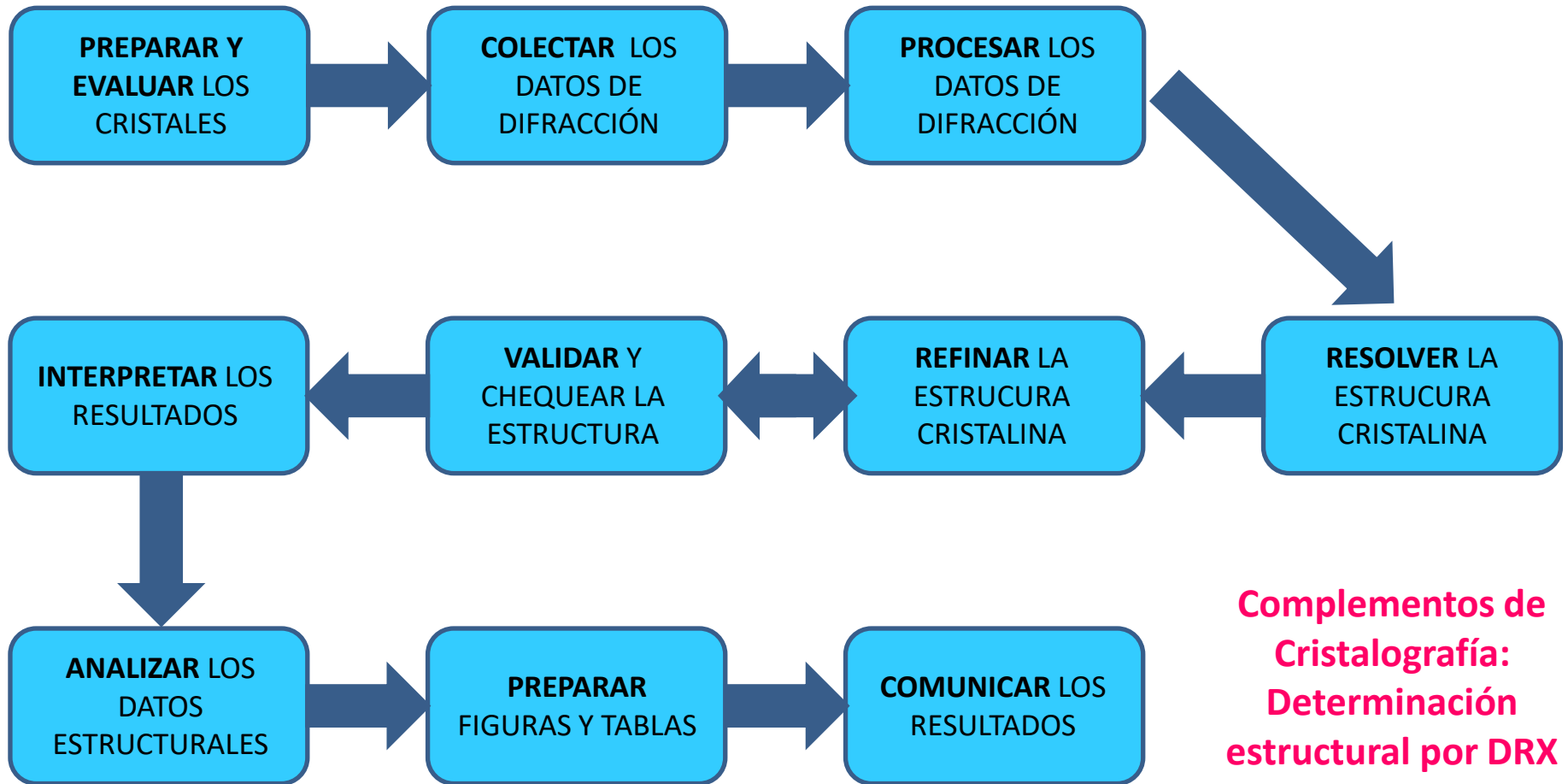
Difracción de rayos X de polvos aplicado a materiales

■ Objetivos y metas



**Complementos de
Cristalografía:
Determinación
estructural por DRX
monocristal**

■ Objetivos y metas



**Complementos de
Cristalografía:
Determinación
estructural por DRX
monocristal**

- Marco teórico para encarar el esquema “práctico” propuesto
- Cristalografía y la difracción de rayos X de monocristales de moléculas pequeñas.

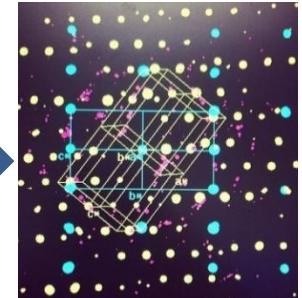
Objetivos y metas



PREPARAR Y EVALUAR LOS CRISTALES



COLECTAR LOS DATOS DE DIFRACCIÓN



PROCESAR LOS DATOS DE DIFRACCIÓN

PYASP
C:\Users\Flor\Documents\TRAB..._JOIDA...SIDR\XIPyAsp\PYASP.ins P2₁

C10H12N2O4

a = 5.3011(4) α = 90° Z = 2
b = 9.0784(7) β = 92.245(6)° Z' = 1 R_t: **4.46%**
c = 10.6877(7) γ = 90° V = 512.99(7)

