

# How to find the crystal structure of a material?

J. Kraft, L. Pavelková, L. Kubof

Fyzikální ústav Akademie věd České republiky  
[kraft.jarda@gmail.com](mailto:kraft.jarda@gmail.com), [vetrnarybka@gmail.com](mailto:vetrnarybka@gmail.com),  
[lugyd1xdone@gmail.com](mailto:lugyd1xdone@gmail.com)

## Abstrakt:















Krystaly, nádherné nerosty, které si většina kupuje a nosí na těle. Ale co vlastně jsou? Jsou to látky, které se jen tak objevily v podzemí, nebo struktury které můžeme vytvořit i doma? A z čeho vlastně jsou, proč je každý jiný? Proč jsou umělá sladidla sladká a zároveň nekalorická? Těmito otázkami a mnohým dalším se zabývá tato vědecká práce. Dozvíte se zde různé typy krystalizace materiálů a jak zjistit jejich atomové složení a strukturu pomocí difrakce radiace.

## 1 Úvod

Je známo, že i malá změna v krystalové struktuře nebo jeho složení může způsobit zásadní změnu vlastností. Tohoto je využíváno například při výzkumu a výrobě materiálů v jaderných reaktorech, kdy je potřeba materiál s velmi specifickými vlastnostmi. Zároveň krystalografie má významné využití ve farmacii, jelikož mnoho léčiv působí na receptory lidského těla a tyto receptory reagují pouze na látky se specifickou strukturou. Také se používá k určování prostorové struktury bílkovin i dalších biologických makromolekul.

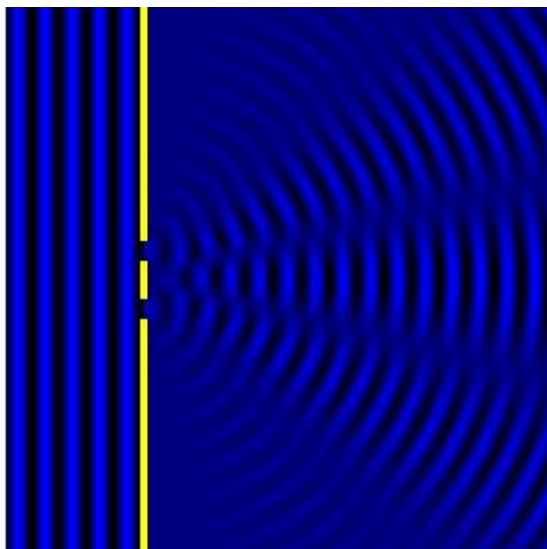
## 2 Krystal

Látku považujeme za krystalickou, pokud je složena z periodicky se opakující jednotky, v opačném případě se jedná o amorfni látku (např. sklo). Jelikož krystalická mřížka je symetrická, stačí zjistit strukturu základní buňky, což velmi zjednodušuje měření. Krystaly rozdělujeme podle druhu mřížky v závislosti na rozměrech a úhlech mezi osami základní jednotky (viz tabulka). Dále je rozdělujeme podle polohy dalších částic v základní jednotce (také viz tabulka).

Bravais lattice	Parameters	Simple (P)	Volume centered (I)	Base centered (C)	Face centered (F)
Triclinic	$a_1 \neq a_2 \neq a_3$ $\alpha_{12} \neq \alpha_{23} \neq \alpha_{31}$				
Monoclinic	$a_1 \neq a_2 \neq a_3$ $\alpha_{23} = \alpha_{31} = 90^\circ$ $\alpha_{12} \neq 90^\circ$				
Orthorhombic	$a_1 \neq a_2 \neq a_3$ $\alpha_{12} = \alpha_{23} = \alpha_{31} = 90^\circ$				
Tetragonal	$a_1 = a_2 \neq a_3$ $\alpha_{12} = \alpha_{23} = \alpha_{31} = 90^\circ$				
Trigonal	$a_1 = a_2 = a_3$ $\alpha_{12} = \alpha_{23} = \alpha_{31} < 120^\circ$				
Cubic	$a_1 = a_2 = a_3$ $\alpha_{12} = \alpha_{23} = \alpha_{31} = 90^\circ$				
Hexagonal	$a_1 = a_2 \neq a_3$ $\alpha_{12} = 120^\circ$ $\alpha_{23} = \alpha_{31} = 90^\circ$				

### 3 Vlnění a difrakce

Při interferenci se vlny vzájemně ovlivňují. Jelikož používané rentgenové vlny pocházejí ze stejného zdroje, mají i stejnou vlnovou délku, ale díky difrakci mohou mít fázový posun. Pokud mají stejnou fázi, jedná se o konstruktivní interferenci, amplituda se sčítá, a proto pozorujeme interferenční maximum, interferenční minimum pozorujeme v případě posunu o  $T/2$ , takzvané destruktivní interference, a amplituda je rovna nule. Na tomto principu funguje rentgenová krystalografie, kdy každý atom, který je rozkmitán přicházející rentgenovou vlnou, produkuje difraktované vlny v závislosti na jeho elektronové hustotě. Tyto vlny interferují a dále se difraktují až vytvoří finální difraktovaný obrazec.



