



UNIUNEA EUROPEANĂ



Instrumente Structurale
2014-2020

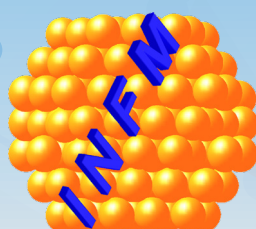
Proiect cofinanțat din Fondul European de Dezvoltare Regională
prin Programul Operațional Competitivitate 2014-2020

**ANALIZE FIZICO-CHIMICE, MATERIALE NANOSTRUCTURATE ȘI
DISPOZITIVE PENTRU APLICAȚII ÎN DOMENIUL FARMACEUTIC ȘI
MEDICAL DIN ROMÂNIA (AMD-FARMA-MED-RO)**

WORKSHOP

**Rezultate obținute în cadrul subcontractelor
de tip D**

27 SEPTEMBRIE 2019



Programul Workshopului - 27 SEPTEMBRIE 2019

Rezultate obținute în cadrul subcontractelor de tip D

8 ³⁰ - 9 ⁰⁰	Înregistrare
9 ⁰⁰ - 9 ¹⁰	Implementarea proiectului pentru transfer de cunoștințe intitulat "Analize fizico-chimice, materiale nanostructurate și dispozitive pentru aplicații în domeniul farmaceutic și medical din România" - Dr. Mihaela Baibarac
9 ¹⁰ - 9 ³⁰	Evaluarea proprietăților fizico-chimice a formelor anhidre ale azatioprinei - Dr. Corina Manta
9 ³⁰ - 9 ⁵⁰	Studii de adsorbție-desorbție de gaz pe azatioprina - Dr. Daniela Predoi
9 ⁵⁰ - 10 ¹⁰	Optimizarea protocolului de crosslinking între proteina G și anticorpilor anti-TSH/anti-EGFR - Dr. K. Rakosi
10 ¹⁰ - 10 ³⁰	Nanoreactor pentru oxidarea CO format de un monostrat de grafenă depus pe Pt(001) - Dr. Cristian M. Teodorescu
10 ³⁰ - 10 ⁵⁰	PAUZĂ DE CAFEA
10 ⁵⁰ - 11 ¹⁰	Spectrometria de masă cu plasmă cuplată inductiv - aplicații în determinarea profilului de nanoparticule de Au și Ag - Dr. Alin Mogos
11 ¹⁰ - 11 ³⁰	Fotodegradarea melatoninei evidențiată prin studii de absorbție UV-VIS și fotoluminescență - N'ghaya Toulbe
11 ³⁰ - 11 ⁵⁰	Dezvoltarea de fibre compozite prin electrofilare utilizând un câmp magnetic extern - Dr. Daniela Năstac
11 ⁵⁰ - 12 ¹⁰	Adsorbția 1, 4-fenilendiizotiocianatului pe straturile de oxid de grafenă funcționalizate cu polidifenilamină în stare dopată - Monica Dăescu
12 ¹⁰ - 12 ³⁰	Module măsurare și module evaluare senzori acid folic - Constantin Serbschi
12 ³⁰ - 13 ³⁰	PAUZĂ DE MASA

Evaluarea proprietăților fizico-chimice a formelor anhidre ale Azatioprinei

C. Manta, A. Bărbatu, A. Lungan

SC Sara Pharm Solutions S.R.L., 266-268 Calea Rahovei, 050912, București-5, România

Studiile de stabilitate au ca rol determinarea condițiilor (și determinarea avantajelor sau dezavantajelor acestora) în care formele solide anhidre ale Azatioprinei forma I, comercială, și forma II [1] pot suferi degradări (în absența excipienților utilizați în formulare), precum și în ce măsură, atât din punct de vedere al structurii cristaline cât și al structurii chimice a compusului. Aceste informații vor ajuta la evaluarea riscului de degradare a ingredientului activ prin expunere accidentală la condiții non-standard în mediul industrial, în diferite condiții de stocare, transport sau procesare. Forma II se transformă în timp în forma I la 40°C/75%RH, respectiv în monohidrat la 25°C/70%RH, indicând necesitatea păstrării formei II în medii cu temperatură și umiditate controlate. Însă în același timp, forma II este mai rezistentă din punct de vedere chimic decât forma I în condițiile de testare a stabilității pe termen lung. Selecția excipienților poate crește rezistența formei II la modificări ale structurii cristaline în urma expunerii la umiditate. Beneficiile formei II includ o rezistență crescută la degradare chimică pe un interval larg de pH (cu excepția soluției 1M de acid clorhidric), fiind însă necesar un control suplimentar al condițiilor de stocare și procesare în vederea evitării transformării polimorfe în forma I. De asemenea, studiile de stabilitate efectuate în soluție indică solubilitatea ridicată și tendința de degradare rapidă a Azatioprinei în soluție apoasă în mediu puternic bazic (1M, hidroxid de sodiu). În comparație cu forma comercială I, forma II are o tendință mai redusă de degradare chimică la lumina UV sau în soluție apoasă la pH 1.5, 4 și 7. În schimb, forma II în suspensii apoase (24 ore) se transformă în monohidrat [1]; prelucrarea umedă a formei II nu este recomandabilă. Testele de solubilitate realizate pe formele solide de interes ale Azatioprinei în diferite medii ce simulează condițiile din tractul gastro-intestinal prezintă avantajul unei solubilități semnificativ crescute a formei II comparativ cu forma comercială I datorită modificării structurii cristaline.

