

Određivanje molekulske i kristalne građe Schiffovih baza s kinazolinom

Poplašen, Antonija

Master's thesis / Diplomski rad

2023

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **Josip Juraj Strossmayer University of Osijek, Department of Chemistry / Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku, Odjel za kemiju**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:182:619030>

Rights / Prava: [In copyright](#)/[Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2024-07-24**

Repository / Repozitorij:

[Repository of the Department of Chemistry, Osijek](#)



Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku

Odjel za kemiju

Diplomski studij kemije

Antonija Poplašen

**Određivanje molekulske i kristalne građe Schiffovih baza s
kinazolinom**

Diplomski rad

Osijek, 2023.

Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku

Odjel za kemiju

Diplomski studij kemije

Antonija Poplašen

**Određivanje molekulske i kristalne građe Schiffovih baza s
kinazolinom**

Diplomski rad

Mentor: izv. prof. dr. sc. Tomislav Balić

Komentor: izv. prof. dr. sc. Maja Molnar

Neposredni voditelj: Milenko Korica, asistent

Osijek, 2023.

Zahvala

Najprije se želim zahvaliti mentoru izv. prof. dr. sc. Tomislavu Baliću koji je, pun razumijevanja, bio spreman pomoći u bilo kojem trenutku i koji je svojim zanimljivim predavanjima prenosio znanje i pozitivu studentima. Posebno se zahvaljujem za sav trud, strpljenje i savjete koje mi je davao ne samo za vrijeme izrade diplomskog rada, već svih pet godina studiranja.

Veliko hvala izv. prof. dr. sc. Maji Molnar s Prehrambeno-tehnološkog fakulteta u Osijeku na sintetiziranim spojevima i prof. dr. sc. Dominiku Cinčiću s Prirodoslovno-matematičkog fakulteta u Zagrebu na snimkama jediničnih kristala.

Zahvaljujem se i asistentu Milenku Korici koji je uvijek bio tu i pomagao u svakom trenutku.

Posebno hvala mojim roditeljima, braći i sestrama koji su bili tu uvijek kad mi je bilo potrebno. Hvala mojoj mami koja me uvijek motivirala za dalje. A osobito hvala mojoj sestri, cimerici i najboljoj prijateljici Ivani koja je uvijek imala koristan savjet za sve i koja je u svakom trenutku bila tu uz mene i za mene.

Zahvala svim mojim prijateljima i kolegama koji su uljepšali taj cijeli period mog života i koji su uvijek bili tu za pojesti i popiti. Posebno se zahvaljujem Sari, Antei, Kati i Moniki koje su najviše zaslužne za lijepe trenutke.

Najveće hvala mome dečku Nikoli koji je svih pet godina bio uz mene i koji me uvijek gurao prema naprijed. Hvala za svaki naučeni ispit sa mnom, za svako provjeravanje naučenog i za svaki obrok koji smo dijelili. Hvala mu što je uvijek vjerovao u mene.

Sveučilište J. J. Strossmayera u Osijeku
Odjel za kemiju
Diplomski studij kemije
Znanstveno područje: Prirodne znanosti
Znanstveno polje: Kemija

ODREĐIVANJE MOLEKULSKE I KRISTALNE GRAĐE SCHIFFOVIH BAZA S KINAZOLINOM

Antonija Poplašen

Rad je izrađen na: Odjel za kemiju
Mentor: izv. prof. dr. sc. Tomislav Balić

Sažetak: Supstituirani imin, dušični analog ketona ili aldehida gdje je karbonilna (C=O) skupina nadomještena iminskom (C=N) skupinom, dvostrukom vezom ugljika i dušika, naziva se Schiffova baza. Reakcija gdje se aminobenzojeve kiseline i dialdehidi mogu upotrebljavati kao reaktanti, reverzibilna je reakcija te se naziva sinteza Schiffove baze. Dva primarna faktora nadziru efikasnost navedene reakcije te imaju značajan učinak na iskorištenje. Neophodni su blago kiseli uvjeti pri čemu može doći do nestanka vode što znači da koncentracija kiseline ne smije biti povećana (pH između 3 i 5), u protivnom, ukoliko je otopina previše kisela, doći će do protoniranja amina što će inhibirati prvi stupanj odnosno reakcija se neće moći nastaviti. Heterociklički spojevi koji su načinjeni od spojenog pirimidinskog i benzenskog prstena nazivaju se kinazolini.

Svojstva supstituiranih derivata kinazolina uvelike ovise o prirodi samog supstituenta. U ovom diplomskom radu kristalizirane su tri Schiffove baze s kinazolinskim supstituentom te im je određena molekulska i kristalna građa.

Diplomski rad obuhvaća: 44 stranica, 10 slika, 20 tablica, 15 literaturnih navoda i 6 priloga

Jezik izvornika: hrvatski

Ključne riječi: Schiffove baze, aminobenzojeve kiseline, dialdehidi

Rad prihvaćen:

Stručno povjerenstvo za ocjenu:

Rad je pohranjen: knjižnica Odjela za kemiju, Franje Kuhača 18, 31000 Osijek

Josip Juraj Strossmayer University of Osijek
Department of Chemistry
Graduate Study of Chemistry
Scientific Area: Natural Sciences
Scientific field: Chemistry

**DETERMINATION OF MOLECULAR AND CRYSTAL STRUCTURE OF
SCHIFF BASES WITH QUINAZOLINE**

Antonija Poplašen

Thesis completed at: Department of Chemistry
Supervisor: Assist. Prof. Tomislav Balić, PhD

Abstract: A substituted imine, a nitrogen analog of a ketone or aldehyde where the carbonyl (C=O) group is replaced by an imine (C=N) group, a carbon-nitrogen double bond is called a Schiff base. The reaction where aminobenzoic acids and dialdehydes can be used as reactants is a reversible reaction it is called Schiff base synthesis. Two primary factors control the efficiency of the above reactions and have a significant effect on utilization. Slightly acidic conditions are necessary, where water can disappear, which means that the acid concentration must not be increased (pH between 3 and 5), otherwise, if the solution is too acidic, the protonation of the amine will occur, which will inhibit the first stage and the reaction will not be able to continue. Heterocyclic compounds that are made from a fused pyrimidine and benzene ring are called quinazolines.

The properties of substituted quinazoline derivatives largely depend on the nature of the substituent itself. In this thesis, three Schiff bases with a quinazoline substituent were crystallized and their crystal and molecular structures were determined.

Thesis includes: 44 pages, 10 pictures, 20 tables, 15 references and 6 appendices

Original in: Croatian

Keywords: Schiff bases, aminobenzoic acids, dialdehydes

Thesis accepted:

Reviewers:

Thesis deposited in: Library of Department of Chemistry, Franje Kuhača 18, 31000 Osijek

SADRŽAJ

1. UVOD	1
2. LITERATURNI PREGLED	3
2.1. Schiffove baze	3
2.1.1. Mehanizam sinteze Schiffovih baza.....	4
2.1.2. Uvjeti sinteze Schiffovih baza.....	5
2.1.3. Schiffove baze kao kompleksirajući reagensi	6
2.2. Kinazolini	7
2.3. Kristalizacija.....	7
2.3.1. Građa kristala	8
2.3.2. Jedinični kristali	8
2.3.3. Metode pripreme jediničnih kristala iz otopine	8
2.4. Rendgenska strukturna analiza	11
2.4.1. Millerovi indeksi	12
3. EKSPERIMENTALNI DIO.....	13
3.1. Popis korištenih otapala	13
3.2. Određivanje topljivosti.....	13
3.3. Rendgenska difrakcija	13
4. REZULTATI I RASPRAVA	15
4.1. Određivanje topljivosti spojeva.....	15
4.2. Kristalna i molekulska građa spoja SB4.....	20
4.3. Kristalna i molekulska građa spoja SB8.....	24
4.4. Kristalna i molekulska građa spoja SB21.....	26
5. METODIČKI DIO	29
6. ZAKLJUČAK	34
7. LITERATURA.....	35
8. DODATAK DIPLOMSKOM RADU	37
9. ŽIVOTOPIS	44

1. UVOD

Organski spojevi, velike raznolikosti, zasnivaju život na Zemlji. Organska kemija se u prvoj polovici 19. stoljeća počela postupno širiti te je samim time relativno mlada znanost. Friedrich August Kekule je njemački kemičar [1] koji je organsku kemiju odredio kao „Kemiju ugljikovih spojeva“ hipotezom četverovalentnih atoma ugljika i obliku njihova povezivanja. Doprinio je poznavanju alifatskih organskih spojeva te je njegov princip benzenske strukture posebnog značaja za razvitak kemije aromatskih spojeva

Prvi organski spoj dobiven u laboratoriju bila je urea (karbamid), koju je iz amonijevog cijanata sintetizirao njemački kemičar F. Waller (1828. g.). Ovaj eksperiment se smatra početkom kraja teorije *vis vitalis*, obzirom da su svi organski spojevi otkriveni početkom 19. stoljeća potjecali od žive tvari, biljaka ili životinja. Uslijed sintetiziranog karbamida uslijedila je sinteza mnogih organskih spojeva, poput octene kiseline (1845.g.), koja se od pamtivijeka koristila kao ocat. Znanstvene institucije diljem svijeta svakodnevno sintetiziraju ogroman broj novih organskih spojeva s glavnom namjerom da pomognu u sprječavanju raznih bolesti naše civilizacije.

Schiffova baza je organski spoj koji se široko koristi u industriji. Uglavnom se koristi u medicinskim, farmaceutskim, prehrambenim i mnogim biološkim i kemijskim procesima sintetiziranjem raznih organskih spojeva. Otkrio ih je njemački kemičar Hugo Schiff kroz reakciju kondenzacije primarnih amina i karbonilnih spojeva, te su po njemu i nazvane Schiffovim bazama. Schiffove baze se koriste kao intermedijeri u reakcijama proizvodnje aminokiselina i kao ligandi u sintezi kompleksa raznih struktura. Ponašaju se kao monodentatni i polidentatni ligandi, obično bi-, tri- i tetradentatni kelatni ligandi, i tvore stabilne komplekse s metalnim ionima [2].

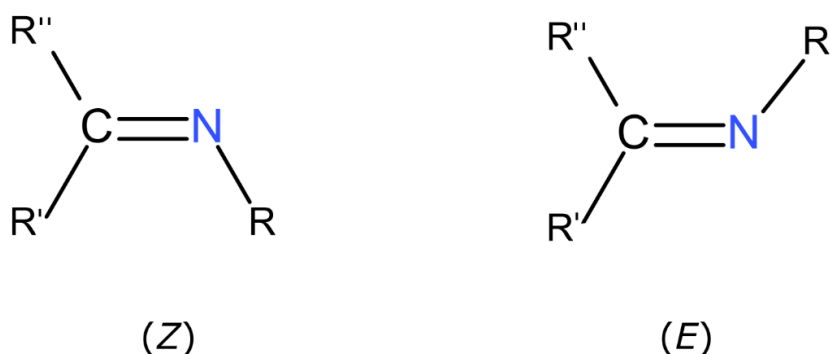
Interakcije između redukcijских Schiffovih baza i prijelaznih metala su biološki važne reakcije. Nadalje, kompleksi Schiffovih baza ukazuju na široku katalitičku aktivnost u mnogobrojnim reakcijama koje se odvijaju na visokoj temperaturi uz prisutnosti vlage [2]. Acilacija Schiffovih baza važna je u sintezi analoga prirodnih proizvoda. Reagensi za aciliranje dodaju se atomima dušika koji dijele dvostruku vezu s atomima ugljika, a najčešći su anhidridi karboksilnih kiselina, kiselinski kloridi i kiselinski cijanidi. Schiffove baze su značajni intermedijeri u enzimskim reakcijama koje obuhvaćaju interakciju enzima s karbonilnim ili amino skupinama supstrata. Biokemijski proces, koji obuhvaća kondenzaciju karbonilnih skupina i primarnih amina s enzimima kako bi se formirali imini ili Schiffove baze, jedan je od najbitnijih kemijskih reakcija.

