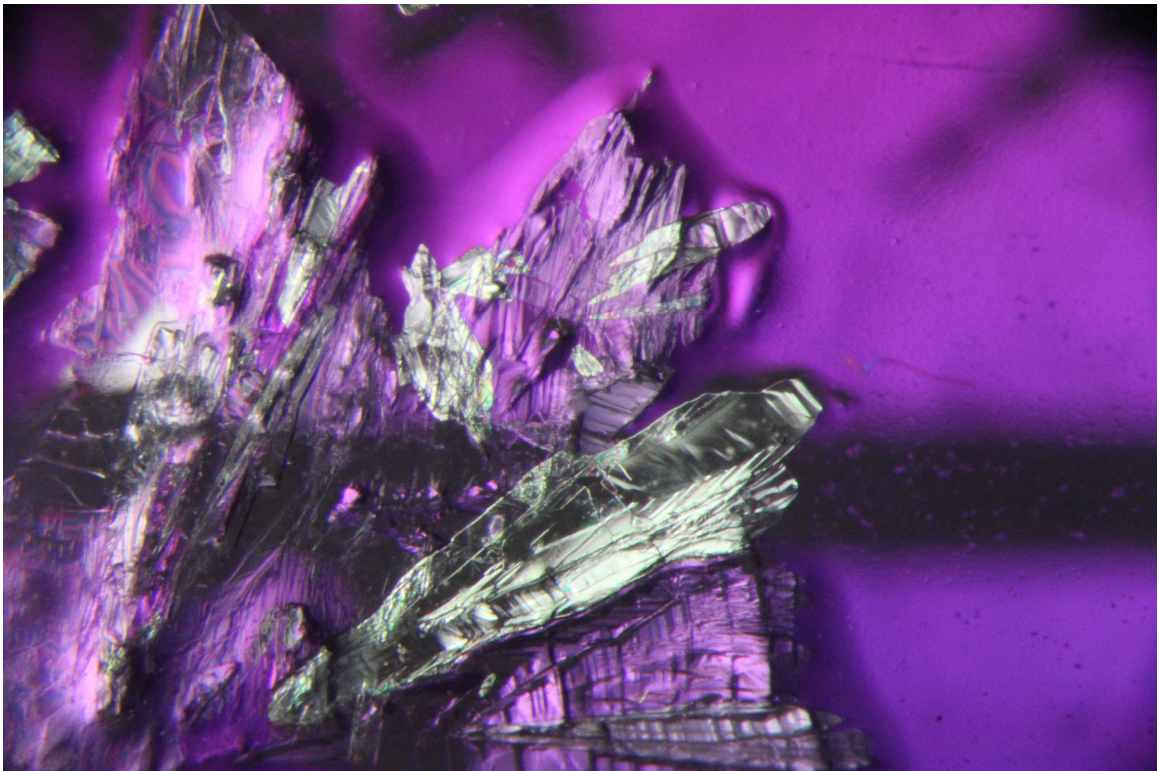


# DIFRACCIÓ DE RAJOS X EN ELS CRISTALLS



Treball realitzat per: Kandanxú

9 de Gener del 2017





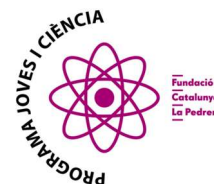
# Índex

## **PART TEÒRICA**

0. Pròleg .....	5
1. Els cristalls i la seva estructura tridimensional.....	7
2. Tipus de cristal·litzacions .....	11
2.1. Cristal·lització per dissolució	
2.2. Cristal·lització refredament	
2.3. Cristal·lització per l'“efecte comú”	
2.4. Cristal·lització per efecte del dissolvent	
2.5. Cristal·lització per difusió líquid – líquid	
2.6. Cristal·lització per difusió líquid – vapor	
2.7. Cristal·lització per sublimació	
3. Simetries .....	15
3.1. Eixos de simetria i classes cristal·lines	
3.2. Grups de Laue	
4. Xarxes de Bravais .....	19
5. La radiació.....	22
5.1. L'espectre electromagnètic	
5.2. Rang de l'espectre	
5.3. Tipus de radiacions	
5.3.1. Radiofreqüència	
5.3.2. Microones	
5.3.3. Rajos T	
5.3.4. Radiació infraroja	
5.3.5. Radiació visible (llum)	
5.3.6. Llum ultraviolada	
5.3.7. Rajos X	
5.3.8. Rajos gamma	
6. Concepte de reflexió, refracció i difracció .....	37

7. Difracció de rajos X en els cristalls.....	39
7.1. Aplicacions	
8. Màquina difractora de rajos X de monocristalls.....	42
9. Màquina de difracció de pols utilitzant rajos X .....	45
10. Procediment de deducció d'una estructura química .....	48
a partir d'un monocristall difractat amb rajos X	
11. Els difractogrames i la seva interpretació .....	49
11.1. Procés que segueix la màquina difractora de	
raigs X per dur a terme un difractograma a partir	
d'una difracció de pols.	
 <b>PART PRÀCTICA</b>	
OBJECTIU 1 .....	57
OBJECTIU 2 .....	67
OBJECTIU 3 .....	79
OBJECTIU 4 .....	89
 <b>CONCLUSIÓ DEL TREBALL DE RECERCA</b> .....	94

# Pròleg



El motiu pel qual he triat aquesta temàtica per fer el treball ha sigut la meua motivació per la química des que vaig participar en el programa Bojos per la Ciència (concretament Bojos per la Química) de la fundació pedrera. El programa, del qual estic infinitament agraïda per haver estat seleccionada, va tenir lloc a l'I.C.I.Q. (Institut Català d'Investigació Química) situat a Tarragona. Allà vaig estar fent dins la temàtica química (juntament amb 20 estudiants de la meua edat) seminaris, teoria, història, tècniques de caracterització i pràctiques al laboratori. El Dissabte 2 d'abril del 2016 va arribar a la nostra aula el Dr. Jordi Benet per explicar una tècnica de caracterització anomenada "Difracció de rajos X en els cristalls". Després d'escoltar la presentació que va fer i les cristal·litzacions que va dur a terme in vivo aquell dia, tots els Bojos per la Química vam quedar bocabadats. Realment vaig sentir una gran curiositat i inquietud per saber més d'aquella tècnica tan útil per a la química. Vaig pensar que seria una bona idea fer el meu treball de recerca sobre la difracció de rajos X en els cristalls. Principalment, perquè sabia que, si escollia aquesta temàtica, realitzaria aquest treball amb molta motivació i il·lusió.



# **PART TEÒRICA**

# **1. Els cristalls i la seva estructura tridimensional**

Els grecs van anomenar cristall al quars, és a dir, caramells d'extraordinària duresa i molt freds. Però la formació de cristalls no és exclusiva dels minerals, encara que no sigui necessàriament de forma natural, també els trobem en els anomenats compostos orgànics, els àcids nucleics, les proteïnes, els virus...

Els cristalls són materials en els quals els seus constituents, àtoms, molècules o ions formen uns paquets de forma regular i periòdica, formant una estructura microscòpica ordenada. Aquests constituents estan units entre si mitjançant diferents tipus de forces interatòmiques (enllaços químics) com per exemple l'enllaç metàl·lic, l'enllaç iònic, l'enllaç covalent, les forces de Vander Waals i d'altres.

L'estat cristal·lí de la matèria és el de major ordre, és a dir, aquell on les correlacions internes són majors i a major rang de distàncies. I això es reflexa en les seves propietats anisotròpiques i discontinües<sup>1</sup>. Acostumen a aparèixer com entitats pures, homogènies i amb formes geomètriques definides quan estan ben formats. No obstant la seva morfologia externa no és suficient per avaluar la determinada cristal·linitat d'un material.

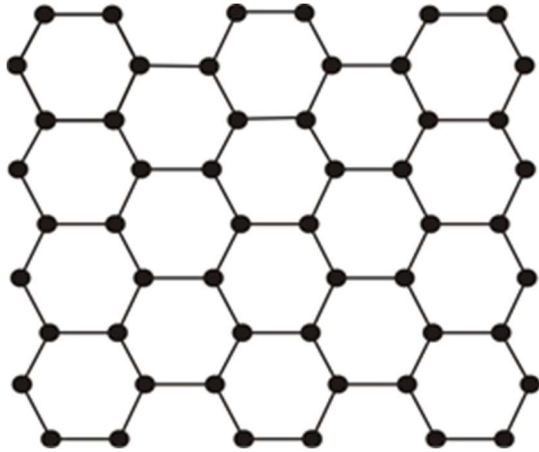
La denominada estructura cristal·lina està caracteritzada microscòpicament per l'agrupació de ions, àtoms o molècules segons un model de repetició periòdica.

En els cristalls, els àtoms, els ions o les molècules s'ajunten donant lloc a repeticions des de 5 Angstroms fins a centenes d'Angstroms (1 Angstrom =  $10^{-8}$  cm). Aquesta repetitibilitat, en tres dimensions, és denominada xarxa cristal·lina. El conjunt que es repeteix, per translació ordenada, genera tota la red (tot el cristall) i ho denominem cel·la elemental o cel·la unitat.

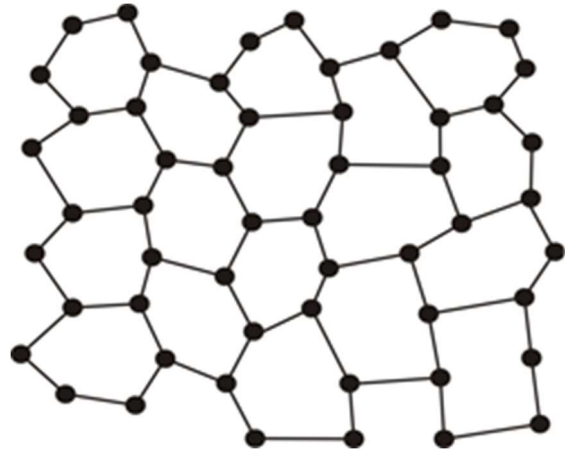
Per generalitzar, el seu contingut (àtoms, molècules, ions), o sigui el motiu que es repeteix es pot descriure per un punt anomenat punt reticular. Aquest representa a tots i cadascun dels constituents del motiu.



Però hi ha ocasions en les que la repetitibilitat es trenca, no és exacta, i precisament aquesta característica és la que diferencia els cristalls dels vidres o en general, els anomenats materials amorfs (els quals estan desordenats o poc ordenats).



Model atòmic pla en un material ordenat (cristall).  
Figura 1.



Model atòmic pla d'un vidre.  
Figura 2.

No obstant això, la matèria no sempre és totalment ordenada, o totalment desordenada, cristal·lina o no cristal·lina, així que ens podem trobar amb tota una degradació contínua de l'ordre (graus de cristalinitat) en els materials que ens porta des dels perfectament ordenats, que s'anomenen materials cristal·lins (figura 1), fins als completament desordenats, anomenats materials amorfs (figura 2).

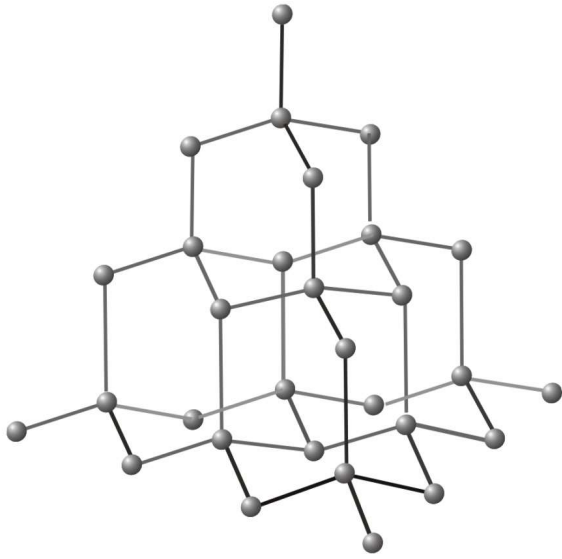
En l'estructura cristal·lina (ordenada) dels materials inorgànics, els motius repetitius són àtoms o ions enllaçats entre si, de manera que generalment no es distingeixen unitats aïllades i d'allà la seva estabilitat i duresa (cristalls iònics, fonamentalment).

Els diferents mètodes d'empaquetament en un cristall donen lloc a les anomenades fases polimòrfiques (fases al·lotròpiques pels elements), que confereixen als cristalls diferents propietats. Per exemple, de tots són conegudes les diferents aparences i propietats de l'element químic Carbó, que es presenta en la Naturalesa en dues formes cristal·lines molt diferents, el diamant i el grafit.

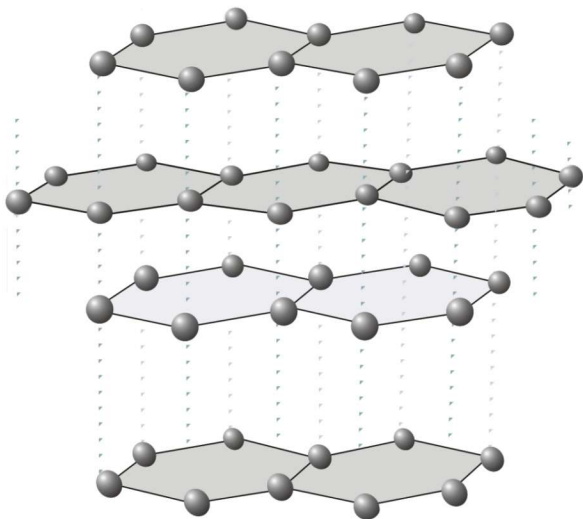
En el diamant (figura 3), cada àtom de carboni està unit a altres quatre formant una xarxa tridimensional molt compacta (cristalls covalents), d'allà la seva extrema duresa

i el seu caràcter aïllant. En canvi, en el grafit (figura 4) els àtoms de carboni estan distribuïts en forma de capes paral·leles separades entre si molt més del que es separen entre si els àtoms de la mateixa capa. A causa d'aquesta unió tan dèbil entre les capes atòmiques del grafit, els desplaçaments entre unes i altres acostuma a passar sense gran esforç. D'allà la seva capacitat lubricant, el seu ús en llapis i la seva utilitat com a conductor.

Parlant de conductors, en els cristalls metàl·lics els àtoms de metall s'estructuren de forma que hi ha electrons deslocalitzats que donen cohesió al conjunt i que són responsables de les seves propietats elèctriques.



Diamant (estructura molt compacta).  
Figura 3.



Grafit (estructura atòmica en làmines).  
Figura 4.

Un tractament lleugerament diferent mereixen els denominats quasicristalls. Un quasicristall és una estructura “ordenada”, però no totalment periòdica com la dels cristalls típics. Els patrons de repetició dels materials quasicristal·lins formats per partícules poden omplir tot l'espai disponible de forma contínua. Però els falta la propietat de repetició exacta per translació. A més a més, en el que a la simetria<sup>2</sup> es refereix, mentre que els cristalls, d'acord amb les lleis de la cristal·lografia clàssica, poden posseir tres eixos de rotació d'ordre 2, 3, 4 i 6, solament, els quasicristalls mostren també altres ordres de simetria de rotació, com per exemple eixos d'ordre 10.

1. L'anisotropia (contrari d'isotropia) és la propietat general de matèria segons la qual qualitats com: elasticitat, temperatura, conductivitat, velocitat de propagació de la llum, etc. varien segons la direcció en què són examinades.

2. Si es vol saber més informació sobre les simetries d'un cristall i els eixos de rotació més comuns es pot consultar la pàg.14 del treball.

## **2. Tipus de cristal·litzacions**

A continuació s'explicarà la introducció d'algunes de les moltes formes de cristal·litzar una substància (les més utilitzades en el laboratori).

### **2.1. Cristal·lització per dissolució:**

Per realitzar una cristal·lització per dissolució es prepara una dissolució sobresaturada del compost a purificar. Basant-nos en el fet que els sòlids són més solubles en temperatures elevades que en fredes, es va afegint el solut al dissolvent calent, fins que la dissolució assoleix la saturació (és a dir, la dissolució no admet més solut sense precipitar). Si es filtra en calent obtenim d'aquesta manera una dissolució saturada, el refredament produeix la cristal·lització del compost.

Amb el refredament ràpid de la dissolució, els cristalls són petits i retenen menys impureses. Els cristalls resultants tenen un bell aspecte. Fins i tot pot aconseguir-se un únic cristall mitjançant l'addició d'un cristall petit, ben format i de la mateixa espècie química (figura 5).



Cristal·lització del sulfat de coure mitjançant la cristal·lització per dissolució. Figura 5.

## 2.2. Cristal·lització per refredament:

En aquest cas, la rapidesa de procés de filtratge en calent és vital, ja que el producte comença a cristal·litzar tan aviat com s'inicia el procés de refredament. Fins i tot resulta indispensable realitzar la filtració amb un filtre i embut prèviament escalfats, o, en cas contrari, la substància en qüestió cristal·litzarà en el propi filtre.

La dissolució es refreda exteriorment amb gel i es filtra el precipitat cristal·lí. Els cristalls es renten amb l'aigua més freda possible i s'assequen per succió a buit.



Cristal·lització del sulfat monoamònic mitjançant el procés de cristal·lització per refredament. Figura 6.

## 2.3. Cristal·lització per l'“efecte de l'ió comú”:

En aquest cas es procedeix a induir la cristal·lització ràpida d'una substància soluble en el dissolvent utilitzat, fent servir l'“efecte de l'ió comú”; per fer això es prepara una dissolució saturada en un medi aquós. En aquesta dissolució s'afegeix un volum igual de qualsevol substància que tingui una molècula amb enllaços iònics i tingui un ió en comú amb la substància que es vol cristal·litzar. De manera immediata s'aprecia la formació de cristalls a causa de l'ió que tenen en comú.

No s'han de confondre els conceptes de "solubilitat" i "producte de solubilitat" amb l'“efecte de l'ió comú”.

## **2.4. Cristal·lització per efecte del dissolvent:**

El procediment en aquest cas comença a partir d'induir la cristal·lització ràpida d'una substància soluble en el dissolvent utilitzat, variant la polaritat del dissolvent. Per a això es prepara una dissolució saturada en un medi aquós, a aquesta dissolució se li afegeix un altre dissolvent. La menor polaritat del dissolvent introduït té com a conseqüència una disminució de la solubilitat de les espècies iòniques dissoltes i com conseqüència d'això, s'obté la seva immediata cristal·lització.

## **2.5. Cristal·lització per difusió líquid-líquid:**

La cristal·lització per difusió líquid-líquid és realment una variant més lenta de la cristal·lització per efecte del dissolvent. Aquest alentiment té com a conseqüència la formació d'un menor nombre de cristalls, que per contra adquireixen una major grandària. Això resulta molt pràctic quan la finalitat no és únicament la purificació d'un compost sinó la seva caracterització mitjançant, per exemple, difracció de raigs X, caracterització que es du a terme sobre un monocristall amb uns requeriments de mida mínims.

## **2.6. Cristal·lització per difusió líquid-vapor:**

La cristal·lització per difusió líquid-vapor és realment una variant encara més lenta que la cristal·lització per difusió líquid -líquid. En aquest cas les dues dissolucions es troben físicament separades. Per a això s'utilitza un sistema format per: dos tubs, un petit introduït dins d'un altre més gran.

El petit es carrega fins a la meitat o un terç d'altura amb la dissolució saturada en medi aquós, preparada i filtrada (inclosa una microfiltració).

## **2.7. Cristal·lització per sublimació:**

Cert nombre de substàncies sòlides, tant inorgàniques com orgàniques, tenen la propietat d'assolir per escalfament directament l'estat de vapor, sense passar prèviament per l'estat líquid intermedi. Un cop condensats els vapors s'obté un sòlid cristal·lí. Aquest fenomen es coneix com "sublimació".

Aquesta propietat s'aprofita per purificar substàncies sòlides, atès que les impureses, com que no sublimen, poden quedar perfectament retingudes. Entre algunes de les substàncies que sublimen es troben: el iode, el naftalè, la càmfora, l'àcid benzoic, l'àcid salicílic i les quinones.

S'han d'evitar sobreescalfaments capaços de destruir les substàncies.



### 3. Simetries

La simetria és la constància, la repetició d'alguna cosa en l'espai i / o en el temps, com mostren els exemples de sota: greques, pètals d'una flor, les dues parts d'una papallona, la successió de nit i dia, etc. Moltes vegades ens passa desapercebut, però convivim contínuament amb la simetria



Greques. Figura 7.



Papallona d'ales simètriques entre elles. Figura 8.



Flor amb vuit pètals simètrics . Figura 9.



Flor amb vuit pètals simètrics . Figura 10.

Aquestes imatges mostren la simetria per repetició de motius en una greca o en les flors. La greca, figura 7, mostra repetició de motius per translació. Les flors, figures 9 i 10, mostren repetició de motius mitjançant girs. La flor de l'esquerra (figura 9) mostra, aproximadament, un eix de rotació d'ordre 8 (8 pètals idèntics al voltant d'un eix de rotació). La flor de la dreta (figura 10) mostra un eix de rotació d'ordre 3 (dues famílies diferents de pètals que es distribueixen al voltant de l'eix de rotació). A més, en cada flor, cada pètal mostra un pla de simetria que el divideix en dues parts idèntiques (aproximadament), el mateix que passa amb la papallona que es mostra a la dreta (figura 8). Si el lector s'estranya que diguem que les dues parts separades per un pla de simetria (mirall) són només "aproximadament" idèntiques, és perquè no són superposables.



Tres fotografies d'un mateix paisatge en diferents moments del dia. Figura 11.

La figura 11 representa una simetria per repetició d'esdeveniments:  
Nit – Dia - Nit.

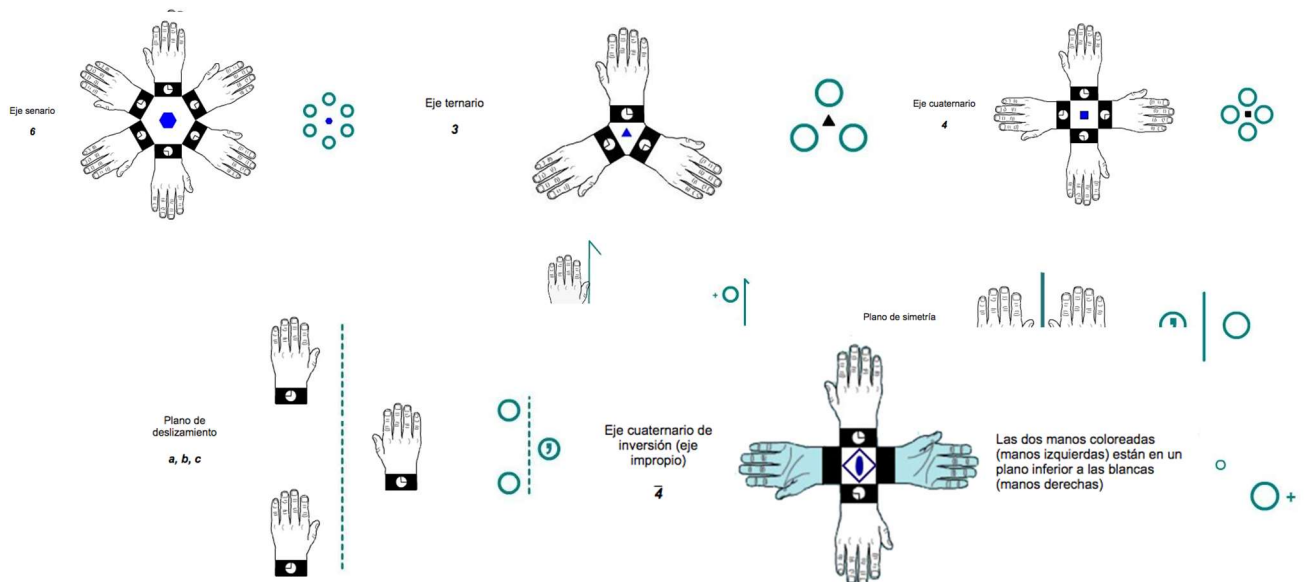
La paraula simetria, escrita en anglès (Symmetry) amb una certa cura i distorsionant una mica les lletres, mostra un eix binari (gir de 180°) perpendicular a la pantalla (figura 12).



Figura 12.

### 3.1. Eixos de simetria i classes cristal·lines

El fenomen de la simetria és molt característic de les estructures cristal·lines. Hi ha molts tipus diferents de simetria en els cristalls. Les següents representacions, mitjançant mans que representen cel·les cristal·lines amb l'objectiu d'aconseguir transmetre un millor enteniment amb ajuda visual, ens mostren algunes de les operacions més comuns dels elements de simetria d'un cristall.



	Triclinic	Monoclinic (1st setting)	Tetragonal
$X$	 1	 2	 4
$\bar{X}$ (even)	—	 $m (= \bar{2})$	 $\bar{4}$
$\bar{X}$ (even) plus centre and $\bar{X}$ (odd)	 $\bar{1}$ <i>Laue</i>	 $2/m$ <i>Laue</i>	 $4/m$ <i>Laue</i>
$X2$	 2	 222	 422
$Xm$	 $m$	 $mm2$	 $4mm$
$\bar{X}2$ (even) or $\bar{X}m$ (even)	—	—	 $\bar{4}2m$
$X2$ or $Xm$ plus centre and $\bar{X}m$ (odd)	 $2/m$ <i>Laue</i>	 $mmm$ <i>Laue</i>	 $4/mmm$ <i>Laue</i>

Figura 13.

Pel centre dels cossos finits poden passar innumbrables combinacions d'elements de simetria (grups puntuals). No obstant això, si parlem de cristalls, que intrínsecament contenen una repetició per translació, el nombre de combinacions d'elements de simetria que els defineix està restringit a un nombre de 32, que es denominen "classes cristal·lines".

Les figures 13 i 14 mostren les representacions estereogràfiques de les 32 classes cristal·lines segons apareixen en les "International Tables for X-ray Crystallography".

Trigonal	Hexagonal	Cubic	
 3	 6	 23	$X$
—	 $\bar{6}$	—	$\bar{X}$ (even)
 $\bar{3}$ <i>Laue</i>	 $6/m$ <i>Laue</i>	 $m\bar{3}$ <i>Laue</i>	$\bar{X}$ (even) plus centre and $\bar{X}$ (odd)
 32	 622	 432	$X2$
 $3m$	 $6mm$	—	$Xm$
—	 $\bar{6}m2$	 $\bar{4}3m$	$\bar{X}2$ (even) or $\bar{X}m$ (even)
 $\bar{3}m$ <i>Laue</i>	 $6/mmm$ <i>Laue</i>	 $m\bar{3}m$ <i>Laue</i>	$X2$ or $Xm$ plus centre and $\bar{X}m$ (odd)

Figura 14.

### 3.2. Grups de Laue

Els grups de Laue són les classes cristal·lines centrosimètriques:

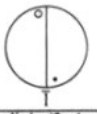
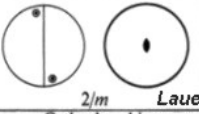
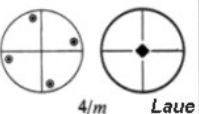
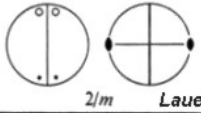
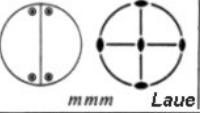
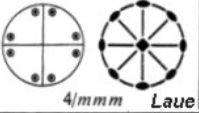
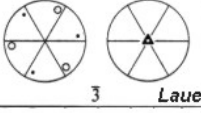
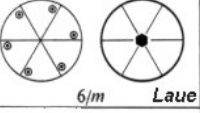
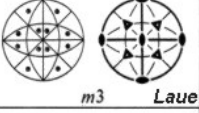
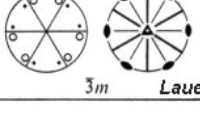
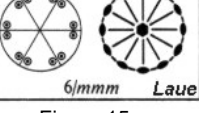
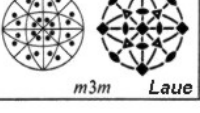
Triclinic	Monoclinic (1st setting)	Tetragonal
 1 <i>Laue</i>	 2/m <i>Laue</i>	 4/m <i>Laue</i>
Monoclinic (2nd setting)	Orthorhombic	
 2/m <i>Laue</i>	 mmm <i>Laue</i>	 4/mmm <i>Laue</i>
Trigonal	Hexagonal	Cubic
 3 <i>Laue</i>	 6/m <i>Laue</i>	 m3 <i>Laue</i>
 3m <i>Laue</i>	 6/mmm <i>Laue</i>	 m3m <i>Laue</i>

Figura 15.

La figura 15 ens mostra les classes cristal·lines centrosimètriques o Grups de Laue, segons apareixen a la "International Tables for X-ray Crystallography" (Cal notar que la classe 2 / m apareix en dues orientacions diferents).

## 4. Xarxes Bravais

En geometria i cristal·lografia les xarxes de Bravais són una disposició infinita de punts discrets on l'estructura d'aquesta és invariant sota cert grup de translacions.

