


 Universidad de Oviedo		 SCTs Servicios Científico-Técnicos		Directrices básicas para la utilización del servicio de Difracción de Rayos X Monocristal (Copia no controlada)			Revisión 02	IT59	Página 1 de 6
Elaboración: M ^a del Carmen Álvarez-Rúa Álvarez	Fecha: 16/01/07	Revisión: Santiago García Granda	Fecha: 20/03/07	Aprobación: Santiago García Granda	Fecha: 20/03/07	Distribución: Julio Rodríguez Fernández	Fecha: 22/03/07		

HOJA DE REVISIONES

Revisión	Fecha	Cambios realizados
01	01/01/06	Versión inicial
02	22/03/07	Modificación de los apartados: 3.1.3.- Reducción del tamaño mínimo de los cristales para ensayos a 0,01 mm 3.4.- Eliminación de la referencia a las modalidades de tratamiento de datos. 3.5.- Eliminación de la referencia a la reducción de datos por parte del usuario.

Elaborado por: M^a del Carmen Álvarez-Rúa Álvarez	Revisado por: Santiago García Granda
Aprobado por: Santiago García Granda	Distribuido por: Julio Rodríguez Fernández

 Universidad de Oviedo	 Servicios Científico-Técnicos	Directrices básicas para la utilización del servicio de Difracción de Rayos X Monocristal (Copia no controlada)				Revisión 02	IT59	Página 2 de 6
Elaboración: M ^a del Carmen Álvarez-Rúa Álvarez	Fecha: 16/01/07	Revisión: Santiago García Granda	Fecha: 20/03/07	Aprobación: Santiago García Granda	Fecha: 20/03/07	Distribución: Julio Rodríguez Fernández	Fecha: 22/03/07	

1 OBJETO Y ALCANCE

El objeto de la presente instrucción de trabajo es establecer las normas de funcionamiento del Servicio Científico Técnico de Difracción de Rayos X – Monocristal.

Esta instrucción es de aplicación a todo el personal de la Universidad de Oviedo encargado de la utilización de los equipos del servicio y a los usuarios del mismo.

2 REFERENCIAS

En la realización de esta instrucción de trabajo se han seguido los criterios establecidos en los siguientes documentos:

- Manual de Calidad de los SCT.
- PR01 “Gestión de la documentación”.

3 GENERAL

Esta instrucción de trabajo establece de forma detallada cómo y en qué condiciones se llevan a cabo las tareas propias del funcionamiento del Servicio Científico – Técnico de Difracción de Rayos X – Monocristal, así como las responsabilidades imputables a los usuarios y personal técnico del mismo.

La presente instrucción de trabajo se centra en los siguientes aspectos:



- Gestión de las muestras
- Orden de realización de los ensayos
- Realización de ensayos
- Tratamiento de los datos de difracción
- Entrega de resultados
- Reserva de tiempo de uso de los difractómetros de rayos X
- Copias de seguridad

3.1 Gestión de muestras

3.1.1 Lugar de Recepción

Las muestras procedentes de la Universidad de Oviedo deben ser entregadas directamente en el laboratorio de Difracción de Rayos X – Monocristal en el Edificio Científico-Tecnológico del Campus del Cristo.

Las muestras procedentes de otras instituciones públicas de investigación y entes privados pueden ser entregadas directamente en el laboratorio o bien enviadas por correo a la siguiente dirección:

 Universidad de Oviedo	 Servicios Científico-Técnicos	Directrices básicas para la utilización del servicio de Difracción de Rayos X Monocristal (Copia no controlada)				Revisión 02	IT59	Página 3 de 6
Elaboración: M ^a del Carmen Álvarez-Rúa Álvarez	Fecha: 16/01/07	Revisión: Santiago García Granda	Fecha: 20/03/07	Aprobación: Santiago García Granda	Fecha: 20/03/07	Distribución: Julio Rodríguez Fernández	Fecha: 22/03/07	

Servicios Científico-Técnicos. Universidad de Oviedo.

Unidad de Difracción de Rayos X – Monocristal.

Edificio Científico Tecnológico. Campus del Cristo.

C/ Julián Clavería, s/n.

33006 Oviedo. España.

En caso de envío por correo, el remitente debe poner los medios necesarios para que la muestra llegue al laboratorio en perfectas condiciones, abonando los gastos correspondientes.

3.1.2 Documentación que acompaña a la muestra

Los recipientes en los que se entrega la muestra deben estar etiquetados de forma clara y visible.

