



Prázdninová letní škola **NANO2019**

19. - 23. srpna 2019



Ústav fyzikální chemie
J. Heyrovského



Letní škola NANO2019

*Týdenní srpnová letní škola na téma
"Nanotechnologie a nanomateriály"
pro vybrané talentované středoškolské studenty z celé ČR
uspořádaná s podporou projektu r.č.0033/7/NAD/2019
"Letní škola NANO2019:
cesta nadaných k moderním vědeckým oborům"
(účelová dotace MŠMT v programu č.7 "Podpora nadaných
žáků ZŠ a SŠ v roce 2019")*

Organizuje:

*tým PEXED vzdělávacího a popularizačního
projektu ÚFCH J. Heyrovského s názvem Tři nástroje*

Spoluorganizují:

*Nadační fond Jaroslava Heyrovského
firma Metrohm Česká republika, s.r.o.*

Sborník textů k přednáškám, praktickým cvičením a workshopům

**předneseným na letní škole NANO2019
19.- 23. srpna 2019
v ÚFCH JH AV ČR, v.v.i.**



<http://www.3nastroje.cz>

**Sborník prázdninové letní školy
NANO2019
konané 19.-23. srpna 2019
v ÚFCH J. Heyrovského AV ČR, v.v.i.**

Kolektiv autorů

Sestavila: Ing. Květa Stejskalová, CSc.

Vydává: Ústav fyzikální chemie J. Heyrovského AV ČR, v.v.i. Dolejškova 2155/3,
182 00 Praha 8, Česká republika

Tisk: Ústav fyzikální chemie J. Heyrovského AV ČR, v.v.i. Dolejškova 2155/3,
182 00 Praha 8

Vydání: první

Náklad: 35 kusů

Místo a rok vydání: Praha, 2019

Publikace neprošla jazykovou úpravou

© 2019, Ústav fyzikální chemie J. Heyrovského AV ČR, v.v.i.





Letní škola NANO2019



Program***

tradiční středoškolské prázdninové letní školy na téma
"Nanotechnologie a nanomateriály"
pořádané vědci ÚFCH JH pro vybrané talentované středoškolské studenty z celé ČR
s podporou projektu č.0033/7/NAD/2019 "Letní škola NANO2019:
cesta nadaných k moderním vědeckým oborům"
(účelová dotace MŠMT v programu č.7 "Podpora nadaných žáků ZŠ a SŠ v roce 2018")

Spolupořadatelé školy jsou dále: Nadační fond J. Heyrovského
a společnost Metrohm Česká republika, s.r.o.

Pondělí 19.8. 2019

9:30 - 11:00 - Zahájení letní prázdninové školy

Registrace, přivítání účastníků, představení realizačního týmu školy PEXED
(posluchárna Rudolfa Brdičky ÚFCH J. Heyrovského
AV ČR, v.v.i., Dolejškova ul. 3, Praha 8; zajišťuje: Ing. K. Stejskalová, CSc.)

11:00 - 12:00 - Přednáška (úvodní, představující současnou vědu a výzkum v ÚFCH JH)
**Ing. Květoslava Stejskalová, CSc.: Moderní směry fyzikální chemie v ÚFCH JH,
aneb přišel jsem, viděl jsem, vybádal jsem...**
(posluchárna Rudolfa Brdičky v přízemí)

12:00 - 13:15 - Přestávka na oběd (restaurace či akademická jídelna, Praha 8)

13:30 - 15:00 - Praktické ukázky měření v laboratořích (studenti po 5 skupinách)
(Rozvedení studentů do laboratoří zajišťuje Ing. K. Stejskalová, CSc.)

Skupina 1 absolvuje praktikum X
Skupina 2 absolvuje praktikum II
Skupina 3 absolvuje praktikum V
Skupina 4 absolvuje praktikum VI
Skupina 5 absolvuje praktikum I

Zaměření praktik a cvičící lektori - viz list v závěru programu.

Po praktikách následuje krátká přestávka do 15:15

15:15 -16:15 - Přednáška (z oboru molekulární elektrochemie)
Mgr. Romana Sokolová, Dr.: Elektrochemie kolem nás aneb nebojte se elektrochemie
(posluchárna Rudolfa Brdičky v přízemí)

16:15 - Diskuse k prvnímu dni školy, představení programu druhého dne školy
(posluchárna Rudolfa Brdičky v přízemí; zajišťuje: Ing. K. Stejskalová, CSc.)

Po skončení odborného programu 1.dne školy odjezd mimopražských studentů (metrem trasa C, do stanice Nádraží Holešovice, pak autobusem) do místa ubytování (koleje MFF UK v Praze 7 Tróji; doprovází a zajišťuje Ing. K. Stejskalová, CSc.)



Úterý 20.8. 2019

9:00 - Zahájení druhého dne školy

(posluchárna Rudolfa Brdičky v přízemí; zajišťuje: Ing. K. Stejskalová, CSc.)

9:15 - 10:15 - Přednáška (z oboru chemické fyziky)

Doc. Mgr. Michal Fárník, DSc. Ph.D.: Laserová chemie v létajících nanolaboratořích
(posluchárna Rudolfa Brdičky v přízemí)

10:30 - 12:00 - Praktické ukázky měření v laboratořích (studenti po 5 skupinách)
(Rozvedení studentů do laboratoří zajišťuje Ing. K. Stejskalová, CSc.)

Skupina 1 absolvuje praktikum I

Skupina 2 absolvuje praktikum X

Skupina 3 absolvuje praktikum III

Skupina 4 absolvuje praktikum VIII

Skupina 5 absolvuje praktikum VI

Zaměření praktik a cvičící lektori - viz list v závěru programu.

12:00-13:15 - Přestávka na oběd (restaurace či akademická jídelna, Praha 8)

13:30 - 15:00 - Praktické ukázky měření v laboratořích (studenti po 5 skupinách)
(Rozvedení studentů do laboratoří zajišťuje Ing. K. Stejskalová, CSc.)

Skupina 1 absolvuje praktikum VI

Skupina 2 absolvuje praktikum III

Skupina 3 absolvuje praktikum I

Skupina 4 absolvuje praktikum X
Skupina 5 absolvuje praktikum VIII

*Zaměření praktik a cvičící lektoři - viz list v závěru programu.
Po praktikách následuje krátká přestávka do 15:15*

15:15-16:20 - Přednáška (z oboru nanomateriály a nanotechnologie)
Lukáš Šimaňok: Nanotechnologie aneb co je malé, je i dobré ?
(posluchárna Rudolfa Brdičky v přízemí)

16:30 - 17:15 (17:30) Diskuse s doktorandy, našimi bývalými studenty V. Svobodou a K. Kantnerovou o studiu u nás (FCHI VŠCHT Praha) i v zahraničí (doktorandské studium na ETH v Curychu)
(posluchárna Rudolfa Brdičky v přízemí; zajišťuje: Ing. K. Stejskalová, CSc.)

17:30 Ukončení druhého dne školy

Středa 21.8. 2019

9:00 - Zahájení třetího dne školy
(posluchárna Rudolfa Brdičky v přízemí; zajišťuje: Mgr. M. Zlámalová.)

9:15-10:15 - Přednáška (z oboru kvantové a výpočetní chemie)
RNDr. Libor Veis, Ph.D.: Pomohou kvantové počítače rozluštit nezodpovězené otázky tajemného světa molekul?
(posluchárna Rudolfa Brdičky v přízemí)

10:30-12:00 Praktické ukázky měření v laboratořích (studenti po 5 skupinách)
(Rozvedení studentů do laboratoří zajišťuje Mgr. M. Zlámalová.)

Skupina 1 absolvuje praktikum VIII
Skupina 2 absolvuje praktikum XI
Skupina 3 absolvuje praktikum IV
Skupina 4 absolvuje praktikum IX
Skupina 5 absolvuje praktikum VII

Zaměření praktik a cvičící lektoři - viz list v závěru programu.

12:00-13:15 - Přestávka na oběd (restaurace či akademická jídelna, Praha 8)

13:30 - 15:00 - Praktické ukázky měření v laboratořích (studenti po 5 skupinách)
(Rozvedení studentů do laboratoří zajišťuje Mgr. M. Zlámalová.)

Skupina 1 absolvuje praktikum XI
Skupina 2 absolvuje praktikum V
Skupina 3 absolvuje praktikum VII
Skupina 4 absolvuje praktikum II
Skupina 5 absolvuje praktikum IX

*Zaměření praktik a cvičící lektoři - viz list v závěru programu.
Po praktikách následuje krátká přestávka do 15:15*

15:15-16:15 - Přednáška (z oboru elektrokatalýzy)

Doc. Ing. Petr Krtil, CSc.: Racionální vývoj katalyzátorů – jak vyřešit současně energetickou soběstačnost a adaptaci na změnu klimatu
(posluchárna Rudolfa Brdičky v přízemí)

16:30 Ukončení třetího dne školy



Čtvrtek 22.8. 2019

9:00 - Zahájení čtvrtého dne školy

(posluchárna Rudolfa Brdičky v přízemí; zajišťuje: Ing. K. Stejskalová, CSc.)

9:00-10:30 - Fyzikálně chemické workshopy

Skupiny 1, 2 absolvují workshop číslo I (učebna EDU v přízemí, lektorky: Mgr. M. Zlámalová a Mgr. M. Klusáčková, workshop na téma forenzní analýza)

Skupiny 3, 4 a 5 absolvují workshop číslo II (předsálí, lektorka: Ing. K. Stejskalová, CSc., workshop věnovaný elektronickým obvodům a workshop zaměřený na molekulární modely organických látek).

Po skončení workshopu následuje krátká přestávka do 10:45.

10:45 -12:15 - Fyzikálně chemické workshopy

Skupiny 1, 2 absolvují workshop číslo II (předsálí, lektorka: Ing. K. Stejskalová, CSc., workshop věnovaný elektronickým obvodům a workshop zaměřený na molekulární modely organických látek).

Skupiny 3, 4 a 5 absolvují workshop číslo I (učebna EDU v přízemí, lektorky: Mgr. M. Zlámalová a Mgr. M. Klusáčková, workshop na téma forenzní analýza).

12:15-13:15 - Přestávka na oběd (restaurace či akademická jídelna, Praha 8)

13:15 - 16 hodin - Odpolední exkurze na Př F UK v Praze 2 na Albertově.

Po odjezdu na PŘF UK následuje program krátké přednášky představující studium na PŘF UK a exkurze (ca 14-16 hodin) do některých chemických laboratoří PŘF.
(Doprovod studentů na exkurzi zajišťuje Ing. K. Stejskalová, CSc.)

Pátek 23.8. 2018

9:00 - Zahájení pátého (posledního) dne školy

(posluchárna Rudolfa Brdičky v přízemí; zajišťuje: Ing. K. Stejskalová, CSc.)

9:15-10:15 - Přednáška (z oboru spektroskopie)

RNDr. Martin Ferus, Ph. D.: Alchymie cizích světů aneb malý kurz astrochemie

(posluchárna Rudolfa Brdičky v přízemí)

10:30 -12:00 - Praktické ukázky měření v laboratořích (studenti po 5 skupinách)

(Rozvedení studentů do laboratoří zajišťuje Ing. K. Stejskalová, CSc.)

Skupina 1 absolvuje praktikum IV

Skupina 2 absolvuje praktikum VII

Skupina 3 absolvuje praktikum VIII

Skupina 4 absolvuje praktikum XI

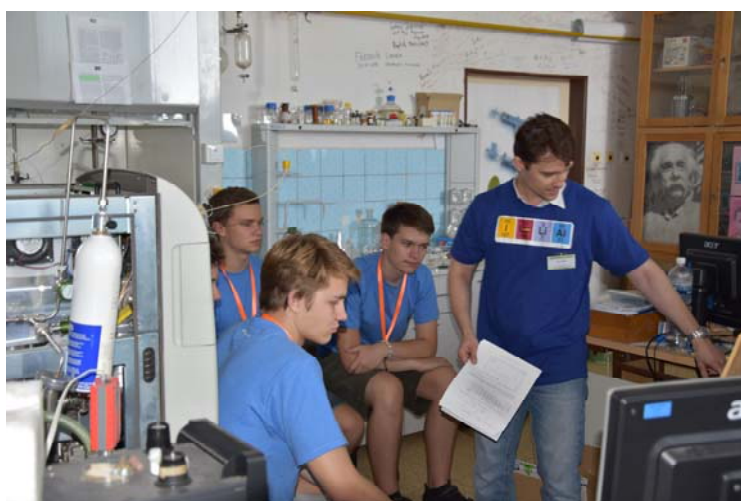
Skupina 5 absolvuje praktikum III

12:00-13:00 - Přestávka na oběd (restaurace či akademická jídelna, Praha 8)

13:00 -14:00 Zakoření prázdninové letní školy NANO2019

Předání certifikátů účastníkům školy, odevzdání vyplněných dotazníků, odezva a ohlasy účastníků školy...

(posluchárna Rudolfa Brdičky v přízemí; zajišťuje Ing. K. Stejskalová, CSc.)



Upozorňujeme, že v programu mohou ještě nastat drobné změny. Děkujeme za pochopení.

Letní škola NANO2019

Přednášky

anotace k přednáškám

*(řazeno abecedně,
dle příjmení přednášejících)*

Laserová chemie v létajících nanolaboratořích

Doc. Mgr. Michal Fárník, DSc., Ph.D.

*Vedoucí Oddělení dynamiky klastrů a molekul,
Ústav fyzikální chemie J. Heyrovského AV ČR, v.v.i., Dolejškova 2155/3, 182 23 Praha 8*

Anotace přednášky:

Přednáška představující jeden z oborů chemické fyziky bude pojednávat o výzkumu klastrů. Klastry jsou soubory molekul či atomů vázaných slabšími interakcemi, než jsou typické chemické vazby, např. vodíkovými můstky, které hrají klíčovou úlohu v nejrůznějších oblastech od fyziky po biologii. Klastry se mohou skládat ze dvou species, tzv. diméry, ale i z více než milionu částic. Větší klastry z více než několika desítek molekul mají rozměry nanometrů, a hovoříme tudíž o nanočásticích. Zajímavý je pohled na klastry a nanočástice z atmosférického významu a jsou to také systémy relevantní v biologii. Např. na tvorbě ozonové díry nad Antarktidou se podílejí ledové částičky v polárních stratosférických mracích. A právě podobné nanočástice si můžeme vyrobit v laboratoři v experimentech s molekulovými paprsky a podrobit je interakci s laserovými paprsky simulujícími dopadající UV záření ze slunce, a tak studovat v laboratoři procesy, které probíhají ve stratosféře. Obdobně lze v klastrech studovat fotochemii solvatovaných biomolekul, a tak se snažit na molekulové úrovni pochopit procesy analogické radiačnímu ničení DNA molekul.

Doc. Mgr. Michal Fárník, DSc., Ph.D. (1967)

Chemický fyzik, který se dlouhodobě věnuje výzkumu klastrů nanočástic. Po studiu strávil postdokovský pobyt v USA a také v Německu. Z Německa do Prahy přivezl světově unikátní aparaturu na výzkum volných klastrů a nanočástic v molekulových paprscích, která prochází průběžně řadou zdokonalení a rozšíření a dává vzniknout novým výsledkům. Je držitelem stipendia nadace Alexandra von Humboldta a prestižního Purkyněho Fellowship udělovaného AV ČR. Výsledky bádání týmu, který vede, byly mj. oceněny Cenou předsedy Grantové agentury GAČR (r. 2014). Pravidelně se věnuje vzdělávání mladých zájemců o vědu (vysokoškoláci a středoškoláci) a výzkum a svůj obor popularizuje prostřednictvím médií široké veřejnosti.

Alchymie cizích světů aneb malý kurz astrochemie

RNDr. Martin Ferus, Ph.D.

Vedoucí Oddělení spektroskopie,

Ústav fyzikální chemie J. Heyrovského AV ČR, v.v.i., Dolejškova 2155/3, 182 23 Praha 8

Anotace přednášky:

Děje probíhající v mezihvězdných oblacích či v atmosférách cizích hvězd a planet jsou natolik odlišné od chemie, která nás v běžném životě obklopuje, že je lze s trochou nadsázky nazvat alchymii, tedy něčím na pomezí kouzel a chemie. Nejprve se vydáme na cestu vedoucí od prvních atomů a molekul formujících se na samém počátku existence našeho vesmíru přes vznik všech prvků periodické soustavy při hrozivém výbuchu supernovy až ke zhroucení mezihvězdného oblaku obsahujícího základní stavební kameny vzniku hvězd, planet i života. Po té nahlédneme do současného chemismu utvářejícího povrch a atmosféru planet sluneční soustavy a vydáme se též na pouť zpět časem na ranou planetu Zemi do doby, kdy se snad utvářely základní komponenty molekulárního světa projevujícího znaky života. Tehdy to byl úplně jiný svět, podobal se jedovatému horkému pecku. V tomto pecku naši pouť završíme.

Doporučená literatura:

http://www.astrochymist.org/astrochymist_mole.html

<http://www.exoplanety.cz/>

<http://www.vzdalenesvety.cz/>

RNDr. Martin Ferus, Ph.D. (1983)

Martin Ferus vystudoval fyzikální chemii na Přírodovědecké fakultě Univerzity Karlovy a od roku 2005, od bakalářských studií, působí na Ústavu fyzikální chemie J. Heyrovského AV ČR, v.v.i. Jeho prvotní specializací bylo studium spalovacích procesů pomocí spektroskopických technik (v rámci bakalářské práce), v ústavu dále realizoval svou diplomovou práci a posléze i dizertační práci (obhájena v roce 2012, téma Studium nestabilních částic a prekurzorů biomolekul pomocí spektroskopických technik).

V současnosti je vědeckým pracovníkem a vedoucím Oddělení spektroskopie. Během svého dlouhodobého působení v tomto oddělení dosáhl celé řady vědeckých výsledků. V rámci spektroskopických experimentů s laserovou ablací se věnuje identifikaci nových dosud nepopsaných spektrálních přechodů vysoce excitovaných atomů ve spektrech Slunce a hvězd, spektrům a chemickému složení meteorů a chemické evoluci základních biomolekul ve vesmíru a na raných planetách. O této problematice úspěšně přednáší studentům PŘF UK v Praze a v popularizační formě i středoškolákům v rámci různých programů ÚFCH JH. Ve vzdělávacím a popularizačním projektu ÚFCH JH s názvem Tři nástroje je již několik let zapojen coby školitel odborných SŠ praxí a stáží. Jeho vědecké výsledky byly vědeckou komunitou oceněny: Cena J. Hlávky (2015), Prémie O. Wichterleho pro mladé vědce (2016) a Ceny Učené společnosti pro mladé vědce (2016).

Martin Ferus je autorem více než čtyř desítek publikací uveřejněných v respektovaných mezinárodních i českých časopisech, včetně Journal of the American Chemical Society či Astronomy & Astrophysics.

Racionální vývoj katalyzátorů – jak vyřešit současně energetickou soběstačnost a adaptaci na změnu klimatu

Doc. Ing. Petr Krtil, CSc.

Vědecký pracovník v Oddělení nízkodimenzionálních systémů,
Ústav fyzikální chemie J. Heyrovského AV ČR, v.v.i., Dolejškova 2155/3, 182 23 Praha 8

Anotace přednášky:

Moderní společnost je vysoce organizována a jejím základním úkolem je poskytnout svým členům dostatek základních životních potřeb. Mezi tyto základní potřeby počítáme (tradičně) potravu a pitnou vodu. Úspěch civilizace byl a je umožněn schopností společnosti efektivně využívat dosažitelných energetických zdrojů. V současné době je naše civilizace založena na energetickém cyklu na bázi uhlíku, kdy sloučeniny, v nichž se uhlík vyskytuje v elementárním nebo redukovaném stavu (fosilní paliva), umožňují nejen extenzivní produkci a distribuci potravin, ale úpravu životních podmínek moderního člověka (topení, klimatizace). Extenzivní využívání fosilních paliv ovšem vede k akumulaci skleníkových plynů v atmosféře s následným akcelerovaným oteplováním planety.

