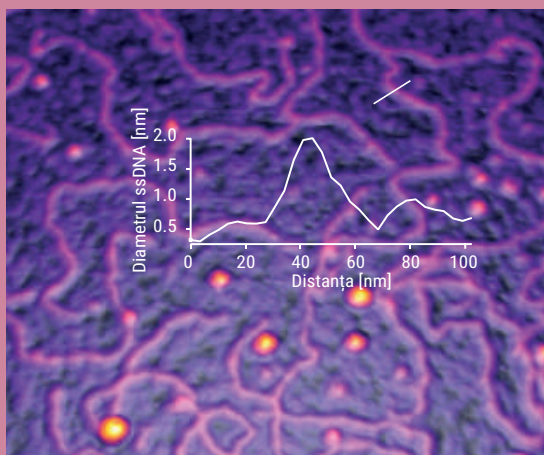


Creșterea capacității de transfer tehnologic și de cunoștințe a INCDTIM Cluj în domeniul bioeconomiei **TTC-ITIM**

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



09. MICROSCOPIE DE FORȚĂ ATOMICĂ

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 suprafață. 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 și stomatologie** (implante, materiale de obturație, sigilanți endodontici)
- **educație** (nivel universitar și postuniversitar)

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

Industrii:

✓ **Industria auto** - dezvoltarea materialelor noi, controlul calității suprafețelor. Industria auto dezvoltă continuu materiale avansate pentru a fi în



Laboratorul de microscopie AFM

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. Dezvoltarea și procesarea materialelor necesită imagini, analiză și măsurare la nivel de nanoscală

✓ **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 fiind independente de proprietățile optice 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 AFM furnizează imagini la nanoscală pentru biomateriale, suprafețe celulare, implante etc.

INFRASTRUCTURA

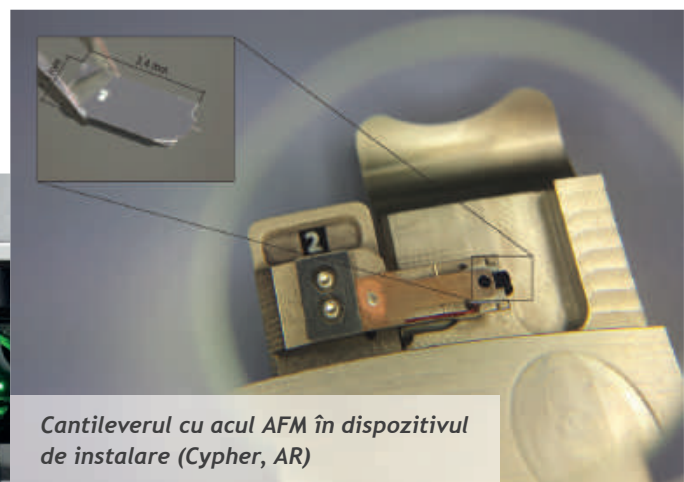
La INCDTIM Cluj-Napoca există infrastructura necesară pentru studiul suprafețelor prin AFM, în funcție de aria de investigat și de rugozitatea suprafeței probelor putând fi accesate:

1. **Platforma AFM Ntegra Spectra (NT-MDT).** Aria maximă de scanare $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$, z_{max} $10\ \mu\text{m}$. 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.

