

Expertiză CDI

SPECTROSCOPIE

RES

Keywords: *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:

- i.* ioni ai metalelor tranziționale și ai pământurilor rare
- ii.* radicali liberi
- iii.* defecte punctuale (imperfecțiuni localizate în cristale)

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

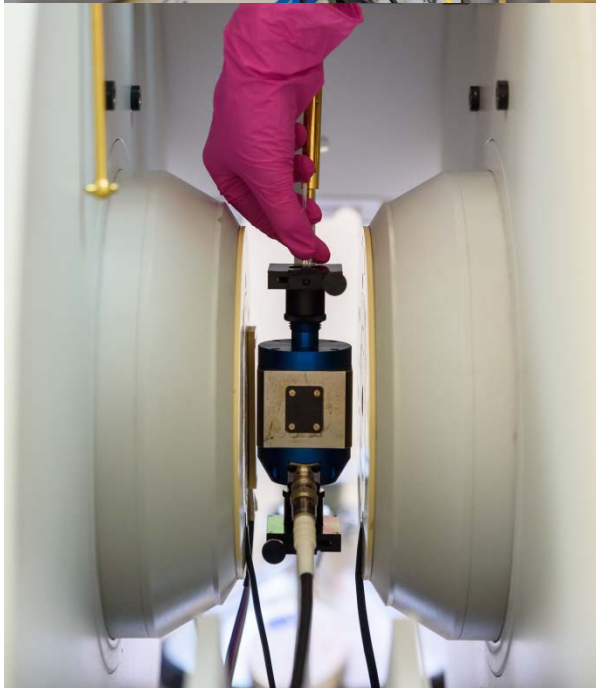
Laboratorul de spectroscopie RES este dotat cu un spectrometru *Bruker ELEXSYS E 500* dedicat atât probelor solide, cât și lichide. Spectrometrul este echipat cu două punți de microunde: în bandă X (9 GHz) și în banda Q (35 GHz); electromagnet care generează un câmp maxim de 1 T (banda X), respectiv 1.5 T (banda Q); goniometru care permite rotirea probei în câmp magnetic; două unități de temperatură variabilă care permit măsurători în domeniul 4K-300K, respectiv 77K-500K.



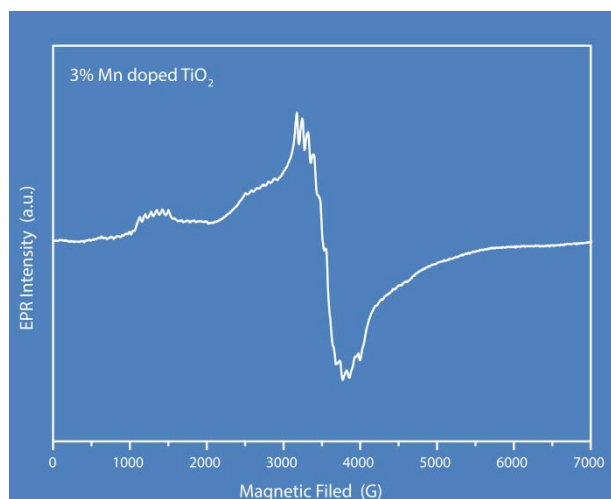
Spectrometru de rezonanță paramagnetică Bruker ELEXSYS E 500

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



Spectru RES caracteristic nanoparticulelor de TiO_2 conținând 3% ioni de Mn.

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.

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 (leziuni celulare) și protecția mediului (depoluare de ape prin procese de fotocataliză).

Evaluare activitate antioxidantă. 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.

Determinare constantă 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).

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
Tel.: (+4)0264-584037, int 210
E-mail: adriana.popa@itim-cj.ro



Dr. Dana Toloman

Cercetător științific II
Departamentul de Fizica Sistemelor
Nanostructurate, C1.01a
Tel.: (+4)0264-584037, int 210
E-mail: dana.toloman@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