



UNIVERSIDAD DE BUENOS AIRES
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES

22
Dra. O.B. de Mandirola
Prof. Asoc.

SEMINARIO INTERNO DE CRISTALOGRAFIA

(AÑO 1977.)

DIRECCION: Dra. Olga Brioux de MANDIROLA

TEMARIO

Difracción de Rayos X: consideraciones generales, generación de rayos X. cristales, sistemas cristalinos, Redes de Bravais. Difracción de rayos X y determinación de constantes de cristales únicos. Determinación de las Redes de Bravais. Determinación de la estructura del Cl Na.

Difracción de rayos X: Determinación de simetría molecular: elementos de simetría que implican translación, ausencias sistemáticas debido a las operaciones traslacionales. Grupos espaciales. Determinación de grupos espaciales. Determinación de simetría molecular. Determinación de longitudes de unión a partir de las dimensiones de la celda unitaria.

Difracción de rayos X: Determinación de parámetros moleculares: introducción medidas de intensidades. Factor de estructura geométrica. Series de Fourier. Factor de temperatura. Refinamiento del proceso de Fourier. Estructura cristalina de la S-tetrazina. Otros ejemplos. Limitaciones.

Propiedades de los rayos X y sus mediciones: Espectro de rayos X de un elemento. Espectro continuo de rayos X. La absorción de rayos X. Fluorescencia secundaria y rayos X dispersados. Refracción de rayos X. Monocromatización de rayos X. Efectos fotográficos de rayos X.

La intensidad de difracción. Cristales perfectos e imperfectos. Extinción primaria y secundaria. Intensidades absolutas y relativas. Factores que afectan la intensidad de difracción. Factor de polarización.

Planos-Redes-Indices: Indices (notaciones). Indices de Miller. Red recíproca. Interpretación de la ley de Bragg en el espacio recíproco. Desarrollo vectorial de la red recíproca.

Olga Brioux de Mandirola

...///...



UNIVERSIDAD DE BUENOS AIRES

FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES

DECANATO

...///...

Operaciones Simétricas y Grupos espaciales: Sistemas cristalinos y simetría. Grupos puntuales. Grupos espaciales. Red recíproca. Intensidad pesada.

Teoría de rotación y oscilación: Coordenadas cilíndricas. Indexado de las fotografías de un cristal rotatorio. Operaciones trigonométricas expresadas en las coordenadas cilíndricas de la red recíproca. Transformación de las coordenadas de la red recíproca a coordenadas del film y viceversa. Cartas de Bernal- Curvas a constantes. Capas lineales de las fotografías. Determinación de las dimensiones de las celdas unitarias. Indexado de las fotografías del cristal rotatorio, indeterminaciones. Parte experimental. Fotog. de Oscilación.

Técnicas de Polvo: (Método Debye-Sherrer). Descripción de la cámara. Geometría. Alineamiento de la cámara. Preparación y montaje de la muestra. Exposición.

Método de Parafocusing: Técnicas de diafragma monocromático. Métodos de reflexión hacia adelante y hacia atrás.

Técnicas espectrométricas de polvo: Descripción del espectrómetro con contador Geiger. Efectos de los factores del instrumental sobre los perfiles y posiciones de los máximos de difracción. Condiciones experimentales. Tubos de Geiger Müller para detección de los rayos X. Circuito del espectrómetro. Método operativo. Calibración y ajuste. Preparación de las muestras. Recuento. Registro.

Interpretación de los datos de difracción de polvo: Mediciones precisas de la fotografía de polvo. Determinación de los espaciamentos interplanares. Patrones de Pinhole monocromático (film Plano). Indexado para sistemas cúbicos y para sistemas no cúbicos. Determinación del tipo de red.

Medidas de intensidades: Estimación visual. Técnicas fotométricas. Mediciones de intensidad. Escalas absolutas. Dispersión especial y efectos de difracción. Fondo continuo. Discontinuidades por absorción. Radiación secundaria fluorescente. Desdoblamiento de líneas a ángulos pequeños. Líneas aparentes. Scattering especial y efectos de difracción. Análisis cualitativos. Fuentes de error (error de radio) medidas y cálculos en un film ejemplo.

Método del Film deslizante: Método de Weissenberg. Relación entre Weissenberg y las fotografías de rotación. Ubicación de las manchas fotográficas en las capas.

...///...



UNIVERSIDAD DE BUENOS AIRES
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES

DECANATO

...///...

Método de Weissenberg con haz normal: Desarrollo de una reflexión. Reconstrucción gráfica de la red recíproca. Método de Schieders. Relación entre las coordenadas cilíndricas y las coordenadas de reflexión. Formas de las hileras de la red recíproca en el haz normal de las fotografías de Weissenberg.

Método de igual inclinación de Weissenberg: Transformación de las posiciones del film a coordenadas polares. Proyección de la red recíproca de Weissenberg Indexado con ayuda de las hileras de la red. Dispositivos de rotación del cristal. Pantallas. Cámaras.

Técnicas del film deslizante: Fotografías tomadas con el haz de rayos X inclinado con respecto a las capas de la red recíproca. Relaciones de reflexión. Casos especiales y generales.

Teoría e interpretación de las proyecciones de la red recíproca: Grupo puntual. reconocimiento en las fotografías de Weissenberg. Distribución de los grupos puntuales dentro de los grupos espaciales. Tipos de redes espaciales. Redes planas. Proyecciones de las redes planas de Weissenberg. Relaciones recíprocas. Interpretación de las celdas de Bravais. Grupo espacial, notaciones. Determinación de grupos espaciales.

BIBLIOGRAFIA

M. J. BUERGER: "X ray- Crystallography" - New York: John Wiley & Sons, Inc./London: Chapman & Hall, Limited.--

George H. STOUT-LYLE H. JENSEN: "Xray Structure Determination" - The Mac Millan Company, 1968.--

Harold P. KLUG-LEROY E. ALEXANDER: "X ray Diffraction Procedures" - John Wiley & Sons Inc. Third printing, July 1962.--

P. J. WHEATLEY: "The Determination of Molecular Structure" - Oxford University Press- 1960.--

Alfredo J. Possiboni

[Handwritten signature]

Dra. J. F. POSSIBONI de ALBINATI
DIRECTORA DEL DPTO. DE
QUÍMICA INORGÁNICA ANALÍTICA

Aprobado por Resol. 10/62