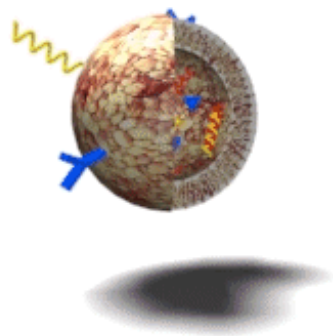


Laboratorul de caracterizare micro- și nanostructuri LAMINAST



LABORATOR ACREDITAT CONFORM
SR EN ISO/CEI 17025: 2005
CERTIFICAT LI 708/06.10.2008



Ce este un MASTERSIZER ?



- Mastersizer 2000 este un echipament modular alcătuit dintr-o unitate de dispersie în care se pregătește proba și una optică care asigură măsurarea distribuției granulometrice prin difracție laser.
- Complet automat sistemul permite obținerea de rezultate pe baza procedurilor standardizate proiectate care elimină variabilitatea introdusă de operator.



Ce face un MASTERSIZER ?

- Oferă soluții practice și sigure pentru determinarea distribuției dimensiunii particulelor pe un interval cuprins între 0,02 μm și 2000 μm cu o acuratețe de $\pm 1\%$.
- Rezultatul obținut în urma unei analize este o distribuție în volum, și exprimă, pentru fiecare clasă de dimensiuni, proporția în volum, din volumul total al particulelor, și care se poate converti în distribuție de număr, suprafață sau lungime.

Ce sisteme pot fi analizate ?

- Mastersizer 2000 garantează reproductibilitate în analiza emulsiilor, suspensiilor, dispersiilor sau pulberilor uscate. Toți parametrii măsurătorii sunt înregistrați automat și pot fi ulterior examinați, prelucrați și comparați.
- Mediul de dispersie este de regulă apa dar se pot utiliza și etanol, alcool isopropilic, etilenglicol, butanona, hexan, acetona, și în funcție de probe și necesități pot sau nu să fie folosiți surfactanți – de regulă neionici – sau aditivi: fosfat trisodic, oxalat de sodiu, clorură de calciu.
- Pentru o bună pregătire pentru analiză și în funcție de natura probelor acestea pot fi sau nu ultrasonate (operație reglabilă din soft).



Importanța determinării dimensiunii particulelor

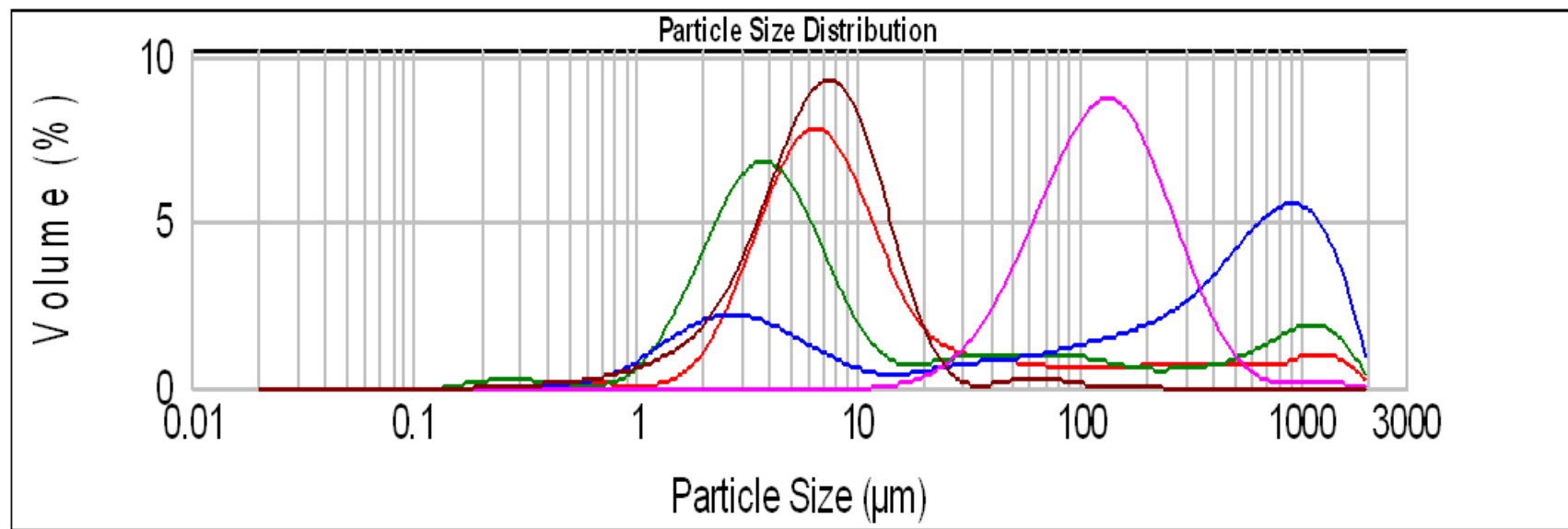
- Controlul dimensiunii particulelor oferă informații importante despre: proprietăți optice (opacitate), stabilitate, viscozitate, sedimentare, etc.
- Se pot elucidă aspecte cinetice atât în timpul sintezelor în emulsie, cât și spre exemplu în realizarea unor compozite.