Literaturni pregled u ovom diplomskom radu opširno objašnjava karakterizaciju samih Schiffovih baza, njihov mehanizam i svojstva, kao i reaktante koji se mogu koristiti za njihovu sintezu. Zamisao diplomskog rada je bila kristalizirati nekoliko Schiffovih baza s kinazolinom te metodom rendgenske difrakcije odrediti molekulsku i kristalnu građu. Uspješno su kristalizirane tri Schiffove baze te im je metodom rendgenske difrakcije određena molekulska i kristalna građa.

2. LITERATURNI PREGLED

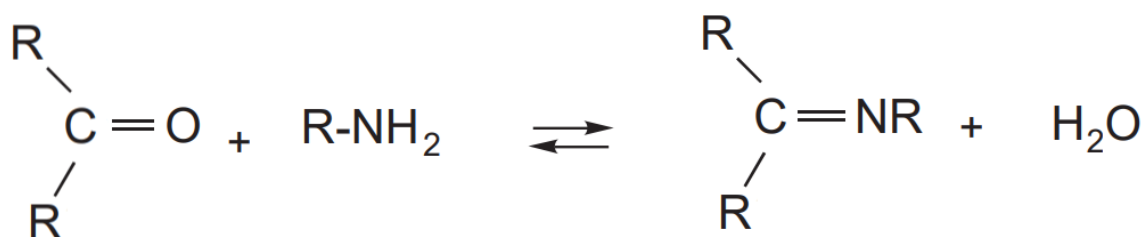
2.1. Schiffove baze

Reakcijom adicije primarnih amina na karbonilni ugljik aldehida ili ketona [3] kao produkti nastaju imini – spojevi koji sadrže imino ili azometinsku funkcijsku skupinu. Budući da ih karakterizira dvostruka kovalentna veza između atoma ugljika i atoma dušika, nastali imini mogu formirati (*Z*) ili (*E*) izomere. *N*-supstituirani imini poznati su i kao Schiffove baze prema kemičaru zaslužnom za njihovo otkriće – Hugou Schiffu [4]. Schiffove baze prikazuju se općom formulom $R'R''C=NR$ (slika 1), pri čemu se kao supstituent na položajima R' i R'' može nalaziti atom vodika te alkilna, arilna ili heteroarilna skupina, dok se na položaju R uz već navedene supstituente može nalaziti i atom metala.



Slika 1. Prikaz opće strukture (*Z*) i (*E*) izomera Schiffove baze.

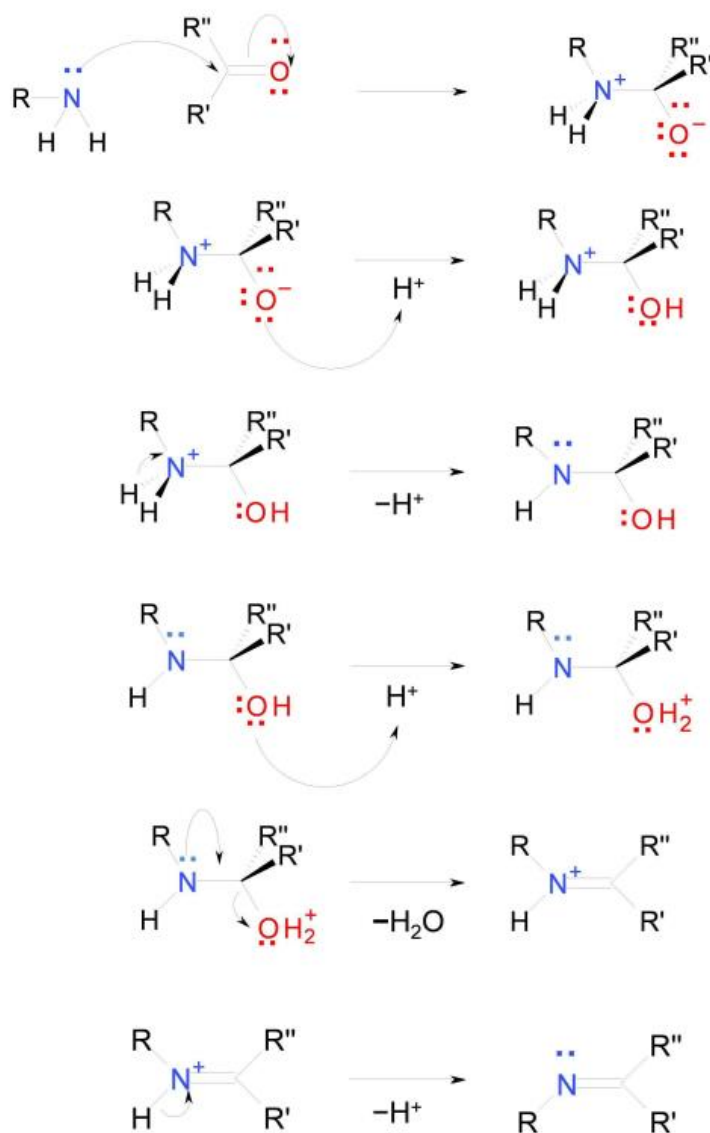
Nastajanje Schiffove baze primjer je reakcije kondenzacije kojom se dva (ili više) organska spoja međusobno povezuju uz gubitak vode ili neke druge male molekule. Reakcija je reverzibilna, odnosno, zbog brzog hidrolitičkog procesa Schiffove baze mogu hidrolizirati natrag u aldehide ili ketone iz kojih su priređene. Hidroliza $C=N$ veze može se spriječiti hidrogeniranjem pod blago kiselim uvjetima [5]. Na slici 2 nalazi se prikaz opće jednadžbe nastajanja Schiffove baze.



Slika 2. Prikaz opće jednadžbe nastajanja Schiffove baze iz karbonilnog spoja i primarnog amina.

2.1.1. Mehanizam sinteze Schiffovih baza

Mehanizam sinteze Schiffovih baza temeljen na kondenzaciji primarnog amina i karbonilnog spoja objašnjava se preko šest općih koraka prikazanih na slici 3 [6]. Sinteza započinje nukleofilnim napadom aminskog dušika na karbonilni ugljik aldehida ili ketona pri čemu nastaje nestabilan dipolarni međuprodukt alkoksidni ion. Dipolarni alkoksidni ion zatim se protonira čime nastaje aminoalkohol, a istodobno se odvija i deprotonacija aminskog dušika. U sljedećem se koraku hidroksilna skupina nastalog aminoalkohola protonira kako bi se generirala bolja izlazna skupina – voda. Eliminacijom molekule vode, nastaje dvostruka C=N veza iminijevog iona. Dušik u iminijevom ionu u posljednjem se koraku deprotonira što rezultira nastajanjem neutralnog imina, odnosno, Schiffove baze.



Slika 3. Shematski prikaz mehanizma sinteze Schiffovih baza iz primarnog amina i karbonilnog spoja [3].

Dušik Schiffove baze je sp^2 hibridiziran. Jedna sp^2 orbitala tvori σ -vezu s ugljikom, druga sa supstituentom, a treća sadrži nepodijeljeni elektronski par. Preklapanjem nehibridiziranih p orbitala dušika i ugljika nastaje π -veza [7].

U živim organizmima Schiffove baze nastaju kao međuprodukti enzimski kataliziranih reakcija – transaminacije, transaldolne reakcije te degradacijom i sintezom aminokiselina.

2.1.2. Uvjeti sinteze Schiffovih baza

Uspješnost sinteze Schiffovih baza kontrolirana je pomoću dva glavna čimbenika koji imaju velik utjecaj na iskorištenje.

Općenito, nastanak Schiffovih baza, kao i sama brzina nastanka, ovisi o pH vrijednostima reakcijske smjese. Iz tog razloga, klasična sinteza Schiffovih baza uključuje upotrebu kiselina kao katalizatora reakcije. Optimalni uvjeti za izvođenje reakcije sinteze su pri pH vrijednostima između 3 i 5. Svaka promjena koja odstupa od optimalnih pH vrijednosti, bilo da se radi o povećanju ili smanjenju kiselosti, utjecat će na promjenu brzine sinteze Schiffovih baza, odnosno, smanjit će brzinu reakcije i samo iskorištenje [7].

Kao što je već rečeno, sinteza započinje nukleofilnim napadom aminskog dušika. Budući da su amini bazični spojevi, povećanjem pH vrijednosti reakcijske smjese dolazi do protoniranja amina čime se smanjuje njegova nukleofilnost. Takav protonirani amin postaje nedostupan za napad na elektrofilni ugljik karbonilne skupine što inhibira sintezu Schiffovih baza već u početnom stupnju reakcije. S druge strane, smanjenjem pH vrijednosti reakcijske smjese, neće doći do protoniranja hidroksilne skupine aminoalkohola čime će se onemogućiti eliminaciju vode.

Klasična sinteza Schiffovih baza odvija se u organskim otapalima kao što su aceton, benzen, kloroform i drugi. Neke Schiffove baze izuzetno su podložne hidrolizi te je u njihovoj sintezi nužno koristiti bezvodna otapala. Osim toga, često se u reakcijsku smjesu dodaju silikati (npr. tetrametilortosilikat) koji kao higroskopne tvari na sebe vežu vodu. S druge strane, postoje Schiffove baze koje su toliko stabilne da se mogu prekrystalizirati iz vode [8].

Općenito, sinteza Schiffovih baza iz aldehida jednostavnija je nego iz ketona. Aldehidi su manje sterički zahtjevni što ih čini reaktivnijima u reakcijama kondenzacije. Naime, iako ketoni posjeduju reaktivni karbonilni centar, za razliku od aldehida imaju dodatno vezan ugljik, odnosno, dodatnu elektron-donorsku skupinu, vezanu na reaktivnu

skupinu što doprinosi gustoći i smanjuje elektrofilnost karbonilnog centra. Također, reakcijom primarnih amina s aldehidima nastaje tetraedarski produkt koji je manje sterički ometan.

Stabilnost sintetiziranih Schiffovih baza ovisi o supstituentima na aminskoj, odnosno, karbonilnoj skupini. Schiffove baze s aromatskim supstituentima stabilnije su jer njihove π -veze omogućuju delokalizaciju elektrona u aromatski sustav čime se dodatno stabilizira iminska veza između ugljika i dušika.

2.1.3. Schiffove baze kao kompleksirajući reagensi

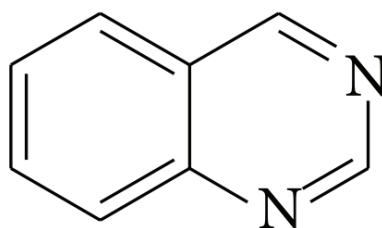
Općenito, organski ili anorganski spojevi u kompleksima s metalima nazivaju se kompleksirajućim reagensima ili ligandima. Ligandi, koji mogu biti ioni ili molekule, tvore koordinacijsku kovalentnu vezu s centralnim atomom.

Schiffove baze upotrebljavaju se kao ligandi kod sinteze kompleksa različitih struktura, a ponajviše u kompleksima s raznim metalima. Jedna od značajnih karakteristika Schiffovih baza je da pokazuju izvrsnu selektivnost, senzibilitet i stabilnost za specifične metalne ione kao što su Al(III), Co(II), Cu(II), Hg(II) i Ni(II) [8]. Atom dušika ima jedan nepodijeljeni elektronski par u jednoj od sp^2 orbitala što ga čini povoljnim donatorom u koordinaciji metalnog centra preko njegovih slobodnih orbitala tvoreći pritom koordinacijske spojeve. Ovo u pravilu zahtijeva prethodnu deprotonaciju Schiffove baze pa se koordinacijski spojevi najčešće pripremaju s metalnim acetatima koji lako deprotoniraju imin dajući pritom octenu kiselinu. U koordinacijskim spojevima Schiffove baze ponašaju se kao monodentantni i polidentantni ligandi, najčešće bi-, tri- i tetradentantni kelatni ligandi, ovisno o ciljnim parametrima metalnog centra na kojeg bi se koordinirale. Pri koordinaciji s metalnim ionima stvaraju stabilne komplekse [9].

U brojnim važnim biokemijskim procesima koordinacijski spojevi Schiffovih baza s metalnim ionima pokazuju visoku katalitičku aktivnost. Osim toga, neki metalni kompleksi Schiffovih baza i metala poput bakra, nikla, cinka i kobalta posjeduju antikancerogenu aktivnost. Također, poznato je da aromatske Schiffove baze i njihovi metalni kompleksi mogu katalizirati reakcije oksidacije, hidrolize i elektro-redukcije.

