

I. Raportul Științific 2024

Contract nr. 100PTE/2022; etapa nr. 3/2024;

cod proiect: PN-III-P2-2.1-PTE-2021-0150

titlu proiect: TEHNOLOGIE ACOPERIRI SUPRAFEȚE VITRATE CU STRATURI
NANOSTRUCTURATE CU PROPRIETĂȚI ANTIBACTERIENE ȘI DE
AUTOCURĂȚARE

acronim: NanoTechWin

Descrierea științifică cu punerea în evidență a rezultatelor etapei anuale și gradul de realizare a obiectivelor

Conform Planului de Realizare a Proiectului, în etapa 3 (2025) sunt prevăzute 5 activități, dintre care activitățile A3.1 ÷ A 3.3 sunt de tip A3 (A) (dezvoltare exeperimentală în colaborare efectivă sau cu diseminarea rezultatelor), A3.4 este de tip D1 (Activități suport – Diseminare pe scară largă prin comunicarea și publicarea națională sau internațională a rezultatelor), iar A3.5 este de tip B1 (Activități de inovare – protejarea brevetelor). Data de finalizare a etapei este 20/06/2024.

Activitatea A3.1 Elaborare documentație prototip tehnologie de acoperiri suprafețe vitrate cu straturi nanostructurate cu proprietăți antibacteriene și de autocurățare, într-un sistem tehnologic integrabil industriei digitale 4.0, NanoTechWin

Activitatea a fost desfășurată de CO (OPTOEL) în parteneriat cu P1 (INCDFM) și P2 (OPTOEL). Aspecte relevante ale cercetării științifice, precum și rezultatele obținute sunt prezentate în cele ce urmează.

Planificarea activităților specifice obținerii prototipului suprafețe vitrate cu straturi nanostructurate cu proprietăți antibacteriene și de autocurățare este prezentată în tabelul 1.

Tabelul 1

Planificare activități tehnologie NanoTechWin

Etape	Activități	Durata, min
Etapa 1 - Prepararea dispersiei	A1. Preparare dispersie	140
Etapa 2 - Pornirea sistemului de depunere	A2.1 Montare duza și conectare sursă gaz	5
	A2.2 Purjare a duză și setare presiunii gaz purtător	5
	A2.3 Umplere dispersie prefabricată, purjare pentru eliminarea alcolului	5
	A2.4 Curățare suprafață de încălzire	15
	A2.5 Incălzire plită	
Etapa 3 - Pregătirea suprafeței de sticlă	A3. Pregătirea suprafeței de sticlă	5
Etapa 4 - Depunerea filmului autocurățant	A4. Depunerea filmului autocurățant	10

În urma procesului de planificare a procesului de obținere prototip rezultă că durata totală a întregului proces este de 2 ore și 55 minute - v. figura 2.

