



FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES
UNIVERSIDAD DE BUENOS AIRES



Departamento de Química Inorgánica, Analítica y Química Física

CARRERA: Doctorado / Posgrado

CUATRIMESTRE: Segundo

AÑO: 2018

CODIGO DE CARRERA: 51

MATERIA: COMPLEMENTOS DE CRISTALOGRAFÍA: RESOLUCIÓN ESTRUCTURAL DE PEQUEÑAS MOLÉCULAS POR DRX DE MONOCRISTAL

CODIGO:

PUNTAJE: 2 (dos)

DURACIÓN: bimestral

HORAS DE CLASE SEMANAL:

- Teóricas: 4 hs
- Prácticas/Laboratorio: 4hs

TOTAL: 8hs

CARGA HORARIA TOTAL: 64hs

CONDICIONES DE INGRESO: Lic. en Ciencias Químicas, Físicas, Geológicas, Biológicas.

FORMA DE EVALUACIÓN: promocional con 7 puntos (presentación oral y entrega de un informe de lo actuado en el laboratorio)

DOCENTES RESPONSABLES: Dres. Fabio Doctorovich, Florencia Di Salvo y Sebastián Suárez

PROGRAMA ANALÍTICO:

Objetivos

- Profundizar los conocimientos básicos e incorporar contenidos avanzados sobre técnicas de difracción de rayos X de monocristal de molécula pequeña.
- Llevar a cabo la determinación estructural a través de resolución y posterior refinamiento de datos cristalográficos.
- Abordar temas vinculados a problemas más complejos de la resolución estructural de moléculas pequeñas, como twining, determinación de muestras sensibles e inestables y desorden, entre otros.
- Aprender a realizar búsquedas en la base de datos de la CSD (cuenta con más de 850 mil estructuras) y utilizar dichos resultados para analizar distintos tipos de interacciones intra e intermoleculares.
- Elaborar reportes y archivos para la publicación de estructuras cristalinas.


Dr. Mario Negri
DIRECTOR
DEPTO. QUIMICA INORGANICA
ANALITICA y QUIMICA FISICA

CC-1/3



PROGRAMA

Unidad 1: Preparación y manipulación de muestras

Introducción al uso de lupas y microscopios de polarización. Interacción de la luz polarizada con la materia. Manipulación y clasificación de material cristalino.
Preparación de muestras cristalinas.

Unidad 2: Adquisición de datos

Adquisición de datos mediante la técnica de difracción de rayos X de monocristal.

Montado de cristales en el difractor

Realización de pre experimentos y evaluación de la calidad de la muestra. Diseño de estrategias de medición.

Evaluar las variables disponibles para la realización del experimento.

Procesamiento de datos adquiridos: utilización del programa Crysalis

Evaluación de los datos adquiridos (patrón de difracción)

Unidad 3: Resolución de estructuras cristalinas

Métodos en el espacio directo. Ensayo y error.

Métodos en el espacio recíproco

Métodos de átomo pesado, función de Patterson, reemplazo isomorfo.

Métodos directos: multisolución y adición simbólica.

Métodos de Fourier

Charge Flipping

Cálculo de la densidad electrónica, síntesis de Fourier, síntesis de Fourier diferencias.

Resolución de estructuras cristalinas medidas en la Unidad 2

Utilización de programas específicos: ShelXS, SIR2014, Olex 2.0 y WinGX

Unidad 4: Refinamiento de estructuras cristalinas

Aplicación de Cuadrados Mínimos

Resolución de estructuras cristalinas resueltas en la Unidad 3

Ley de Twins. Resolución de twins

Utilización de programas específicos: ShelXL, Olex 2.0 y WinGX.

Abordaje de problemas más complejos (solventes, huecos/porros, desorden, etc)

Unidad 5: Análisis de Resultados

Resultados directos y derivados

Evaluación de la calidad de los datos reportados.

Análisis de la estructura supramolecular y el empaquetamiento cristalino.

Elaboración de reportes cristalográficos y archivos cif.

Utilización de programas específicos para análisis gráficos y generales: PLATON, PubCIF, Olex 2.0 y Mercury

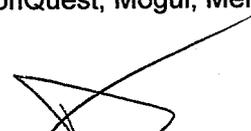
Unidad 6: Bases de datos cristalográficos

Búsqueda de estructuras y análisis de parámetros representativos de más de 850 mil moléculas.

Análisis molecular y supramolecular.

Utilización de programas específicos: Base Datos CSD, ConQuest, Mogul, Mercury

CC-2/3


Dr. Martín Negri
DIRECTOR
DEPTO. QUÍMICA INORGÁNICA
ANALÍTICA Y QUÍMICA FÍSICA



FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES
UNIVERSIDAD DE BUENOS AIRES



Departamento de Química Inorgánica, Analítica y Química Física

BIBLIOGRAFÍA:

- (1) Cambridge Crystallographic Data Center - Single Crystal Data Base.
- (2) International Center for Diffraction Data - Powder Data Base.
- (3) International Tables of X-Ray Crystallography. Current Volumes in Hunter's Office and/or X-Ray Lab. Old Edition: QD 945.L55 1965 V.1 V.2 V.3
- (4) A. Guinier, "X-ray Diffraction in Crystals, Imperfect Crystals, and Amorphous Bodies", 1963, W. H. Freeman, San Francisco. QD 945.G943
- (5) G. Rhodes, "Crystallography Made Crystal Clear: A Guide for Users of Macromolecular Models", 1993, Academic Press, San Diego. QP 551.R48 1993
- (6) H. Lipson, "Crystals and X-rays", 1970, Wykeham, London. QD 945.L522
- (7) H. Lipson, "Interpretation of X-ray Powder Diffraction Patterns", 1970, St. Martin's Press, NY. QD 945.L52
- (8) H. W. Wyckoff, C. H. W. Hirs, and Serge N. Timasheff, "Diffraction Methods for Biological Macromolecules/Part A", 1985, Academic Press, Orlando, FL. QP 601.M49 vol. 114
- (9) H. W. Wyckoff, C. H. W. Hirs, and Serge N. Timasheff, "Diffraction Methods for Biological Macromolecules/Part B" 1985, Academic Press, Orlando, FL. QP 601.M49 vol. 115.
- (10) I. Hargittai and M. Hargittai, "Symmetry Through the Eyes of a Chemist", 1995, Plenum, NY. QD 461.H268 1995
- (11) J. P. Glusker, M Lewis, and M. Rossi, "Crystal Structure Analysis for Chemists and Biologists", 1994, VCH, NY. QD 945.G583 1994
- (12) M. C. F. Ladd and R. A. Palmer, "Structure Determination by X-Ray Diffraction", 3rd Edition, 1993, Plenum, NY. [1st edition: QD 945.L32 (1977). 2nd edition: QD 945.L32 1985.]
- (13) M. M. Woolfson, "An Introduction to X-ray Crystallography", 1970, Cambridge University Press, Cambridge. QD 945.W58
- (14) R. Jenkins and R. Snyder, "Introduction to X-Ray Powder Diffractometry", 1993, Wiley, NY. QD 482.D5 J46 1996.

Dr. María Ingrid
DIRECTOR
DEPTO. QUIMICA INORGANICA
ANALITICA y QUIMICA FISICA