

## Krystalografia – ćwiczenia laboratoryjne

Prowadzący ćwiczenia: dr hab. K. Ślepokura, dr M. Siczek, mgr D. Budzikur

Warunkiem zaliczenia zajęć laboratoryjnych jest uzyskanie pozytywnej oceny z kartkówki, wykonanie ćwiczeń oraz zaliczenie sprawozdań (konieczne jest zaliczenie ośmiu z dziewięciu sprawozdań). Sprawozdania należy oddać w ciągu 2 tygodni po zajęciach.

**Uwaga: terminy zajęć mogą ulec zmianie!**

### Czerwone pole - zajęcia jednocześnie dla obu grup

	Tematyka zajęć	Długość i termin zajęć. Sala
LAB 1	<p><i>Krystalograficzne bazy danych związków organicznych (Cambridge Structural Database, CSD) i nieorganicznych (Inorganic Crystal Structure Database, ICSD).</i> Wyszukiwanie związków organicznych i nieorganicznych, analiza geometryczna i konformacyjna (długości wiązań, kąty walencyjne, kąty torsyjne), analiza geometryczna poliedrów koordynacyjnych, analiza oddziaływań międzycząsteczkowych, wykonywanie rysunków i opis pojedynczych cząsteczek oraz ich upakowania w kryształach. Stosowane programy: ConQuest i Mercury z pakietu CSD oraz Platon.</p> <p><u>Uwaga:</u> Każda osoba na ćwiczeniach proponuje 10 różnych związków, z których prowadzący wskaże jeden do wyszukania w bazie CSD i/lub ICSD. <u>Proszę przynieść ołówek, linijkę i ekierkę.</u></p> <p><i>Sprawozdanie</i> (maks. 2 strony bez tabel) zawiera opis sposobu wyszukiwania, kod identyfikacyjny opisywanej struktury, rysunki i opis struktury badanego związku i kryształu (organicznego lub nieorganicznego), a także ręcznie sporządzony rzut struktury krystalicznej wzdłuż dowolnie wybranej osi.</p>	<p>4 h 1-29 X 2019 2-05 XI 2019 godz. 14  s. 17</p>
LAB 2	<p><i>Otrzymywanie kryształów.</i> Krystalizacja z przesyconego roztworu <math>\text{Na}_2\text{SO}_4</math>, krystalizacja białek, krystalizacja peptydów w probówkach przez wytrącanie, krystalizacja w żelach, hodowla dużych monokryształów, stan szklisty.</p> <p><i>Sprawozdanie</i> obejmuje opis czynności wykonywanych na ćwiczeniach (maks. 1 strona) oraz opis metody otrzymania dużych kryształów wybranej i zaakceptowanej przez prowadzącego substancji.</p>	<p>2 h 1a/1b-12 XI 2019 2a/2b-19 XI 2019 godz. 14 i 16  s. 9B i 12B, Zakład Krystalografii</p>
LAB 3	<p><i>Elementy krystalochemii. Konformacja, konfiguracja. Symetria cząsteczki i kryształu. Konfiguracja absolutna kryształów. Modelowanie struktury związków chemicznych, kryształów oraz sieci przestrzennych.</i> Na zajęciach będą dyskutowane (z wykorzystaniem modeli przestrzennych cząsteczek i sieci) wybrane zagadnienia krystalochemiczne.</p> <p><i>Sprawozdanie</i> – zaliczenie na podstawie oceny pracy studenta i poprawności zbudowanego modelu.</p>	<p>2 h 2a/2b-12 XI 2019 1a/1b-19 XI 2019 godz. 14 i 16  s. 17</p>
LAB 4	<p><i>Elektronografia, neutronografia a rentgenografia. Wiązania atomowe, jonowe, koordynacyjne, van der Waalsa w krystalografii. Promienie jonowe i atomowe.</i> Na podstawie dowolnej literatury do ćwiczeń należy przygotować obecnie stosowane sposoby wytwarzania promieniowania, sposoby jego monochromatyzacji, budowę lamp rentgenowskich.</p> <p><i>Sprawozdanie:</i> (1) Należy policzyć współczynnik absorpcji (<math>\mu</math>) badanego na LAB 2 kryształu dla promieniowania <math>\text{CrK}\alpha</math>. (2) Korzystając z danych strukturalnych dla związku <u>nieorganicznego</u> badanego na LAB 2, obliczyć wielkości promieni jonowych i van der Waalsa dla dowolnych 2 pierwiastków, z których zbudowany jest badany kryształ oraz porównać uzyskane wartości z danymi literaturowymi. Wyjaśnić ewentualne różnice.</p>	<p>2 h 20 XI 2019 godz. 11:30  s. AI BB</p>

