I N C D T I M

Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare pentru Tehnologii Izotopice și Moleculare

INOVAȚIA DE AZI, TEHNOLOGIA DE MÂINE

EXPERTIZĂ DE CERCETARE INCDTIM

Centrul de Transfer Tehnologic al INCDTIM

CUPRINS

01 COMPUȘI MARCAȚI CU IZOTOPI STABILI

02 SISTEME SUPRAMOLECULARE COMPLEXE

03 SPECTROSCOPIE DE REZONANȚĂ MAGNETICĂ NUCLEARĂ PE SOLIDE

04 SPECTROSCOPIE DE REZONANȚĂ MAGNETICĂ NUCLEARĂ PE LICHIDE

05 DIFRACŢIE DE RAZE X

06 SPECTROSCOPIE DE REZONANȚĂ ELECTRONICĂ DE SPIN

07 MICROSCOPIE DE FORŢĂ ATOMICĂ

08 MICROSCOPIE DE SCANARE ÎN VID ULTRAÎNALT

09 DEPUNERI DE FILME EPITAXIALE ÎN VID ULTRAÎNALT

10 LITOGRAFIE DE NANOIMPRINT

11 DEPUNEREA DE FILME SUBŢIRI PRIN ABLAŢIE LASER PULSATĂ

12 MICROSCOPIE ELECTRONICĂ

13 SPECTROMETRIE DE MASĂ CU PLASMĂ CUPLATĂ INDUCTIV

14 CROMATOGRAFIE DE GAZE

15 CROMATOGRAFIE DE LICHIDE

16 EXTRACŢIA COMPUȘILOR ORGANICI ASISTATĂ DE ULTRASUNETE

17 CARACTERIZAREA POROZITĂŢII MATERIALELOR SOLIDE

18 CARACTERIZAREA SUPRAFEŢEI ACTIVE A CATALIZATORILOR

19 NOI MATERIALE PE BAZĂ DE GRAFENE ȘI APLICAŢII ALE ACESTORA

20 CALORIMETRIE FOTOPIROELECTRICĂ

01.

COMPUȘI MARCAȚI CU IZOTOPI STABILI

COMPUȘI MARCAȚI CU IZOTOPI STABILI

Cuvinte cheie: *compuși marcați, marcare izotopică personalizată, ^{2}H, ^{13}C, ^{15}N, ^{18}O*

DESCRIERE

Marcarea izotopică reprezintă procesul chimic de evidențiere a unei molecule, prin creșterea concentrației atomice a $^{2}H/^{13}C/^{15}N/^{18}O$ în structura sa, fiind astfel posibilă detectarea cu ușurință a traseului acelei substanțe în diverse procese fizico-chimice și biologice.

Marcarea izotopică se realizează prin trei metode diferite:

- ***Conversia chimică a materiilor prime (obținute din separarea izotopilor) în diferiți precursori utilizați în marcări mai complexe***. Această etapă se realizează prin sinteze clasice, cum ar fi conversia acidului azotic în amoniac cu aliaj Dewarda în mediu bazic, sau prin cataliză eterogenă, cum ar fi conversia monoxidului de carbon în dioxid de carbon sau metan folosind catalizatori metalici depuși pe suport poros
- ***Marcarea izotopică personalizată***, caz în care, în primă fază se identifică cea mai potrivită rută de sinteză pentru obținerea compusului dorit, sinteză ce se testează și se optimizează cu reactanți nemarcați. În cea de a doua fază, se realizează și se validează sinteza cu substanțe marcate, obținându-se astfel compusul marcat personalizat
- ***Biosinteza de compuși marcați***. Se obțin culturi biologice care au capacitatea de a încorpora în metabolismul propriu produși marcați izotopic cu ^{2}H, ^{13}C și ^{15}N. Se pot identifica strategii pentru a valorifica potențialul enzimatic (e.g. proteine) al acestor culturi, în special în contextul abordării anumitor afecțiuni medicale, trecând de la tratamentele nespecifice la cele țintite. Aceasta implică evidențierea proceselor moleculare asociate cu patologii metabolice.

APLICAȚII

Domenii de aplicabilitate:

Tehnologiile izotopice au multiple aplicații în medicină nucleară, energetică, geologie și datare, industrie alimentară și agricultură, protecția mediului.

Aplicații:

- ✓ Agricultură
- ✓ Biochimie
- ✓ Biologie
- ✓ Medicină
- ✓ Nutriție
- ✓ Fizică nucleară
- ✓ Mediu

Spectrometrul de masă IsoPrime-100 pentru determinarea concentrațiilor izotopice

INFRASTRUCTURA

Instalații de cercetare și producere a izotopilor ^{13}C și ^{15}N

Utilitatea acestor instalații reiese din cercetările experimentale destinate perfecționării și eficientizării proceselor de separare. În afara acestui rol, instalațiile au și o destinație productivă, ele furnizând în final $H^{15}NO_3$, ^{13}CO și $^{13}CO_2$ îmbogățiți izotopic, ce vor fi utilizați apoi ca materie primă pentru sinteza de compuși marcați mai complecși, în funcție de cerințele utilizatorilor.

Laborator de sinteză compuși marcați izotopic

Laboratorul de sinteză organică și anorganică deține tehnologii optimizate în tandem cu metodele analitice de control. Acestea întregesc procesul spre a satisface cerințele utilizatorilor. Preocuparea principală a echipei de cercetători este dezvoltarea tehnologiilor specializate pe servicii de tip *custom isotopic labeling*, marcare izotopică personalizată.

Spectrometru de masă IsoPrime100

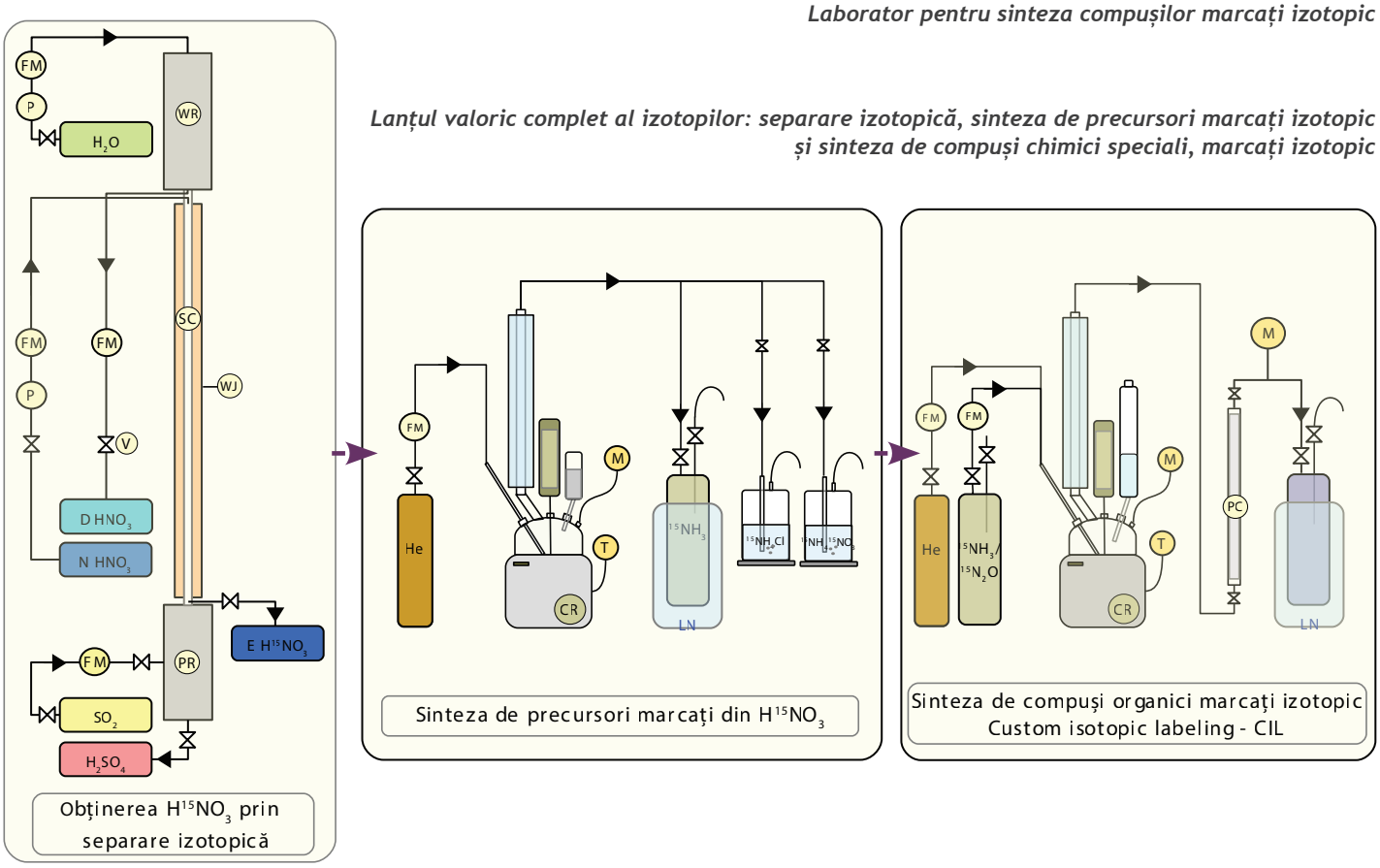
Permite determinarea concentrației izotopice (de până la 100%) din probe gazoase de CO, CO_2, N_2.

Stație de producere a azotului lichid StirLIN-1

Permite producerea a 120 l/zi de azot lichid, de puritate 99%, folosit la sinteza unor compuși marcați.

Laborator pentru sinteza compușilor marcați izotopic

Lanțul valoric complet al izotopilor: separare izotopică, sinteza de precursori marcați izotopic și sinteza de compuși chimici speciali, marcați izotopic



APLICAȚII UZUALE – EXEMPLE:

Cu ajutorul izotopilor se poate monitoriza procesul metabolic al substanţelor nutritive marcate cu ^{15}N şi ^{13}C. Aminoacizii marcaţi cu ^{15}N şi ^{13}C sunt utilizaţi în studii privind metabolismul azotului şi carbonului, făcând posibilă determinarea vitezei de sinteză a proteinelor de către corpul uman.

Compuşii marcaţi cu izotopi stabili se utilizează în investigaţiile medicale în care radioizotopii nu pot fi utilizaţi (la femei însărcinate sau care alăptează)

Izotopii stabili ^{10}B, ^{7}Li, ^{15}N, ^{157}Gd şi ^{91}Zr pot fi utilizaţi pentru reactorii nucleari energetici. De exemplu, ^{15}N (conc. 99% at.) este utilizat în combustibilul nuclear de tip nitrură de uraniu pentru a evita producerea izotopului radioactiv ^{14}C.

Cunoaşterea dinamicii azotului anorganic în funcţie de profilul solului este importantă atât în agronomie cât şi pentru determinarea poluanţilor din ape. Pentru a clarifica dinamica azotului, s-au făcut cercetări în agricultură prin folosirea azotatului de amoniu dublu marcat $^{15}NH_4{}^{15}NO_3$. Acesta, folosit ca îngrăşământ, parcurge un traseu în plantă şi poate fi detectat în rădăcină, în tulpină sau în frunze. Informațiile obținute sunt mai selective și mai precise pentru studiile de specialitate.

Rezonanță Magnetică Nucleară (RMN). Cel mai des studiate nuclee în spectroscopia de rezonanță magnetică nucleară (RMN) în cazul compușilor organici sunt ^{13}C și ^{15}N. Astfel, informațiile extrase din spectrele RMN sunt utilizate pentru caracterizarea structurală locală, la scală atomică, dar și a dinamicii moleculare.

AVANTAJE

➥ Există metode restrictive în care nu se pot obține informații utile prin metode convenționale. Astfel devine necesară utilizarea tehnicilor izotopice.

➥ Compuşii marcaţi cu izotopi stabili ai elementelor biogene oferă avantaje faţă de trasorii radioactivi, având în vedere incompatibilitatea acestora din urmă cu sistemele biologice complexe vii.

➥ Randamentul de obținere pentru majoritatea compușilor anorganici marcați este de peste 80%, iar metodele dezvoltate de noi sunt scalabile.

➥ INCDTIM are o tradiție îndelungată în dezvoltarea și implementarea tehnologiilor pentru separarea izotopilor stabili ușori, iar în prezent este **singurul producător european, care realizează îmbogățirea izotopilor ^{13}C și ^{15}N până la valori de 85%, respectiv 99% în cazul izotopului ^{15}N.**

COSTURI ESTIMATIVE

Producerea izotopului ^{15}N este favorabilă din punct de vedere economic numai pentru producții de ordinul zecilor de kg/an.

În ceea ce privește costul compușilor marcați cu izotopi stabili, acesta se calculează în funcție de:

- ✓ cantitatea și concentrația izotopilor folosiți
- ✓ materiile prime folosite în sinteză
- ✓ gradul de dificultate al procedurii de sinteză
- ✓ timpul necesar sintezei

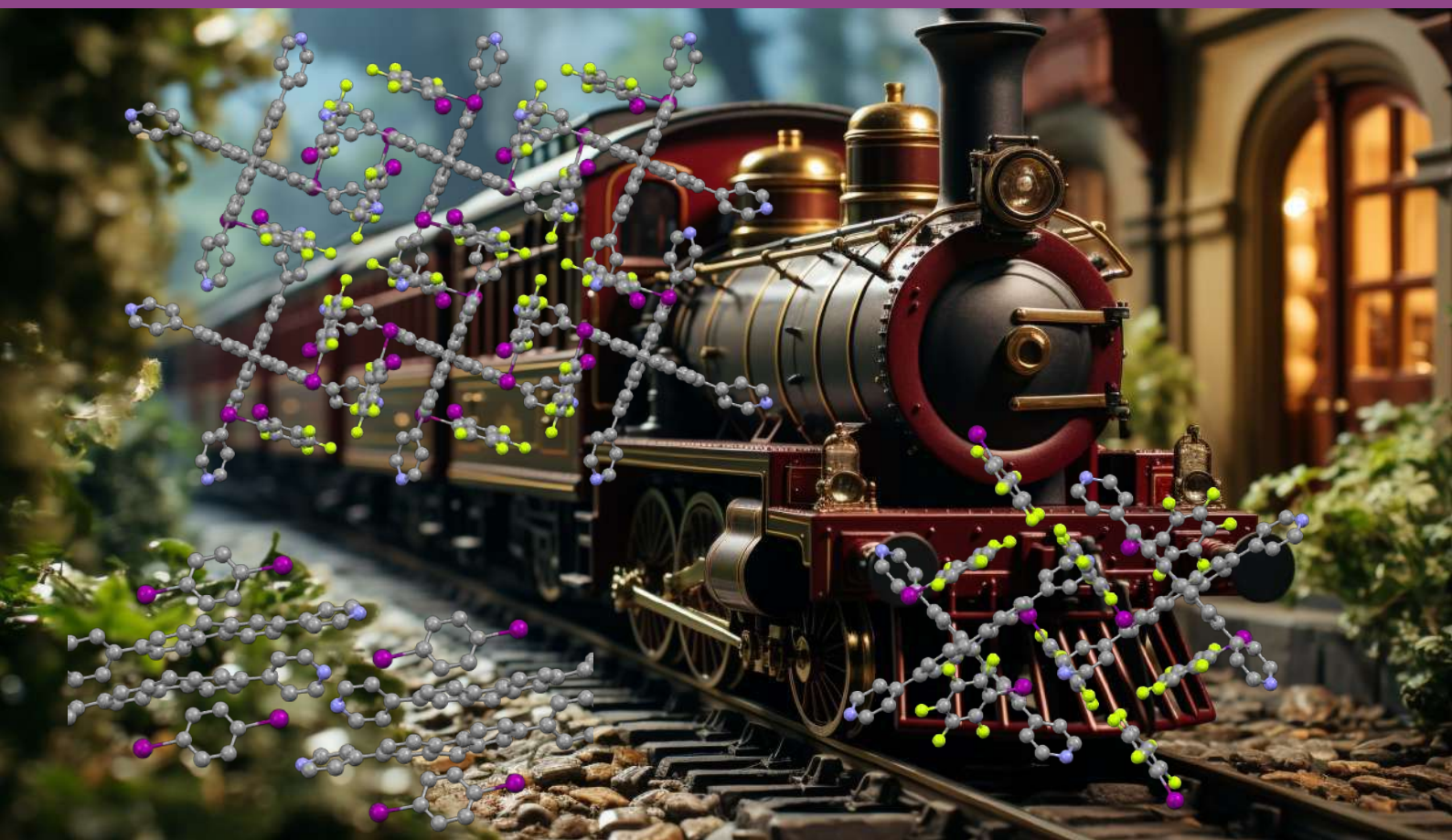
personalizat pentru fiecare utilizator în parte.

CONTACT

Dr. József-Zsolt SZÜCS-BALÁZS
Inginer de dezvoltare tehnologică II
Departamentul Tehnologii Izotopice și Moleculare – TIM, C5.144
(+4)0264-584037, int 229
zsolt.szucs@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro

02.

SISTEME SUPRAMOLECULARE COMPLEXE



SISTEME SUPRAMOLECULARE COMPLEXE

Cuvinte cheie: *sisteme supramoleculare, compuși de incluziune, substanțe bioactive*

DESCRIERE

Sistemele supramoleculare sunt materiale noi de interes pentru multe ramuri industriale și au impact deosebit în industria farmaceutică, a suplimentelor alimentare, industria cosmetică și industria chimică (pesticide).

Înglobarea substanțelor de interes în diverse matrici purtătoare – având ca rezultat formarea de sisteme supramoleculare – are drept scop îmbunătățirea unor proprietăți fizico-chimice ale acestora, cum ar fi solubilitatea, reducerea sau eliminarea mirosurilor nedorite, creșterea stabilității fizice și chimice prin protejarea împotriva reacțiilor induse de lumină, căldură și umiditate. De asemenea, pot contribui la stabilizarea emulsiilor și a suspensiilor.

În cazul substanțelor bioactive, de sinteză sau naturale, se urmărește îmbunătățirea biodisponibilității, eliberarea controlată și transportul la țintă, cu scopul reducerii efectelor adverse prin scăderea dozei necesare pentru o terapie eficientă. Implicit, se pot obține scăderi semnificative de cost prin identificarea de formulări optimizate.

Drept matrici purtătoare pot fi utilizate (macro)molecule: ciclodextrine, dendrimeri, polimeri metal-organici, zeoliți și multe altele.

Ciclodextrinele sunt oligozaharide ciclice formate din 6, 7 sau 8 unități de glucoză (α-, β-, γ-ciclodextrină) ce prezintă o suprafață exterioară hidrofilă și o cavitate centrală hidrofobă. Exteriorul hidrofil conferă solubilitate sporită în apă, iar cavitatea hidrofobă constituie un microcadru ce poate acomoda molecule nepolare sau părți ale acestora, care au dimensiuni corespunzătoare.

Dendrimerii sunt supramolecule unic centrate de dimensiuni nano, conținând trei tipuri de componente structurale: unitatea centrală (*core*) înconjurată repetitiv în interior de straturi de unități identice și ramificate, noduri, determinând generațiile (G-n, n>1) și grupe funcționale periferice, care joacă un rol important în proprietățile (fizico-)chimice ale dendrimerului. Proprietățile particulare ale acestora permit o plajă largă de aplicații în chimia combinatorie, medicină și nanoștiință. O aplicație importantă o reprezintă utilizarea dendrimerilor drept sisteme *drug-delivery* pentru transportul substanțelor biologic active la locul de acțiune, datorită prezenței multiplelor grupări periferice care permit funcționalizarea și eliberarea controlată.

Polimerii metal-organici biodegradabili (BioMOF) sunt compuși hibrizi organici-anorganici obținuți prin asamblarea coordinativă a unor ioni metalici și liganzi organici. Aceștia prezintă interes crescut în utilizarea lor ca transportori de substanțe bioactive, datorită proprietăților specifice: capacitate ridicată de încărcare cu compus activ, capacitate de înglobare de molecule oaspete voluminoase, stabilitate crescută și non-toxicitate.

Pentru obținerea de sisteme supramoleculare cu randament mare, în laboratorul nostru utilizăm următoarele tehnici experimentale:

- ✓ amestecare mecanică uscată sau umedă
- ✓ agitare magnetică în soluție/suspensie
- ✓ coevaporare
- ✓ coprecipitare
- ✓ liofilizare
- ✓ atomizare

Laboratorul de Cristalizare și Polimorfism

APLICAȚII

Domenii de aplicabilitate: cercetare-dezvoltare, nanomedicină, optimizare de procese industriale, obținere de produse cu eficacitate crescută

Industrii: industria sănătății și a științelor medicale, industria farmaceutică, cosmetică, suplimente alimentare, industria chimică (fitosanitare)

INFRASTRUCTURA

Obținerea sistemelor supramoleculare se realizează în cadrul **Laboratorului de Cristalizare şi Polimorfism**, dotat cu:

i. ***Platforma de cristalizare paralelă la scală mică Zinsser Crissy Light XL*** în regim *high-throughput*, cu capacitate de procesare a 24 de experimente simultan, în condiții de temperatură controlată. Platforma oferă posibilitatea adăugării automate a solventului/amestecurilor de solvenți, setarea diverselor regimuri de temperatură cuprinse între 2÷200°C și agitarea orizontală a probelor

ii. ***Platforma de cristalizare la scală mare Eyela PPS–5511*** cu cinci reactoare de sinteză, ce permite efectuarea experimentelor în paralel în condiții de temperatură controlate pentru fiecare reactor în parte

iii. ***Moara cu bile MM 400 Retsch*** oferă posibilitatea realizării a două experimente în paralel, cu sau fără solvent adăugat, prin setarea frecvenței și timpului de mixare

iv. ***Cameră climatică Memmert HCP10*** cu temperatură (până la 160°C) și umiditate controlată, pentru testarea stabilității

v. ***Sistem pentru monitorizatea in situ a vitezei de dizolvare µDISS Profiler*** cu care se pot efectua patru experimente în paralel, dotat cu un spectrometru, iar experimentele se pot efectua la o temperatură controlată.

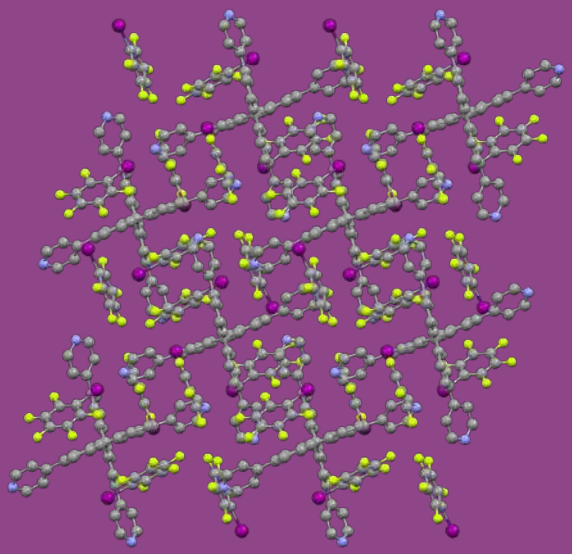
Platforma de cristalizare la scală mare Eyela PPS - 5511

Moara cu bile MM 400 Retsch și Camera climatică Memmert HCP10

Sistem pentru monitorizatea in situ a vitezei de dizolvare

Platforma de cristalizare paralelă la scală mică Zinsser Crissy Light XL

APLICAȚII UZUALE – EXEMPLE:



Industria farmaceutică și a suplimentelor alimentare. Încapsulare de substanțe farmaceutic active în ciclodextrine, dendrimeri sau bioMOF-uri pentru creșterea solubilității, biodisponibilității și stabilității, eliberare controlată sau asigurarea transportului substanței active la țintă.

Industria cosmetică. Încapsulare de substanțe bioactive în ciclodextrine pentru creșterea solubilității, biodisponibilității și stabilității, absorbției, creșterea eficienței produselor cosmetice destinate întreținerii pielii și a machiajului, creșterea timpului de eliberare a parfumurilor.

AVANTAJE

- Dotările existente permit efectuarea de servicii de obținere de sisteme supramoleculare
- Personalul specializat este capabil să acopere cu cel mai înalt profesionalism toate etapele unei colaborări contractuale, de la designul experimental, efectuarea experimentelor până la corelarea rezultatelor cu alte informații complementare

Industria fitosanitarelor. Obținere de sisteme supramoleculare ale pesticidelor, fungicidelor sau erbicidelor cu ciclodextrine sau dendrimeri, în scopul optimizării eficienței acestor produse și mascării mirosurilor neplăcute.

COSTURI ESTIMATIVE

Costul total al serviciilor CDI de obținere a sistemelor supramoleculare rezultă din:

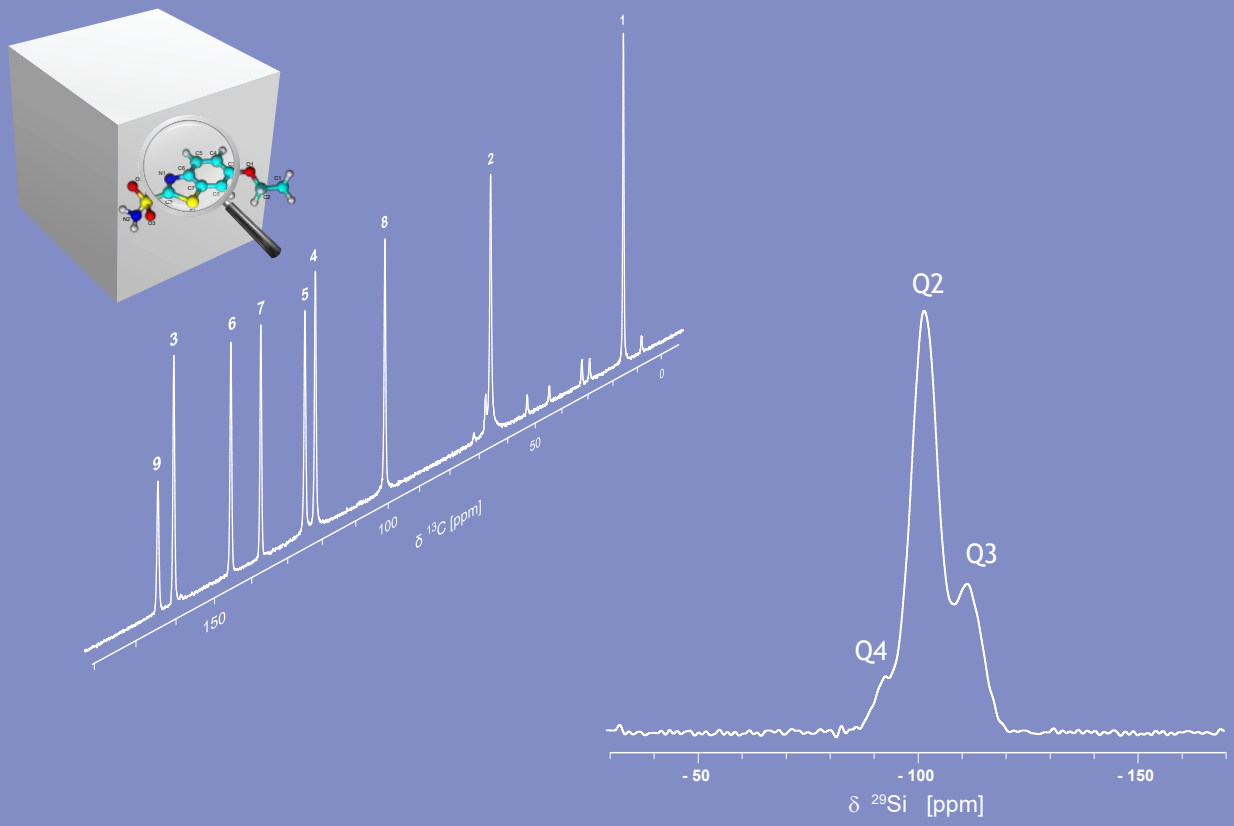
- complexitatea și numărul experimentelor efectuate, necesarul de reactivi chimici și solvenți, manopera
- timpul de utilizare al aparatelor, consumabilele și uzura acestora.

CONTACT

Dr. Ioana Georgeta GROSU
Cercetător consacrat R3 – CS II
Departamentul Tehnologii Izotopice și Moleculare – TIM, B2.07
(+4)0264-584037, int 164
ioana.grosu@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro

03.

SPECTROSCOPIE RMN PE*SOLIDE



HELIUM
FILL-IN PORT
BRUKER

SPECTROSCOPIE RMN PE SOLIDE

Cuvinte cheie: *Rezonanță Magnetică Nucleară, RMN, solide, structură*

DESCRIERE

Spectroscopia de Rezonanță Magnetică Nucleară pe solide (RMN-s) este o tehnică analitică de caracterizare a materialelor organice sau anorganice, semnalul fiind generat de specii atomice cu moment magnetic nuclear diferit de zero.

Nucleele studiate în laboratorul nostru, în cazul compușilor organici sunt ^{13}C, ^{15}N, ^{1}H, ^{2}H, ^{31}P și ^{17}O, iar în cazul materialelor anorganice ^{29}Si, ^{27}Al, ^{31}P și ^{119}Sn. Informațiile extrase din spectre RMN-s sunt utilizate pentru caracterizarea structurală locală, la scală atomică, și a dinamicii moleculare, la o scală de timp extinsă peste zece ordine de mărime (între 10^{-10}–1 s).

Un avantaj important al spectroscopiei RMN-s este versatilitatea, deoarece există în practica curentă un număr foarte mare de condiții experimentale diferite care pot fi aplicate pentru a extrage informațiile dorite, și anume:

- **Informații primare** precum structura chimică/ identificarea de grupări structurale se extrag din **spectre RMN-s 1D simple** – acestea nu necesită eforturi deosebite de calibrare a secvențelor de pulsuri utilizate; în funcție de complexitatea sistemului investigat, interpretarea rezultatelor este imediată, sau poate necesita combinarea cu modelări moleculare
- Pentru a obține **informații** mai **complexe** precum conectivitățile dintre unități structurale sau parametri spațiali locali (cum ar fi distanțe interatomice, unghiuri de torsiune etc.) este necesară înregistrarea de **spectre RMN-s de corelație 2D/3D între speciile nucleare de interes**; pentru aceasta, există dezvoltate o varietate foarte mare de metode experimentale (secvențe de pulsuri), optimizate pentru a obține parametrii doriți cu selectivitate și precizia maximă posibilă. Cu câteva excepții, înregistrarea spectrelor RMN-s de corelație necesită marcare izotopică a pozițiilor de interes.

Laboratorul de spectroscopie RMN. Spectrometrul RMN Bruker Avance III 500 MHz, dedicat aplicațiilor pe solide

APLICAȚII

Domenii de aplicabilitate: cercetare-dezvoltare, optimizare de procese/produse industriale, controlul calității: detecția de impurități, stabilitatea la diferite condiții de mediu etc.

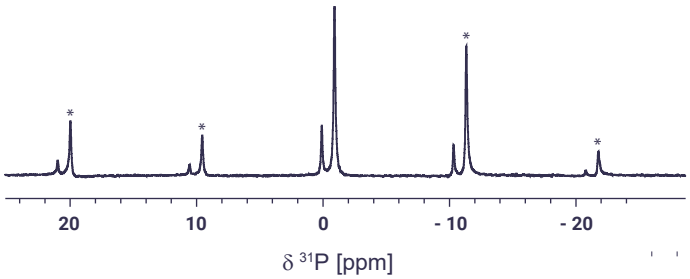
Sisteme:

i. ***compuși cristalini organici și anorganici:*** compuși farmaceutic activi, compuși activi naturali din extracte, sisteme (bio)moleculare care pot fi cristalizate, structuri metal–organice, minerale

ii. ***materiale amorfe:*** polimeri, biopolimeri și compozite polimerice, sticle, materiale ceramice și compozite ale acestora

iii. ***nanosisteme:*** nanoparticule decorate și/sau funcționalizate, materiale hibride nanostructurate

Industrii: industria farmaceutică, industria suplimentelor alimentare, dispozitive medicale, industria chimică, mediu/depoluare, industria agroalimentară, sănătate, nanomedicină



Spectrul ^{31}P RMN-s caracteristic al unei molecule organice

INFRASTRUCTURA

Laboratorul de spectroscopie RMN este dotat cu un spectromentru Bruker Avance III de 500 MHz, dedicat aplicațiilor pe solide. Are în componență un crio-magnet de tip *wide bore*, trei canale de radiofrecvență și este echipat cu trei capete de probă, care acoperă aproape întreaga gamă de aplicații ale spectroscopiei RMN de înaltă rezoluție pe solide:

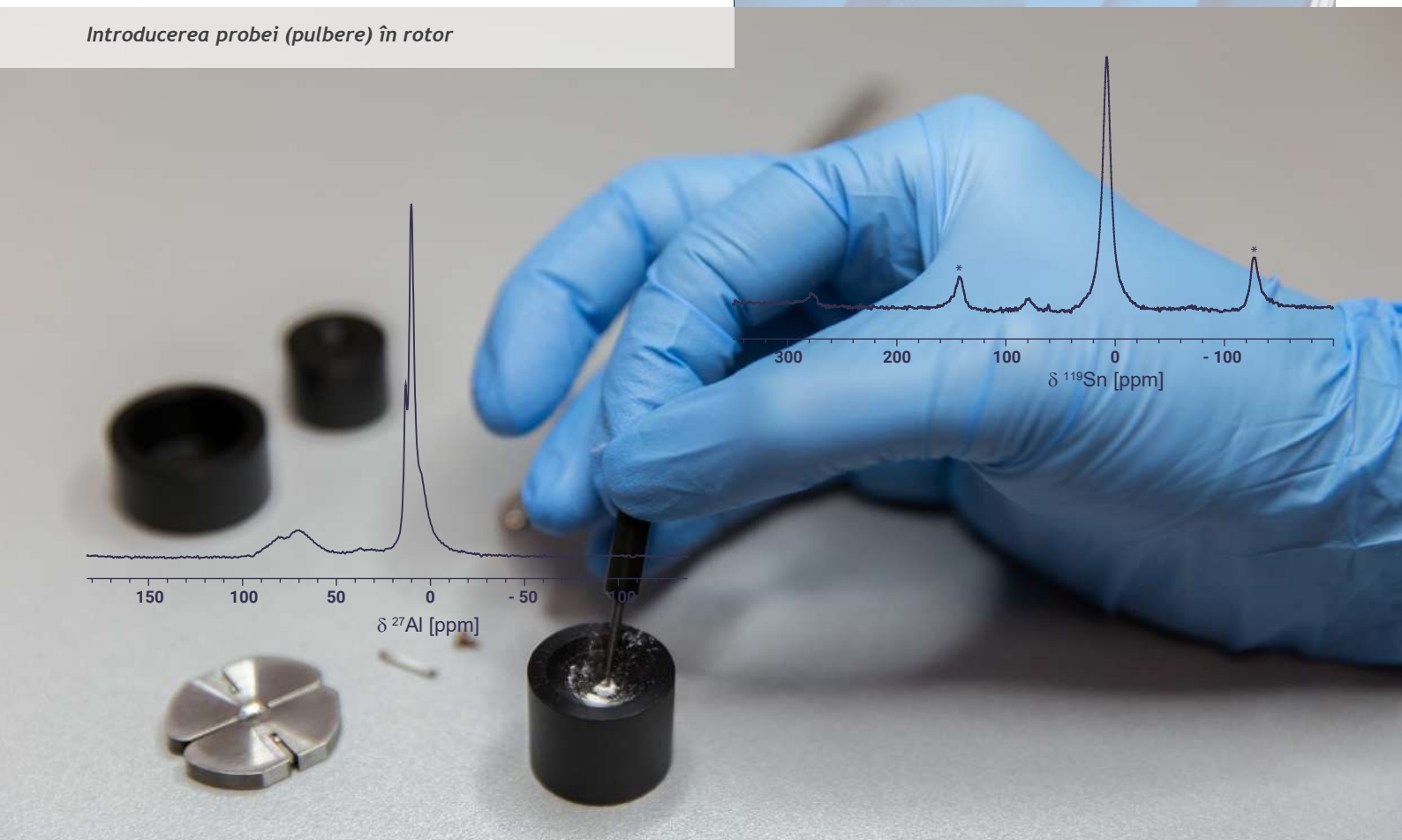
i. ***cap de probă de tip CP-MAS pe două canale***, rotor de 4 mm și frecvență maximă de rotație a probei de 15 kHz

ii. ***cap de probă de tip CP-MAS pe trei canale***, rotor de 2.5 mm și frecvență maximă de rotație a probei de 35 kHz

iii. ***cap de probă de tip fast MAS pe două canale***, rotor de 1.3 mm și frecvență maximă de rotație a probei de 65 kHz.

Cap de probă RMN pe probe solide de tip fast MAS

Introducerea probei (pulbere) în rotor



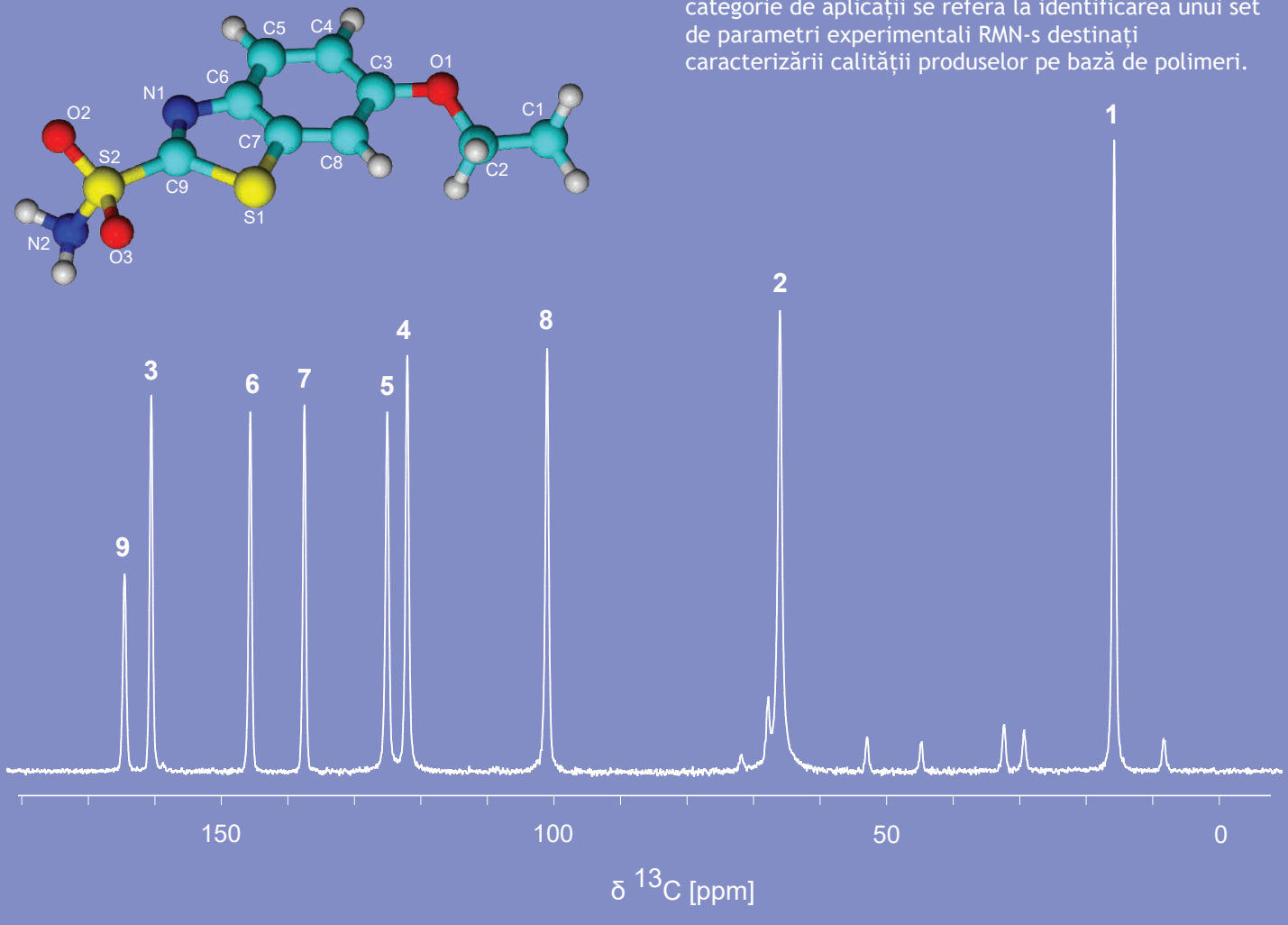
APLICAȚII UZUALE – EXEMPLE:

Determinarea purității compușilor farmaceutici bioactivi de sinteză sau naturali. Se poate detecta prezența oricărui tip de impurități în masa substanței bioactive, de exemplu, impurități chimice prezente în materia primă, rest de solvent rămas din procesul de producție, sau forme cristaline nedorite apărute pe durata stocării.

Determinarea structurii cristaline pentru compuși farmaceutici bioactivi de sinteză sau naturali. Se poate realiza printr-o abordare de tip „cristalografie RMN", în cadrul căreia datele experimentale RMN-s sunt utilizate în combinație cu rezultatele obținute prin difracție de raze X, pe pulbere sau monocristal, și cu modelări moleculare prin calcule de chimie cuantică. Avantajul metodei, comparativ cu determinarea structurii cristaline exclusiv pe baza datelor de difracție de raze X, este dat de creșterea nivelului de încredere și a gradului de precizie cu care este furnizat modelul structural final.

Studii de stabilitate pentru produse farmaceutice cu administrare orală. Se pot realiza atât pe produsul finit (tabletă/capsulă), cât și pe substanța bioactivă din medicament. În esență, ele constau în identificarea modificărilor structurale care pot apărea ca urmare a interacțiunilor dintre substanța activă și excipienți, a stocării îndelungate (prin acțiunea factorilor de mediu), a procesului de desolvatare etc. Spre deosebire de tehnicile uzuale, raze X și DSC, spectroscopia RMN-s este mai sensibilă deoarece detectează modificările incipiente, care nu afectează întreaga masă a substanței.

Caracterizarea structurală a materialelor/compozitelor pe bază de polimeri. Se poate acoperi o plajă foarte mare de materiale, de la cele clasice la sisteme nanostructurate. Pentru fiecare tip de sistem polimeric, spectroscopia RMN-s este un instrument util atât în faza dezvoltării de produs/material nou, cât și pentru controlul calității materialelor/produselor existente. Primul tip de aplicații se referă la obținerea de informații structurale și de dinamică moleculară, cu utilitate în stabilirea relațiilor de tip structură-funcționalitate ale materialelor. A doua categorie de aplicații se referă la identificarea unui set de parametri experimentali RMN-s destinați caracterizării calității produselor pe bază de polimeri.



