

Prácticas de laboratorio de cristalografía química y de materiales II

**MÁSTER UNIVERSITARIO EN CRISTALOGRAFÍA Y
CRISTALIZACIÓN**

UNIVERSIDAD INTERNACIONAL MENÉNDEZ PELAYO

Este documento puede utilizarse como documentación de referencia de esta asignatura para la solicitud de reconocimiento de créditos en otros estudios. Para su plena validez debe estar sellado por la Secretaría de Estudiantes UIMP.



DATOS GENERALES

Breve descripción

El **Módulo II - Investigación tutelada**, del que forma parte esta asignatura, consiste en la realización de un período de prácticas en un laboratorio de Cristalización/Cristalografía cuya experiencia y líneas de trabajo se adecuen a los intereses temáticos del alumno. Se han definido cinco líneas temáticas y, dentro de ellas, varios laboratorios elegibles:

- Prácticas de laboratorio de cristalización I y II
- Prácticas de laboratorio de cristalografía química y de materiales I y II
- Prácticas de laboratorio de cristalografía molecular I y II
- Prácticas de laboratorio de cristalografía fundamental y cálculo cristalográfico I y II
- Prácticas de laboratorio de cristalografía en grandes instalaciones I y II

Las actividades de cada una de estas asignaturas se desarrollan durante un mes de estancia en el laboratorio seleccionado y corresponde a 7 ECTS. Cada línea temática ofrece dos asignaturas (numeradas I y II) correspondientes a estancias de "iniciación" y "avanzada" en cada laboratorio. Los alumnos deben seleccionar dos asignaturas de este módulo para completar los 14 créditos requeridos, pudiendo ser estas dos "iniciaciones" o una "iniciación" y la "avanzada" correspondiente. Durante su estancia en el laboratorio seleccionado, los estudiantes iniciarán el trabajo experimental necesario para la realización de su Trabajo de fin de Máster. La selección de optativas del Módulo II debe ser aprobada por el Coordinador Académico del Máster tras comprobar la coherencia de la selección realizada por el alumno dentro de este Módulo y con respecto a las optativas seleccionadas en el Módulo III.

El acceso a grandes instalaciones científicas lleva aparejado un proceso de acreditación y formación en seguridad radiológica. El acceso a generadores de neutrones está prohibido a embarazadas. El acceso a instalaciones de radiación sincrotrón está prohibido a usuarios de marcapasos. Todos estos hechos se harán constar en la documentación impresa y *on-line* del Máster y se comunicarán personalmente a los alumnos matriculados.

El objetivo de las asignaturas de **Prácticas de laboratorio de cristalografía química y de materiales I y II** es dotar al alumno de una experiencia práctica básica en el estudio estructural por difracción de muestras monocristalinas de sustancias moleculares de tamaño medio o pequeño, así como de sustancias inorgánicas clásicas. El alumno realizará personalmente, con acceso directo a los equipos de medida, todas las tareas típicas de un proyecto de análisis estructural bajo la supervisión de sus profesores tutores.

Superada la asignatura, el alumno, usando las destrezas y conocimientos prácticos acumulados, debería estar en condiciones de:

- Diseñar un experimento de cristalización acorde con las características químicas de una nueva sustancia para la obtención de monocristales.
- Realizar la selección de las muestras más idóneas para la medida de difracción, así como verificar su montaje experimental más adecuado, salvaguardando la naturaleza cristalina de la muestra.
- Configurar las condiciones óptimas para la toma de datos de difracción, realizando la elección de radiación e intervalos angulares de medida, las condiciones de temperatura necesarias, así como la puesta a punto de generador, goniómetro y detector.
- Realizar la corrección de los datos obtenidos y su integración previa a la resolución de la estructura.
- Ejecutar los cálculos para la solución y refinamiento de la estructura medida, eligiendo la secuencia de programas más adecuada en función de las peculiaridades de los datos obtenidos.
- Valorar la información estructural obtenida y realizar la representación más oportuna de aquellos aspectos estructurales más destacados. Sopesar la posibilidad de emplear otras técnicas de caracterización estructural o espectroscópicas para completar la identificación de la muestra estudiada.
- Utilizar las bases de datos estructurales adecuadas para contextualizar la información estructural obtenida, tanto a nivel molecular como supramolecular.

