



Unia Europejska  
Europejski Fundusz  
Rozwoju Regionalnego



UNIA DLA PRZEDSIĘBIORCZYCH  
PROGRAM KONKURENCYJNOŚĆ

Projekt: WKP\_1/1.4.3/1/2004/72/72/165/2005



**Adres:** Wydział Chemii Uniwersytetu Warszawskiego  
ul. Żwirki i Wigury 101  
02-089 Warszawa

**Kierownik:** Prof. dr hab. Krzysztof Woźniak  
kwozniak@chem.uw.edu.pl

**Tel./fax:** 022 8220211 w. 212

**Koordynator:** M. Paulina Matuszewska  
paulina@chem.uw.edu.pl

**Tel./fax:** 022 8220211 w. 263

[www.lbs.chem.uw.edu.pl](http://www.lbs.chem.uw.edu.pl)



## Historia Laboratorium Badań Strukturalnych

W 2003r. na mocy umowy o współpracy jednostek naukowo-badawczych Kampusu Ochota: Uniwersytetu Warszawskiego (koordynator), Akademii Medycznej, Instytutu Biologii Doświadczalnej im. M. Nenckiego PAN, Instytutu Biochemii i Biofizyki PAN, Instytutu Medycyny Doświadczalnej i Klinicznej im. M. Mossakowskiego PAN, Międzynarodowego Instytutu Biologii Molekularnej i Komórkowej w Warszawie oraz Instytutu Farmaceutycznego powstało Konsorcjum, które w 2004r otrzymało od Ministerstwa Nauki i Informatyzacji status Centrum Zaawansowanych Technologii (CZT BIM).

We wrześniu 2005r. nasze Konsorcjum otrzymało z funduszy unijnych w ramach Sektorowego Programu Operacyjnego Wzrost Konkurencyjności Przedsiębiorstw (SPO WKP) dofinansowanie wyposażenia Laboratorium Badań Strukturalnych (LBS) w aparaturę badawczo-naukową.

Decyzją Władz Dziekańskich Wydziału Chemii UW także spektrometr NMR 700MHz zakupiony w 2006r. z grantu inwestycyjnego FNiT został włączony do zasobów LBSu.

### **Aparatura LBS obejmuje:**

- |  |                             |
|--|-----------------------------|
| <b>1. Dyfraktometr proszkowy z przystawką niskokątową</b>      | <b>(uruchomiony)</b>        |
| <b>2. Spektrofluorymetr z opcją TCSPC</b>                      | <b>(uruchomiony)</b>        |
| <b>3. Skaningowy mikroskop optyczny (NSOM)</b>                 | <b>(ostatni przetarg)</b>   |
| <b>4. HPLC sprzężony z kwadrupolowym spektrometrem masowym</b> | <b>(uruchomiony)</b>        |
| <b>5. Aparat do pomiaru wielkości cząstek</b>                  | <b>(uruchomiony)</b>        |
| <b>6. Spektrometr FTIR z modulem ramanowskim</b>               | <b>(uruchomiony)</b>        |
| <b>7. Minispektrometr EPR</b>                                  | <b>(uruchomiony)</b>        |
| <b>8. Rentgenowski spektrometr fluorescencyjny</b>             | <b>(czekamy na dostawę)</b> |
| <b>9. Dyfraktometr monokrystaliczny</b>                        | <b>(czekamy na dostawę)</b> |
| <b>10. Spektrometr NMR 700MHz</b>                              | <b>(uruchomiony)</b>        |