Spectrul ^{13}C RMN-s caracteristic al unei molecule organice de interes farmaceutic (ethoxzolamida)

AVANTAJE

- INCDTIM oferă servicii CDI bazate pe spectroscopia RMN-s, utilizată de sine stătător sau în combinație cu alte tehnici analitice complementare, care acoperă aproape toată gama de aplicații practice
- Înainte de încheierea unei relații contractuale oferim consultanță pentru a defini cât mai exact nevoile clientului/partenerului și, în caz că sunt necesare, efectuăm teste preliminare gratuite
- Dotările existente ne permit să abordăm cea mai mare parte dintre metodele RMN-s utilizate în practica curentă, multe dintre ele fiind deja implementate în cadrul laboratorului nostru
- Dispunem de personal specializat în centre de cercetare de mare prestigiu din străinătate, capabil să acopere cu cel mai înalt profesionalism toate etapele unei colaborări contractuale: definirea problemei care va trebui soluționată, designul experimental, colectarea datelor, interpretarea rezultatelor și corelarea lor cu alte informații complementare, dacă este necesară
- La cerere, oferim și posibilitatea marcării izotopice cu ^{13}C, ^{15}N și ^{2}H.

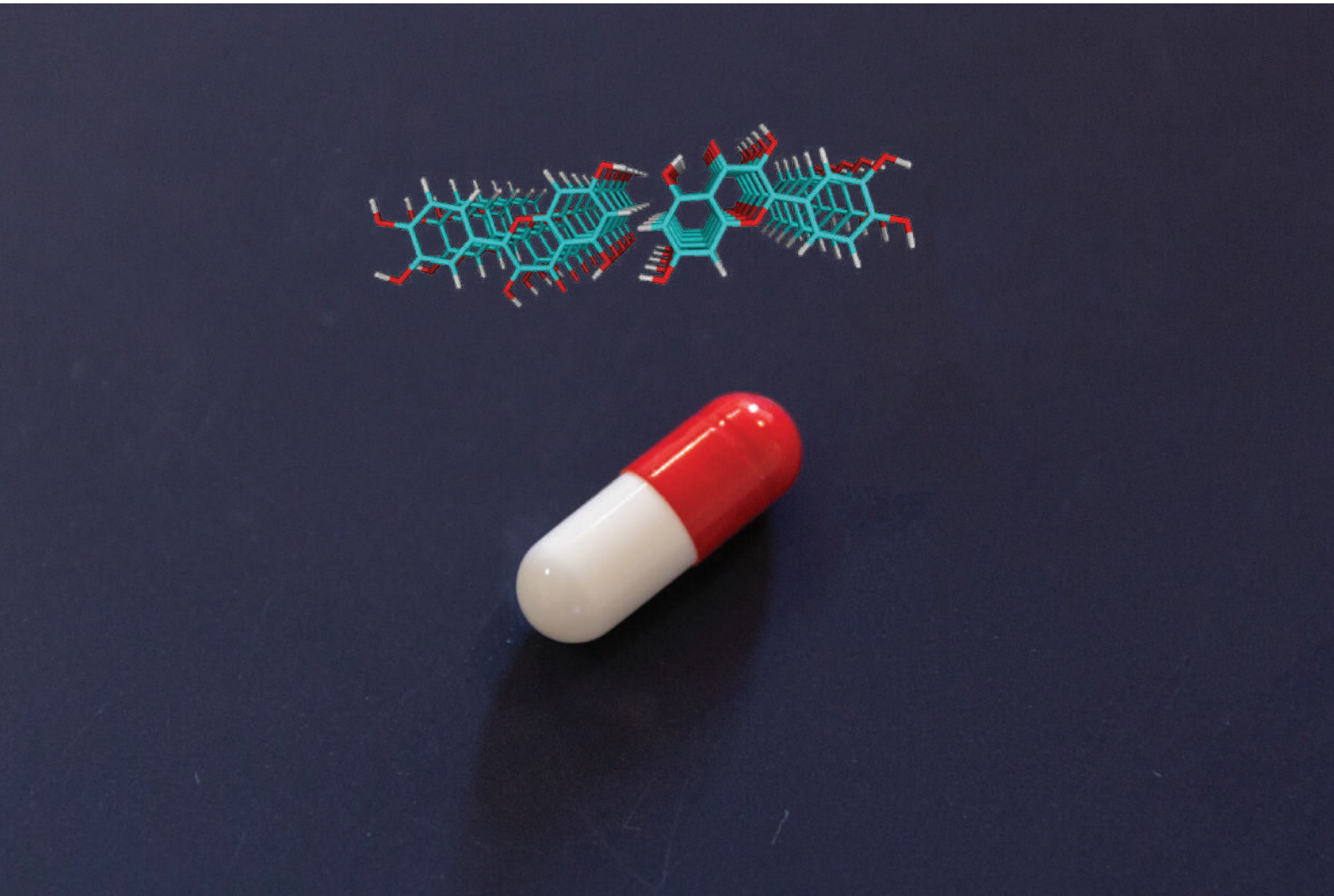
COSTURI ESTIMATIVE

Costul total al serviciilor CDI bazate pe spectroscopia RMN-s este format din două componente:

- timpul de utilizare al spectrometrului, care include consumabilele și uzura
- manopera, care include cheltuielile de personal și pe cele indirecte asociate cu operațiunile de preparare a probelor, analiza și interpretarea rezultatelor, elaborarea raportului de analiză/cercetare: negociabil, în funcție de gradul de complexitate al studiului.

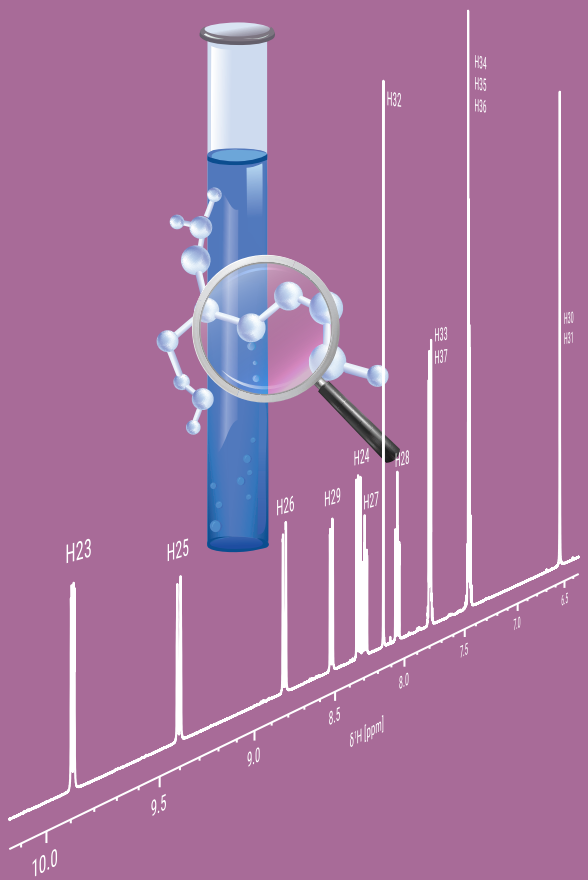
CONTACT

Dr. Xenia FILIP
Cercetător consacrat R3 – CS II
Departamentul Tehnologii Izotopice și Moleculare – TIM, B1.07
(+4)0264-584037, int 182
xenia.filip@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro



04.

SPECTROSCOPIE RMN PE LICHIDE



BRUKER
ULTRASHIELD™ PLUS 500
BRUKER
AVANCE III 500

SPECTROSCOPIE RMN PE LICHIDE

Cuvinte cheie: *Rezonanță Magnetică Nucleară, RMN lichide, structură, interacțiuni intemoleculare*

DESCRIERE

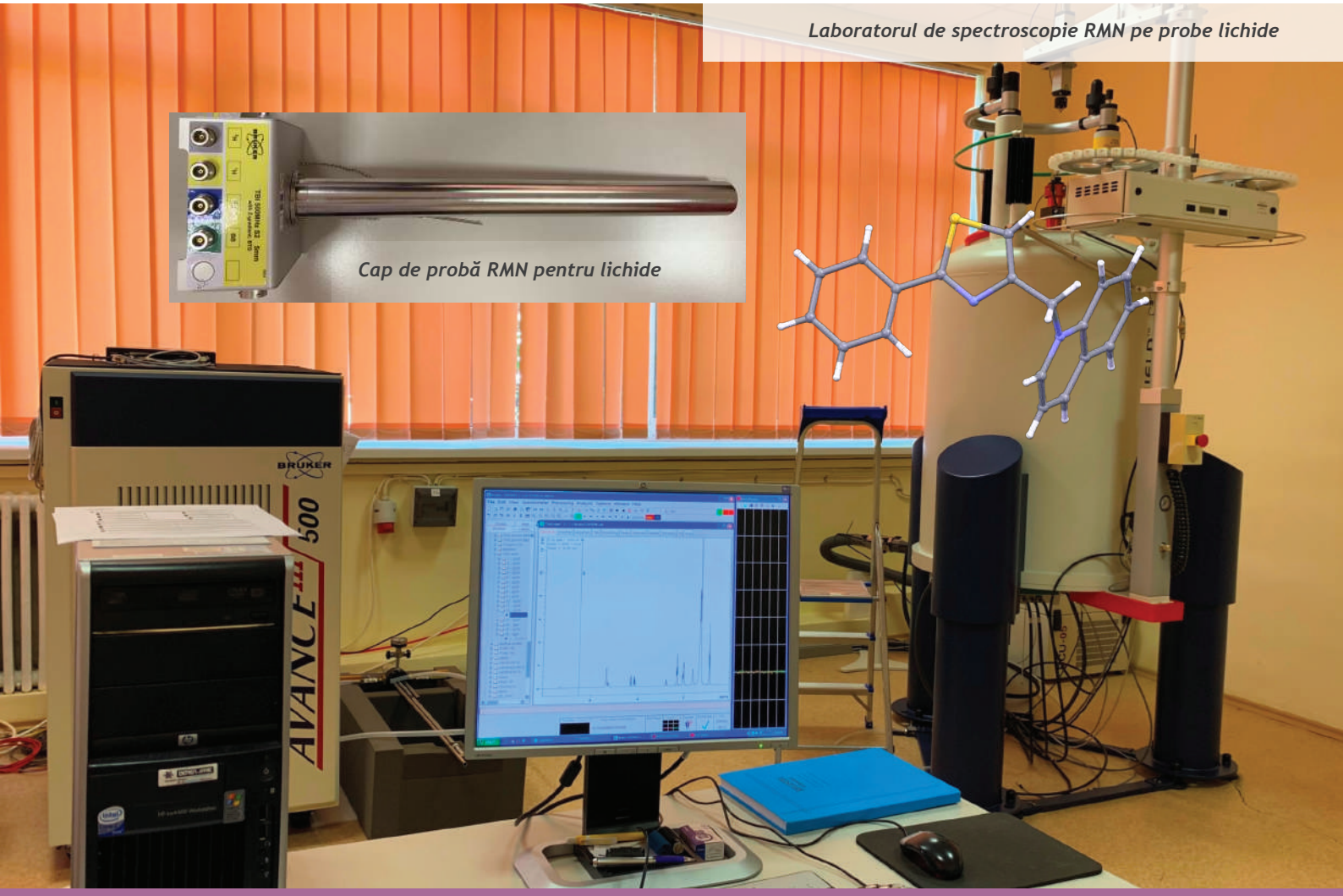
Spectroscopia de Rezonanță Magnetică Nucleară pe probe lichide este o tehnică analitică de caracterizare a sistemelor moleculare și biomoleculare cu ajutorul căreia se obțin informații despre structură, dinamică și interacțiuni intermoleculare.

Spectroscopia RMN implică proprietățile magnetice cuantice ale nucleelor atomice. Aceste proprietăți sunt influențate de vecinătatea moleculară, măsurarea lor furnizând o hartă a legăturilor interatomice și o descriere a dinamicii moleculare.

Nucleele cel mai des studiate sunt: ^{1}H, ^{13}C, ^{15}N, ^{2}H, ^{19}F, ^{31}P prin măsurători 1D. Măsurătorile 2D cel mai des utilizate sunt: COSY, HETCOR, HSQC, HMBC, ROESY.

APLICAȚII

Domenii de aplicabilitate: cercetare-dezvoltare, optimizare de procese/produse industriale, controlul calității (autentificare, adulterare, detecția de impurități, stabilitatea la diferite condiții de mediu, determinări cantitative etc.)



Laboratorul de spectroscopie RMN pe probe lichide

Cap de probă RMN pentru lichide

Sisteme:

- ***compuși organici și anorganici:*** compuși farmaceutic activi, compuși activi naturali din extracte, cosmetice
- ***sisteme supramoleculare complexe:*** complecși de incluziune ai ciclodextrinelor, compleși moleculari de tip proteină–moleculă bioactivă
- vinuri, băuturi spirtoase, matrici alimentare
- matrici organice din structuri geologice subacvatice

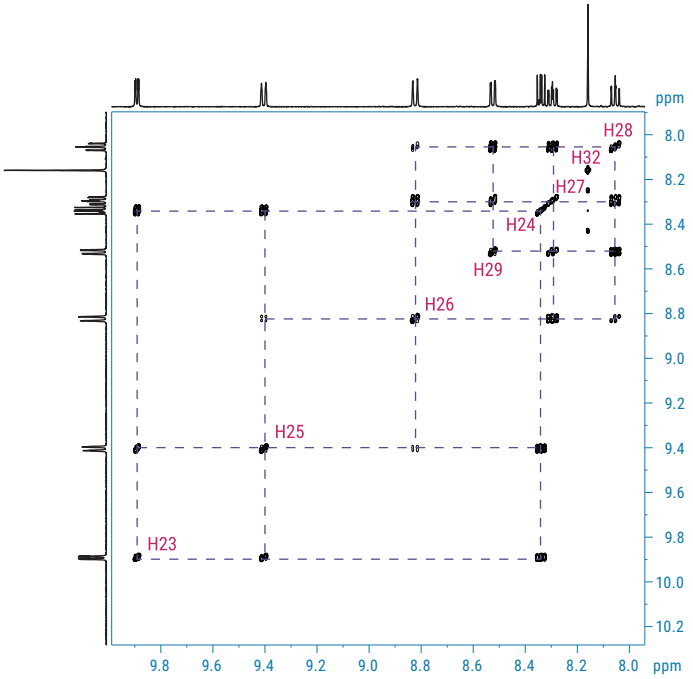
Industrii: industria farmaceutică, industria suplimentelor alimentare, industria chimică, mediu/depoluare, industria agroalimentară, sănătate – nanomedicină

INFRASTRUCTURA

Laboratorul de spectroscopie RMN este dotat cu un spectrometru Bruker Avance III de 500 MHz, dedicat aplicațiilor pe probe lichide. Are în componență un criomagnet având câmpul magnetic produs de bobina supraconductoare de 11.7 Tesla, trei canale de radiofrecvență și este echipat cu patru capete de probă, care acoperă aproape întreaga gamă de aplicații ale spectroscopiei RMN de înaltă rezoluție pe probe lichide:

*i. **cap de probă de tip BBO cu două canale***

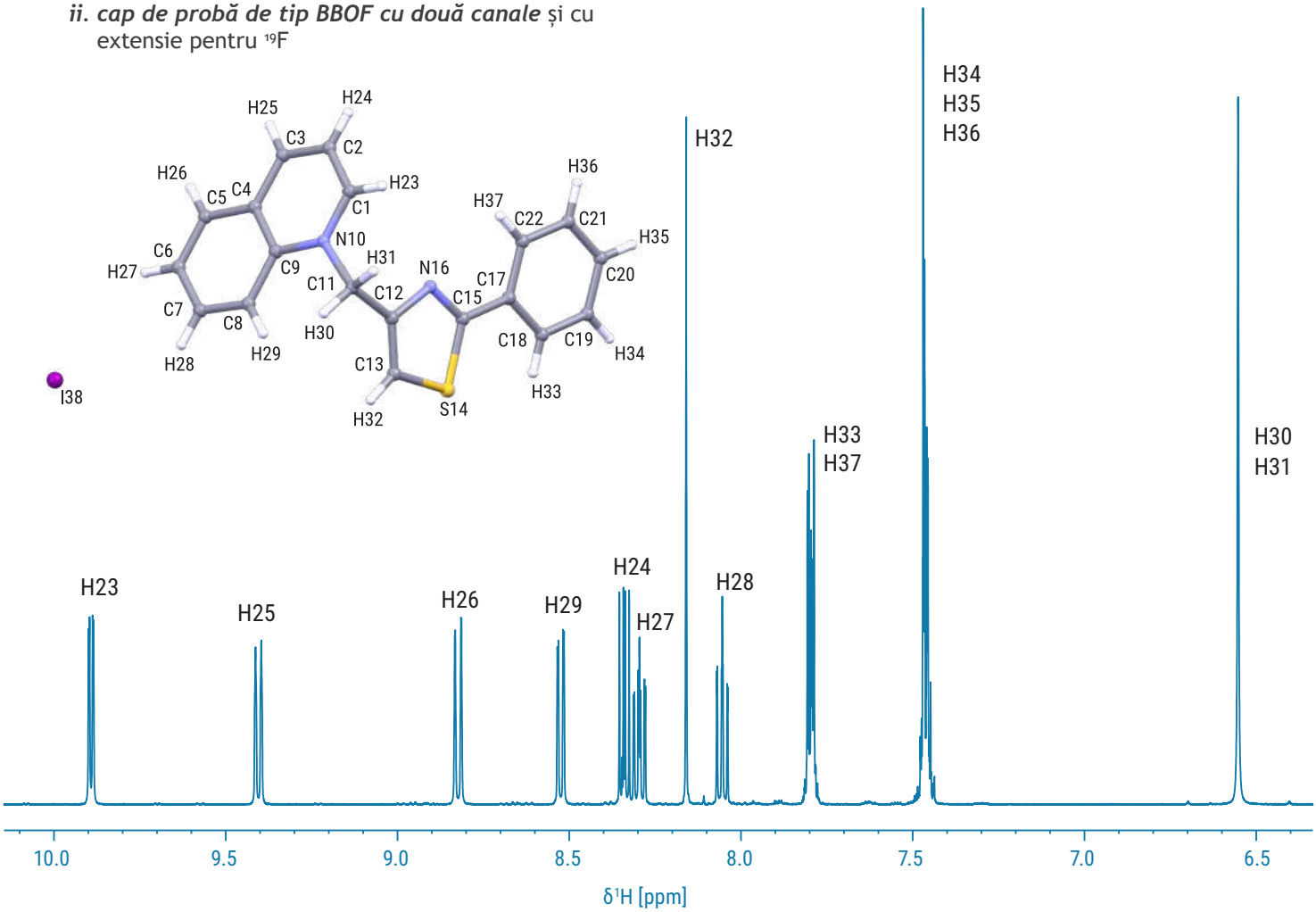
*ii. **cap de probă de tip BBOF cu două canale*** și cu extensie pentru ^{19}F



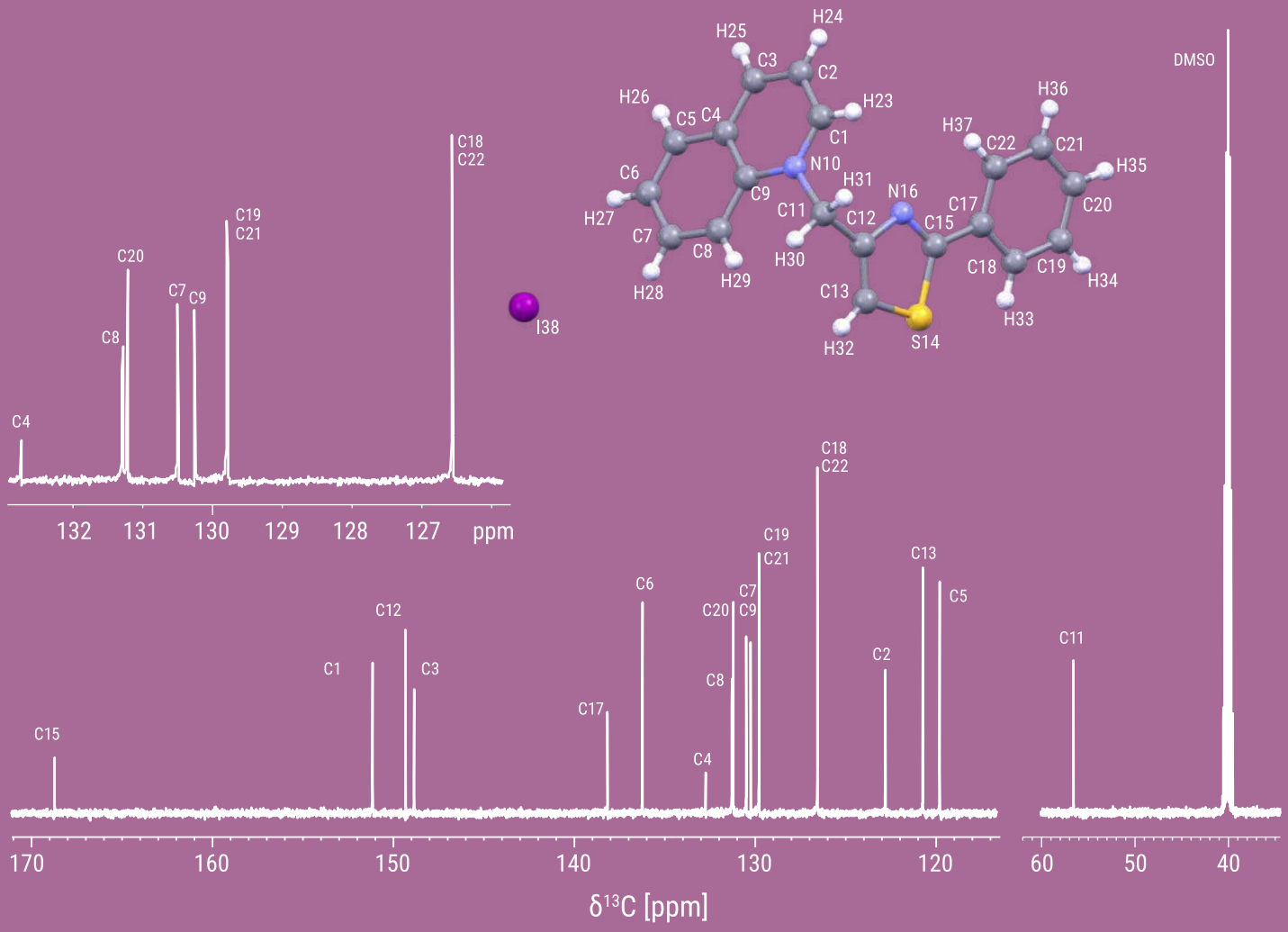
Spectrul ^{1}H-^{1}H COSY RMN (8-10 ppm) al moleculei 2PTMQI

*iii. **cap de probă de tip TBI cu trei canale:*** triplă rezonanță ^{1}H, ^{13}C, ^{15}N

*iv. **cap de probă de tip SEX*** pentru măsurători de ^{2}H la abundență naturală, cu stabilizarea câmpului magnetic pe ^{19}F



Spectrul ^{1}H RMN al unei molecule organice de interes farmaceutic, phenyl-thiazole-4-yl-methyl-quinolinium iodide - 2PTMQI



Spectrul ^{13}C RMN al moleculei 2PTMQI

APLICAȚII UZUALE – EXEMPLE:

Complecşi moleculari de incluziune ai ciclodextrinelor cu substanţe farmaceutice. Ciclodextrinele sunt oligozaharide ciclice din 6, 7 sau 8 unități de glucoză (α-, β-, respectiv γ-ciclodextrină) ce prezintă o suprafață exterioară hidrofilă și o cavitate centrală hidrofobă. Ciclodextrinele sunt utilizate pentru îmbunătățirea solubilității, stabilității și biodisponibilității substanțelor bioactive, ca transportori de medicamente în vederea optimizării eliberării controlate a acestora, a creșterii efectului antioxidant, mascarea gustului sau mirosului neplăcut. Cu ajutorul spectroscopiei de înaltă rezoluție ^{1}H RMN se poate determina constanta de asociere, stoichiometria și geometria complexului de incluziune.

Studii privind legarea medicamentelor de proteine plasmatice. Preocupările actuale ale grupului nostru sunt direcționate înspre înțelegerea și punerea în evidență a mecanismelor de interacție dintre bioliganzi și proteine plasmatice în stare lichidă, utilizând spectroscopia de înaltă rezoluție ^{1}H RMN, relaxometrie și difuzometrie RMN, complementar altor metode experimentale (ITC, UV-Vis, fluorescență), precum și metodelor de calcul *ab initio* și simulărilor de dinamică

moleculară. Din punct de vedere biochimic și clinic, studiul interacțiunii dintre medicamente și proteine este extrem de important. Transportul medicamentelor în organism are loc prin intermediul sistemului circulator. Proteinele plasmatice prezintă abilitatea de a lega și transporta o gamă largă de medicamente, metaboliți și compuși organici. În cazul în care doi liganzi concură pentru unul sau mai multe situsuri de legare de pe molecula de proteină, apare fenomenul de legare competitivă. Există situații în care ligandul poate fi înlocuit de către un alt medicament de pe situsul său de legare, sau un medicament nou administrat care se leagă pe un situs diferit și poate modifica afinitatea de legare a primului medicament.

Autentificarea vinurilor utilizând rapoartele (D/H) ale etanolului. Analize ^{2}H RMN. Metoda se referă la determinarea cantitativă a deuteriului la abundența naturală din etanolul extras din vin, metoda capabilă să caracterizeze originea geografică și eventuala adulterare a vinurilor. Distilarea vinului pentru obținerea etanolului se realizează cu o instalație de distilare cu bandă rotitoare de teflon pentru evitarea fracționării izotopice. Aceasta metodă se bazează pe determinarea rapoartelor izotopice D/H din pozițiile specifice ale moleculei de etanol.

Aplicații ale spectroscopiei ^{1}H RMN în autentificarea vinurilor. La nivelul Uniunii Europene, dezvoltarea unor noi metode de autentificare a vinului, care să permită diferențierea soiului, anului de producție sau a zonei geografice reprezintă o prioritate. Una dintre aceste metode, aflată în fază de dezvoltare, este legată de discriminarea vinurilor prin analiza componentelor minore din vin, prin spectroscopie de înaltă rezoluție ^{1}H-RMN și prelucrarea chemometrică a datelor experimentale. Detecția acestora este sensibilă, vinul fiind un amestec de foarte mulți compuși la diferite concentrații. Componentele majore sunt apa și etanolul, iar componentele minore sunt reprezentate de glicerol, acid tartaric, zaharuri, glucoză, acid malic, acid succinic, acid acetic, proline, isoleucină, alanină, acid lactic, alcooli alifatici și aromatici, aminoacizi, fenoli etc.

Determinarea statistică a similarității compoziției organice a probelor de sol extrase din structuri geologice subacvatice prin spectroscopie de înaltă rezoluție ^{1}H RMN. Am elaborat o metodă specifică de preparare a probelor de sol extrase din structuri geologice subacvatice forate la diferite adâncimi din locații diferite. În urma măsurătorilor ^{1}H RMN complexe rezultă datele spectrale care sunt prelucrate și comparate prin metode statistice, utilizând Analiza Liniară a Discriminantului (LDA).

AVANTAJE

- INCDTIM oferă servicii CDI bazate pe spectroscopia RMN, utilizată de sine stătător sau în combinație cu alte tehnici analitice complementare, care acoperă aproape toată gama de aplicații practice
- Înainte de încheierea unei relații contractuale oferim consultanță pentru a defini cât mai exact nevoile clientului/partenerului și, în caz că sunt necesare, efectuăm teste preliminare gratuite
- Dotările existente ne permit să abordăm cea mai mare parte dintre metodele RMN utilizate în practica curentă, multe dintre ele fiind deja implementate în cadrul laboratorului nostru
- Dispunem de personal capabil să acopere cu cel mai înalt profesionalism toate etapele unei colaborări contractuale: definirea problemei care va trebui soluționată, designul experimental, colectarea datelor, interpretarea rezultatelor și corelarea lor cu alte informații complementare, dacă este necesară.

COSTURI ESTIMATIVE

Costul total al serviciilor CDI bazate pe spectroscopia RMN este format din două componente:

- timpul de utilizare a spectrometrului, care include consumabilele și uzura
- manopera, care include cheltuielile de personal și pe cele indirecte asociate cu operațiunile de preparare a probelor, analiza și interpretarea rezultatelor, elaborarea raportului de analiză/ cercetare: negociabil, în funcție de gradul de complexitate al studiului.

CONTACT

Dr. Adrian PÎRNĂU
Cercetător consacrat R3 – CS II
Departamentul Tehnologii Izotopice și Moleculare – TIM, B1.06
(+4)0264-584037, int 181, 175
adrian.pirnau@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro

05.

DIFRACȚIE DE RAZE X

DIFRACȚIE DE RAZE X

Cuvinte cheie: analiză structurală pe solide, difracție de raze X pe pulberi și pe monocristale, structură cristalină

DESCRIERE

Difracția de raze X este o tehnică analitică de caracterizare a materialelor solide, organice sau anorganice, intensitățile de difracție fiind generate în urma interacțiunilor radiațiilor X cu electronii atomilor din rețea.

În funcție de modul în care se prezintă compușii pe care dorim să-i investigăm, apelăm la difracția pe pulberi cristaline sau la difracția de raze X pe monocristale. Informațiile extrase prin cele două tehnici difractometrice sunt utilizate pentru caracterizarea structurală a rețelei cristaline.

Un avantaj important al difracției de raze X este rapiditatea obținerii de informații, metoda este nedistructivă și necesită o cantitate mică de probă. Informațiile extrase din difractogramele de raze X pe pulberi sunt:

- ***Analiza calitativă de faze cristaline***: se bazează pe faptul că fiecare fază cristalină are o difractogramă specifică
- ***Analiza de faze cantitative***: dacă într-o probă avem mai multe faze, în funcție de numărul și intensitatea liniilor de difracție se poate stabili valoarea procentuală a fiecărei faze identificată în proba examinată
- ***Analiza microstructurală***: determinarea dimensiunilor cristalitelor, a tensiunilor din rețea și a probabilităților de defecte
- ***Determinarea gradului de cristalinitate***: rezultă din raportul dintre aria maximelor de difracție și aria totală care include atât maximele de difracție, cât și aria halourilor fazei amorfe
- ***Determinarea structurii cristaline din pulberi***

În cazul difracției de raze X pe monocristal se obține structura cristalină a compusului investigat.

Laboratorul de Difracție de raze X. Difractometrul Rigaku SmartLab

APLICAȚII

Domenii de aplicabilitate: cercetare-dezvoltare, optimizare de produse industriale, verificarea purității și detecția de impurități, evaluarea stabilității la diferite condiții de mediu etc.

Sisteme:

i. ***compuși cristalini organici și anorganici***: compuși bioactivi naturali și de sinteză, sisteme (bio)moleculare care pot fi cristalizate, structuri metal-organice, minerale

ii. ***materiale amorfe***: polimeri, biopolimeri și compozite polimerice, grafene și compozite pe bază de grafene, sticle, materiale ceramice și compozite ale acestora

Industrii: industria farmaceutică, industria suplimentelor alimentare, dispozitive medicale, industria chimică, mediu/depoluare, sănătate – nanomedicină

INFRASTRUCTURA

Laboratorul de difracție de raze X este dotat cu trei difractometre:

i. ***Bruker D8 Advance***: este utilizat pentru măsurătorile de pulberi; este echipat cu un monocromator de Ge (111) plasat în fasciculul incident și un detector ultrarapid de tipul LYNXEYE; colectarea difractogramelor se efectuează în geometria Bragg-Brentano varianta în reflexie

Selectarea și montarea monocristalelor

ii. ***Rigaku SmartLab***: echipat cu anod rotativ de 9 kW, goniometru θ-θ de rezoluție mare, se pot înregistra măsuratori în reflexie și în modul de transmisie. Alături de pulberi, cu acest difractometru se pot efectua și măsurători de filme subțiri

iii. ***Oxford SuperNova***: este dotat cu două microsurse (Cu, Mo), un detector CCD de înaltă performanță, echipat cu un Cryojet care permite efectuarea de măsurători în intervalul de temperatură 90÷490 K, este utilizat pentru măsurători de monocristale.

Difractometrul de raze X Oxford SuperNova

APLICAȚII UZUALE – EXEMPLE:

Compuși bioactivi de sinteză sau naturali:

- **Detectarea impurităților** (peste 5%): impurități chimice prezente în materia primă sau forme cristaline nedorite apărute pe durata stocării
- **Determinarea structurii cristaline:** prin difracție de raze X pe monocristale sau prin cristalografie RMN datele experimentale de difracție de raze X pe pulberi sunt utilizate în combinație cu rezultatele obținute prin rezonanță magnetică pe solid și modelări moleculare prin calcule de chimie cuantică
- **Studii de stabilitate:** se pot realiza atât pentru produsul finit (tabletă/capsulă), cât și pentru substanța bioactivă; studiile de stabilitate constau în identificarea modificărilor structurale care pot apărea în timpul stocării la diferite condiții de mediu sau în urma procesului de desolvare.

Materiale dentare: se pot efectua identificări de faze cristaline și calcul de dimensiuni de cristalite pentru modificările care apar în structura dintelui în urma expunerii acestuia la diferite materiale dentare (modificări structurale ale hidroxiapatitei sau fluoroapatitei din compoziția smaltului).

Molar analizat prin RX pentru evidențierea modificărilor structurale induse de consumul băuturilor carbogazoase

Caracterizarea structurală a filmelor subțiri:

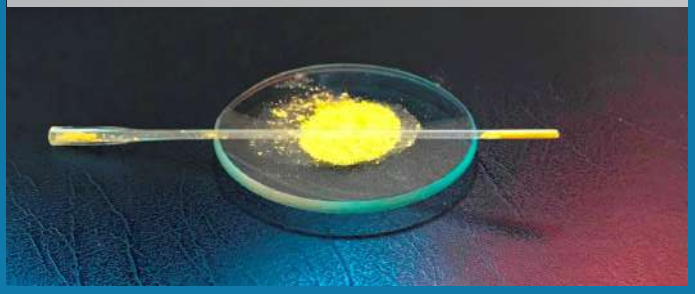
în cazul filmelor subțiri, prin efectuarea de experimente de reflectivitate, Rocking curve și mapare în spațiu reciproc, figuri de pol, difracție la incidență razantă se pot extrage următoarele informații: compoziție, orientare/textură, tensiunea din rețea, grosime, rugozitate.

Probe de celule solare analizate prin RX pe strate subțiri

Caracterizarea structurală prin difracție de raze X la unghiuri mici (Small Angle X-ray Scattering SAXS).

Acest tip de măsurătoare se poate realiza pe probe sub formă de pudră sau suspensie. Prin analiza datelor obținute în urma unei măsuratori de tip SAXS se pot obține informații despre dimensiunea particulelor și distribuția acestora.

Pregătirea probei pentru măsurători de tip SAXS



Monocristale montate pentru măsurători de difracție RX

AVANTAJE

- INCDTIM oferă servicii CDI bazate pe difracție de raze X, utilizată independent sau în combinație cu alte tehnici analitice complementare, care acoperă aproape toată gama de aplicații practice
- Înainte de încheierea unei relații contractuale oferim consultanță pentru a defini cât mai exact nevoile clientului/partenerului și, în caz că sunt necesare, efectuăm teste preliminare gratuite
- Dotările existente (cele trei difractometre) ne permit abordarea metodelor de difracție utilizate în practica curentă, ele fiind deja implementate în cadrul laboratorului nostru
- Dispunem de personal specializat, capabil să acopere toate etapele unei colaborări contractuale: definirea problemei care va trebui soluționată, designul experimental, colectarea datelor, interpretarea rezultatelor și corelarea lor cu alte informații complementare, dacă este cazul.

COSTURI ESTIMATIVE

Costul serviciilor CDI bazate pe difracție de raze X este format din două componente:

- timpul de utilizare al difractometrului, care include consumabilele și uzura
- manopera, care include cheltuielile de personal și pe cele indirecte asociate cu operațiunile de preparare a probelor, analiza și interpretarea rezultatelor, elaborarea raportului de analiză/cercetare: negociabil, în funcție de gradul de complexitate al studiului.

CONTACT

Dr. Maria Olimpia MICLĂUȘ
Cercetător consacrat R3 – CS II
Departamentul Tehnologii Izotopice și Moleculare– TIM, B2.07
(+4)0264-584037, int 164, 206
maria.miclaus@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro

06.

SPECTROSCOPIE RES

SPECTROSCOPIE RES

Cuvinte cheie: *Rezonanță Electronică de Spin, RES, specii paramagnetice, metale tranziționale, radicali liberi*

DESCRIERE

Spectroscopia de Rezonanță Electronică de Spin (RES) este o tehnică analitică de caracterizare a materialelor organice sau anorganice, semnalul fiind generat de specii electronice neîmperecheate. Spectrul RES este obținut prin baleierea unui câmp magnetic în timp ce proba este supusă acțiunii unui câmp de microunde de frecvență dată.

Parametrii RES specifici sunt:

- factorul g – caracteristic tipului de ion paramagnetic din probă
- lărgimea de linie – influențată de interacțiile magnetice și cristaline
- intensitatea semnalului – datorată concentrației de spini din probă
- constanta hiperfină – determinată de structura moleculară și locală a ionului paramagnetic.

Sistemele tipice care pot fi studiate prin RES sunt:

- ioni ai metalelor tranziționale și ai pământurilor rare
- radicali liberi
- defecte punctuale (imperfecțiuni localizate în cristale).

Laboratorul de spectroscopie RES. Spectrometrul de rezonanță paramagnetică Bruker ELEXSYS E 500

Spectrele RES permit **identificarea speciilor** paramagnetice atât **calitativ**, cât și **cantitativ**, oferă informații legate de **structura locală** și **dinamica de spin**.

Informații primare, precum identificarea speciilor paramagnetice, se pot obține prin măsurători la temperatura camerei în bandă X.

Informații complexe, legate de structura locală și de interacțiunile existente în sistem se obțin prin măsurători:

i. la temperaturi variabile (4–500K)

ii. în multifrecvență și

iii. prin aplicarea câmpului magnetic la diferite unghiuri față de suprafața probei.

În funcție de complexitatea sistemului, interpretarea rezultatelor poate fi imediată sau mai laborioasă, necesitând combinarea cu diverse tehnici de calcul, fitări, simulări teoretice ale spectrelor experimentale.

APLICAȚII

Domenii de aplicabilitate: cercetare-dezvoltare, optimizare de procese/produse industriale, biomedical și mediu

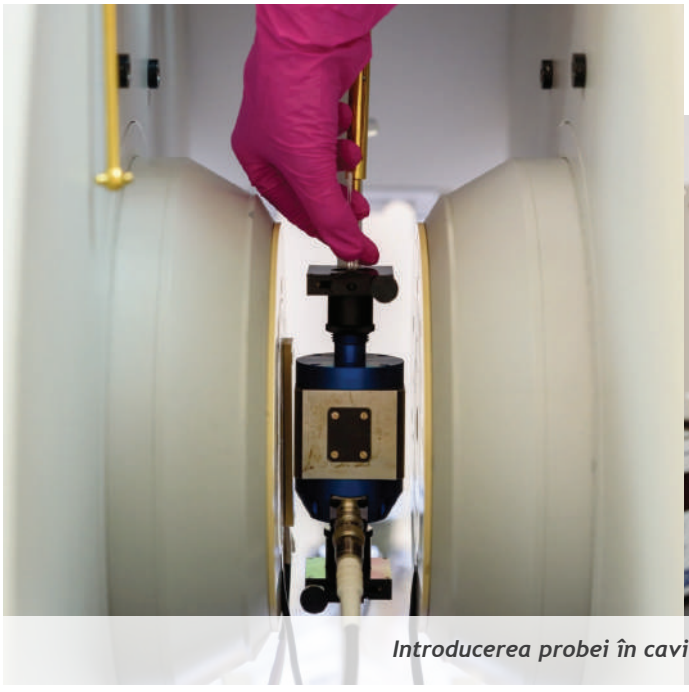
Sisteme:

i. nanomateriale, nanocompozite, sticle și ceramici, materiale conductoare și semiconductoare, supraconductori

ii. radicali liberi, compuși organo-metalici și zeoliți, polimeri

iii. markeri de spin, antioxidanți și agenți de contrast, radicali liberi în țesuturi, radicali ai oxigenului și azotului în sisteme biologice; radicali generați în reacții fotochimice

Industrii: industria alimentară, industria chimică, mediu/depoluare, industria farmaceutică, sănătate-nanomedicină



INFRASTRUCTURA

Laboratorul de spectroscopie RES este dotat cu un spectrometru **Bruker ELEXSYS E 500** dedicat atât probelor solide, cât și lichide. Spectrometrul este echipat cu

i. două punți de microunde: în bandă X (9 GHz) și în banda Q (35 GHz)

ii. electromagnet care generează un câmp maxim de 1 T (banda X), respectiv 1.5 T (banda Q)

iii. goniometru care permite rotirea probei în câmp magnetic

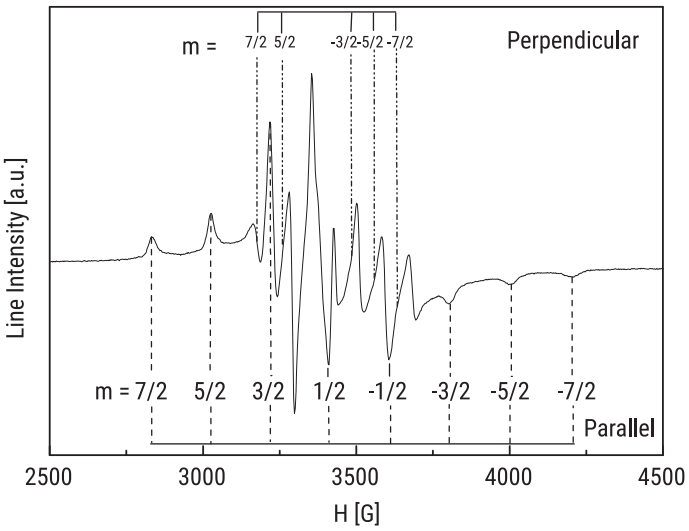
iv. două unități de temperatură variabilă care permit măsurători în domeniul 4–300 K, respectiv 77–500 K.

Sunt disponibile următoarele cavități necesare pentru diferite aplicații:

i. ***cavitate standard*** care funcționează în domeniul de temperatură 4-500K

ii. ***cavitate de sensibilitate ridicată***, atât pentru probe solide, cât și lichide

iii. ***cavitate dual-mod***, dedicată investigării tranzițiilor interzise în ioni ai metalelor tranziționale și ai pământurilor rare, biradicali și tripleți.



