

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: Noiembrie 2018

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

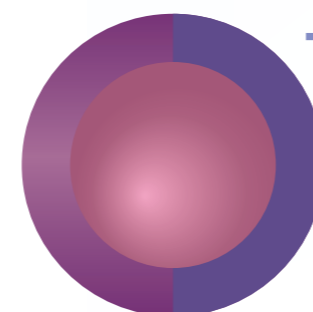
Programul Operațional Competitivitate 2014-2020

Creșterea Capacității de Transfer Tehnologic și de Cunoștințe a INCDTIM Cluj în Domeniul Bioeconomiei

TTC-ITIM

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

EVENIMENT
T E M A T I C



CerTT_BioNano

DE LA CERCETARE LA TRANSFER
TEHNOLOGIC ÎN DOMENIUL
BIONANOTEHNOLOGIE



INCDTIM

22 NOIEMBRIE

2018

CLUJ - N A P O C A

SUMAR

Proiectul TTC-ITIM - prezentare generală 3

Materiale nanocompozite cu proprietăți ajustabile 4

Nanocompozite magnetice

Nanocompozite pe bază de materiale magnetice și semiconductori

Structuri de carbon decorate cu nanoparticule magnetice/semiconductoare

Nanoparticule semiconductoare dopate cu metale tranzitionale și pământuri rare

Bionanotehnologii pentru medicină și depoluare 6

Materiale inovative de tip clusteri magnetici cu proprietăți controlate

Nanoparticule magnetice cu arhitectură controlată

Noi materiale pe bază de polimeri cu proprietăți ajustabile

Expertiză transferabilă 8

Tehnologie transferabilă 10

Echipa proiectului:

Echipa de management:

Dr. Claudiu Filip – Director proiect

Prof. Dr. Ing. Stelian Brad – Coordonator managementul inovării

Dr. Ec. Diana Nicoară – Responsabil financiar

Dr. Diana Bogdan – Responsabil informare și publicitate

Dr. Dana Toloman – Asistent manager

Echipa de implementare:

Dr. Claudiu Filip – Director proiect

Dr. Oana Onija – Coordonator transfer tehnologic

Dr. Diana Bogdan – Responsabil informare și promovare instituțională

Subdomeniul 1. AgroAlimentar

Dr. Alina Măgdaș

Dr. Loredana Soran

Dr. Olivian Marinceaș

Subdomeniul 2. BioNanoTehnologie

Dr. Rodica Turcu

Dr. Dana Toloman

Subdomeniul 3. Sănătate și Mediu

Dr. Irina Kacso

Dr. Xenia Filip

Dr. Maria Miclăuș



Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare pentru Tehnologii Izotopice și Moleculare INCNTIM

Str. Donat 67-103, 400293 Cluj-Napoca, România

Tel.: 0264 58 40 37; Fax: 0264 42 00 42

E-mail: itim@itim-cj.ro

http://www.itim-cj.ro

Editor:

Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare pentru

Tehnologii Izotopice și Moleculare INCNTIM

Cluj-Napoca, noiembrie 2018

PROIECTUL TTC-ITIM - PREZENTARE GENERALĂ



Dr. Claudiu FILIP
Director proiect TTC-ITIM

„Pentru noi, proiectul TTC-ITIM reprezintă în primul rând o provocare: să învățăm să transferăm rezultatele cu un nivel suficient de înalt de maturitate tehnologică acolo unde le este locul, adică la firme capabile să le aducă pe piață, și să ne valorificăm expertiza CDI prin colaborări cu firme dornice să se dezvolte pe baze inovative. Totodată, TTC-ITIM ne oferă și o șansă: ca la sfârșit să ajungem să vedem transferul tehnologic ca pe o etapă normală și firească a muncii noastre de cercetare-dezvoltare.”

Conform ultimului raport al Comisiei Europene asupra inovării, *European Innovation Scoreboard* 2017, România se situează în rândul inovatorilor modești din Europa, alături doar de Bulgaria, Macedonia și Ucraina. Deși a făcut progrese, decalajul față de media la nivelul UE s-a mărit cu 14,1 % raportat la 2010 și riscă să crească în continuare. Cauzele sunt legate de lipsa mecanismelor financiare capabile să stimuleze inovarea și slaba implicare a cercetării în procesul dezvoltării de noi tehnologii și produse. În acest context, proiectele de tip „Parteneriate pentru Transfer de Cunoștințe”, finanțate în cadrul Programului Operațional Competitivitate (POC) 2014–2020, reprezintă instrumente care pot contribui la inversarea trendului negativ identificat în raport. INCNTIM Cluj-Napoca implementează începând din septembrie 2016 un astfel de proiect, intitulat „Creșterea Capacității de Transfer Tehnologic și de Cunoștințe a INCNTIM Cluj în Domeniul Bioeconomiei”, TTC-ITIM (<http://www.itim-cj.ro/poc/ttc>). La aproape doi ani de la demararea proiectului rezultatele obținute sunt peste așteptări: ele demonstrează capacitatea institutului nostru de a-și valorifica prin transfer tehnologic rezultatele cu nivel ridicat de maturitate tehnologică, precum și expertiza în dezvoltarea de produse, servicii și tehnologii inovative.

Proiectul TTC-ITIM, date esențiale: valoare: 15,5 milioane de lei, din care peste două milioane de lei este contribuția privată la cercetare, iar restul reprezintă finanțarea nerembursabilă din partea UE și a Guvernului României. Planul de implementare este bazat pe doi piloni: (i) stabilirea de colaborări contractuale directe cu firme și companii interesate de oferta noastră, și (ii) perfecționarea profesională în domeniul transferului tehnologic.

Rezultate: (i) am desfășurat până în prezent numeroase întâlniri de lucru cu reprezentanți ai 31 de companii private, (ii) am încheiat contracte subsidiare cu șase dintre acestea și avem în pregătire încă două, toate aceste contracte însumând peste 8 milioane de lei, (iii) șapte membri din echipa de implementare au fost instruiți în tematici avansate de transfer tehnologic și managementul inovării, (iv) am desfășurat trei evenimente tematice care au reunit reprezentanți ai mediului de afaceri, autorităților publice și cercetători.