## Dyfraktometr proszkowy typu WAXS oraz niskokątowy typu SAXS

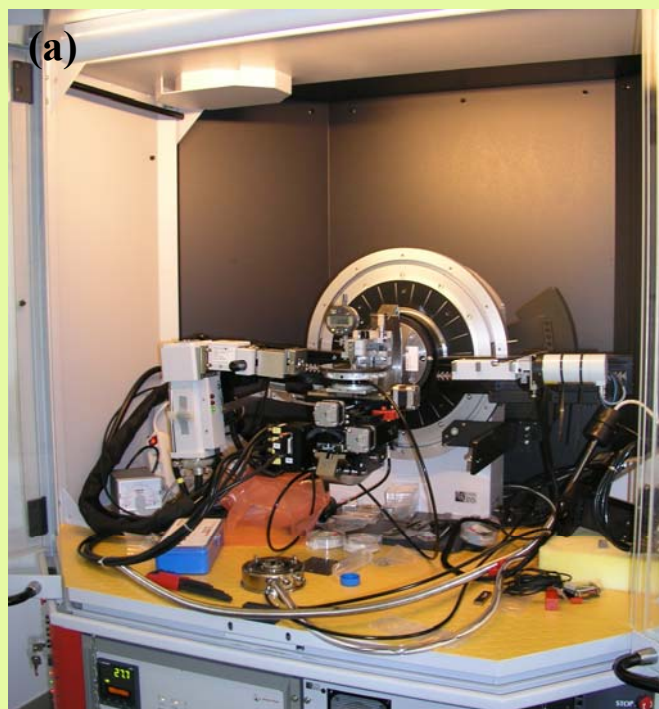
Opiekun przyrządów:

Dr hab. Ewa Górecka, Prof. UW

gorecka@chem.uw.edu.pl

Tel.:

022 8220211 w. 442



(a) Dyfraktometr proszkowy (WAXS), (b) dyfraktometr proszkowy niskokątowy (SAXS) oraz (c) opiekun przyrządu prof. Ewa Górecka (środek pierwszy rząd) wraz ze swoją grupą.

**Dyfraktometr proszkowy typu WAXS (D8 Discover)** pracuje z lampą miedziową ( $1.54\text{\AA}$ ) w geometrii wiązki zbieżnej Bragga-Brentano lub wiązki równoległej (z lustrem Goebła). Wyposażony jest w przystawki temperaturowe - umożliwiające pomiary w zakresie od  $-180$  do  $350^\circ\text{C}$ , licznik punktowy (scytylacyjny) lub liniowy (VANTEC) - z możliwością swobodnej orientacji próbki (koło Eulera, stoliki przesuwne XYZ) - oraz w stolik do pomiarów reflektometrycznych. Możliwe są również pomiary wysokorozdzielcze z użyciem monochromatora germanowego.

**Dyfraktometr proszkowy niskokątowy typu SAXS (Nanostar)** pracuje z lampą miedziową ( $1.54\text{\AA}$ ) umożliwiającą pomiary struktur o dużych okresach powtarzalności (lub rozmiarach) do  $700\text{\AA}$ . Dyfraktometr ten pracuje w geometrii transmisyjnej. Optyka przyrządu (skrzyżowane lustra Goebła) pozwala na otrzymanie wiązki równoległej o średnicy  $500$  mikronów. Aparat wyposażony jest w detektor dwuwymiarowy. Przystawka temperaturowa pozwala na prace w zakresie temperatury pokojowej do  $350^\circ\text{C}$ .

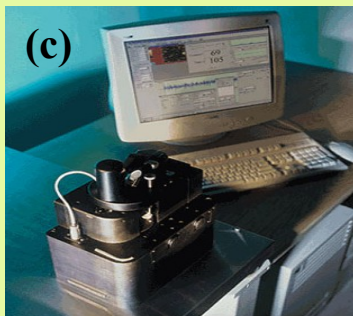
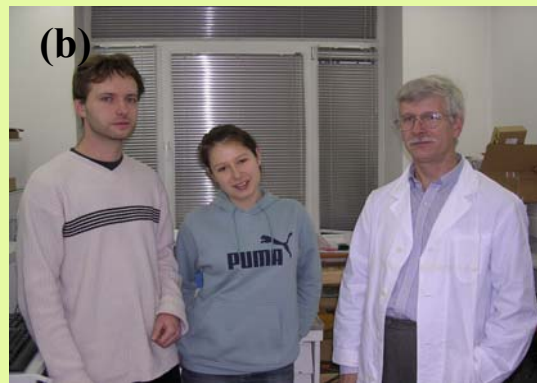
### Zastosowania:

**WAXS** służy do wyznaczania struktury krystalicznej, analizy fazowej (ilościowej i jakościowej), analizy próbek częściowo orientowanych, badania cienkich warstw. Aparat umożliwia również analizę grubości rozkładu gęstości elektronowej w cienkich warstwach molekularnych (pomiary reflektometryczne) jak i uporządkowania w tych warstwach (pomiary 'grazing incidence'). **SAXS** umożliwia badania struktur o bardzo dużej periodyczności, może być stosowany do badań kryształów molekularnych oraz materiałów biologicznych. Analiza rozpraszania niskokątowego dostarcza również informacji o wymiarach i geometrii obiektów nanocząsteczkowych oraz o wymiarach krystalitów.



## Spektrofluorymetr z opcją TCSPC oraz skaningowy mikroskop bliskiego pola (NSOM)

Opiekun przyrządów: Prof. dr hab. Paweł Krysiński  
pakrys@chem.uw.edu.pl  
Tel.: 022 8220211 w. 286



Widok spektrofluorymetru (a) oraz (b) prof. dr hab. Paweł Krysiński (w fartuchu) wraz ze swoimi współpracownikami, (c) przykładowy aparat NSOM (przetarg w toku).

**Spektrofluorymetr** umożliwia badania procesów emisji światła przez wzbudzone molekuly w zakresie od ultrafioletu do bliskiej podczerwieni. Spektrometr pozwala rejestrować widma emisyjne z ekstremalnie wysoką czułością oraz przebiegi czasowe z rozdzielczością rzędu 100 pikosekund.

### Zastosowania aparatu:

- badanie dynamiki biomolekuł w roztworze oraz osadzonych na powierzchni,
- badanie procesów transportu energii i komunikacji w układach biologicznych oraz biomimetycznych,
- detekcja molekuł pułapkowanych w nano- i mikrostrukturach.

**Skaningowy mikroskop bliskiego pola NSOM** umożliwia badanie właściwości spektralnych oraz morfologii układów o wielkości rzędu kilkudziesięciu nanometrów. NSOM przekracza limit dyfrakcyjny światła ograniczający rozdzielczość tradycyjnych mikroskopów optycznych do kilkuset nanometrów.

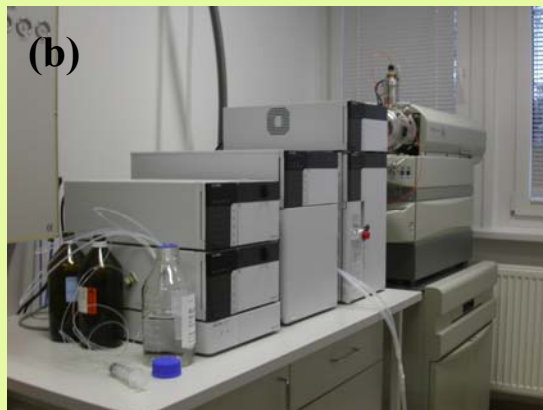
### Zastosowania aparatu:

- obrazowanie biomolekuł unieruchomionych na powierzchniach stałych (np. znakowanego DNA),
- badanie własności spektralnych pojedynczych molekuł,
- śledzenie procesów zachodzących w układach biomimetycznych,
- testowanie elementów optoelektronicznych.



**Tandemowy spektrometr mas 3200 QTRAP  
sprzężony z chromatografem cieczowym Shimadzu 20 (LC)  
oraz  
aparat do pomiaru wielkości cząstek**

Opiekun przyrządów: Dr hab. Tomasz Gierczak  
gierczak@chem.uw.edu.pl  
Tel.: 022 8220211 w. 416



Tytułowa aparatura: spektrometr mas (a), chromatograf cieczowy (b) i aparat do pomiaru wielkości cząstek (c) oraz (d) jej użytkownicy (prof. Tomasz Gierczak pierwszy z prawej).

**Tandemowy spektrometr mas 3200 QTRAP (MS/MS)** sprzężony jest z chromatografem cieczowym Shimadzu 20 (LC). Spektrometr wyposażony jest w źródło pracujące pod ciśnieniem atmosferycznym ESI (Electrospray) i APCI (Atmospheric Pressure Chemical Ionization) oraz w hybrydowy analizator masy – potrójny kwadrupol połączony z liniową pułapką jonową. Liniową pułapką jonową jest trzeci kwadrupol (drugi analizator masy).

