

CERIC

PaGES⁵

Planning,
Management and
Execution of a
Scientific Experiment in
an international research
infrastructure

PaGES⁵

COSA VUOL DIRE?

Pianificazione,
Gestione ed esecuzione di un
Esperimento
Scientifico

DOVE?

Normalmente questi esperimenti vengono fatti

IN UN CENTRO DI RICERCA

(sincrotrone di Trieste)



a causa del covid-19 però l'attività è stata

SVOLTA INTERAMENTE ONLINE.



CHI HA PARTECIPATO?

- STUDENTI DELLA *CLASSE 5 BLS DELL' ISIS "MICHELANGELO BUONARROTI"*
- Referente e professore di matematica e fisica:
Mauro Paolo Mininel

CON LA COLLABORAZIONE DI CERIC:

- *Consorzio di Infrastrutture di Ricerca*
- offre accesso a tecniche e laboratori per la ricerca interdisciplinare

CERIC: centro di ricerca europeo presente in 8 stati che mette a disposizione i suoi laboratori e il suo supporto scientifico a ricercatori con progetti validi.

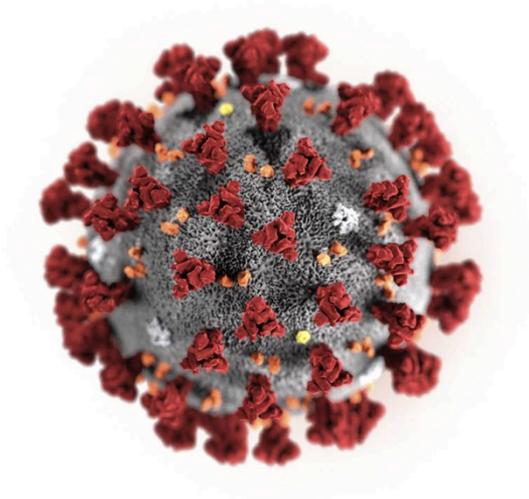
- **PERMETTE ALLA RICERCA SCIENTIFICA DI PROGREDIRE**

CERIC

Central European
Research Infrastructure
Consortium



Questo periodo storico in cui il Covid - 19 ha cambiato il mondo rende più evidente l'importanza della ricerca scientifica.



Tutti gli scienziati e i laboratori del mondo si sono messi subito al lavoro per cercare di arginare la diffusione del virus e per cercare un vaccino con cui debellarlo.

COSA ABBIAMO FATTO?

1. *Introduzione a Elettra*

2. *Introduzione alle nanoparticelle*

3. Sintesi delle nanoparticelle d'oro

4. Esperimenti sulle nanoparticelle d'oro

5. Funzionamento del microscopio a forza atomica

6. Elaborazione dei dati

1. ELETTRA

Situata vicino a **Trieste**, Elettra è un ***importante laboratorio*** che produce una luce eccezionalmente brillante: la radiazione di sincrotrone.

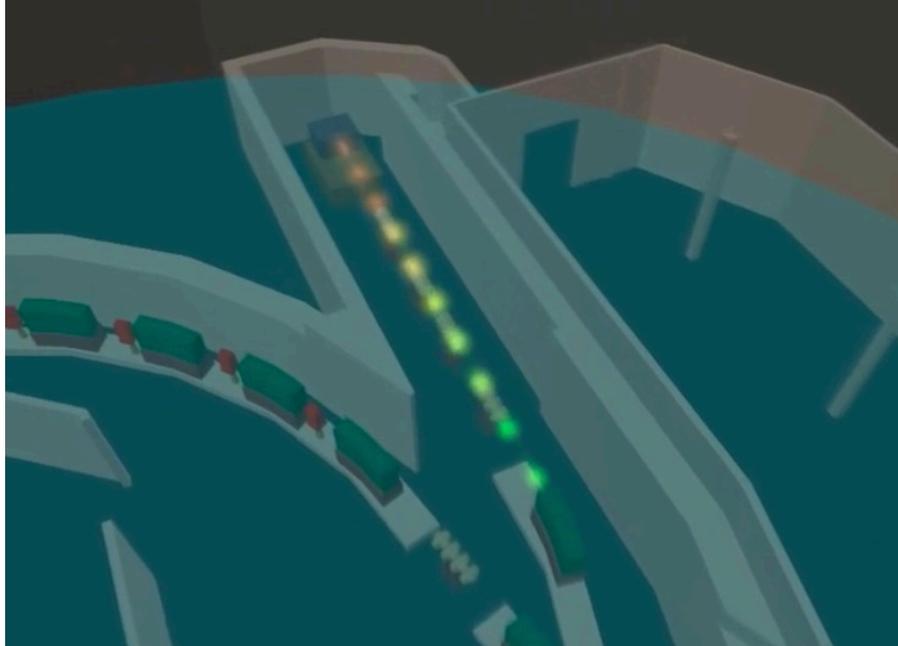
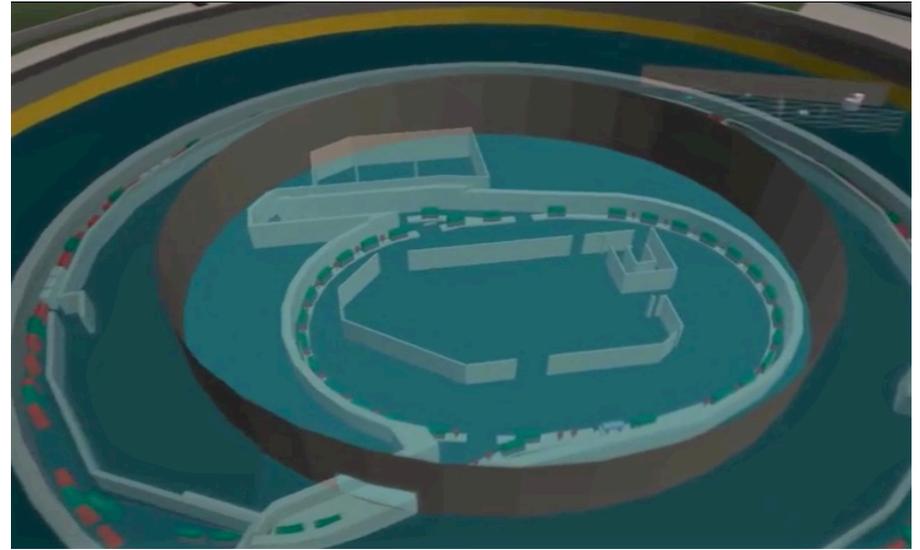


- strumento capace di rivelare dettagli strutturali dei materiali, inaccessibili attraverso altri mezzi.
- acceleratore di particelle



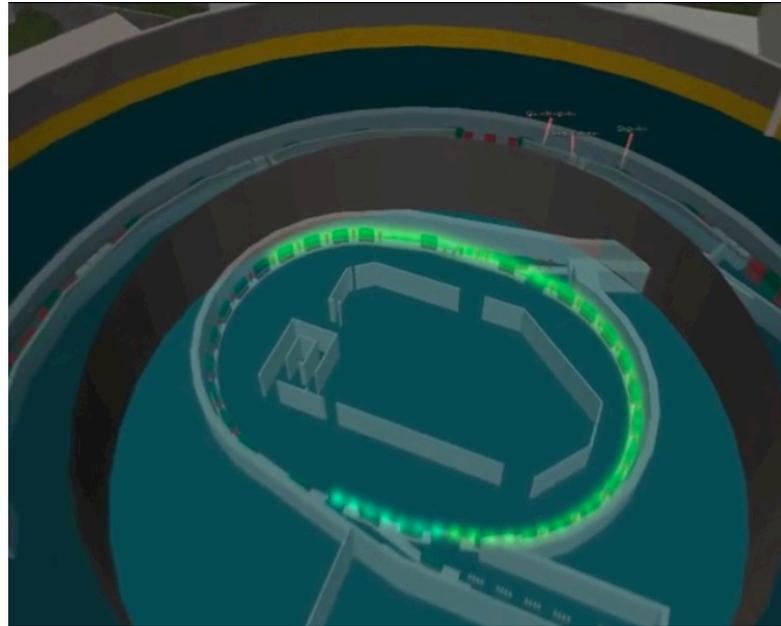
COME NASCE QUESTA LUCE?

1. **BOOSTER**: macchina che spara gli elettroni e li accelera ad energie elevatissime.



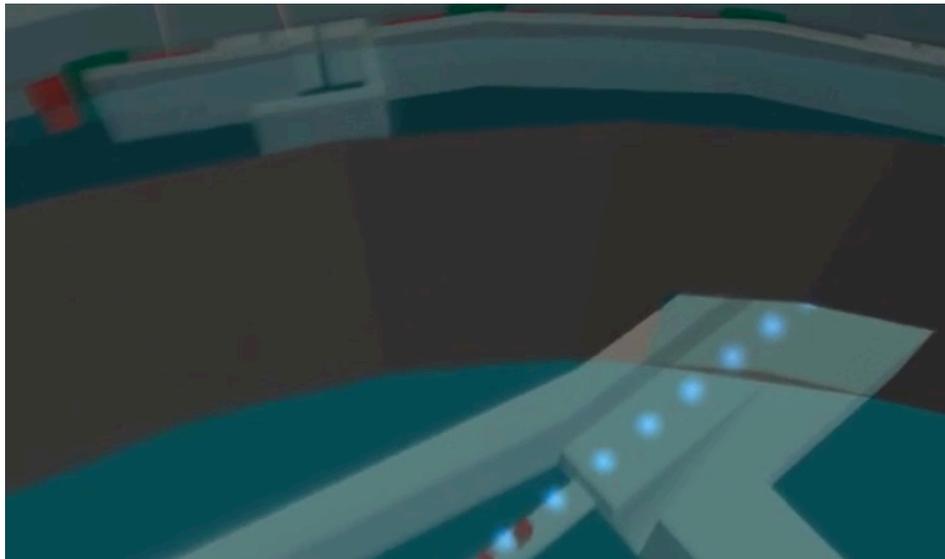
2. **INIZIO** del booster: presente **sorgente di elettroni** dove le particelle cariche vengono emesse da un elettrodo metallico.

3. **Elettroni:** accelerati mediante intensi campi elettromagnetici all'interno di un tubo d'acciaio fatto ad anello.

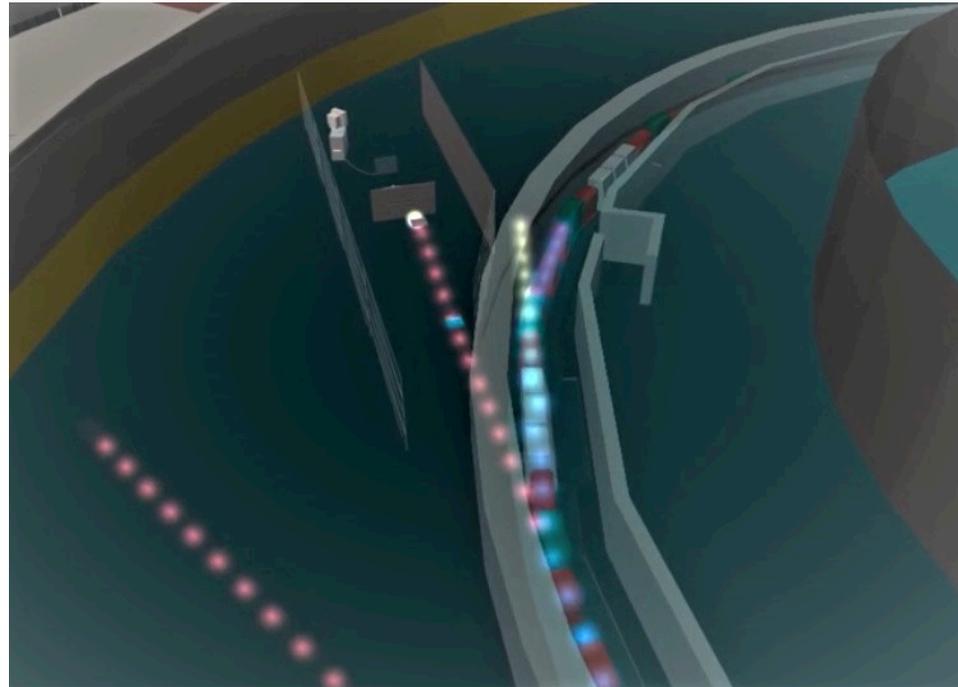


4. passano nella **linea di trasferimento** dove vengono mandati all'interno di un anello più grande di accumulazione

- circolano per un giorno ad energia costante.



