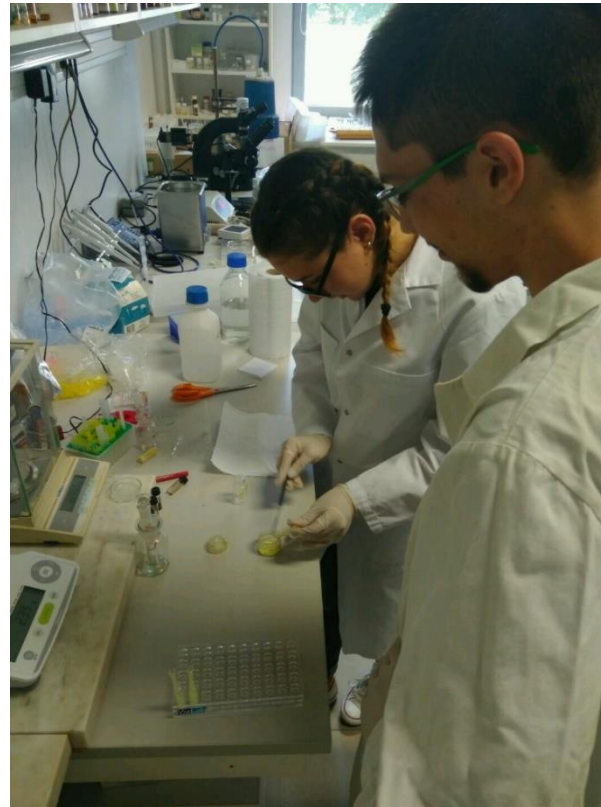


TERVEZZÜNK ÉS ÉPÍTSÜNK KRISTÁLYOKAT



Készítette: Nagy Antónia és Cseh Domonkos

Témavezetők: May Nóra, Nagyné Bereczki Laura,
Gál Gyula Tamás, Holczbauer Tamás.

Mikor forduljunk az egykristály diffrakció módszeréhez?

- Szerkezeti kémiai ismeretek
kismolekulák → makromolekulák
- Diffrakció
röntgen, szinkrotron, neutron sugárzás
- Szilárd fázis
egykristály

Miért pont röntgensugárzás?

- viszonylag könnyen előállítható
- rövid hullámhosszú elektromágneses sugárzás
- hullámhossza összemérhető az atomi távolságokkal

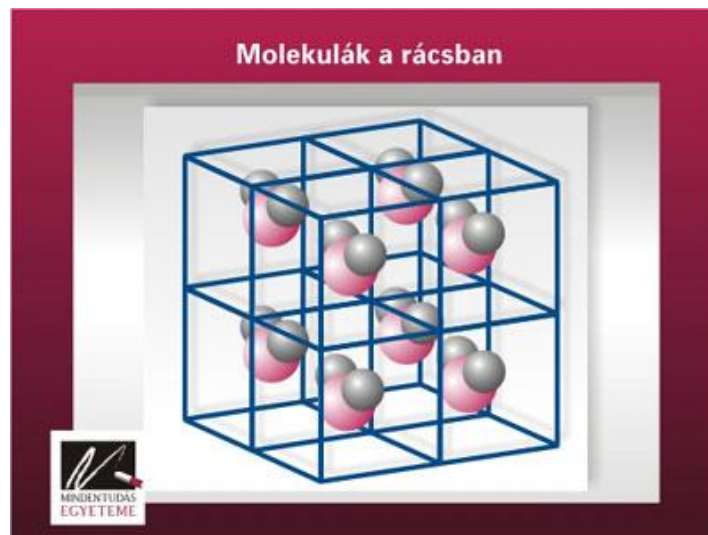
Miért pont egykristály?

Detektálható intenzitású szórt sugarak:

- nagyfokú rendezettség (egykristály)
- megfelelő szórési térfogatot képviselő egykristály (kristály méret)

A diffrakciós kép

egy nagyságrendileg 10^{18} számú celláról készült *kiátlagolt* felvétel.

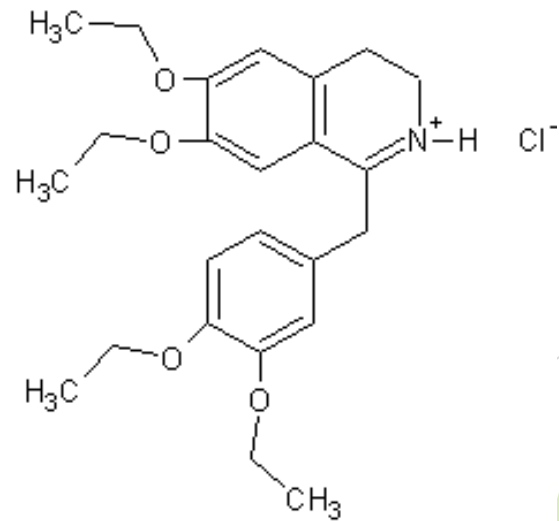
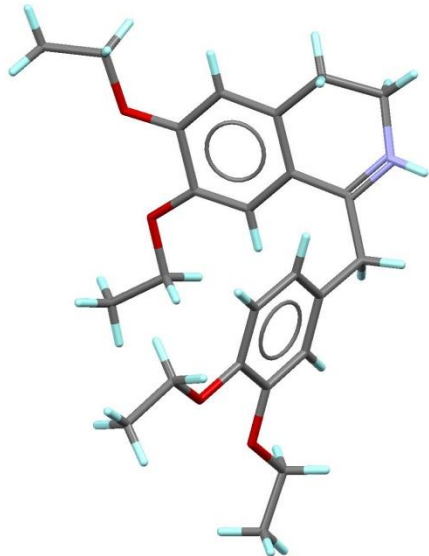


Magyarországi egykristály diffraktométerek:

- MTA TTK
Rigaku RAxis Rapid 2004 – 2D képdetektoros
- ELTE Kémia Intézet – *fehérje krisztallográfia*
Rigaku 1996 - 2D képdetektoros
- Debreceni Egyetem
Enraf-Nonius CAD4 1997 – pont detektoros
- EGIS
Rigaku - 2D képdetektoros
- *BME – MTA Enzimológiai Intézet – fehérje krisztallográfia*
Oxford diffraktométer 2011
- MTA Wigner SzFKI
Oxford diffraktométer 2012

NO-SPA

- ▶ drotaverin-hidroklorid só
- ▶ simaizom görcsoldó gyógyszerhatóanyag
- ▶ fejfájás, másnaposság ellen
- ▶ szerkezeti képlet