**Wysokosprawny chromatograf cieczowy** jest układem modułowym składającym się z sześciu części. W skład zestawu wchodzi: dwie pompy gradientowe, mikser analityczny, degazer próżniowy pięciokanałowy, automatyczny podajnik próbek z chłodzeniem, termostat do kolumn, detektor spektrofotometryczny.

**Przeznaczenie aparatu HPLC/MS:**

- badania strukturalne związków chemicznych,
- identyfikacja i ilościowe oznaczanie zanieczyszczeń w substancjach farmaceutycznych na poziomie śladowym,
- oznaczanie ilości śladowych zanieczyszczeń organicznych w środowisku,
- badanie profilu zanieczyszczeń substancji aktywnej po poddaniu jej badaniom stabilnościowym i stresowym,
- walidacja metod oznaczania zgodnie z wymogami emea i fda.



**Laserowy analizator wielkości cząstek proszków, zawiesin i emulsji** umożliwia badanie substancji farmaceutycznych, granulatów i produktów farmaceutycznych. Jest to aparat o wysokiej rozdzielczości wykonujący pomiary z wykorzystaniem, w całym zakresie pomiarowym, techniki dyfrakcji wiązki laserowej w oparciu o zasadę rozpraszania fal elektromagnetycznych przez cząstki (teoria Mie), w pełnej zgodności z ISO 13320-1. Aparat ten znajduje również szerokie zastosowanie w energetyce, przemyśle materiałów budowlanych i mineralnych, przemyśle spożywczym i w badaniach naukowych. Kompletny układ pomiarowy obejmuje analizator, automatyczne jednostki, sterowane przez oprogramowanie komputerowe, pracujące w system pomiarów na mokro i na sucho. Dzięki rozwiązaniom technologicznym wykorzystującym dwie wiązki promieniowania laserowego (laser czerwony  $\lambda = 633 \text{ nm}$  oraz laser niebieski  $\lambda = 466 \text{ nm}$ ) aparat umożliwia wykonywanie pomiarów w zakresie od  $0.02$  do  $2000 \mu\text{m}$ .

## Spektrometr FTIR z modulem FT-Raman

Opiekun przyrządu:

Prof. dr hab. Wojciech Gadomski

[gado@chem.uw.edu.pl](mailto:gado@chem.uw.edu.pl)

Tel.:

022 8220211 w. 478



Widok aparatu (a) oraz (b) prof. dr hab. Wojciech Gadomski demonstrujący przyrząd.

**Spektrometr FTIR z modulem FT-Raman** umożliwia rejestrację widm podczerwieni w zakresie spektralnym  $350\text{-}7800 \text{ cm}^{-1}$  oraz rejestrację widm Ramana (w obszarze pasm stokesowskich) w zakresie spektralnym  $50\text{-}3500 \text{ cm}^{-1}$ . Moduł ramanowski zawiera laser  $1064 \text{ nm}$ , filtr promieniowania rayleighowskiego oraz detektor germanowy chłodzony ciekłym azotem. Układ zawiera przystawkę odbiciową typu „diffuse reflectance” umożliwiającą pomiary IR w kontrolowanych warunkach temperatury (od temperatury pokojowej do  $900^\circ\text{C}$ ) i kontrolowanej atmosferze gazowej oraz próżni (zakres ciśnień, w którym przystawka może pracować wynosi od 1 do  $10^{-5}$  bara).

Spektrometr IR z modulem ramanowskim przeznaczony jest do badań farmaceutycznych, medycznych i chemicznych, w tym:

- polimorfizmu kryształów substancji leczniczych,
- struktury tkanek i materiałów medycznych (np. polimery i materiały kompozytowe do celów protetycznych),
- struktury kompleksów makromolekularnych z udziałem molekuł substancji leczniczych,
- do rozwiązywania innych problemów chemicznych i fizykochemicznych.