Změna stávajícího energetického konceptu tak, aby byl minimalizován negativní dopad na planetární klima, je jednou z největších výzev fyziky a chemie v 21. století. Protože základní postupy využití obnovitelných energetických zdrojů (slunečního záření, větru či biomasy) jsou již zvládnuty, je klíčovým problémem strategie ukládání a uchování energie obnovitelných zdrojů ve formě chemických vazeb a distribuce těchto „záložních paliv“. Vzhledem k tomu, že veškerá paliva jsou energeticky bohatá a tudíž i v principu nestálé molekuly, je jejich příprava obtížná a ve většině případů musí být katalyzována. Právě homogenní i heterogenní katalýza s největší pravděpodobností sehrají hlavní roli při náhradě energetického konceptu.

Přednáška bude zaměřena na představení racionálních postupů zejména v heterogenní katalýze (termální, foto, elektro). Základní přístup, kdy jsou nové katalyzátory navrženy ("ušity") na míru dané reakci na základě detailní znalosti reakčního mechanismu na atomární úrovni, bude ukázán na reakcích vytvářejících takzvanou vodíkovou ekonomiku – tj. vylučování vodíku a kyslíku.

Doc. Ing. Petr Krtil, CSc. (1967)

absolvent VŠCHT Praha, ekvivalent doktorského studia absolvoval na ÚFCH JH. Po skončení doktorského studia pokračoval jako post-doc na State University of New York at Buffalo a na Tokyo Kogyo Daigaku. Jeho oborem je elektrochemie a materiálová chemie se zaměřením na katalýzu a elektrokatalýzu. Pedagogický působí na VŠCHT Praha (9 PhD studentů, 1 MSc student, 1 Bc student), pravidelně pak přednáší na Technische Universität Dresden.

Elektrochemie kolem nás aneb NEBOJTE SE ELEKTROCHEMIE

Mgr. Romana Sokolová, Dr.

Oddělení elektrochemie v nanoměřítku

Ústav fyzikální chemie J. Heyrovského AV ČR, v.v.i., Dolejškova 2155/3, 182 23 Praha 8

Anotace přednášky

Žijeme v kyslíkové atmosféře a tak není nic zvláštního, že se setkáváme s přenosem elektronu mezi látkami všude kolem nás. V rámci přednášky si řekneme, co to jsou oxidačně redukční reakce a co elektrochemie vlastně dokáže studovat. Proč studujeme redoxní vlastnosti látek? Odpověď tkví v zamyšlení nad úlohou přenosu elektronu v biologických systémech, principu fotosyntézy a s tím spojenou volbou účinných herbicidů. Dalším příkladem je redukční rozklad organických látek působením mikroorganismů nebo oxidační degradace barviv na dílech starých mistrů. Neméně významná je simulace metabolismu léčiv nebo návykových látek. Připomeneme si, co to je elektroda, poločlánek a elektrochemický článek; jak poznáme redukční činidlo a směr spontánní redoxní reakce.

Povíme si o podstatě oboru molekulární elektrochemie, o metodách a typech elektrod, které se pro studium oxidačního a redukčního mechanismu látek používají. Seznámíme se podrobněji s výzkumem oxidačního mechanismu přírodních barviv a některých bioaktivních látek.

Dále se podíváme na další vlastnost elektrody významnou k posouzení adsorptivního chování látek (např. pesticidů) a predikce jejich akumulace na mezifázích. Přednášku uzavře sledování interakce bioaktivních látek s fosfolipidovou dvojvrstvou nanosenou na povrchu elektrody pomocí elektrochemických a mikroskopických metod.

Mgr. Romana Sokolová, Dr.

Absolvovala PŘF Univerzity Karlovy v Praze a po té doktorandské studium tamtéž. Jejím oborem je elektrochemie, věnuje se studiu chování různých látek s použitím elektrochemických (např. potenciometrie, voltametrie, polarografie, impedanční spektroskopie aj.) a mikroskopických (AFM, STM) metod. Je řešitelkou grantů a výzkumných projektů, včetně zahraničních, a autorkou více než 65 prací v mezinárodních vědeckých časopisech. Za svou vědeckou práci věnovanou studiu degradačních mechanismů pesticidů různých chemických struktur a jejich inkluzních komplexů byla v roce 2000 oceněna Cenou AV ČR pro mladé vědce. Svě zkušenosti předává studentům jako školitelka jejich diplomových či doktorandských prací nebo středoškolských stáží. O elektrochemii také přednáší ve vysokoškolských kurzech (PŘF UK Praha, PŘF MU Brno, Univerzita v Hradci Králové).

Moderní směry fyzikální chemie v ÚFCH JH, aneb přišel jsem, viděl jsem, vybádal jsem ...

Ing. Květa Stejskalová, CSc.

Útvar ředitele

Ústav fyzikální chemie J. Heyrovského AV ČR, v.v.i., Dolejškova 2155/3, 182 23 Praha 8

- Víte, kdo byl první fyzikální chemik v Čechách a koho si vychoval?
- Víte, co je zeolit a proč si bez něj nedovedeme představit dnešní svět ?
- Víte, jak pevná je uhlíková nanotrubička a proč vědcům tolik učaroval grafen ?
- Víte, že laserová spektroskopie umí najít odpovědi na otázky vzniku života ve vesmíru?
- Víte, proč je tolik povyku kolem TiO_2 - nanomateriálu přítomnosti ale i budoucnosti ?

Nevíte ? Nevadí !

Na této přednášce se to dozvíte.

Popularizační přednáška představí zaměření a výzkum vědců v Ústavu fyzikální chemie J. Heyrovského, AV ČR, v.v.i., výzkumném ústavu, který v oboru fyzikální chemie patří v ČR dlouhodobě ke špičce, ale je i mezinárodně uznávaným pracovištěm. Studenti budou seznámeni s moderním výzkumem v oborech, jako je např. teoretická chemie, chemická fyzika, elektrochemie, vývoj nových nanomateriálů a nanotechnologií s uplatněním v katalýze, fotokatalýze a elektrochemii, seznámí se s řadou spektroskopických a mikroskopických technik používaných v základním i aplikovaném výzkumu vědců ÚFCH JH. Rovněž bude stručně představen systém každodenní vědecké práce - od myšlenky, přes projekt až k jeho realizaci a publikování výsledků (a případně i popularizaci a medializaci).

Ing. Květoslava Stejskalová, CSc. (1966)

V roce 1989 ukončila studium VŠCHT v Praze (chemické inženýrství.) Od roku 1989 pracuje v Ústavu fyzikální chemie J. Heyrovského AV ČR, doktorát ve fyzikální chemii získala v roce 1995 za práci v oboru kinetiky reakcí plyn- tuhá látka s výstupy do ochrany životního prostředí. Kromě toho, že propaguje činnost vědců svého ústavu, se systematicky věnuje vzdělávání a popularizaci vědy. Napomáhá středoškolským i vysokoškolským studentům

zajímajícím se o přírodní vědy prakticky se zapojit do odborné práce ve vědě a výzkumu a její pomoc je namířena i k pedagogům SŠ a ZŠ. Je podepsána pod řadou akcí, jejichž cílem je podnítit zájem mladých o přírodní vědy a další vzdělávání, např. školy v oboru výzkumu nanomateriálů, fyzikálně-chemické workshopy pro žáky ZŠ (programy i pro 1. stupeň ZŠ !) a SŠ, konference k prezentaci odborných prací studentů pracujících ve vědeckých týmech, pravidelné návštěvy studentů v ústavu v rámci Dnů otevřených dveří či jiných akcí, organizuje stáže a praxe studentů ve vědeckých týmech a sama je lektorkou SŠ studentů (např. v projektu AV ČR Otevřená věda), jejichž stáže jsou zaměřeny na zatraktivnění výuky chemie a fyziky experimentem. Je autorkou scénářů popularizačních filmů představujících výzkum v oboru fyzikální chemie ("Věda není nuda") či mladé vědce pracující v ÚFCH JH ("Homo Scientist jr."), je také iniciátorkou a autorkou několika výstav prezentujících vědu a vědce ÚFCH JH (např. Nanosvět očima mikroskopů; Jak se dnes dělá vědu u Heyrovských; Deset let žijeme s Otevřenou vědou), z nichž nejatraktivnější je unikátní putovní výstava "Příběh kapky" (2009-2019, dosud 29 900 návštěvníků, 29 různých expozic) věnovaná jedinému českému nositeli Nobelovy ceny za chemii Jaroslavu Heyrovskému. V projektech AV ČR Otevřená věda (od roku 2005) pracuje jako "lektorka" SŠ stážistů i jako "popularizátorka" v síti popularizátorů AVČR s působností po celé ČR. O fyzikální chemii přednáší studentům i pedagogům, na veřejnosti popularizuje vědeckou práci v přednáškách či ve vystoupeních v televizi, rozhlasu nebo také přímo v terénu účastí v různých programech jako je Muzejní noc, Chemický jarmark, Věda v ulicích aj. Je místopředsedkyní správní rady Nadačního fondu Jaroslava Heyrovského. V roce 2010 byla za svou činnost oceněna porotou soutěže České hlavičky "Zvláštní cenou za mimořádný přínos k popularizaci vědy mezi studenty" a v roce 2011 získala "Čestnou medaili Vojtěcha Náprstka za zásluhy v popularizaci vědy" udělovanou Akademií věd ČR. Je matkou dvou dětí (syn 34 a dcera 17 let).

Nanotechnologie aneb co je malé, je i dobré ?

Lukáš Šimaňok

Student PŘF UK Praha pracující v Ústavu fyzikální chemie
J. Heyrovského AV ČR ve vzdělávacím týmu PEXED

Dolejškova 2155/3, 182 23 Praha 8

Anotace přednášky:

V dnešní době slýcháme spoustu věcí o produktech nanotechnologií, které si můžeme koupit prakticky kdekoli. Slovo *nano* je velmi zneužívaným artiklem, na který lidé slyší, ale který je zároveň nedostatečně definován, a proto je příliš nadužíván. Z tohoto důvodu lidé netuší, co to nanotechnologie jsou, kde se vzaly, jaká jsou rizika používání a hlavně koupí.

Co tedy znamená *nano*- a co jsou vlastně nanotechnologie? O jak starý a rozšířený obor se jedná? Proč jsou tyto technologie tak „záračné“, jak se vlastně v praxi realizují a v čem tkví nebezpečí z jejich užívání? Na tyto a další otázky si odpovíme v přednášce.

Doporučená literatura:

<http://ksicht.natur.cuni.cz/serialy/nanocastice/1>

<http://en.wikipedia.org/wiki/Nanotechnology>

<http://nanotechnologie.cz/search.php?rsvelikost=sab&rstext=all-phpRS-all&rstema=3>

Lukáš Šimaňok (1994)

absolvent SPŠCHG J. Heyrovského v Ostravě-Zábřehu, studuje PŘF UK v Praze a v ÚFCH JH v současnosti pracuje jak odborný pracovník ve výukové laboratoři PEXED (Popularization EXperimental EDucation. S ÚFCH JH již spolupracuje od střední školy: třítydenní odbornou stáž vykonal v roce 2012 v rámci vzdělávacího a popularizačního projektu ÚFCH JH s názvem Tři nástroje, a navázal tak na svůj prázdninový pobyt (červenec 2011), kdy v ústavu absolvoval svou první středoškolskou stáž. Při své práci v laboratoři byl zapojen do přípravy a charakterizace nanočástic a nanostrukturních materiálů (např. $Mg(OH)_2$, TiO_2 aj.), pokročilých sol-gel technik a přípravy povrchů s řízenými vlastnostmi (smáčivost, fotokatalytická účinnost apod.).

Oborem jeho vědeckého zájmu v ÚFCH JH je příprava nanomateriálů na bázi stříbra a dalších ušlechtilých kovů, testování jejich vlastností a jejich zakomponování do technologií sloužících k ochraně kulturních památek a životního prostředí (fotokatalytickými procesy).

Již šestým rokem se velice aktivně podílí v týmu lektorů workshopů "Chemie není nuda" na přípravě popularizačních programů, spolu s Ing. Květou Stejskalovou, CSc. v rámci popularizačního a vzdělávacího projektu Tři nástroje, směřovaných k cílovým skupinám žáků středních a základních škol. V projektu Akademie věd Otevřená věda IV (2014-2015) se v týmu metodiků, pod vedením Dr. Stejskalové podílel na tvorbě fyzikálních úloh pro SŠ a ZŠ pedagogy.

V roce 2015 portfolio svých výukových aktivit rozšířil o popularizační přednášku pro studenty SŠ na téma nanomateriály a nanotechnologie, kterou přednáší jak pro studenty, tak pro pedagogy a v upravené podobě i pro žáky ZŠ.

Pomohou kvantové počítače rozluštit nezodpovězené otázky tajemného světa molekul?

RNDr. Libor Veis, Ph.D.

*Vědecký pracovník v Oddělení teoretické chemie,
ÚFCH JH, Dolejškova 2155/3, 182 23 Praha 8.*

Anotace přednášky:

Kvantové počítače představují jednu z nejrychleji se rozvíjejících disciplín současného výzkumu, která přitahuje stále více pozornosti široké veřejnosti. Důvodem je, že uchování a zpracování informace na úrovni mikrosvěta/nanosvěta (např. až na úrovni atomů, či fotonů), kde platí zákony kvantové mechaniky, může přinést obrovské zrychlení při řešení konkrétních výpočetních úloh. Mezi tyto úlohy patří mimo jiné přesné výpočty a simulace molekul (stavebních kamenů živé hmoty), které jsou na klasických počítačích pro svou enormní výpočetní náročnost nerealizovatelné. Kvantové počítače nám tak dávají příslib posunutí hranic poznání v oblasti chemie, např. při návrhu nových léčiv, či materiálů.

- V přednášce se nejprve seznámíme se základy kvantové mechaniky, která na první pohled může působit poněkud zvláštním dojmem.
- Dále pak osvětlíme základní principy kvantových počítačů a ukážeme jejich možné využití pro studium vlastností molekul.
- Na závěr přednášky se podíváme, jak by takové počítače v budoucnu mohly vypadat.

RNDr. Libor Veis, Ph.D. (1984)

Libor Veis vystudoval fyzikální chemii na Přírodovědecké fakultě Univerzity Karlovy a v Ústavu fyzikální chemie J. Heyrovského AV ČR, v.v.i. působí již od svého magisterského studia. Nejprve zde realizoval svou diplomovou práci a posléze i dizertační (obhájena v roce 2012, téma Kvantová chemie na kvantových počítačích). Po obhajobě dizertační práce absolvoval postdoktorální stáže v Japonsku (Institute for Molecular Science, Okazaki) a Maďarsku (Wigner research centre for physics, Budapešť).

Libor Veis nyní pracuje jako vědecký pracovník v Oddělení teoretické chemie a jeho oborem je kvantová (výpočetní) chemie, tedy věda, jejíž předmětem jsou počítačové simulace molekul (výpočty jsou dnes nedílnou součástí chemického výzkumu, např. při návrhu léčiv). Konkrétně se Libor Veis zajímá o průnik kvantové chemie a kvantové informatiky, ať už se jedná o vývoj nových algoritmů pro kvantový počítač (v současnosti ve spolupráci s Harvardskou univerzitou), či vývoj klasických výpočetních metod, které využívají poznatky kvantové informatiky (konkrétně metody tenzorových sítí). Své zkušenosti úspěšně předává vysokoškolským studentům při výuce na Matematicko-fyzikální a Přírodovědecké fakultě UK v Praze a v popularizační formě i širší veřejnosti v rámci různých programů ÚFCH JH (projekt Tři nástroje).

Letní škola NANO2019

Praktické ukázky měření v laboratořích

(každá skupina studentů absolvuje v rámci týdenního programu 6 různých praktik)

Praktikum I - Charakterizace nanomateriálů pro elektroniku rastrovacím elektronovým mikroskopem Hitachi
(M. Bouša, m. 022 v suterénu)

Praktikum II - Charakterizace nanomateriálů pro katalýzu elektronovým mikroskopem Jeol
(L. Brabec, m. 331)

Praktikum III – Mikroskopie rastrovací sondou studuje nanosvět
(H. Tarábková, m. 05 v suterénu)

Praktikum IV - Příprava, charakterizace a aplikace zpevňovacích gelů za účelem ochrany kamenných památek v České republice.
(M. Remzová, m. 610 a 611 v Centru pro inovace)

Praktikum V - S hmotnostním spektrometrem zaletíme zkoumat Titan, Saturnův největší měsíc
(I. Zymak, m. 210)

Praktikum VI- Hmotnostní spektrometrie SIFT-MS pomáhá medicíně- analýza dechu a diagnostika chorob
(K. Dryahina, lab. analýzy dechu m. 216)

Praktikum VII - Molekuly silně zachytávající elektrony
(J. Fedor, lab. klastrů m.9 v přízemí)

Praktikum VIII - Stanovení spektra vzduchu vysoce rozlišenou infračervenou spektroskopií
(A. Knížek, lab. spektroskopie vysokého rozlišení m.02 v suterénu)

Praktikum IX -Nukleární magnetická rezonance - NMR spektroskopie
(M. Lamač, učebna EDU v přízemí (za sálem) a lab. s přístrojem NMR)

Praktikum X - Elektronová paramagnetická rezonance (EPR)
(M. Horáček, lab. molekulární katalýzy m. 408)

Praktikum XI - Chytrý nátěr, který čistí vzduch i povrchy budov (fotokatalýza na TiO₂)
(R. Žouželka, lab. Centra pro inovace, m. 604)

		skupina 1	skupina 2	skupina 3	skupina 4	skupina 5
Pondělí	<i>dopoledne probíhá registrace a úvodní přednášky, neprobíhají žádná praktika</i>					
19.8.	13:30-15:00	Praktikum X M. Horáček	Praktikum II L. Brabec	Praktikum V I. Zymak	Praktikum VI K.Dryahina	Praktikum I M.Bouša
Úterý	10:30-12:00	Praktikum I M.Bouša	Praktikum X M. Horáček	Praktikum III H.Tarábková- Janda	Praktikum VIII A. Knížek	Praktikum VI K.Dryahina
20.8.	13:30-15:00	Praktikum VI K.Dryahina	Praktikum III H.Tarábková- Janda	Praktikum I M.Bouša	Praktikum X M. Horáček	Praktikum VIII A. Knížek
Středa	10:30-12:00	Praktikum VIII A. Knížek	Praktikum XI R.Žouželka	Praktikum IV M. Remzová	Praktikum IX M. Lamač	Praktikum VII J. Fedor
21.8.	13:30-15:00	Praktikum XI R.Žouželka	Praktikum V I. Zymak	Praktikum VII J. Fedor	Praktikum II L. Brabec	Praktikum IX M. Lamač
Pátek	<i>dopoledne jsou 1x praktika</i>					
23.8.	10:30-12:00	Praktikum IV M. Remzová	Praktikum VII J. Fedor	Praktikum VIII A. Knížek	Praktikum XI R.Žouželka	Praktikum III H.Tarábková- Janda

Ve čtvrtek 22.8. probíhají dopoledne 2x workshopy a 1x odpolední exkurze na UK Praha

Praktické měření:

Řádkovací elektronový mikroskop I – výklad s ukázkami

Připravil: RNDr. Libor Brabec, CSc.; libor.brabec@jh-inst.cas.cz

Oddělení struktury a dynamiky v katalýze

Princip řádkovací elektronové mikroskopie

V hlavici evakuovaného tubusu emitují ze žhaveného kovového vlákna elektrony, jsou soustředěny do svazku a urychleny elektrickým polem. Po dalším zúžení clonkami a elektromagnetickou optikou dopadá paprsek elektronů na vzorek. Po jeho povrchu přejíždí paprsek po řádcích ve vymezeném obdélníku. To umožňuje elektromagnetická cívka podobným způsobem jako v obrazovkách klasických televizorů. Detegovány jsou pak buď elektrony primární odražené, anebo elektrony sekundární, vyražené z povrchu vzorku. Podrobného obrazu s vysokým zvětšením se dosahuje pomocí elektronů sekundárních. **Nevodivé vzorky je nutno naprášit** tenkou kovovou vrstvou kvůli odvádění elektrického náboje.**

Přístrojové vybavení:

K dispozici je řádkovací elektronový mikroskop JEOL JSM-5500LV z roku 2001. Kinetickou energii elektronů lze nastavit v rozmezí 1-30 keV (urychlovací napětí činí 1-30 kV). Detekci sekundárních elektronů lze dosáhnout zvětšení 100.000×, s rozlišením cca 10 nm (rozeznatelná vzdálenost mezi dvěma objekty). Detektor zpětně odražených elektronů slouží do zvětšení cca 5.000× zejména v režimu „Low Vacuum“: nízké vakuum je vhodné k prohlížení vzorků obsahujících vodu (vzorky biologické), neboť se zpomaluje její vypařování. Přitom odpadá naprašování kovem: jednak je povrchový náboj zčásti odváděn vodní párou, jednak se jím odražené elektrony příliš neodchylují, na rozdíl od nízkoenergetických elektronů sekundárních.