2.2. Kinazolini

Kinazolini su skupina heterocikličkih spojeva građenih od dva spojena šesteročlana prstena – jednog benzenskog i jednog pirimidinskog (*slika 4*). Prisutnost spojenog benzenskog prstena značajno mijenja svojstva pirimidinskog prstena. Podliježu reakcijama oksidacije, adicije, redukcije, elektrofilnoj i nukleofilnoj supstituciji te alkiliranju. Stabilni su u lužnatim otopinama i u razrijeđenim hladnim kiselinama, ali do njihovog raspada dolazi nakon točke vrenja. Usljed zagrijavanja klorovodične kiseline s kinazolinom nastaju produkti mravlja kiselina, amonijak i *o*-aminobenzaldehid [10].



Slika 4. Prikaz opće strukture kinazolina.

Svojstva supstituiranih derivata kinazolina uvelike ovise o prirodi samog supstituenta, nalazi li se supstituent u benzenskom ili pirimidinskom prstenu te je li ili nije prisutna potpuna konjugacija u pirimidinskom prstenu. Mnogi od njih posjeduju širok raspon bioaktivnosti kao što su antikancerogena, antibakterijska, antifungalna, antivirusna, antimalarijska, antiprotozojska, protuupalna, diuretička, antituberkulozna, antidepresivna, antikonvulzivna, akaricidna i druge. Spojevi kinazolina također se koriste u pripremi raznih funkcionalnih materijala za sintetsku kemiju, a prisutni su i u različitim molekulama lijekova [10].

Iz gore navedenih razloga spojevi koji sadrže kinazolinski sustav povezan s drugim funkcijskim skupinama putem iminske veze predstavljaju potencijalno biološki aktivne supstance koje se pritom mogu koristiti i za stvaranje metalnih kompleksa.

2.3. Kristalizacija

Proces gdje dolazi do stvaranja kristalne tvari iz amorfne tvari, tekućine ili plina naziva se kristalizacija. Tako izgrađen kristal ima karakterizaciju pravilne strukture te se naziva kristalna rešetka. Drastično smanjenje sposobnosti proboja stranih molekula prema

kristalnoj rešetci prepisuje se pravilnom rasporedu i gustom slaganju atoma u strukturi. U farmaceutskoj i kemijskoj industriji se na ovaj način može dobiti produkt vrlo velike čistoće. Načelo kristalizacije temelji se na činjenici da spoj ima određenu topljivost u otapalu pod određenim uvjetima kao što su temperatura i tlak. Kada se navedeni uvjeti promijene, formirat će se kristalna krutina, a topljivost će postajati sve manja [11].

2.3.1. Građa kristala

Kristali označavaju termodinamički stabilna čvrsta stanja u kojima su molekule, ioni ili atomi adekvatno raspoređeni i periodički se ponavljaju u sve tri dimenzije. Temeljna značajka kristala je da pružaju "oštre" difrakcijske slike, tj. većina difraktiranog intenziteta naznačena je u poprilično ostrim maksimumima praga. Trodimenzionalne strukture karakterizira kristalna anizotropija, odnosno fizikalna svojstva kristala poprimaju specifične vrijednosti za različite pravce. Tako npr. lomna čvrstoća, električna vodljivost (grafit), indeks loma (kalcit) ili boja (turmalin) posjeduju različite vrijednosti u raznim pravcima u ovisnosti o nizanju motiva, tj. jedinki [12].

2.3.2. Jedinični kristali

Jedinični kristali su jedna od glavnih skupina pripremljenih materijala jer imaju kontinuiranu, jedinstvenu i vrlo složenu strukturu koja im daje specifična svojstva. Prvenstveno radi svoje strukture imaju veliku prednost u odnosu na polikristalne, posebice u pogledu izvedbe. Oni su anizotropni, što znači da njihova fizička svojstva imaju raznolike vrijednosti u različitim smjerovima. Iako polikristalni materijali pripremljeni za specifične primjene imaju izuzetna optička, električna, toplinska i druga svojstva, ne mogu se precizno uspoređivati sa jediničnim kristalima zbog strukturnih razlika [12].

2.3.3. Metode pripreme jediničnih kristala iz otopine

Besprijekorni jedinični kristali su oštih kutova, transparentni i veličine 0,1 do 0,4 mm. Svrha kristalizacije je priprema kristala u najmanje dvije od tri dimenzije. Na veličinu

samog kristala i njegovu čistoću utječe nekoliko čimbenika kao što su izbor ispravnog otapala, mjesta nukleacije, vanjska sila i vrijeme. Pri izboru otapala treba odabrati otapalo koje može djelomično otopiti uzorak. Ako je uzorak vrlo topiv u otapalu, formirat će se mnogo malih kristala. Zbog toga je potrebno izbjegavati prezasićene otopine, budući da je cilj stvaranje jednog kristala, a ne mnogo malih kristala. Prije korištenja pojedinih metoda, kao što su difuzija otapala ili difuzija pare, neophodno je utvrditi otapala i anti-otapala, tj. otapala u kojima je uzorak netopljiv, ali koja olakšavaju rast kristala. Ukoliko se upotrebljavaju dva ili više otapala, potrebno je paziti da se dobro izmiješaju kako bi se iz zajedničke otopine potpuno formirali kristali.

Ovisno o prirodi korištenog otapala i tvari koja se želi kristalizirati, koriste se razne tehnike i posude za kristalizaciju. Bitne su karakteristike kao što su stabilnost kristala na zraku, njegova osjetljivost na vlagu, higroskopnost, kristalizira li tvar kao solvat i teži li otpuštanju iz kristalne rešetke ili zamjeni jedne molekule otapala drugom. Čaše, epruvete, Petrijeve zdjelice, satna stakla i NMR cijevi mogu se koristiti kao posude za kristalizaciju. Najčešće korištene metode za pripravu jediničnih kristala iz otopine su: evaporacija, sublimacija, hlađenje, difuzija tekućina, difuzija para i druge [13].

Metoda isparavanja ili sporog isparavanja otapala je najjednostavnija metoda i može se upotrebljavati ukoliko je tvar postojana na zraku i nema visoku osjetljivost na vlagu. Sprema se gotovo zasićenu otopinu ovog materijala u odgovarajućem otapalu, filtrira u čistu posudu za kristalizaciju i prekrije perforiranom aluminijskom folijom, parafilmom ili papirom i ostavi se da stoji. Spremnik ne smije biti potpuno otvoren jer će to uzrokovati prebrzo isparavanje otapala i mogu nastati nepoželjni kristali. U ovisnosti o hlapljivosti otapala, količini i veličini perforacija, brzina isparavanja je djelomično kontrolirana [13].

Metoda hlađenja je prikladna za tvari koje su teško topljive u određenom otapalu na sobnoj temperaturi, a bolje su topljive na povišenim temperaturama, posebno ukoliko otapalo ima vrelište ispod 100 °C. Gotovo zasićena otopina priprema se na temperaturi blizu vrelišta. Ta zagrijana otopinu ulijeva se u epruvetu, zatvori i uroni u termosicu napunjenu vodom nekoliko stupnjeva ispod vrelišta otapala, koju se također začepi čepom i ostavi da se polako rashlađuje. Količina vode u termos boci treba biti povrh razine otopine u epruveti, ali niže od gornjeg ruba epruvete. Temeljni nedostatak ovog pristupa je relativno visoka početna temperatura, koja dovodi do povećanog stvaranja kristalnih defekata, što je poseban problem za termolabilne tvari [13].

Sublimacija se može koristiti i za sublimaciju tvari koje su nestabilne na zraku. Odvija se zagrijavanjem jednog segmenta posude uz obavezan sniženi tlak dok se kristalizacija odvija u drugom, hladnijem dijelu. Postavi se sloj staklene vune preko krutog uzorka kako bi se spriječilo da krute čestice, potencijalna središta nukleacije, uđu u hladnije dijelove posude. Hladniji dijelovi se jednostavno mogu ostaviti bez grijanja, ali se češće aktivno hlade, poput vode ili suhog leda, čime će se osigurati specifično mjesto za kristalizaciju umjesto da se ona događa bilo gdje na stjenkama. Visoke temperature i relativno naglo zahlađenje uvećavaju vjerojatnost defekata, a tehnika nije prikladna za toplinski labilne tvari, radi čega se ova tehnika obično zanemaruje [13].

Za izvedbu metode difuzije pare neophodan je sustav koji se sastoji od dva miješana otapala: u otapalu s višim vrelištem (otapalo 1) tvar treba imati dobru topljivost, dok u otapalu s nižim vrelištem (otapalo 2) tvar treba biti praktički netopljive. Potrebu je pripremiti otopinu tvari u otapalu 1 u sitnijoj posudi i staviti je u veću posudu s otapalom 2. Sitnije posude ostaju otvorene, dok su veće potpuno zatvorene. Vremenom, otapalo 2 će ispariti i kondenzirati se u sitnijoj posudi, smanjujući topljivost otopljene tvari u otapalu 1 i uzrokujući kristalizaciju. Sniženo vrelište otapala 2 omogućuje da razina tekućine otopine u sitnijoj posudi poraste, neće doći do kristalizacije na stjenkama i kristali neće ostati suhi. Tehnika je također primjenjiva na male količine tvari, a brzina difuzije može se lako kontrolirati (npr. variranjem temperature). Najveći izazov ove metode je pronaći sustav otapala koji će zadovoljiti sve gore navedene kriterije [13].

Tehnika nalik difuziji pare je difuzija tekućine, ali se umjesto vrelišta koristi gustoća otapala. Tvar se mora bolje otapati u gušćem otapalu (otapalo 1), a puno slabije u otapalu s manjom gustoćom (otapalo 2). Razlika u gustoći treba biti toliko velika da stvori jasno odvojene slojeve superpozicijom na početku. NMR cijevi se često koriste zbog lakšeg odvajanja u užim posudama. Otopine tvari mogu se prethodno zamrznuti kako bi se dodatno olakšala slojevitost. Vrlo brzo otapalo 2 difundira u otopinu pri čemu će smanjivati topljivost tvari, a na granici između dva otapala dolazi do kristalizacije, zbog čega se ova tehnika može upotrebljavati za tvari koje nisu stabilne na zraku. Eventualni problem je pronalaženje prikladnog sustava otapala, ali do sada su predloženi neki često korišteni početni sustavi, kao što je diklorometan/dietil eter ili diklorometan/etanol (ukoliko kristali nisu topljivi u potonjem otapalu) [13].

2.4. Rendgenska strukturalna analiza

Strukturalna rendgenska analiza je instrumentalna tehnika koja koristi savijanje rendgenskih zraka na kristalnoj rešetki za određivanje strukture kristala. Korištenje rendgenskih zraka za ispitivanje kristalnih struktura počelo je 1912. s eksperimentima njemačkog fizičara M. von Lauea kako bi se utvrdilo imaju li rendgenske zrake elektromagnetska svojstva. Zbog male valne duljine rendgenskih zraka, njihov otklon se ne može postići koristeći optičke rešetke, Laue je dao ideju korištenja kristala kao prirodnih rešetki [14].

Pravilna raspoređenost u kristalu i periodičko ponavljanje prostornog rasporeda javlja se kod atoma (iona, molekula), tvoreći tako prostornu rešetku. Sastoji se od mnogo jediničnih ćelija, pa ukoliko je poznato gdje su atomi u jediničnoj ćeliji, zna se i strukturalna kristala. Kada rendgenske zrake prolaze kroz kristal, one pobuđuju atome kristala da emitiraju sekundarne rendgenske zrake, zbog periodičnosti kristalne rešetke, sekundarne rendgenske zrake interferiraju jedna s drugom i daju oštar maksimum savijenih zraka, čiji smjer ovisi o geometriji kristala. Veličina osnovne jedinične ćelije kristala može se definirati smjerom u kojem je svjetlost savijena. U osnovnoj jediničnoj ćeliji izračunavanjem gustoće kristala i razumijevanjem relativne molekularne mase može se odrediti broj molekula. Mjerenjem intenziteta zraka savijanja i utvrđivanjem prostorne skupine kojoj kristal pripada, može se odrediti položaj atoma kako bi se odredile kristalne i molekulske strukture [14].

