



EXPERIMENTÁLNÍ PRAKTIKA Z FYZIKÁLNÍ CHEMIE

Program
praktických cvičení
v laboratořích
ÚFCH JH v Praze 8

Šk. rok 2014/2015



Realizováno v projektu
CZ 1.07/1.1.00/44.0003

Experimentální praktika z fyzikální chemie

Cílová skupina: každý rok 20 žáků z vyšších ročníků BiGy (vhodné pro 2.- 4. ročník).

Četnost: 8x za projekt (2014- 4x a 2015-4x), každé praktikum v trvání ca 4 vyučovací hodiny.

Místo realizace: v laboratořích ÚFCH JH, Dolejškova 2155/3, 182 23 Praha 8.

Motivace, cíl: Každý žák projde všech 8 fyzikálně- chemických úloh, zúčastní se praktických měření v laboratoři, a pozná tak moderní F-CH metody využívané v základním i aplikovaném výzkumu vědců v ÚFCH JH, se kterými se v běžných podmínkách střední školy nemá možnost nikdy setkat. Navržená témata- viz níže v textu.

Personální zajištění ze strany ÚFCH JH: Do řešení projektu BiGy se zapojí vědci a odborní pracovníci ÚFCH J. Heyrovského AV ČR, v.v.vi. pod vedením garanta Ing. Květoslavy Stejskalové, CSc. (organizačně bude celý program koordinovat a současně lektorovat i jedno z nabízených praktik) programem odborných praktických měření v několika svých laboratořích. Na přípravě a realizaci programu praktik se bude podílet celkem 10 pracovníků ÚFCH JH(viz níže připojené anotace navržených praktik).

Organizace praktik, harmonogram: Studenti budou rozděleni do 4 skupin po 5 žácích (dáno kapacitou laboratoře), a každý student absolvuje postupně každé praktikum v takto malé skupině, s výjimkou praktika Katalýza, které absolvují všichni žáci společně.

Každé praktikum bude zahrnovat teoretickou úvodní část, po které budou následovat ukázky vlastního měření s danou technikou. Pro studenty budou zpracovány písemné materiály (manuály) pro přípravu ke každému praktiku a studenti je obdrží před zahájením kurzu v podobě tištěných sborníků. Každý student po absolvování praktika vyplní tištěný pracovní list a odevzdá k vyhodnocení. Pracovní listy vyhodnotí garant programu praktických cvičení.

Pro cílovou skupinu studentů budou připravena tato laboratorní cvičení:

- Praktické cvičení na téma *Katalýza*
- *** Praktické cvičení na téma *Charakterizace nanomateriálů pro elektroniku rastrovacím elektronovým mikroskopem Hitachi*
- *** Praktické cvičení na téma *Studium katalytických materiálů a membrán rastrovacím elektronovým mikroskopem Jeol*
- Praktické cvičení na téma *Analýza povrchově aktivních látek fotoelektronovou spektroskopií (XPS)*
- Praktické cvičení na téma *Mikroskopie rastrovací sondou studuje nanosvět - metody AFM a STM mikroskopie*
- Praktické cvičení na téma *Použití hmotnostní spektrometrie pro sledování chemických reakcí probíhajících v ionosféře Titanu*
- Praktické cvičení na téma *Laserová chemie v létajících nanolaboratořích*
- Praktické cvičení na téma *Analýza dechu metodou SIFT-MS*
- Praktické cvičení na téma *Poznej a osvoj si systém vědecké práce: myšlenka-projekt-prezentace výsledků*

Navrhovaný časový harmonogram realizace, lze dle dohody změnit:

VI/2014, X/2014; XI/2014; XII/2014; I či II/2015, III či IV/2015, V/2015, VI/2015):

*** *Poznámka: Student absolvuje pouze jedno praktikum na elektronovém mikroskopu, a to buď Hitachi nebo Jeol*

Jedná se o unikátní program, neboť studenti budou mít možnost pracovat pod vedením špičkových odborníků oboru fyzikální chemie a na špičkové technice (výčet a popis přístrojového vybavení- viz popis jednotlivých praktických cvičení níže v textu). ÚFCH JH je podmínkách ČR jediným pracovištěm, které v rámci jednoho subjektu nabízí takto rozsáhlý program praktických měření zajišťovaný špičkovými odborníky a přístrojovým vybavením a zpracovaný tak, že je vhodný k zařazení do ŠVP střední školy (program již byl v minulosti částečně, soubor 4 praktických měření, ověřen realizací s žáky 3. ročníku MSSCH z Prahy 1, podzim 2012).

Praktické cvičení na téma Katalýza

(v aktivitě KA6-A.4 - Experimentální praktika z FCH)

Připravili vědečtí pracovníci z Oddělení struktury a dynamiky v katalýze, cvičení povede:
Ing. Dalibor Kaucký, Ph.D.; dalibor.kaucky@jh-inst.cas.cz (část I)
a Ing. Pavel Hrabánek, Ph.D; pavel.hrabanek@jh-inst.cas.cz (část II)

Praktické cvičení na téma katalýza zahrnuje: prezentaci obou vědců, ve které se studenti dozvědí základy katalýzy a membránových separačních procesů, včetně rozdělení katalyzátorů, jejich vlastností a použití, seznámí se s přístrojovým zařízením, které je součástí vybavení katalytických laboratoří a seznámí se i s postupy přípravy některých (zeolitických) katalyzátorů a zjišťování jejich vlastností za pomoci dané přístrojové techniky.

Část I

Úvod. V současné době naprostá většina procesů a pochodů chemické technologie využívá katalýzu. Proces vedený pomocí katalyzátoru by byl bez něj buď nemyslitelný, nebo by probíhal příliš malou rychlostí, a s malým výtěžkem žádaného produktu, a/nebo katalyzátor pomáhá uskutečnit proces při přijatelnější - nižší teplotě.

Co je to katalyzátor a katalýza?

Podle definice je katalyzátor látka, která vstupuje do chemické reakce, ovlivňuje její rychlost, urychluje nebo zpomaluje reakci, a sama se přitom prakticky nemění. Rozdělení katalýzy je možné provést z několika hledisek: i) Jednak se dělí na **homogenní a heterogenní** podle toho, zda vlastní katalytický děj probíhá v jedné fázi nebo na rozhraní fází.

ii) Dále se z pohledu typu katalyzátoru na katalýzu na **kovech** jako na materiálech vodivých, nebo na **oxidech kovů** ať už polovodivých, například na spinelech, či oxidech-isolátorech, kde může jít o látky s kyselými vlastnostmi, například oxid křemičitý (křemelina), oxid hlinitý (alumina) a/nebo o aktivní fáze kovové či oxidické nanosené na porézním nosiči například křemelině, alumině, MgO, TiO₂, ZrO₂, apod., a může jít i o složité-komplexní katalyzátory jejichž podstatou jsou hlinitokřemičitany se složitou mřížkou, molekulová síta, zeolity, apod.



iii) Z pohledu aplikací může být popisována **katalýza průmyslová**, jež byla historicky pojmenována jako proces kontaktní, viz. např. kontaktní způsob výroby kyseliny sírové. V obecnějším pohledu jsou dnes do tohoto oboru zahrnovány takové druhy jevů, které se studují teprve v moderní době, například **fotokatalýza**. V nejobecnějším pohledu katalýza souvisí se samou podstatou života, jde o tzv. **biokatalýzu**, například fotosyntézu, enzymatickou katalýzu, nebo procesy při využití kyslíku tkáněmi (cytochromy) či využívání energie v organismech (ADP-ATP).

