

Tervezzünk és építsünk kristályokat

Készítette: Engelbrecht Patrícia
Csanády Lili

Témavezetők: Gál Tamás
May Nóra
Holczbauer Tamás
Bombicz Petra



MSMS TUDÁSPONT

Bevezetés

- Az egykristály-röntgendiffrakció az egyik leghatékonyabb szerkezet-meghatározási módszer.
- Segítségével akár teljesen ismeretlen anyag szerkezetét is megismerhetjük.
- A méréshez homogén egykristályokra van szükségünk.

A röntgendiffrakció előnyei

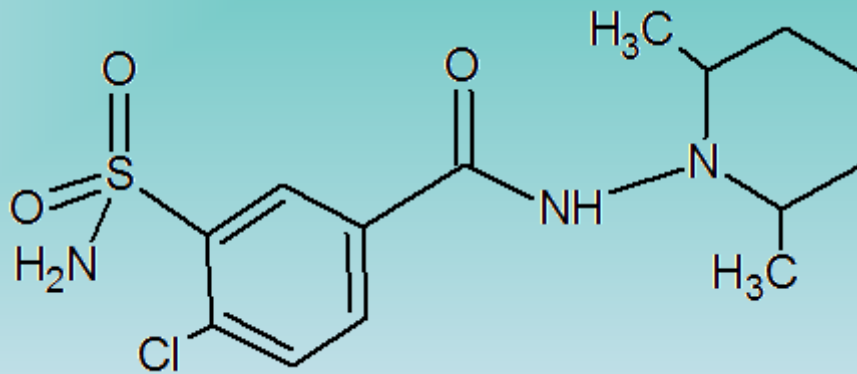
- Kötéshosszak, kötésszögek mérésére alkalmas
- Pontos molekulaszervezetet ad
- Molekulakonfiguráció meghatározása
- Másodlagos kölcsönhatások feltérképezése
- A kristálysírkészlet elemi cellájának meghatározása

A röntgendiffrakció hátrányai

- Drága, sok erőforrást igényel
- Csak szilárd fázisú mérésekre alkalmas
- Egykristályra van szükség a méréshez
- Időigényes

Clopamide

- Vízhajtó gyógyszerhatóanyag
- A röntgenszerkezetét még nem határozták meg
- Cél : egykristály növesztés a méréshez
- Összetett szerkezet (poláros és apoláros csoportok)



Clopamid: 4-chloro-N-(2,6-dimethylpiperidin-1-yl)-3-sulfamoylbenzamide

Egykristály előállítása

- Oldott anyagokból állítjuk elő, az oldószer lassú párologtatásával. A méréshez ideális kristály mérete 0.1-0.5 mm között kell legyen.



Mintaelőkészítés I.

- 1,5 mg anyag / ampulla
- Lassú evaporáció szobahőmérsékleten (parafilm)
- Következtetés: protikus ,közepesen poláros oldószerben oldódik jól

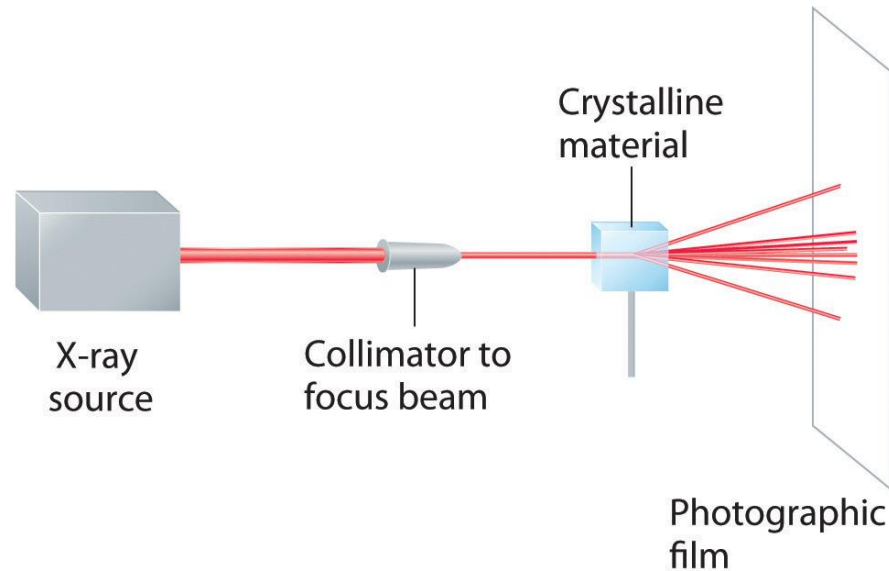
Oldószer	Mennyiség	Oldhatóság
Metanol	0,2 ml	Jó
Aceton	0,45 ml	Közepesen jó
DKM	1,1 ml	Rossz
Ecetsav	0,6 ml	Közepesen jó
Etil-acetát	1 ml	Nagyon rossz !!
Ammóniaoldat	0,6 ml	Közepesen jó
Viz	1 ml	Nagyon rossz !!