Braggov zakon ili Braggov odnos (prema W. L. Braggu iz 1912.) je pojednostavljenje pojma koji tu pojavu prikazuje kao ogib rendgenskoga zračenja na kristalu, odnosno kao refleksije na paralelnim ravninama postavljenim kroz čvorove kristalne rešetke (jednadžba 1):

$$2 \cdot d \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda \quad (1)$$

gdje je: d - međuravninska udaljenost, λ - valna duljina rendgenskog zračenja, θ - kut refleksije, n - cijeli broj [15].

Rendgenske zrake interferiraju, odnosno, reflektiraju se na kristalu. Kristal je rezan tako da je njegova granica paralelna s ravninama simetrije kristala. Kada rendgenske zrake padnu na kristal, neke se reflektiraju na samoj granici, a neke ulaze u kristal. Ovaj dio se opet dijelom reflektira na prvoj usporednoj ravnini simetrije kristala, a dijelom duboko u kristal. Dakle, reflektirane rendgenske zrake sastoje se od onih zraka reflektiranih na prvoj,

drugoj, trećoj ravnini itd. Zbog velike prodorne moći, rendgenske zrake se reflektiraju na značajnom broju ravnina, postižući tako značajan intenzitet tamo gdje je upravo zadovoljen Braggov uvjet [15].

2.4.1. Millerovi indeksi

Da bi se mogla proučavati kristalna struktura, potrebno je koristiti Millerove indekse za označavanje pojedinih ravnina i pravaca u kristalu. Ukoliko kristal posjeduje ravninu čiji su segmenti na kristalografskim osima istovjetni s_1a_1 , s_2a_2 i s_3a_3 , mogu se utvrditi tri najmanja cijela broja h , k i l čiji je razmjer ekvivalentan razmjeru proporcionalnih vrijednosti brojeva s_1 , s_2 i s_3 .

Brojevi h , k i l nazivaju se Millerovi indeksi. Zapisuje ih se u obliku (hkl) , a ta tri indeksa označavaju orijentaciju kristalnih ravnina. Ukoliko je segment na osi negativan, označava se povlakom povrh adekvatnog broja. U slučaju beskonačnog segmenta linije na osi Millerov indeks će iznositi nula [15]. Rezultat pokusa rendgenske difrakcije je čitav niz hkl indeksa određenih intenziteta koji se koriste za određivanje molekulske i kristalne strukture.

3. EKSPERIMENTALNI DIO

3.1. Popis korištenih otapala

U *tablici 1* navedena su otapala, zajedno s njihovim parametrima, koja su se koristila pri određivanju topljivosti određenog spoja te u kristalizacijskim eksperimentima.

Tablica 1. Pregled otapala i parametara korištenih pri kristalizacijskim eksperimentima

OTAPALO (KRATICA)	FORMULA	$M_r/\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$	$t_v/^\circ\text{C}$	$\rho/\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$
ACETONITRIL (ANL)	$\text{C}_2\text{H}_3\text{N}$	41,05	82	0,78
KLOROFORM (CLF)	CHCl_3	119,38	61,2	1,48
METANOL (MeOH)	CH_3OH	32,04	64,7	0,792
ETANOL (EtOH)	$\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$	46,07	78,37	0,789

Kazalo: $M_r/\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$ – molarna masa; $t_v/^\circ\text{C}$ – temperatura vrelišta; $\rho/\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ – gustoća

3.2. Određivanje topljivosti

Određivanje topljivosti spojeva SB1, SB3, SB4, SB5, SB8, SB9, SB11, SB14, SB16, SB17, SB19, SB21, SB22, SB23, SB24 i SB25 provodilo se pomoću četiri različita otapala navedenih u *tablici 1*.

Nekoliko miligrama svakog spoja dodano je u epruvete u kojima se nalazi po 5 mL pojedinih otapala. Promućkati sadržaj epruvete i vizualno odrediti topljivost određenog spoja u određenom otapalu na sobnoj temperaturi. U slučaju da u epruveti ostane neotopljeni uzorak, epruvetu je potrebno zagrijati pomoću vodene kupelji najviše do temperature vrelišta pojedinog otapala. Nakon toga epruvetu je potrebno ponovno promućkati te vizualno odrediti topljivost. Topljivost spoja pri sobnoj i povišenoj temperaturi određivala se ocjenama od 1 do 5, pri čemu 1 odgovara netopljivom, a 5 potpuno topljivom.

3.3. Rendgenska difrakcija

Podaci difrakcije rendgenskih zraka monokristala prikupljeni su pri 295 K na XtaLAB Synergy, Dualflex, HyPix difraktometru s grafitnim monokromatorom, korištenjem Mo-K α zračenja ($\lambda = 0,71073 \text{ \AA}$) korištenjem ω -skenova. Obrada podataka

provedena je pomoću programskog paketa CrysAlis. Strukture su riješene programom Olex2 [15].

Utočnjavanje i analize rađene su pomoću programa integriranih u WinGX sustav [16]. Postupak utočnjavanja proveden je metodom najmanjih kvadrata korištenjem SHELXL-97 [17].

Svi nevodikovi atomi su utočnjeni anizotropno. Atomi vodika u strukturama postavljeni su u izračunate pozicije. Geometrijski proračuni rađeni su pomoću PLATON-a [18], slike su napravljene u programu MERCURY [19]. Podaci o udaljenostima veza i kutovima dani su u dodatku diplomskog rada (Tablice D1.-D6.).

4. REZULTATI I RASPRAVA

4.1. Određivanje topljivosti spojeva

U tablicama 2 do 17 prikazani su rezultati topljivosti korištenih spojeva u rekristalizacijskim eksperimentima. Na osnovi topljivosti spoja pri sobnoj i povišenoj temperaturi u određenim otapalima, određena je topljivost spoja gdje je 1 – netopljiv, 2 – slabo topljiv, 3 – umjereno topljiv, 4 – vrlo dobro topljiv i 5 – potpuno topljiv.

Tablica 2. Određivanje topljivosti spoja SB1

OTAPALO	TOPLJIVOST	TOPLJIVOST PRI POVIŠENOJ TEMPERATURI
ACETONITRIL	0	0
KLOROFORM	1	1
METANOL	1	4
ETANOL	0	2

Kazalo: 1 – netopljiv, 2 – slabo topljiv, 3 – umjereno topljiv, 4 – vrlo dobro topljiv, 5 – potpuno topljiv

Tablica 3. Određivanje topljivosti spoja SB3

OTAPALO	TOPLJIVOST	TOPLJIVOST PRI POVIŠENOJ TEMPERATURI
ACETONITRIL	1	4
KLOROFORM	3	5
METANOL	0	2
ETANOL	0	2

Kazalo: 1 – netopljiv, 2 – slabo topljiv, 3 – umjereno topljiv, 4 – vrlo dobro topljiv, 5 – potpuno topljiv

Tablica 4. Određivanje topljivosti spoja SB4

OTAPALO	TOPLJIVOST	TOPLJIVOST PRI POVIŠENOJ TEMPERATURI
ACETONITRIL	1	5
KLOROFORM	5	5
METANOL	1	5
ETANOL	0	2

Kazalo: 1 – netopljiv, 2 – slabo topljiv, 3 – umjereno topljiv, 4 – vrlo dobro topljiv, 5 – potpuno topljiv

Tablica 5. Određivanje topljivosti spoja SB5

OTAPALO	TOPLJIVOST	TOPLJIVOST PRI POVIŠENOJ TEMPERATURI
ACETONITRIL	3	5
KLOROFORM	3	5
METANOL	3	5
ETANOL	3	3

Kazalo: 1 – netopljiv, 2 – slabo topljiv, 3 – umjereno topljiv, 4 – vrlo dobro topljiv, 5 – potpuno topljiv

Tablica 6. Određivanje topljivosti spoja SB8

OTAPALO	TOPLJIVOST	TOPLJIVOST PRI POVIŠENOJ TEMPERATURI
ACETONITRIL	1	2
KLOROFORM	3	5
METANOL	1	2
ETANOL	1	2

Kazalo: 1 – netopljiv, 2 – slabo topljiv, 3 – umjereno topljiv, 4 – vrlo dobro topljiv, 5 – potpuno topljiv

Tablica 7. Određivanje topljivosti spoja SB9

OTAPALO	TOPLJIVOST	TOPLJIVOST PRI POVIŠENOJ TEMPERATURI
ACETONITRIL	0	3
KLOROFORM	4	5
METANOL	0	3
ETANOL	0	2

Kazalo: 1 – netopljiv, 2 – slabo topljiv, 3 – umjereno topljiv, 4 – vrlo dobro topljiv, 5 – potpuno topljiv

Tablica 8. Određivanje topljivosti spoja SB11

OTAPALO	TOPLJIVOST	TOPLJIVOST PRI POVIŠENOJ TEMPERATURI
ACETONITRIL	1	3
KLOROFORM	5	5
METANOL	0	3
ETANOL	0	3

Kazalo: 1 – netopljiv, 2 – slabo topljiv, 3 – umjereno topljiv, 4 – vrlo dobro topljiv, 5 – potpuno topljiv

Tablica 9. Određivanje topljivosti spoja SB14

OTAPALO	TOPLJIVOST	TOPLJIVOST PRI POVIŠENOJ TEMPERATURI
ACETONITRIL	1	1
KLOROFORM	3	3
METANOL	1	2
ETANOL	2	2

Kazalo: 1 – netopljiv, 2 – slabo topljiv, 3 – umjereno topljiv, 4 – vrlo dobro topljiv, 5 – potpuno topljiv

Tablica 10. Određivanje topljivosti spoja SB16

OTAPALO	TOPLJIVOST	TOPLJIVOST PRI POVIŠENOJ TEMPERATURI
ACETONITRIL	3	3
KLOROFORM	4	4
METANOL	2	2
ETANOL	2	2

Kazalo: 1 – netopljiv, 2 – slabo topljiv, 3 – umjereno topljiv, 4 – vrlo dobro topljiv, 5 – potpuno topljiv

Tablica 11. Određivanje topljivosti spoja SB17

OTAPALO	TOPLJIVOST	TOPLJIVOST PRI POVIŠENOJ TEMPERATURI
ACETONITRIL	5	5
KLOROFORM	4	5
METANOL	3	3
ETANOL	3	3

Kazalo: 1 – netopljiv, 2 – slabo topljiv, 3 – umjereno topljiv, 4 – vrlo dobro topljiv, 5 – potpuno topljiv

Tablica 12. Određivanje topljivosti spoja SB19

OTAPALO	TOPLJIVOST	TOPLJIVOST PRI POVIŠENOJ TEMPERATURI
ACETONITRIL	1	1
KLOROFORM	3	3
METANOL	1	2
ETANOL	1	2

Kazalo: 1 – netopljiv, 2 – slabo topljiv, 3 – umjereno topljiv, 4 – vrlo dobro topljiv, 5 – potpuno topljiv

Tablica 13. Određivanje topljivosti spoja SB21

OTAPALO	TOPLJIVOST	TOPLJIVOST PRI POVIŠENOJ TEMPERATURI
ACETONITRIL	0	5
KLOROFORM	5	5
METANOL	3	4
ETANOL	4	4

Kazalo: 1 – netopljiv, 2 – slabo topljiv, 3 – umjereno topljiv, 4 – vrlo dobro topljiv, 5 – potpuno topljiv

Tablica 14. Određivanje topljivosti spoja SB22

OTAPALO	TOPLJIVOST	TOPLJIVOST PRI POVIŠENOJ TEMPERATURI
ACETONITRIL	0	1
KLOROFORM	1	5
METANOL	0	1
ETANOL	0	1

Kazalo: 1 – netopljiv, 2 – slabo topljiv, 3 – umjereno topljiv, 4 – vrlo dobro topljiv, 5 – potpuno topljiv

Tablica 15. Određivanje topljivosti spoja SB23

OTAPALO	TOPLJIVOST	TOPLJIVOST PRI POVIŠENOJ TEMPERATURI
ACETONITRIL	0	4
KLOROFORM	1	5
METANOL	1	4
ETANOL	0	3

Kazalo: 1 – netopljiv, 2 – slabo topljiv, 3 – umjereno topljiv, 4 – vrlo dobro topljiv, 5 – potpuno topljiv

