

LABORATORIO DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X (monocristal)

I. INTRODUCCIÓN

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 en el Centro de Investigaciones Químicas de la UAEM es un **difractómetro Bruker Smart Apex equipado con un detector bidimensional CCD 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 siete caracteres: NNXXXXX, donde NN corresponderá a las iniciales del investigador solicitante) que deberá ser la misma consignada en la solicitud de análisis.
- 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 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: rperl@uaem.mx

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. 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 formato de solicitud 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.

IV. PROCEDIMIENTO DE SERVICIO EN VINCULACIÓN

El 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. Las muestras bajo esta categoría deberán ingresar, sin excepción, a través de la Jefatura de Vinculación.

- La muestra deberá satisfacer los requisitos descritos en el apartado de "Características de las muestras para análisis" y ser acompañada por el formato de solicitud correspondiente.
- La Jefatura de Vinculación proporcionará en todos los casos una fecha probable de entrega de resultados que se determina con base en la prioridad del servicio, el tipo de estudio solicitado y la carga de trabajo del laboratorio.
- Al recibir la JV la notificación de que el estudio ha sido concluido, se le comunicará al usuario que sus resultados están ya disponibles (impresos o electrónicos, según sea el caso)
- Para la entrega de resultados impresos y/o electrónicos es necesario que se satisfagan las siguientes condiciones:

Usuarios Vinculación-UAEM

Entrega de una carta en la que se compromete a dar los agradecimientos correspondientes al CIQ por los servicios prestados en cualquier comunicación científica relacionada con los estudios realizados. Esta carta deberá estar firmada también por el director de la unidad académica.

Usuarios Vinculación Académica

Entrega del comprobante de pago del servicio con una reducción del 50% sobre el costo público.

o

Entrega/existencia de un convenio específico de colaboración con algún Profesor-Investigador del CIQ en el que se establece como parte de la colaboración la realización de este tipo de estudios.

Usuarios Vinculación Externa.

Entrega o envío al usuario del resultado contra la entrega de comprobante de depósito por el monto correspondiente.

La facturación de los servicios se hace a través de la Tesorería UAEM. Una vez que esta dependencia elabore la factura será enviada al usuario por la vía apropiada para ello.

V. 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.
- 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