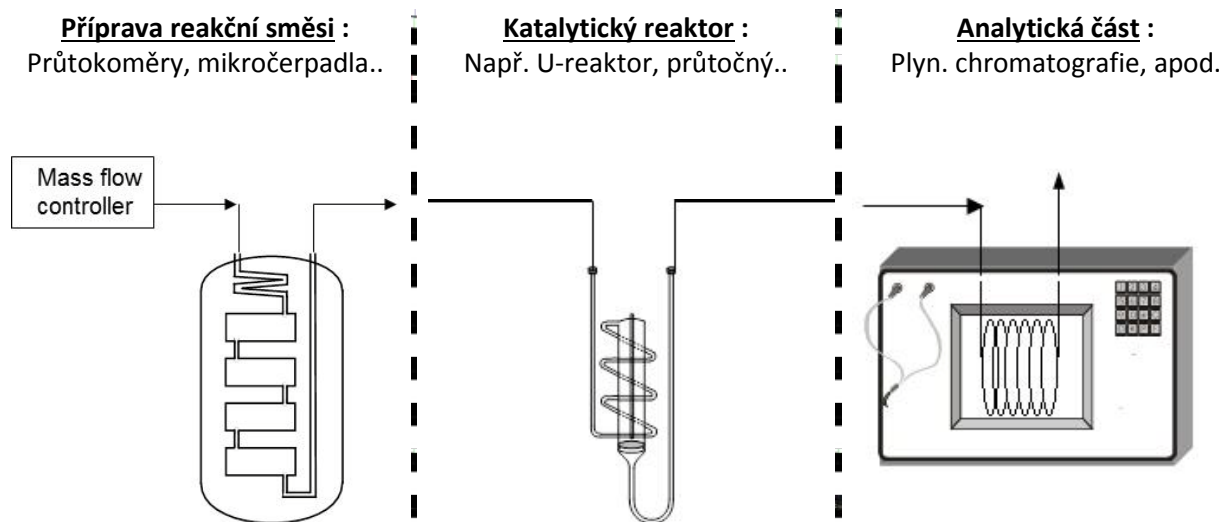
Příklady průmyslově aplikovaných katalytických pochodů :

Příklad :	Technologie :	Katalyzátor :
Syntéza kyseliny sírové	Kontaktní způsob	V_2O_5
Syntéza čpavku	Haber-Bosh proces	Fe_2O_3 / Al_2O_3
Syntéza kyseliny dusičné	Ostwaldův proces	Pt-Rh síťka
Hydrogenační reakce	Ztužování tuků	$Pd, Ni / Al_2O_3$
Isomerizační reakce	Výroba paliv	$Pt, Cl / Al_2O_3 / SiO_2$
Automobilové katalyzátory	Eliminace škodlivin	$Pt, Rh / Al_2O_3 / SiO_2$

Jak jsou katalyzátor a katalýza v laboratoři studovány?

Experimentální technika používaná v katalýze je následující:

Katalytická aparatura v níž se provádí reakce na pevném katalyzátoru sestává ze 3 částí : z části pro přípravu reakční směsi (**mixážní část**), z vlastního **katalytického reaktoru** (různé typy reaktorů), v nichž je umístěn pevný (práškový nebo granulovaný) katalyzátor na loži – fritě nebo mřížce a z **části analytické** zde se uplatňují metody analytické chemie : chromatografie (plynová, kapalinová), hmotnostní spektroskopie, jednoúčelové „on-line“ analyzátory (pracující na principech chemiluminiscence, IR-absorpce, apod.).



Obrázek 1. Schema popisující nejběžnější uspořádání katalytického experimentu. (Praktická konstrukce - viz. též obrázek v úvodu na straně 1).

Jak jsou katalyzátor a katalýza charakterizovány?

Výzkum v katalýze je zaměřen na porozumění katalytickému ději. Nalézají zde uplatnění moderní metody chemického a fyzikálního výzkumu : mikroskopické metody, měření velikosti částic a měrného povrchu, spektroskopické metody, spektroskopie v oblasti infračerveného záření, spektroskopie v oblasti viditelného a ultrafialového záření, v oblasti röntgenova a gamma záření, metody magnetické rezonance, při studiu mechanismu a kinetiky pak zejména různá uspořádání hmotnostní spektroskopie, ve spojení s isotopy stabilními i nestabilními, difrakční metody pro studium struktury, a v poslední době rovněž moderní metody využívající urychlovače částic – např. synchrotron, pak se jedná o metody: EXAFS, XANES, apod.

Co je cílem výzkumu katalyzátoru?

Cílem měření v laboratoři je **aktivita** katalyzátoru, umožňující posouzení katalyzátoru, a jeho srovnání s jinými katalyzátory. Při měření je obvykle primárním výsledkem **konverze**, z níž lze následně spočítat reakční rychlost, tedy množství molekul dané látky přeměněné katalyzátorem za časovou jednotku, její závislosti na teplotě - aktivační energii, závislost na koncentraci reaktantů a detailní kinetický popis procesu, včetně jeho mechanismu. Důležitým parametrem je **selektivita** - míra jakou katalyzátor poskytuje produkty žádané, a produkty nežádoucí. Cílem výzkumu je nalézání cest vedoucích k aktivním a selektivním katalyzátorům, s dostatečnou **životností**, tedy vesměs i faktory ekonomické.

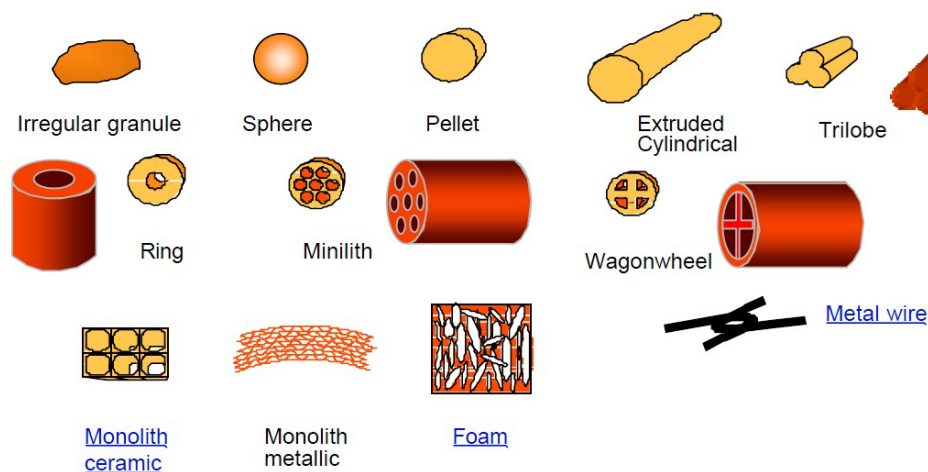
S čím se setkáme v laboratořích katalytického výzkumu.

V rámci úlohy Katalýza se studenti seznámí se základními pojmy, s nimiž se lze setkat při studiu katalýzy, metodami studia používanými v tomto oboru, jež mohou být dokumentovány příklady, s použitím výsledků dosažených na tomto ústavu v uplynulých letech. Bude následovat praktická část, formou exkurze, kde se účastníci seznámí s teorií a technikou adsorpce a teorií a měřením difúze a membrán.

Přístrojové vybavení laboratoří, se kterým jsou studenti v rámci praktického cvičení seznámeni:

plynové a kapalinové chromatografy; UV-Vis a infračervené (IČ) spektrometry; rentgen Bruker, kinetické aparatury na testování aktivity a selektivity připravených katalyzátorů; aparatura MEMFIS - unikátní aparatura domácí konstrukce sloužící ke studiu transportních dějů a reakčních procesů v anorganických membránách; adsorpční aparatury; porosimetry; NO/NO_x chemoluminiscenční analyzátor; autoklávy.

*Celkový seznam*** přístrojového vybavení katalytických laboratoří ÚFCH JH (v anglické verzi) je přílohou tohoto dokumentu.*



Obrázek 2. Příklady nejčastějších forem heterogenních katalyzátorů používaných v praxi.

Závěr:

Katalýza je unikátní obor fyzikální chemie, s dlouhou historií, spojující základní výzkum se širokým polem aplikací, a to od procesů průmyslové výroby, paliv a petrochemie až k průmyslu automobilovému. Má nesporně neobyčejný potenciál do budoucna. Lze jen stěží odhadnout další cesty, jimiž se bude ubírat, či jakých objevů zde bude dosaženo. V současné době se rozvíjí např. fotokatalýza, elektrochemické urychlování katalytických reakcí, či nanokatalýza.

Doporučená literatura k dalšímu studiu:

Miloš Kraus: Katalyzátory kolem nás, Academia 1982;
 Jean Eugène Germain: Heterogenní katalýza, SNTL 1962.

Část II: Vývoj mikroporézních materiálů (zeolity) a kompozitních membrán



Membránová technologie

Membránové separační procesy v posledních letech získaly na významu a objevují se alternativní separační postupy v procesech, které byly pokládány donedávna za klasické, a které v důsledku dlouholetého vývoje byly dovedeny ke značnému stupni technické dokonalosti. Vzhledem k novým možnostem, které otvírá oblast permselektivních separačních membrán se tento obor velmi rychle rozvíjí. Vzhledem k tomuto rychlému rozvoji je počet používaných membránových materiálů značný a výrobní technologie některých membrán jsou svoji náročností podobné technologiím integrovaných obvodů.

Důvody pro použití membrán v heterogenní katalýze nebo-li obecně ve všech reagujících systémech:

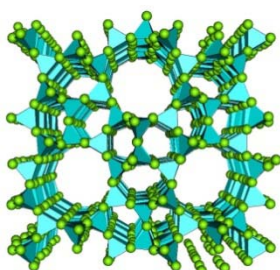
1. Překonání termodynamických omezení v případě vratných reakcí selektivním odstraňováním produktů z reakční směsi.
2. Zvýšením selektivity v případě paralelně nebo následně probíhajících reakcí odstraněním meziproductů nebo oddělením vstupu reaktantů.
3. Snížení odporu pro přenos hmoty ve vícefázových reakčních soustavách (kapalina-plyn).
4. Snadnější kontrola přenosu tepla v případě silně exotermních procesů.

