

Creșterea capacității de transfer tehnologic și de cunoștințe a INCDTIM Cluj în domeniul bioeconomiei **TTC-ITIM**

Proiect cofinanțat din Fondul European de Dezvoltare Regională prin
Programul Operațional Competitivitate 2014-2020

<http://www.itim-cj.ro/poc/ttc>

Parteneriate pentru transfer de cunoștințe



03. 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 (4K–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

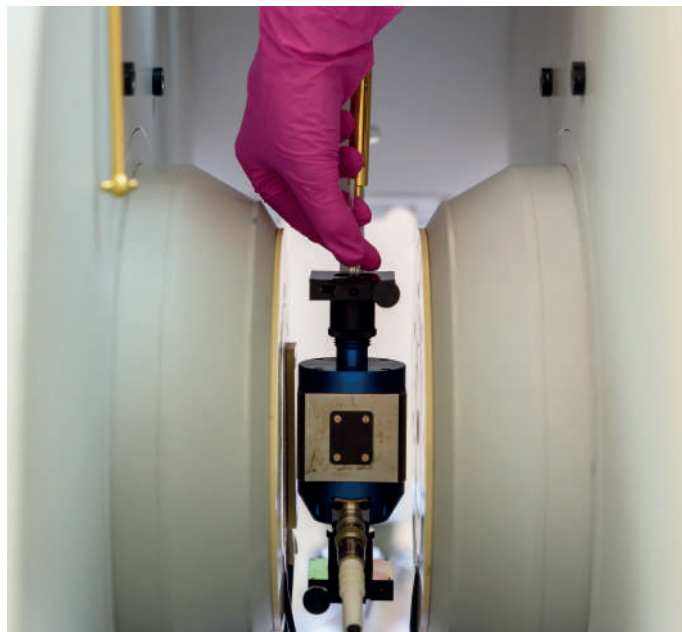
INFRASTRUCTURA

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

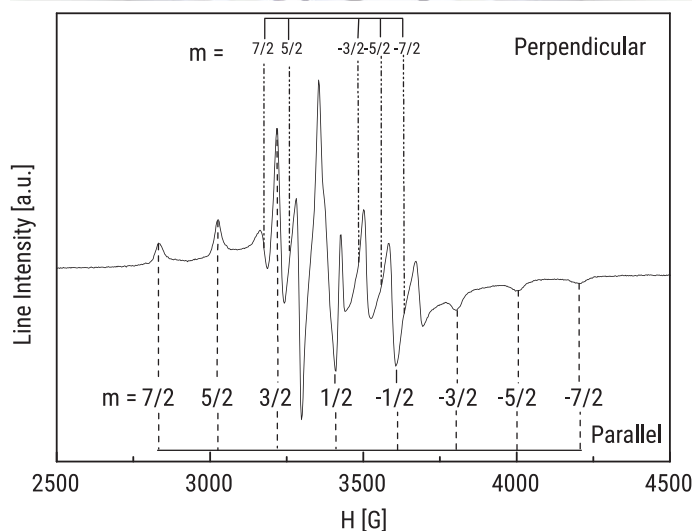
- i. două punți de microunde: în bandă X (9 GHz) și în banda Q (35 GHz)
- ii. electromagnet care generează un câmp maxim de 1 T (banda X), respectiv 1.5 T (banda Q)
- iii. goniometru care permite rotirea probei în câmp magnetic
- iv. două unități de temperatură variabilă care permit măsurători în domeniul 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.



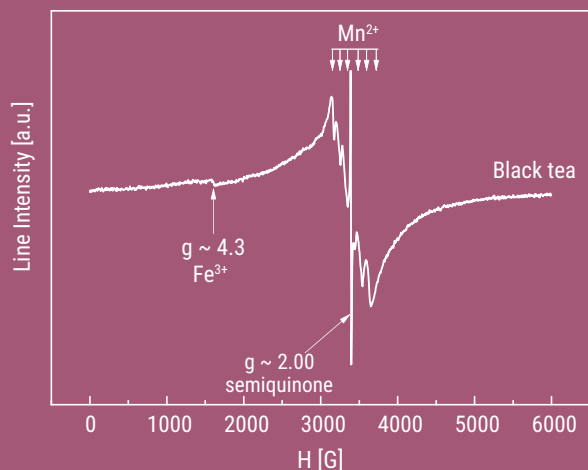
Introducerea probei în cavitatea spectrometrului RES



