

## **Kérdések a KASZ labor beszámolóhoz 2011**

### **Lézerspektroszkópia**

1. Ismertesse röviden az időkorrelált egyfoton-számlálás alapelvét!
2. Milyen hatással van az oxigén jelenléte a fluoreszcencia élettartamra nézve?
3. A fluoreszkáló próbamolekula környezete hogyan befolyásolhatja a fluoreszcencia élettartamot?
4. Milyen alkalmazásai lehetnek a fluoreszcencia-élettartam mérésének?

### **Kémiai NMR**

1. Értelmezze a különbséget a glicin szilárdfázisú  $^{13}\text{C}$ -NMR spektrumaiban!
2. Miért hasznos a mágikus szögben történő mintaforgatás?
3. Soroljon fel három kutatási vagy alkalmazási területet, ahol úgy gondolja, hogy szilárdfázisú NMR módszereket alkalmaznak!
4. Mi a kereszpolarizációs (CP/MAS) kísérlet lényege. Előnyök, hátrányok az egypulzus technikával összevetve.

### **Biológiai NMR**

1. Milyen lehetséges alkalmazásai vannak az oldatfázisú NMR spektroszkópiának a fehérjék és kölcsönhatásaik vizsgálatában? Mi a módszer előnye és hátránya?
2. A szerves kémiai szintéziskövetésben használatos, „kismolekulás” NMR spektroszkópiai mérésekhez képest milyen problémákkal szembesülünk a fehérjék NMR szerkezetvizsgálata során, és mi ezekre a megoldás?
3. Adott egy 17 kDa-os fehérjemolekula. Milyen stratégiát választana az NMR szerkezetvizsgálathoz? Melyek a szerkezetmeghatározás lépései?
4. Az előbbi fehérje ligandumja egy kis, kb. 1000-es molekulatömegű peptid, amely erős, nM affinitással kötődik a fehérjéhez. Milyen NMR technikákat alkalmazna a kötőhely azonosítására?
5. Milyen típusú dinamikai információval szolgál az NMR spektroszkópia a fehérjék vizsgálata során?

### **Tömegspektrometria**

1. Mi a tömegspektrometria (MS) előnye, hátránya (pl. NMR összehasonlításában)?
2. Ismertesse a tömegspektrométerrel történő fehérje szekvenciameghatározás lépéseit!

3. Nagy molekulatömegű fehérjék vizsgálatára milyen ionizációs módszerek alkalmasak? Hasonlítsa össze az ionizációs módszereket! (működés, előny, hátrány, spektrum jellege)
4. Ismertesse a tandem tömegspektrometria működési elvét! Mi és mire használható a tandem tömegspektrometria?
5. Hogyan történik a fehérjék tripszinnel történő emésztése? (fő lépések, alkalmazott vegyszerek)

### **IR és Raman spektroszkópia**

1. Milyen halmazállapotú anyagok mérhetők Infravörös spektroszkópiával és milyen információk nyerhetők az anyagokról az Infravörös spektrumuk alapján?
2. Mik az előnyei a Fourier-transzformációs spektroszkópiának?
3. A transzmissziós mérés technikán kívül milyen főbb más IR technikákat ismer? A más technikákkal kapott spektrumok alakja megegyezik-e a transzmisszióval kapott spektrumokéval?
4. Hogyan viszonyul a Raman-spektrum egy adott anyagnál az infravörös spektrumhoz?
5. Milyen IR technikák használhatók a mikroszkópos méréseknél és a mikroszkópos képalkotás milyen plusz információt szolgáltat?
5. Összekapcsolható-e a kromatográfia az IR-rel, és ha igen, mi az előnye?