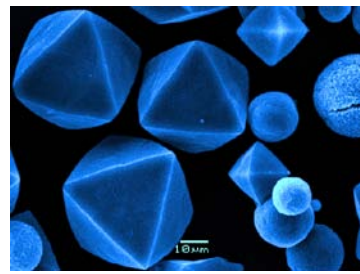
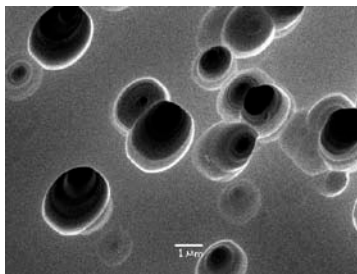
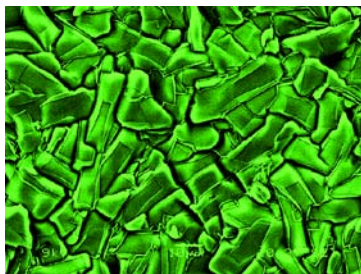
Polohu vzorku ve vakuové komoře lze měnit s přesností 0,001 mm pomocí elektromagnetických šroubů (vpředu). Vzorek lze zvenku také naklánět nebo jím otáčet.

**Naprashování vzorků:

Kovová vrstvička je na **nevodivé vzorky** nanášena naprašovačkou BAL-TEC SCD 050 v doutnavém výboji za nízkého tlaku (argon, 5×10^{-2} mbar). Vrstva Pt o tloušťce asi 10 nm je naprášena za 1 minutu. Platina nebo zlato se k pokovení užívají pro jejich chemickou stálost. Disk Pt nebo Au je ve vakuové komoře naprašovačky zapojen jako katoda. Ve výboji naň dopadají urychlené kationty inertního plynu a do prostoru komory jsou tak rozprašovány shluky atomů kovu.

Zaměření laboratoře:

Laboratoř se zabývá převážně studiem materiálů s definovanou sítí mikropórů (průměr 0,3-1,5 nm) v podobě krystalických prášků nebo polykrystalických vrstev-membrán. Sledovány jsou velikosti a tvary krystalů a jejich uspořádání ve vrstvách. Vnitřní morfologii vzorků lze studovat spojením mikroskopie s leptáním, při němž leptací činidlo (HF) proniká určitým způsobem do vrstev nebo jednotlivých krystalů. Zpětně odražené elektrony jsou využívány při snímkování výbrusů porézního materiálu (keramika Al_2O_3 nebo porézní ocel), vyplněného epoxidem (C, H, O). Odraz je totiž intenzivnější od ploch, obsahujících těžší prvek (Al, Fe). Z většího počtu snímků je možné pomocí stochastické rekonstrukce získat trojrozměrnou repliku porézního materiálu.

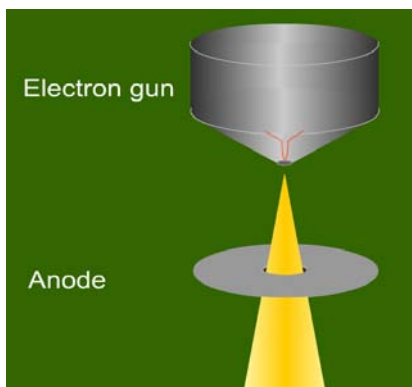


Popis hlavních částí a dějů



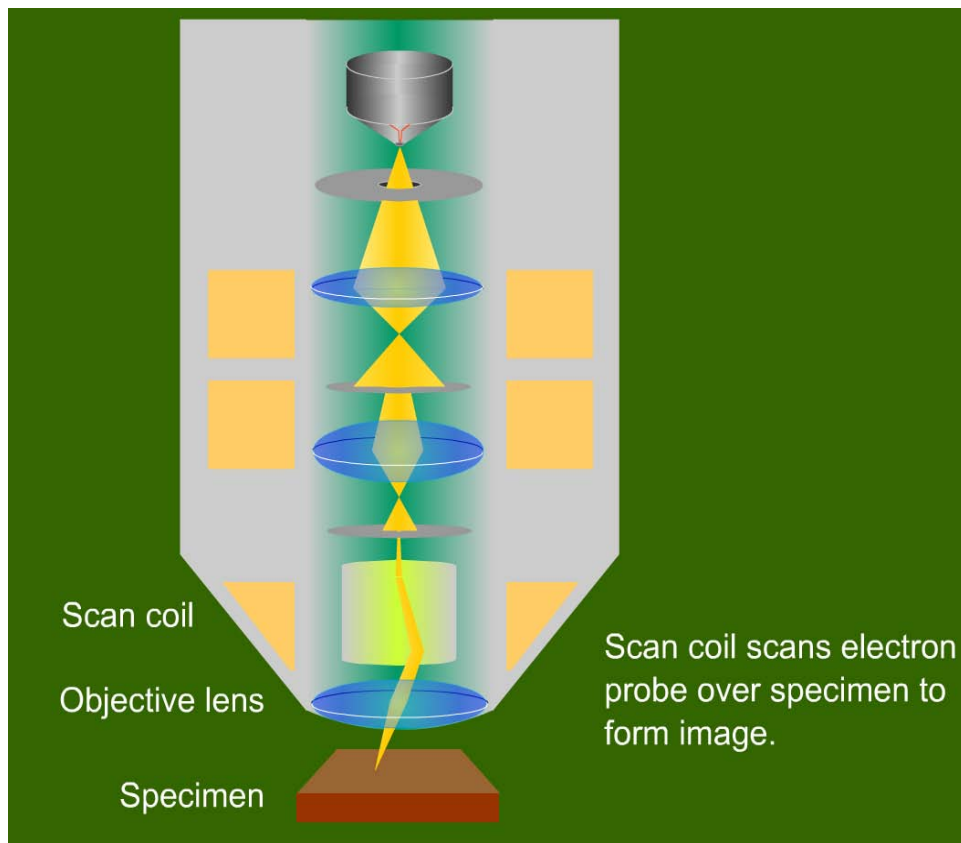
Electron gun

Wehneltův válec (kužel)



Electron gun

Anode



Zdroj elektronů:

Elektrony vylétají z elektricky žhaveného wolframového drátku, tvarovaného do písmene „V“. Držák s drátkem je umístěn ve Wehneltově válci, či spíše kuželi s otvorem ve vrcholu. Elektrony jsou jím odpuzovány. Otvorem proletí pouze elektrony s patřičnou rychlostí (energií) a směrem letu. Teprve tyto elektrony mohou být dále urychleny anodou (destičkou s otvorem, nabitou vůči drátku kladným napětím 1 – 30 kV).

Dráha paprsku ke vzorku:

Svazek elektronů prochází postupně třemi clonkami a elektromagnetickými čočkami, podobně jako světlo clonkami a skleněnými čočkami v mikroskopu optickém. Účelem je odstranit elektrony rozptýlené a soustředit zbývající do úzkého svazku. Na konci tubusu prochází paprsek skenovací cívkou (*scan coil*), jejíž elektromagnetické pole se mění tak, aby se paprsek elektronů pohyboval po řádcích ve vymezeném obdélníku. Po opuštění tubusu a vletu do komory se vzorkem letí elektrony prostorem bez elektromagnetického pole, tedy bez možnosti fokusace. Je proto vhodné, vzorek pokud možno přiblížit k ústí tubusu.

Řádkování na povrchu vzorku:

Vymezená obdélníková plocha na povrchu vzorku se zmenšuje s rostoucím zvětšením, délka řádku se zkracuje. Při zvětšení 100× je délka řádku 1,3 milimetru, při zvětšení 100.000× pak 1,3 mikrometru. Při něm je nutno volit pomalé řádkování kvůli potlačení elektronického šumu. Snímání obrazu pak trvá jednu minutu. Pro zvětšení do 3.000× postačí doba snímání 10 sekund.

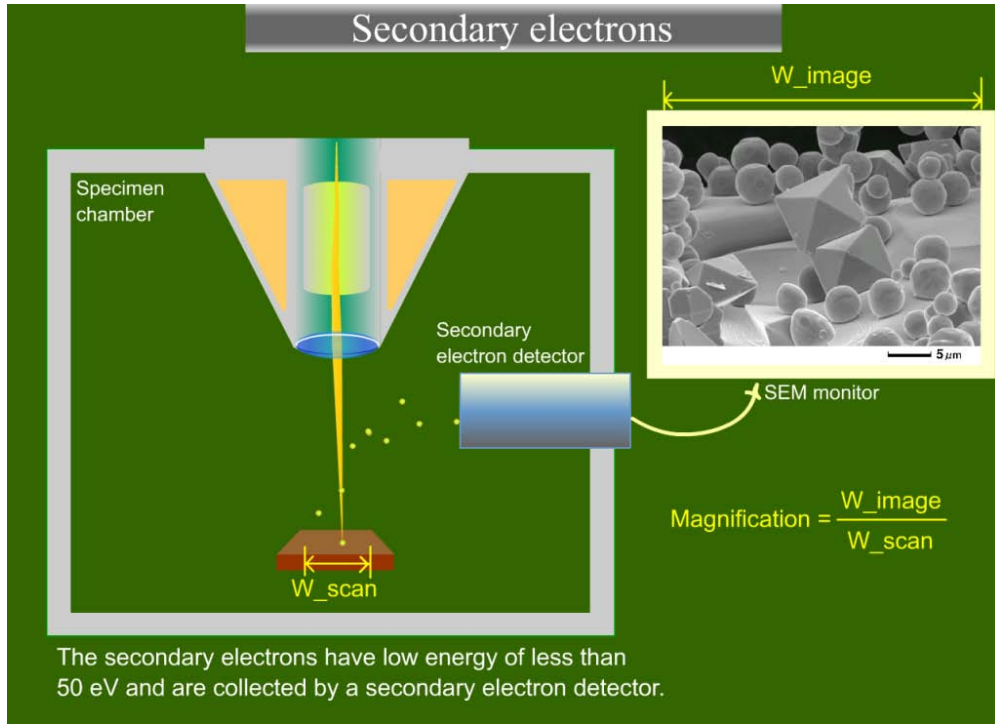
Detekce odražených primárních elektronů:

Využívá se při malých zvětšeních (cca do 5.000×) především u biologických vzorků. Elektrony z paprsku si po odrazu od vzorku veskrze udrží původní rychlost (tj. energii 1 – 30 keV). Odrážejí se pod různými úhly, nejčastěji však pod úhly nepřilíš vzdálenými úhly dopadu primárního svazku. Záchytné destičky (senzory) se

proto umisťují kruhově kolem tohoto svazku při ústí tubusu. Primární elektrony se hojněji odrážejí od těžších atomů. Tak lze zjistit např. ostrůvky různých kovů ve slitinách – na hladké ploše jsou světlé nebo tmavé skvrny.

Detekce sekundárních elektronů:

Je znázorněna na obrázku. Sekundární elektrony vyletují z povrchu jednak s nízkou energií (kolem 20 eV), jednak do různých směrů. Je proto třeba urychlit je směrem k detektoru napětím 10 kV. Zde narážejí na jiskřící (scintilační) destičku. Tok elektronů se tak mění na tok fotonů. Světelné záblesky jsou pak zpracovány na zesílený elektrický signál, vedený do počítače a monitoru.

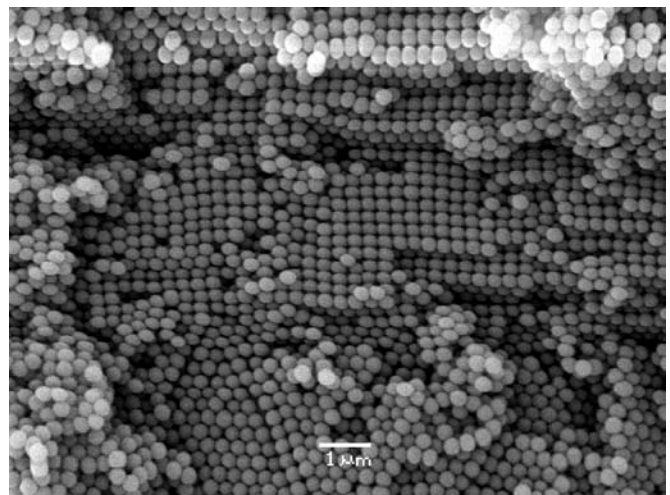
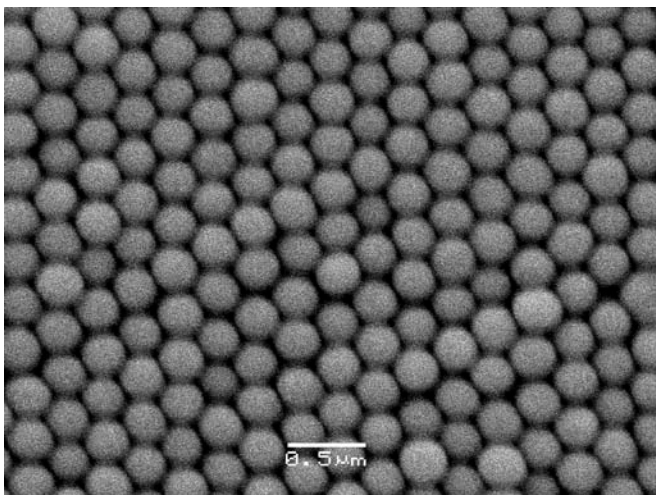


Získaný obraz:

Obraz – obdélník na obrazovce - obsahuje přesný počet čtverečků (pixelů): 1280×960 (poměr stran 4/3). Každý pixel má určitý odstín šedi z možných 256 odstínů. Odstín odpovídá počtu (intenzitě) detegovaných elektronů v příslušném okamžiku. Z plošek, k detektoru přivrácených, je tato intenzita vyšší než z plošek odvrácených nebo z prohlubní. Tak lze z obrazu, stejně jako z fotografie, získat prostorovou představu o pozorovaném povrchu nebo částicích.

Ukázka tzv. koloidního krystalu, složeného ze samovolně uspořádaných kuliček siliky (amorfni SiO₂).

Velikost kuliček je čtvrt mikrometru (250 nm).



Poznámky k úloze:

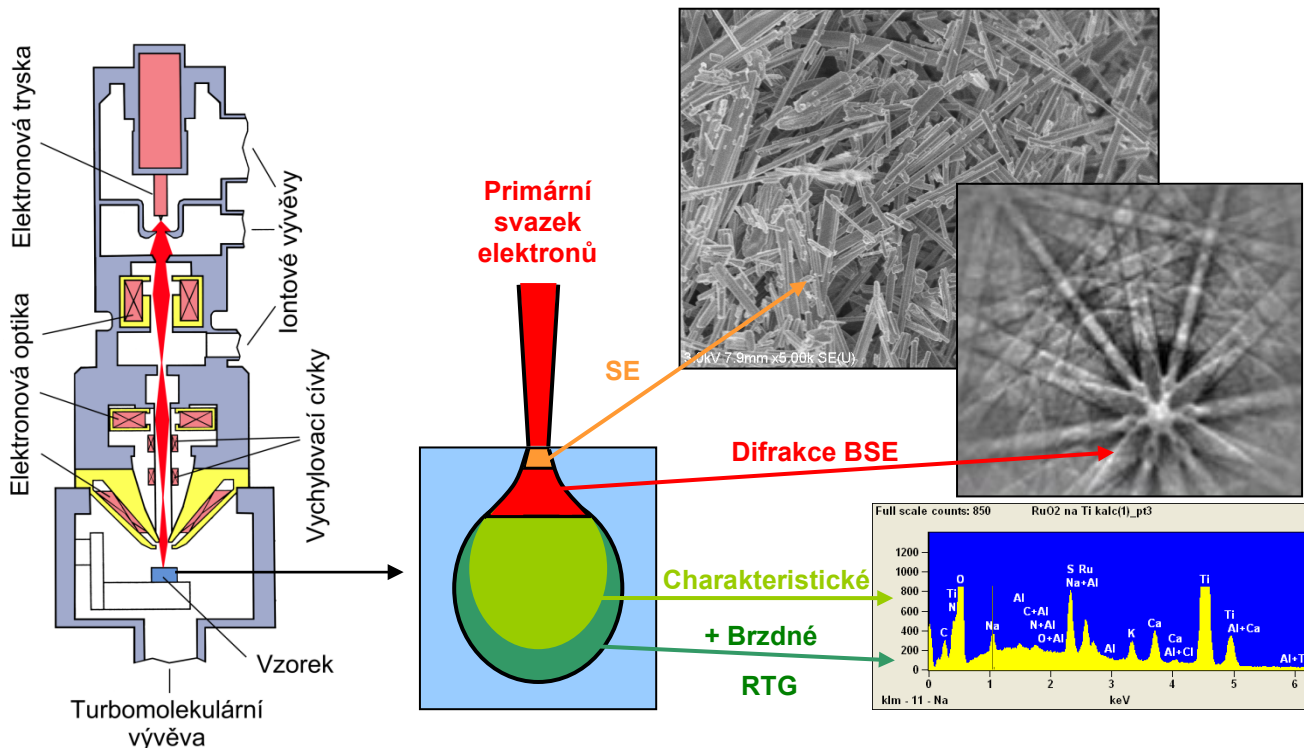
Pracoviště elektronové mikroskopie II – EDX (EDS)

Připravil: RNDr. Milan Bouša, Ph. D.; milan.bousa@jh-inst.cas.cz

Oddělení elektrochemických materiálů

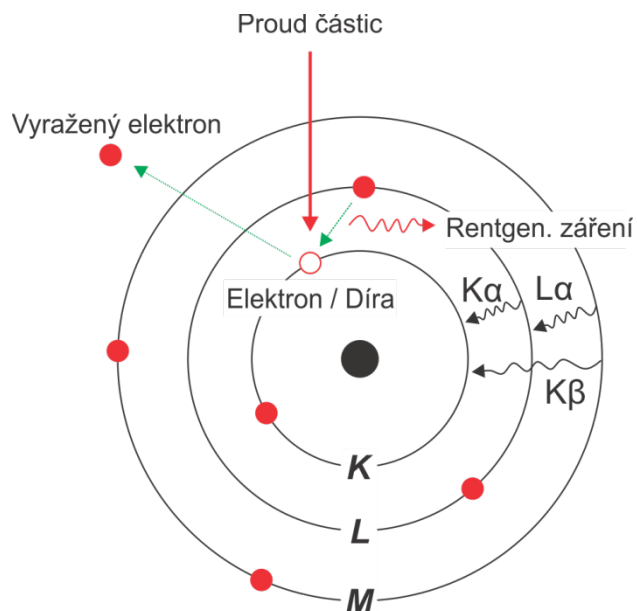
Přístrojové vybavení:

Jak již bylo podrobně popsáno v první části, v elektronovém mikroskopu se k zobrazování využívá svazku urychlených elektronů. V porovnání s fotonem viditelného světla to přináší zlepšení rozlišovací schopnosti o tři řády. V rastrovacím mikroskopu je rozlišovací schopnost dána také průměrem svazku elektronů. Úkolem elektronové optiky je právě dosažení co nejmenšího průměru při zachování co nejvyšší intenzity. Urychlené elektrony vyvolají po dopadu na vzorek různé druhy odezvy. Sekundární elektrony (*secondary electrons SE*) vznikají v těsné blízkosti dopadu svazku a slouží pro vytváření obrazu ve vysokém rozlišení (~ 2 nm). Další odezvy vznikají již ve větším objemu vzorku a rozlišovací schopnost je úměrně menší. Množství odražených elektronů (*backscattered electrons BSE*) je více závislé na složení vzorku. Kromě toho BSE jsou v krystalickém materiálu rozptylovány a vzniklé obrazce poskytují krystalografické informace. **Velmi důležitou odezvou je také charakteristické rentgenové záření, jehož detekci a následným vyhodnocením se zjišťuje elementární (prvkové) složení vzorku (metoda EDX).** V naší laboratoři najdete **rastrovací elektronový mikroskop S 4800** (Hitachi, Jap.), vybavený dvěma detektory SE s možností detekce BSE, snímačem difrakčních obrazců BSE (HKL, Dánsko) a **detektorem RTG** záření s polovodičovým spektrometrem (Noran, USA).