Avantajele oferite de sistem:

- Posibilitatea analizei de particule cu domeniu extins de valori de dimensiuni cât și diversitatea naturii probelor emulsii, dispersii, suspensii și pulberi;
- Analiză executată cu recircularea probei ceea ce preîntâmpină posibilitatea sedimentării;
- Posibilitatea interconversiei rezultatelor din distribuție în volum, în distribuție de număr, suprafață sau lungime.

Exemple de analiza dimensiunii și distribuției dimensiunii particulelor:



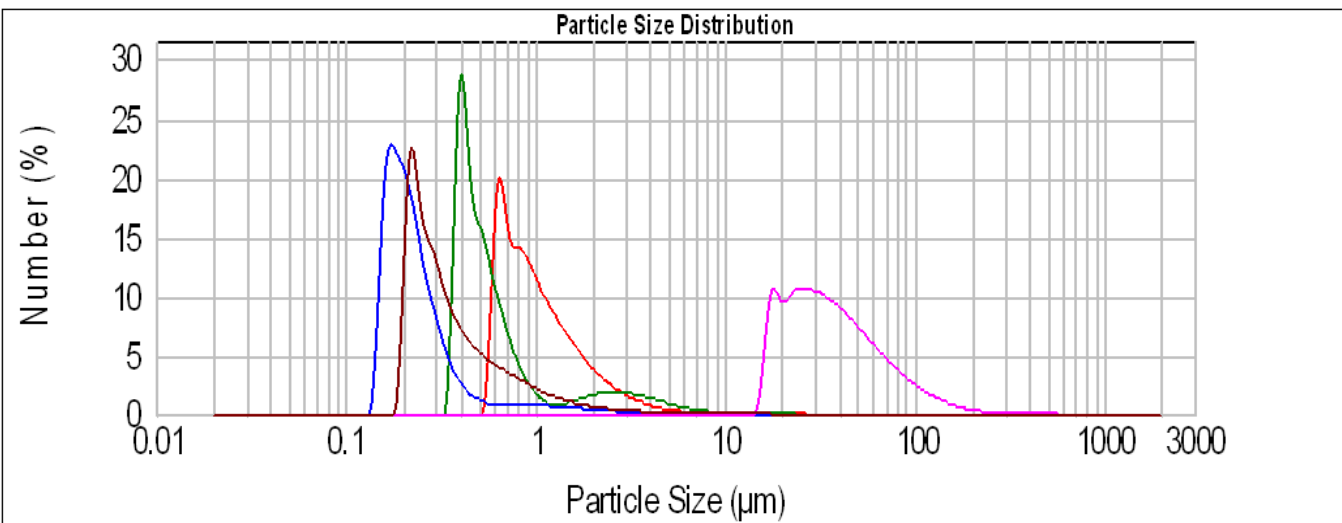
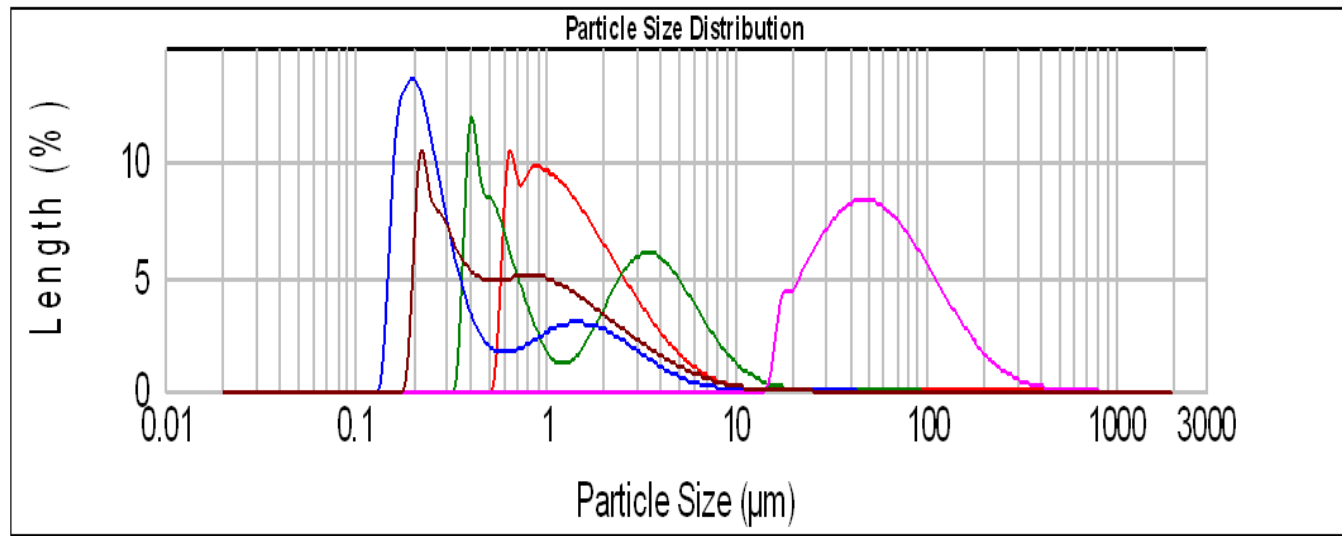
Mostră analizată: compozit magnetic cu procente diferite de ferită și matrice o structură polimerică biodegradabilă:

- - ferita;
- - matricea polimerică;
- - compozit magnetic cu 5 % ferita;
- - compozit magnetic cu 10 % ferita;
- - compozit magnetic cu 25 % ferita;

Analiza evidențiază dimensiunile reduse ale feritei sintetizate *in situ* comparativ cu *structura polimerică*.

Diminuarea dimensiunii compozitului magnetic față de matricea polimerică demonstrează capacitatea de complexare a matricii polimerice.

Interconversia rezultatelor din distribuție în volum în distribuție de număr și lungime



Posibilitatea de inter-conversie matematică a rezultatelor permite alegerea variantei optime de prezentare și care este și cea mai reprezentativă pentru sistemul analizat dar aduce în același timp erori generate de calculul efectuat .

Ce este un ZETASIZER ?



Zetasizer este echipamentul care oferă posibilitatea caracterizării structurilor în soluție. Cei trei parametri pe care îi poate determina sunt:

- dimensiunea particulelor
- potențialul zeta, și
- masa moleculară

care pot fi analizați într-un domeniu extins de concentrații și cu controlul temperaturii.

De asemenea, sistemul poate executa măsurători de autotitrare urmărind tendințele structurii analizate raportată la pH, potențial zeta sau concentrație.

Determinarea dimensiunii particulelor cu aparatul ZETASIZER

- Se pot determina dimensiunile, distribuția dimensiunii particulelor cu un domeniu de valori cuprins între 0,6 nm – 6 microni
- Determinarea are la bază difuzia dinamică a luminii emisă de un laser
- Proba de analizat nu necesită diluare.
- Între speciile care pot fi analizate: particule coloidale, produse farmaceutice, nanoparticule, emulsii, etc.

Determinarea potențialului zeta

- Potențialul zeta se apreciază prin determinarea mobilității electroforetice combinată cu măsurarea vitezei particulelor.
- Mărimea potențialului zeta oferă o indicație asupra stabilității sistemului coloidal. Valoarea generală care face separarea între sistemul stabil și cel nestabil este plasată la **+ 30mV** sau **- 30mV**. Particulele cu potențiale mai mari decât +30 mV sau mai mici decât - 30 mV sunt considerate normal stabile.
- Factorul cel mai important care afectează potențialul zeta este **pH** – ul. Valoarea potențialului zeta fără un anumit pH nominalizat este practic o cifră fără semnificație.
- Determinarea potențialului zeta oferă informații privind stabilitatea emulsiilor, a altor structuri, evaluarea purității sistemului, etc.