Les Xarxes de Bravais més importants són les “Xarxes tridimensionals de Bravais”. Per determinar completament l'estructura cristal·lina elemental d'un sòlid, a més de definir la forma geomètrica de la xarxa, cal establir les posicions a la cel·la dels àtoms o molècules que formen el sòlid cristal·lí; el que es denominen punts reticulars. Les alternatives són les següents:

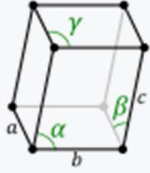
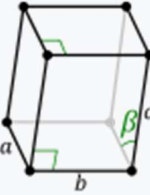
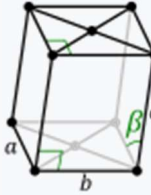
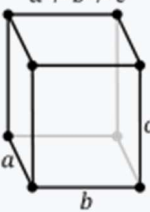
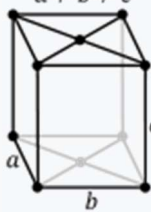
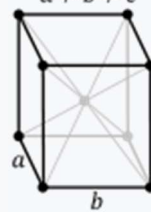
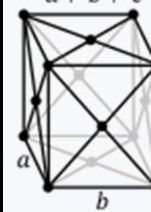
P: Cel·la primitiva o simple en la qual els punts reticulars són només els vèrtexs del paral·lelepípede.

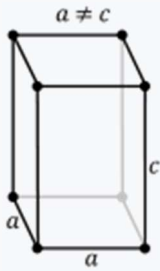
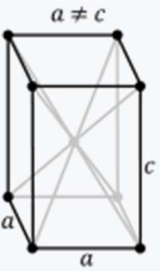
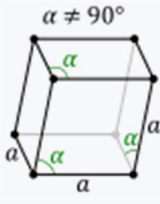
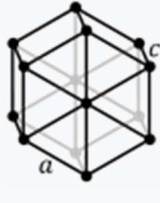
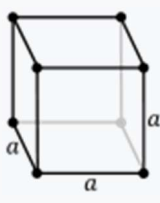
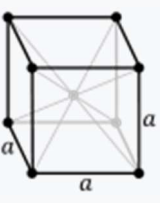
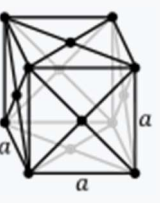
F: Cel·la centrada en les cares, que té punts reticulars en les cares, a més d'en els vèrtexs. Si només tenen punts reticulars en les bases, es designen amb les lletres A, B o C segons siguin les cares que tenen els dos punts reticulars.

I: Cel·la centrada en el cos que té un punt reticular en el centre de la cel·la, a més dels vèrtexs.

C: Primitiva amb eixos iguals i angles iguals o hexagonal doblement centrada en el cos, a més dels vèrtexs.

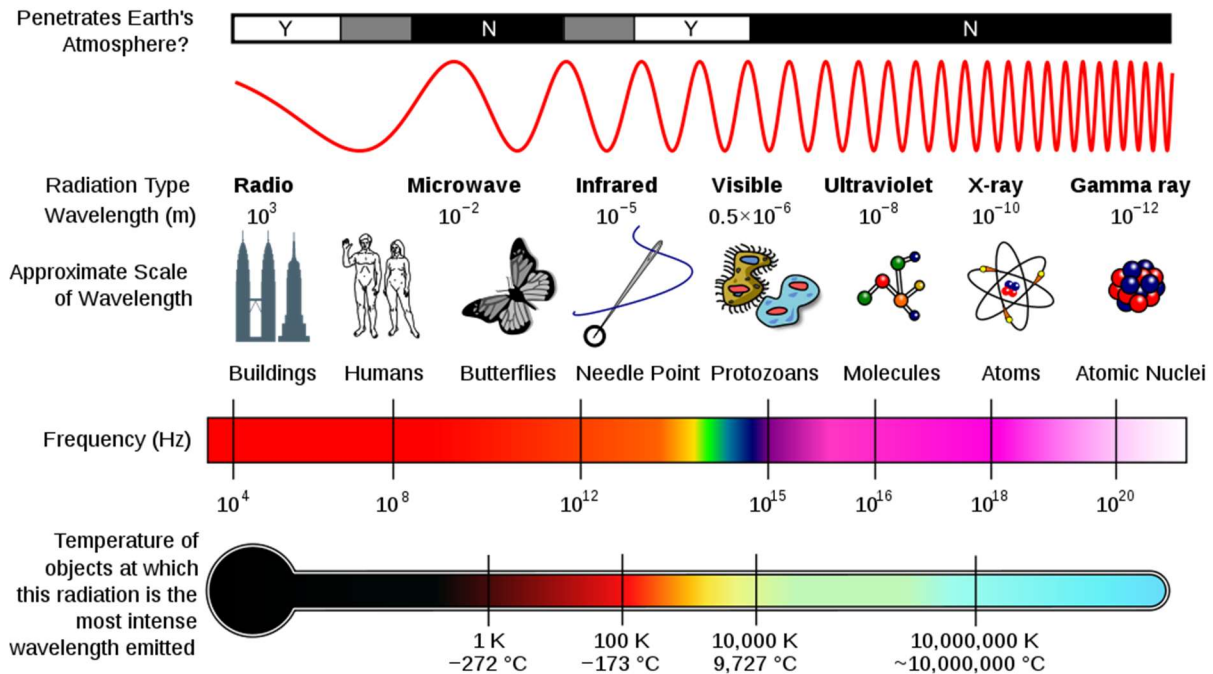
Combinant els 7 sistemes cristal·lins amb les disposicions dels punts de xarxa esmentats, s'obtindrien 28 xarxes cristal·lines possibles. En realitat, com pot demostrar-se, només hi ha 14 configuracions bàsiques, podent-se obtenir la resta a partir d'elles. Aquestes estructures es denominen "Xarxes tridimensionals de Bravais":

Sistema cristalí	Xarxes tridimensionals de Bravais			
triclínic	P			
				
monoclínic	P	C		
	$\beta \neq 90^\circ$ $a \neq c$ 	$\beta \neq 90^\circ$ $a \neq c$ 		
ortorròmbic	P	C	I	F
	$a \neq b \neq c$ 	$a \neq b \neq c$ 	$a \neq b \neq c$ 	$a \neq b \neq c$ 

tetragonal	P	I		
				
romboèdric (trigonal)	P			
				
hexagonal	P			
				
cúbic	P	I	F	
				

## 5. La radiació

### 5.1. L'espectre electromagnètic:



Espectre electromagnètic. Figura 16.

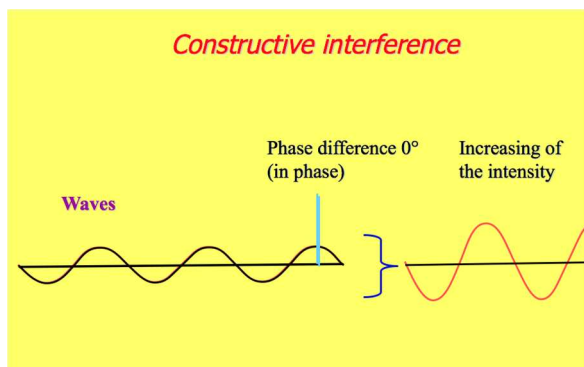
L'espectre electromagnètic (o simplement espectre) és el rang de totes les radiacions electromagnètiques<sup>3</sup> possibles. L'espectre d'un objecte és la distribució característica de la radiació electromagnètica d'aquell objecte.

L'espectre s'estén des de les baixes freqüències<sup>4</sup> utilitzades per a la radio moderna (extrem de l'ona<sup>5</sup> llarga de la figura 16) fins als rajos gamma (extrem de l'ona curta), que cobreixen longituds d'ona<sup>6</sup> d'entre milers de quilòmetres i la fracció de la grandària d'un àtom. Es pensa que el límit de la longitud d'ona curta està a les proximitats de la longitud de Planck, mentre que el límit de la longitud d'ona llarga és la mida de l'univers mateix, encara que en principi l'espectre sigui infinit i continu.

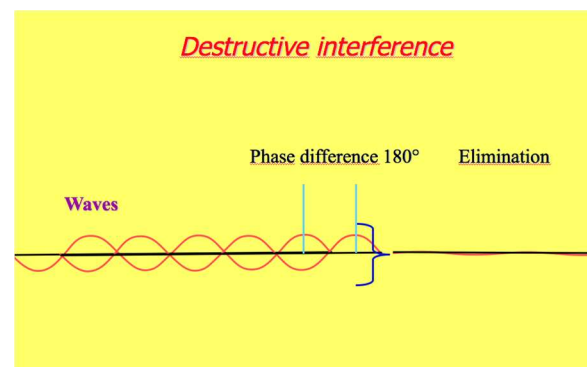


3. Radiacions electromagnètiques: és un tipus de camp electromagnètic variable, és a dir, una combinació de camps elèctrics i magnètics oscil·lants, que es propaguen a través de l'espai transportant energia d'un lloc a un altre. La radiació electromagnètica pot manifestar-se de diverses maneres com la calor radio, llum visible, rajos X, o rajos gamma.
4. Freqüències: magnitud que mesura el nombre de repeticions per unitat de temps e qualsevol fenomen o succés periòdic. Segons el sistema internacional (SI), la freqüència es mesura en unes unitats anomenades Herz (Hz).
5. Ona: consisteix en una propagació d'una perturbació d'alguna propietat de l'espai, per exemple, densitat, pressió, camp elèctric o camp magnètic. Una ona té diferents elements així com la freqüència, el període, l'amplitud, la cresta i la longitud d'ona.
6. Longitud d'ona: la distància que hi ha entre el mateix punt de dues ondulacions consecutives. Aquesta és representada amb el símbol següent:  $\lambda$  (lletra grega lambda).

Quan hi ha més d'una ona en una regió concreta de l'espai, es crea una interferència, producte d'aquestes, i pot ser de dos tipus segons la seva intensitat: constructiva o destructiva. Per entendre millor la darrera afirmació les següents imatges ens donen una idea visual d'aquest fenomen. Les quals han sigut obtingudes gràcies a la col·laboració del cristal·lògraf Jordi Benet en aquest treball.



Aquesta imatge mostra com es crea una interferència constructiva com a producte de dues ones. Figura 17.



Aquesta imatge mostra com es crea una interferència destructiva com a producte de dues ones. Figura 18.

## 5.2. Rang de l'espectre:

L'espectre cobreix l'energia d'ones electromagnètiques que tenen longituds d'ona diferents. Les freqüències de 30Hz i més baixes poden ser produïdes per certes nebuloses estel·lars i són importants per al seu estudi. Les freqüències més altes es descobreixen a partir de fonts astrofísiques.

L'energia electromagnètica en una longitud d'ona particular ( $\lambda$ ) en el buit, té una freqüència associada ( $f$ ) i una energia fotònica ( $E$ ). Així doncs, l'espectre

electromagnètic pot expressar-se en qualsevol d'aquestes tres variables, les quals estan relacionades mitjançant equacions.

D'aquesta forma, les ones electromagnètiques d'alta freqüència tenen una longitud d'ona curta i una energia alta. Per tant, les ones de freqüència baixa tenen una longitud d'ona llarga i una energia baixa.

Sempre que les ones de llum (i altres ones electromagnètiques) es troben en un medi (matèria), la seva longitud es redueix. Les longituds d'ona de la radiació electromagnètica, sense importar el medi pel qual viatgen, són en general, citades en terminis de longitud d'ona en el buit, tot i que no sempre es declara explícitament.

Generalment, la radiació electromagnètica es classifica per la longitud d'ona: ones de ràdio, microones, llum visible, rajos ultraviolats, rajos X, rajos gamma, etc.

El comportament de la radiació electromagnètica depèn de la seva longitud d'ona. Les freqüències més altes tenen longituds d'ona més curtes. Quan la radiació electromagnètica interacciona amb àtoms i molècules, el seu comportament també depèn de la quantitat d'energia que transporta. La radiació electromagnètica pot dividir-se en octaves (com les ones sonores).

L'espectroscòpia pot descobrir una regió molt més ampla de l'espectre que el rang de llum visible, el qual va de 400nm a 700nm.

Un espectroscopi de laboratori comú pot descobrir longituds d'ona des de 2nm fins a 2500nm. Amb aquest tipus d'aparells es pot obtenir informació detallada sobre les propietats físiques d'objectes, gasos o, fins i tot, estrelles. L'espectrometria s'usa sobretot en astrofísica. Per exemple, molts àtoms d'hidrogen emeten ones de radio que tenen una longitud d'ona de 21,12cm.



Espectroscopi de laboratori comú.  
Figura 19.

### **5.3. Tipus de radiacions:**

En aquest apartat s'explicaran els tipus de radiació que formen part de l'espectre electromagnètic. De totes maneres, ens centrarem en els rajos X. Ja que aquest tipus de radiació ha sigut molt utilitzat a la part pràctica d'aquest treball.

Tot i que l'esquema de classificació dels tipus de radiació sol ser precís, figura 5, en realitat existeix certa transposició entre els tipus veïns d'energia electromagnètica. Per exemple, les ones de radio a 60 Hz poden ser rebudes i estudiades per astrònoms, o poden ser conduïdes pels cables es forma d'energia elèctrica. També, alguns rajos gamma de baixa energia realment tenen una longitud d'ona més llarga que alguns rajos X de gran energia. Això és possible perquè "raig gamma" és el nom que se'ls dóna als fotons generats en descomposició nuclear o altres processos nuclears i subnuclears, mentre que els rajos X són generats per transicions electròniques que impliquen electrons interiors molt energètics. Per tant, la diferència entre raig gamma i raig X esta relacionada amb la font de radiació més que amb la longitud d'ona de la radiació. Generalment, les transicions nuclears són molt més energètiques que no pas les transicions electròniques.

Així doncs, els rajos gamma acostumen a ser més energètics que els rajos X. No obstant, hi ha transicions nuclears de baixa energia que produeixen rajos gamma que són menys energètics que alguns dels rajos X de major energia.

Hi ha diferents tipus de radiacions:

#### 5.3.1. Radiofreqüència:

Les ones de ràdio solen ser utilitzades mitjançant antenes de la mida apropiada (segons el principi de ressonància), amb longitud d'ona en els límits de centenars de metres fins a aproximadament un mil·límetre. S'usen per a la transmissió de dades, a través de la modulació.



Antenes de ràdio. Figura 20.

La televisió, els telèfons mòbils, les ressonàncies magnètiques, o les xarxes inalàmbriques i de radio-aficionats, són alguns usos populars de les ones de radio.

Les ones de ràdio poden transportar informació variant la combinació d'amplitud, freqüència, i fase de l'ona dins un rang de freqüència. L'ús de l'espectre de ràdio està regulat per molts governs mitjançant l'assignació de freqüències. Quan la radiació electromagnètica impacta sobre un conductor, s'emparella amb aquest i viatja al llarg del mateix, induint un corrent elèctric a la superfície del conductor mitjançant una excitació dels electrons del material de conducció. Aquest efecte (anomenat efecte pell) és utilitzat en les antenes. La radiació electromagnètica també pot fer que certes molècules absorbeixin energia i s'escalfin, una característica que s'utilitza en els microones.

### 5.3.2. Microones:

La freqüència súper alta (SHF) i la freqüència extremadament alta (EHF) de les microones són les següents en l'escala de freqüència. Les microones són ones suficientment curtes com per utilitzar guies d'ones metàl·liques tubulars de diàmetre raonable. L'energia de microones es produeix amb tubs de klistró i tubs magnetró, i amb díodes d'estat sòlid com els dispositius "Gunn" i "IMPATT". Les microones són absorbides per les molècules que tenen un moment dipolar en líquids. En un forn microones, aquest efecte s'usa per escalfar menjar. La radiació de microones de baixa intensitat s'utilitza en Wi-Fi.

El forn microones de mitjana, quan està actiu, està en un rang proper i bastant poderós com per causar interferència amb camps electromagnètics mal protegits, com els que es troben en dispositius mèdics mòbils i aparells electrònics barats.

### 5.3.3. Rajos T:

La radiació de terahertz (o Rajos T) és una regió de l'espectre situada en l'infraroig llunyà i les microones. Fins fa poc, aquest rang estava molt poc estudiat, ja que amb prou feines hi havia fonts per a l'energia de microones a l'extrem alt de la banda (ones submilimètriques o també anomenades ones terahertz).

No obstant, estan apareixent aplicacions per mostrar imatges i comunicacions. Els científics també busquen aplicar la tecnologia de rajos T a les forces armades, on podria ser utilitzada per dirigir-la a les tropes enemigues, ja que les ones d'alta freqüència incapaciten els equips electrònics.

#### 5.3.4. Radiació infraroja:

La part infraroja de l'espectre electromagnètic cobreix el rang des de aproximadament els 300GHz (1mm) fins els 400THz (750nm). Pot ser dividida en tres parts:

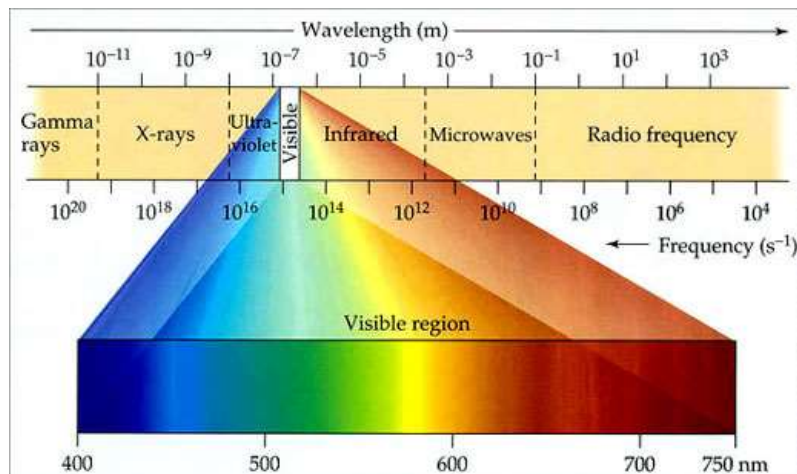
-Infraroig llunyà, des de 300 GHz (1mm) fins 30THz (10  $\mu\text{m}$ ). La part inferior d'aquest rang també pot anomenar-se microones. Aquesta radiació és absorbida pels anomenats modes rotatoris en les molècules en fase gasosa, mitjançant moviments moleculars en els líquids, i també amb fotons en els sòlids. L'aigua en l'atmosfera terrestre absorbeix tan fortament aquesta radiació que confereix a l'atmosfera una efectivitat opaca. Tot i així, hi ha certs rangs de longituds d'ona ("finestres") dins el rang opac que permeten la transmissió parcial i poden ser usats en astronomia. El rang de longitud d'ona d'aproximadament 200 $\mu\text{m}$  fins a uns pocs mm acostuma a anomenar-se "radiació submilimètrica" en l'astronomia, reservant l'infraroig per longituds d'ona per sota dels 200 $\mu\text{m}$ .

-Infraroig mitjà, des de 30 a 120THz (10 a 2,5 $\mu\text{m}$ ). Els objectes calents (radiadors de cos negre) poden irradiar fortament en aquest rang. S'absorbeix per vibracions moleculars, és a dir, quan els diferents àtoms d'una molècula vibren al voltant de les seves posicions d'equilibri. Aquest rang a vegades és anomenat regió d'empremta dactilar, ja que l'espectre d'absorbció de l'infraroig mitjà de cada compost és molt específic.

-Infraroig proper, des de 120 fins 400THz (2500 a 750nm). Els processos físics que són rellevants per aquest rang són similars als de la llum visible.

### 5.3.5. Radiació visible (llum):

La freqüència per sobre de l'infraroig és la llum visible. Aquest és el rang en què el Sol i les estrelles similars a ell emeten la major part de la seva radiació. No és probablement una coincidència que l'ull humà sigui sensible a les longituds d'ona que el Sol emet amb més força. La llum visible (i la llum propera a l'infraroig) són absorbides i emeses per electrons en les molècules i àtoms que es mouen des d'un nivell d'energia a un altre. La llum que veiem amb els nostres ulls és realment un part molt petita de l'espectre electromagnètic. Un arc de Sant Martí mostra la part òptica (visible) de l'espectre electromagnètic; l'infraroig (si es pogués veure a ull nu) estaria localitzat just a continuació del costat vermell de l'arc de Sant Martí, mentre que la ultraviolada estaria just darrere del costat lila d'aquest.



Aquesta fotografia mostra la llum visible en proporció amb la resta de l'espectre. Figura 21.

La radiació electromagnètica amb una longitud d'ona entre aproximadament 400nm i 700nm és detectada per l'ull humà i percebuda com a llum visible. A altres longituds d'ona, sobretot a l'infraroig proper (més llarg de 700nm) i a la ultraviolada (més curta que 400nm) també se'ls anomena llum a vegades, sobretot quan la visibilitat pels humans no és rellevant.

Si la radiació que té una freqüència a la regió visible de l'espectre electromagnètic es reflecteix en un objecte i, tot seguit, impacta en els nostres ulls obtenint una percepció visual de l'escena. El sistema visual del nostre cervell processa la multitud de freqüències reflectides en diferents ombres i matisos. A través d'aquest fenomen psicofísic que encara no s'entén completament, és com percebem els objectes.

A la major part de les longituds d'ona, la informació transportada per la radiació electromagnètica no és directament descoberta pels sentits humans. Les fonts naturals produeixen radiació electromagnètica a través de l'espectre i la nostra tecnologia també pot manipular un rang ampli de longituds d'ona. La fibra òptica transmet llum que, tot i que no és adequada per a la visió directa, pot transportar dades que després són traduïdes en so i imatge. La codificació usada en aquestes dades és similar al que s'utilitza amb les ones de ràdio.

#### 5.3.6. Llum ultraviolada:

La següent freqüència en l'espectre és la llum ultraviolada (o rajos UV), que és la radiació que té una longitud d'ona més curta que l'extrem lila de l'espectre visible.

El ser molt energètica, la radiació ultraviolada pot trencar enllaços químics, fent les molècules excepcionalment reactives o ionitzant-les. Això fa que aquestes canviïn el seu comportament. Les cremades solars, per exemple, són causades pels efectes perjudicials de la radiació UV en les cèl·lules cutànies (de la pell), i poden causar fins i tot càncer de pell si la radiació malmet les molècules d'ADN complexes de les cèl·lules. Per tant, la radiació UV és un mutagen. El Sol emet una gran quantitat de radiació UV, aquest fet podria convertir ràpidament la Terra en un desert estèril si no fos perquè una gran part d'aquesta és absorbida per la capa d'ozó de l'atmosfera abans d'arribar a la superfície terrestre.



### 5.3.7. Rajos X:

Després de la radiació UV venen els rajos X. Els rajos X durs tenen longituds d'ona més curtes que els rajos X suaus. S'utilitzen generalment per veure a través d'alguns objectes, així com per la física i l'astronomia. Les estrelles de neutrons i els discos d'acreció al voltant dels forats negres emeten rajos X, això ens permet estudiar aquests.

#### -Descobriments:

La història dels rajos X comença amb els experiments del científic britànic anomenat William Crookes, que va investigar al segle XIX els efectes de certs gasos en aplicar descàrregues d'energia. Aquests experiments es desenvolupaven en un tub buit, i elèctrodes per generar corrents d'alt voltatge. Ell el va anomenar Tub de Crookes. Doncs bé, aquest tub, en estar prop de plaques fotogràfiques, generava en les mateixes algunes imatges borroses. Malgrat el descobriment, Crookes no va continuar investigant aquest efecte.



Tub de Crookes o de rajos catòdics. Figura 22.

És així com Nikola Tesla, el 1887, va començar a estudiar aquest efecte creat per mitjà dels tubs de Crookes. Una de les conseqüències de la seva investigació va ser advertir a la comunitat científica el perill per als organismes biològics que suposa l'exposició a aquestes radiacions.

Però no va ser fins al 8 novembre 1895 quan es van descobrir els raigs X; el físic Wilhelm Conrad Röntgen, va realitzar experiments amb els tubs d'Hittorff-Crookes (o simplement Tub Crookes) i la Bobina de Ruhmkorff. Analitzava els raigs catòdics per evitar la fluorescència violeta que produïen els raigs catòdics a les parets d'un Vidre del tub. Per a això, crea un ambient de fosc, i cobreix el tub amb una funda de cartró negre.



Wilhelm Conrad Röntgen (1845-1923).  
Investigador alemany. Figura 23.

Quan va connectar el seu equip per última vegada, arribada la nit, es va sorprendre al veure una llunyana i feble resplendor groc-verdós: sobre un banc proper hi havia un petit cartró amb una solució de cristalls de platí-cianur de bari, en el qual va observar un enfosquiment en apagar el tub. Quan va encendre de nou el tub, la resplendor es produïa novament. Va retirar més lluny la solució de cristalls i va comprovar que la fluorescència se seguia produint, així va repetir l'experiment i va determinar que els rajos creaven una radiació molt penetrant, però invisible. Va observar que els rajos travessaven grans capes de paper i fins i tot metalls menys densos que el plom.

Les set setmanes següents, va estudiar intensivament les característiques propietats d'aquests nous i desconeguts rajos. Va pensar a fotografiar aquest fenomen i llavors va ser quan va fer un nou descobriment: les plaques fotogràfiques que tenia en la seva caixa estaven vetllades. Va intuir l'acció d'aquests raigs sobre l'emulsió fotogràfica i es va dedicar a comprovar-ho. Va col·locar una caixa de fusta amb unes peses sobre una placa fotogràfica i el resultat va ser sorprenent.

El raig travessava la fusta i impressionava la imatge de les peses a la fotografia. Va fer diversos experiments amb objectes com una brúixola i el canó d'una escopeta. Per comprovar la distància i l'abast dels raigs, va passar a l'habitació del costat, va tancar la porta i va col·locar una placa fotogràfica. Va obtenir la imatge de la motllura, la frontissa de la porta i fins i tot els traços de la pintura que la cobria.

El 22 de desembre, un dia memorable, es decideix a practicar la primera prova amb humans. Ja que no podia manipular al mateix temps el seu rodet, la placa fotogràfica de cristall i exposar la seva pròpia mà als rajos, li va demanar a la seva dona que col·loqués la mà sobre la placa durant quinze minuts. Quan va revelar la placa de vidre, va aparèixer una imatge històrica de la ciència. Els ossos de la mà de la Berta, amb l'anell de noces surant sobre aquests: la primera imatge radiogràfica del cos humà. Així neix una de les branques més poderoses i excitants de la Medicina: la Radiologia.



Fotografia del 1895. Aquesta tracta d'una radiografia de la mà de la seva dona portant l'anell de noces. Amb aquest descobriment guanyà el Premi Nobel de Física l'any 1901.



¡Un resultat inesperat! Descobriments dels rajos X l'any 1895.  
(Il·lustració d'Alejandro Martínez de Andrés, CSIC 2014).

Figura 25.

El descobridor d'aquest tipus de raigs va tenir també la idea del nom. Els va anomenar "rajos incògnita", o el que és el mateix: "raigs X" perquè no sabia que eren, ni com

eren provocats. Raigs desconeguts, un nom que els dóna un sentit històric. Per aquest motiu molts anys després, malgrat els descobriments sobre la naturalesa del fenomen, es va decidir que aquest nom fos conservat.

La notícia del descobriment dels raigs "X" es va divulgar amb molta rapidesa pel món. Röntgen va ser objecte de múltiples reconeixements, l'emperador Guillermo II d'Alemanya li va concedir l'Ordre de la Corona, va ser honrat amb la medalla Rumford de la Reial Societat de Londres en 1896, amb la medalla Barnard de la Universitat de Columbia i amb el Premi Nobel de Física el 1901.

-Producció dels rajos X:

Els raigs X són productes de la desacceleració ràpida d'electrons molt energètics (d'ordre 1000eV) en xocar amb un blanc metàl·lic. Segons la mecànica clàssica, una càrrega accelerada emet una radiació electromagnètica, d'aquesta manera, el xoc produeix un espectre continu de raigs X (a partir de certa longitud d'ona mínima). No obstant això experimentalment, a més d'aquest espectre continu, es troben línies característiques per a cada material.

La producció de raigs X es dóna en un tub de raigs X que pot variar depenent de la font d'electrons i pot ser de dues classes: tubs amb filament o tubs amb gas:

El tub amb filament és un tub de vidre al buit en el qual es troben dos elèctrodes en els seus extrems. El càtode és un filament calent de tungstè i l'ànode és un bloc de coure en el qual està immers el blanc. L'ànode és refrigerat contínuament mitjançant la circulació d'aigua, doncs l'energia dels electrons en ser colpejats amb el blanc, és transformada en energia tèrmica en un gran percentatge. Els electrons generats en el càtode són enfocats cap a un punt en el blanc (que en general posseeix una inclinació de 45 °) i producte de la col·lisió dels raigs X són generats. Finalment el tub de raigs X posseeix una finestra la qual és transparent a aquest tipus de radiació elaborada en beril·li, alumini o mica.

El tub amb gas es troba a una pressió d'aproximadament 0.01 mmHg i és controlada mitjançant una vàlvula; posseeix un càtode d'alumini còncau, el qual permet enfocar els electrons i un ànode. Les partícules ionitzades de nitrogen i oxigen, presents en el tub, són atretes cap al càtode i ànode. Els ions positius són atrets cap al càtode i injecten electrons a aquest. Posteriorment els electrons són accelerats cap a l'ànode (que conté al blanc) a altes energies per després produir rajos X. El mecanisme de refrigeració i la finestra són els mateixos que es troben en el tub amb filament.

Els sistemes de detecció més usuals són les pel·lícules fotogràfiques i els dispositius de ionització

-Riscos per a la salut:

Com la radiació afecta la salut depèn de la mida de la dosi de radiació. L'exposició a les dosis baixes de raigs X a les que l'ésser humà s'exposa diàriament no és perjudicial. En canvi, se sap que l'exposició a quantitats massives pot produir danys greus. Per tant, és aconsellable no exposar-se a més radiació ionitzant que la necessària.