θ min (Mo) 0.74 I₀ 13.6 R_{int} 2.13% complete 58%
Shift 0.008 Max Peak 0.1 Min Peak -0.2 Goof 1.022 0(1)

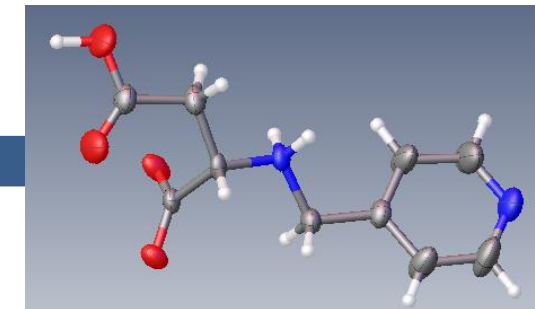
PYASP
C:\Users\Flor\Documents\TRAB..._JOIDA...SIDR\XIPyAsp\PYASP.ins P2₁

C10H12N2O4

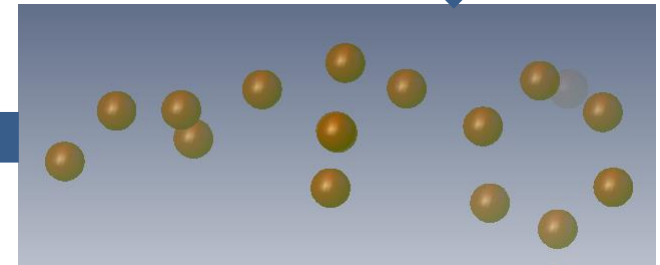
a = 5.3011(4) α = 90° Z = 2
b = 9.0784(7) β = 92.245(6)° Z' = 1 R_t: **4.25%**
c = 10.6877(7) γ = 90° V = 512.99(7)

θ min (Mo) 0.74 I₀ 13.6 R_{int} 2.13% complete 58%
Shift 0.000 Max Peak 0.1 Min Peak -0.2 Goof 1.021 0(1)

VALIDAR Y CHEQUEAR LA ESTRUCTURA



REFINAR LA ESTRUCTURA CRISTALINA



RESOLVER LA ESTRUCTURA CRISTALINA

INTERPRETAR LOS RESULTADOS

ANALIZAR LOS DATOS ESTRUCTURALES

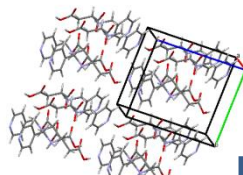
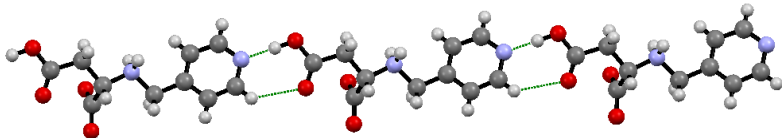


Table 4 Bond Lengths for PYASP.

Atom	Atom	Length/Å	Atom	Atom	Length/Å
C4	C12	1.516 (4)	C9	N3	1.490 (4)
C4	N3	1.503 (3)	C10	C12	1.512 (4)
C4	C3	1.542 (4)	C10	O0AA	1.296 (5)
N5	C14	1.318 (6)	C10	O1AA	1.192 (5)
N5	C15	1.316 (6)	C13	C14	1.378 (5)
C8	C9	1.509 (4)	C15	C16	1.380 (5)
C8	C13	1.378 (5)	O1	C3	1.255 (4)
C8	C16	1.368 (5)	O2	C3	1.236 (4)

PREPARAR FIGURAS Y TABLAS

```

@_cif_name
file Edit View Help
data_pypsp
  _audit_creation_date 2016-09-27
  _audit_creation_method
  _
  _file_name
  _
  _publ_contact_author_address
  ?
  _publ_contact_author_email
  ?
  _publ_contact_author_orcid
  ?
  _publ_contact_author_name
  ?
  _publ_contact_author_phone
  ?
  _publ_section_references
  ?
  Bourhis, L.J., Dolomanov, O.V., Gilhe, R.J., Howard, J.A.K., Puschmann, H. (2015). Acta Cryst. A71, 50-75.
  Dolomanov, O.V., Bourhis, L.J., Gilhe, R.J., Howard, J.A.K. & Puschmann, H. (2009). J. Appl. Cryst. 42, 339-341.
  Sheldrick, G.M. (2015). Acta Cryst. C71, 3-8.
  _
  _chemical_name_common
  ?
  _chemical_name_systematic
  ?
  _chemical_formula_moiety
  'C10 H12 N2 O4'
  _chemical_formula_sum
  'C10 H12 N2 O4'
  _chemical_formula_weight
  224.22
  _chemical_absolute_configuration
  ?
  _chemical_merging_strategy
  ?
  _chemical_name_full
  'C10 H12 N2 O4'
  loop
    _atom_type_symbol
    _atom_type_description
    _atom_type_crystal_disorder_real
    _atom_type_crystal_disorder_imag
    _atom_type_crystal_source
  
```

Archivo cif

COMUNICAR LOS RESULTADOS