



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



07. DIFRAȚIE DE RAZE X

DIFRACTIE 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

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 măsurători 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:

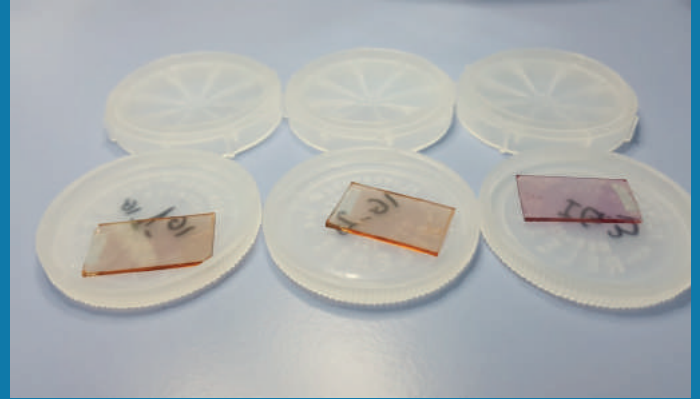
- ✓ **Detectarea impurităților** (peste 5%): impurități chimice prezente în materia primă sau forme cristaline nedorite apărute pe durata stocării
- ✓ **Determinarea structurii cristaline:** prin difracție de raze X pe monocristale sau prin cristalografie RMN datele experimentale de difracție de raze 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 smalțului)



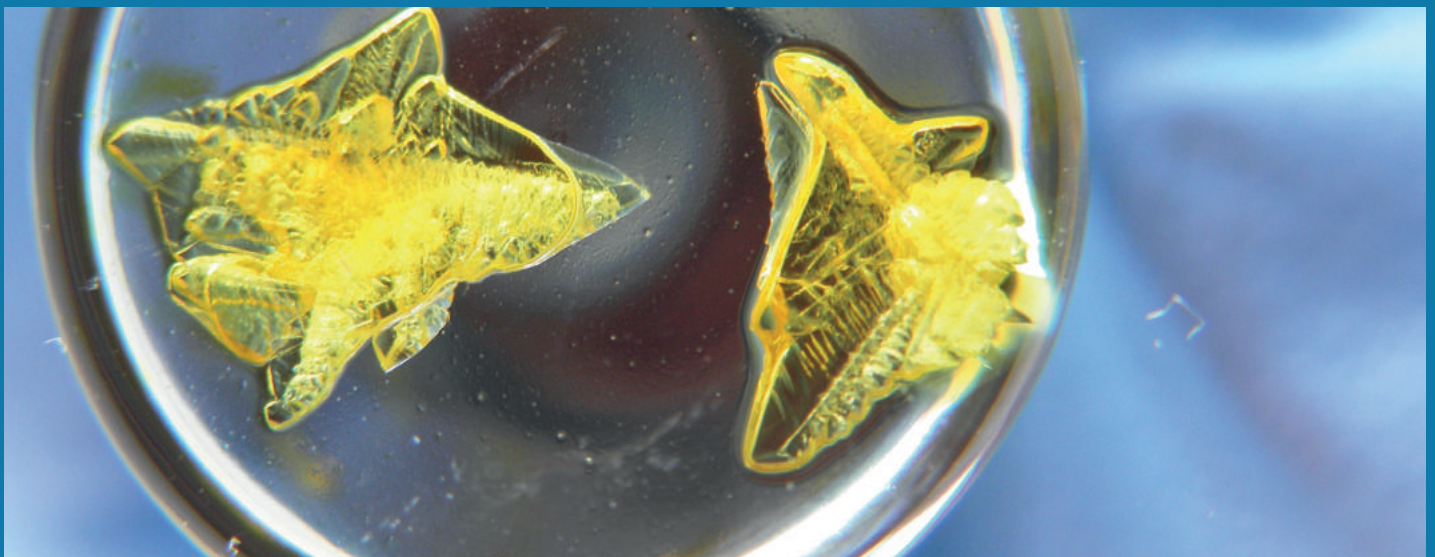
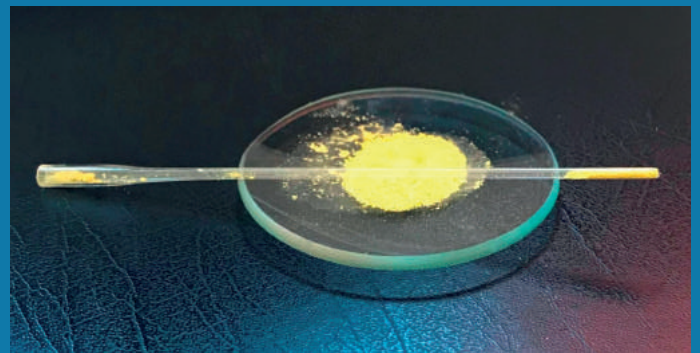
Caracterizarea structurală a filmelor subțiri:

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



Caracterizarea structurală prin difracție de raze X la unghiuri mici

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



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

- ∫ timpul de utilizare a difractometrului, care include consumabilele și uzura: 25 lei/oră
- ∫ 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. Maria Miclăuș
Cercetător științific III
Departamentul de Fizică Moleculară și
Biomoleculară, B2.07
☎ (+4)0264-584037, int 164, 206
✉ maria.miclaus@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: Octombrie 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