Mintaelőkészítés II.

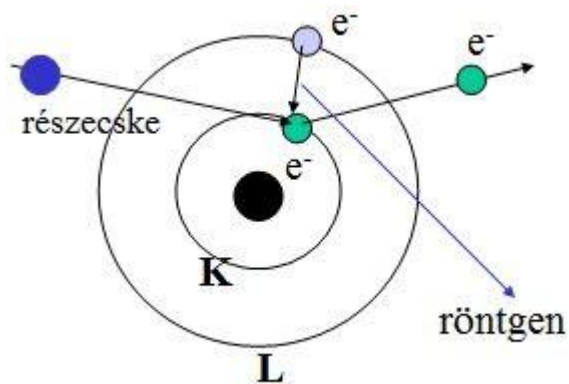
- Kristályok vizsgálata mikroszkóppal, polarizációs szűrővel
- Paratone olaj
- Méretezés : max. 0.5 mm
min. 0.1 mm
- Mintatartó hurok



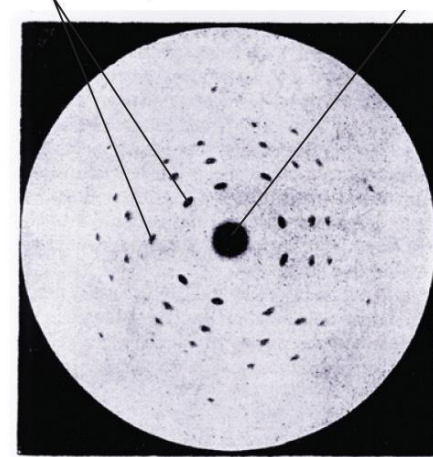
Mérés elméleti háttere



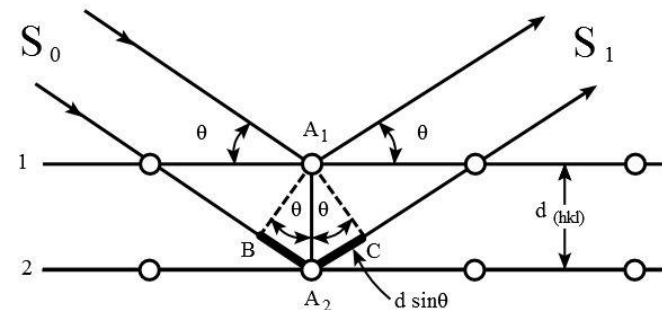
(a) X-ray diffraction



Spots created by diffracted x-rays Direktsugárfogó

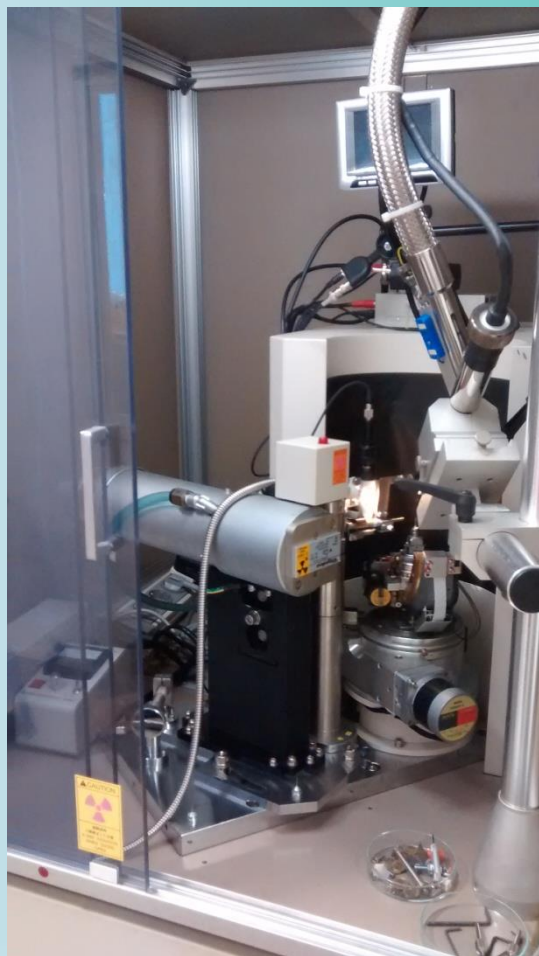


