

Zjišťování krystalové struktury sacharózy rentgenovou difrakcí

J. Holub

Wichterlovo Gymnázium, Ostrava-Poruba

holuja815@wigym.cz

Abstrakt:

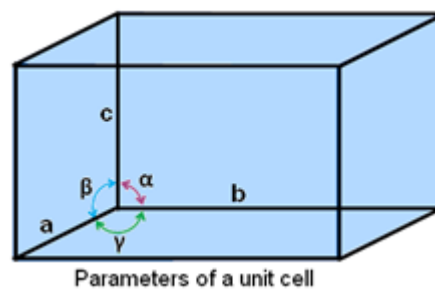
Pomocí rentgenové (RTG) difrakce byla zjišťována struktura krystalu sacharózy, disacharidu nejčastěji používaného sladidla v České republice. K dosažení cíle byl použit monokrystalový difraktometr Gemini s detektorem Atlas a informace byly zpracovávány v programech CrysAlis PRO, Jana 2020 a Diamond 4.0. Vybraný vzorek byl měřen za pokojové teploty (298 K).

1 Úvod

Znalost krystalových struktur látek může být nanejvýš cenná, protože tyto struktury často vypovídají o vlastnostech dané látky. Látky s podobnou strukturou krystalu mají velmi často i podobné vlastnosti. Tímto vším se zabývá vědecký obor zvaný krystalografie (z řeckého *krystallos* (led, krystal) a *grafein* (psát)).

Krystalická struktura se popisuje pomocí tzv. elementární buňky, což je jednotka, která se v krystalu opakuje. Elementární buňky se dělí podle délek stran a úhlů mezi nimi, tzv. mřížkových parametrů.

Nejznámější a nejpoužívanější krystalografickou metodou je rentgenová difrakce, která se dále dělí podle druhu zpracování vzorku, tento projekt je však pouze zaměřen na monokrystalickou difrakci. Rentgenová difrakce využívá ohybu paprsků RTG záření při průchodu vzorkem. Odražené paprsky spolu navzájem interagují a skládají se jako vlny. Skládají se celkem dvěma způsoby, destruktivně a konstruktivně. Destruktivní skládání vln se projevuje u paprsků s rozdílnou fází a má většinový podíl na veškerém skládání vln.



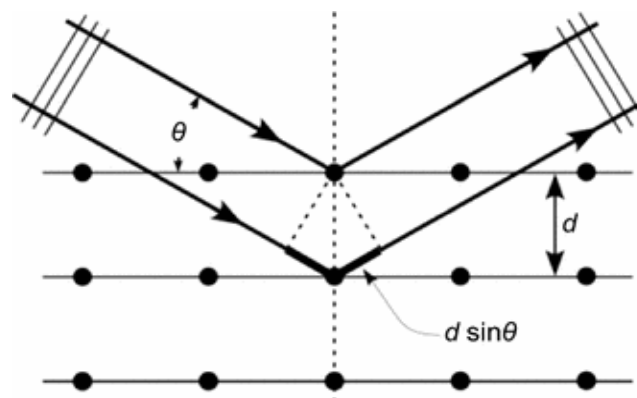
Obrázek 1: Krystalová buňka s parametry. a, b, c jsou délky hran a α , β , γ jsou úhly mezi nimi.

Konstruktivní skládání nastává u paprsků, které mají stejnou fázi a nastává jen pod určitými úhly dopadajícího záření. Tyto úhly se dají spočítat pomocí Braggova zákona

$$n \lambda = 2 d \sin \theta$$

Jelikož jsou pro jednotlivé druhy krystalů určité konkrétní hodnoty, můžeme pomocí těchto informací odhadnout struktury. Difrakce umožňuje také zjištění chemického složení látky

jak kvalitativního, tak kvantitativního, této možnosti nebylo v projektu využito.

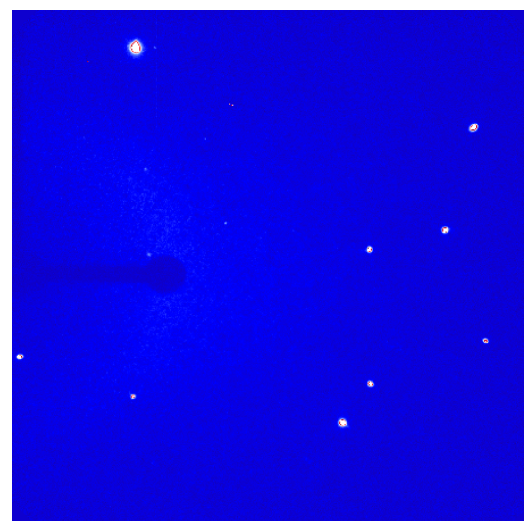


Obrázek 2: Znárodnění odrazu paprsků se stejnou fází

2 Postup a výsledky

Z balení cukru krystal pořízeného v supermarketu byl pod mikroskopem vybrán ideální vzorek sacharózy. Bylo nezbytné, aby se jednalo o monokrystal o průměru menší než 1 milimetr a bez povrchových trhlin a nečistot. Kdyby byly vybrány jako vzorek dva srostlé monokrystaly, docházelo by ke špatnému ohybu paprsků a data by nebyla použitelná. Povrchové trhliny na krystalu by rovněž ovlivňovaly výsledek, a to štěpením paprsků. Krystal byl poté pomocí vteřinového lepidla upevněn na držák (skleněnou kapiláru) a umístěn do difraktometru Gemini

Difraktometr byl kalibrován tak, aby paprsek mířil vždy do centra krystalu. Jako zdroj RTG záření byl zvolen zdroj s mědí, který vyzařoval záření o vlnové délce 154 pm. Přístroj pořídil snímky difrakce RTG záření v krystalu z mnoha úhlů. Získané snímky se pak v programu CrysAlis PRO analyzovaly a výsledek byly rozměry hran a vnitřní úhly elementární buňky krystalu. Konkrétní získané rozměry pro elementární buňku sacharózy jsou zapsány v Tabulce 1.