Princip EDX (EDS)

Metoda EDX (**E**nery-**D**ispersive **X**-Ray Spectroscopy) se využívá k prvkové analýze na základě interakce atomů vzorku s proudem nabitých částic (u elektronového mikroskopu vysoce nabitých elektronů). Tato interakce je charakteristická pro každý prvek periodické tabulky a proto lze ve výsledném spektru sledovat složení pozorovaného materiálu. Každý prvek má elektrony uvnitř elektronového obalu uspořádané na diskrétních energetických hladinách. Elektrony mohou být popsány kvantovými čísly a například hlavní kvantové číslo udává „vzdálenost“ hladin (slupek) od jádra. Tyto hlavní slupky se označují **K**, **L**, **M**, atd. Nabitě elektrony dopadající na vzorek mohou po dopadu na atom způsobit excitaci a „vyrazení“ některého elektronu v základním stavu z vnitřní slupky a vytvořit takzvanou elektronovou díru, neboli místo s deficitem elektronu. Elektron z vyšší slupky (ve snaze o snížení energie systému) zaplní vzniklou elektronovou díru a energetický rozdíl mezi oběma stavy elektronu je vyzářen ve formě **rentgenového záření**. Toto záření je ovlivněno energiemi slupek (tedy strukturou elektronového obalu atomu) a je proto **charakteristické pro každý chemický prvek**. Při měření lze navíc sledovat přechody elektronů mezi různými slupkami, např. $K\alpha$, $K\beta$, $L\alpha$ (viz. obrázek), je však třeba počítat s možnými omezeními jako je překryv některých píků ve spektru, například $Mn(K\beta)$ a $Fe(K\alpha)$. U nehomogenních vzorků je dále třeba počítat s tím, že průchod rentgenového záření objemem vzorku a jeho následná detekce jsou závislé na energii rentgenového záření a dále na hustotě a množství vzorku, kterým toto vybuzené záření musí projít.

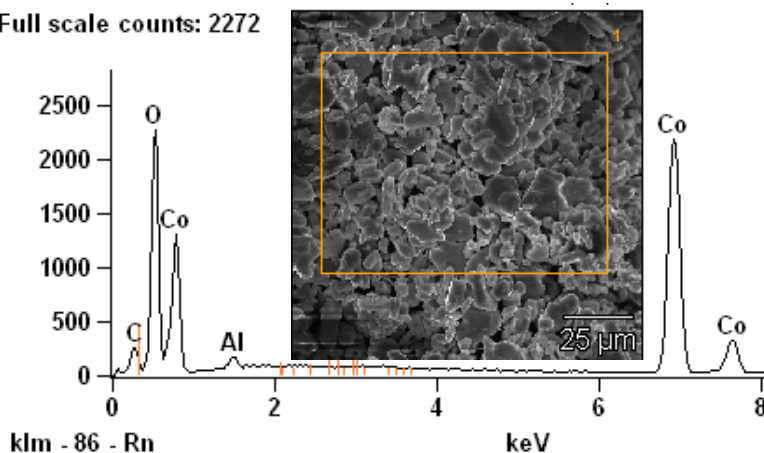


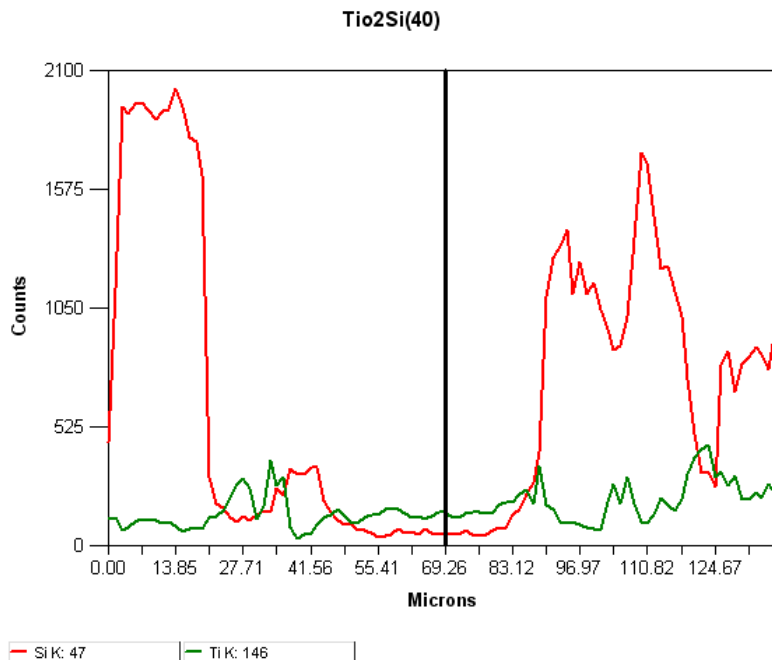
Příklady možností systému EDX:

Měření spekter zaměřené oblasti, definovaných bodů, apod.

(Na obrázku je ukázka spektra krystalického $LiCoO_2$ z oblasti přibližně $7 \times 10^{-3} \text{ mm}^2$)

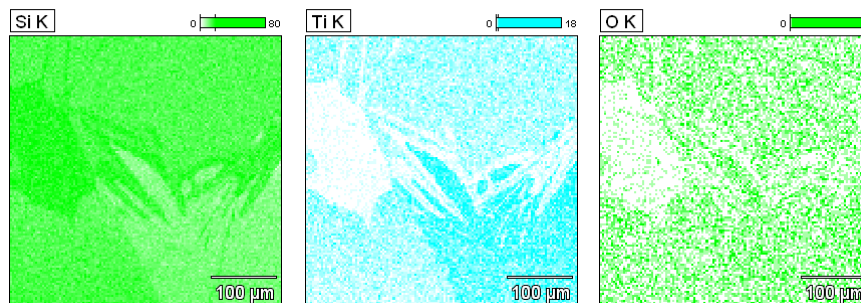
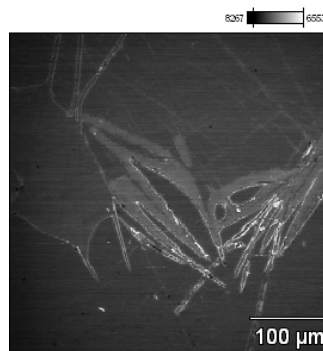
Full scale counts: 2272





Analýza distribuce prvků měřená podél lineárního profilu.
(Měření obsahu Si(K α) a Ti(K α))

Plošné mapování zastoupení jednotlivých prvků. Vytváření 2D a 3D map podle zadaných kritérií.
(Mapa znázorňující kvantitativní zastoupení Si, Ti a O ve vzorku zeolitu pokrytého vrstvou lipidů)



Zaměření laboratoře:

Laboratoř působí v rámci oddělení elektrochemických materiálů. Pomocí metod řádkovací elektronové mikroskopie a EDX spektroskopie studuje nanomateriály jako je TiO₂, uhlíkové nanotrubičky, nanodiamanty a mnohé další, vhodné pro využití v elektrochemii, například v bateriích a solárních člancích. Těmito metodami lze zkoumat rozměr, tvar či strukturu daných materiálů a samozřejmě také jejich elementární chemické složení (například v případech, kdy velmi malé množství příměsi prvku v připravovaném materiálu má za následek podstatnou změnu požadovaných vlastností).

Poznámky k úloze:

Praktikum: Hmotnostní spektrometrie: analýza složitých směsí organických látek

lektor: Mgr. Kseniya Dryahina, Ph.D. (v laboratoři 216)

Princip

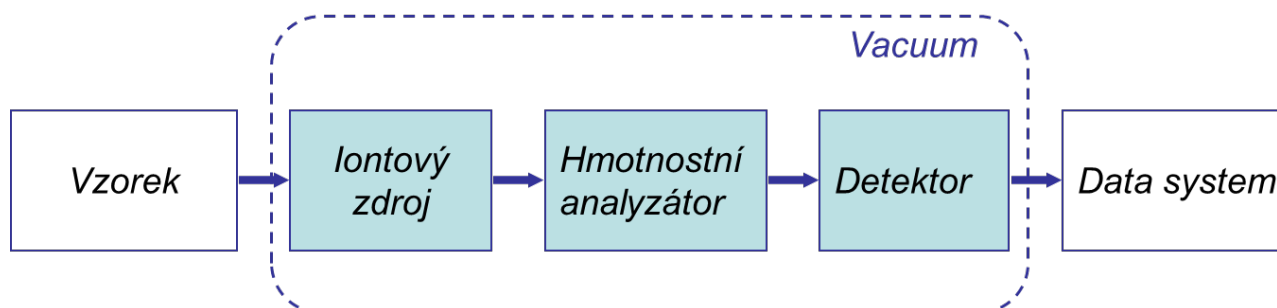
Hmotnostní spektrometrie se používá pro stanovení složení vzorku na základě určení hmotnosti atomů nebo molekul. Tato analytická technika je založená na separaci elektricky nabitých částic podle **poměru jejich hmotnosti k náboji** v elektrických nebo magnetických polích. Hmotnostní spektrometrie se tedy zabývá ionty v plynné fázi.

Historie

Počátky hmotnostní spektrometrie sahají do konce 19. století, kdy byly prozkoumány principy pohybu nabitých částic v elektrickém a magnetickém poli. Za zakladatele hmotnostní spektrometrie je považován anglický vědec Sir J.J. **Thomson** (1856–1940), který v roce 1897 **objevil elektron** při provádění pokusů s katodovou trubicí, ve které částice emitované ze žhavicího vlákna procházely elektrickým a magnetickým polem a byly těmito poli vychylovány. Thomson poprvé předpověděl možné využití této techniky v chemické analýze.

Hmotnostní spektrometry se skládají ze tří modulů

- Prvním modulem je **zdroj iontů**, jímž lze převést molekuly plynu na ionty
- Druhým modulem je **hmotnostní analyzátor**, který třídí ionty podle jejich hmotnosti s použitím elektromagnetických polí
- Třetím modulem je **detektor**, který měří proud dopadajících iontů a tak poskytuje data.



Plynová chromatografie s hmotnostní spektrometrií (GC/MS)

Plynová chromatografie (GC) je separační fyzikálně chemická metoda pro separaci a analýzu směsí látek, jejímž základním principem je rozdělování složek směsi mezi mobilní a stacionární fázi. **Stacionární fázi**, kterou je naplněna chromatografická kolona, může být pevná látka (silikagel, aktivní uhlí a jiné) či viskózní kapalina, která je nanášena v tenké vrstvě na inertní nosič. Separace látek probíhá v koloně se stacionární fází, kterou prochází nosný plyn (**mobilní fáze**).

Na začátku kolony se složky vzorku sorbují ve stacionární fázi a následně desorbují zahřátím a jsou zachycené nosným plynem, který složky postupně unáší ke konci kolony. Přičemž každá složka se kolonou pohybuje svou vlastní rychlostí a směřuje do detektoru.

Spojení hmotnostní spektrometrie s plynovou chromatografií v 60. letech 20. století předznamenalo široké využití v multikomponentní analýze složitých směsí organických látek.

Postup měření:

- Získání hmotnostního spektra stopových látek ve vzorku. Interpretace spektra s použitím chemické ionizace H_3O^+ .
- Stanovení hlavních produktů a studium kinetiky reakci vybraných látek
- Stanovení koncentrace vybraných látek v lidském dechu. Statistické vyhodnocení opakovatelnosti, intraindividuálních a interindividuálních rozdílů.

Poznámka:

Praktické měření:

Molekuly silně zachytávající elektrony

Připravil: Mgr. Juraj Fedor, Ph.D.; Oddělení chemie iontů a klastrů
juraj.fedor@jh-inst.cas.cz

Motivace:

V elektrárnách a rozvodových sítích vysokého napětí se běžně pracuje s elektrickým napětím v řádu desítek tisíc voltů. Když je potřeba obvod s takovým napětím rozpojit, není to možné udělat s použitím běžného vypínače: došlo by k elektrickému průrazu a proud by tekl nadále ve formě obloukového elektrického výboje. Ve výboji jsou dominantními nosiči elektrického proudu volně letící elektrony. Vysokonapěťové spínače se proto plní plynem, který silně zachycuje volné elektrony a takto zabráňuje vzniku výboje.

Za tímto účelem se používá prakticky výhradně *fluorid sírový*, SF_6 . Je to inertní těžký plyn, který velmi efektivně váže pomalé, volně letící elektrony



Tento proces probíhá s velmi vysokou účinností (má vysoký tzv. účinný průřez). Díky takovému zachytávání elektronů nedojde k elektrickému průrazu a k zapálení výboje, díky tomu vysokonapěťový spínač může plnit svou funkci.

S používáním SF_6 je ale spojený vážný problém: jedná se o plyn, který při případném úniku způsobuje silný skleníkový efekt. Jeho Global Warming Potential (GWP) je 23900. GWP je číslo, které určuje, jak silně jedna molekula dané látky přispívá ke globálnímu oteplování v porovnání s jednou molekulou CO_2 . V EU je jeho použití zakázáno ve všech oblastech s výjimkou vysokonapěťové izolace. Není totiž znám žádný jiný plyn, který by byl tak dobrým elektrickým izolantem a zároveň měl všechny požadované vlastnosti.

Hledání náhrady SF_6

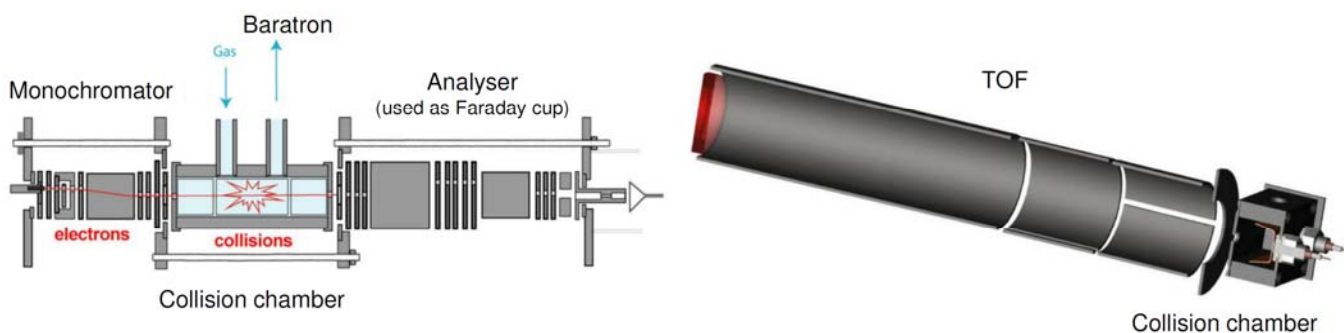
V současnosti je vytipováno několik desítek kandidátů - plynů, které by potenciálně mohly sloužit jako náhrada SF_6 ve vysokonapěťových izolacích. Vesměs se jedná o nově syntetizované látky, které jsou přímo testovány, zda-li zhasí obloukový výboj. V každém případě vhodný plyn musí splňovat řadu kritérií a u převážné většiny těchto nových látek není známá většina fyzikálních vlastností, které případné splnění nebo nesplnění těchto kritérií předurčují. Nutná kritéria zahrnují například:

- Vysoký účinný průřez pro záchyt volných elektronů
- Nízký GWP
- Netoxicity, jak samotného plynu, tak rozpadových produktů, které vzniknou při zapálení případného krátkodobého výboje (přeskočení jiskry)
- Plynné skupenství i při teplotách okolo -40 C .

Naše laboratoř se ve spolupráci s jinými pracovišti a firmami věnuje charakterizaci plynů, které mohou v budoucnu SF_6 nahradit. My se konkrétně věnujeme především měření první z výše uvedených vlastností – toho, jak efektivně molekuly zachytávají volné elektrony. Částečně se také dotýkáme třetího problému, když identifikujeme rozpadové produkty plynů po interakci s elektrony.

Přístrojové vybavení:

Na měření účinných průřezů se používá spektrometr elektronového záchytu. V něm se volné elektrony vyrábějí termoemisí z rozžhaveného vlákna katody. Sérii elektrod jsou pak formovány do paprsku s přesně definovanou energií (taková série elektrod se nazývá trochoidální elektronový monochromátor). V srážkové komůrce, která je naplněná zkoumaným plynem, elektrony interagují s jeho molekulami. Některé srážky vedou k záchytu elektronu na molekuly a vytvoření záporně nabitých iontu, podobně jako v procesu (1).



Vzniklé anionty jsou analyzovány v přeletovém hmotnostním spektrometru (time-of-flight, TOF), který je umístěn kolmo na dráhu elektronového paprsku. Jedná se o krátkou trubici, do které jsou anionty vytaženy ze srážkové komůrky krátkým pulzem vysokého napětí. Čím těžší je iont, tím pomaleji doletí k detektoru. Díky tomu se ionty za dobu přeletu rozdělí podle svých hmotností. Detektor umístěný na konci přeletové trubice je přes sérii detekční elektroniky spojen s počítačem a zaznamenává časovou závislost iontového signálu. Získáme tak informaci, kolik iontů se ve srážkové komůrce vytvořilo a díky tomu můžeme kvantifikovat, nakolik je záchyt elektronů na daný plyn efektivní, tj. určit účinný průřez.

Celý experiment probíhá ve vysokém vakuu kvůli potřebě mít dobře definovaný svazek volně letících elektronů a možnosti jednotlivě detekovat (počítat) anionty.

Praktická měření

Během praktika se budeme věnovat právě plynu SF_6 . Proces (1) je sice dominantním, ale ne jediným reakčním kanálem při interakci SF_6 s elektronem. Naměříme, jaké další rozpadové produkty vznikají a o kolik jsou slabší než hlavní rozpadový kanál. Ukážeme si při tom funkční princip a analýzu dat z přeletového hmotnostního spektrometru.