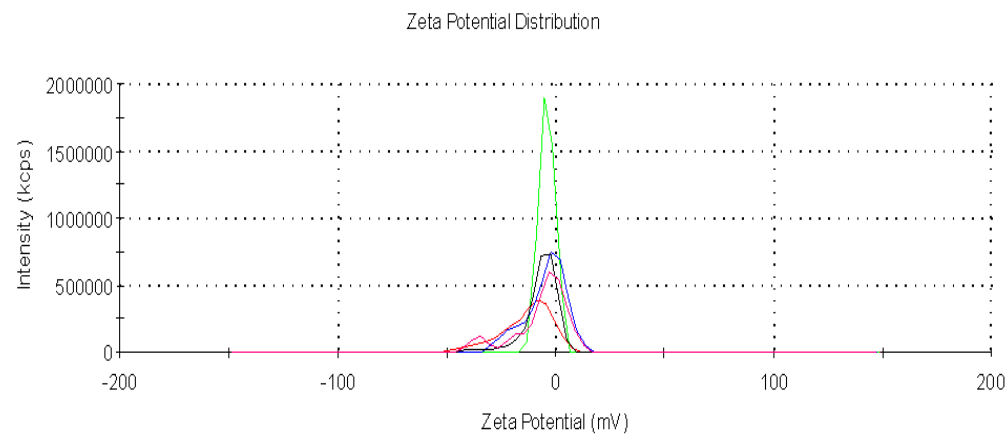


Factori care afectează potențialul zeta

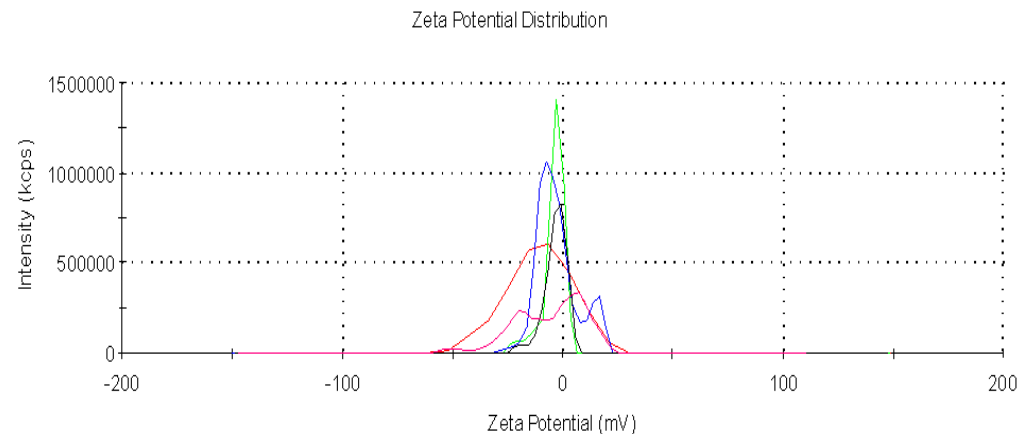
- Schimbări de pH
- Conductivitate guvernată de tipul și concentrația sării
- Schimbări în compoziția mostrei generată de concentrații diferite de aditivi, surfactanți, prezența unor structuri polimere.

Evaluarea potențialului zeta

Structură polimerică biodegradabilă cu grupe -OH și -COOH:



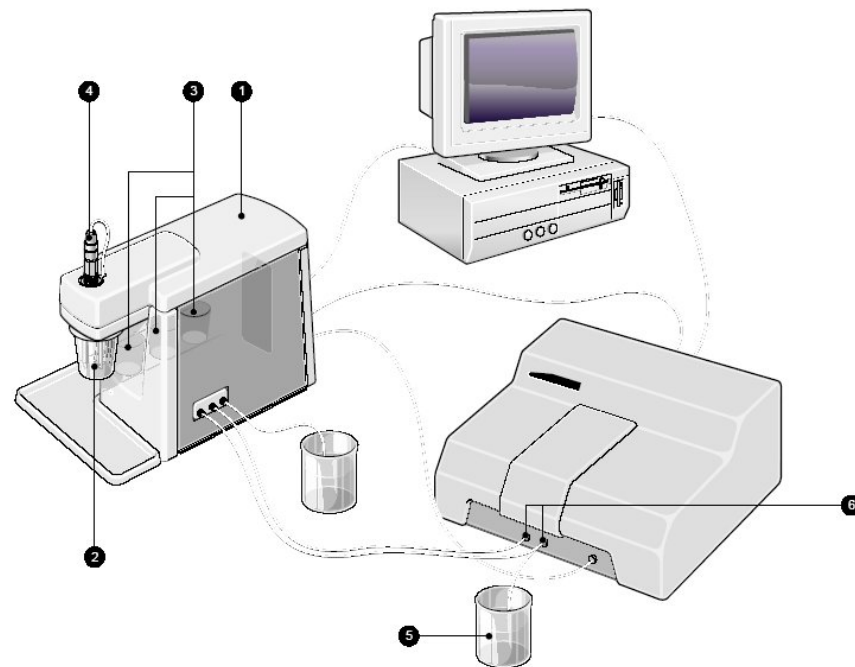
→ Determinare la 22°C



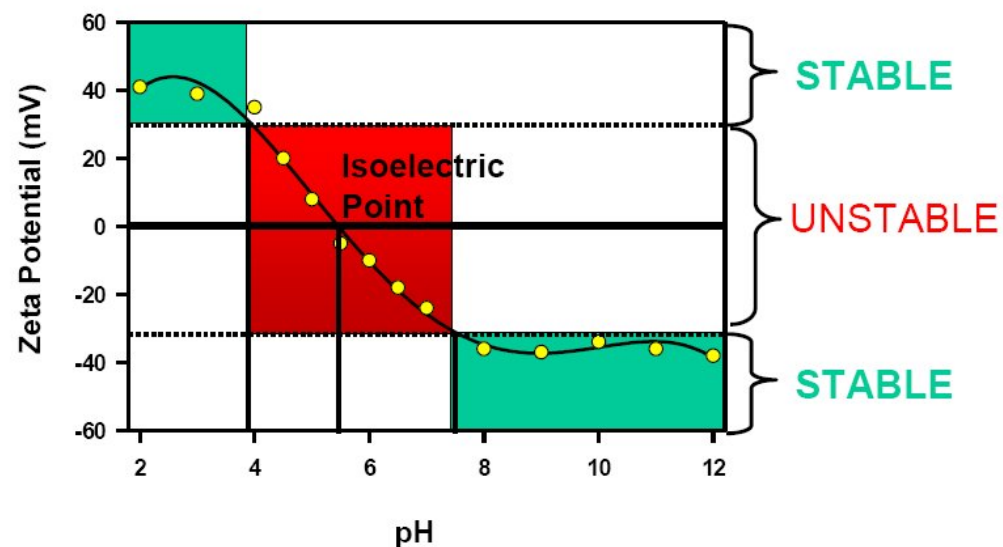
→ Determinare la 37°C

Despre autotitrator:

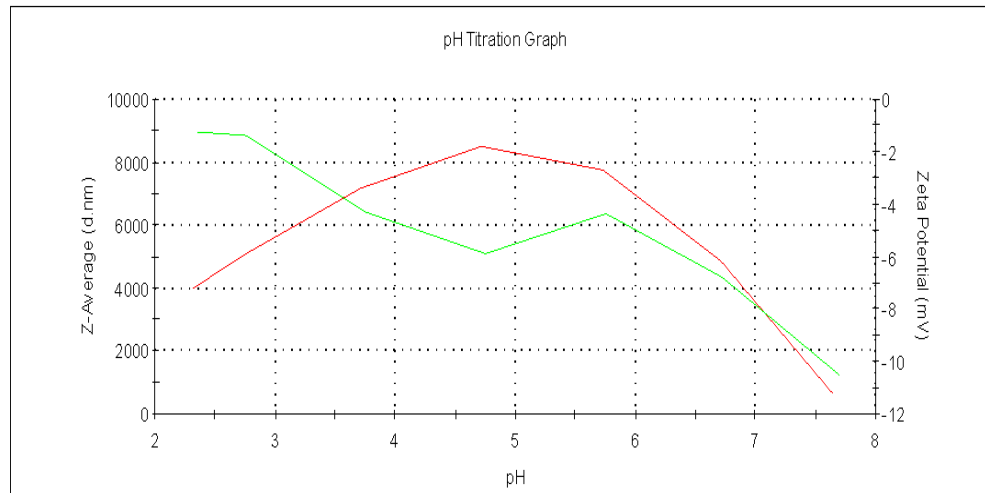
Cu ajutorul Autotitrator-ului se poate urmări variația: dimensiunii particulelor, potențialului zeta în funcție de pH, conductivitate sau concentrația aditivului adăugat.



Determinarea punctului iso-electric oferă de asemenea, informații privind stabilitatea structurilor analizate.

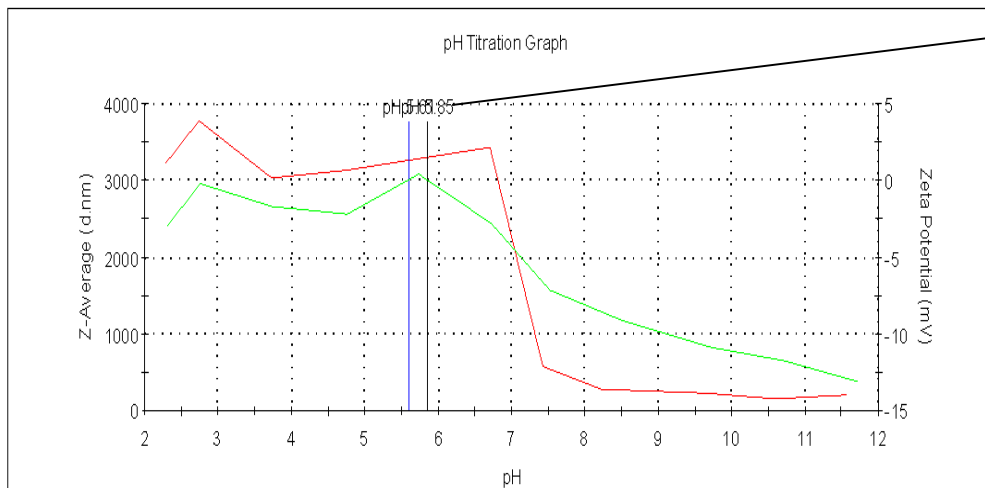


Evaluarea dimensiunii particulelor și a potențialului zeta în timpul unei autotitrări:



Structură bioactivă având matrice acid poliaspartic

— - potențial zeta
— - dimensiuni particule



Punct isoelectric

Structură bioactivă având matrice alcool polivinilic

— - potențial zeta
— - dimensiuni particule

Facilități suplimentare oferite de ZETASIZER

- **Posibilitatea urmăririi evoluției dimensiunii particulelor și/sau potențialului zeta în timp.**

Determinările oferă informații privind cinetica proceselor de agregare și/sau sedimentare a particulelor respectiv solubilizarea sau emulsionarea structurilor analizate.

- **Posibilitatea urmăririi evoluției dimensiunii particulelor și/sau potențialului zeta cu temperatura.**

Determinările oferă informații privind:

- tranzițiile de fază ale sistemelor polimerice;
- temperaturile de denaturare a proteinelor, respectiv determinarea temperaturii de topire a acestora;
- apariția fenomenelor de histerezis.