Spectrul RES al nanoparticulelor de SnO_2 dopate cu ioni de V

Introducerea probei în cavitatea spectrometrului RES

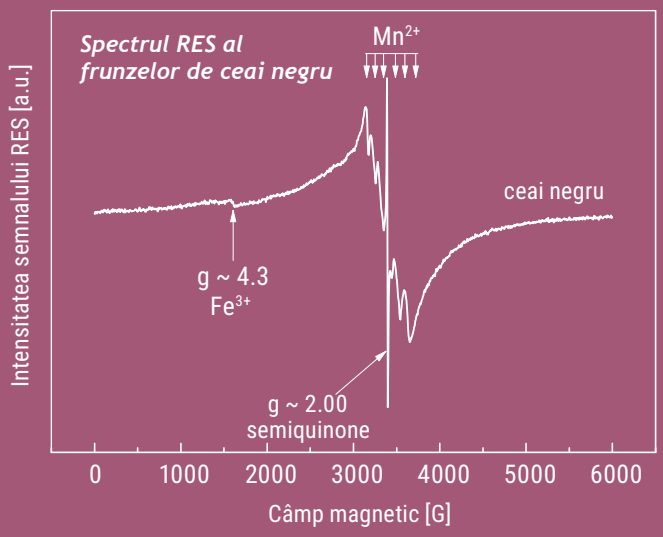
APLICAȚII UZUALE – EXEMPLE:

Caracterizarea structurală a materialelor solide care conțin specii paramagnetice.

Pot fi analizate diferite tipuri de materiale având structură amorfă sau cristalină. Se pot determina, atât calitativ, cât și cantitativ, speciile paramagnetice, starea lor de oxidare, structura locală, interacțiile existente în sistemul analizat, susceptibilitatea magnetică.

Evaluarea activității antioxidante.

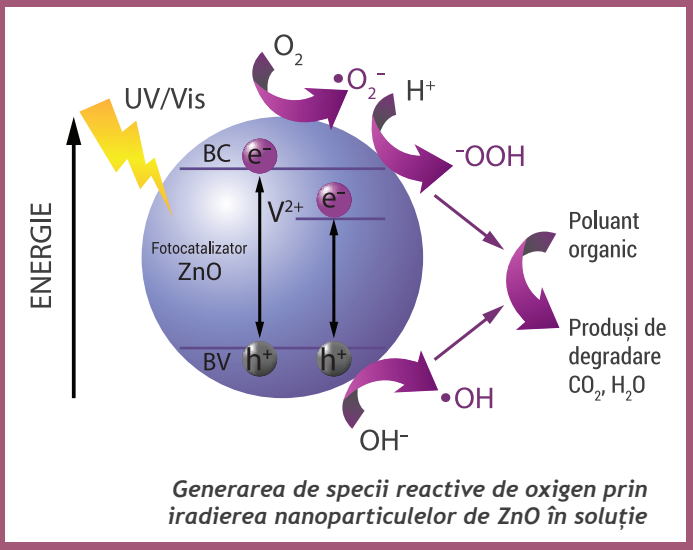
Antioxidanții joacă un rol important în neutralizarea radicalilor liberi periculoși generați în timpul proceselor biologice. Prin RES se poate urmări cinetica acestor reacții și evalua capacitatea antioxidantă.



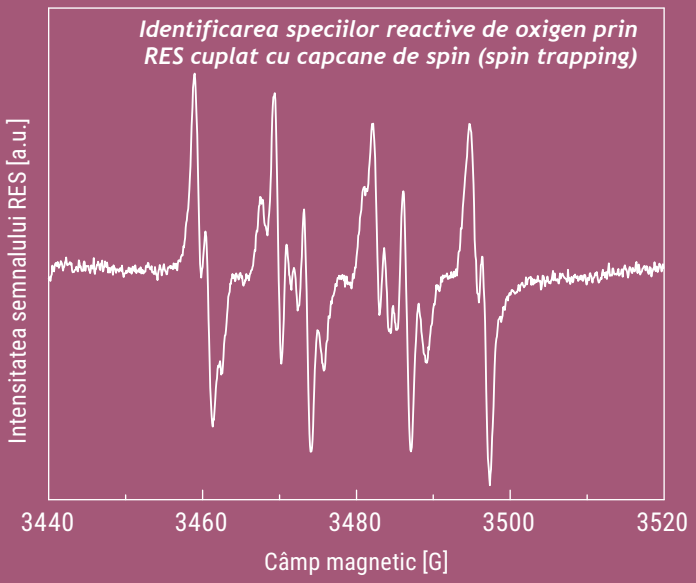
RES permite evaluarea eficienței antioxidanților, cu rol important în neutralizarea radicalilor liberi generați prin procese biologice

Identificarea radicalilor liberi prin metoda capcanelor de spin. Tehnica EPR

cuplată cu capcane de spin permite identificarea unor specii reactive de oxigen și azot cu timpi de viață foarte scurți. Punerea în evidență a acestor specii este vitală în domeniul biomedical (evidențierea leziunilor celulare) și protecția mediului (depoluarea apelor prin procese de fotocataliză).

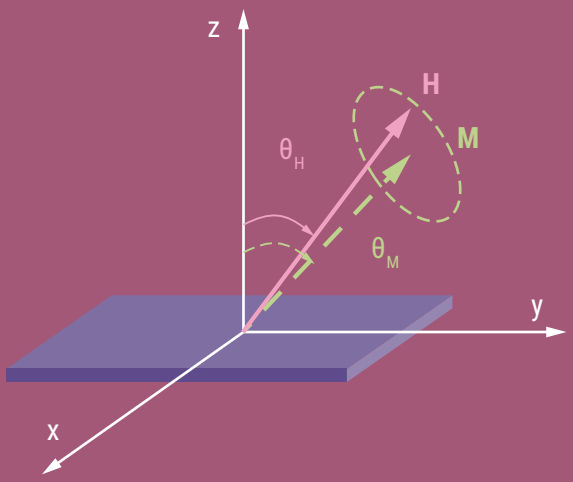


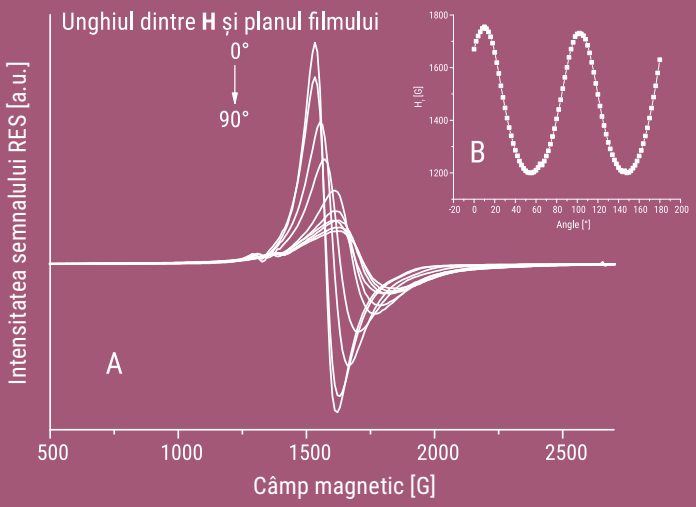
Generarea de specii reactive de oxigen prin iradierea nanoparticulelor de ZnO în soluție



RES are aplicații în depoluare, întrucât permite identificarea unor specii reactive de oxigen și azot cu timpi scurți de viață

Determinarea constantei de anizotropie magnetocristalină în filme subțiri. În cazul filmelor subțiri, prin aplicarea câmpului magnetic sub diverse unghiuri față de probă se poate obține anizotropia magnetocristalină. Aceasta oferă informații legate de tipul materialului magnetic (moale/dur).





(Stânga) Film magnetic subțire. (Dreapta) A. Spectrele de rezonanță electromagnetică de spin obținute la unghiuri diferite dintre planul probei și câmpul magnetic aplicat. B. Dependența unghiulară a câmpului magnetic de rezonanță H_r.

AVANTAJE

- INCDTIM oferă servicii CDI bazate pe spectroscopia RES, utilizată de sine stătător sau în combinație cu alte tehnici analitice complementare, care acoperă aproape toată gama de aplicații practice
- Înainte de încheierea unei relații contractuale oferim consultanță pentru a defini cât mai exact nevoile clientului/partenerului și, în caz că sunt necesare, efectuăm teste preliminare gratuite

- Dotările existente ne permit să abordăm cea mai mare parte dintre metodele RES utilizate în practica curentă, multe dintre ele fiind deja implementate în cadrul laboratorului nostru
- Dispunem de personal specializat, capabil să acopere cu cel mai înalt profesionalism toate etapele unei colaborări contractuale: definirea problemei care va trebui soluționată, designul experimental, colectarea datelor, interpretarea rezultatelor și corelarea lor cu alte informații complementare, dacă este necesară.

COSTURI ESTIMATIVE

Costul total al serviciilor CDI bazate pe spectroscopia RES este format din două componente:

- timpul de utilizare al spectrometrului, care include consumabilele și uzura; pentru o măsurătoare la temperatura camerei
- manopera, care include cheltuielile de personal și pe cele indirecte asociate cu operațiunile de preparare a probelor, analiza și interpretarea rezultatelor, elaborarea raportului de analiză/cercetare: negociabil, în funcție de gradul de complexitate al studiului.

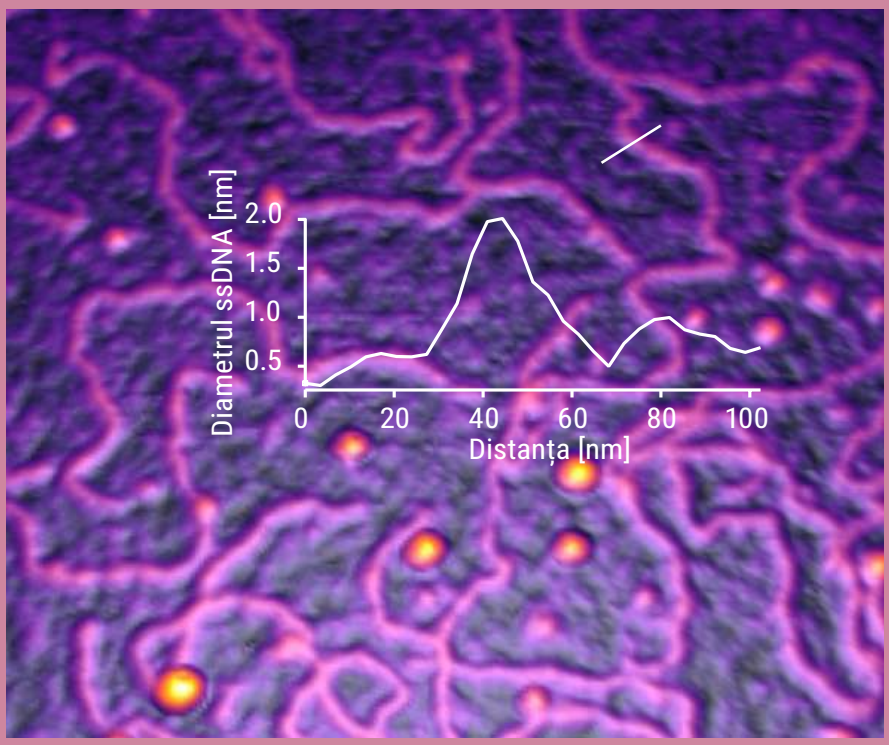
CONTACT

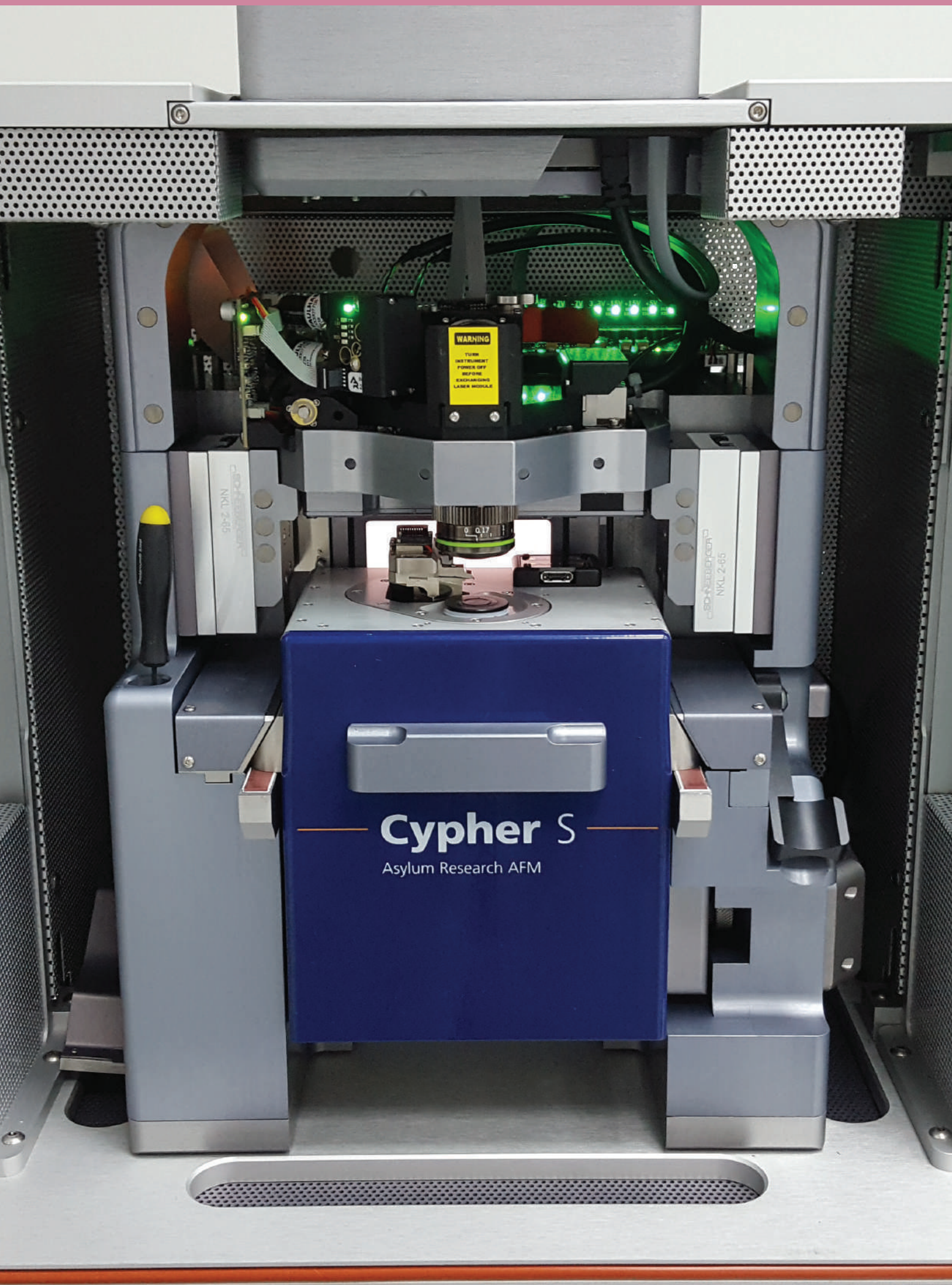
Dr. Adriana Paula POPA
Cercetător consacrat R3 – CS II
Departamentul Materiale, Energie și Tehnologii Avansate – META, C1.01a
(+4)0264-584037, int 210
adriana.popa@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro

Dr. Dana Aurica TOLOMAN
Cercetător consacrat R3 – CS II
Departamentul Materiale, Energie și Tehnologii Avansate – META, C1.01a
(+4)0264-584037, int 210
dana.toloman@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro

07.

MICROSCOPIE DE FORȚĂ ATOMICĂ




WARNING
TURN INSTRUMENT POWER OFF BEFORE EXCHANGING LASER MODULE
Cypher S
Asylum Research AFM

MICROSCOPIE DE FORȚĂ ATOMICĂ

Cuvinte cheie: *microscopie de forță atomică, AFM, caracterizarea suprafețelor, nanomateriale, nanoparticule, filme subțiri, polimeri, senzori electrochimici*

DESCRIERE

Microscopia de forță atomică (AFM) face parte din familia de tehnici de investigație a suprafețelor prin scanare cu un vârf foarte ascuțit (*Scanning Probe Microscopy*).

Imaginea AFM se obține monitorizând poziția unui ac (sonda de scanare) atașat unui microcantilever pe măsură ce acesta scanează suprafața probei.

Topografia AFM are rezoluție nanometrică în plan xy și subnanometrică pe direcția z și poate fi obținută în două moduri: contact și *tapping* (denumit în funcție de producător: AC, semicontact, contact intermitent). Prin înregistrarea înălțimii în fiecare punct de scan se obține o imagine 3D a suprafeței. În modul tapping, microcantileverul oscilează la frecvență apropiată de frecvența sa de rezonanță, amplitudinea oscilației fiind monitorizată. În timpul scanării, cantileverul vibrează astfel încât acul AFM atinge periodic suprafața probei, este evitată frecarea dintre ac și suprafață prezentă în modul contact, prevenind distrugerea probei.

APLICAȚII

Domenii de aplicabilitate: Ca tehnică de investigație, microscopia AFM este pretabilă oricărui tip de suprafețe. Aplicațiile sunt, practic, nelimitate, microscopia AFM fiind utilizată în toate domeniile:

- **cercetare**: nanotehnologie, științele vieții, nanoparticule, polimeri
- **industrie**: controlul proceselor de fabricație, analiza coroziunii, morfologia stratelor de acoperire, sticle, material ceramice, metale
- **medicină, stomatologie**: implante, materiale de obturație, sigilanți endodontici

Sisteme: nanomateriale, biomateriale, nanoparticule, polimeri și amestecuri polimerice, senzori electrochimici, metale, probe din științele vieții (celule, bacterii), dispozitive medicale (implante).

Laboratorul de microscopie AFM

Industrii:

- ***Industria auto***: dezvoltarea materialelor noi, controlul calității suprafețelor care necesită imagini, analiză și măsurare la nivel de nanoscală. Industria auto dezvoltă continuu materiale avansate pentru a fi în pas cu provocările cu care se confruntă în eficientizarea automobilelor. Utilizarea nanotehnologiei poate să aducă progresele necesare în materialele utilizate în multe componente auto, de la metale la polimeri.
- ***Controlul proceselor industriale:*** evaluarea suprafeței probelor pentru dezvoltarea de procese industriale și/sau pentru controlul proceselor de fabricație.
- ***Fotonică***: măsurarea 3D a structurilor. Imaginile AFM sunt independente de proprietățile optice și nu necesită acoperirea probelor cu strat conductor, oferă contrast excelent pentru probe optic netede și este nedistructivă. Pot fi analizate suprafețe de sticlă, rețele de difracție etc.
- ***Medicină, biologie:*** microscopia de forță atomică furnizează imagini la nanoscală pentru biomateriale, suprafețe celulare, implante etc.

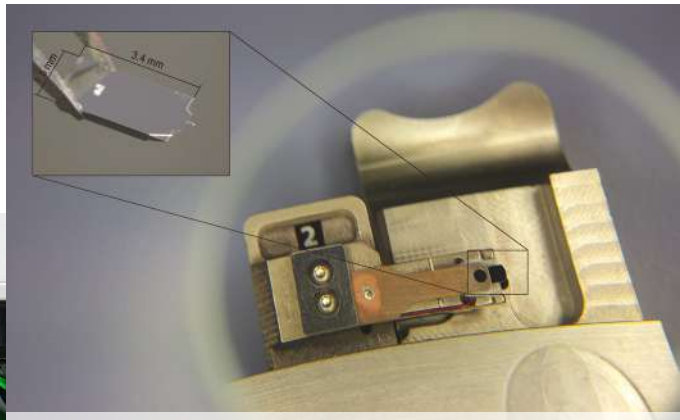
INFRASTRUCTURA

La INCDTIM Cluj-Napoca există infrastructura necesară pentru studiul suprafețelor prin AFM, în funcție de aria de investigat și de rugozitatea suprafeței probelor putând fi accesate:

1. **Platforma AFM Ntegra Spectra** (NT-MDT). Aria maximă de scanare 100 µm × 100 µm, z_{max} 10 µm. Configurații: directă: obiectiv 100X (NA 0.7), inversată optimizată pentru probe pe substrat transparent; Microscop Olympus IX71, obiectiv 100X cu imersie în ulei (NA 1.3). Sunt disponibile majoritatea modurilor AFM. Achiziție de date și procesarea imaginilor: Nova software.

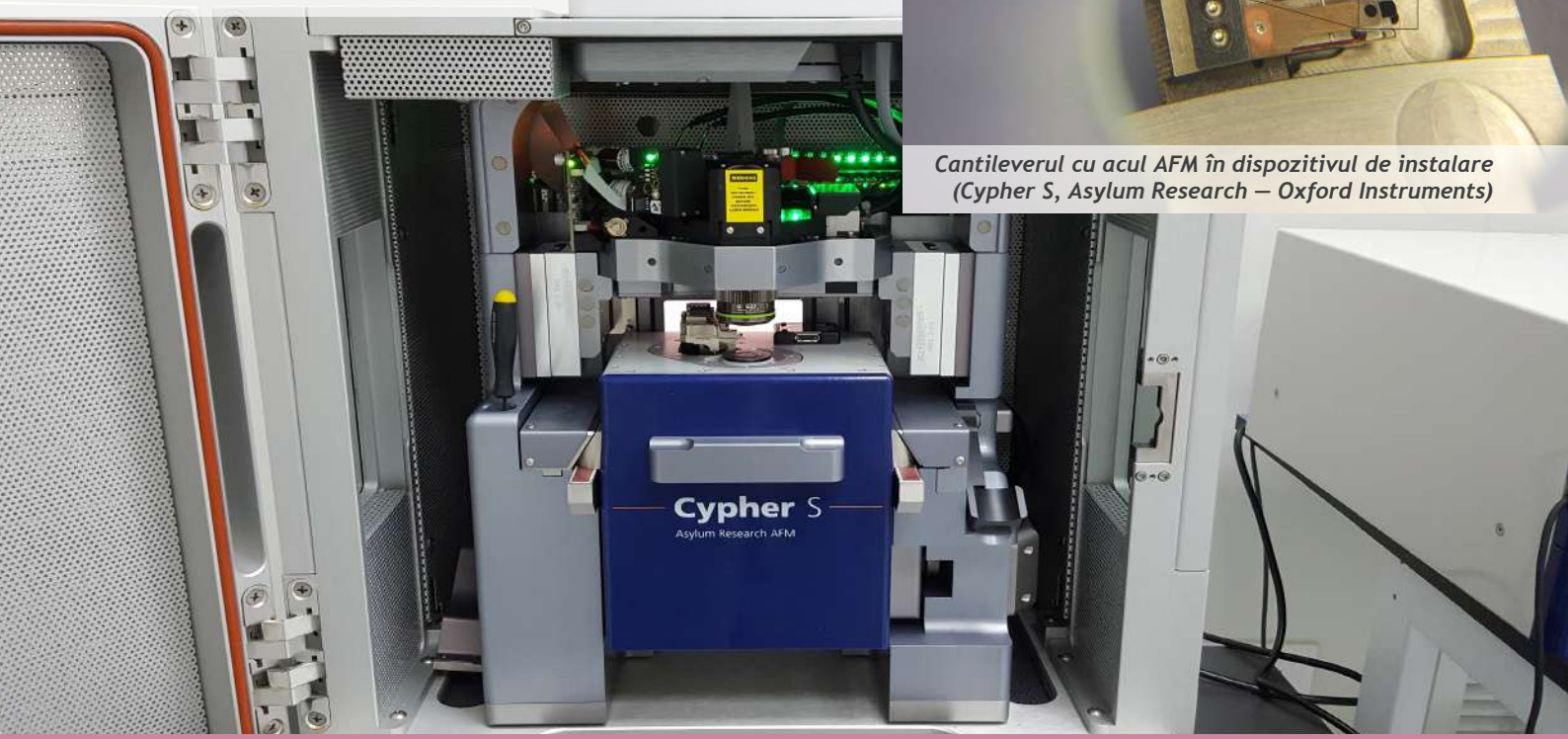
Microscopul AFM Ntegra Spectra (NT-MDT)

2. **Microscop AFM Cypher S** (Asylum Research – Oxford Instruments). Aria maximă de scanare 30 µm × 30 µm, z_{max} 5 µm. Echipat cu videomicroscop integrat cu zoom optic controlat din software, rezoluție optică < 1 µm; NA 0.45; camera CMOS color 3 Mpx, câmp vizual 650 µm x 900 µm. Zgomotul sistemului optic de detecție a deflexiei < 7 pm (cantileverul nu este în contact cu proba); < 15 pm (cantileverul pe suprafață); zgomot Z senzor < 50 pm; zgomot senzori XY (*closed loop*) < 60 pm. Achiziție date și procesare AR software cu module Igor Pro dedicate SPM. Dimensiuni probe: $Ø_{max}$ = 2 cm, h = 0.7 cm.



Cantileverul cu acul AFM în dispozitivul de instalare (Cypher S, Asylum Research — Oxford Instruments)

Microscopul AFM Cypher S (Asylum Research — Oxford Instruments)

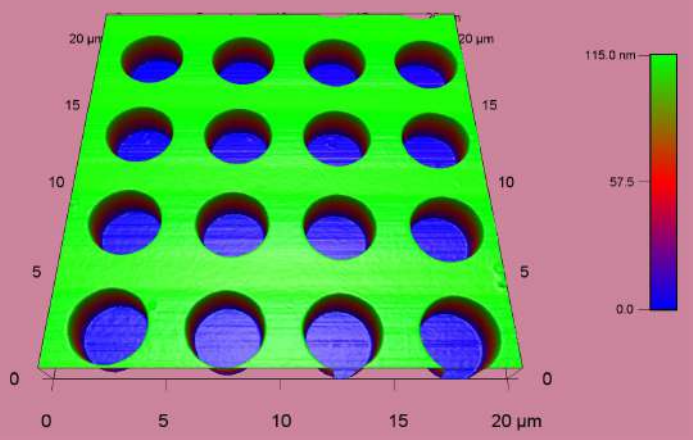


APLICAȚII UZUALE – EXEMPLE:

Microscopia AFM este utilizată pentru suprafețe dure sau moi, conductoare, semiconductoare sau izolatoare.

Nanotehnologie (nanomateriale).

Microscoapele de forță atomică sunt instrumente esențiale pentru nanotehnologie în controlul proceselor de nanofabricație care implică vizualizarea și măsurarea cu rezoluție înaltă a nanostructurilor: nanoparticule, nanotuburi, suprafețe patternate, (meta)materiale, materiale compozite, polimeri, filme subțiri, ADN etc.

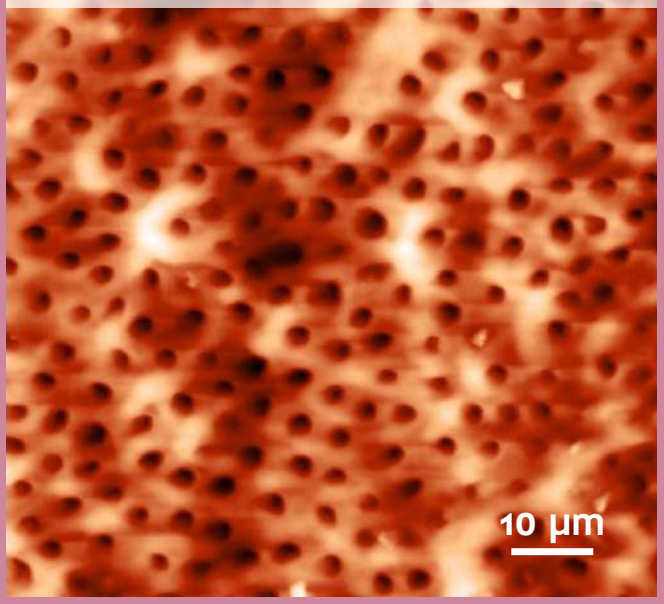


Substrat de siliciu patternat

Biomateriale sintetice.

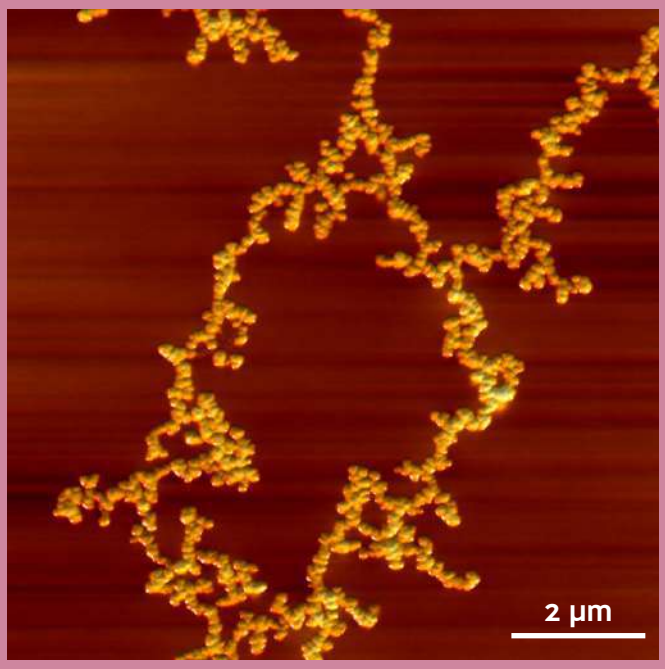
Materialele sintetice aflate în contact cu țesuturile vii, materialele de obturație, sigilanții endodontici, implantele și dispozitivele medicale au o suprafață în contact direct cu țesuturi din organism. Rugozitatea suprafeței materialelor stomatologice de obturație influențează adeziunea la pereții dentari, iar porozitatea lor poate influența colorarea și solubilitatea în fluidele tisulare. Pe de altă parte, acceptarea și regenerarea țesutului în care este plasat un implant sunt influențate de caracteristicile suprafeței. AFM permite evaluarea suprafețelor implantelor și controlul proceselor de la interfața cu lichide biologice sau țesuturi.

Imagine de topografie AFM a unui material de obturație



Nanoparticule.

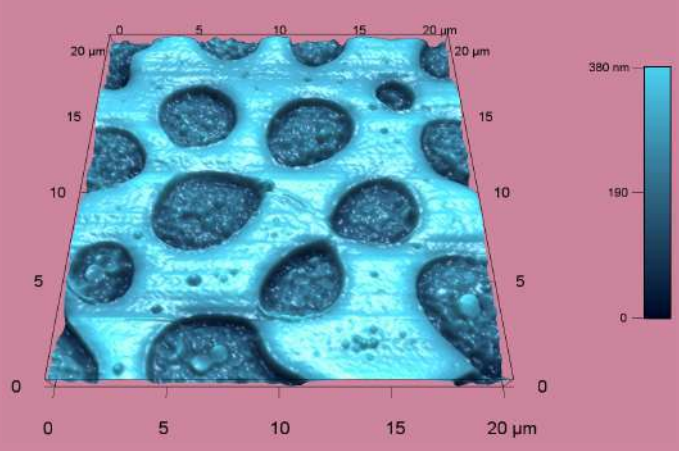
Caracterizarea dimensională a nanoparticulelor prin AFM prezintă unele avantaje comparativ cu alte tehnici (microscopie optică, microscopie electronică, DLS), oferă date statistice ale distribuției și evaluarea numerică a dimensiunii nanoparticulelor. Pot fi identificate și caracterizate geometrii variabile ale nanoparticulelor (nanosfere, forme poligonale, fractali, clusteri). Valorile calculate direct din datele de topografie AFM permit evaluarea procentuală a creșterii suprafeței prin prezența nanoparticulelor pe substrat.



Nanoparticule de Au coloidal funcționalizate cu cistină, nanostructurate în fire

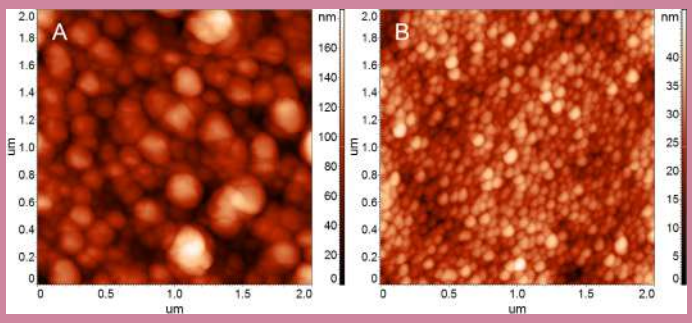
Polimeri.

Materialele polimerice compozite pot manifesta domenii la nanoscală (*block copolymers*) ce influențează proprietățile mecanice ale materialului în volum. În unele cazuri, anumite materiale sunt adăugate polimerilor tocmai pentru a le modifica proprietățile mecanice (pentru a le crește sau micșora elasticitatea). Prin AFM pot fi evidențiate eventualele heterogenități dintr-un material polimeric și domeniile în care acestea sunt prezente în diferite părți ale probei investigate.



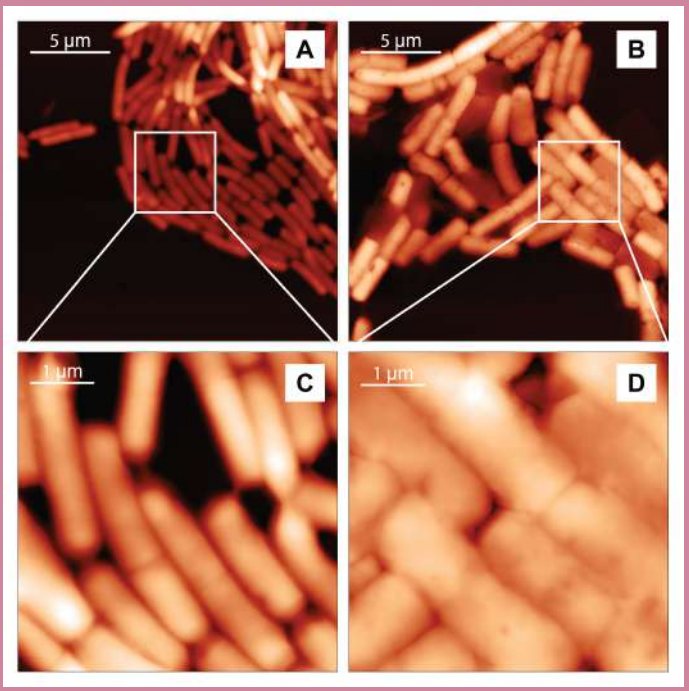
Imagine topografică AFM a unui amestec de polimeri policarbonat-poli(e-caprolactonă) (PC-PCL)

Senzori electrochimici. Microscopia AFM a fost aplicată cu succes la INCDTIM în caracterizarea 3D a senzorilor electrochimici pentru detecția selectivă ultrasensibilă a diferitelor substanțe prezente în probe fluide sau la caracterizarea aptasenzorilor cu aplicații în detectarea timpurie a cancerului. Microscopia AFM permite caracterizarea morfologică și topografică a suprafeței nanostructurate a electrozilor înainte și după fiecare etapă de fabricație. Sensibilitatea crescută a senzorilor modificați comparativ cu cea a senzorilor nemodificați este influențată și de creșterea ariei suprafeței prin depunerea nanoparticulelor.



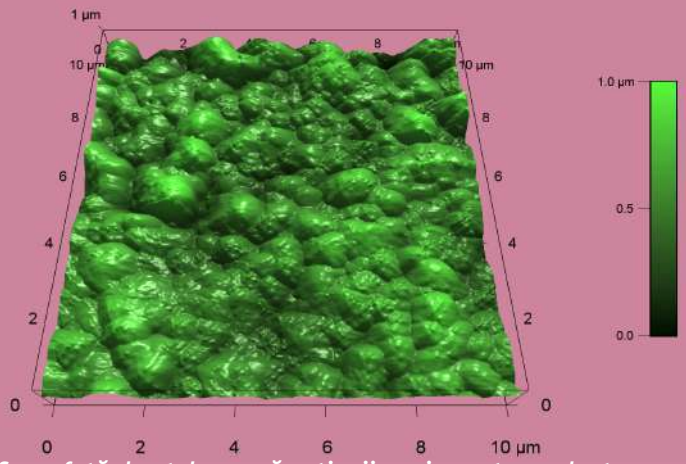
Imagine AFM a unui senzor electrochimic modificat cu nanoparticule de polipirol PPyNPs (stânga) și AuNPs@PPy (dreapta) testat cu succes în probe reale de ser

Celule, bacterii. Microscopia AFM este aplicată frecvent pentru examinarea bacteriilor. Spre deosebire de microscopia electronică care dă o idee generală despre morfologia celulară printr-o proiecție bidimensională și permite evaluarea populațiilor de bacterii, AFM este mai puțin rapidă și mai puțin eficientă în evaluarea cantitativă a populațiilor, însă permite investigația mult mai detaliată, la scală nano, a morfologiei suprafețelor celulare moi (celule, bacterii). În plus pot fi apreciate efectele de aglomerare și/sau aderare a bacteriilor la suprafețe.



Bacterii. Imagini AFM topografice ale Lactobacillus casei (stânga) și Listeria monocytogenes (dreapta)

Coroziune. Prin AFM pot fi investigate modificările suprafeței probelor expuse la acțiunea agenților corozivi și poate fi apreciată eficiența diferiților agenți de protecție la coroziune. Modificările suprafeței în sensul creșterii sau micșorării rugozității sunt evidențiate rapid și sunt furnizate valorile numerice ale parametrilor de rugozitate.



Suprafață de oțel expusă acțiunii unui agent corodant

AVANTAJE

- Poate fi analizată suprafața oricărui tip de material, moale sau dur, conductor, semiconductor sau izolator, singurele cerințe sunt legate de dimensiunea eșantionului de analizat ($Ø_{max}$ probă 2 cm, h_{max} = 0.7 cm) și rugozitatea suprafeței probei (h_{max} 5 µm) (privită cu ochiul liber, proba apare netedă).
- Complementar altor tehnici de imagistică, cum este microscopia electronică care furnizează imagini cu rezoluție înaltă însă oferă o imagine 2D a probelor analizate, microscopia AFM oferă în plus o imagine topografică 3D a suprafețelor.

COSTURI ESTIMATIVE

Costul total al caracterizării suprafeței prin AFM implică timpul de utilizare a aparatului, manoperă și consumabile, operațiunile de preparare a probelor, procesarea datelor, analiza rezultatelor și elaborarea raportului de analiză. Costul total al serviciilor CDI bazate pe microscopia AFM depinde de complexitatea probelor și implică:

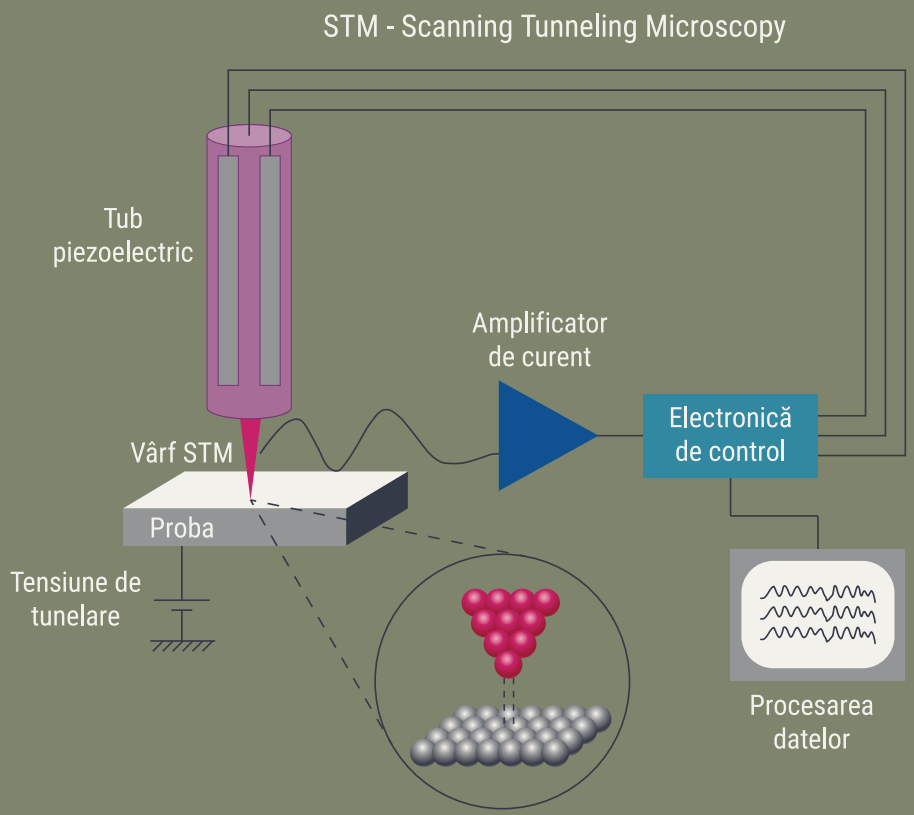
- ✓ efectuarea de teste preliminare
- ✓ efectuarea de analize complexe
- ✓ rezultate: imagini topografice pentru arii maxime de 30 × 30 µm², evidențierea morfologiei suprafeței până la scară nanometrică, evaluarea rugozității, profile ale secțiunilor, analize comparative pentru eșantioane supuse unor procese diferite etc.