Poznámky k úloze:

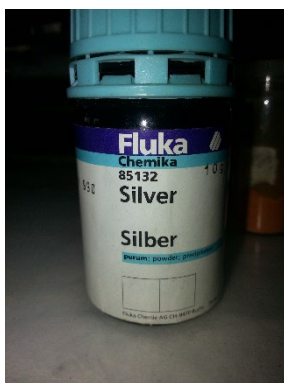
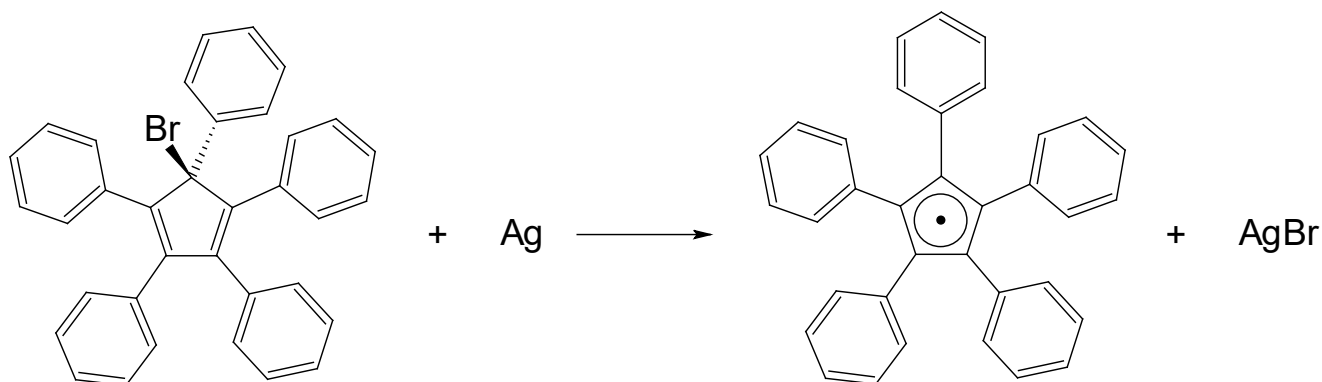
Elektronová paramagnetická rezonance (EPR)

Laboratoř: Molekulární katalýzy

Oddělení: Molekulární elektrochemie a katalýzy

Lektor: Mgr. Michal Horáček, Ph.D.

Cíl praktika: Cílem praktika je představit EPR spektroskopii jako užitečný nástroj při získávání informací o struktuře zkoumané látky. Po seznámení se se základními principy EPR spektroskopie bude na reálném příkladu pentafenylcyklopentadienylového radikálu předvedeno měření tohoto radikálu na EPR spektrometru a vyhodnocení získaných spekter. Bude ukázáno, jak struktura měřeného radikálu ovlivňuje tvar získaného spektra.



Obrázek 1. Příprava pentafenylcyklopentadienylového radikálu pro EPR měření.

Úkol:

1. Předpovědět EPR spektrum radikálu Ph_5C_5 .
2. Porovnat naměřené spektrum této sloučeniny s předpokládaným spektrem.
3. Určit g-faktor nepárového elektronu v této sloučenině.
4. Určit štěpící konstantu jednotlivých H atomů.

EPR spektroskopie:

EPR je technika užívaná k detekci látek obsahujících nepárové elektrony; slouží k studiu jejich elektronové struktury a reaktivity. V EPR spektroskopii se využívá **interakce** magnetického momentu **elektronu** s vnějším magnetickým polem, která vede v tzv. Zeemanovu efektu. Zeemanův efekt způsobuje rozštěpení energetických hladin elektronu vlivem magnetického pole. Princip EPR spektroskopie spočívá v působení mikrovlnného záření o více méně konstantní energii $h\nu$ na vzorek umístěný v magnetickém poli. Když se energie tohoto záření rovná rozdílu energií obou spinových stavů, dojde k absorpci mikrovlnného záření, které převádí nižší energetický stav na vyšší, a my zaznamenáme, při jakém magnetickém poli k této absorpci dojde. Tento jev popisuje rovnice $h\nu = g_e \cdot \beta \cdot H$, které říkáme rezonanční podmínka. Principiálně je možné měřit spektra dvěma způsoby. S konstantním polem a měnící se frekvencí, nebo se stálou frekvencí a proměnným polem. Protože mnohem snadnější je vyrobit zdroj potřebného záření s dostatečně přesnou konstantní frekvencí, než s frekvencí proměnnou, postupuje se vesměs druhým způsobem. Citlivost klasických přístrojů ze sedmdesátých let byla okolo 10^{11} spinů, což je 10^{-9} mmolů. Tato citlivost je dostatečná pro množství aplikací. Absorpcí mikrovlnné energie se spinový stav o nižší energii převádí na stav s vyšší energií. Pokud by nefungovaly vratné mechanismy, zaplnili bychom stav s vyšší energií a EPR signál by nebyl dále pozorovatelný. Došlo by k jevu zvanému saturace. Naštěstí v přírodě fungují relaxační mechanismy vracející vychýlené systémy do rovnovážného stavu daného Maxwell-Boltzmannovým zákonem.

Podmínkou pro získání EPR spektra je tedy existence alespoň jednoho nepárového elektronu v atomu, molekule nebo iontu zkoumané látky. Předmětem měření jsou tedy volné radikály, které můžeme rozdělit na organické či anorganické. Další dělení radikálů je možné podle jejich životnosti. Měřit můžeme radikály, pokud jejich střední doba života přesahuje 10^{-6} s.

Více informací o struktuře zkoumané látky než je hodnota g faktoru poskytuje štěpení EPR signálu vlivem magnetických interakcí sledovaného nepárového elektronu s dalšími nepárovými elektrony a atomovými jádry. Pokud se nepárový elektron nachází v blízkosti atomu s jaderným spinem, pak dochází k interakci magnetických momentů elektronu a jádra.

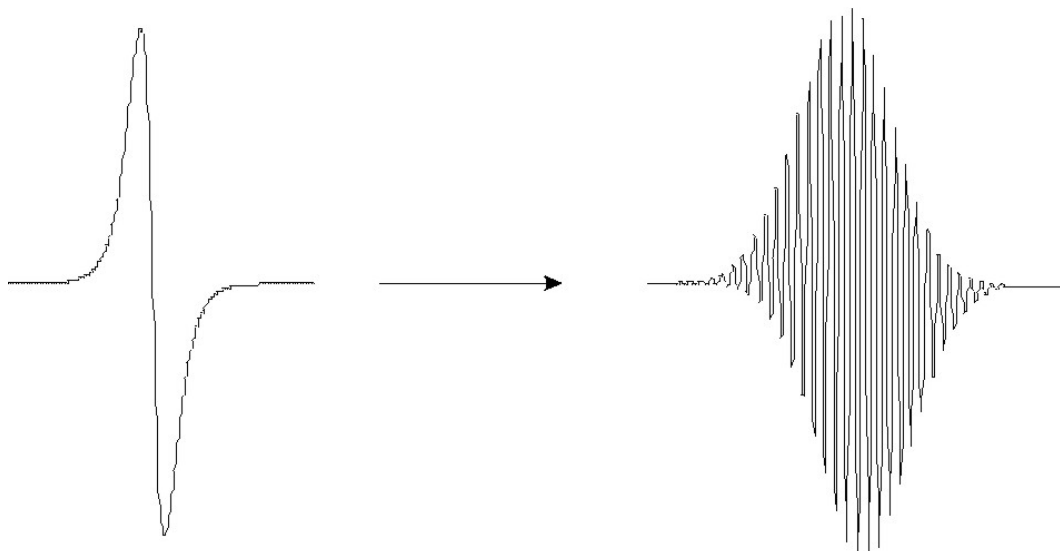
Měřicí zařízení:

Měření bude probíhat na EPR spektrometru MiniScope MS400 od firmy Magnettech. Spektrometr pracuje na principu proměnného magnetického pole při konstantní frekvenci mikrovlnného záření o velikosti 9,5GHz.



Postup měření:

Vzorek radikálu zatavený v celoskleněné kyvetě bude měřen při proměnném magnetickém poli a různé modulační amplitudě přidavného magnetického pole. Demonstrováno bude, jak změna jednotlivých parametrů měření ovlivňuje výsledné spektrum a jak je potřeba postupovat, aby nedošlo ke ztrátě informací, které je možné ze správně provedeného měření získat.



Poznámky:

Praktikum VIII: Stanovení spektra vzduchu vysoce rozlišenou infračervenou spektroskopií

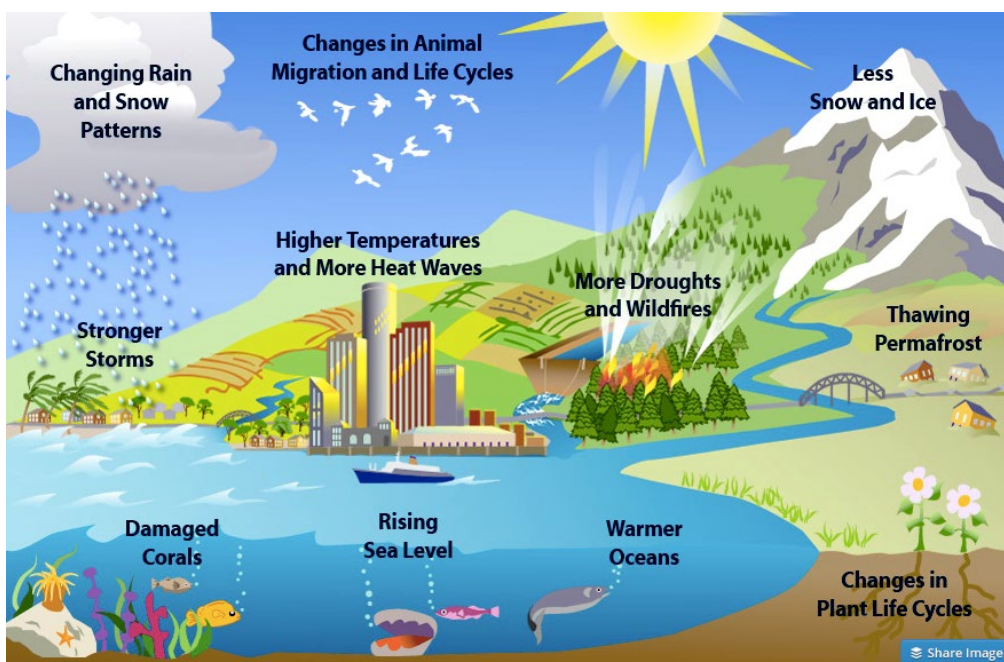
Laboratoř spektroskopie vysokého rozlišení (*suterén, místnost 02*)

lektor: Bc. Antonín Knížek

Zadání: Změřte infračervená spektra vzduchu, pomocí referenčních měření standardů (H₂O, CO₂, CH₄) přiřadte jednotlivé pásy a diskutujte vliv na globální oteplování.

Problém zvaný globální oteplování - nafouklá bublina nebo realita, co nás dohání

Globální oteplování je v současné době stále patrnějším jevem a stále výrazněji ovlivňuje klimatické podmínky na Zemi. V České republice lze jeho vliv pozorovat např. na srážkové aktivitě: srážky u nás jsou intenzivnější a kratší (přivalové deště). Při takových deštích se voda nestihne dostatečně rychle vsáknout do půdy a nedochází tak k efektivnímu doplňování podzemních vod deštěm. V celosvětovém měřítku se pak jedná o tyto projevy: prudší výkyvy teplot, extrémnější jevy v počasí, rozšiřování pouští a celkově vyšší teplota. Cyklus CO₂ na Zemi je schopen pojmout asi 90 Gt tohoto plynu za rok. Cca 56 Gt je vyplněno přirozeným koloběhem a zbytek, tj. 34 Gt, je možné zabrat člověkem. Antropogenní emise CO₂ v posledních letech však tuto hodnotu již přesahují. CO₂ se tedy nestíhá odbourávat či ukládat a jeho koncentrace na Zemi stoupá. Pomocí určení koncentrace CO₂ z ledových krust bylo zjištěno, že jeho koncentrace za poslední 1 mil. let pravidelně oscilovala a až při nástupu průmyslové revoluce a moderní civilizace překonala 400 ppm v atmosféře. Vyšší koncentrace CO₂ (a tedy vyšší parciální tlak) zapříčiňují vyšší rozpustnost ve vodě a tím okyselování oceánů (CO₂ + H₂O = HCO₃⁻ + H⁺). Pro bojování proti tomuto fenoménu je nutné snížit emise CO₂ a najít využití pro CO₂ již emitovaný (např. umělá fotosyntéza). V každém případě je však nutné umět stanovit jeho koncentraci a také koncentraci ostatních skleníkových plynů.

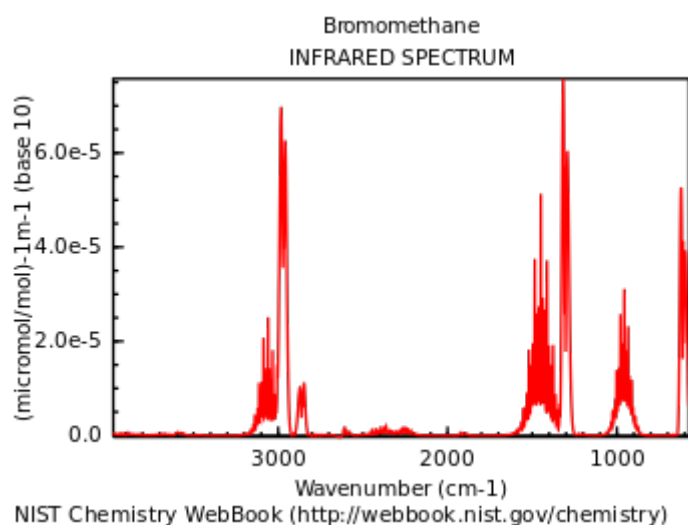


Obr. 1: Vlivy globálního oteplování v celosvětovém měřítku.

(zdroj obrázku 1:

<https://media.licdn.com/mpr/mpr/AEEAAQAAAAAAAA3nAAAAJDQxZWE0YTQxLTJmZmMtNGRhMi1iN2ZjLTlyNTUzYzVmZmFINQ.png>)

Infračervená spektroskopie - princip metody: Infračervená spektroskopie se zabývá interakcí tepelného záření s hmotou. Při této interakci dochází k excitaci molekul na vyšší rotačně-vibrační hladiny, příp. k deexcitaci na hladinu nižší. Strukturu rotačně vibračního pásu si vysvětlíte během praktika. Každá molekula má specifické pásy a lze ji dle jejich spekter jednoznačně určit. Některé funkční skupiny (např. karbonylová skupina, karboxylová skupina, C-C vazba, O-H vazba, apod.) mají tzv. typické pásy, které se u všech molekul nachází přibližně při stejném vlnočtu. Při měření vysoce rozlišených spekter však uvidíme, že i tam lze najít drobné rozdíly.



Obr. 2: Infračervené spektrum bromethanu s typickou strukturou pásů.

Jednotky v infračervené spektroskopii:

V infračervené spektroskopii se typicky používá pro určení vlnové délky tzv. vlnočet $\tilde{\nu}$. Platí, že $\nu = \frac{c}{\lambda} = c\tilde{\nu}$,

kde ν je frekvence, c je rychlost světla a λ je vlnová délka.

Typicky používaná jednotka vlnočtu je cm^{-1} .

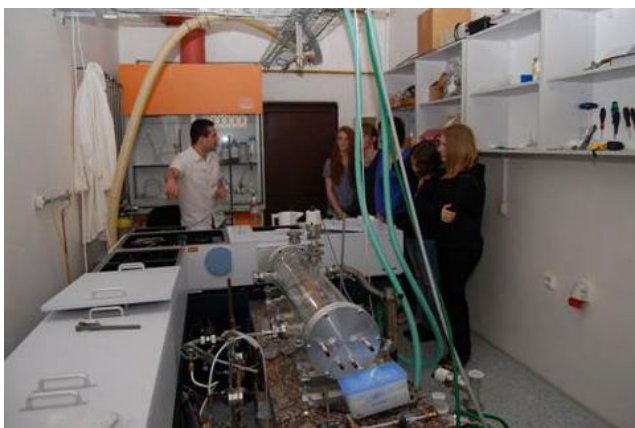
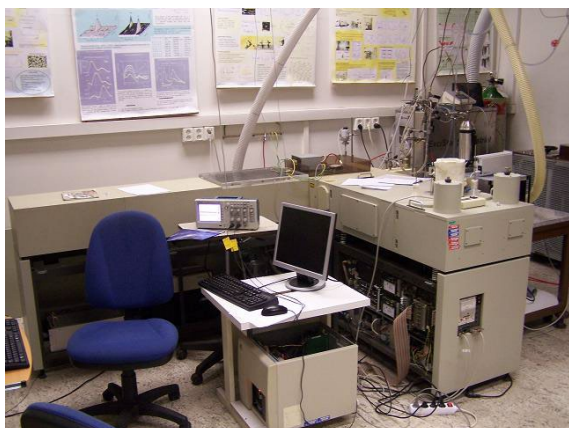
Při práci s plyny se v infračervené spektroskopii běžně používá jednotka tlaku Torr. Jedná se o starou jednotku (Torr pochází ze jména Torricelli) a platí:

1 atm = 760 Torr = 101325 Pa = 76 mm Hg.



Obr. 3: Evangelista Torricelli
(zdroj: Wikipedia)

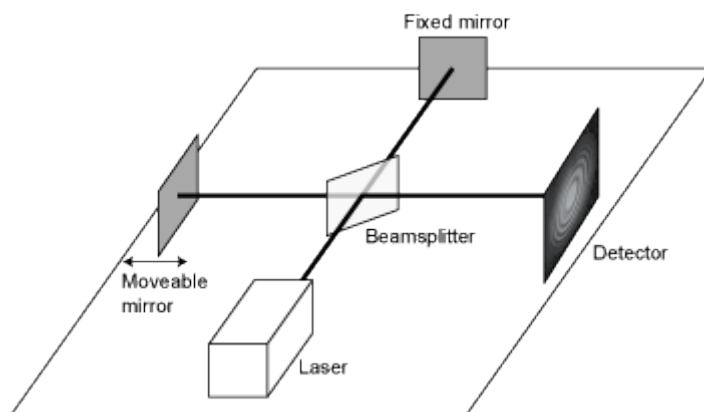
Použité měřicí zařízení - spektrometr Bruker IFS 125 HR: Jádrem spektrometru je Michelsonův interferometr (viz obr. 5). Paprsek je pomocí beamsplitteru rozdělen na dvě poloviny, odražen jedním pevným a jedním pohyblivým zrcadlem a interferometricky složen. Poté prochází do vzorku a na detektor. Detektorem je polovodičový čip. Jelikož zaznamenáváme tepelné záření, je nutné detektor chladit na teplotu kapalného dusíku (77 K). Část záření je absorbována ve vzorku a tím dochází ke vzniku absorpčních spekter. Detektor poskytuje signál ve formě závislosti intenzity záření na posuvu zrcadla. Pomocí Fourierovy transformace je pak signál přepočítán na spektrum (závislost intenzity na vlnové délce/vlnočtu).



Obr. 4: Pohled do laboratoře s přístroji Bruker IFS 120 a 125
(fota pořízeno v laboratoři; archiv ÚFCH JH)

Postup praktického měření:

Na infračerveném spektrometru Bruker IFS 125 HR nejprve změříme spektra jednotlivých plynů, tj. oxidu uhličitého CO_2 , vodní páry H_2O a metanu CH_4 . Poté změříme spektrum vzduchu a přiřadíme jednotlivé pásy příslušným látkám.



Obr. 5: Michelsonův interferometr (schéma) (zdroj: Wikipedia)

Další otázky a úkoly:

- 1) Střed pásu oxidu uhličitého se nachází přibližně při 2340 cm^{-1} . Jaké frekvenci a jaké vlnové délce odpovídá tato hodnota?
- 2) Odečtěte tlak v kyvetě při měření spekter vzduchu a vyjádřete tuto hodnotu v Pa, mm Hg a atm.