Toda muestra debe ir acompañada de los documentos de solicitud de ensayo (RG08) y características de la muestra (RG69). Esta documentación puede obtenerse en la sección de descargas de la página web de los Servicios Científico – Técnicos:

<http://www10.uniovi.es/SCTs>

Los usuarios externos a la Universidad de Oviedo pueden remitir esa documentación debidamente cumplimentada y firmada por fax (985103686) o bien por correo.

3.1.3 Condiciones que deben cumplir las muestras

Las muestras deben estar formadas por cristales únicos (monocristales). No deben presentar estrías ni formar maclas.

Tamaño de los cristales:

- Dimensión mínima: 0.01 mm.
- Dimensión máxima: 0.30 mm.

Los cristales inestables al aire deben entregarse inmersos en su líquido de cristalización o protegidos en un aceite adecuado. También podrán enviarse montados en “loops” congelados bajo nitrógeno.


3.1.4 Conservación de los cristales

Si el ensayo de difracción de rayos X va a ser realizado a temperatura ambiente, las muestras se conservarán en armarios situados en el laboratorio. A petición del usuario, podrán ser conservados en nevera o cámara frigorífica.

Los cristales inestables al aire, o aquellos que se encuentran inmersos en su líquido de cristalización, serán conservados en nevera o cámara frigorífica.

Los cristales medidos sólo serán devueltos al usuario por petición expresa del mismo.

El conjunto de la muestra de la que se han extraído los cristales montados puede ser recogida por el usuario una vez finalizado el ensayo. Las muestras no recogidas se conservarán en el laboratorio por espacio máximo de 1 año. Finalizado este plazo, serán tratados como residuos de laboratorio.

 Universidad de Oviedo	 Servicios Científico-Técnicos	Directrices básicas para la utilización del servicio de Difracción de Rayos X Monocristal (Copia no controlada)				Revisión 02	IT59	Página 4 de 6
Elaboración: M ^a del Carmen Álvarez-Rúa Álvarez	Fecha: 16/01/07	Revisión: Santiago García Granda	Fecha: 20/03/07	Aprobación: Santiago García Granda	Fecha: 20/03/07	Distribución: Julio Rodríguez Fernández	Fecha: 22/03/07	

3.2 Orden de realización de los ensayos

El orden de realización de ensayos queda determinado por el orden temporal de recepción de muestras.

Este orden sólo podrá variarse de acuerdo a los siguientes criterios:

- Asignación de un código de prioridad alta a una muestra.
- Optimización del tiempo de utilización del equipo, intercalando en la lista general la realización de ensayos con tiempos breves de recogida de datos.
- Optimización en el uso de nitrógeno líquido en la realización de ensayos a baja temperatura.

3.3 Realización de ensayos

3.3.1 Recogida de datos

El proceso de recogida de datos se inicia con el montaje de la muestra y la comprobación de su calidad mediante difracción de rayos X.

Es responsabilidad el técnico de laboratorio alertar al usuario de la baja calidad del cristal o de si resulta inapropiado para realizar un experimento de difracción de rayos X. Con esta información, el usuario debe decidir si se prosigue o no el ensayo.

En cualquier caso, la confirmación del interés en la realización del ensayo implica la aceptación de la tarifa correspondiente, independientemente de la calidad de los datos obtenidos.

3.3.2 Realización de ensayos en condiciones distintas a las normales

Se consideran condiciones normales de medida las siguientes:

- Ensayos realizados a temperatura ambiente.
- Montaje de cristales en varillas de vidrio.
- Resolución máxima de los datos de difracción: 0.83 Å.

El usuario debe reflejar en la solicitud de ensayo (RG08) o en el documento de características de la muestra (RG69) cualquier requerimiento específico referente a la temperatura y condiciones de medida. En caso contrario, el técnico de laboratorio tiene libertad para determinar el método de montaje de las muestras que sea más conveniente de acuerdo a las características de los cristales y las condiciones en las que se va a llevar a cabo el ensayo.

3.4 Tratamiento de los datos

El tratamiento de los datos obtenidos en el experimento de difracción de rayos X se lleva a cabo en dos etapas consecutivas:

3.4.1 Reducción de datos

Se entiende por reducción de datos el proceso por el cual se tratan los datos originales obtenidos en el difractómetro con el fin de obtener un conjunto único de reflexiones integradas que sirva como punto de partida para el proceso de determinación estructural.