L'exposició a quantitats altes de raigs X pot produir efectes tals com cremades en la pell, caiguda del cabell, defectes de naixement, càncer, retard mental i la mort. La dosi determina si un efecte es manifesta i amb quina intensitat. La manifestació d'efectes com cremades de la pell, caiguda del cabell, esterilitat, nàusees i catarates requereix que s'exposi a una dosi mínima (la dosi llindar). Si s'augmenta la dosi per sobre de la dosi llindar l'efecte és més greu. En grups de persones exposades a dosis baixes de radiació s'ha observat un augment de la pressió psicològica. També s'ha documentat alteració de les facultats mentals (síndrome del sistema nerviós central) en persones exposades a milers de rads de radiació ionitzant.

-Aplicacions:

Des que Röntgen va descobrir que els raigs X permeten captar estructures òssies, s'ha desenvolupat la tecnologia necessària per al seu ús en Medicina. La Radiologia

és l'Especialitat mèdica que emprà la Radiografia com a ajuda de diagnòstic, en la pràctica, és l'ús més estès dels rajos X.

Els rajos X són especialment útils en la detecció de malalties en l'esquelet, encara que també s'utilitzen per diagnosticar malalties dels teixits tous, com la pneumònia, el càncer de pulmó i l'edema pulmonar. En altres casos, l'ús de rajos X té més limitacions, com per exemple en l'observació del cervell o els músculs. Les alternatives en aquests casos inclouen la tomografia axial computada, la ressonància magnètica o els ultrasons.

Els rajos X també tenen l'aplicació de poder ser utilitzats per explorar l'estructura de la matèria cristal·lina mitjançant experiments de difracció de rajos X per ser la seva longitud d'ona similar a la distància entre els àtoms de la xarxa cristal·lina. La difracció de rajos X és una de les eines més útils en el camp de la cristal·lografia.

També pot utilitzar-se per determinar defectes en components tècnics, com canonades, turbines, motors, parets, bigues i en general gairebé qualsevol element estructural.

Aprofitant la característica d'absorció / transmissió dels rajos X, si apliquem una font de rajos X a un d'aquests elements, i aquest és completament perfecte, el patró d'absorció / transmissió, serà el mateix al llarg de tot el component, però si tenim defectes, com ara porus, pèrdues de gruix, fissures (no solen ser fàcilment detectables) o inclusions de material tindrem un patró desigual.

Aquesta possibilitat permet tractar amb tot tipus de materials, fins i tot amb compostos, remetent-nos a les fórmules que tracten el coeficient d'absorció màssic. L'única limitació resideix en la densitat del material a examinar. Per a materials més densos que el plom no tindrem transmissió.

#### 5.3.8. Rajos gamma:

Després dels rajos X durs venen els rajos gamma. Són els fotons més energètics i no es coneix el límit més baix de la seva longitud d'ona. Són útils per als astrònoms en l'estudi d'objectes o regions d'alta energia. També són útils per als físics gràcies a la seva capacitat penetrant i la seva producció de radioisòtops. La longitud d'ona dels rajos gamma pot mesurar-se amb una gran exactitud per mitjà de dispersió Compton.

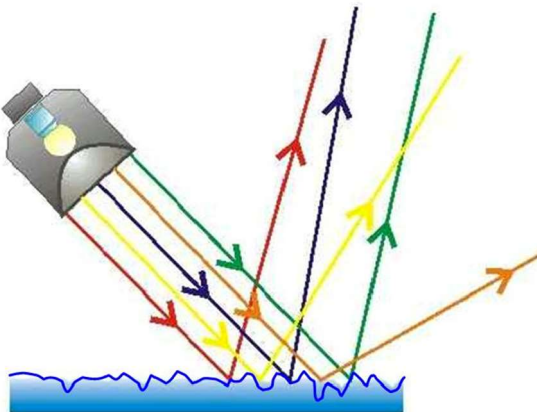
No hi ha cap límit exactament definit entre les bandes de l'espectre electromagnètic. Alguns tipus de radiació tenen una barreja de les propietats de radiacions que es troben en les dues regions de l'espectre. Per exemple, la llum vermella s'assembla a la radiació infraroja en què pot ressonar alguns enllaços químics.

## 6. Concepte de reflexió, refracció i difracció:

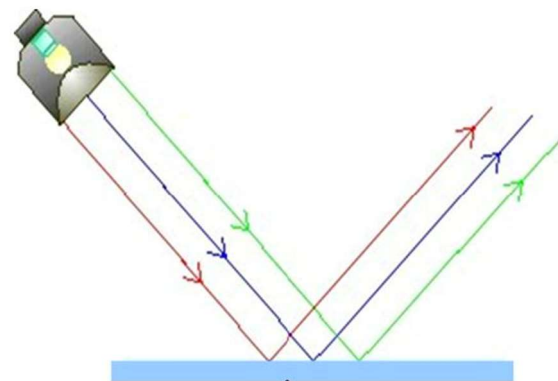
L'objectiu d'aquest apartat és entendre la diferència entre els conceptes de reflexió, refracció i difracció.

La reflexió és el canvi de direcció d'un raig o una ona que té lloc en la superfície de separació entre dos medis, de tal manera que torna al medi inicial. Exemples comuns són la reflexió de la llum, el so i les ones en l'aigua.

Hi ha dos tipus de reflexió (reflexió difusa i reflexió especular) que estan clarament explicats amb les figures 25 i 26:



Reflexió difusa. Figura 25.



Reflexió especular. Figura 26.

La refracció és el canvi de direcció que experimenta una ona en passar d'un medi material a un altre. Només es produeix si l'ona incideix obliquament sobre la superfície de separació dels dos medis i si aquests tenen índexs de refracció diferents. La refracció s'origina en el canvi de velocitat de propagació de l'ona.



Dos bons exemples del fenomen de refracció seria l'efecte òptic que ens provoca un objecte mig cobert d'aigua, com ara un llapis (figures 27 i 28) i la descomposició de la llum blanca al passar per un prisma (figura29).

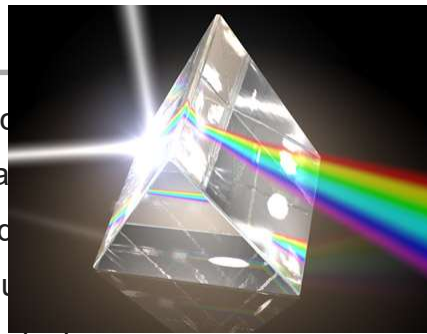


Fenomen de refracció. Figura 27.

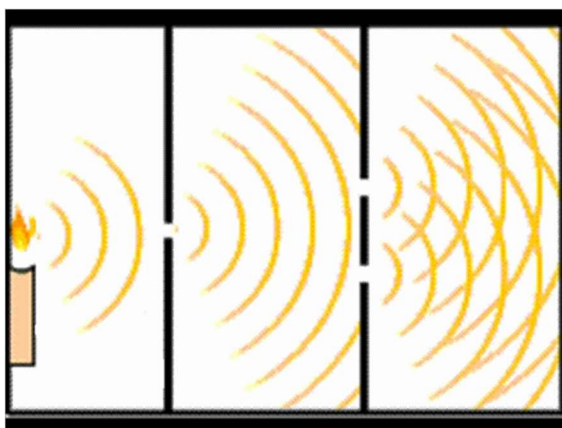


Fenomen de refracció. Figura 28.

La difracció és un fenomen que es basa en la curvatura i dispersió de les ones que passen a través d'una escletxa. La difracció passa a tot tipus de ones en la superfície d'un fluid i ones electromagnètiques de ràdio. També passa quan un grup d'ones de grandària finita es propaga.



Fenomen de refracció. Figura 29.



Fenomen de difracció.  
Figura 30.

## 7. Difracció de rajos X en els cristalls

La cristal·lografia de raigs X és una tècnica experimental per a l'estudi i anàlisi de materials, basada en el fenomen de difracció dels raigs X per sòlids en estat cristal·lí.

Els raigs X tenen la aplicació de poder ser utilitzats per explorar l'estructura de la matèria cristal·lina mitjançant experiments de difracció de raigs X per ser la seva longitud d'ona similar a la distància entre els àtoms de la xarxa cristal·lina. La difracció de raigs X és una de les eines més útils en el camp de la cristal·lografia.

Max von Laue va realitzar els primers experiments de cristal·lografia de raigs X l'any 1912. Von Laue, William Henry Bragg i William Lawrence Bragg van desenvolupar inicialment la teoria de difracció de rajos X en els cristalls, tasca a la qual aviat es van sumar altres científics. Al llarg del segle XX van tenir lloc diversos avenços teòrics i tècnics (com l'aparició dels superordinadors i l'ús de sincrotrons) per a la producció de raigs X, que van incrementar la capacitat del mètode per determinar les propietats estructurals de tot tipus de molècules: sals, materials inorgànics complexos, proteïnes i fins a components cel·lulars com els ribosomes.



Max Von Laue (1879-1960). Figura 31.

És possible treballar amb monocristalls o amb pols microcristal·lí, aconseguint diferents dades en ambdós casos: per a les aplicacions que requereixen només una caracterització precisa dels paràmetres de la xarxa cristal·lina, pot ser suficient la

difracció de raigs X per pols; per a una identificació precisa de les posicions atòmiques d'una estructura molecular, és preferible treballar amb monocristalls.

Donada la relació existent entre l'estructura tridimensional de les molècules i les seves propietats químiques i físiques, la cristal·lografia ha contribuït a l'avanç en diverses disciplines científiques com la química, la biologia molecular, la geologia, la física aplicada i la ciència de materials. L'àmplia disponibilitat de tubs de raigs X, complementada amb el desenvolupament de fonts de raigs X d'alta intensitat ha augmentat significativament el seu impacte en aquests camps d'investigació així com en àrees amb aplicacions industrials, com el desenvolupament de fàrmacs i la mineralogia aplicada.

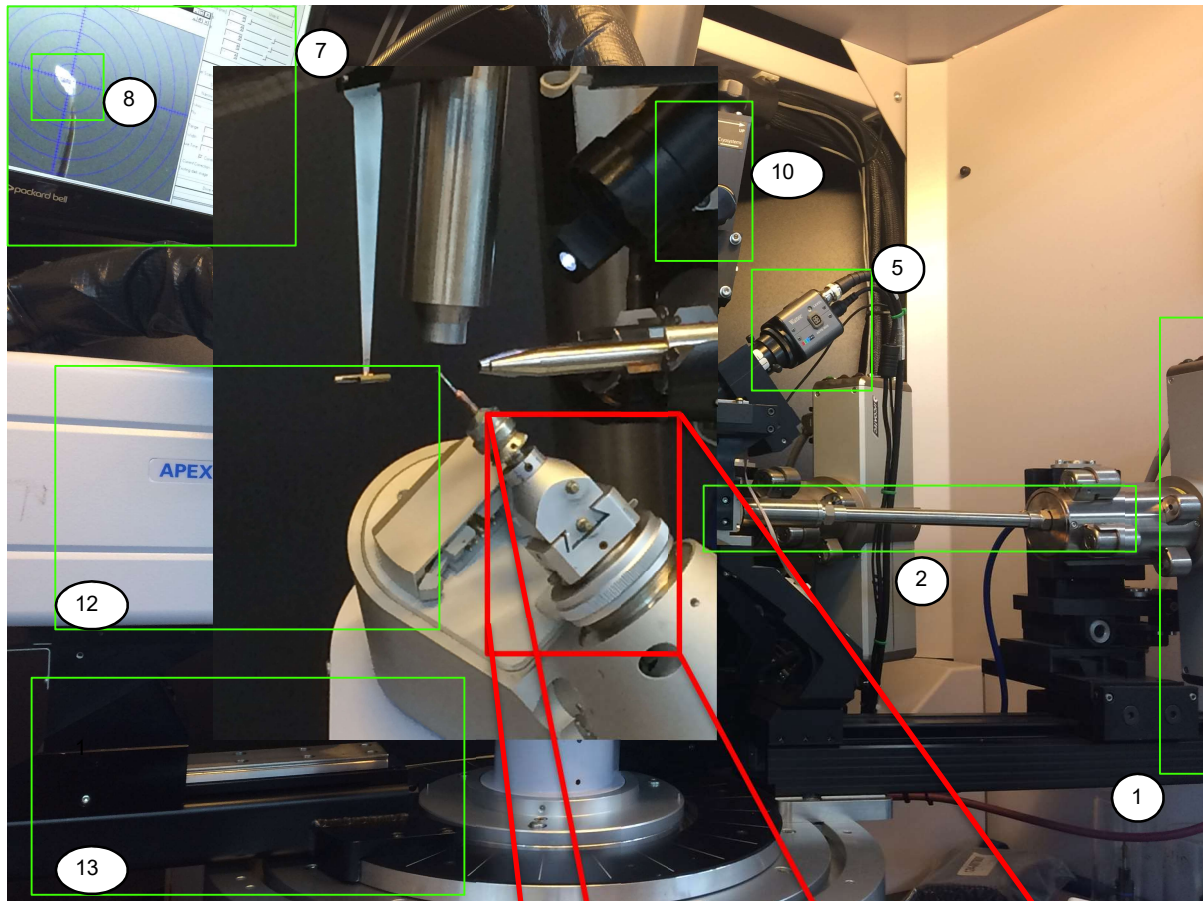
La gran limitació d'aquest mètode és la necessitat de treballar amb sistemes cristal·lins, pel que no és aplicable a dissolucions, a sistemes biològics *in vivo*, a sistemes amorfs o a gasos. En alguns casos, els raigs X poden trencar els enllaços químics que mantenen la integritat estructural, el que resulta en un model distorsionat de la molècula estudiada. Aquest problema afecta especialment els materials d'interès biològic.

## **7.1. Aplicacions:**

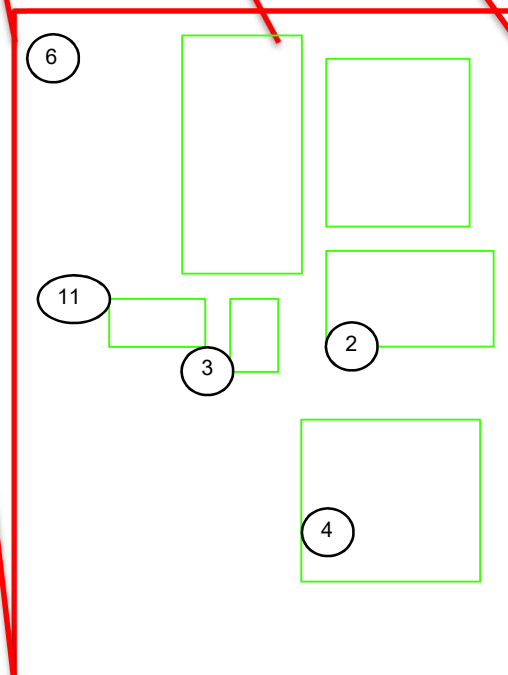
Les indústries farmacèutiques utilitzen molt la difracció de raigs X per a crear patents noves. Busquen substàncies amb difractogrames semblants però no exactes. D'aquesta forma es poden crear competències sense denúncies, ja que respecten les patents d'altres indústries. (Difracció de pols).

També s'utilitzen per identificar impureses de reaccions. Si s'obté un model de l'estructura química de la impuresa es pot identificar la substància i obtenir un coneixement de les seves propietats. Per tant, sabent les propietats d'aquesta, es pot saber quin és el procés per a eliminar aquesta i augmentar el rendiment de la reacció. Aquest últim fet és molt important i beneficiós per a les indústries que duguin a terme qualsevol reacció química on la impuresa pugui ser cristal·litzada. (Difracció de monocristall).

## 8. Màquina difractora de rajos X de monocristalls:



Màquina difractora de rajos X de monocristalls de l'I.C.I.Q. (Tarragona). Valorada en ½ milió d'euros. Figura 32.



Ampliació de la màquina difractora de rajos X de monocristalls. Figura 33.

1. Font de rajos X.

2. Intensificador dels rajos X, generats per la font (1), mitjançant miralls que conté en el seu interior.

3. "Loop": estri de laboratori de forma triangular que té una espècie de cercle molt petit (gairebé inapreciable a ull nu) a la punta. Serveix per seleccionar el monocristall i subjectar-lo durant el procediment de difracció. Aquest estri s'enrosca a la màquina de difracció de rajos X de monocristall.



"Loop". Figura 34.

4. Goniòmetre: part de la màquina difractora que té quatre moviments. Combinant aquests es pot aconseguir que el "Loop" (3), el qual va enroscat al goniòmetre, estigui orientat en qualsevol direcció.

5. Càmera que grava el monocristall.

6. Objectiu de la càmera (5). Aquest objectiu ha de tenir molts augments per poder visualitzar el cristall de forma adequada.

7. Pantalla connectada a la càmera (5). Aquesta serveix per veure de forma molt precisa la situació del monocristall just abans de començar el procediment de difracció. Ja que abans de començar amb el procediment, es fa girar el monocristall per comprovar, a través de la pantalla, si els rajos X impactaran en tot moment en aquest durant la difracció. En la pantalla, a més, apareixeran els senyals d'intensitat<sup>8</sup> de la difracció durant el procediment.

8. Monocristall gravat per la càmera (5). Aquest és obtingut d'una cristallització i seleccionat amb el "Loop" (3) mentre s'observa la cristallització al microscopi. Ja que no es pot fer a ull nu.

9. Aquest tub desprèn nitrogen líquid (el qual es converteix en gas al tenir contacte amb l'aire). És un tub connectat a un dipòsit de nitrogen líquid d'aproximadament un metre d'alçada. Aquest últim està situat darrere la màquina. El nitrogen líquid és molt important durant la difracció, ja que aquest ajuda a disminuir la vibració de les molècules (ja que la temperatura a la qual es troba el monocristall disminueix) del monocristall i fa que els resultats obtinguts del procediment siguin més clars.

10. Clau de pas que serveix per controlar el pas de nitrogen líquid.

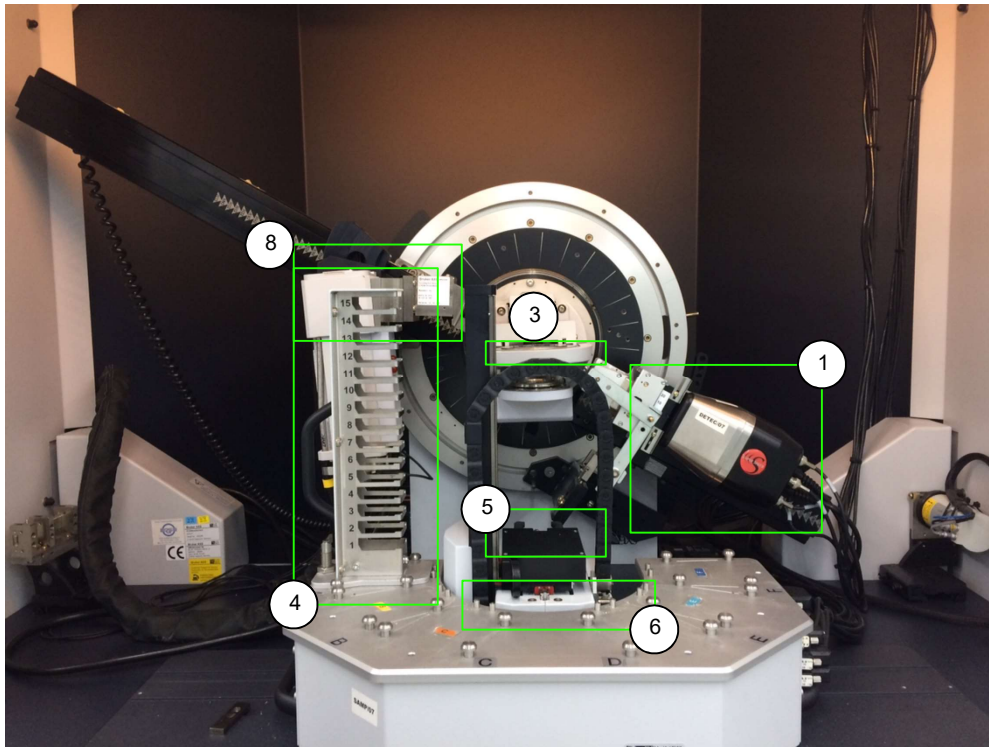
11. Cilindre que conté en el seu interior una petita peça de plom. Aquest és un element important, ja que no permet el pas d'algunes interferències durant el procés de difracció. Els metalls menys densos que el plom no posseeixen aquesta característica i no poden ser utilitzats amb aquest objectiu en la difracció.

12. Receptor. Aquest capta els senyals d'intensitat de la radiació difractada pel monocristall (8).

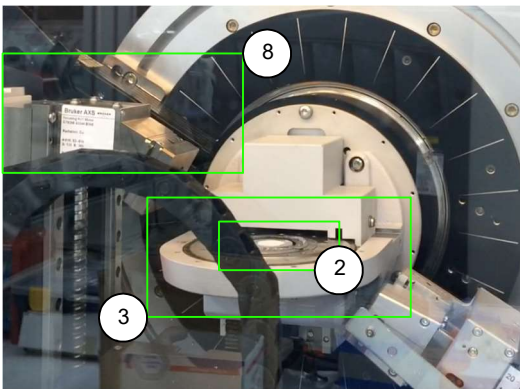
13. Braç enganxat a una plataforma giratòria que subjecta el receptor (12) i permet la seva mobilitat circular al voltant del monocristall (8). Aquest moviment del receptor proporcionat pel braç ajuda a obtenir moltes més dades de la difracció de raigs X.

A. A la versió digital d'aquest treball hi ha adjuntat un vídeo que mostra la pantalla de la màquina (7) amb els senyals d'intensitat de la radiació captades pel receptor (12) al mateix temps que s'està duent a terme el procés de difracció.

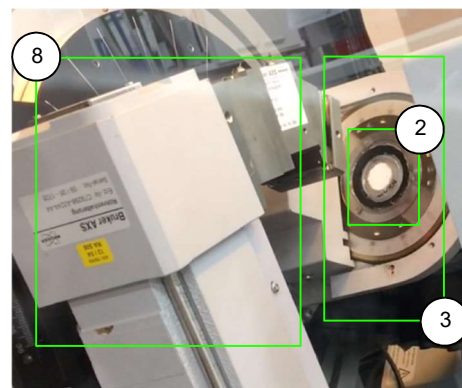
## 9. Màquina de difracció de pols utilitzant rajos X:



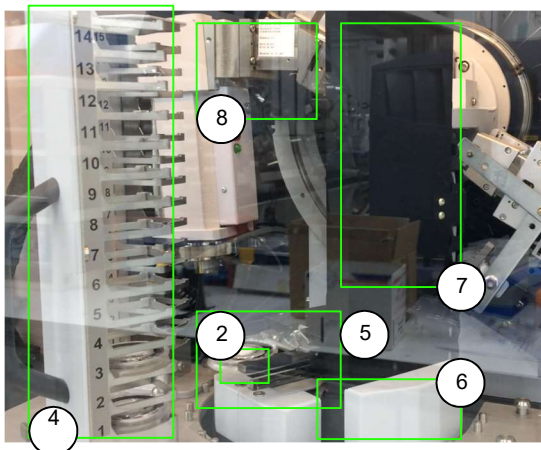
Màquina difractora de pols amb rajos X de l'I.C.I.Q. (Tarragona). Valorada en ½ milió d'euros. Figura 35.



Ampliació de la màquina difractora de pols amb rajos X. Figura 36.



Ampliació de la màquina difractora de pols amb rajos X. Figura 37.



Ampliació de la màquina difractora de pols amb rajos X. Figura 38.



1. Font de rajos X.
2. Mostra cristal·lina preparada.
3. Plataforma giratòria que subjecta la mostra (2) i fa girar aquesta sobre si mateixa.
4. Mena d'estanteria que subjecta les mostres (2) programades per ser analitzades amb una difracció de pols seguint un ordre.
5. Aparell amb pinces que serveix per transportar les mostres (2) des de l'estanteria (3) fins a la plataforma giratòria (3) i viceversa.
6. Plataforma giratòria que permet a les pinces (5) complir la seva funció. Ja que per transportar les mostres (2), cal una certa mobilitat angular.
7. Columna que permet a les pinces (5) complir la seva funció. La columna li proporciona una mobilitat vertical. La combinació dels moviments que li proporciona aquesta columna i dels moviments que li proporciona la plataforma giratòria (6), fan que les pinces (5) tinguin la mobilitat necessària per transportar les mostres.
8. Receptor. Capta els senyals d'intensitat, provinents de la font de rajos X (1), difractades per la mostra cristal·lina(2).

B. A la versió digital d'aquest treball es pot trobar una gravació d'una màquina de difracció de pols canviant de mostra i iniciant una nova anàlisi. Es poden apreciar totes les parts de la màquina que tenen capacitat de moviment en funcionament.

La figura 35 és una imatge que ha estat presa en un moment en el qual la màquina no estava en funcionament. En canvi, les figures 36, 37 i 38 han estat preses quan la màquina estava en ple funcionament. Aquest fet és degut a que es tenia l'objectiu de facilitar l'enteniment d'aquest apartat mostrant les parts de la màquina des d'altres angles que no hi són quan la màquina no es troba en funcionament. Totes les màquines que treballen amb rajos X de l'I.C.I.Q. segueixen unes mesures de seguretat que són revisades

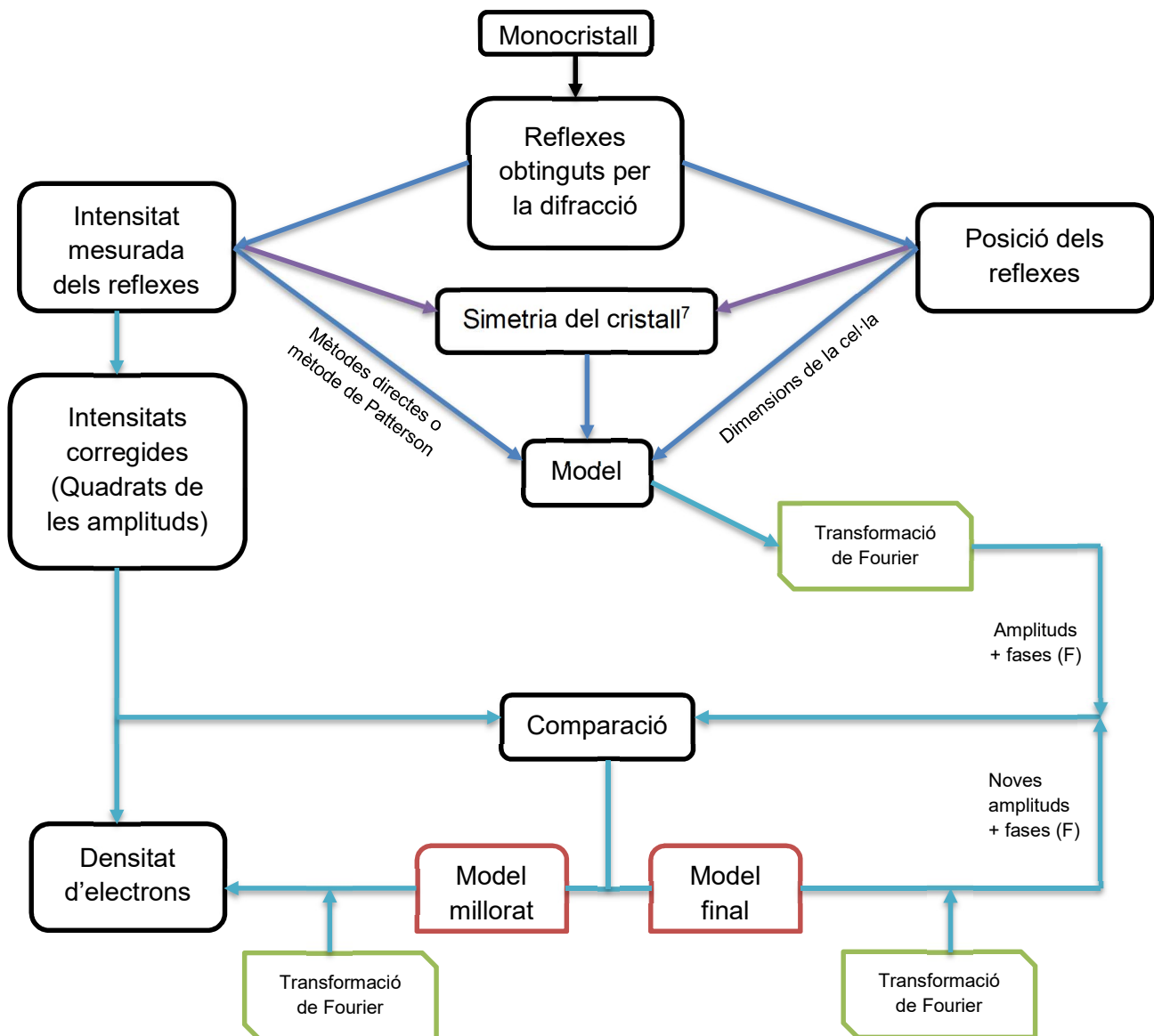
per inspectors cada cert període de temps. Aquestes consisteixen a deixar d'emetre instantàniament radiació quan les portes que aïllen la màquina són obertes. Per aquest motiu es pot apreciar un vidre entre la màquina difractora de pols i la càmera a les figures 36, 37 i 38..

Una altra mesura de seguretat que es pren per a les màquines que treballen amb rajos X és aquella que consisteix a indicar el risc de radiació mitjançant cartells semblants al de la figura 54 a l'entrada dels laboratoris.



Figura 39.