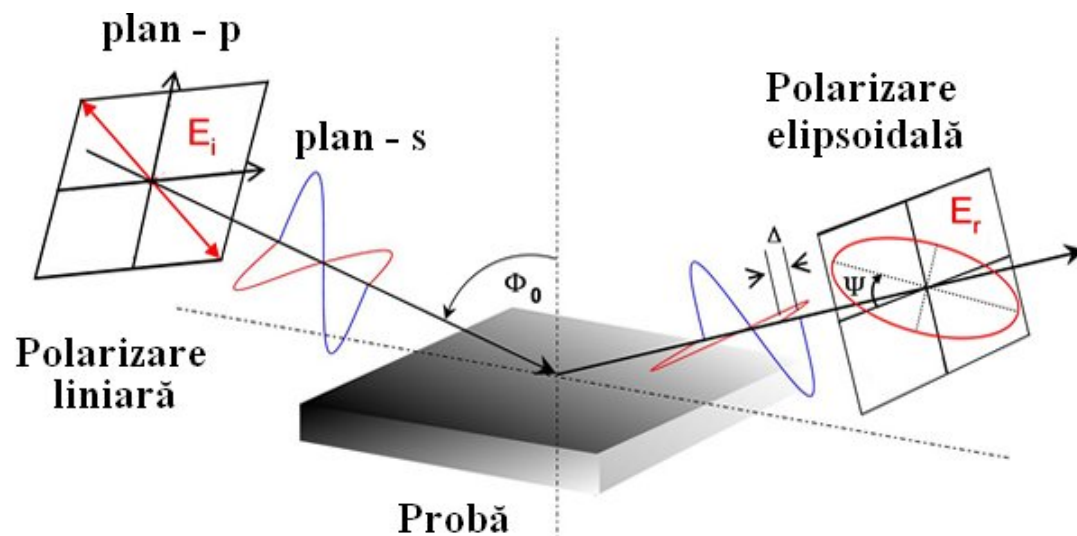
EL X-02C Ellipsometer



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 acesteia, 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.

Principii de bază



Elipsometria măsoară schimbarea polarizării luminii după transmisie sau reflexie. Practic elipsometria este dată doar de sistemul de reflexie, iar natura exactă a schimbării polarizării este determinată de proprietățile mostrei de analizat: grosime, complexul de indici de refracție, respectiv tensorul funcției dielectrice.

Schema unei analize elipsometrice

Tehnici elipsometrice

- *Elipsometria imagistică* poate fi folosită pentru obținerea de imagini prin utilizarea unei camere digitale ca detector și care dă informații despre grosimea filmului precum și indicele de refracție. Analiza datelor măsurate prin modelare optică computerizată conduce la obținerea valorilor indicelui complex de refracție precum și la „rezolvarea spațială” a grosimii filmului.
- *Elipsometria in situ* se referă la măsurători dinamice în timpul proceselor de modificare ale probei: creșteri în grosime ale filmului, gravarea sau curățirea probei. Prin măsurători elipsometrice *in situ* este posibilă determinarea parametrilor fundamentali ale proceselor, cum ar fi viteza creșterii grosimii filmului sau viteza de gravare, variația proprietăților optice în timp, etc.
- *Porozimetria elipsometrică – EP* – măsoară schimbările proprietăților optice și grosimea materialelor în timpul adsorbției sau desorbției de substanțe volatile la presiune atmosferică sau la presiune redusă în funcție de utilizări. Tehnica EP este unică prin capacitatea ei de a măsura porozitatea filmelor foarte subțiri, sub 10 nm.
- *Elipsometria magneto-optică* generalizată este o tehnică avansată de elipsometrie spectroscopică în infraroșu care studiază proprietățile purtătorilor de sarcină liberi în probe conductoare. Prin aplicarea unui câmp magnetic extern este posibilă determinarea în mod independent a densității, parametrului de mobilitate optică și parametrului de masă efectiv ale purtătorilor de sarcină liberi. În afara câmpului magnetic doar doi din cei trei parametri corespunzători purtătorilor de sarcină liberi pot fi independent determinați.

Echipament dotat cu capacitate pentru analiza chimica si facilitate imagistica a suprafetelor

SISTEM SisuChema NIR – ANALIZA CHIMICĂ A SUPRAFEȚELOR PRIN IMAGISTICA CHIMICA ÎN INFRAROSU APROPIAT

SisuChema combină spectroscopia NIR cu imagistica de înaltă rezoluție; oferind informații despre natura componentelor chimici, cantitatea și distribuția lor într-o probă.

Programul Evince este utilizat pentru analiza datelor sub formă de imagine hiperspectrală. Echipamentul utilizează o interfață grafică asigurată de ChemaDAQ și diferite formate de imagine. Cu ajutorul tehnicii de analiză prin programul Evince se obțin informații eficiente și relevante asupra unei probe. Vizualizări asupra rezultatelor sunt disponibile atât pentru imaginile neprocesate cât și pentru rezultatele procesate. Vizualizările imediate a modificărilor apărute fac prelucrarea rapidă și eficientă.