### **Kristálydiffrakció**

1. Miért használunk egykristályokat ezekben a diffrakciós kísérletekben, nem pedig gázokat vagy folyadékokat?
2. Miért használunk e kísérletekhez Röntgen (vagy neutron) sugárzást?
3. Milyen kísérleti adatokat mérünk?
4. Mik egy tipikus szerkezetmeghatározási folyamat főbb állomásai?
5. Mi a krisztallográfiai fázisprobléma, létének oka, hogyan “oldható meg” ez a probléma?
6. Mi az oka a szerkezetmeghatározási folyamat összetett és – időnként hosszadalmas – voltának?
7. Miért szükséges a kezdeti szerkezeti modell “finomítása”?
8. Hogyan lehet egy kristályszerkezet minőségét, megbízhatóságát megítélni?

### **Folyadékdiffrakció**

1. Miért alkalmas a röntgensugárzás az atomi szerkezet meghatározására diffrakciós kísérleteknél (gondoljon a hullámhosszra)? Mondjon még egy további példát.
2. Milyen folyadék röntgendiffrakciós mérési elrendezéseket ismer, vázlatosan rajzolja le hogy ezekben az esetekben milyen mintatartót alkalmazhatunk (legalább 1-1).
3. Soroljon fel legalább 3 korrekciós tényezőt melyet a folyadékok szerkezetének meghatározásához figyelembe kell venni.
4. Mi a párkorrelációs függvény fizikai jelentése?
5. Sorolja fel azokat a szerkezeti paramétereket, amelyet a párkorrelációs függvény meghatároz.

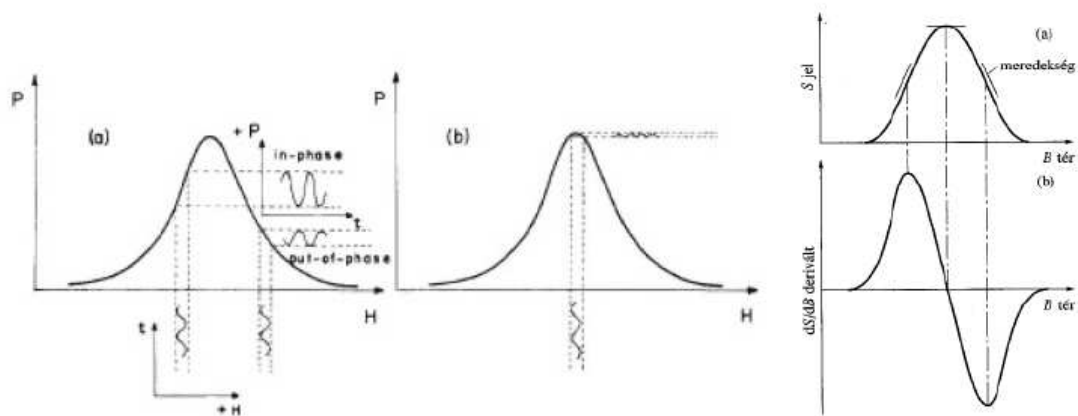
### ESR-spektroszkópia

1. Mi az elektronspin-rezonancia mérés alapja? Milyen anyagok vizsgálhatóak ezzel a módszerrel? Mondjon néhány példát!
2. Milyen paraméterekkel jellemezhető egy ESR spektrum és milyen információk nyerhetők ezekből az adatokból?
3. Milyen mérés technikai módszer eredményezi az ESR spektrumok jellegzetes derivált jelalakját? Mi a módszer alapja, és mire kell figyelni a modulációs amplitúdó megválasztásánál?
4. Adja meg az ESR vonalak számát és intenzitás arányait, az aminil gyök (NH<sub>2</sub>•) esetén, amelyben  $a_N=20$  G és  $a_H=5$  G. A nitrogén magspinje  $I_N=1$ , a proton magspinje  $I_H=1/2$  és a két proton csatolása ekvivalens.
5. Mikor beszélünk az ESR spektroszkópiában ekvivalens magokról? Hány ESR vonalat kapunk egy olyan gyök esetén, ahol a párosítatlan elektron négy ekvivalens protonnal van kölcsönhatásban? ( $I_H=1/2$ )