## 10. Procediment de deducció d'una estructura química a partir d'un monocristall difractat amb rajos X.



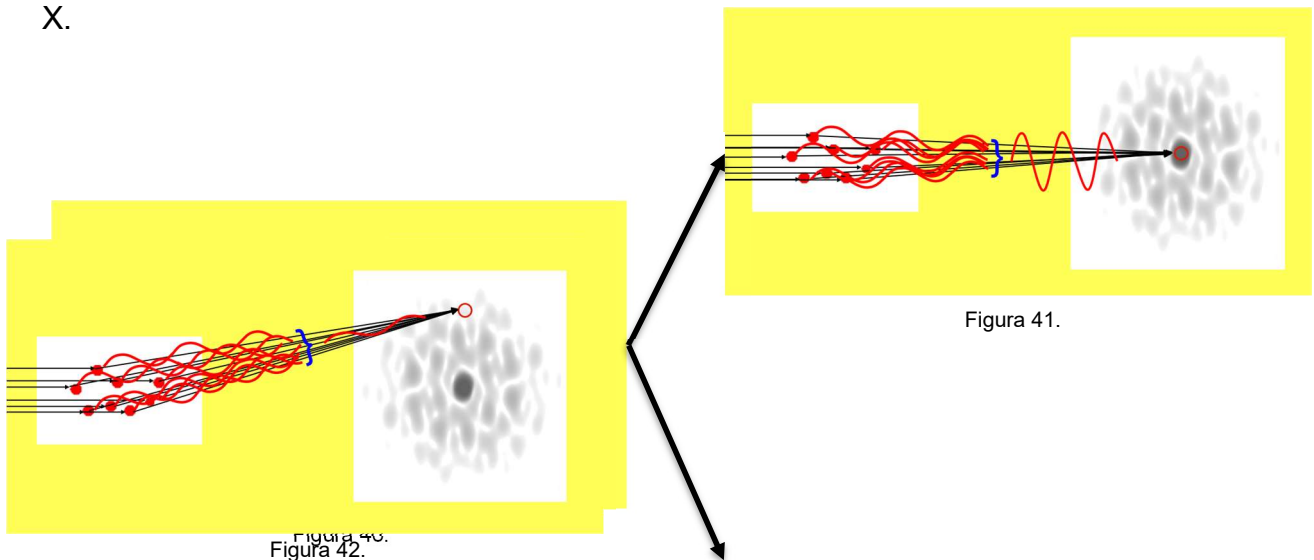
Totes les transformacions de Fourier, amplituds i fases, mètodes directes o de Patterson i el càlcul de dimensions de la cel·la del cristall avui en dia, gràcies a la nostra tecnologia, són calculades per l'aparell i l'ordinador.

7. Si es vol més informació sobre els diferents tipus de simetries dels cristalls es pot consultar la pàg.15 d'aquest treball.

## 11. Els difractograms i la seva interpretació

Els resultats d'una difracció de pols d'una substància cristal·lina en forma de gràfic s'anomenen difractograms.

Un difractograma es pot considerar "l'empremta dactilar" d'una substància, ja que cada difractograma és específic de cada substància, és a dir, no hi ha dos difractograms iguals que representin substàncies diferents. Experimentalment, si es canvia un sol àtom d'una molècula i es fa un difractograma de la nova molècula i la molècula original, és possible que els dos difractograms siguin iguals. Idealment no hauria de ser així, ja que la intensitat dels pics dels dos difractograms variaria. Però aquest fet requereix precisió i depèn de la qualitat de la màquina difractora de raigs X.



La figura 40 ens mostra com seria una difracció de raigs X en una sola molècula d'un cristall. Les figures 41 i 42 ens expliquen el motiu pel qual la difracció present en la figura 40 té aquesta forma. La figura 41 ens ensenya que es du a terme el fenomen anomenat interferència constructiva. Això fa que la intensitat en aquelles regions on es du a terme el fenomen augmenti. En canvi, la figura 42 ens mostra un fenomen anomenat interferència destructiva. La qual fa que la intensitat en aquelles regions on es produeix el fenomen disminueixi.

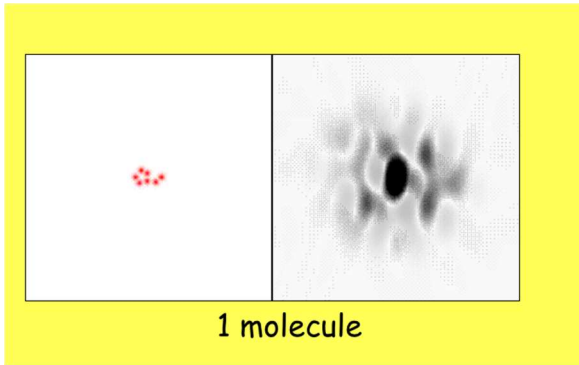


Figura 43

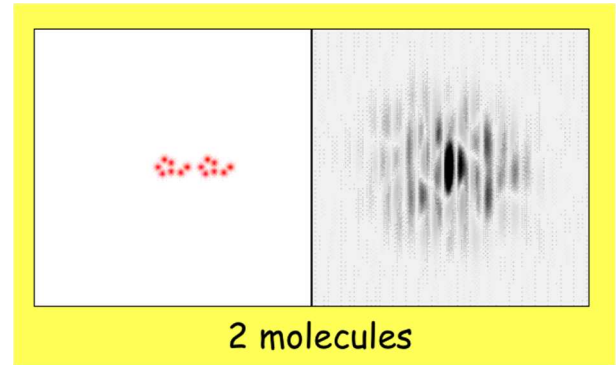


Figura 44

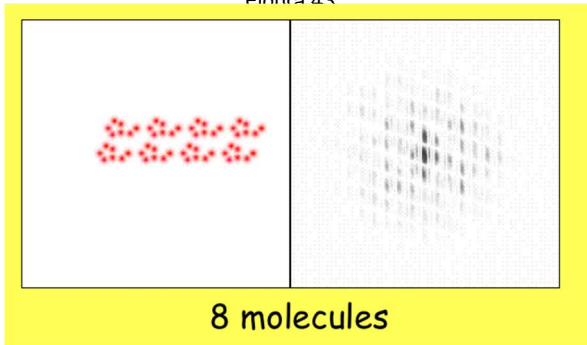


Figura 45.

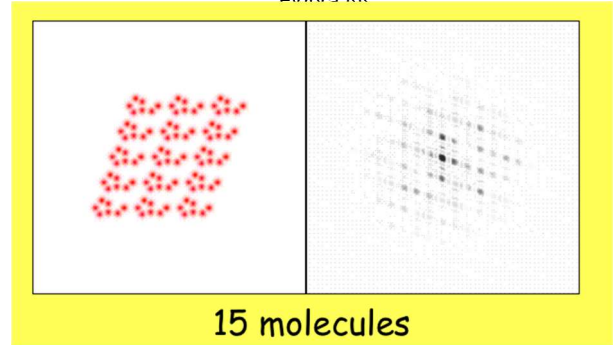


Figura 46.

Les quatre figures anteriors (figures 43, 44, 45 i 46) ens mostren com seria la diferència entre una difracció de rajos X d'una molècula, una difracció de rajos X de dues molècules, una difracció de rajos X de 8 molècules i una difracció de rajos X de 15 molècules. El motiu pel qual la difracció de rajos X es veu diferent cada cop que el nombre de molècules canvia és degut als fenòmens explicats amb les figures 17 i 18. Cal recordar que aquestes representacions són teòriques, ja que és pràcticament impossible dur a terme una difracció de rajos X d'un nombre tan petit de molècules.

La difracció de rajos X present amb la figura 46 és la més semblant a la difracció de rajos X d'un monocristall respecte a les quatre figures anteriors.

**11.1. Procés que segueix la màquina difractora de raigs X per dur a terme un difractograma a partir d'una difracció de pols.**



Figura 47.

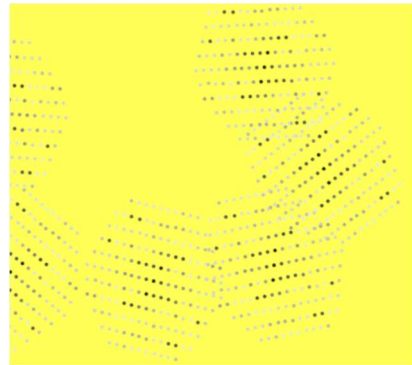


Figura 48.

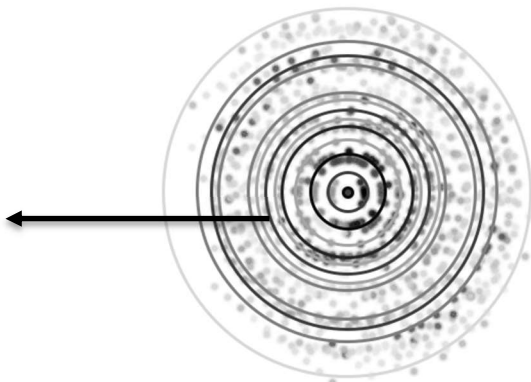


Figura 50.

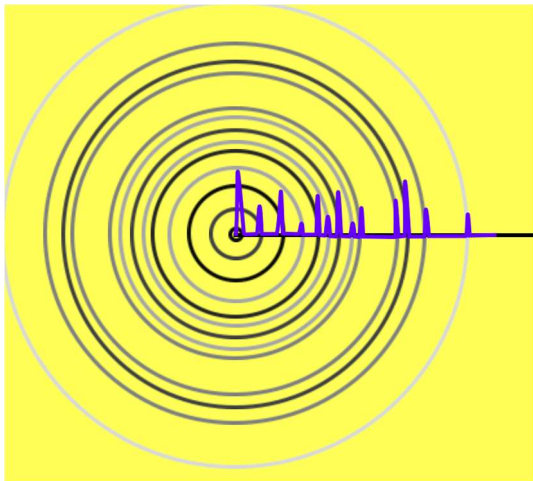
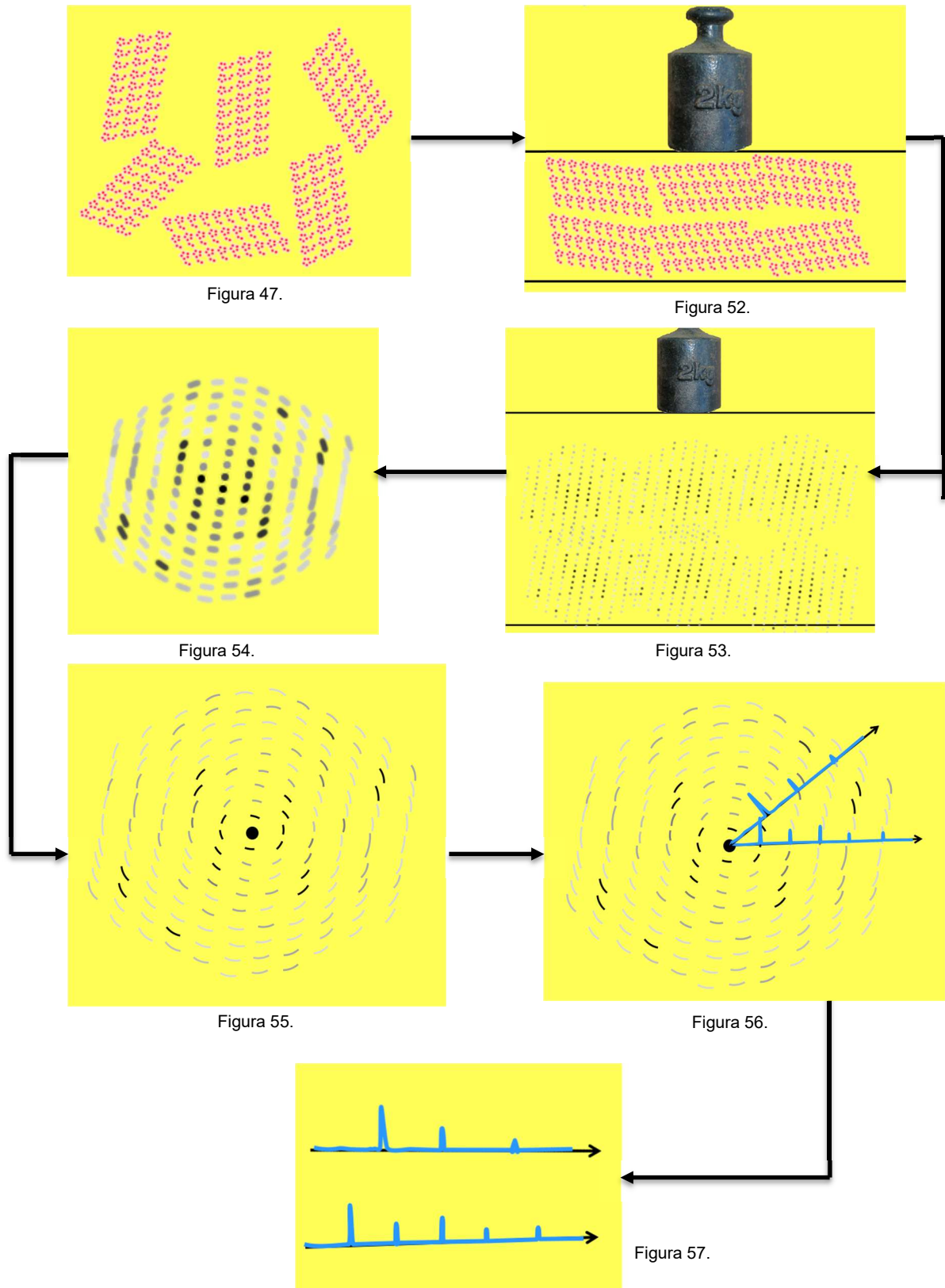


Figura 51.

Aquest esquema realitzat a partir d'unes diapositives fetes pel Dr. Jordi Benet. Ens mostra com es creen els difractogrames a partir d'una mostra cristal·lina.

Per entendre aquesta explicació, cal suposar que cada grup de molècules que representa la figura 47 representa un monocristall. És a dir, la figura 47 mostra 6 monocristalls de la mateixa substància. Al tractar-se de la mateixa substància, la difracció de rajos X de cada monocristall serà idèntica però orientada de forma diferent a la resta (aquesta última afirmació és representada per la figura 48). La figura 49 és la superposició de les difraccions de rajos X dels sis cristalls en qüestió. En aquesta superposició representada per la figura 49 es dibuixaran unes línies imaginàries que ens indiquen que hi ha el mateix grau d'intensitat a tots els punts d'aquestes (figura 50). Quan més fosques són les línies més intensitat hi ha. Des de l'eix central de la superposició de difraccions fins a l'última línia traçada anteriorment es mesuren tots els punts d'intensitat. A partir de les intensitats mesurades anteriorment, es crea el difractograma de la substància. El difractograma de la substància amb la qual s'ha fet aquesta explicació seria equivalent a la línia lila que es pot apreciar a la figura 51. L'alçada dels pics serà més alta com més intensitat hi hagi en el punt de la línia traçada.

El conjunt de figures 47, 48, 49, 50 i 51 en forma d'esquema ens ensenya d'on surten els difractogrames amb una mostra perfectament preparada. Però hi ha un error molt comú durant la preparació de les mostres per a la difracció de pols respecte a l'orientació dels cristalls que pot alterar el difractograma de la forma següent:





Un difractograma dóna informació a partir de dos paràmetres, la posició dels pics i la intensitat d'aquests últims. La posició dels pics es mesura en graus Theta ( $\theta$ ). Els quals apareixen en l'eix "x" com a "2-Theta escale". En canvi, a l'eix "y", apareixen les mesures en "Lin (Counts)" un tipus d'escala amb la qual s'indica el grau de la intensitat. La posició dels pics pot veure's influenciada lleugerament per la temperatura a la qual es troba la mostra estudiada i la intensitat del pic és la suma dels senyals que rep en una mateixa orientació. La intensitat es pot veure molt influenciada per l'acció de les orientacions preferents.

Aquest esquema realitzat a partir d'unes diapositives fetes pel Dr. Jordi Benet. Ens mostra com influeixen les orientacions preferents en els difractograms.

Per fer una difracció de pols idònia, la mostra mesurada ha de contenir monocristalls que mirin en totes direccions per obtenir així totes les orientacions (figura 47). Si aquesta norma no es compleix i es fa una difracció amb una gran part dels monocristalls orientats en la mateixa direcció (figura 52), les difraccions de rajos X de cada monocristall, no només seran idèntiques a causa de la seva especificitat, sinó que també estaran orientades de la mateixa forma (figura 53). Per tant, al superposar totes les difraccions de rajos X de cada monocristall (figura 54), no serà possible traçar les línies imaginàries de la figura 50 que ens permeten veure el grau d'intensitat de cada punt de la difracció (figura 55). Això fa que una part del difractograma mostri intensitats que no són correctes (figura 56). Aquest fenomen s'anomena orientació preferent. Depenent d'on es traci la línia des de l'eix central de la superposició de difraccions fins a l'última intensitat trobada, el difractograma serà d'una manera o una altra (figura 56). Aquest fet és fruit d'un error, ja que una sola substància no pot tenir difractograms diferents. No pot tenir més d'una empremta dactilar (figura 57).

L'orientació preferent es pot evitar si es passa la mostra pel morter. Amb el morter, l'orientació de tots els monocristalls de la mostra destinada a la difracció de pols es veurà modificada i s'aconseguirà una mostra amb monocristalls apuntant en direccions diferents (figura 47). Per tant, s'aconseguirà un sol difractograma possible per a la mostra en qüestió (figura 51).

Al ser els difractogrames tan específics, la utilitat d'un banc de dades en aquest àmbit de la cristal·lografia és molt important. El banc de dades està definit en anglès com a "Cambridge Crystallographic Data Centre". Quan es descobreix una nova estructura molecular s'ha de publicar. L'estructura ha de tenir un 95% de les dades que quadrin amb la difracció (per assegurar que no es tracta d'un difractograma erroni fruit d'una substància ja coneguda). Aquesta serà dipositada en un banc de dades un cop sigui reportada. El banc de dades està en un arxiu anomenat CIF i està en format internacional. Qui defineix les normes que ha de complir un nou descobriment, per ser reconegut i admès dins un banc de dades, és una entitat anomenada "I.U.Cr." (International Union of Crystallography). Aquest arxiu es va actualitzant amb els anys. Cada actualització del banc de dades té un cost econòmic relativament elevat per als laboratoris.

D'aquesta forma, si volem identificar una substància desconeguda, aquesta és cristal·litza i se li fa una difracció de pols amb rajos X. Un cop obtingut el difractograma de la mostra estudiada, es busca un difractograma en el banc de dades que sigui el més semblant possible al nostre, amb l'objectiu d'identificar la substància estudiada. Si no es troba cap de semblant i no podem identificar la nostra substància, el difractograma obtingut l'hem de publicar, ja que es tracta d'un difractograma mai descobert abans. També ens podem trobar que el banc de dades amb el qual estem comparant el nostre difractograma no estigui actualitzat i, que la versió antiga d'aquest, no tingui la informació que nosaltres estem buscant.

# **PART PRÀCTICA**

## **OBJECTIU 1:**

Identificació de la molécula d'L-Àcid ascòrbic (Vitamina C), d'L-Arginina i d'L-Histinina per tècniques de difracció. (Difracció de pols).

### **Introducció:**

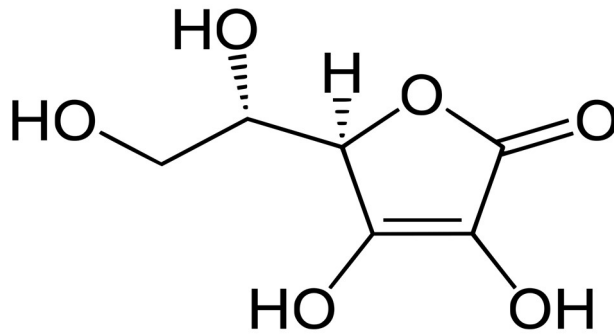
Les tres substàncies que estudiarem tot seguit són molècules quirals. Això vol dir que es pot fer la imatge especular de la seva molécula. Les molècules que posseeixen aquesta propietat tenen un o més carbonis amb quatre substituents diferents.

Aquest objectiu el durem a terme amb la vitamina C i dos aminoàcids diferents anomenats L-Histidina i L-Arginina.

Els aminoàcids són compostos orgànics amb els quals el nostre organisme és capaç de sintetitzar proteïnes. Depenent de si el nostre cos pot sintetitzar-los o no, aquests rebran el nom d'aminoàcids essencials i aminoàcids no essencials. De forma que, els aminoàcids essencials són aquells que el nostre organisme no és capaç de sintetitzar per si mateix. És necessari obtenir els organismes essencials a partir de la dieta que seguim diàriament. Amb els aminoàcids no essencials succeeix tot el contrari, ja que el nostre organisme si que pot sintetitzar-los.

### L-Àcid ascòrbic:

Majoritàriament conegut com a vitamina C, és un cristall sòlid sense color, sense olor



Fórmula de l'L-Àcid ascòrbic o Vitamina C

i soluble en aigua amb un sabor àcid.

És un àcid orgànic, amb propietats antioxidants, provinent del sucre.

La vitamina C és essencial pel desenvolupament i manteniment de l'organisme, per tant el seu consum és obligatori per mantenir una bona salut, ja que la presència d'aquesta vitamina

és requerida per un cert nombre de reaccions metabòliques en internament per quasi tots els organismes. Els humans en som una gran excepció, ja que en els humans, entre altres espècies, la vitamina C no pot ser sintetitzada, això fa que aquesta hagi de ser ingerida a través dels aliments. Això es deu a l'absència de l'enzim L-gluconolactona oxidasa.

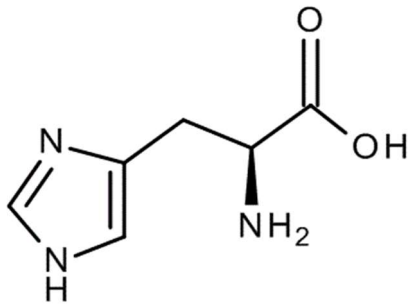
La deficiència d'aquesta molècula causa l'escorbut en els humans. Una malaltia que crea punts de color lila fosc a la pell (sobretot a les cames), genibes infectades i inflamades, pèrdua de les dents, hemorràgies en totes les membranes mucoses, pal·lidesa, ulls enfonsats, reobertura de traus ja cicatritzats anteriorment, separació d'ossos fracturats anteriorment i hemorràgies nasals. D'allà el nom de la substància (àcid ascòrbic) que se li dona a aquest àcid. Aquesta substància és utilitzada àmpliament com a additiu alimentari per prevenir aquesta última malaltia.

Fórmula:  $C_6H_8O_6$   
Massa molar: 176,12 g/mol  
Densitat: 1,65 g/cm<sup>3</sup>  
Punt de fusió: 190 °C  
Punt d'ebullició: 553 °C  
Soluble en: Aigua

La vitamina C ajuda al desenvolupament de l'absorció de ferro, al creixement i reparació del teixit connectiu (pell més suau), a la producció de col·lagen (actuant com cofactor en a hidroxilació dels aminoàcids lisina i prolina), a la metabolització de lípids i la cicatrització de ferides. També resulta un factor potenciador pel sistema immunitari tot i que alguns estudis posen en dubte aquesta última propietat de la Vitamina C.

### L-Histidina:

S'abreuja amb les lletres His o H. El seu grup funcional és un imidazol carregat positivament. Va ser purificat per primer cop per Albrecht Kossel l'any 1896, a Alemanya.



Fórmula de l'L-Histidina

L'L-Histidina, és un aminoàcid essencial, per tant, l'única forma d'obtenir i aportar al nostre organisme l'L-Histidina és a partir de l'alimentació, és a dir, prenent aliments rics en proteïnes que continguin aquest aminoàcid.

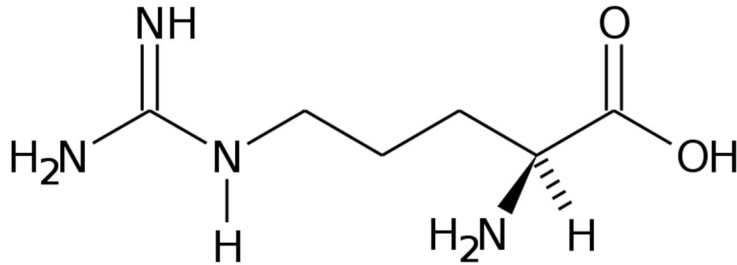
L'L-Histidina la trobem de manera abundant en l'hemoglobina. És necessària tant per a la producció de glòbuls vermells com per a la producció de glòbuls blancs. També és essencial pel creixement i reparació de teixits i és fonamental pel manteniment de les beines de mielina (les quals protegeixen les cèl·lules nervioses). Aquest aminoàcid ajuda a reduir la pressió arterial, és útil en l'eliminació de metalls pesants i a més protegeix a l'organisme dels danys per radiació.

Fórmula: C<sub>6</sub>H<sub>9</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>  
Massa molar: 155,16 g/mol  
Punt de fusió: 560 K (287 °C)  
Codó: CAU, CAC  
Punt isoelèctric(pH): 7,59  
Acidesa: 1,70; 6,04; 9,09 pK<sub>a</sub>

Des d'un punt de vista mèdic, se sol utilitzar en el tractament d'úlceres, anèmia, al·lèrgies i artritis reumatoide.

## L-Arginina:

S'abreuja amb les lletres Arg o R. Va ser aïllada per primera vegada a partir d'una extracció de llavors de lupinus l'any 1886, pel químic Ernst Schulze.



Fórmula de L'L-Arginina

L'L-Arginina és un aminoàcid no essencial, és a dir, el nostre organisme pot sintetitzar aquest aminoàcid per si sol. Aquest té com a precursor l'ortinina (el qual té un paper fonamental per reduir la grassa corporal i construir el múscul.

De fet, en els últims anys ha augmentat el consum d'Arginina com suplement en pols per part d'esportistes i culturistes professionals que busquen fomentar el creixement i la resistència dels seus músculs, degut a la seva ajuda en el creixement muscular. Això si, tenint en compte els principals efectes secundaris d'aquest aminoàcid, el seu consum artificial s'ha de dur a terme sempre amb supervisió mèdica.

L'L-Arginina ajuda a augmentar les defenses en el sistema immunitari i a l'eliminació de toxines al nostre cos. Regula les hormones i el sucre en sang, promou i millora la fertilitat masculina. Promou la producció de proteïnes útils per reparar el desgast dels teixits musculars. És fonamental per un bon funcionament del fetge, la pell, les articulacions i la musculatura. També augmenta els nivells de la hormona del creixement.

Fórmula:  $C_6H_{14}N_4O_2$   
Massa molar: 174,2 g/mol  
Densitat: 1100 kg/m<sup>3</sup>; 1,1 g/cm<sup>3</sup>  
Punt de fusió: 517 K (244 °C)  
Codó: AGA, AGG, CGU, CGC, CGA, CGG  
Punt isoelèctric (pH): 10,76  
Acidesa: 2,03; 9,00; 12,10 pK<sub>a</sub>

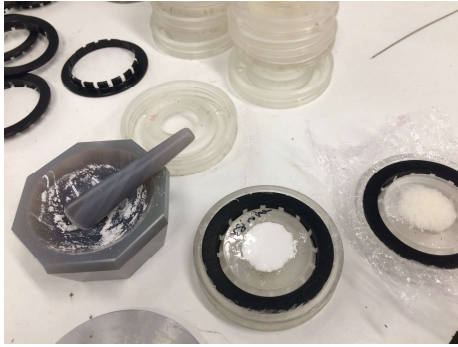
## Procediment:

1. Primer fem la preparació de les mostres per dur a terme la difracció de pols.
  - 1.1. Posem paper de film de cuina sobre una petita placa de plàstic. Aquest pas el fem amb dues plaques de plàstic més. Una per a cada substància.
  - 1.2. Agafem una petita quantitat de vitamina C, d'L-Arginina i d'L-Histidina directament del pot i les passem pel morter.
  - 1.3. Afegim les tres substàncies procedents del pot passades prèviament pel morter per separat sobre el paper de film.
  - 1.4. Tornem a posar per sobre de cada mostra un altre tros de paper de film.
  - 1.5. Posem una anella negra a cada mostra, aquesta té la funció de tensar els dos plàstics entre els quals es situa la mostra estudiada.
  - 1.6. Mitjançant una llanceta afilada i desinfectada punxem pel costat el plàstic per eliminar les bombolles d'aire i així assegurar que les nostres substàncies no es mouran dins la mostra durant el procediment de difracció de pols, ja que les mostres experimentaran nombroses rotacions.
  - 1.7. Finalment tallem el plàstic sobrant i s'etiqueta cada mostra amb el nom de la substància estudiada per evitar confusions.
2. Col·loquem les mostres a la màquina difractora de pols de rajos X.
3. Programem la màquina per dur a terme la difracció de pols de les tres substàncies. Aquesta difracció es durà a terme durant 30minuts, 10 minuts per a cada mostra.
4. Després d'obtenir uns resultats representats en un gràfic de tipus lineal anomenat difractograma<sup>8</sup>, busquem al banc de dades del centre<sup>9</sup> un de semblant per verificar la nostra substància i veure si aquesta substància ha sigut identificada abans o es tracta d'una substància no identificada anteriorment.