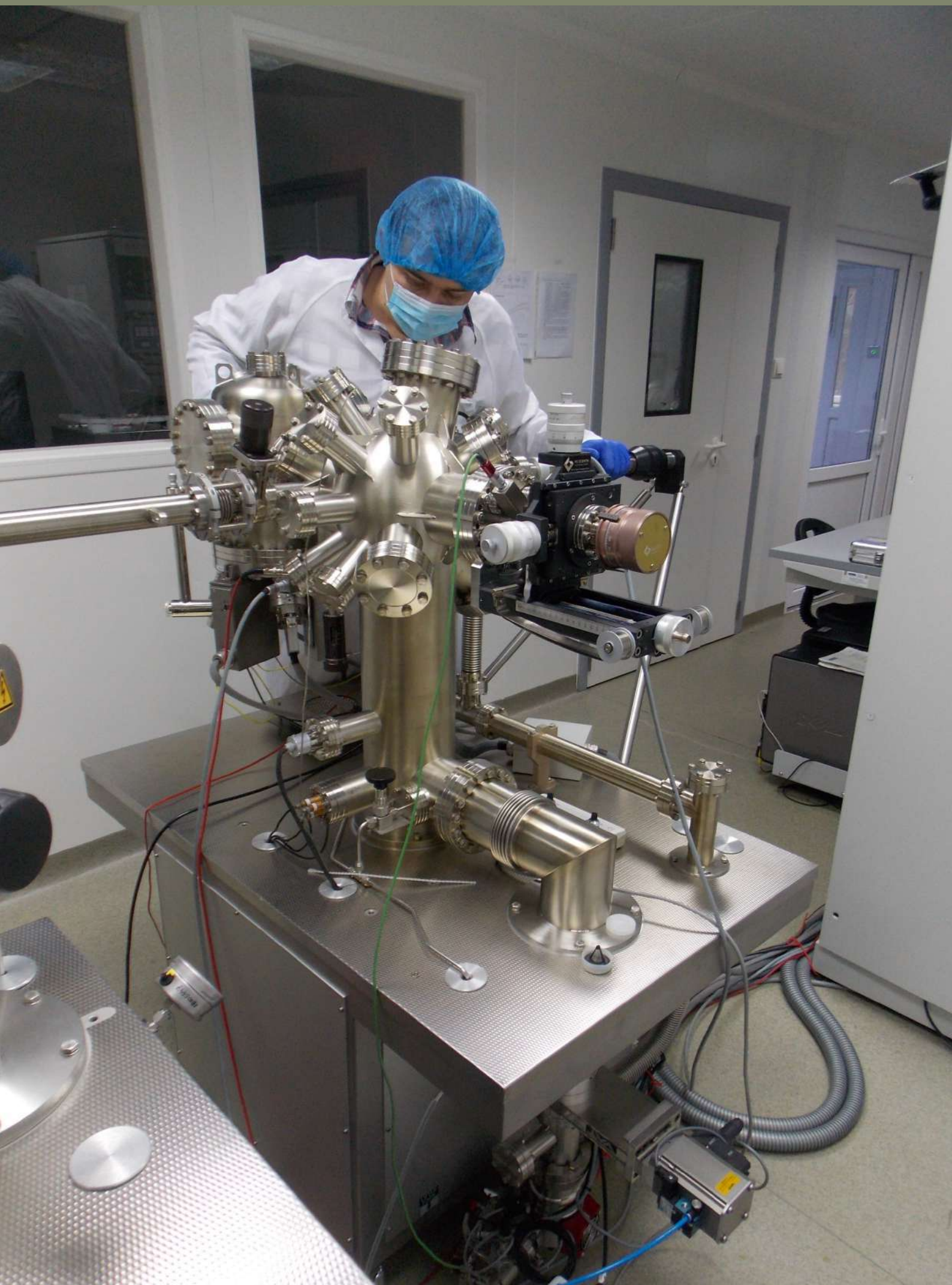
CONTACT

Dr. Diana BOGDAN
Cercetător consacrat R3 – CS II
Departamentul Tehnologii Izotopice și Moleculare – TIM, B2.13
(+4)0264-584037, int 196
diana.bogdan@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro

08.

MICROSCOPIE DE SCANARE ÎN VID ULTRAÎNALT





MICROSCOPIE DE SCANARE ÎN VID ULTRAÎNALT

Cuvinte cheie: *microscopie de scanare, STM, AFM contact, AFM non-contact, vid ultraînalt*

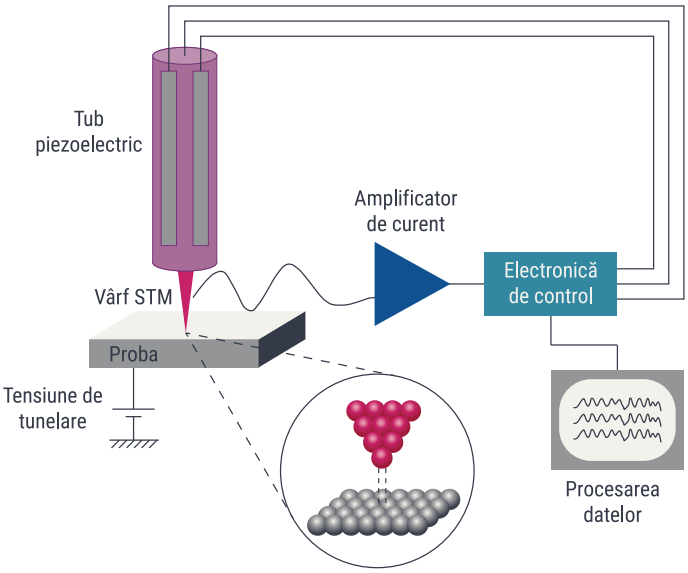
DESCRIERE

Microscopia de scanare, de tip AFM și STM, este o tehnică de cartografiere la scară nanometrică a proprietăților fizico-chimice ale suprafeței unui material, cum ar fi relieful, conductivitatea electrică, modulul de elasticitate, magnetizarea, compoziția chimică, obținându-se astfel o imagine a modului în care sunt distribuite aceste proprietăți pe suprafața probei studiate.

În funcție de proprietățile fizice sau chimice care sunt cartografiate, microscopia de scanare poate fi de mai multe feluri. Două tehnici importante ale microscopiei de scanare sunt microscopia de scanare de tip STM (*Scanning Tunneling Microscopy*) și microscopia de scanare de tip AFM (*Atomic Force Microscopy*). Fiecare dintre acestea prezintă diferite versiuni de funcționalitate, și există chiar o tehnică de scanare ce îmbină tehnica STM cu cea AFM și care poartă denumirea de Qplus.

Microscopia de scanare de tip AFM oferă o rezoluție ce poate coborî până sub nivelul unui nanometru și, în funcție de versiunea specifică folosită, poate înregistra fie topografia suprafeței probei de studiat, fie poate cartografia anumite proprietăți mecanice ale suprafeței în cauză (elasticitate, duritate, coeficient de frecare).

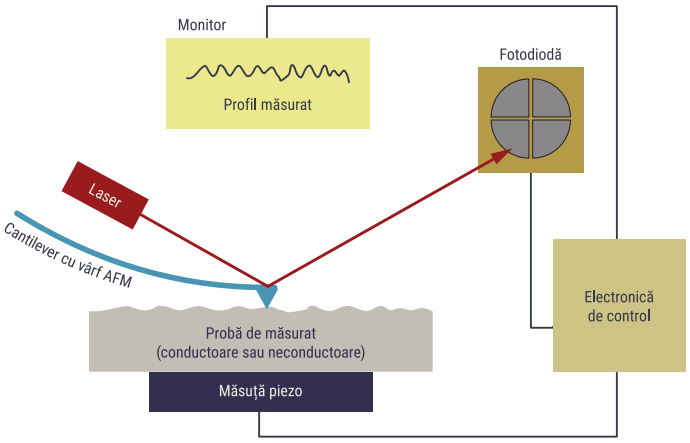
Tehnica STM - Scanning Tunneling Microscopy



Principiul de funcționare al tehnicii AFM se bazează pe interacțiunea fizică, de natură mecanică, dintre un vârf AFM, foarte ascuțit, confecționat din siliciu sau nitrură de siliciu, și suprafața probei de studiat, vârful având o rază de curbură de câțiva nanometri. Vârful AFM este fixat la capătul unui cantilever. Există trei versiuni principale ale tehnicii AFM: AFM contact, AFM noncontact, AFM *tapping mode*.

În modul **AFM contact**, cantileverul presează, prin intermediul vârfului AFM, suprafața de studiat. Pe măsură ce vârful AFM va scana suprafața probei, proba va fi deplasată și pe verticală, pentru a menține constantă poziția spotului razei laser care se reflectă pe capătul cantileverului. Acest lucru înseamnă că forța de apăsare a vârfului AFM pe suprafață va fi constantă, astfel topografia probei va fi înregistrată sub forma unei multitudini de profile liniare ce vor forma o imagine tridimensională.

Tehnica AFM - Atomic Force Microscopy



În modul **AFM noncontact**, cantileverul este pus într-o stare de vibrație în imediata vecinătate a frecvenței sale de rezonanță. Vârful AFM pe măsură ce este adus în vecinătatea suprafeței de scanat, va simți o interacțiune cu suprafața probei, fapt ce va duce la modificarea frecvenței de rezonanță a cantileverului. Astfel va apărea o diferență între frecvența de excitație a cantileverului și frecvența de rezonanță a acestuia, iar daca această diferență este menținută constantă în timpul scanării, înseamnă că interacțiunea dintre vârf și suprafață este constantă, ceea ce înseamnă că vârful AFM va scana în mod fidel relieful suprafeței.

Multitudinea de profile liniare de scanare astfel înregistrate vor forma o imagine tridimensională a topografiei investigate. Modul AFM noncontact este folosit atunci când există o forță de adeziune între vârful AFM și suprafața de studiat, ceea ce ar face dificilă scanarea în modul AFM contact datorită forțelor mari de frecare dintre vârf și probă. Amplitudinea de oscilație a vârfului AFM în modul noncontact are valori tipice de câțiva nanometri (< 10 nm) și poate coborî până la câțiva picometri, rezoluția oferită fiind cu atât mai bună cu cât amplitudinea de oscilație este mai mică.

Modul **AFM *tapping*** este similar modului AFM noncontact dar amplitudinea de oscilație a vârfului AFM este substanțial mai mare, aproximativ 200 nm. De asemenea, vârful AFM va avea contact cu suprafața scanată la fiecare oscilație, în poziția de elongație negativă minimă. Această tehnică AFM este potrivită pentru acele probe care nu pot fi scanate prin metoda AFM contact și care prezintă o topografie cu variații mari pe verticală la o pantă de înclinare ridicată.

Principiul de funcționare al **microscopiei de scanare prin efect tunel STM** se bazează pe fenomenul cuantic în care proprietățile de undă ale electronilor le permit să tuneleze dincolo de suprafața unui solid în regiuni ale spațiului care le sunt interzise conform regulilor fizicii clasice. Vârful ascuțit al unui ac de wolfram este poziționat la câțiva ângströmi de suprafața probei, iar o mică tensiune aplicată între vârf și suprafață provoacă tunelarea electronilor. Pe măsură ce vârful de wolfram scanează suprafața, acesta înregistrează variații ale curentului de tunelare, iar aceste informații pot fi procesate pentru a oferi o imagine topografică a suprafeței. Imaginile topografice ale suprafeței sunt colectate într-unul din cele două moduri: în **modul înălțime constantă**, în care modificările curentului de tunelare sunt mapate direct, în timp ce în **modul curent constant** este înregistrată tensiunea care controlează înălțimea vârfului, iar curentul de tunelare este menținut la un nivel prestabilit.

APLICAȚII

Domenii de aplicabilitate: cercetare-dezvoltare în electronică, biologie, medicină, știința materialelor

Sisteme:

Microscopia de scanare în vid ultraînalt este folosită în principal pentru probe care au fost fabricate în astfel de condiții, evitând scoaterea lor în atmosferă ambiantă pentru a nu fi contaminate. De asemenea, pot exista și situații când proba de interes a fost fabricată în atmosferă ambiantă și, pentru măsurătorile de microscopie, trebuie introdusă în instalația de vid ultraînalt pentru a beneficia de un proces preliminar de decontaminare a suprafeței prin degazare termică.

Industrii:

Microscopia de scanare STM și AFM permite verificarea atingerii calității necesare a suprafețelor, din punct de vedere al topografiei corelată cu proprietățile fizico-chimice, pentru dispozitivele care găsesc aplicații în industria microelectronică și optoelectronică.

INFRASTRUCTURA

Departamentul de Fizică Moleculară și Biomoleculară dispune de o instalație modernă de microscopie de scanare STM și AFM (Omicron, Germania).

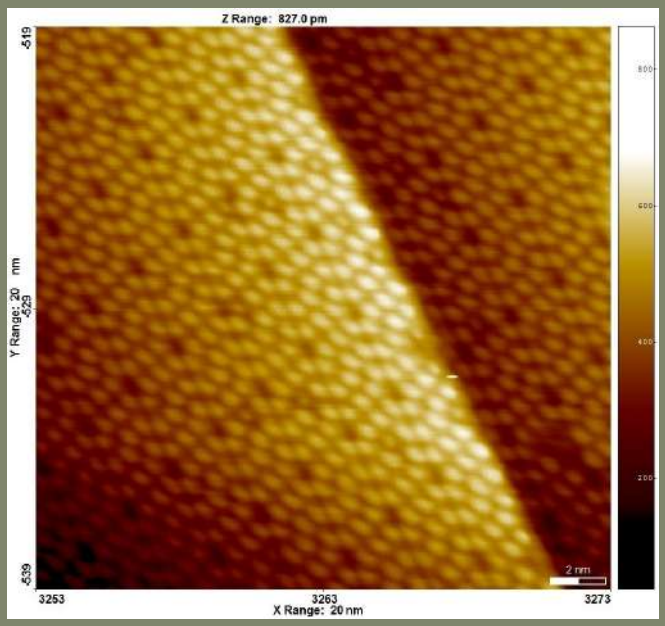
Instalația dispune de o incintă de vid ultraînalt la un nivel de 10^{-10} mbar, asigurat de un sistem de pompe care include o pompă turbo-moleculară, o pompă ionică și o pompă de sublimare cu titan.

Instalația SPM în vid ultraînalt și temperaturi joase

APLICAȚII UZUALE – EXEMPLE:

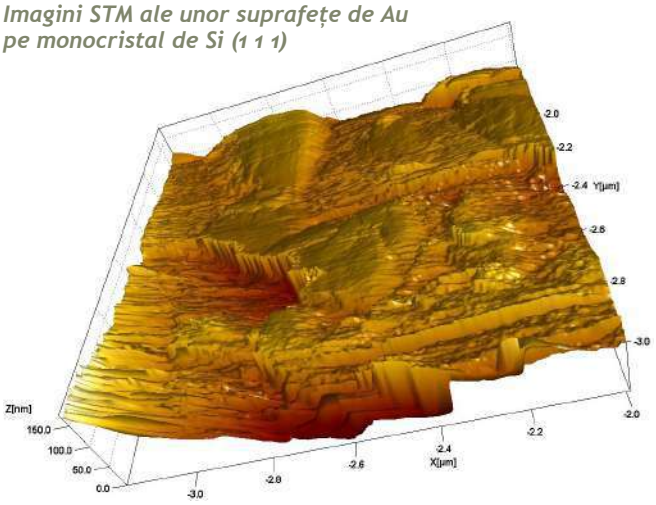
Nanoștiință și nanotehnologie. Microscopia SPM este o tehnică de reprezentare vizuală, fiind o metodă esențială în caracterizarea materialelor, în special a materialelor nanostructurate precum filmele subțiri depuse prin tehnici avansate, de ultimă generație. Procesele de nanofabricație pot fi optimizate prin caracterizarea topografică la nivel atomic atât prin STM, cât și prin AFM. Astfel, microscopia STM este utilizată pentru caracterizarea și vizualizarea suprafețelor conductoare sau semiconductoare.

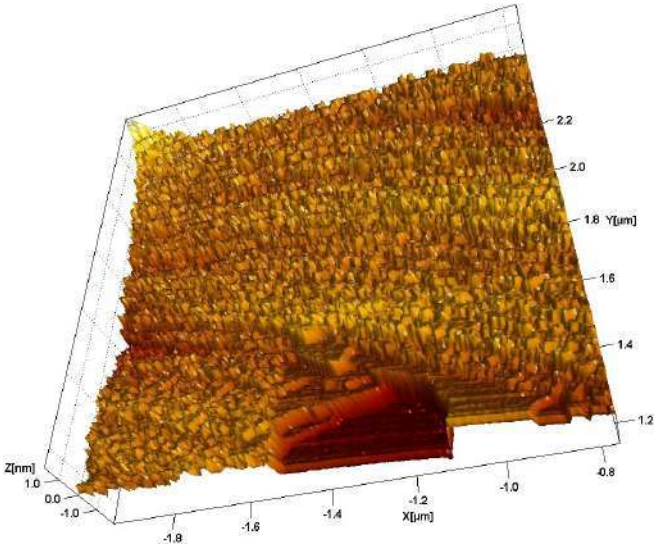
Suprafețe metalice ultraplate. Microscopia STM a fost aplicată cu succes la INCDTIM în caracterizarea 2D și 3D a suprafețelor metalice ultraplate fabricate prin tehnici de depunere în condiții de puritate ultraînaltă. Pentru filmele de aur depuse pe substrat de Si (1 1 1) au putut fi optimizați parametrii de fabricație prin caracterizarea topografică a suprafețelor nanostructurate ale filmelor odată cu variația temperaturii substratului în timpul depunerii. Mai mult, tehnica permite identificarea și caracterizarea modurilor de creștere ale filmelor de aur – creștere insulară sau strat cu strat – pe substrat.

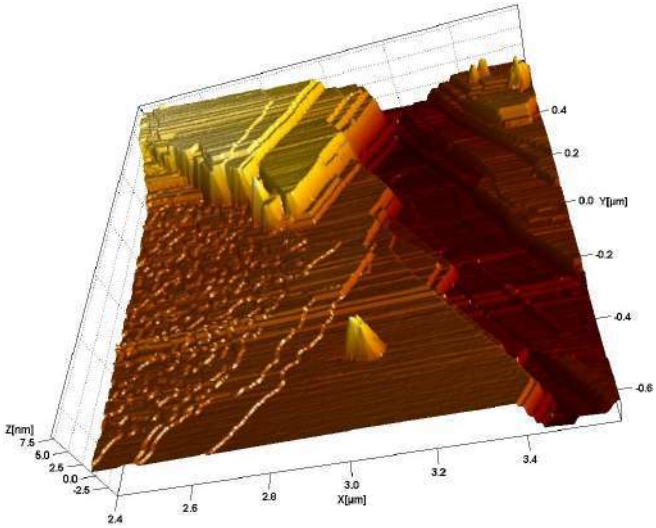


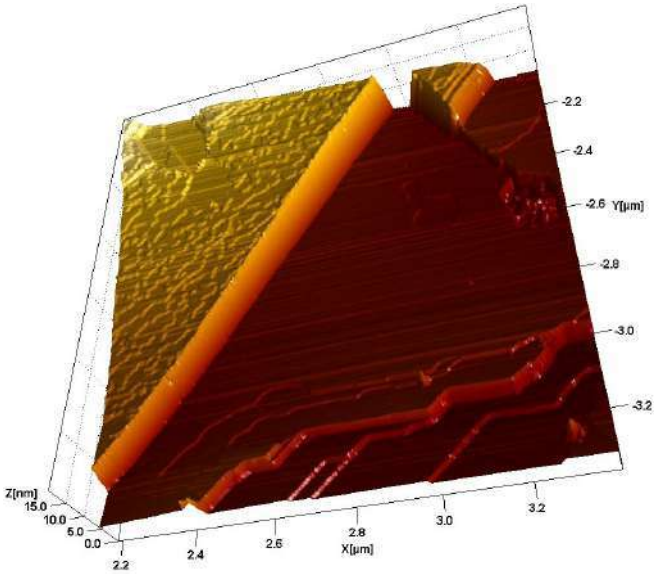
Imaginea STM a suprafeței unui monocristal de Si (1 1 1) reconstruit 7 × 7 în care se poate observa rezoluția atomică

Imagini STM ale unor suprafețe de Au pe monocristal de Si (1 1 1)



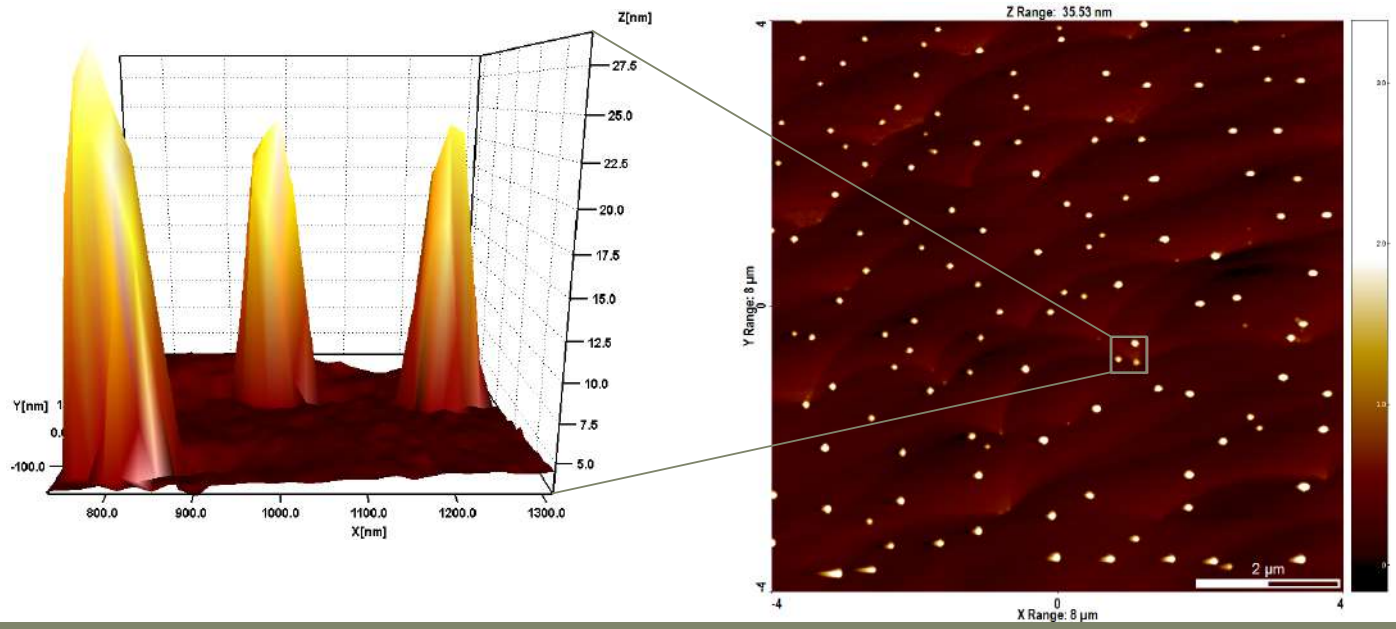






Nanoobiecte pe suprafețe semiconductoare. Microscopia STM este aplicată frecvent pentru examinarea nanoobiectelor crescute pe diferite suprafețe metalice și semiconductoare. Grupul nostru de cercetare are experiență în realizarea și caracterizarea proprietăților topografice ale nanoconurilor de Si depuse pe substrate de Si (1 1 1) reconstituit 7 × 7 prin depunere epitaxială cu jet molecular. În funcție de aplicația preconizată, morfologia nanoconurilor de Si fabricate poate fi reglată pentru detectarea optimă a semnalelor foarte slabe, în dezvoltarea senzorilor moleculari și biologici și a dispozitivelor de tip *lab-on-a-chip*.

Substrate SERS pe bază de filme de aur structurate. Din imaginile AFM contact și noncontact ne sunt furnizate detalii morfologice ale structurii insulare a filmului de aur depus, a aceluiași substrat SERS realizat prin depunerea unui film de aur structurat, a cărui eficiență a fost dovedită prin măsurarea unui semnal Raman ridicat în prezența unei molecule de cristal violet. Eficiența este dată tocmai de tipul de structurare insulară a filmului de aur.



Imagini STM ale unor nanoconuri de siliciu depuse pe substrate de Si (1 1 1)

AVANTAJE

- **Rezoluție deosebit de bună:** imaginea obținută poate avea rezoluție de aproximativ 1000 de ori mai bună decât cea caracteristică microscopiei optice, unde fenomenul de difracție a luminii limitează rezoluția la o valoare comparabilă cu lungimea de undă a radiației optice folosite
- **Metodă de nanolitografiere**: microscopia de scanare de tip AFM și STM poate fi folosită, pentru a crea mici structuri pe suprafața probei, fie prin indentarea suprafeței (AFM contact), respectiv prin topirea locală a acesteia (STM)
- **Păstrează puritatea probei:** microscopia de scanare în vid ultraînalt asigură protecția suprafeței studiate împotriva unor potențiali contaminanți care se află în atmosfera mediului ambiant
- **Acces facil la echipamente auxiliare de fabricație:** instalația de microscopie de scanare în vid ultraînalt este cuplată la o instalație de epitaxie moleculară cu facilități de tratare a probei în jet de ioni de argon și cu facilități de acoperire a probei cu un strat subțire protector, dintr-un material potrivit ales.

COSTURI ESTIMATIVE

Costurile pentru măsurarea unei probe prin microscopie de scanare în vid ultraînalt depind de caracteristicile specifice ale măsurătorii cerute.

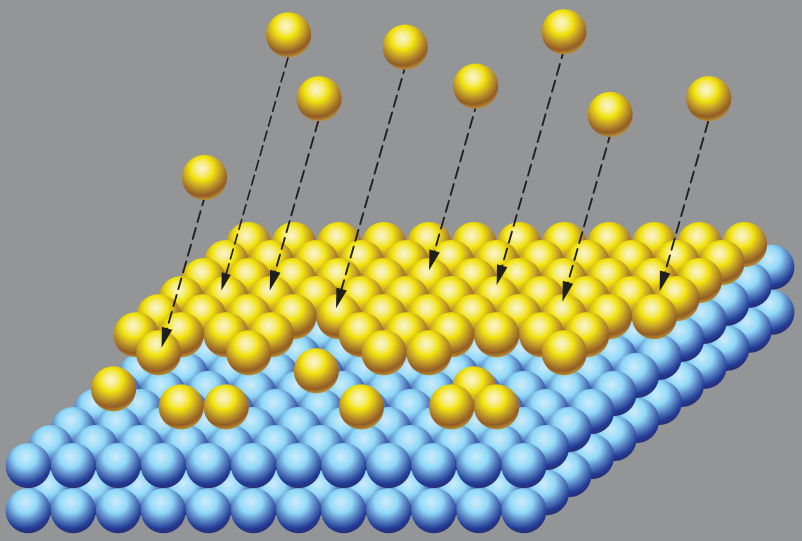
CONTACT

Dr. Sorin Daniel MARCONI
Cercetător consacrat R3 – CS II
Departamentul Tehnologii Izotopice și Moleculare – TIM, B1.05
(+4)0264-584037, int 217
daniel.marconi@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro

Dr. Radu Tiberiu BRĂTFĂLEAN
Cercetător consacrat R3 – CS II
Departamentul Tehnologii Izotopice și Moleculare – TIM, B2.13
(+4)0264-584037, int 196
radu.bratfalean@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro

09.

DEPUNERE DE FILME EPITAXIALE ÎN VID ULTRAÎNALT



Vedere a instalației MBE dinspre partea opusă a instalației SPM (instalația SPM este în spatele instalației MBE)

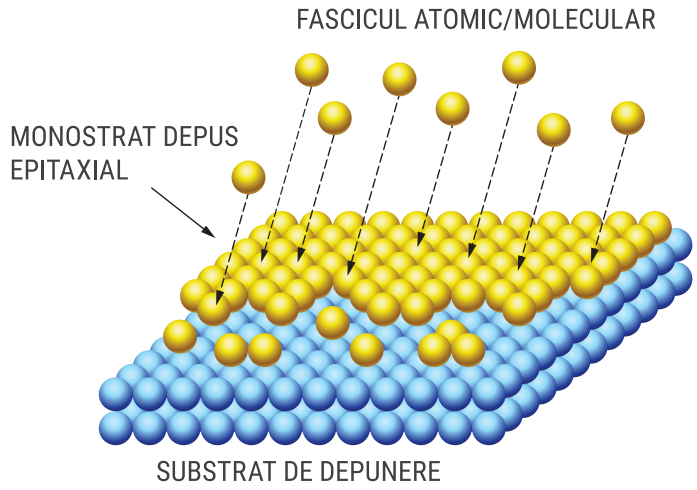
DEPUNERE DE FILME EPITAXIALE ÎN VID ULTRAÎNALT

Cuvinte cheie: *evaporare în vid ultraînalt, depuneri de filme subțiri, filme cristaline, epitaxie moleculară*

DESCRIERE

Depunerea de filme epitaxiale în vid ultraînalt prin tehnica **MBE** (***Molecular Beam Epitaxy***) este o tehnologie de fabricație prin care se poate crește un film, dintr-un material de interes, pe un substrat de depunere. Substratul este ales atât pentru a favoriza obținerea unei structuri monocristaline a filmului, cât și pentru a asigura aderența necesară acestuia.

Depunerea filmului se realizează prin trimiterea unui fascicul de atomi/molecule pe substrat. Acest fascicul se obține prin evaporarea termică a materialului de interes, într-un creuzet prevăzut cu încălzire electrică, asigurându-se în acest fel o direcționalitate bine definită a fasciculului pe substratul de depunere. Procesul de depunere are loc în condiții de vid ultraînalt, la presiuni de ordinul a 10^{-10} mbar, cu scopul de a obține o puritate deosebită a materialului în filmul depus.



Procesul de depunere epitaxială, la nivel atomic, în instalația de MBE

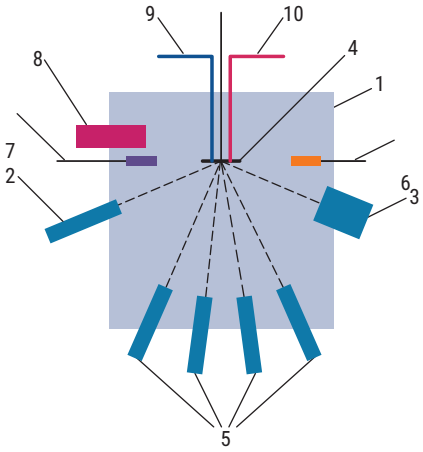
Instalația MBE și instalația SPM (plan apropiat), care este cuplată cu instalația MBE printr-un "transfer arm"

APLICAȚII

Domenii de aplicabilitate: cercetare-dezvoltare, electronică, optoelectronică, nanotehnologii

Sisteme: materialele ce se pot depune prin această tehnică sunt metale, semiconductori, și orice alte materiale anorganice și organice în stare solidă ce prezintă o rată de evaporare suficient de mare până la temperatura maximă de încălzire de aproximativ 1450°C

Industrii: dispozitive semiconductoare, telecomunicații, senzori, laseri



1 - peretele incintei
2 - tun RHEED
3 - ecran Rheed
4 - suportul probei
5 - celule de efuzie
6 - monitor de flux molecular
7 - balanță de cuarț
8- tun de ioni de argon
9 - intrare vapori de azot lichid
10 - ieșire vapori de azot lichid

Schema de principiu a instalației MBE

INFRASTRUCTURA

Institutul dispune de o instalație modernă de epitaxie moleculară Omicron (Germania). Principalele caracteristici tehnice ale instalației sunt următoarele:

1. Incintă de vid-ultraînalt, la un nivel de 10^{-10} mbar, asigurat de un sistem de pompe care include o pompă turbomoleculară, o pompă ionică și o pompă de sublimare cu titan
2. Instalația este dotată cu patru celule de evaporare din care se pot evapora, simultan sau secvențial, diferite materiale prin încălzire până la temperaturi de 1450°C
3. Tun de electroni pentru monitorizarea, în timp real, a stării de cristalinitate a filmului depus
4. Monitor al presiunii fasciculul atomic/molecular pentru controlul ratei de depunere a materialului pe substrat
5. Balanță de cuarț pentru monitorizarea grosimii filmului depus pe substrat
6. Temperatură controlabilă pentru suportul substratului de depunere, între temperatura azotului lichid, -196°C, și 827°C
7. Tun cu ioni de Ar pentru curățarea substratului înainte de depunere sau pentru tratamentul filmului depus.

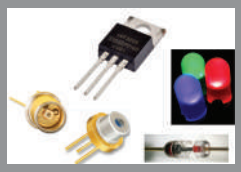
Instalația MBE

APLICAȚII UZUALE – EXEMPLE:

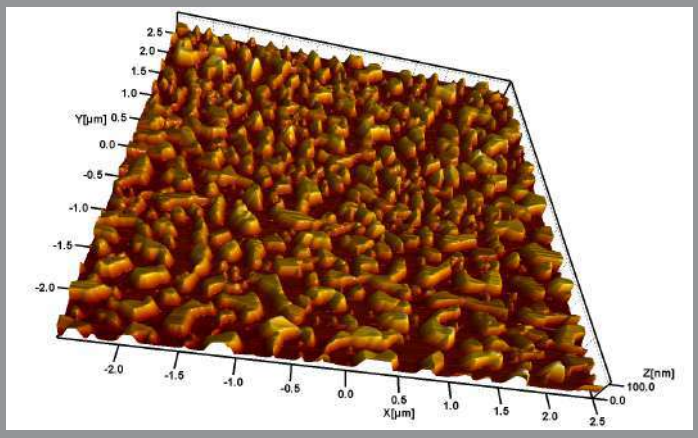
Realizarea de filme metalice, cristaline, cu structură insulară, pentru dispozitive plasmonice. Astfel de filme metalice se pot realiza pentru a fi folosite ca substrate în tehnica de detecție spectroscopică de tip SERS (*Surface Enhanced Raman Spectroscopy).* Aceasta este o alternativă modernă la tehnica Raman care oferă o sensibilitate crescută față de varianta clasică. De aceea, ea este deosebit de utilă atât pentru detecția prezenței unor substanțe chimice, chiar și la concentrații foarte mici, cât și la detecția unor microorganisme.

Grupul nostru de cercetare are experiență în realizarea de substrate SERS prin tehnica MBE. O realizare recentă este un film din aur cristalin, cu structură insulară, prezentat în figurile de mai jos. Acesta și-a dovedit utilitatea ca substrat de detecție SERS, oferind o eficiență cu 30% mai mare comparativ cu o probă comercială, în raport cu analitul Raman Cristal Violet.

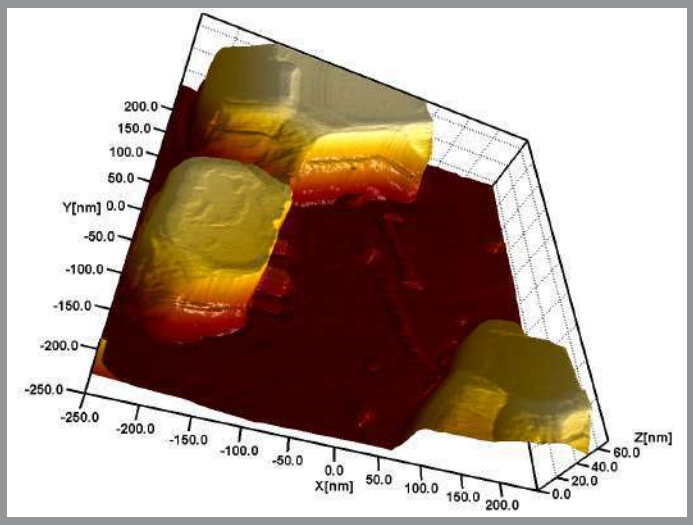
Straturi subțiri conductoare și semiconductoare pentru componente și dispozitive electronice și optoelectronice. Astfel de structuri de straturi subțiri conductoare și semiconductoare sunt folosite pentru realizarea noii generații de componente și dispozitive electronice și optoelectronice, precum microprocesoare, circuite integrate, diode, tranzistori, diode laser, LED-uri. O gamă variată de astfel de produse sunt comercializate la nivel mondial de companii de notorietate, precum INTEL, AMD, IPG Photonics, Hamamatsu și altele.



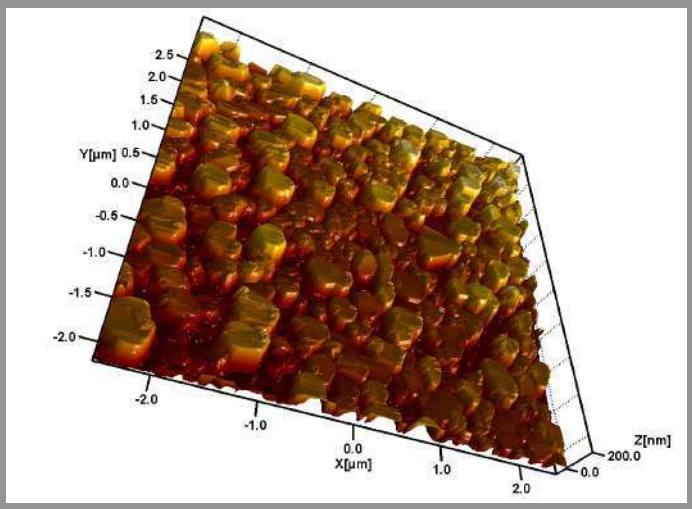
Componente și dispozitive electronice și optoelectronice



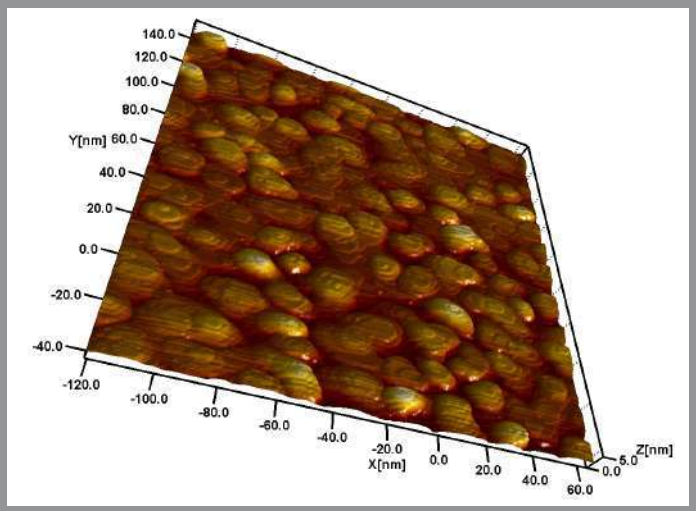
Imagine AFM în mod contact a unui film de Au cristalin cu structură insulară (2.5 µm x 2.5 µm)



Imagine AFM în mod contact a filmului metalic cristalin cu structură insulară din imaginea alăturată (detaliu 200 nm x 200 nm)



Imagine AFM în mod contact a unui strat de Au care a fost depus în MBE pe un suport de mică, substrat care a fost supus anterior unui tratament cu jet de ioni de Ar cu scopul decontaminării



Imagine STM a unei depuneri de Au pe Si. În momentul depunerii, substratul de siliciu a fost menținut la o temperatură criogenică, apropiată de cea a azotului lichid

AVANTAJE

- **Diagnoză la fiecare etapă de fabricație.** Instalația de epitaxie moleculară este cuplată la o altă instalație de vid ultraînalt ce are facilități de microscopie de scanare de tip AFM și STM. Acest lucru permite atât caracterizarea topografiei substratului, cât și topografia filmelor depuse, imediat după realizarea acestora, fără ca proba să părăsească mediul de vid ultraînalt
- **Controlul temperaturii substratului.** Acest lucru permite asigurarea temperaturii necesare substratului în timpul depunerii, și efectuarea de tratamente termice asupra probei. Aceste tratamente termice se pot realiza atât anterior depunerii, pentru degazarea și curățarea pirolitică a substratului, cât și ulterior depunerii, de exemplu în vederea obținerii unor efecte dorite de micro-/nanostructurare a filmelor depuse
- **Tratament cu ioni de argon.** Echiparea instalației de epitaxie moleculară cu tunul de ioni de argon permite o curățare mai agresivă a substratului de depunere. Acest lucru este necesar atunci când există contaminanți care sunt puternic legați de substratul de depunere și care nu au putut fi îndepărtați prin metoda tradițională de sonicare în diverși solvenți chimici.

COSTURI ESTIMATIVE

Prețul pentru realizarea unei depuneri de strat subțire epitaxial va fi considerat în funcție de complexitatea procesului de fabricație dorit. Factorii care influențează prețul unui proces de depunere de straturi subțiri epitaxale sunt următorii:

1. Costul materialului/materialelor de interes
2. Complexitatea proceselor de curățare și de tratament ale substratului de depunere, ce are loc înaintea de depunerea filmului de interes, dacă acest lucru este necesar
3. Numărul și grosimea straturilor care se doresc a fi depuse
4. Temperatura la care se menține substratul de depunere în timpul depunerii – o temperatură criogenică implică costuri suplimentare
5. Tratamente termice post-depunere
6. Imagistica topografiei stratului/straturilor depuse, prin microscopie de forță atomică sau prin microscopie de tunelare
7. Manopera, care include cheltuielile de personal și pe cele asociate cu operațiunile de preparare a probei și de imagistică a acesteia.

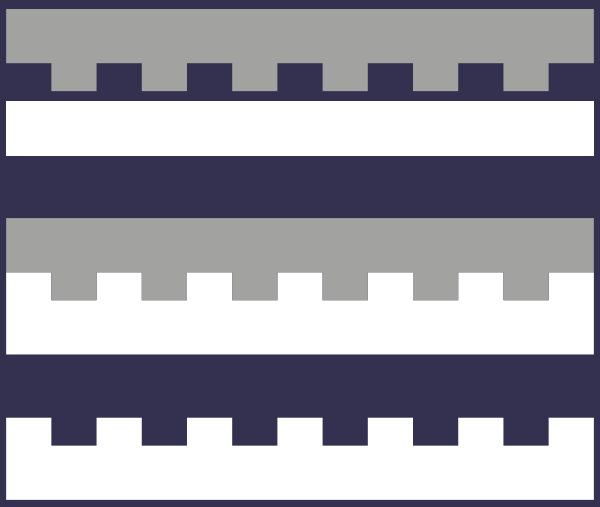
CONTACT

Dr. Radu Tiberiu BRĂTFĂLEAN
Cercetător consacrat R3 – CS II
Departamentul Tehnologii Izotopice și Moleculare – TIM, B2.13
(+4)0264-584037, int 196
radu.bratfalean@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro

Dr. Sorin Daniel MARCONI
Cercetător consacrat R3 – CS II
Departamentul Tehnologii Izotopice și Moleculare – TIM, B1.05
(+4)0264-584037, int 217
daniel.marconi@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro

10.

LITOGRAFIE DE NANOIMPRINT



Eitre® 3

LITOGRAFIE DE NANOIMPRINT

Cuvinte cheie: *litografie de nanoimprint, suprafețe micro/nanostructurate, micro/nanoelectronică, micro/nanoelemente de contrafacere*

DESCRIERE

Litografia de nanoimprint (NIL – *Nanoimprint Lithography*) este o tehnică modernă, de mare rezoluție, cu randament ridicat, pentru fabricarea de suprafețe micro/nanostructurate ordonate, de calitate, cu dimensiuni de până la 10 nm.

Pentru obținerea diferitelor micro/nanostructuri pe suprafețe se utilizează matrițe personalizate, care trebuie în prealabil proiectate și apoi confecționate în mod uzual din materiale rigide (ex. siliciu sau crom).

Micro/Nanostructurile fabricate prin NIL pot fi imprimate pe substrat rigid (siliciu, sticlă) sau pe substrat flexibil (plexiglas, PMMA sau policarbonat).

Imprintarea de micro/nanomodele pe substrat se poate face prin matrițare termică sau prin iradierea cu lumină ultravioletă (UV) în funcție de fotosensibilitatea suprafeței de lucru.