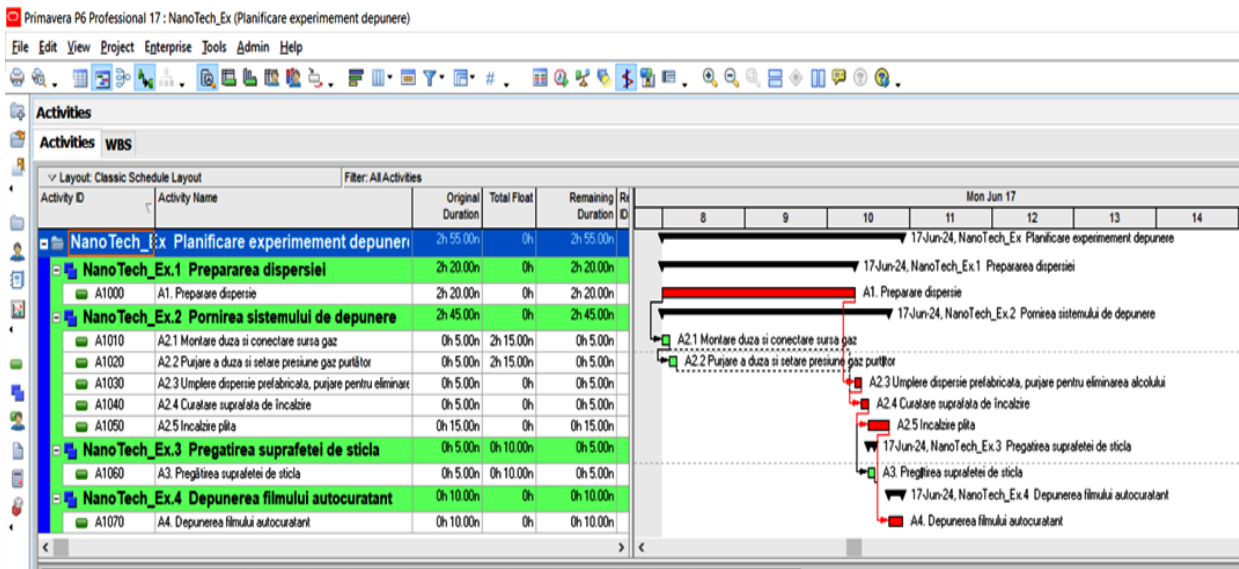


Fig. 2 Planificare proces de obținere prototip NanoTechWin

Procesul de depunere prin pulverizarea dispersiei de dioxid de titan anatas având particule de dimensiune cuprinsă între 15 și 20 de nm, în terpinol, este realizat prin utilizarea *echipamentului specific de depunere (printare) straturi nanostructurate* - v. figura 3.

Echipamentul este constituit din două subsansambluri, și anume: subsansamblu portal (poz. 3), subsansamblul plită (poz. 1), care se integrează prin controler (poz. 2) și se monitorizează cu monitor (poz. 4).

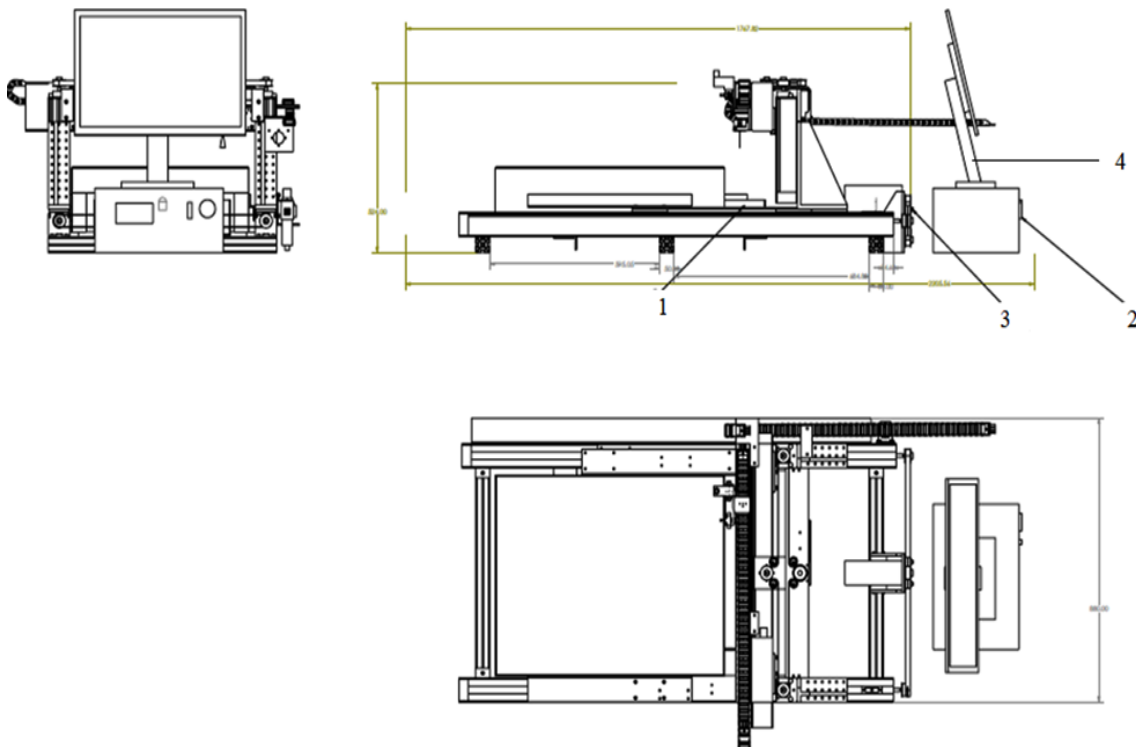


Fig. 3 Desen ansamblu echipament de depunere (printare) straturi nanostructurate proprietăți antibacteriene și de autocurățare

