
 UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS	Protocolo de análisis por difracción de Rayos X (monocristal)	 CENTRO DE INVESTIGACIONES QUÍMICAS
Código LXC-PR-01	Fecha 29/Noviembre/2017	Versión 2

OBJETIVO. Describir la metodología y los requisitos necesarios para el análisis de muestras externas e internas en el laboratorio de Rayos X de monocristal.

ALCANCE. Aplica al Laboratorio de Rayos X de Monocristal, al departamento de Vinculación y Extensión y al Cliente (Interno y externo).

I. INTRODUCCION

La Difracción de Rayos X de monocristal, es una técnica de gran utilidad para la investigación en química. Es el método más completo para determinar la identidad y estructura de compuestos nuevos y conocidos y sus aplicaciones van desde la mineralogía hasta los productos farmacéuticos.



El equipo con el que se cuenta actualmente es un difractor *AGILENT TECHNOLOGIES SuperNova* equipado con un detector EOS S2 y con dispositivo de baja temperatura.

II. CARACTERÍSTICAS REQUERIDAS DE LAS MUESTRAS PARA ANÁLISIS.

- La muestra se entregará en un vial claramente identificado, de forma indeleble, con una referencia (clave de máximo 15 caracteres)

Elaboró	Revisó	Autorizó
Responsable del Proceso: Perla P. Román B.	Iris J. Montoya Balbás	Ma. Yolanda Ríos Gómez

<i>Documento controlado por medios electrónicos. Toda impresión o descarga es un documento no controlado.</i>	Página 1 de 6
--	------------------

 <p>UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS</p>	<p>Protocolo de análisis por difracción de Rayos X (monocristal)</p>	 <p>CENTRO DE INVESTIGACIONES QUÍMICAS</p>
<p>Código LXC-PR-01</p>	<p>Fecha 29/Noviembre/2017</p>	<p>Versión 2</p>

- Las muestras a analizar deben ser cristales de buen tamaño (forma y volumen). No se requiere una cantidad específica, preferentemente varios especímenes para elegir el mejor.
- Cuando la muestra sea inestable es necesario ponerse en contacto con el Técnico responsable del laboratorio para establecer las condiciones del análisis de la misma.
- Es conveniente indicar el disolvente y los reactivos empleados en el proceso de obtención del compuesto, así como el disolvente empleado para la cristalización del mismo. Así mismo se deben indicar las celdas unitarias de reportes anteriores en relación al compuesto a estudiar.
- Por la naturaleza del análisis realizado, únicamente es posible recuperar el material excedente del estudio.



Cualquier duda relacionada con el tipo de experimento o técnica solicitada podrá ser consultada directamente con la responsable del área Dra. Perla Román, al correo: rper@luaem.mx.

El proceso administrativo para las solicitudes externas se realiza a través de la Jefatura de Vinculación (Procedimiento **VIN-PR-01** y Formato **LXC-FO-01**)

III. PROCEDIMIENTO PARA EL SERVICIO INTERNO

El servicio interno está restringido a las muestras provenientes de proyectos de investigación cuyos responsables principales son profesores del CIQ y los estudiantes asociados a dichos proyectos. Estas muestras reciben prioridad 1 con la consideración que el (la) responsable del laboratorio está facultado para modificar el orden de procesamiento de las muestras cuando existen razones de carácter técnico que conducen a la optimización del uso del equipo y el funcionamiento del laboratorio.

<p><i>Documento controlado por medios electrónicos. Toda impresión o descarga es un documento no controlado.</i></p>	<p>Página 2 de 6</p>
--	--------------------------

 UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS	Protocolo de análisis por difracción de Rayos X (monocristal)	 CENTRO DE INVESTIGACIONES QUÍMICAS
Código LXC-PR-01	Fecha 29/Noviembre/2017	Versión 2



Además, debe tomarse en cuenta que no se procesarán muestras en los periodos programados para actividades de mantenimiento preventivo y/o correctivo.

- El solicitante del análisis debe registrar en la bitácora que se localiza en el Laboratorio de Difracción de Rayos X cada una de las muestras para las que solicita análisis.
- Cada muestra deberá ir acompañada del con la información completa en cada campo.
- La muestra se procesará de acuerdo a la programación de trabajo del laboratorio y en estricto orden de recepción.
- Los resultados se entregarán contra firma de recepción de los mismos en el formato de solicitud.