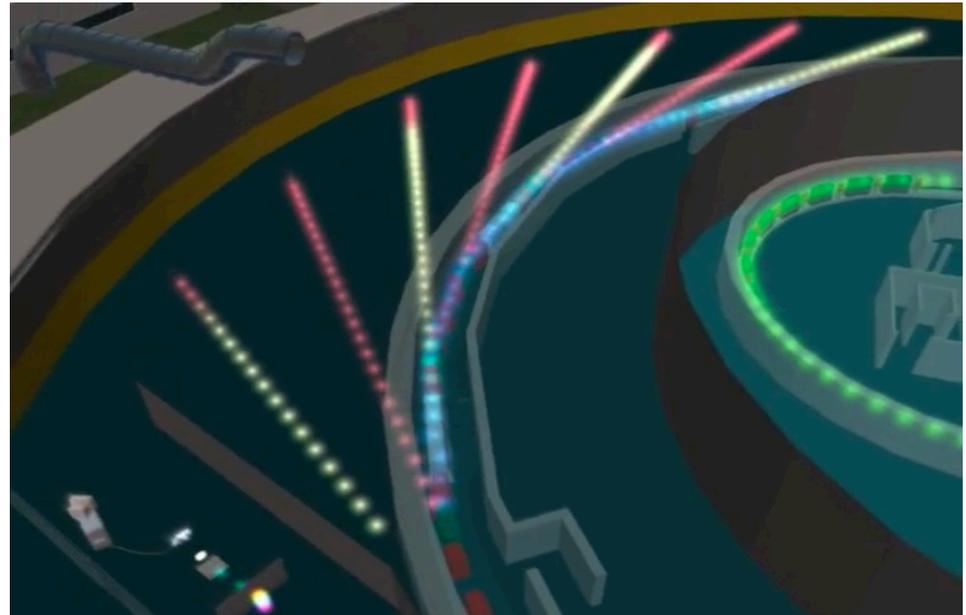
5. **anello di accumulazione:**
luogo fisico in cui viene prodotta la luce di sincrotrone



CIRCONFERENZA:

- tratti rettilinei
- sezioni curve
(presente un **potente magnete** che costringe gli elettroni a cambiare direzione)

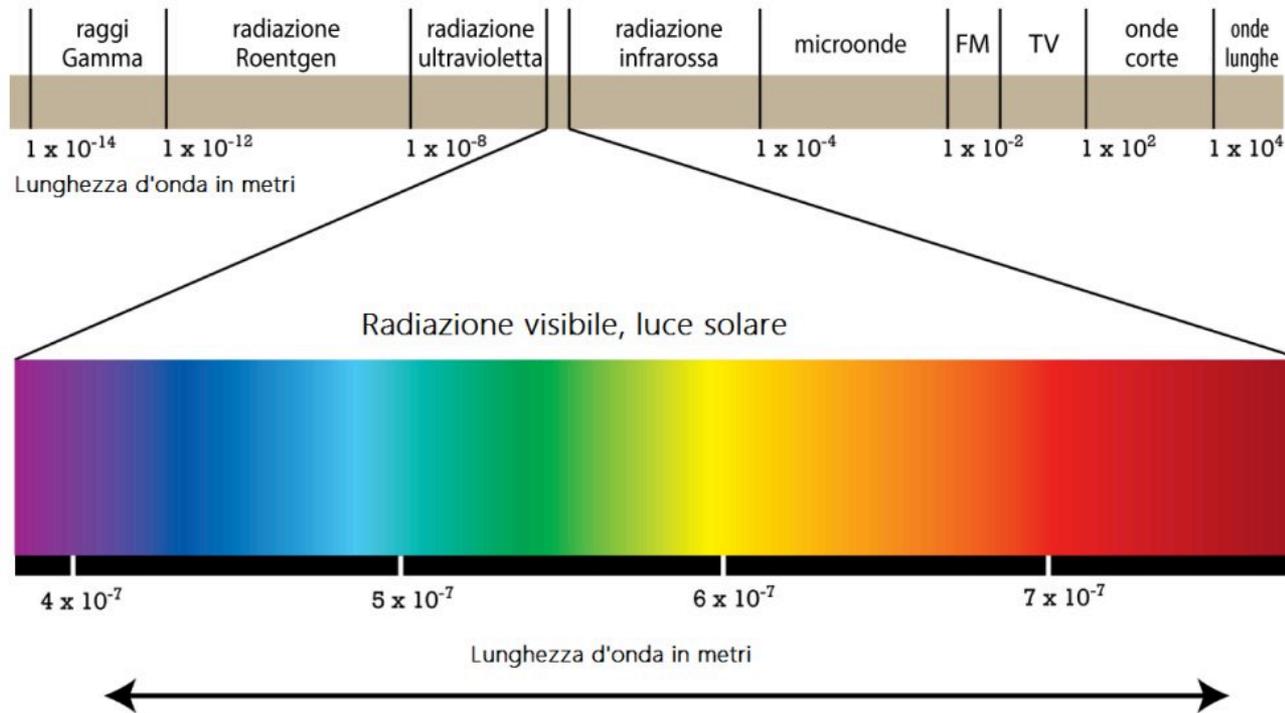
6. si formano così **linee di luce:** zone dove vengono condotti gli esperimenti



2. NANOPARTICELLE

particelle molto piccole, da 1 a 100 nanometri:

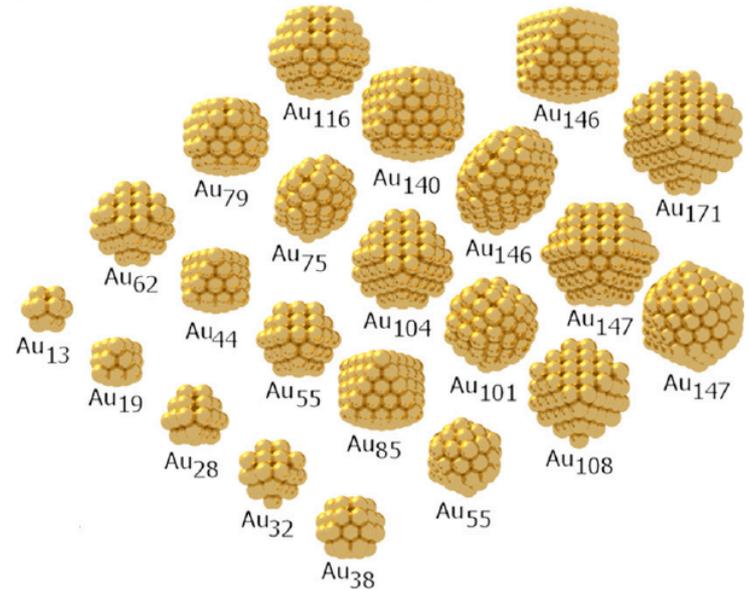
- *Sono solubili*
- *Assorbono ed emettono luce*
il cui colore dipende dalla loro grandezza



PROPRIETÀ FISICHE

Le proprietà fisiche di queste particelle dipendono, oltre che dalla dimensione:

- Dal materiale
- Dalla forma



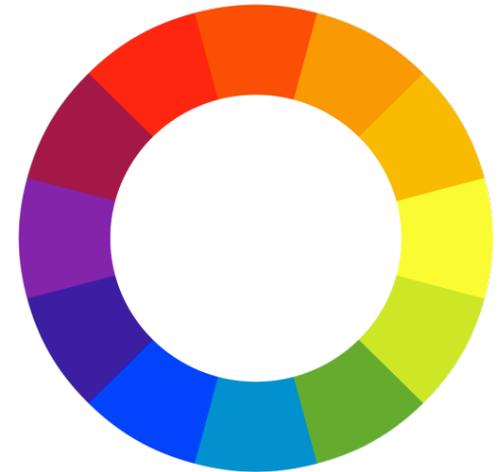
- hanno caratteristiche diverse rispetto alle particelle normali perché ***sono soggette ad effetti quantistici.*** (cambiano proprietà elettroniche, ottiche e magnetiche)

NANOPARTICELLE D'ORO

Sintesi nanoparticelle

ESPERIMENTO N.1

sintesi delle nanoparticelle d'oro rosso

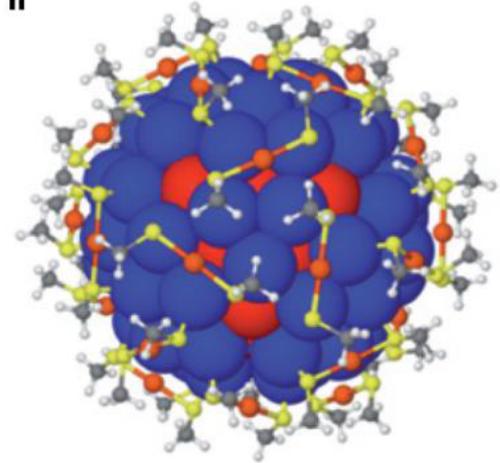


sintesi di nanoparticelle:

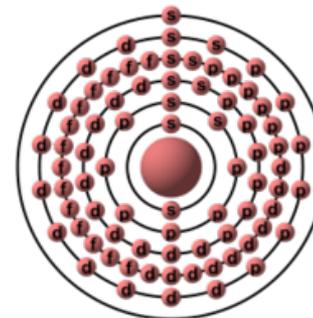
TECNICA BOTTOM-UP

→ le nanoparticelle vengono ottenute tramite una sintesi chimica tra il sale d'oro in soluzione e agenti riducenti (come i citrati)

h

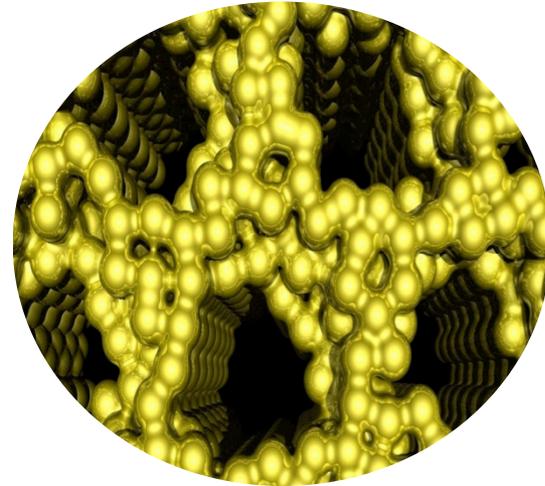


Au



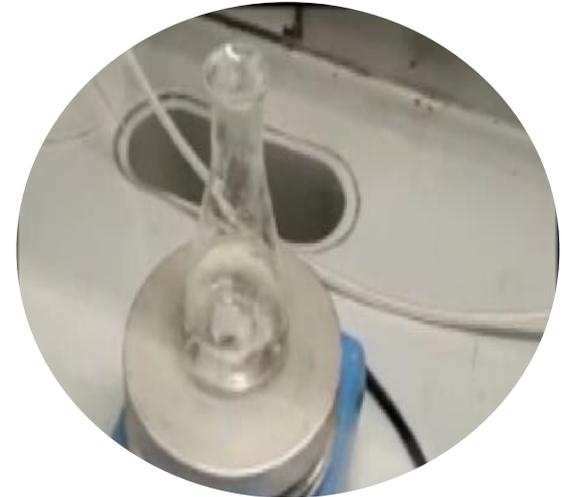
MATERIALI

- soluzione di sale d'oro e acqua
- citrato di sodio
- pipetta
- becher
- tappo
- agitatore magnetico
- hot plate



svolgimento

- la soluzione di sale d'oro e acqua viene portata ad ebollizione e viene sigillata in modo da non farla evaporare
- viene aggiunto il citrato di sodio