Spectrul RES al nanoparticulelor de SnO_2 dopate cu ioni de V

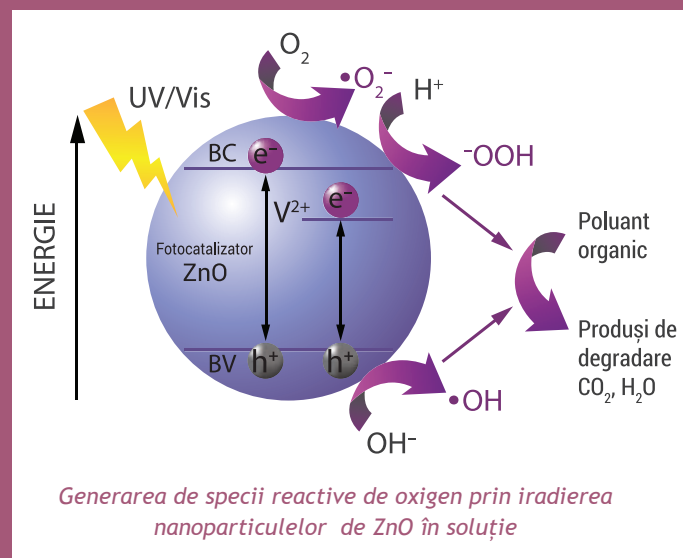
APLICAȚII UZUALE – EXEMPLE:

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.



Spectrul RES al frunzelor de ceai negru

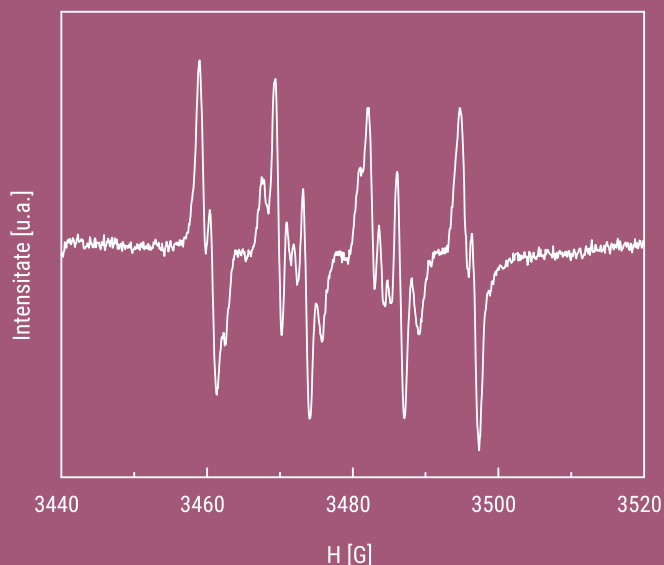
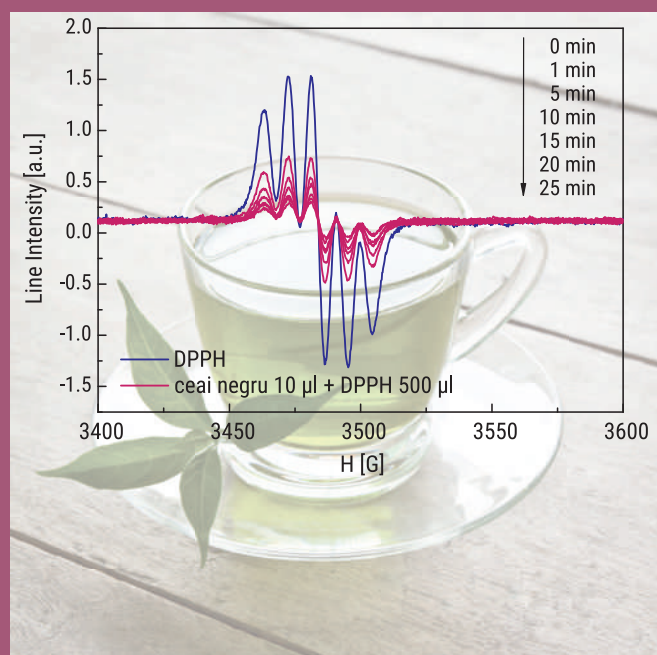
Identificarea radicalilor liberi prin metoda capcanelor de spin. Tehnica EPR cuplată cu capcane de spin permite identificarea unor specii reactive de oxigen și azot cu timpi de viață foarte scurți. Punerea în evidență a acestor specii este vitală în domeniul biomedical (evidențierea leziunilor celulare)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



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

Evaluarea activității antioxidante.

