** Rezumatul etapei**

În cadrul acestei etape au fost testate și confirmate următoarele metode pentru îmbunătățirea sensibilității de detecție a caolinitului și respectiv a filmelor, proces ce are loc în prezența unei cristalinități superioare: presarea pulberii de caolinit și aplicarea unei proceduri de hidratare (conservarea galeriilor intralamelare) au condus la o orientare preferențială de-a lungul axei *c.*

Tot în cadrul acestei etape au fost efectuate studii asupra condițiilor de depunere pentru producerea de filme subțiri de caolinit continue, aderente și orientate. Au fost efectuate experimente de depunere laser pulsată (PLD) și evaporare laser pulsată asistată de o matrice (MAPLE) pornind de la ținte de caolinit presat (pentru PLD) sau de la soluții de caolinit dispersate în apă (MAPLE 5 sau 10 % caolinit în apă) și apoi solidificate prin înghețare cu azot lichid. Parametrii experimentali sunt prezentați în Tabelul 1.

Studiile morfologice AFM și SEMprezintă filme de argile cu un aspect compact, acoperind în întregime substratul, cu clustere tridimensionale și rugozitate mare, în special pentru lungimi mari de undă. Scăderea fluenței laser conduce la o scădere a rugozității filmelor și la o modificare a structurii suprafeței. La lungimea de undă de 193 nm, suprafața filmelor este structurată, densă, cu grăunțe de domeniul a zeci de nanometri.

|  |  |
| --- | --- |
| *Tabelul 1. Condiții de depunere PLD și MAPLE folosite în obținerea filmelor de caolinit.* | |
| *PLD* | ***MAPLE*** |
| 1) Lungimi de undă: 193 nm, 355 nm, 532 nm, 1064 nm (UV, VIS, IR)  2) Rata de repetiție: 10 Hz  3) Fluența: 1-5 J/cm2  4) Presiune inițială: 10-5 mbar  5) Distanța țintă-substrat: 4 cm  6) Număr de pulsuri: 40.000  7) Substrat: Si dublu polizat transparent în IR  - experimente suplimentare pentru studiul influenței temperaturii substratului (T=400°C), presiunii de depunere (0.05 mbar Ar = gaz inert) și utilizarea descărcării de radiofrecvență (100 W, 0.05 mbar). | 1) Lungimi de undă: 266 nm  2) Rata de repetiție: 10 Hz  3) Fluența: 1-2 J/cm2  4) Presiune inițială: 10-5 mbar (în timpul depunerii presiunea a crescut ușor, din cauza evaporării matricii)  6) Număr de pulsuri: 72.000  7) Temperatura substratului: temperatura camerei  8) Concentrația de caolinit: 10% - 5%  9) Matrice: apă deionizata  10) Substrat: Si dublu polizat transparent în IR |

Filmele PLD sunt cristaline, cu excepția filmelor depuse la λ=193 nm. Nu este vizibil niciun maxim (00*l*) pentru aceste filme. Pentru λ=1064 nm, toate cele 4 maxime (00*l*) sunt vizibile, cu intensități mari, ceea ce conduce la concluzia că această lungime de undă este cea mai potrivită pentru obținerea filmelor cristaline.

Pentru filmele depuse prin MAPLE, pornind de la o țintă înghețată cu 10% caolinit în apă, difractogramele conțin de asemenea doar maximele (00*l*).

Pentru îmbunătățirea calității filmelor depuse, în vederea creșterii și modificării suprafeței active, au fost abordate următoarele proceduri: hidratare/uscare prin imersarea în apă pentru 24 ore și tratamentul în plasma, în vederea îmbunătățirii capacității de udare (hidrofilie). Ambele tipuri de experimente prezentate mai sus au condus la îmbunătățirea umectabilității suprafețelor, descrisă prin măsurători de unghi de contact. În cazul tratamentelor cu plasmă, efectul este mult mai rapid; după 0,2 secunde suprafața devenind super-hidrofilă (unghi de contact 0o). De asemenea, diferențele dintre energia de suprafață prin componentele polare pentru suprafețele inițiale și suprafețele tratate în plasmă au fost semnificative. Conform rezultatelor, putem concluziona că tratamentul cu plasmă de Ar folosind sursa de plasmă de presiune atmosferică este mult mai eficient pentru modificarea proprietăților de suprafață a filmelor investigate și conduce la obținerea de suprafețe super-hidrofile.

În cadrul acestei etape au fost efectuate teste de absorbție pentru proteine (ovalbumina), direct pe filmele depuse prin tehnici laser. Astfel, au fost testate soluții apoase dizolvând ovalbumina în apă, în concentrații diferite, în intervalul 2,5 μM – 22,22 μM și se observă faptul că ovalbumina (identificată prin prezența elementelor C și N) este prezentă atât la suprafață cât și în interior, demonstrând absorbția interstrat a proteinei. Testele voltametrice au demonstrat de asemenea formarea legăturilor chimice între caolinit și albumină.

În cadrul etapei, a fost actualizată pagina web a proiectului: <http://ppam.inflpr.ro/ELSSA/ELSSA_home.htm>