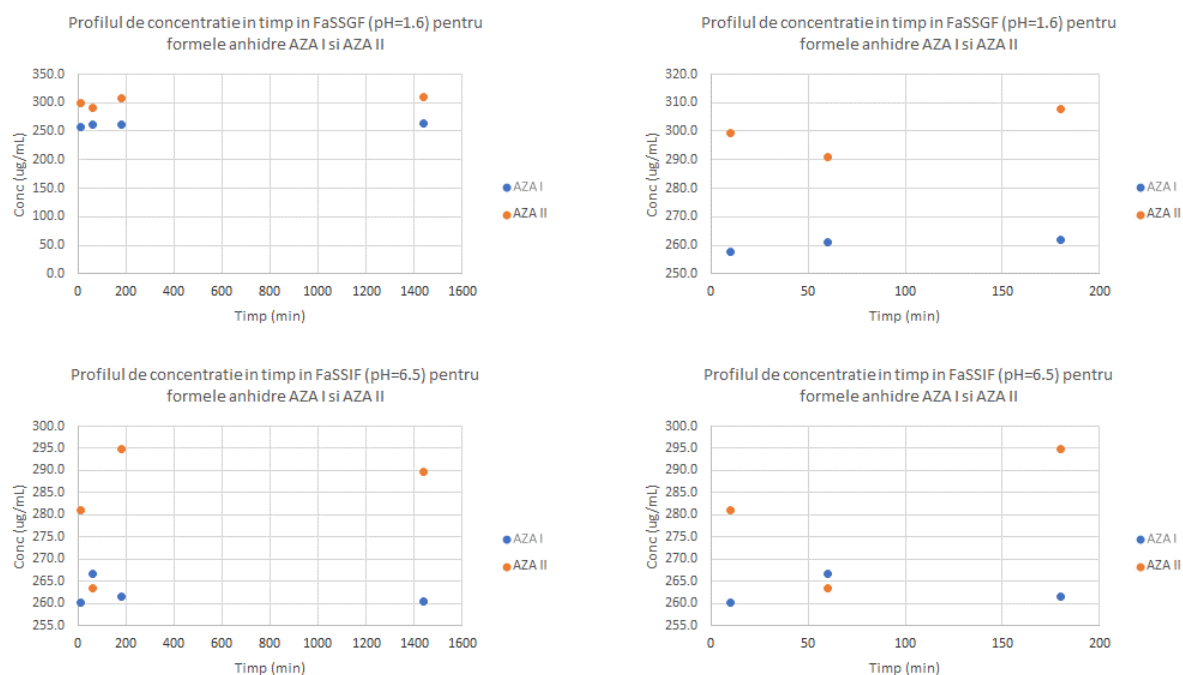


Fig. 1 Solubilitatea formelor cristaline I și II în diferite medii

[1] O.-I. Covaci et al., *Journal of Molecular Structure* 1178 (2019) 702-710

Studii de adsorbție - desorbție de gaz pe azatioprina

D. Predoi

Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare pentru Fizica Materialelor, Măgurele, România

Calitatea și utilitatea materialelor în industria farmaceutică este dată de două proprietăți fizice importante, suprafață și porozitate. Pentru materiale ce pot avea aceleași dimensiuni fizice, diferențele în porozitatea și aria suprafeței particulelor constituente pot conduce la utilități diferite întrucât aceste două caracteristici influențează major performanța materialelor. Pentru produsele farmaceutice, porozitatea și aria suprafeței joacă un rol major în prelucrarea, purificarea, tabletare și ambalare. Atât rata de dizolvare cât și biodisponibilitatea medicamentului pot fi controlate dacă se cunoaște porozitatea și aria suprafeței. Metoda Brunauer-Emmett-Teller (BET) a fost folosită pentru determinarea suprafeței specifice[1] a probelor în timp ce modelul Barrett-Joyner-Halenda (BJH)[2] a fost folosit pentru calculul volumului porilor și dimensiunii acestora. În cadrul acestui studiu au fost analizate atât pulberi de azatioprină obținute în laborator care au fost pastilate la presiuni diferite cât și azatioprina comercială (IM, Imuran) sub formă de pastilă. Figura 1a prezintă curbele de adsorbție-obținute pentru probele studiate (3T, 6T, 9T și IM). În Figura 1b a fost prezentată reprezentarea grafică a $(p/(V_{ads}(p_0-p)))$ în funcție de p/p_0 pentru probele 3T, 6T, 9T și IM. Rezultatele obținute au indicat faptul că probele obținute în laborator au prezentat un comportament similar al curbei de adsorbție-desorbție de gaz. Valorile calculate pentru diferiți parametri cum ar fi suprafața specifică, dimensiunea și volumul porilor au evidențiat faptul că pentru proba 9T aceste valori sunt foarte apropiate de cele ale probei comerciale (IM). Ușoara diferență ar putea fi datorată excipienților prezenți în proba comercială.

