

Denumirea proiectului:

CERCETARI AVANSATE PRIVIND ANALIZA SI

CARACTERIZAREA NANO- SI MICROPARTICULELOR

Acronim:

- ARCAN -

Denumire Program de cercetare : CEEEx

Planul național de cercetare-dezvoltare și inovare
pentru perioada 2007-2013 (PN II)

Categoria de proiect din cadrul programului :

Modul-4 Dezvoltarea infrastructurii pentru evaluarea si
certificarea conformitatii

Finanțare : Buget de stat, contract de finanțare nr. 275/2006

intre:

Autoritatea Contractanta: Autoritatea Națională pentru Cercetare Științifică
(ANCS), <http://www.mct.ro>

Contractor: Institutul de chimie macromoleculară "Petru Poni"
<http://www.icmpp.ro>

Valoarea contractului: 8 000 000 lei

Durata contractului: septembrie 2005 – martie 2007 (18 luni).

Director proiect:

Dr. Aurica P. Chiriac

Institutul de Chimie Macromoleculara "Petru Poni" Iasi

Tel.: 0232-260332/150 E-mail: achiriac@icmpp.ro

■ Membrii echipei de cercetare:

Dr. Loredana-Elena Nita

CS Iordana Neamtu

Dr. Nita Tudorachi

Rezumat:

- Proiectul asigură dezvoltarea infrastructurii în vederea creșterii capacității existente în domeniul evaluării și caracterizării specifice. Se permite astfel dezvoltarea laboratoarelor de încercări / etalonare – în curs de acreditare în cadrul sistemului de management al calității și mediului – prin procurarea de echipamente, aparatură de înaltă performanță, necesare pentru extinderea gamei de încercări / etalonări. Proiectul propune achiziționarea unui sistem de echipamente de analiză și caracterizare a nano- și microparticulelor care să asigure evaluarea avansată a particulelor de dimensiuni micronice și submicronice din punctul de vedere al: *dimensiunii și formei particulelor, ariei suprafeței, dimensiunii porilor, densității probelor, chimiei suprafeței și capacității de chemosorbție, și respectiv potențial zeta* precum și extinderea capacității de evaluare și certificare a conformității, respectiv acreditarea capacității de caracterizare a nano- și microparticulelor cu stabilirea reglementărilor tehnice și procedurilor pentru evaluarea conformității produselor, conform prevederilor normelor metodologice pentru diferitele tipuri de produs caracterizate în acord cu legislația în domeniu și produsele comercializate în prezent. Produsele hibride, nanostructurile cu morfologie bine definită și structură controlată la nano-scară reprezintă o clasă deosebită de materiale atât pentru posibilitățile de utilizare ca și compozite biomimetice cât și datorită potențialului lor de aplicabilitate în domeniul extins al tehnologiilor avansate. Caracteristicile lor unice le recomandă atât în domeniul electronic și optoelectronic, cât și în eliberarea controlată sau bio – încapsulare, ca substrat activ pentru separări cromatografice și cataliză, ca nanocompounduri pentru filme compozite la împachetări sau acoperiri, la nanolitografii sau nanoscrieri, etc. O combinație sinergetică de proprietăți sau chiar însușiri în totalitate noi, rezultate din componentele inițiale, pot apare prin: nanostructurare, obținută din modificarea suprafețelor, autoasamblare sau chiar simpla dispersare în heterofază. Practic, datorită ariei suprafeței extrem de mare asociată la morfologiile rezultate, interacțiunile interfaciale pot modifica profund proprietățile de bază ale fiecărui component. În consecință este imperios necesară o cunoaștere aprofundată a morfologiei acestora fapt ce justifică și prezenta propunere de proiect.

Obiective

- Obiectivul general la care răspunde proiectul este de dezvoltare a infrastructurii în vederea creșterii capacității existente în domeniul evaluării și caracterizării specifice. Se asigură astfel îndeplinirea obiectivului specific de dezvoltare a laboratorului de încercări/etalonare aflat în curs de acreditare în cadrul sistemului de management al calității, prin procurarea de echipamente, aparatură de înaltă performanță, necesare pentru extinderea gamei de încercări/etalonări, și care sunt în directă corelare cu prevederile directivelor europene și a legislației naționale de transpunere. Se asigură astfel: creșterea capacității de a acumula cunoștințe, rezultate și experiență într-un domeniu științific de vârf cel al nanoștiinței și nanotehnologiilor cât și a posibilităților de a le difuza și transfera către mediul economic; concentrarea și valorificarea optimă a potențialului științific existent în cadrul colectivului nostru; existența sistemului de echipamente de analiză și caracterizare va asigura formarea de noi rețele de cercetare și dezvoltare cât și accelerarea procesului de aliniere și integrare tehnologică a agenților economici, care vor beneficia de disponibilitățile oferite de sistem, conform cerințelor și reglementărilor Uniunii Europene.