Câteva detalii tehnico-economice sunt evidențiate în tabelul 2.

Tabel 2

Componente echipament depunere (printare) tehnologie NanoTechWin

Cod	Denumire componente	Preț (fără TVA) [lei]
396421 2060	Modul servomotor EC 200W, 48V pt. LES4-LES6 montare in lateral	
Z11-333500	Software control ProNC	3.341,034
354012 2030	Controller icu-EC 3 axe imd20	27.288,809
277011	Placa PS1	446,900
104210	Profil L "inegal", ENAW 6060	292
737	Tablă groasă, ENAW 7075 T651	196,67
392759 0300	cablu servomotor M23 9pol. mama-tata 1:1	257,436
136.115.1Y.A2.00	Duze de pulv. pneum. jet plin	1.698,79
GM X ENG1	Placa pentru rezistori	13,374.27
RA3N6777	Rezistență electrică 500W / 220 V	129

Pentru tehnologia NanoTechWin s-a realizat simularea în mediul virtual, a integrării echipamentului de depunere (printare) în platforma versatilă inteligentă VIPRO, - v. figura 3.

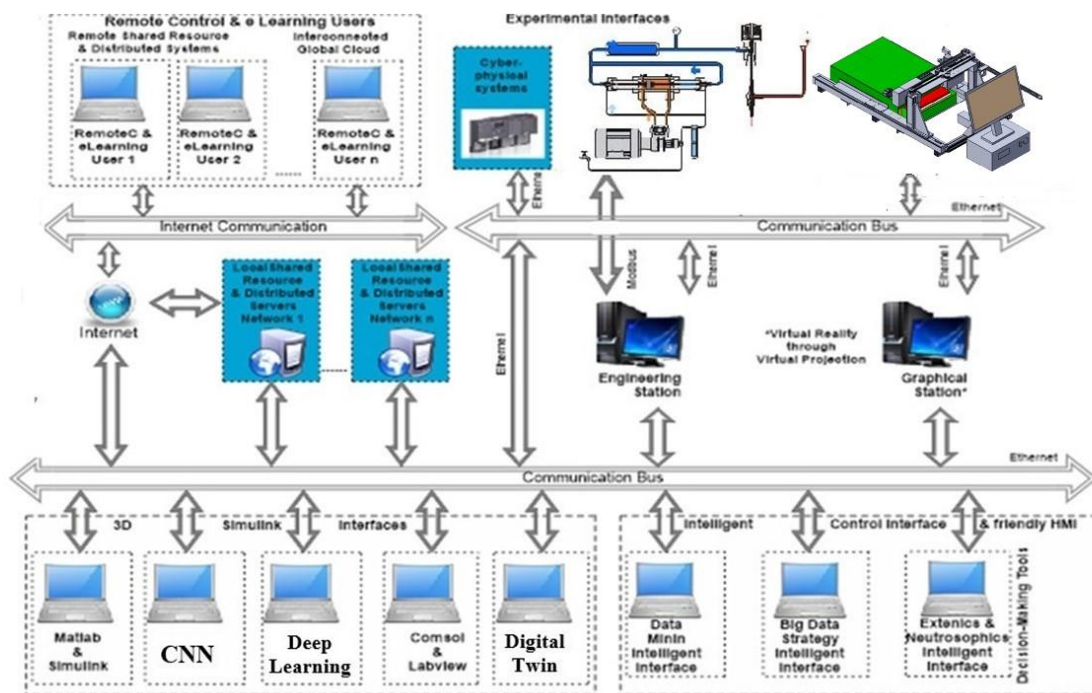


Fig. 4 Integrare în platforma VIPRO - echipament tehnologie NanoTechWin

Activitatea A3.2 Proiectare și realizare prototip tehnologie de acoperiri suprafețe vitrate cu straturi nanostructurate cu proprietăți antibacteriene și de autocurățare, într-un sistem tehnologic integrabil industriei digitale 4.0, NanoTechWin