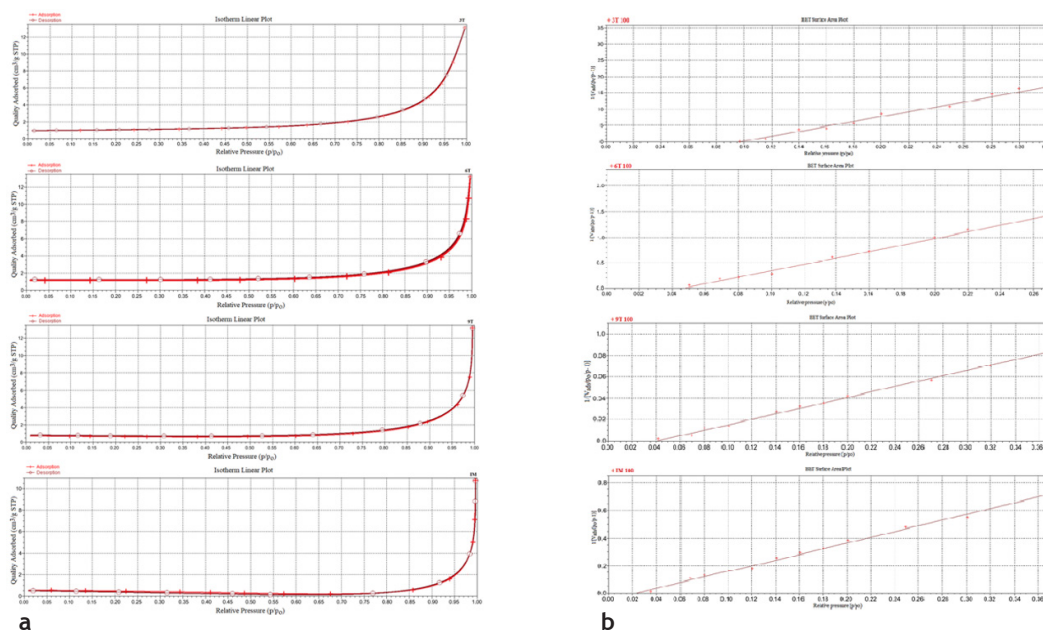


Fig. 1 Curbele de adsorbție-desorbție pentru probele 3T, 6T, 9T și IM (a) și reprezentarea grafică a $(1/(V_{ads}(p_0-p)))$ în funcție de p/p_0 pentru probele 3T, 6T, 9T și IM (b)

[1] S. Brunauer, P. H. Emmett, E. J. Teller, J. Am. Chem. Soc., 60, 309-31, (1938)

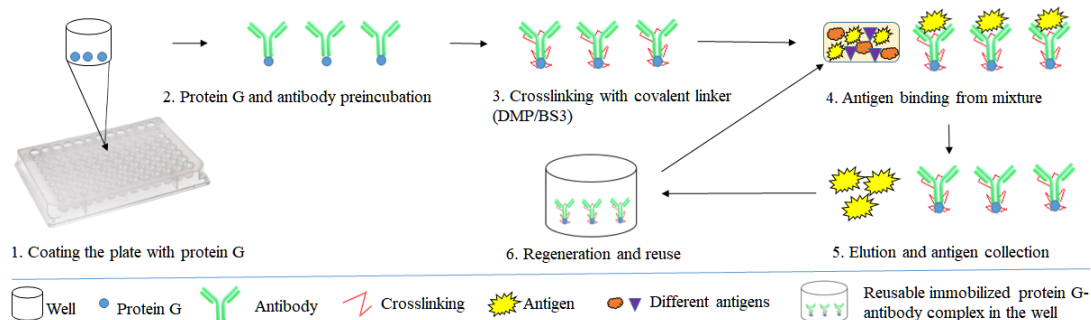
[2] E. P. Barrett, L. G. Joyner, P. P. Halenda, J. Am. Chem. Soc., 73, 373-380, (1951)

Optimizarea protocolului de crosslinking între proteina G și anticorpul anti-TSH/anti-EGFR

K. Rákosi, M. Korodi, S. N. Fejér

Pro-Vitam SRL, str. Muncitorilor nr. 16, Sfântu Gheorghe, România

În aplicabilitatea și reutilizabilitatea unui nanosenzor electrochimic, imobilizarea covalentă a anticorpului de proteina G este esențială - acest aspect a fost exploatat în această etapă a proiectului. Prezentarea raportează rezultatele unor experimente de imunoprecipitare pe Dynabeads™ Proteina G, substrat pe care am imobilizat covalent anticorpul țintă, anti-EGFR și anti-TSH. Prin optimizarea protocolului cu cei doi linkeri aleși, bis-(sulfocuccinimidil)suberat și dimetilpimelimidat, eficiența reacției de crosslinking poate ajunge la 96%. În următoarea fază, am trecut la folosirea microplăcii ca și suprafață pentru imobilizarea covalentă orientată a anticorpilor anti-EGFR și anti-TSH. Placa de 96 godeuri a fost acoperită de molecule de proteină G prin interacțiunea non-covalentă a acestora pe suprafața plăcii. În cursul optimizării, parametri critici s-au dovedit a fi pasul de preincubare a anticorpului cu proteina G, concentrația linkerului folosit și selectarea anticorpului: este critică afinitatea acestuia față de proteina G, dar și efectul steric cauzat de legarea linkerului și afinitatea față de biomarkerul țintă. Eficiența imobilizării pe placă poate ajunge la 77% în cazul anticorpilor TSH și 96% în cazul anti-EGFR. Godeurile cu complexul anti-EGFR-proteina G imobilizată pe suprafață mențin capacitatea de legare a antigenului și după 20 de reutilizări.