Rezultatul concret al întâlnirilor cu mediul de afaceri este încheierea de contracte subsidiare prin care sunt finanțate activități de cercetare-dezvoltare-inovare desfășurate pentru/in colaborare cu diverse companii. Colaborarea cu SC Sanimed International Impex SRL București are drept scop dezvoltarea unui material compozit pe bază de polidopamină și colagen, cu utilitate în industria medicală. Colaborarea cu firma SC TeraCrystal SRL își propune să dezvolte un serviciu inovativ în domeniul farmaceutic, care vizează eficientizarea experimentelor de polimorfism. Un modul funcțional pentru decontaminarea apei utilizând membrane filtrante fotocatalitice va fi rezultatul colaborării cu SC ICPE Bistrița SA, iar împreună cu SC Parapharm SRL vom contribui la obținerea unui supliment alimentar nou pe bază de curcumină, cu solubilitate îmbunătățită. Avându-i parteneri pe cei de la firma SC Etera Prod SRL vom fi implicați în dezvoltarea unui produs cosmetic cu factor de protecție UV ridicat. Noul proiect cu firma SC ROSEAL SRL își propune să dezvolte noi materiale de tip clusteri magnetici cu aplicabilitate în separare magnetică, nanomedicină și securizare.

Expertiza noastră este dobândită în mulți ani de cercetare și este validată de rezultatele obținute în cadrul colaborărilor cu beneficiarii noștri. De-a lungul timpului, domeniile de cercetare s-au adaptat cerințelor industriale sau societale, iar acum, concret, cele trei domenii spre care ne-am canalizat eforturile prin acest proiect vin să ofere un plus de valoare societății.

TTC-ITIM

Materiale nanocompozite cu proprietăți ajustabile

Una din direcțiile de cercetare de tradiție dezvoltate în cadrul Institutului Național de Cercetare-Dezvoltare pentru Tehnologii Izotopice și Moleculare o constituie obținerea de materiale nanocompozite cu proprietăți ajustabile. În prezent există un interes crescut în studierea materialelor la scară nanometrică atât din punctul de vedere al cercetărilor fundamentale cât și din cel al dezvoltării unor noi aplicații tehnologice.

În acest sens, preocupările noastre se axează pe următoarele clase de materiale:

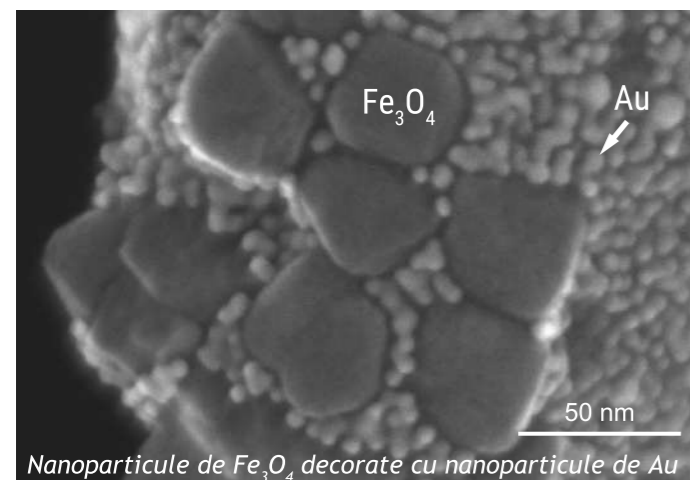
Nanocompozite magnetice

Ideea de a avea un material sau o clasă de materiale magnetice cu proprietăți ajustabile este o provocare care poate fi îndeplinită prin folosirea nanomaterialelor compozite de tip *core-shell*. Pentru aceste nanosisteme multicomponente, datorită generării unui număr crescut de nano-interfețe, se obține un control îmbunătățit al proprietăților, în comparație cu nanoparticulele convenționale. Materialele magnetice cuplate sunt candidați ideali pentru utilizarea în dispozitive care conțin micro-motoare electrice sau actuatori, dar și pentru stocarea magnetică de ultra-înaltă densitate a datelor. Printre cerințele de bază în vederea obținerii de materiale magnetice pentru stocare de date se numără:

- (i) nanoparticule mici în intervalul 3–4 nm cu o distribuție a dimensiunilor îngustă
- (ii) anizotropie magnetocristalină semnificativă pentru a depăși limita superparamagnetismului
- (iii) controlul efectelor de cuplaj prin schimb prin ajustarea compoziției.

În acest sens, s-au obținut nanocompozite cu diferite arhitecturi și compoziții:

- ✓ Nanocompozite magnetice pe bază de Fe sau Fe_3O_4 și metal nobil de tipul: $Fe@Au$, $Fe@Pt$, Fe_3O_4/Au
- ✓ Nanocompozite de tipul $FePt_{alij}@Fe_3O_4$ (feromagnetice) acoperite cu polimeri conductivi (polipirol, politiofen)
- ✓ Materiale magnetice cuplate prin schimb de tipul $FePt_{alij}@Fe_3O_4$, $CoPt_{alij}@Fe_3O_4$
- ✓ Materiale magnetice nanocompozite moi de tipul $NiFe_2O_4/Fe_3O_4$, $NiFe_2O_4/Fe/Fe_3O_4$.



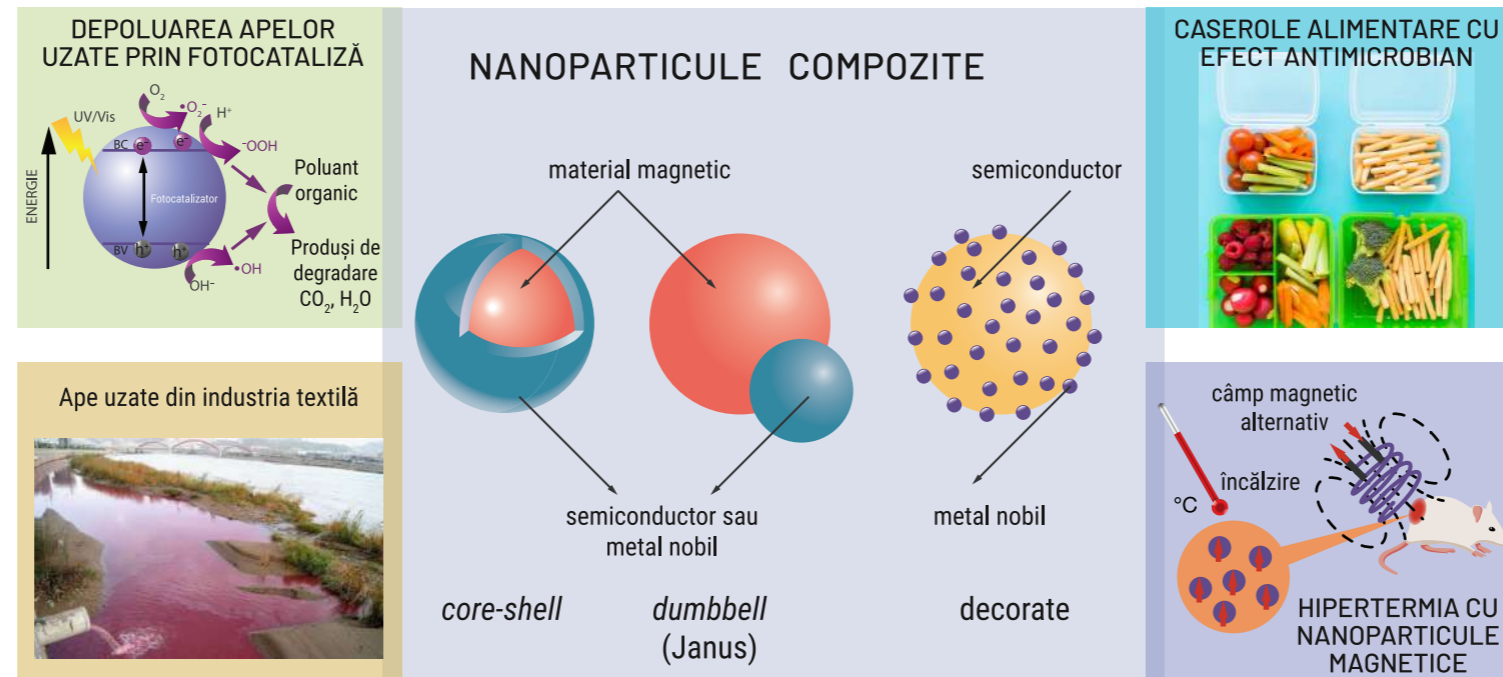
Nanoparticule de Fe_3O_4 decorate cu nanoparticule de Au