- avviene un cambio del colore: la soluzione diventa rossa

→ il cambiamento di colore dimostra la deformazione delle nanoparticelle



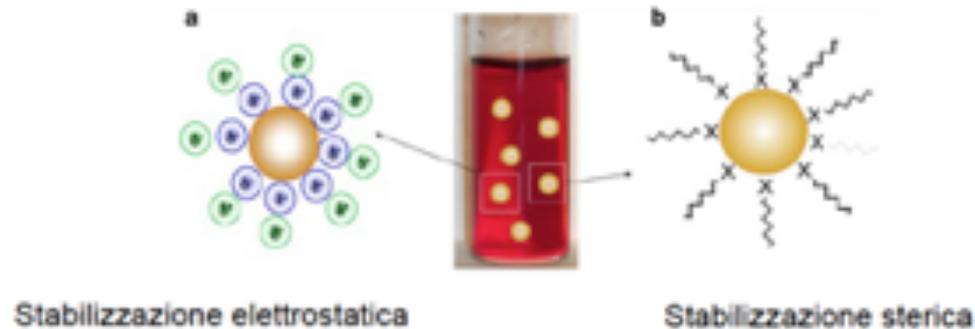
- con la deformazione delle nanoparticelle, ovvero con la variazione delle dimensioni, cambiano le proprietà elettroniche ottiche e magnetiche

⇒ cambia la proprietà di assorbimento della luce

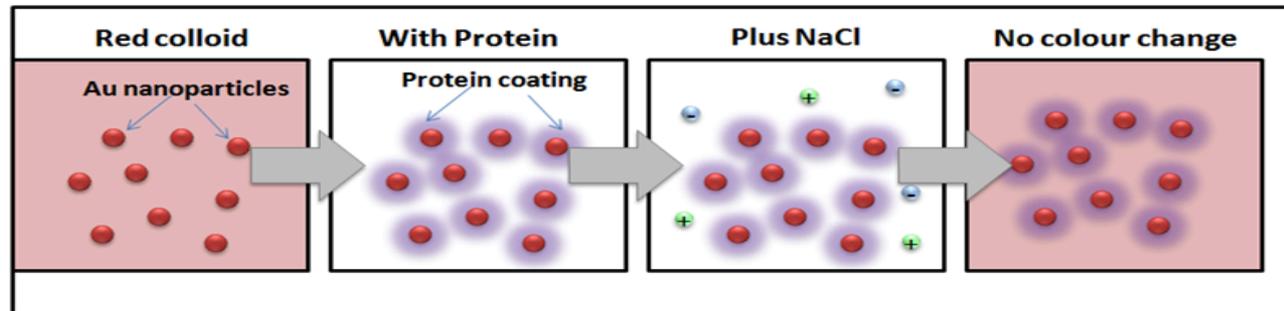
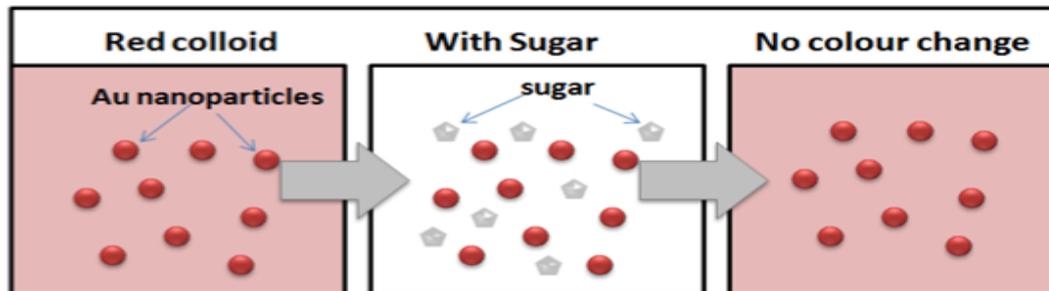
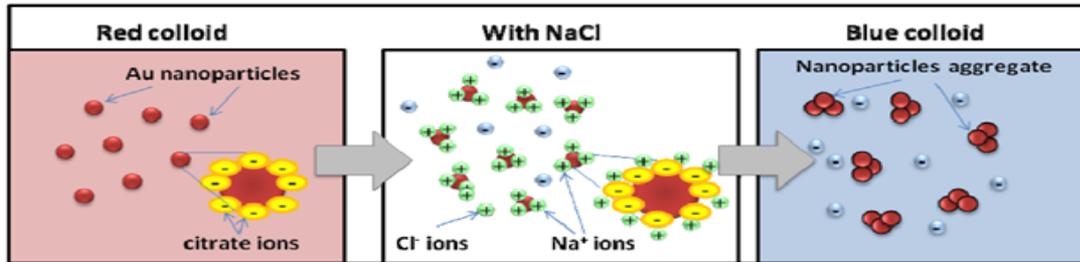


osservazioni

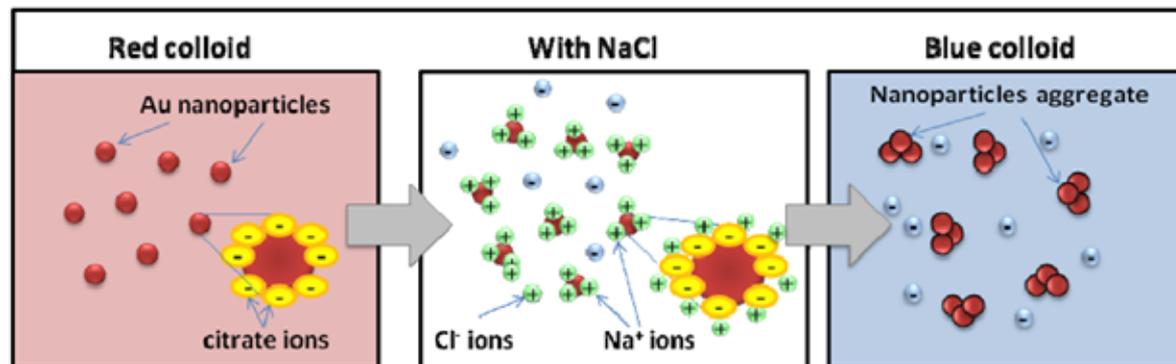
Il citrato di sodio riduce l'oro da una valenza elettronica 3+ a 0 arrivando a sintetizzare nanoparticelle di circa 17/18 nm → le particelle si respingono (viene creato uno strato elettrostatico repulsivo)



ESPERIMENTO N.2



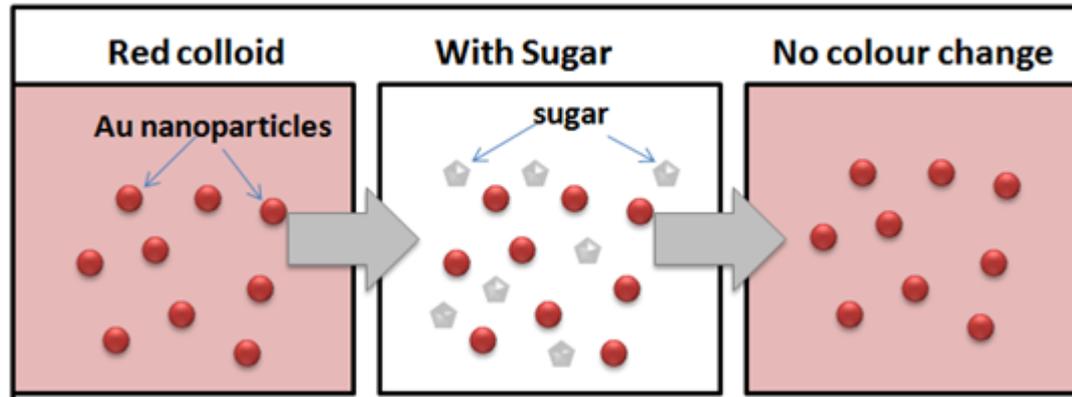
- alla soluzione ottenuta nel primo esperimento, formata da acqua, sale d'oro e citrato di sodio, viene aggiunta una soluzione 1 molare di cloruro di sodio (NaCl) ⇒ **la soluzione da rossa diventa blu**



- il cloruro di sodio diminuisce la repulsione elettrostatica
⇒ **le particelle si aggregano e aumentano le loro dimensioni**

- alla soluzione di base, formata da acqua, sale d'oro e citrato di sodio, viene aggiunto lo zucchero

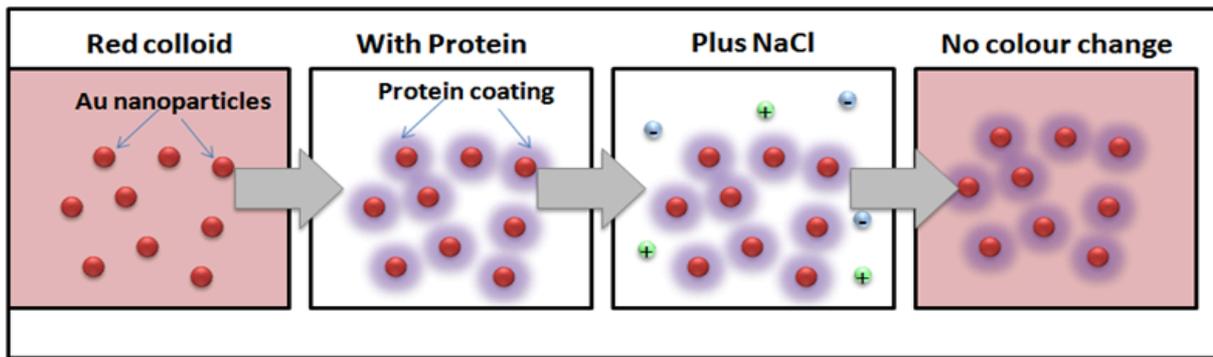
⇒ **la soluzione rimane uguale**



lo zucchero non influisce sullo strato elettrostatico che tiene lontane le particelle

- alla soluzione di base, formata sempre da acqua, sale d'oro e citrato di sodio, viene aggiunta una proteina presente nel sangue, l'albumina \Rightarrow **la soluzione diventa piú densa ma non cambia colore**

- sempre alla soluzione di base viene aggiunta l'albumina assieme ad una soluzione 1 molare di NaCl \Rightarrow **la soluzione è un po' piú densa come prima ma non cambia colore**