Nanoreactor pentru oxidarea CO format de un monostrat de grafenă depus pe Pt(001)

Ioana C. Bucur, Nicoleta G. Apostol, George A. Lungu, Cristian A. Tache, **Cristian M. Teodorescu**

Institutul Național de Cercetare Dezvoltare pentru Fizica Materialelor, Măgurele-Ilfov, România

Adsorbția monoxidului de carbon este pasul inițial pentru orice reacție catalitică implicând această moleculă: hidrogenare, reacții Fischer-Tropsch, sinteza de alcooli sau oxidarea la CO₂ [1]. Primele raportări asupra rolului catalitic al suprafețelor monocristaline de Pt au pus în evidență o modestă creștere a lucrului mecanic de extracție al metalului (cu 0,1 eV) după adsorbția de CO și acoperiri de saturație de la 0,7 monostraturi atomice (ML) [1,2] până la 1 ML [3]. Oxidarea CO are loc la cca. 500 K [3,4] sau chiar începând cu 600-700 K [5]. Studiile actuale se concentrează pe fixarea acestei molecule pe suprafața catalizatorului, procese de retro-donare [1,3], împreună cu abilitatea suprafeței de a disocia molecula și de a asigura o mobilitate suficientă a fragmentelor rezultate [6]. S-a arătat că acoperiri mai importante de CO pe o suprafață cu centri reactivi conduc la o rearanjare importantă a structurii suprafeței [7]. Pentru cantități mai importante de CO adsorbit (peste 0,5 ML) s-a observat reducerea vitezei reacției CO + O₂. Recent, s-a demonstrat că grafena (Gr) crescută pe Pt(111) nu împiedică adsorbția CO, dar reduce energia de activare a reacției de oxidare a CO, iar aceste reacții au loc între Gr și Pt(111), într-un “nano-reactor bidimensional” [6]. Monoxidul de carbon nu se atașează pe Gr/Pt(111) la temperatura camerei, iar toate reacțiile discutate au loc la temperaturi începând cu 525 K și la presiuni parțiale de CO de ordinul a câțiva Torr. În această contribuție, prezentăm rezultatele obținute în ceea ce privește posibilitatea suprafeței formate prin depunerea 1 ML Gr pe Pt(001) de a atașa moleculele de CO, procese de transfer de sarcină asociate, precum și oxidarea CO în acest “nanoreactor 2D” la temperatura camerei.

Experimentele s-au desfășurat pe linia de fascicul SuperESCA, la sincrotronul Elettra, Trieste. Presiunea de bază în întreaga instalație este de sub 10⁻¹⁰ mbar. Monocristalul Pt(001) s-a curățat folosindu-se proceduri standard (cicluri de bombardare cu ioni Ar⁺, tratamente termice în O₂, apoi în H₂), până când nu s-a mai detectat niciun fel de contaminare (prin urmărirea semnalelor O 1s și C 1s). Stratul de grafenă s-a sintetizat *in situ* prin depunere chimică din vapori (CVD) pornindu-se de la etilenă, pe substratul încălzit la 1000-1100 K, după care s-au dozat 4500 Langmuir (10⁻⁵ mbar × 600 s) de CO la temperatura camerei, ulterior toate măsurătorile efectuându-se la această temperatură. Suprafețele sunt caracterizate prin difracție de electroni lenți (LEED) și prin spectroscopie de foto-electroni de înaltă rezoluție în timp real (HRPES). Pt(001) formează binecunoscuta reconstrucție *hex* [8], care dispare după depunerea 1 ML Gr. Faptul că se formează 1 ML Gr este certificat de maximul HRPES al C 1s extrem de fin (0,23 eV lărgime la semiînălțime) cu energie de legătură de 284,0 eV [9] și de dependența unghiulară a spectrelor de absorbție de raze X în vecinătatea limitei K a carbonului (NEXAFS) obținute cu radiație polarizată liniar în planul orizontal, prin analiza variației intensității rezonanțelor 1s → 2pσ* și 1s → 2pπ*, [10,11]. După adsorbția CO, apare un maxim distinct în semnalul HRPES al C 1s la cca. 286,5 eV (atribuit C-O), precum și semnal O 1s; raportul atomic obținut între aceste maxime (O:C) este supraunitar (cca. 1,1) și crește în timp, devenind cca. 1,6 după 3 ore și jumătate de iradiere cu raze X moi, ceea ce implică oxidarea în timp a CO [12]. Maximele Pt 4f sunt atenuate atât după depunerea grafenei, cât și după adsorbția de CO, pe când maximul C 1s atribuit grafenei (cel de la 284.0 eV) nu se atenuază după adsorbția de CO. Considerându-se deplasarea rigidă a maximului C 1s atribuit 1 ML Gr. cu cca. 0,04 eV spre energii de legătură mai scăzute și a spectrului Pt 4f cu cca. 0,1 eV spre energii de legătură mai ridicate după adsorbția CO, rezultă că monoxidul de carbon, care ulterior se oxidează, este adsorbit între grafenă și suprafața Pt(001). Cantitatea de CO adsorbit inițial este de cca. 0,25 ML.

[1] Nieuwenhuys, B. E., Surf. Sci. 105 (1981) 505-516. [2] Kneringer, G., Netzer, F. P., Surf. Sci. 49 (1975) 125-142. [3] Engel, T., Ertl, G., Adv. Catal. 28 (1979) 1-78. [4] Santra, A. K., Goodman, D. W., Electrochim. Acta 47 (2002) 3595-3609. [5] Gao, F., Wang, Y., Cai, Y., Goodman, D. W., J. Phys. Chem. C 113 (2009) 174-181. [6] Yao, Y. X., Fu, Q., Zhang, Y. Y., Weng, X. F., Li, H., Chen, M. S., Jin, L., Dong, A. Y., Mu, R. T., Jiang, P., Liu, L., Bluhm, H., Liu, Z., Zhang, S. B., Bao, X. H., Proc. Natl. Acad. Sci. U. S. A. 111 (2014) 17023-17028. [7] Tao, F., Dag, S., Wang, L.-W., Liu, Z., Butcher, D. R., Bluhm, H., Salmeron, M., Somorjai, G. A., Science 327 (2010) 850-853. [8] Hammer, R., Meinel, K., Krahn, O., Widdra, W., Phys. Rev. B 94 (2016) 195406. [9] Larciprete, R., Ulstrup, S., Lacovig, P., Dalmiglio, M., Bianchi, M., Mazzola, F., Hornekaer, L., Orlando, F., Baraldi, A., Hofmann, P., Lizzit, S., ACS Nano 6 (2012) 9551-9558. [10] Batson, P. E., Phys. Rev. B 48 (1993) 2608-2610. [11] Apostol, N. G., Lungu, G. A., Bucur, I. C., Tache, C. A., Hrib, L., Pintilie, L., Teodorescu, C. M., RSC Adv. 6 (2016) 67883-67887. [12] Bucur, I. C., Apostol, N. G., Lungu, G. A., Tache, C. A., Teodorescu, C. M., Catal. Today, submitted (2019).