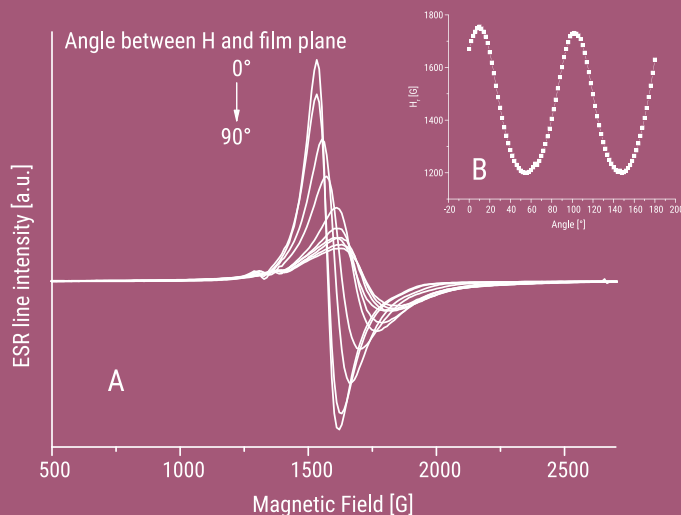
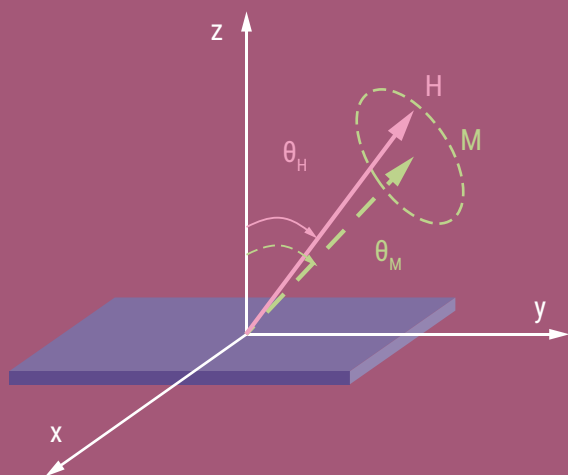
Antioxidanții joacă un rol important în neutralizarea radicalilor liberi periculoși generați în timpul proceselor biologice. Prin RES se poate urmări cinetica acestor reacții și evalua capacitatea antioxidantă.



Identificarea speciilor reactive de oxigen prin RES cuplat cu capcane de spin (spin trapping)

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).



Film magnetic subțire. 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 a spectrometrului, care include consumabilele și uzura pentru o măsurătoare la temperatura camerei: 145 lei
- ✓ 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 a studiului.

CONTACT



Dr. Adriana POPA
Cercetător științific II
Departamentul de Fizica Sistemelor
Nanostructurate, C1.01a
☎ (+4)0264-584037, int 210
✉ adriana.popa@itim-cj.ro
🌐 www.itim-cj.ro



Dr. Dana TOLOMAN
Cercetător științific II
Departamentul de Fizica Sistemelor
Nanostructurate, C1.01a
☎ (+4)0264-584037, int 210
✉ dana.toloman@itim-cj.ro
🌐 www.itim-cj.ro



Dr. Oana ONIJA
Coordonator Transfer Tehnologic TTC-ITIM
D1.06
☎ (+4)0264-584037, int 156
✉ oana.onija@itim-cj.ro
🌐 www.itim-cj.ro



Proiectul TTC-ITIM se implementează la Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare pentru Tehnologii Izotopice și Moleculare INCDTIM Cluj-Napoca, pe o durată de 60 de luni, începând cu data de 1 septembrie 2016.

Valoarea totală a proiectului este de 15.530.000 lei, din care 13.500.000 lei reprezintă asistența financiară nerambursabilă: 11.302.200 lei contribuția Uniunii Europene prin Fondul European de Dezvoltare Regională și 2.197.800 lei contribuția Guvernului României prin bugetul național.

Proiect cofinanțat din Fondul European de Dezvoltare Regională prin Programul Operațional Competitivitate 2014-2020

Titlul proiectului: Creșterea Capacității de Transfer Tehnologic și de
Cunoștințe a INCDTIM Cluj în Domeniul Bioeconomiei
TTC-ITIM

Cod SMIS2014+: 105533 ID: P_40_404

Contract: 18/01.09.2016

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

Axa Prioritară: Cercetare, dezvoltare tehnologică și inovare în sprijinul
competitivității economice și dezvoltării afacerilor

Tip proiect: Parteneriate pentru transfer de cunoștințe

Cod competiție: POC-A1-A1.2.3-G-2015

Perioada de
implementare: 01.09.2016 - 31.08.2021

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

Data publicării: Iulie 2019

Contact: Dr. Claudiu Filip, Director proiect TTC-ITIM
Tel.: +40 264 58 40 37, int 186
E-mail: claudiu.filip@itim-cj.ro
<http://www.itim-cj.ro/poc/ttc>



INCDTIM
67-103 Donat, 400293 Cluj-Napoca, România
Tel.: +40 264 58 40 37, Fax: +40 264 42 00 42
E-mail: itim@itim-cj.ro, <http://www.itim-cj.ro>

Conținutul acestui material nu reprezintă în mod obligatoriu poziția oficială a Uniunii Europene sau a Guvernului României

Pentru informații detaliate despre celelalte programe cofinanțate de Uniunea Europeană vă invităm să vizitați
www.fonduri-ue.ro