Poznámky:

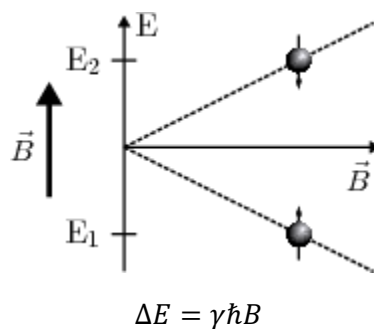
NMR spektroskopie - lektor praktika Dr. M. Lamač

Spektroskopie nukleární magnetické rezonance (NMR) je významnou analytickou metodou chemického výzkumu i praxe. Její přednosti spočívají v nedestruktivní povaze (vzorek není měřením znehodnocen) a především v množství informací o struktuře měřených látek, které je možno získat. Měření lze v principu provádět na kapalných vzorcích (v roztocích) nebo i v pevném stavu, což však vyžaduje speciální přístrojové vybavení. My se v tomto praktiku omezíme na představení NMR spektroskopie kapalných vzorků s využitím spektrometru Varian Mercury 300 (Obr. 1).



Obr. 1: Zleva: a) pohled do útroby NMR magnetu (supravodivá cívka umístěná v kryostatu – za provozu ponořená v kapalném heliu), b) náš NMR spektrometr Varian Mercury 300, c) NMR sonda, v níž probíhá vlastní měření vzorku (na předchozím obrázku je vsunuta zesponu do magnetu)

NMR využívá vlastnosti jader vybraných prvků (jejich izotopů), která se nazývá jaderný spin, a souvisí s kvantovými vlastnostmi (momentem hybnosti) elementárních částic v jádře – protonů a neutronů. Jádra izotopů s lichým počtem protonů a/nebo neutronů mají celkový jaderný spin nenulový a jsou v principu pozorovatelné NMR (nejčastěji se měří ^1H , ^{13}C , ^{19}F , ^{31}P ,...). Nenulový spin je spojen s nenulovým magnetickým dipólovým momentem. Takové jádro se tedy chová jako malý magnet a pokud ho umístíme do vnějšího magnetického pole, může se tento „magnet“ zorientovat ve směru nebo proti směru vnějšího pole (viz. Obr. 2).

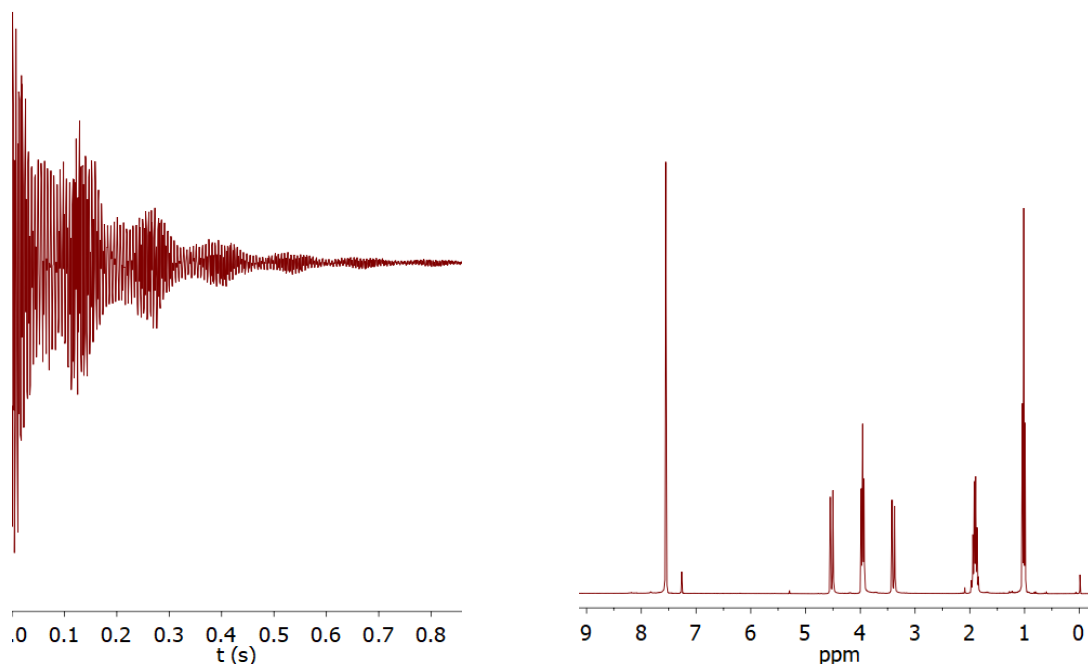


Obr. 2: Vznik dvou energetických hladin (E_1 , E_2) jaderného spinu ($1/2$) v externím magnetickém poli (B). Vysvětlivky: γ je tzv. gyromagnetický poměr (konstanta pro dané jádro), \hbar je redukovaná Planckova konstanta.

Čím silnější je magnetické pole, tím větší je energetický rozdíl mezi dvěma vzniklými spinovými stavy. Za normálních podmínek (pokojová teplota) existuje v měřeném vzorku (kde máme velmi mnoho stejných atomových jader) rovnovážný stav, kdy část jader je na nižší hladině, část na vyšší. Logicky převažují ty na nižší hladině, což je energeticky výhodnější. Během měření vysíláme na vzorek elektromagnetické záření, které způsobí přechod jader na vyšší energetickou hladinu. Pokud se energie použitého záření vyrovná energetickému rozdílu hladin studovaného jádra, dojde k rezonanci, kterou zaznameneáme jako signál ve spektru. Klíčovým faktem je, že rezonanční frekvence každého jádra v analyzované struktuře (molekule) se může mírně lišit z důvodů stínění vnějšího magnetického pole elektrony v obalech atomů, resp. v chemických vazbách. Tyto vlivy jsou ve srovnání se silou vnějšího pole nesrovnatelně slabší, ale přesto jsou měřitelné. Výsledkem je, že každé jádro s rozdílným „chemickým okolím“ se ve spektru projeví signálem s jinou rezonanční frekvencí. V praxi uvádíme frekvenční škálu spekter (osa x) jako tzv. chemický posun δ udávaný v ppm (parts-per-million), vztažený k rezonanční frekvenci vybraného standardu $\nu_{standard}$ (pro ^1H a ^{13}C NMR se používá tetramethylsilan):

$$\delta = \frac{\nu_{vzorek} - \nu_{standard}}{\nu_{standard}} \times 10^6 \text{ ppm}$$

Moderní spektrometry využívají tzv. pulzní techniky, kdy se na vzorek vyšle radiofrekvenční pulz pokrývající celé spektrum frekvencí. Následně se měří odezva vzorku způsobená návratem jader z excitovaného do rovnovážného stavu. Záznam tohoto signálu v čase (tzv. FID – Free Induction Decay) je nutné s pomocí počítače podrobit matematické operaci nazývané Fourierova transformace, jejíž výsledkem je již záznam signálu v závislosti na frekvenci, tedy požadované NMR spektrum (Obr. 3).



Obr. 3: Záznam měření na NMR spektrometru: vlevo detekovaný signál v závislosti na čase (tzv. FID), vpravo spektrum téhož vzorku po Fourierově transformaci, kde vidíme signály při různých chemických posunech.

Podle polohy signálů ve spektru a jejich tvaru (rozštěpení) a s využitím dalších složitějších technik je možné rozluštit chemickou strukturu neznámé látky, nebo alespoň přítomnost různých charakteristických funkčních skupin, apod. Intenzita signálů je přímo úměrná zastoupení daného typu jádra ve vzorku, z poměrů intenzit signálů lze tedy dedukovat molární poměry příslušných atomů v molekule, potažmo poměr různých látek ve směsi. Štěpení signálů je dáno vzájemnou interakcí jader prostřednictvím chemických vazeb, jde tedy o další informaci ukrytou v naměřených spektrech.

Kvalita naměřených spekter je závislá na síle magnetického pole, proto jsou využívány supravodivé elektromagnety, v nichž jsou cívky nabity vysokými proudy, vytvářející silné magnetické pole. Rezonanční frekvence jader je úměrná magnetickému poli, proto se k označování síly NMR magnetů místo obvyklých jednotek magnetické indukce Tesla (T) užívá číselné vyjádření rezonanční frekvence vodíkových jader při daném poli v MHz. Např. náš stroj má pole cca 7.046 T, což odpovídá zhruba rezonanci ^1H při 300 MHz. Pro srovnání, zemské magnetické pole dosahuje na povrchu hodnot 25-65 μT (tj. 0.25-0.65 Gauss), silný magnet na lednici má pole až 10 mT. Nejsilnější současné NMR magnety pracují při frekvencích až 1.5 GHz, což odpovídá poli 35.2 T.



Obr. 4: Pohled do NMR laboratoře univerzity v Bayreuthu v Německu s 1 GHz spektrometrem Bruker Aeon.

Princip NMR je využíván také jako zobrazovací metoda v lékařství. Používá se termín „magnetická rezonance“, MRI („Magnetic Resonance Imaging“) - nejspíše proto, aby se pacient nevydělil přídavným jménem „nukleární“. MRI je založeno na sledování rozdílné relaxace vodíkových atomů (v molekulách vody, lipidů, apod.) v různých typech tkání. Měřením v proměnlivém magnetickém poli je získávána informace o prostorovém rozmístění pozorovaných signálů. Zpracováním naměřených dat je pak vytvářen 3D obraz pacienta, přičemž podobu výsledného obrazu, jeho kontrast a typ zobrazovaných tkání lze měnit v závislosti na použité metodě měření, či s využitím tzv. kontrastních látek (obvykle komplexy kovů, např. gadolinia).



Obr. 5: Zobrazování pomocí nukleární magnetické rezonance v lékařství.

Téma praktika

Cílem bude seznámit posluchače s praktickým využitím NMR spektroskopie k analýze známých i neznámých chemikálií. Součástí bude příprava vzorků, instruktáž ovládní spektrometru, cvičná analýza modelových spekter (^1H , ^{13}C , i dalších vybraných prvků) s vysvětlením základních principů.

Bezpečnost práce

NMR spektrometr, konkrétně jeho supravodivý magnet, je zdrojem silného magnetického pole, které je potenciálně nebezpečné svými účinky na některé (ferromagnetické) kovové předměty. Riziko spočívá především v možném poškození přístroje letícím předmětem. Vzhledem k tomu, že stejnou silou, jakou je přitahován předmět k supravodivé cívce, je také cívka přitahována k předmětu, může dojít k poškození cívky uvnitř kryostatu přiblížením těžkého kovového předmětu. Silné magnetické pole je nežádoucí i pro citlivé přístroje, magnetická záznamová media a může představovat nebezpečí pro osoby s kardiostimulátorem či endoprotézami.

Další nebezpečí souvisí se ztrátou supravodivosti cívky, která má tyto vlastnosti jen při velmi nízké teplotě (lehce nad bod varu kapalného helia, 4.2 K, tj asi -269 °C). Cívka se nachází ponořena v kapalném heliu v kryostatu, kde je vnitřní nádoba s heliem stíněna vakuovým pláštěm a dále obklopena kapalným dusíkem. Nenadálá ztráta supravodivosti cívky vede k dramatickému zvýšení elektrického odporu materiálu a k zahřátí, které okamžitě způsobí vypaření veškerého kapalného helia v kryostatu. Tento proces vybití magnetu se označuje anglickým termínem „quench“ a je spojen s rizikem poškození přístroje, ohrožením osob v okolí magnetu, nebo minimálně s dodatečnými náklady na opětovné uvedení stroje do provozu (několikadenní proces, vyžadující práci školeného technika a náklady na kapalné helium a dusík ve výši cca 120 tis. Kč v případě našeho stroje). Jak plyne z výše uvedeného, pro bezpečnou práci operátora NMR spektrometru je nutné vědět o riziku nenadálého odpaření velkého množství helia v uzavřeném prostoru (z našeho kryostatu se může naráz odpařit až 22 m^3 helia). V případě podobné nehody je tedy třeba urychleně místnost opustit a zajistit větrání.

Otázky k zamyšlení

- Která vlastnost hmoty je využívána v NMR spektroskopii?
- Které prvky (jejich izotopy) lze pozorovat pomocí NMR?
- Co je to chemický posun?
- Proč se v NMR využívají deuterovaná rozpouštědla?
- Jaké jsou výhody a nevýhody NMR ve srovnání s jinými analytickými metodami?

Praktikum IV: Příprava, charakterizace a aplikace zpevňovacích gelů za účelem ochrany kamenných památek v České republice.

Praktikum proběhne na pracovišti: UFCH JH AV ČR - Centrum pro inovace

Lektorka praktika: Mgr. Monika Remzová, Ph.D.; monika.remzova@jh-inst.cas.cz,
Oddělení struktury a dynamiky v katalýze.

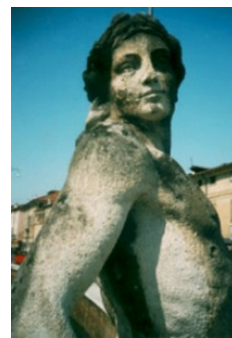
Úvod do problematiky:

V České republice se nachází 39 tisíc registrovaných památek. Tedy zhruba jedna památka na 2 km². A i přesto, že se u nás restauruje téměř v „každé vesnici“, nové konsolidanty (tj. zpevňující materiály), jejichž potřeba se jeví dosti zásadní, se téměř nevyvíjejí. Na našem pracovišti se snažíme nejen o vývoj nových materiálů (*v rámci základního výzkumu*), ale i o mezioborovou spolupráci vědeckých pracovníků a restaurátorů (*tj. o aplikovaný výzkum a vývoj inovací*).

Kulturní památky (knihy, obrazy, malby, textilie, kovy, kamenné památky) a zvláště ty, které jsou volně v přírodě, jsou vystaveny po dlouhou dobu procesům **zvětrávání**.

Rozlišujeme tři typy zvětrávání:

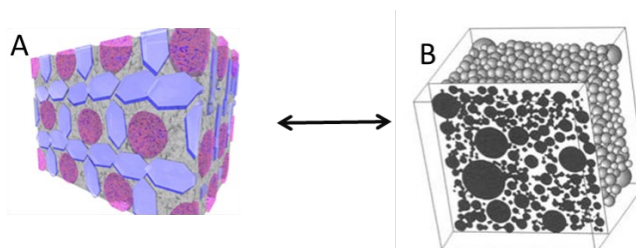
1. fyzikální zvětrávání způsobené výkyvy teplot, vlhkostí, erozivní činností větru a vody, UV zářením;
2. chemické zvětrávání způsobené povětšinou znečištěným ovzduším a kyselým deštěm (SO_x, NO_x);
3. biologické zvětrávání způsobené mikroorganismy (lišejníky, mechy, řasy) a vyššími organismy (rostliny, živočichové).



Vystavením památky dlouhodobému procesu zvětrávání dochází k **degradaci** materiálu, jež ji tvoří, tj. ke ztrátě soudržnosti, praskání a jeho úbytku. Opakem ztráty soudržnosti materiálu je jeho **konsolidace** = zpevnění materiálu, za použití pojiva.

Z minulosti jsou známy případy, kdy v důsledku nedostatečné znalosti vlastností materiálu a výběrem nevhodného způsobu jeho ošetření, byla kamenná památka v konečném efektu spíše poškozena, než zrestaurována. Proto je před aplikací samotného konsolidantu nutné v první řadě analyzovat ošetřovaný materiál, **porozumět fyzikálně-chemické povaze materiálu a okolí**, které

jej obklopuje. S takovými znalostmi jsme schopni připravit ošetřující materiál „šitý na míru“ (**B**), který se připodobňuje, tedy je **kompatibilní** svojí strukturou, chemismem



a mechanickými vlastnostmi, ošetřovanému kameni (**A**).

Organokřemičité materiály

mají v oboru restaurování kamene poměrně dlouhou historii. V 19. století byly poprvé ve velkém aplikovány na budovy Houses of Parliament v Londýně. U nás jsou používány asi od roku 1945.

Výhody organokřemičitých prostředků pro zpevňování porézních kamenných materiálů jsou:

- nízká viskozita umožňující dobrou penetraci;
- vznik chemických vazeb se silikátovými (křemičitými) složkami horniny;
- chemická stálost, odolnost proti povětrnostním vlivům a UV záření;
- poměrně jednoduchá aplikace (nátěr, postřik, vakuové napouštění);
- minimální negativní vlivy na původní kámen (změna barvy, propustnost pro plyny a vodní páru apod.);
- možnost použití za určitých podmínek jako pojiva;
- rovnoměrný průběh konsolidace v krátkém časovém intervalu (1 až 2 dny).

I přes nemalý výčet výhod vykazují organokřemičité prostředky i několik zásadních **nedostatků**:

- praskání (tedy ztrátu soudržnosti);
- nesourodost některých jejich fyzikálních vlastností s kamenem (tvrdost, elasticita);
- toxicita některých látek.

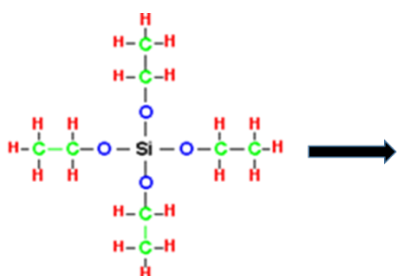


Naší snahou je tyto nedostatky potlačit, nebo ještě lépe, zcela odstranit. Prostředkem, kterým toho lze dosáhnout, je používat různé druhy nanočástic.

Plánované laboratorní činnosti v rámci praktika v laboratoři:

K přípravě, charakterizaci, aplikaci a testování účinnosti vlastního „zpevňovače“ je potřeba:

1. **znalost** principu hydrolýzi a polykondenzace (sol → gel → pevná látka)



2. **chemikálie:** zdroj organokřemičitanu, rozpouštědlo, katalyzátor, nanočástice
3. **laboratorní sklo, přístroje:** kádinky, váženka, Petriho miska, míchadlo, automatická pipeta, váhy, magnetická míchačka, ultrazvuková lázeň.
4. **materiál pro konsolidaci:** zvětralý kámen (nejlépe pískovec)
5. **metody a zařízení pro analýzu:**

přístroj k charakterizaci materiálů - infračervený spektrofotometr *

přístroj k testování dosaženého zpevnění – přístroj pro odporové vrtání **.

* **Principem infračervené spektroskopie** je absorpce infračerveného záření při průchodu vzorkem, při níž dochází ke změnám rotačně vibračních energetických stavů molekuly. Výstupem je infračervené spektrum, které je grafickým zobrazením funkční závislosti energie, charakteristické pro každou funkční skupinu v molekule.

** **Principem odporového vrtání** je měření odporu vůči prostupujícímu vrtáku přístroje zkoumaným materiálem. Výstupem je grafické znázornění pevnosti materiálu vůči jeho hloubce - profil zpevnění kamene.



V rámci praktika budou studenti s lektorkou řešit následující úkoly:

1. Najít kompatibilitu ošetřovaného kamene, nanočástic a připravovaného konsolidantu pomocí infračervené spektroskopie.
2. Připravit etylsilikátové organokřemičité konsolidanty.
3. Aplikovat konsolidační sol na Petriho misky a na ošetřovaný kámen.
4. Otestovat dosažené zpevnění metodou odporového vrtání.