Sistemul de litografie de nanoimprint Eitre®3

APLICAȚII

Domenii de aplicabilitate

Sisteme:

i. ***Celule solare*** pentru fabricarea stratului fotoactiv, controlarea polarizării, a culorii și a înmagazinării de informații pe hard-disk-uri

ii. ***Aplicațiile biologice*** includ domeniul de senzoristică, dispozitive nanofluidice pentru întinderea ADN-ului sau ingineria tisulară

iii. ***Circuite electronice*** avansate integrate în dispozitive de tip smart cu consum redus de electricitate datorită posibilității de micro/nanoimprintare pe suprafețe mari de modele cu dimensiuni de până la 10 nm

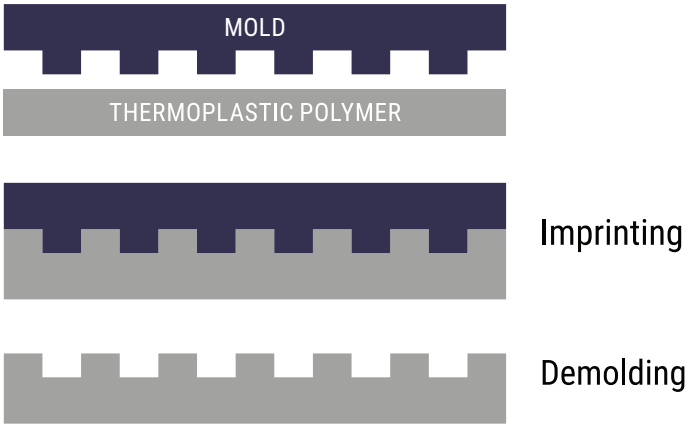
iv. ***Siguranța, autentificarea și trasabilitatea produselor originale***: medicamente, componente sau piese auto, produse alimentare etc.

Industrii: industria circuitelor electronice, industria sistemelor semiconductoare, industria energetică, industria farmaceutică și medicală

INFRASTRUCTURA

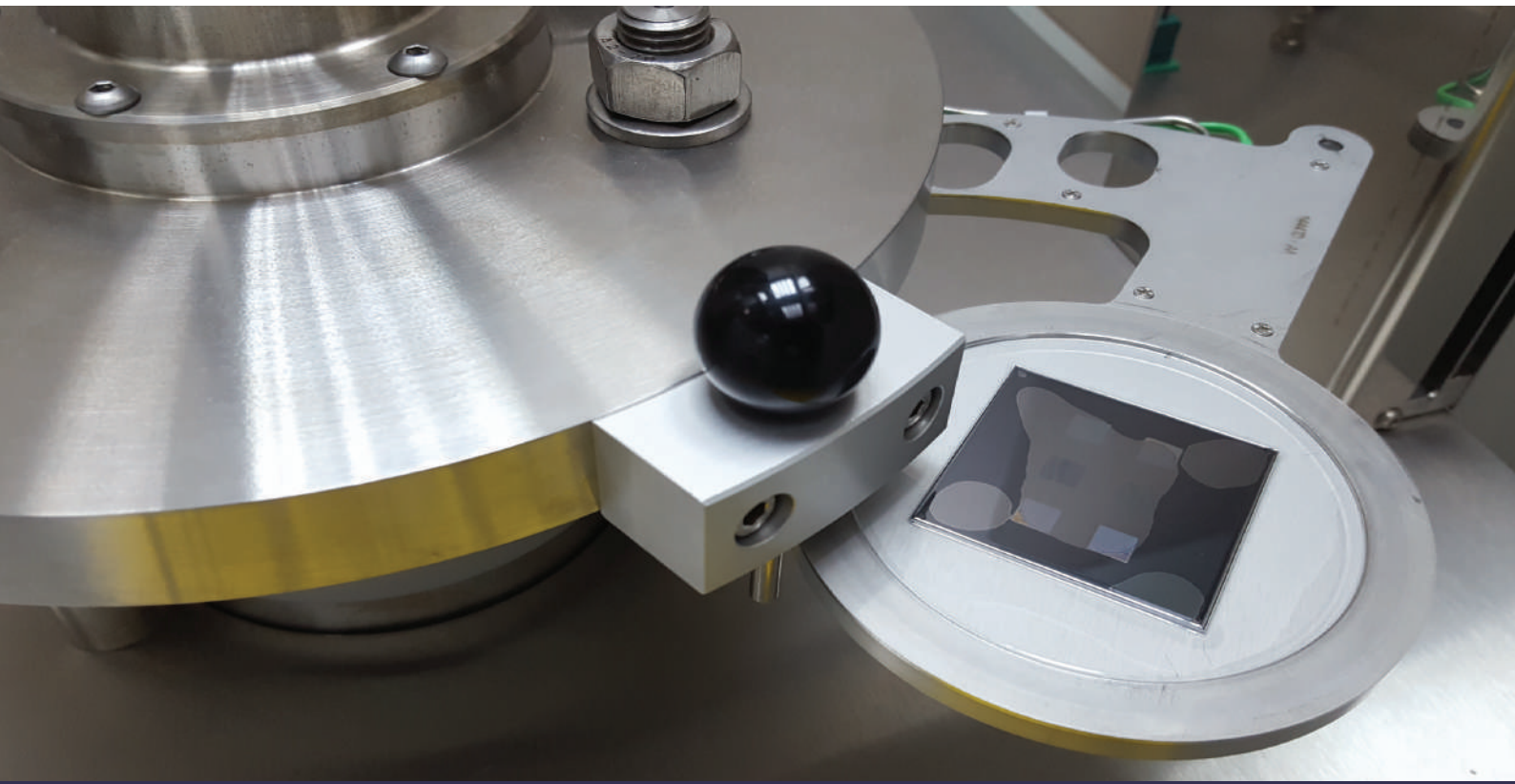
Sistemul NIL Eitre® 3 (Obducat, Suedia), localizat în camera curată ISO-5 de clasă 100 din cadrul Departamentului de Fizică Moleculară și Biomoleculară, permite micro/nanoimprintarea suprafețelor pe o zonă maximă de 77 mm. De asemenea, este capabil de imprintare pe cale termică, prin iradiere cu radiație UV sau imprintare simultană (termic și iradiere cu UV). Presiunea de imprintare rezultă prin comprimarea aerului și atinge o maximă de 70 bar. Temperatura de imprintare poate ajunge până la 200°C.

Modulul UV constă într-o lampă de mercur care emite în intervalul standard de lungimi de undă (250÷400 nm).



Schema de principiu a tehnicii NIL

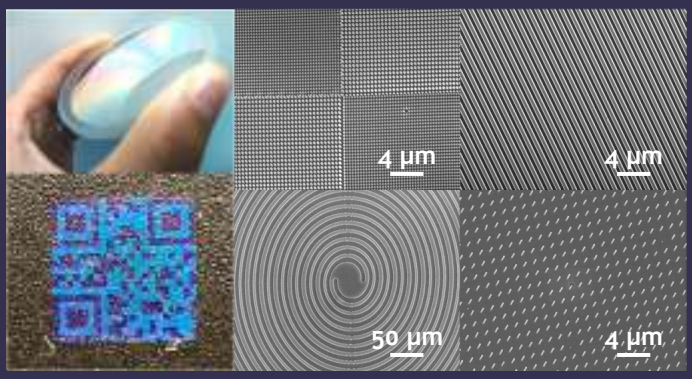
Masa de lucru pentru introducerea matriței și a substratului care urmează a fi imprintat



APLICAȚII UZUALE – EXEMPLE:

Trasabilitatea produselor - elemente de siguranță și contrafacere în industria auto. Colectivul nostru a creat o matriță sub forma unui cod de tipul quick response (QR) format dintr-o rețea de nanopori cu înălțimea de 500 nm cu pasul alternant de 300 nm și 400 nm folosită pentru fabricarea de elemente de siguranță de tipul QR în suprafețe plastice și flexibile decodificate folosind camera foto a telefonului mobil. Prin nanoimprimarea codului QR se aduce un element suplimentar de siguranță datorită specificității și accesibilității acesteia.

Biosenzori și senzori optici. Echipa noastră de cercetare a reușit să fabrice sisteme de canale microfluidice pe substrate flexibile. Acestea urmează a fi înglobate ca și elemente componente în senzori și biosenzori cu aplicații medicale.



***(Stânga)** Exemplu de matriță cu model de CD utilizată pentru fabricarea de suprafețe cu model de tipul punct-linie pentru inmagazinarea de date informatice (sus) și imagine fotografică cu codul QR format dintr-o rețea de nanopori cu înălțimea 500 nm cu pasul alternant de 300 nm și 400 nm (jos). **(Dreapta)** Imagini de microscopie electronică de scanare cu câteva exemple de nano- și microstructuri fabricate prin NIL în substraturi flexibile polimerice în INCDTIM*

AVANTAJE

- Miniaturizarea ansamblurilor și subansamblurilor până la 10 nm comparativ cu tehnologiile clasice
- Precizie extraordinară a detaliilor
- Versatilitatea modelelor și a materialelor
- Simplitatea protocolului de lucru
- Tehnică rapidă pentru replicare de modele micro/nanostructurate pe suprafețe de până la 8 cm

COSTURI ESTIMATIVE

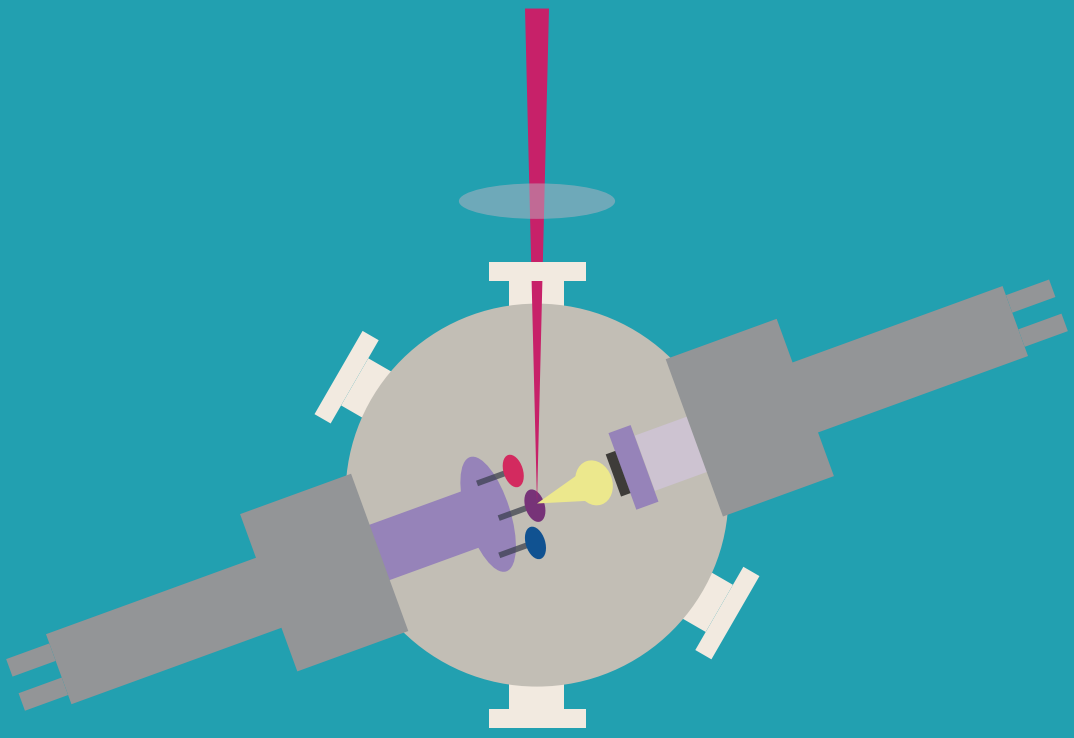
Prețul pentru realizarea unor suprafețe micro/nanostructurate personalizate prin NIL va conține costul necesar confecționării matriței, substratul folosit, timpul de utilizare al aparatului și manopera. Totodată, acesta poate fi stabilit și în funcție de complexitatea modelului de pe matriță și de numărul de replici efectuate cu matrița comandată.

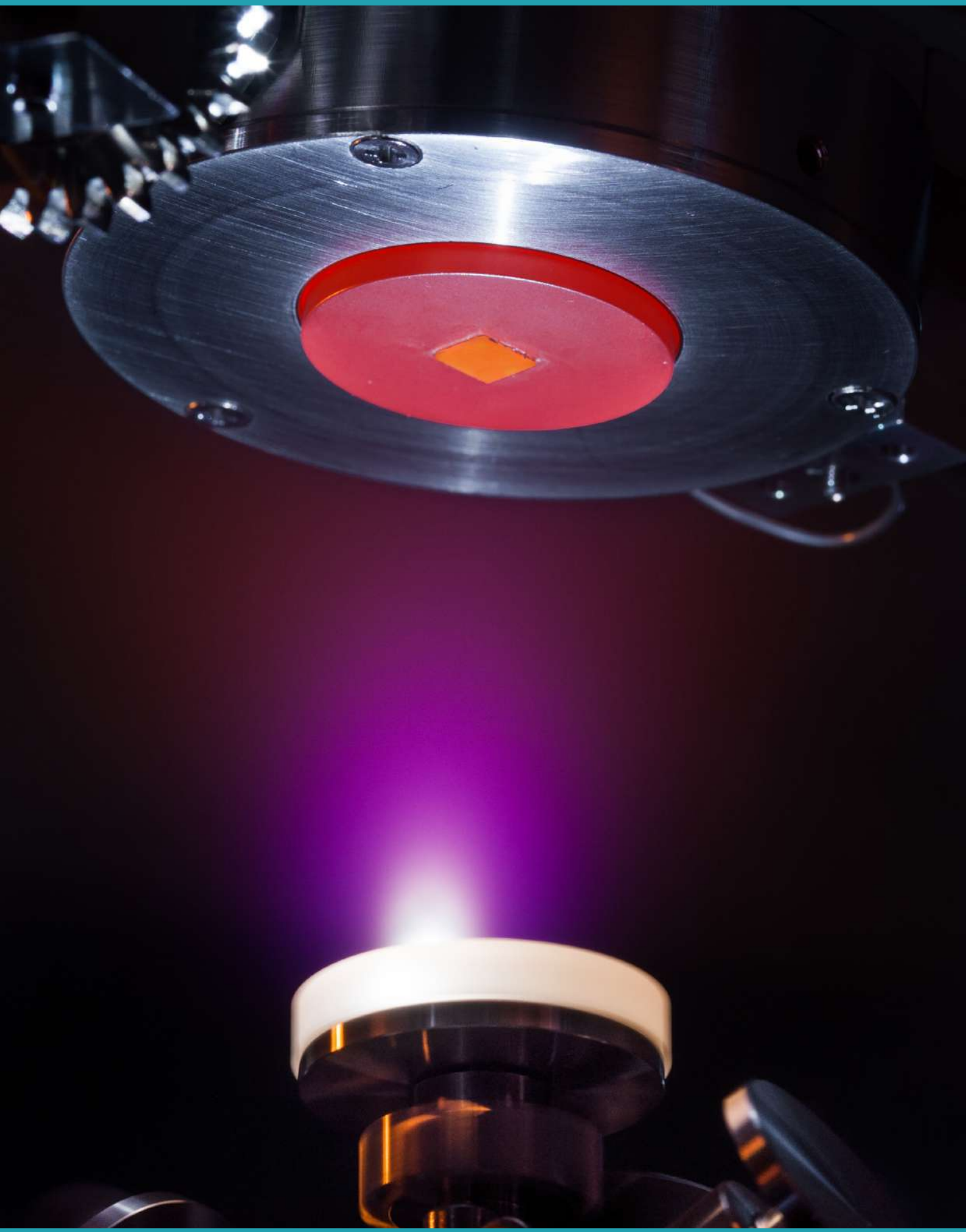
CONTACT

Dr. Alia COLNIȚĂ
Cercetător recunoscut R2 – CS III
Departamentul Tehnologii Izotopice și Moleculare – TIM, B1.05
(+4)0264-584037, int 217
alia.colnita@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro

11.

DEPUNEREA DE FILME SUBȚIRI PRIN ABLAȚIE LASER PULSATĂ





DEPUNERE DE FILME SUBȚIRI PRIN ABLAȚIE LASER PULSATĂ

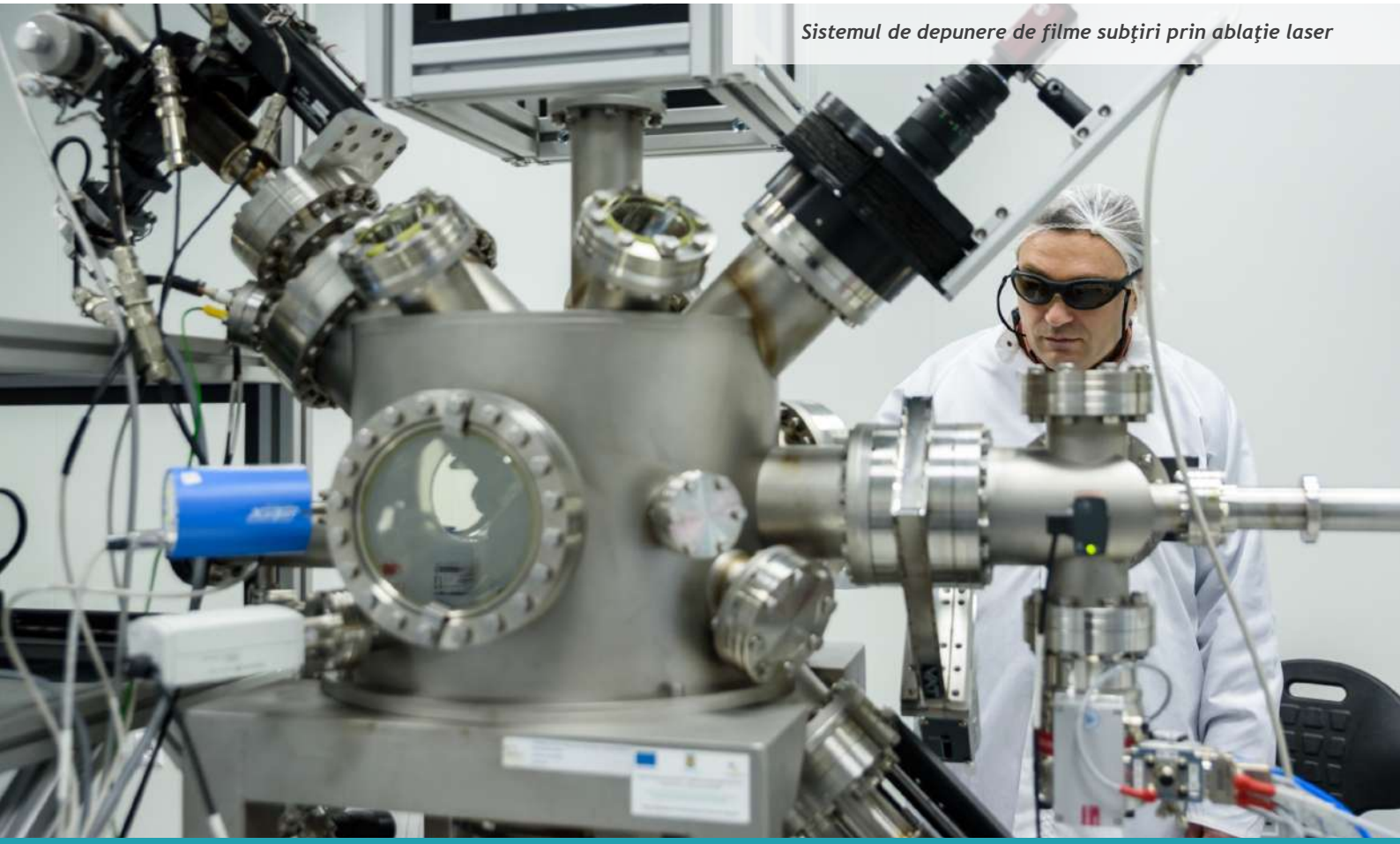
Cuvinte cheie: *depunere fizică din vapori, ablație laser pulsată, filme subțiri, materiale termoelectrice*

DESCRIERE

Filmele subțiri sunt structuri care au una dintre dimensiuni mult mai mică decât celelalte două (10 nm ÷ 100 nm). Ele sunt intens folosite datorită proprietăților pe care le conferă nanostructurarea: transport de sarcină îmbunătățit, duritate crescută și, în cazul filmelor subțiri semiconductoare, amplificarea mișcării purtătorilor de sarcină în planul filmului subțire comparativ cu planul perpendicular pe film.

Depunerea filmelor subțiri prin ablație laser pulsată (***Pulsed Laser Deposition PLD***) este o tehnică fizică de depunere a straturilor subțiri care utilizează un fascicul laser pulsat de mare putere. Acesta lovește o țintă din materialul ce urmează să fie depus, îl vaporizează și îl deplasează de la țintă (într-un con de plasmă) pe un substrat (cum ar fi o plachetă de siliciu orientată spre țintă) pe care ulterior se depune ca o peliculă subțire. Acest proces poate avea loc în vid înaintat (10^{-9} mbar) sau în prezența unui gaz, cum ar fi oxigenul care este utilizat în mod obișnuit la depunerea oxizilor.

Prelucrarea materialelor sub formă de filme subțiri permite o integrare ulterioară ușoară în diferite tipuri de dispozitive, iar acum le găsim ca fiind părți componente în tranzistori, condensatori, memorii nonvolatile, senzori, materiale termo-, fero- sau piezoelectrice sau materiale fotovoltaice.



Sistemul de depunere de filme subțiri prin ablație laser

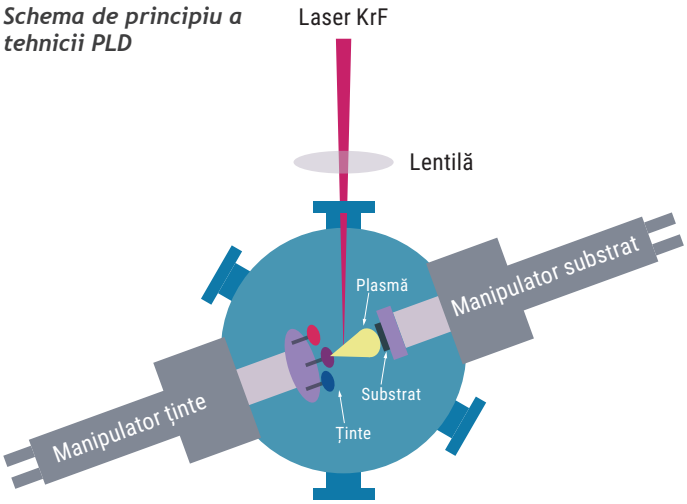
APLICAȚII

Domenii de aplicabilitate: Filmele subțiri obținute prin PLD – metale, semiconductori, oxizi, materiale organice, polimeri, materiale hibride cu componente organice și anorganice – sunt utilizate în inginerie optică, optoelectronică, electronică, energie, aplicații magnetice, senzori sau biomedicină.

Sisteme: dispozitivele termoelectrice, celule solare, circuite electronice, senzori, tranzistoare, diode, acoperiri antireflex, acoperiri pentru protecție împotriva coroziunii

Industrii: industria energetică, industria circuitelor electronice, industria sistemelor semiconductoare

Schema de principiu a tehnicii PLD

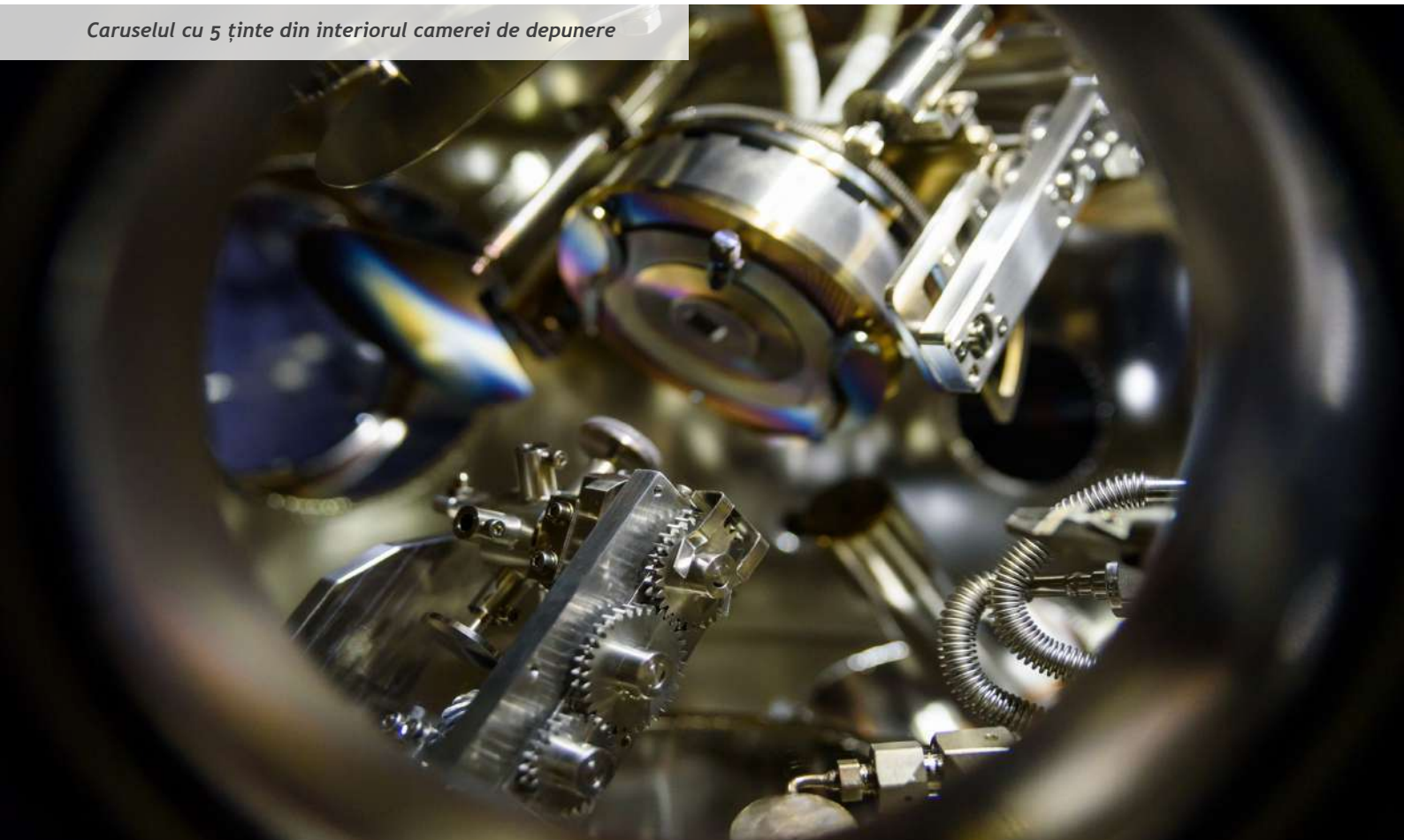


INFRASTRUCTURA

Sistemul de depunere de filme subțiri prin ablație laser pulsată este localizat în camera curată ISO-8 de clasă 100000 din cadrul **Centrului de Cercetare și Tehnologii Avansate pentru Energii Alternative CETATEA**, INCDTIM Cluj-Napoca. Sistemul include:

1. cameră de depunere cilindrică de 16”
2. cameră de introducere probe și ținte (*load-lock*)
3. vid ridicat de până la $5 \cdot 10^{-9}$ mbar realizat de un sistem de pompe de vid compus dintr-o pompă preliminară de 90 L/min și o pompă turbomoleculară de 700 L/min
4. monitorizarea ratei de depunere în timp real printr-un sistem RHEED (*Refraction High Energy Electron Diffraction*) pentru operare *in situ*
5. carusel cu 5 porturi pentru ținte de 1” cu mișcări automate în toate cele trei direcții
6. modul de încălzire pentru temperaturi ale substratului de până la 1000°C și mișcări automate ale substratului în toate cele trei direcții
7. laser Q-smart 850 mJ Nd:YAG, cu o lungime de undă în intervalul 670-2600 nm
8. laser cu excimer KrF cu lungime de undă 248 nm și energie 400 mJ
9. sistem de control al fluxului gazelor de proces, sistem de coacere (*bake-out*), electronică integrată și software pentru automatizarea proceselor de depunere

Caruselul cu 5 ținte din interiorul camerei de depunere



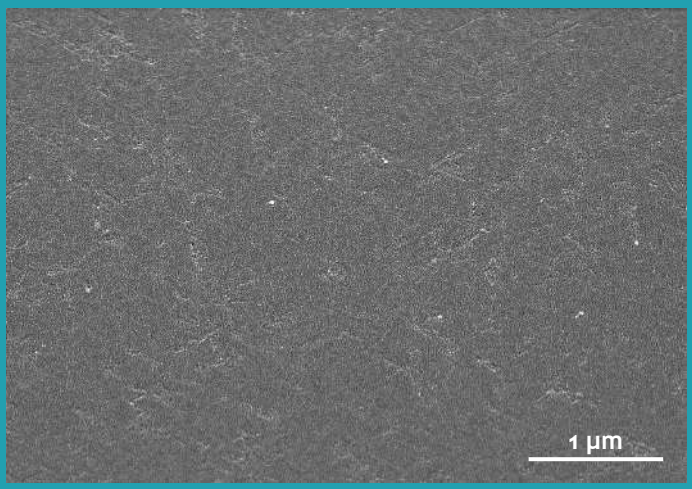
APLICAȚII UZUALE – EXEMPLE:

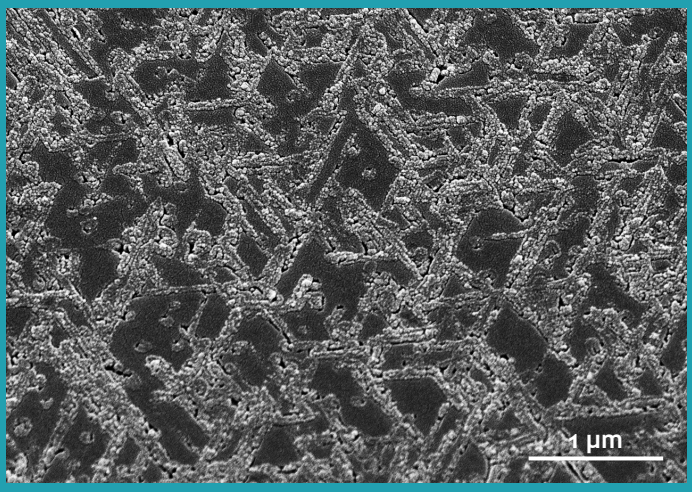
La nivel mondial, filmele subțiri au fost asimilate rapid în industria semiconductorilor și în optoelectronică permițând miniaturizarea circuitelor integrate, a diodelor, tranzistorilor sau LED-urilor. Astăzi le întâlnim și în industria optică, integrate în lentile cu strat antireflex și cu rezistență mecanică. De asemenea, preocupările sunt îndreptate spre designul celulelor solare cu eficiență ridicată, precum și pentru acoperiri anticorozive sau decorative ale diverselor suprafețe.

Echipele noastre de cercetare utilizează metoda de depunere a straturilor subțiri prin ablație laser pulsată pentru dezvoltarea de noi aplicații tehnologice, iar câteva exemple sunt redate în continuare.

Depunerea de filme subțiri cu proprietăți termoelectrice ridicate

Am reușit să depunem filme de tipul FeSi dopate cu Al 1% și Co 1% și să controlăm concentrația de purtători de sarcină care contribuie la creșterea factorului de putere al materialului termoelectric. Aceste noi materiale au puncte de topire ridicate și stabilitate chimică și promit rezultate bune în generarea de energie termoelectrică.

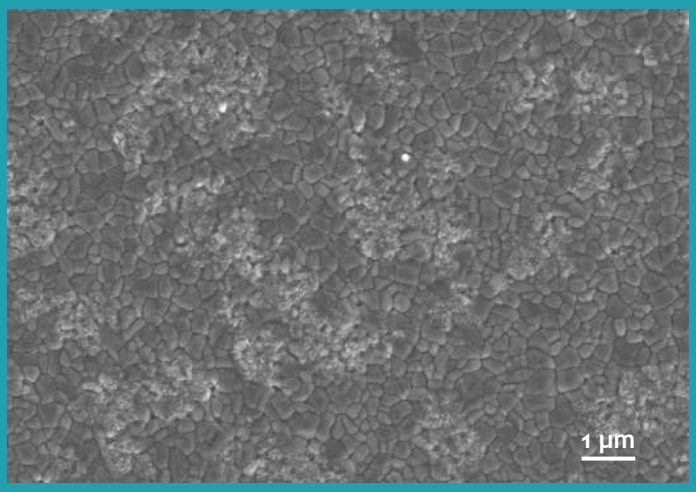




Imagini SEM ale filmelor subțiri de FeSi + Al 1% (sus) și FeSi + Co 1% (jos) depuse la temperatura substratului de 800˚C

Fabricarea joncțiunilor p-n din filme subțiri semiconductoare de calcogenuri ternare de cupru

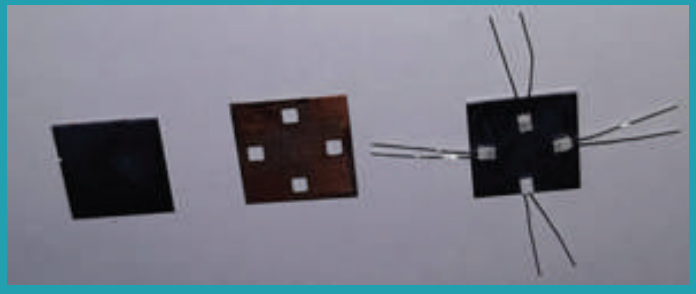
Echipa noastră de cercetare a reușit să fabrice în premieră o joncțiune *p-n* din filme subțiri semiconductoare de calcogenuri ternare de cupru (Cu_3SbSe_3/Cu_3SbSe_4). Obținerea unei astfel de joncțiuni este un rezultat promițător pentru realizarea în viitor a unui modul termoelectric destinat recuperării energiei termice rezultate din diverse activități sau din surse nepoluante, cum ar fi energia solară.



Imagine SEM a unui film subțire de Cu_3SbSe_3/Cu_3SbSe_4 obținut prin PLD

Realizarea de termocuple pe bază de filme subțiri pentru generatoare termoelectrice spațiale

În prezent, cercetările noastre sunt îndreptate spre realizarea unui modul termoelectric destinat generației următoare de generatoare termoelectrice spațiale. Acest modul termoelectric este fabricat pe bază de filme subțiri cu performanță înaltă prin îmbinarea în serie a două termocuple: primul termocuplu pe bază de filme subțiri de dioxid de titan și oxid de cupru, TiO_2 și Cu_2O, iar al doilea din filme de ferosiliciu, FeSi dopat cu Al 1% și FeSi dopat cu Co 1%.



Film subțire pe care au fost depuse contacte de aur prin intermediul unei măști (poza din mijloc); dreapta: film subțire pe care au fost lipiți senzori de temperatură

AVANTAJE

Versatilitatea tehnicii PLD oferă o gamă largă de avantaje, dintre care punctăm câteva:

- Flexibilitate ridicată în alegerea parametrilor de depunere
- Controlul ratei de creștere și al grosimii straturilor depuse
- Depunerea sub formă de film subțire a orcărui tip de material, inclusiv materiale aflate în stări metastabile, imposibil de depus prin alte tehnici
- Fabricarea straturilor mixte, datorită sistemului multi-țintă încorporat
- Stoechiometria materialului este păstrată în transferul dintre țintă și substrat
- Depunerea are loc pe substraturi cu diametrul de până la 50 mm
- Depunerea poate avea loc atât în vid înaintat, cât și în atmosferă reactivă de oxigen
- Sursa de radiație este exterioară camerei de depunere

COSTURI ESTIMATIVE

Prețul pentru depunerea straturilor subțiri prin ablație laser conține prețul materialului din care se face depunerea și al substratului folosit, gazul KrF folosit de laser, operațiunea de preparare a probelor, timpul de utilizare al sistemului și manopera.

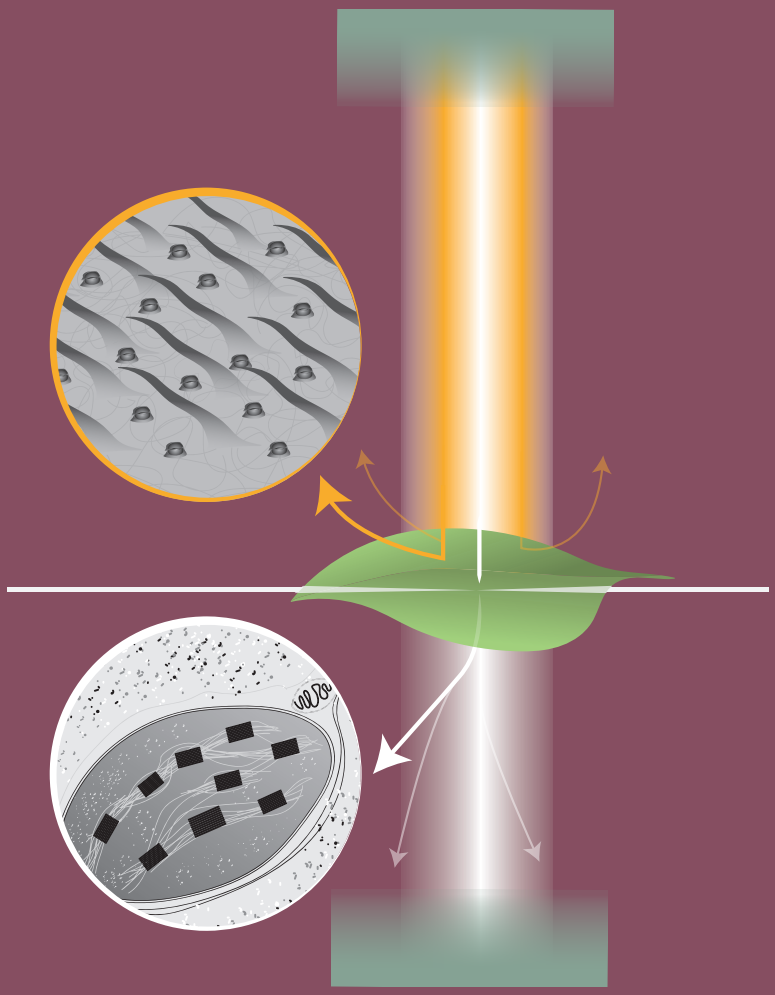
CONTACT

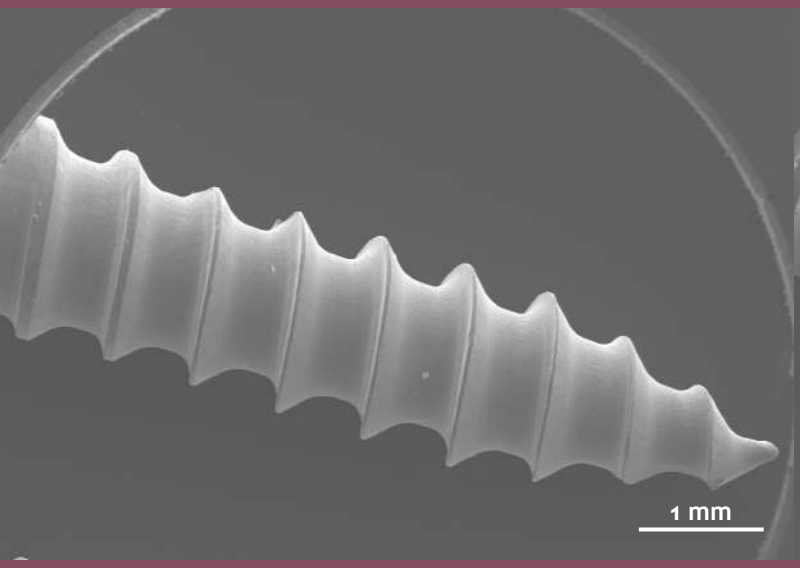
Dr. Sorin Daniel MARCONI
Cercetător consacrat R3 – CS II
Departamentul Tehnologii Izotopice și Moleculare – TIM, B1.05
(+4)0264-584037, int 217
daniel.marconi@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro

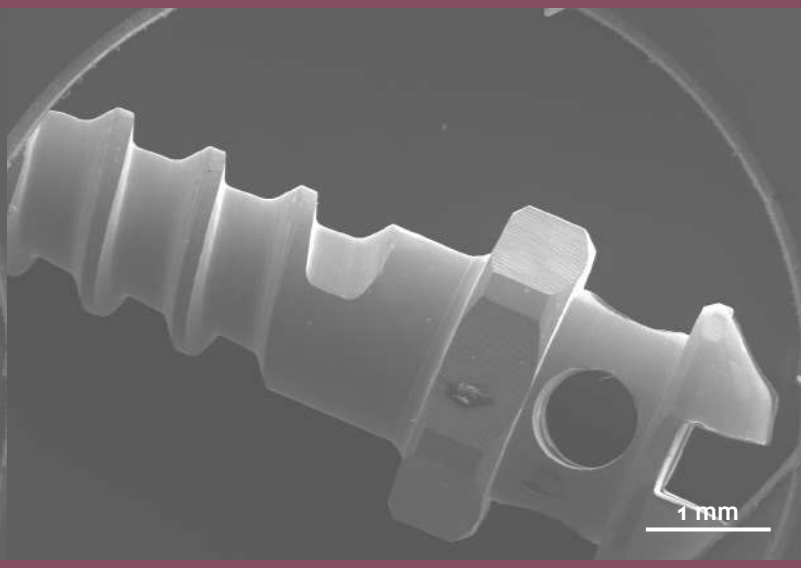
Dr. Sorina GARABAGIU
Cercetător recunoscut R2 – CS III
Departamentul Materiale, Energie și Tehnologii Avansate – META, Clădirea Cetatea, Biroul 2.2
(+4)0264-584037, int 200
sorina.garabagiu@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro

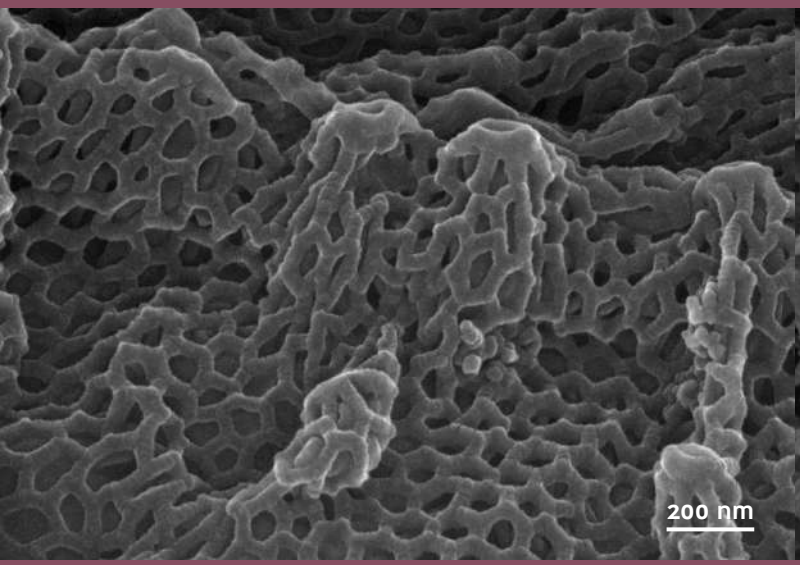
12.

