

Expertiză CDI

DIFRAȚIE DE RAZE X

Keywords: 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 folosim difracție pe pulberi cristaline sau difracția 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, de asemenea sau concomitent cu faptul că este o metodă nedistructivă și este necesară 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, adică determinarea dimensiunilor cristalițelor, a tensiunilor din rețea și a probabilităților de defecte
- ✓ Determinarea gradului de cristalinitate: acesta rezultă din raportul dintre aria maximelor de difracție și aria totală care include atât maximele de difracție cât și aria halourilor datorită fazei amorfe
- ✓ Determinarea structurii cristaline din pulberi

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

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:

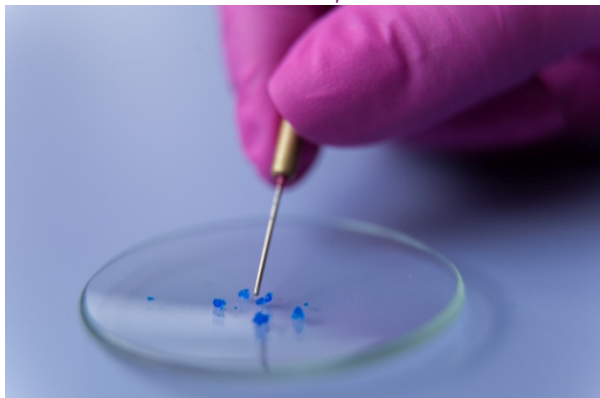
- ✓ Bruker D8 Advance: echipat cu un monocromator de Ge (111) plasat în fasciculul incident și un detector ultrarapid de tipul LYNXEYE, colectarea difractogramelor se efectuează în geometria Bragg-Brentano varianta în reflexie, este utilizat pentru măsurătorile de pulberi
- ✓ Rigaku SmartLab: anod rotativ de 9 kW, goniometru theta-theta de rezoluție mare, se pot înregistra măsurători în reflexie dar și în modul de transmisie. Pe lângă pulberi, cu acest difractometru se pot efectua și măsurători de filme subțiri
- ✓ Oxford SuperNova: este dotat cu două microsurse (Cupru și Molibden), un detector CCD de înaltă performanță, echipat cu un Cryojet care permite efectuarea de măsurători în intervalul de temperatură 90÷490 Kelvin, este utilizat pentru măsurători de monocristale



Difractometru de raze X Rigaku SmartLab.



Diffractometru de raze X Oxford SuperNova.



Selectarea și montarea monocristalelor.

APLICAȚII UZUALE – EXEMPLE:

Compuși bioactivi (de sinteză sau naturali):

- ✓ detectarea impurităților (peste 5%), de exemplu, 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 printr-o abordare de tip „cristalografie RMN”, (datele experimentale de difracție de raze X pe pulberi sunt utilizate în combinație cu rezultatele obținute prin rezonanță magnetică pe solid și cu modelări moleculare prin calcule de chimie cuantică)
- ✓ Studii de stabilitate: se pot realiza pe produsul finit tabletă / capsulă), cât și pe substanța bioactivă, acestea constau în identificarea modificărilor structurale care pot apărea în timpul stocării la diferite condiții de mediu sau în urma procesului de desolvare

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

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 legate de: 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 diffractometrului, 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 Olimpia Miclăuș

Cercetător științific III
Departamentul de Fizică Moleculară și Biomoleculară, B2.07
Tel.: (+4)0264-584037, int 164
E-mail: maria.miclaus@itim-cj.ro

Dr. Oana Onija

Coordonator Transfer Tehnologic TTC-ITIM, D1.06
Tel.: (+4)0264-584037, int 156
E-mail: oana.onija@itim-cj.ro