

**Lectures - Thursday, June 17****L22****Center of Molecular and Crystal Structures at the Faculty of Science, Charles University in Prague****CENTRUM MOLEKULOVÝCH A KRYSTALOVÝCH STRUKTUR NA
PŘÍRODOVĚDECKÉ FAKULTĚ UK V PRAZE****I. Císařová**

*Katedra anorganické chemie, Přírodovědecká fakulta.
Univerzita Karlova v Praze, Hlavova 8, Praha 2, 128 43
cisarova@natur.cuni.cz*

Studium krystalové struktury pomocí difrakce rtg. záření je v chemické sekci Přírodovědecké fakulty tradičně součástí katedry anorganické chemie. Zaslouhou prof. Josefa Louba byly od šedesátých let minulého století používány difrakční metody jak k analýze monokrystalů, tak ke kvalitativní a kvantitativní fázové analýze a to navzdory chudému experimentálnímu vybavení. Zásadní přelom v přístrojovém parku nastal po roce 1994 a to zejména díky Grantové agentuře České republiky, pořízením čtyřkruhového difraktometru CAD4-MACHIII. V roce 2000 pak bylo vytvořeno, díky projektu metodických center GAČR, *Centrum molekulových a krystalových struktur*, jehož nejpodstatnější částí je difraktometr Nonius KappaCCD s plošným detektorem umožňujícím stanovit tři krystalové struktury malých molekul denně. Možnosti práškových metod se pak podstatně rozšířily nákupem difraktometru Philips XPertPRO v roce 2009.

Oblasti studia se dělí na:

I. struktury monokrystalů

- a) nově připravené látky v oblasti chemie (anorganická a organická)
- b) minerály
- c) přírodní látky

II. práškové metody

- a) kvalitativní a kvantitativní fázová analýza
- b) stanovení velikosti částic

V současné době přímo s experimentálními přístroji pracuje pět lidí (dva na monokrystalovém difraktometru a tři na práškovém). Na ně pak navazuje skupina pracovníků zpracovávajících experimentální data. Strukturní analýza je předmětem jednosemetrální tříhodinové přednášky a tři úlohy z této oblasti jsou součástí praktika z fyzikálních metod studia anorganických látek.

L23**X-ray Analysis at the Institute of Solid State Chemistry in Institute of Chemical Technology, Prague****RTG ANALÝZA NA ÚSTAVU CHEMIE PEVNÝCH LÁTEK VŠCHT V PRAZE****J. Rohlíček, B. Kratochvíl**

*Ústav chemie pevných látek, Vysoká škola chemicko-technologická v Praze
rohlicej@vscht.cz*

Historie

Ústav odvozuje svoji tradici z dřívější katedry mineralogie. Již v roce 1835 první katedrový profesor F. X. M. Zippe vytvořil mineralogickou sbírku, kterou postupným rozšiřováním dovedl k vrcholu profesor A. Ondřej (1887 - 1956). Mineralogická sbírka je dodnes chloubou celé školy. V roce 1945 byla na tehdejší katedře mineralogie zavedena metodika RTG difrakční analýzy, která je hlavní analytickou metodikou současného ústavu.

Výzkumné aktivity

Výzkum na Ústavu chemie pevných látek můžeme rozdělit do dvou skupin: aplikovaná mineralogie (chemie anorganických pevných látek) a aplikace RTG difrakčních

metod ve farmaceutickém průmyslu (chemie organických pevných látek).

Skupina aplikované mineralogie se zabývá studiem geochemických vlastností arsenu, selenu a antimonu v modelových roztocích a přirozených složkách prostředí. Součástí výzkumu je i příprava a charakterizace nových adsorbentů jednoduchou chemickou úpravou povrchů aluminosilikátů, které lze použít k odstraňování těchto prvků z kontaminovaných systémů. Novým tématem je rovněž aplikace přírodních a upravených sorbentů k čištění vod obsahujících léčiva.

Hydrotermální přepracování amorfních prekurzorů (popílků, geopolymery, skla) na zeolitové fáze je další aktivitou skupiny. Získané sorbenty vyhovují nárokům pro zachyt těžkých kovů a amoniakálního dusíku z přírodních recipientů.



Obrázek 1. Čtyřkruhový difraktometr od firmy Oxford Diffraction - Xcalibur PX™.

Další oblastí výzkumu je příprava a aplikace podvojných vrstevnatých hydroxidů. Studium je zaměřeno na interkalaci hostitelských struktur organickými látkami. Interkalované podvojně vrstevnaté hydroxidy jsou využívány při přípravě nanokompozitních materiálů, léčiv s řízeným uvolňováním aktivních složek apod. Velká pozornost je věnována rovněž výzkumu katalyticky aktivních materiálů na bázi směsných oxidů přechodných kovů, zejména přípravě podvojných vrstevnatých hydroxidů požadovaného složení a studiu vzniku a přeměn oxidických fází v závislosti na podmínkách tepelného zpracování prekurzorů, nově též depozici podvojných vrstevnatých hydroxidů a směsných oxidů na kovové a keramické nosiče. Přípravené materiály jsou zkoumány jako katalyzátory pro spalování těkavých organických látek a pro rozklad N_2O .

Skupina chemie organických pevných látek se zabývá aplikací RTG difrakčních metod ve farmaceutickém výzkumu, vývoji, výrobě a kontrole. Z toho také vyplývá velmi úzká spolupráce s farmaceutickým průmyslem (Teva Czech Industries, Zentiva, Interpharma a další). Hlavním zaměřením této skupiny je stanovení struktury farmaceutických substancí z monokrystalu a z prášku a korelace s jejich fyzikálně-chemickými vlastnostmi. S tím souvisí studium polymorfismu a solvatomorfismu

substancí. V poslední době se výzkum také věnuje syntéze a struktuře farmaceutických kokystalů, protože se očekává jejich výrazná aplikace ve farmaceutických formulacích pevných lékových forem. Kromě toho je součástí výzkumu vývoj krystalografického software. Na Ústavu chemie pevných látek byl vyvinut program MCE 2005, který slouží ke zobrazování a interpretaci map elektronových hustot. V současnosti je zde vyvíjeno rozšíření programu FOX o tzv. “grid computing”.

RTG analýza

Pro monokrystalovou RTG strukturní analýzu je na ústavu k dispozici klasický čtyřkruhový difraktometr Xcalibur PX™ se 165 mm velkoplošným detektorem Onyx CCD (2k × 2k Kodak CCD čip) a měděnou rentgenkou opatřenou grafitovým monochromátorem ($Cu K\alpha$: $\lambda = 1,54180$ Å). Přístroj je vybaven také chlazením vzorku od firmy Oxford Cryosystems s otevřeným proudem dusíku. K přístroji je instalován software pro sběr a redukci dat CrysAlis Pro od firmy Oxford Diffraction.

Ústav úzce spolupracuje s Laboratoří rentgenové difraktometrie Centrálních laboratoří VŠCHT Praha. Ta má k dispozici práškové difraktometry Bruker AXS D8, PANalytical X'Pert PRO a Seifert XRD 3000 P.