Aplicații:

- ✓ Nanoparticulele magnetice sunt folosite atât pentru diagnosticare, cât și pentru terapia tumorilor din țesuturile profunde utilizând hipertermia magnetică și cea bazată pe rezonanță plasmonică
- ✓ Magneți permanenți în diferite componente pentru industria automotivă, centrale eoliene, actuatori.

Nanocompozite pe bază de materiale magnetice și semiconductori

Un alt domeniu de actualitate cu aplicații multiple îl reprezintă cel al compozitelor nanostructurate pe bază de materiale magnetice și semiconductori. Aceste materiale sunt formate din două sau mai multe componente având proprietăți fizice și chimice diferite care combinate produc un material cu proprietăți noi față de componentele individuale. Mai mult, componenta magnetică permite manipularea materialului compozit sub acțiunea unui câmp magnetic extern.



Este cunoscut faptul că proprietățile fizice și chimice ale materialelor compozite nanostructurate (proprietăți morfo-structurale, optice, magnetice) pot fi ajustate prin modificarea condițiilor de sinteză în corelație cu parametrii termodinamici. Cercetările efectuate în cadrul institutului nostru au permis obținerea de nanocompozite cu dimensiune, structură, design controlabil și stabilitate coloidală ridicată, după cum urmează:

- ✓ Nanocompozite obținute prin cuplarea unui material magnetic de tipul oxid magnetic (Fe_3O_4 , MFe_2O_4 , unde $M = Co, Ni, Zn$) sau aliaje magnetice dure ($FePt$, $CoPt$) cu un semiconductor (TiO_2 , ZnS , CuS)
- ✓ Nanocompozite obținute prin cuplarea a doi semiconductori ($ZnO-ZnS$, SnO_2-TiO_2).

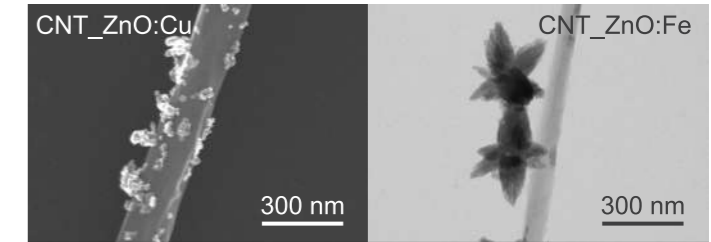
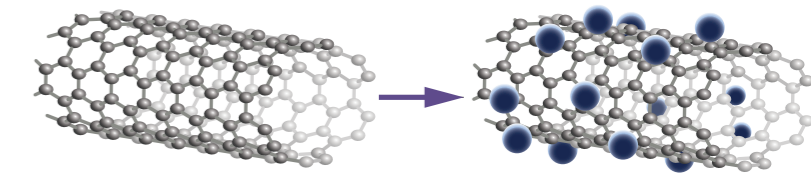
Aplicații:

- ✓ Depoluare utilizând lumina din spectrul vizibil prin efect fotocatalitic, urmată de recuperarea fotocatalizatorului prin aplicarea unui câmp magnetic extern
- ✓ Agenți de contrast în diagnoza medicală
- ✓ Hipertermie magnetică realizată prin încălzirea unei zone foarte mici din corp țintind cu exactitate celulele canceroase și evitând deteriorarea țesuturilor vecine.

Structuri de carbon decorate cu nanoparticule magnetice/semiconductoare

Una dintre preocupările noastre recente o constituie realizarea de materiale nanocompozite obținute prin decorarea structurilor de carbon (nanotuburi de carbon, oxid de grafenă redus) cu nanoparticule semiconductoare (ZnO , SnO_2) sau magnetice (MFe_2O_4).

Proprietățile fizice și chimice ale structurilor carbonice se modifică semnificativ prin atașare de structuri organice, anorganice sau biologice. Mai mult, componenta pe bază de carbon acționează ca adsorbant și agent de dispersie. S-a dovedit că pe lângă proprietățile consacrate ale structurilor de carbon – cum ar fi conductivitate electrică ridicată, suprafață specifică mare, stabilitate chimică bună –, prin decorarea acestora cu nanoparticule magnetice/semiconductoare proprietățile materialului compozit obținut au fost îmbunătățite.



Nanotuburi de carbon (CNTs) decorate cu nanoparticule semiconductoare de ZnO dopat cu metale tranziționale

În tandem cu dezvoltarea cunoașterii și cerințele mediului socio-economic am obținut și dezvoltat următoarele sisteme de nanoparticule cu proprietăți controlabile:

- ✓ Nanoparticule semiconductoare de tipul: TiO_2 , ZnO , SnO_2 , ZnS
- ✓ Semiconductori diluați magnetic obținuți prin dopaj cu metale tranziționale și pământuri rare.

Deoarece proprietățile acestor materiale depind de dimensiunea și structura nanoparticulelor, în cadrul cercetărilor noastre am urmărit influența parametrilor experimentali (compoziția reactanților, temperatură, pH, prezența ionilor dopanți și a gradului de dopaj) asupra proprietăților materialelor studiate. Optimizarea parametrilor experimentali și particularitățile metodelor de sinteză utilizate în cadrul institutului au permis controlul dimensiunii nanoparticulelor (10–40 nm), creșterea suprafeței specifice, gradului de dispersie, cromatică luminescentă controlată și implicit alte proprietăți speciale ale materialelor elaborate.