Velký význam nabývají membránové reaktory u nichž lze selektivně odstraňovat reakční produkty, řízeně dávkovat reaktanty a zároveň dělit produkty reakce v integrovaném membránovém separátoru. Velmi výhodné je spojení endotermního a exotermního procesu s přenosem tepla.

Separací membránové procesy doznaly rozvoje od 40. let, kdy byla zavedena technologie separace (obohacování) izotopů uranu na mesoporézních keramických (α - Al_2O_3) membránách. Významné je zhotovení první dialyzační umělé ledviny v roce 1944. Mezi membránové separační procesy se řadí mikrofiltrace, ultrafiltrace, separace plynů, reversní osmóza, dialýza a elektrodialýza.

Efektivnost těchto procesů závisí na vlastnostech a struktuře použitých membrán. Anorganické membrány jsou používány zejména pro jejich dobré mechanické vlastnosti, odolnost vůči vysokým teplotám a tlakům a též chemickou stabilitu v agresivním prostředí (kyseliny, zásady, organická rozpouštědla).

Zeolity

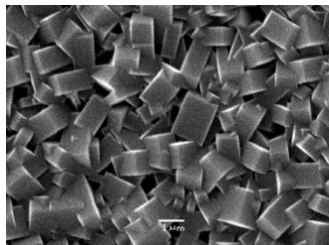


Zeolit MFI

Zeolity jsou krystalické hlinitokřemičitany (alumosilikáty), jejichž chemické složení popisuje souhrnný vzorec $\text{Me}_{2/n}\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot m\text{SiO}_2 \cdot z\text{H}_2\text{O}$ kde n je oxidační číslo kationtu Me^{n+} a m -modul zeolitu. Základní strukturní jednotkou všech zeolitů jsou tetraedry AlO_4 a SiO_4 , které se různými způsoby spojují a vytvářejí pestrou paletu zeolitových struktur s dutinami a kanálky. Rychlé rozšíření zeolitových materiálů v průmyslových katalytických a adsorpčních procesech je zcela ojedinělé a nemá v moderní historii obdobu. Zeolity se dnes hojně používají při výrobě paliv a poněkud pomaleji pronikají do výroby speciálních chemikálií. Pro jejich rozsáhlé využití je velmi důležitá jejich možnost vytváření dutin a kanálků o jednotné a

nastavitelné velikosti. Zeolity je možno charakterizovat rentgenovou difrakcí, rastrovací elektronovou mikroskopií (SEM), infračervenou spektroskopií, adsorpcí n-heptanu, cyklohexanonu a vody.

Zeolitické membrány



Zeolit MFI membrána

Je dobře známo, že zeolitické membrány mají značné možnosti pro průmyslové aplikace při separaci produktů u chemických syntéz a snížení imisí. Zeolitické membrány mohou být používány při vysokých teplotách pro separaci směsí blízkých jejich bodu varu azeotropů i izomerů. Tvarová selektivita a chování molekulových sít může být využíváno pro selektivní separaci molekul. Navíc jsou zajímavé technologie pro oddělení CO₂ ze zemního plynu a při přípravě syntézní směsi pro výrobu amoniaku. Zeolitické membrány mohou být také používány v různorodosti při minimalizaci odpadních a regeneračních rozpouštědel. Technologie využívající zeolitických membrán mohou být užívány pro separaci běžných průmyslových rozpouštědel jako je např. aceton, toluen a trichlóretylén z vytékajících odpadních vodních toků. Hydrofilní zeolitická membrána odvozena z NaA byla úspěšně obchodně využita pro dehydrataci etanolu a jako vysoušecí rozpouštědlo.

Membránové reaktory

V posledních letech jsou zkoumány možnosti použití membránových reaktorů pro různé reakční systémy. Významný vzestup v selektivitě produktu a výnosu byl popsán u hydrogenace, dehydrogenace a u selektivních oxidačních reakcí. V současné době je výkon membránového reaktoru pouze omezen vlastnostmi materiálu pro přípravu membrán. Úspěšnějšími syntézami zeolitických membrán je dosaženo zvětšení účinnosti membránových reaktorů. Dehydrogenace isobutanu má v současné době velký význam v souvislosti s rostoucí poptávkou po isobutenu jako meziprojektu pro výrobu terciálníhobutylmethyléteru (MTBE), který zvyšuje oktanové číslo u benzínu.

Difúze v porézním prostředí

Transport v neporézních hustých membránách je většinou diskutován jako difúze v kapalně nebo zbobtnalé fázi membrány, kde hnací silou je gradient chemického potenciálu. Transportní vlastnosti jsou však často určovány tepelným zpracováním a dalšími vlivy v průběhu přípravy.

Porézní membrány se odlišují od neporézních vytvořením vzájemně propojených volných objemů, které pak vytvoří transportní cesty separačního procesu. V závislosti na jejich velikosti, event. na interakcích v transportních koridorech membrány probíhá transport jako proces konvenční, difúzní nebo jejich kombinace. Porézní membrány jsou buď symetrické, nebo asymetrické podle toho, zda porézní struktura je jednotná v celém průřezu membrány nebo zda se velikost pórů plynule mění.

Význam transportních jevů v porézních látkách vyplývá z množství technických aplikací, při kterých tyto jevy hrají rozhodující úlohu. Jde především o separační membránové procesy a dále o katalytické a elektrochemické procesy. Difúze v porézním prostředí závisí na vlastnostech porézního materiálu - velikosti a tvaru pórů, chemickém složení pevné fáze, atd.

***** Příloha:**

Seznam přístrojů, kterými jsou vybaveny katalytické laboratoře ÚFCH JH:

- gas chromatographs with GC-FID, TCD, MSD (HP 5890, HP 6890, HP 5971A, HP 6850, Finnigan 9001)
- diffractometer Bruker D8 (Bruker AXS, USA)
- FTIR spectrometers Nicolet MX1, Nicolet Protégé 460, Nicolet Magna 550 with high temperature cells and MS gas analysis, Nicolet Avatar 320 with diffuse reflectance accessory
- FT-IR spectrometer Nexus 670 with in-situ high temperature cell
- UV-Vis-NIR spectrometer Perkin Elmer Lambda 19 with reflectance attachment and Harrick high temperature cell
- GC-MS spectrometer (Agilent technologies, Germany)
- quadrupole mass spectrometers (QMA 125, QMG 421C, QMG 420)
- ESR spectrometer (ERS-220 DAW)
- AMI-200 catalyst characterization system (Raczek Analysentechnik, Germany)
- AvaSpec-2048FT Fast Trigger Fiber Optic Spectrometer (Avantes, Netherlands)
- NO/NO_x chemoluminescence analyzers (VAMET, CR)
- Advance Optima analytical system for N₂O (Hartmann & Brown, Germany)
- high-low pressure IR reactor (In-Situ Research Instruments, USA)
- scanning electron microscope Jeol JSM-5500 LV
- Accusorb Micromeritics sorptometer
- Autoclaves (Berghof Germany)
- adsorption apparatus ASAP 2010 (Micromeritics, USA)
- Adsorption Apparatus ASAP2020 (Micromeritics, USA)
- Analyzer Advanced Optima 200/Limas 11HW (ABB, Germany)
- high speed water sorption apparatus Hydrosorb 1000 (Quantochrom, USA)
- surface area and porosity analyzer (SY-LAB, Austria)
- super critical point dryer (Tousimis, USA)
- SCD 050 sputterset (BAL-TEC, Liechtenstein)
- dry box (mBraun, USA)
- Universal apparatus of in-house construction for studies of transport and reaction processes in inorganic membranes
- UV-Vis-NIR spectrometer Perkin Elmer Lambda 950 with spectralon and gold integration spheres for diffuse-reflectance measurements and Harrick through-flow high temperature cell
- Bruker Avance 500 MHz WB spectrometer with 4 and 2.5 mm 2R and 4 mm 3R probes (Joint Laboratory of Solid State NMR of Institute of Macromolecular Chemistry AV CR v.v.i. and J. Heyrovsky Institute of Physical Chemistry AV CR v.v.i.)