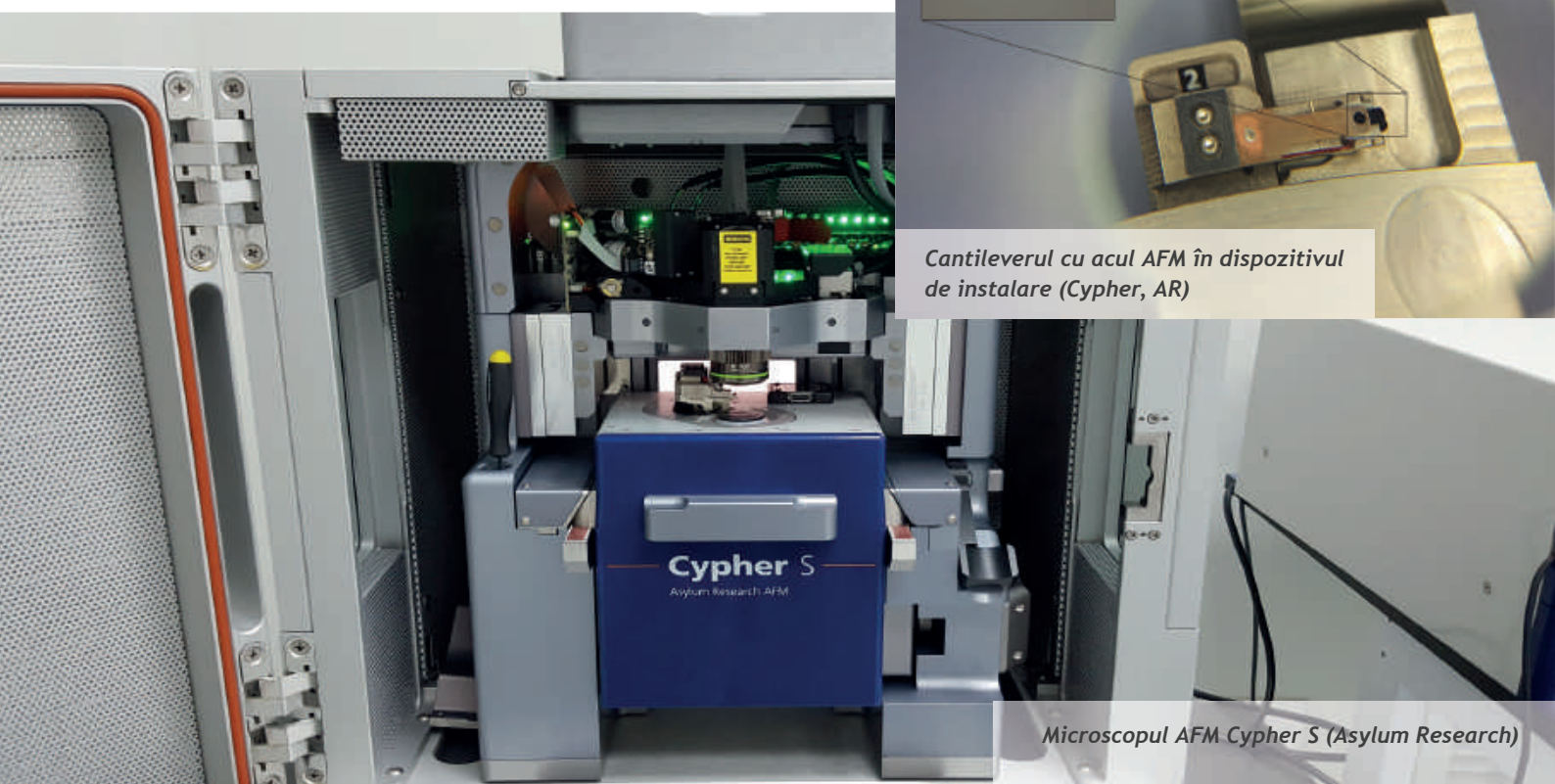
2. **Microscop AFM Cypher S (Asylum Research - Oxford Instruments).** Aria maximă de scanare $30\ \mu\text{m} \times 30\ \mu\text{m}$, z_{max} $5\ \mu\text{m}$. Scanarea se realizează integral cu scanner piezo prin deplasarea probei pe direcțiile XYZ. Echipat cu videomicroscop integrat cu zoom optic controlat din software, rezoluție optică $< 1\ \mu\text{m}$; NA 0.45; camera CMOS color 3 Mpx, câmp vizual $650\ \mu\text{m} \times 900\ \mu\text{m}$. Zgomotul sistemului optic de detecție a deflexiei $< 7\ \text{pm}$ (cantileverul nu este în contact cu proba); $< 15\ \text{pm}$ (cantileverul pe suprafață); zgomot Z senzor $< 50\ \text{pm}$; zgomot senzori XY (close loop) $< 60\ \text{pm}$. Achiziție date și procesare AR software cu module Igor Pro dedicate SPM. Dimensiuni probe: $\varnothing_{\text{max}} = 2\ \text{cm}$, $h = 0.7\ \text{cm}$.