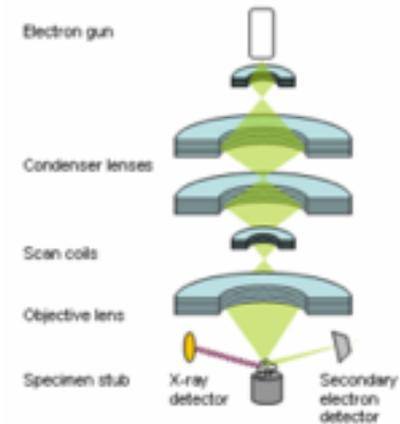
l'albumina forma una corona (core shell) intorno alle nanoparticelle

MICROSCOPI

⇒ Il Microscopio Elettronico

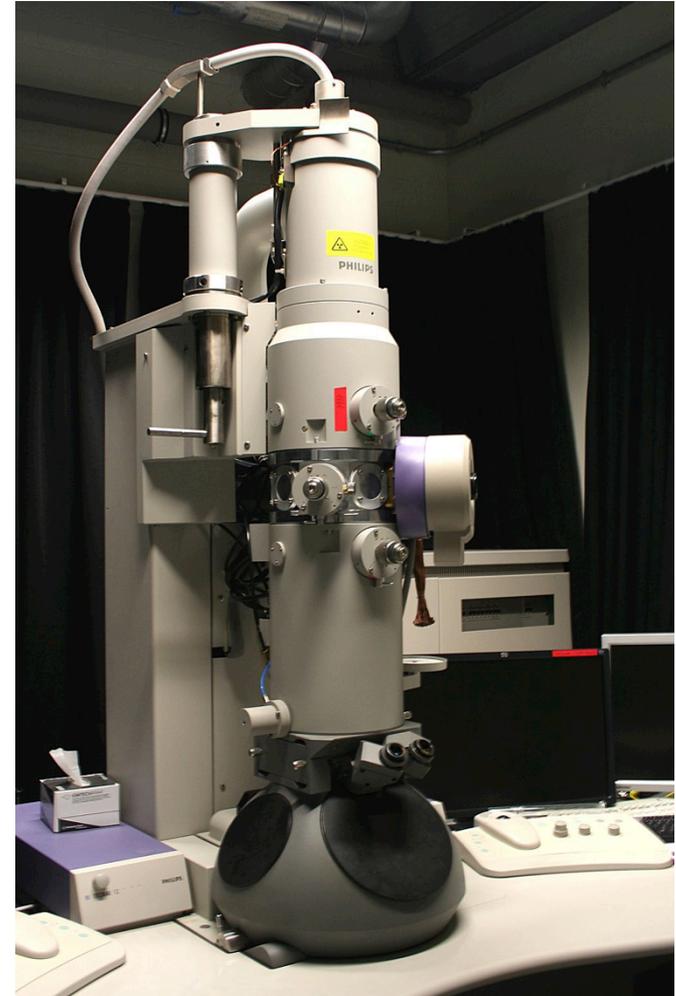
⇒ Il Microscopio a Raggi X

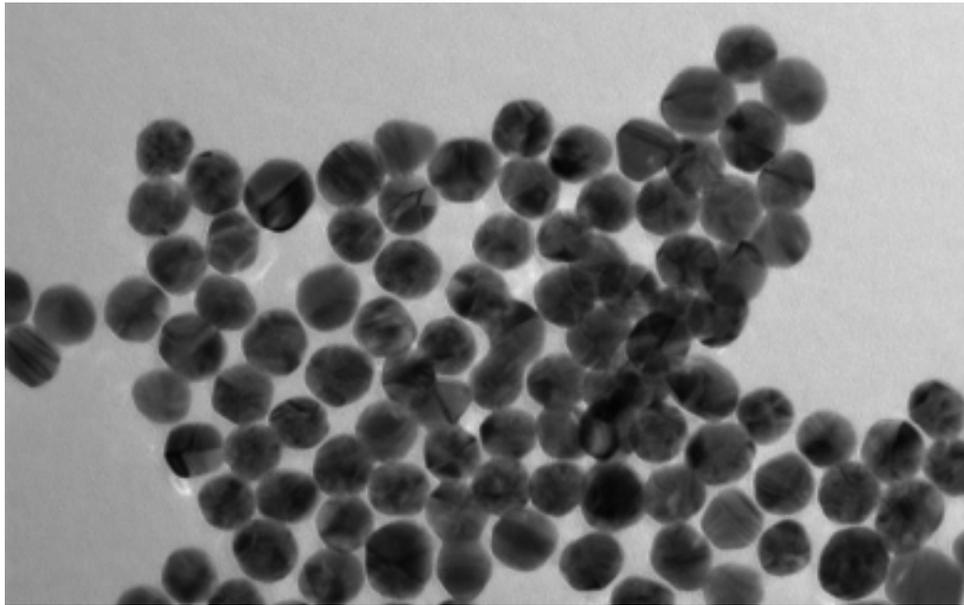
⇒ Il Microscopio a Forza Atomica (AFM)



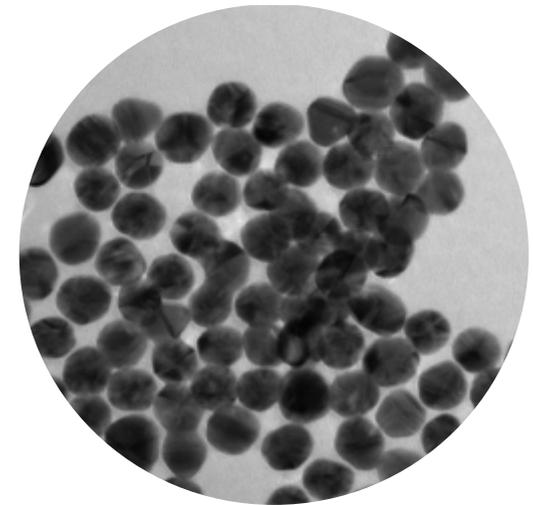
MICROSCOPIO ELETTRONICO

Si basa sul fatto che il potere di risoluzione è inversamente proporzionale alla lunghezza d'onda della radiazione utilizzata, che è minore per un fascio di elettroni rispetto a uno di fotoni, permettendo un guadagno di parecchi ordini di grandezza.



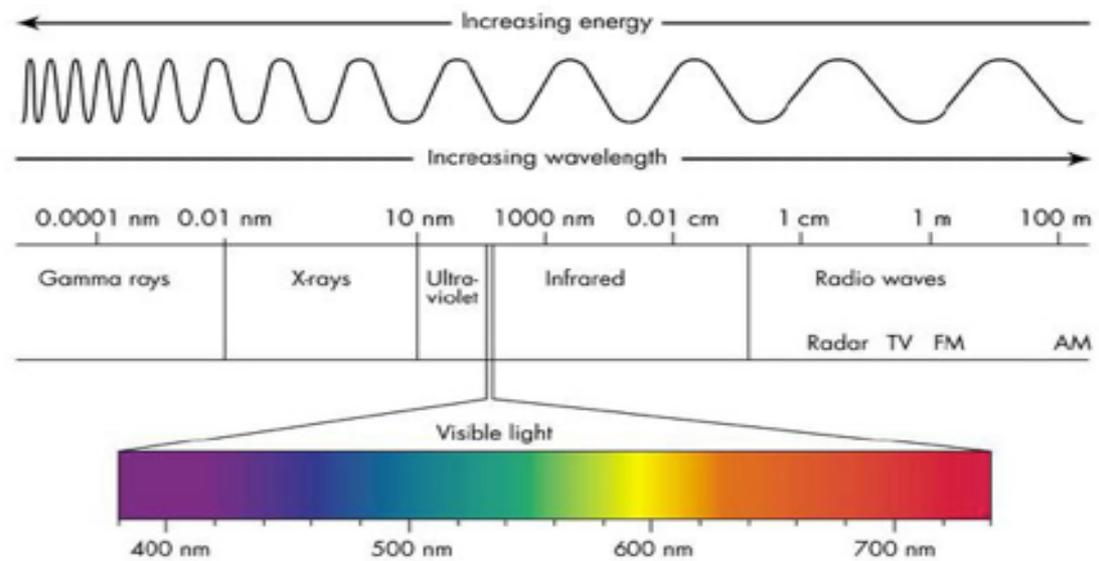


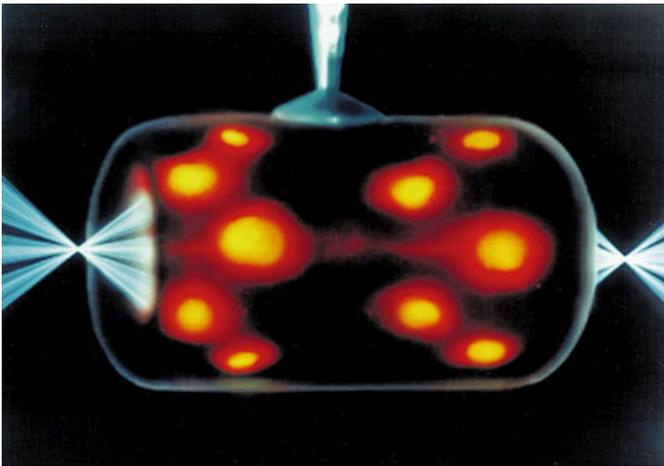
Gli elettroni vengono accelerati in una colonna di campi elettromagnetici in modo d'avere una energia tale che la loro lunghezza d'onda sia comparabile con le dimensioni delle nanoparticelle



MICROSCOPIO A RAGGI X

Il microscopio a raggi X è un tipo di microscopio che trae la sua importanza non tanto dalla possibilità di fornire maggiori ingrandimenti o maggior potere risolutivo, quanto dalla diversità delle informazioni che esso può dare.



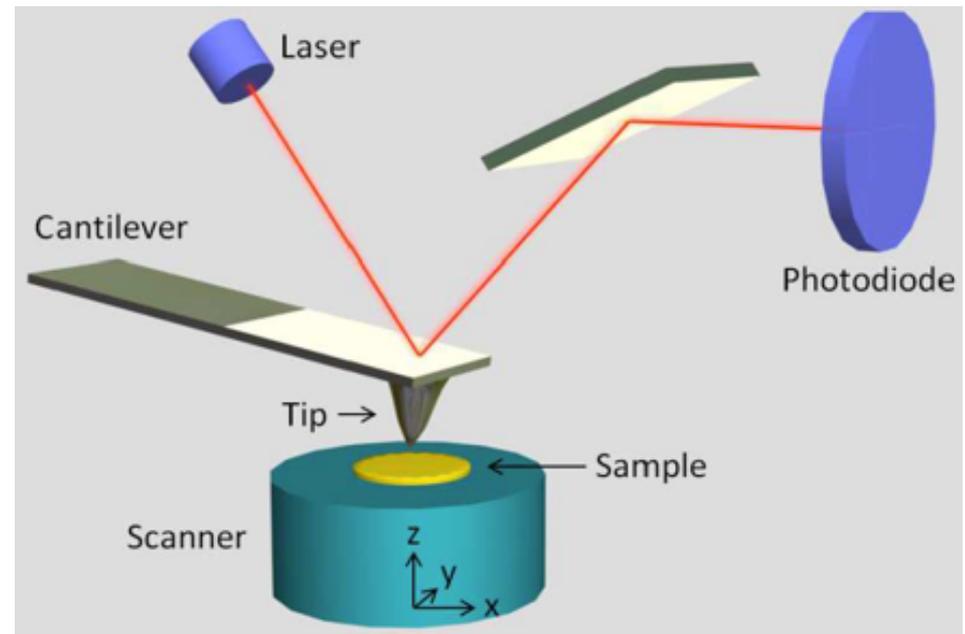


⇒ i particolari delle immagini sono dovuti al contrasto che nasce dal diverso assorbimento subito dai raggi X nel passaggio attraverso i campioni.

