

Titulado Superior, Especialista en Difracción de Rayos X,
Grupo I, con Destino en la Unidad de Difracción de
Rayos X y Modelización Científica

Código: PL1505

Fechas: 14/12/2015al 22/01/2016

Responsable: Larry Falvello

Resolución Estructural
Prácticas

14/12/2015

Práctica – Consideraciones Generales

- Seguridad
 - ✓ radiación
 - ✓ líquidos criogénicos y gases
 - ✓ alta tensión
 - ✓ agua
 - ✓ ruido
- Estar consciente del ambiente en el laboratorio
 - ✓ presencia de otros aparatos y accesorios
- Ubicación de dispositivos de seguridad
 - ✓ extintores y su categoría
 - ✓ manta ignífuga
 - ✓ salidas
 - ✓ números de teléfono para servicios de emergencia
 - ✓ alarmas – tipos y características

Práctica - Comienzo

- Inspección previa: Laboratorio y Difractómetro
 - ✓ estado general
 - ✓ filtros de agua
 - ✓ mangas de agua y conexiones
 - ✓ dispositivo criogénico
- arrancar
 - ✓ refrigeradoras de agua
 - ✓ generador(es) de rayos X
 - ✓ interfaz
 - ✓ ordenador
 - ✓ video camera
 - ✓ aparato de control de temperatura
- subir la potencia del generador de rayos X
- equilibrado del detector CCD
- equilibrado de temperatura (muestra)
- preparación de la muestra
 - ✓ selección y acondicionamiento
 - ✓ montaje de la muestra en soporte
 - ✓ montaje en el difractómetro
- cuaderno de laboratorio
- medidas con el difractómetro (vease abajo)

Práctica - Difractómetro

- Medidas con el difractómetro
 - ✓ centrar la muestra
 - ✓ 'screening' y/o pre-experiment (busca de celda unitaria, Conquest o CellCheckCSD)
 - ✓ strategy (estrategía de la toma de datos)
 - resolución
 - media de $I/\sigma(I)$
 - completitud (según simetría u otro criterio). Centrico o no-centrico?
 - redundancia
 - distancia del detector
 - anchura del barrido (frame width)
 - cobertura
 - ✓ toma de datos
 - película del cristal
 - ✓ procesado de los datos
 - procesado automático durante o después de la toma de datos
 - procesado manual después de la toma de datos
 - morfología de la muestra
 - correcciones de absorción por morfología
 - correcciones por el método multi-scan
- Contenido del fichero *.cif_od
- Comprobación del fichero *.ins
- Cuaderno de laboratorio

Práctica - Difractómetro

- Medidas con el difractómetro (continúa)
 - ✓ procesado no-rutinario
 - macla
 - modulación
- Cuaderno de laboratorio

Práctica - Apagado

- Retirar la muestra
- Disposición final de la muestra según sus características
- Otra(s) muestra(s)
- Equilibrado de temperatura del criostato a temperatura ambiente
- Bajar la potencia del generador de rayos X
- Apagar
 - ✓ generador(es) de rayos X
 - ✓ interfaz
 - ✓ refrigeradoras de agua
 - ✓ video camera
 - ✓ aparato de control de temperatura
 - ✓ programa CrysAlis Pro
 - ✓ ordenador
- Inspección posterior
 - ✓ dispositivo criogénico (presión)
 - ✓ filtros de agua
 - ✓ conexiones de agua
 - ✓ estado general
- Cuaderno de laboratorio

Práctica - Software

Software difracción

- CrysAlisPro-V38.41
- CellCheckCSD
- ConQuest (CCDC)

Software resolución estructural

- Wingx2014 y programas asociados
- Shelx-2014
- Crystals
- Jana2006
- Olex2

Software análisis y representación

- Platon
- Ortep3
- ShelxLE
- PubCIF
- EnCIFer

Software general

- GhostScript (representación gráficos PostScript)
- IrfanView (representación y conversión de gráficos)
- PovRay (trazada de rayos)

Práctica - Enlaces

Foro de usuarios de Rigaku Oxford Diffraction

<http://www.rigakuxrayforum.com>

CheckCIF:

<http://checkcif.iucr.org/>

Criterios para la comprobación de resultados estructurales:

<http://journals.iucr.org/c/services/cif/datavalidation.html>

Core CIF dictionary:

http://www.iucr.org/_data/iucr/cifdic_html/1/cif_core.dic/index.html

WinGX:

<http://www.chem.gla.ac.uk/~louis/software/wingx/>

Platon for Windows:

<http://www.chem.gla.ac.uk/~louis/software/platon/>

Shelx página de inicio:

<http://shelx.uni-ac.gwdg.de/SHELX/>

Instrucciones ShelxL

http://shelx.uni-ac.gwdg.de/SHELX/shelxl_html.php

Para remitir una estructura a la base de datos de Cambridge:

<http://www.ccdc.cam.ac.uk/deposit>