Raport Etapa IV/ 2021
(informatie generica)

Proiect 1: „Tehnologii noi şi emergente pentru reducerea greutății autovehiculelor şi a consumurilor energetice (necesare scăderii emisiilor de CO2)"

1. **Obiectivul general** al proiectului 1 constă în dezvoltarea unor tehnologii noi și emergente utilizabile la obținerea unor repere auto care să permită reducerea greutății maşinii şi a consumului energetic în vederea atingerii uneia dintre tendințele emergente importante în dezvoltarea materialelor polimerice pentru industria auto şi anume eficientizarea consumului de combustibil și reducerea emisiilor de CO2.

1.1. Obiectivul specific al proiectului 1 constă în dezvoltarea de tehnologii pentru obținerea unor (nano) materiale (bio)polimerice pe bază de structuri 2D (grafenă și/sau hidroxizi dublu stratificați (LDH).

2. **Obiectivele etapei IV** au constat în efectuarea următoarelor activităţi specifice:
   - **Activitatea**: **Act 4.1** - Studiul finalizat privind ridicarea la scară pentru obţinerea structurilor de armare 2D ***(P1-UB)***.
   - **Activitatea: Act 4.2** - Elaborare finalizată a unei soluţii pentru integrarea sistemului cu plasmă de presiune atmosferică într-un lanţ tehnologic de injecție ***(P2-INFLPR***).
   - **Activitatea: Act 4.3** - Studiul toxicologic finalizat privind acțiunea nanoparticulelor grafenice şi nongrafenice asupra celulelor epidermice. Elaborare Ghid metodologic privind prevenirea riscurilor legate de lucrul cu nanoparticule grafenice ***(P3-ITIM***).
   - **Activitatea**: **Act 4.4** - Corelaţii morfostructurale/proprietăţi finalizate în diferitele faze ale lanţului tehnologic ***(P4-INCESA).***
   - **Activitatea**: **Act 4.5** - Integrare și optimizarea finalizată a procedeului de obţinere pentru compozitele polimerice ***(IC-ICECHIM)***.
   - **Activitatea**: **Act 4.6** - Diseminarea rezultatelor cercetării ***(toţi partenerii).***

3. **Rezumatul etapei IV**

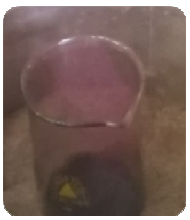
Cercetările efectuate în etapa a IV-a au condus la ***selectarea*** unui ***eșantion*** (structuri de armare 2D) pentru evaluarea eficienţei sale asupra proprietăţilor PA1010, elaborarea ***unei documentaţii tehnice*** pentru integrarea sistemului cu plasmă de presiune atmosferică într-un lanţ tehnologic de injecție, elaborarea ***unui ghid*** privind acțiunea nanoparticulelor grafenice și nongrafenice asupra celulelor epidermice, realizarea ***unui studiu*** referitor la corelaţii morfostructurale/proprietăţi în diferitele faze ale lanţului tehnologic (necesare în domeniul auto) şi realizarea unor piese injectate (***demonstrator***) din materialele compozite polimerice pe bază de grafenă și/sau LDH, în vederea demonstrării utilităţii şi funcţionalităţii tehnologiei elaborate.

4. **Descrierea ştiinţifică şi tehnică**

4.1. Studiul finalizat privind ridicarea la scară pentru obţinerea structurilor de armare 2D (P1)

În cadrul subproiectului 1 de la contractul EMERG2IND în etapa a 4-a (anul 2021), echipa de cercetători de la partenerul UB (Octavian Dumitru Pavel, Zăvoianu Rodica, Anca Cruceanu) a realizat activitatea 4.1. de dezvoltare experimentală ce a constat în finalizarea ridicării la scară a procesului de sinteză a noilor structuri de armare 2D pe bază de LDH şi structuri grafenice.

În cazul metodei de preparare prin co-precipitare valoarea pH-ului de-a lungul precipitării a fost menţinut la 10 în prezenţa unei suspensii apoase de oxid de grafenă (obţinută prin prelucrarea unui deşeu vegetal, rumeguş, care a fost transformat în cocs grafitizat prin tratare termică în curent de metan, puritatea a fost de 99.99%, care a fost ulterior utilizat pentru obţinerea oxidului de grafenă prin procedeul Hummers). Mai jos sunt prezentate câteva imagini ce prezintă parcursul de obţinere a oxidului de grafenă prin metoda Hummers.



$H_2SO_4 + NaNO_3$ $KMnO_4 + H_2O_2$ $H_2O_2 + HCl$ Oxid de grafenă

Au fost calculate consumurile de reactivi. S-au efectuat apoi teste pentru obținerea unor șarje de aditiv de ranforsare 2 D pe bază de LDH-modificat și oxid de grafenă (GO).

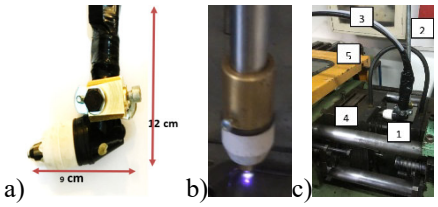
Concluzii

În etapa a 4-a (anul 2021), partenerul UB și-a îndeplinit în totalitate sarcinile și indicatorii de realizare care i-au revenit conform planului de realizare în cadrul subproiectului 1 al proiectului EMERG2IND. S-a livrat către coordonatorul subproiectului 1 – eșantionul **de aditiv hibrid și a participat la Workshopul organizat cu ocazia finalizării proiectului** unde, pe langă prezentările realizate, s-au pus bazele unor viitoare colaborări în ceea ce privește obținerea unor alte noi materiale din categoria prezentată mai sus.