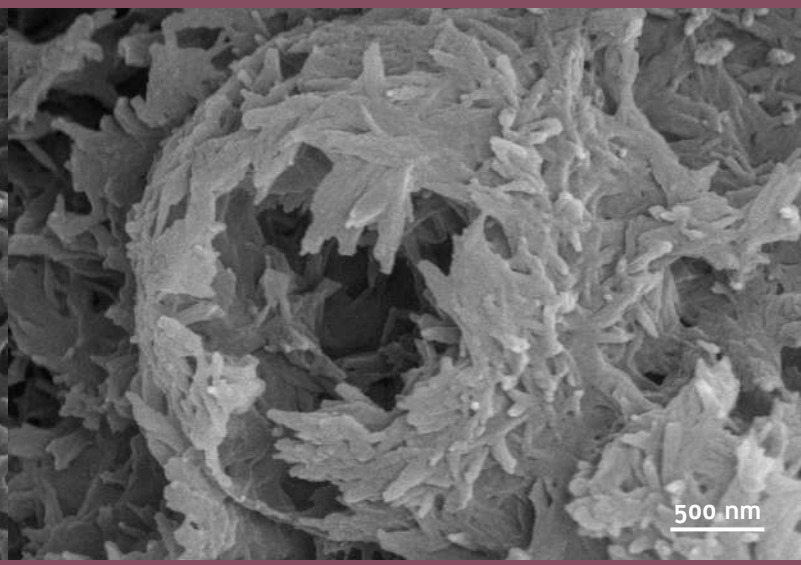
MICROSCOPIE ELECTRONICĂ

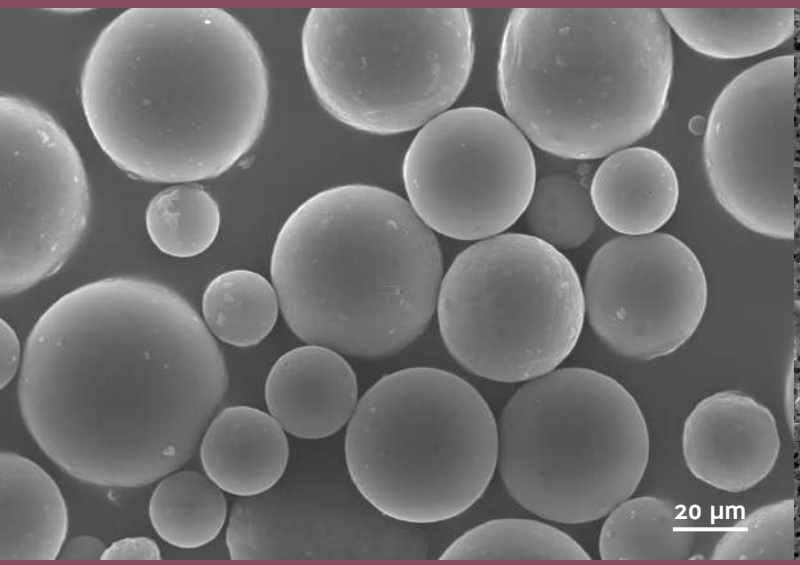


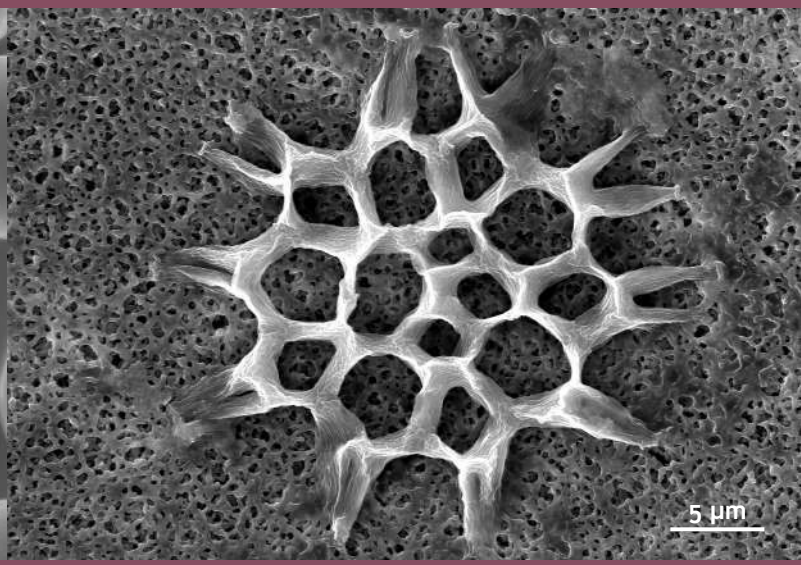

1 mm


1 mm


200 nm


500 nm


20 µm


5 µm

MICROSCOPIE ELECTRONICĂ

Cuvinte cheie: *microscopie electronică, SEM, microscopie electronică de transmisie, TEM, dispersie de raze X, EDX, caracterizarea morfologică și topografică a suprafețelor*

DESCRIERE

Microscopia electronică este o tehnică de caracterizare de sine stătătoare sau complementară, nedistructivă, cu ajutorul căreia pot fi analizate structurile de suprafață (SEM) sau structurile interne (TEM) ale unor probe solide (organice, anorganice, metalice, ne-metalice, biologice etc.)

Microscopia electronică este o tehnică prin care se obțin detalii de nano-/microstructură/topografie care nu pot fi obținute la microscoapele optice/de fluorescență sau AFM. Prin comparație cu microscopia optică, unde rezoluția teoretică maximă se oprește la 154 nm, rezoluția microscopului electronic de transmisie (pentru structuri interne) poate atinge 1 Å (0.1 nm), iar cel de scanare poate atinge o rezoluție de 10 Å (1 nm). Rezoluția determinată este dependentă de tipul de probă și de condițiile de lucru ale aparatului: cea mai slabă rezoluție (5-6 nm) se obține la probele izolatoare electric (nemetalice), iar cea mai bună rezoluție se obține la probele din aur, mai exact la Au evaporat pe carbon (0.1 nm).

Referitor la tipul de informație furnizată, SEM oferă doar imagini topografice (la fel ca un steromicroscop/lupă binocular), iar TEM oferă doar informații despre structurile interne (la fel ca microscopul optic compus). Datorită acestor condiții, preparatele trebuie să fie mici pentru TEM (pudre, coloizi, secțiuni nanometrice) sau pot fi mai mari pentru SEM (până la 2-4 cm).

Laboratorul de Microscopie Electronică

Complementar cu SEM/TEM deținem expertiză în tehnica de analiză elementală prin spectroscopie de dispersie de raze X (EDX) cu ajutorul căreia se poate determina distribuția de elemente pe întreaga suprafață (hartă).

Cu ajutorul tehnicii TEM se pot obține informații despre starea de cristalizare a materialelor, despre componența atomică procentuală, despre ultrastructura țesuturilor și celulelor și despre dimensiunea nanometrică a componentelor unui produs.

Cu ajutorul tehnicii SEM se pot obține informații despre gradul de rugozitate al unei suprafețe, despre particulele atașate pe o suprafață/contaminanți, dimensiunea particulelor, distribuția de elemente atomice în material (omogenitate/heterogenitate).

Cu ajutorul tehnicii EDX și EBSD se obțin informații calitative și semicantitative procentuale despre elementele atomice existente în material, distribuția acestora în probă, forma și compoziția cristalelor și a limitelor de grăunțe de cristale în aliaje. Se pot detecta toate elementele atomice cu Z mai mare decât 3 (toate elementele, cu excepția H, He, Li), detecția fiind din volum, nu doar de pe suprafață.

APLICAȚII

Domenii de aplicabilitate: industrie, cercetare, medicină, farmacie, criminalistică, evaluarea patrimoniului

Sisteme: obiecte, pulberi și nanomateriale de natură solidă – ca atare, materiale biologice fixate chimic și/sau deshidratate

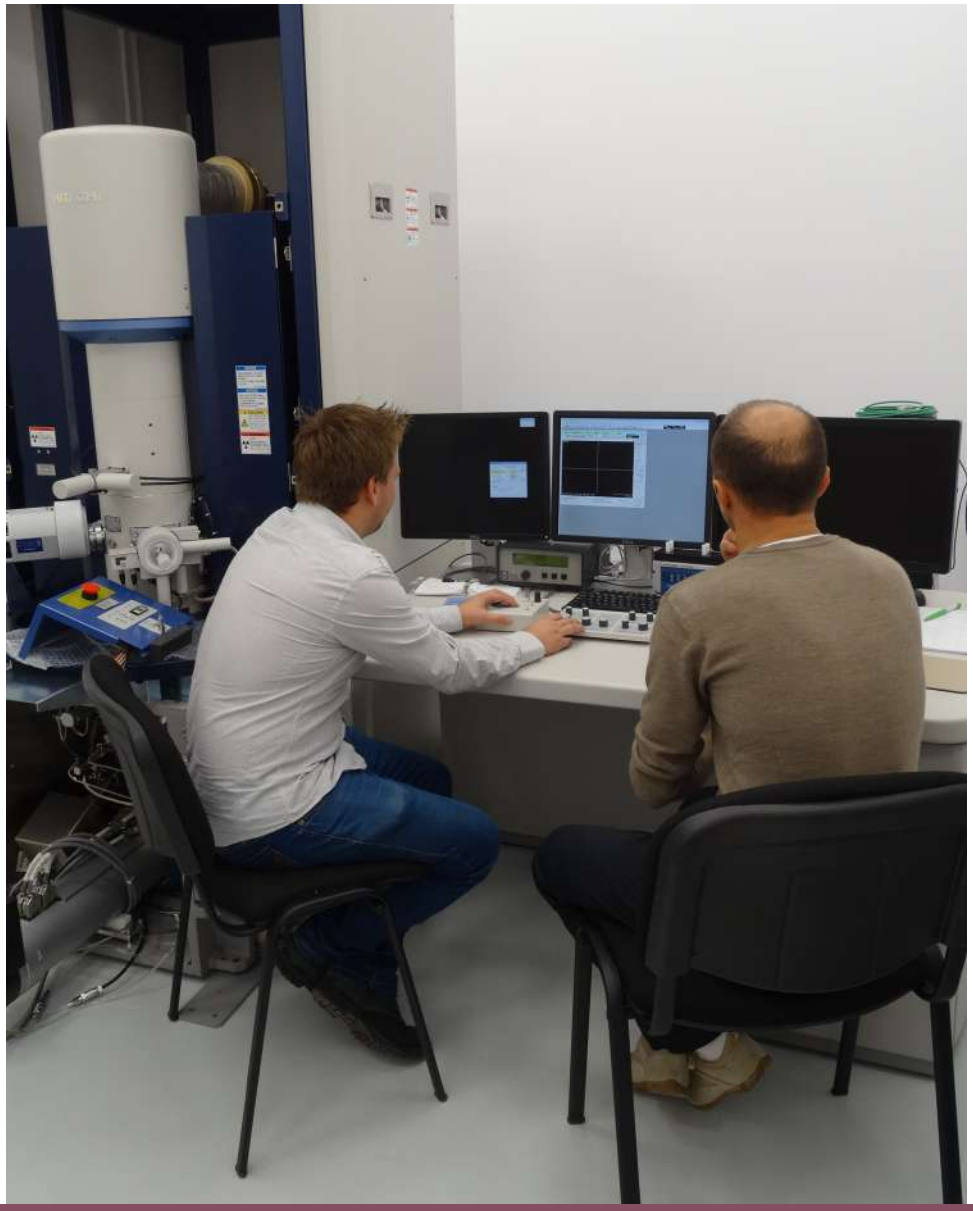
Industrii: controlul calității suprafețelor materialelor (produs brut/final), îmbinărilor/aliajelor, microcircuitelor; măsurare obiectelor nano-microdimensionate, detecția imagistică a biofilmelor pe suprafețe

INFRASTRUCTURA

Microscop electronic scanning Hitachi SU8230, cu posibilitate de mărire între 30×÷500.000×, rezoluție maximă ~1 nm, pentru obiecte cu dimensiuni până la ~4 cm × 4 cm × 1 cm (L × l × h).

Microscop electronic scanning-transmisie Hitachi HD2700, cu posibilitate de mărire între 500×÷1.000.000×, rezoluție maximă ~0.1 nm, pentru pulberi nano sau coloizi.

Detectori EDX și EBSD Oxford Instruments și software de analiză AZtec.



Microscop TEM Hitachi HD2700

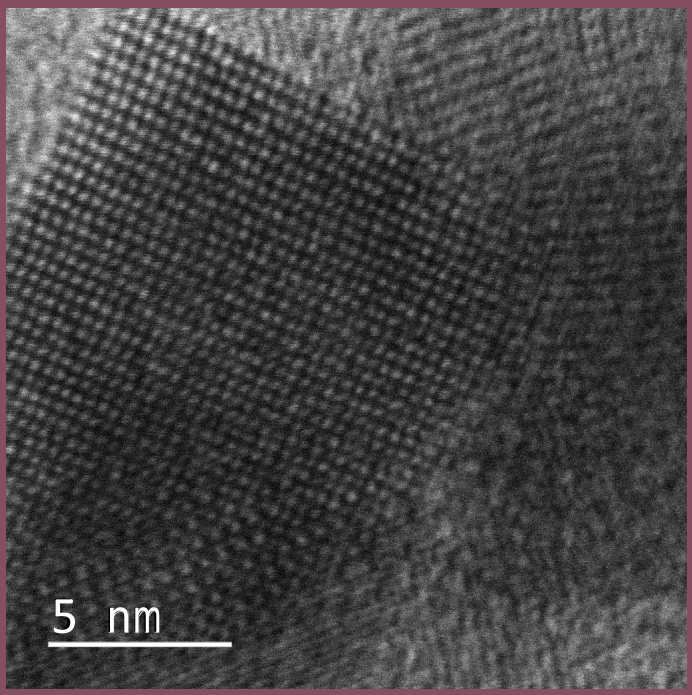
APLICAȚII UZUALE – EXEMPLE:

Depistarea biofilmelor bacteriene: analiză foarte importantă în cazul implanturilor chirurgicale sau a materialelor de unică folosință medicale care sunt introduse în corpul pacienților (ace, tuburi de dren, sondă urinară etc.), deoarece prezența biofilmelor bacteriene poate însemna inflamație, respingerea implantului sau chiar septicemie.

Calitatea aerului, solului, apei și a gradului de poluare: după filtrarea aerului dintr-o încăpere sau din spații deschise, pe o pânză filtru specială se poate detecta prin tehnica SEM/TEM prezența particulelor metalice sau de altă natură, suspendate în aer, aspect ce devine foarte important în fabrici, uzine, zone de construcții, orașe etc.

Microcipuri, semiconductori și senzori: analiza defectelor de producție, a prezenței impurităților, micro/nanodeformărilor, zgârieturilor etc.

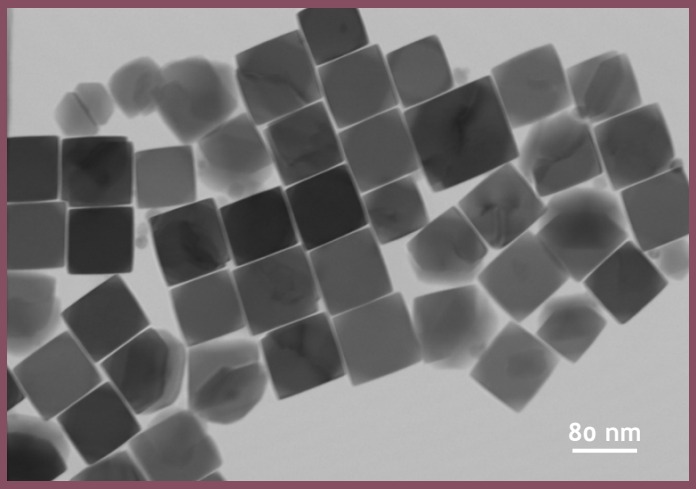
Materiale cu modele micro-/ nano- de suprafață (micro-/nanopatterns): analiza materialelor obținute prin (nano)litografie sau alte tehnici folosite în industriile speciale (*device*-uri de realitate augmentată, senzori optici, cipuri medicale)

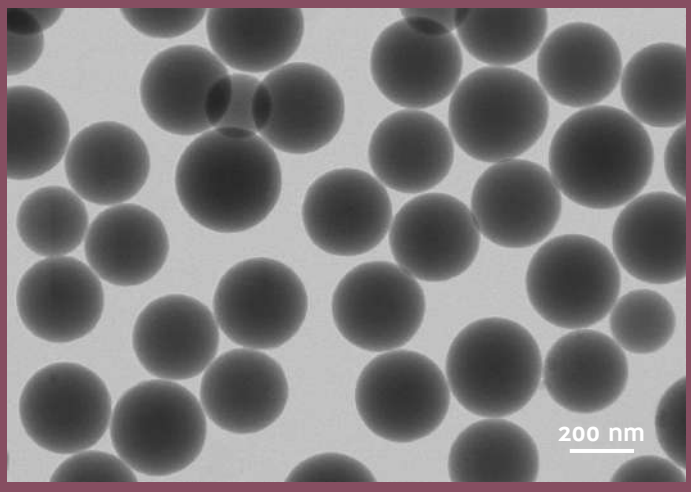


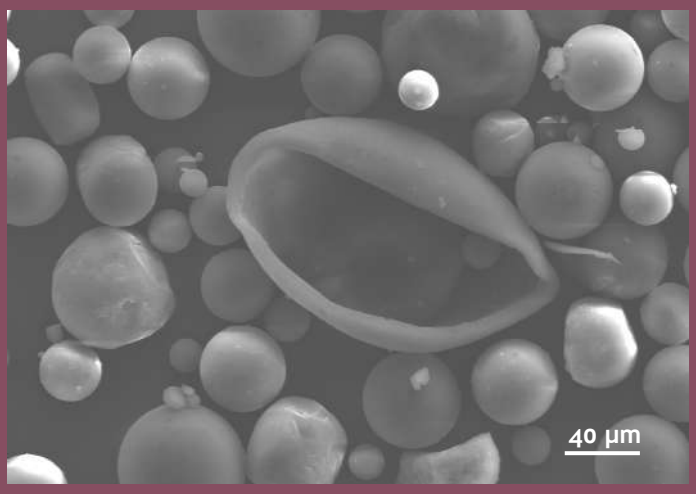
Granularitate, dimensiuni pulberi, fibre: analiza nano-/micromaterialelor

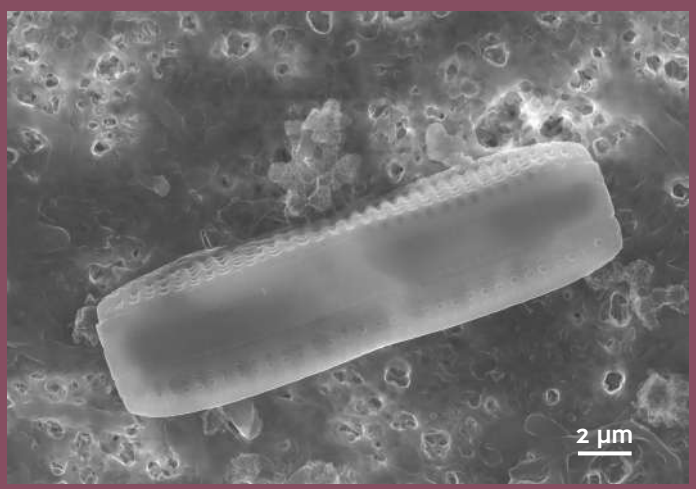
Stabilirea cu precizie a speciei pentru anumite insecte, moluște, plante/spori folosind caracterele morfologice nanometrice prezente pe suprafață

Biocompatibilitate materiale: analiza materialelor de implant care au celulele de interes atașate din cultura sau din țesutul țintă.









AVANTAJE

- INCDTIM oferă servicii CDI bazate pe microscopia electronică SEM/TEM, care furnizează imagini ale suprafeței analizate
- Rareori este necesară o prelucrare prealabilă a probei, în special în cazul materialelor mai puțin conducătoare de electroni
- Tehnici complementare cu AFM, microscopie optică, de fluorescență sau confocală sau alte tehnici de analiza instrumentală (XRD, SERS/Raman, FTIR)

COSTURI ESTIMATIVE

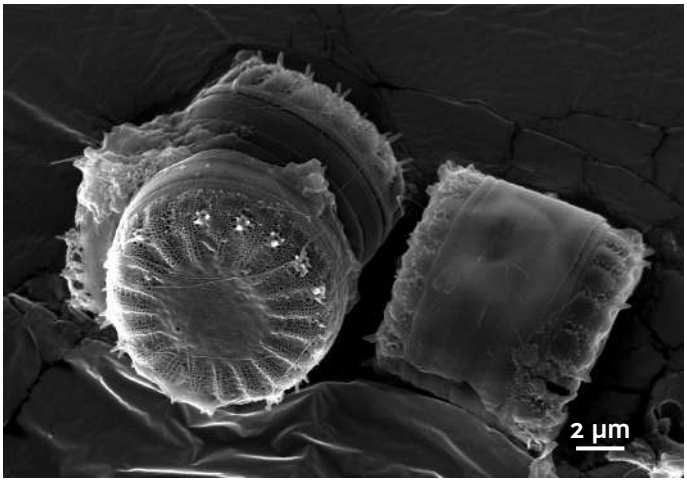
Costul total al serviciilor CDI bazate pe microscopia electronică este format din două componente:

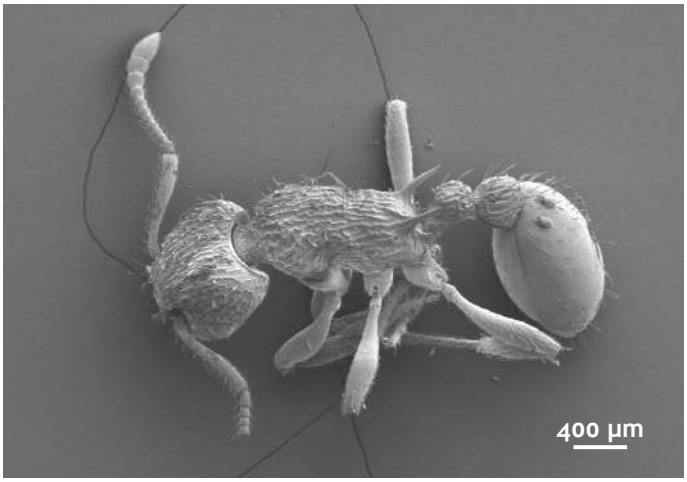
- timpul de utilizare al microscopului, care include consumabilele și uzura
- manopera, care include cheltuielile de personal și pe cele indirecte asociate cu operațiunile de preparare a probelor, analiza și interpretarea rezultatelor, elaborarea raportului de analiză/cercetare.

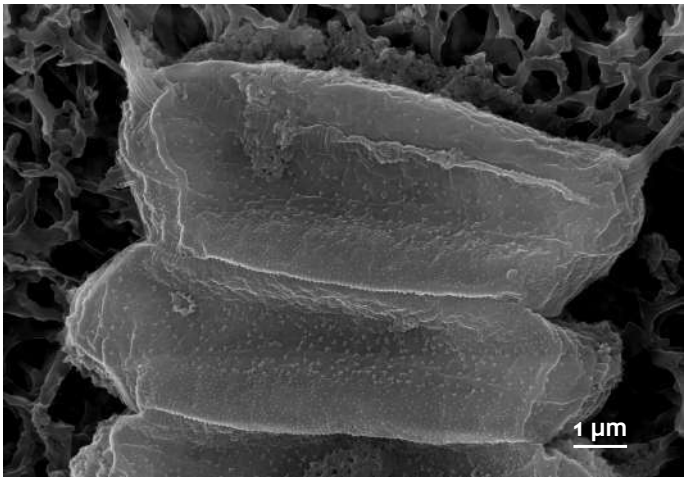
CONTACT

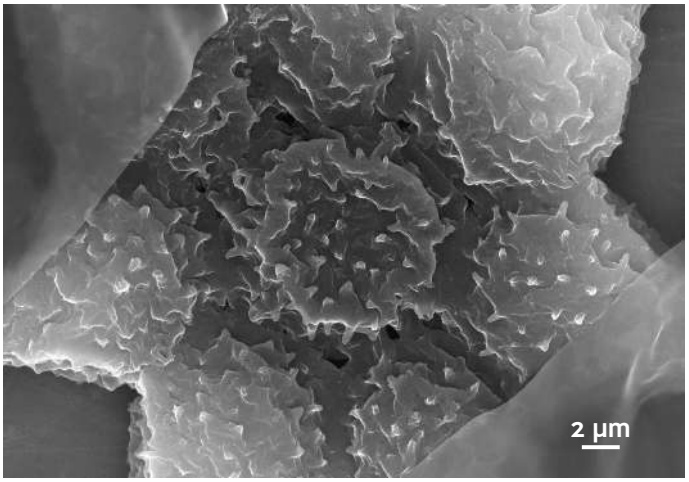
Dr. Lucian BARBU
Cercetător consacrat R3 – CS II
Departamentul Materiale, Energie și Tehnologii Avansate– META, Clădirea Cetatea, parter
(+4)0264-584037, int 105, 150
lucian.barbu@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro

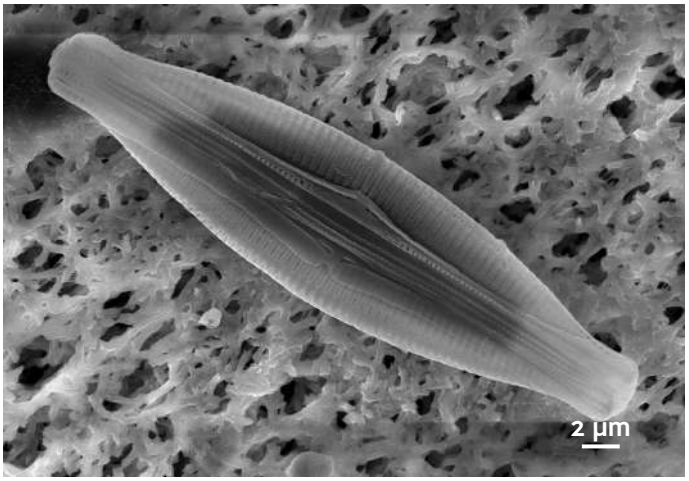
Dr. Maria SUCIU
Cercetător recunoscut R2 – CS III
Departamentul Tehnologii Izotopice și Moleculare – TIM, Clădirea Cetatea, parter
(+4)0264-584037, int 105, 150
maria.suciu@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro





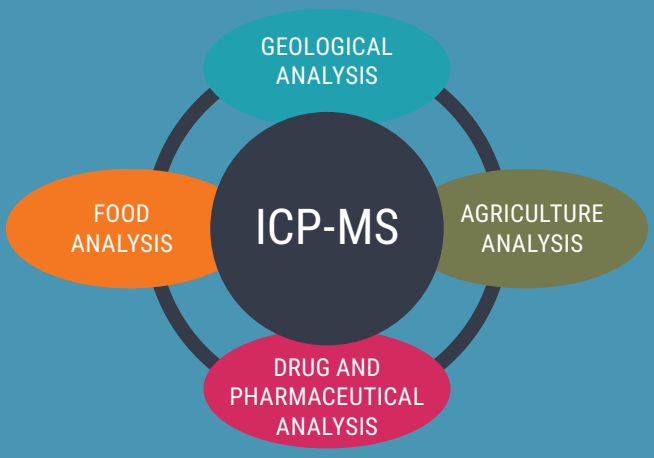






13.

SPECTROMETRIE DE MASĂ CU PLASMĂ CUPLATĂ INDUCTIV



SPECTROMETRIE DE MASĂ CU PLASMĂ CUPLATĂ INDUCTIV

Cuvinte cheie: *Spectrometrie de masă cu plasmă cuplată inductiv, ICP-MS, determinări elementale, toxicitate*

DESCRIERE

Spectrometria de masă cu plasmă cuplată inductiv (ICP-MS) este o tehnică analitică de mare sensibilitate și selectivitate utilizată pentru determinări **elementale**, bazată pe separarea, identificarea și cuantificarea componenților unei probe în raport cu masa lor.

ICP-MS prezintă avantaje față de alte tehnici de analiză, cum ar fi absorbția atomică sau spectrometria de emisie optică, prin:

- limita de detecție pentru majoritatea elementelor egală sau mai bună decât a celor obținute prin spectroscopie de absorbție atomică în cuptor de grafit (GFAAS)
- abilitatea de a manevra matrici simple și complexe cu un minim de interferențe de matrice datorită temperaturii ridicate a sursei ICP
- sensibilitatea ridicată și semnalele scăzute de background permit limite de detecție foarte scăzute
- posibilitatea de a obține informații izotopice
- durata de analiză mică
- posibilitatea de a măsura marea majoritate a elementelor, inclusiv elemente alcaline, alcalino-pământoase și nemetale

Laboratorul de Spectrometrie ICP-MS

APLICAȚII

Domenii de aplicabilitate: cercetare-dezvoltare, mediu - impactul poluării mediului asupra organismului uman, poluare/depoluare, siguranță alimentară, biomedicină - identificarea de oligoelemente, circulația și metabolismul compușilor farmaceutici, hranei și suplimentelor alimentare, nutriție, farmacologie, toxicologie, geochimie, arheometrie, caracterizarea de artefacte ceramice, materii prime, studii de rapoarte izotopice $^{206}Pb/^{207}Pb$ și $^{87}Sr/^{86}Sr$ în vederea stabilirii originii artefactelor, industrie

Matrici:

i. *apă potabilă, băuturi alcoolice/nealcoolice, produse alimentare de origine vegetală/animală, ambalaje alimentare, țigări, fertilizatori în agricultură*

ii. *medicamente și suplimente alimentare*

iii. *materii prime și produse cosmetice*

iv. *apă, sol, sedimente, vegetație*

v. *aliaje, ceramică, vopsele, pigmenți, hârtie, produse din materiale plastice, sticlă*

Industrii: industria chimică, industria agroalimentară, industria farmaceutică, sănătate, industria cosmetică, mediu

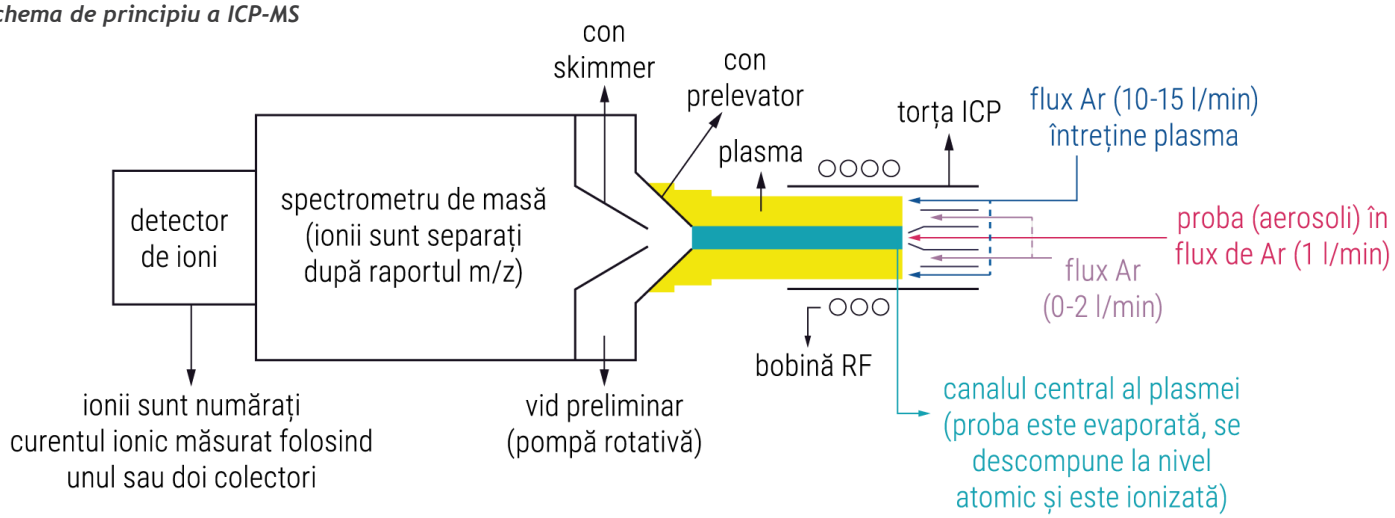
INFRASTRUCTURA

Laboratorul de spectrometrie ICP-MS este dotat cu un spectrometru de masă cu plasmă cuplată inductiv **ELAN DRC(e) PerkinElmer** ce permite analize rapide multielement, cu limită de detecție 0.001–0.01 µg/L, precizie < 2% pe timp de 20 min.

Spectrometrul ICP-MS este dotat cu un **analizor de mase quadrupolar**, utilizând ca sursă de ioni plasmă generată la presiune atmosferică cu ajutorul unui câmp de radiofrecvență într-un flux de argon.

Spectrometrul ICP-MS Elan DRC-e

Schema de principiu a ICP-MS



Spectrometrul ICP-MS Elan DRC-e

APLICAȚII UZUALE – EXEMPLE:

Determinări de elemente toxice în matrici de mediu. Sensibilitatea, acuratețea și repetabilitatea metodei ICP-MS sunt caracteristici importante și utile în determinarea concentrațiilor de **elemente la nivel de urme și ultraurme în probe de mediu** (apă, sol, sedimente) care se pretează la monitorizarea gradului de poluare. Determinările sunt de real folos pentru întocmirea de studii de bilanț în zonele suspectate de **poluare cu metale toxice**. Pământurile rare și rapoartele izotopice (în cazul stronțiului și plumbului) măsurate prin această metodă oferă informații privind **sursele de proveniență a poluanților**, rezultatele obținute putându-se folosi pentru crearea unei amprente a probelor de mediu.

ICP-MS permite monitorizarea poluării apei sau solului

Determinări de macroelemente şi metale toxice în matrici alimentare. Evaluarea impactului asupra populației. În condițiile impactului antropogen intens asupra naturii, este foarte important controlul conținutului de elemente în produsele alimentare. Prin procesarea acestora, metalele grele nu se descompun, concentrația lor pe unitatea de masă crește și astfel ele pot să se acumuleze în organismul uman, iar procesele biochimice intracelulare sunt frânate sau chiar blocate.

Determinarea concentrațiilor de elemente în produse alimentare de origine animală/vegetală este foarte importantă datorită relevanței lor nutriționale și toxicicologice în sănătatea umană. Pot fi determinate concentrații de urme de elemente toxice pentru a investiga efectele contaminării industriale sau pentru a diferenția produsele de la diferite animale/culturi sau sisteme de producție. Deasemenea, se pot determina elemente minerale esențiale și decisive pentru menținerea sănătății umane.

ICP-MS permite controlul metalelor grele din alimente

Studii privind autenticitatea băuturilor şi securitatea chimică. Spectrometria ICP-MS este un instrument util pentru caracterizarea băuturilor alcoolice din punct de vedere elemental, metoda fiind validată și implementată în laborator. Limitele de detecție scăzute (<0.3 µg/L) și liniaritatea bună asigură limita minimă de cuantificare necesară pentru determinările cantitative ale concentrațiilor de elemente la nivel de urme și ultraurme în probe alcoolizate.

ICP-MS permite caracterizarea elementală a vinurilor

Cunoașterea compoziției minerale a vinurilor prezintă o deosebită importanță în:

i. vinificație, pentru controlul asupra stabilității fizico-chimice și a proprietăților organoleptice

ii. depistarea prezenței unor contaminanți din vin

iii. evaluarea aportului nutritiv în dieta zilnică prin consumul rațional de vin

iv. depistarea vinurilor falsificate

v. posibilitatea de recunoaștere a zonei de proveniență a unui vin pe baza compoziției minerale și a elementelor în urme, aceasta fiind corelată cu compoziția elementală a solului din arealul viticol.

Evaluarea compoziției totale a berilor, inclusiv determinarea elementelor majoritare și minoritare, este de un real interes pentru producători și consumatori întrucât, depinzând de concentrația și de tipul de metal, ele pot fi nutritive sau toxice pentru organismul uman. Datele privind conținutul total al berii sunt recunoscute a fi valoroase pentru diferențierea și clasificarea berilor, deoarece metalele sunt descriptori buni care reflectă compoziția materiilor prime naturale (apă, cereale, drojdie, malț) utilizate în procesul de producție, fiind și indicatori ai altor procese implicate în fabricarea berii, cum sunt depozitarea și păstrarea.

AVANTAJE

- INCDTIM oferă servicii CDI bazate pe spectrometria de masă cu plasmă cuplată inductiv (ICP-MS), utilizată de sine stătător sau în combinație cu alte tehnici analitice complementare care acoperă aproape toată gama de aplicații practice
- Înainte de încheierea unei relații contractuale oferim consultanță pentru a defini cât mai exact nevoile clientului/partenerului
- Dotările existente ne permit să abordăm cea mai mare parte dintre metodele ICP-MS utilizate în practica curentă, multe dintre ele fiind deja validate și implementate în cadrul laboratorului nostru
- Dispunem de personal specializat capabil să acopere cu cel mai înalt profesionalism toate etapele unei colaborări contractuale: definirea problemei care va trebui soluționată, designul experimental, interpretarea rezultatelor.

COSTURI ESTIMATIVE

Costul total al serviciilor CDI bazate pe spectrometria de masă cu plasmă cuplată inductiv este format din două componente:

- timpul de utilizare a spectrometrului
- manopera, care include cheltuielile de personal şi pe cele indirecte asociate cu operaţiunile de preparare a probelor, analiza şi interpretarea rezultatelor, elaborarea raportului de analiză/cercetare.

CONTACT

Dr. Ing. Cezara VOICA
Cercetător recunoscut R2 – CS III
Departamentul Tehnologii Izotopice și Moleculare – TIM, A2.03
(+4)0264-584037, int 134, 135
cezara.voica@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro

14.

CROMATOGRAFIE DE GAZE

CROMATOGRAFIE DE GAZE

Cuvinte cheie: *pesticide organoclorurate, QuEChERS, GC-ECD*

DESCRIERE

"Reziduul este o cantitate infimă de substanță activă dintr-un pesticid, care poate rămâne într-o cultură tratată", conform definiției date de Autoritatea Europeană pentru Siguranță Alimentară (EFSA). În consecință, Comisia Europeană a stabilit limitele maxime de reziduuri (*Maximum Residue Levels,* MRLs) care să asigure protecția consumatorului față de o expunere la nivele inacceptabile de reziduuri de pesticide.

Evoluția tehnicilor de analiză tinde spre detectarea din ce în ce mai precisă a moleculelor aflate în cantități infinitezimale.

Din cauza heterogenității lor ridicate, pesticidele sunt substanțe chimice greu de clasificat, au o contribuție extrem de importantă la productivitatea dorită în agricultura modernă și este previzibil că vor rămâne indispensabile și pentru viitor. Fără aceste produse agrochimice este practic imposibil să se cultive suficiente legume și fructe pentru a alimenta populația lumii, aflată în continuă creștere.

Însă dincolo de rolul indispensabil asupra culturilor, pesticidele sunt substanțe periculoase, cu acțiune nocivă asupra organismului uman și, din acest motiv, există o preocupare din ce în ce mai mare cu privire la siguranța și calitatea alimentelor.

Legislația restrictivă, dată de Uniunea Europeană și de Organizația Mondială a Sănătății, dedicată prevenției contaminării produselor alimentare și a elementelor de mediu cu pesticide face necesară dezvoltarea unor metode de analiză adecvate pentru **detectarea analiților țintă la un nivel de concentrații foarte scăzut**. În plus, din punct de vedere practic, chiar și atunci când analitul se găsește deja în soluție (de exemplu, în apă sau în suc),

Cromatografia de gaze permite identificarea și cuantificarea reziduurilor de pesticide din matrici alimentare și de mediu

există numeroase dificultăți practice care trebuie depășite. Acestea sunt legate de **sensibilitatea și selectivitatea** tehnicii alese, deoarece **concentrația de compuși interferenți din matrice este mult mai mare decât cea a analitului de interes**.

Proprietățile fizice și chimice ale pesticidelor diferă foarte mult, fapt pentru care determinarea reziduurilor acestora din orice matrice devine destul de dificilă și cauzează numeroase probleme în dezvoltarea unei metode "universale" de determinare analitică a reziduurilor.

În 2003, Anastassiades și colab. au dezvoltat și introdus o metodă nouă de extracție pentru determinarea reziduurilor de pesticide, pe care au numit-o **QuEChERS** (*Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe*).

Pentru a **reduce semnificativ timpul de testare** și pentru a oferi **rezultate rapide și sigure**, în laboratorul nostru **am optimizat metoda de extracție QuEChERS și am dezvoltat o metodă multireziduu de separare, identificare și cuantificare simultană a unui număr de 30 de tipuri de pesticide.** Analiza este realizată în mai puțin de 30 de minute.

INFRASTRUCTURA

În cadrul Departamentului de Spectrometrie de Masă, Cromatografie și Fizică Aplicată, Laboratorul de Cromatografie de Gaze are în dotare un ***cromatograf de gaze cu detector cu captură de electroni (GC-ECD) Trace GC Ultra***, **Thermo Fisher Scientific**.

- Echipamentul corespunde cerințelor din laboratoarele moderne, asigură o productivitate înaltă și o sensibilitate crescută.
- Platforma ***Trace GC Ultra*** combină fiabilitatea TRACE GC cu o utilizare generală extinsă a sistemului, performanță și automatizare.
- Beneficiul utilizării detectorului cu captură de electroni ECD este ***sensibilitatea la compușii halogenați***, care permite **limite de detecție extrem de scăzute** pentru mulți dintre acești compuși.
- Un alt avantaj al utilizării detectorului ECD este ***selectivitatea pentru compușii electronegativi***. Factorul de răspuns și, prin urmare, selectivitatea, pot varia între 1 și 10^6, în funcție de gradul de afinitate electronică a moleculelor.

Cromatograful de gaze cu detector cu captură de electroni Trace GC Ultra Thermo Fisher Scientific Inc.