Tablica 16. Određivanje topljivosti spoja SB24

OTAPALO	TOPLJIVOST	TOPLJIVOST PRI
		POVIŠENOJ TEMPERATURI
ACETONITRIL	1	3
KLOROFORM	4	5
METANOL	2	4
ETANOL	0	3

Kazalo: 1 – netopljiv, 2 – slabo topljiv, 3 – umjereno topljiv, 4 – vrlo dobro topljiv, 5 – potpuno topljiv

Tablica 17. Određivanje topljivosti spoja SB25

OTAPALO	TOPLJIVOST	TOPLJIVOST PRI
		POVIŠENOJ TEMPERATURI
ACETONITRIL	1	2
KLOROFORM	3	4
METANOL	1	5
ETANOL	1	4

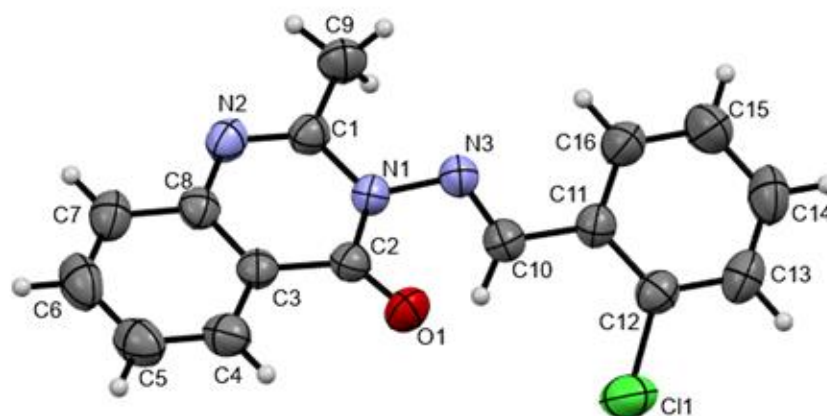
Kazalo: 1 – netopljiv, 2 – slabo topljiv, 3 – umjereno topljiv, 4 – vrlo dobro topljiv, 5 – potpuno topljiv

4.2. Kristalna i molekulska građa spoja SB4

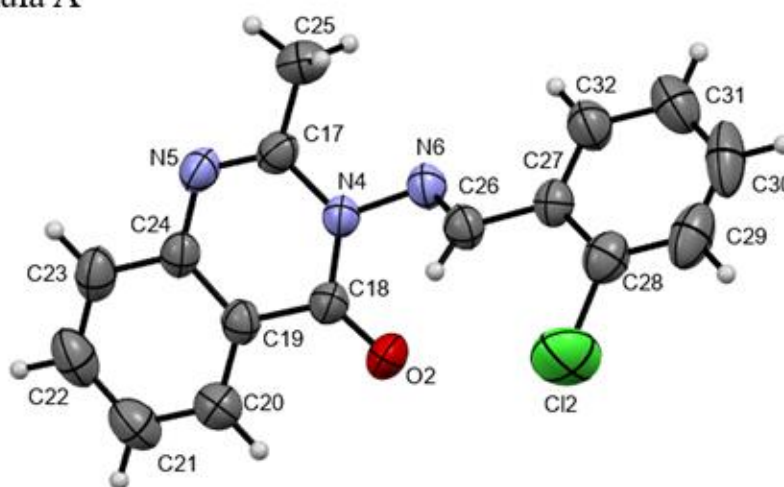
Jedinični kristali spoja dobiveni su iz etanolne otopine. Spoj kristalizira u triklinskom kristalnom sustavu u prostornoj grupi $P-1$, $Z=4$. Osnovni kristalografski podaci navedeni su u *tablici 18*, a molekulska građa prikazana je na *slici 4*. U asimetričnoj jedinki spoja prisutne su dvije simetrijski neovisne molekule (A i B molekule). Osnovna razlika između dvije molekule je u odnosu međuplošnih kutova koje zatvaraju benzenski i kinazolni prsten. U molekuli A taj kut iznosi 24° , a u B molekuli 36° . Vrijednosti veza i kutova u molekuli uobičajeni su za kinazolinske derivate. C-N veza između dva aromatska sustava pokazuje vrijednosti od $1,262 \text{ \AA}$ i $1,265 \text{ \AA}$, N-N veza $1,414 \text{ \AA}$ i $1,421 \text{ \AA}$ što je uobičajeno za iminske spojeve s kinazolinima [20].

Tablica 18. Opći i kristalografski podatci spoja **SB4**

Opći podaci:	
Formula spoja	C ₁₆ H ₁₂ N ₃ OCl
Relativna molekulska masa, M _r	297,74
Kristalografski podaci:	
Kristalni sustav i prostorna grupa	Triklinski, P-1
Parametri jedinične ćelije:	
a- / -Å	7,9879(3)
b- / -Å	13,1032(4)
c- / -Å	14,7678(6)
α/°	71,525(3)
β/°	76,046(3)
γ/°	81,964(3)
Broj formulskih jedinki, Z	4
Računata gustoća, D _x /g cm ⁻³	1,393
Temperatura snimanja, T- / -K	294,99(12)
Dimenzije kristala, mm	0,27 × 0,2 × 0,09
Ukupan broj refleksa	32716
Broj neovisnih refleksa	8275
Pouzdanost ekvivalentnih refleksa, R _{int}	R _{int} = 0,0483, R _{sigma} = 0,0424
Broj utočnjavanih parametara	381
R [F ² ≥ 2σ (F ²)]	0,0584
wR(F ²)	0,1551
Valjanost slaganja, S	1,006
Ostatak elektronske gustoće u δF mapi,	0,44/-0,38
Δρ _{max} , Δρ _{min} / eÅ ⁻³	



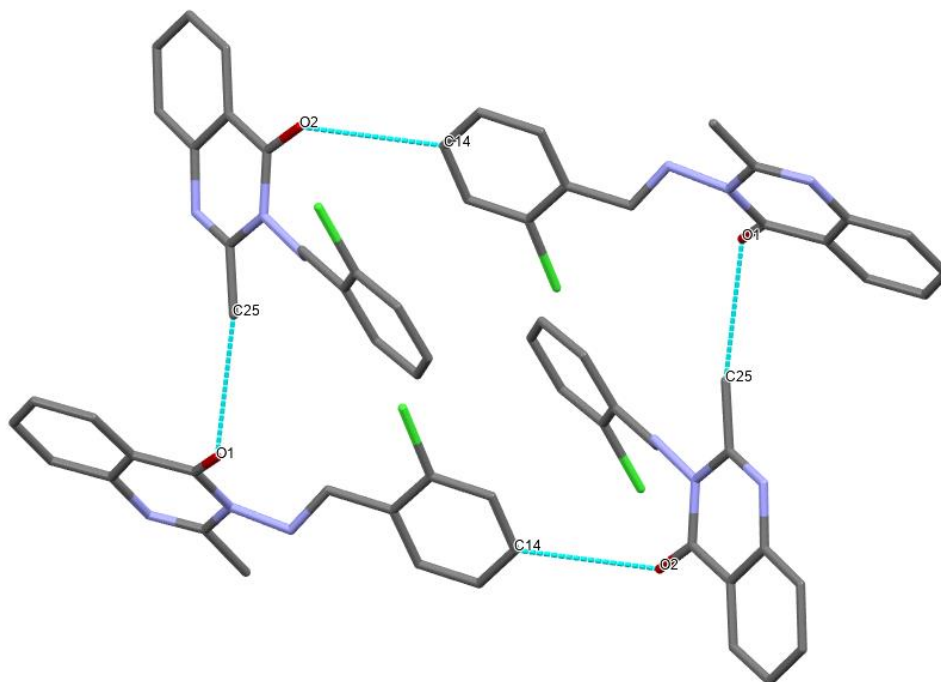
molekula A



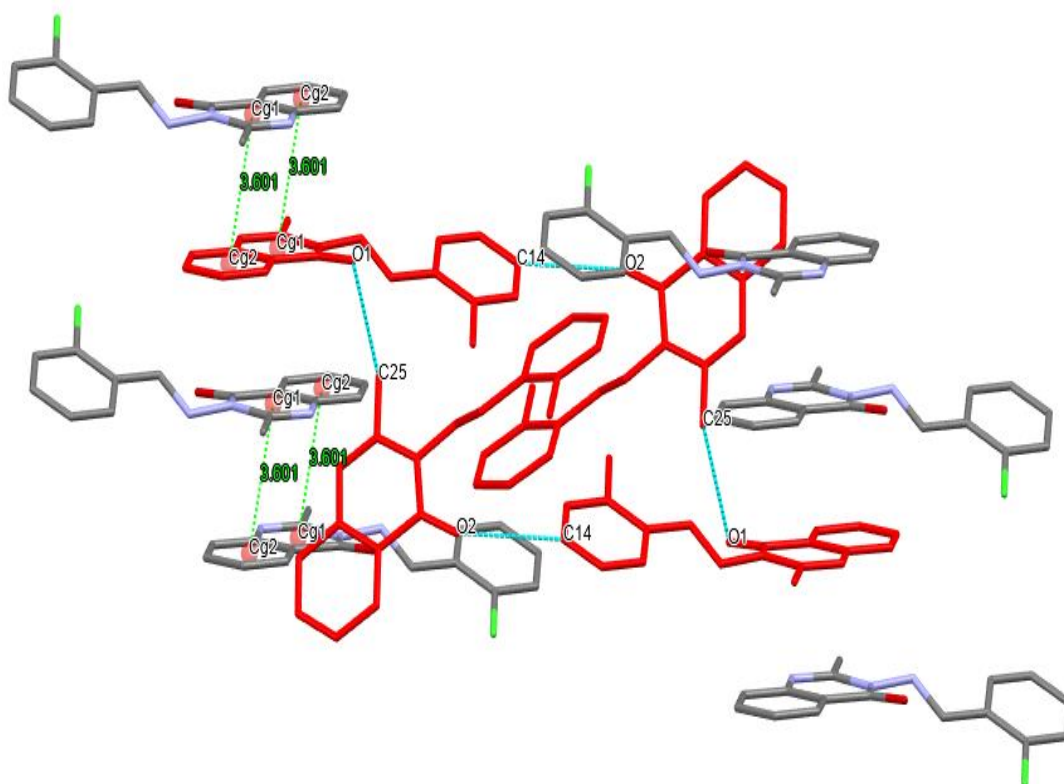
molekula B

Slika 4. Molekulska struktura spoja SB4 s oznakama nevodikovih atoma. Termalni elipsoidi nevodikovih atoma prikazani su s 50% vjerojatnosti elektronske gustoće. Dvije simetrijski neovisne molekule označene su kao molekule A i B.

U kristalu, dvije simetrijski neovisne molekule se povezuju putem slabih C-H \cdots O interakcija u tetramerne supramolekulske strukture (*slika 5*). Tako nastali tetramerni motivi povezuju se duž kristalografske osi *a* putem $\pi\cdots\pi$ interakcija što dodatno stabilizira kristalnu strukturu (*slika 6*).



Slika 5. Povezivanje molekula spoja SB4 C-H...O interakcijama u tetramere.