Spectrometria de masă cu plasmă cuplată inductiv- aplicații în determinarea profilului de nanoparticule de Au și Ag

A. Mogoș, L. Dincă

SC AGILROM SCIENTIFIC SRL, România

În analiza nanoparticulelor folosind spectrometria de masă cu plasmă cuplată inductiv sunt următorii factori care intervin: influența debitului de nebulizare, puterea generatorului, dwell time, diluția, interferențe, eficiența nebulizării, nivelul backgroundului, pregătirea și matricea probei. Fiecare matrice impune optimizarea spectrometrului. Eficiența nebulizării a fost determinată folosind metoda “dimensiunii particulei”. În această metodă o probă de referință cu diametrul particulelor cunoscut este analizată și folosind datele colectate, se poate determina eficiența nebulizării. A fost folosită soluția NIST 8013 (60 nm prin tehnica TEM). Procesul de analiză a unei nanoparticule durează circa 0,5-1 ms. Dwell time sau factorul de integrare minim este de 0,1 ms ceea ce înseamnă că un proces de analiză va fi segmentat în 5-10 intervale de timp. Însușind valorile de intensitate pe aceste intervale de timp se obține “peak-ul integral”. A fost studiată influența pe care o are valoarea Dwell time asupra răspunsului spectrometrului. Așa cum se vede în Figura 1 valorile optime sunt 0,1-0,2 ms. Interferențele poliatomice se pot elimina folosind He în celula de coliziune; acest mod de eliminare a interferențelor este universal și se poate folosi și pentru analiza mai multor elemente. Atomizarea și ionizarea completă și consistența necesită o temperatură crescută a plasmei și condiții de lucru „plasma robustă”. Condițiile de robustețe a plasmei pot fi verificate ușor prin monitorizarea disocierii oxizilor metalelor refractare, mai exact raportul CeO^+/Ce^+ . O plasmă foarte robustă are raportul CeO^+/Ce^+ mai mic ca 1%. Pentru a converti semnalul măsurat de spectrometru (exprimat în counts/secunda - cps) în dimensiunile particulelor este necesară cunoașterea sensibilității specifice exprimată în cps/unitate de concentrație. Pentru aceasta se vor pregăti soluții ionice de Au și Ag. Pentru a asigura stabilitatea soluției ionice de aur se va adăuga L-cisteina ca stabilizant ionic deoarece se formează legături chimice între grupările tiol R-SH (R-radical alchil sau un alt substituent organic, iar -SH este o grupare sulfhidril) și suprafața nanoparticulelor de aur. Pentru a respecta principiul „matrix matching” atât soluțiile ionice cât și cele ale nanoparticulelor au fost folosite utilizând L-cisteina în concentrație de 0,01% [1].

Diluțiile intermediare ale soluțiilor ionice și nanoparticule au fost pregătite folosind 10% etanol pentru a asigura o stabilitate a nanoparticulelor în soluție. Soluțiile finale de nanoparticule de aur folosite vor fi de concentrații cuprinse între 0,2 ng/L și 50 ng/L și au fost sonicate timp de 5 minute. Soluția ionică de Au de concentrație 100 ng/L a fost pregătită în 10% etanol/0,01 L-cisteina și a fost folosită pentru a determina factorii elementali de răspuns.

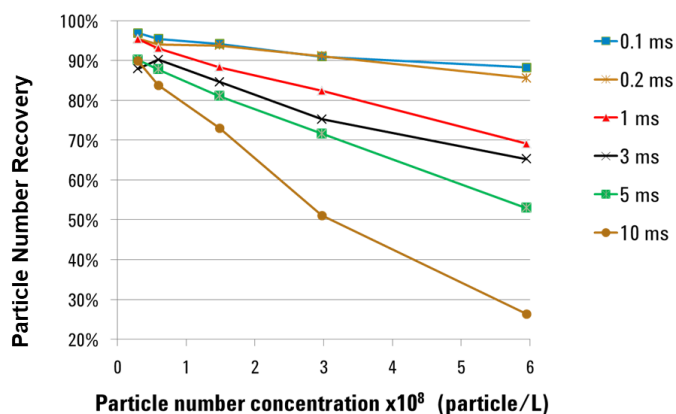


Fig. 1 Efectul Dwell time

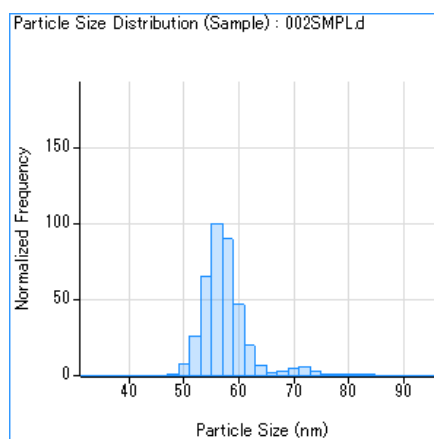
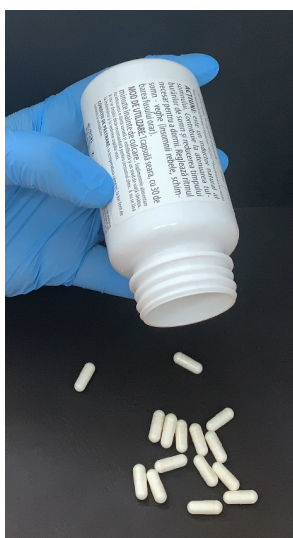