4.2. Elaborare finalizată a unei soluţii pentru integrarea sistemului cu plasmă de presiune atmosferică într-un lanţ tehnologic de injecție(P2)

Integrarea sistemului cu plasma intr-un lant tehnologic de injecție

Pentru aceasta ultima etapa am folosit o sursa de plasma tip pistol cu plasma (plasma gun), cu electrozii si duza pozitionate la 90° (configuratie curbata) fata de axul sursei (figura 4.2.1 a). Aceasta sursa este adaptata sa functioneze in tensiune de radiofrecventa (RF) si este similara din punct de vedere electric cu sursa (de tip pistol drept configuratie axiala 0°- figura 4.2.1 b) folosita in fazele anterioare, avand acelasi tip de electrozi si distante interelectrodice. Sursa de plasma de tip pistol drept a fost construita pe baza unei surse in configuratie curbata, dupa ce a fost taiata si prelucrata si ulterior adaptata pentru functionarea in RF.



a) b) c)

Fig. 4.2.1 Imagini ale sursei de plasma (tip pistol) a) configuratie curbat cu sistem de prindere, c) configruratie dreapta - pistol drept; c) Imagini ale sursei de plasma montata intre placile matritei de injectie, cu sistem de pentru ajustarea distantei in partea superioara)-in imaginea din stanga sunt indicate 1-sursa de plasma, 2- parte din sistemul de prindere (bare filetate, bride de prindere, piese de imbinere la unghi; 3-conexiune gaze si tensiune de alimentare (furtun si cablu RF), 4-matrita de injectie si 5-suport culisant pe care se monteaza masa CNC.

Pentru integrarea sistemului cu plasma la presiune atmosferica intr-un lant tehnologic de injectie (figura 4.2.1d a- reperul) au fost proiectate si realizate piese de prindere si fixare a sursei de plasma (figura 4.2.1d a- reperul 2). Astfel, au fost realizate mai multe piese de imbinare la unghi drept care permit fixarea si reglarea grosiera a distantei dintre sursa de plasma si masa CNC utilizat pentru scanare. Dupa fixarea pe lantul tehnologic (figura 1d a-reperul 4), sursa poate fi controlata cu ajutorul masei de translatie CNC (fixata pe suportul din figura 4.2.1d a- reperul 5).

Dimensiunile sursei in configuratie curbata au permis integrarea acesteia pe masina de injectie. Distanta dintre duza sursei de plasma montata pe linia productie si suprafata matritei de injectie este de aproximativ 3 cm. Aceasta distanta este potrivita pentru tratamentele matritei, tinand cont de faptul ca testele anterioare au fost facute la distante intre 0.4-2 cm.

Studiul modificarilor induse pe epruvetele produse prin injectie

Datorita faptului ca matrita de injectie are un gabarit mare (dimensiuni si greutate), aceasta nu a putut fi investigata direct prin SEM/EDX, profilometrie, unghi contact etc. Modificarile survenite in urma tratarii cu plasma au fost evidentiate (in etapele anterioare) indirect prin tratarea unor suporti din otel sau DurAlumiu.

In acesta etapa, am facut masuratori de profilometrie pe epruvetele injectate cu ajutorul unei matrite uzate, tratata cu plasma in etapa anterioara-(zona tratata, figura 4.2.2a). Putem distinge 2 parti ale matritei, partea superioara (care este neteda) si cea inferioara (care este mai deteriorata). Zona tratata initial este marcata in figura 4.2.2a. In figura 4.2.2b sunt prezentate epruvetele corespunzatoare zonelor matritei din figura 4.2.2a). Rugozitatile epruvetelor (din figura 4.2.2b), au fost masurate cu ajutorul profilometrului (KLA Tencor P7) si sunt prezentate in tabelul de mai jos.

a) b) c)

Fig. 4.2.2 Imagini ale a) matritei tratate cu plasma, b) epruvetelor injectate cu matrita tratata, c) zona 2 tratata cu plasma

Dupa cum se poate observa in tabela de mai jos, in partea superioara (partea neteda/lucioasa) epruvetele au o rugozitate scazuta. In partea inferioara (partea mai deteriorata) epruvetele scoase din acesta zona sunt mult mai rugoase ~1 µm. In schimb am observat ca rugozitatea scade in zona unde s-a efectuat tratamentul cu plasma (zona tratata cu plasma ajuta desprinderea eficienta a epruvetelor).

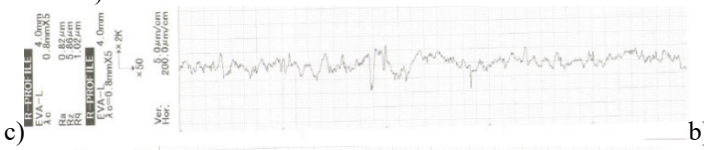
Tabel cu rugozitatile epruvetelor injectate cu matrita tratata cu plasma				
	Epruveta sup. nemodificata	Epruveta inf. netratata	Epruveta inf. Tratat1	Epruveta inf. Tratat2
Proba 3	0.27 µm	0.92 µm	**0.54 µm**	**0.66 µm**
Proba 27	0.32 µm	1.20 µm	**0.79 µm**	**0.77 µm**