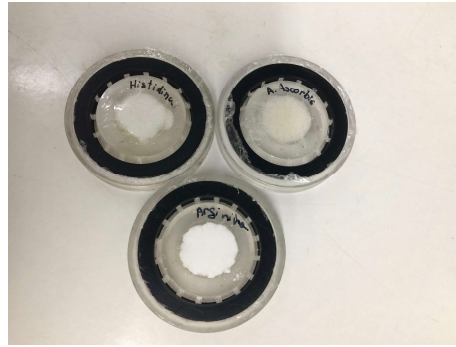
8. Si es vol més informació sobre els difractogrames es pot consultar la pàg.49 (part teòrica d'aquest treball).

9. Si es vol més informació sobre els bancs de dades es pot consultar la pàg.55 (part teòrica d'aquest treball).



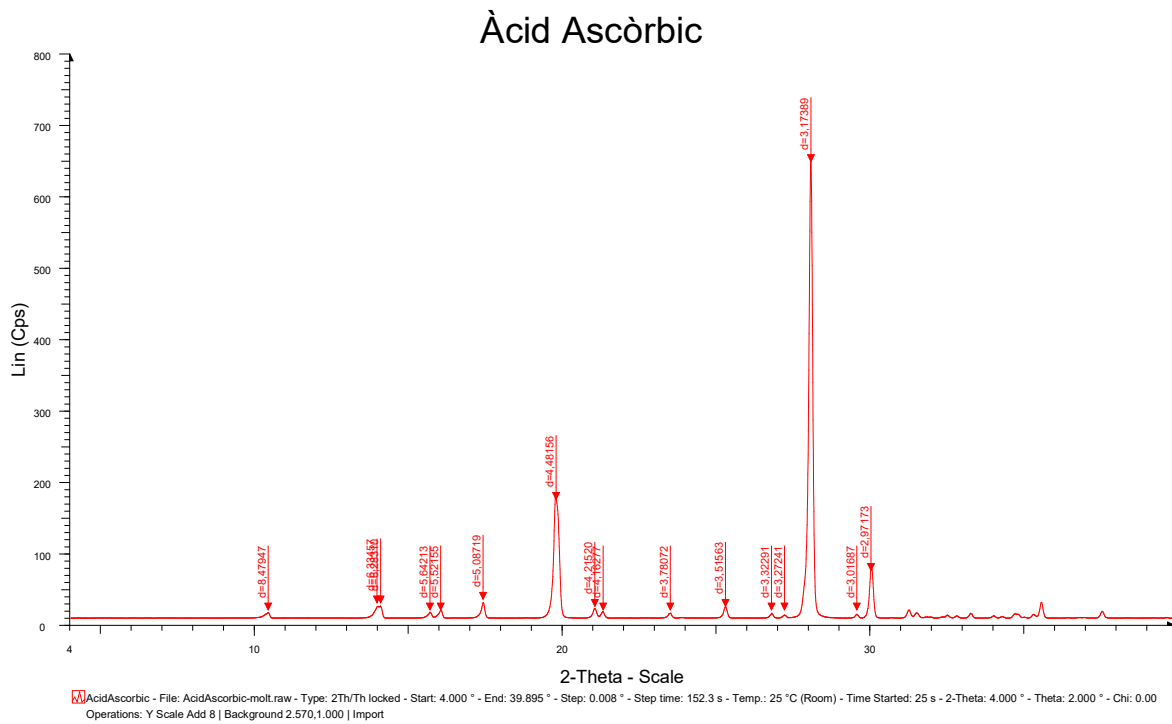


Procés de preparació de les mostres.  
Figura 58.



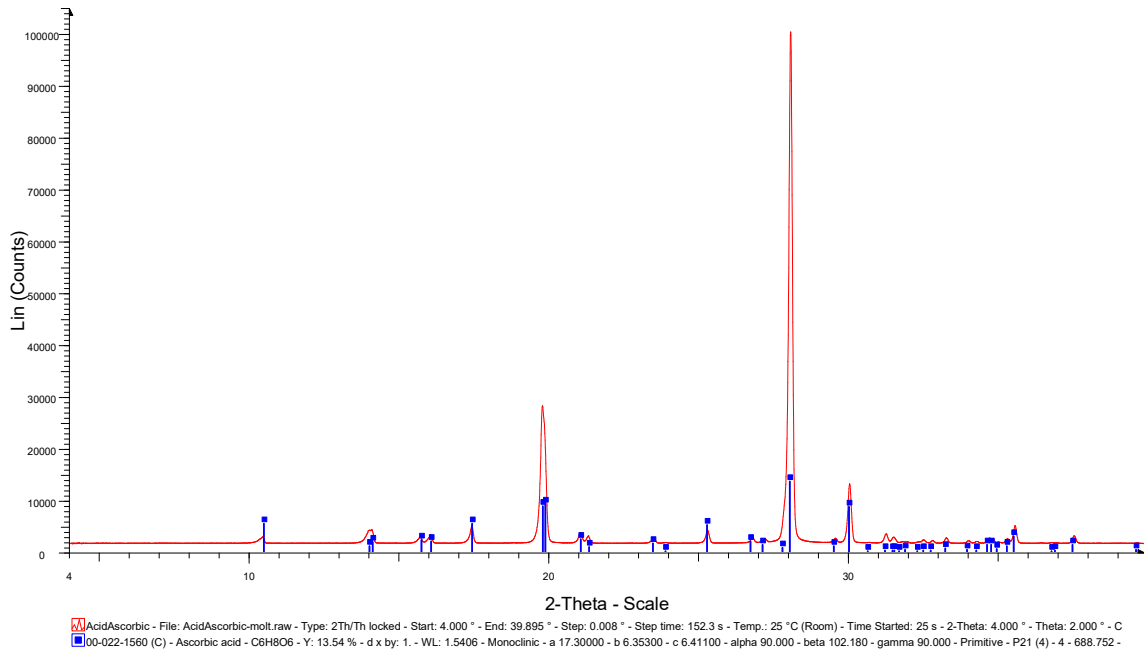
Mostres de les tres substàncies a estudiar.  
Figura 59.

## Resultats:



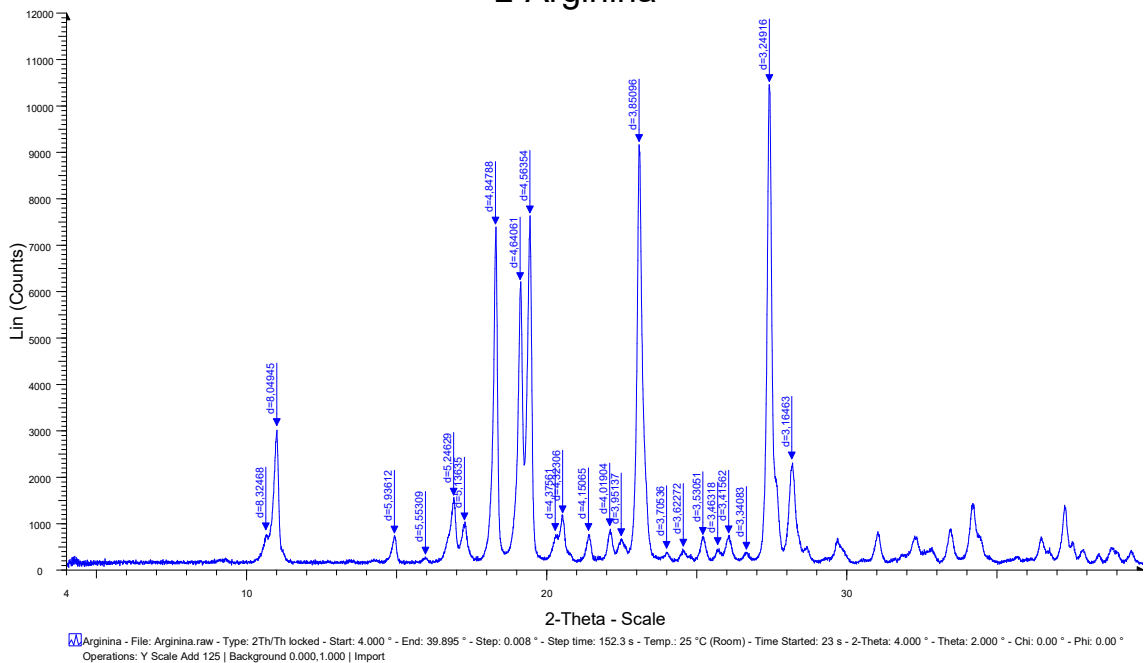
Resultat obtingut d'una difracció de pols de tipus experimental d'L-Àcid ascòrbic.  
Figura 60.

## Àcid Ascòrbic



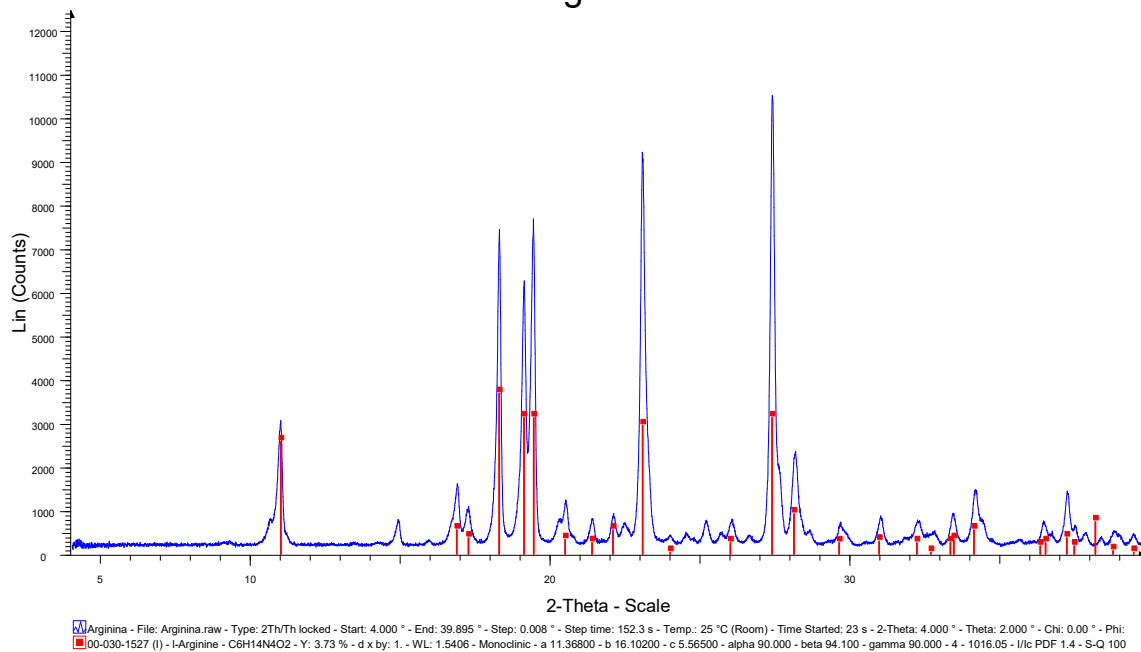
Comparativa del resultat obtingut d'una difracció de pols de tipus experimental de d'L-Àcid ascòrbic amb el banc de dades.  
Figura 61.

## L-Arginina



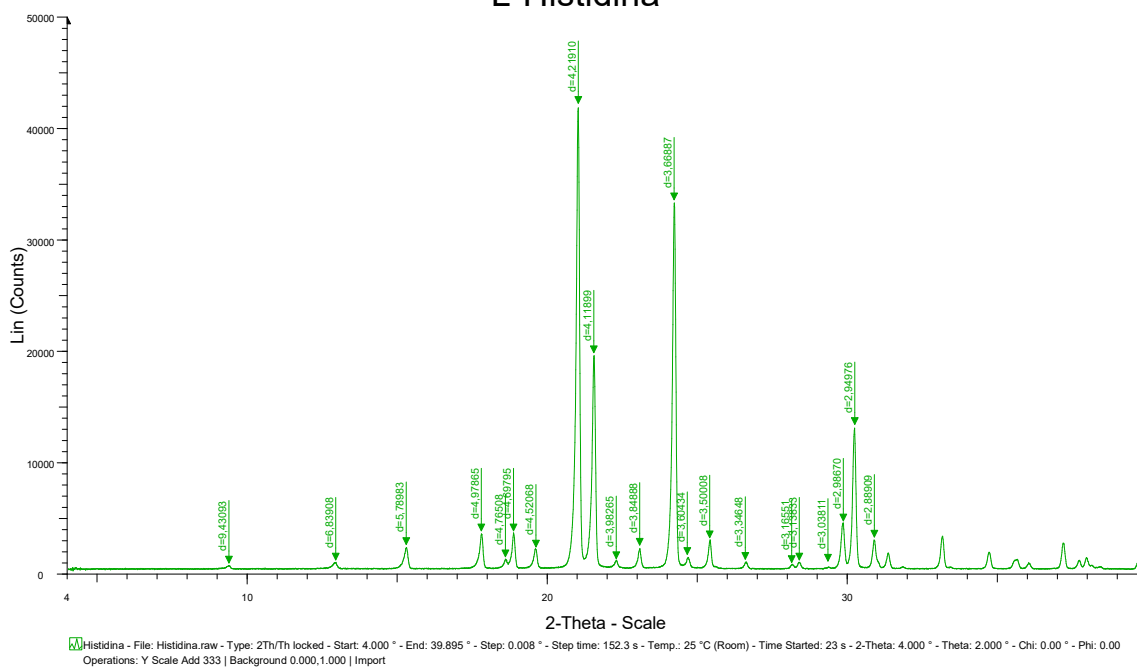
Resultat obtingut d'una difracció de pols de tipus experimental d'L-Arginina.  
Figura 62

## L-Arginina



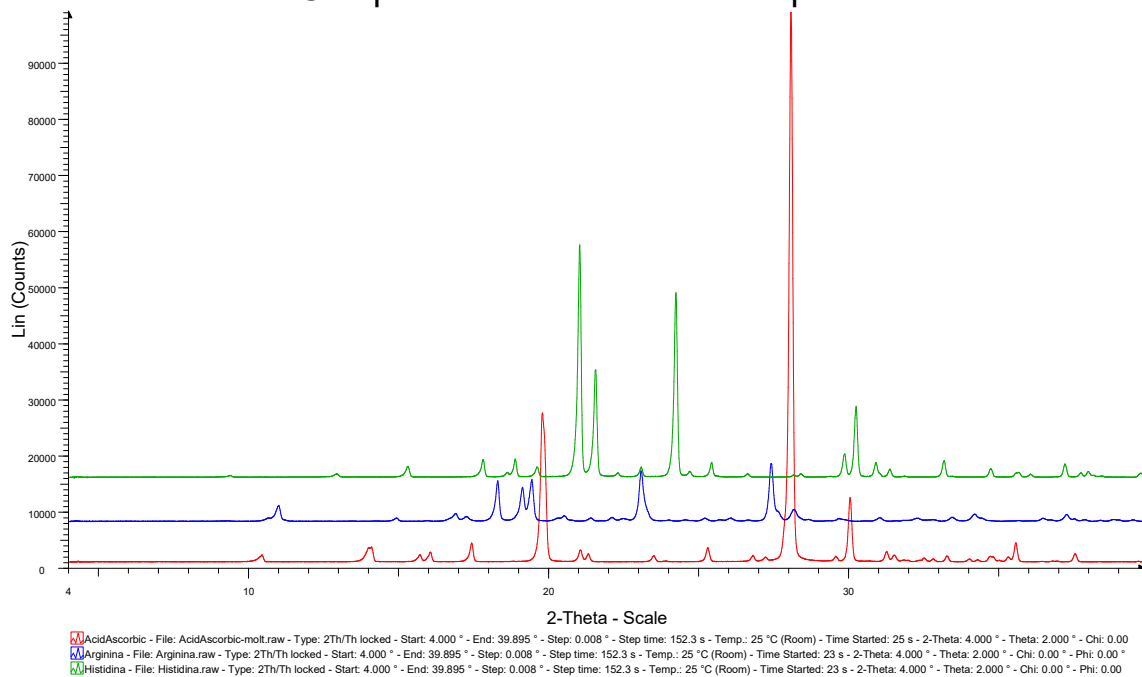
Comparativa del resultat obtingut d'una difracció de pols de tipus experimental d'L-Arginina amb el banc de dades.  
Figura 63.

## L-Histidina



Resultat obtingut d'una difracció de pols de tipus experimental d'L-Histidina.  
Figura 64.

## Comparativa de difraccions de pols



Comparativa dels resultats obtinguts d'una difracció de pols de tipus experimental de les tres substàncies.  
Figura 65.

## Conclusions:

La difracció de pols ha donat lloc a uns difractogrames que mesuren de 4-40° Theta<sup>10</sup> durant uns deu minuts per mostra. En saber el temps que ha tardat la màquina per dur a terme aquest procediment de difracció, podem saber quant temps ha estat a cadascun dels angles de rotació.

També cal apreciar certes alteracions entre els pics diferenciats a les figures 60, 62 i 64. Es tracta del soroll de les màquines que interfereix en els rajos X al dur a terme la difracció de pols de la substància.

Les conclusions que podem treure de les comparatives de dades (Figures 61 i 63) és que en coincidir la posició i la intensitat dels pics del banc de dades amb la posició i la intensitat dels pics dels nostres difractogrames obtinguts experimentalment, queda verificada la identificació de la substància estudiada.

Però en el cas de la identificació de l'L-Histidina (Figura 64), no es va trobar cap informació, semblant al nostre difractograma de tipus experimental, sobre posició i intensitat de pics que formés part del banc de dades. Els científics que supervisaven la meua estada en el centre i jo vam arribar a la conclusió que no era un error d'identificació a l'hora de dur a terme la difracció del pols de l'L-Histidina. Tampoc es tractava d'una substància mai reconeguda i, per tant, inexistent en el banc de dades. Es tractava d'una falta d'actualització del banc de dades del centre, el banc de dades que estàvem utilitzant durant els objectius anteriors era de l'any 2004. No s'havia decidit actualitzar aquest programa, ja que la nova actualització per al banc de dades del centre tenia el cost econòmic d'uns 65000€ aproximadament.

La conclusió que es pot extreure difractograma que mostra la figura 65, és que cap de les substàncies identificades anteriorment (Figures 60 i 62) són semblants a l' L-Histidina (Figura 64). Això ens fa veure que realment els difractogrames són molt diferents per a cada substància i que només amb la informació d'un difractograma es pot saber de quina substància es tracta.

B. A la versió digital d'aquest treball hi ha adjuntat un vídeo on es veu com la màquina de difracció de pols de rajos X deixa la mostra d'L-Àcid ascòrbic i n'agafa una altra d'L-Arginina. També es pot apreciar a la gravació el procés de rotació de les mostres per dur a terme la identificació de la substància.

10. Si es vol saber més informació sobre els graus theta es pot constatar la pàg.49 (part teòrica del treball).

## **OBJECTIU 2:**

Dur a terme una cristal·lització de les substàncies identificades i agafar el millor cristall obtingut per dur a terme l'objectiu 3.

### **Procediment:**

1. Agafem una mica d'L-àcid ascòrbic, d'L-Histidina i d'L-Arginina i els barrejem per separat amb dissolvent fins a aconseguir una dissolució saturada.

2. Aquest procediment el duem a terme a cada mostra amb tres dissolvents diferents: aigua, etanol i metanol. (Per tant, obtindrem nou dissolucions diferents).

3. Posem a cristal·litzar<sup>6</sup> les tres mostres (la mateixa substància amb tres dissolvents diferents) en un reflux a 60°C.<sup>11</sup>

4. Aquestes mostres les deixem esperar un dia. Passaran tota la nit a 60°C per facilitar la seva cristal·lització.

5. L'endemà, agafem les mostres que vam deixar a cristal·litzar.

6. Observem a quin dissolvent s'han cristal·litzat millor cadascuna de les tres substàncies dissoltes.

7. Les millors cristal·litzacions de cada substància les observem al microscopi de llum polaritzada utilitzant filtres de llum per veure el contrast millor del cristall amb el fons.

8. També agafem la substància d'L-Histidina directament del pot per comparar-la amb els nostres cristalls.

11. Si es vol saber més informació sobre les diferents formes de dur a terme una cristal·lització, es pot consultar la pàg. 11 (part teòrica del treball).

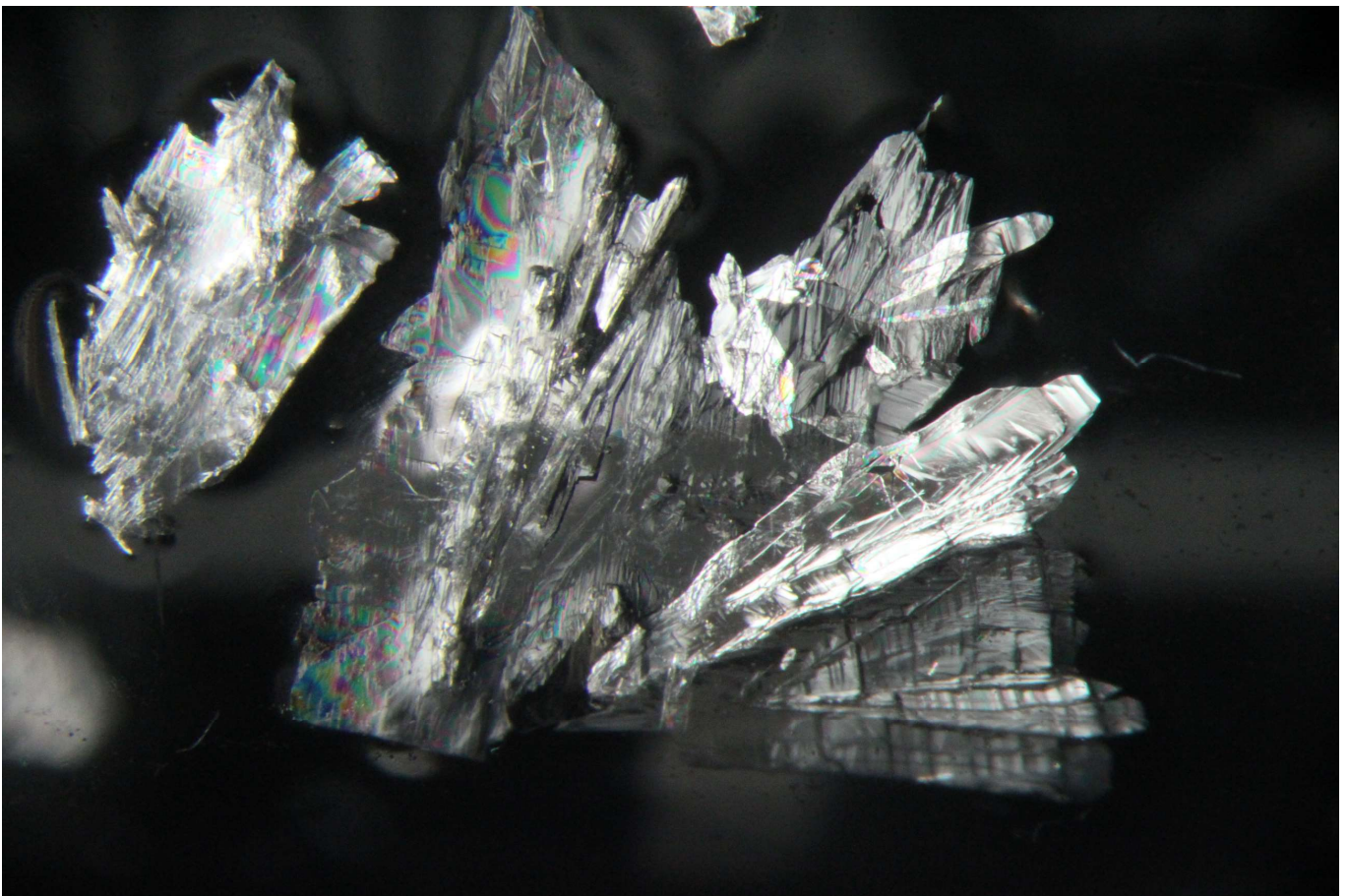
### **Resultats:**

Els resultats que obtenim són que la vitamina C i l'L-Arginina han cristal·litzat millor amb l'etanol i l'L-Histidina amb l'aigua.

També es pot veure l'L-Histidina en procés de formació cristal·lina amb el metanol.

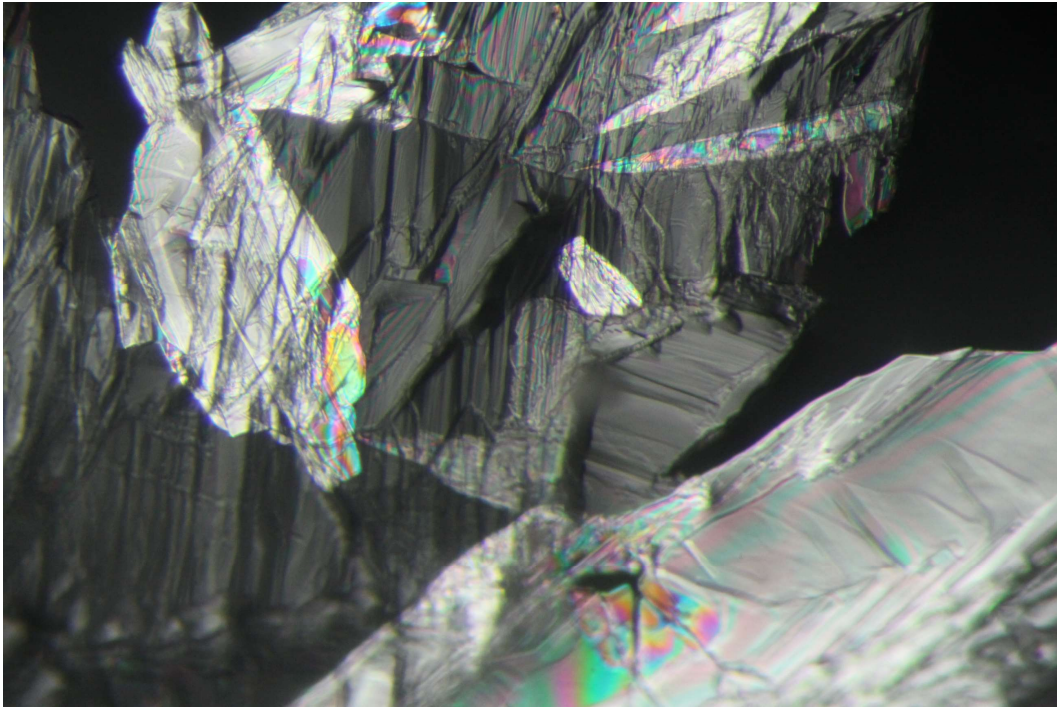
A les altres cinc dissolucions no s'aprecien cristalls a ull nu.

Aquests són els resultats al microscopi de les millors cristal·litzacions.



Cristal·lització d'L-Àcid ascòrbic en una solució d'etanol.

Figura 66.



Part augmentada de la cristallització d'L-Àcid ascòrbic en una solució d'etanol.

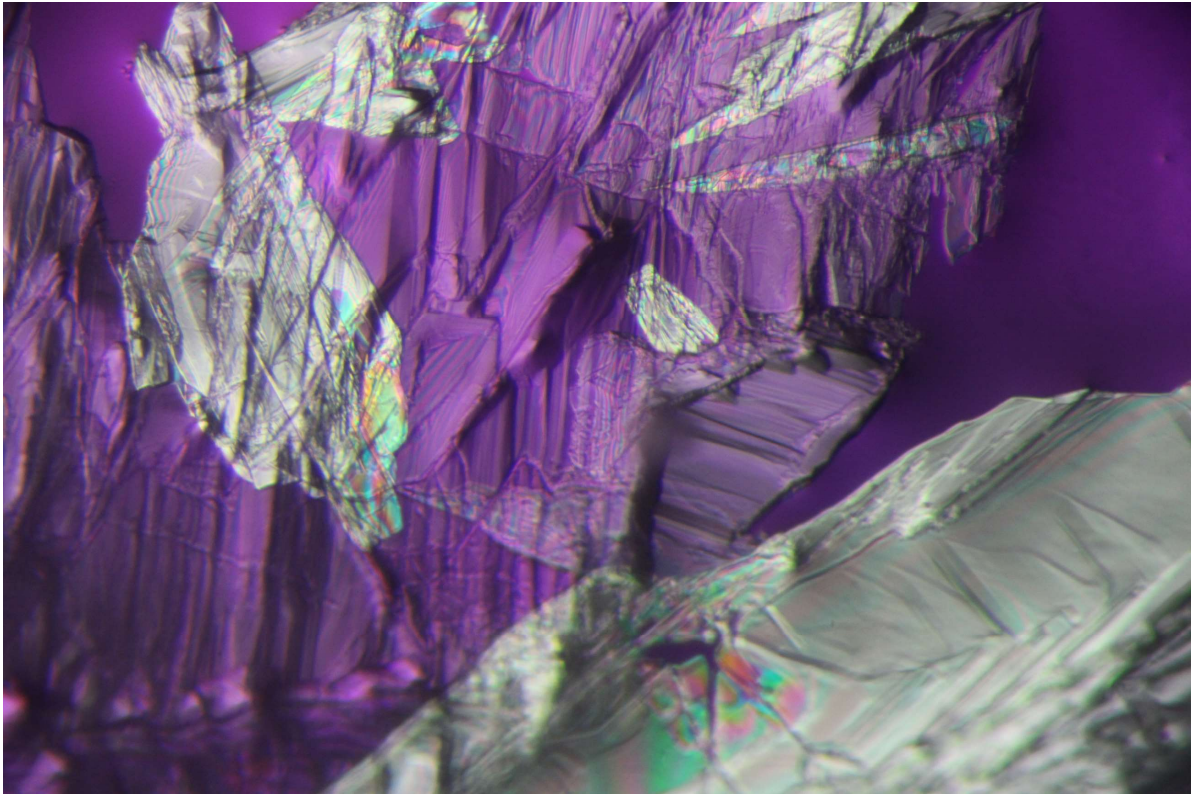
Figura 67.