Dintre aplicațiile moderne ale acestor materiale amintim:

- ✓ Depoluarea apelor uzate prin efect fotocatalitic sub acțiunea luminii vizibile
- ✓ Senzori de gaze și de umiditate cu timp de răspuns rapid într-un interval larg de detecție, sensibilitate ridicată și cost redus
- ✓ Acoperiri antibacteriene pentru instrumentar medical și ambalaje alimentare
- ✓ Obținerea de dispozitive de iluminat din componența reclamelor luminoase și a aparatului de diagnosticare medicală.

În funcție de compoziție și structură, aceste materiale își găsesc aplicabilitatea în domenii cum ar fi:

- ✓ Senzori de gaz și umiditate cu interval larg de detecție și implicând costuri reduse de fabricație
- ✓ Decontaminarea apelor uzate utilizând lumina vizibilă prin efect fotocatalitic.

Nanoparticule semiconductoare dopate cu metale tranziționale și pământuri rare

Materialele semiconductoare cu proprietăți speciale reprezintă un domeniu de studiu complex datorită interdisciplinarității dintre chimie, fizică și inginerie. Cunoscut fiind potențialul aplicativ crescut, studiul materialelor semiconductoare rămâne o direcție primordială în dezvoltarea tehnologiilor moderne. Apariția nanomaterialelor a dus la miniaturizarea semiconductoarelor și, ca atare, au putut fi integrați în diverse domenii precum optoelectronică, construcții, medicină, farmacie, agricultură și, nu în ultimul rând, protecția mediului.

Dr. Ovidiu Pană • ovidiu.pana@itim-cj.ro
0264 58 40 37 int 202, 208

Dr. Maria Ștefan • maria.stefan@itim-cj.ro
0264 58 40 37 int 215

Infrastructure direct public link in ERRIS:
<https://erris.gov.ro/nanostructured-materials>

Bionanotehnologii pentru medicină și depoluare

Materiale inovative de tip clusteri magnetici cu proprietăți controlate

Clusterii magnetici reprezintă asamblarea controlată a nanoparticulelor magnetice cu proprietăți structurale, morfologice și magnetice riguros controlate din parametrii de sinteză. Din categoria nanomaterialelor magnetice recent dezvoltate pentru aplicații în biotehnologii și biomedicină, clusterii magnetici au câștigat interes deosebit deoarece oferă caracteristici unice în ceea ce privește manipularea cu ajutorul câmpului magnetic. Momentul magnetic al unei particule din cluster este cu cel puțin două ordine de mărime mai mare decât al unei nanoparticule magnetice individuale funcționalizată, păstrând în același timp comportamentul superparamagnetic, cerință importantă în special pentru aplicații în biomedicină și separare magnetică.

Modificarea proprietăților de suprafață prin acoperirea cu diferite straturi polimerice anorganice sau organice, sau diverse molecule cu funcțiuni specifice oferă perspectiva utilizării clusterilor magnetici spre o multitudine de aplicații inovative în diferite domenii: bionanotehnologie, sănătate, mediu sau securitate.

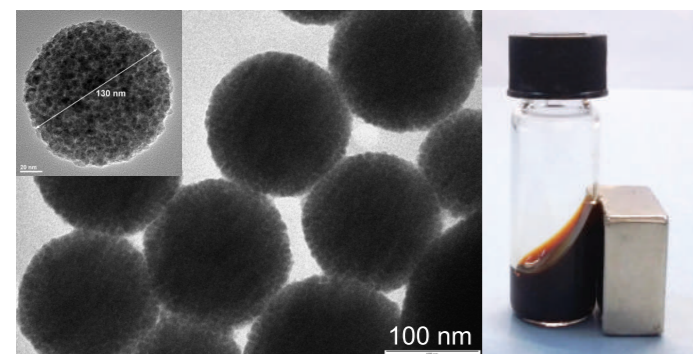
Aceste nanostructuri magnetice avansate oferă posibilitatea unor noi metode terapeutice, de diagnosticare sau bioprosesare avansate, controlate în mod dual atât de câmpul magnetic aplicat cât și printr-un design adecvat al proprietăților.

În cadrul grupului de cercetare din INCDTIM am dezvoltat metode optimizate, mai exact metoda miniemulsionării și metoda solvotermică, prin care s-a realizat asamblarea nanoparticulelor magnetice sub formă de clusteri cu dimensiuni ajustabile într-un domeniu larg (50–500 nm), cu moment magnetic mare, cu foarte bună stabilitate chimică și bune proprietăți de dispersare în medii lichide.

Procedura de sinteză asigură o reproductibilitate foarte bună a clusterilor magnetici și permite extinderea la scară largă.

Materialele avansate magnetoresponsive de tip clusteri magnetici oferă posibilitatea aplicațiilor pentru:

- ✓ Noi tehnologii de separare magnetică a biomaterialelor de mare interes, care pot fi preluate de industria farmaceutică
- ✓ Separarea proteinelor, separarea celulară și alte tehnici legate de separare
- ✓ Agenți reciclabili pentru depoluarea apelor



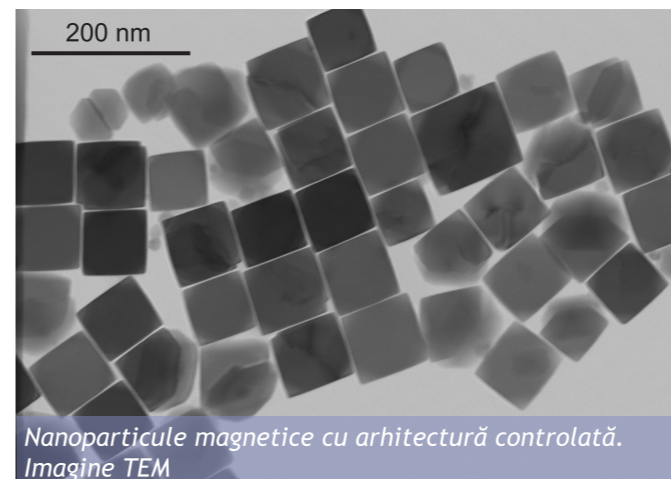
Clusteri magnetici cu proprietăți controlate

- ✓ Agenți pentru securizarea hârtiei
- ✓ Noi metode terapeutice de transport dirijat magnetic și eliberarea medicamentelor la locuri țintă

Nanoparticule magnetice cu arhitectură controlată

Nanoparticulele magnetice sunt cunoscute ca materiale cu multiple aplicații în biotehnologie. Acest tip de material oferă posibilitatea procesării controlate în mod dual atât de câmpul magnetic aplicat, cât și printr-un design adecvat al proprietăților de suprafață.

Aplicațiile acestor nanomateriale în domeniul medical – imagistica biomagnetică, diagnosticarea și tratamentul cancerului și hipertermia – au crescut cerințele minime pe care aceste nanoparticule trebuie să le îndeplinească



- ✓ Defecte structurale mult diminuate față de metodele de sinteză tradiționale
- ✓ Îmbunătățiri semnificative ale proprietăților magnetice, prin creșterea valorii magnetizării de saturație.
- ✓ posibilitatea de funcționalizare a suprafeței cu straturi anorganice/organice, polimerice sau biocompuși.