Studiul modificarilor induse de tratamentul cu plasma pe suprfata matritei

Masuratorile de profilometrie realizate direct pe matrita de injectie s-au realizat cu ajutorul profilometrului portabil (Mitutoyo Sj-301 vezi figura 4.2.3).

a)

c)



b)

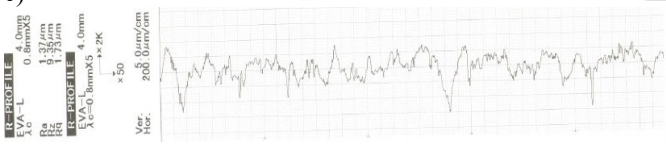


Fig. 4.2.3 Imagini a) ale varfului de masurare a rugozitatii, b) si c) exemple ale profilului suprafetei in zona netratata si tratata cu plasma

	Ra µm		**Ra µm**
Zona netratata	0.60	Zona 1 tratata	**1.5**
	0.90		**1.79**
Zona netratata	0.79	Zona 2 tratata	**1.37**
	0.82		**1.29**

Tot in aceasta etapa am reluat tratatamentul direct pe matrita de injectie cu plasma de Aer Comprimat (200 W, 5 scanari) -zona 2 vezi figura 4.2.2c.

Masuratorile de profilometrie efectuate direct pe matrita au aratat ca dupa tratamentul cu plasma rugozitatea creste (atat in zona 1, cat si in zona 2). Rezultate asemanatoare (cresterea) au fost observate si anterior in urma tratarii suportilor metalici de otel si DurAl. O analiza mai amanuntita a matritei ne duce spre urmatoarea ipoteza: aparitia in profil a unor deniveleri mari dupa tratament se datoreaza mai curand curatarii materialul organic (polymeric/PA) ce s-a aglomerat in mici defecte/denivelari ale matritei, dupa care au fost indepartate in urma tratamentului.

Concluzii

Am dezvoltat mai multe surse de plasma de mare putere (de tip pistol cu plasma) ce pot modifica usor suprafetele metalice. Montarea sursei pe mese de translatie CNC sau pe un brat robotic permite scanarea si tratarea de arii largi, iar dimensiunile acestei surse permit integrarea pe masina de injectie.

Pentru tratamentele cu un numar mai mare de o scanare, rugozitatea crește după tratarea în plasmă și depinde de numărul de scanări. Am identificat conditiile de tratament care pot conduce la modificarea si la curatarea diferitelor suprafete metalice (- pastile/tablete de rugozitati diferite), dar si matritelor reale de injectie. Am identificat conditiile de curatare a unui film de poliamida, gros de 1 mm chiar si dupa o singura scanare, deci fara a afecta suportul metallic.

Dupa tratarea cu plasma a suprafetelor metalice acestea devin imediat hidrofile. Fenomenul de imbatranire, conduce in timp la hidrofobizarea suprafetelor metalice, obținându-se unghiuri de contact de peste 120°.

Atât îndepărtarea carbonului rezidual, cât și hidrofobizarea suprafețelor tratate, îmbunătățesc proprietățile de suprafață ale matriței de injecție conducand la scăderea aderenței ulterioare a materialului plastic injectat.

4.3. Studiu toxicologic privind acțiunea particulelor grafenice și nongrafenice asupra celulelor epidermice. Elaborare Ghid metodologic privind prevenirea riscurilor legate de lucrul cu nanoparticule grafenice.

Obiectivul activității: Elaborarea unui ghid metodologic privind prevenirea riscurilor legate de lucrul cu nanoparticule grafenice.

Nanoparticulele grafenice sunt cunoscute pentru proprietățile lor fizico-chimice și biologice remarcabile, care le conferă un caracter optim pentru diferite aplicații. Aceste tipuri de materiale inovatoare au fost intens studiate astfel încât unele nanomateriale pot fi aplicate ca senzori ultrasensibili, catalizatori avansați, superadsorbanți și nanocompozite, ca

urmare a faptului că pot fi modificate pe scară largă. Cea mai des întâlnită cale de expunere la nanomateriale este prin inhalare, dar în funcție de tipul activităților și de sursă, expunerea se poate realiza și prin contact dermic, chiar și prin ingerare. Inhalarea conduce la depunerea nanomaterialelor pe traiectul căilor respiratorii datorită proprietăților aerodinamice și termodinamice ale particulelor. Totodată, gradul de depozitare a acestor particule în zona membranei respiratorii (bariera alveolo-capilară) depinde de efortul fizic și de respirația nazală sau bucală.

Un aspect important constă în faptul că aceste materiale de dimensiuni nanometrice, trecând prin bariera alveolo-capilară, pot ajunge în sânge și se pot transloca în alte organe. Cea mai des întâlnită cale de expunere la nanomateriale este prin inhalare, dar în funcție de tipul activităților și de sursă, expunerea se poate realiza și prin contact dermic, chiar și prin ingerare. Inhalarea conduce la depunerea nanomaterialelor pe traiectul căilor respiratorii datorită proprietăților aerodinamice și termodinamice ale particulelor.