Microscopul AFM Ntegra Spectra (NT-MDT)



Cantileverul cu acul AFM în dispozitivul de instalare (Cypher, AR)



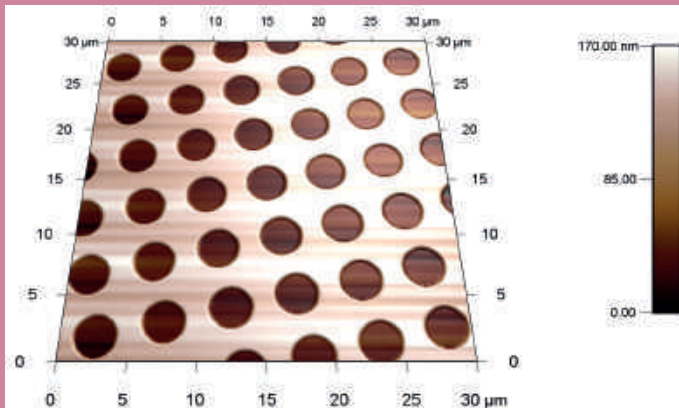
Microscopul AFM Cypher S (Asylum Research)

APLICAȚII UZUALE – EXEMPLE:

Nanotehnologie (nanomateriale).

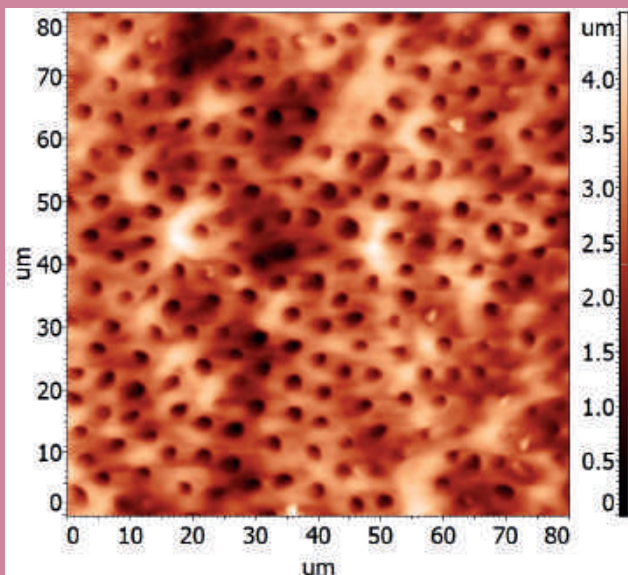
Microscopul de forță atomică sunt instrumente esențiale pentru nanotehnologie în controlul proceselor de nanofabricație care implică vizualizarea și măsurarea cu rezoluție înaltă a nanostructurilor (nanoparticule, nanotuburi, suprafețe patternate, (meta)materiale, materiale compozite, polimeri, filme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