Noile materiale magnetice obținute prin metoda decompoziției termice și funcționalizate specific aplicației vizate reprezintă materiale avansate cu arhitectură controlată cu potențial aplicativ ridicat în domeniul separării magnetice a unor biomolecule, a terapiei prin hipertermie magnetică și în transportul dirijat al unor medicamente antitumorale la țintă.

Noi materiale pe bază de polimeri cu proprietăți ajustabile

Cu scopul de a aduce îmbunătățiri calității mediului și implicit reducerea consecințelor poluării asupra sănătății publice, în cadrul institutului nostru am dezvoltat o serie de materiale hibride pe bază de polimeri cu arhitectură controlată:

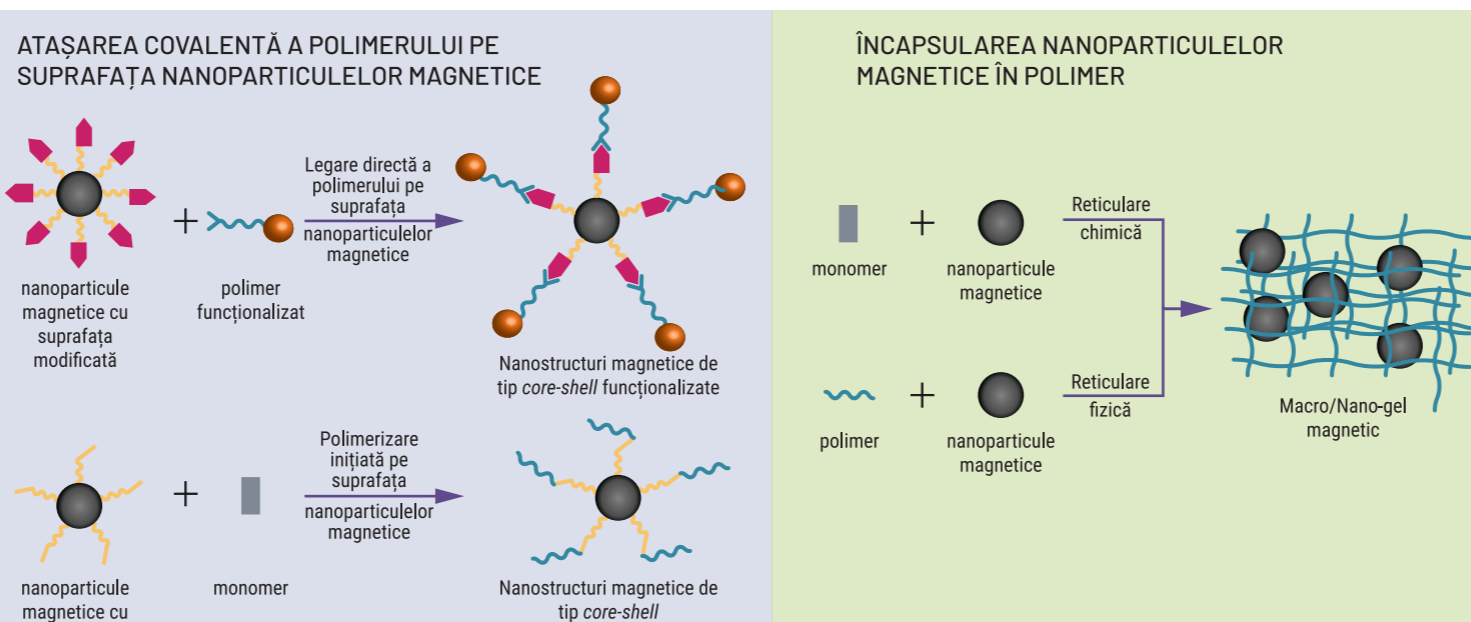
- ✓ nanostructuri magnetice *core-shell* pe bază de magnetită și polimeri funcționalizați cu capacitatea de reținere a poluanților anorganici și organici
- ✓ materiale compozite pe bază de minerale argiloase și polimeri, având proprietăți de coordonare, absorbție și adsorbție a poluanților organici și anorganici
- ✓ modificarea chitosanului cu proprietăți absorbante, în vederea eficientizării randamentelor de reținere a poluanților din mediul înconjurător, prin legarea covalentă a acestora pe lanțurile polimerice.

Strategia de preparare optimizată în institutul nostru permite obținerea materialelor compozite în mod reproductibil și la un preț avantajos, pe baza unei analize de raport cost benefic.

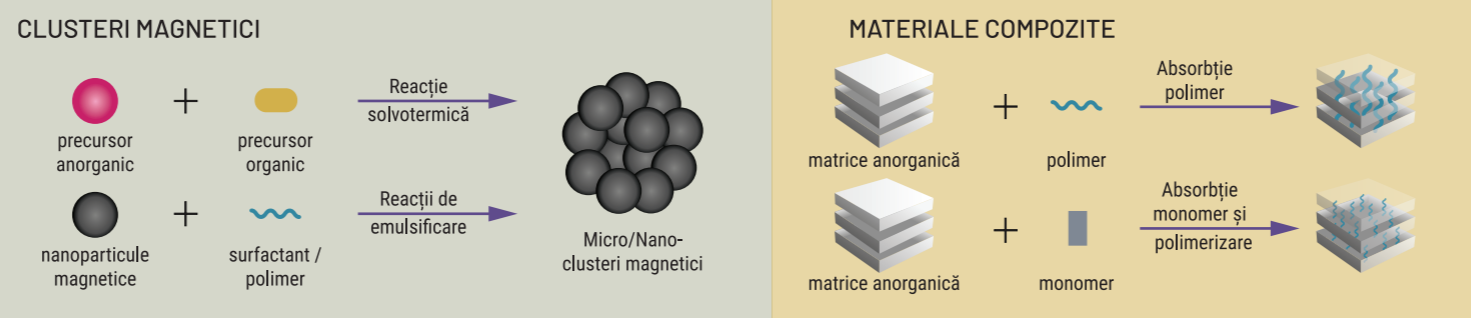
În procesul de preparare a acestor materiale am avut în vedere folosirea cu preponderență a metodelor „chimiei verzi”, adică folosirea materiilor prime, catalizatorilor și a solvenților netoxici. Prin selectarea polimerului funcționalizat adecvat, aceste materiale pot fi folosite cu eficiență ridicată în tratarea și epurarea apelor de suprafață și subterane contaminate, precum și a apelor uzate rezultate în urma proceselor industriale.

