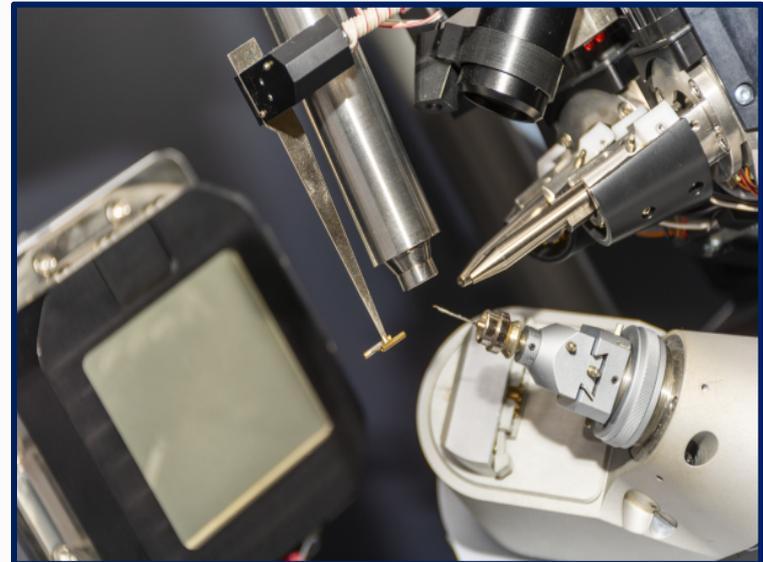
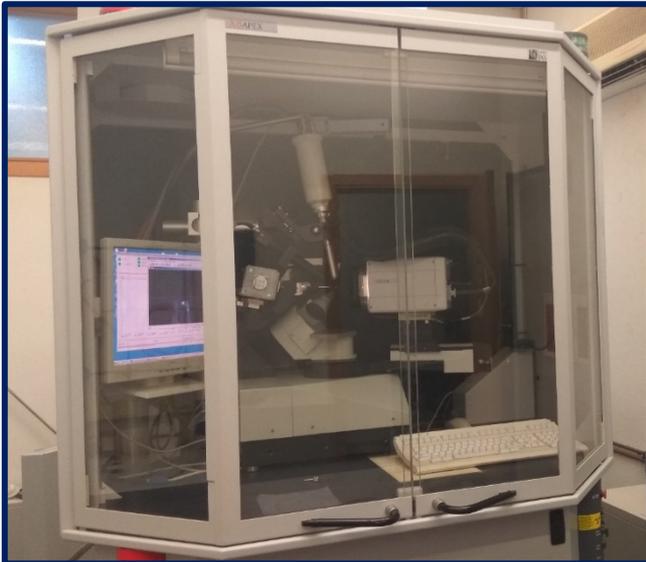


DIFRACCIÓN DE RAYOS-X DE MONOCRISTAL

Difractómetro Bruker X8 APEXII



Ana Rodríguez Fdez-Pacheco

mail: anamaria.rfdez@uclm.es

Ext: 3886

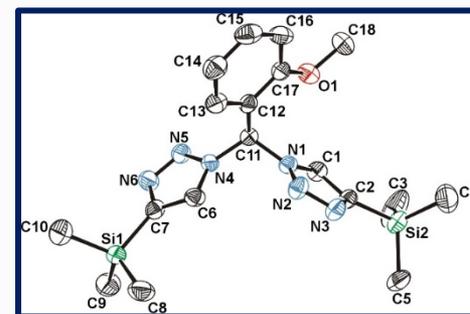
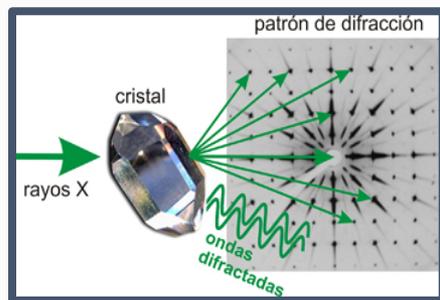
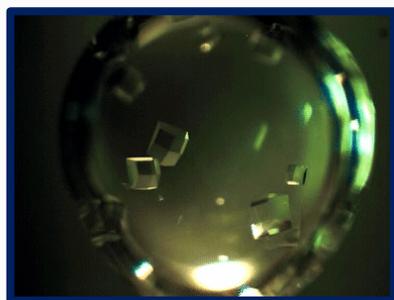
Difracción de rayos-X de monocristal

Técnica más poderosa que permite deducir la estructura de:

- ✓ Compuestos orgánicos
- ✓ Compuestos inorgánicos
- ✓ Proteínas
- ✓ Ácidos nucleicos
- ✓ Minerales
- ✓ Virus...