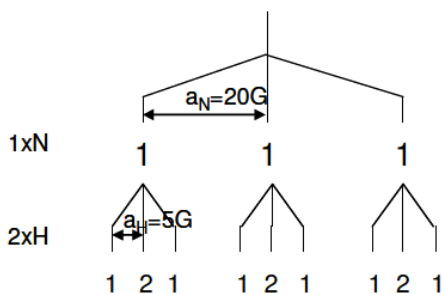
### ESR-spektroszkópia feladatok megoldásai

1. Az ESR módszerrel párosítatlan elektront tartalmazó rendszerek vizsgálhatóak, mint pl. szabadgyökök, egyes átmenetifém-komplexek, vezetési elektronokat tartalmazó rendszerek, triplétt állapotú molekulák (pl. O<sub>2</sub>) stb.  
A mérés alapja, hogy külső mágneses térben a különböző spinállapotok (pl.  $S=1/2$  esetén a két  $M_S=+1/2$  és  $M_S=-1/2$  spinállapot) degeneráltsága megszűnik, mert a mágneses térrel azonosan és ellentétesen beálló spinek energiaszintjei különbözővé válnak. Az energiaszintek között egy alkalmas frekvenciájú elektromágneses sugárzással átmenet hozható létre. A spektrumvonal további felhasadásából következtethetünk a szabad elektron környezetében lévő mágneses (nullától eltérő magspinű) magok minőségére és számára.
2. Az ESR spektrum közepénél mérhető mágneses térérték és a mikrohullámú frekvencia ismeretében meghatározható a paramágnesesanyag g-értéke, a  $h\nu = g\mu_B B$  egyenlet alapján. A minta g-értékének eltérése a szabad elektron  $g_e=2.0023$  értékétől információt szolgáltat a paramágneses anyag minőségéről (pl. hogy a gyök-elektron C, N vagy O centrumon helyezkedik-e el). A spektrumvonalak száma és intenzitása a párosítatlan elektronnal kölcsönható mágneses magok minőségéről és számáról ad információt. A vonalak távolsága, vagyis a csatolási állandó nagysága pedig a kölcsönhatás erősségét jellemzi.
3. A modulációs technika lényege, hogy a lineáris változtatott mágneses teret szinuszosan

moduláljuk, majd a visszaverődő jelet egy fázisérzékeny detektorral mérjük. Amennyiben a tér modulációja keresztül halad egy ESR jelen, a visszaverődő mikrohullám amplitúdó modulált lesz, megtartva az eredeti frekvenciáját. Az ESR jel így egy olyan szinuszhullámmá konvertálódik, ahol az amplitúdó arányos a jel meredekségével. A módszer előnye, hogy érzéketlen az elektronika egyenáramú driftjére, továbbá hatékonyan kiszűri a külső elektronikus zajokat. A modulációs amplitúdót úgy kell megválasztani, hogy, kisebb legyen mint a legkeskenyebb jel félértékszélessége, ellenkező esetben a jelalak torzul. Ha viszont túl kicsire választjuk, kicsi lesz a jelintenzitás is.



4. A nitrogén mag a rezonanciajelet három azonos intenzitású vonalra hasítja, míg a két ekvivalens proton minden vonalat további 1:2:1 arányú tripletekre bont, így összesen 9 vonalat kapunk, az alábbi intenzitás arányokkal:



5. Ekvivalensek azok a magok, amelyek hiperfinom csatolási állandója megegyezik. Ez akkor valósulhat meg, ha az azonos kémiai környezetben lévő magokon a párosítatlan elektron spinsűrűsége is azonos. (Ilyenek lehetnek delokalizált rendszerekben lévő protonok, vagy például a gyorsan forgó metilén csoport protonjai.) Négy ekvivalens  $I=1/2$ -es mag esetén a Pascal-szabály alapján öt vonalat kapunk, melyek intenzitás aránya (1:4:6:4:1).