

Introducción a la Cristalografía de rayos x y sus aplicaciones

- A Cristalografía de mono-cristal (Laboratorio de cristalografía de mono-cristal, DF e IFLP, FCE, UNLP y Laboratorio de Cristalografía de mono-cristal DQ e INQUIMAE, UBA).
- B Cristalografía de polvos cristalinos (Laboratorio de Cristalografía de Polvos, DF e IFLP, FCE, UNLP).
- C Cristalografía de macromoléculas (Instituto Leloir).

Inscripción y pedido de becas: 1/06 al 10/07. <http://aacr2015.fisica.unlp.edu.ar/inscripcion>

Objetivos

- Adquisición de un buen manejo de los fundamentos matemáticos y físicos de la Cristalografía.
- Aprendizaje de la manipulación de muestras mono-cristalinas (de pequeñas y macro moléculas) y de polvos cristalinos (poli-cristales).
- Aprendizaje de obtención y reducción de datos de intensidades de difracción.
- Entrenamiento en el empleo de: instrumentos para la colección y reducción de datos de difracción de rayos-X, programas de resolución, refinamiento y análisis de estructuras cristalinas.
- Entrenamiento en el empleo de bases de datos y en la presentación de datos de estructuras cristalinas.

Los participantes están invitados a obtener datos de difracción de compuestos de su interés. Los interesados deberían preparar y enviar sus muestras inmediatamente después de su aceptación en el curso. Esto permitirá reconocer si las muestras son apropiadas para trabajo estructural por métodos de difracción de rayos-X.

Estructura del curso

Parte 1. Curso de nivelación en línea

¿A qué llamamos cristal? ¿Qué es la Cristalografía? Un poco de historia
Simetría translacional y puntual.
Redes de Bravais. Sistemas cristalográficos.
Clases cristalográficas. Grupos espaciales.
Planos cristalinos: Índices de Miller.
Representación de propiedades cristalofísicas mediante series de Fourier
Red recíproca-
Las Tablas Internacionales. Su empleo.

Parte 2 Octubre 27 y 28

O.E. Piro, J. A. Ellena, E.E. Castellano

Física de los rayos-X; Generación y propiedades de los Rayos x
Fuentes de rayos-X, tubos, ánodos rotatorios, micro-foco. Radiación sincrotrónica
Dispersión de rayos-X por electrones, átomos y sólidos
Dispersión coherente por átomos. Factor de forma atómico.
Dispersión anómala.
Difracción de rayos-X por cristales. Factores de estructura. Problema de las fases.
Simetría de los factores de estructura. Grupos de Laue.
Extinciones sistemáticas. Determinación de grupos espaciales.
Colección, reducción y corrección de datos de difracción.
Resolución y refinamiento de estructuras cristalinas: Métodos de Patterson, Fourier y reemplazo isomorfo en macromoléculas.
Elementos de métodos directos. Ecuación de Sayre.
Determinación de fases. Distribución de fases de tripletes individuales.
Información múltiple de tripletes: fórmula de las tangentes.

Métodos de adición simbólica y de multi-soluciones.
Refinamiento del modelo estructural.

Parte 3. Octubre 29 a Noviembre 3. Ejercitación en laboratorios y entrenamiento en empleo de programas de resolución y refinamiento. Uso de bases de datos.

monocristales (La Plata y Buenos Aires)	Polvos cristalinos (La Plata)	Macromoléculas (Instituto Leloir, Buenos Aires)
Profesores: O. Piro, E. Castellano, J. Ellena, G. Echeverría, G. Punte, F. Di Salvo, D. Vega	Profesores: D. Vega, S. Conconi, L. Suescun, E. Estevez Rams, D. Lamas, A. Bianchi, G. Punte	Profesores: Sebastián Klinke, Alberto Podjarny
Técnicas de crecimiento, criterios de selección y montaje de monocristales.	Preparación y mortaje de polvos cristalinos	Introducción a la Bioquímica de proteínas
Configuración de los difractómetros para monocristales. Colección de datos.	Configuración experimental y óptica de rayos X.	Técnicas complementarias de la biofísica
Estrategias para la colección de datos y tratamiento de los mismos.	Aspectos prácticos de la colección de datos. Empleo de patrones	Historia de la cristalografía de proteínas Desarrollo de la Cristalografía.
Introducción a los programas y paquetes de programas para la resolución de estructuras cristalinas.	Indexado de patrones de difracción por polvos cristalinos.	Técnicas de cristalización.
Resolución de estructuras	Identificación de compuestos y empleo de la base de datos de polvos cristalinos PDF-2	Purificación, cristalización y manipulación de muestras.
Nuevos métodos para resolución de estructuras	Empleo de la base de datos PDF-2, CSD e ICSD.	Base de datos PDB, información y empleo
Introducción al empleo de bases de datos CSD e ICSD	Trabajo en indexado de patrones en grupos de a tres.	Configuración experimental. Colección de datos en el laboratorio.
Refinamiento de estructuras en grupos de 3 alumnos	Refinamiento de Rietveld a partir de estructuras modelo obtenidas en la base de datos ICSD y CSD.	Crio-cristalografía
Interpretación de las salidas de programas.	Calculo de intensidades	Métodos de resolución de estructuras
Solución y refinamiento de estructuras con datos colectados durante el curso	Refinamiento de Rietveld avanzado.	Protocolo Selenometionina y MAD. Simetrías no cristalográficas. Simetría promedio. Interpretación de la densidad electrónica.
Resolución y refinamiento de estructuras difíciles.	Trabajo en refinamiento de estructuras por el método de Rietveld a partir de datos obtenidos durante el curso.	Introducción al uso de paquetes de programas ad-hoc
Determinación de estructuras absolutas. Introducción a desorden y <i>twining</i>	Análisis cuantitativo. Uso del método de Rietveld.	Reconocimiento de fragmentos
Validación de resultados, e.s.d.'s, Figuras de mérito	Análisis del ensanchamiento de las líneas determinación de tamaño de cristalito y presencia de micro-tensiones.	Visualización de la estructura. Mapas y modelado.
Análisis, interpretación y presentación de resultados	Validación de resultados e.s.d.'s, y Figuras of merito	Programas para el graficado molecular.
Presentación de los resultados de una estructura resuelta y refinada	Análisis, interpretación y presentación de resultados	Validación de resultados e.s.d.'s
Evaluación individual	Presentación de estructuras refinadas	Análisis, interpretación y presentación de resultados
	Evaluación individual	Evaluación individual