## Mini Spektrometr Elektronowego Rezonansu Paramagnetycznego Magnetech MiniScope MS200

Opiekun przyrządu:

Prof. Iwona Wawer, dr Katarzyna Zawada

wawer@farm.amwaw.edu.pl

Tel.:

022 5720950



(a) Mini Spektrometr EPR zlokalizowany na Wydziale Farmacji AM w Warszawie,

(b) Prof. Iwona Wawer (z prawej), dr Katarzyna Zawada (w środku).

**Mini Spektrometr EPR** umożliwia pomiar zawartości centrów paramagnetycznych w badanej próbce. Mogą to być zarówno atomy lub jony metali, jak i wolne rodniki. Możliwe jest badanie próbek ciekłych (również roztworów wodnych) lub stałych (bezpостaciowych). Okienko radiacyjne pozwala na naświetlanie próbki np. światłem laserowym w cyklu pomiarowym, a więc na badanie procesów zależnych od napromieniowania. Pomiary mogą być wykonywane w temperaturze pokojowej lub w temperaturze ciekłego azotu.

### Wykonywane pomiary:

- pojemność antyoksydacyjna (badania żywności, żywności funkcjonalnej i suplementów diety: soki, ekstrakty roślinne, herbaty, oleje),
- kosmetyków (kremy, mleczka) i ich składników,
- płynów biologicznych (krew, ślina),
- aktywność antyoksydacyjna czystych związków,
- poziom stężenia wolnych rodników (płyny biologiczne, popiół papierosowy),
- poziom stężenia paramagnetycznych jonów metali w standardowych próbkach.



## Spektrometr rentgenowski WD XRF

ARL ADVANT'XP

Opiekun przyrządu:

Prof. dr hab. Waclaw Kołodziejski

waclaw@farm.amwaw.edu.pl

tel.:

022 5720784



(a) Wygląd spektrometru oraz (b) grupa prof. dr hab. Waclawa Kołodziejskiego (drugi z lewej). Sprzęt zlokalizowany jest na Wydziale Farmacji Akademii Medycznej.

**Falowodispersyjny rentgenowski spektrometr fluorescencyjny (WD-XRF)** jest uniwersalnym przyrządem analitycznym do elementarnej analizy jakościowej i ilościowej (od Be do U, zakres stężeń od sub ppm do 100 %), w tym także bezwzorcowej analizy większości materiałów przy minimalnych wymaganiach kalibracji. Jest to nowoczesny, sekwencyjny spektrometr fluorescencji rentgenowskiej działający na zasadzie dyspersji długości fali, zapewnianej przez specjalny typ analizatora krystalicznego. Zaletami tego typu spektrometru są: wysoka czułość i rozdzielczość spektralna oraz szybkość wykonywania analiz.

### Planowane wykorzystanie spektrometru WD-XRF:

- analiza leków, preparatów ziołowych, ekstraktów z owoców i ziół,
- analiza żywności,
- analiza składu chemicznego ludzkiej tkanki kostnej zdrowej i patologicznie zmienionej (zmiany osteoporotyczne i inne),
- badania wpływu czynników środowiskowych na skład pierwiastkowy tkanek zmineralizowanych zębów oraz włosów,
- badania z zakresu inżynierii materiałowej (określanie składu pierwiastkowego materiałów kośćcozastępczych i polimerów biomedycznych).





## Monokrystaliczny dyfraktometr rentgenowski z wirującą anodą Kappa Apex II 4K CCD

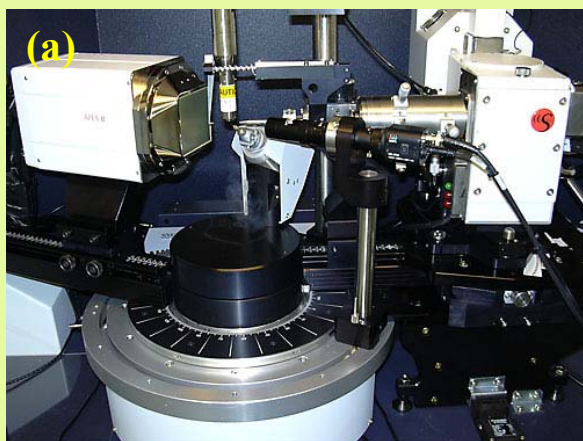
Opiekun przyrządu:

Prof. dr hab. Krzysztof Woźniak

kwozniak@chem.uw.edu.pl

Tel.:

022 8220211 w. 212



(a) Przykładowy rentgenowski dyfraktometr monokrystaliczny, (b) prof. Krzysztof Woźniak (trzeci od prawej) w otoczeniu swoich współpracowników.