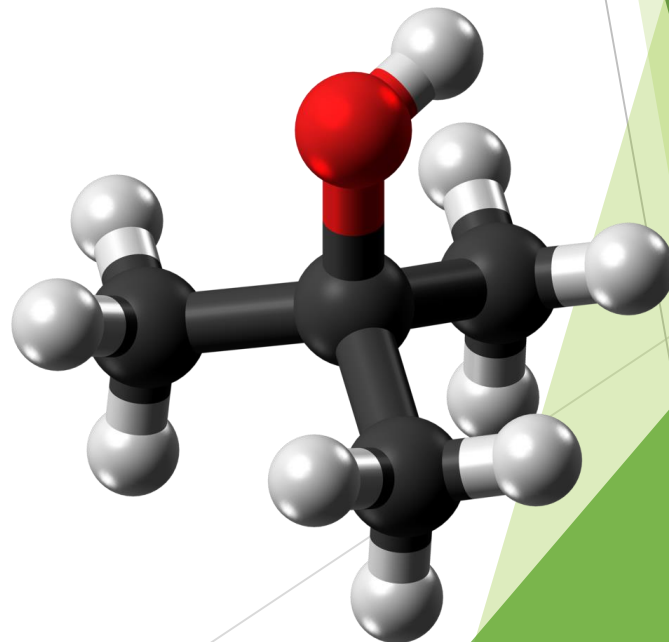
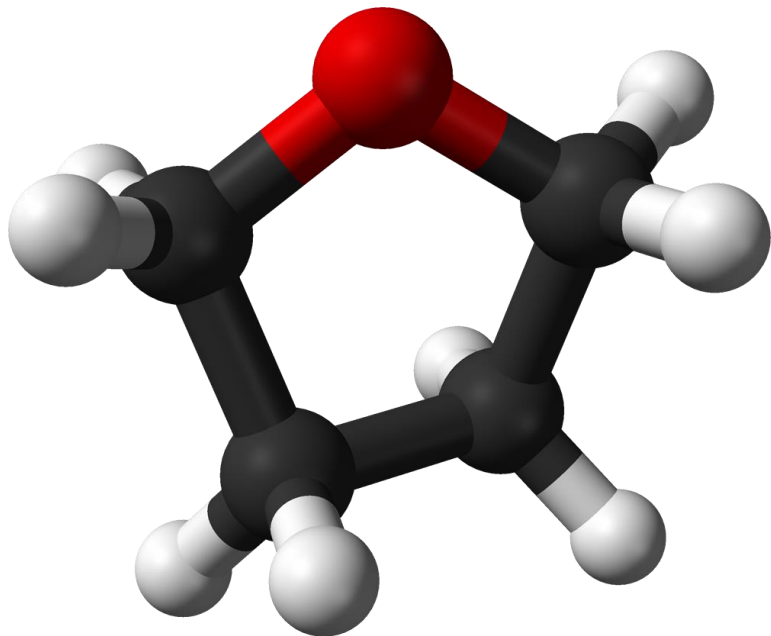
OLDÓSZEREK

- ▶ kitűnő oldószer, jó oldószer, alig oldószer, kicsapó szer
- ▶ melegítés/hűtés, párologtatás, gőzdiffúzió, hőmérséklet gradiens

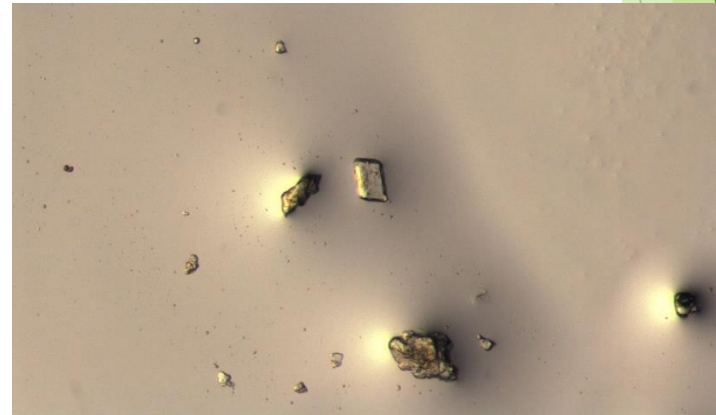
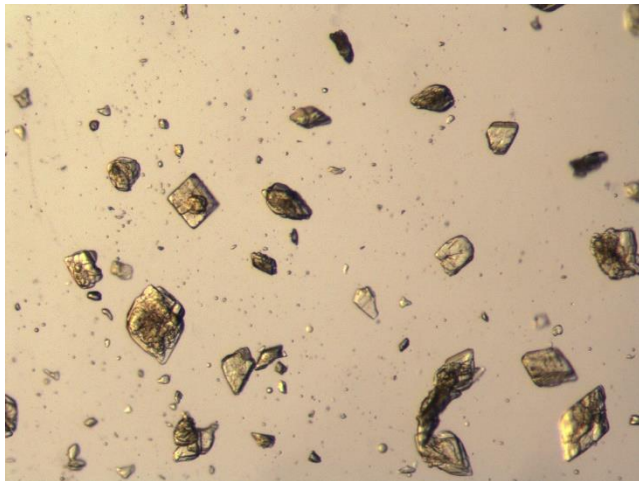
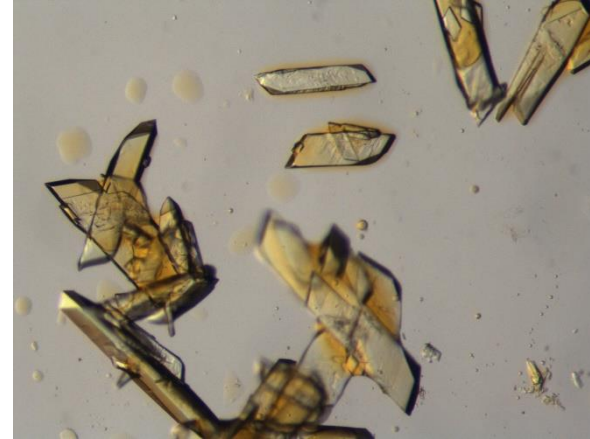
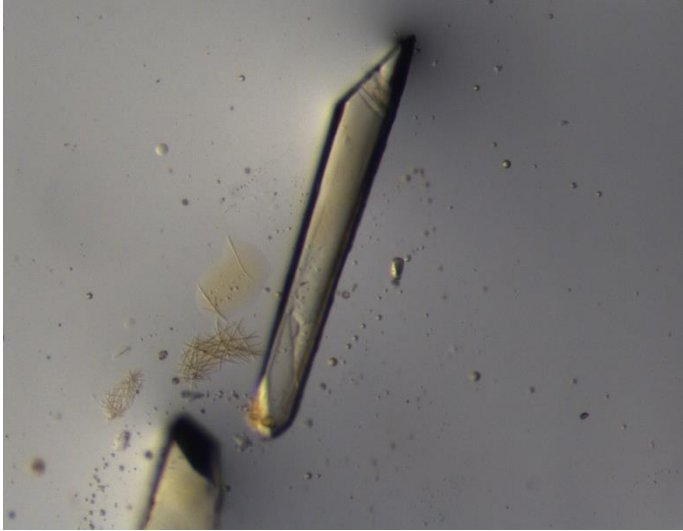
	A	B	C	D	E	F
1		no-spa menny (mg)	old szer	old szer menny (µl)	oldódási tapasztalat	kristályosítási tapasztalat
2	1	50	diklór metán	250	nagyon jó oldószer, gyors párologás	szálas kristály képződik
3	2	50	hangyasav	250	nagyon jó oldószer	
4	3 / 11	50	ecetsav	350	jó oldószer	
5	4	60	etil acetát	800	nem oldja	
6	5	50	piridin	400	jó oldószer, kristályok keletkeztek	szálas kristály képződik
7	6	50	kloroform	350	jó oldószer	
8	7	50	etil alkohol	900	rosszul oldódik	
9	8	50	izo propanol	600	rosszul oldódik	apró, lapka kristály képződik
10	9	50	terc butanol	1000	nem jól oldja	
11	10	50	butanol	1000	nem jól oldja	
12	12	50	aceton	900	nem oldja	