I. PROCESAMIENTO DE LAS MUESTRAS. (INTERNAS Y EXTERNAS)

- Las muestras admitidas para análisis se registran en la bitácora del equipo de difracción de monocristal consignándose la siguiente información: Fecha; clave; nombre de la empresa ó investigador; estructura probable; fórmula mínima.
- Los viales correctamente identificados conteniendo las muestras se colocan en la mesa de preparación.
- Se inspeccionan visualmente (microscopio) uno a uno los cristales para identificar el más adecuado para el estudio. De no encontrarse alguno, se notifica a la JV para cancelar el estudio.
- Se montan hasta tres de los mejores cristales en el difractómetro y se determina la celda unitaria de la muestra. Se compara con la información de la base de datos CSD. Si la estructura ya está reportada, se da aviso a la JV.
- Al encontrar una celda de buena calidad, se procede a la colección de datos.

<i>Documento controlado por medios electrónicos. Toda impresión o descarga es un documento no controlado.</i>	Página 3 de 6
--	------------------

 <p>UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS</p>	<p>Protocolo de análisis por difracción de Rayos X (monocristal)</p>	 <p>CENTRO DE INVESTIGACIONES QUÍMICAS</p>
<p>Código LXC-PR-01</p>	<p>Fecha 29/Noviembre/2017</p>	<p>Versión 2</p>

- Se procede a la reducción de datos y, dependiendo de la solicitud, se entregan las reflexiones al solicitante o se procede a la resolución de la estructura.
- Una vez que la estructura fue resuelta, la carpeta del experimento se respalda en la computadora RAYOS_X1
- Si se solicitó la resolución de la estructura con el estudio de difracción, se genera también el archivo CheckCIF con el menor número posible de alertas y se genera la descripción de la parte experimental.
- Se genera un respaldo físico de la información.
- Se notifica a la Jefatura de Vinculación de experimento terminado y se entregan los resultados.

DOCUMENTOS DE REFERENCIA.

Manual de Calidad (**SGC-MC-01**).

Plan de calidad de servicios analíticos (**ANA-PC-01**).

Instructivo de trabajo para el equipo SuperNova Agilent Technologies (**LXC-IT-01**)

Documentos externos: Manuales de operación del fabricante de Difractómetro de Rayos X para Monocristal SuperNova Agilent Technologies.

<p><i>Documento controlado por medios electrónicos. Toda impresión o descarga es un documento no controlado.</i></p>	<p>Página 4 de 6</p>
--	--------------------------



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

Protocolo de análisis por difracción de Rayos X (monocristal)



CENTRO DE
INVESTIGACIONES QUÍMICAS

Código LXC-PR-01

Fecha 29/Noviembre/2017

Versión

2

REGISTROS

Nombre	Código	Conservación
Solicitud de análisis de RX de Monocristal	<i>LXC-FO-01</i>	<i>2 años</i>
Bitácora de registro de análisis de RX de Monocristal	<i>LXC-BI-01</i>	<i>1 año</i>
Bitácora de registro incidencias de RX de Monocristal	<i>LXC-BI-02</i>	<i>2 años</i>
Bitácora de registro de pruebas de desempeño de RX de Monocristal	<i>LXC-BI-03</i>	<i>2 años</i>
Bitácora de monitoreo y mantenimiento preventivo de RX de Monocristal	<i>LXC-BI-04</i>	<i>2 años</i>
Hoja de verificación y calibración	<i>SGC-FO-10</i>	<i>Constante</i>
Resultados de análisis de RX de Monocristal	<i>S/C</i>	<i>2 años</i>

GLOSARIO

Servicio interno: está restringido a las muestras provenientes de proyectos de investigación cuyos responsables principales son profesores-investigadores del CIQ y alumnos asociados a dichos proyectos.



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

Protocolo de análisis por difracción de Rayos X (monocristal)



CENTRO DE
INVESTIGACIONES QUÍMICAS

Código LXC-PR-01

Fecha 29/Noviembre/2017

Versión

2

Servicio de vinculación: lo ofrece el CIQ para apoyar el desarrollo de la investigación en la UAEM, en otras instituciones de educación superior y a la industria.

CONTROL DE CAMBIOS

Versión	Cambios	Fecha
1	<i>Documento de nueva creación</i>	<i>15-09-15</i>
2	<i>Revisión general del protocolo</i>	<i>29-11-17</i>