Poznámky k úkolům:

Praktické měření:

Mikroskopie rastrovací sondou

Oddělení elektrochemických materiálů

RNDr. Hana Tarábková, PhD.T.:266053966,

266052012, hana.tarabkova@jh-inst.cas.cz

Přístrojové vybavení:

- 1) Dva mikroskopy rastrovací sondou (Topometrix TMX 2010 a NanoScope IIIa Multimode, Veeco) umožňující zobrazení povrchů pevných látek v rozsahu zvětšení 1000x až přesahující 60 000 000x s rozlišením dosahujícím molekulární resp. atomární úrovně. Mikroskopy využívají základních technik - tunelové mikroskopie (STM) v oblastech pikoampérových až nanoampérových tunelových proudů, elektrochemické mikroskopie (SECM) a mikroskopie atomárních sil (AFM) v kontaktním, semikontaktním a v režimu laterálních sil. Tato kombinace dovoluje studium látek různých fyzikálně-chemických vlastností: od izolantů po vodiče; od gelovitých až po tvrdé povrchy, na vzduchu i pod kapalinou. Vzhledem k propojení mikroskopů s čtyřelektrodovým potenciostatem, je též možné sledování (elektro)chemických dějů in-situ tj. v prostředí (elektro)chemického experimentu. Uvedené přístrojové vybavení a vyhodnocovací software umožňuje získat nejen topografické zobrazení povrchu s kótováním ve všech třech osách (např. drsnost, velikost a výška zrn), ale i fyzikálně-chemické informace (lokální elektrická vodivost, přítomnost funkčních skupin apod.).
- 2) Tříelektrodový potenciostat/galvanostat (Wenking POS2, Bank Elektronik) pracující v oblasti potenciálů -5-+5 V, s rychlostí vkládání potenciálu 0,1 mV/s až 100 V/s je používán v elektrochemických experimentech.

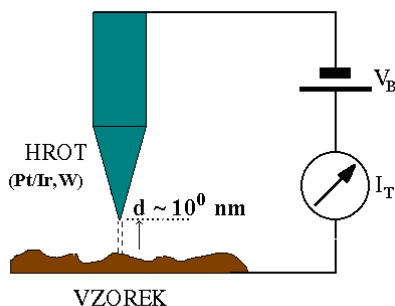
Krátký popis zaměření laboratoře:

Laboratoř se zabývá studiem :

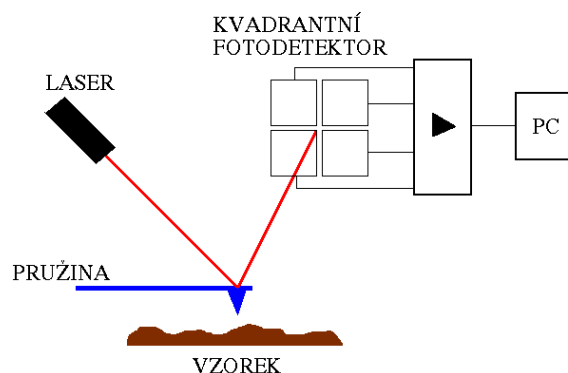
topografie a stability kovových nanočástic imobilizovaných na monokrystalických substrátech a optimalizací jejich vlastností pro použití v elektrokatalýze a senzorech.

reakční kinetiky dějů probíhajících na jednotlivých nanočásticích s využitím metody elektrochemické mikroskopie (SECM).

vlivu nanostruktury, dopování a senzibilizace oxidických polovodičů na konverzní účinnost fotoelektrochemického (Grätzelova) solárního článku.



A)



B)

Obr.1: Schéma principu metody rastrovací tunelové mikroskopie (A), mikroskopie atomárních sil (B)

Poznámky k úloze

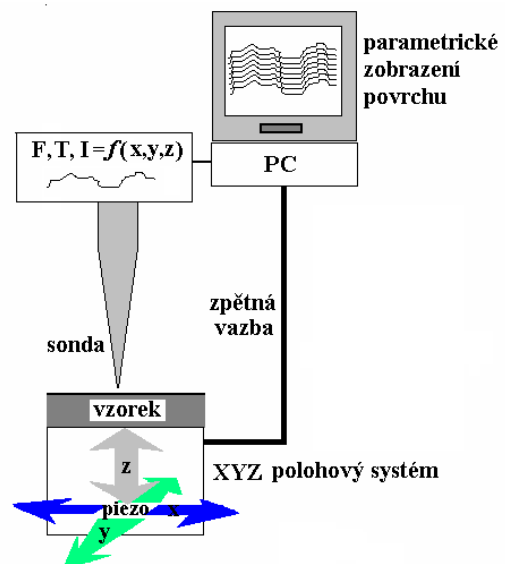
Mikroskopie rastrovací sondou a odvozené techniky

Pavel Janda, Hana Tarábková
Ústav fyzikální chemie J. Heyrovského AV ČR, v.v.i.

Anotace: Mikroskopie rastrovací sondou - mikroskopie atomárních sil (AFM) a tunelová mikroskopie (STM) umožňují zkoumání povrchu pevných látek nejen ve vakuu, ale i za atmosférického tlaku a v kapalinách, v rozsahu zvětšení, jehož horní hranice odpovídá molekulárnímu resp. atomárnímu rozlišení. Informace, které lze tímto způsobem získat obsahují nejen topografická data plného 3D zobrazení povrchu, ale i materiálové parametry (tvrdost, elasticita, vazebné interakce, elektronová hustota). Analýzu povrchu lze provádět metodami odvozenými od AFM a STM – silovou spektroskopií AFM, optickou mikroskopií a spektroskopií blízkého pole (SNOM). Vysoce perspektivní technikou se v poslední době stává hrotem zesílená Ramanova a fluorescenční mikroskopie a spektroskopie (TERS-TEFS), která poskytuje informace o chemickém složení povrchu ve vysokém rozlišení.

Mikroskopie rastrovací sondou (SPM, Scanning Probe Microscopy) reprezentuje soubor mikroskopických a analytických technik, odvozených od základních technik – tunelové mikroskopie (STM, Scanning Tunneling Microscopy) a mikroskopie atomárních sil (AFM, Atomic Force Microscopy). Tyto techniky umožňují zkoumání povrchu pevných vzorků s povrchovým rozlišením odpovídajícím zvětšení až 10^7 x, a pokrývají tak rozsah zvětšení optického mikroskopu ($\sim 10^3$ x) přes elektronovou mikroskopii ($\sim 10^5$ x) až po zobrazení molekul a atomů. Snímání povrchu je prováděno mechanickou sondou (obr. 1), která podle své konstrukce může sloužit k zobrazení 3-dimenzionální topografie nebo k mapování určité fyzikální vlastnosti povrchu – např. elektronové vodivosti, hustoty a rozložení elektronových stavů, teploty, náboje, tvrdosti, pružnosti, různé forem interakcí (adhese) – a tedy k vytváření parametrické mapy povrchu ve vysokém rozlišení.

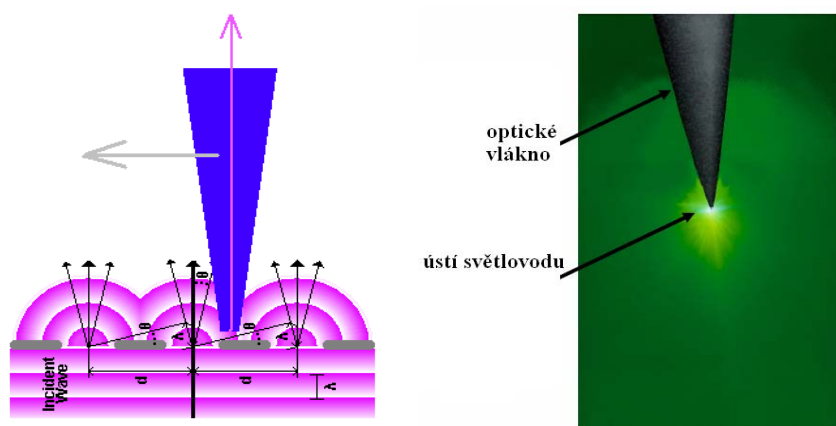
Obr. 1: Schématické znázornění mikroskopu rastrovací sondou



Výhodou technik SPM je dále i to, že ke své práci vesměs nepotřebují vysoké vakuum a jejich rozlišení není limitováno prostředím – mohou vedle vakua pracovat i v plynech a v kapalinách, a umožňují tak sledovat změny povrchu v průběhu chemického nebo fyzikálně chemického děje *in situ*.

Přestože některé ze sledovaných parametrů mohou být pro povrch daného chemického složení specifické (např. vazebné interakce, elektronová hustota a distribuce elektronových stavů), neexistovala do nedávné doby v praxi plnohodnotná technika chemické analýzy, která by nepostrádala žádnou z hlavních výhod mikroskopie rastrovací sondou a umožňovala by vytvářet obraz chemického složení povrchu *in situ* s vysokým povrchovým rozlišením.

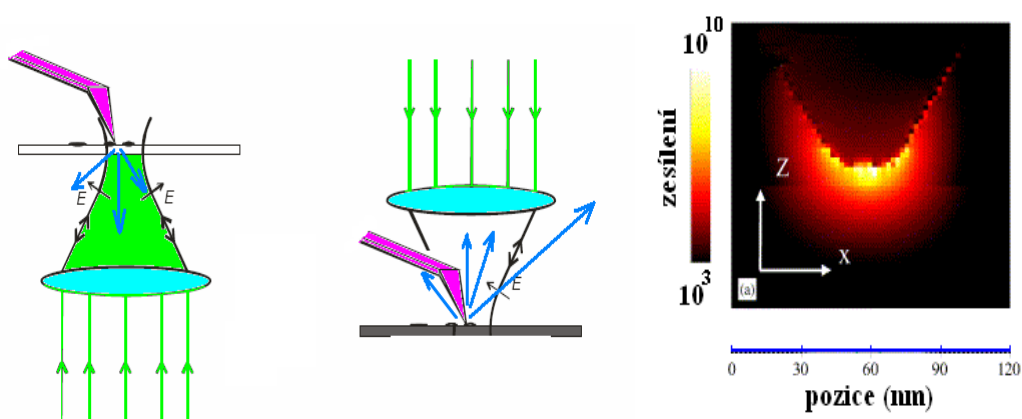
Objev optické mikroskopie blízkého pole (Near-Field Scanning Optical Microscopy and Spectroscopy, NSOM/SNOM), využívající systému mikroskopie rastrovací sondou v součinnosti s optikou blízkého pole (obr. 2) umožnil poprvé zobrazit světelným mikroskopem struktury s rozlišením téměř o dva řády větším než odpovídá vlnové délce použitého světla, při zachování výhod spojení klasické optické mikroskopie a SPM - tj. možnost práce *in situ*, v transmisním, reflexním nebo fluorescenčním režimu.



Obr. 2: Princip světelné mikroskopie/spektroskopie blízkého pole (SNOM). Výběr fragmentu vlnoplochy světlovodnou sondou mikroskopu umožňuje překonat omezení dané Rayleighovým kritériem a Abbeho difrakčním limitem. Obraz je snímán a konstruován bod po bodu.

Spektroskopické použití této techniky pro chemickou analýzu se však ukázalo být sporné, díky tomu, že její citlivost je vzhledem k vysokým světelným ztrátám velmi nízká.

Výrazně lepší prognózu lze přiřadit hrotem zesílené Ramanově a fluorescenční spektroskopii a mikroskopii (Tip-Enhanced Raman Spectroscopy/Fluorescence Spectroscopy and Microscopy, TERS/TEFS), která se objevila kolem roku 2000 jako technika slučující povrchově zesílenou Ramanovu spektroskopii (Surface-Enhanced Raman Spectroscopy, SERS, založenou na principu plasmonické resonance) s mikroskopií rastrovací sondou (obr. 3).



Obr. 3: Princip hrotem zesílené Ramanovy spektroskopie/mikroskopie (TERS). Zesílený signál přichází z oblasti vrchlíku hrotu (obrázek vpravo: [B. Pettinger, G. Picardi, R. Schuster: Single Molecules Vol. 3, Iss. 5-6, 285])

Mohutné rezonanční zesílení světla v blízkosti hrotu mikroskopu AFM nebo STM dovoluje snímat Ramanova spektra *in situ* s povrchovým rozlišením odpovídajícím technice SPM a současně s dostatečným světelným ziskem (obr. 4), a umožní tak vytvoření map chemického složení povrchu s vysokým rozlišením.

Doporučená literatura:

- R. Kubínek a kol.: Mikroskopie skenující sondou, UNI Palackého v Olomouci, 2003 – viz <http://www.nanotechnologie.cz/storage/MikrOlomouc.pdf>
- Luděk Frank, Jaroslav Král a kol.: Iontové, sondové a speciální metody, vyšlo v edici Metody analýzy povrchů, Academia, ISBN 80 200 0594 3 (Dr. P. Janda je v knize autorem kapitoly: Rastrovací sondové mikroskopie v elektrochemii).

Praktické cvičení v laboratoři Centra pro inovace:

Chytrý nátěr, který čistí vzduch i povrchy budov

Lektor: Mgr. Radek Žouželka, Ph.D.

V současné době je velmi závažným problémem vysoká úroveň znečištění vzduchu zejména v důsledku intenzivní automobilové dopravy, což má negativní dopad na životní prostředí, nejen člověka a jiných živých organismů, ale i tzv. neživé přírody (např. lesy, skály, vodní plochy) a produktů industriální společnosti (stavby, zejména památky). Dopad je o to závažnější, že dochází k uvolňování škodlivých látek v těch nejnižších vrstvách atmosféry, tedy v úrovních, kde se pohybují lidé. Co se jejich zdraví týče, bylo zjištěno, že kvůli respiračním potížím v důsledku znečištěného vzduchu onemocní a následně zemře, vlivem různých civilizačních chorob způsobených znečištěným životním prostředím, na 600 tisíc Evropanů ročně.

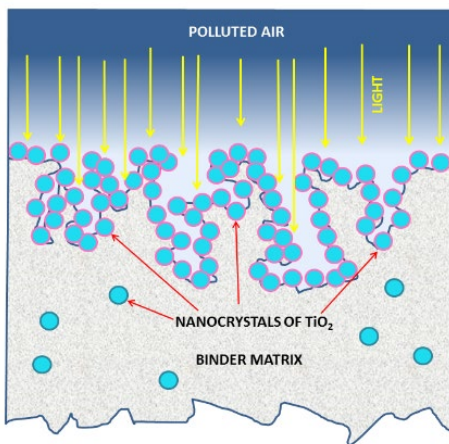
Znečištěný vzduch má však i devastující účinek na povrchy běžných budov a různých stavebních materiálů, jež nás obklopují, a to hlavně památek, které do dnešních dob přečkaly staletí a jsou našim kulturním dědictvím nevyčísitelné hodnoty. Jistě jste si všimli, že povrchy budov stojících v blízkosti dopravních tepen jsou silně znečištěny produkty spalovacích procesů, např. sazími či jinými pevnými/kapalnými exhaláty produkoványi projíždějícími automobily. Budovy jsou proto nevzhledné a v konečném důsledku může být narušena i jejich kompaktní struktura či konstrukční prvky.

Odstraňování znečišťujících látek z ovzduší je však velmi obtížné, protože se jedná o velké objemy vzduchu, které je potřeba "kolem budov" vyčistit. Ani v dnešní době není technicky možné "prohnat" kontinuálně miliardy metrů krychlových znečištěného městského vzduchu přes účinné nepřetržitě pracující zařízení, v němž by byly molekuly polutantů odstraněny, tj. rozloženy, přeměny apod. Proto musíme hledat nové technologie, kterými by bylo možno tento závažný problém vyřešit.

Nabízí se mnohametrový povrch samotných budov. Možným řešením je totiž využití fotokatalytického procesu, při němž dochází k odstranění usazené "špíny" samočisticím procesem za využití nátěru povrchu budovy fotokatalyticky aktivním nanomateriálem. Tento proces lze realizovat poměrně jednoduše nanesením fotokatalytického nátěru na povrchy budov (lze i na povrch vozovek, chodníků). Velkou předností čistícího procesu je skutečnost, že

čistící proces probíhá za zcela běžných atmosférických podmínek a k jeho vyvolání postačí energie dopadajícího slunečního záření.

V naší laboratorní úloze si takový nátěr připravíme a budeme pozorovat a vyhodnocovat, jak je účinný při odbourávání nečistot (ty bude simulovat barvivo) na povrchu. Nátěr je složen z anorganického pojiva a vysoce aktivních nanočástic oxidu titaničitého (TiO_2), které běžně známe např. z lékových tablet, kterými jsou potaženy, z opalovacích krémů nebo jako bílý pigment v potravinách, např. mléce, jogurtu, pečivu aj. Náš nanomateriál je značně porézní a vyniká velkým účinným povrchem svých pórů ($82 \text{ m}^2/\text{g}$ látky). Póry 1 gramu této látky mají celkový povrch jako 1 házenkářské hřiště!



Obr.1: Porézní fotokatalytický nátěr.



Obr.2: Ošetřené povrchy betonu a omítky.

ÚLOHA:

1. Odvažte 5.0 g TiO_2 a 2.0 g ZnO do 250 ml kádinky a přidáním 50 ml H_2O vytvořte homogenní roztok (roztok 1) - míchejte 15 min na magnetické míchačce. Během míchání si připravte 10%ní roztok anorganické soli (Roztok 2***).
2. Roztok 2 o objemu 50 ml pomalu přilévejte k roztoku 1. Směs začne pomalu tuhnout a vytvoří se bílá kašovitá hmota – fotokatalytický nátěr (viz obr. 1).
3. Pomocí válečku nebo štětce aplikujte nátěr na povrch stavebního materiálu a to ve 3 vrstvách. Mezi jednotlivými nátěry povrch vyfénujte do sucha – ca 30 sekund.

4. Připravte si modelovou znečišťující látku (*barvivo Rhodamin B*).
5. Pomocí rozprašovače nastříkejte nečistotu na povrch stavebního materiálu ošetřeného fotokatalytickým nátěrem. Vyfénujte do sucha.
6. Znečištěnou stavebninu vystavte za oknem slunečnímu UV záření. Pokud nesvítí slunce, použijte UV záření z lampy.
7. Vizuálně vyhodnoťte míru odstranění nečistoty.
8. V případě, že nám zbude chvilka času, můžeme materiál testovat, jak úspěšně likviduje oxidy dusíky, které jsou produkovány např. automobilovou dopravou.
9. Uklidte po sobě své pracoviště a umyjte nádobí 😊.

Další prostor protokolu využijte k poznámkám k úloze a k jejímu vyhodnocení:

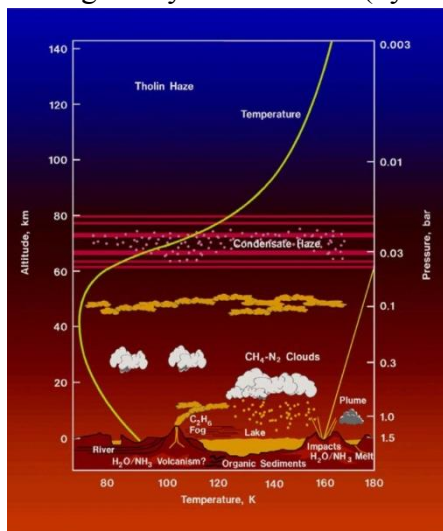
***Roztok 2 (anorganická sůl):

Použití hmotnostní spektrometrie pro sledování chemických reakcí probíhajících v ionosféře Titanu.

Ústav fyzikální chemie J. Heyrovského AV ČR, v. v. i.

1. Úvod

Titan, největší měsíc planety Saturn, vykazuje atmosféru, která se vyznačuje hustou oranžovou mlhou, složenou hlavně z molekulárního dusíku a metanu, stejně jako z mnoho jiných organických sloučenin (vyšší uhlovodíky, nitrily...).