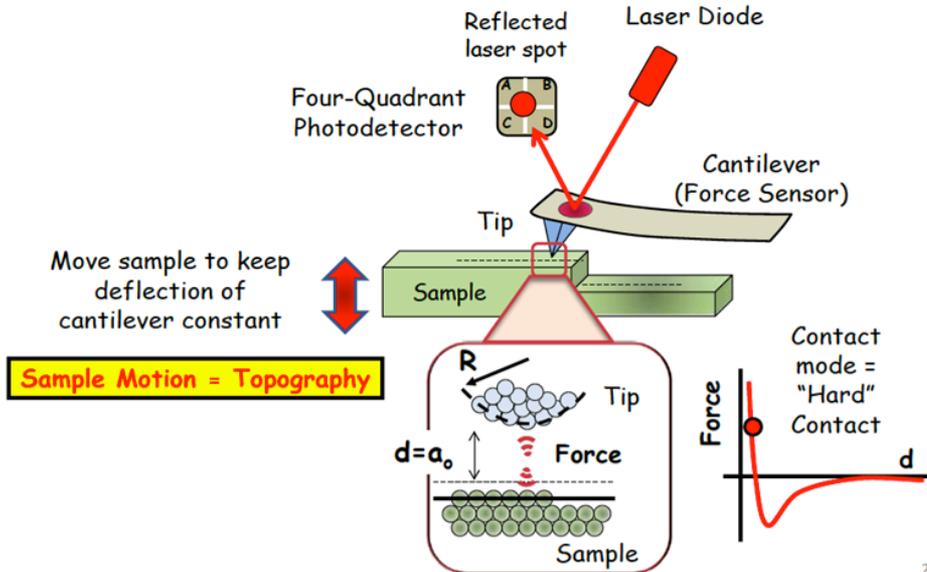
⇒ gli oggetti da analizzare vengono fatti interagire con raggi x (coerenti, cioè viaggiano con una relazione di fase costante). Dallo scattering, cioè dallo sfasamento dei raggi x, si risale alla definizione dell'oggetto.

MICROSCOPIO A FORZA ATOMICA

Il microscopio a forza atomica riproduce la topografia superficiale dei campioni con una risoluzione sub-nanometrica attraverso la registrazione delle forze di interazione tra la superficie stessa e una punta montata all'estremità di una micro-leva



The Purpose of a Microscope is to Obtain an Image



D1 ML2 1R

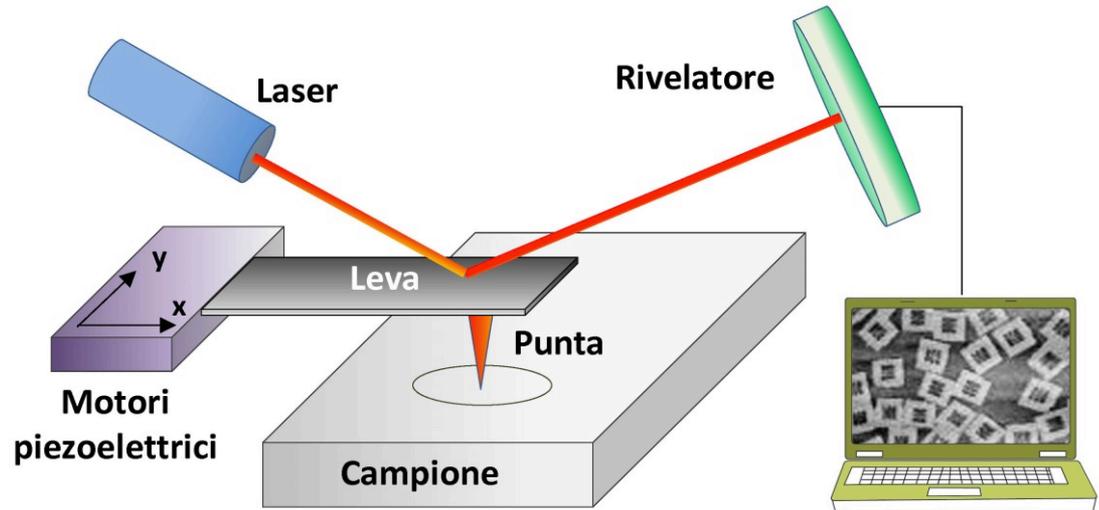
2

⇒ consente di investigare proprietà meccaniche del campione (quali ad esempio rigidezza, elasticità, etc...) attraverso l'analisi delle forze di interazione punta-campione

⇒ fornisce una ricostruzione 3D della superficie del campione

STRUTTURA (AFM)

- **sonda nanometrica:**
andrà a interfacciarsi
con la superficie del
campione



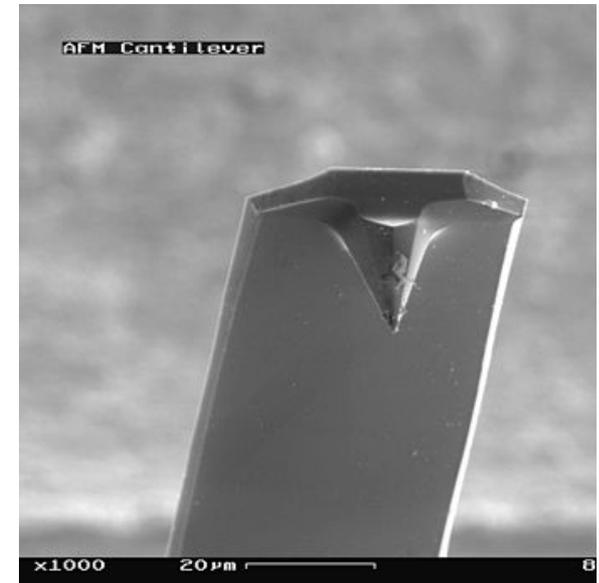
- **campione:** è appoggiato su un campo elettrico che sposta tutto il campione con estrema precisione

- **cantilever**: leva su cui è montata la punta

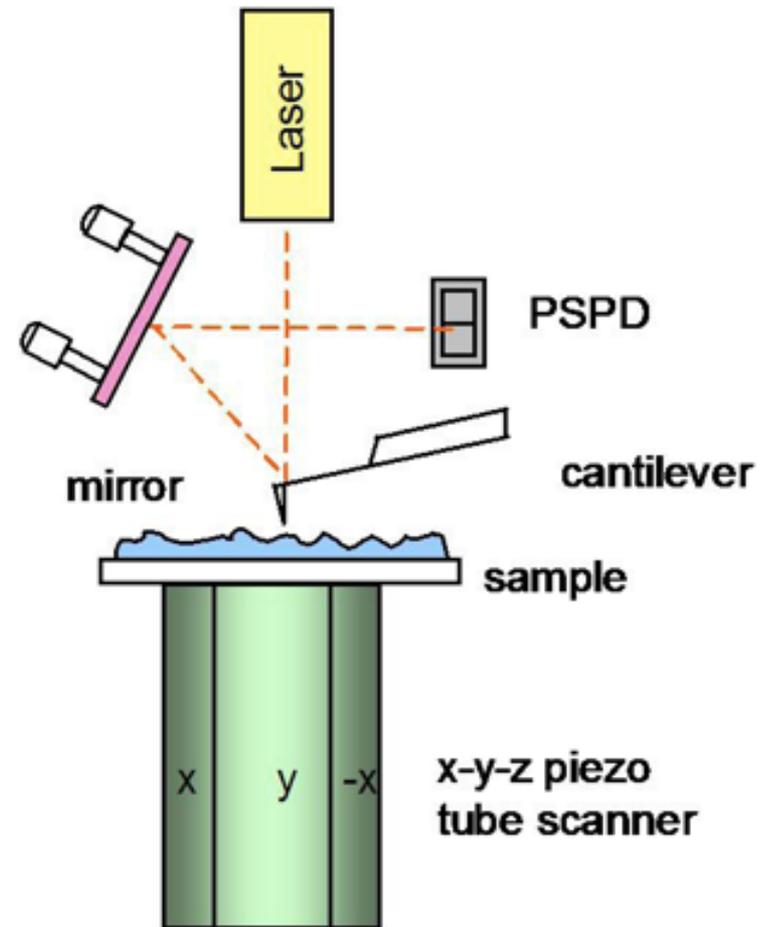
⇒ Ha una costante elastica che dipende dalla lunghezza e dallo spessore e che le permette di muoversi verso l'alto e basso

⇒ La costante elastica dei diversi cantilever possono variare di quattro ordini di grandezza tra 0.005N/m e 40 N/m . Più il cantilever è spesso e corto e più tende ad essere rigido e con più alte frequenze di risonanza

⇒ Quando il cantilever si avvicina al campione si comporta come un oscillatore armonico smorzato

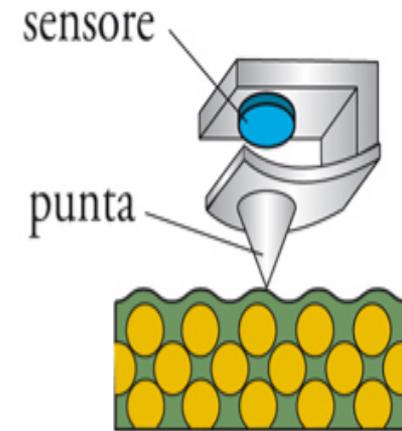


- **laser**: rivela la posizione del cantilever
⇒ il suo fascio è riflesso dal cantilever stesso e misurato da un fotodiodo a quattro quadranti
- **microscopio**: è isolato acusticamente e dall'ambiente



La **punta** viene avvicinata a distanze nanometriche al campione:

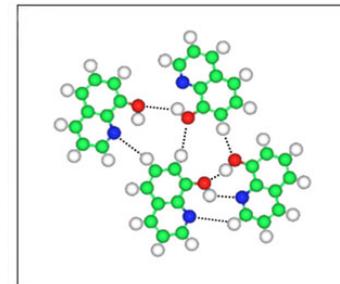
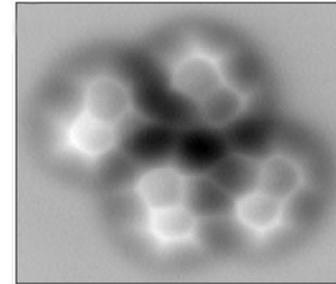
- vengono rilevate le forze intermolecolari di superficie
- queste forze attraggono o allontanano la punta dal campione
- se le molecole vengono a trovarsi troppo vicine l'una all'altra, si origina una forza repulsiva dovuta alla sovrapposizione delle nuvole elettroniche



i movimenti del cantilever vengono misurati dal laser

come funziona

- il cantilever oscilla alla frequenza di risonanza (50-500 KHz)
- fissata l'ampiezza di oscillazione essa rimane costante (corrisponde ad una determinata forza)
- si comincia a fare movimenti xy (scannerizzazione)
- si ottiene un'immagine di superficie a forza costante



PaGES⁵

Part 3

Spectrophotometer Data Analysis

UV/VIS Spectrophotometer



È uno strumento che permette di misurare l'attenuazione delle singole lunghezze d'onda che passano attraverso il campione.