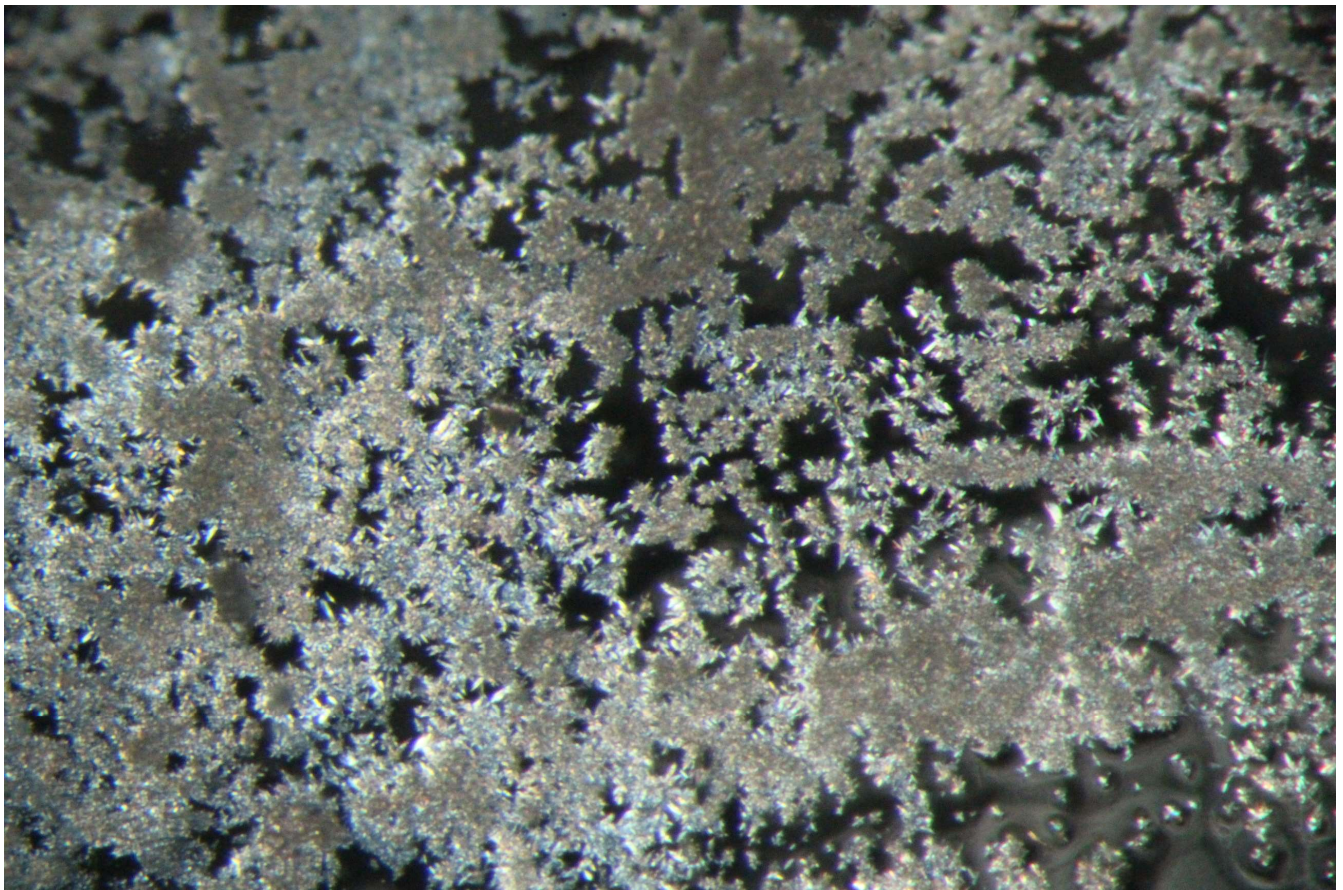
Part augmentada de la cristallització d'L-Àcid ascòrbic en una solució d'etanol. (Amb filtre lila).

Figura 68.

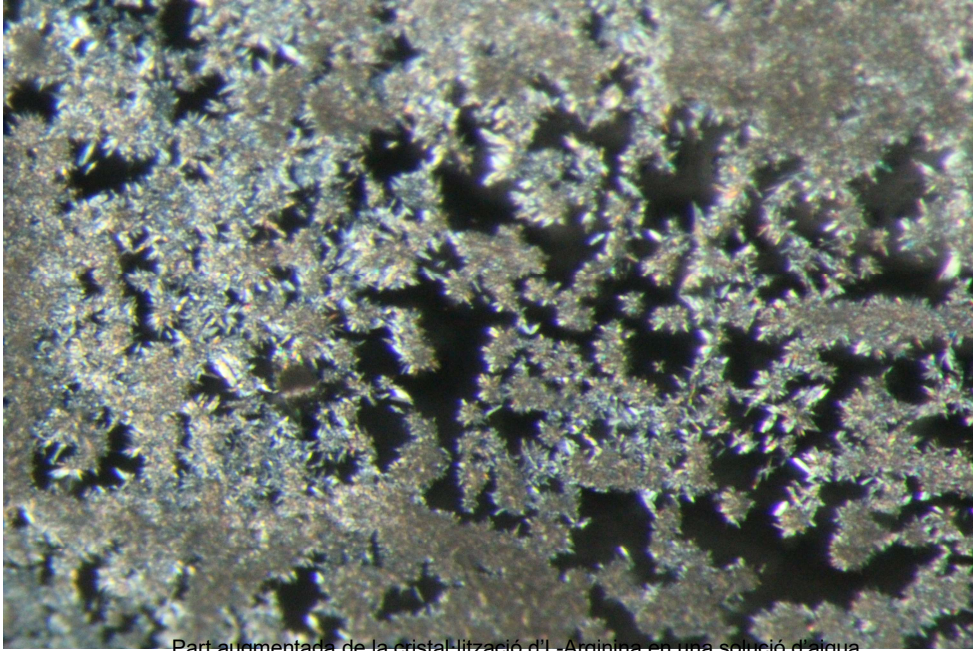




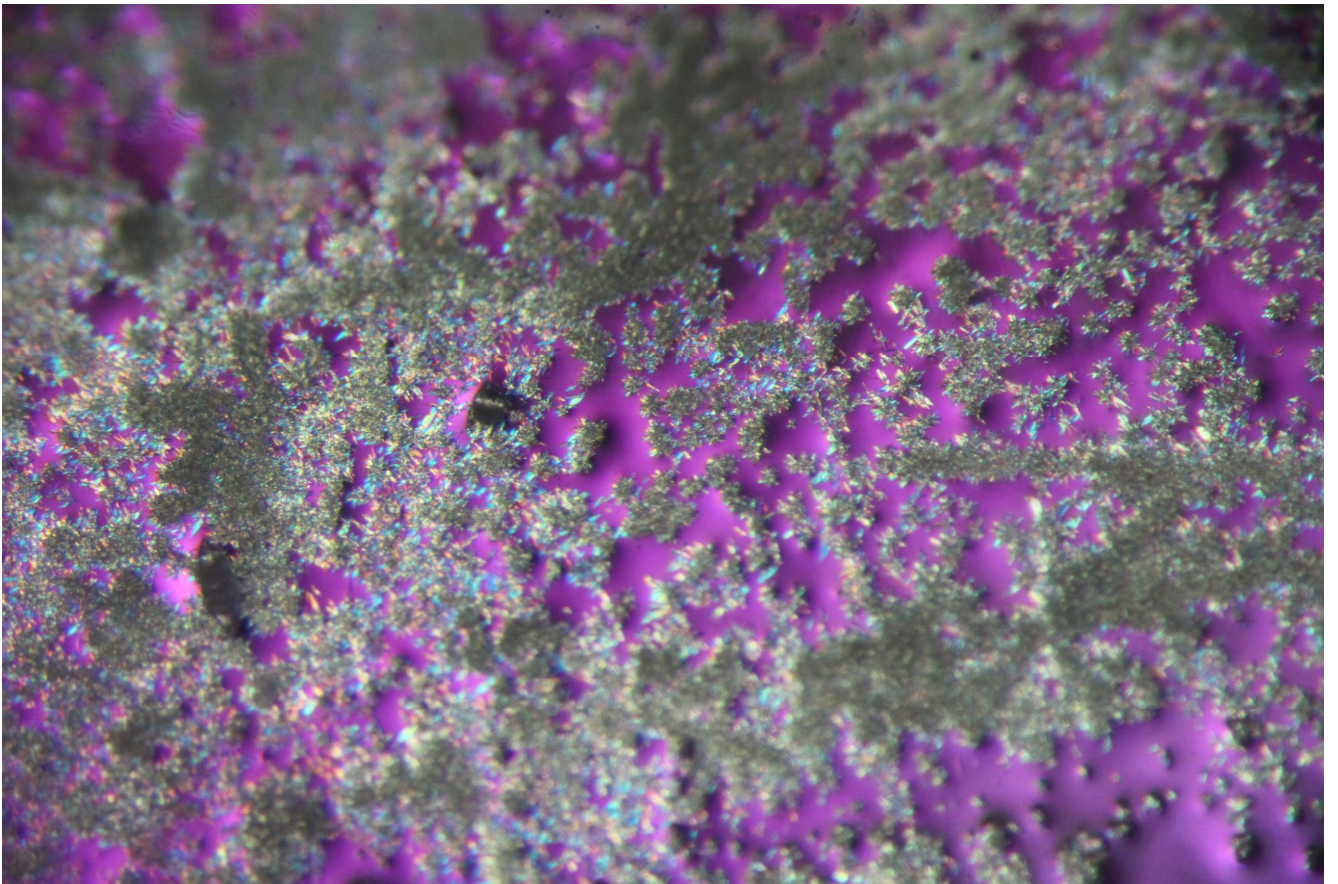
Part augmentada de la cristallització d'L-Àcid ascòrbic en una solució d'etanol. (Amb filtre lila).  
Figura 69.



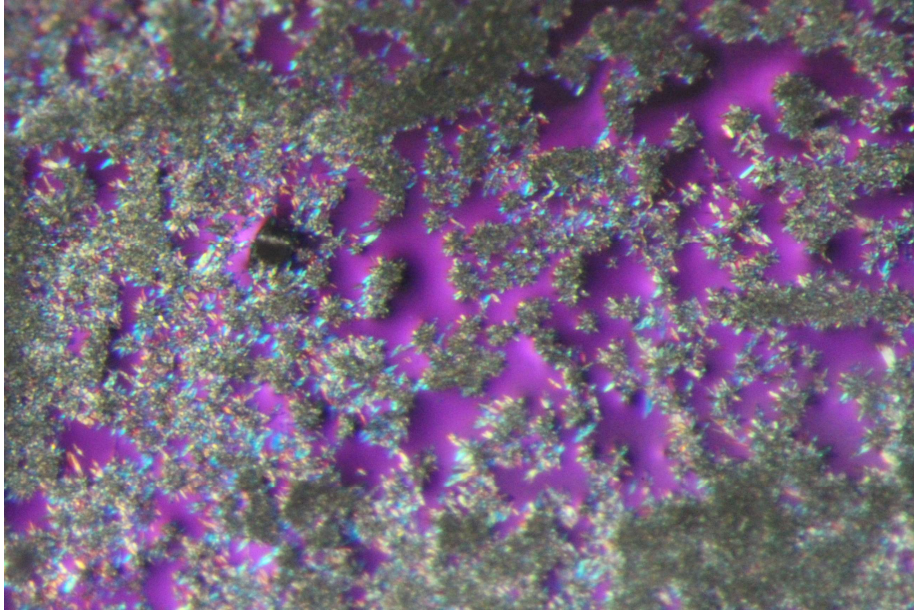
Cristallització d'L-Arginina en una solució d'aigua.  
Figura 70.



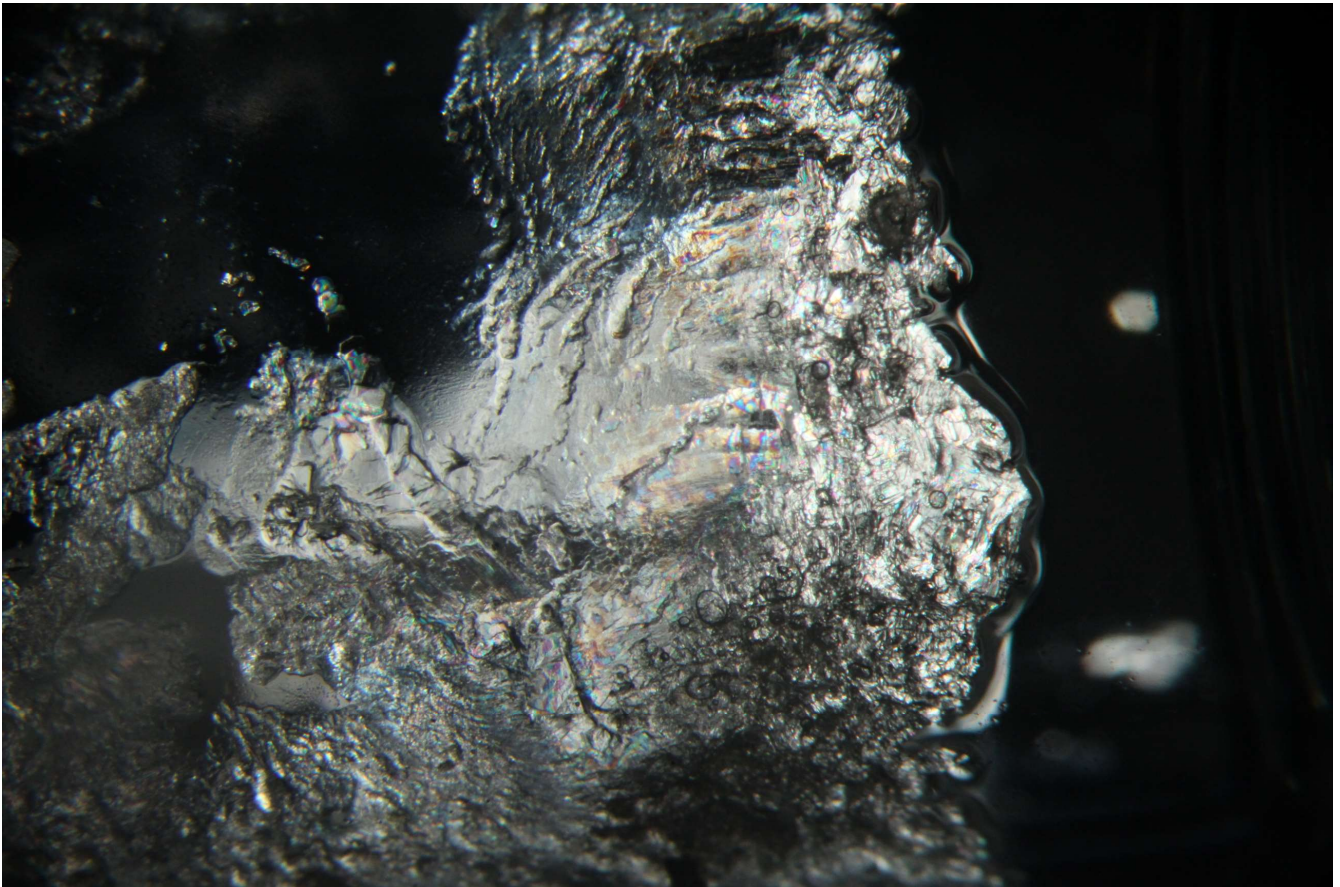
Part augmentada de la cristal·lització d'L-Arginina en una solució d'aigua.  
Figura 71.



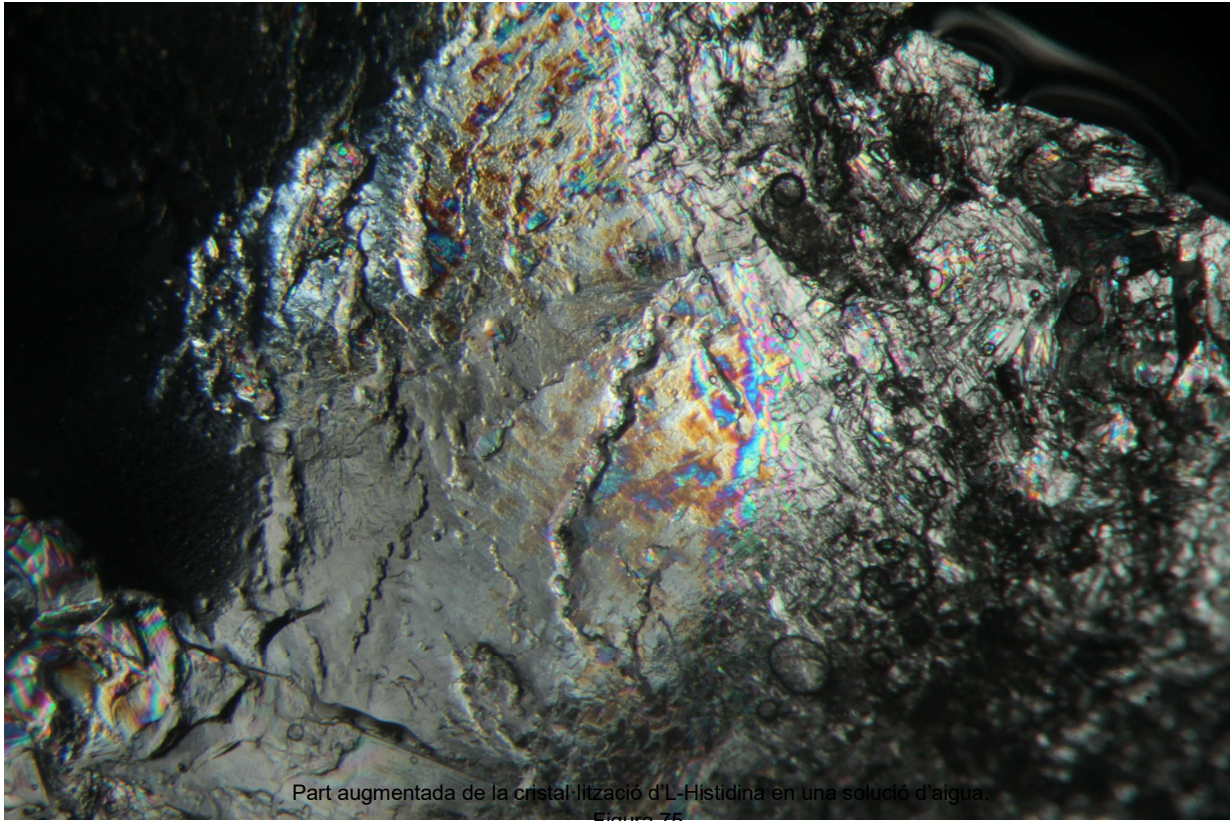
Cristal·lització d'L-Arginina en una solució d'aigua. (Amb filtre lila).  
Figura 72.



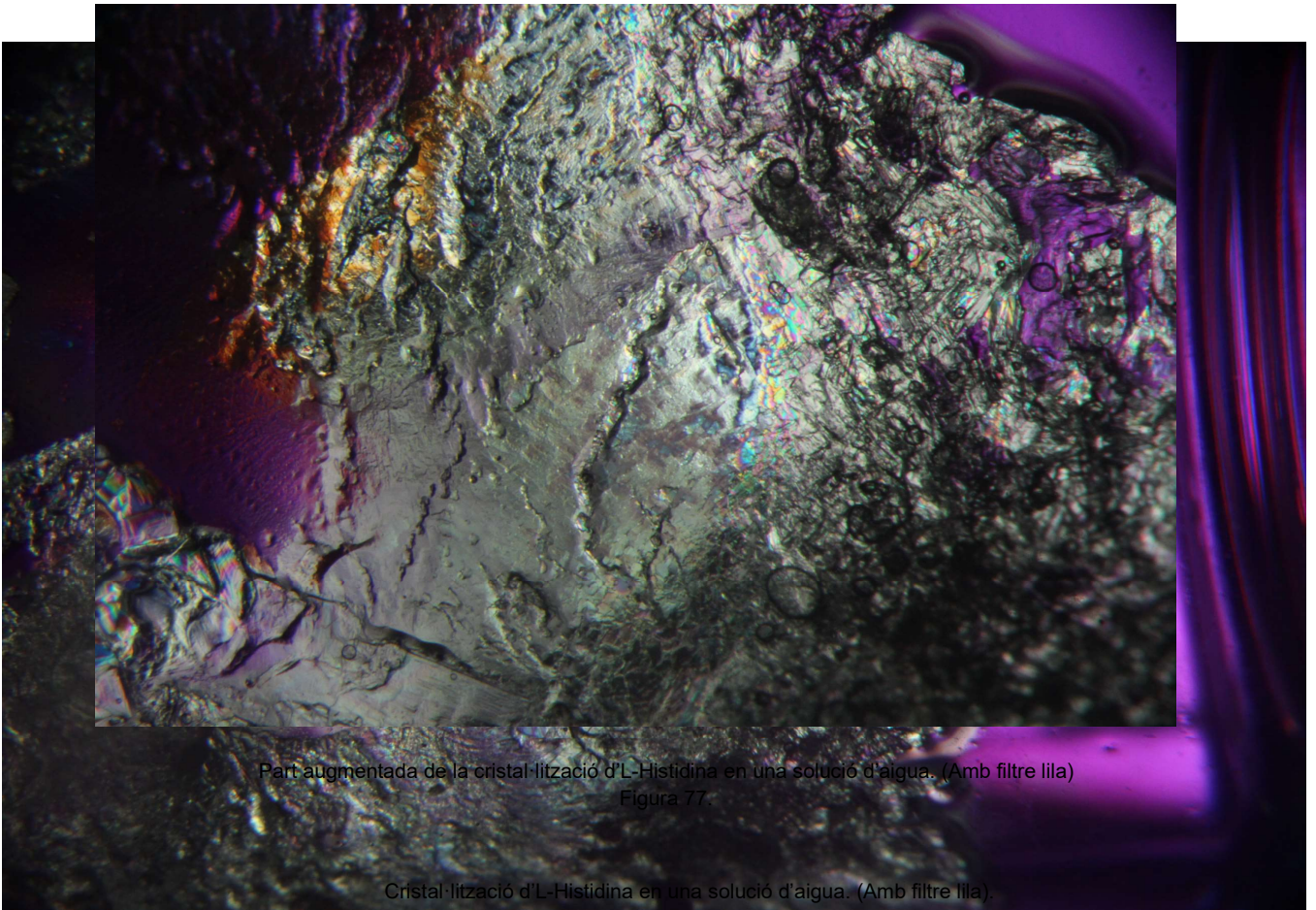
Part augmentada de la cristal·lització d'L-Arginina en una solució d'aigua. (Amb filtre lila).  
Figura 73.



Cristal·lització d'L-Histidina en una solució d'aigua.  
Figura 74.



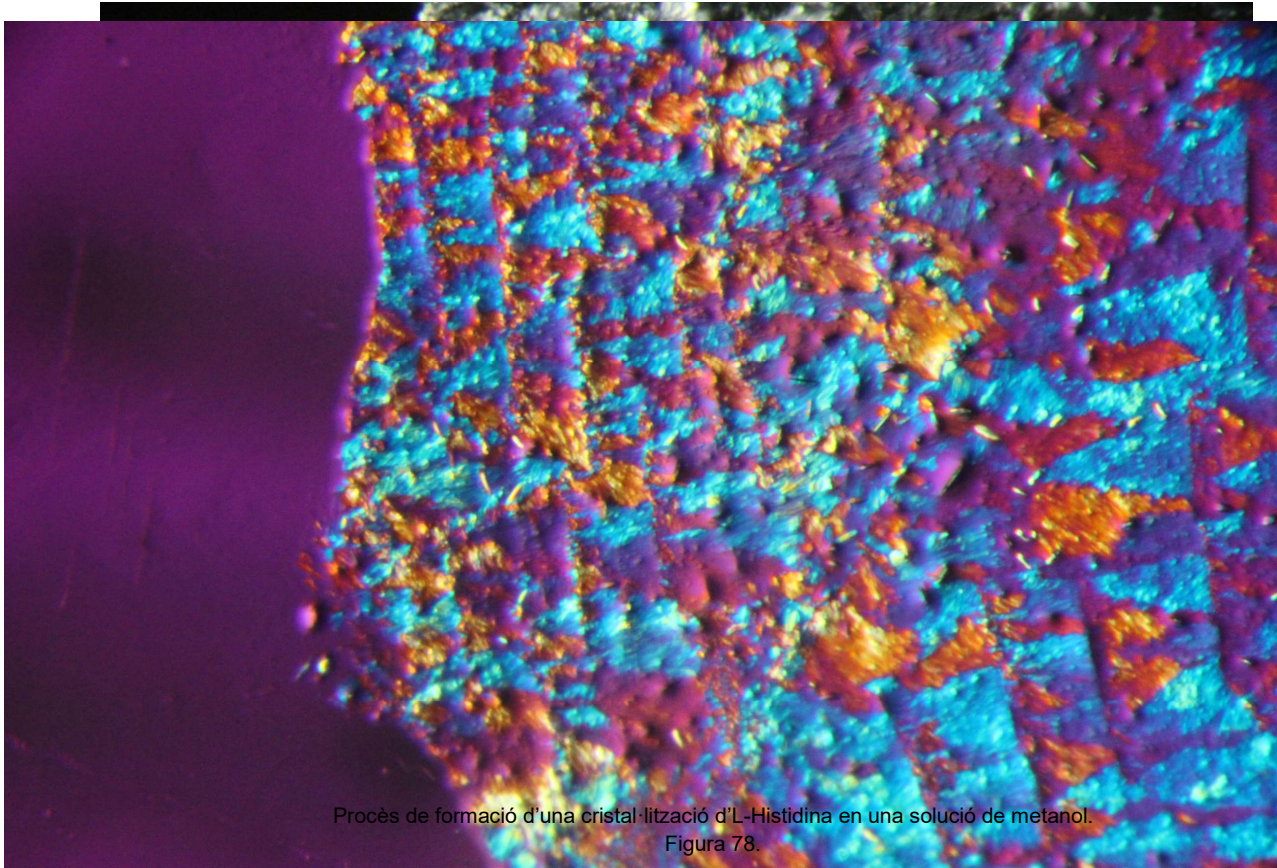
Part augmentada de la cristal·lització d'L-Histidina en una solució d'aigua.  
Figura 75.



Part augmentada de la cristal·lització d'L-Histidina en una solució d'aigua. (Amb filtre lila)  
Figura 77.

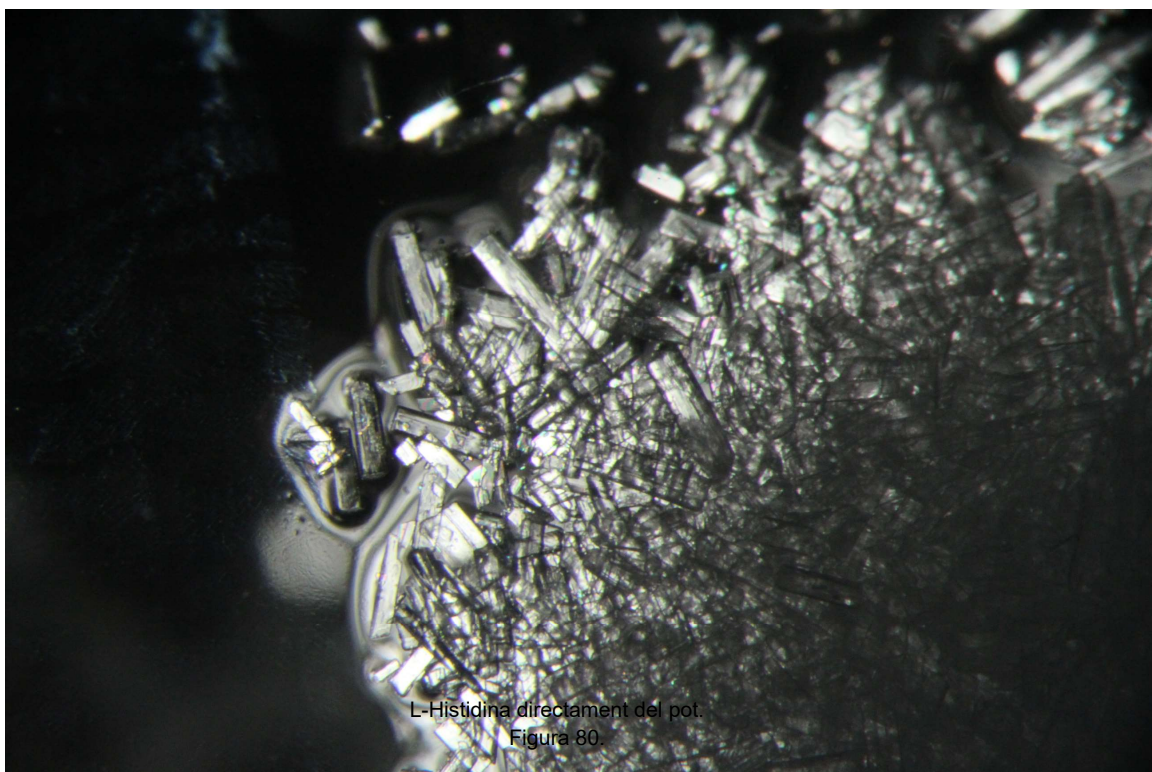
Cristal·lització d'L-Histidina en una solució d'aigua. (Amb filtre lila).