Título asignatura

Prácticas de laboratorio de cristalografía química y de materiales II

Código asignatura

101166

Curso académico

2016-17

Planes donde se imparte

[MÁSTER UNIVERSITARIO EN CRISTALOGRAFÍA Y CRISTALIZACIÓN](#)

Créditos ECTS

7

Carácter de la asignatura

OPTATIVA

Duración

Anual

Idioma

Inglés

CONTENIDOS

Contenidos

Se describen a continuación los contenidos comunes a las asignaturas de Prácticas de laboratorio de cristalografía química y de materiales I y II y específicos a cada uno de los laboratorios:

Contenidos comunes

Preparación, manipulación y montaje de muestras cristalinas, diseño de experimentos de difracción para la obtención de datos estructurales, resolución y refinado de la estructura, valoración crítica de la calidad del modelo estructural, preparación de tablas e ilustraciones y caracterización de las propiedades físicas de los cristales (en laboratorios de materiales) o de la relación estructura-características químicas (en el caso de laboratorios químicos).

Contenidos específicos

1) Departamento de Química Inorgánica, Universidad de Alcalá de Henares

- Tratamiento y resolución de cristales organometálicos inestables.
- Técnicas de síntesis y cristalización en atmósfera inerte. Tratamiento y montaje de cristales en atmósfera inerte.
- Análisis de enlaces.

2) Laboratorio de Cristalografía del Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid (CSIC)

- Síntesis y crecimiento de cristales y determinación estructural de materiales microporosos.
- Resolución de la estructura tridimensional aplicando el método de reemplazo molecular.

3) Laboratorio de Rayos X y Materiales Moleculares de la Universidad de La Laguna

- Materiales moleculares multifuncionales.
- Técnicas de crecimiento cristalino en materiales moleculares.
- Caracterización de propiedades magnéticas. Caracterización multifuncional.

4) Grupo de Análisis Estructural del Instituto de Ciencia de Materiales de Aragón (CSIC)

- Cristalografía Química (aplicada a compuestos moleculares).
- Sistemas de preparación de monocristales con o sin atmósfera inerte.
- Manejo de los sistemas de baja temperatura de nitrógeno y helio.

5) Laboratorio de Cristalografía de la Universidad de Oviedo

- Cristalografía de materiales.
- Instrumentación cristalográfica.
- Determinación estructural mediante difracción de polvo (Método de Rietveld).

6) Instituto de Investigaciones Químicas de Cataluña (ICIQ, Tarragona)

- Cristalización y resolución de estructuras orgánicas y organometálicas.
- Materiales para catálisis.
- Química supramolecular.
- Energías renovables.

7) Departamento de Ciencia Química y Ambiental, Università dell'Insubria (Como, Italia)

- Cristalografía química.
- Química de la coordinación y organometálica.
- Métodos combinados de difracción de monocristal y polvo usando rayos X y neutrones.

8) Departamento de Química Inorgánica (Farmacia) de la Universidad de Granada

- Estructura de compuestos farmacológicos.
- Preparación y estudio de compuestos antitumorales.

- Coordinación en derivados de aminoácidos.
- Interacciones de apilamiento.

9) Departamento de Química Inorgánica Cristalografía y Mineralogía de la Universidad de Málaga

- Métodos de difracción de polvo para estudio de materiales, resolución estructural mediante métodos de Rietveld.
- Materiales de ingeniería. Materiales porosos.

10) Departamento de Química Inorgánica de la Universidad de Sevilla

- Fisicoquímica de medios condensados.
- Interacciones moleculares.
- Espectroscopías de Absorción X.
- Métodos de simulación.

11) Instituto de Ciencia de Materiales de Sevilla (CSIC)

- Preparación y caracterización de materiales.
- Capas delgadas, nanomateriales, relaciones síntesis-microestructura-propiedades.

