
 <p>UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS</p>	Instructivo de trabajo para el manejo del difractómetro de monocristal Agilent SUPERNOVA	 <p>CENTRO DE INVESTIGACIONES QUÍMICAS</p>
Código LXC-IT-01	Fecha 15-09-15	Versión 1

INSTRUCCIONES GENERALES

1.- Almacenamiento de datos Únicamente en D:/ en su respectiva carpeta. Máximo espacio permitido por carpeta son 50 GB por usuario. Cualquier información adicional en C se borra de forma inmediata.

2.- El registro en bitácora es obligatorio para cada muestra y se registrará por los Técnicos Académicos en base a la hoja que entrega el investigador o su estudiante.

USO TRABAJO CON CRYALIZ PRO

1.- Abrir doble click al icono CrysAlis 171 .37.35 y cerrar programa interface, ícono rojo a la derecha arriba.



Opción A: si un generador no está en stand by elegir segunda opción (en caso de no trabajar este día o fin de semana). Si se va a seguir trabajando elegir primera opción yes.

NOTA : NUNCA ELEGIR LA TERCERA OPCION

2.- botones más importantes en la ventana principal del programa: A mano izquierda se ubican los power tools se ubican (adicionar figura 2)



Elaboró	Revisó	Autorizó
Perla P. Román B.	Blanca E. Domínguez M	Ma. Yolanda Ríos Gómez
Documento controlado por medios electrónicos. Toda impresión o descarga es un documento no controlado.		Página 1 de 5

 <p>UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS</p>	<p>Instructivo de trabajo para el manejo del difractómetro de monocristal Agilent SUPERNOVA</p>	 <p>CENTRO DE INVESTIGACIONES QUÍMICAS</p>
<p>Código LXC-IT-01</p>	<p>Fecha 15-09-15</p>	<p>Versión 1</p>

3.- El primer botón es en relación a actividades con la celda unitaria.

4.- El quinto botón es para que cada quien tenga su lista de experimentos.

Los demás botones se pueden trabajar en su computadora personal.

5.- Layout and controls (serie de botones de abajo). Son botones que permiten ver los frames y analizar picos (por favor no cambiar colores). Por favor usar en su propia computadora.



HARDWARE CONTROL.

6.- Device control. Control del goniómetro parte de arriba a la derecha.





NOTA: Sino aparecen los iconos de color es porque el programa ya está abierto.

CONTROL DEL GONIÓMETRO.

7.- Selección de radiación. El botón naranja indica la radiación seleccionada actualmente, para cambiar apretar botón YES.

8.- Los botones de arriba coloridos son de información general: shutter closed, Xray Mo, 2x2

<p><i>Documento controlado por medios electrónicos. Toda impresión o descarga es un documento no controlado.</i></p>	<p>Página 2 de 5</p>
--	--------------------------

 <p>UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS</p>	<p>Instructivo de trabajo para el manejo del difractómetro de monocristal Agilent SUPERNOVA</p>	 <p>CENTRO DE INVESTIGACIONES QUÍMICAS</p>
Código LXC-IT-01	Fecha 15-09-15	Versión 1

XRAY nos da: Stand by 12 KV y 0.05 mA

Modo colección de datos:

50 KVy 0.8 mA

NO mover nada.

INICIAR UN PRE-EXPERIMENTO

- 1.- verificar radiación.
- 2.- seleccionar start /stop (derecha arriba) .
- 3.- Star new
- 4.- Mount.

Montar cristal

Centrarlo y darle HOME

- 5.- Edit en Start Pre-experiment. Es Aquí donde se genera la carpeta de colección.
- 6.- Aparece un texto así: Do you want update experimental root for all future? **NO**
- 7.- Se llenan los datos del cristal : nombre, forma, color etc...
- 5.- Exit and Screen



Si aparece el texto WELL DFFRACTING SAMPLE en verde se manda coleccionar, si o se busca otro cristal.

6.- Start Pre-experiment. (establece bien la celda unitaria y propone una estrategia de colección de datos).

7.- Aparece una ventana **Experiment strategy**.

No mover strategy parameters.

<p><i>Documento controlado por medios electrónicos. Toda impresión o descarga es un documento no controlado.</i></p>	<p>Página 3 de 5</p>
--	--------------------------