Figura 76.

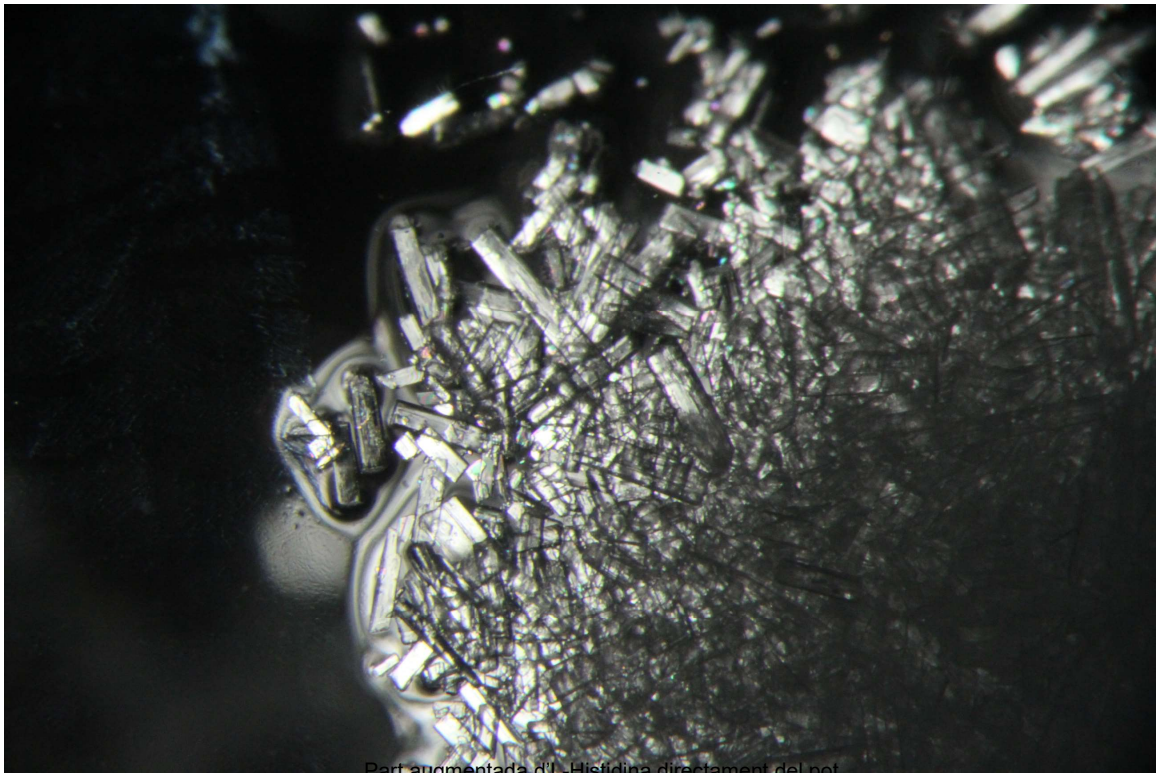


Procès de formació d'una cristal·lització d'L-Histidina en una solució de metanol.  
Figura 78.

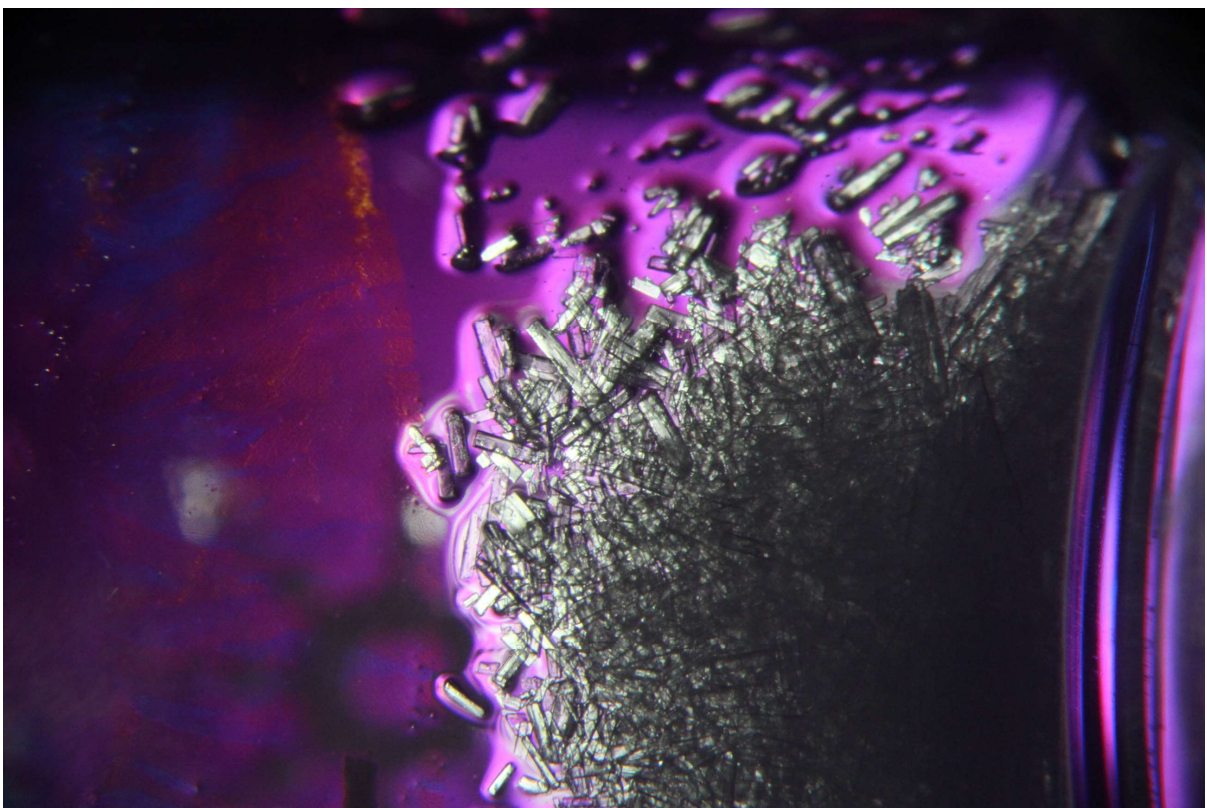
Procès de formació d'una cristal·lització d'L-Histidina en una solució de metanol. (Amb filtre lila).  
Figura 79.



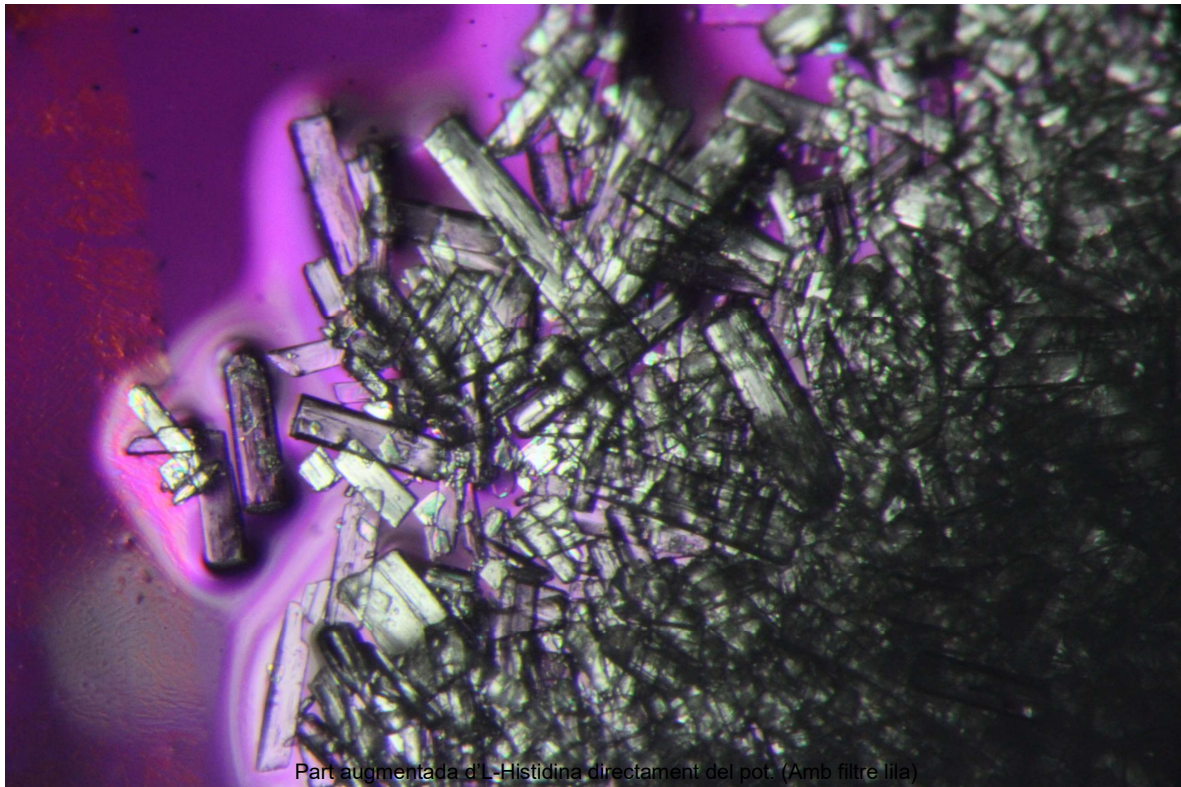
L-Histidina directament del pot.  
Figura 80.



Part augmentada d'L-Histidina directament del pot.  
Figura 81.



L-Histidina directament del pot. (Amb filtre lila).  
Figura 82.



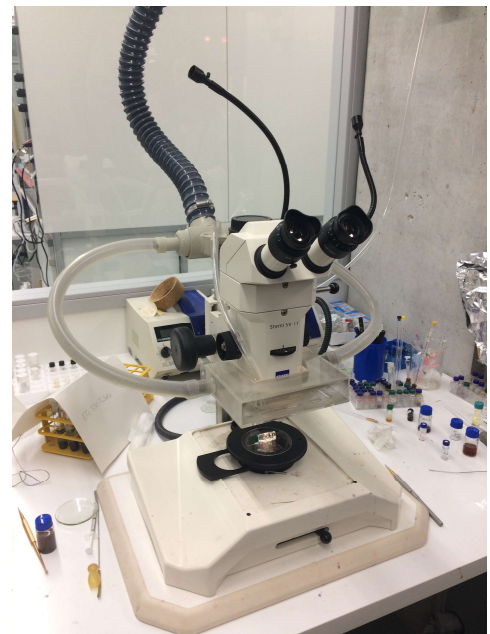
Part augmentada d'L-Histidina directament del pot. (Amb filtre lila)

Figura 83.



Dispositiu amb el qual es van sotmetre les substàncies a cristal·litzar (reflux).

Figura 84.



Microscopi amb el qual s'han pogut observar les cristal·litzacions obtingudes.

Figura 85.

El filtre de color lila observat a les fotografies que estan exposades serveix per obtenir un millor contrast dels cristalls. Ens permet identificar millor els monocristalls formats dins la cristal·lització. Aquest filtre està

valorat en uns 5000€ aproximadament. En el laboratori on vaig dur a terme aquest objectiu. Resultava que els cristal·lògrafs amb ulls clars veien un major contrast si usaven el filtre lila. En canvi, els cristal·lògrafs amb ulls foscos treien el filtre per apreciar un major contrast de la cristal·lització. Per tant, he decidit posar dues fotografies de cada pla de les diferents cristal·litzacions (una amb filtre i una altra no). D'aquesta manera, ja que depèn de la persona, tothom que s'interessi per aquest treball podrà apreciar aquestes cristal·litzacions de la millor forma possible.

## **Conclusions:**

C. A la versió digital d'aquest treball hi han adjuntats un parell de vídeos on es veu la mostra de la cristal·lització de la Vitamina C a través del microscopi. Amb la rotació que es veu en el vídeo es du a terme la identificació de monocristalls dins de la cristal·lització. Mentre es gira la mostra, es veu com unes parts de la cristal·lització van agafant diferents tonalitats i es veuen uns trossos més clars i uns de més foscos. Cada tros amb la seva tonalitat és un monocristall diferenciat. La diferència entre els dos vídeos és la presència de filtre lila.

Després d'observar els cristalls anteriors seleccionarem la vitamina C (Figures 66, 67, 68 i 69) per dur a terme l'objectiu 3. La difracció de monocristall de rajos X.

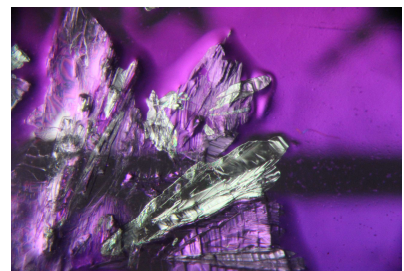


### **OBJECTIU 3:**

Estudi de la molècula d'Àcid ascòrbic per altres tècniques de difracció. (Difracció monocristall). Volem trobar l'estructura de la molècula a partir de la difracció de rajos X amb un monocristall obtingut a l'objectiu 4.

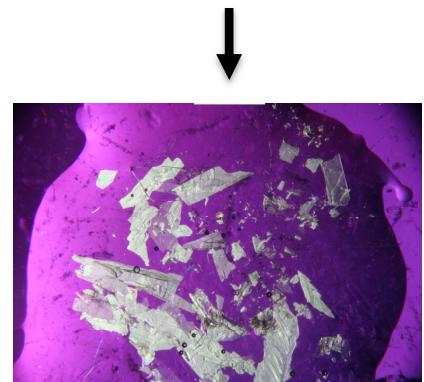
#### **Procediment:**

1. Arran de les cristallitzacions dutes a terme a l'objectiu 4, seleccionem el cristall de vitamina C, ja que és el cristall millor format dels obtinguts.



2. Trenquem el cristall de la vitamina C per seleccionar un monocristall.

3. Agafem un monocristall resultant del trencament de la cristallització seleccionada amb un estri de laboratori anomenat "Loop".<sup>12</sup>



4. Col·loquem el "Loop" a la màquina difractora de rajos X.

5. Centrem el cristall mitjançant la càmera de la màquina duent a terme varies rotacions.<sup>13</sup>

6. Iniciem el procès de difracció, el qual durarà tres hores.<sup>14</sup>

7. Tot seguit, iniciem la mesura amb l'ordinador.<sup>15</sup>

8. Iniciem proces de deducció de l'estructura un cop tenim les mesures que ha près l'ordinador.

12. "Loop": estri de laboratori de forma triangular que té una especie de cercle molt petit (gairebé inapreciable a ull nu) a la punta. Serveix per seleccionar el monocristall i subjectar-lo durant el procediment de difracció. Aquest estri s'enrosca a la màquina de difracció de rajos X de monocristall.



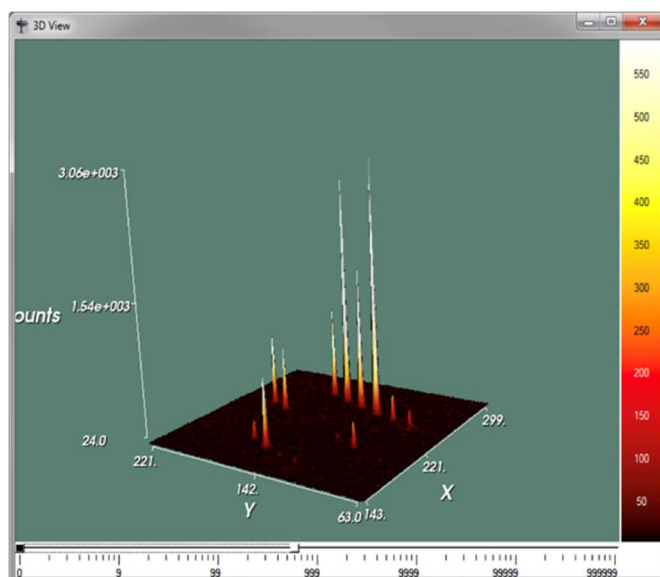
"Loop".  
Figura 34.

13. Aquest pas del procediment es molt important ja que centrant el monocristall del "Loop" assegurem que aquest rebí en tot moment rajos X durant la difracció.

14. El cristall gira  $0,3^\circ$  a cada fotografia del reflex.

15. Cada mesura feta per aquesta màquina pot arribar a rebre uns 100000 reflexes. (Tractant-se d'una estructura cristal·lina complexa).

## Mesures obtingudes i procés de deducció de l'estructura:

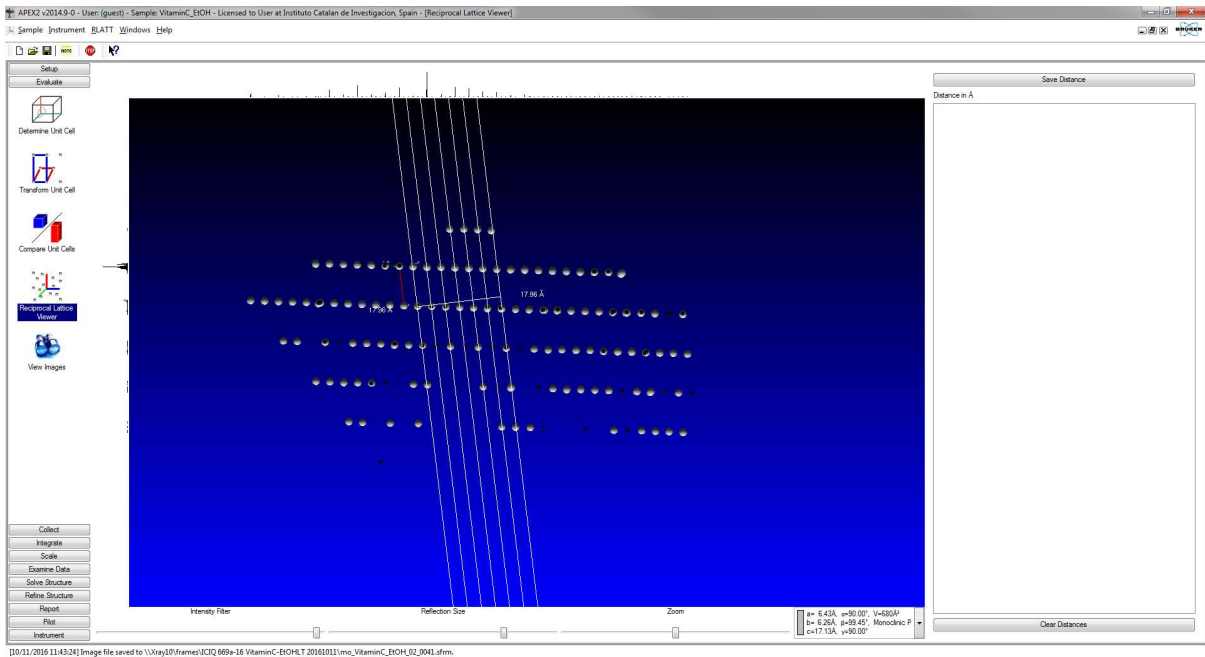


Intensitat de rajos X representada en tres dimensions.

Figura 86.

La figura 19 és fruit d'una regió del que es veu en el vídeo adjuntat representada en tres dimensions indicant amb l'altura el grau d'intensitat dels senyals que rep el receptor de la màquina difractora. D'aquests pics d'intensitat, es podrà treure tota la informació necessària per deduir l'estructura de la molècula que forma el monocristall de vitamina C.

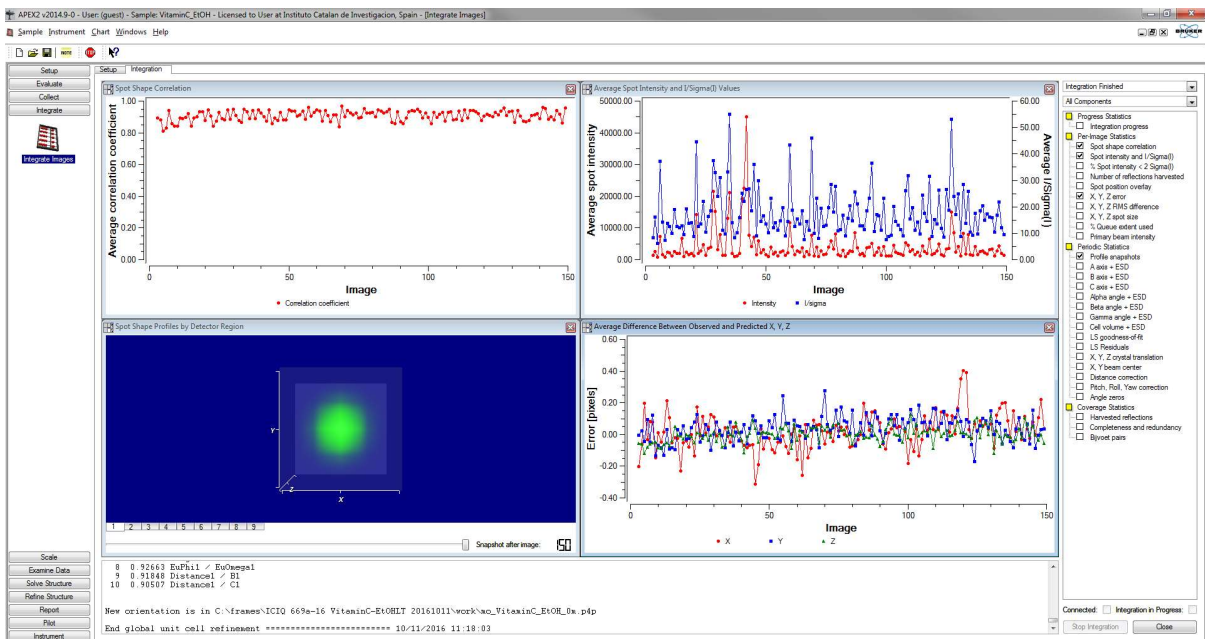
D. A la versió digital d'aquest treball hi ha adjuntats uns vídeos on es veuen els senyals de rajos X que capta el receptor a mesura que va girant el cristall. Es pot veure com es crea un patró circular repetitiu.



Càlcul de la cel·la cristal·lina. Figura 87.

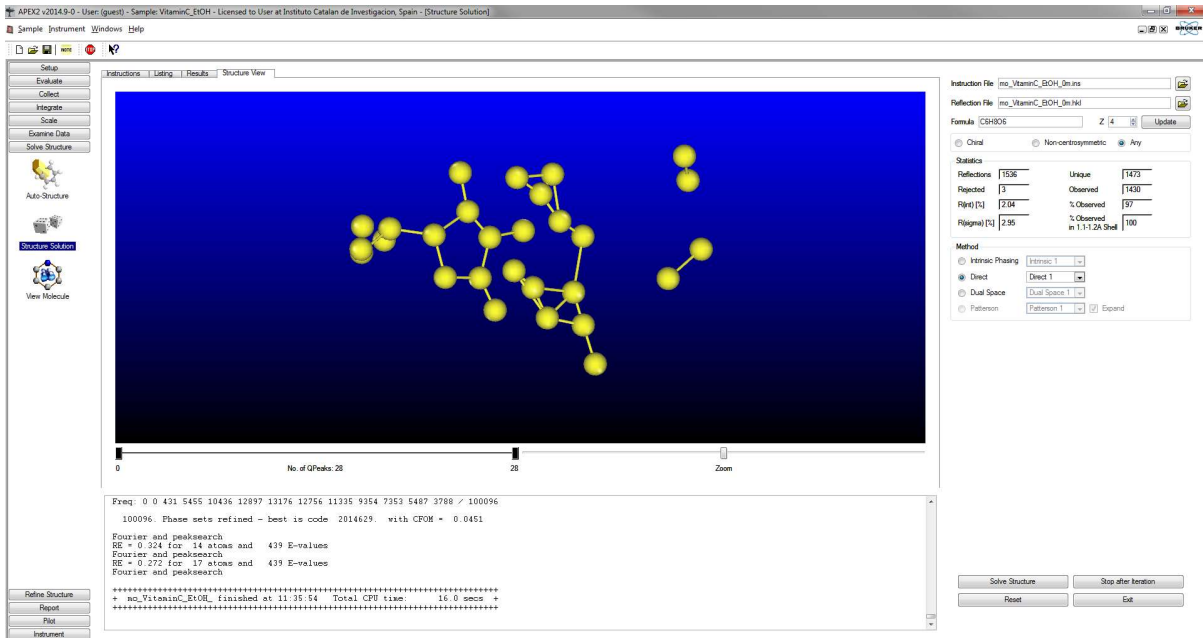
Vam buscar les mides de la cel·la cristal·lina mitjançant un programa del centre que té com a funció col·locar vectors entre les intensitats electròniques del patró per calcular aquestes mides (figura 87). Un cop finalitzada la cerca de les mides de la cel·la vam veure que es tractava d'un cristall monoclínic<sup>16</sup>.

16. Si es vol saber més informació sobre les Xarxes de Bravais es pot consultar la pàg.19 (Part teòrica d'aquest treball).

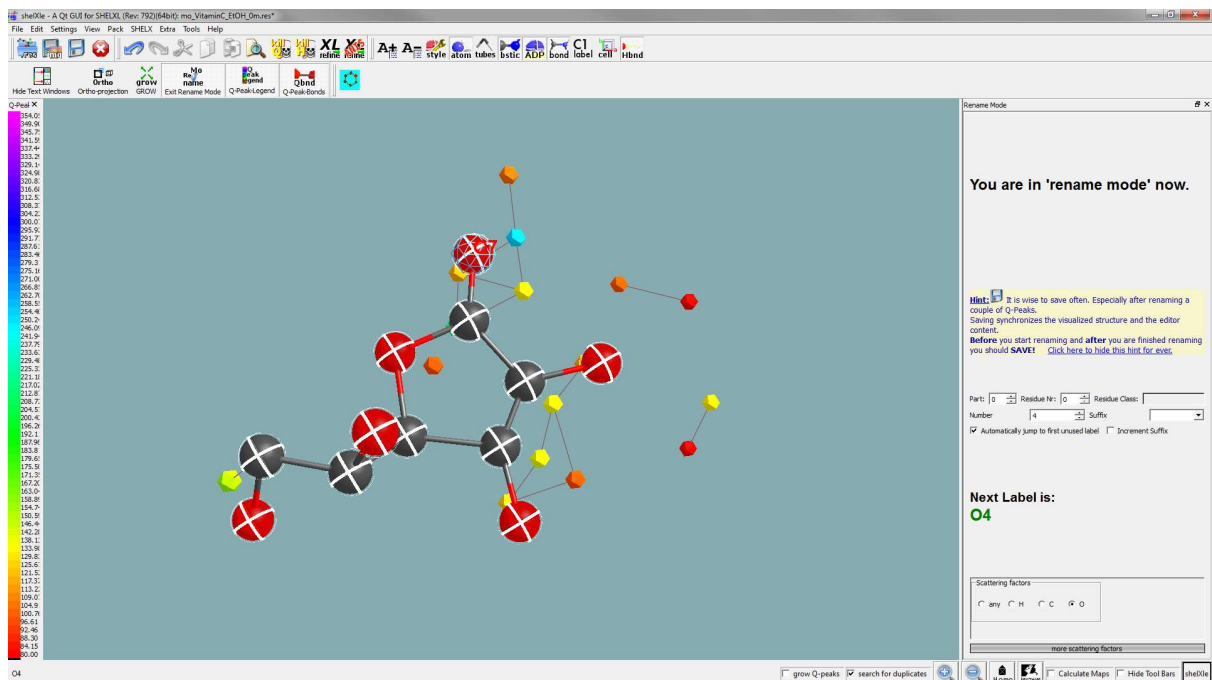


Càlcul marge d'error. Figura 88.

A partir de la cel·la trobada mesurem les intensitats i corregim el marge d'error. Aquesta fotografia només mostra com l'ordinador va calculnat el marge d'error dels càlculs fets a partir del receptor de la màquina difractora de rajos X.

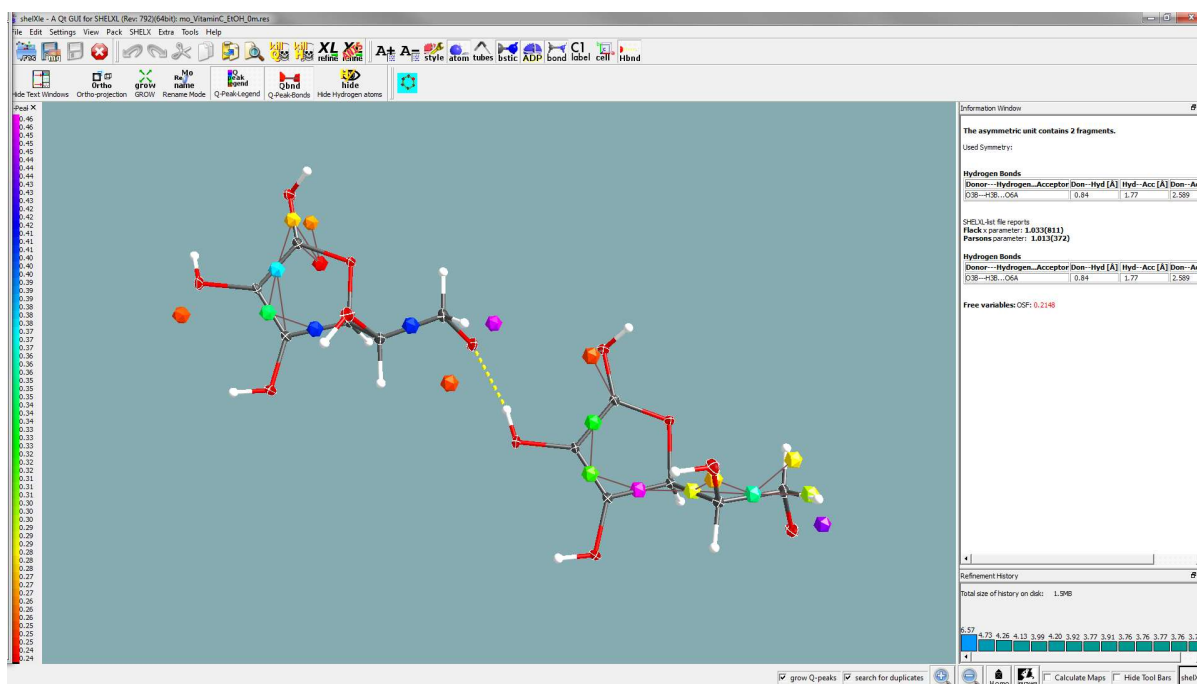


Densitats electròniques d'una cel·la de monocristall.  
Figura 89.