KRISTÁLYOK

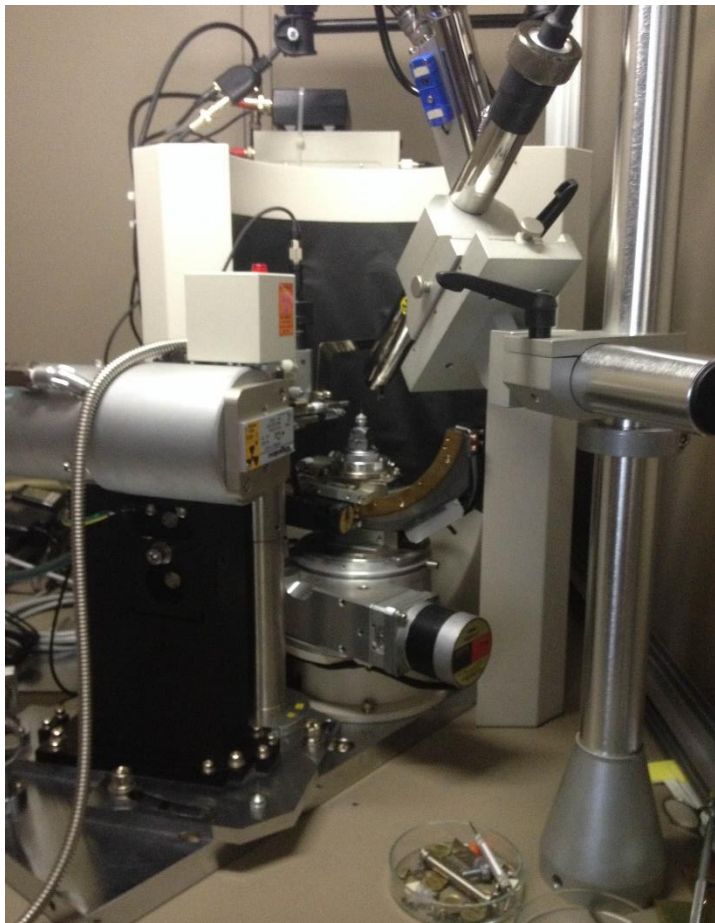
- ▶ Oldószer, melyből megfelelő kristályok keletkeztek
 - ▶ THF - tetrahydrofuran oldószer
 - ▶ t- butanol



Kristályaink

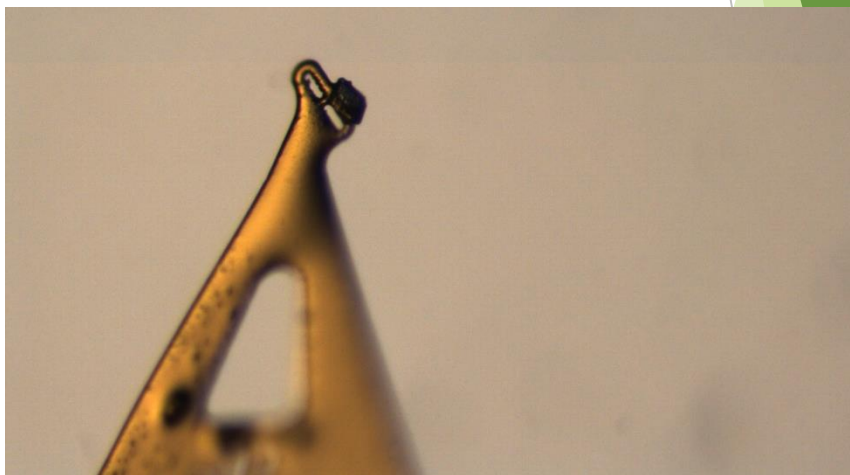
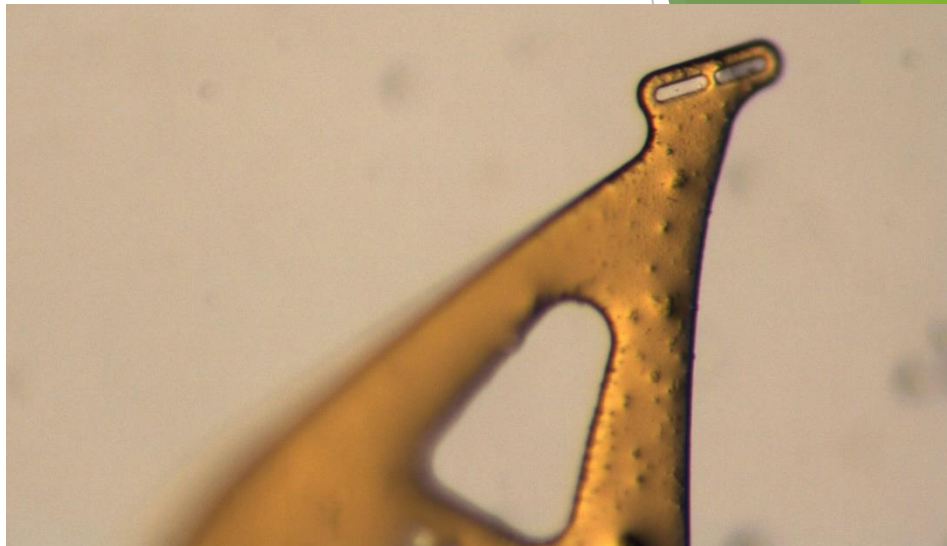