Praktické cvičení na téma Studium katalytických materiálů a membrán rastrovacím elektronovým mikroskopem Jeol

(v aktivitě KA6-A.4 - Experimentální praktika z FCH)

Praktické cvičení připravil a povede RNDr. Libor Brabec, CSc,

V rámci praktika budou studenti seznámeni se zaměřením výzkumu v laboratoři vybavené elektronovým mikroskopem Jeol, s principem měření a budou také studovat některé připravené katalytické materiály elektronový mikroskopem.

Zaměření laboratoře:

Vizuální charakterizace mikroporézních materiálů - zeolitů (hlinitokřemičitany s definovanou sítí pórů o průměru 0,5-1,5 nm) ve formě krystalických prášků nebo polykrystalických vrstev-membrán. Sledovány jsou tvary a velikosti krystalů a způsob jejich uspořádání ve vrstvách. Vnitřní morfologie vrstev nebo složených krystalů je studována spojením mikroskopie s leptáním vzorků, při němž leptací činidlo (HF) specificky proniká do nitra objektů.

Snímkování výbrusů makroporézních materiálů (Al_2O_3 , porézní ocel) nebo polymerních vrstev s mikročásticemi. Z většího počtu snímků lze stochastickou rekonstrukcí získat trojrozměrnou repliku příslušného materiálu.

Studium zeolitických nebo polymerních vrstev, připravených elektroforetickou depozicí částic ze suspenzí.

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). Detekcí sekundárních elektronů lze dosáhnout zvětšení 100.000× s rozlišením cca 10 nm. Pro větší kontrast plošek obsahujících atomy lehčí či těžší než okolí lze s výhodou užít detektoru zpětně odražených elektronů (do zvětšení cca 10.000×). Polohu vzorku ve vakuové komoře lze měnit s přesností 0,001 mm pomocí automatizovaných mikrometrických šroubů. Písmena LV značí možnost „Low Vacuum“: nízké vakuum je vhodné k prohlížení vzorků obsahujících vodu (vzorky biologické), neboť je zpomaleno její vypařování. Zbytkový plyn s molekulami vody navíc odvádí náboj s povrchu nevodivých vzorků. Odvod náboje však obvykle zajišťuje tenká vrstvička platiny, nanesená na vzorek naprašovačkou BAL-TEC SCD 050.

Princip řádkovací elektronové mikroskopie:

Potřebná dráha elektronového paprsku je podmíněna vakuem (10^{-4} Pa). V hlavici tubusu elektrony emitují ze žhaveného vlákna (W), jsou urychleny silným elektrickým polem a soustředěny do úzkého svazku clonkami a elektromagnetickou optikou. Poté dopadají paprsek elektronů na vzorek, umístěný ve vakuové komoře. Pomocí skenovací cívký se paprsek pohybuje postupně po řádcích ve vymezené obdélníkové plošce.

Detegovány jsou obvykle nikoli odražené primární elektrony, ale nízkenergetické elektrony sekundární, primárními elektrony z povrchu vzorku vyražené. Zkoumaný povrch tak lze zobrazit mnohem podrobněji. Intenzita signálu se při řádkování mění podle různorodosti povrchu (výstupky, prohlubně, sklon mikroploch vůči detektoru).

RNDr. Libor Brabec, CSc. (1960)

V letech 1979-1984 studoval na Přírodovědecké fakultě University Karlovy (obor fyzikální chemie). Diplomová i disertační práce vypracovány v Ústavu fyzikální chemie a elektrochemie J. Heyrovského (školitelé: V. Hanuš, F. Tureček, Z. Herman). Obě pojednávají o rozpadu molekulárních útvarů, energeticky nabuzených ionizací nárazem elektronu, popř. srážkou ionizované a neutrální molekuly.

Roku 1992 se přeorientoval na rutinní využití hmotnostní spektrometrie při sledování produktů reakcí katalyzovaných zeolity (hlinitokřemičitany s definovanou sítí mikropórů). Zabýval se rovněž přípravou karbonylových komplexů platiny v zeolitech (tzv. stavba lodí v láhvi). Od roku 2001 pracuje s řádkovacím elektronovým mikroskopem. Studuje krystaly zeolitů nebo jejich polykrystalické vrstvy (membrány). Ke zjišťování jejich vnitřní morfologie přispěl leptáním kyselinou fluorovodíkovou. K některým měřením využívá nový přístroj dynamického rozptylu světla k měření velikosti částic a jejich elektrokinetického potenciálu v suspenzích. Je vědcem v oddělení struktury a dynamiky v katalýze a podílí se na řešení projektů jak základního, tak aplikovaného výzkumu. V popularizačním a vzdělávacím týmu ÚFCH JH pracuje se studenty VŠ a SŠ a představuje jim práci s elektronovým mikroskopem. Přednášel a lektoroval praktické ukázky měření ve své laboratoři např. na letní škole Nano2008, zimní škole Nano2010 a v listopadu 2012 vedl praktika pro SŠ ze 3. a 4. ročníku MSŠCH z Prahy v projektu „Příprava odborníků pro 21. století - moderní technologie ve výuce chemie“.

Patří mezi spolehlivé a zdatné popularizátory této široce užívané metody studia nanosvěta.

Praktické cvičení na téma Mikroskopie rastrovací sondou studuje nanosvět - metody AFM a STM mikroskopie

(v aktivitě KA6-A.4 - Experimentální praktika z FCH)

Praktické cvičení připravil a povede Ing. Pavel Janda, CSc.

V rámci praktika budou studenti seznámeni se zaměřením výzkumu v laboratoři mikroskopie rastrovací sondou, vybavené mikroskopy AFM a STM, s principem této metody a budou také studovat některé připravené nanomateriály uvedenými mikroskopy.

Skupina metod nazývaných souhrnně mikroskopie rastrovací sondou zahrnuje vedle vlastní mikroskopie i četné techniky analýzy povrchu. Nad zkoumaným povrchem se pohybuje mikrosonda, která snímá nejen jeho topografii nebo fyzikálně-chemické vlastnosti (například elektrickou vodivost, magnetické vlastnosti a teplotu), ale může detekovat i přítomnost funkčních skupin některých molekul. Rozlišovací schopnost těchto technik může dosahovat až molekulární či atomární úrovně (zvětšení řádově $10^8\times$).

Zaměření laboratoře:

Laboratoř mikroskopie rastrovací sondou se v rámci Oddělení elektrochemických materiálů zabývá charakterizací nanostrukturovaných materiálů metodami mikroskopie atomárních sil (AFM), tunelové mikroskopie (STM) a metodami odvozenými (tunelová spektroskopie, silová spektroskopie) používanými in situ v kombinaci s elektrochemickými metodami. Cílem je nalezení vztahu mezi uspořádáním (nanostrukturou) mezifází a průběhem reakce přenosu náboje. Těžištěm naší práce jsou následující systémy:

- soubory metalických a metaloxidových nanočástic imobilizovaných na monokrystalických substrátech, jejich charakterizace mikroskopii AFM/STM ex situ a in situ v podmínkách reakce přenosu náboje (s použitím elektrochemické mikroskopie EC AFM/STM a SECM) s důrazem na specifické fyzikálně chemické vlastnosti těchto nanostruktur. Cílem je optimalizace jejich vlastností pro využití v (elektro)katalýze, zdrojích proudu, mikroelektronice a senzorech.
- uhlíkové nanostruktury – fulereny, nanotrubky, grafen v reakcích přenosu náboje
- oxidické polovodiče na bázi TiO₂, vliv nanostruktury, dopování a senzibilizace na konverzní účinnost ve fotoelektrochemickém (Grätzelově) solárním článku, kombinací metod EC STM/AFM a tunelové spektroskopie
- cíleně syntetizované ftalocyaninové a porfyrinové deriváty (spolupráce s Tohoku University, Japonsko) – (spektro)elektrochemické vlastnosti a charakterizace - pro využití jako senzibilizátorů, v (elektro)katalýze, zdrojích proudu a sensorové technice

Přístrojové vybavení, princip použitých metod:

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

laterárních 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.).