LAB 5	<p><b>Transformacje w krystalografii; (hkl); [uvw]; x,y,z; a,b,c; a*, b*, c*.</b></p> <p><i>Sprawozdanie:</i> (1) Na strukturze badanej na LAB 2 dokonać przekształcenia podanego przez prowadzącego. Przedstawić niezbędne obliczenia. (2) /dla chętnych/ Podać najwyższe maksima na teoretycznej mapie Pattersona (z uwzględnieniem symetrii Pattersona) dla struktury badanej na LAB 2.</p>	<p>4 h 1-26 XI 2019 2-03 XII 2019 godz. 14  s. 17</p>
LAB 6	<p><b>Budowa dyfraktometru proszkowego i bazy proszkowe. Identyfikacja substancji na podstawie dyfraktogramów proszkowych.</b> Każdy student wykona samodzielnie dyfraktogram proszkowy. Ponadto od prowadzącego otrzyma dyfraktogram dla innej substancji. Należy dokonać identyfikacji obu substancji. Dla substancji krystalizującej w układzie regularnym należy przeprowadzić obliczenia wzorując się na instrukcji do ćwiczeń.</p> <p><i>Sprawozdanie</i> (maks. 1 strona + dane liczbowe w drukowanych tabelach) obejmuje opis czynności wykonywanych na ćwiczeniach, niezbędne obliczenia i wynik analizy.</p>	<p>4 h 2-26 XI 2019 1-03 XII 2019 godz. 14  s. 12B, Zakład Krystalografii</p>
LAB 7	<p><b>Pomiary intensywności wiązek ugiętych na dyfraktometrze monokrystalicznym. Morfologia kryształu, wybór kryształu, wyznaczenie gęstości.</b> Celem ćwiczenia jest zapoznanie studenta z budową i zasadą działania monokrystalicznego dyfraktometru czterokołowego wyposażonego w kamerę CCD, nabycie umiejętności wyboru kryształu, (opisu jego morfologii i wyznaczenia elementów symetrii na podstawie obserwacji pod mikroskopem), wstępne wyznaczenie parametrów komórki sieciowej, zaprojektowanie pomiaru intensywności wiązek ugiętych (oraz wyznaczenie gęstości kryształu metodą flotacyjną).</p> <p><i>Sprawozdanie</i> (maks. 2 strony) obejmuje opis czynności wykonywanych na ćwiczeniach oraz niezbędne obliczenia.</p>	<p>2 × 2 h 1a/1b-10 XII 2019 2a/2b-17 XII 2019 godz. 14 i 16  s. 9B i 12B, Zakład Krystalografii</p>
LAB 8	<p><b>Wyznaczanie grupy dyfrakcyjnej.</b> Celem ćwiczenia jest wyznaczenie udokładnionych parametrów komórki elementarnej nowego kryształu i określenie holodrii, wykonanie korekcji natężeń refleksów (redukcji danych), wyznaczenie klasy Lauego i układu krystalograficznego, analiza wygaszeń systematycznych i wyznaczenie grupy dyfrakcyjnej (zaproponowanie grupy przestrzennej) kryształu. Plik z rozszerzeniem hkl utworzony podczas zajęć posłuży do rozwiązywania struktury krystalicznej w kolejnym ćwiczeniu (LAB 9). Stosowane programy: CrysAlisPro, WinGX.</p> <p><i>Sprawozdanie</i> (maks. 2 strony) zawiera opis wyznaczenia grupy dyfrakcyjnej (przestrzennej) badanego kryształu.</p>	<p>4h 1-14   2020 2-14   2020 godz. 14 i 16  i ew. 15   2020 godz. 11:30  s. 17</p>
LAB 9	<p><b>Rozwiązywanie i udokładnianie struktury krystalicznej.</b> Rozwiązanie struktury kryształu z wykorzystaniem pliku *.hkl otrzymanego w poprzednim ćwiczeniu, udokładnienie struktury krystalicznej, wyznaczenie wiązań wodorowych i innych oddziaływań międzycząsteczkowych, opis budowy badanego związku i kryształu, przedstawienie graficzne wyników. Stosowane programy: (XPREP), ShelXS, ShelXT, ShelXL, (Olex2), Mercury lub inny dowolny program graficzny (XP, Diamond).</p> <p><i>Sprawozdanie</i> (maks. 2 strony) zawiera opis wyznaczenia (rozwiązania i udokładnienia) struktury badanego kryształu.</p>	<p>4 h 1-21   2020 2-28   2020 godz. 14  s. 17</p>