### 4 Krystalografie

Krystalografie se zabývá určováním složení a prostorového uspořádání látek. Existuje několik metod difrakce, například neutronová, elektronová nebo rentgenová. V této práci byla využita metoda rentgenové difrakce. Jelikož paprsky rentgenového záření mají vlnovou délku srovnatelnou s meziatomovými vzdálenostmi, dobře procházejí jeho strukturou. Difraktometr obsahuje zdroj rentgenového záření, goniometrickou hlavu, která natáčí materiál a detektor. Vhodný krystal (nejlépe monokrystal), který jsme si předem vybrali pod mikroskopem, připevníme na hlavu pomocí skleněné jehly s malým množstvím silikonového maziva. Ze zdroje vychází rentgenové paprsky a procházejí krystalem až k detektoru, kde zachytíme finální difraktovaný obrazec. Poté je materiál lehce otočen a opět zachytíme obrazec. Z tohoto obrazce vyčteme jak intenzitu, tak úhel, jelikož známe pozici obrazu a vzdálenost od vzorku.

### 5 Zpracovávání naměřených dat

Získaná data se následně musí data analyzovat. Podle matematických rovnic strukturního faktoru se počítá poloha atomu z intenzity difraktované radiace a o jaký atom se jedná. Potom je potřeba tento výpočetní odhad porovnat s naměřenou intenzitou a podle rozdílu se snažit optimalizovat krystalový model v programu. Je možné pro optimalizaci vyměňovat atomy. Jejich pozice, ADP<sup>1</sup>, strukturní parametry a mnoho dalšího.

### 6 Využití

Využití krystalografie je dnes velmi rozsáhlé, a to od výzkumu nových slitin a jejich vlastností pro medicínské náhrady kostí a kloubů, ale také do stěn jaderných reaktorů až po nové léky a jejich vedlejších efektů. Krystalografie se dá zařadit do jednoho z používanějších oborů vědy, zkoumá také umělá sladidla. Která jsou výjimečná tím, že na jazyku jsou stále sladká, ale jsou

---

<sup>1</sup> ADP – Atomic displacement parameters, posun atomu díky kmitu a atomovým vazbám

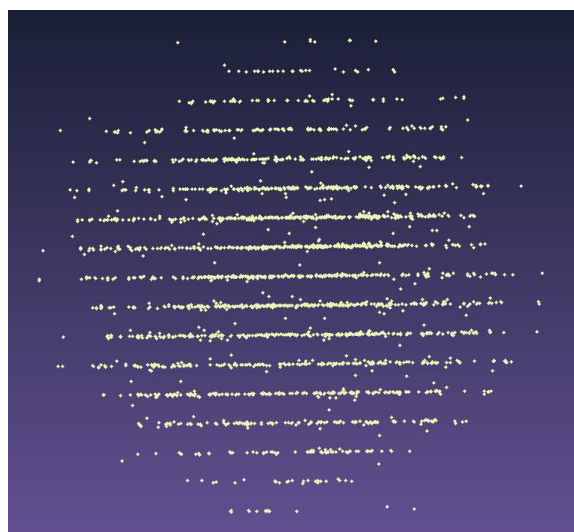
nestravitelná. Je to způsobeno tím, že umělá sladidla nemají stejné receptory jako sacharóza a tělo je neumí zpracovat na energii. Sladká jsou, protože mají na chuťových buňkách stejnou chemickou reakci a buňky poté posílají signál do mozku, že tělo přijme energii v podobě něčeho sladkého. Stála za lepším pochopením chemických vazeb a nekovalentních interakcí.

## 7 Ostatní druhy krystalografie

Když vzorek není dost veliký nebo nelze najít dobrý krystal pro monokrystalickou rentgenovou krystalografii, je možné použít jiné druhy krystalografie, jako například: práškovou RTG krystalografii, elektronovou krystalografii a neutronovou krystalografii. Ale ty zabírají mnohem více času než monokrystalická.