Ing.Pavel Janda, CSc. (1952)

Vystudoval fyzikální a analytickou chemii na Vysoké škole chemicko-technologické v Praze (1977) a získal doktorát ve fyzikální chemii (1983). V ÚFCH JH pracuje jako vedoucí laboratoře mikroskopie rastrovací sondou. V oboru, který studoval i na zahraničních stážích (Univerzita v Torontu 1986-7 a 1990-1 a několik studijních pobytů v IFW v Drážďanech v 90.letech), není žádným nováčkem, ale uznávanou osobností (člen Rady České mikroskopické společnosti, autor více než 50 prací v renomovaných zahraničních časopisech, několika kapitol v knihách a 1 patentu), která řeší vlastní grantové projekty či je členem tuzemských a mezinárodních týmů. Oborem jeho vědeckého zájmu je: mikroskopie rastrovací sondou (AFM, STM) v kapalinách a elektrolytech - reakce přenosu náboje na nanostrukturách: nanoporézní TiO₂ pro konverzi solární energie; fullereny; nanotrubice a metalické nanočástice pro katalýzu a ukládání náboje. Jeho lidským zájmem, který dnes a denně naplňuje, je vychovávat pokračovatele, a tak v jeho laboratoři neustále pracují společně bakaláři, diplomanti, PGS studenti a sem tam i nějaký ten SŠ stážista. O studiu nanoobjektů metodami mikroskopie rastrovací sondou přednáší jak na vysokých školách a univerzitách, tak na školách středních. Do projektu Otevřená věda byl zapojen již v jeho počátcích (2005-2007) lektorováním jedné stáže a potom následně v projektu Otevřená věda pedagogům přednášel učitelům fyziky (kurz v Nových Hradech 2011). Výsledky své práce společně s kolegy Liborem Brabcem a Janem Plškem popularizoval například i prezentací snímků pořízených na svým mikroskopech na výstavě fotografií „Nanosvět očima mikroskopů“ (3 výstavy v Praze v letech 2008-2010, Olomouc 2011, Jihlava 2012). V rámci týmu ÚFCH JH v projektu Tři nástroje přednášel a lektoroval praktické ukázky měření ve své laboratoři na Letní škole spektroskopie 2004, Letní škole Nano2008, zimní škole Nano2010 a v listopadu 2012 vedl praktika pro SŠ ze 3. a 4. ročníku MSŠCH z Prahy v projektu „Příprava odborníků pro 21. století - moderní technologie ve výuce chemie“. I on má již několik let v týmu popularizátorů ÚFCH JH své místo.

Praktické cvičení na téma Analýza povrchově aktivních látek fotoelektronovou spektroskopií (XPS)

(v aktivitě KA6-A.4 - Experimentální praktika z FCH)

Praktické cvičení připravil a povede Ing. Jan Plšek, Ph.D.

V rámci praktika budou studenti seznámeni se zaměřením výzkumu v laboratoři fotoelektronové spektroskopie, seznámí se s principem této metody a budou také studovat některé připravené vzorky (nanomateriály) přístojem ESCA 3Mk II či ESCA 310.

Zaměření laboratoře:

Spektrometry v laboratoři fotoelektronové spektroskopie jsou dnes využívány především ke studiu nanostrukturních materiálů a povrchů materiálů pro náhrady biologických tkání. Dále se Centrum zabývá detailním studiem nanočástic zlata a bimetalických povrchů z hlediska možnosti jejich využití v heterogenních katalytických a elektrokatalytických reakcích. Kromě studia klastrů zlata deponovaných na nosičích se zabývá rovněž studiem koloidních zlatých částic a modifikovaných zlatých filmů, u kterých lze předpokládat aplikace v biologických a technických vědách. Pro praktické využití důležitou tematikou, na jejímž řešení se Centrum podílí, je studium povrchových modifikací polymerních materiálů z hlediska zlepšení jejich biokompatibility. Řada dalších studií je prováděna ve spolupráci s jinými ústavu Akademie věd (laserová chemie, fotochemie, geochemie) a vysokými školami; část pracovní kapacity je věnována řešení problémů aplikovaného výzkumu (oxidace, koroze).

Princip metody:

Důležitou vlastností nanostrukturních materiálů je přítomnost tzv. rozměrového efektu. V důsledku tohoto efektu změna rozměrů studovaného objektu způsobí změnu jeho fyzikálních a chemických vlastností, které mohou být podstatně odlišné od vlastností stejného materiálu s makroskopickými rozměry. Tyto vlastnosti úzce souvisí s elektronovou strukturou, kterou lze určit pomocí metod elektronové spektroskopie. Metody elektronové spektroskopie jsou pro svoji universálnost, nedestruktivnost a produktivitu nezastupitelné při studiu nanostrukturních materiálů.

Jak vyplývá z jejich názvu, zdrojem informací o studovaném materiálu jsou elektrony, které jsou z něho emitovány. Základní uspořádání metod elektronové spektroskopie se skládá z monoenergetického zdroje primárních budících částic, analyzátoru energií elektronů a detektoru. Způsob buzení elektronů obvykle slouží k rozdělení jednotlivých elektronových spektroskopií. Nejrozšířenější z nich je metoda XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy), kde jsou elektrony buzeny rentgenovým zářením. Tloušťka vrstvy analyzované touto metodou je dána únikovou hloubkou emitovaných elektronů a činí v závislosti na chemickém složení studovaného materiálu 1-5 nm, jedná se tedy o povrchově selektivní metodu. Dosahované laterální rozlišení je několik μm . Základní informace, které tato metoda poskytuje, jsou identifikace prvků přítomných ve zkoumané oblasti vzorku, způsob jejich chemické vazby a elektronová struktura povrchových vrstev. Získané informace dovolují identifikovat některé nanostruktury na povrchu vzorku.

Přístrojové vybavení:

Laboratoř je vybavena elektronovým spektrometrem ESCA 310 (Gammadata Scienta, Švédsko) umožňujícím měřit spektra elektronů s velkým rozlišením. K excitaci elektronů je použito intenzivní záření $AlK(\hbar\nu = 1486.6 \text{ eV})$, produkované rotující anodou speciální ultravysokovakuové konstrukce a monochromatizované sedmi toroidálně ohnutými křemennými krystaly (poloměr Rowlandovy kružnice 65 cm). K analýze elektronů je použit hemisférický deflekční elektrostatický analyzátor a k detekci elektronů dvourozměrný multidetektor. Spektrometr lze provozovat v transmisním, angulárním a zobrazovacím režimu. Komory spektrometru jsou čerpány turbomolekulárními a iontovými vývěvami na vakuum 10⁻¹⁰ mbar. Přístroj je dále vybaven iontovými a elektronovými tryskami, počítačem řízeným manipulátorem s pěti stupni volnosti a mikrováhou s křemenným krystalem.

Dále je laboratoř vybavena standardním elektronovým spektrometrem ESCA 3 Mk II (VG Scientific, Anglie) který umožňuje kromě spekter excitovaných měkkým rentgenovým zářením měřit i spektra excitovaná UV zářením s energií fotonů od 20 do 41 eV, spektra Augerových elektronů excitovaných fotony a elektrony a studovat složení plynné fáze (např. při zahřívání vzorků nebo jejich interakci s vybranými plyny) metodou hmotnostní spektrometrie.

Ing. Jan Plšek, Ph.D. (1972)

Po ukončení studia na Gymnáziu v Náchodě absolvoval Fakultu jadernou a fyzikálně inženýrskou ČVUT v Praze (obor: Fyzikální inženýrství - fyzika pevných látek, 1995). Na téže vysoké škole absolvoval i postgraduální studium, které v roce 2001 ukončil disertační prací na téma: „Studium tunelování elektronů vrstevnatými strukturami kov-oxid-kov metodou autoemisní mikroskopie“. Od roku 2001 pracuje jako vědecký pracovník v Oddělení spektroskopie se zaměřením na chemii a fyziku povrchů vícesložkových systémů. V současnosti je člen týmu Centra fotoelektronové spektroskopie, které se z Oddělení Spektroskopie vydělilo. Je autorem více než dvacítky prací v recenzovaných časopisech a obdobného počtu příspěvků na mezinárodních konferencích.

Přednáší a lektoruje praktická měření ve své laboratoři několikrát v roce pro VŠ a PGS studenty z FJFI ČVUT, FCHI VŠCHT a PřF UK. V rámci týmu ÚFCH JH Tři nástroje se zapojil i do Letní školy spektroskopie 2004, Letní školy Nano2008 a zimní školy Nano2010. Pravidelně představuje výsledky bádání Centra při Dnech otevřených dveří a dalších programech pro studenty organizovaných v ÚFCH JH v průběhu roku. Metoda XPS tak, jak ji popularizuje Jan Plšek, patří nezastupitelně do mozaiky moderních metod fyzikální chemie prezentovaných zájemcům o studium přírodních věd.

Praktické cvičení na téma Charakterizace nanomateriálů pro elektroniku rastrovacím elektronovým mikroskopem Hitachi

(v aktivitě KA6-A.4 - Experimentální praktika z FCH)

Praktické cvičení připravil a povede Mgr. Milan Bouša

V rámci praktika budou studenti seznámeni se zaměřením výzkumu v laboratoři vybavené elektronovým mikroskopem Hitachi, s principem měření a budou také studovat některé připravené uhlíkaté nanomateriály elektronovým mikroskopem.