Îmbrăcămintea tipică de laborator de chimie este recomandată atunci când se lucrează cu nanomateriale. De regulă, aceasta implică purtarea articolelor de îmbrăcăminte care să acopere pielea, cum ar fi pantaloni lungi, cămăși, încălțăminte.
Potențialul imens al nanotehnologiilor a condus la o creștere din ce în ce mai mare a activităților de cercetare și dezvoltare, astfel au creat o nouă clasă de materiale care sunt utilizate într-un domeniu larg de aplicații. Aceste noi proprietăți precum și creșterea producției industriale au generat îngrijorări cu privire la potențialele efecte adverse asupra sănătății umane. În acest fel, pentru o mai bună înțelegere a consecințelor celulare asupra expunerii directe a celulelor umane la aceste nanomateriale este o condiție prealabilă pentru utilizarea lor sigură și de succes în diferite aplicații.
Utilizarea nanoparticulelor la animale (studii *in vivo*) poate fi împărțită în trei segmente: administrare, creștere și eliminare. În ceea ce privește administrarea nanomaterialelor, aceasta se poate realiza prin injectare, caz în care nanoparticulele trebuie introduse intr-o suspensie, care poate fi injectată animalului aflat pe o suprafață acoperită cu hârtie absorbantă. Această hârtie trebuie aruncată de după fiecare probă/animal injectat. Dacă nanoparticulele sunt administrate oral sau prin aerosoli, atunci este recomandat ca procedura să aibe loc sub o nișă chimică (HEPA). Dacă administrarea se realizează prin mâncare, atunci în acest caz este necesar utilizarea unei cuști microizolatoare.
În ceea ce privește creșterea și depozitarea animalelor, acestea trebuie să fie adăpostite în condiții ABSL-2 (Animal Biosafety level -2), pentru primele 72 de ore după expunere. După această perioadă, animalele pot fi găzduite în condiții ABSL-1(Animal Biosafety level -1). Așternuturile și deșeurile trebuie ambalate și incinerate.
În ceea ce privește curățarea, aceasta presupune ca toate carcasele, așternuturile și alte materiale potențial contaminate să fie incinerate. Totodată, orice surplus de nanoparticule trebuie eliminat ca materiale periculoase.

4.4. Corelaţii morfostructurale/proprietăţi finalizate în diferitele faze ale lanţului tehnologic (P4)

După realizarea probelor pentru încercările la șoc (epruveta neutilizată) și la tracțiune (epruveta utilizată) se descriu măsurătorile XRD pentru observarea structurilor specifice celor două probe, a modificărilor ce apar în urma solicitarilor, respectiv evidențierea corelațiilor morfostructurale/proprietati finalizate în diferitele faze ale lanțului tehnologic. S-au analizat mai multe probe șoc și tracțiune cu concentrații diferite de structuri grafenice.

Proba martor din setul de probe de tracțiune (presare și rupere) are foarte evidente cele două peakuri și respective ale polimidei. Pe măsură ce are loc presarea se remarca favorizarea reorietărilor de fază, în corelație cu îmbunătățirea proprietăților mecanice și in special a modului pentru astfel de materiale compozite. Atât probele din zona de presare cât și cele din zona de rupere au FWHM mai mici decat cea a martorului (unde pentru martor FWHM al peakului este 3.487 și pentru este 3.892).

4.5. Integrare şi optimizarea finalizată a procedeului de obţinere pentru compozitele polimerice (IC)

In această etapă *obiectivul principal* al ICECHIM a fost de ***optimizare*** a ***tehnologiei de laborator*** pentru ***finalizarea integrării*** procedeului de obţinere şi de utilizare a materialelor compozite polimerice pe bază de grafenă şi/sau LDH la obţinerea de probe injectate. *Obiectivele specifice* au constat în:

- ridicarea la scara a tehnologiei de obţinere a concentratului pe bază de poliamida „biobased" (poliamidă obținută integral din surse bioregenerabile) (PA1010), nanografenă multistrat modificată și agent de compatibilizare (FN);
- testarea eficienţei concentratului pe bază de PA1010 la îmbunătăţirea proprietăţilor compozitelor pe bază de PA6 (cu şi fără 30% FS).
- optimizarea tehnologiei de laborator pentru obţinerea nanocompozitelor pe bază de bio-PA şi nanografenă şi validarea în condiţii de laborator la obţinerea de probe injectate.

Pe baza rezultatelor obţinute s-a elaborat *tehnologia de laborator optimizată* pentru obţinerea nanocompozitului pe bază de PA1010. Obţinerea nanocompozitului implică realizarea în prealabil a unui concentrat pe bază de PA1010 şi grafena multistrat, modificat şi apoi diluţia acestuia cu PA1010 până la obţinerea concentraţiei dorite de grafena multistrat în nanocompozitul final. Nanocompozitul (pe bază de PA1010 şi grafena multistrat) modificat, s-a considerat „*lot prototip"* şi s-a realizat într-o cantitate suficientă pentru obţinerea unor piese injectate, utilizate ca *demonstrator* al funcţionalităţii modelului experimental propus şi utilităţii acestuia la obţinerea de piese injectate. S-au injectat în condiţii de laborator diferite piese, cu diferite geometrii pentru a se urmări comportarea la injecţie a nanocompozitului. Piesele injectate, prezentate în Figura 4.5.9, sunt conforme, nu prezintă bavuri sau contracţii şi au aspect de suprafaţă corespunzător.