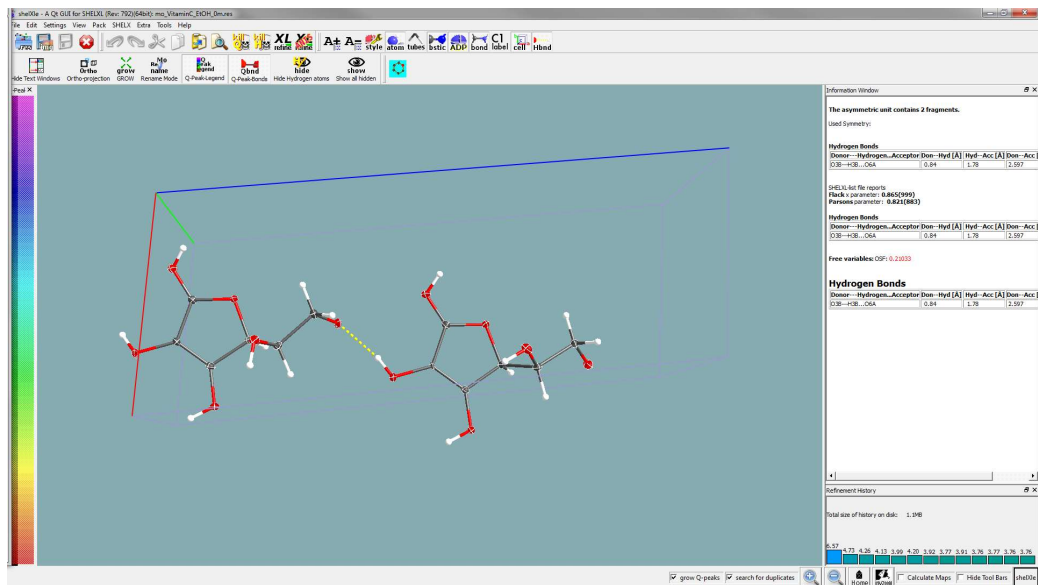
Dedució de l'estructura de la mol·lècula del monocristall.  
Figura 90.

Les formes geomètriques de diferents colors presents en aquesta imatge (figura 90) són les diferents densitats electròniques obtingudes a partir de les interpretacions de l'ordinador. Es pot veure clarament que a la part esquerra d'aquesta figura apareixen tots els colors possibles amb què es poden representar aquestes formes geomètriques. El color vermell indica les densitats més baixes i el color rosa ens mostra les densitats electròniques més elevades. Tenen diferent color segons el nombre d'electrons que es detecta en aquell punt. D'aquesta manera, a partir de les densitats representades podem situar àtoms, ja que cada element de la taula periòdica té una densitat electrònica diferent. Si ens equivoquem d'àtom i posem un àtom amb una densitat molt diferent respecte a l'àtom correcte, l'ordinador ens fa un avís conforme s'està duent a terme un error destacat.

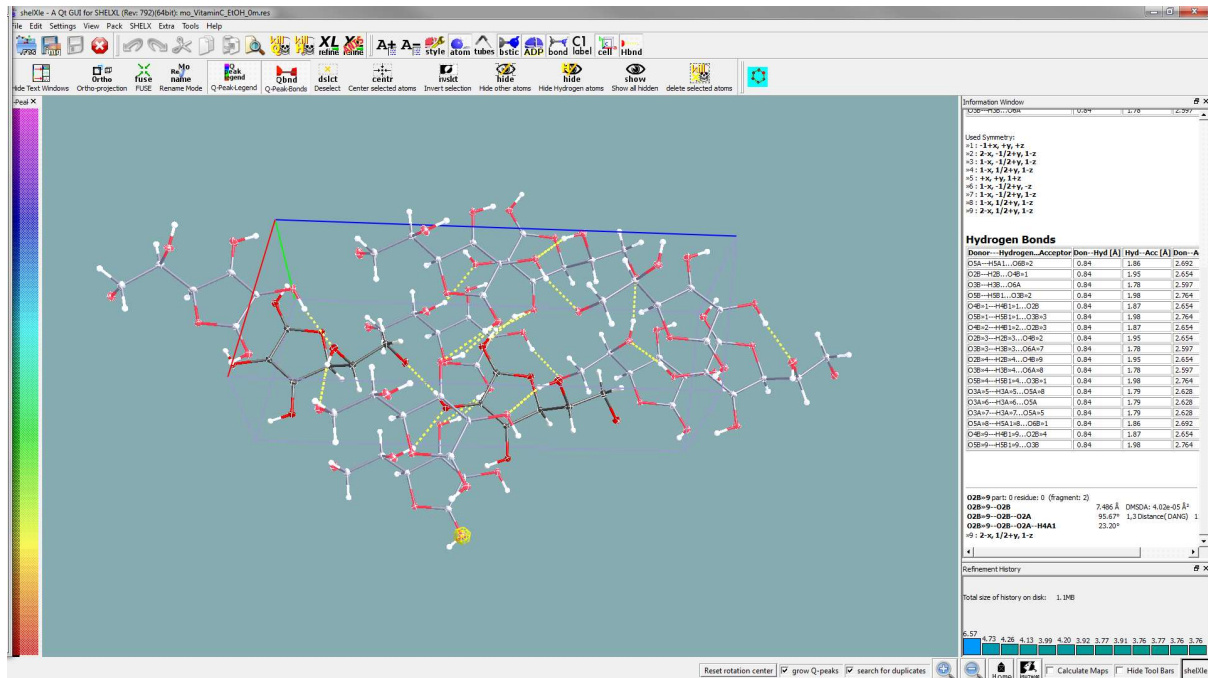


Deducció amb densitats electròniques i atracció entre dues mol·lècules. Figura 91.

La raó per la qual surten representades dues molècules en comptes d'una en la figura 24 és que en el nostre cristall, les molècules s'empaqueten millor per parells a causa de dur a terme un estalvi d'energia. També ens surten dues per mostrarnos el pont d'hidrogen que estavilitza l'estructura estudiada. Tots els hidrogens dels grups alcohol (-OH) formen ponts d'hidrogen amb el grup carbonil (C=O) d'altres molècules.



Deducció de l'estructura molecular dins les mesures de la cel·la cristal·lina sense densitats electròniques. Figura 92.



Totes les mol·lècules que hi ha en una sola cel·la del nostre monocristall. Figura 93.

## Conclusions i millora de l'estructura del monocristall:

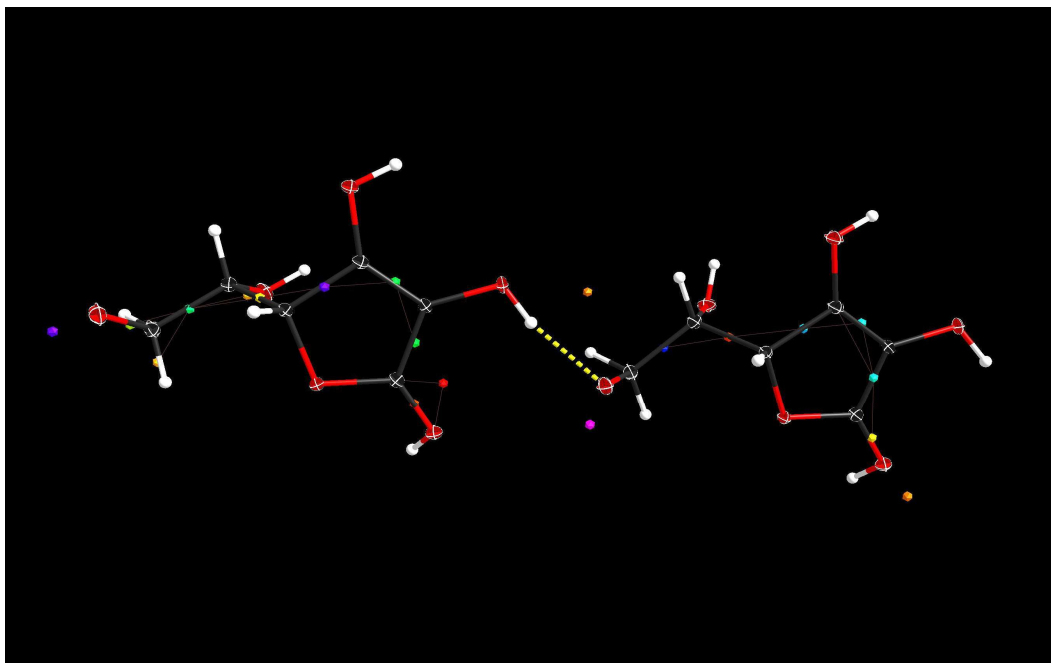
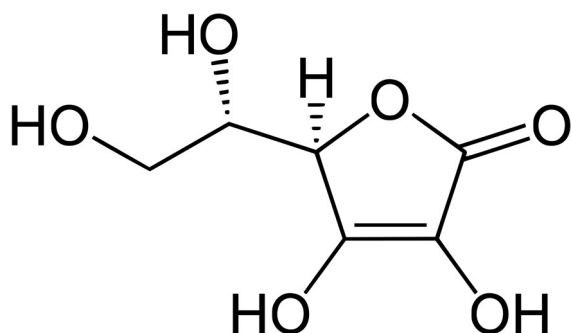


Figura 94.

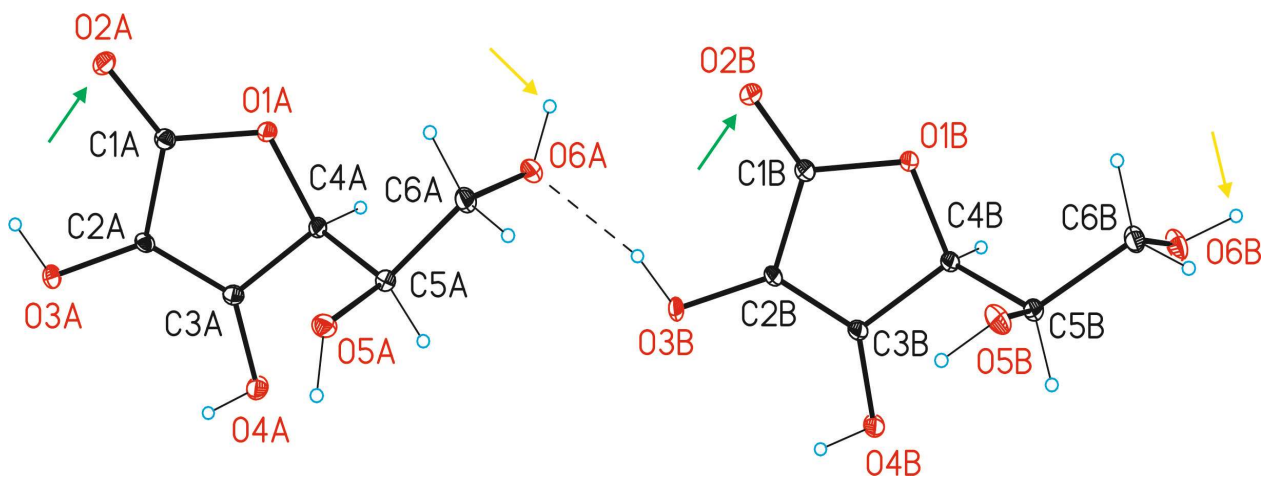
La figura 94 és una deducció amb densitats electròniques i atracció entre dues molècules, és a dir, és una millora de la figura 91. La figura 94 ha sigut representada amb un altre programa que ens mostra un contrast més elevat per dur a terme una apreciació més detallada de la nostra deducció i poder treure unes millors conclusions.

Les densitats electròniques que es poden apreciar entre els enllaços ens diuen que no hi ha errors en el model i que és una estructura bastant pròxima a la realitat. Aquestes densitats són degudes a les densitats dels electrons que hi ha presents en els enllaços.



Fórmula de l'Àcid ascòrbic o Vitamina C

Al hora de treure conclusions, també vaig fer una comparativa amb l'estructura deduïda de la figura 94 i la fórmula oficial de la substància. Vam veure que no era del tot igual l'estructura deduïda amb la de la fórmula, ja que hi havia un error de col·locació de dos hidrògens.



Estructura mol·lecular deduïda en format Ortep. Figura 95.

La figura 95 ha estat creada per poder explicar l'error comès amb la situació dels hidrògens. És una figura que està feta en format Ortep, un plot que conté el 50% de les densitats electròniques dels àtoms. Aquests àtoms, quan menys el·líptics surten representats menys error hi ha en la seva situació en l'espai (mai sortiran rodons del tot, ja que la molècula està en constant vibració). El format Ortep també ens ajuda a veure les representacions des d'un punt de vista més tridimensional. Aquesta ja apareix amb l'error corregit però es pot veure amb molta claretat on s'havien situat els hidrògens per error a cada molècula (fletxes verdes) i on faltaven aquests dos hidrògens a la figura 94 (fletxes grogues).

A part de fer la comparativa entre la figura 94 i la fórmula oficial de l'àcid ascòrbic, hem pogut comprovar l'errada a partir de les distàncies dels enllaços. Hem pogut veure que hàviem situat dos hidrògens de forma equivocada a l'oxigen O2A i O2B de la figura 95 amb la distància que hi ha a l'enllaç entre els oxígens anteriorment citats i els carbonis C1A i C1B. Aquest enllaç, segons el programa amb el qual sortien les densitats electròniques i vam deduir l'estructura, tenia una distància de 121Å (la qual és característica d'un enllaç doble). Per tant, veiem que no és possible un enllaç d'hidrogen amb oxigen en aquelles condicions. Segurament vam dur a terme aquest error a causa d'alguna densitat electrònica sobrant en el model. Sempre apareixen densitats d'electrons que sobren en el model, com en el cas de les densitats ataronjades que hi ha a la figura 94.

Són fruit d'un percentatge molt petit d'error en el model o bé potser aquestes densitats sobrants formen part d'interaccions entre les molècules del monocristall. En canvi,



l'enllaç entre els oxígens O6A i O6B i els carbonis C6A i C6B és de 143Å (distància pròpia d'un enllaç simple). Per tant, calia afegir un hidrogen als O6A i O6B per omplir la valència d'aquests i obtenir una estructura coherent que a més a més, ens quadra amb la fórmula oficial. Amb això podem assegurar que les densitats electròniques de color lila o rosat a la figura 94, no eren pas densitats sobrants en el model, sinó que eren ben rellevants, ja que ens estaven representant els hidrògens que faltaven.

Tab. 3-1. Standard-Bindungslängen in pm

a) Einfachbindungen												
H	B	C	N	O	F	Si	P	S	Cl	Br	I	
74	120	110	104	96	92	148	144	133	127	141	161	H
	162	158	149	137	132	198	194	181	174	189	224	B
		154	147	143	139	187	185	183	179	195	214	C
			145	141	136	174	170	169	175	214		N
				148	142	164	162	157	170	165	183	O
					142	156	157	154	164	176	186	F
						234	225	213	202	217	245	Si
							222	212	204	222	247	P
								207	201	224		S
									199	214	230	Cl
										229	247	Br
											266	I

	C(sp <sup>3</sup> )	C(sp <sup>2</sup> )	C(sp)	N(sp <sup>3</sup> )	N(sp <sup>2</sup> )	O	S	F	Cl	Br	I
H	110.2	107.1	105.8	101	99	96	133	92	127	141	161
C(sp <sup>3</sup> )	154.4	151.0	145.6	147	145	143	183	139	179	195	214
C(sp <sup>2</sup> )		146.6	143.2	143	140	135	176	135	173	185	203
C(sp)			137.4	133	133	126		127	163	179	199

b) Doppelbindungen

	C	N	O	P	S	Si
C	134	129	121	167	163	170
N		125	122	155	152	-
O			121	147	143	-
P				203	192	-
Si						216

	C(sp <sup>2</sup> )	C(sp)	N(sp <sup>2</sup> )	O	S
C(sp <sup>2</sup> )	133.5	132	129	121	170
C(sp)		128.5	120.0	117	156

c) Dreifachbindungen

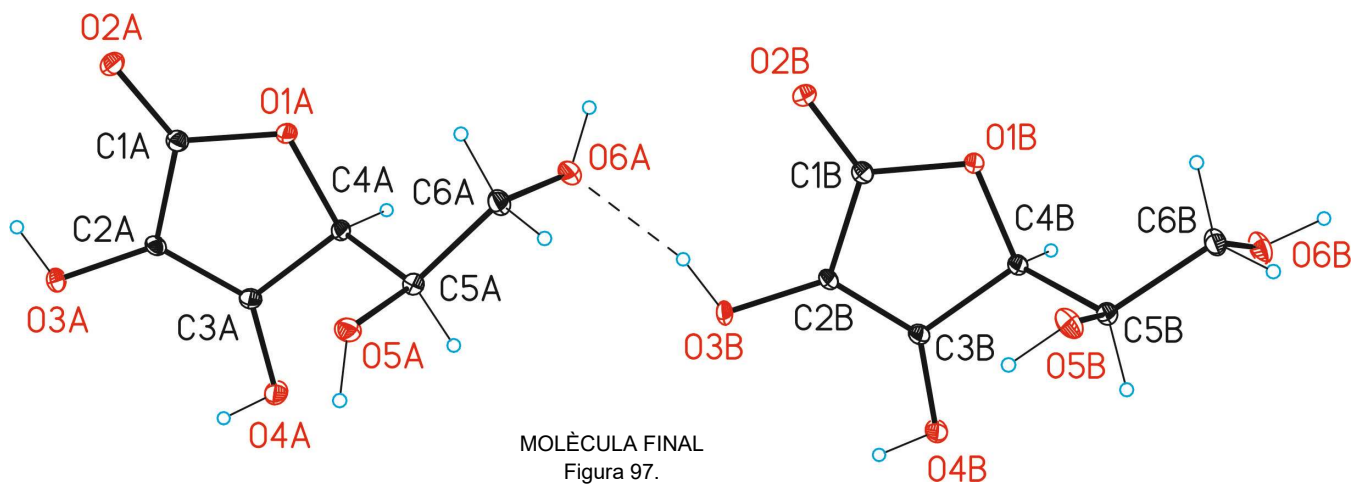
	C	N	O	P	S
C	120.2	115.6	112.8	153	147
N		110	111	-	-

Tab. 3-2. Bindungsradius von Atomen (in pm)

Atom	Einfach-	Doppel-	Dreifachbindung
H	32		
B	81	71	64
C	77.0	66.7	60.3
N	72	62	55
O	74	60	55
F	71		
Si	117	108	100
P	111	100	93
S	104	94	87
Cl	99		
Br	114		
I	133		

Figura 96.

La figura 96 és una taula que ens mostra les diferents distàncies d'enllaç entre els àtoms mesurades en armstrongs (Å). A partir d'aquesta hem trobat anteriorment les distàncies entre oxigen i carboni i hem comprovat si es tractava d'enllaços dobles o simples per saber si calia o no un hidrogen.



## **OBJECTIU 4:**

Fer una difracció de pols, amb un programa d'ordinador, a partir de la deducció de l'estructura a l'objectiu 3 amb la màquina de difracció de monocristall. Tot seguit, dur a terme una comparativa amb el difractograma de tipus teòric i el difractograma experimental obtingut a l'objectiu 1.

### **Problema:**

Hi ha alguna diferència entre la difracció de pols de tipus experimental i la difracció de pols de tipus teòric o ideal d'una mateixa substància?

### **Hipòtesi:**

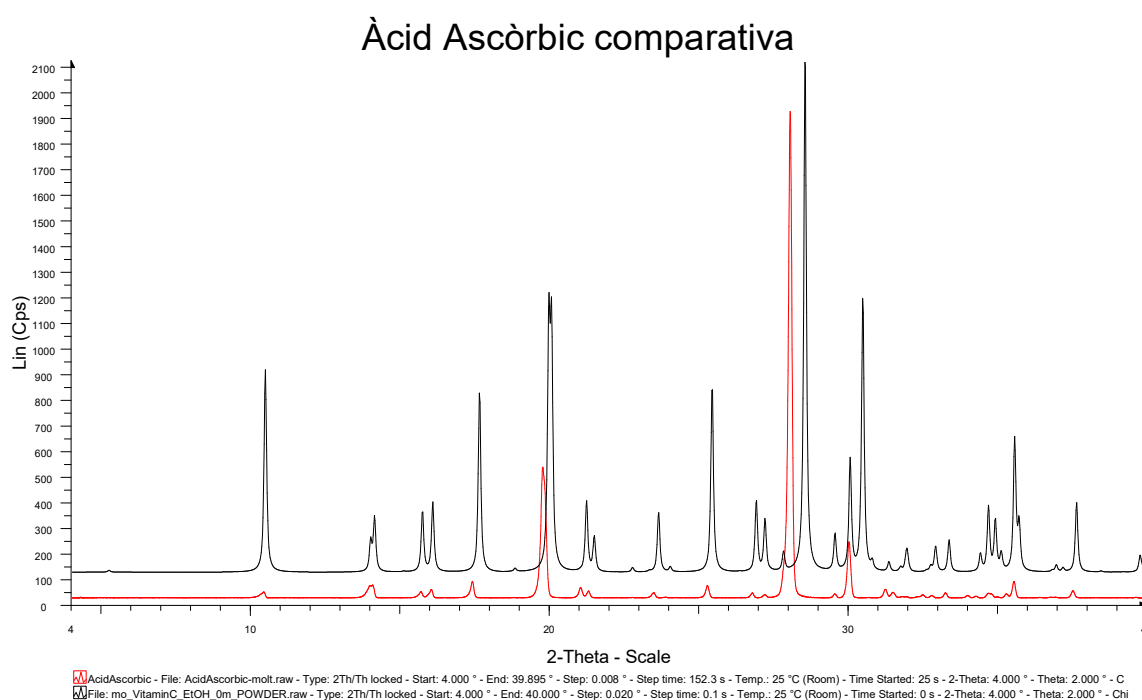
Segurament hi haurà diferències entre les dues difraccions ja que una es de tipus experimental i l'altre està feta amb l'ordinador a partir d'una cristal·lització.

### **Procediment:**

1. A partir de la deducció de l'estructura de la vitamina C a l'objectiu 5, amb el mateix programa amb el qual hem deduït l'estructura, obtenim a l'instant un difractograma de la substància amb les variables corresponents a les condicions a les quals s'ha sotmés el monocristall.
2. Fusionem els dos difractogrames en un sol gràfic per dur a terme una comparativa i extreure conclusions a la interpretació de resultats.

## Resultats:

Com a resultat de la difracció de pols a partir de l'estructura resolta del monocristall vam obtenir la gràfica representada en color negre. Amb la qual vam dur a terme una comparativa amb la gràfica de la mateixa substància (àcid ascòrbic) obtinguda anteriorment a l'objectiu 1. Aquestes gràfiques reben el nom de difractogrames. Es pot treure informació d'un difractograma a partir de la intensitat i posició dels pics.



Comparativa de dues difraccions de pols per part de les màquines difractores de rajos X (de pols i de monocristall). Figura 98.

## Interpretació dels resultats:

Cal tenir en compte que la difracció de pols del pot és de tipus experimental i la difracció de pols del monocristall és de tipus teòric, ja que aquesta ha sigut calculada a partir de la resolució de l'estructura del monocristall. A més a més, s'han fet amb dues màquines diferents. La gràfica de la difracció de pols de tipus experimental l'hem representat en color vermell i la de tipus teòric l'hem representat en color negre.

La difracció de tipus experimental, si es fa un gran zoom en el gràfic, es poden apreciar unes alteracions entre els pics. Els cristal·lògrafs que em supervisaven la

feina i jo, vam arribar a la conclusió que eren degudes al soroll de fons que emetien les altres màquines de la sala, les quals interferien en els rajos X que emetia la màquina de difracció de pols. Aquestes alteracions a la gràfica negra no apareixien, ja que aquesta és una representació ideal feta a partir d'un programa d'ordinador.

Com he mencionat anteriorment a l'apartat de resultats, podem obtenir informació d'un difractograma a partir de la intensitat i de la posició dels seus pics:

Si comparem les dues gràfiques, es pot veure un lleuger canvi en els pics respecte a la seva intensitat i posició. És a dir, la intensitat i posició dels pics de dos difractogrames que informen sobre la mateixa substància són diferents.

La posició dels pics surt desplaçada respecte als pics de l'altra gràfica a causa de la temperatura. El difractograma negre s'ha fet a partir d'una mostra a 100°K per minimitzar l'error a l'hora de deduir l'estructura de la molècula de la qual estava compost el cristall, ja que amb aquesta baixa temperatura la vibració dels àtoms de la molècula és més petita i el cristall difracta els rajos X amb més precisió. El difractograma vermell, en canvi, s'ha fet a partir d'una mostra a temperatura ambient. També hi ha una petita diferència d'intensitat en un difractograma respecte a l'altre. La intensitat del pic és la suma dels senyals que rep en una mateixa orientació. Aquesta diferència d'intensitat entre els dos difractogrames, és deguda a l'orientació dels cristalls. La mostra representada pel difractograma vermell no es pot orientar, ja que la substància extreta directament del pot conté molts microcristalls, cadascun en diferents posicions a l'atzar. En canvi, la substància representada en el difractograma negre és un sol cristall, el qual l'hem orientat en totes les direccions desitjades. No es pot treure més conclusió que la mostra representada pel difractograma vermell ha patit orientacions preferents<sup>17</sup>. La difracció de tipus teòric (difractograma negre) no té aquest problema ja que el cristal ha sigut col·locat en totes les posicions. Al punt 2-Theta 28° (aproximadament), és on hi ha una clara evidència per part de les dades experimentals (color vermell) que indica que hi ha una orientació preferent.

La conclusió que es pot treure d'aquesta diferència d'intensitats entre els difractogrames és que la mostra del pot amb la qual hem fet la difracció de pols de tipus experimental a l'objectiu 1, necessita més temps al morter durant la preparació de la mostra abans de la difracció (pas 1.2. del procediment de la pràctica 1). Aquest problema d'orientació preferent no és massa rellevant alhora d'identificar la mostra a

partir d'un difractograma obtingut, ja que la posició dels pics ens ajuda molt a saber de quina substància es tracta.

17. Si es vol més informació sobre les orientacions preferents es pot consultar la pàg.54 (part teòrica d'aquest treball).

## **CONCLUSIÓ DEL TREBALL DE RECERCA**

Aquest treball ha estat molt enriquidor perquè tot i que l'I.C.I.Q. m'hagi proporcionat facilitats de gran ajuda a l'hora de fer aquest treball (disposició de les màquines difractores de raigs X, entrevistes amb doctors en cristal·lografia i cert material que dóna una ajuda visual a la part teòrica d'aquest treball), he hagut de cercar la informació a través dels meus propis medis, ampliar-la i sobretot entendre-la. La dificultat en entendre la informació és que aquesta té un nivell de carrera universitària i fins i tot, una part de la informació és pròpia de doctorat i jo no disposava dels fonaments bàsics de la temàtica del treball. Per tant, aquest és un treball que ha requerit obrir la ment cap a una quantitat de conceptes que, fins a la realització d'aquest treball, eren desconeguts per a mi. Aquest fet ha implicat la dedicació de l'equip docent de l'Institut i de la unitat de recerca de l'I.C.I.Q. i un esforç per part meva.

A mesura que he anat profunditzant en el tema de la cristal·lografia, he après a fer una pràctica redactada seguint el sistema establert en la publicació d'articles científics, a recollir dades mentre els fenòmens anaven succeint, a interpretar resultats obtinguts i a treballar respectant les altes mesures i protocols de seguretat en un laboratori entre altres coses.

Realment l'esforç que implicava la temàtica escollida i el fet de posar totes les meves ganes en aquest treball han valgut la pena perquè, a part d'adquirir molts coneixements nous, m'enduc una experiència inoblidable.



Espectre electromagnetic

<http://www.espectrometria.com>

[https://www.ecured.cu/Rayos\\_X](https://www.ecured.cu/Rayos_X)

<http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/>

<http://spanishminerals.com/articuloelrayosxsudifraccionporloscristales.htm>

Objectiu 1

Vitamina C

<http://www.acidoascorbico.com/escorbuto>

[https://es.wikipedia.org/wiki/Vitamina\\_C](https://es.wikipedia.org/wiki/Vitamina_C)

Histidina

<http://www.natursan.net/histidina-aminoacido-esencial/>

<https://es.wikipedia.org/wiki/Histidina>

Arginina