**Monokrystaliczny dyfraktometr rentgenowski z wirującą anodą (Kappa Apex II 4K CCD)** oraz optyką monokapilarną to aktualnie najmocniejszy laboratoryjny przyrząd do rentgenowskich badań strukturalnych monokryształów w Polsce. Dyfraktometr ten uzupełniają przystawki temperaturowe pozwalające wykonywać pomiary w szerokim zakresie temperatur (od ca. 8K do ok. 400K).

### Zastosowania:

- badań strukturalnych kryształów organicznych i nieorganicznych,
- badań polimorfizmu substancji, w tym polimorfizmu farmaceutyków,
- wyznaczania struktur nowych materiałów,
- badań strukturalnych materiałów laserowych i innych materiałów ważnych w optoelektronice,
- badań przejść fazowych w kryształach,
- badań reakcji w ciele stałym,
- badań strukturalnych związków chemii supramolekularnej,
- a przede wszystkim do ilościowych badań gęstości ładunku w kryształach. Duża moc generatora z wirującą anodą pozwala uzyskiwać dokładny i precyzyjny obraz rozkładu elektronów, i na tej podstawie mogą być wyznaczone wszystkie jednoelektronowe właściwości kryształów,
- eksperymentalnych badań właściwości wieloelektronowych.



## Spektrometr NMR (Jądrowego Rezonansu Magnetycznego) 700 MHz

Opiekun przyrządu:

dr hab. Wiktor Koźmiński, Prof. UW

kozmin@chem.uw.edu.pl

Tel.:

022 8220211 w. 219



(a) Spektrometr NMR oraz (b) prof. Wiktor Koźmiński (pierwszy z prawej) i jego grupa.

Jądrowy rezonans magnetyczny jest techniką opartą na oddziaływaniu momentów magnetycznych niektórych jąder atomowych z polem magnetycznym. Umożliwia wgląd w strukturę i dynamikę cząsteczek chemicznych, ważnych związków o znaczeniu biologicznym, a także badania materiałowe.

### Zastosowania i tematyka badawcza:

- prace w dziedzinie metodologii NMR prowadzące do nowych technik pomiarowych, przeznaczonych zarówno do badania małych cząsteczek organicznych jak i makromolekuł o znaczeniu biologicznym. Celem konstruowania nowych metod eksperymentalnych jest umożliwienie pomiaru parametrów wcześniej niedostępnych, poprawa precyzji i dokładności wyników, a także rejestracja widm wielowymiarowych w krótszym czasie i większą rozdzielczością.
- badania strukturalne białek i kwasów nukleinowych idące w kierunku ułatwień metodologicznych, poprawy dokładności uzyskiwanych struktur, a także poszukiwania nowych parametrów strukturalnych.
- badania dynamiki i funkcji cząsteczek aktywnych biologicznie oraz ich oddziaływań zarówno wzajemnych (np. enzym-receptor) jak i np. z membranami (błonami komórkowymi), najważniejszym celem tego kierunku będą badania nowych leków i ich oddziaływań.
- zastosowania nowoczesnych technik NMR do badań związków enancjomerycznych, w tym rozpoznania chiralnego. Podobnie jak powyżej badania czystości enancjomerycznej mają charakter aplikacyjny i mają wielkie znaczenie na przykład w chemii leków.
- śledzenie oddziaływań gość-gospodarz w organicznych kompleksach molekularnych, np. z udziałem cyklodekstryn, mające zastosowania w chemii supramolekularnej i chemii leków.
- zastosowanie resztkowych sprzężeń dipol-dipol i kwadrupolowych w fazach zorientowanych do badań strukturalnych związków organicznych.
- badania pochodzenia związków naturalnych za pomocą rezonansu jąder  $^2\text{H}$  i określenia rozkładu zawartości deuteru w cząsteczkach. Prace te mają praktyczne zastosowania w chemii produktów spożywczych i kosmetyków.
- badania próbek proszkowych w wysokich polach magnetycznych: identyfikacja odmian polimorficznych istotnych z punktu widzenia farmaceutycznego, wyznaczanie tensora ekranowania, badania strukturalne.