#### Literatura:

**LAB 1:** (a) Instrukcja *Nieorganiczna baza danych (ICSD). Podstawowa instrukcja obsługi*. Dostęp z internetu na stronie www Wydziału Chemii Uniwersytetu Wrocławskiego ([http://www.chem.uni.wroc.pl/Zaklady\\_Dydaktyczne](http://www.chem.uni.wroc.pl/Zaklady_Dydaktyczne)). (b) *Instrukcje do ćwiczeń z krystalografii cz. 2 i 3*. Wydawnictwo Uniwersytetu Wrocławskiego.

**LAB 2:** J. Żmija, *Otrzymywanie monokryształów*. PWN, Warszawa, 1988

**LAB 4:** (a) L. Pauling, P. Pauling, *Chemia*. Wydawnictwo Naukowe PWN. (b) E. Prince (ed.). *International Tables for Crystallography. Volume C: Mathematical, Physical and Chemical Tables*, 3<sup>rd</sup> edition. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht/Boston/London, 2004.

**LAB 5:** Th. Hahn (ed.), *International Tables for Crystallography. Volume A: Space-group symmetry*, 5<sup>th</sup> edition. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 2002. Chapter 5 (lub wydania nowsze)

**LAB 6:** Instrukcja *Dyfraktometr proszkowy i bazy proszkowe. Identyfikacja substancji na podstawie dyfraktogramów proszkowych*. Dostęp z internetu na stronie www Wydziału Chemii Uniwersytetu Wrocławskiego ([http://www.chem.uni.wroc.pl/Zaklady\\_Dydaktyczne](http://www.chem.uni.wroc.pl/Zaklady_Dydaktyczne)).

**LAB 7:** *Instrukcje do ćwiczeń z krystalografii cz. 3* (ćwiczenie 14). Wydawnictwo Uniwersytetu Wrocławskiego.

**LAB 8:** Instrukcja *Wyznaczanie grupy dyfrakcyjnej kryształu z wykorzystaniem kamery CCD*. Dostęp z internetu na stronie www Wydziału Chemii Uniwersytetu Wrocławskiego ([http://www.chem.uni.wroc.pl/Zaklady\\_Dydaktyczne](http://www.chem.uni.wroc.pl/Zaklady_Dydaktyczne)).

**LAB 9:** Z. Ciunik (ed.), *Instrukcje do ćwiczeń z krystalografii cz. 2* (ćwiczenie 9). Wydawnictwo Uniwersytetu Wrocławskiego, 1996 (ćwiczenie 9).