Obiective specifice: Acreditarea laboratorului pentru caracterizarea micro- și nanostructurilor conform standardului SR EN ISO 17025.

- Problemele și obiectivele măsurabile propuse spre rezolvare legate de situația actuală a domeniului și a tematicii proiectului, vizează crearea unei sistem de echipamente care să permită caracterizarea avansată a particulelor de dimensiuni micronice și submicronice.
- Concret proiectul propune achiziționarea unui sistem de echipamente de analiză și caracterizare a nano- și microparticulelor care să asigure evaluarea avansată a particulelor de dimensiuni micronice și submicronice din punctul de vedere al: *dimensiunii și formei particulelor, aria suprafeței, dimensiunea porilor, densitatea probelor, chimia suprafeței și capacitatea de chemosorbție și respectiv potențialul zeta.*
- Produsele hibride cu morfologie bine definită și structură controlată la nano-scară reprezintă o clasă deosebită de materiale atât pentru posibilitățile de utilizare ca și compozite biomimetice cât și datorită potențialului lor de aplicabilitate în domeniul extins al tehnologiilor avansate.
- Caracteristicile lor unice le recomandă atât în domeniul electronic și optoelectronic, cât și în eliberarea controlată sau bio – încapsulare, ca substrat activ pentru separări cromatografice și cataliză, ca nanocompounduri pentru filme compozite la împachetări sau acoperiri, la nanolitografii sau nanoscrieri, etc.
- O combinație sinergetică de proprietăți sau chiar însușiri în totalitate noi, rezultate din componentele inițiale, pot apare prin: nanostructurare, obținută din modificarea suprafețelor, autoasamblare sau chiar simpla dispersare în heterofază. Practic, datorită ariei suprafeței extrem de mare asociată la morfologiile rezultate, interacțiunile interfaciale pot modifica profund proprietățile de bază ale fiecărui component.

Echipamente achiziționate

- Laboratorul are o platformă pentru caracterizarea micro- și nanostructurilor. Echipamentele reprezintă un instrument flexibil și puternic pentru un domeniu larg de sarcini în cadrul analizei de particule, inclusiv formulări de medicamente, emulsii, vopsele, paste, studii celulare, analiza apei potabile și menajere, cât și a apelor industriale.
- Platforma integrează ansambluri optice cu colectare digitală a imaginii și algoritmi de analiză imagistică brevetată pentru măsurarea rapidă și corectă a proprietăților fizice ale populațiilor celulare sau de particule: dimensiune, formă, număr și concentrație. Aparatura disponibilă asigură o post-procesare puternică, rezultatele fiind afișate și exportate într-o varietate de formate convenabile.
- Echipamente :
 - ❖ *Mastersizer* efectuează analize granulometrice prin folosirea inovativă a tehnologiei cu difracție de laser. Se analizează cu acuratețe și nedistructiv particule din dispersie apoasă într-un domeniu larg de dimensiuni de la 0.02 μm la 2000 μm .
 - ❖ *Zetasizer Nano ZS* estimează o combinație de trei parametri importanți pentru chimia polimerilor și a coloizilor: dimensiunea particulei (0.6 nm – 6 μm), potențialul zeta (în domeniul de dimensiuni de 3 nm – 10 μm) și greutatea moleculară (1000 – 2 x 10⁷ Da).
 - ❖ *EL X-02spec Ellipsometer* evaluează cu precizie și acuratețe schimbarea polarizării luminii laser după reflexia de pe o suprafață. Sensibilitatea aparatului acoperă un domeniu în care se poate evalua un număr mic de molecule ce acoperă o suprafață (190 nm - 1700 nm).

Sistemul Zetasizer Nano ZS asigură evaluarea următoarelor caracteristici

Dimensiunea particulei – sistemul permite măsurători de particule de la 0.6nm la 6 micrometri.

Potențial zeta – sistemul asigură măsurarea cu acuratețe a potențialului zeta în dispersie apoasă și neapoasă.

Greutatea moleculară – sistemul oferă sensibilitatea și stabilitatea cerută de o măsurătoare a greutății moleculare absolute.