Dr. Rodica Turcu • rodica.turcu@itim-cj.ro
☎ 0264 58 40 37 int 220

Dr. Alexandrina Nan • alexandrina.nan@itim-cj.ro
Dr. Izabell Crăciunescu • izabell.craciunescu@itim-cj.ro
☎ 0264 58 40 37 int 219



MATERIALE HIBRIDE CU PROPRIETĂȚI CONTROLATE

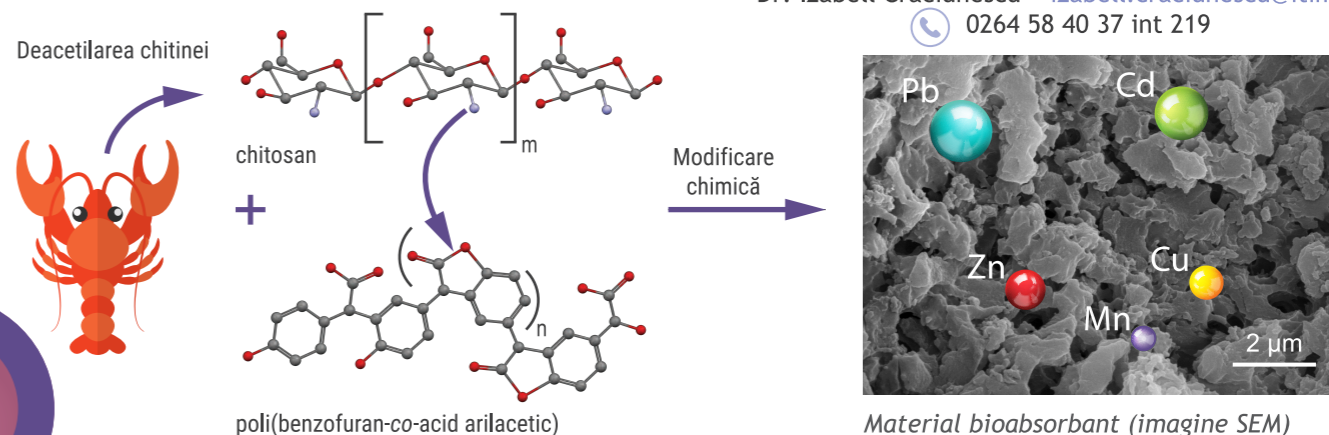


pentru utilizarea lor în condiții de maximă siguranță. În acest scop am dezvoltat metode de sinteză care să permită obținerea în mod simplu și reproductibil a materialelor magnetice care să respecte cerințele specifice pentru aplicații biomedicale dar care să aducă îmbunătățiri în ceea ce privește proprietățile magnetice și de suprafață.

Metoda decompoziției termice din precursori organici ai metalelor de interes este o metodă de sinteză axată pe controlul riguros al dimensiunii și formei nanoparticulelor magnetice. Această metodă permite obținerea de nanomateriale magnetice de tip magnetită (Fe_3O_4) sau ferite ($MnFe_2O_4$, $ZnFe_2O_4$) cu următoarele caracteristici îmbunătățite:

- ✓ Dimensiune ajustabilă în domeniul 10–100 nm
- ✓ Formă ajustabilă în funcție de aplicația vizată (sferică, cubică sau poliedrică)

Infrastructura direct public link in ERRIS:
<https://erris.gov.ro/nanostructured-materials>



Material bioabsorbant (imagine SEM)

Expertiză transferabilă

Expertiza noastră analitică în domeniul materialelor se bazează pe infrastructura de cercetare existentă în cadrul INCDTIM și permite caracterizarea morfologică, structurală, compozițională, magnetică și optică a diferitelor materiale și nanostructuri.

Prezentăm mai jos principalele tehnici/metode de investigare pe care noi le utilizăm cu eficiență în caracterizarea completă a materialelor sintetizate în laboratoarele noastre:

Microscopie electronică prin scanare (SEM).

Un microscop electronic prin scanare (SEM) utilizează un fascicul de electroni focalizat pe o suprafață pentru a crea imagini tridimensionale de înaltă rezoluție. Aceste imagini oferă informații despre morfologia suprafețelor studiate. De asemenea, electronii din fascicul interacționează cu proba, producând diverse semnale care pot fi folosite pentru a extrage informații despre topografia și compoziția suprafeței.

În știința materialelor, SEM este un instrument cheie folosit pentru cercetarea de bază, controlul calității și analiza defectelor. Este o tehnică potrivită pentru examinarea metalelor, aliajelor, ceramicii, polimerilor, materialelor biologice, nanotuburilor, nanofibrelor etc. Aproape orice segment de dezvoltare tehnologică înaltă, cum ar fi tehnologia aerospațială, electronică, producerea și stocarea de energie, cataliză, mediu, nu ar putea să evolueze fără datele furnizate de SEM.

Pe lângă analiza imagistică, echipamentele SEM dețin și metode complementare de analiză: difracția de electroni retroîmprăștiați – informații de structură locală, spectroscopie de raze-x cu dispersie în energie (EDX) – analiza elementală a suprafețelor, construcția de hărți ale distribuției elementale pe suprafața analizată – asocierea dintre morfologie și compoziție.

Microscopie electronică în transmisie prin scanare (STEM).

La fel ca în SEM, prin tehnica STEM se scanează proba cu un fascicul de electroni concentrat foarte fin într-un model raster, în final reconstituindu-se punct cu punct imaginea în transmisie a probei. Interacțiunile dintre electronii



Microscop electronic cu scanare (SEM)

fasciculului și atomii din probă generează un flux de semnal care este împrăștiat la unghiuri relativ mari. Detecția acestuia este corelată cu poziția fasciculului pentru a construi o imagine virtuală de înaltă rezoluție.

Adițional microscopia de tip STEM poate efectua microanaliză cu raze X (EDX) în mod similar cu tehnica SEM, difracție de electroni pentru analize structurale pe suprafețe selectate, precum și spectrometrie de pierdere de energie a electronilor (EELS). Această ultimă metodă analizează electronii transmiși determinând cantitatea de



Microscop electronic de transmisie prin scanare (STEM)

energie pe care au pierdut-o în interacțiunile cu proba. Printre altele, EELS oferă informații despre interacțiunile interatomice, identifică elementele și tipul de legătură chimică.