Activitatea a fost desfășurată de CO (OPTOEL) în parteneriat cu P1 (INCDFM) și P2 (OPTOEL). Aspecte relevante ale cercetării științifice, precum și rezultatele obținute sunt prezentate în cele ce urmează.

Tehnologie de acoperiri suprafețe vitrate cu straturi nanostructurate cu proprietăți antibacteriene și de autocurățare implică succesiunea de activități menționate în continuare:

- Preparare dispersiei
- Pornirea sistemului de depunere
- Pregătirea suprafeței de sticlă
- Depunerea filmului autocurățant

Testele inițiale au fost realizate cu:

- $h = 100$ mm - distanța față de suprafață;
- amprenta este de 50 mm, adică cerc cu raza de 25 mm;
- pas de 50 mm
- unghiul duzei aprox $27^\circ \times 2 = 54^\circ$

Optimizarea condițiilor de depunere a fost obținută pentru valorile parametrilor:

- $h = 150$ mm - distanța față de suprafață; pas de 50 mm
- amprenta este de 75 mm, adică cerc cu raza de 37,5 mm;
- presiune gazului purtător (azot 5.0) cu valori între 0,5 și 3 kgf/cm²; recomandat 2 kgf/cm² ;
- viteza de deplasare (OX, OY) este de 15 mm/s;
- format A2 = 420 x 594 [mm x mm]

După ce pulverizarea a fost realizată, placheta va fi menținută la 100°C timp de 10 minute pentru a asigura uscarea completă a filmului.

Imagini din timpul procesului de pulverizare straturi nanostructurate cu proprietăți antibacteriene și de autocurățare și, implicit, prototipul tehnologiei NanoTechWin sunt evidențiate în figura 5.



Fig. 5 Depunere straturi nanostructurate cu proprietăți antibacteriene și de autocurățare

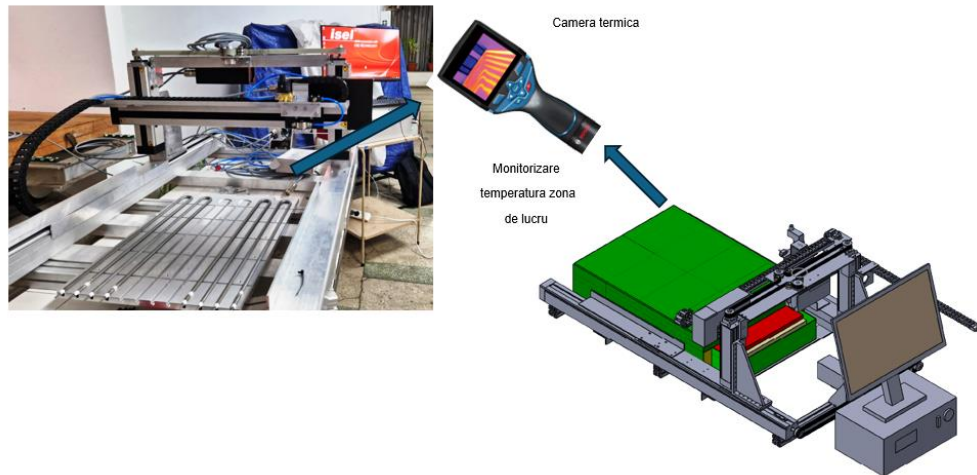
Sistemul tehnologic individualizat prototipului tehnologiei NanotechWin este redat în figura 6.



Fig. 6 Sistem tehnologic - prototip tehnologie NanoTechWin

Conceptul Industry 4.0 implică tehnologii tip: IoT, Internet of Things; CBS, Cyber Physical System; CC, Cognitive Computing; DA, Data analysis.