Fig. 2 Distribuția nanoparticulelor de Au

[1] Agilent Technologies, Mass Hunter Software

Fotodegradarea melatoninei evidențiată prin studii de absorbție UV-VIS și fotoluminescență**N. Toulbe^{1,2}, M. Dăescu¹, M. Baibarac¹**¹*Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare pentru Fizica Materialelor, Măgurele, România*²*Universitatea București, Facultatea de Fizică, Măgurele, România*

În această comunicare sunt prezentate noi studii privind proprietățile optice ale melatoninei. Noi demonstrăm că spectroscopia de absorbție UV-VIS și fotoluminescența (PL) sunt metode utile în evaluarea reacțiilor fotochimice ale melatoninei. Spectrul de PL al melatoninei este caracterizat printr-o bandă de emisie cu maximumul la 365 nm. La lungimea de undă de excitare egală cu 275 nm este raportată o descreștere graduală a intensității relative a spectrelor de PL ale melatoninei în absența excipienților. Acest proces este acompaniat de o descreștere suplimentară a intensității spectrelor de PL în prezența mediilor alcaline. Modificări importante sunt raportate în cazul spectrelor de excitare a fotoluminescenței (PLE) ale melatoninei. O deplasare către energii mici a spectrului de PLE al melatoninei de la 321 la 311 nm este raportat ca un rezultat al prezenței excipienților. Atât în cazul absenței cât și a prezenței excipienților melatoninei în prezența mediului alcalin, sub lungimea de undă de 420 nm apariția unei noi benzi de emisie la 335 nm este raportată pe măsura creșterii timpului de reacție.

**Fig. 1 Melatonina**

Dezvoltarea de fibre compozite prin electrofilare utilizând un câmp magnetic extern

O. Cramariuc, **D. Năstac**, B. Cramariuc*Centrul IT pentru Știință și Tehnologie, București, România*

Oxidul de polietilenă (PEO) este un polimer biocompatibil, stabil chimic în soluții acide, netoxic capabil să producă nanofibre electrofilate. Grație proprietăților de dispersie excelente ale PEO acesta formează matrici polimerice pentru producerea nanofibrelor prin electrofilare [1]. PEO este potrivit pentru funcționalizare cu particule magnetice pentru producerea de nanofibre avansate. Hexaferitele sunt considerate cele mai potrivite materiale magnetice pentru ecranare / interferență electromagnetică, datorită proprietăților lor magnetice și dielectrice. La scară nanometrică un volum de material magnetic dispus în formă fibroasă poate prezenta o permeabilitate magnetică mai mare decât atunci când același volum este dispus în formă granulară, nefibroasă [2]. Astfel, integrarea nanopulberilor de hexaferită (de ex. hexaferita de bariu) în matrici polimerice conduce la îmbunătățirea performanțelor nanocompozitului obținut [3]. Utilizând o tehnologie hibridă ce combină electrofilarea, electropulverizarea și prin aplicarea unui câmp magnetic extern, suplimentar, pot fi obținute nano-fibre și nano-structuri cu proprietăți magnetice. Câmpul magnetic suplimentar poate fi utilizat atât pentru îmbunătățirea proprietăților magnetice, prin orientarea particulelor magnetice, cât și pentru un mai bun control al orientării fibrelor produse. Au fost studiate soluțiile tehnice cu privire la influența factorilor care determină formarea de nanofibre, precum și efectele electro-hidrodinamice care stau la baza tehnologiei de electrofilare și electropulverizare. Echipamentul utilizat constă dintr-o unitate de control și o unitate de filare/pulverizare, cea din urmă fiind proiectată în mai multe configurații: (1) sursa de tensiune la care sunt conectate două pompe de debitare, (2) două surse de tensiune independente fiecare având conectată o pompă de debitare. Ambele configurații permit electrofilarea și electropulverizarea atât în mod concomitent cât și alternant. În urma experimentărilor realizate, s-au formulat următoarele concluzii: (1) creșterea distanței ac-colector conduce la diminuarea câmpului electric format care poate fi însă compensată prin creșterea tensiunii aplicate; (2) valoarea mare a distanței ac-colector determină un câmp electric mai omogen favorizând creșterea uniformității straturilor fibroase depuse pe suprafața colectoare; (3) viteza de alimentare a soluției polimerice este direct proporțională cu productivitatea echipamentului, ea depinzând de dimensiunea transversală a capilarului, intensitatea câmpului electric, vâscozitatea soluției polimerice și tipul constructiv al mecanismului de alimentare; (4) valorile mari ale diametrului capilarului permit viteze ridicate de alimentare, procesare care impune creșterea valorii tensiunii aplicate și a intensității câmpului electric; (5) viteza de debitare a fibrelor este influențată de intensitatea câmpului electric și de vâscozitatea soluției precum și de alți parametri, precum conductivitatea soluției polimerice.