Tehnica spectroscopiei de fotoelectroni

se bazează pe efectul fotoelectric produs de un fascicul monocromatic de raze X (XPS) sau de radiație UV (UPS) pe suprafața probei. Utilizare:

- ✓ determinarea compoziției elementale a unei suprafețe (de obicei 0–10 nm în adâncime); folosind corodarea controlată cu ioni de Ar se poate realiza un profil compozițional de adâncime (până la 50 nm); În cazul nanomaterialelor se poate obține compoziția exactă cu o precizie de părți per mie. Nivele de părți per milion se pot atinge folosind timpi de acumulare mai lungi (~20 ore)
- ✓ permite stabilirea formulei compoziționale exacte
- ✓ determinarea elementelor care contaminează o suprafață
- ✓ starea chimică sau electronică a fiecărui element (starea de oxidare)
- ✓ uniformitatea compoziției elementale în funcție de adâncime (sub suprafață până la ~50 nm)
- ✓ determinarea profilului densității de stări în banda de valență; folosind ca sursă de excitare radiația UV se pot determina energiile de



Spectrometru de fotoelectroni cu excitare de raze X (XPS) și UV (UPS)

ionizare (activare) și tipul și numărul de stări de impuritate

- ✓ studiul monocristalelor și straturilor subțiri epitaxiale (cristalite având aceeași orientare).

Tehnica este utilizată în fizică, chimie, biochimie, medicină, metalurgie, studiul suprafețelor anticorozive și profilul de adâncime al acestora, analiza cantitativă a impurităților din materiale. De asemenea, se poate realiza o analiză complexă a materialelor utilizabile în chimia catalitică, studii de suprafață ale polimerilor, analiza sistemelor multistrat (fotovoltaice, magnetice, conductoare, semiconductoare).

Microscopia de forță atomică (AFM) și microscopia de tunelare prin scanare (STM)

permit determinarea topografiei suprafeței materialelor micro- și nanostructurate. Această tehnică se aplică filmelor subțiri, materialelor ceramice, materialelor compozite, sticlelor, metalelor, polimerilor și semiconducătorilor. Prin această tehnică se poate pune în evidență abraziunea, coroziunea și moleculele organice adsorbite la suprafața metalelor, semiconducătorilor și izolatoarelor.

Spectroscopia de fotoluminescență (PL)

analizează structura electronică a materialelor. Permite determinarea benzii interzise în semiconductori, detecția de nivele de impuritate și defecte, mecanisme de recombinare și informații legate de calitatea materialelor.

Spectroscopia de infraroșu (FT-IR)

se utilizează pentru identificarea și caracterizarea structurii moleculare a compușilor anorganici și organici pe baza analizei vibrațiilor moleculare. Informații legate de structura locală în diferite materiale, tipul și numărul de legături chimice ale unei molecule, a unor cristalite sau ale altor sisteme, cum ar fi polimeri, grafene, nanotuburi de carbon etc.

Rezonanța electronică de spin (RES)

detectează speciile electronice neîmperecheate (centri paramagnetici) în monocristale, semiconductori (nanoparticule, filme subțiri), sticle, ceramică, polimeri, compuși biologici. Această tehnică permite determinarea structurii locale și starea de valență a ionului paramagnetic, speciile reactive de oxigen și radicalii liberi. De asemenea, se poate evalua activitatea antioxidantă.



Spectrometru de rezonanță paramagnetică (RPE)

Difracția de raze X

este o tehnică de caracterizare structurală a materialelor. Aceasta permite identificarea fazelor cristaline și a dimensiunii de cristalite în diverse materiale solide. De asemenea, din parametrii celulei cristaline se pot obține informații despre substituția diversilor ioni dopanți în rețeaua gazdă și gradul de distorsiune al rețelei cristaline. Măsurătorile de reflectivitate prin raze X permit analiza suprafețelor dând informații despre grosime, rugozitate și porozitate.



Difractometru de raze X pentru pulberi și filme subțiri

Caracterizarea magnetică a materialelor.

Proprietățile magnetice ale materialelor, cum ar fi susceptibilitate, saturație, coercivitate, remanență, sunt determinate utilizând magnetometria cu proba vibrantă (VSM) în domeniul de temperatură 1.7–300 K și câmpuri magnetice de până la 8 T.

Contact:

Dr. Ovidiu Pană • ovidiu.pana@itim-cj.ro
☎ 0264 58 40 37 int 202, 208

Dr. Rodica Turcu • rodica.turcu@itim-cj.ro
☎ 0264 58 40 37 int 220

Nanoparticule compozite de tipul $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2:\text{Eu}$ pentru depoluarea apelor prin efect fotocatalitic

Aplicații

Consumul de apă contaminată cu poluanți organici, microorganisme patogene și metale grele este asociat cu apariția unor probleme de sănătate publică. Degradarea poluanților organici poate fi realizată prin efect fotocatalitic, care reprezintă o metodă alternativă de tratare a apelor uzate prin care aceștia sunt descompuși în CO_2 și H_2O .

Aspecte inovative

Pentru depoluarea apelor uzate la scară largă prin fotocataliză este necesară obținerea unui material reutilizabil, cu proprietăți fotocatalitice crescute, cu răspuns în domeniul vizibil și ușor separabil din mediul apos.

Pentru a eficientiza activitatea fotocatalitică se recurge la dopajul cu ioni tranziționali sau pământuri rare. Astfel, dopajul cu ioni de Eu^{3+} facilitează transferul electronilor excitonici către suprafața nanocristalitelor de TiO_2 unde generează specii reactive de oxigen (O^{2-}). Aceștia au rol de agenți puternic oxidanți determinând degradarea poluanților organici.

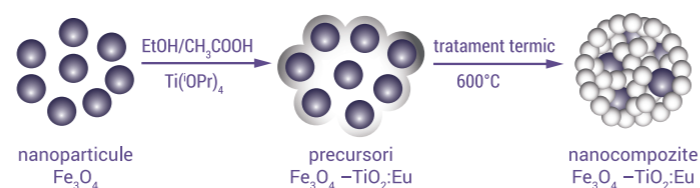
În vederea separării facile a fotocatalizatorului din soluția apoasă este necesară cuplarea acestuia cu un material magnetic care îl face ușor manipulabil prin intermediul unui câmp magnetic extern.

Soluția tehnologică furnizată de grupul nostru este următoarea: am combinat semiconductorul ($\text{TiO}_2:\text{Eu}$) cu magnetită (Fe_3O_4) optimizând concentrația ionilor dopanți de Eu^{3+} , precum și raportul dintre TiO_2 și Fe_3O_4 , astfel încât să se realizeze un proces fotocatalitic eficient.

Tehnologia

Nanoparticulele de Fe_3O_4 s-au obținut prin metoda coprecipitării, pornind de la un amestec de cloruri ale fierului, în mediu bazic. Nanocompozitul de tip $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2:\text{Eu}$ s-a realizat prin metoda însămânțării, în așa fel încât creșterea cristalitelor de TiO_2 se produce pe suprafața nanoparticulelor de magnetită. Prepararea propriu-zisă a dioxidului de titan s-a făcut folosind tehnica sol-gel. Nanoparticulele de TiO_2 rezultate au dimensiunea medie 20 nm. Formarea compozitului poate fi ușor confirmată prin difracție de raze X.