În figura 7 este evidențiată reprezentarea schematică a modului în care prin intermediul platformei VIPRO sunt integrabile în conceptul Industry 4.0: echipamentul de depunere (printare); camera termică Bosch-Professional-GTC-400-C - pentru monitorizarea temperaturii pe întreaga suprafață de depunere; sisteme de manipulare a suprafeței vitrate (sticlă).



a. monitorizare temperatură cu cameră termică



b. sistem tehnologic NanoTechWin

Fig. 7 Concept Industry 4.0 - tehnologie NanoTechWin

Activitatea A3.3 Experimentare și verificare prototip tehnologie de acoperiri suprafețe vitrate cu straturi nanostructurate cu proprietăți antibacteriene și de autocurățare, într-un sistem tehnologic integrabil industriei digitale 4.0, NanoTechWin

Activitatea a fost desfășurată de CO (OPTOEL) în parteneriat cu P1 (INCDFM) și P2 (OPTOEL). Aspecte relevante ale cercetării științifice, precum și rezultatele obținute sunt prezentate în cele ce urmează.

Verificarea sticlei (suprafață vitrată) NanoWin și verificarea, implicit validarea, tehnologiei de acoperiri cu straturi nanostructurate, NanoTechWin, conform procedurilor specifice acestui tip de produs este prezentată în cele ce urmează.

✓ **Eficiența fotocatalitică (descompunerea compușilor organici)**

Eficiența fotocatalitică a straturilor obținute a fost testată prin evaluarea descompunerii rodaminei sub iradiere UV (254 nm și 362 nm)

Straturile de TiO₂ depuse au prezentat o activitate fotocatalitică bună (degradarea RhB) cu cea mai bună rată de degradare (Fig. 8-a), de 0,045 min⁻¹ atunci când o sticlă acoperită a degradat în 80 min. 97.3% din 25 ml soluție de RhB. A doua cea mai bună rată de degradare, 0,039 min⁻¹, a fost cea care, a degradat 98 % din soluția RhB după 100 de minute de iradiere la 254 nm. Astfel, pentru probele depuse presiunea optimă de depunere pentru o bună eficiență fotocatalitică se stabilește între 1 și 1.5 kgf/cm², condiții care asigură valori ridicate de rugozitate.

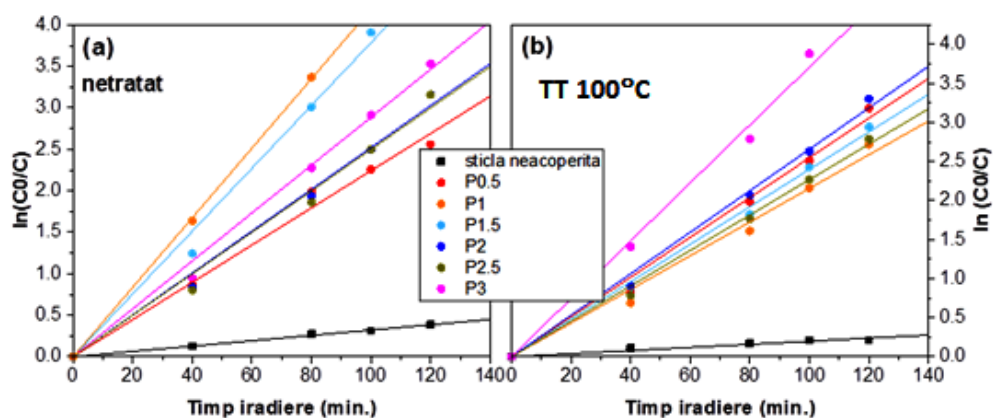
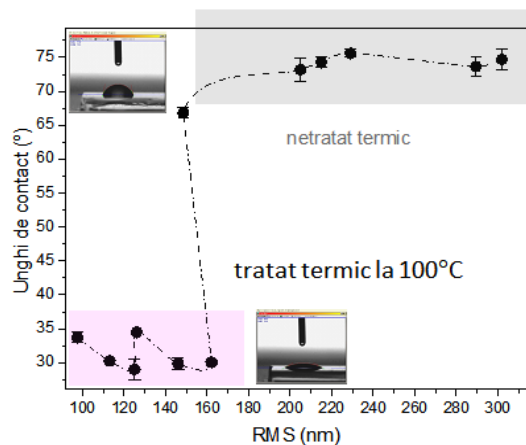


