

Obiective si activitati - Etapa I-2017

O1. Investigarea relației structură-proprietăți pentru particulele compozite

1.1. Producerea a trei loturi de particule compozite folosind trei loturi de chitosan cu procedeul dezvoltat la scară mică

1.2. Investigarea influenței proprietăților materiei prime (chitosan) asupra proprietăților particulelor compozite

O2. Optimizarea tehnologiei de producere a particulelor compozite la scară mică

2.1. Identificarea modificărilor în parametrii de sinteză care compensează variabilitatea chitosanului folosind metode de proiectare a experimentului și analiza statistică

2.2. Elaborarea și verificarea unui model experimental care relaționează proprietățile materiei prime cu parametrii de sinteză, asigurând reproductibilitatea

O3. Transpunerea la scară a procesului de sinteză a materialului adsorbant

3.1. Transpunerea la scară mărită

3.2. Studiu de curățare

Rezultate si concluzii

Studiul parametrilor de sinteză s-a făcut pentru procesul dezvoltat la scară mică, considerând următoarele variabile:

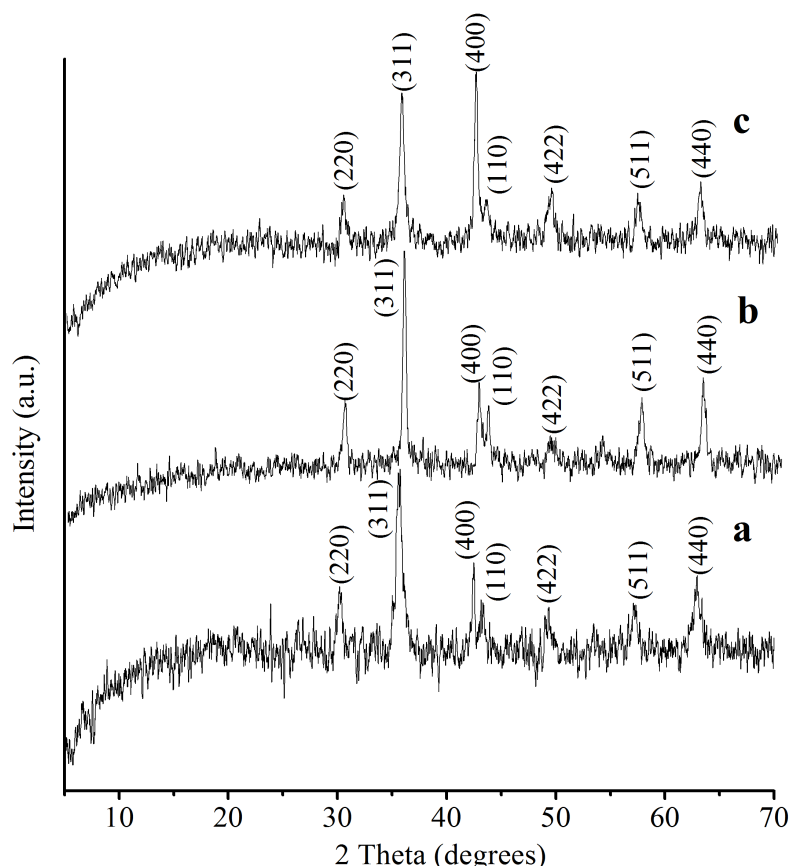
1. Parametri de intrare
 - a. Proprietățile chitosanului (grad de deacetilare, vâscozitate în soluție)
 - b. Cantitatea de clorură feroasă
 - c. Concentrația amoniacului
 - d. Concentrația glutaraldehidei (agent de reticulare)
2. Parametri de ieșire
 - a. Capacitatea de adsorbție a colorantului anionic RB19
 - b. Magnetizarea la saturatie
 - c. Diametrul mediu al particulelor
 - d. Randamentul reacției de sinteză

Influența proprietăților chitosanului:

Batch	CS DDA, %	CS viscosity, CPS	Yield, %	Magnetization, emu/g	Particle size Dv/Dn, μm/μm	Qe RB19, mg/g
MagCS3_1	83	53	72	17.4	169/46	703
MagCS1_2	92.2	42	99	15.9	191/73	785
MagCS2_1	96.1	35	93	17.6	148/43	774