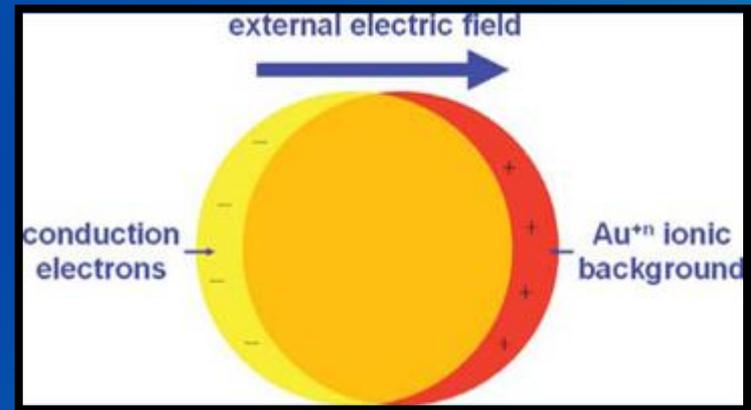
Molto usato sui materiali Plasmonici (Oro, Argento, etc.) in quanto hanno spettri di assorbimento molto distinti.

Plasmon Resonance and Plasmon Material

La frequenza plasmonica, o di plasma, è la **frequenza del moto di oscillazione degli elettroni di valenza di un metallo**, e dipende dalla densità N_e di essi.

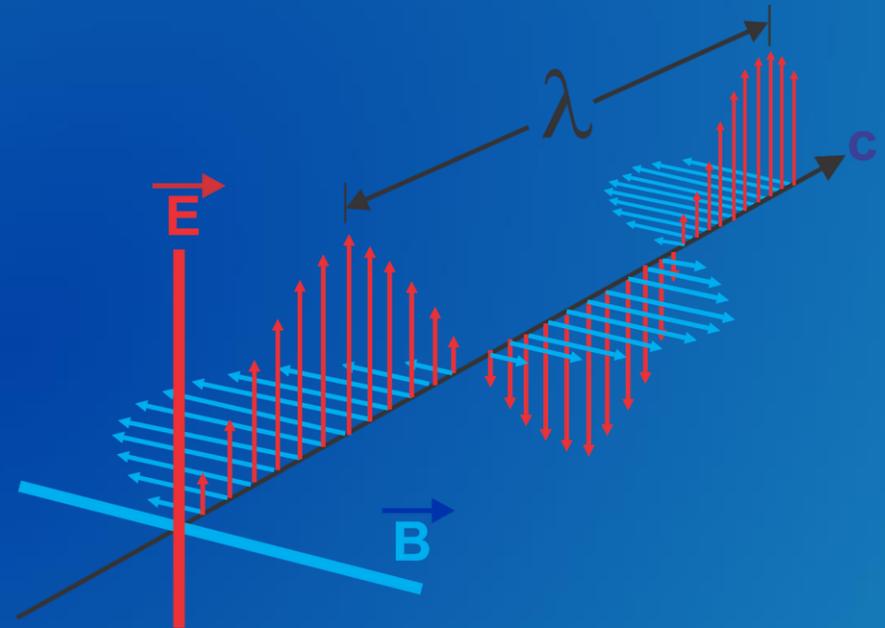
Questa frequenza ha equazione:

$$\omega_p = \left(\frac{N_e e^2}{\epsilon_0 m_e} \right)^{\frac{1}{2}}$$



Plasmon Resonance and Plasmon Material

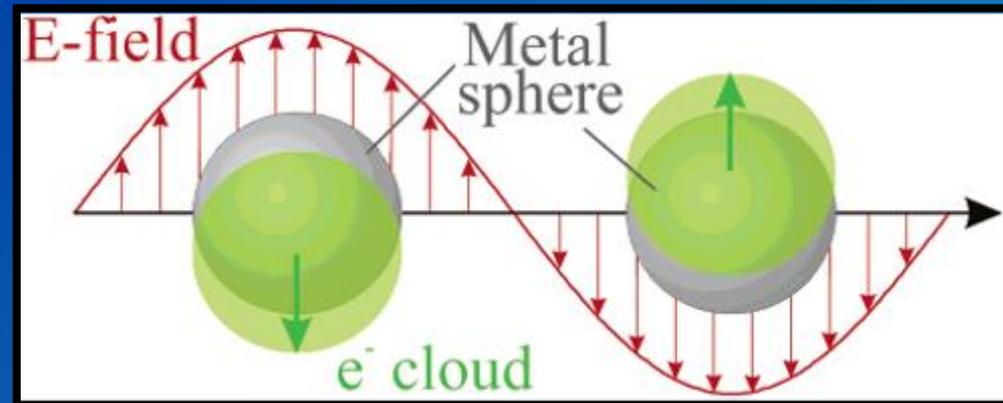
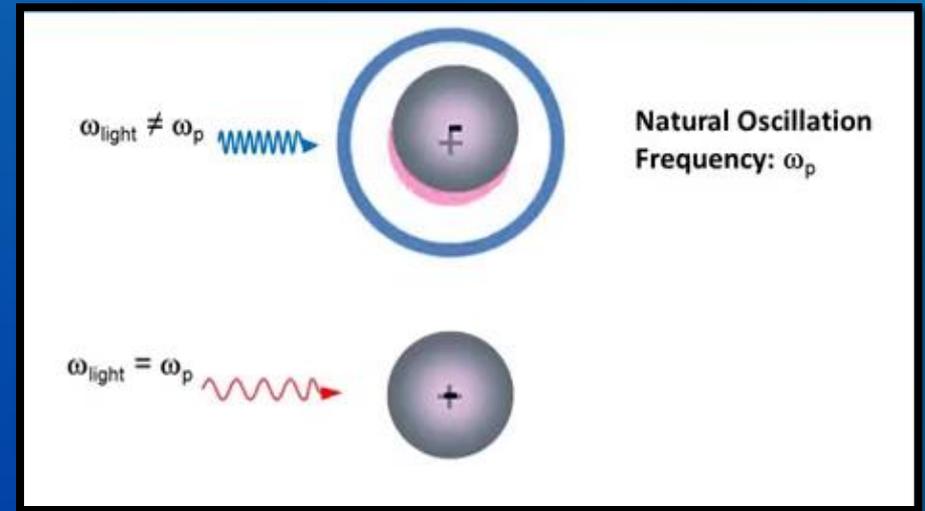
Il moto di oscillazione è causato dalla forza elastica di richiamo degli ioni esercitata sugli elettroni che si muovono in fase in risposta alla sollecitazione di un campo elettrico (ad esempio un'onda luminosa).



Plasmon Resonance and Plasmon Material

Se la lunghezza d'onda della luce è molto più grande del diametro della nanoparticella, si ha l'effetto noto come LSPR (Localized Surface Plasmon Resonance)

Diversamente da prima, nel caso delle nanoparticelle questa frequenza dipende non solo dalle proprietà dell'elemento, ma anche dalle dimensioni, forme e dall'ambiente.

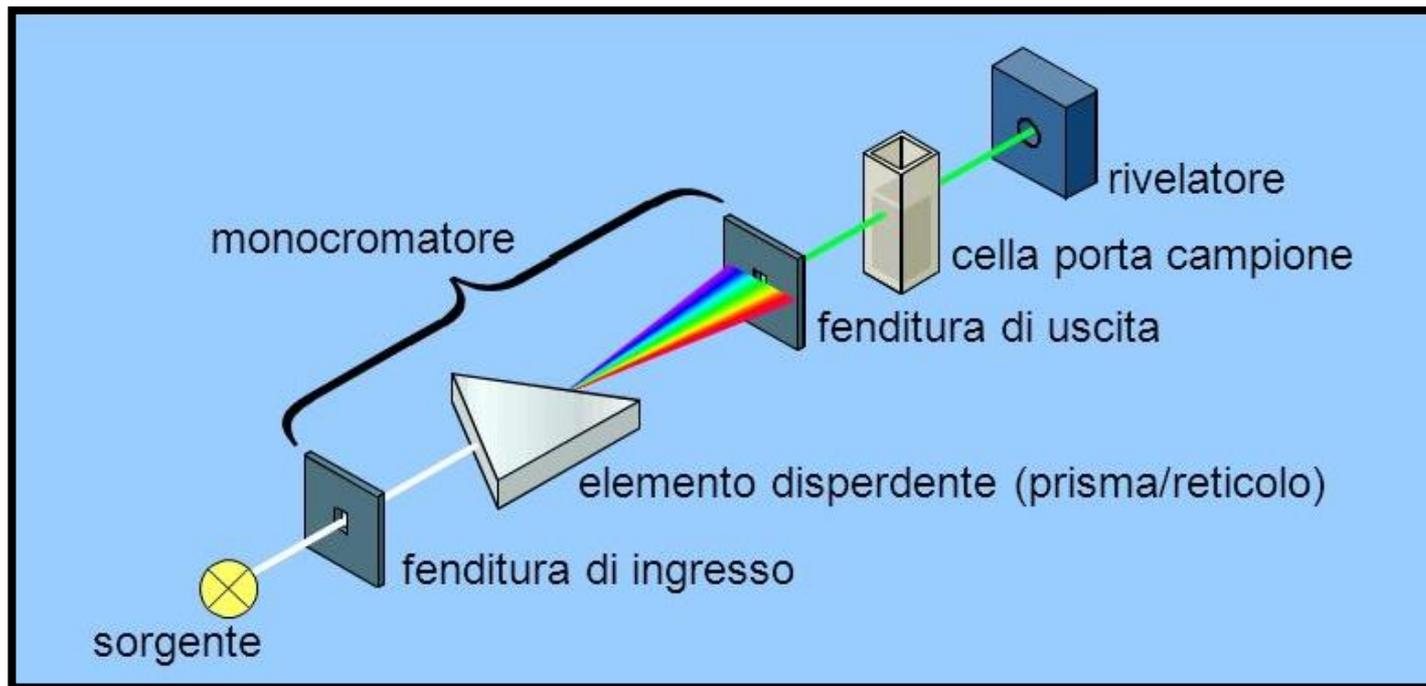


Plasmon Resonance and Plasmon Material

Il campo elettromagnetico si propaga quindi nel metallo alla frequenza di plasma. Nel caso dell'oro, questa cade nel viola ($\sim 750 \times 10^{12}$ Hz). Assorbendo nel viola, ci appare giallo.