Fig. 8. Reprezentare cinematică pentru degradarea RhB sub iradiere UV (254 nm) pentru sticla și straturile de TiO₂ netratate și tratate termic la 100 °C.

✓ **Măsurători ale unghiului de contact (CA)**

Caracteristicile microscopice, precum rugozitatea suprafeței, energia de suprafață a materialelor și acoperirile subțiri ale suprafețelor, joacă un rol important în determinarea udabilității unui material. Prin măsurători CA, au fost investigate caracteristicile de hidrofobicitate/hidrofilicitate ale structurilor sintetizate.

Măsurătorile CA indică faptul că toate probele sunt hidrofile, cu CA aproape de superhidrofil (~30°) pentru probele recoapte post-depunere și aproape de hidrofobe (~75°) pentru straturile depuse (Fig. 9).



RMS - (rugozitatea medie a suprafeței)

Fig. 9 CA vs. RMS

✓ **Eficiența de autocurățare:**

Proprietatea de autocurățare a straturilor de TiO_2 a fost evaluată conform standardului ISO EN 1096-5:2016, “Metodă de încercare și clasificare a performanțelor de autocurățare a suprafețelor de sticlă peliculizată”.

Pentru testele de autocurățare s-a folosit ca probă de referință un substrat de sticlă gol, iar în cazul acestuia, curățarea a fost de ~82% și ~94,5% după 3 ore și, respectiv, 22 ore de 254 nm UV. Toate probele de TiO_2 post-tratate au avut o eficiență de autocurățare îmbunătățită semnificativ, 100% după doar 3 ore de expunere la UV, în raport cu probele netratate care, în unele cazuri, s-au curățat 100% după un timp mult mai lung, 22 de ore, sau care au avut o curățare de maxim 36 % după același timp de expunere la UV

✓ **Proprietăți antibacteriene:**

Proprietățile antibacteriene au fost testate la Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare pentru Fizică și Inginerie Nucleară „Horia Hulubei”, în cadrul laboratorului de micro-biologie (Micro-Lab).

Pentru determinarea activității antimicrobiene a fost aplicată metoda time-kill. Activitatea antimicrobiană a probelor a fost testată împotriva *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 (ca model de bacterii Gram-pozitive nesperante) și *Escherichia coli* ATCC 8739 (ca model pentru bacterii Gram-negative). Au fost alese *S. aureus* și *E. coli*, deoarece sunt considerate microorganisme standard pentru testarea proprietăților antimicrobiene ale produselor nou sintetizate.

În cazul iradierii prin sticla, diferența de eficiență bactericide între substratul de sticlă acoperit cu TiO_2 și cel neacoperit este mai mare, în jur de 1 log diferență pentru 312 nm și 3 log diferență pentru 365 nm. Acest lucru se poate datora faptului că energia luminii de 312 nm este de ~30 de ori mai atenuată atunci când trece prin substrat de sticlă decât a luminii de 312 nm. În același timp, lungimea de undă de 365 nm are activitate bactericidă scăzută pentru *S. aureus*, astfel încât reducerea logaritmică este mult îmbunătățită în prezența TiO_2 datorită efectului său fotocatalitic - v. figura 10.