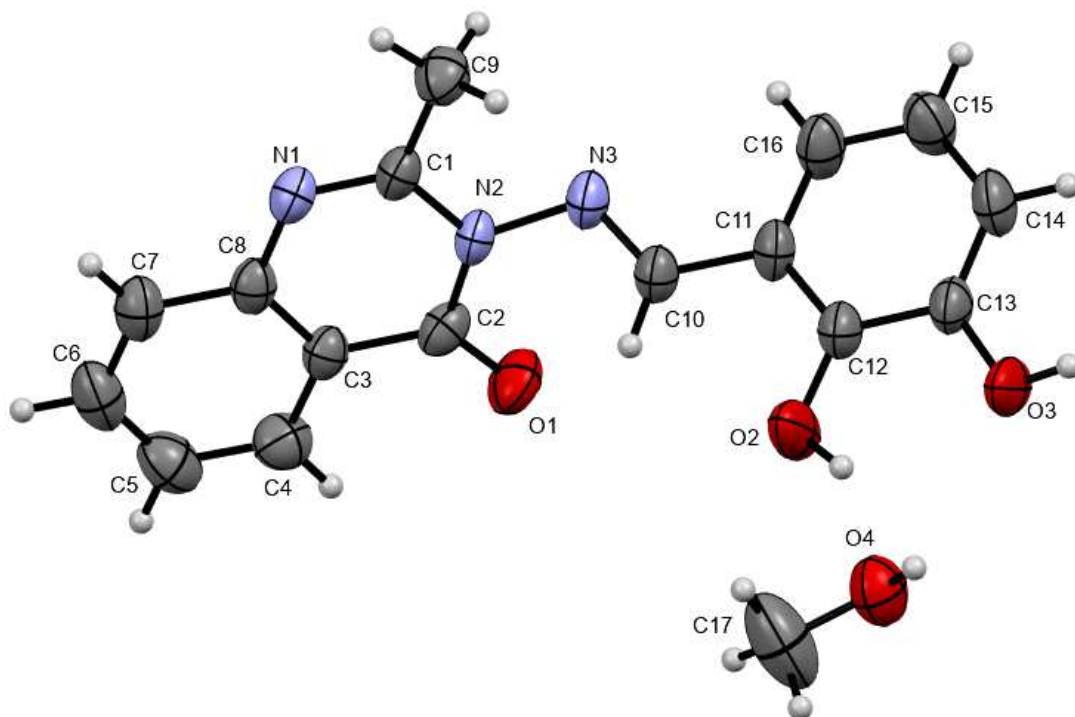
Slika 6. Povezivanje tetramera (crveno) spoja SB4 putem π ... π interakcija.

4.3. Kristalna i molekulska građa spoja SB8

Jedinični kristali spoja SB8 dobiveni su kristalizacijom iz metanolne otopine. Sintetizirani spoj kristalizira u monoklinskom sustavu u prostornoj grupi $P 2_1/n$, $Z=4$. Osnovni kristalografski podaci navedeni su u *tablici 19*, a molekulska građa prikazana je na *slici 7*. Za razliku od prethodno opisanog spoja, na kinazolinski prsten je putem C=N veze vezan difenolni sustav. Spoj kristalizira kao metanolni solvat, a molekula metanola je vezana putem snažnih vodikovih veza za difenolni sustav. Međuplošni kut između dva aromatska sustava je dosta veći nego u prethodno opisanom spoju te iznosi 64° . Kao i kod prethodno opisanog spoja, C-N veza između dva aromatska sustava je dvostruka, dok je N-N veza jednostrukog karaktera.

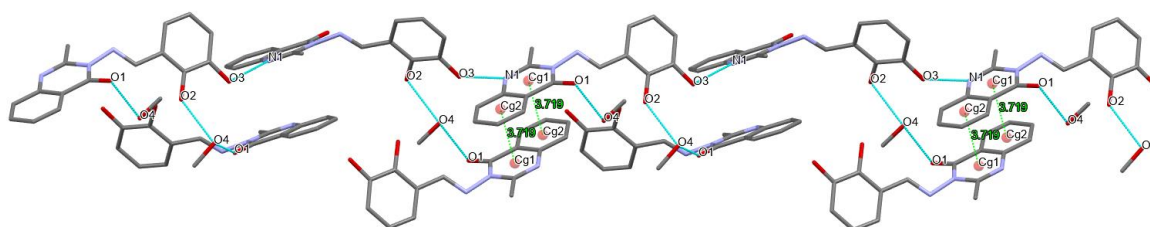
Tablica 19. Opći i kristalografski podatci spoja **SB8**

Opći podaci:	
Formula spoja	C ₁₇ H ₁₇ N ₃ O ₄
Relativna molekulska masa, M_r	327,33
Kristalografski podaci:	
Kristalni sustav i prostorna grupa	Monoklinski, P2 ₁ /n
Parametri jedinične ćelije:	
a- / -Å	8,7501(10)
b- / -Å	8,9510(7)
c- / -Å	21,2255(13)
$\alpha/^\circ$	90
$\beta/^\circ$	97,446(8)
$\gamma/^\circ$	90
Broj formulskih jedinki, Z	4
Računata gustoća, $D_x/g\text{ cm}^{-3}$	1,319
Temperatura snimanja, T / K	294,98(11)
Dimenzije kristala, mm	0.48 × 0.12 × 0.09
Ukupan broj refleksa	20924
Broj neovisnih refleksa	4797
Pouzdanost ekvivalentnih refleksa, R_{int}	$R_{int} = 0,1036$, $R_{sigma} = 0,1016$
Broj utočnjavanih parametara	231
R [$F^2 \geq 2\sigma(F^2)$]	0,0796
wR(F^2)	0,1968
Valjanost slaganja, S	1,024
Ostatak elektronske gustoće u δF mapi,	0,029/-0,28
$\Delta\rho_{max}$, $\Delta\rho_{min}/ e\text{Å}^{-3}$	



Slika 7. Molekulska struktura spoja SB8 s oznakama nevodikovih atoma. Termalni elipsoidi nevodikovih atoma prikazani su s 50% vjerojatnosti elektronske gustoće.

Kristalna struktura ovog spoja bogatija je vodikovim vezama u odnosu na SB4 zbog prisustva OH skupina na benzenskom prstenu te molekule metanola. U kristalu se molekule primarno povezuju u beskonačne lance putem O3-H20...N1 vodikovih veza duž kristalografske osi *b* u kojima sudjeluje *m*-supstituirana OH skupina i dušikov atom kinazolnog prstena. Tako nastali lanci međusobno se povezuju duž osi *a* putem O2-H10...O4 i O4-H30...O1 vodikovih veza u kojima sudjeluju *o*-supstituirana OH skupina te molekule metanola. Kristalna struktura dodatno je stabilizirana $\pi\cdots\pi$ interakcijama susjednih kinazolinskih sustava (*slika 8*).



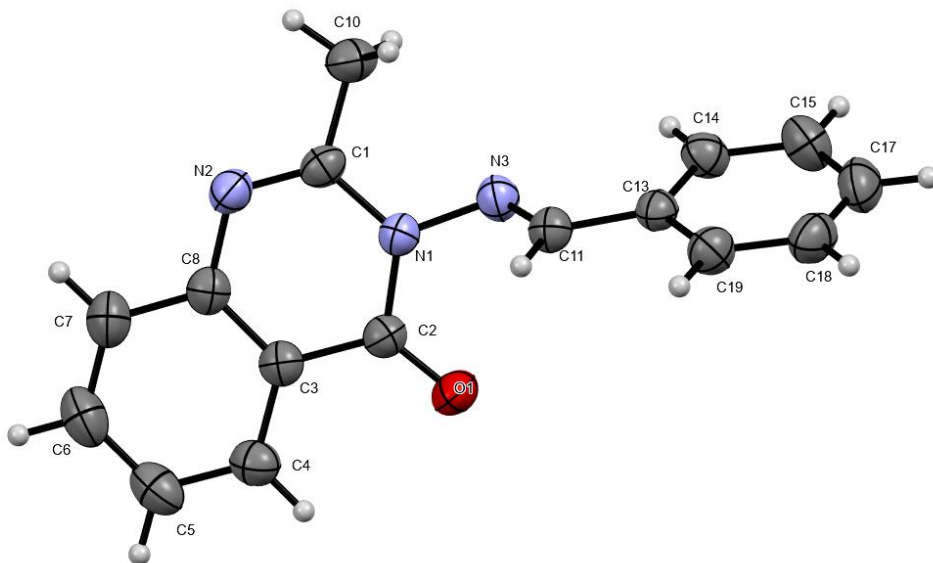
Slika 8. Povezivanje molekula spoja SB8 putem vodikovih veza i $\pi\cdots\pi$ interakcija.

4.4. Kristalna i molekulska građa spoja SB21

Jedinični kristali spoja dobiveni su kristalizacijom iz acetonitrila. Sintetizirani spoj je također derivat kinazolina kod kojeg je kinazolinski prsten povezan na nesupstituirani benzenski prsten. Spoj kristalizira u monoklinskom sustavu u prostornoj grupi $P 2_1/c$, $Z=4$. Osnovni kristalografski podaci navedeni su u *tablici 20*, a molekulska građa prikazana je na *slici 9*. Kao i u prethodno opisanim strukturama molekula nije planarna te dva aromatska sustava zatvaraju kut od 64° .

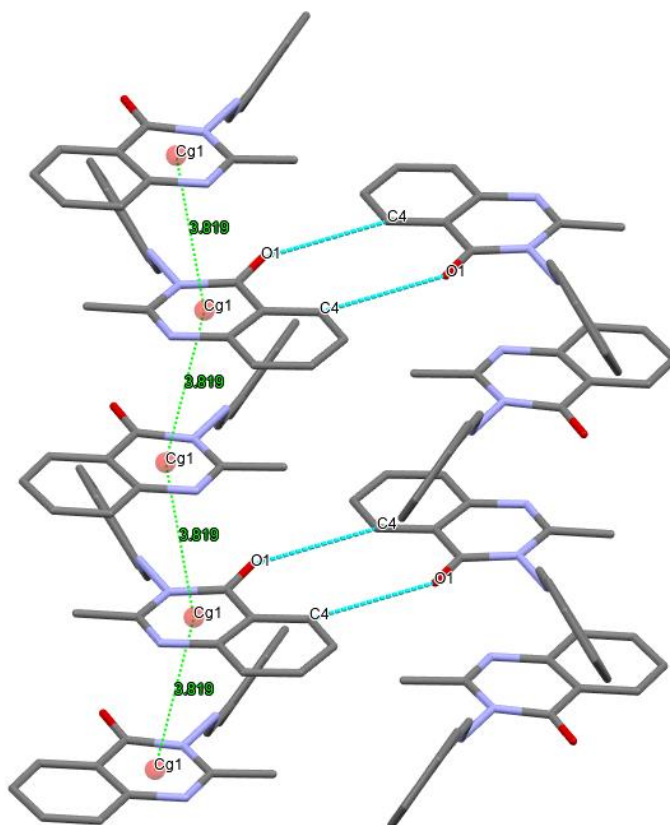
Tablica 20. Opći i kristalografski podatci spoja **SB21**

Opći podaci:	
Formula spoja	$C_{16}H_{13}N_3O$
Relativna molekulska masa, M_r	263,29
Kristalografski podaci:	
Kristalni sustav i prostorna grupa	Monoklinski, $P2_1/c$
Parametri jedinične ćelije:	
a- / -Å	11,4544(6)
b- / -Å	15,8163(8)
c- / -Å	7,4627(4)
$\alpha/^\circ$	90
$\beta/^\circ$	103,569(6)
$\gamma/^\circ$	90
Broj formulskih jedinki, Z	4
Računata gustoća, $D_x/g\text{ cm}^{-3}$	1,331
Temperatura snimanja, T/ K	294,98(13)
Dimenzije kristala, mm	$0.63 \times 0.08 \times 0.05$
Ukupan broj refleksa	26083
Broj neovisnih refleksa	4676
Pouzdanost ekvivalentnih refleksa, R_{int}	0,0710
Broj utočnjavanih parametara	0,0465
$R [F^2 \geq 2\sigma(F^2)]$	0,0908
wR(F^2)	0,1652
Valjanost slaganja, S	1,176
Ostatak elektronske gustoće u δF mapi,	0,24/-0,24
$\Delta\rho_{max}, \Delta\rho_{min}/ e\text{Å}^{-3}$	



Slika 9. Molekulska struktura spoja SB21 s oznakama nevodikovih atoma. Termalni elipsoidi nevodikovih atoma prikazani su s 50% vjerojatnosti elektronske gustoće.

Kod ovog spoja molekule se primarno povezuju $\pi \cdots \pi$ interakcijama susjednih kinazolinskih sustava duž osi *c* pri čemu nastaju beskonačne stupčaste strukture. Tako nastale strukture povezuju se duž osi *b* slabim C-H \cdots O interakcijama (slika 10).



Slika 10. Povezivanje molekula spoja SB21 C-H \cdots O i $\pi \cdots \pi$ interakcijama.

