

# Μονάδα Περιθλάσης Ακτίνων Χ (XRD) μονοκρυστάλλου

## Γενικά

Η περιθλάση ακτίνων-Χ από μονοκρύσταλλο επιτρέπει τον προσδιορισμό της τρισδιάστατης δομής μικρών μορίων ή μακρομορίων οιασδήποτε χημικής φύσης, όπως οργανικών μορίων και βιολογικών μακρομορίων (πρωτεϊνών, τμημάτων DNA, ιών και ριβοσωμάτων), κραμάτων και ορυκτών, και άλλων. Η γνώση της ακριβούς δομής είναι απαραίτητη και συνεισφέρει σημαντικά στην κατανόηση θεμελιωδών επιστημονικών θεμάτων όπως η φύση του χημικού δεσμού, οι μηχανισμοί βασικών βιολογικών διεργασιών, η ανάπτυξη της νανοτεχνολογίας και άλλων.

## Υποδομή-Εξοπλισμός

Στο Πανεπιστήμιο Ιωαννίνων και σε ειδικά διαμορφωμένο χώρο του Τμήματος Χημείας, εγκαταστάθηκε το 1999 ένα αυτόματο περιθλασίμετρο ακτίνων-Χ μονοκρυστάλλου τύπου P4 της Siemens (νυν Bruker). Το όργανο αποτελείται από μία γεννήτρια ακτίνων-Χ ισχύος 3 KW, ένα γωνιόμετρο τεσσάρων κύκλων, έναν ανιχνευτή σπινθηρισμού και έναν υπολογιστή Pentium εφοδιασμένο με το κατάλληλο λογισμικό για τον έλεγχο της λειτουργίας του οργάνου (Σχ. 1). Επίσης έγινε προμήθεια και κρυστάτη για λήψη μετρήσεων σε χαμηλή θερμοκρασία. Δεν κατέστη όμως δυνατή η προμήθεια δοχείου υγρού αζώτου και έτσι η διάταξη χαμηλών θερμοκρασιών παραμένει αχρησιμοποίητη.

Το περιθλασίμετρο είναι σχεδιασμένο κυρίως για τη μελέτη μικρών σχετικά μορίων (μέγιστος αριθμός ατόμων 400-500) και επιτρέπει τη συλλογή δεδομένων (ένταση ανακλάσεων ακτίνων Χ) με σκοπό τον προσδιορισμό της κρυσταλλικής και μοριακής δομής της υπό μελέτη ένωσης. Παράλληλα, επιτυγχάνεται ο προσδιορισμός της κρυσταλλικής κυψελίδας καθώς και της ομάδας χώρου. Τέλος, με την διάταξη αυτή είναι δυνατός και ο προσδιορισμός της κρυσταλλικής μορφολογίας. Η λειτουργία του κρυστάτη θα επιτρέπει τη συλλογή δεδομένων σε χαμηλές θερμοκρασίες, η οποία γενικά είναι πιο ακριβή, καθιστά όμως δυνατή την επίλυση δύσκολων δομών (ύπαρξη αταξίας) ή να γίνουν μελέτες ηλεκτρονιακής πυκνότητας κ.λ.π.



Σχ. 1. Περιθλασίμετρο XRD μονοκρυστάλλου τεσσάρων κύκλων, τύπου P4 της Bruker.

## Προσωπικό της Μονάδας

Το προσωπικό του Μονάδας αποτελείται από:

A) Πενταμελή Διοικητική επιστημονική επιτροπή μελών ΔΕΠ του Πανεπιστημίου Ιωαννίνων, που είναι υπεύθυνη για την εύρυθμη λειτουργία της Μονάδας, την οργανολογική βελτίωσή της, καθώς και για την βελτίωση της παροχής υπηρεσιών. Η Επιτροπή αυτή αποτελείται από τους:

1. Σταυρούλα Σκούλικα, Αναπλ. Καθηγήτρια Τμήματος Χημείας, Πρόεδρο της Επιτροπής και Επιστημονική Υπεύθυνη της Μονάδας
2. Άδωνη Μιχαηλίδη, Αναπλ. Καθηγητή Τμήματος Χημείας
3. Ιωάννη Πλακατούρα, Αναπλ. Καθηγητή Τμήματος Χημείας
4. Σωτήριο Χατζηκακού, Αναπλ. Καθηγητή Τμήματος Χημείας
5. Νικόλαο Ζαφειρόπουλο, Επίκ. Καθηγητή Τμήματος Μηχανικών Επιστήμης Υλικών.