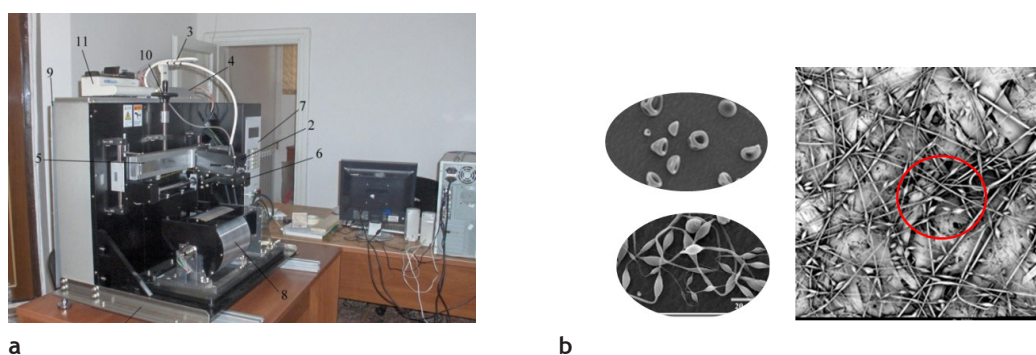


Fig. 1 (a) Dispozitivul hibrid în configurația cu o tensiune de alimentare; **(b)** Imagini SEM ale picăturilor polimerice obținute prin electropulverizare și ale structurilor combinate electropulverizare - electrofilare

[1] S. Megelski, J. S. Stephens, B. D. Chase, J. F. Rabolt, *Macromolecules*, 35, 8456, (2002)

[2] C.-J. Li, B. Wanga, J.-N. Wang, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 324, 7, 1305, (2012)

[3] J. Byun, H.A. Patel, C.T. Yavuz, *Journal Nanoparticles Research*, 16, 2787, (2014)

Adsorbția 1, 4-fenilendiizotiocianatului pe straturile de oxid de grafenă funcționalizate cu polidifenilamină în stare dopată

M. Baibarac¹, M. Dăescu¹, S. Fejer²

¹Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare pentru Fizica Materialelor, Măgurele, România

²Pro-Vitam SRL Sfântul Gheorge, România

Procesul de adsorbție al 1, 4-fenilendiizotiocianatului (PDITC) pe două platforme de tip oxid de grafenă (GO) și pe straturile de GO funcționalizate cu polidifenilamina (PDPA) a fost studiat conform Referinței [1] prin studii de împrăștiere Raman și fotoluminescență (PL). O interacție în stare solidă a celor doi constituenți și anume PDITC și straturile de GO și o depunere a PDITC pe straturile de GO funcționalizate cu PDPA a fost realizată prin metoda „drop casting”. În primul caz, studiile noastre demonstrează că interacția în stare solidă a GO cu PDITC conduce la o intercalare a compusului organic între straturile de GO simultan cu apariția grupărilor o-tiocarbamat, care induce: i) o exaltare a liniilor Raman ale PDITC care sunt situate în domeniile spectrale 400-800 și 10000-13000 cm^{-1} , ii) o schimbare a raportului între intensitățile relative ale celor două linii Raman situate la 1585 și 1602 cm^{-1} acompaniate de o deplasare către energii mari în cazul celei de a doua linii și iii) o deplasare către energii mici ale benzii de PL a PDITC de la 502 la 491 nm. Folosind voltametria ciclică, o funcționalizare electrochimică a straturilor de GO cu PDPA dopată cu heteropolianionii $\text{H}_3\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}$ are loc după cum a fost demonstrat prin împrăștiere Raman și spectroscopie IR. Prezența grupărilor amino în structura moleculară a straturilor de GO funcționalizate cu PDPA în stare dopată induce o adsorbție chimică a PDITC pe această platformă, când grupările de tiouree apar simultan cu grupările o-tiocarbamatului. Un mecanism chimic este propus a avea loc la interfața straturilor de GO nefuncționalizate și respectiv funcționalizate cu PDPA în stare dopată cu PDITC.

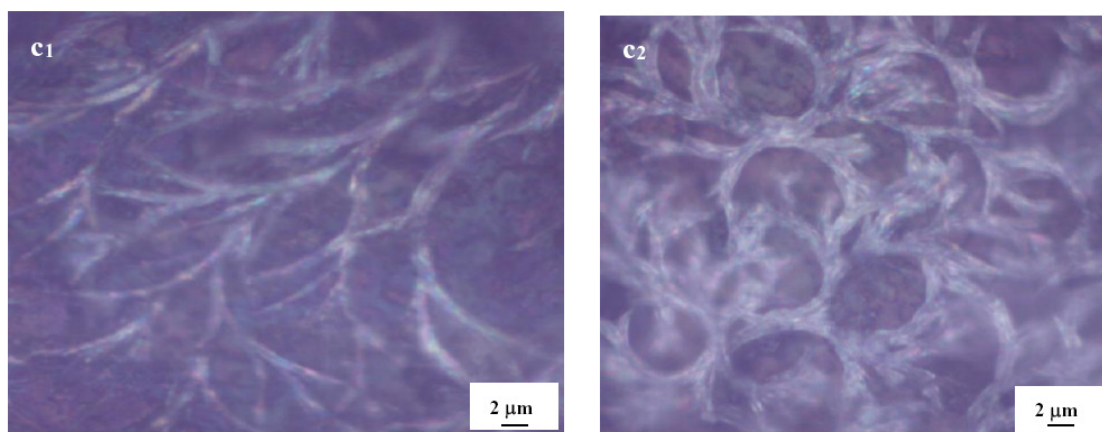


Fig. 1 Imaginile optice ale straturilor de GO funcționalizate electrochimic cu PDPA după depunerea PDITC prin evaporarea a 1 ml (c_1) și 2 ml de etanol (c_2)