Zaměření laboratoře:

V rámci Oddělení elektrochemických procesů se laboratoř s mikroskopem Hitachi zabývá převážně studiem rozměrů, tvaru, chemického složení a struktury nanočástic zajímavých z hlediska jejich použití v katalýze. Universálnost popsaného vybavení umožňuje spolupráci i s pracovišti zcela odlišných oborů (elektrotechnický průmysl, geologie, archeologie).

Přístrojové vybavení:

V laboratoři se pracuje s rastrovacím elektronovým mikroskopem S 4800 (Hitachi, Japonsko), vybaveným dvěma detektory SE s možností detekce BSE. Dále je vybaven kamerou pro záznam difrakčních obrazců BSE (HKL, Dánsko) a detektorem RTG záření s polovodičovým spektrometrem (Noran, USA). Takto vybavený mikroskop tedy slouží nejen k pořizování obrázků ve vysokém rozlišení, ale je to i mocný analytický nástroj. Rozlišovací schopnost mikroskopu závisí především na vlnové délce použitého záření.

Princip řádkovací elektronové mikroskopie:

V elektronovém mikroskopu se k zobrazování využívá svazku urychlených elektronů. Vlnovou délku λ lze elektronům přisoudit pomocí de Broglieho vztahu $\lambda = h/mv$. Při urychlovacím napětí 20 kV přísluší elektronům vlnová délka 0,0086 nm. Oproti optickému mikroskopu vidíme možnost zlepšení rozlišovací schopnosti o několik řádů. Vyžaduje to ovšem vakuovou aparaturu, protože elektrony jsou v plynech rozptylovány mnohem více než fotony.

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 odezev. Sekundární elektrony (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 (BSE) je více závislé na složení vzorku. Kromě toho BSE v krystalickém materiálu difraktují a vzniklé obrazce (Kikuchiho linie) poskytují krystalografické informace. Velmi důležitou odezvou je charakteristické rentgenové záření, které umožňuje chemickou analýzu vzorku.

Mgr. Milan Bouša (1983)

Po Gymnáziu v Liberci vystudoval Přírodovědeckou fakultu Univerzity Karlovy v Praze (2009 - diplomová práce na téma Stabilita fullerenu v organických rozpouštědlech, školitel za ÚFCH JH Dr. Otakar Frank). V současnosti pokračuje studiem 3. ročníku doktorandského studia (PGS) na PřF UK v Praze a jeho školitelem je profesor Ladislav Kavan, světově uznávaný odborník ve vývoji a charakterizaci nových nanomateriálů

nacházejících uplatnění jako elektronické součástky budoucnosti, v nových typech baterií či solárních článcích (na bázi TiO_2), a opět Dr. Otakar Frank, jehož současné práce, letos oceněné Cenou Učené společnosti ČR, se mj. zabývají přípravou a charakterizací grafénu, formy uhlíku se slibnými aplikacemi v řadě oborů (kosmonautika, letectví, elektronika, sport aj.). Milan Bouša se tedy jak v rámci své disertační práce (téma „Příprava a charakterizace nanomateriálů pro elektrochemické ukládání energie“), tak v rámci řešení několika výzkumných projektů Oddělení elektrochemických materiálů (tuzemské i zahraniční granty) pohybuje nejen v „dobré společnosti“, ale také v moderním vědeckém oboru (uhlíkaté nanomateriály), který je dnes „slušně“ popularizovatelný, čímž si již získal a stále získává značný zájem mladých zájemců o studium přírodních věd. V roce 2012 se Milan Bouša stal dalším členem popularizačního týmu vědců ÚFCH JH v projektu Tři nástroje, který pracuje i s cílovou skupinou SŠ žáků a pedagogů a ujal se, po předčasně zesnulém Dr. Jiřím Francovi, nelehkého úkolu, navázat na „zavedené“ kvalitní programy praktik a exkursí v laboratoři s řádkovacím elektronovým mikroskopem Hitachi při studiu nanosvěta. Jeho odborné znalosti, zájem o vědu a také rodící se slibné pedagogické schopnosti jsou příslibem, že úspěšné programy na elektronovém mikroskopu Hitachi mají opět svého guru.

Praktické cvičení na téma Laserová chemie v létajících nanolaboratořích

(v aktivitě KA6-A.4 - Experimentální praktika z FCH)

Praktické cvičení připravili vědci z Oddělení chemie iontů a klastrů pod vedením Dr. M. Fárníka.

cvičení povede Mgr. Michal Fárník , Ph.D. DSc.

V rámci praktika budou studenti seznámeni se zaměřením výzkumu v laboratoři klastrů a budou provedeny některé jednoduché experimenty s laserovými zařízeními z vybavení laboratoře případně s klastry.

Klastry jako létající nanolaboratoře

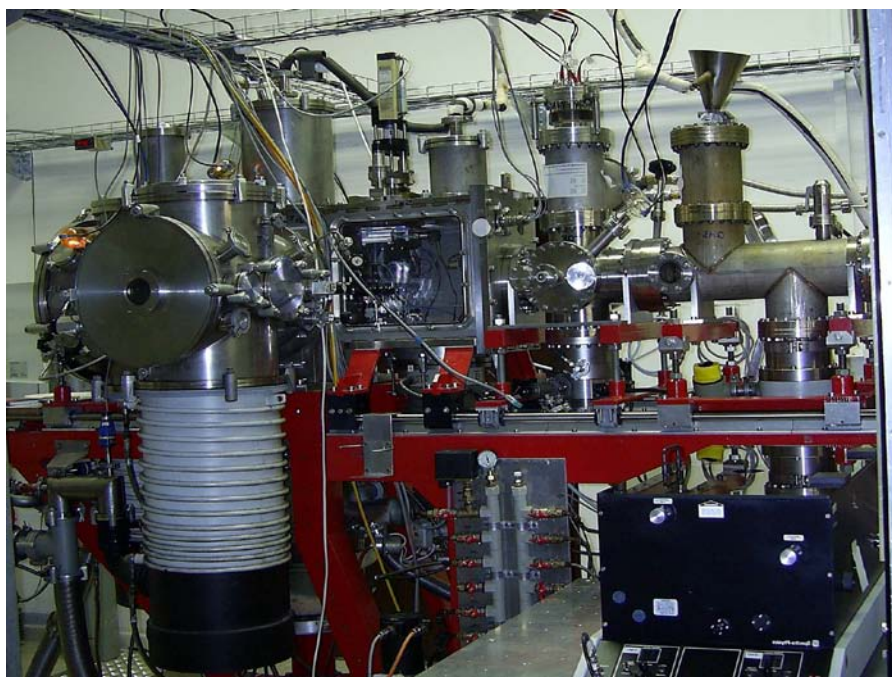
V naší laboratoři se zabýváme volnými klastry a nanočásticemi ve vakuu. Klastry jsou soubory atomů či molekul, které jsou vázány slabými interakcemi, jako jsou např. van der Waalsovské interakce či vodíkové můstky.

Studujeme klastry od *dimérů* až po konglomeráty několika tisíc i více molekul, tzv. *nanočástice*.

Klastry připravujeme *metodou molekulových paprsků* expanzí plynu do vakua skrze trysku o průměru několikadesítek m (hovoříme o tzv. „supersonické expanzi“). V praktiku se studenti blíže seznámí s metodou molekulových paprsků, budou měřit charakteristiky supersonické expanze, jako je rychlostní rozdělení molekul a klastrů a porovnávat je s teoreticky vypočtenými hodnotami.

Dále v našem experimentu využíváme řadu metod, jako např. kvadrupolová hmotnostní spektrometrie, „timeofflight“ spektrometrie kterou využíváme v různých módech jednak k měření hmotnostních spekter ale také k měření kinetické energie fragmentů po fotodisociaci. S těmito technikami budou studenti rovněž názorně seznámeni a v rámci praktika bude provedeno několik měření jak hmotových spekter, tak spekter kinetické energie fragmentů jejichž vyhodnocení a interpretace na základě nabitých znalostí bude úkolem pro studenty.

K fotodisociačnímu experimentu, který je hlavním experimentem na naší aparatuře, jsou v laboratoři k dispozici dva ultrafialové (UV) pulsní laserové systémy: (1) Excimerový ArF/F2laser pracující na frekvenci 193 nm a (2) laditelný UV systém, který se skládá z vysokovýkonového Nd:YAG laseru, laditelného barvivového laseru a jednotky pro nelineární směšování frekvencí. Principiálně lze směšováním frekvencí v různých nelineárních krystalech jednotky WEX pokrýt rozsah vlnových délek od 217 nm do 400 nm. Oba laserové systémy budou studentům předvedeny a budou použity ve fotodisociačním experimentu.