Ukoliko se usporede tri karakterizirane strukture, moguće je donijeti nekoliko zaključaka: (i) u molekulskom smislu radi se o spojevima kod kojih postoji značajno odstupanje od planarnosti uslijed zakretanja benzenskih sustava oko iminske veze; (ii) molekule koje na benzenskom sustavu imaju donore vodikovih veza (OH skupina) prvenstveno se povezuju O-H \cdots O vodikovim vezama; (iii) molekule koje na benzenskom sustavu nemaju supstituente ili imaju akceptore vodikovih veza (Cl) primarno se povezuju putem aromatskih interakcija ($\pi\cdots\pi$); (iv) dodatno povezivanje u kristalnoj strukturi ostvaruje se putem C-O \cdots N interakcija kinazolinskog sustava.

5. METODIČKI DIO

Metodička obrada nastavne jedinice: Kristali i amorfne tvari

Za obradu ove nastavne jedinice predviđen je jedan školski sat. Obrada i tijek nastavnog sata navedeni su u pripremi.

Priprema za nastavni sat iz kemije

Datum: 27.1.2023.

Razred: 1. razred

Ime i prezime učiteljice/nastavnice kemije: Antonija Poplašen

Tematska cjelina/tema: Kristali i amorfne tvari

Nastavna jedinica: Kemijsko vezivanje

Cilj: Upoznati se s pojmom kristala i amorfne tvari te svojstvima istih. Objasniti elemente simetrije. Prokomentirati vrste slagalica.

Potrebna predznanja i vještine: Osnovna znanja iz područja kemijskog vezivanja. Razumijevanje gustoće tvari te definicije čvrstih tvari.

Razrada postignuća (ishoda) i zadaci/aktivnosti za provjeru njihove usvojenosti

a) Izdvojiti postignuće/a iz PIP-a te razraditi ishode učenja.

b) Predložiti/planirati aktivnosti i/ili zadatke za provjeru njihove usvojenosti uporabom revidirane Bloomove taksonomije.

POSTIGNUĆA IZ PIP-A	ISHODI UČENJA I POUČAVANJA	RAZINA ISHODA (prema Crooksu, 1988):	PLANIRANI ZADACI/AKTIVNOSTI ZA PROVJERU USVOJENOSTI ISHODA UČENJA I POUČAVANJA	OSTVARENOST PLANIRANIH ZADATAKA/AKTIVNOSTI ZA PROVJERU USVOJENOSTI ISHODA UČENJA I POUČAVANJA
<i>Preslikati odgovarajuća postignuća.</i>	<i>Jedno postignuće može biti razrađeno na jedan ili više ishoda. Pri razradi postignuća treba voditi računa da ishodi učenja budu u skladu s razinom postignuća te da ishodi učenja više razine podrazumijevaju</i>	<i>1. reprodukcija i literarno razumijevanje 2. konceptualno razumijevanje i primjena 3. rješavanje problema *UPISATI ODGOVARAJUĆ</i>	<i>Potrebo navesti za svaki pojedini ishod.</i>	<i>Označiti + ili – pored planiranog ishoda učenja i poučavanja.</i>

	<i>usvojenost ishoda niže razine.</i>	<i>I BROJ RAZINE ISHODA</i>		
KEM SŠ C 1.1. <i>Povezuje potencijalnu energiju s kemijskim vezama između atoma unutar molekule te s međučestičnim djelovanjima.</i>	Učenik će moći zaključiti je li čvrsta tvar amorfna tvar ili kristalna tvar.		Koja čvrsta tvar ima, a koja nema pravilnu unutarnju građu? Kojim modelom možemo prikazati pravilan raspored u kristalu?	
KEM SŠ C 1.2. <i>Povezuje kinetičku energiju s prosječnom brzinom gibanja atoma i molekula u sustavu te s temperaturom.</i>	Učenik će moći navesti nekoliko primjera amorfnih tvari i nekoliko primjera kristalnih tvari. Također će moći vidjeti gdje u svakodnevnom životu možemo pronaći iste.		Navedite nekoliko primjera amorfnih tvari i nekoliko primjera kristalnih tvari. Navedite karakteristiku amorfnih tvari.	
KEM SŠ C 1.3. <i>Povezuje svojstva tvari s vrstom kemijske veze i međučestičnim djelovanjima.</i>	Učenik će nakon provedenog pokusa moći povezati teorijsko znanje s praktičnim znanjem.		Na temelju prethodno izvedenog pokusa „Dobivanje kristala iz zasićene vodene otopine soli“. Opišite uočene promjene nakon provedenog eksperimenta. Promislite što se događa sa zasićenošću otopine prilikom hlapljenja vode.	
KEM SŠ D.1.2.	Učenik će moći izračunati gustoću metala.		Srebro kristalizira u kubičnom sustavu, jedinična ćelija mu	

<i>Primjenjuje matematička znanja i vještine.</i>			je plošno centrirana kocka duljine brida 408,6 pm. Na temelju navedenih podataka izračunajte gustoću srebra u g/ cm ³	
<i>KEM SŠ D.1.3. Uočava zakonitosti uopćavanje m podataka prikazanih tekstom, crtežom, modelima, tablicama i grafovima.</i>	Učenik će moći na temelju podataka prikazanih grafom zaključiti radi li se o utjecaju topline na staklo ili na kvarc.		Na grafu 1. je prikazana vrijednost kvarca i kvarcnog stakla u ovisnosti temperature o vremenu.	

Tijek nastavnog sata

ETAPE NASTAVNOG SATA	Aktivnosti učitelja/nastavnika	Aktivnosti učenika	Sociološki oblici rada
Uvodni dio (5 minuta)	- usmenim ispitivanjem ponoviti znanje o česticama	- aktivno sudjelovanje u razgovoru	- frontalni - dijalog
Središnji dio (35 minuta)	- istaknuti cilj rada i poveznicu uvodnog dijela sata s današnjom lekcijom, kristali i amorfne tvari. Objasniti pojmove: kristali, amorfne tvari, model prostorne kristalne rešetke, ravnina simetrije.	- sudjelovanje u razgovoru, donošenje zaključaka - oluja ideja - bilježiti u bilježnicu	- frontalni - individualni - razgovor - pisanje
Završni dio (5 minuta)	- pismenim i usmenim ispitivanjem ponoviti prethodno obrađeno - zadati domaću zadaću: pokus dobivanje kristala iz zasićene vodene otopine soli.	- zabilježiti domaću zadaću - rješavanje nastavnog listića - razgovor	- frontalni i individualni rad - rješavanje listića - razgovor

Materijalna priprema:

Udžbenik, ppt prezentacija, nastavni listić, dvije čaše od 150 mL, plamenik, stalak za zagrijavanje, stakleni štapić, lijevak, filtarski papir, nit konca, gorka sol, natrijev klorid, glicerol

Plan učeničkog zapisa:

Kristali i amorfne tvari

-čvrste tvari

-amorfne tvari: nemaju pravilnu unutarnju građu, staklo i vosak

-kristali: imaju pravilnu unutarnju građu

-modelom prostorne kristalne rešetke može se prikazati pravilan raspored u kristalu

-vrste jediničnih ćelija kubičnog sustava: 1) jednostavna

2) prostorno (volumno) centrirana

3) plošno centrirana

Korištena metodička i stručna literatura za pripremu nastavnog sata:

- 1) Habuš, M. Barić – Tominac, S. Liber, R. Vladušić : Kemija 1, Udžbenik kemije za prvi razred gimnazije, Profil Klett, 2021.
- 2) <https://edutorij.e-skole.hr/share/proxy/alfresco-noauth/edutorij/api/proxy-guest/e78bfca5-654d-4dcc-b431-7b505feb6fa4/kemija-1/m03/j04/index.html>

Prilozi:

RADNI LISTIĆ

1. Nadopuni tvrdnju tako da bude istinita.

Čvrste tvari mogu biti _____ i _____.

2. Zaokruži točan odgovor.

Amorfne tvari imaju/nemaju pravilnu unutarnju građu i smatramo/ ne smatramo ih pravim čvrstim tvarima, već jako pothlađenim tekućinama/plinovima.

3. Zaokruži točan odgovor.

Kristal je geometrijsko tijelo pravilne unutarnje građe, omeđeno plohama. DA/NE

4. Odgovori punom rečenicom.

Što je to ravnina simetrije?

5. Nadopuni tvrdnju.

Svi se kristali mogu svrstati u sedam kristalnih sustava, a to su _____, _____, _____, _____, _____ i _____.

Rješenja:

1. amorfne i kristalne

2. nemaju, ne smatramo , tekućinama

3. DA

4. Ravnina simetrije je zamišljena ravnina koja dijeli kristal na dvije zrcalno jednake polovine

5. kubični, tetragonski, heksagonski, rompski, trigonski, monoklinski i triklinski.

6. ZAKLJUČAK

Glavni cilj ovog rada je priprema jediničnih kristala iz otopine metodom isparavanja. Prije pripreme pojedinačnih kristala, utvrđena je topljivost danog spoja u četiri različita otapala na sobnoj i povišenoj temperaturi. Tjedan dana nakon određivanja topljivosti, uspješno su kristalizirani spojevi SB4, SB8 i SB21. Ostali pripremljeni kristali nisu bili pogodni za difrakcijska ispitivanja. Kao najpouzdanije otapalo pokazao se kloroform, međutim, isto otapalo nije pogodno za pripravu jediničnih kristala.

Spoj SB4 pri sobnoj temperaturi bio je potpuno topljiv u kloroformu, dok se povišenjem temperature potpuno otopio i u acetonitrilu te metanolu. Spojevi SB8 i SB21 pri sobnoj temperaturi bio je umjereno topljiv u kloroformu, dok se nakon povišenja temperature u istom otapalu potpuno otopio. Spojevi SB8 i SB21 pri sobnoj temperaturi umjerenu topljivost imao je u metanolu, vrlo dobru topljivost u etanolu, a u kloroformu se potpuno otopio. Povišenjem temperature, spoj SB21 imao je vrlo dobru ili potpuno topljivost u sva četiri otapala.

Sva tri jedinična kristala okarakterizirana su rendgenskom difrakcijom te su dobiveni rezultati uspoređeni. Spoj SB4 kristalizira u triklnskom kristalnom sustavu, u prostornoj grupi $P-1$. Spojevi SB8 i SB21 kristaliziraju u monoklinskom kristalnom sustavu s razlikom u prostornoj grupi. Spoj SB8 kristalizira u $P 2_1/n$ prostornoj grupi, dok SB21 u $P 2_1/c$. Zajedničko obilježje kristala je broj formulskih jedinki i približno ista gustoća, dok su se osim po obliku kristala, pripremljeni jedinični kristali razlikovali i u dimenziji te parametrima jedinične ćelije. Uočeni su i različiti načini povezivanja molekula u kristalnom stanju, koji su prvenstveno posljedica različitih supstituenata na benzenskom sustavu.

7. LITERATURA

1. <https://library.foi.hr/autori/autor.php?B=1&A=0000016619&fl=t&E=E9999&H=15.12.2022>.
2. A. L. Lehninger, *Biochemistry*, Worth Publishers, Inc., New York, 1976. / L. Stryer, *Biochemistry*, 5th Edition, W.H. Freeman & Company, 1995.
3. I. Brekalo, *Schiffove baze izvedene iz mesalazina i aromatskih amina: mehanokemijska sinteza i sinteza u čvrstom stanju potpomognuta parama otapala*, Diplomski rad, Zagreb, 2012.
4. H. Schiff, *Ann. Chim.*, (1864), 131, 118–124.
5. A. Solankee, I. Thakor, *Indian J. Chem.*, (2006), 45b, 517 – 522.
6. F. A. Carey, *Organic Chemistry*, McGraw Hill, New York, 2003.
7. S. Patai, *The Chemistry of the carbon-nitrogen double bond*, John Wiley & Sons, Ltd., London, 1970.
8. March Jerry, *Advanced Organic Chemistry reactions, mechanisms and structure* (3rd ed.), John Wiley & Sons, New York, 1985.
9. E. T. Knittl, A. A. Abou-Hussein, W. Linert, *Monat. Chem.*, (2017), 149(2), 431–443.
10. M. Asif, *Int. J. Med. Chem.*, (2014), 1–27.
11. C. W. Bunn, *Chemical Crystallography an introduction to optical and x-ray methods*, Oxford at the Clarendon press, 1952.
12. S. Šarić, *Metode priprave jediničnih kristala iz otopine*, Diplomski rad, Osijek, 2021.
13. A. Linden, M. Wörle, *Crystal Growth, Selection and Mounting*, The Zürich Crystallography School, University of Zürich, 2007.
14. *Hrvatska enciklopedija, mrežno izdanje*. Leksikografski zavod Miroslav Krleža, 2021., 30. 1. 2023.
15. O. V. Dolomanov, L. J. Bourhis, R. J. Gildea, J. A. K. Howard, H. Puschmann, *J. Appl. Cryst.*, (2009), 42, 339-341.
16. M. C. Burla, R. Caliandro, M. Camalli, B. Carrozzini, G. L. Cascarano, L. DeCaro, C. Giacovazzo, G. Polidori, R. Spagna, *J. Appl. Crystallogr.*, (2005), 38, 381–388.
17. L. J. Farrugia, *J. Appl. Crystallogr.*, (1999), 32, 849-854.
18. G. M. Sheldrick, *Acta Crystallogr.*, (2008), A64, 112-122.
19. C. F. Macrae, P. R. Edgington, P. McCabe, E. Pidcock, G. P. Shields, R. Taylor, M. Towler, J. Van der Streek, *J. Appl. Crystallogr.*, (2008), 41, 466-470.