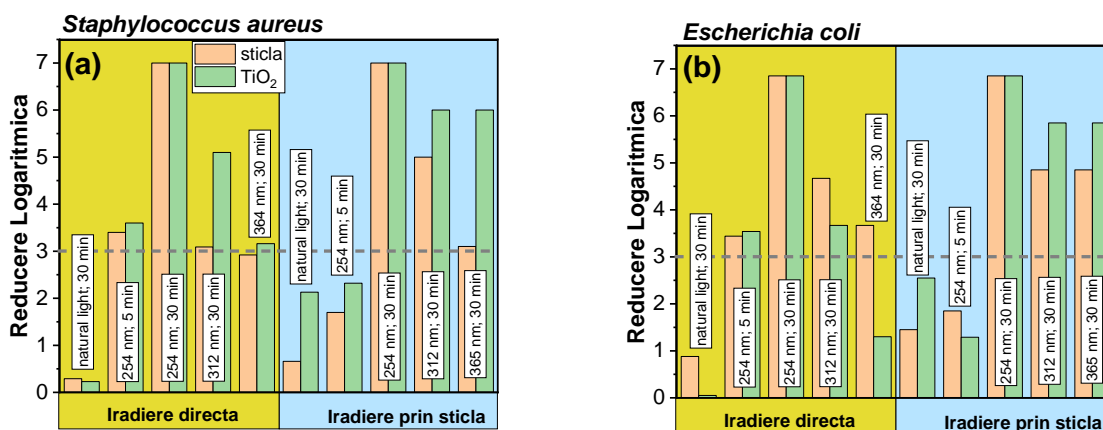


Fig. 10 Diferența dintre controlul pozitiv (7 log pentru *S. aureus* și 6,85 log pentru *E. coli*) și microorganismele supraviețuitoare – *S. aureus* (a) și *E. coli*. (b) – după expunere (log) – lumină naturală, 254 nm (5 și 30 min), 312 nm și 365 nm – pentru sticlă goală (bară roșie) și sticlă acoperită cu TiO₂ (bară verde)

Activitatea A2.7 Diseminare rezultate

Activitatea a fost desfășurată de CO (OPTOEL) în parteneriat cu P1 (INCDFM) și P2 (OPTOEL).

În 16 aprilie, 2024 s-a desfășurat workshop - la care au participat membri echipă proiect și potențiali beneficiari - v. figura 11.

A fost prezentat echipamentul de depunere (printare) straturi nanostructurate - în stadiul de fabricare de la acel moment, evidențiindu-se posibilitățile de exploatare (atât pentru precursori lichizi, cât și pentru dispersii de nanoparticule).



Fig. 11 Workshop proiect - aprilie, 2024

Ședința de finalizare proiect a fost în 14 iunie, 2024 - figura 12.

S-au discutat rezultatele proiectului, stadiul de finalizare a livrabilelor, probleme de management. A fost propusă continuarea cercetării în domeniul proceselor și tehnologiilor de depunere a straturilor nanostructurate - cu aplicații în diferite domenii ale industriei și / sau bunurilor de larg consum.



Fig. 12 Ședința final proiect - iunie, 2024

În octombrie, a avut loc Conferința internațională 27th Edition of INNOVATIVE MANUFACTURING ENGINEERING & ENERGY, IManEE 2023 (v. figura 13). Se va indexa WoS.

Membrii echipei de proiect au trimis și a fost acceptată spre publicare lucrarea de cercetare științifică:

Iliescu M., Beșleagă C., Nițu C., Tomulescu A., Pintilie I, Melinte O. and Roșu M, NANOSTRUCTURED LAYERS DEPOSITION FOR SELF-CLEANING GLASS, 27th Edition of INNOVATIVE MANUFACTURING ENGINEERING & ENERGY CONFERENCE, IManEE 2023, October 12-14, 2023, Chisinau, Republic of Moldova.

TECHNICAL UNIVERSITY OF CLUJ-NAPOCA
ACTA TECHNICA NAPOCENSIS
Series: Applied Mathematics, Mechanics, and Engineering
Vol. XX, Issue xx, Month, 20xx

NANOSTRUCTURED LAYERS DEPOSITION FOR
SELF-CLEANING GLASS

Mihaiela ILESCU¹, Cristina BEȘLEAGĂ², Cristina NIȚU³, Andrei TOMULESCU², Ioana PINTILIE², Octavian MELINTE³ and Maria Magdalena ROȘU^{1,4}