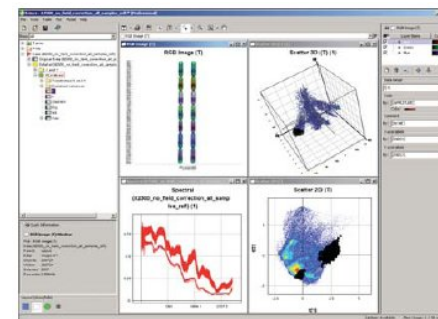
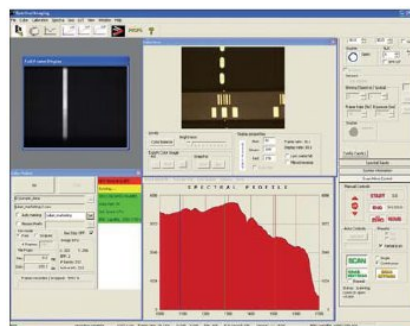


Funcționalitate

- Analiza completă a rezultatelor sub formă de imagine hiperspectrală și analiza spectrală pentru fiecare pixel.
- Clasificarea conținutului imaginii.
- Cuantificarea conținutului imaginii.
- Detectarea lungimii de undă caracteristice.
- Segmentarea conținutului imaginii, precum și transferarea fundalului.
- Comprimarea imaginii utilizând diverse tehnici, precum PCA & PLS în diverse alte formate.
- Vizualizare posibilă pentru spectrele neprelucrate, spectrele pre-procesate, un canal pentru măsurătorile efectuate și a imaginilor prelucrate (componentele modelului).

Software tip ChemaDAQ

Asigură utilizatorilor alături de cunoștințele de bază pentru controlul sistemului, achiziția datelor și stocarea cu prelucrarea datelor.



Domenii de aplicații ale dispozitivului:

- ④ Determinări nedestructive pe tablete farmaceutice, referitoare la distribuția și concentrația componentelor.
- ④ Studiul uniformității blendurilor farmaceutice.
- ④ Determinarea domeniului și mărimii particulelor și distribuției componentelor chimici în amestecurile heterogene.
- ④ Identificarea formelor polimorfe.
- ④ Verificarea produsului în timpul obținerii pentru a se putea optimiza performanțele și reproductibilitatea.
- ④ Verificarea produsului în timpul obținerii pentru a putea elimina problemele înainte de apariția lor.
- ④ Ca QA/QC pentru verificarea conformității specificațiilor chimice și fizice.
- ④ Explorarea relației structură/funcție a unui compus.

Sistem de analiza termica simultana

Analiza termică simultană se referă la aplicarea a două sau mai multe tehnici pe o probă în același timp. Sistemul STA 409 PC Luxx® combină avantajele unei termobalanțe de înaltă performanță cu un calorimetru cu scanare diferențială.

■ **Particularități în determinarea TG**

- Schimbări de masă în procente în greutate sau mg
- Evaluarea automată a etapelor schimbării de masă
- Calculul perechilor de date pentru evaluarea schimbare de masă / temperatură
- Calculul masei reziduale
- Corecția automată de referință

■ **Particularități în determinarea DSC**

- Determinarea temperaturilor inițială, maximă, de inflexiune și finală
- Căutarea automată a peak-ului în determinare
- Entalpii de transformare : analiza suprafeței peak-urilor cu selectarea corecției de referință
- Corecția automată de referință



SISTEMUL DE ANALIZĂ TERMICĂ SIMULTANĂ
STA 409 PC Luxx® CONECTAT LA FTIR ȘI
SPECTROMETRU DE MASĂ

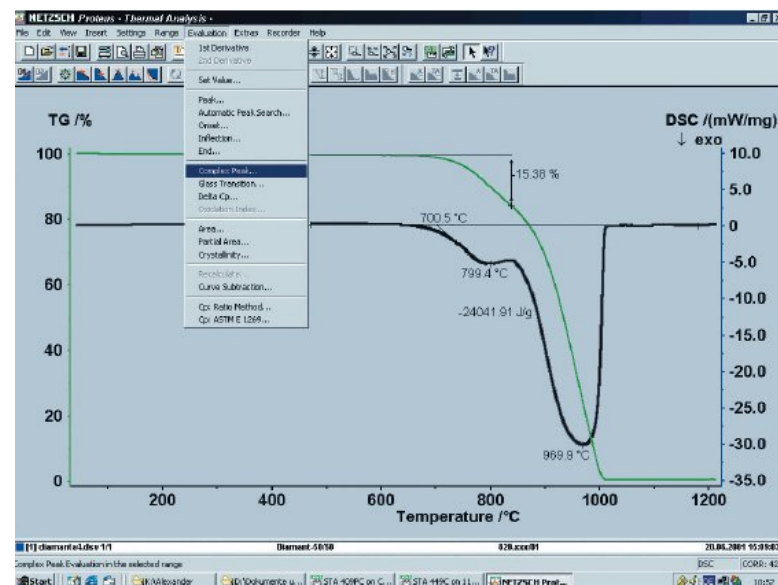
Sistemul STA 409 PC *Luxx*® permite analiza precisă pentru: schimbări de masă, comportare la descompunere, stabilitate termică, comportare la oxidare, entalpii de tranziție, temperaturi de tranziție de fază, temperatura de tranziție sticloasă, comportarea la cristalizare, diagrame de fază și influența aditivilor, la un singur parcurs pe aceeași probă. Încorporarea unui sistem electronic nou încorporat și a celui de obținere a datelor permite o performanță ridicată. Este un instrument ideal pentru cercetare, dezvoltare și controlul calității.