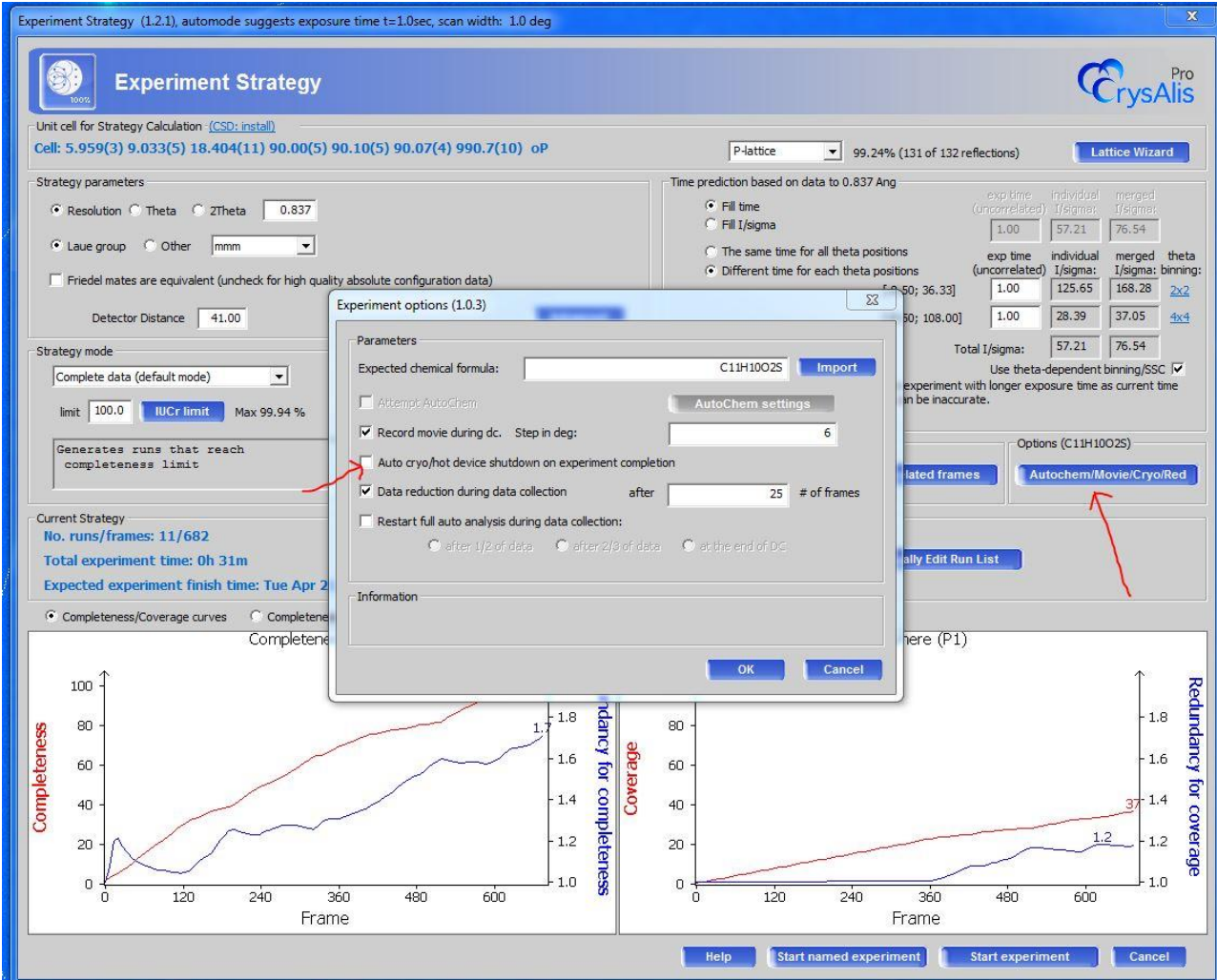
 UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS	Instructivo de trabajo para el manejo del difractómetro de monocristal Agilent SUPERNOVA	 CENTRO DE INVESTIGACIONES QUÍMICAS
Código LXC-IT-01	Fecha 15-09-15	Versión 1

Quitar palomita en friedel maters are equivalents. (porque no se sabe si el compuesto es quiral, si se está seguro de la quiralidad se queda palomeado).

8.-En strategy mode escoger la colección a preferir. De preferencia Complete redundand data.

9.- Entrar a la ventana Auto chem Movie /cryo Red para el N2.

10.- Seleccionar Auto cryo/Hot device shutdown on experiment completion



Experiment Strategy (1.2.1), automode suggests exposure time t=1.0sec, scan width: 1.0 deg

Unit cell for Strategy Calculation: (CSD: install)
 Cell: 5.959(3) 9.033(5) 18.404(11) 90.00(5) 90.10(5) 90.07(4) 990.7(10) oP

Strategy parameters
 Resolution: 0.837
 Laue group: mmm
 Detector Distance: 41.00



Time prediction based on data to 0.837 Ang

exp time (unrelated)	individual I/sigma	merged I/sigma	theta I/sigma: binning
1.00	57.21	76.54	
1.00	125.65	168.28	2x2
1.00	28.39	37.05	4x4
Total I/sigma:		57.21	76.54

Experiment options (1.0.3)
 Parameters
 Expected chemical formula: C11H10O2S
 Attempt AutoChem
 Record movie during dc. Step in deg: 6
 Auto cryo/hot device shutdown on experiment completion
 Data reduction during data collection after 25 # of frames
 Restart full auto analysis during data collection:
 after 1/2 of data after 2/3 of data at the end of DC

Options (C11H10O2S)
 Autochem/Movie/Cryo/Red

Completeness/Coverage curves
 Completeness: 1.7
 Coverage: 1.2

 <p>UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS</p>	<p>Instructivo de trabajo para el manejo del difractómetro de monocristal Agilent SUPERNOVA</p>	 <p>CENTRO DE INVESTIGACIONES QUÍMICAS</p>
<p>Código LXC-IT-01</p>	<p>Fecha 15-09-15</p>	<p>Versión 1</p>

11.- Start experiment.

Abajo ala derecha (botón naranja)

12.- Si no aparece la ventana pre-experiment abrirla abajo a la derecha. Start-preexperiment.

NAME: Introducir nombre del cristal

En browse root folder seleccionar carpeta de usuario.

Generar en make new folder carpeta de colección de cristal.

Incluir formula esperada

Click en simple description y llenar todo (menos el tamaño del cristal)

Seleccionar carpeta del usuario y abrir carpeta .

13.- Para salir cerrar el programa, sale la leyenda: Keep current settings.

Yes

Uso del CRYO

14.- Para el N2. Abrir Cryo (arriba a la derecha)

15.- SET (por default está 100 K)

16.- Dar la opción cool

17.- OK