COMPETENCIAS

Generales

- CG1.- Capacidad de análisis y síntesis
- CG2.- Resolución de problemas
- CG3.- Trabajo en un equipo de carácter interdisciplinario
- CG4.- Trabajo en un contexto internacional
- CG5.- Aprendizaje y trabajo autónomos
- CG6.- Capacidad de aplicar los conocimientos teóricos en la práctica
- CG7.- Capacidad de elaboración y transmisión de ideas, proyectos, informes, soluciones y problemas
- CG8.- Capacidad de organización y planificación
- CG9.- Capacidad de entender el lenguaje y propuestas de otros especialistas

Transversales

- CT1.- Comunicación oral y escrita
- CT3.- Capacidad de gestión de la información
- CT4.- Habilidades en las relaciones interpersonales
- CT5.- Trabajo en equipo
- CT6.- Razonamiento crítico
- CT7.- Creatividad
- CT8.- Uso de Internet como medio de comunicación y fuente de información

Específicas

- CE4.- Entender y valorar artículos científico-técnicos de revistas especializadas en cristalografía y cristalización
- CE8.- Ser capaz de definir experimentos optimizados de difracción y metodologías óptimas de recogida y proceso de datos

CE9.- Ser capaz de valorar críticamente un experimento de difracción, la utilidad de los datos obtenidos y las limitaciones de los mismos

CE11.- Ser capaz de usar de forma autónoma el software requerido para la resolución y refinamiento de estructuras cristalinas

CE12.- Ser capaz de evaluar de forma crítica la calidad de los datos estructurales y los indicadores estadísticos de calidad asociados a la estructura resuelta

CE13.- Comprender y saber aplicar los fundamentos subyacentes a los diferentes métodos de resolución estructural

CE17.- Saber organizar grupos de trabajo (y participar ellos) para la realización de experimentos complejos

CE20.- Ser capaz de realizar estudios estadísticos de interacciones débiles

CE21.- Ser capaz de diseñar sistemas con posibilidades de presentar interacciones específicas

CE23.- Ser capaz de combinar datos procedentes de diferentes equipos experimentales

CE26.- Saber interpretar los resultados del análisis de la densidad de carga

CE34.- Comprender los fundamentos metodológicos del refinamiento de Rietveld y saber utilizar los programas que lo implementan

PLAN DE APRENDIZAJE

Actividades formativas

AF1.- Clases presenciales activas: Combinación de teoría, problemas cortos, preguntas y discusión con los alumnos.

AF4.- Seminarios.

AF5.- Prácticas de computación y bases de datos.

AF6.- Tutoría individual o grupal.

AF7.- Evaluación.

AF8.- Clases prácticas en laboratorio.

AF9.- Planificación, realización y análisis de experimentos (tutelada).

AF10.- Trabajo autónomo.

AF12.- Trabajo en grupo.

Resultados de aprendizaje

La formación práctica que se propone en el Módulo II - Investigación tutelada, del que forma parte esta asignatura, debe basarse en unos conocimientos teóricos adquiridos con anterioridad en el Módulo I, que permitan que el alumno pueda plantearse un problema y proponer soluciones sirviéndose de una serie de instrumentos experimentales, de cálculo y bibliográficos, utilizando una metodología adecuada, todo ello bajo la tutela y supervisión del profesorado de prácticas y con la ayuda del personal científico y técnico del grupo de investigación.

Los objetivos de aprendizaje transversales propuestos son que el alumno:

- Desarrolle las competencias necesarias para incorporarse a un grupo de trabajo multidisciplinar (sobre todo habilidades personales, de trabajo en equipo y de comunicación).
- Adquiera destrezas transversales como aprender a utilizar información científica, presentar resultados, etc.
- Aprenda a implementar y a valorar las medidas de seguridad y protección del laboratorio.
- Aprenda a aplicar los conocimientos fundamentales aprendidos en el Módulo I para el análisis, interpretación y discusión crítica de los datos obtenidos.
- Aprenda a organizar los resultados de investigación en forma de informes y,

posteriormente, redactar en base a ellos un artículo científico especializado, incluyendo la preparación de ilustraciones, la discusión de resultados y el uso de bibliografía.

- Aprenda a presentar y discutir sus resultados oralmente en seminarios y a presentar los materiales audiovisuales oportunos para una presentación eficaz.