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



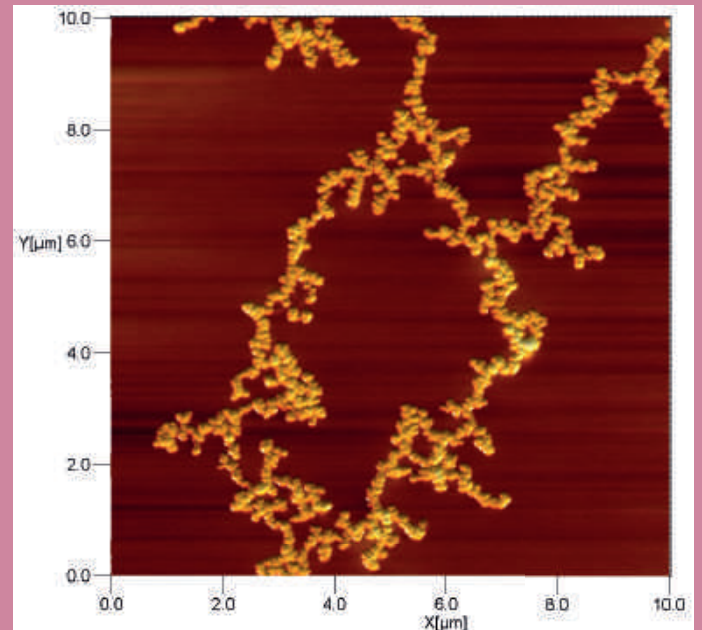
Substrat de siliciu patternat 30 μm x 30 μm

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. De exemplu, rugozitatea suprafeței materialelor stomatologice de obturație influențează adeziunea la pereții dentari, iar porozitatea lor poate influența colorarea și solubilitatea în fluidele tisulare. 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.



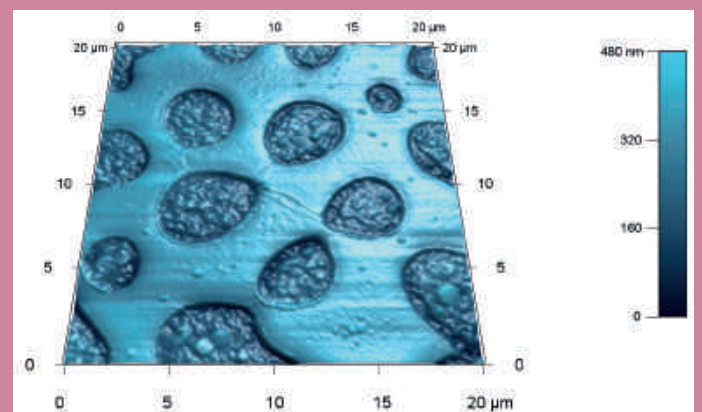
Imagine de topografie AFM a unui material de obturație

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

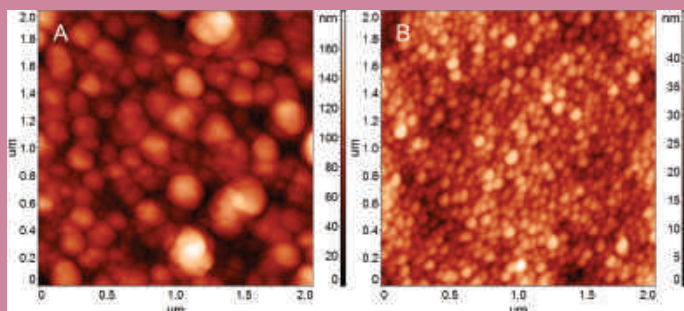
Polimeri. Materialele polimerice compozite pot manifesta domenii la nanoscală (*block copolymers*) ce influențează proprietățile mecanice ale materialului în volum. În unele cazuri, anumite materiale sunt adăugate polimerilor tocmai pentru a le modifica proprietățile mecanice (pentru a le crește sau 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(ε-caprolactonă) (PC-PCL)