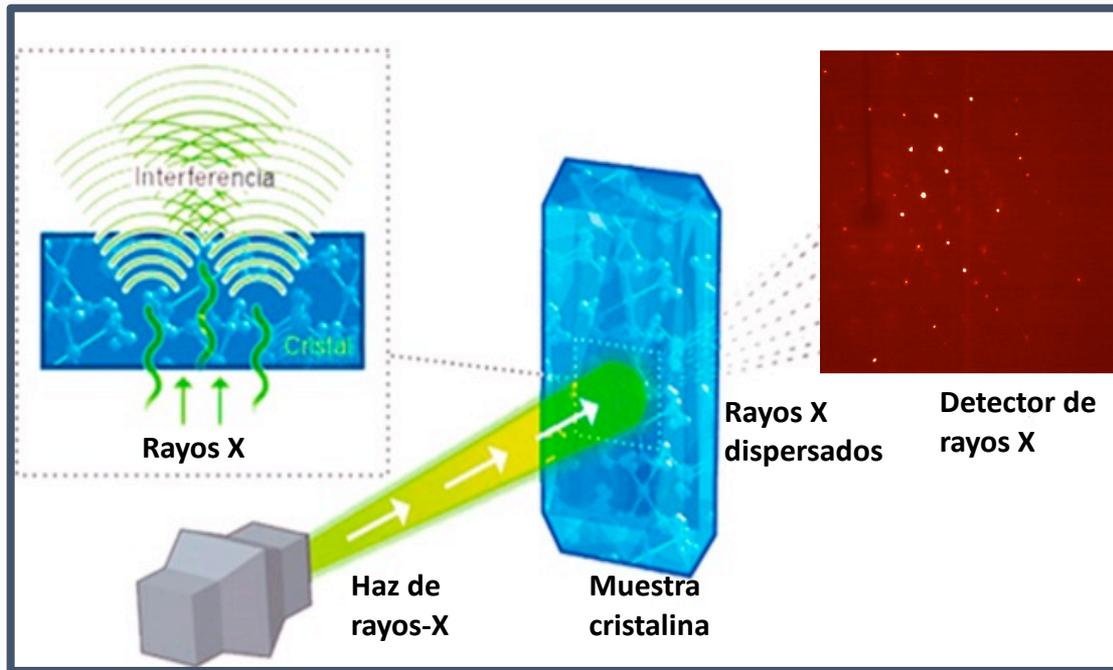
No destructiva

Pequeña cantidad de muestra



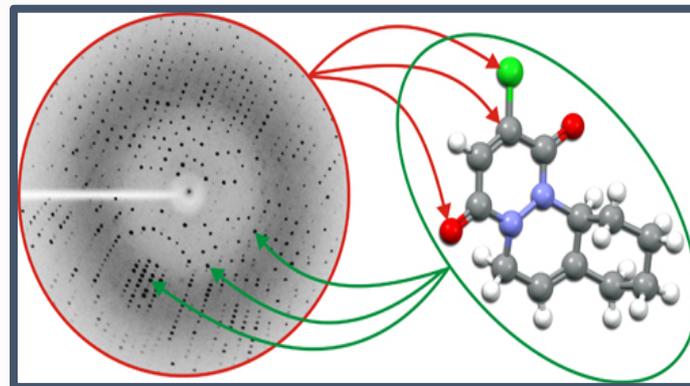
Una imagen vale más que 1000 palabras....