Eszközök



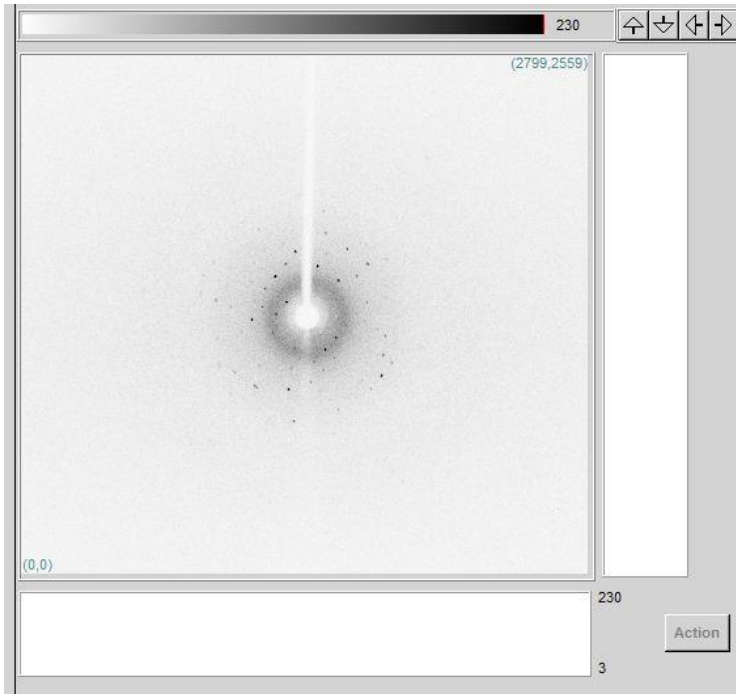
Rigaku Raxis Rapid2

Egykristály röntgen diffraktométer és loop

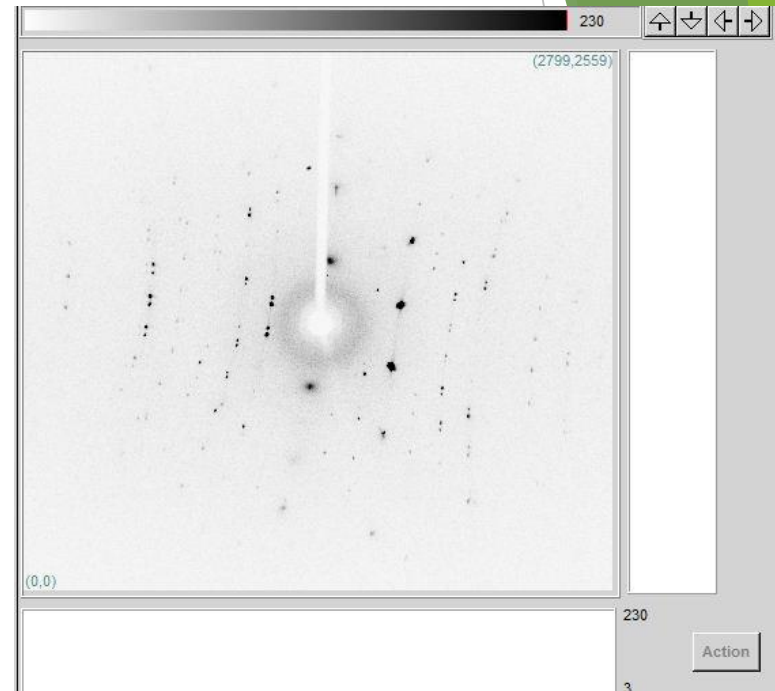


Egykristályok diffrakciós vizsgálata

A diffrakciós kép a kristályrácsra, mint periodikus térrácsra reflektálódott diszkrét helyeken megjelenő különböző intenzitású interferencia maximumokból áll.