Fig. 4.5.9 Piese injectate in conditii de laborator (***Validare tehnologie)***

Concluzii

- S-a optimizat tehnologia de laborator pentru obţinerea nanocompozitelor pe bază de PA1010 şi grafena multistrat
- S-a obţinut lotul prototip pentru demonstrarea funtionalităţii şi utilităţii tehnologiei
- S-a validat tehnologia la obţinerea în condiţii de laborator de piese injectate

4.6. Diseminarea rezultatelor cercetării *(toţi partenerii).*

Conferinte -postere

1. S.D. Stoica, V. Marascu, C. Stancu, A. Bonciu, V. Satulu, G. Dinescu, A plasma method to decorate carbon nanomaterials with tungsten particles for sensor applications, 19th edition of the International Conference on Plasma Physics and Applications - CPPA, August 31-September 3, Magurele-Bucharest, Romania, 2021
2. M. Zarif, S.A. Yehia, B.I. Biţă, V. Marascu, S. Vizireanu, G. Dinescu, C. Corobea, Material- and gas-dependent changes induced by atmospheric pressure plasma treatments on metallic surfaces, 19th edition of the International Conference on Plasma Physics and Applications - CPPA, August 31-September 3, Magurele-Bucharest, Romania, 2021
3. A.M.I. Trefilov, B.I. Biţă, A.E. Bălan, S. Vizireanu, G. Dinescu, Plasma Functionalized Carbon Nanowalls as Microporous Layers in PEM Fuel Cells, 19th edition of the International Conference on Plasma Physics and Applications - CPPA, August 31-September 3, Magurele-Bucharest, Romania, 2021

Prezentări orale

1. EMRS Fall Meeting 2021, Submitted to symposium A
Alexandra M.I. Trefilov, B. I. Bita 1, S. Vizireanu, A. V. Filip 1, M. C. Dinca 1, B. A. Sava 1, G. Dinescu 1, A. Andronie, Plasma Functionalized Carbon Nanowalls as Microporous Layers in PEM Fuel Cells
2. NeXT-Chem, ''Tehnologii inovatoare trans-sectoriale", Ediția a III-a România-București 27-28 Mai 2021, ON THE BIOBASED POLYAMIDE WITH FLAME RETARDANT PROPERTIES, Monica CĂRĂULAŞU, Zina VULUGA, Cristian-Andi NICOLAE, George-Mihail TEODORESCU, Andreea AFILIPOAEI, Rodica ZAVOIANU, Octavian PAVEL, Alexandra Elisabeta STAMATE, Mihai Cosmin COROBEA
3. NeXT-Chem, ''Tehnologii inovatoare trans-sectoriale", Ediția a III-a România-București 27-28 Mai 2021, MECHANICAL PROPERTIES OF POLYAMIDE WITH HYBRID 2D REINFORCING AGENTS - Andreea Afilipoaei, Zina Vuluga, Augusta-Raluca Gabor, George-Mihail Teodorescu, Monica Cărăulașu, Rodica Zavoianu, Octavian Pavel, Alexandra Elisabeta Stamate, Marian Miculescu, Mihai Cosmin Corobea
4. 2nd Bucharest Polymer Conference Bucharest, ROMANIA - June 9-11, 2021, The nanomechanical behavior of Polyamide/Layered double hydroxide-melamine composites with flame retardant properties, George Mihail Teodorescu, Zina Vuluga, Mihai Cosmin Corobea, Nicoleta Levinta, Andreea Alexandra Mainea

Articole

1) N. Giagkasa, I. F. Micua, S. Vizireanub, N. Vasileb, B. I. Biţăb, V. Sătulub, S. Mihaia, A. M. Mantaa, D. L. Cursarua,* Tribological properties of ZrN coatings deposited by magnetron sputtering in reactive and non-reactive mode, Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures Vol. 16, No. 2, April - June 2021, p. 659 - 667
2) M. Marcu, Loredana Preda, S. Vizireanu, B. Bita, M. A. Mihai, T. Spataru, T. Acsente, G. Dinescu, N.Spataru, Enhancement of the capacitive features of WO3 supported on pristine and functionalized graphite by appropriate adjustment

of the electrodeposition regime Materials Science & Engineering B, sent to publication in march 2021, first revision September 2021
3) Zina Vuluga, Catalina-Gabriela Sanporean, Denis Mihaela Panaitescu, George Mihail Teodorescu, Mihai Cosmin Corobea, Cristian Andi Nicolae, Augusta Raluca Gabor, The Effect of SEBS/Halloysite masterbatch obtained in different extrusion conditions on the properties of hybrid polypropylene/glass fiber composites for auto parts, Polymers, sent to publication and first revision in September.
4) Alexandra Ciorîță, Michael Bugiel, Swathi Sudhakar, Erik Schäffer, Anita Jannasch, Single depolymerizing and transport kinesins stabilize microtubule ends, Cytoskeleton, Volume78, Issue5, (2021), Pages 177-184, https://doi.org/10.1002/cm.21681

Proiect 2 - Tehnologii noi și emergente pentru îmbunătățirea proprietăților termice a unor noi materiale auto (necesare în prelucrare, exploatare sau incendiu)