Esta asignatura tiene, además, unos objetivos específicos relacionados con el tipo de actividad científicotécnica, en particular, se pretende que el alumno:

- Adquiera los conocimientos y habilidades necesarias para el trabajo experimental en un laboratorio de cristalografía: preparación, manipulación y montaje de muestras cristalinas, diseño de experimentos de difracción para la obtención de datos estructurales, resolución y refinado de la estructura, valoración crítica de la calidad del modelo estructural, preparación de tablas e ilustraciones y caracterización de las propiedades físicas de los cristales (en laboratorios de materiales) o de la relación estructura-características químicas (en el caso de laboratorios químicos)

SISTEMA DE EVALUACIÓN

Descripción del sistema de evaluación

Sistema de evaluación (ponderación mínima y máxima %)

- Realización de prácticas y/o cuaderno de prácticas (40%-60%)
- Realización y presentación de trabajos e informes (40%-60%)
- Participación en seminarios (10%-20%)

Calendario de exámenes

- El examen de la asignatura se realizará al final de la última semana de prácticas del estudiante.

PROFESORADO

Profesor responsable

Monge Bravo, María Ángeles

*Profesora de Investigación
Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid (ICMM)
Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC)*

Gómez Sal, María Pilar

*Profesora Titular de Química Inorgánica
Universidad de Alcalá*

Profesorado

Montejo Bernardo, José Manuel

*Investigador contratado
Universidad de Oviedo*

Monteiro Mafra, Luís

*Investigador y profesor auxiliar
Universidad de Aveiro, Portugal*

Escudero Adán, Eduardo Carmelo

*Responsable de laboratorio
Instituto Catalán de Investigación Química (ICIQ)*

BIBLIOGRAFÍA Y ENLACES RELACIONADOS

Bibliografía

Giacovazzo C. et al. (2002) *Fundamentals of Crystallography*. Oxford University Press (ISBN-10 0198555784).

Rossmann M.G. & Arnold E. (2001) *International Tables for Crystallography. Volume F: Crystallography of biological macromolecules*. Springer Verlag (ISBN-10: 0792368576).

Errington, R.J. (1997) *Advanced practical inorganic and metalorganic chemistry*. Blackie Academic & Professional. (ISBN 0751402257).

Laudise, R.A. (1987). "Hydrothermal Synthesis of Crystals". *C&EN* September 28: 30-43.

Solid state Chemistry. Cheetham A.K. and Day P. Blow D. (1992). Clarendon Press Oxford (ISBN-19- 855166-5).

Kahn, O. in *Molecular Magnetism*, ed. VCH, New York, 1993 and references therein.

J.S. Millar y M. Dillon (Eds). *Magnetism: Molecules to Materials* (4 volúmenes). Wiley-VCH. 2001.

Earshaw, A., *Introduction to Magnetochemistry*; Academic Press; London, 1968.

G.R. Desiraju. *CrySTAL Design: Structure and Function*. Wiley 2003.

V. Balzani, M. Venturi, A. Credi (Eds). *Molecular Devices and Machines*. Wiley-VCH 2003.

W. Clegg, A.J. Blake, R.O. Gould and P. Main, *Crystal Structure Analysis: Principles and Practice*, Oxford University Press, Oxford, 2001.

G. H. Stout and L. H. Jensen, *X-Ray Structure Determination, A practical Guide*, Ed. John Wiley & Sons, New York, 1989. (2ª edición).

M.F.C. Ladd and R.A. Palmer, *Structure Determination by X-Ray Crystallography*, Ed. Kluwer/Plenum, New York, 2003. (4ª edición).

Aldo Domenicano and István Hargittai, *Accurate Molecular Structures, Their Determination and Importance*, Oxford Science Publications, Oxford, 1992.

H.-B. Bürgi and J.D. Dunitz, *Structure Correlation* (Volumen 1 and 2), VCH, Weinheim, 1994.

P. Muller et al., *Crystal Structure Refinement (A Crystallographer's Guide to SHELXL)*, Oxford Science Publications, Oxford, 2006.

P. Coppens, *X-Ray Charge Densities and Chemical Bonding*, Oxford University Press, Oxford, 1997.

W. Clegg, Synchrotron Chemical Crystallography, J. Chem. Soc. Dalton Trans. 2000, 3223-3232.

A. E. Goeta and J. A. K. Howard, Low temperature single crystal X-ray diffraction: advantages, instrumentation and applications, Chem. Soc. Rev. 33 (2004) 490.

F. H. Allen and R. Taylor, Research applications of the Cambridge Structural Database, Chem. Soc. Rev. 33 (2204) 463.