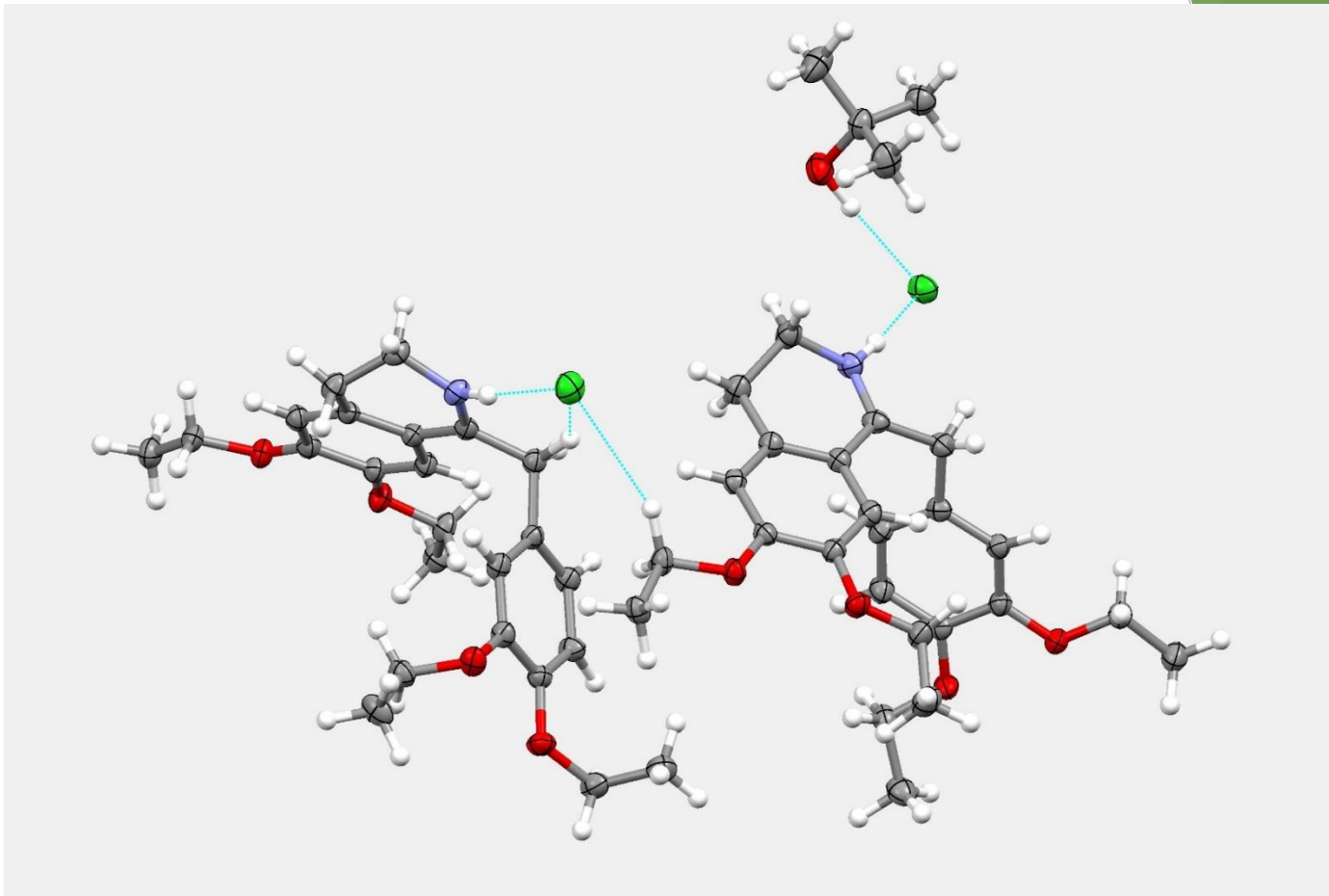
Rossz szórási kép



Jó szórási kép

A 3D folytonos és periodikus elektroneloszlás diszkrét pontok halmazává képződik le. A valós és a diffrakciós tér kapcsolata: ami az egyik térben sík, az a másik térben pont. A diffrakciós kép függ a kristályt felépítő atomok minőségétől és relatív helyétől.

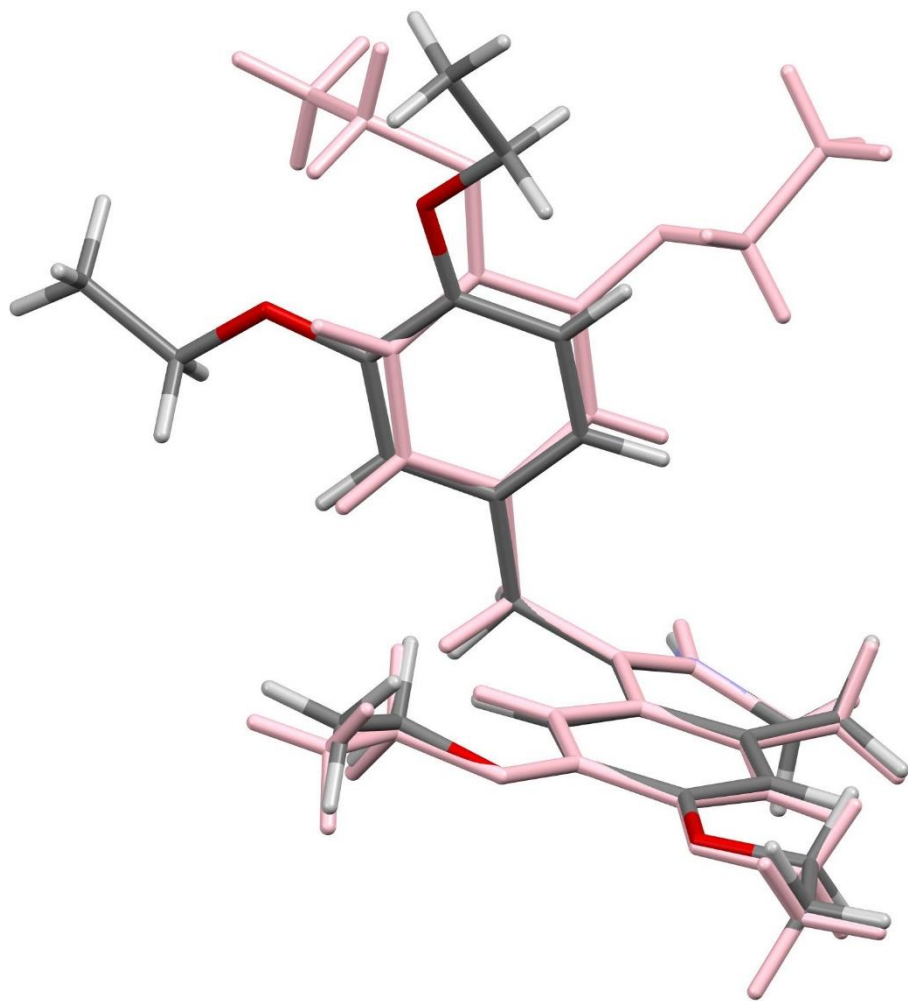
A szerkezetfelderítéshez ismerni kell a kapott reflexiók intenzitását és szögértékeit. A szórt sugárzás frekvenciája (hullámhossza) ismert, fázisa azonban nem.