Pentru anul 2021 ca urmare a modificării finanțării și a planului de realizare al proiectului EMERG2IND, **obiectivul proiectului 2** este de a finaliza optimizarea performanței compozitelor obținute din poliamidă folosind categoria de noi aditivi ignifuganți selectată pe baza experimentelor efectuate în etapele anterioare. Conform planului de realizare modificat al proiectului în acest an s-au abordat activitățile de dezvoltare experimentală **4.7, 4.8, 4.10, 4.11,** activitatea de inovare **4.9** și activitatea de diseminare **4.12**. Partenerii **UB** și **INCDCP-ICECHIM** au colaborat la realizarea activității **4.7** de dezvoltare experimentală ce a avut ca scop selectarea compoziției de LDH modificat care conduce la cele mai bune proprietăți de ignifugant și au finalizat tehnologia de laborator pentru obținerea noilor materiale auto cu proprietăți termice îmbunătățite. Prin activitatea de inovare 4.9 partenerii **INCDPC-ICECHIM** și **UB** au depus la OSIM o cerere de brevet de invenţie intitulată: Compoziţie şi procedeu de obţinere, pe bază de poliamidă „BIOBASED", cu rezistenţă la foc îmbunătăţită", A2021/00077. În cadrul activității **4.8**, partenerul **INFLPR** finalizat procedeul experimental pentru depunerea de filme subțiri cu aditivi hibrizi pe substrat poliamidic. Atât aditivii hibrizi cât şi filmele depuse au fost caracterizate prin difracţie de raze X, SEM şi XPS. Partenerul **INCDTIM** a efectuat activitatea **4.10**, elaborând procedeul experimental pentru analize morfostructurale de suprafaţă şi caracterizarea prin spectroscopie Raman ale filmelor subţiri cu rol protector pe strat poliamidic (*care este indicator de rezultat și pentru activitatea 3.10/2020*). La activitatea **4.11**, partenerul **UCV** a elaborat ghidul de evaluare a materialelor hibride (*care este indicator de rezultat și pentru activitatea 3.11/2020*) prin corelarea rezultatelor investigărilor structurale și morfologice în masă cu proprietățile termice și ignifuge. Activitatea de diseminare **4.12** a constat în publicarea/trimiterea spre publicare a 1 articol într-o revistă ISI cu autori de la UB, INFLPR, INCDTIM și UCV și 4 participări la conferințe internaționale. De asemenea echipa UB a efectuat o ***vizită de lucru*** la UCV prin cecurile de dezvoltare a capacităţii instituţionale.

1. Cercetări finalizate privind optimizarea și performanța aditivilor cu matricile de tip bioplastic pe bază de poliamidă **(Activitatea 4.7.)** – **UB și INCDPCP-ICECHIM**

La UB au fot sintetizate încă 2 eșantioane de compuși aditivi hibrizi care au fost caracterizate din punct de vedere al compoziției chimice, spectroscopiei in infraroșu și Raman. Partenerul INCDCP-ICECHIM a sintetizat prin prelucrare în topitură în condiții dinamice nanocompozite pe bază de PA1010 cu aditiv hibrid cărora le-a fost determinat indicele de oxigen (LOI), la temperatura camerei, conform SR EN ISO 4589-2:2017. S-au determinat compozițiile optime ale aditivilor și nanocompozitelor.

Tehnologia de laborator pentru obținerea aditivilor ignifuganți

În tehnologia de laborator propusă prin prezentul proiect, conform fluxului tehnologic din figura 1 aditivii de ignifugare pe bază de compuși 2D tip hidrotalcit modificat se pot obține în două variante: în forma liberă caz în care prelucrarea se realizează conform fluxului tehnologic propus prin varianta *(1)* și în forma hibridă LDH-GO conform fluxului tehnologic propus prin varianta *(2)*.

În punctele de control analitic intermediar 1.1, 1.2, 2.1, 2.2 se monitorizează pH-ul și conductivitatea soluțiilor apoase, în punctul de control analitic intermediar A1.3. se prelevează probe de aditiv solid pentru caracterizare prin XRD, DRIFT și Raman, în punctul de control analitic intermediar A2.3. se prelevează pobe de suspensie GO pentru înregistrare spectru UV-Vis și dozare gravimetrică de GO. În punctul de control analitic final A_F – se face analizarea produsului obținut conform metodologiei descrise în ghidul de evaluare a materialelor hibride (vezi capitolul 4).

S-au specificat proprietățile materiilor prime, sticlăria și aparatura de laborator inclusă în tehnologia de laborator pentru obținerea aditivilor ignifuganți. S-au calculat consumurile specifice de reactivi și materiale auxiliare pentru obținerea a a 1 kg de poliamidă ignifugată cu aditivii de ignifugare 2D.