Influența cantității de clorură feroasă:

Batch	FeCl ₂ .4H ₂ O g	[NH ₃] M	[GA] %	Magnetization, emu/g	Particle size Dv/Dn, μm/μm	Yied, %	Qe RB19, mg/g
MagCS2_1	1	0.5	5	17.6	148/43	96	774
MagCS2_3	1.5	0.5	5	25.6	119/55	75	783
MagCS2_2	2	0.5	5	31.0	268/186	82	730



Influenta concentratiei de amoniac:

Batch	FeCl ₂ .4H ₂ O g	[NH ₃] M	[GA] %	Magnetization, emu/g	Particle size Dv/Dn, μm/μm	Yied, %	Qe RB19, mg/g
MagCS2_3	1.5	0.5	5	25.6	119/55	75	783
MagCS2_4	1.5	0.6	5	26.1	193/77	82	793
MagCS2_5	1.5	0.8	5	25.2	239/146	89	777

Influenta concentratiei de glutaraldehida:

Batch	FeCl ₂ .4H ₂ O g	[NH ₃] M	[GA] %	Magnetization, emu/g	Particle size Dv/Dn, μm/μm	Yied, %	Qe RB19, mg/g
MagCS2_7	1.5	0.8	4		254/173	92	771
MagCS2_5	1.5	0.8	5	25.2	239/146	89	777
MagCS2_6	1.5	0.8	6		244/152	96	699

Studiu de reproductibilitate dupa optimizare:

Batch	FeCl ₂ .4H ₂ O g	[NH ₃] M	[GA] %	Yied, %	Magnetization, emu/g	Particle size Dv/Dn, μm/μm	Qe ² RB19, mg/g
MagCS3_2	1.5	0.6	4	88	23.9	215/98	781
MagCS1_3	1.5	0.6	5	82	23.2	259/181	777
MagCS2_4	1.5	0.6	5	82	26.1	193/77	793

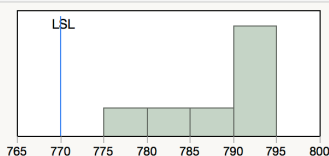
Dupa optimizare, procesul a fost transpus la scara:

Batch	FeCl ₂ .4H ₂ O g	[NH ₃] M	[GA] %	Yied, %	Magnetization, emu/g	Particle size Dv/Dn, μm/μm	Qe ² RB19, mg/g
MagCS2_9	1.5x2	0.6	5	85.0	22.0	296/223	786.8
MagCS2_10	1.5x2	0.6	5	88.1	21.4	289/209	793.9
MagCS2_11	1.5x2	0.6	5	88.4	24.8	301/230	791.9
MagCS2_8	1.5x2	0.6	5 (New lot)	72.3	23.4	292/216	681.9
MagCS2_12	1.5x2	0.6	4 (New lot)	88.3	21.3	270/181	791.9

Analiza statistica a datelor pentru stabilirea specificatiilor produsului:

Distributions

Qe RB19, mg/g



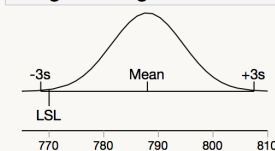
Summary Statistics

Mean	787.98571
Std Dev	6.5034423
N	7
Minimum	777.3
Maximum	793.9

Capability Analysis

Specification	Value	Portion	% Actual
Lower Spec Limit	770	Below LSL	0.0000
Spec Target	.	Above USL	.
Upper Spec Limit	.	Total Outside	0.0000

Long Term Sigma

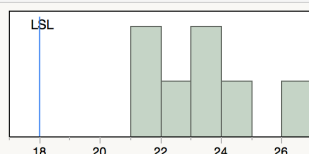


Sigma = 6.50344

Capability	Index	Lower CI	Upper CI
CP	0.922	0.353	1.481
CPK	0.922	0.353	1.481
CPM	.	.	.
CPL	0.922	0.353	1.481
CPU	.	.	.