20. S. Y. Ebrahimipour, M. Khosravan, J. Castro, F. K. Nejad, M. Dusek, V. Eigner, *Polyhedron*, (2018), 146, 73-80.

8. DODATAK DIPLOMSKOM RADU

Tablica D1. Duljine veza za spoj SB4

	Udaljenost/Å		Udaljenost/Å
C11-C12	1,7417(19)	C8-C7	1,398(2)
C12-C28	1,736(2)	C24-C23	1,409(2)
O1-C2	1,2209(19)	C11-C10	1,476(2)
N1-N3	1,4146(19)	C11-C12	1,389(2)
N1-C1	1,3938(19)	C11-C16	1,389(3)
N1-C2	1,405(2)	C17-C25	1,487(3)
O2-C18	1,2177(19)	C12-C13	1,388(3)
N4-N6	1,4207(18)	C27-C26	1,468(2)
N4-C18	1,395(2)	C27-C28	1,388(3)
N4-C17	1,394(2)	C27-C32	1,383(3)
N3-C10	1,262(2)	C4-C5	1,367(3)
N2-C1	1,293(2)	C13-C14	1,369(3)
N2-C8	1,388(2)	C7-C6	1,367(3)
N6-C26	1,265(2)	C20-C21	1,372(3)
N5-C24	1,385(2)	C28-C29	1,378(3)
N5-C17	1,289(2)	C23-C22	1,369(3)
C3-C8	1,401(2)	C16-C15	1,380(3)
C3-C2	1,457(2)	C32-C31	1,382(3)
C3-C4	1,391(3)	C14-C15	1,378(3)
C1-C9	1,495(3)	C6-C5	1,395(3)
C19-C24	1,400(2)	C21-C22	1,383(3)
C19-C18	1,459(2)	C29-C30	1,367(4)
C19-C20	1,394(3)	C30-C31	1,355(4)

Tablica D2. **Duljine veza za spoj SB21**

	Udaljenost/Å		Udaljenost/Å
O1-C2	1,223(3)	C3-C8	1,397(3)
N1-N3	1,424(2)	C3-C4	1,405(3)
N1-C1	1,388(3)	C1-C10	1,491(3)
N1-C2	1,401(3)	C8-C7	1,407(3)
N3-C11	1,269(3)	C14.C15	1,381(4)
N2-C1	1,292(3)	C19-C18	1,386(4)
N2-C8	1,391(3)	C4-C5	1,373(4)
C13-C11	1,465(3)	C15-C17	1,380(4)
C13-C14	1,392(3)	C7-C6	1,372(4)
C13-C19	1,390(3)	C18-C17	1,375(4)
C3-C2	1,455(3)	C5-C6	1,388(4)

Tablica D3. Vezni kutevi za spoj SB4

	Kut/°		Kut/°
C1-N1-N3	115,39(14)	C12-C11-C16	117,61(16)
C1-N1-C2	123,09(14)	C16-C11-C10	120,22(15)
C2-N1-N3	120,69(12)	N4-C17-C25	117,34(15)
C18-N4-N6	119,64(12)	N5-C17-N4	122,54(17)
C17-N4-N6	115,80(14)	N5-C17-C25	120,12(15)
C17-N4-C18	123,56(14)	N3-C10-C11	118,55(16)
C10-N3-N1	115,30(14)	C11-C12-C11	120,70(14)
C1-N2-C8	118,23(14)	C11-C12-C13	121,14(28)
C26-N6-N4	114,50(15)	C13-C12-C11	118,13(14)
C17-N5-C24	118,39(14)	C28-C27-C26	121,50(18)
C8-C3-C2	119,44(16)	C32-C27-C26	121,02(16)
C4-C3-C8	120,53(16)	C32-C27-C28	117,48(17)
C4-C3-C2	120,03(15)	N6-C26-C27	118,78(16)
N1-C1-C9	117,07(15)	C5-C4-C3	120,21(18)
N2-C1-N1	122,83(16)	C14-C13-C12	120,01(17)
N2-C1-C9	120,10(15)	C6-C7-C8	120,57(18)
C24-C19-C18	119,06(16)	C21-C20-C19	120,01(18)
C20-C19-C24	120,84(16)	C27-C28-C12	120,12(15)
C20-C19-C18	120,10(15)	C29-C28-C12	118,71(17)
N2-C8-C3	122,61(15)	C29-C28-C27	121,1(2)
N2-C8-C7	119,10(16)	C22-C23-C24	119,88(18)
C7-C8-C3	118,28(17)	C15-C16-C11	121,27(18)
N5-C24-C19	122,77(15)	C31-C32-C27	120,9(2)
N5-C24-C23	119,16(15)	C13-C14-C15	119,88(19)
C19-C24-C23	118,07(18)	C7-C6-C5	120,72(19)
O1-C2-N1	121,60(15)	C4-C5-C6	119,7(2)
O1-C2-C3	124,96(16)	C20-C21-C22	119,5(2)
N1-C2-C3	113,43(13)	C23-C22-C21	121,69(18)
O2-C18-N4	122,04(15)	C30-C29-C28	120,1(2)
O2-C18-C19	124,39(17)	C31-C30-C29	119,9(2)
N4-C18-C19	113,57(14)	C14-C15-C16	120,0(2)

C12-C11-C10

122,15(16)

C30-C31-C32

120,6(2)

Tablica D4. Vezni kutevi za spoj SB8

	Kut/°		Kut/°
N3-N1-C1	118,1(2)	O1-C2-N1	121,2(2)
N3-N1-C2	117,6(2)	O1-C2-C3	125,6(2)
C1-N1-C2	123,6(2)	N1-C2-C3	113,2(2)
N1-N3-C11	112,2(2)	N2-C8-C3	122,6(2)
C1-N2-C8	118,0(2)	N2-C8-C7	118,8(2)
C11-C13-C14	122,3(2)	C3-C8-C7	118,6(2)
C11-C13-C19	118,6(2)	C13-C14-C15	120,0(2)
C14-C13-C19	119,1(2)	C13-C19-C18	120,4(2)
C2-C3-C8	119,7(2)	C3-C4-C5	119,9(2)
C2-C3-C4	119,8(2)	C14-C15-C17	120,3(3)
C8-C3-C4	120,5(2)	C8-C7-C6	120,0(3)
N1-C1-N2	122,9(2)	C19-C18-C17	119,9(2)
N1-C1-C10	116,7(2)	C4-C5-C6	120,1(3)
N2-C1-C10	120,4(2)	C7-C6-C5	121,1(3)
N3-C11-C13	121,2(2)	C15-C17-C18	120,2(3)

Tablica D5. Vezni kutevi za spoj SB21

	Kut/°		Kut/°
C1-N1-N3	118,09(18)	O1-C2-N1	121,2(2)
C1-N1-C2	123,60(19)	O1-C2-C3	125,6(2)
C2-N1-N3	117,62(18)	N1-C2-C3	113,23(19)
C11-N3-N1	112,27(19)	N2-C8-C3	122,6(2)
C1-N2-C8	118,0(2)	N2-C8-C7	118,8(2)
C14-C13-C11	122,3(2)	C3-C8-C7	118,6(2)
C19-C13-C11	118,6(2)	C15-C14-C13	120,0(2)
C19-C13-C14	119,1(2)	C18-C19-C13	120,4(2)
C8-C3-C2	119,6(2)	C5-C4-C3	119,6(3)
C8-C3-C4	120,5(2)	C17-C15-C14	120,3(3)
C4-C3-C2	119,9(2)	C6-C7-C8	119,6(3)
N1-C1-C10	116,7(2)	C17-C18-C19	120,3(3)
N2-C1-N1	122,9(2)	C4-C5-C6	120,1(3)
N2-C1-C10	120,4(2)	C7-C6-C5	121,0(3)
N3-C11-C13	121,3(2)	C18-C17-C15	120,2(2)

Tablica D6. Paramtri vodikovih veza i međumolekulskih interakcija za sve spojeve

SB4				
$\pi \cdots \pi$ kontakti	Cg \cdots Cg	α	β	Cg \cdots ravnina
Cg1(N1 \rightarrow C2)	3,6004(11)	1,53(9)	16,08	3,4546(7)
\cdots Cg2(C3 \rightarrow C8)				
D–H \cdots A	$d(D-H)$	$d(H\cdots A)$	$d(D\cdots A)$	$\angle(D-H\cdots A)$
C(14) --H(14) ..O(2)	0,93	2,42	3,318(3)	161
SB8				
$\pi \cdots \pi$ kontakti	Cg \cdots Cg	α	β	Cg \cdots ravnina
Cg1(N1 \rightarrow C8)	3,7190(15)	1,50(13)	16,58	3,5405(9)
\cdots Cg2(C3 \rightarrow C8)				
D–H \cdots A	$d(D-H)$	$d(H\cdots A)$	$d(D\cdots A)$	$\angle(D-H\cdots A)$
O(3) --H(2O) ..N(1)	0,84	1,89	2,720(3)	174
O(2) --H(1O) ..O(4)	0,89	1,87	2,680(3)	151
O(4) --H(3O) ..O(1)	0,94	1,87	2,786(3)	165
SB21				
$\pi \cdots \pi$ kontakti	Cg \cdots Cg	α	β	Cg \cdots ravnina
Cg1(N1 \rightarrow C8)	3,8185(13)	5	28,68	3,3501(9)
\cdots Cg1(N1 \rightarrow C8)				
D–H \cdots A	$d(D-H)$	$d(H\cdots A)$	$d(D\cdots A)$	$\angle(D-H\cdots A)$
C(4) --H(4) ..O(1)	0,93	2,58	3,341(3)	140

9. ŽIVOTOPIS

OSOBNI PODATCI:

IME I PREZIME: Antonija Poplašen

ADRESA: Kralja Tomislava 48b, 31400 Selci Đakovački

E-MAIL: antonijapop7@gmail.com

DATUM ROĐENJA: 29.01.1999.

OBRAZOVANJE:

VRIJEME (OD-DO): 2013.-2017. Opća gimnazija

NAZIV INSTITUCIJE: Gimnazija A. G. Matoša u Đakovu

VRIJEME (OD-DO): 2017. – 2020. Preddiplomski studij kemije

NAZIV INSTITUCIJE: Odjel za kemiju, Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku

Završni rad: Redukcija aldehida u alkohole

Mentor: doc. dr. sc. Tomislav Balić

VRIJEME (OD-DO): 2020. – 2022. Diplomski studij kemije, nastavnički smjer

NAZIV INSTITUCIJE: Odjel za kemiju, Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku

OSOBNJE VJEŠTINE I KOMPETENCIJE:

STRANI JEZICI:

Engleski jezik (aktivno korištenje)

Njemački jezik (B1 razina)

Položen ispit **B kategorije** motornih vozila

SUDJELOVANJA:

„**FESTIVAL ZNANOSTI 2018.**“ 16. – 21. travnja 2018., Osijek

Sudjelovanje na Festivalu znanosti sa raznim radionicama.

22. Smotra Sveučilišta Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku, 2018.

Sudjelovanje i predstavljanje Odjela za kemiju.

23. Smotra Sveučilišta Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku, 2019.

Sudjelovanje i predstavljanje Odjela za kemiju.