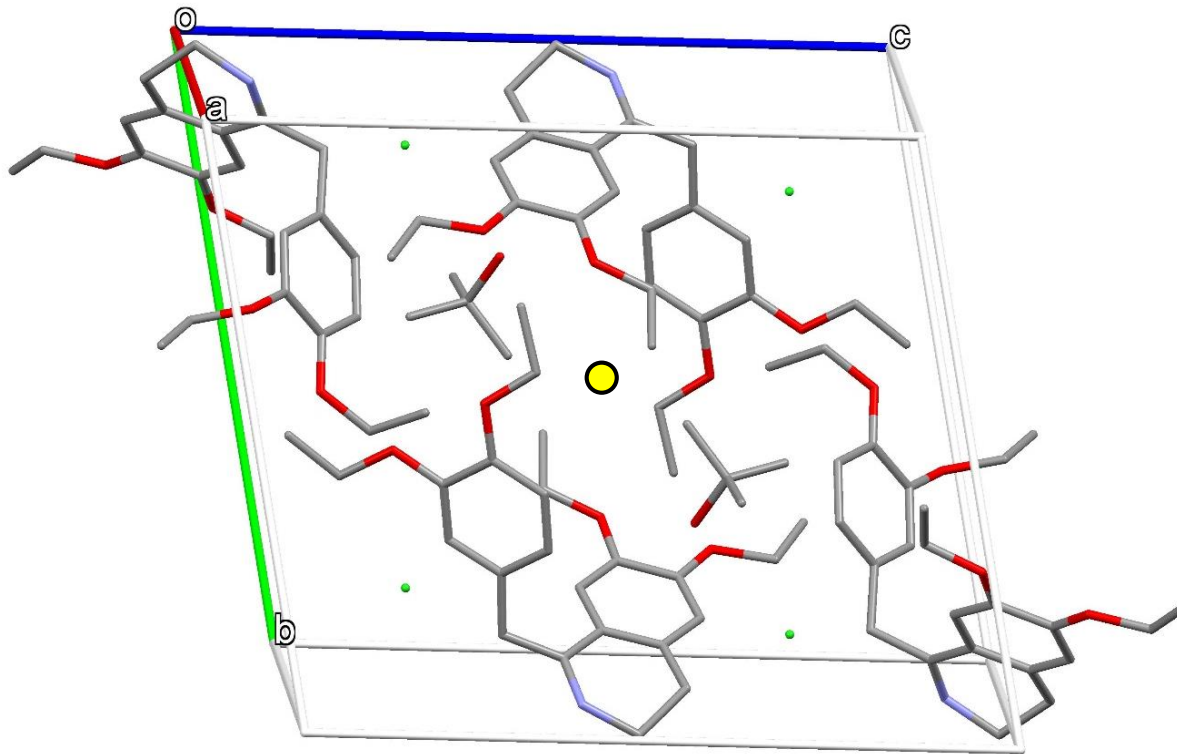
A drotaverin-hidroklorid kristályának aszimmetrikus egysége, melyben egy terc-butil-alkohol oldószer is található.

Win GX - finomítás

Mercury - szerkezeti képlet összeállító



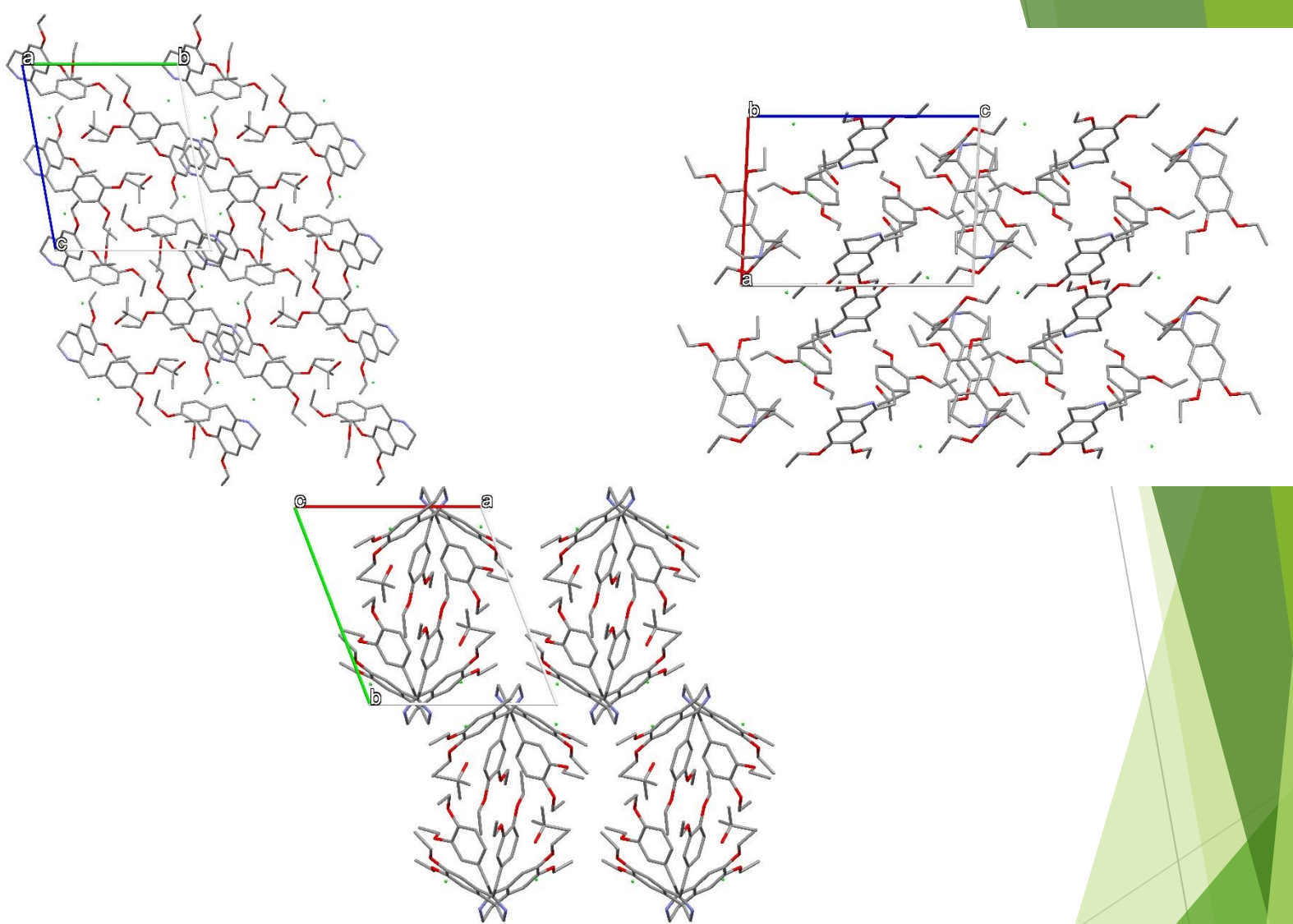
Aszimmetrikus egységben lévő két molekula (konformer).