Portion	Percent	PPM	Sigma Quality
Below LSL	0.2841	2841.1847	4.266
Above USL	.	.	.
Total Outside	0.2841	2841.1847	4.266

Magnetization, emu/g



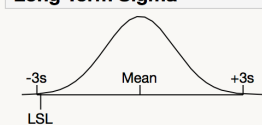
Summary Statistics

Mean	23.25
Std Dev	1.8160488
N	7
Minimum	21.34
Maximum	26.14

Capability Analysis

Specification	Value	Portion	% Actual
Lower Spec Limit	18	Below LSL	0.0000
Spec Target	.	Above USL	.
Upper Spec Limit	.	Total Outside	0.0000

Long Term Sigma



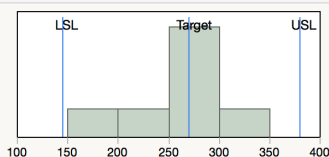
Sigma = 1.81605

Capability	Index	Lower CI	Upper CI
CP	0.964	0.374	1.544
CPK	0.964	0.374	1.544
CPM	.	.	.
CPL	0.964	0.374	1.544
CPU	.	.	.

Portion	Percent	PPM	Sigma Quality
Below LSL	0.1921	1920.7540	4.391
Above USL	.	.	.
Total Outside	0.1921	1920.7540	4.391

Distributions

Dv, um



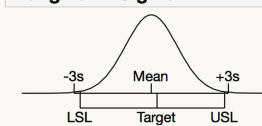
Summary Statistics

Mean	260.6
Std Dev	41.807455
N	7
Minimum	193
Maximum	301

Capability Analysis

Specification	Value	Portion	% Actual
Lower Spec Limit	145	Below LSL	0.0000
Spec Target	270	Above USL	0.0000
Upper Spec Limit	380	Total Outside	0.0000

Long Term Sigma

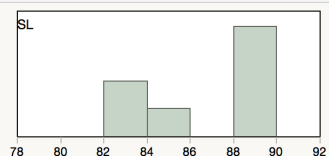


Sigma = 41.8075

Capability	Index	Lower CI	Upper CI
CP	0.937	0.425	1.454
CPK	0.922	0.345	1.499
CPM	0.856	.	.
CPL	0.922	0.353	1.481
CPU	0.952	0.368	1.526

Portion	Percent	PPM	Sigma Quality
Below LSL	0.2846	2845.6420	4.265
Above USL	0.2145	2145.4139	4.356
Total Outside	0.4991	4991.0559	4.076

Yield, %



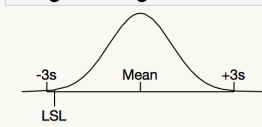
Summary Statistics

Mean	85.857143
Std Dev	2.8535692
N	7
Minimum	82
Maximum	88

Capability Analysis

Specification	Value	Portion	% Actual
Lower Spec Limit	78	Below LSL	0.0000
Spec Target	.	Above USL	.
Upper Spec Limit	.	Total Outside	0.0000

Long Term Sigma



Sigma = 2.85357

Capability	Index	Lower CI	Upper CI
CP	0.918	0.351	1.475
CPK	0.918	0.351	1.475
CPM	.	.	.
CPL	0.918	0.351	1.475
CPU	.	.	.

Portion	Percent	PPM	Sigma Quality
Below LSL	0.2949	2948.5933	4.253
Above USL	.	.	.
Total Outside	0.2949	2948.5933	4.253

Concluzii:

- metoda de sinteză este robustă din punct de vedere al proprietăților chitosanului în limitele studiate;
- gradul de deacetilare mai mic al chitosanului poate fi compensat prin micșorarea gradului de reticulare;

- magnetizarea crește cu creșterea cantității de clorură feroasă, fără afectarea purității componentei magnetice;
- procedeul de sinteză a fost transpus la scară pilot;
- s-a propus și s-a verificat o metodă de curățare a particulelor eficientă și economică;
- s-a demonstrat reproductibilitatea metodei de sinteză cu rețetele optimizate conform studiului de parametri;
- prin analiza statistică a datelor experimentale s-au stabilit specificațiile produsului care asigură un grad înalt de capabilitate a procesului de sinteză la scară pilot:
 - $Q_e(\text{RB19}) > 770 \text{ mg/g}$
 - Magnetizare $> 18 \text{ emu/g}$
 - Diametru mediu particule = 145 - 396 μm
 - Randament $> 78\%$