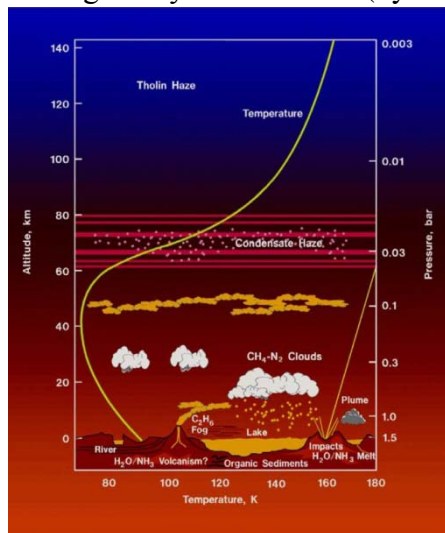
Praktické cvičení na téma Použití hmotnostní spektrometrie pro sledování chemických reakcí probíhajících v ionosféře Titanu

(v aktivitě KA6-A.4 - Experimentální praktika z FCH)

Praktické cvičení připravil a povede Mgr. Ján Žabka, CSc.

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...).



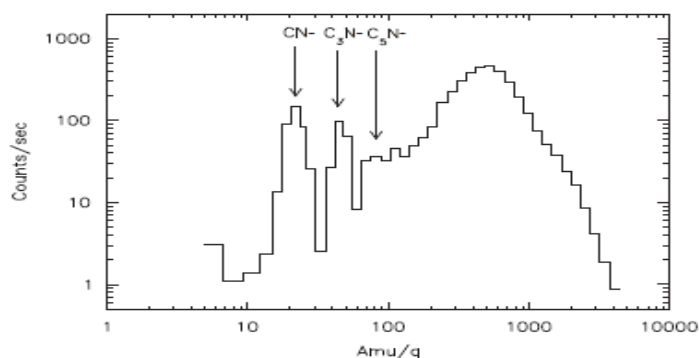
Obr. 1: Atmosféra Titanu

Plak na povrchu Titanu je jedenapůlkrát 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 mise Cassini-Huygens dokázaly, 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 4000 m/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 kladných iontů, proto informace v této oblasti jsou momentálně nedostačující pro důsledné modelování chemických procesů v ionosféře Titanu.

však tematice interakce záporných iontů s neutrálními molekulami nebyla věnována taková pozornost jako pro reakce kladných iontů, proto informace v této oblasti jsou momentálně nedostačující pro důsledné modelování chemických procesů v ionosféře Titanu.



Obr. 2: Sonda Cassini-Huygens

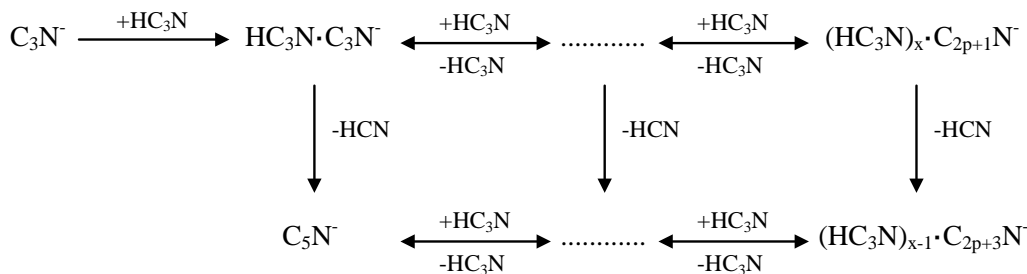


Obr. 3: Hmotnostní spektrum aniontů (Cassini)

Také proto je jedno z hlavních témat experimentálního výzkumu v naší laboratoři 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:



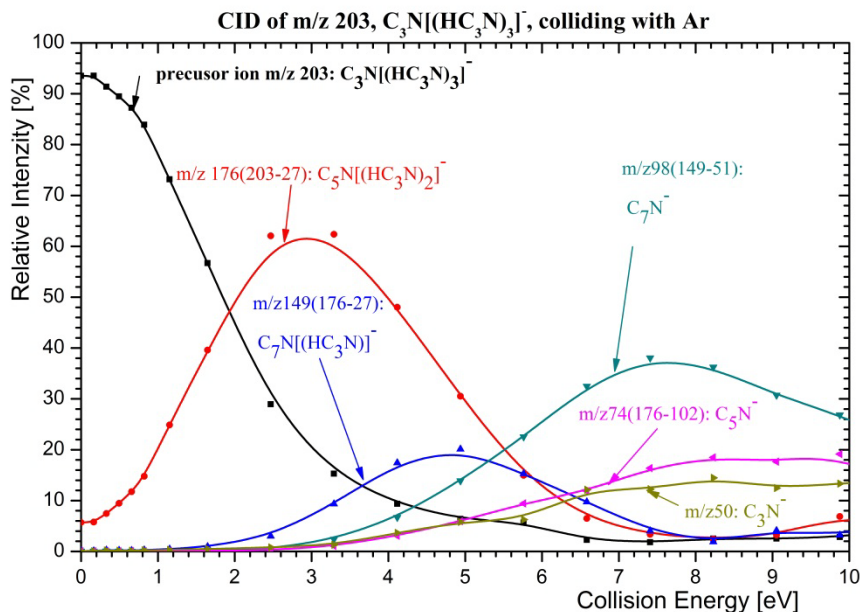
Obr. 4: Schéma interakce C_3N^- s $n \cdot HC_3N$

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

		Reaktanty: $C_3N^- + a \cdot HC_3N$									Struktura produktů
		a =									
Ztráta 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 ověření navrhnutého schémata pomocí experimentu rozpadu aniontů vyšších dusíkatých uhlovodíků indukovaného srážkou s Ar na aparatuře Quattro Premier XE. Příklad CID spektra je znázorněn na obr.6, kde na ose x je vnitřní energie aniontu, dodaná iontu kolisí s argonem, na ose y je relativní intenzita zastoupení jednotlivých produktů.

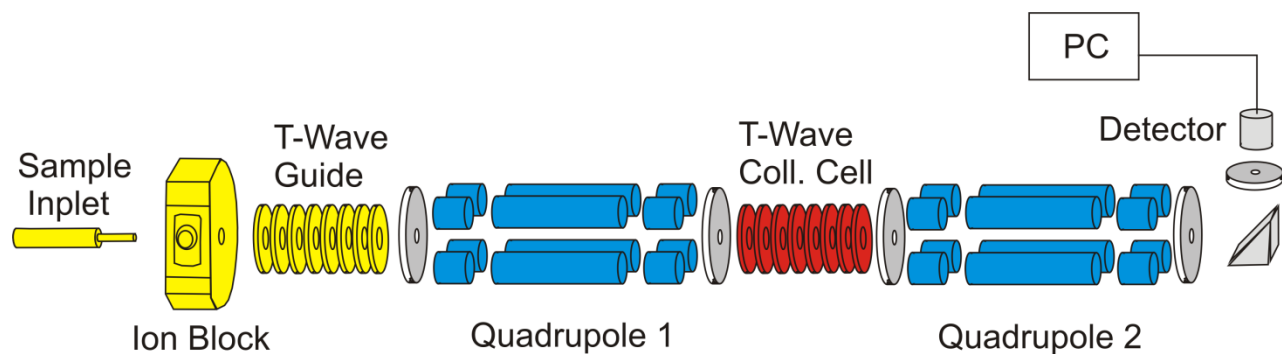


Obr. 6: CID spektrum aniontu $C_3N(HC_3N)_3^-$

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 kvadrupólu, 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 pomocí tabulky produktů na obr. 5

3.2. Změření hmotnostního spektra roztoku směsi $\text{CH}_3\text{CN} + \text{HC}_3\text{N}$

Mód MS, bez kolizního plynu

3.3. Optimalizace iontového zdroje pro maximální intenzity sledovaného aniontu

3.4. Přepnutí do módu MS/MS, napuštění srážkového plynu (Ar)

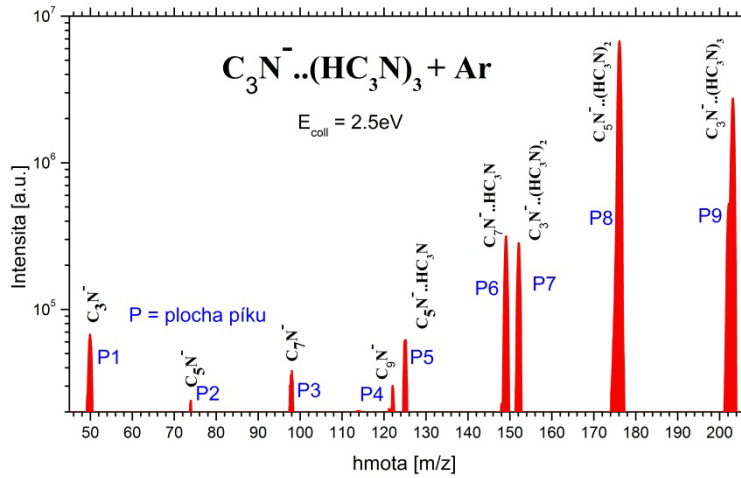
3.5. Změření hmotnostních spekter MS/MS pro danou řadu srážkových energií