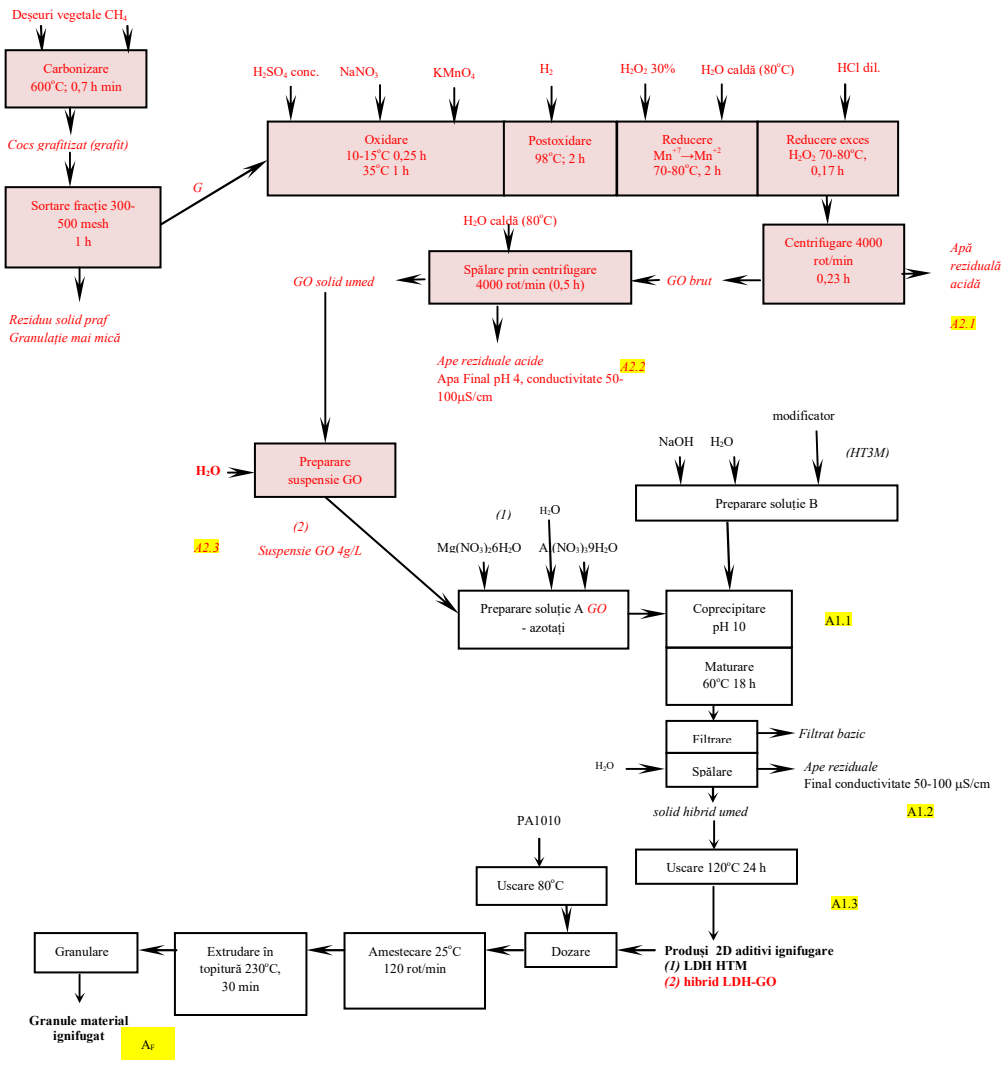


Figura 1. Schema tehnologiei de laborator pentru obținerea aditivilor ignifuganți – *(1)* cu text negru în casete albe –fluxul tehnologic pentru obținere aditiv anorganic LDH ; *(2)* cu text roșu în casete roz fluxul tehnologic urmat pentru obținerea aditivului de ignifugare hibrid, A1.1-A1.3, A2.1-A2.3 – control analitic intermediar ; A_F – control analitic final

2. Depunere finalizată pe substrat poliamidic de filme subțiri pe bază de aditivi ignifuganți **(Activitatea 4.8.)** – **INFLPR**

În cadrul etapei 4, colectivul de la INFLPR (Dr. Andreea Matei, Drd (Dr) Luminița Nicoleta Dumitrescu, Dr. Ruxandra Bîrjega, Dr. Maria Dinescu, Dr. Alexandra Maria Isabel Trefilov) a efectuat experimente de depunere laser pulsată (PLD) prin ablație laser pulsată (PLD) pornind de la ținte presate (pentru PLD) de hidroxizi dubli lamelari modificați cu metal tranziţional şi oxid de grafenă și a elaborat procedeul de lucru descris în cele ce urmează: Depunere prin tehnici laseri a filmelor/ acoperirilor cu rol protector. Aceasta metoda de depunere a filmelor subțiri se poate aplica unei game variate de materiale:pulberi (anorganice). Pentru realizarea procedeului experimental de depunere prin tehnici laser și pentru stabilirea condiţiilor optime de depunere s-au analizat comparativ rezultatele obținute anul trecut prin analizele XPS efectuate cu echipamentul ESCALAB Xi $^{+}$ (Thermo Scientific) pentru filme depuse pe substrat de Si (001) polizat [1], față de cele obţinute în acest an pentru depunerile pe substrate poliamidice. S-a urmărit evoluţia raportului atomic Mg/Al ce caracterizează componenta de hidroxid dublu stratificat, respectiv raportul modificator/Al ce evidenţiază elementul de modificare, a cărui prezenţă conferă filmului funcţionalitatea de acoperire protectoare ignifugantă.

3. Analize morfostructurale de suprafață finalizate ale filmelor subțiri cu rol protector pe substrat poliamidic preparate la activitatea 3.9 **(Activitatea 4.10.)** – **INCDTIM**

Act. 4.10- Analize morfostructurale de suprafata finalizate a filmelor subtiri cu rol protector pe strat poliamidic preparate act.3.9

Analiza compozitionala prin EDS a depunerilor pe substrat poliamidic de filme subțiri pe bază de aditivi ignifuganți

Pentru această activitate, colectivul de la INFLPR a efectuat experimente de depunere pein ablație laser pulsată (PLD) pornind de la ținte presate (pentru PLD) de hidroxizi dubli lamelari modificați cu metal tranziţional şi oxid de grafenă. În tabelul 1 sunt prezentate probele depuse prin PLD in care a fost variată lungimea de undă a laserului utilizată în procesul de depunere de la 1064 nm la 532 nm. Compozitia elementală a probelor a fost investigată folosind spectroscopia de raze X cu dispersie in energie (EDS) utilizând microscopul electronic de baleiaj Hitachi SU8230. Cartografia EDS a evidenţiat omogenitatea chimică bună a depunerilor şi absenţa impurităţilor. Straturile depuse prin ablaţie laser au fost investigate pentru determinarea calitativă şi cantitativă a elementelor chimice componente.
Putem afirma că lungimea de undă a laserului și forma fasciculului sunt un parametru important în depunerea filmelor prin PLD, deoarece interacțiunea dintre laser și țintă a determinat puternic caracteristicile filmului.