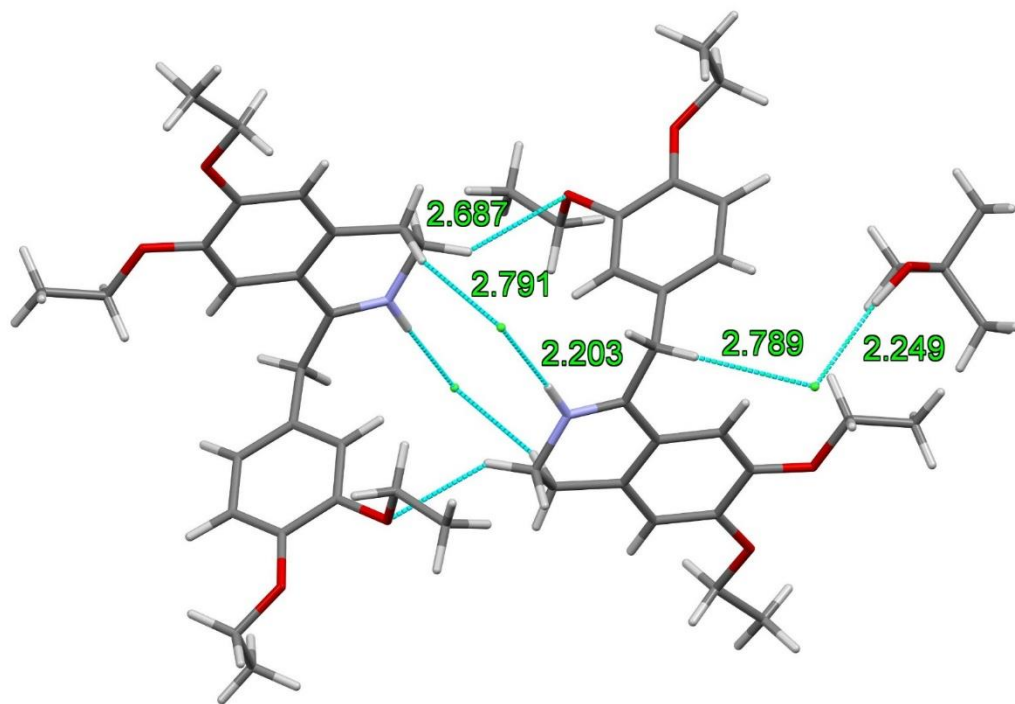
Kristály elemi cellája

12x14x16 Å (pontosan: 12.3203, 14.1287, 16.0231)

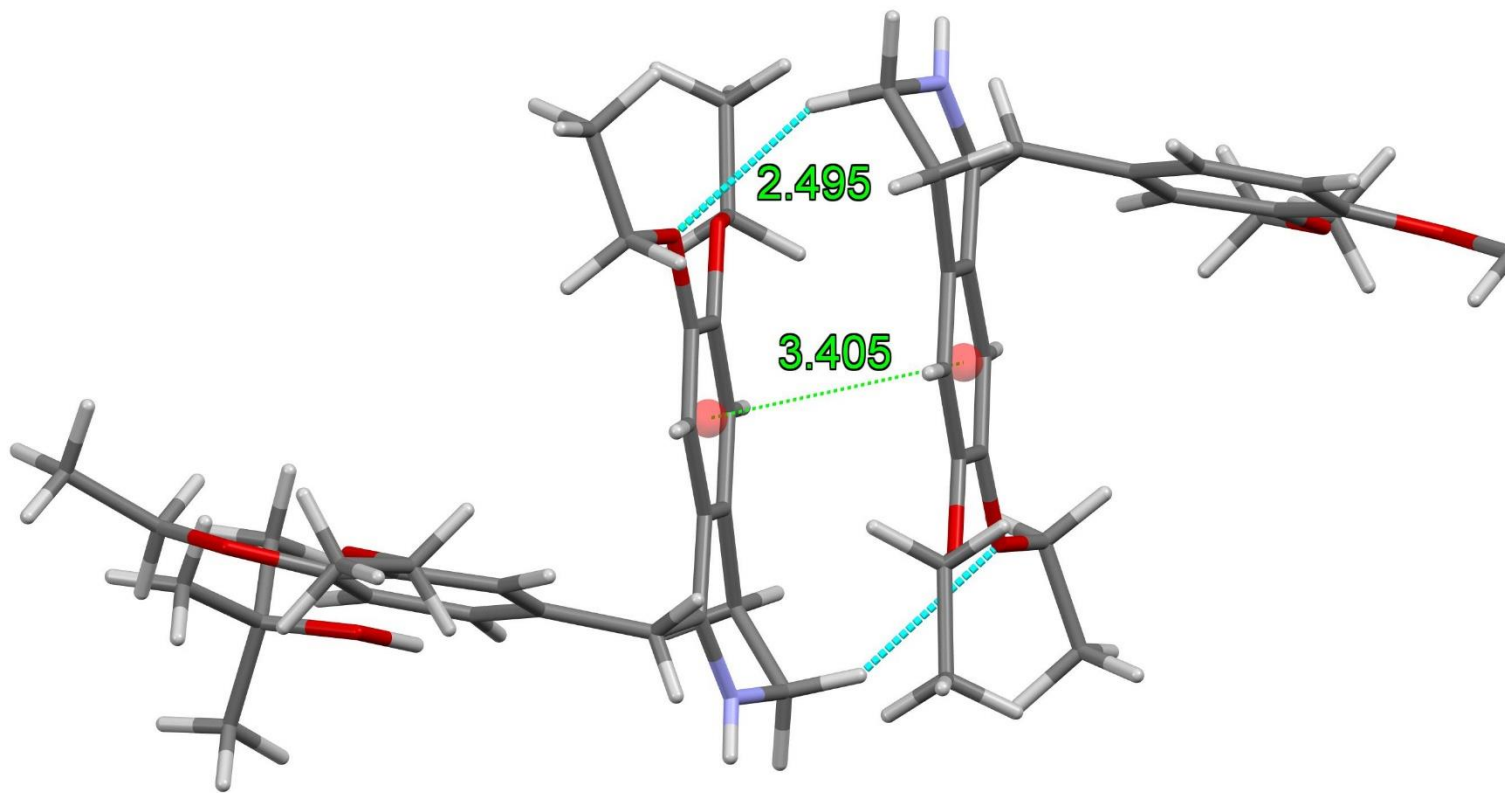
70x80x90° (79.9882 88.6538 69.1553)