Obr. 1: Atmosféra Titanu

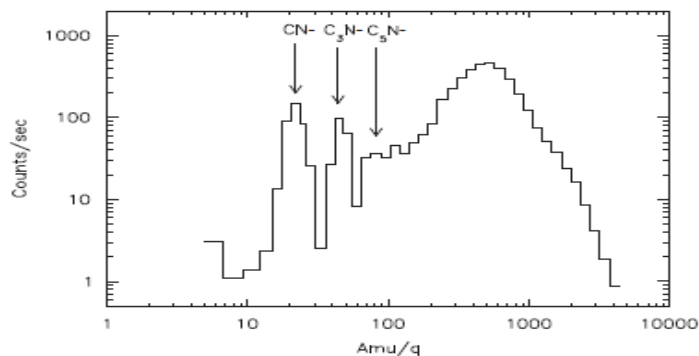
kladných iontů, proto informace v této oblasti jsou momentálně nedostačující pro důsledné modelování chemických procesů v ionosféře Titanu.

vyšší než tlak na Zemi na hladině moře. Povrch Titanu je do jisté míry podobný povrchu Země. Na Titanu jsou řeky a jezera, ale roli vody v nich hraje metan. Voda se při teplotách, které panují na Titanu (teplota povrchu je $-179\text{ }^{\circ}\text{C}$), vyskytuje ve formě ledu. Titan představuje pro vědce „zmrzlý“ model Země s redukční atmosférou, tedy v období před vznikem života, který vedl k produkci kyslíku. Chemie probíhající v jeho atmosféře je složitá a stále není zcela známá. Přesto současné poznatky z misie Cassini-Huygens dokázali, že chemie iontů (kladných i záporných) hraje důležitější roli, než se původně předpokládalo. Neočekávaný objev iontů CN^- , C_3N^- a C_5N^- , spolu s velkým množstvím těžkých kationtů a aniontů (až do 4000m/z) v horní atmosféře podpořil možnost tvorby vyšších uhlovodíků a nitrilů pomocí chemických procesů. Doposud

však tematice interakce záporných iontů s neutrálními molekulami nebyla věnována taková pozornost jako pro reakce



Obr. 2: Sonda Cassini-Huygens

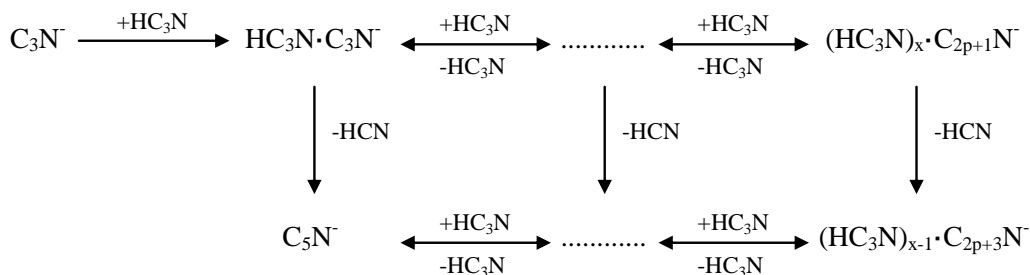


Obr. 3: Hmotnostní spektrum aniontů (Cassini)

Také proto je jedno z hlavních témat experimentálního výskumu v našem laboratoriu průběh reakce záporných iontů s neutrálními molekulami. V předcházející studii jsme sledovali reakci aniontu CN^- s neutrální molekulou HC_3N , obě tyto částice byly pozorovány sondou Cassini v ionosféře Titanu v nezanedbatelném množství. Reakce probíhá následovně:



Produkt této reakce C_3N^- je ale velmi reaktivní a okamžitě dále interaguje s dalšími molekulami kyanoacetylénu za tvorby vyšších uhlovodíků s obsahem dusíku:



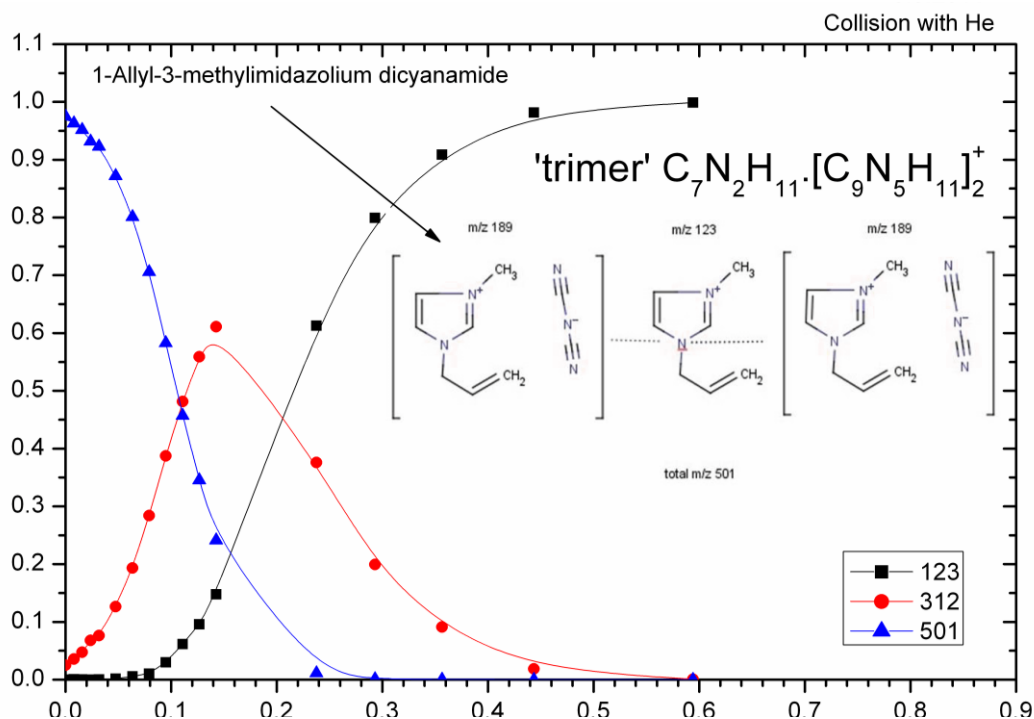
Obr. 4: Schéma interakce C_3N^- s $n \cdot HC_3N$

Tento průběh a produkty následných reakcí mohou být prezentovány pomocí tabulky na obr.5.

		Reaktanty: $C_3N^- + a \cdot HC_3N$									Štruktúra produktů
		a =									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	
Stráta n. HCN n =	0	101	152	203	254	305	356	407	458	509	$(HC_3N)_x \cdot C_3N^-$
	1	74	125	176	227	278	329	380	431	482	$(HC_3N)_x \cdot C_5N^-$
	2		98	149	200	251	302	353	404	455	$(HC_3N)_x \cdot C_7N^-$
	3			122	173	224	275	326	377	428	$(HC_3N)_x \cdot C_9N^-$
	4				146	197	248	299	350	401	$(HC_3N)_x \cdot C_{11}N^-$
						x = 0	x = 1	x = 2	x = 3	x = 4	x = 5

Obr. 5: Tabulka produktů interakce C_3N^- s $n \cdot HC_3N$

Cílem praktika bude studie a analýza rozpadu aniontů vyšších dusíkatých uhlovodíků indukovaného zrážkou s Ar (Ne) na aparatuře Quattro Premier XE. Příklad CID spektra je znázorněn na obr.6, kde na ose x je vnitřní energie aniontu, dodaná iontu kolísí s Argonem, na ose y je relativní intenzita zastoupení jednotlivých produktů.

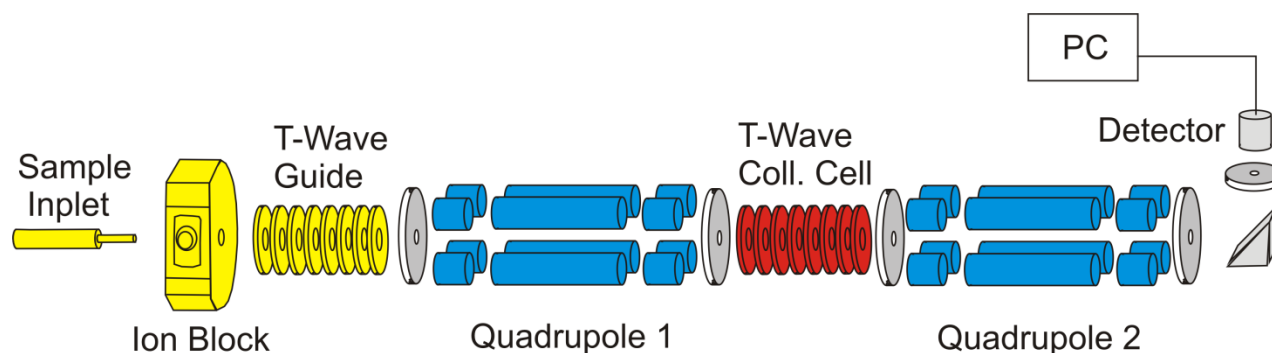


Obr. 6: CID spektrum aniontu $C_3N(HC_3N)_3^-$

2. Experimentální část

Přístroj Quattro Premier XE je tandemový (MS/MS) kvadrupolový hmotnostní spektrometr který je vybaven kolizní celou „T-wave“ (traveling wave).

Vzorek je nejprve dopraven hamiltonovou stříkačkou do stroje. Ionty jsou vytvořeny ve zdroji za atmosférického tlaku (metodou APCI nebo ESI) a jsou vedeny skrz vzorkovací kónus do iontové optiky T-Wave, v této části přístroje je tlak systému asi 0,1 Pa. Z něho se urychlené ionty dostanou do prvního kvadrupolu, kde jsou filtrovány dle poměru m/z za tlaku 10^{-4} Pa. Vybrané ionty pak projdou „T-wave“ kolizní celou, kde interagují s neutrálním plynem nebo se vzácným plynem (CID – collision induced dissociation), fragmentují se nebo podléhají chemickým reakcím. Tlak v cele se pohybuje mezi 1 – 10^{-4} Pa. Produkty a původní ionty jsou analyzovány druhým kvadrupolem.



Obr. 7: Schéma tandemového kvadrupolového hmotnostního spektrometru

3. Zadání úlohy

- 3.1. Vysvětlení modelového CID spektra na obr. 6
- 3.2. Změření hmotnostního spektra roztoku iontové kapaliny Mod MS, bez kolizního plynu
- 3.3. Optimalisace iontového zdroje pro maxim intesity sledovaného aniontu m/z 501 mod MS/MS
- 3.4. Spočítat laboratorní energii pro srážku neg. Iontu s Ar (Ne) pro ťežišťovou energii 0.25 eV
- 3.5. Napustění srážkového plynu (Ar, pak Ne)
- 3.6. Změření hmotnostních spekter MS/MS pro spočítané srážkové energie
- 3.7. Analýza dat (normalizace na sumu), porovnání rozpadových spekter

4. Dodatek

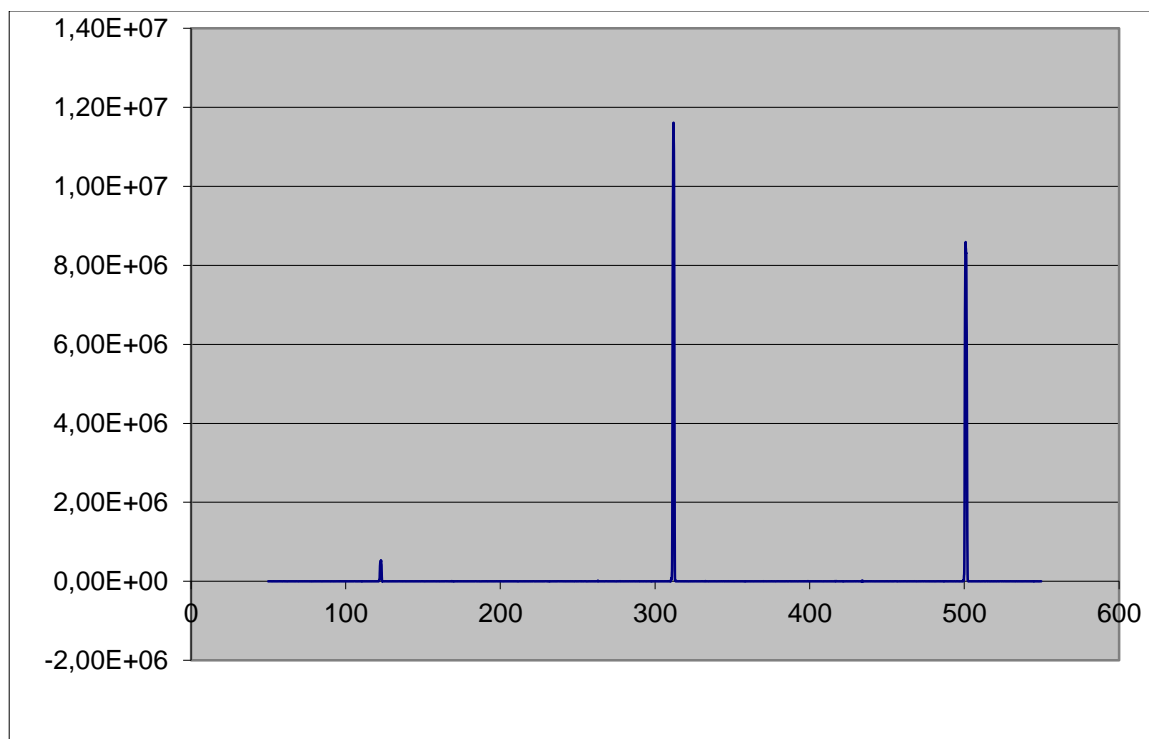
Na obrázku 8 je znázorněno hmotnostní spektrum rozpadu primárního iontu $C_3N(HC_3N)_3^-$ po srážce argonem při srážkové energii 0.25eV. Osa x je hmotnost iontů v jednotkách m/z, osa y je intenzita v relativních jednotkách. Nejdříve provedeme integraci (plocha píku) t.j. sečteme vždy stejný počet hodnot y pro každý produkt. Na obrázku 8 by to byly tři hodnoty ploch, P1 až P3. Následně provedeme normalizaci těchto ploch podle vztahu :

$$P_x^N = \frac{P_x}{\sum_{x=1}^3 P_x} \quad (2)$$

Takže napr. normalizovaná hodnota plochy P_1^N bude rovna:

$$P_1^N = \frac{P_1}{P_1+P_2+P_3} \quad (3)$$

Součet všech takto normalizovaných ploch píků se bude rovnat 1.0 (100%), jak to můžeme pozorovat na obr 6, kde je znázorněno relativní zastoupení produktů pro 17 hodnot srážkové energie.



Obr. 8: Hmotnostní spektrum rozpadu primárního iontu

Srážková energie v těžišťových souřadnicích

$$E_{CM}[eV] = E_{Lab}[V] \frac{m_N}{m_N + m_{Ion}}$$

E_{Lab} – laboratorní srážková energie

m_N - hmotnost neutrálního reaktantu (Ar, Ne)

m_{ion} - hmotnost iónového reaktantu (501m/z)

Spočítat E_{lab} pro srážku s Ar, resp. Ne pro $E_{CM} \sim 0.25eV$

$E_{lab} (Ar) =$

$E_{lab} (Ne) =$

Letní škola NANO2019

Fyzikálně-chemické workshopy

čtvrtek 22.8.2019
v časech 9-10:30 a 10:45-12:15

Dva fyzikálně chemické workshopy na různá témata (*W1- forenzní analýza; W2 - elektronické obvody se stavebnicí Boffin a případně i krátký workshop zaměřený na molekulární modely organických látek*)

(učebna EDU v přízemí (W1) a velké respirium v přízemí (W2) před sálem)

Studenti ve dvou skupinách absolvují za sebou oba workshopy (po 90 minutách). Mezi workshopy je 15 minutová přestávka na výměnu pomůcek apod.. K úlohám studenti obdrží pracovní listy.

Zajišťují:

Ing. K. Stejskalová, CSc. a L. Šimaňok (W2) , Mgr. M. Klusáčková a Mgr. M. Zlámalová (W1)

V průběhu školního roku pro střední a základní školy již několik let realizujeme řadu fyzikálně-chemických workshopů. Máme zpracovanou metodiku, včetně pracovních listů, k experimentální výuce některých F-CH témat:

Střední škola

- *Separační metody I- filtrace, extrakce*
- *Separační metody II - destilace, sublimace*
- *Separační metody III - chromatografie*
- *Měření pH různými způsoby*
- *Důkazy bílkovin a cukrů*
- *Extrakce DNA (ze zeleniny, ovoce), pozorování digitálním mikroskopem*
- *Stavba a struktura organických molekul (včetně stavby modelu DNA)*
- *Stanovení hustoty kapalin a pevných látek*
- *Elektrochemie: elektrolýza, galvanický článek, Beketovova řada kovů*
- *Elektronické obvody se stavebnicí Boffin (Ohmův zákon)*
- *Mikroskopie - práce s optickým mikroskopem a digitálním mikroskopem*

Běžný workshop zahrnuje dvě úlohy a trvá 120 minut (s ca 10-15 minutovou přestávkou). Úlohy jsou navrženy a vyzkoušeny pro max 25 žáků (1.- 3. ročník gymnázia). Žáci, rozdělení do dvou skupin, absolvují za sebou obě úlohy, každá úloha trvá 50-55 minut (včetně vypracování pracovního listu). Program může být doplněn, na žádost pedagoga při rezervaci programu, o 20ti minutovou exkursi do nanocentra. Chemické úlohy žáci absolvují v bezpečnostních pomůckách, které jim k úloze zapůjčíme (plášť, brýle/štit, jednorázové rukavice).

Základní škola

- *Acidobazické reakce, aneb co není kyselé, není sladké (ale hořké !)*
- *Stavím, stavíš, stavíme - molekulární modely*
- *Dělím, dělíš, dělíme - některé separační metody v chemii*
- *Kam nacpat energii - do baterií přece ☺*
- *Plyny kolem nás - hoří, nehoří, dusí*
- *Není kov jako kov- reaktivita kovů*
- *COHN, aneb pozorujeme chování "sloučenin života"*
- *Na slovíčko pane Archimede - aneb proč je to tak hustýyyyyyyyyyyyyyy*
- *Stavím, stavíš, stavíme - logika elektrických obvodů*
- *Svět očima mikroskopů, aneb kam s muším křídlem*
- *Hra s tematikou astronomie: Sluneční soustava, místo kde žiji*
- *Chemik detektivem- jak nám při dopadení zločince pomáhá chemie (a fyzika)*

Běžný workshop zahrnuje tři úlohy a trvá 120 minut.

Úlohy jsou navrženy a vyzkoušeny pro max 25 žáků (7.-9. třída a odpovídající ročníky víceletého gymnázia, v lehčí variantě pro 5-6. třídu ZŠ). Žáci, rozdělení do tří skupin, absolvují za sebou tři úlohy, každá úloha trvá 30 minut (včetně vypracování pracovního listu). Součástí programu je 20ti minutová exkurse do nanocentra. Chemické úlohy žáci absolvují v bezpečnostních pomůckách, které jim k úloze zapůjčíme (plášť, brýle/štit, jednorázové rukavice).



EVROPSKÁ UNIE
Evropské strukturální a investiční fondy
Operační program Výzkum, vývoj a vzdělávání



MINISTERSTVO ŠKOLSTVÍ,
MLÁDEŽE A TĚLOVÝCHOVY

Rozvoj kapacit ÚFCH JH, v. v. i. pro výzkum a vývoj (reg. č. CZ.02.2.69/0.0/0.0/16_028/0006251)

NANO2019 © 2019 by J. Heyrovský Institute of Physical Chemistry of the CAS is licensed under CC BY 4.0

*Prázdninová letní škola vznikla za podpory projektu
č.0033/7/NAD/2019 "Letní škola NANO2019: cesta nadaných k moderním vědeckým oborům"
(podpora MŠMT v programu "Podpora nadaných žáků ZŠ a SŠ v roce 2019").*

*Dalšími spolupořadateli jsou Nadační fond Jaroslava Heyrovského
a společnost Metrohm Česká republika, s.r.o.*