Zetasizer Nano ZS este capabil să analizeze cu acuratețe, siguranță și repetabilitate dimensiunea, inclusiv punctul de topire al proteinelor. Tehnologia NIBS (tehnologia neinvazivă cu difuzia retrogradă a luminii laser) permite noi nivele de sensibilitate în măsurarea dimensiunii particulelor în domeniul 0.6nm la 6 micrometri.

- Analize la polimeri și proteine
- Diluare mică sau fără diluare
- Produse farmaceutice
- Nanoparticule
- Optoelectronice

Zetasizer Nano ZS oferă cea mai mare sensibilitate, acuratețe și rezoluție pentru măsurarea potențialului zeta. Se pot măsura și calcula distribuțiile mobilității chiar pentru probe cu mobilitate extrem de scăzută.

- Stabilitatea emulsiei
- Stabilitatea formulării
- Tratamentul apei
- Performanța pigmentilor
- Determinarea impurităților

Folosind difuzia statică a luminii (SLS) și graficul clasic Debye, Zetasizer Nano ZS determină greutatea moleculară a polimerilor statistici încolăciți cu greutate moleculară până la 5×10^5 Da și la polimerii globulari și proteine cu greutatea moleculară până la 2×10^7 Da, fără a fi necesară măsurătoare multiunghiulară.

- Caracteristici la polimeri și proteine
- Sortarea cristalului proteic
- Determinarea celui de-al doilea coeficient virial
- Structura micelară
- Legătura proteină - ligand



Mastersizer 2000 asigură determinarea distribuției granulometrice a particulelor

Mastersizer 2000 garantează un domeniu larg de măsură a dimensiunii materialelor de la 0,02 μm la 2000 μm , cu o acuratețe de $\pm 1\%$ ca și reproductibilitate, la emulsii, suspensii și pudre uscate. Toți parametrii măsurătorii sunt automat înregistrați în documente cu rezultate tipărite și care pot fi examinați, prelucrați și comparați de operatori. Măsurătorile pot fi multiplicare prin urmărirea aceleiași proceduri standard de operare.

Mastersizer 2000 este un instrument modular destinat măsurării distribuției granulometrice a particulelor probelor în stare umedă. Complet automat aparatul asigură obținerea de rezultate pe baza procedurilor standardizate proiectate care elimină variabilitatea introdusă de operator. Astfel, sistemul este condus de proceduri standard de operare (SOP) cu trimitere la standardele referitoare la distribuția granulometrică prin difracția luminii laser. ISO 13320-1 - primul standard internațional pentru analiza distribuției granulometrice a particulelor prin difracția laser - conține metodologia pentru un control corect al calității. Standardul oferă consultanță asupra capacităților și cerințelor tip pentru sistemele cu difracție, cât și un ghid asupra obținerii de măsurători reproductibile.



Mastersizer 2000 s-a dezvoltat pentru a satisface cerințele în creștere din industrie în ceea ce privește compararea globală a rezultatelor, trasabilitatea, elasticitatea interpretării și eficiența în activitatea din laborator.

EL X-02C Ellipsometer

Elipsometrul EL X-02C analizează prin elipsometrie spectroscopică – pe un domeniu de lungimi de undă de la 300 la 1700 nm – suprafețe pentru determinarea proprietăților lor optice cât și morfologia acestora prin măsurarea schimbării stării de polarizare a luminii reflectate de suprafața studiată. Măsurătorile au avantajul de a fi nedistructive, rapide și destul de ușor de realizat



Elipsometria investighează indicele de refracție complex cât și tensorul funcției dielectrice ale probelor analizate ceea ce permite accesul la parametri fizici fundamentali care la rândul lor pot fi corelați cu o varietate de proprietăți ale mostrei studiate, între care morfologia acestora, calitatea cristalului, compoziția chimică sau conductivitatea electrică. Practic pot fi analizate și caracterizate cu o acuratețe excelentă filme având grosimea de la câțiva angstromi sau zecimi de nanometri la câțiva micro-metri.

Beneficii

- LABORATOR LAMINAST ACREDITAT CONFORM SR EN ISO/CEI 17025: 2005
- *CERTIFICAT LI 708/06.10.2008*
- Finanțat de către Autoritatea Națională pentru Cercetare Științifică prin proiect CEEEx 275/15.08.2006:
- „Cercetări avansate pentru analiza și caracterizarea nanostructurilor”
în cadrul programului Cercetare de excelență:
- Dezvoltarea infrastructurii pentru evaluarea și certificarea conformității