[1] M. Baibarac, M. Dăescu, S.N. Fejer., Sci. Rep, 9(1), 11968, 2019

Module măsurare și module evaluare senzori acid folic

Constantin Serbschi

Bioelectronic SRL, Cercelus street, no.54, Ploiești, România

În cadrul proiectului “Analize fizico-chimice, materiale nanostructurate si dispozitive pentru aplicații în domeniul farmaceutic si medical din România” - AMD-FARMA -MED-RO” au fost proiectate și experimentate module electronice pentru măsurare cât și module pentru evaluare funcționare și comportament al senzorilor la acțiunea acidului folic. S-au dezvoltat mai multe module necesare în faza de concepție a aparatului staționar cu o precizie ridicată a măsurării și a variantei portabile. Pentru o măsurare corectă fără erori induse de zgomot electric, zgomot care apare datorită impedenței foarte mari a circuitului de intrare, este obligatoriu ca senzorul să fie amplasat cât mai aproape de acesta. Concepția generală a modulelor respectă această cerință. În Fig. 1 este prezentat modulul care va echipa aparatul staționar. Schema electronică a acestuia asigură o imunitate mare la zgomot și conține circuite electronice pentru compensare automată a erorilor de măsurare. PCB-ul pentru evaluare conține circuitele de măsură și un voltmetru electronic de 4 și ½ digiți cu interval de măsurare 0...2v. În acest mod pentru probe se simplifică procedura de citire. Afișajul este de tip LED cu consum mare de curent dar cu afișare foarte vizibilă. În Fig. 2 se află modulul de evaluare pentru circuitul de măsurare care va echipa aparatul portabil. Afișajul acestuia este de tip LCD cu consum foarte mic de energie. Voltmetrul electronic conține 4 și ½ digiți cu interval de măsurare 0...2v. În Fig. 3 se află un modul electronic de măsurare cu sensibilitate foarte mare, echipat cu amplificatoare specializate necesare unor senzori care produc ca rezultat al măsurării un curent extrem de mic începând de la 5 nA. Fig. 4 prezintă un modul clasic de măsurare care va echipa aparatul portabil. Sensibilitatea acestuia este cu puțin mai mică față de modulul din Fig. 3, dar are avantajul că va putea fi inclus în sonda manuală pentru detecție.

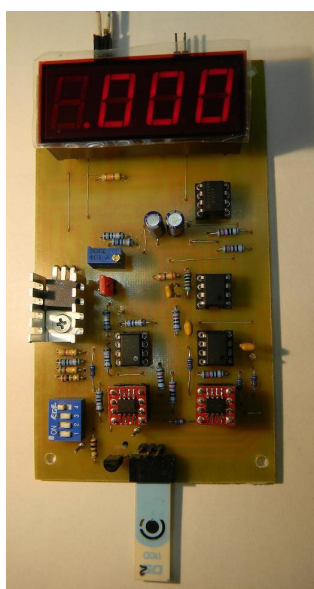


Fig. 1

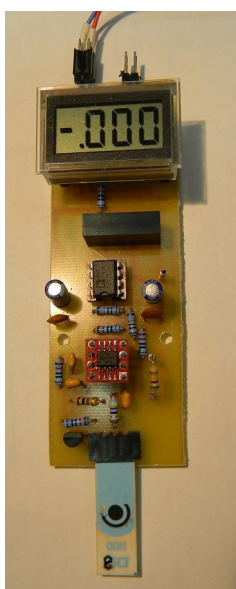


Fig. 2

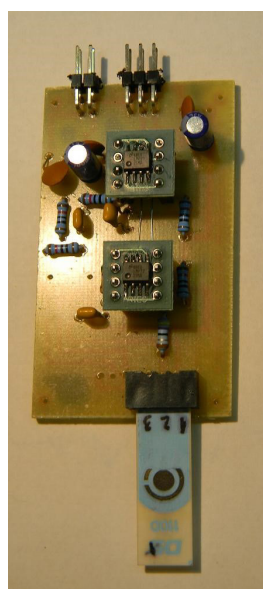


Fig. 3

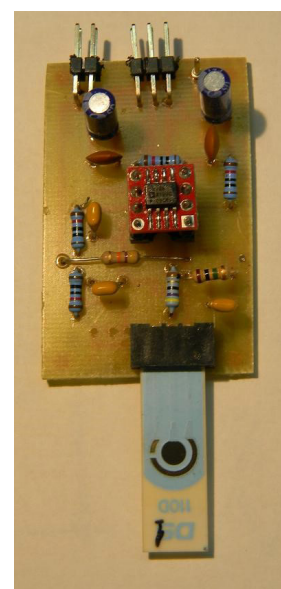


Fig. 4

Rezultate obținute în cadrul subcontractelor de tip D

27 SEPTEMBRIE 2019

Proiect cofinanțat din Fondul European de Dezvoltare Regională prin Programul Operațional Competitivitate 2014-2020.

Editorul materialului : Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare
pentru Fizica Materialelor

Data publicării : Septembrie 2019

Conținutul acestui material nu reprezintă în mod obligatoriu poziția oficială a
Uniunii Europene sau a Guvernului României.

Contact

Director proiect : Dr. Mihaela BAIBARAC

E-mail : barac@infim.ro

Telefon : 021.241.81.12

Fax : 021.369.01.77

Adresa : Str. Atomiștilor, Nr. 405A, 077125, Măgurele, România

Website proiect: <http://www.infim.ro/POC-2014-2020/AMD-FARMA-MED-RO/>