Sistemul STA 409 PC *Luxx*® este monitorizat prin calculator cu program specific încorporat, prin care se comandă măsurătorile și se evaluează datele obținute. Prin combinarea listei de opțiuni din software se pot realiza interpretări sofisticate a datelor.

STA 409 PC *Luxx*® : Performanțe

Instrumentul realizează măsurători în vid, în atmosferă oxidantă sau în gaz inert, de la -110 °C până la temperatura 1550°C.

Echipamentul este conectat la FTIR și spectrometru de masă asigurând evaluarea și analiza gazelor dezvoltate (EGA).



Masurarea potentialului zeta pe suprafete solide

Potențialul zeta sau potențialul electrocinetic este rezultatul acumulării de sarcini electrice la interfața solid / lichid. Ca și caracteristică a interfeței, potențialul zeta este influențat de proprietățile suprafeței solide și ale mediului înconjurător. Măsurarea potențialului zeta asigură în domeniul dispersiilor coloidale, spre exemplu, prezicerea stabilității suspensiilor de particule sau a tendinței lor de a se aglomera.





Analizorul electrocinetic SurPASS determină potențialul zeta la interfața dintre solid/lichid al suprafețelor macroscopice pe baza măsurării potențialului de electrofiltrare respectiv curentului de electrofiltrare.

Materialele solide în contact cu un lichid prezintă o sarcină electrică diferită față de faza solidă sau cea lichidă. Sarcina electrică acumulată astfel creată se numește strat dublu electric, și este orientat către faza lichidă și este divizat în

- strat ferm imobil unde purtătorul de sarcină electrică este fixat pe interfața solid/ lichid, și
- un strat difuz mobil în care purtătorii de sarcină sunt implicați într-o mișcare termică.

Un plan de forfecare separă cele două straturi. Potențialul de la interfața dintre stratul imobil și cel difuz este cunoscut ca potențial electrocinetic zeta.

Datorită unei mișcări relative între cele două faze, stratul difuz este forfecat creând astfel o diferență de potențial: potențial de electrofiltrare sau potențial de sedimentare.

Pe de altă parte, aplicarea unui câmp electric asupra unei dispersii determină o mișcare de electroforeză a particulelor solide sau un transfer electroosmotic al lichidului printr-un sistem capilar fix.

Determinarea potențialului zeta cu analizorul electrocinetic SurPASS se bazează pe măsurarea potențialului de electrofiltrare și alternativ a curentului de electrofiltrare.

Acumularea de purtători de sarcină la interfața lichid-solid (formarea stratului dublu electric) se bazează pe:

- Disocierea grupelor de molecule de la suprafață
- Adsorbția ionilor componentilor activi ca surfactanți sau polielectroliți pe suprafața solidă
- Disocierea ionilor din structura de rețea a solidelor anorganice.

Extinderea acestui proces depinde de compoziția chimică și structura fizică a solidului și lichidul înconjurător.

Formarea stratului dublu electric, mărimea și semnul potențialului zeta sunt determinate de aceste proprietăți ale solidului respectiv lichidului.

Mărimea și semnul potențialului zeta oferă indicații asupra:

- structura fizico-chimică a suprafeței solide
- compoziția soluției electrolitice
- interacțiunea dintre componentele suprafeței solide și a lichidului.

Echipament pentru determinarea susceptibilitatii magnetice

Metoda folosită pentru măsurarea susceptibilității magnetice se bazează pe principiul probei staționare și a magnetului în mișcare. Balanța de susceptibilitate magnetică (MBS) Johnson Matthey măsoară forța pe care proba o exercită asupra unui magnet permanent suspendat, spre deosebire de balanța Gouy care măsoară forța egală și opusă pe care un magnet o exercită asupra probei.

Caracteristici

- Are o caracteristică automată de eliminare a tubului gol din citirile înregistrate.
- Unitatea afișează direct susceptibilitatea volumetrică în unități c.g.s.
- Susceptibilitatea masică poate fi citită direct.
- Echipamentul permite înregistrarea grafică cât și o interfață RS232 cu calculatorul.
- Domeniu de măsurătoare a susceptibilității volumetrice în unități c.g.s : 0.001×10^{-7} to 1.99×10^{-4} .
- Datele pot fi transmise direct la imprimantă fără PC intermediar.
- Include program de operare pentru colectarea și analiza datelor



Balanța de susceptibilitate magnetică Johnson Matthey determină proprietățile magnetice la temperatura camerei, ale solidelor și lichidelor paramagnetice sau diamagnetice.