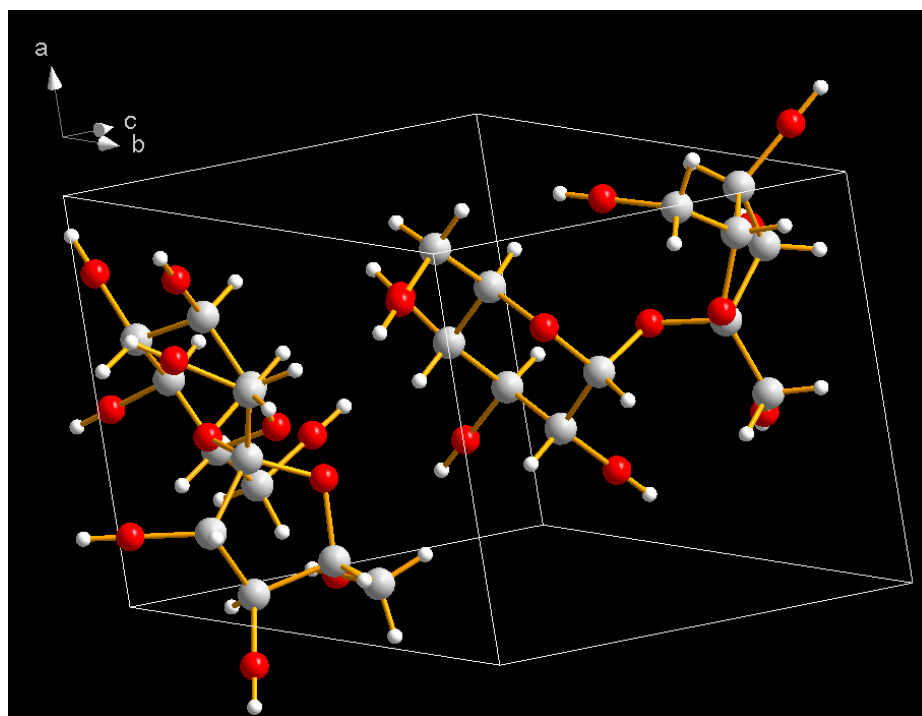


Obrázek 3: Snímek pořízený detektorem RTG záření. Světlé tečky jsou konstruktivně složené RTG paprsky. Stín je způsoben vzorkem a držákem.

Tabulka 1: získané hodnoty mřížkových parametrů

Délky stran (v pm)			Velikost úhlů (v °)		
a	b	c	α	β	γ
771,9 (3)	866 (3)	1 081,6 (4)	90	102,96 (4)	90

Jelikož je sacharóza velká organická molekula, proto by se mohla v elementární buňce různě uspořádat, ovšem jen jedno jediné uspořádání je to správné. Tento problém byl řešen pomocí dat získaných díky CrysAlis Pro a programů Jana 2020 a Diamond 4.0.



Obrázek 4: Molekuly sacharózy ve své elementární buňce

3 Shrnutí

Pomocí rentgenové difrakce se snadno zjistila krystalová struktura sacharózy a uspořádání molekul v ní. Bylo tím ověřeno, že vybraný postup je velmi účinný a praktický pro zjišťování struktury krystalických látek.

Poděkování

Děkuji garantce projektu Mgr. Cinthii Antunes Correa, PhD. za odbornou pomoc při vypracování projektu a organizátorům Týdne Vědy na Jaderce za možnost na projektu pracovat.

Reference

- [1] H. J. Greenberg. *A Simplified Introduction to LATEX*.
<https://mirrors.nic.cz/texarchive/info/simplified-latex/simplified-intro.pdf>. 2010.
- [2] Crystal Lattice and Unit Cell Class 12 Chemistry. *Excellup A Brief Introduction* [online].
Dostupné z:
https://www.excellup.com/class_12/chemistry_12/SolidState_CrystalLattice.aspx

- [3] Jendrzewska, I., Zajdel, P., Pietrasik, E. *et al.* Application of X-ray powder diffraction and differential scanning calorimetry for identification of counterfeit drugs. *Monatsh Chem* **149**, 977–985 (2018). <https://link.springer.com/article/10.1007/s00706-018-2193-z>
- [4] C. Hammond. *The Basics of Crystallography and Diffraction*. ISBN 978–0–19–954645–9
- [5] Petricek, V., Dusek, M. & Palatinus, L. (2014). *Z. Kristallogr.* 229(5), 345-352. DOI 10.1515/zkri-2014-1737 "Crystallographic Computing System JANA2006: General features"