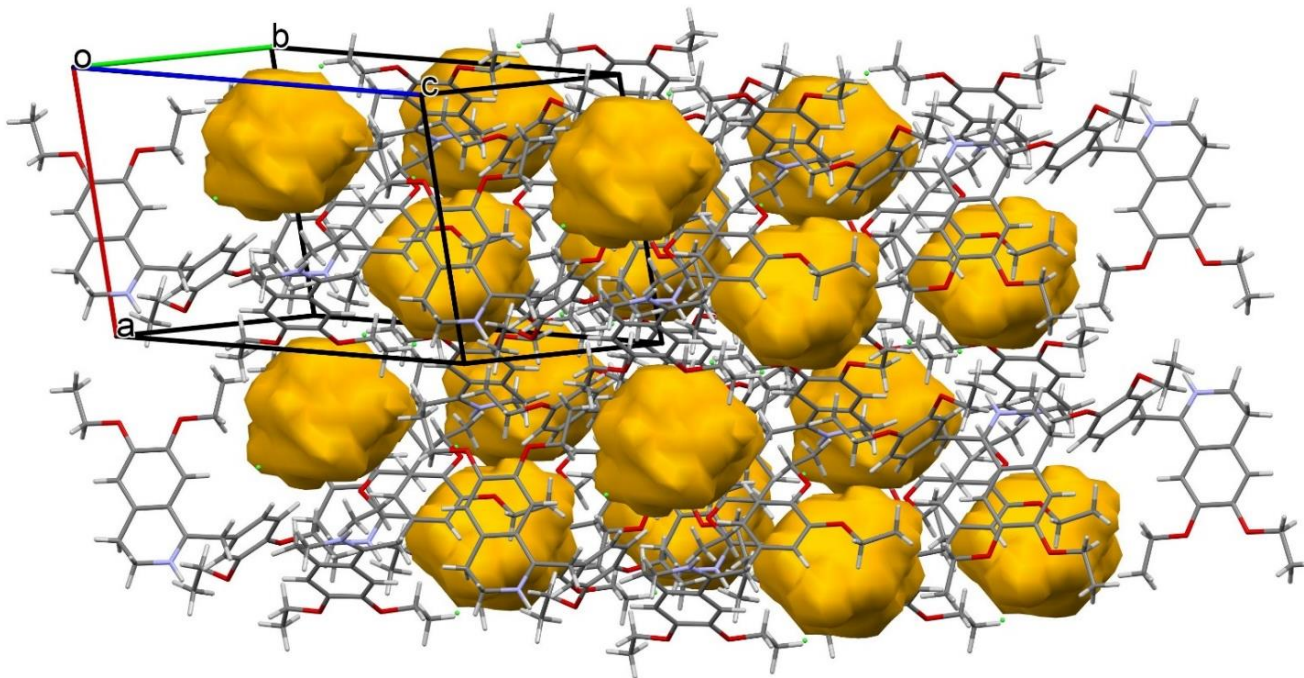
Molekulák elrendeződése a három cella irányból.



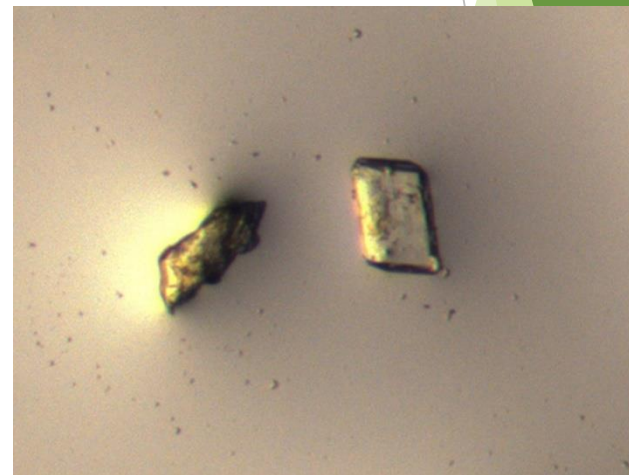
Két molekula hidrogén-hidakkal kapcsolódnak egymáshoz és a klorid-ionokhoz.

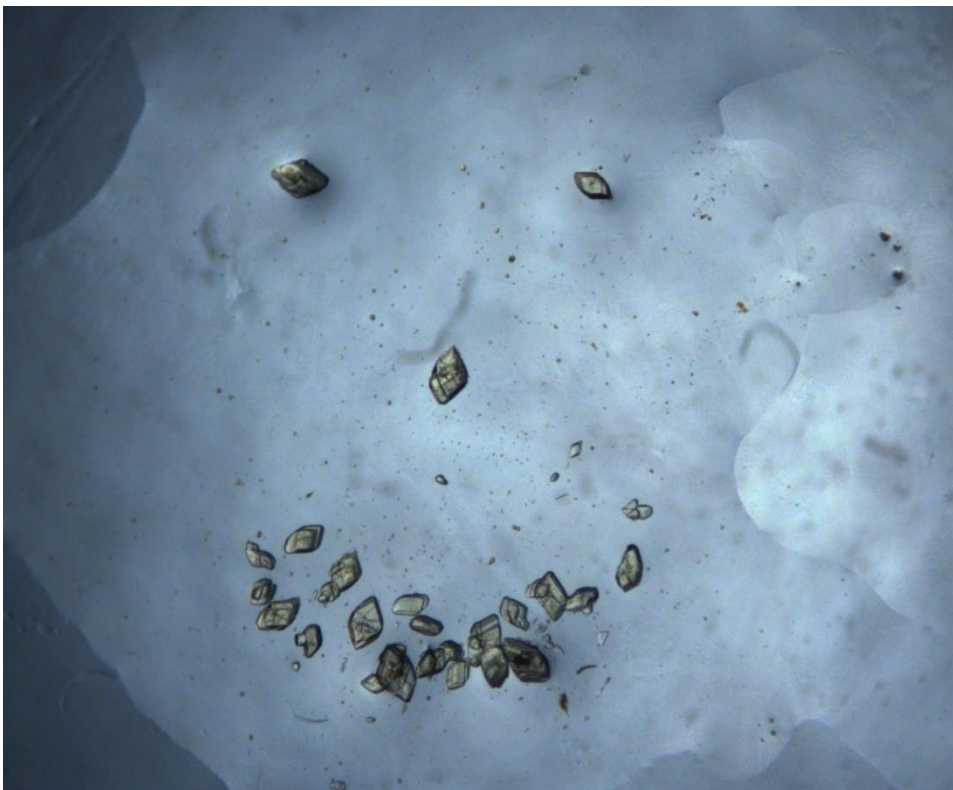


Gyűrűk közötti $\pi \dots \pi$ kölcsönhatás.



Oldószer üregek a kristályban.





*Kristályokkal
játszani móka és
kacagás. Légy te
is
krisztallográfus*



Köszönjük a figyelmet!

Külön köszönet:
May Nóra, Nagyné Bereczki Laura,
Gál Gyula Tamás, Holczbauer Tamás