 Universidad de Oviedo	 Servicios Científico-Técnicos	Directrices básicas para la utilización del servicio de Difracción de Rayos X Monocristal (Copia no controlada)				Revisión 02	IT59	Página 5 de 6
Elaboración: M ^a del Carmen Álvarez-Rúa Álvarez	Fecha: 16/01/07	Revisión: Santiago García Granda	Fecha: 20/03/07	Aprobación: Santiago García Granda	Fecha: 20/03/07	Distribución: Julio Rodríguez Fernández	Fecha: 22/03/07	

3.4.2 Determinación estructural

Se entiende por determinación estructural el proceso por el que se calculan a partir de los datos de difracción de rayos X todos los parámetros que describen completamente la estructura cristalina. Este proceso puede ser:

- Rutinario. Es aquel en el que la calidad del cristal y de los datos obtenidos mediante difracción de rayos X son tales que no es necesario utilizar métodos de resolución y refinamiento distintos a los de las opciones por defecto de los paquetes de software de determinación estructural.
- No rutinario. Se distinguen dos casos:
 - Cuando la complejidad de la estructura supone una dedicación de tiempo superior a la habitual, estimada en 3 horas, o bien la estructura cristalina presenta problemas adicionales como desorden o twinning.
 - Cuando el número de átomos en la unidad asimétrica es demasiado elevado para utilizar los métodos convencionales de resolución y refinamiento de moléculas de pequeño tamaño (como es el caso de proteínas y otras macromoléculas).

Se entiende que todo proceso de determinación estructural contratado en el Servicio de Difracción de Rayos X – Monocristal de la Universidad de Oviedo tiene carácter rutinario.

Es responsabilidad del técnico de laboratorio alertar al usuario del posible carácter no rutinario del proceso de determinación estructural, a la luz de los resultados obtenidos en el proceso de reducción de datos.

Ante esta advertencia, el usuario debe decidir entre confirmar su interés en que este proceso se lleve a cabo en el Servicio de Difracción de Rayos X – Monocristal o bien obtener los resultados del proceso de reducción de datos y encargar a un investigador independiente del servicio esta tarea.



Si el usuario confirma su interés, el proceso de determinación estructural se llevará a cabo utilizando los mismos medios que si se tratara de un proceso rutinario.

El servicio de Difracción de Rayos X – Monocristal no se hace responsable en ningún caso de los resultados, satisfactorios o no, obtenidos en el proceso de determinación estructural.

3.5 Entrega de resultados

Los resultados que se entregan al usuario dependerán del tipo de tratamiento de los datos de difracción solicitado:

Tipo de tratamiento	Resultados proporcionados
Recogida y reducción de datos	<ul style="list-style-type: none"> • Fichero de parámetros de celda, en formato CIF • Fichero de reflexiones en formato SHELX
Reducción de datos +	Igual que en el caso anterior, más

 Universidad de Oviedo	 Servicios Científico-Técnicos	Directrices básicas para la utilización del servicio de Difracción de Rayos X Monocristal (Copia no controlada)				Revisión 02	IT59	Página 6 de 6
Elaboración: M ^a del Carmen Álvarez-Rúa Álvarez	Fecha: 16/01/07	Revisión: Santiago García Granda	Fecha: 20/03/07	Aprobación: Santiago García Granda	Fecha: 20/03/07	Distribución: Julio Rodríguez Fernández	Fecha: 22/03/07	

determinación estructural rutinaria	<ul style="list-style-type: none"> Fichero de coordenadas atómicas en formato CIF y SHELX
Reducción de datos + determinación estructural no rutinaria	En este caso, el fichero de coordenadas atómicas contendrá los resultados hasta el punto en el que se haya llegado en el proceso de determinación estructural

En todos los casos, se proporcionará al usuario un informe en el que se detallen las condiciones de medida utilizadas en la realización del ensayo.

3.6 Reserva de tiempo de uso de los difractómetros de rayos X

El responsable científico de la unidad, informado el director de los Servicios Científico Técnico, puede conceder tiempo de uso de los difractómetros a personas de experiencia acreditada de grupos de investigación de la Universidad de Oviedo para la realización de ensayos especiales.

La tarifa establecida se aplicará por día completo de utilización de los aparatos.

3.7 Copias de seguridad

Los datos obtenidos en los ensayos de difracción de rayos X se guardarán en copias de seguridad en CD-ROM o DVD.

Estas copias permanecerán almacenadas en el laboratorio de Difracción de Rayos X – Monocristal por un período de tiempo no inferior a 5 años.

Los usuarios podrán solicitar una copia de los datos de difracción en formato CD-ROM o DVD, aportando el soporte correspondiente en cada caso.