UV/VIS Spectrophotometer



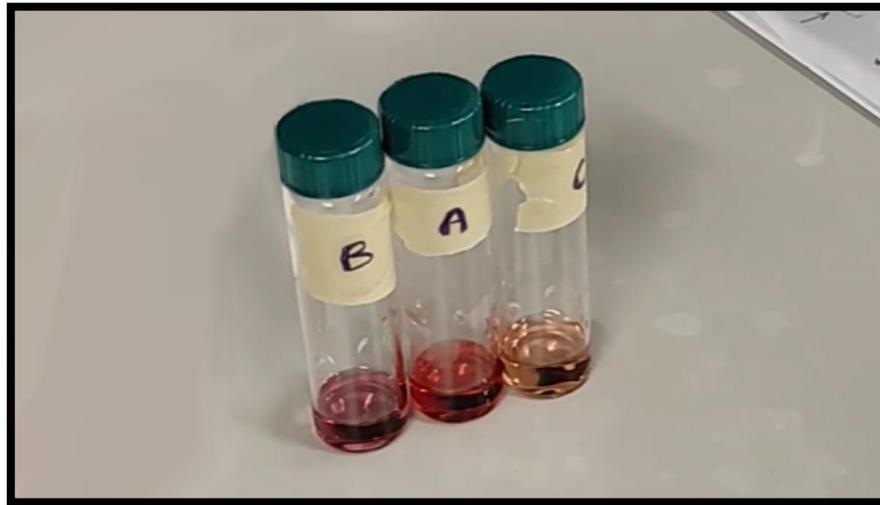
È utile in quanto è un metodo veloce per controllare la qualità del campione di NP:

- tipo di materiale
- grandezza NP
- eventuali cambiamenti nel campione (come l'aggregazione)

Spectrophotometer experiments

Siamo andati ad analizzare 5 campioni di nanoparticelle d'oro, ciascuna con diverse caratteristiche:

- nanoparticelle d'oro sintetizzate precedentemente (A)
- nanoparticelle d'oro coreshell magnetico (C)
- nanoparticelle d'oro diverse da A (B)
- NP | Au con ssDNA (single-stranded DNA)
- NP | Au con ssDNA e TOEG6 (agente stabilizzante)



Spectrophotometer experiments

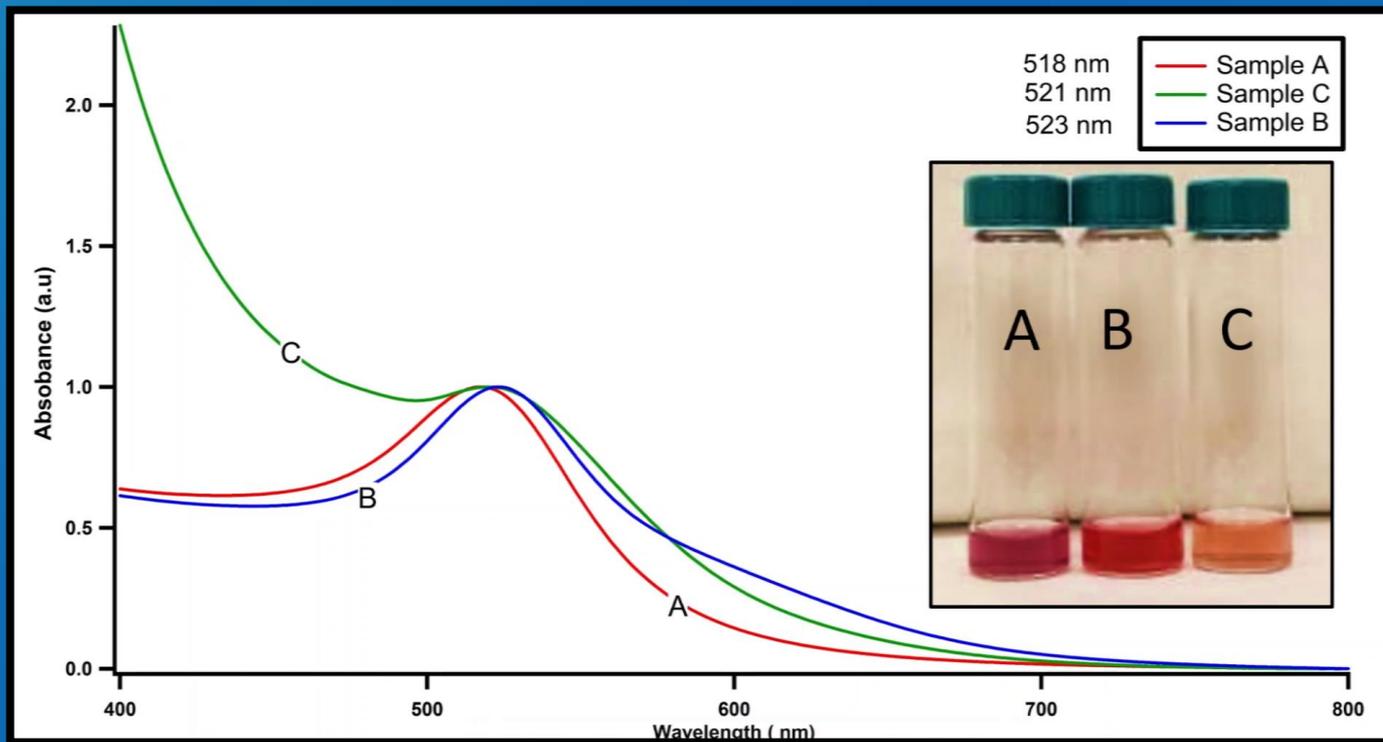
Procedimento

Tarare lo spettrometro sull'assorbanza del solvente usato nella soluzione delle nanoparticelle (in questo caso acqua):

- versiamo 500 μ L di acqua nella cuvetta (porta campione dello spettrometro)
- puliamola con un panno
- inseriamo il campione nello spettrofotometro e lo tariamo

Misurare l'assorbanza di una specifica soluzione di nanoparticelle:

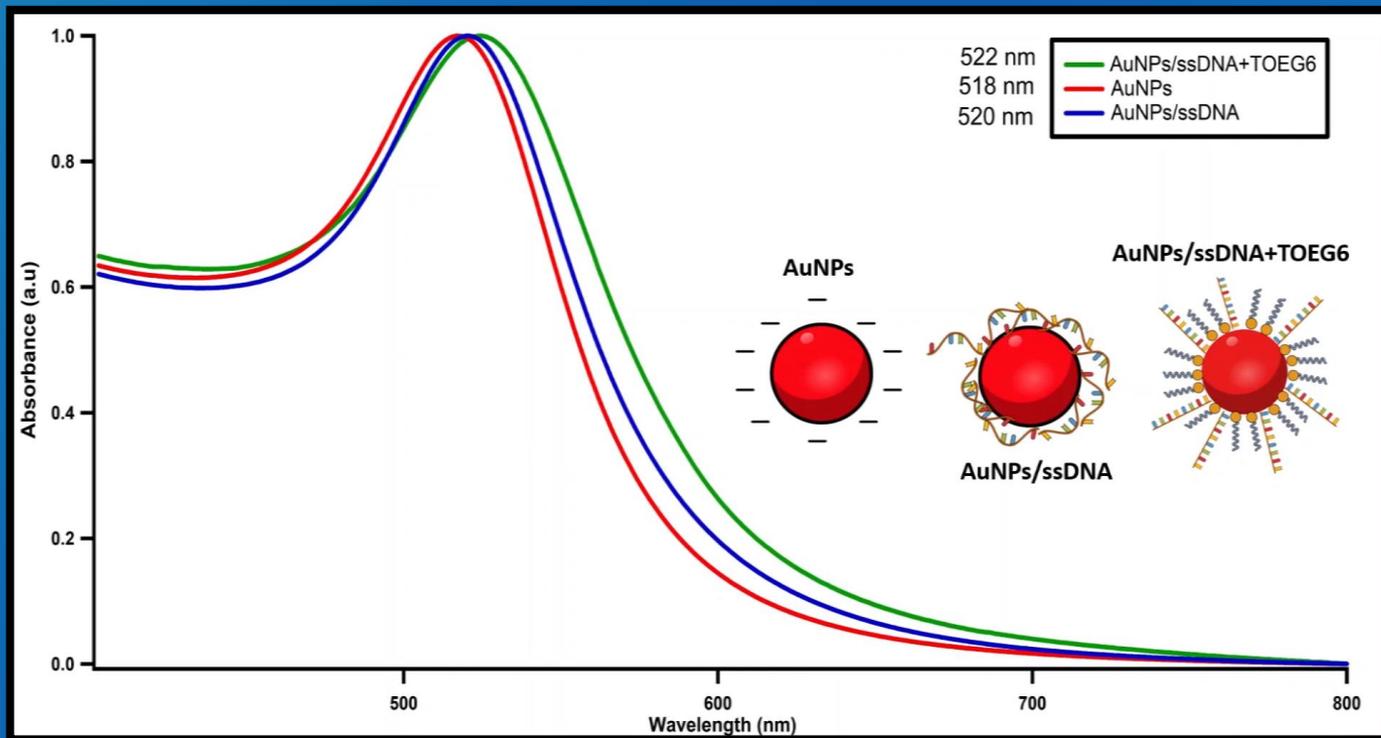
- versiamo 500 μ L di soluzione di NP nella cuvetta e la puliamo
- inseriamo il campione nello spettrofotometro e facciamo partire il test



Possiamo notare come:

-Il campione C ha un comportamento molto diverso dovuto alla sua diversa composizione

-Nel campione B è molto probabile che le NP |Au si siano aggregate tra loro (l'area sottesa dopo il massimo di assorbimento è maggiore rispetto ad A)



Possiamo notare come il massimo di assorbimento aumenta con l'aumentare del materiale sulla superficie della NP|Au

Data Analysis with Excel

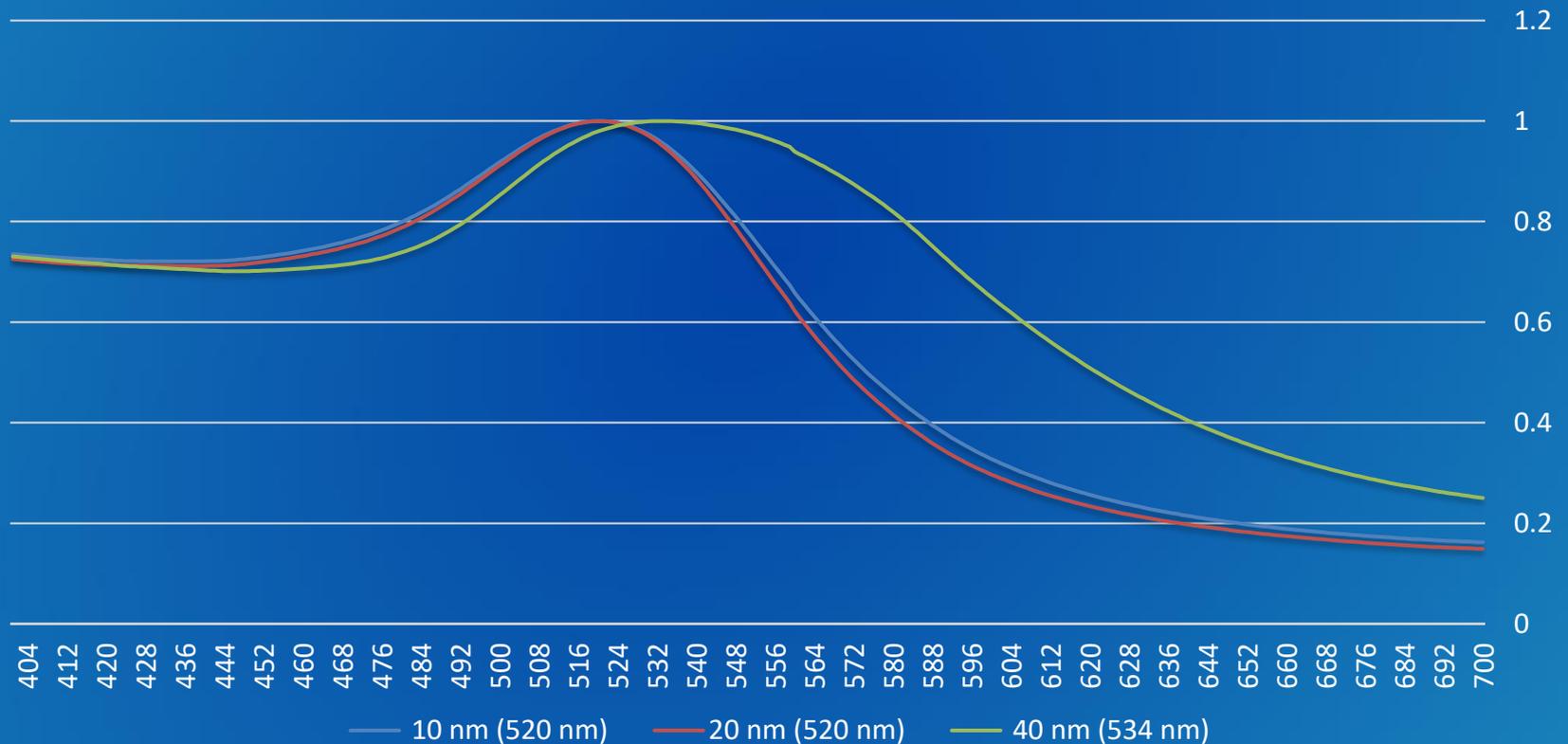
I dati che andremo a vedere sono di campioni diversi da quelli sperimentati in precedenza. In particolare abbiamo:

- Nanoparticelle d'oro a 10nm
- Nanoparticelle d'oro a 20nm
- Nanoparticelle d'oro a 40nm
- NP|Au a 20nm + 1 goccia di soluzione con NaCl
- NP|Au a 20nm + 3 gocce di soluzione con NaCl
- NP|Au a 20nm + Zucchero
- NP|Au a 20nm + albumina + 3 gocce di soluzione con NaCl

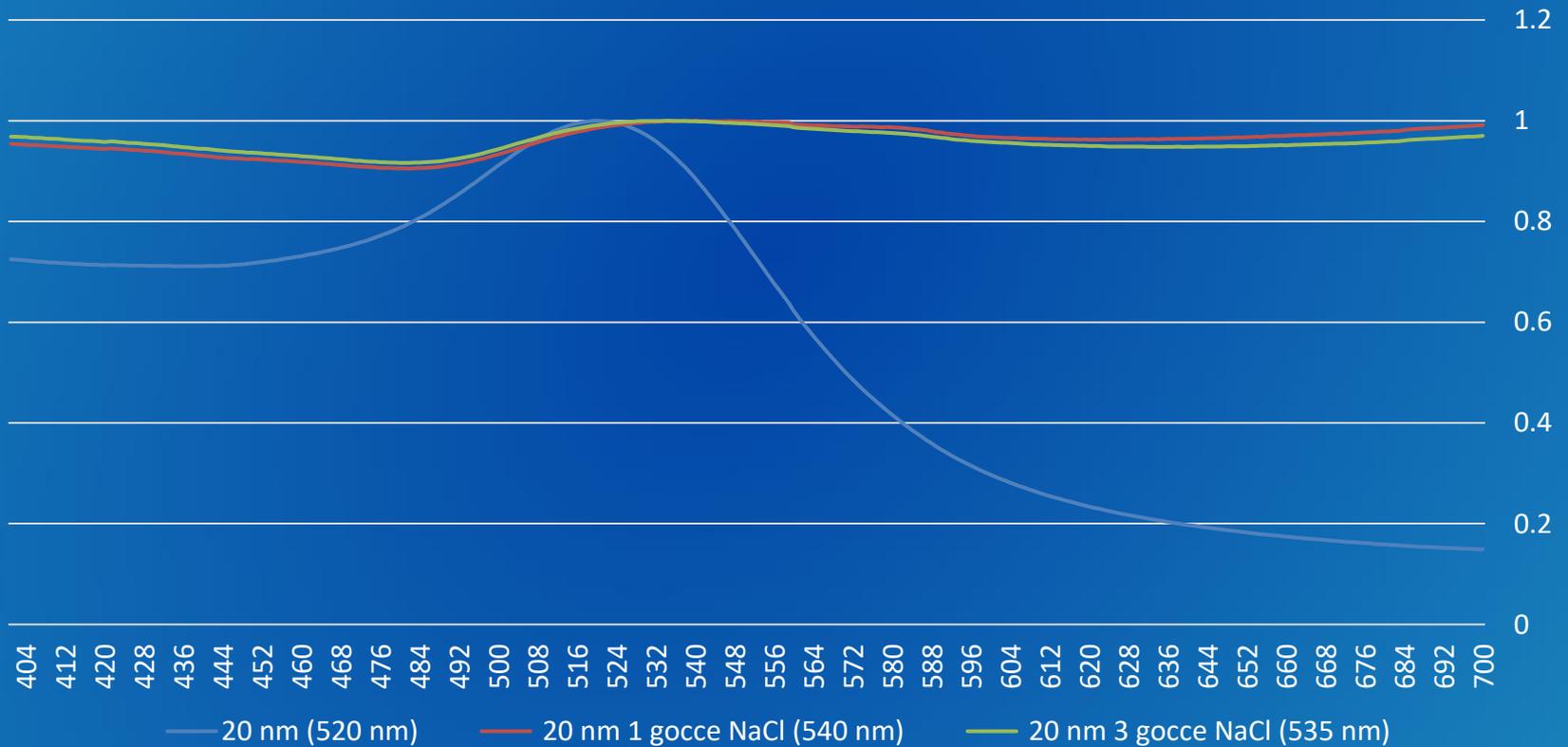


n	10 nm	20 nm	40 nm	20 nm 1 gocce	20 nm 3 gocce	20 nm +zucchero	20 nm +albumina+Sali
700	0.088464	0.08179	0.141871	0.246603	0.244982	0.093359	0.349615
699	0.088616	0.081965	0.142594	0.246486	0.244799	0.093616	0.349902
698	0.088735	0.082108	0.143359	0.246326	0.244633	0.093826	0.350083
697	0.089029	0.082401	0.14417	0.246174	0.244646	0.094189	0.350334
696	0.089168	0.082572	0.144904	0.246034	0.244485	0.094434	0.350593
695	0.089511	0.082804	0.145835	0.245957	0.24433	0.094777	0.350856
694	0.089746	0.083026	0.146654	0.24576	0.244133	0.095059	0.351121
693	0.089946	0.083239	0.147436	0.245606	0.243999	0.0953	0.35133
692	0.090232	0.083536	0.148298	0.245456	0.243849	0.09567	0.351594
691	0.090489	0.083803	0.149213	0.245393	0.243766	0.096011	0.351884
690	0.090685	0.083956	0.150046	0.245183	0.243536	0.09622	0.352054
689	0.091051	0.084317	0.15108	0.245136	0.243549	0.096677	0.352382
688	0.091312	0.084539	0.152031	0.244999	0.243321	0.097008	0.352723
687	0.09159	0.084825	0.152969	0.244852	0.243226	0.097409	0.353045
686	0.091844	0.08511	0.154006	0.244753	0.243107	0.097752	0.353364
685	0.092202	0.085388	0.155005	0.244649	0.243003	0.098164	0.35362
684	0.092619	0.085816	0.155869	0.244225	0.242562	0.0987	0.354769
683	0.092862	0.086082	0.156889	0.24385	0.242352	0.099123	0.355208

Le nanoparticelle di diametro 10 nm e 20 nm hanno entrambe un picco di assorbanza a 520 nm; ciononostante, nel campione da 10 nm vi è una maggiore dispersione, rendendo quello da 20 nm il più idoneo per proseguire.

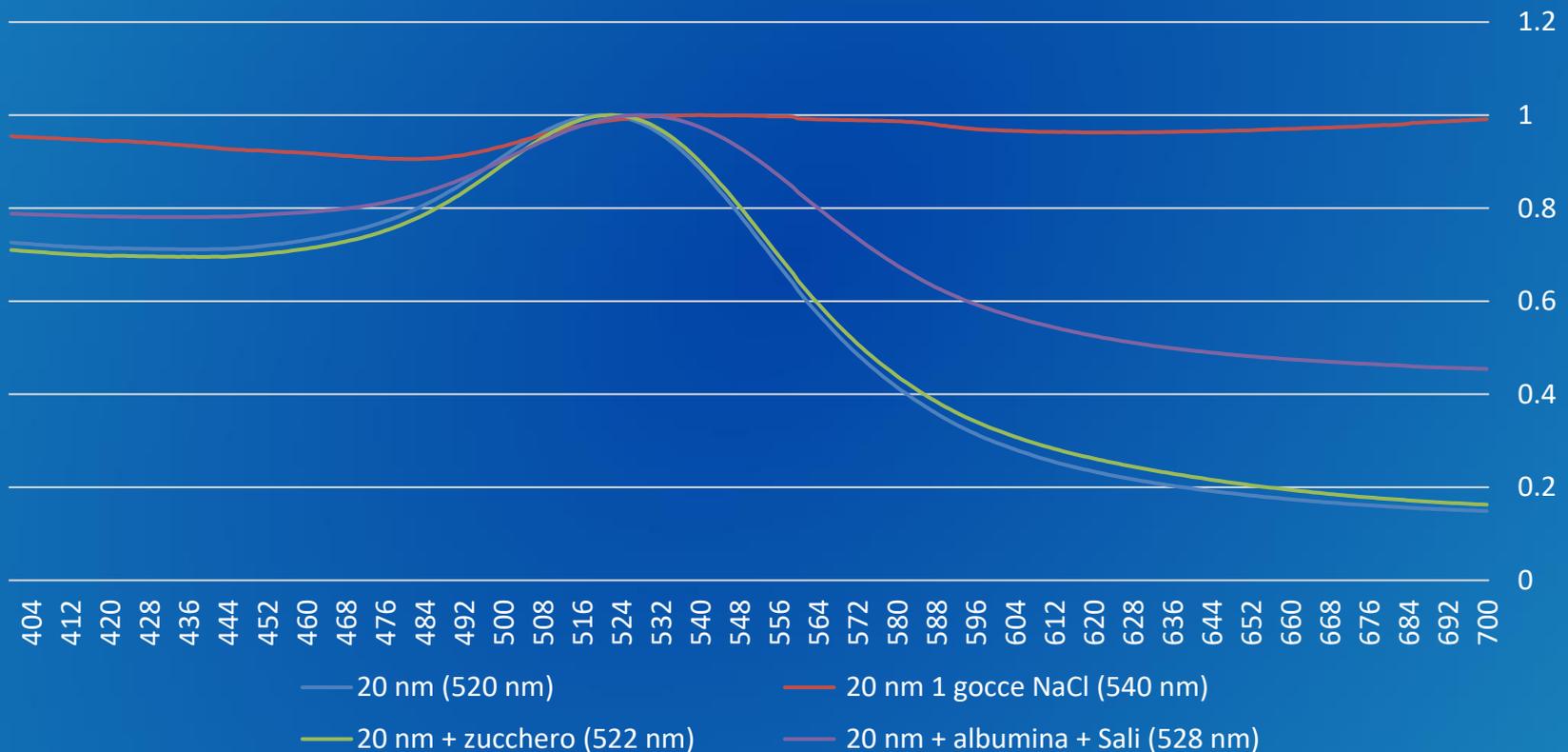


L'aggiunta del sale rompe il guscio di ioni citrato causando le NP|Au ad aggregarsi. Ciò modifica le proprietà ottiche della soluzione.



L'aggiunta dello zucchero non influisce sulle proprietà ottiche della soluzione.

L'albumina contrasta l'azione del sale formando un guscio protettivo attorno alle NP | Au, che aumenta però la dispersione a causa dell'aumento di dimensioni.



Thank you