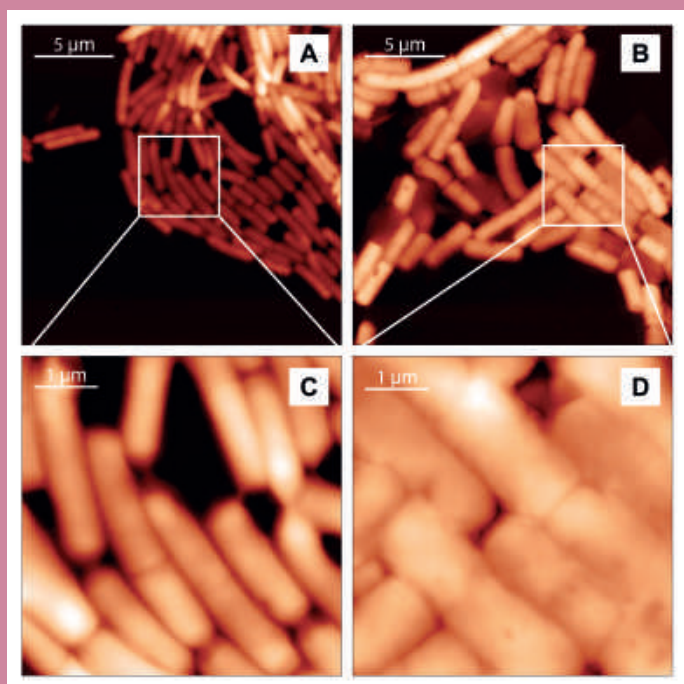
Senzori electrochimici. Microscopia AFM a fost aplicată cu succes la INCDTIM în caracterizarea 3D a senzorilor electrochimici pentru detecția selectivă ultrasensibilă a diferitelor substanțe prezente în probe fluide sau la caracterizarea aptasenzorilor cu aplicații în detectarea timpurie a cancerului.

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 la.



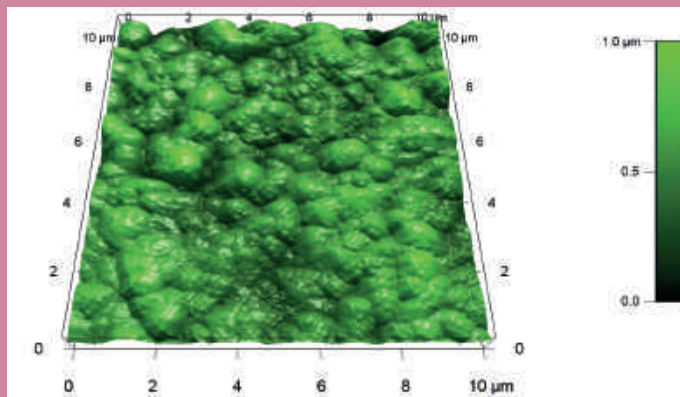
Imagine AFM a unui senzor electrochimic modificat cu nanoparticule de polipirol PPyNPs (stânga) și AuNPs@PPy (dreapta) testat cu succes în probe reale de ser (colaborare UMF Cluj-Napoca)

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 (colaborare UBB Cluj-Napoca)

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 ($\varnothing_{\max}$ probă 2 cm, $h_{\max} = 0.7$ cm) și rugozitatea suprafeței probei ($h_{\max} 5 \mu\text{m}$) (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