APLICAȚII

Domenii de aplicabilitate: cercetare-dezvoltare, domeniile de specializare inteligentă *Bioeconomie*

Sisteme:

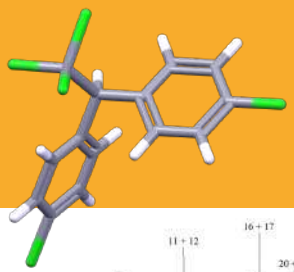
i. Identificarea şi cuantificarea reziduurilor de pesticide din ***matrici alimentare, vegetale şi de mediu***

ii. Efectuarea de teste pentru o ***gamă largă de reziduuri de pesticide*** pentru asigurarea respectării limitelor maxime de reziduuri de pesticide admise de Uniunea Europeană pentru diverse matrici

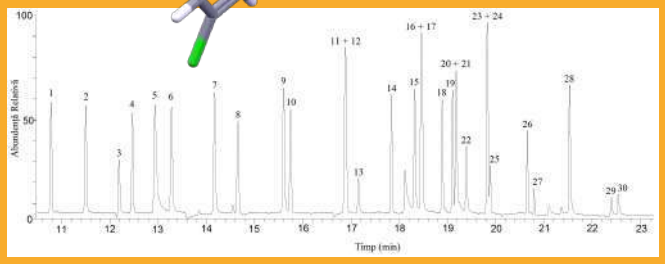
Industrii/beneficiari:

- Producătorii de legume și fructe prin agricultura convențională
- Producătorii de legume și fructe, interesați de conversia la agricultura ecologică
- Activități de investigare și remediere a solului și de reconversie a terenurilor
- Sectorul de fabricare a produselor lactate și a brânzeturilor, vizând contaminarea cu pesticide pe lanțul apă – sol – furaje – lapte – produse derivate din lapte

APLICAȚII UZUALE – EXEMPLE:



Molecula de clofenotan (DDT)



Cromatograma GC-ECD a amestecului standard din cele 30 de pesticide monitorizate

Analiza reziduurilor de pesticide reprezintă un parametru important în studiile de control și de asigurare a calității produselor alimentare

Metoda optimizată propusă de noi este compusă din extracție QuEChERS, separare, detecție și cuantificare. Conceptul QuEChERS este acela de a elimina compușii nedoriți din matricile alimentare. Principalul avantaj al acestei metode este faptul că este cuprinzătoare, oferind factori de recuperare mari pentru cele mai multe tipuri de pesticide.

Detecția și cuantificarea reziduurilor de pesticide din legume

Legumele sunt matrice complexe care conțin, alături de analiții vizați, și alți compuși interferenți (zaharuri, grăsimi, pigmenți, clorofilă etc.), care pot denatura rezultatul analizei.

GC-MS permite detecția pesticidelor din legume

Matricile vegetale cu conținut ridicat de lipide sunt problematice, deoarece ele conțin grăsimi și ceruri care pot interfera cu analiza și detectarea pesticidelor.

Metoda optimizată propusă de institutul nostru poate fi utilizată pentru monitorizarea celor 30 de pesticide, în diferite categorii de legume – organic/convențional și seră/aer liber – comercializate în supermarketuri și piețe agroalimentare, în vederea controlului calității din punct de vedere al conținutului de reziduuri de pesticide.

Detecția și cuantificarea reziduurilor de pesticide din fructe de pădure

În cazul fructelor de pădure problema analitică majoră apare datorită complexității matricilor și a prezenței

GC-MS permite detecția pesticidelor din fructe

interferenților, cum sunt pigmenții. Cromatografia de gaze cu detector cu captură de electroni a demonstrat sensibilități ridicate pentru compușii organoclorurați.

Pentru diferențierea tipului de creștere al fructelor de pădure (sălbatic vs de cultură), metoda optimizată propusă de noi se poate utiliza pentru monitorizarea prezenței celor 30 de pesticide din fructele de pădure comercializate în supermarketurile și piețele agroalimentare, în vederea controlului calității din punct de vedere al conținutului de reziduuri de pesticide.

Detecția și cuantificarea reziduurilor de pesticide din lapte și produse derivate din lapte

Laptele este o matrice biologică complexă și constituenții săi, pe lângă apă sunt substanțe organice cu masă moleculară mare (proteine, lipide, glucide etc.) care interferează invariabil cu extracția și cuantificarea reziduurilor de pesticide.

GC-MS permite detecția pesticidelor din lactate

Metoda optimizată propusă de noi pentru monitorizarea prezenței celor 30 de pesticide, din lapte și produse derivate din lapte, este fiabilă, cu liniaritate, sensibilitate, selectivitate, precizie și acuratețe ridicate.

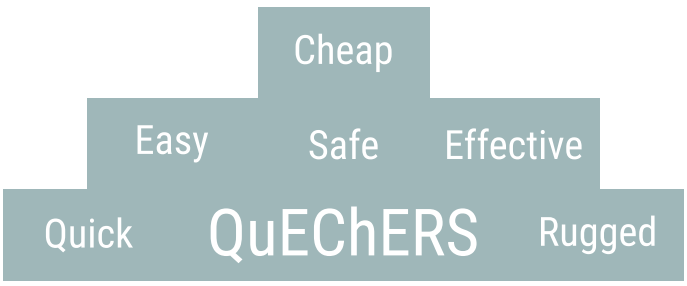
Detecția și cuantificarea reziduurilor de pesticide din elemente de mediu – apă, sol

O altă problemă de interes major, privind atât calitatea produselor cât și în contextul siguranței alimentare, îl reprezintă prezența pesticidelor în probele de mediu (apă, sol, vegetație), care ulterior, urmând circuitul natural ar putea ajunge în legumele, fructele, laptele și produsele lactate de consum.

Solul este o matrice complexă și eterogenă cu o structură poroasă care conține atât componente anorganice (un procent variabil de nisip, nămol și argilă), cât și componente organice naturale compuse în principal din substanțe humice, lipide, carbohidrați, lignină, flavonoide, pigmenți, rășini și acizi fulvici. Acești compuși se caracterizează prin structura chimică diversă și proprietățile fizico-chimice, care provoacă multe probleme analitice. Prin urmare, analiza pesticidelor la concentrații scăzute în aceste probe este o sarcină foarte dificilă și provocatoare.

AVANTAJE

- INCDTIM oferă servicii CDI bazate pe analize complete, rapide, precise și de calitate ale reziduurilor de pesticide din matrici complexe.
- Metoda QuEChERS are multe avantaje față de metodele tradiționale de extracție: factori de recuperare ridicați, aplicabilitate la o gamă largă de pesticide cu polarități și volatilități diferite, inclusiv pentru analiții dificili.
- Cantitatea de solvenți și deșeuri este foarte mică și nu se folosesc solvenți toxici.



COSTURI ESTIMATIVE

Costul unei determinări include:

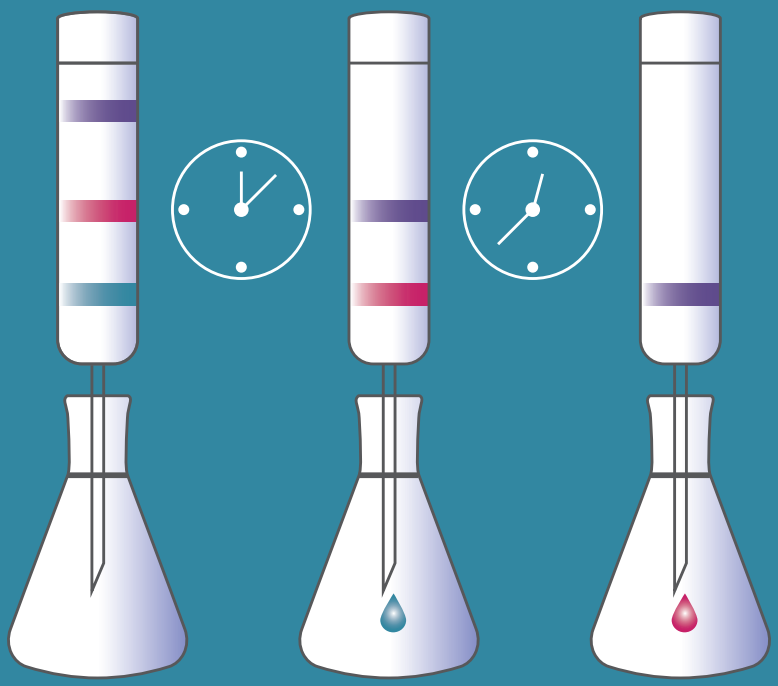
- timpul de utilizare al aparatului
- manopera, care include cheltuielile de personal și pe cele indirecte asociate cu operațiunile de preparare a probelor, analiza și interpretarea rezultatelor, elaborarea raportului de analiză/cercetare.

CONTACT

Dr. Florina Dorina COVACIU
Cercetător recunoscut R2 – CS III
Departamentul Tehnologii Izotopice și Moleculare – TIM, A1.13
(+4)0264-584037, int 131
florina.covaciu@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro

15.

CROMATOGRAFIE DE LICHIDE



CROMATOGRAFIE DE LICHIDE

Cuvinte cheie: *cromatografie de lichide, TLC poluanți, compuși organici*

DESCRIERE

Cromatografia de lichide este o tehnică de laborator prin care se separă **substanțele chimice** aflate în **amestec**, permițând **determinarea calitativă și cantitativă** a acestora. Cromatografia de lichide se bazează pe **distribuția diferită a componentelor unui amestec între două faze**: faza staționară și faza mobilă. Cromatografia de lichide poate fi pe coloană închisă sau pe coloană deschisă (*Thin Layer Chromatography*, TLC).

Cel mai des utilizată este **cromatografia pe coloană închisă**, în special **cromatografia de lichide de înaltă performanță** (*High Performance Liquid Chromatography*, HPLC).

Principalele **avantaje** ale cromatografiei de lichide de înaltă performanță sunt:

- ✓ capacitatea de separare ridicată
- ✓ viteza ridicată a separării
- ✓ posibilitatea monitorizării continue a eluentului coloanei
- ✓ realizarea unor analize repetate și reproductibile utilizând aceeași fază staționară și aceeași fază mobilă
- ✓ automatizarea procedurii analitice și a prelucrării datelor
- ✓ detecție nedistructivă
- ✓ după separare, substanțele pot fi colectate în colectoare de fracții
- ✓ scalarea se face ușor.

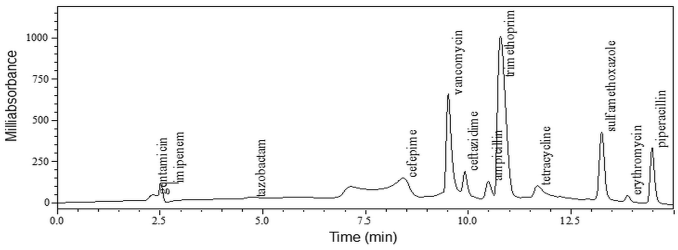
***Cromatograf de lichide Shimadzu LC-2010**, dedicat analizei amestecurilor de compușilor organici*

APLICAȚII

Domenii de aplicabilitate: cercetare-dezvoltare, controlul calității (detecția de impurități, stabilitatea în diferite condiții de mediu, stabilitate în timp etc.), analize de probe de mediu, sinteza chimică (separarea produșilor de reacție), stabilirea compoziției extractelor din plante etc.

Sisteme: ***compuși organici, anorganici și organometalici***

Industrii: industria farmaceutică, industria chimică, industria suplimentelor alimentare, industria agroalimentară, industria produselor cosmetice, mediu, sănătate.



Cromatograma unor standarde de antibiotice

INFRASTRUCTURA

Laboratorul nostru dispune de un **cromatograf de lichide de înaltă performanță Shimadzu LC-2010** echipat cu mai mulți detectori:

i. detector cu șir de diode (PDA)

ii. detector de fluorescență (FD)

iii. detector cu indice de refracție (RID)

iv. spectrometru de masă (MS)

pentru analiza unei game largi de compuși.

De asemenea, deținem și aparatură necesară separărilor prin **cromatografie pe strat subțire**:

i. aplicator semiautomat **Camag Linomat 5**

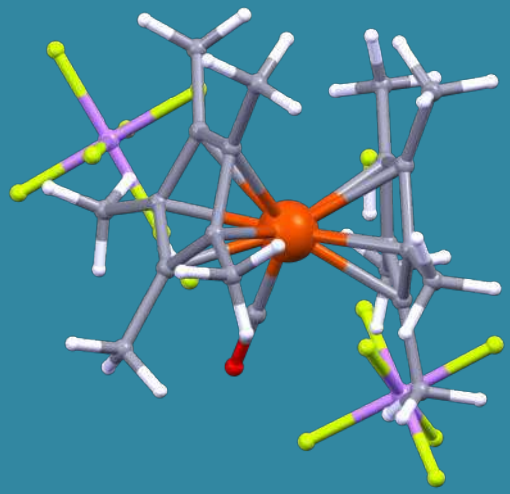
ii. fotodensitometru **Camag TLC Scanner 3**.

Introducerea probelor în cromatograful de lichide

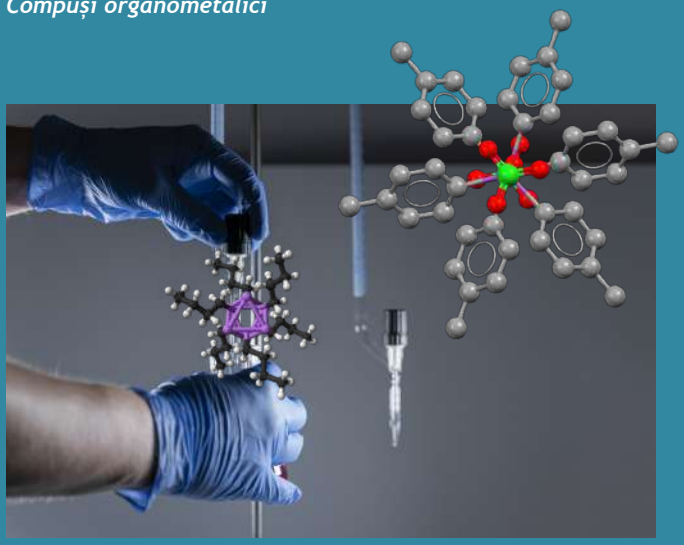
APLICAȚII UZUALE – EXEMPLE:

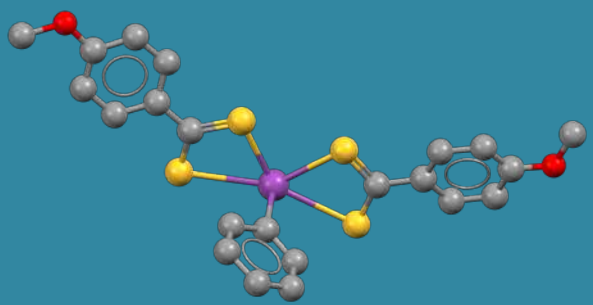
Determinarea agenților poluanți (medicamente, pesticide, coloranți) din probe de mediu. Se poate identifica prezența agenților poluanți în ape, sol, deșeuri de diferite tipuri (inclusiv gunoi animal), înainte de analiză fiind folosite diferite metode de extracție (extracție în fază solidă, extracție în câmp de microunde etc.).

Determinarea purității compușilor organici / organometalici. Se pot observa impurități apărute în timpul procesului de prelucrare a probelor, în timpul sintezei, prezența materiilor prime nereacționate sau apariția unor produși secundari.

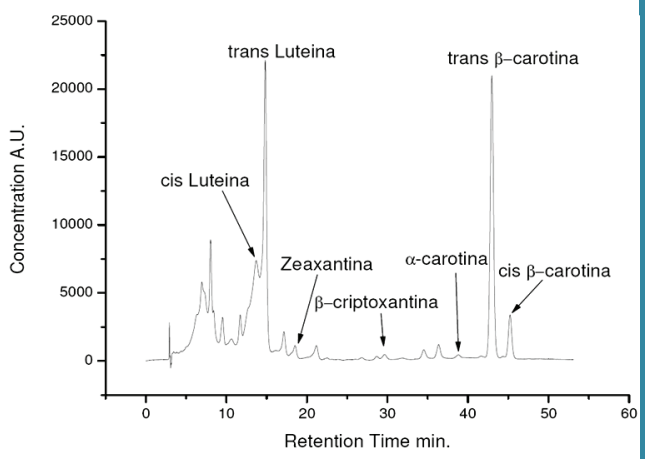


Compuși organometalici

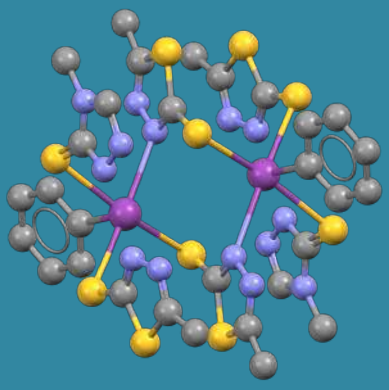




Studii de stabilitate pentru produse farmaceutice, suplimente alimentare, produse cosmetice și alți compuși organici. Se poate urmări modificarea/degradarea substanțelor active din diferite produse, în diferite condiții de mediu (temperatură, umiditate, lumină etc.), informații folositoare în viitoare procedee de obținere industriale.



Cromatograma extractului de carotenoide din Ocimum basilicum L.



Compuși organometalici cu bismut

AVANTAJE

- INCDTIM oferă servicii CDI bazate pe cromatografia de lichide de înaltă performanță care acoperă aproape toată gama de aplicații practice
- Înainte de încheierea unei relații contractuale oferim consultanță pentru a defini cât mai exact nevoile clientului/partenerului
- La cerere oferim extracția compusului/compușilor doriți din diverse matrici
- Dotările existente ne permit analiza unui spectru larg de compuși
- Dispunem de personal specializat, capabil să acopere cu cel mai înalt profesionalism toate etapele unei colaborări contractuale: definirea problemei care va trebui soluționată, designul experimental, colectarea datelor, interpretarea rezultatelor.

COSTURI ESTIMATIVE

Costul total al serviciilor CD bazate pe cromatografia de lichide de înaltă performanță depinde de tipul analizei:

Analiza calitativă:

- timpul de utilizare al cromatografului, consumabilele și uzura
- manopera, care include cheltuieli de personal și pe cele indirecte asociate cu operațiunile de preparare a probelor, analiza și interpretarea rezultatelor, elaborarea raportului de analiză/cercetare: în funcție de gradul de complexitate al studiului.

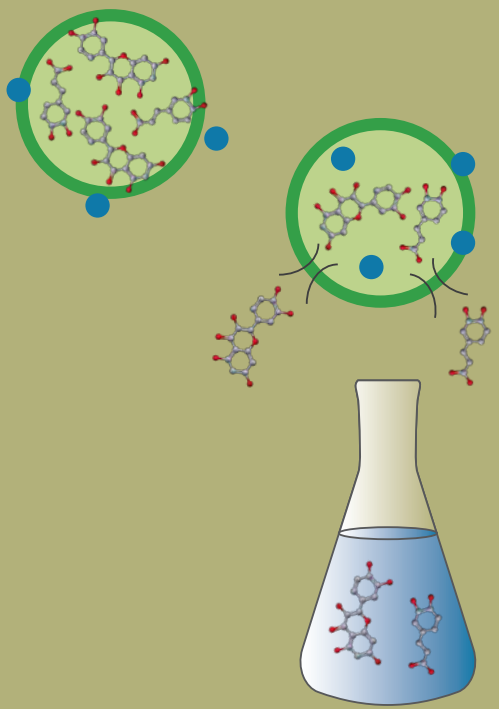
Pentru **analiză cantitativă**, celor de mai sus li se adaugă curba de calibrare.

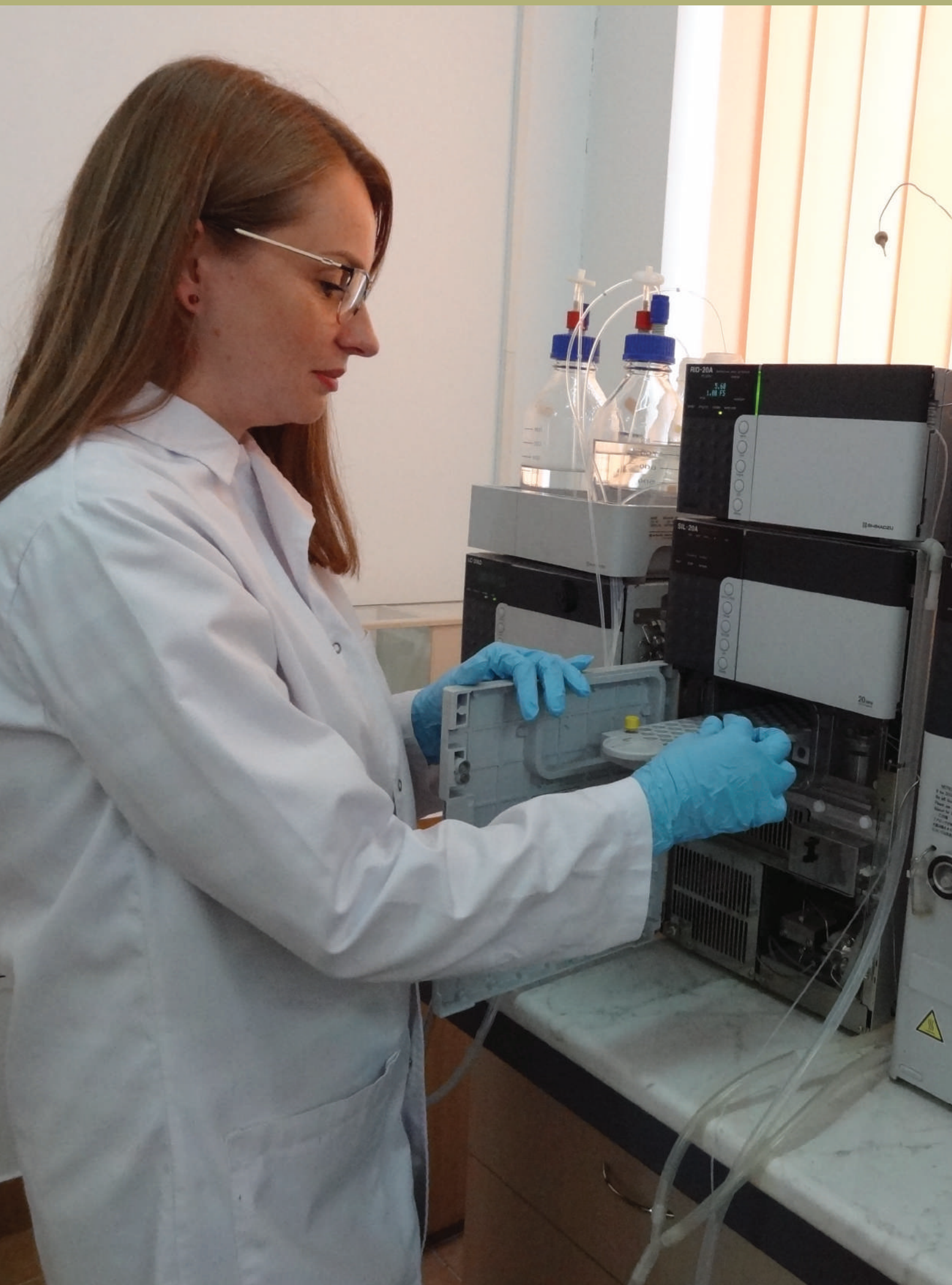
CONTACT

Dr. Habil. Maria Loredana SORAN
Cercetător principal R4 – CS I
Departamentul Materiale, Energie și Tehnologii Avansate – META, C2.01
(+4)0264-584037, int 215
loredana.soran@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro

16.

EXTRACȚIA COMPUȘILOR ORGANICI ASISTATĂ DE ULTRASUNETE




RID-20A
SIL-20A

EXTRACȚIA COMPUȘILOR ORGANICI ASISTATĂ DE ULTRASUNETE

Cuvinte cheie: *extracție, ultrasonare, compuși organici*

DESCRIERE

Preocupările INCDTIM pentru extracția compușilor organici din diferite matrici au determinat selectarea și adaptarea în laboratorul nostru a unui număr mare de tehnici.

Rezultatele experimentale obținute, de-a lungul anilor, de către echipa de cercetare Materiale Multifuncționale și Compuși Biologic Activi au condus la concluzia că **extracția asistată de ultrasunete** (**EAU**) este cea mai adecvată tehnică pentru extracția compușilor organici din diverse matrici și este scalabilă. Mai mult decât atât, echipa noastră de cercetare are experiență în optimizarea metodelor de lucru. În acest scop se utilizează metode statistice și astfel este posibilă selectarea parametrilor optimi pentru obținerea preparatelor cu cele mai mari cantități din compusul/compușii organici de interes raportat la materia prima folosită.

Testând diferite metode și condiții experimentale, am concluzionat că principalele avantaje ale extracției prin ultrasonare sunt:

- ✓ Tehnica este ecologică, eficientă și economică
- ✓ Utilizarea unui volum minim de solvent și a unui timp mic de lucru pentru obținerea unui randament maxim de extracție al compușilor de interes. Timpul de extracție prin ultrasonare este de cel puțin 4 ori mai scurt comparativ cu timpul necesar extracției prin metode clasice
- ✓ Obținerea unor produse de extracție de calitate superioară celor obținute prin metodele clasice

Laboratorul de analiză a extractelor prin cromatografie de lichide de înaltă performanță HPLC

APLICAȚII

Domenii de aplicabilitate: extracția compușilor organici din matrici complexe, organice sau anorganice.

Industrii: industria farmaceutică, industria chimică, industria suplimentelor alimentare, industria agroalimentară, industria produselor cosmetice, mediu, sănătate.

INFRASTRUCTURA

Laboratorul dispune de aparatura modernă de obținere și caracterizare a extractelor finale:

i. băi de ultrasonare Elmasonic S40H, Transonic T 470/H, Sonorex Digitec

ii. centrifugă Eppendorf 5430R (17.000 rpm)

iii. rotavapor Heidolph Laborota 4011

iv. cromatograf de lichide de înaltă performanță Shimadzu LC-2010

v. spectrofotometre UV-Vis pentru analiza probelor Jasco V550, Jasco 6500

Băi de ultrasonare

Centrifuga Eppendorf 5430R

Spectrofotometrul Jasco V550

Concentrarea extractului în rotavapor (Heidolph Laborota 4011)

APLICAȚII UZUALE – EXEMPLE:

Extracția compușilor bioactivi din materiale vegetale. Pot fi obținuți din materialul vegetal compuși bioactivi cu proprietăți antioxidante sau antimicrobiene cum ar fi polifenoli, clorofile, carotenoide, uleiuri esențiale.

Ocimum basilicum (busuioc)

Hippophaë rhamnoides L (cătină albă)

Extracția pesticidelor din probe solide de mediu. Etapa de extracție este foarte importantă pentru prelucrarea preliminară a probelor în vederea determinării conținutului de pesticide utilizând metode cromatografice.

Conținutul de pesticide poate fi determinat prin HPLC

Extracția medicamentelor din gunoi și din sol. Se pot extrage diferite clase de medicamente din probe de sol și gunoi: antibiotice, antiinflamatoare, citostatice, analgezice

AVANTAJE

- INCDTIM oferă servicii CDI bazate pe metoda de extracție prin ultrasonare care acoperă o gamă largă de aplicații practice.
- Înainte de încheierea unei relații contractuale oferim consultanță pentru a defini cât mai exact nevoile clientului/partenerului.
- Dotările existente ne permit extracția unui spectru larg de compuși.
- Dispunem de personal specializat, capabil să acopere cu cel mai înalt profesionalism toate etapele unei colaborări contractuale: definirea problemei care va trebui soluționată, designul experimental, colectarea datelor, interpretarea statistică a rezultatelor.

COSTURI ESTIMATIVE

Costul total al serviciilor CD bazate pe extracția prin ultrasonare cuprinde:

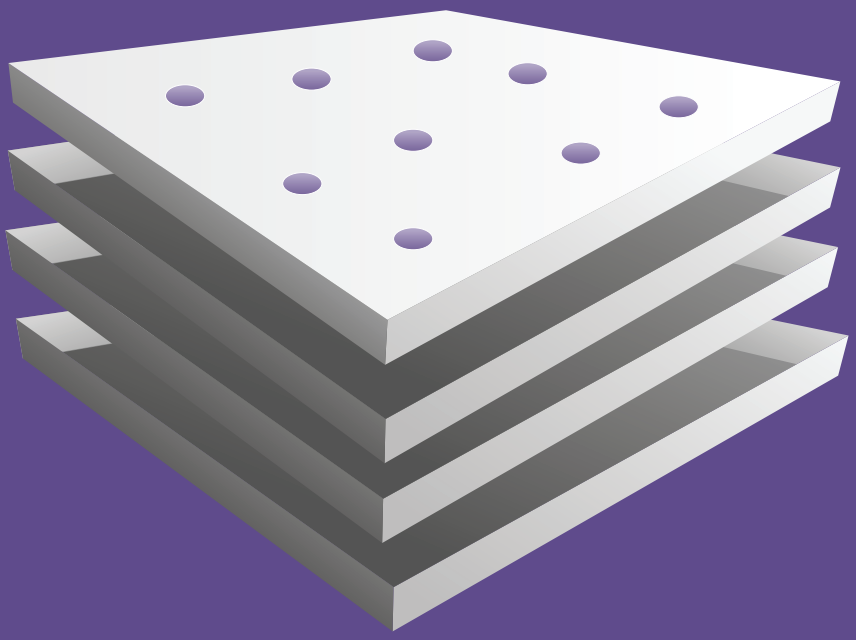
- timpul de utilizare al băilor de ultrasonare, consumabilele și uzura
- manopera, care include cheltuielile de personal.

CONTACT

Dr. Habil. Maria Loredana SORAN
Cercetător principal R4 – CS I
Departamentul Materiale, Energie și Tehnologii Avansate – META, C2.01
(+4)0264-584037, int 215
loredana.soran@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro

17.

CARACTERIZAREA POROZITĂȚII MATERIALELOR SOLIDE



CARACTERIZAREA POROZITĂȚII MATERIALELOR SOLIDE

Cuvinte cheie: *aria suprafeței, dimensiunea porilor, structură poroasă*

DESCRIERE

Determinarea parametrilor de porozitate ale materialelor solide – aria suprafeței, volumul și dimensiunea porilor – se face cu ajutorul unei tehnici de adsorbție/desorbție, la temperatură constantă, a moleculelor de azot pe suprafața solidului.

Avantajele acestei metode constau în:

- ∫ **versatilitatea ridicată** – se poate măsura suprafața oricărui solid cu aria mai mare de 1 m^2/g indiferent de compoziția chimică, de caracterul nanostructurat sau nu, de existența sau nu pe suprafață a unor grupări funcționale etc.
- ∫ **multitudinea informațiilor** care se pot extrage din izotermele de adsorbție/desorbție: aria suprafeței, existența microporilor sau mezoporilor, volumul porilor total și/sau, defalcat pe categorii, distribuția dimensiunii porilor, informații privind forma porilor.

APLICAȚII

Domenii de aplicabilitate:

i. caracterizarea structurală a oricărui material solid produs

ii. producție – atât în etapa de optimizare a procesului de producție, cât și pentru controlul calității produsului obținut

Sisteme:

i. ***materiale oxidice cu diverse aplicații:*** pigmenți (ex. ZnO), catalizatori (ex. Al_2O_3)

ii. ***materiale cu aplicații în procese de adsorbție:*** cărbune activ, zeoliți naturali, dolomit

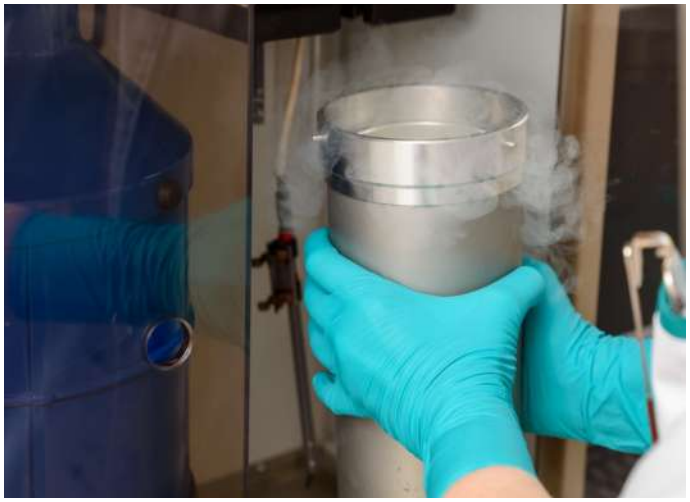
iii. ***materiale cu proprietăți termoizolatoare***

Industrii: mediu-depoluare, industria chimică

Laboratorul de cataliză heterogenă. Aparatul Sorptomatic 1990 (Thermo Electron Corporation)

INFRASTRUCTURA

Laboratorul de cataliză heterogenă este dotat cu un aparat **Sorptomatic 1990 (Thermo Electron Corporation, USA)** capabil să înregistreze izotermele de adsorbţie/desorbţie ale azotului la temperatura constantă de –196°C. Aparatul are în componenţă şi un modul de degazare în vid la temperatură controlabilă.



APLICAŢII UZUALE – EXEMPLE:

Determinarea ariei suprafeţei şi porozităţii zeoliţilor naturali. Fiind materiale cu potenţial de utilizare în procesele de adsorbţie pe suprafaţă, cunoaşterea mărimii suprafeţei adsorbante este foarte importantă. Mărimea şi forma porilor pot interfera în procesul de adsorbţie, în special în cazul adsorbţiei unor substanţe cu moleculă mare cum ar fi poluanţii organici sau coloranţii, de aceea determinarea parametrilor de porozitate este la fel de importantă ca şi aria suprafeţei.

Determinarea ariei suprafeţei compuşilor de tip MOF. Caracteristic acestor compuşi este aria suprafeţei foarte mare, de ordinul miilor de metrii pătraţi pe gram, generată de existenţa unei structuri microporoase foarte extinsă. De aceea condiţiile de înregistrare şi interpretarea izotermelor de adsorbţie/desorbţie necesită expertiză suplimentară faţă de măsurătorile uzuale, expertiză deţinută de grupul de la INCDTIM.

Materiale poroase produse în INCDTIM

MIL–101 (Cr) sintetizat în INCDTIM

Determinarea ariei suprafeţei şi porozităţii catalizatorilor. Cataliza este un proces de suprafaţă, serios influenţat de mărimea acesteia, de aceea determinarea ariei suprafeţei este foarte importantă pentru caracterizarea unui catalizator. Accesul reactanţilor la centrii catalitici activi de pe suprafaţa catalizatorului poate fi îngreunată, sau dimpotrivă facilitată de forma şi dimensiunea porilor, de aceea parametrii de porozitate sunt la fel de importanţi.

Compuși porоși sintetizați în grupul de cercetare Materiale Poroase și Nanostructuri de Carbon

AVANTAJE

- INCDTIM oferă servicii CDI de determinare a ariei suprafeței și porozității, utilizată de sine stătător sau în combinație cu alte tehnici de caracterizare a solidelor (difracție de raze X, microscopie optică și electronică), care acoperă aproape toată gama de caracterizări structurale.
- Înainte de încheierea unei relații contractuale oferim consultanță pentru a defini cât mai exact nevoile clientului/partenerului și, în caz că sunt necesare, efectuăm teste preliminare gratuite.
- Dotarea și experiența existentă ne permit să măsurăm cea mai mare parte dintre materialele solide poroase.
- Dispunem de personal specializat în centre de cercetare de mare prestigiu din străinătate capabil să acopere cu cel mai înalt profesionalism toate etapele unei colaborări contractuale: definirea problemei care va trebui soluționată, designul experimental, colectarea datelor, interpretarea rezultatelor și corelarea lor cu alte informații complementare, dacă este necesară.

COSTURI ESTIMATIVE

Costul unei determinări este format din:

- timpul de utilizare al aparatului
- manopera, care include cheltuielile de personal și pe cele indirecte asociate cu operațiunile de preparare a probelor, analiza și interpretarea rezultatelor și elaborarea raportului de analiză/cercetare.

CONTACT

Dr. Diana LAZĂR
Cercetător principal R4 – CS I
Departamentul Materiale, Energie și Tehnologii Avansate – META, A1.11
(+4)0264-584037, int 129
diana.lazar@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro

18.

CARACTERIZAREA SUPRAFEȚEI ACTIVE A CATALIZATORILOR

CARACTERIZAREA SUPRAFEȚEI ACTIVE A CATALIZATORILOR

Cuvinte cheie: *reductibilitatea unui solid (TPR), aria suprafeței active catalitic, desorbție la temperatură programată (TPD), aciditatea/bazicitatea suprafeței solidelor*

DESCRIERE

Investigarea interacțiunii moleculelor de reactanți cu suprafața catalizatorilor este de importanță vitală în designul și eficientizarea oricărui catalizator sau proces catalitic. Una dintre cele mai folosite tehnici în acest sens este studiul interacțiunilor cu suprafața în condiții de temperatură programată. Avantajele acestei metode constau în:

- ***versatilitatea ridicată*** – se poate studia interacțiunea diverselor molecule reactante în fază gazoasă cu orice material solid
- ***multitudinea informațiilor furnizate:*** condițiile în care poate fi oxidat/redus un material, natura și tăria centrilor catalitic activi, aciditatea/bazicitatea unui solid, aria suprafeței active catalitic.

APLICAȚII

Domenii de aplicabilitate:

- ***cercetare-dezvoltare*** – pentru caracterizarea funcțională a oricărui material cu potențiale proprietăți catalitice
- ***producție*** – pentru controlul calității catalizatorilor preparați sau eficientizarea proceselor de dezvoltare/diversificare/scalare de noi materiale catalitice

Sisteme:

i. ***catalizatori de tipul metal/suport:*** suport de tipul oxizi metalici, structuri carbonice etc.

ii. ***materiale de tip zeolitic naturali sau de sinteză***

iii. ***materiale noi cu potențiale proprietăți catalitice*** (ex. structuri metal-organice (MOF), grafene, nanostructuri de carbon, compozite diverse)

Industrii: industria chimică, energie, mediu/depoluare, industria farmaceutică

Laboratorul de cataliză heterogenă

Catalizatori de tipul metal/suport

Catalizator zeolitic

INFRASTRUCTURA

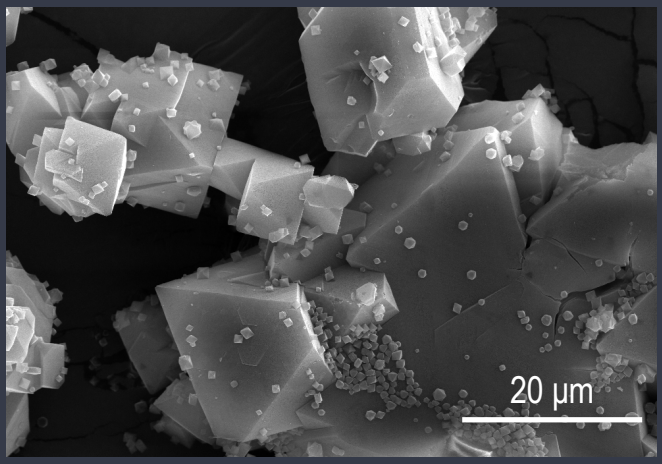
Laboratorul de cataliză heterogenă este dotat cu un aparat de caracterizare a catalizatorilor **TPDRO** 1100 Series dotat cu detector de termoconductivitate (TCD) (Thermo Scientific, USA) cuplat cu un spectrometru de masă quadrupolar (QMS) (PrismaPlus, Pfeiffer Vacuum, Germany). Sistemul experimental astfel obținut este superior aparatelor comerciale uzuale deoarece combină informațiile obținute cu ajutorul a doi detectori, TCD și QMS, furnizând astfel rezultate mai clare și complete.

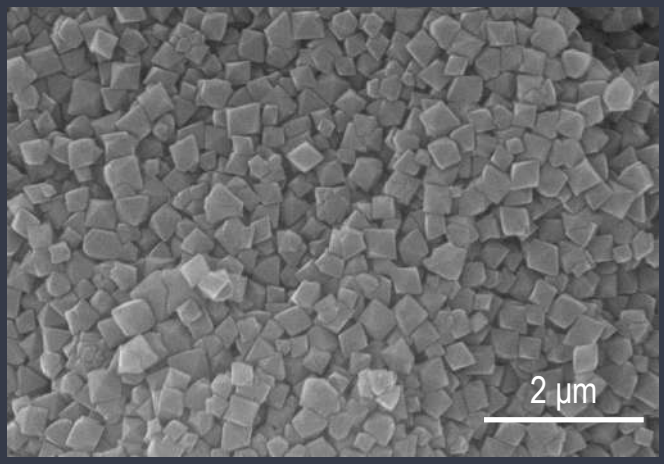
Laboratorul de cataliză heterogenă

APLICAȚII UZUALE – EXEMPLE:

Determinarea suprafeței catalitic active pentru procesele care implică hidrogen (sau a moleculelor care conțin hidrogen, e.g. CH_4). Cataliza este un proces de suprafață pentru care eficiența adsorbției și activării moleculelor reactante depinde și de mărimea suprafeței active disponibile. Astfel, pentru materialele de tipul metal/suport determinarea ariei suprafeței catalitic active se face prin determinarea cantității de hidrogen adsorbit/desorbit de pe suprafață.

Determinarea naturii și tăriei centrilor catalitc activi reprezintă unele dintre cele mai uzuale și necesare informații în dezvoltarea și fabricarea unui catalizator, indiferent de natura acestuia. Aceasta se realizează prin adsorbția/desorbția la temperatură controlată a unor molecule probă (care sunt fie reactanții vizați, fie molecule cu structura asemănătoare cu cea a reactanților). Aranjamentul experimental pe care îl deține INCDTIM, și anume cuplajul TPDRO-QMS, oferă avantajul folosirii unei game mai largi de molecule probă.





Compuși MOF. Imagini de microscopie electronică de scanare

Determinarea temperaturii optime de reducere (activare) a unui precursor catalitic. Reducerea oxidului (precursorul) la metalul activ catalitic este una dintre etapele importante ale preparării unui catalizator de tipul metal/suport. O temperatură de reducere prea mică nu generează suficientă fază activă catalitic, iar o temperatură prea mare poate duce la sinterizarea pe suport a nanoparticulelor metalice; în ambele cazuri se obțin catalizatori cu performanțe scăzute. Cu ajutorul Reducerii la Temperatură Programată (TPR) se stabilește intervalul optim de temperatură pentru obținerea unui material cu performanțe catalitice cât mai bune.