Interacción de la muestra con una radiación cuya λ es del orden de la distancia interatómica



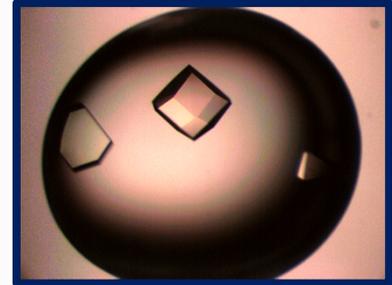
$\lambda(\text{Mo}) = 0.71073 \text{ \AA}$ $Z > 16$

$\lambda(\text{Cu}) = 1.54178 \text{ \AA}$ $Z < 16$



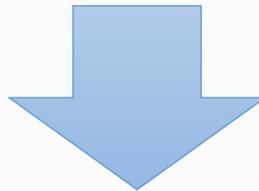
¿Qué tipo de muestra necesita?

La interacción de los RX es extremadamente débil por lo que se necesitan muchas moléculas juntas y ordenadas para aumentar la señal de la interacción.



CRISTAL
Millones de
copias ordenadas

La calidad de los datos depende de la calidad del cristal



Cristal regular

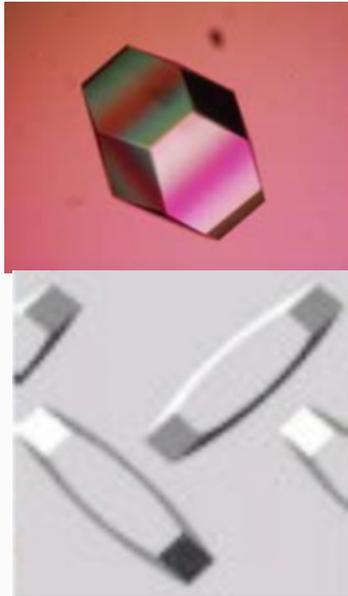


Datos regulares



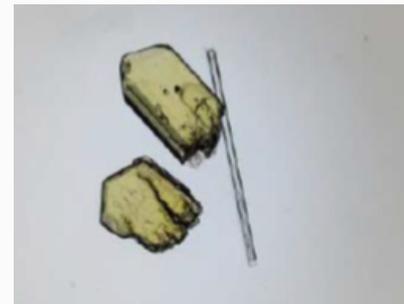
Estructura no publicable

Cristales con alta calidad



- Características de un buen cristal
- Tamaño adecuado depende de átomos (0.1-0.4mm)
- Todas las celdas unidad idénticas y orientadas en la misma dirección
- Alto grado de orden interno (buen patrón de difracción de rayos X)
- Cristal sencillo, no aglomerados
- Caras bien definidas. Transparente y con bordes regulares
- Sin grietas, defectos o maclas aparentes

Cristales con baja calidad



¿Qué tipos de muestras se pueden medir?

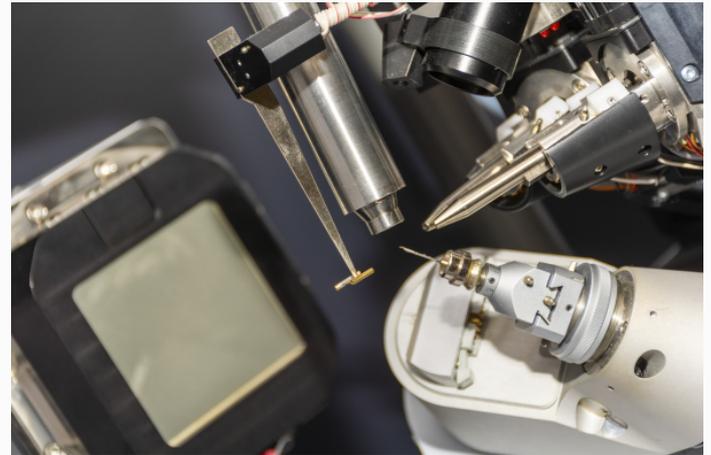
Tubo RX de Mo: principalmente átomos con $Z > 16$
(aunque también orgánicas)

Muestras estables al aire y a la T^a

Muestras inestables:

Sistema Kryoflex de bajas temperaturas

Línea atmósfera inerte



Aplicaciones de la técnica

Identificación de sustancias mediante la determinación de la celdilla unidad

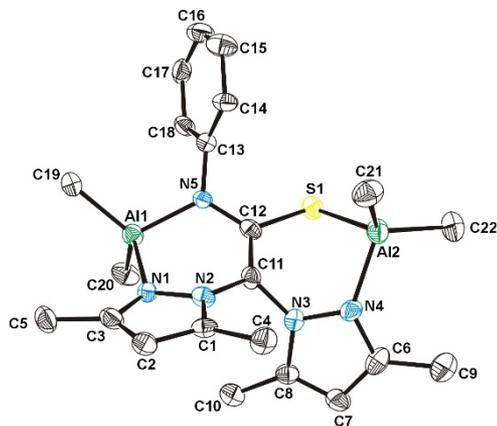


The Cambridge Crystallographic
Data Centre

CSD: Recoge más de un millón de estructuras
50000 nuevas estructuras cada año

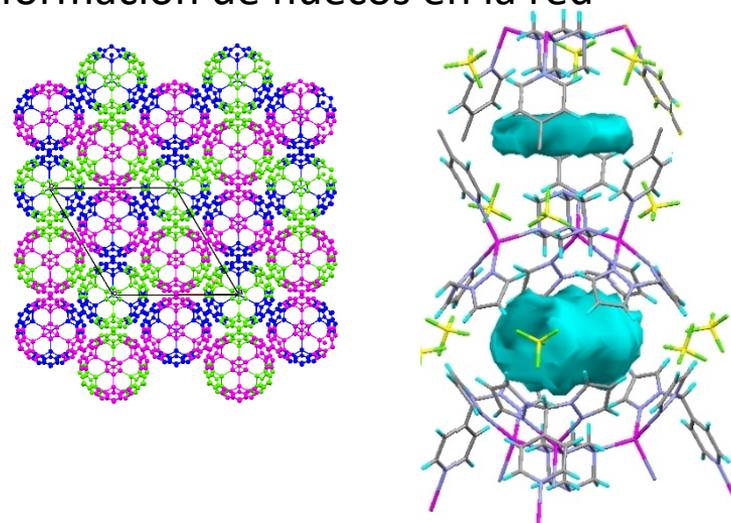
Determinación de la composición de la muestra: $C_{26}H_{39}Al_2N_5S$

Estudio de geometría molecular: distancias y ángulos de enlace

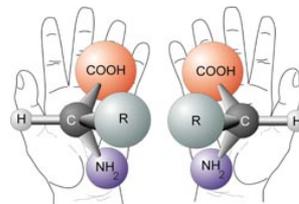


Estudios 3D:

- empaquetamiento
- interacciones intra e intermoleculares
- formación de huecos en la red



Determinación de la configuración absoluta en muestras con $Z > 16$



¿Cómo funciona el servicio?

La Difracción de RX de monocristal ofrece una técnica que puede ser usado en:

- Régimen interno: para los investigadores de la UCLM
- Régimen externo: para centros externos a la UCLM

Tarifas aplicadas

Web del IRICA

Datos del IP solicitante:

Nombre:	Teléfono:
Área:	Firma:
Fecha de solicitud:	

Datos de la muestra:

Código de la muestra (debe estar presente en la etiqueta):	<input type="text"/>
Color:	
Sensible a la luz <input type="checkbox"/>	Pierde disolvente de cristalización <input type="checkbox"/>
Sensible al aire <input type="checkbox"/>	Conservar a TA./frigorífico/congelador:
Quiral <input type="checkbox"/>	Deseo recuperar la muestra <input type="checkbox"/>
Temperatura de análisis:	
Tareas a realizar (Marque con una cruz lo que corresponda)	
Inspección de cristales y cálculo de parámetros de celda*	<input type="checkbox"/>
Adquisición completa de datos	<input type="checkbox"/>
Resolución de estructura	<input type="checkbox"/>
Fórmula empírica:	Sistema de disolventes:
<input type="text"/>	<input type="text"/>
Observaciones	Estructura esperada u origen
<input type="text"/>	<input type="text"/>
* Si es posible que el cristal corresponda a una estructura conocida, escribir en el apartado observaciones los parámetros de celda de dicha estructura. En caso de coincidencia se pedirá confirmación al solicitante antes de proceder a la adquisición completa de datos.	