## Podziękowania

Władze Wydziału Chemii, Konsorcjum CZT BIM oraz Kierownictwo LBSu serdecznie dziękują Ministerstwu Gospodarki i Pracy oraz Ministerstwu Nauki i Szkolnictwa Wyższego za przyznanie funduszy w ramach Sektorowego Programu Operacyjnego Wzrost Konkurencyjności Przedsiębiorstw (SPO WKP) w celu dofinansowania wyposażenia Laboratorium Badań Strukturalnych w aparaturę badawczo-naukową.

Serdecznie dziękujemy wszystkim instytucjom oraz osobom czynnie popierającym naszą aplikację, w szczególności: Władzom Rektorskim Akademii Medycznej w Warszawie oraz Władzom Dziekańskim Wydziału Farmacji AM, Dyrekcji Instytutu Farmaceutycznego w Warszawie, oraz Dyrekcji Interdyscyplinarnego Centrum Modelowania UW, a także władzom pozostałych instytucji wchodzących w skład konsorcjum CZT BIM.

Nasze specjalne podziękowania kierujemy do tych instytucji, które wsparły nasze dotychczasowe wysiłki remontowe w budynku Radiochemii Wydziału Chemii UW, w szczególności dziękujemy Ministerstwu Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Fundacji na Rzecz Nauki Polskiej oraz Władzom Rektorskim Uniwersytetu Warszawskiego.

Władzom Uniwersytetu Warszawskiego należą się również szczególne podziękowania za skuteczną pomoc w trakcie realizacji kilkunastu przetargów związanych z LBSem.

Kierownictwo LBSu dziękuje Władzom Dziekańskim i Administracyjnym Wydziału Chemii za bardzo dobrą atmosferę zrozumienia i współpracy w trakcie realizacji projektów związanych z LBSem, a także tym wszystkim osobom, które szczególnie przyczyniły się do dotychczasowego powodzenia projektu, w szczególności wydziałowemu Pełnomocnikowi d/s Zamówień, pracownikom Biura Zamówień Publicznych UW oraz opiekunom przyrządów.

Jako Kierownik LBSu serdecznie dziękuję Paniom: Paulinie Matuszewskiej, Joannie Olczak, Marioli Kubiak (Biuro Zamówień Publicznych), Elżbiecie Piotrowskiej, Ewie Góreckiej, Wioletcie Maruszak, Elżbiecie Stolarczyk, Iwonie Wawer, Agacie Klińskiej, Paulinie Dominiak oraz Panom: Damianowi Pocieszce, Pawłowi Krysińskiemu, Tomaszowi Gierczakowi, Maciejowi Mazurowi, Wiktorowi Koźmińskiemu, Wojciechowi Gadomskiemu, Andrzejowi Kudelskiemu, Waławowi Kołodziejskiemu, Piotrowi Kleinowi i pozostałym osobom związanym z poszczególnymi aparatami, oraz tym osobom, które brały udział w komisjach przetargowych lub w inny sposób przyczyniły się do realizacji tego projektu.

Szczególnie serdecznie dziękujemy Prof. Markowi Niezgódce oraz Pani Dyr. Ewie Jastrzębskiej oraz Prof. Renacie Bilewicz za pomoc i mobilizację w przygotowaniu aplikacji.

Bardzo serdecznie dziękuję członkom mojej grupy: Ani Makal, Łukaszowi Dobrzyckiemu, Sławkowi Domagale, Ani Hoser oraz Joasi Bąk za ich bezinteresowną pomoc w szeregu spraw związanych z LBSem.