## 8 Experiment

Při našem bádání jsme dostali za úkol zjistit složení a krystalovou strukturu bílého krystalického vzorku, který nám předem nebyl ukázán, ani nebyl poskytnut jeho atomový obsah. Každý jsme si vybrali určitý monokrystal, který jsme následně silikonovým mazivem nalepili na předem připravenou skleněnou jehlu. Tyto krystaly jsme dále podle instrukcí vsadili do difraktometru a provedli pre-experiment. Tento pre-experiment trval okolo 15 minut a následně jsme vybrali nejlepší krystal podle indexu čitelnosti difrakce. Poté jsme náš vybraný krystal vložili do difraktometru ještě jednou a začali experiment. Tento experiment trval do 2 hodin a my jsme poté měli obrázky s difrakcí. Následně jsme vložili tyto fotky do softwaru **Jana2020**, který používá spousta krystalografů po celém světě. Jana2020 nám po vypočtení rovnic strukturního faktoru vrátila přibližný obraz krystalografické jednotky s molekulou. Krystalografická mřížka byla jednoklonná a molekula byla jedna pro celou mřížku. Byla to sacharóza. Výsledek nám vyšel, že daný vzorek je krystalický cukr.



## 9 Shrnutí

Krystaly se tedy skládají z opakovaných jednotek, které jsou vzájemně symetrické. Jakýkoliv objekt, který splňuje tuto podmínku je krystal a takový krystal může být ze všeho. Ať už je to protein, molekula, nebo atom. Každý krystal má unikátní vlastnosti a platí, že i malá změna tvoří velký rozdíl. Prvky a vzdálenosti atomu, uspořádání jednotek krystalu jsou nezanedbatelné faktory pro vlastnosti krystalu. Tímto se zabývá krystalografie.

## Poděkování

Jaroslav Kraft: Já bych chtěl poděkovat naší vedoucí miniprojektu Corree a celému ústavu FZÚ AV ČR za uskutečnění tohoto projektu, ochotu nám vše vysvětlit a za exkurzi v místních laboratořích i s experimentem.

Lída Pavelková: Děkuji garantce tohoto miniprojektu, kterou byla Mgr. Cinthia Antunes Correa, PhD., za realizaci, Fyzikálnímu ústavu AV ČR, který nám poskytl prostory a v neposlední řadě celému organizačnímu týmu TV@J za možnost být součástí nějakého projektu.

Lukáš Kubof: Chcem sa poďakovať vedúcej miniprojektu, ktorá bola vždy ochotná pomôcť a vysvetliť, príjemnému personálu FZÚ AV ČR, a TV@J za poskytnutie tejto príležitosti na rozvoj. Vidieť to z prvej ruky a aspoň trochu sa priblížiť k "hranici poznania" je iné než tisíc slov.

## Reference

- [1] <https://www.fzu.cz/~knizek/prednaska/Diffraction.pdf> [online]
- [2] Development and Commissioning of a Prototype Neutron Backscattering Spectrometer with an Energy Resolution Enhanced by an Order of Magnitude using GaAs Single Crystals – Scientific Figure on ResearchGate. Dostupné z: [https://www.researchgate.net/figure/Schematic-of-an-X-ray-diffractometer\\_fig9\\_323722534](https://www.researchgate.net/figure/Schematic-of-an-X-ray-diffractometer_fig9_323722534) [citováno 20. 06. 2023]
- [3] COMPARISON OF CPFEM AND SPECTRAL SOLUTION METHODS IN PREDICTION OF STRAINS NEAR GRAIN BOUNDARIES IN A UNIAXIALLY LOADED OLIGOCRYSTALLINE TENSILE SPECIMEN COMPARISON OF CPFEM AND SPECTRAL SOLUTION METHODS IN PREDICTION OF STRAINS NEAR GRAIN BOUNDARIES IN A UNIAXIALLY LOADED OLIGOCRYSTALLINE TENSILE SPECIMEN – Scientific Figure on ResearchGate. Dostupné z: [https://www.researchgate.net/figure/The-fourteen-Bravais-lattices-in-three-dimensions-Source-DVAnghel-Bravais-lattice\\_fig1\\_349185906](https://www.researchgate.net/figure/The-fourteen-Bravais-lattices-in-three-dimensions-Source-DVAnghel-Bravais-lattice_fig1_349185906) [citováno 20. 06. 2023]
- [4] Základy chemické a fyzikální krystalografie, Józef Chojnacki, 1979, str.140
- [5] Wikipedia, The Free Encyclopedia: Diffraction [Online]. c2023 [citováno 20. 06. 2023]. Dostupný z WWW: <<https://en.wikipedia.org/w/index.php?title=Diffraction&oldid=1160941284>>
- [6] Materials Structure in Chemistry, Biology, Physics and Technology, Bulletin of the Czech and Slovak Crystallographic Association, vol. 29, no. 2, 2023, str. 100-102