3.6. Zpracování dat: normalizace spekter, vynesení CID spektra pro daný iont

3.7 Analýza změřeného CID spektra, porovnání s řadami rozpadů na obr. 5

4. Dodatek

Na obrázku 8 je znázorněno hmotnostní spektrum rozpadu primárního iontu $C_3N^-(HC_3N)_3^-$ po srážce argonem při srážkové energii 2.5 eV. 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 bylo devět hodnot ploch, P1 až P9. Následně



Obr. 8: Hmotnostní spektrum rozpadu primárního iontu

provedeme normalizaci těchto ploch podle vztahu :

$$P_x^N = \frac{P_x}{\sum_{x=1}^9 P_x} \cdot 100 \quad (2)$$

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

$$P_1^N = \frac{P_1}{P_1+P_2+P_3+P_4+P_5+P_6+P_7+P_8+P_9} \quad (3)$$

Součet všech takto normalizovaných ploch píků se bude rovnat 100%, jak to můžeme pozorovat na obr 6, kde je znázorněno relativní zastoupení produktů pro 19 hodnot srážkové energie.

Praktické cvičení na téma Analýza dechu metodou SIFT - MS

(v aktivitě KA6-A.4 - Experimentální praktika z FCH)

Praktické cvičení připravili vědci z Odd. chemie iontů a klastrů pod vedením prof. RNDr. Patrika Španěla, Dr. rer. nat.

Cvičení povede: Mgr. Kseniya DRYAHINA, Ph.D.

V rámci programu v laboratoři SIFT-MS budou účastníci seznámeni se základními principy hmotnostní spektrometrie (MS). Vědci v laboratoři v současné době pracují s několika typy hmotnostních spektrometrů. Blíže se studenti seznámí s přístrojem SIFT-MS (hmotnostní spektrometrie vybraných iontů v proudové trubici). Také bude představena problematika analýzy stopových látek přítomných v dechu právě pomocí této metody, na jejímž vývoji a testování vědci z týmu spolupracují s několika pracovišti z oblasti medicíny jak ze zahraničí, tak tuzemskými. Studenti budou v rámci měření určovat a měřit některé látky v odebraných vzorcích jejich dechu a vyhodnocovat naměřená data.

Mgr. Kseniya DRYAHINA, Ph.D. vystudovala Fyzikálně-technickou fakultu Univerzity v Sumy (Ukrajina). Doktorskou práci na téma „Vznik a zánik komplexních iontů“ obhájila v r. 2008 na Matematicko-fyzikální fakultě Univerzity Karlové v Praze. Od r. 2005 pracuje v Ústavu fyzikální chemie J. Heyrovského AV ČR, v.v.i., kde se věnuje iontové chemii a fyzice a jejich použití v hmotnostní spektrometrii.



Praktické cvičení na téma Poznej systém vědecké práce: myšlenka-projekt-prezentace výsledků

(v aktivitě KA6-A.4 - Experimentální praktika z FCH)

Praktické cvičení připravila a povede Ing. Květoslava Stejskalová, CSc.

Praktikum bude rozděleno do třech částí:

V první části, přednášce, budou studenti seznámeni se systémem vědecké práce v instituce, jakou je ÚFCHJH AV ČR. Budou moci nejen poznat blíže princip badatelské práce vědce, coby zaměstnance výzkumné instituce, ale seznámí se i s organizací vědy jako takové, poznají i systém financování vědy v podmínkách ČR. Budou jim představeny pojmy - věda, základní a aplikovaný výzkum, výzkum a vývoj, inovace. Rovněž jim bude stručně představen grantový systém, kterým si dnes vědec "obstarává" většinu financí potřebných pro realizaci svých myšlenek. Výsledky své práce vědec, jedná-li se o základní výzkum, představuje vědecké veřejnosti publikováním v recenzovaných, převážně mezinárodních časopisech. Studenti tedy nahlédnou i pod roušku tohoto tajemna. Bádá-li vědec v oblasti aplikovaného výzkumu, výsledkem jeho práce jsou potom tzv. aplikační výsledky, jako je např. patent, licence, prototyp, technologie, užitný vzor a j. I o těchto termínech se přednáška stručně zmíní.

Ve druhé části praktika bude studentům představena jedna tuzemská grantová soutěž (např. GAČR- soutěž o standardní projekty) a na příkladu konkrétního grantového projektu budou mít možnost poznat, jak se tvoří grantový návrh, který, uspěje-li v soutěži, potom vědec se svým týmem řeší. Takže i systém řešení projektu bude stručně nastíněn - každoroční vědcovo "skládání účtů" poskytovateli financí, tedy grantové agentuře.

Ve třetí části praktika budou mít studenti možnost uplatit právě získané vědomosti v tvorbě vlastního "mininávru" grantu. "Vědecké téma", jehož řešení mají navrhnout, si vylosují. Jde o to, aby uplatnili informace, které se dozvěděli v přednášce a zvládli do formuláře, jež jim bude připraven, vyplnit formální údaje o projektu, sestavit svůj řešitelský tým, navrhnout finance potřebné k řešení a stručně popsat (formou anotace) ideu vlastního řešení. Předpokládáme, že část řešení daného úkolu (tj. anotace popisující vědeckou stránku projektu), bude jistě studenty v řadě případů zpracována humornou formou, takže toto praktikum snad splní i jeden z lektorčiných cílů, aby nejen vzdělalo, ale i pobavilo.

Na závěr si s lektorkou studenti rozeberou jeden z odevzdaných "návrhů" a pohovoří o případných chybách. Cílem tohoto závěrečného cvičení je přimět studenty o problémech přemýšlet a jejich řešení strukturovat: utřídit si myšlenky, plánovat jednotlivé kroky řešení, smysluplně se umět vyjádřit do striktně předepsané formy, kterou grantový návrh předepisuje, a najít řešení (nové a pokud možno jedinečné, odborně však zcela správné), které problém, jenž si vědec nadeřadil, skutečně řeší.

Ing. Květoslava Stejskalová, CSc. (1966)

Vystudovala chemické inženýrství na VŠCHT v Praze. Od roku 1989 pracuje v Ústavu fyzikální chemie J. Heyrovského AV ČR, kde v roce 1995 získala doktorát ve fyzikální chemii. Více než deset let se zabývala studiem heterogenních reakcí plyn-tuhá látka s výstupy do ochrany životního prostředí (metody odsiřování a odstraňování oxidů dusíku z odpadních plynů). V současnosti se již více než 8 let intenzivně věnuje hlavně přípravě programů a projektů zaměřených na popularizaci výsledků VaV vědců z ÚFCH JH široké veřejnosti a vzdělávání mladých zájemců o přírodní vědy (ZŠ, SŠ a VŠ studenti): organizuje letní školy, semináře, výstavy, vede studentské stáže a přednáší popularizační přednášky z oboru fyzikální chemie, třetím rokem vede přírodovědný kroužek dětí ZŠ 1.stupně Věda není nuda a každý týden v ÚFCH JH organizuje a spolulektoruje Workshopy pro žáky 8. a 9. tříd ZŠ z celé ČR s názvem Chemie není nuda (novinka od r.2012). Ve spolupráci s partnery (VŠ, SŠ) připravuje a řeší popularizační projekty (viz projekt Tři nástroje <http://www.jh-inst.cas.cz/3nastroje>, který již 5. rokem koordinuje). V projektu Otevřená věda AV ČR je zapojena již od roku 2005 coby koordinátor spolupráce mezi AV ČR a ÚFCH

JH. Např. v letech 2010 a 2011 pracovala jako garant za oblast fyziky a připravovala program pro letní kurzy programu Otevřená věda pedagogům. V roce 2010 byla oceněna Zvláštní cenou poroty soutěže České hlavičky za popularizaci vědy mezi mládeží a v roce 2011 získala Čestnou medaili Vojtěcha Náprstka za popularizaci vědy. Je mimo jiné i iniciátorkou a spoluautorkou úspěšné putovní výstavy Příběh kapky o J. Heyrovském, která již navštívila 12 různých míst po celé České republice, autorkou dokumentů a výukových videí přibližujících vědeckou profesi mladým zájemcům o studium přírodních věd (Homo Scientist jr.; Fyzikální chemie na prahu třetího tisíciletí; Věda není nuda).