(b) X-ray diffraction pattern captured on photographic film



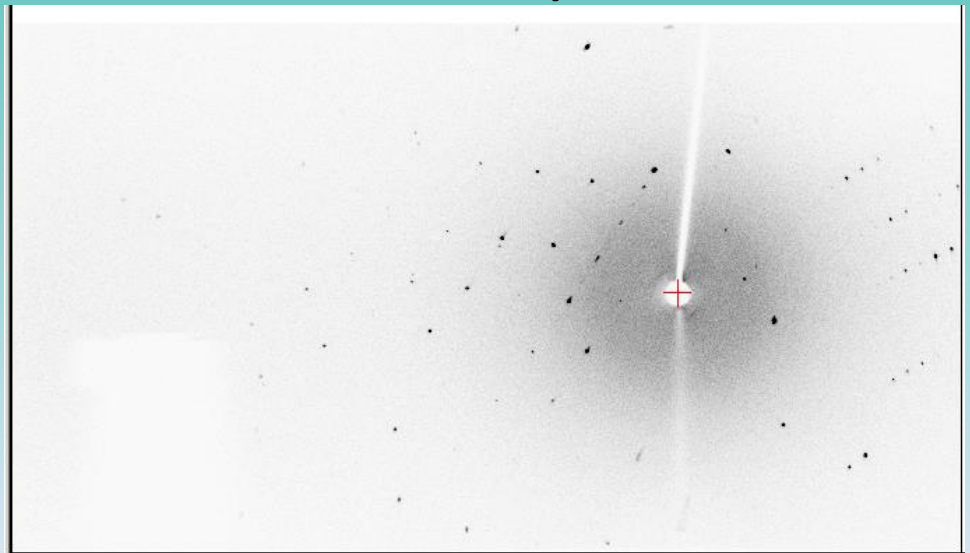
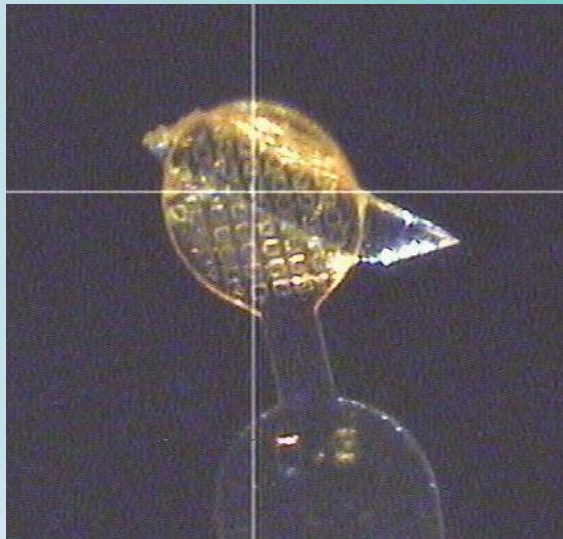
Bragg egyenlet: $n\lambda = 2d \sin \theta$

Diffraktométer felépítése



Mérés

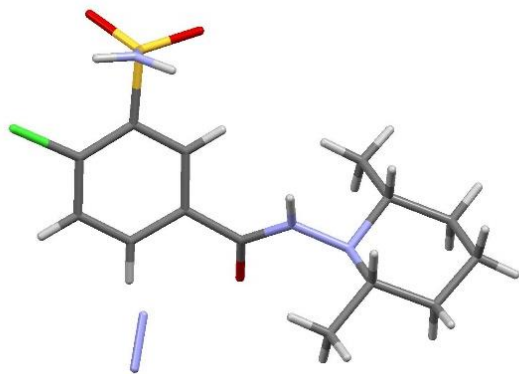
- Tesztelés (megfelelő-e a szórás, elemi cella meghatározása)
- Mérési stratégia összeállítása (χ, ϕ és ω szögek, idő)
- Mérés indítása (össz.mérési idő: 22h)