Abstract: This paper evidences research results on a new technology for deposition of TiO₂ nanostructured layers on glass. Air pollution, industrialization and everyday life activities are factors that point towards the need for efficient and ergonomic cleaning process of the impressive glazing surfaces that surround people in modern offices, leisure places and not the least, in houses. The design of equipment, the innovative technique based on pneumatically spraying a suspension of TiO₂ nanocrystals, the process parameters and preliminary test results for the obtained layers stand as main topics for the article. Integration of the system into industry 4.0 virtual intelligent platform is also presented. Further research development in order to validate the nanostructured TiO₂ coating on glazed surfaces is aimed.
Key words: nanostructured, TiO₂ layer, self-cleaning glass, deposition equipment, virtual intelligent platform.

1. INTRODUCTION (12 PT. CAPITALS, BOLD)
Air pollution represents serious threat to the environment and personal health. The high increase of cars number, the drought for periods of several months followed by heavy rains and

Activ™ (Japan) product range. This is the first dual-function glass, self-cleaning and reflecting the IR component of the solar spectrum. The advantage of Pilkington Activ™ coatings is that of using natural factors to keep the glass clean and it is based on action of the UV light that dissociates the organic molecules of the

Engineering & Energy International Conference
IMANEE 2023

CALL OF PAPERS
IManEE 2023
Chișinău, 12-14 October, 2023
Technical University of Moldova

Dear colleagues,
IManEE 2023 Organizing Committee are invited you to bring your original scientific contributions, share and exchange knowledge, experience, results and information related to various aspects of research areas in the frame of the traditional and prestigious scientific event – IManEE 2023, which reaches this year its 27th edition.

The IManEE 2023 conference accepted and communicated papers will be published in a Special Issue of the Web of Science indexed Journal ACTA TECHNICA NAPOCENSIS, Series: Applied Mathematics, Mechanics, and Engineering, ISSN 1221-5872 <https://atna-mam.utcluj.ro/index.php/Acta>
The journal provides immediate open access to its content on the principle that making research freely available to the public supports a greater global exchange of knowledge. Authors retain copyright and grant the journal right of first publication with the work simultaneously licensed under a Creative Commons Attribution License that allows authorship and initial publication in this journal Proc in MS indexed and included in Index Copernicus International, Ulrichsweb Global Serial Directory, and ProQuest.

It would be appreciated if the Organizing Committee of the *Innovative Manufacturing Engineering & Energy International Conference – IManEE 2023* could be informed of the

Fig. 13 Articol la conferința IManEE 2023

Membrii echipei de proiect au trimis și este în proces „review” lucrarea de cercetare științifică (v. figura 14):

C. Besleaga*, A.G. Tomulescu, I. Zgura, A. Stepanova, A.C. Galca, S. Laafar, F.L. Zorila, M. Alexandru, I. Pintilie, M. Iliescu, RETICULATED MESOPOROUS TiO₂ SCAFFOLD FOR SELF-CLEANING SURFACES

Articolul este trimis la „Ceramics International” Journal, din data de 7 mai, 2024.



Journal:
Ceramics International
Corresponding author:
Cristina Besleaga
First author:
Cristina Besleaga
Date of submission:
7th May 2024

Fig. 14 Articol la „Ceramics International” Journal

Pagina web a proiectului este: <https://nanotechwin.optoel.ro/> (v. figura 15).



Fig. 5 Pagina web NanoTechWin

A fost depusă Cerere de Brevet de Invenție: ECHIPAMENT PENTRU DEPUNERE STRATURI SUBȚIRI PRIN PULVERIZAREA PRECURSORILOR LICHIZI / DISPERSIILOR DE NANOPARTICULE, cu număr de înregistrare OSIM: 100308 / 10.06.2024.

Toate activitățile au fost desfășurate conform planificării, cu respectarea sumelor și a categoriilor de cheltuieli prevăzute în Deviz Cadru.

Fiecare dintre activități s-a finalizat cu livrabil – conform celor specificate în Planul de realizare.

Director de proiect,
CS1 dr. ing. Mihaiela ILIESCU