Activitatea fotocatalitică a nanoparticulelor compozite obținute a fost evaluată prin iradiere cu lumină vizibilă în prezența unei soluții standard de Rhodamina B.



Schema procesului de preparare a nanoparticulelor compozite de tipul $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2:\text{Eu}$

Avantaje

- ✓ Dimensiunile reduse ale nanoparticulelor asigură o suprafață de contact mare cu moleculele de poluant
- ✓ Nanoparticulele compozite absorb lumina din domeniul vizibil, cu un maxim la 670 nm
- ✓ Nanoparticulele compozite păstrează comportamentul feromagnetic al magnetitei, ceea ce înseamnă că se poate realiza ușor separarea acestora din soluții apoase utilizându-se un magnet
- ✓ Tehnologia de preparare și de separare nu implică infrastructură sofisticată și se poate face cu costuri de producție reduse

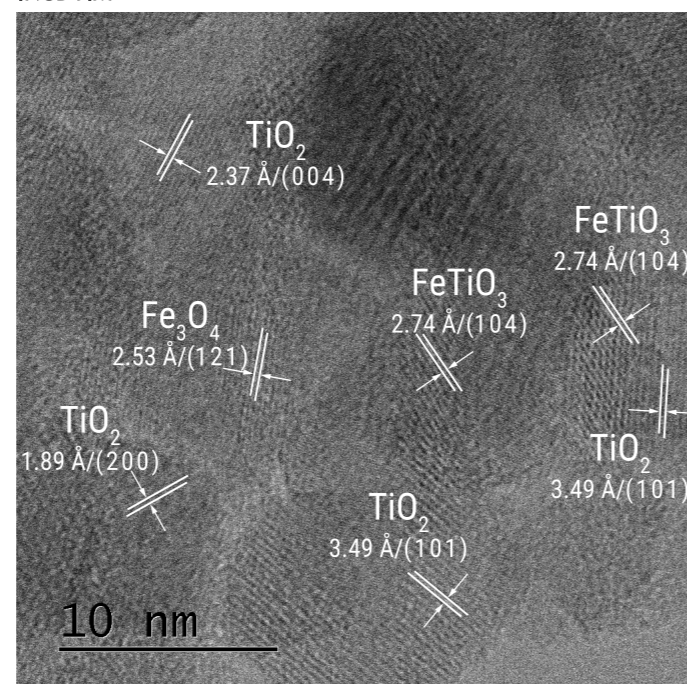
Autori

Dr. Ovidiu Pană • ovidiu.pana@itim-cj.ro

☎ 0264 58 40 37 int 208

Dr. Maria Ștefan • maria.stefan@itim-cj.ro

Departamentul de Fizica Sistemelor Nanostructurate INCDTIM



Clusteri magnetici acoperiți cu SiO_2 pentru aplicații în domeniul hârtiei securizate magnetic

Aplicații

Hârtia utilizată la documentele oficiale, cum ar fi bancnotele, documentele bancare, actele de identitate sau de studii, se încadrează în categoria hârtiei securizate. Pentru a elimina posibilitatea falsificării, acest tip de hârtie trebuie să conțină elemente de securitate cât mai complexe.

Pe plan național și internațional se folosesc procedee de securizare care conțin fire, hârtie reactivă chimic, microfibre feromagnetice, fibre vizibile sau fluorescente, pigmenți și altele.

Aspecte inovative

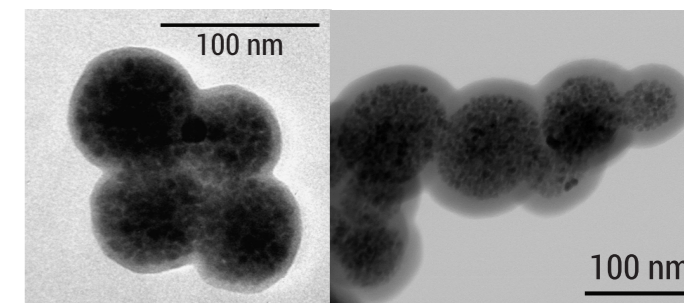
Pentru aplicații specifice în domeniul securizării, hârtia securizată magnetic obținută prin înglobarea în celuloză a unor particule de tip clusteri magnetici acoperiți cu SiO_2 având proprietăți superparamagnetice reprezintă o alternativă îmbunătățită la sistemele de securizare actuale.

Noi am optimizat o metodă de obținere a unui material de tip clusteri magnetici acoperiți cu SiO_2 în scopul obținerii unui control riguros al structurii, morfologiei și proprietăților fizico-chimice ale acestor nanomateriale pentru aplicația specifică de hârtie securizată. Prin înglobarea în celuloză a clusterilor magnetici acoperiți cu straturi de SiO_2 cu grosime controlată a fost obținută o îmbunătățire majoră a culorii hârtiei magnetice de la brun-roșcat la bej deschis. A fost posibilă corelarea culorii finale a hârtiei magnetice securizate cu grosimea stratului de SiO_2 și concentrația de clusteri magnetici utilizați.

Tehnologia

Sisteme asamblate de nanoparticule magnetice de tip clusteri magnetici cu formă și dimensiune controlată (100–300 nm) au fost preparați într-o primă etapă prin metoda miniemulsionării. Ulterior clusterii magnetici au fost acoperiți cu straturi de SiO_2 a căror grosime este riguros controlată din parametrii de sinteză. Pentru prepararea stratului de SiO_2 se utilizează metoda clasică sol-gel Stober, utilizând ca precursor tetraetoxi ortosilicat.

Procedura de sinteză asigură o reproductibilitate foarte bună a clusterilor magnetici acoperiți cu SiO_2 , permite un control foarte riguros al proprietăților fizico-chimice, precum și extinderea la scară largă.



Imagini TEM reprezentative pentru morfologia clusterilor magnetici acoperiți cu straturi de SiO_2 cu grosimi controlabile

Avantaje

- ✓ Clusterii magnetici acoperiți cu SiO_2 au proprietăți superparamagnetice și valori ale magnetizării de saturație în domeniul 25–60 emu/g în funcție de grosimea stratului de SiO_2
- ✓ Proprietățile clusterilor magnetici acoperiți cu SiO_2 sunt riguros controlate din parametrii de sinteză
- ✓ Clusterii magnetici acoperiți cu SiO_2 se pot obține reproductibil la scară largă
- ✓ Hârtia securizată magnetic prin înglobarea clusterilor magnetici acoperiți cu SiO_2 prezintă elemente de securitate superioare celei tradiționale

Autori

Dr. Rodica Turcu • rodica.turcu@itim-cj.ro

☎ 0264 58 40 37 int 220

Dr. Izabell Crăciunescu • izabell.craciunescu@itim-cj.ro

Departamentul de Fizica Sistemelor Nanostructurate INCDTIM