Kiértékelés

- Különböző síkseregekhez tartozó reflexiók intenzitásának meghatározása.
- Elemi cella adatainak pontos meghatározása
- Kristályrács, molekulaszervezet finomítása, modellezése és ábrázolása szoftveresen
- Másodlagos kölcsönhatások feltérképezése
- Finomszerkezet

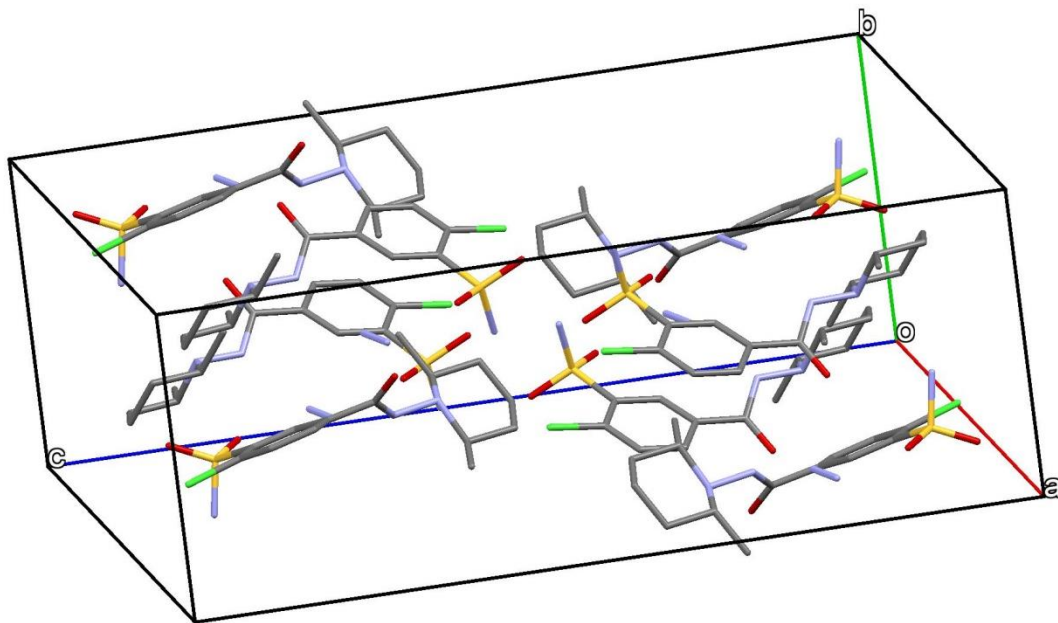
Kiértékelés eredménye



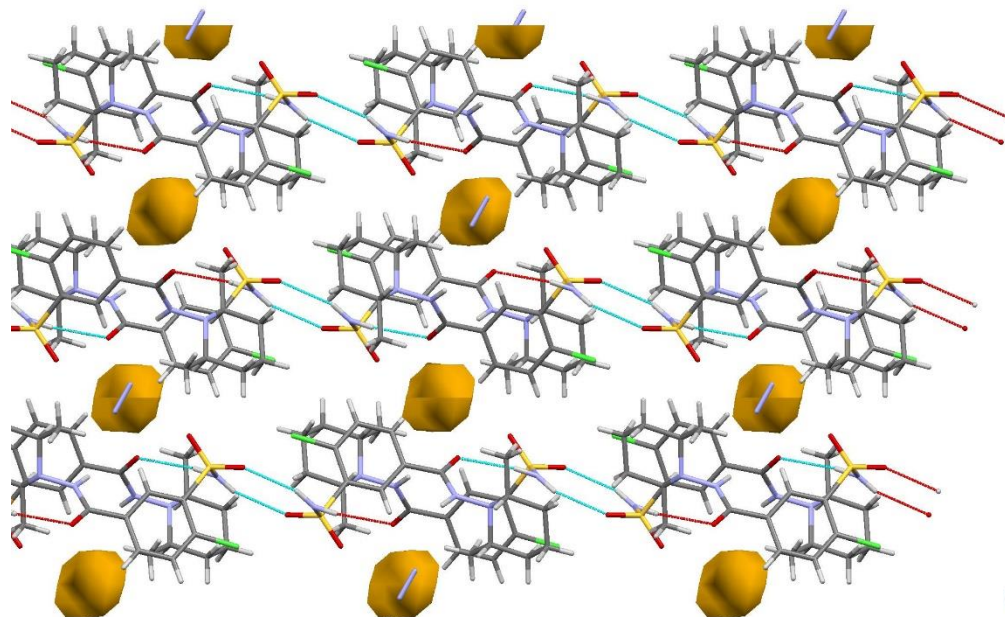
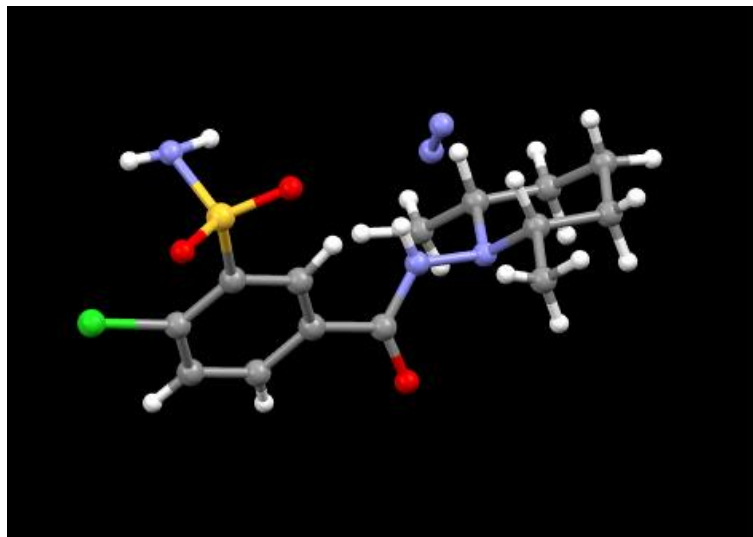
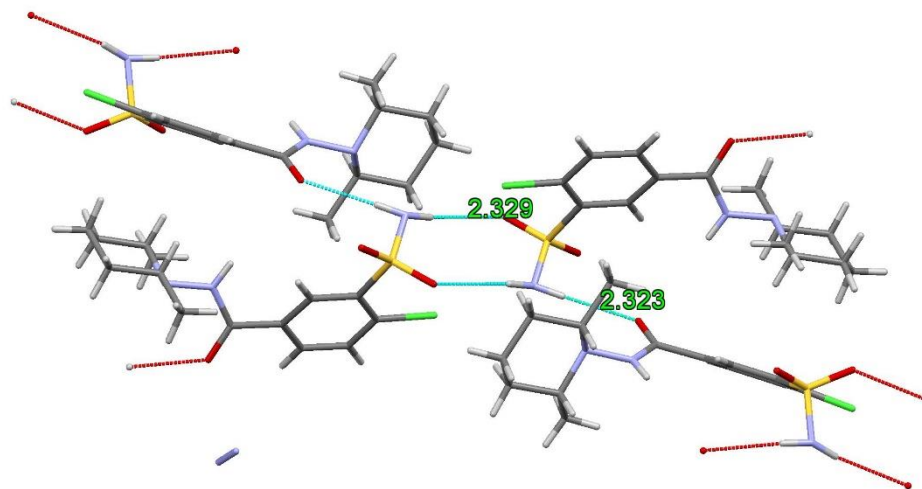
Aszimmetrikus egység

$a = 14,639$	$b = 9,525$	$c = 24,756$
$\alpha = 90,00$	$\beta = 100,99$	$\gamma = 90,00$

Pontcsoport: $C 2/c$
monoklin cella



A H-híd segíthetett valószínűleg a kristályosodásban



Összefoglalás

- Kikristályosítottuk a Clopamid molekulát ammóniás vizes oldatból
- Egy megfelelő méretű kristályt kiválasztottunk és felvettük a röntgendiffrakciós képeit
- Kiértékeltek a mérést és megkaptuk a molekulák elhelyezkedését az elemi cellában

Köszönjük a figyelmet!