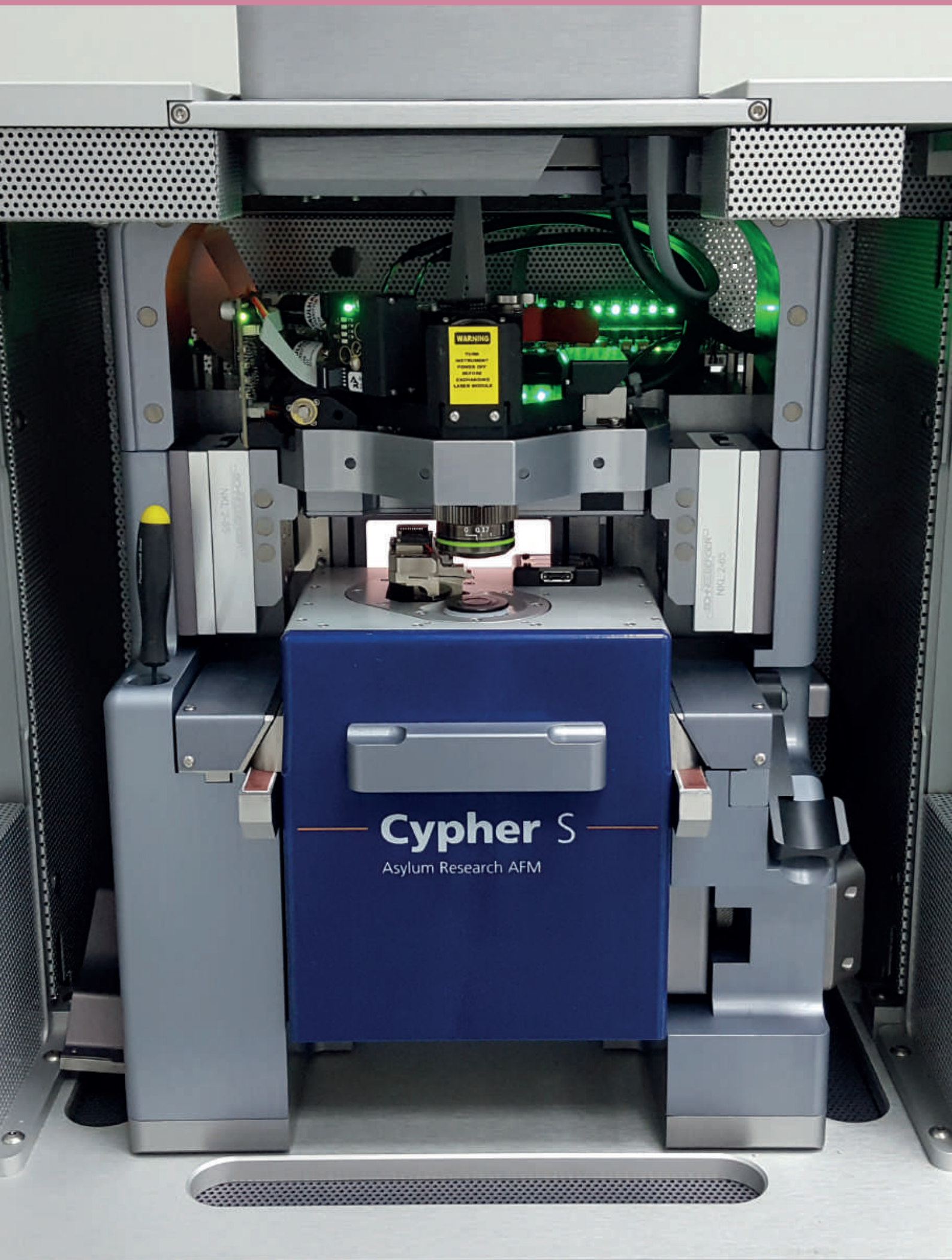
Costul total al caracterizării suprafeței prin AFM implică timpul de utilizare a aparatului, manoperă și consumabile, operațiunile de preparare a probelor, procesarea datelor, analiza rezultatelor și elaborarea raportului de analiză

- ✓ Efectuarea de teste preliminare 350 lei/zi (30 € consumabile)
- ✓ Efectuarea de analize complexe 700 lei/zi
- ✓ Rezultate: imagini topografice pentru arii maxime de $30 \times 30 \mu\text{m}^2$, evidențierea morfologiei suprafeței până la scară nanometrică, evaluarea rugozității, profile ale secțiunilor prin probă, analize comparative pentru eșantioane supuse unor procese diferite, strate subțiri de acoperire etc.

CONTACT



Dr. Diana BOGDAN
Cercetător științific II
Departamentul de Fizică Moleculară și
Biomoleculară, B2.13
☎ (+4)0264-584037, int 196
✉ diana.bogdan@itim-cj.ro
🌐 www.itim-cj.ro



Cypher S

Asylum Research AFM

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: Ianuarie 2020

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