AVANTAJE

- INCDTIM oferă servicii CDI de caracterizare a suprafeței active a catalizatorilor, utilizată de sine stătător sau în combinație cu alte tehnici de caracterizare a solidelor (difracție de raze X, microscopie optică și electronică), care acoperă aproape toată gama de caracterizări structurale și funcționale.
- Înainte de încheierea unei relații contractuale oferim consultanță pentru a defini cât mai exact nevoile clientului/partenerului și, în caz că sunt necesare, efectuăm teste preliminare gratuite.
- Dotarea și experiența existentă ne permit să caracterizăm cea mai mare parte dintre materialele cu potențial catalitic.
- Dispunem de personal specializat capabil să acopere cu cel mai înalt profesionalism toate etapele unei colaborări contractuale: definirea problemei care va trebui soluționată, designul experimental, colectarea datelor, interpretarea rezultatelor și corelarea lor cu alte informații complementare, dacă este cazul.

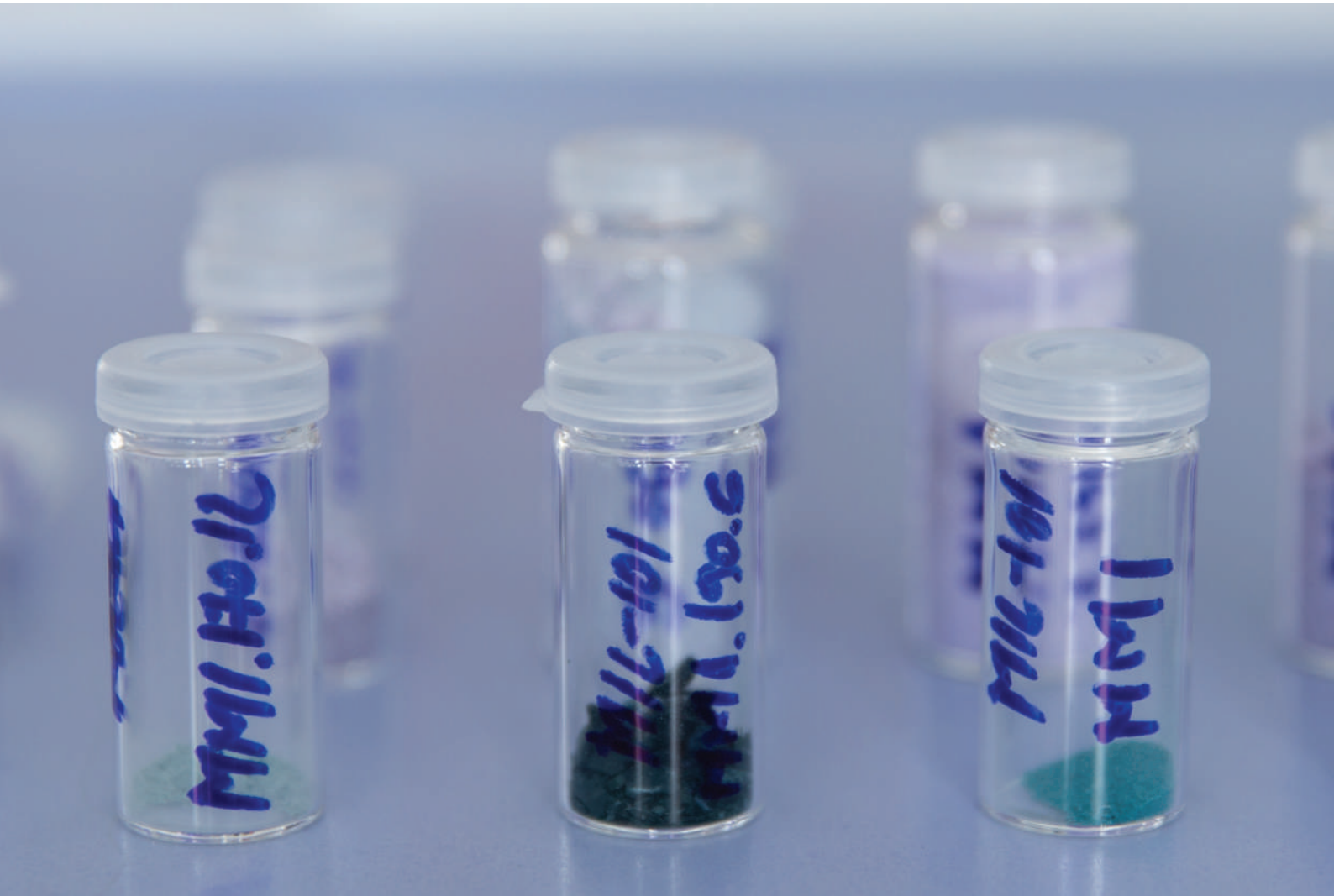
COSTURI ESTIMATIVE

Costul unei determinări este calculat în funcție de complexitatea probei și este format din

- timpul de utilizare al aparatului
- manoperă, care include cheltuielile de personal și pe cele indirecte asociate cu operațiunile de preparare a probelor, analiza și interpretarea rezultatelor, elaborarea raportului de analiză/cercetare.

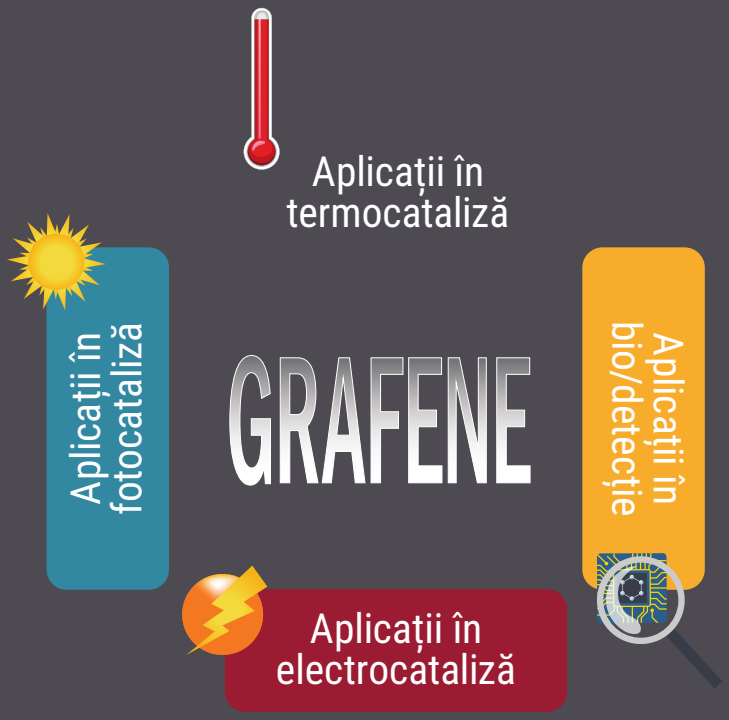
CONTACT

Dr. Maria MIHEȚ
Cercetător consacrat R3 – CS II
Departamentul Materiale, Energie și Tehnologii Avansate – META, A1.03
(+4)0264-584037, int 122
maria.mihet@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro



19.

NOI MATERIALE PE BAZĂ DE GRAFENE ȘI APLICAȚII ALE ACESTORA



NOI MATERIALE PE BAZĂ DE GRAFENE ȘI APLICAȚII ALE ACESTORA

Cuvinte cheie: *grafene, hidrogenare catalitică, pile de combustie, conversia dioxidului de carbon, adsorbție și degradare de poluanți, detecție de bio/molecule*

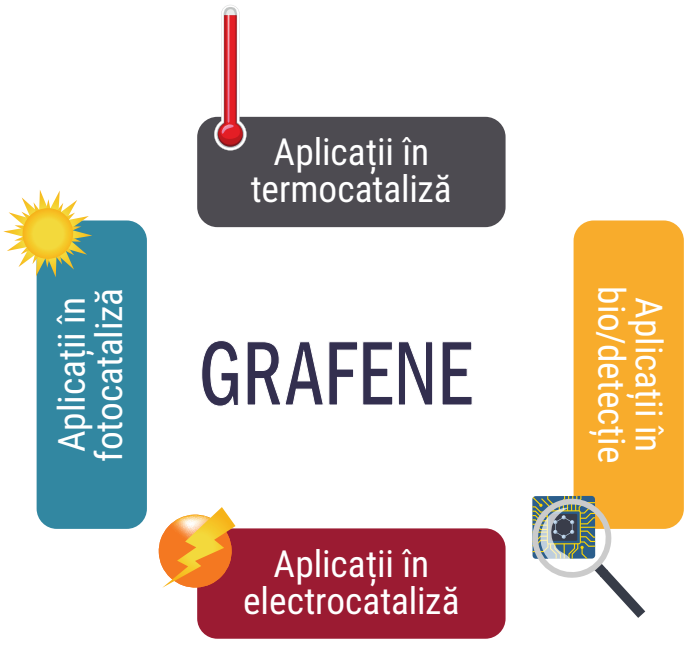
DESCRIERE

În cadrul laboratoarelor din INCDTIM se pot sintetiza, prin diverse metode, o varietate mare de materiale compozite pe bază de grafene

- oxid de grafenă
- oxid de grafenă redus
- grafene dopate cu heteroatomi
- grafene decorate cu nanoparticule metalice/oxidice
- nanocompozite pe bază de grafene și polimeri

În funcție de aplicația dorită, materialele compozite pe bază de grafene se pot obține folosind diverse tehnici de sinteză:

- sinteza chimică (oxidare grafit și exfoliere)
- exfolierea electrochimică a grafitului
- exfolierea mecanică a grafitului (*ball milling*)



Prezentarea schematică a domeniilor de utilizare ale compozitelor pe bază de grafene în grupul Materiale Poroase și Nanostructuri de Carbon

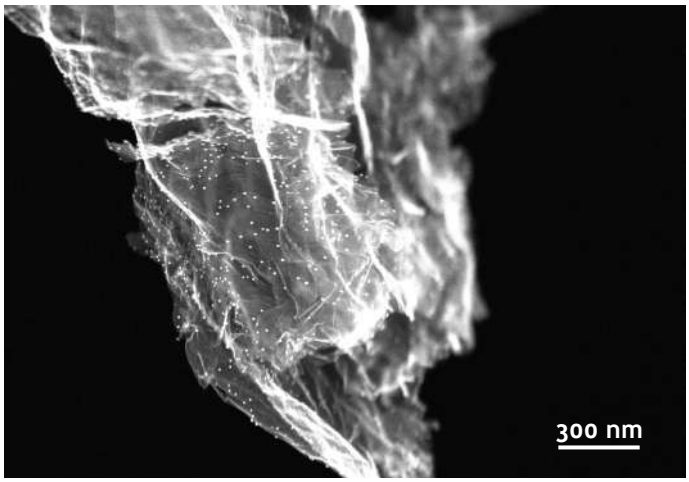
APLICAȚII

Domenii de aplicabilitate:

- **cercetare-dezvoltare:** obținerea de catalizatori pentru procese heterogene (electrocatalizatori, fotocatalizatori, termocatalizatori)
- **detecția electrochimică:** preparare de electrozi modificați

Industrii:

- ✓ Industria chimică
- ✓ Energie
- ✓ Mediu/depoluare
- ✓ Industria farmaceutică, medicină



Imaginea TEM a unui compozit pe bază de grafene decorate cu nanoparticule metalice

INFRASTRUCTURA

INCDTIM dispune de infrastructura de cercetare necesară **preparării și caracterizării complete** a materialelor compozite pe bază de grafene.

Laborator de chimie complet dotat

Microscoape electronice de scanare SEM (Hitachi SU8230), TEM (Hitachi HD2700), detectori EDX și EBSD (Oxford Instruments)

Difractometru de raze X (Bruker D8 Advance)

Spectrometre FTIR (TENSOR II, Bruker) și Raman (Jasco NRS 3300)

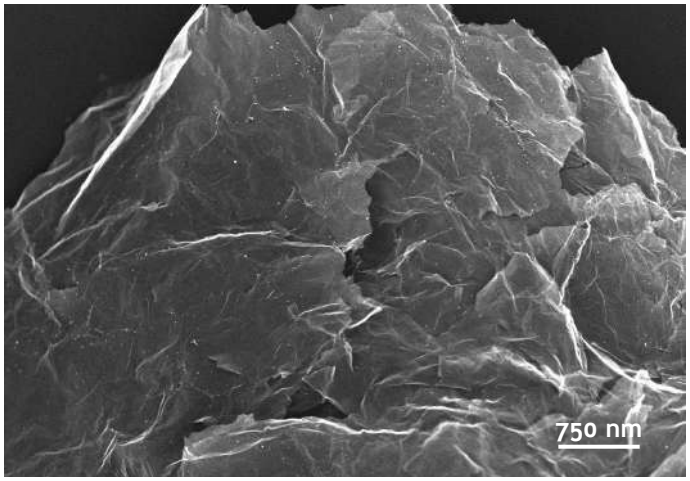
Termogravimetru (SDT Q 600, TA Instruments)

Aparat de caracterizare al catalizatorilor pentru studiul adsorbției/reacției la temperatură programată (TPDRO 1100, Thermo Scientific) dotat cu detector de termoconductivitate (TCD) cuplat cu un spectrometru de masă quadrupolar (QMS, Prisma Plus, Pfeiffer Vacuum)

Aparat pentru măsurarea ariei suprafeței și a porozității (Sorptomatic 1900, Thermo Scientific)

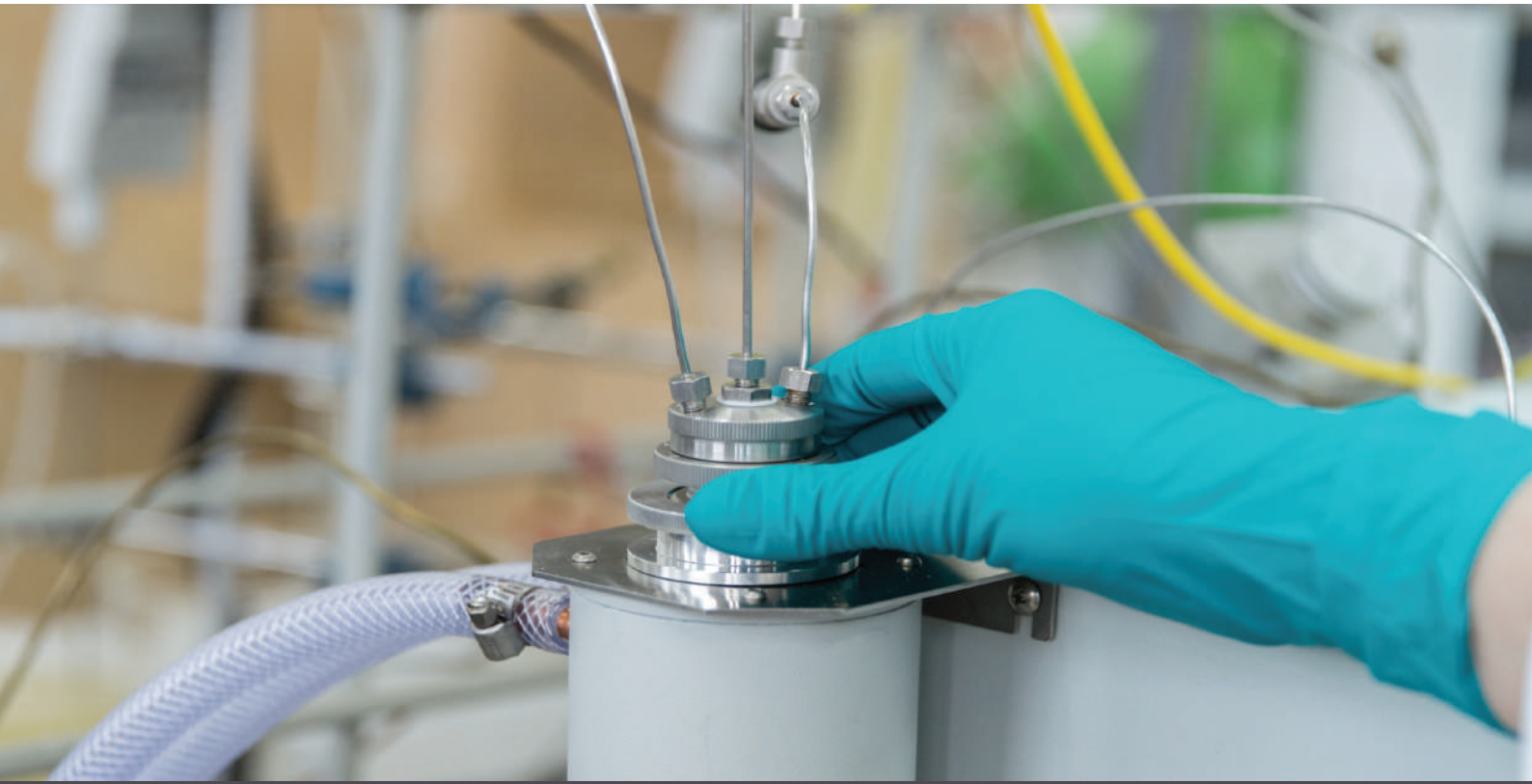
Aplicațiile electrochimice (sinteză/testare/detecție) se desfășoară folosind aparatura de tip potențiostat/galvanostat (PGSTAT302N, Metrohm Autolab)

SPECORD 250 PLUS spectrophotometer (Analytik Jena GmbH, Jena, Germany).



Imagine TEM a unui compozit pe bază de grafene decorate cu nanoparticule metalice

Laborator de sinteză catalizatori pentru producție hidrogen



APLICAȚII UZUALE – EXEMPLE:

Catalizatori de tipul NP/grafenă cu activitate şi selectivitate ridicată pentru stocarea chimică şi utilizarea hidrogenului. Termocataliza este un proces de suprafață pentru care eficiența adsorbției și activării moleculelor reactante depinde de proprietățile catalizatorului. Combinarea proprietăților grafenei și a nanoparticulelor metalice asigură o activitate deosebită a acestor materiale pentru reacţiile care implică hidrogenul. Pt/grafenă, Au/grafenă și-au dovedit eficiența în mai multe procese de hidrogenare.

Aplicații în adsorbție şi fotocataliză. Suprafața mare de adsorbție a grafenelor face ca acestea să fie candidați importanți pentru utilizarea în procesele de îndepărtare a poluanților chimici nebiodegradabili. Pentru aceste aplicații este eficientă atât grafena redusă simplă, cât și grafenele funcționalizate. În plus, compozitele pe bază de grafenă sunt foarte buni fotocatalizatori pentru degradarea poluanților chimici în produși cu toxicitate redusă sau chiar mineralizare, unele dintre acestea fiind eficiente și la lumină solară. O serie de compozite cu metale/grafenă/semiconductor (pe bază de Ag/grafenă, Au/grafenă, Pt/grafenă, Cu_xO/grafenă) și-au dovedit eficiența în acest sens în procese de degradare a unor poluanți organici de tipul medicamentelor, pesticidelor sau contaminanților cu influență asupra sistemului endocrin.

Catalizatori de tipul NP/heteroatomi/grafenă cu eficiență electrocatalitică ridicată și aplicabilitate în domeniul pilelor de combustie. Materialul hibrid pe bază de grafene dopate cu sulf și conținut redus de platină și-a dovedit eficiența în reacția de oxidare a metanolului în mediul alcalin, prezentând potențial pentru înlocuirea catalizatorilor cu conținut ridicat de Pt din pilele de combustie.

Aplicaţii în detecţia de molecule organice și biomolecule. Prepararea de electrozi modificați pe bază de compozite de grafene se realizează prin metoda *drop-casting*. Compozitele de tip AuPt/grafene și Au/grafene s-au dovedit eficiente în detecția dopaminei și, respectiv, a degradării ADN-ului monocatenar (ssDNA).

Nanocompozite pe bază de grafene și polimeri. Dezvoltarea de senzori ultrasenzitivi și a unor protocoale selective de detecție electrochimică în biomedicină și industria farma (markeri tumorali, disruptori endocrini, indicatori ai stresului oxidativ, antibiotice, analgezice, beta-blocante), mediu (poluanți emergenți, metale grele, pesticide, fertilizatori), industria alimentară (aditivi alimentari cu potențial toxic și contaminați organici sau anorganici).

AVANTAJE

- INCDTIM oferă servicii CDI de preparare și caracterizare completă a materialelor compozite pe bază de grafene; se pot sintetiza materiale cu o divesitate mare de compoziții metal – oxid – grafenă.
- Înainte de încheierea unei relații contractuale oferim consultanță pentru a defini cât mai exact nevoile clientului/partenerului și, în caz că sunt necesare, efectuăm teste preliminare gratuite.
- Dotarea și experiența existentă ne permit să testăm cea mai mare parte dintre materialele cu potențial aplicativ în domeniile precizate.
- Dispunem de personal specializat în centre de cercetare de mare prestigiu din străinătate, capabil să acopere cu cel mai înalt profesionalism toate etapele unei colaborări contractuale: definirea problemei care va trebui soluționată, designul experimental, colectarea datelor, interpretarea rezultatelor și corelarea lor cu alte informații complementare, dacă este cazul.

COSTURI ESTIMATIVE

Costul unui gram de material compozit depinde de tipul de sinteză folosit și de complexitatea structurală a acestuia.

Costul unei analize este în funcție de complexitatea probei de analizat și este format din:

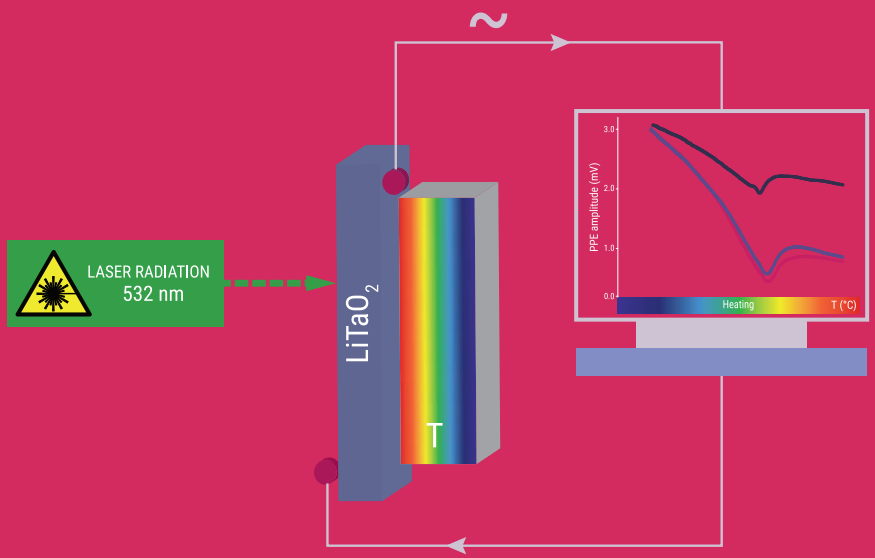
- timpul de utilizare al aparatului
- manoperă, care include cheltuielile de personal și pe cele indirecte asociate cu operațiunile de preparare a probelor, analiza și interpretarea rezultatelor, elaborarea raportului de analiză/cercetare.

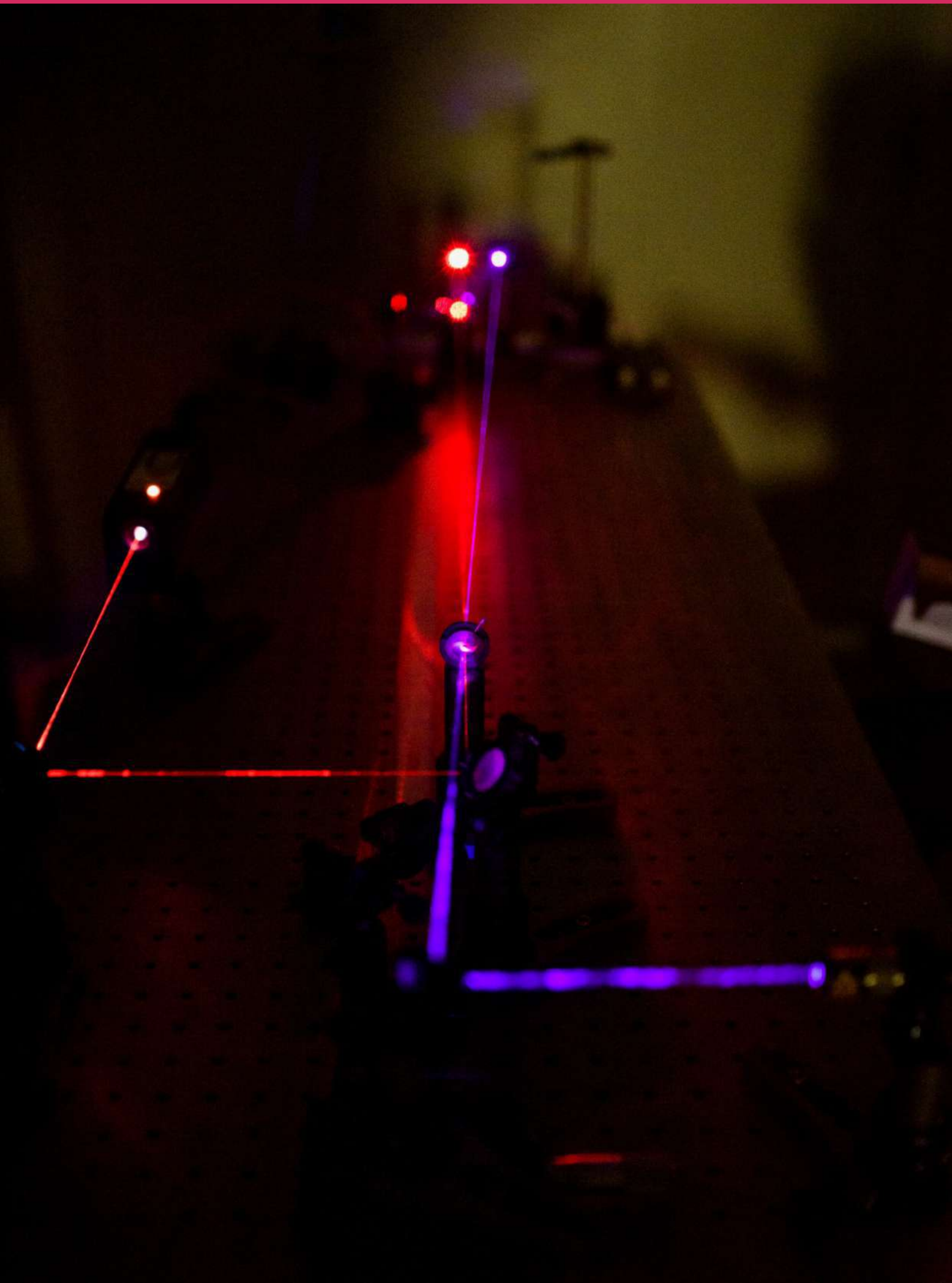
CONTACT

Dr. Diana LAZĂR
Cercetător principal R4 – CS I
Departamentul Materiale, Energie și Tehnologii Avansate – META, A1.11
(+4)0264-584037, int 129
diana.lazar@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro

20.

CALORIMETRIE FOTOPIROELECTRICĂ





CALORIMETRIE FOTOPIROELECTRICĂ

Cuvinte cheie: *tehnică fotopiroelectrică, parametri termici, căldură specifică, conductivitate, difuzivitate, efuzivitate termică, tranziții de fază*

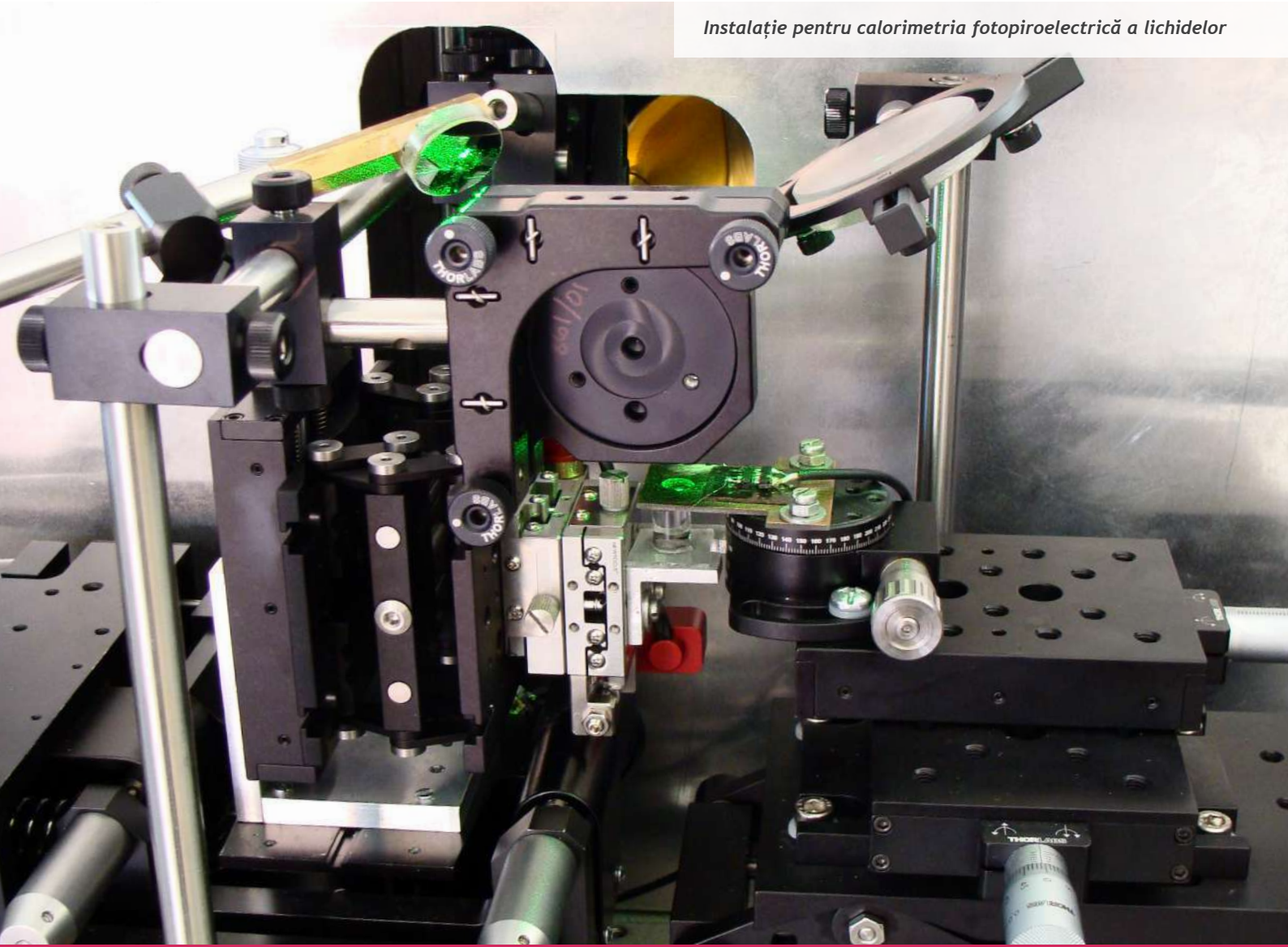
DESCRIERE

Calorimetria fotopiroelectrică este o tehnică de înaltă acuratețe prin intermediul căreia se poate obține o caracterizare termică completă (determinarea tuturor parametrilor termici) a oricărui material neagresiv chimic, în fază condensată (solid sau lichid).

Tehnica poate fi, de asemenea, utilizată în studiul unor procese fizice și chimice asociate variației parametrilor termici în funcție de compoziție, temperatură sau de timp.

Detectori piroelectrici (InfraTech GmbH)

Instalație pentru calorimetria fotopiroelectrică a lichidelor



APLICAȚII

Domenii de aplicabilitate: caracterizarea termică a materialelor

- ∫ determinarea parametrilor termici pentru materiale de interes practic: conductori, izolatori, semiconductori, magneți, feroelectrici, termoelectrici
- ∫ studiul tranzițiilor de fază de speța I: topiri, solidificări
- ∫ studiul tranzițiilor de fază de speța a II-a: tranziții magnetice și feroelectrice, cu determinarea exponenților critici, determinarea benzilor de absorbție optică ale unor straturi absorbante în vizibil și IR

Sisteme: lichide simple sau amestecuri lichide, nanofluide, materiale semilichide, solide cu proprietăți variate (izolatori sau conductori termici și electrici, magneți, materiale feroelectrice, termoelectrici, supraconductori de temperatură critică înaltă, semiconductori, etc), produse alimentare (sucuri, uleiuri, unt, branză, margarină), materiale compozite (sticle oxidice, materiale de construcție)

Industrii:

- ∫ ***Industria alimentară:*** studiul calității, îmbătrânirii și contrafacerii unor produse alimentare (uleiuri, margarine, sucuri, brânzeturi)
- ∫ ***Industria materialelor de construcție:*** determinarea parametrilor termici (căldura specifică, conductivitate, difuzivitate și efuzivitate termică)
- ∫ ***Stomatologie:*** stabilirea biocompatibilității termice a materialelor dentare de diverse tipuri

INFRASTRUCTURA

În INCDTIM există 3 linii de calorimetrie fotopiroelectrică compuse din:

i. Surse de radiație: laseri YAG (600 mW), HeNe (30 mW); modulatoare de lumină electromecanice și optoacustice; nanovoltmetre *lock-in* (Stanford SR830) pentru prelucrarea semnalului

ii. Optomecanică: lentile, oglinzi, ferestre transparente în vizibil și IR, mese micrometrice cu control pe 3 și, respectiv, 6 axe, picomotoare (pas 30 nm)

iii. Senzori de radiație: $LiTaO_3$, PZT, PVDF, HgCdTe, InSb

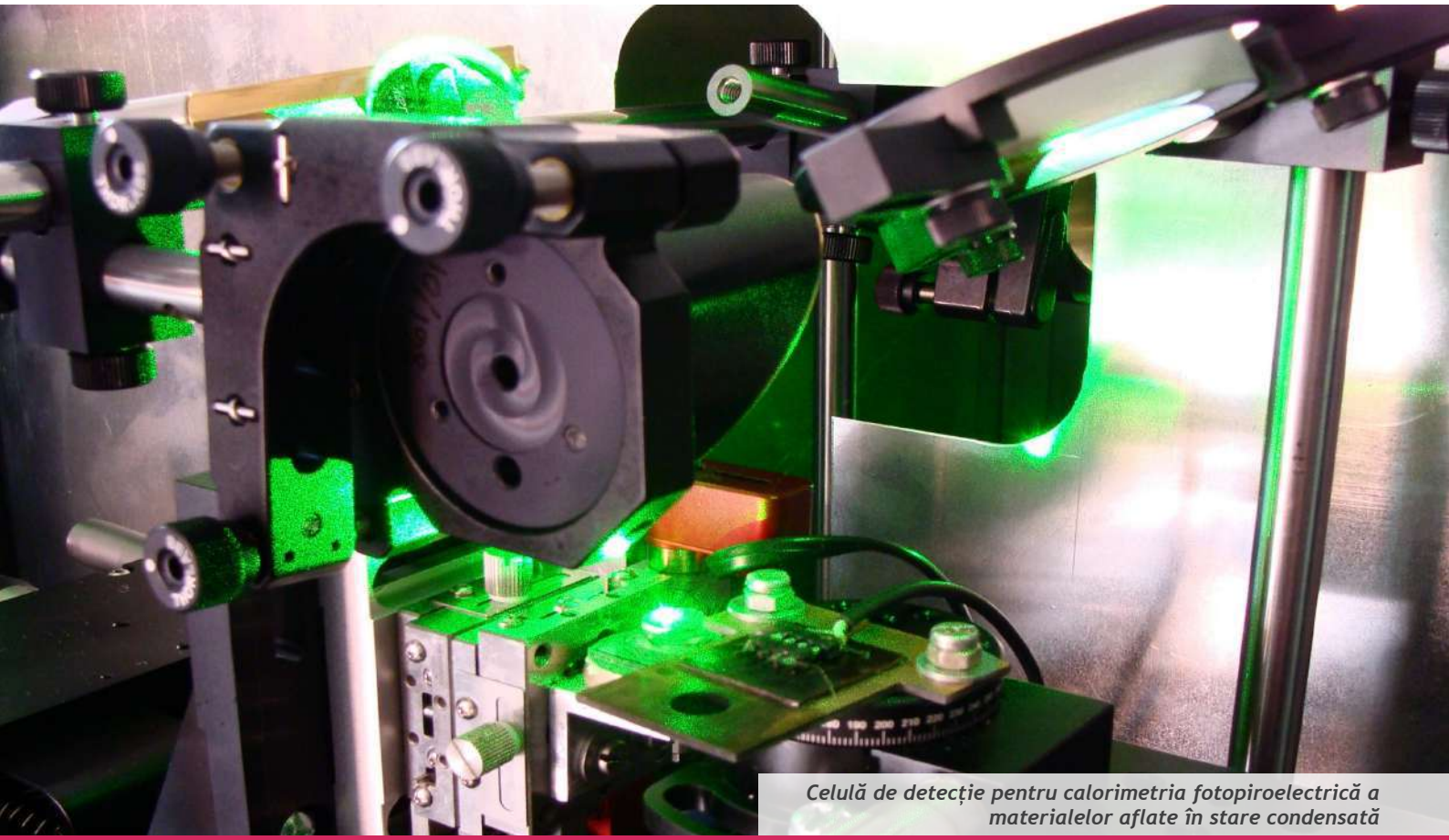
iv. Celule de detecție prevăzute cu posibilitatea controlului temperaturii, compuse din elemente Peltier, sursă programabilă de tensiune, termometru electronic, baie termostatică

v. Facilități IT: computer, programe pentru achiziție și prelucrare de date

Principalele performanțe ale echipamentului existent sunt:

- ∫ detectivitatea senzorilor piroelectrici mai mare de 108 $cm \cdot Hz^{1/2}/W$
- ∫ variația minimă de temperatură detectabilă: 1 μK
- ∫ viteza minimă de variație controlată a temperaturii: 100 mK/min
- ∫ domeniul de temperatură: –20°C÷100°C
- ∫ raport semnal/zgomot >102

Durata unei investigații variază de la câteva minute până la câteva ore (în cazul dependențelor de temperatură).



Celulă de detecție pentru calorimetria fotopiroelectrică a materialelor aflate în stare condensată

APLICAȚII UZUALE

Aplicații spectroscopice:

- determinarea benzilor de absorbție ale unor solide (grafit, aluminiu anodizat) folosite ca straturi absorbante în energimetrele laser
- analiza cantitativă a unor amestecuri izotopice lichide (ex. apă–apă grea)

Detecția tranzițiilor de fază de orice ordin:

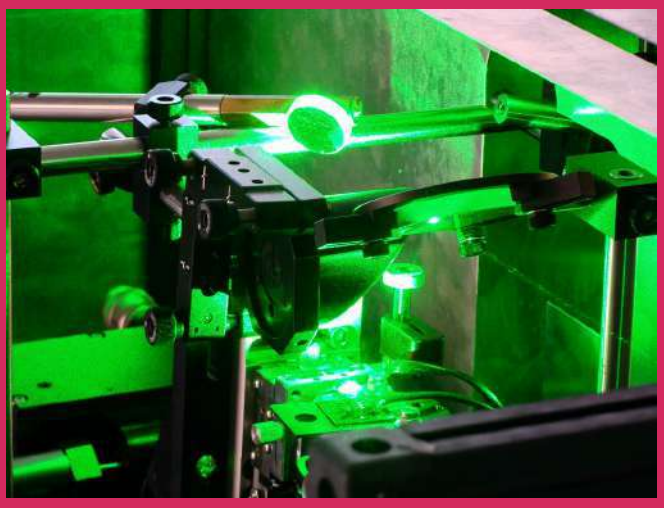
- detecția tranzițiilor de fază de speța a II-a în feroelectrici, antiferomagneți localizați și itineranți și calculul exponenților critici ai parametrilor termici
- detecția tranzițiilor de fază în acizi grași și trigliceride
- detecția tranzițiilor de fază vitroasă în produse zaharoase (glucoză, maltoză, maltodextrină, miere, bomboane)

Studiul proprietăților termice ale unor produse alimentare

- determinarea parametrilor termici statici și dinamici, în scopul analizei compoziției și calității margarinelor alimentare și ale uleiurilor comestibile, precum și detectarea contrafacerii acestora

Caracterizarea termică a unor materiale de interes energetic

- studiul proprietăților termice ale unor materiale termoelectrice solide și lichide și ale unor cristale piroelectrice



AVANTAJE

- Acuratețe ridicată: 98% în determinarea difuzivității termice și 95% în determinarea efuzivității termice
- Cantitatea de probă necesară este foarte mică: 0.2÷0.3 ml în cazul lichidelor și câteva mg în cazul solidelor
- Măsurătorile nu necesită o prelucrare chimică prealabilă a probei
- Este singura calorimetrie care permite, în anumite condiții, stabilirea tuturor parametrilor termici statici și dinamici dintr-o singură măsurătoare.

COSTURI ESTIMATIVE

Costul unei determinări este format din:

- timpul de utilizare a aparatului
- manopera care include cheltuielile de personal și pe cele indirecte asociate cu operațiunile de preparare a probelor, analiza și interpretarea rezultatelor, elaborarea raportului de analiză/cercetare.

CONTACT

Dr. Carmen TRIPON
Cercetător consacrat R3 – CS II
Departamentul Materiale, Energie și Tehnologii Avansate – META, A3.06
(+4)0264-584037, int 195
carmen.tripon@itim-cj.ro
www.itim-cj.ro

Autori:

József-Zsolt Szücs-Balázs
Ioana Georgeta Grosu
Xenia Claudia Filip
Adrian Pîrnău
Maria Olimpia Miclăuș
Dana Aurica Toloman
Adiana Paula Popa
Diana Bogdan
Sorin Daniel Marconi
Radu Tiberiu Brătfălean
Alia Colniță
Sorina Garabagiu
Lucian Barbu
Maria Suciu
Cezara Voica
Florina Dorina Covaciu
Maria Loredana Soran
Mihaiela Diana Lazăr
Maria Miheț
Carmen Tripon

Titlu: Expertiză de cercetare INCDTIM
Editor: Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare pentru Tehnologii Izotopice și Moleculare INCDTIM Cluj-Napoca
Coordonator material editorial: Dr. Oana ONIJA, Coordonator Centrul de Transfer Tehnologic al INCDTIM
DTP și coperta: Diana Bogdan
Data publicării: Aprilie 2025

Adresa:
Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare pentru
Tehnologii Izotopice și Moleculare
INCDTIM
Str. Donat Nr. 67-103
400293 Cluj-Napoca, Cluj
România
Contact:
Telefon: +40 264 58 40 37
E-mail: itim@itim-cj.ro
Website: www.itim-cj.ro

@ INCDTIM Cluj-Napoca, 2025. Toate drepturile rezervate.

INCDTIM

Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare pentru
Tehnologii Izotopice și Moleculare INCDTIM Cluj-Napoca

67-103 Donat
400293 Cluj-Napoca

+40 264 58 40 37

itim@itim-cj.ro

www.itim-cj.ro