B) Υπεύθυνο χειριστή οργάνου την κ. Β. Ντόκορου Δρ. Χημείας, η οποία προσελήφθη σε θέση Ι.Δ.Α.Χ.

## Αντιπροσωπευτικές Δημοσιεύσεις

1. I. Ozturk, S. Filimonova, S.K. Hadjikakou, N. Kourkoumelis, V. Dokorou, E. Manos, J. Tasiopoulos, M.M.Barsan, I.S. Batler, E.R. Milaeva, Jan Balzarini, N. Hadjiliadis 'Structural Motifs and Biological Studies of New Antimony(III) Iodide Complexes with Thiones' *Inorganic Chemistry* 49 (2010) 488-501.
2. A. Michaelides, S. Skoulika, "Crystallographic Evidence for Ionic Molecular Building Blocks in the Assembly of a Two-Dimensional Metal - Organic Frame work"



- Crystal Growth & Design*, 9 (2009) 4998-5002.
3. K.N. Kouroulis, A.K. Metsios, S.K. Hadjikakou, V.Y. Tyurin, N. Kourkouvelis, A.V. Dolganov, M. Kubicki, E.R. Milaeva L. Male, M. Hursthouse, N. Hadjiliadis, S. Skoulika, "Synthesis, structural characterization and *in vitro* cytotoxicity of new Au (III) and Au (I) complexes with thioamides" *Dalton Trans.*, (2009) 10446-10456.
  4. A. Michailidis, S. Skoulika, M.G. Siskos, "Designed self-assembly of a reactive metal-organic framework with quasi a-Po topology" *CrystEng Comm* 10 (2008) 817-820.
  5. Th. Liaskopoulos, S. Skoulika, P.G. Tsoungas, G. Varvounis, "Novel Synthesis of Naphthopyranoisoxazoles and Versatile Access to Naphthopyranoisoxazolines" *SYNTHESIS* 5 (2008) 0711-0718.
  6. M N. Xanthopoulou, S. Skoulika, S. K. Hadjikakou, T. Bakas, M. Baril, N. Hadjiliadis, I. S. Butler, "Synthesis, Structural Characterization, and Biological Studies of Sixand Five-Coordinate Organotin(IV) Complexes with the Thioamides 2-Mercaptobenzothiazole, 5-Chloro-2-mercaptobenzothiazole, and 2-Mercaptobenzoxazole" *Inorg. Chem.*, 46 (2007) 1187-1195.
  7. A. Dimos, A. Michaelides, S. Skoulika "A Molecular Bilayer Motif Constructed from a Three-Connected Organic Ligand and Cd<sup>2+</sup> Cations: Crystal Structure of [Cd<sub>3</sub>(trimesate)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>9</sub>] 2H<sub>2</sub>O", *Chem. Mater.* 12 (2000) 3256-3258
  8. P. Supsana, P. Tsoungas, A. Aubry, S. Skoulika, G. Varvounis, "Oxidation of 1-acyl-2-naphthol oximes: peri- and o-cyclisation and spiro cyclodimerisation of naphthoquinone nitrosomethide intermediates". *Tetrahedron* 57 (2001) 3445-3453.
  9. A. Dimos, D. Tsaousis, A. Michaelides, S. Skoulika, S. Gohlen, L. Ouahab, C. Didierjean, A. Aubry "Microporous Rare Earth Coordination Polymers: The Effect of Lanthanide Contraction on Crystal Architecture and Porosity". *Chem. Mater.*
  10. K. Barbarossou, A. E. Aliev, I. P. Gerothanassis, J. Anastassopoulou and T. Theophanides, "Natural Abundance <sup>15</sup>N CP MAS NMR as a Novel Tool for Investigating Metal Binding to Nucleotides in the Solid State." *Inorg. Chem* 40 (2001) 3626-3628.
  11. P. Zachariadis, S. Hadjikakou, N. Hatjiliadis, A. Michaelides, S. Skoulika, Y. Ming, Y. Xiaolin "Synthesis, structure and anti-HIV activity of a water soluble hexanuclear silver(I) cluster compound with 2-mercapto-nicotinic acid as ligand". *J. Medicinal Chemistry*