4. Investigări structurale și morfologice în masă a noilor materiale hibride pentru corelarea cu proprietățile termice și ignifuge **(Activitatea 4.11. Ghidul de evaluare a materialelor hibride**) – **UCV**

În această etapă, partenerul UCV a finalizat activitatea 4.11, elaborând un ghid de evaluare a materialelor hibride utilizate ca adiditivi de ignifugare în scopul reducerii numărului de analize, și al excluderii analizelor distructive, în fluxul de producție al pieselor sau reperelor din material compozit cu proprietăți ignifuge. Ghidul poate fi utilizat similar unui standard. Ghidul permite utilizarea tehnicii de difracție după procesul de eșantionare și verificarea calității compoziționale în unitățile de producție. In baza cercetărilor din proiectul 80PCCDI EMERG2Ind s-au dezvoltat corelații precise structură-proprietăți pentru clasele de materiale dezvoltate pe bază de hidrotalcit cu diferite substituții ionice, pentru îmbunătățirea proprietăților termice și de ignifugare în cazul poliamidei din surse bioregenerabile. Prin utilizarea ghidului și evaluarea calității compoziționale pentru atingerea proprietăților dorite, nu mai este necesară analiza distructivă prin termogravimetrie diferențială (TGA-DTG), nu mai este necesară analiza distructivă pentru verificarea indicelui limită de oxigen la ardere (LOI) și nu mai este necesară realizarea analizei distructive de ardere a eșantionului prelevat din piesă sau reper conform standardului de ignifugare UL-94. In urma unor mici adaptări acest ghid ar putea servi și pentru alte clase de compozite polimerice.
Ghidul a fost elaborat pe baza rezultatelor obținute cu difractometrul Shimadzu-6000 în care razele X aparțin cuprului Kα (cele de intensitate mare) și K_β (cele de intensitate mică). Difractometrul este cuplat printr-o interfață la calculator ceea ce îl face să fie ușor de manipulat. Acțiunea radiației K_β devine evidentă în pulberile cristaline la unghiuri 2θ mari. Înainte de a măsura o probă este necesară alinirea acestuia de fiecare dată când are loc experimentul (daily adjustment). Difractometrul de raze X conține două configurații de utilizare și anume: Bragg-Bretano și Thin Film.

5. Diseminarea pe scară largă a rezultatelor cercetării **(Activitatea 4.12.**) – **UB, UCV, ICECHIM, INFLPR, INCDTIM**

Rezultatele obţinute în această activitate au fost diseminate în trimiterea pentru publicare a unui articol, contribuţii ştiinţifice la **4** conferinţe internationale și depunerea unei cereri de brevet după cum urmează:

1 Articol trimis spre publicare la revista **MOLECULES**:

(UB, UCV, INFLPR, INCDTIM) - Alexandra-Elisabeta STAMATE, Octavian-Dumitru PAVEL, Rodica ZĂVOIANU, Ioan-Cezar MARCU, Mariana OSIAC, Ruxandra BÎRJEGA, Andreea MATEI, Marius DUMITRU, Ioana-Andreea BREZEȘTEAN, The influence of the preparation method on the physico-chemical properties and catalytic activities of Ce-modified LDH structures used as catalysts in condensation reactions

4 comunicări (1 key-note, 2 flash presentation și 1 poster)

1. **(UB-INFLPR)** Octavian D. PAVEL*, Rodica ZĂVOIANU, Ruxandra BÎRJEGA, Vasile I. PÂRVULESCU Tailoring lamellar materials: a crucial key for enhancing their catalytic efficiency in the synthesis of fine chemicals

7th UK Catalysis Conference, 6-8th January 2021, Belfast, UK - Key Note

2. **(UB-ICECHIM-UCV)** Alexandra-Elisabeta STAMATE, Rodica ZĂVOIANU*, Octavian-Dumitru PAVEL*, Mihai-Cosmin COROBEA, Mariana OSIAC, Nicoleta CIOATERĂ, Florin MICULESCU - Synthesis, characterization and catalytic activity of Mg3Al0.75Ce0.25-LDH-GO composites - 5th International Conference on Catalysis and Chemical Engineering, San Francisco, CA, USA February 22-26, 2021 (CCE-2021)- Flash presentation and poster
3. **(UB)** - Silvana-Denisa MIHĂILĂ, Octavian-Dumitru PAVEL*, Rodica ZĂVOIANU, Bogdan COJOCARU, Bogdan JURCA, Vasile I. PÂRVULESCU, Organic alkalis as a viable alternative to conventional inorganic one in the hydrotalcite-type materials synthesis pathways, Horyzonty Nauki Forum Prac Dyplomowych, June 7-8, 2021, Warsaw, Poland - Flash presentation and poster
4. (**INCDTIM-UB)** Ioana Andreea BREZEȘTEAN, Daniel MARCONI, Andreea COLNIȚĂ, Alexandra CIORÂȚĂ, Mihai-Cosmin COROBEA, Alexandra-Elisabeta STAMATE, Octavian-Dumitru PAVEL, Rodica ZĂVOIANU, Ioan TURCU, Spectroscopic and microscopic investigations of the graphene oxide influence on hybrid powder products based on LDH structures, 13th International Conference PROCESSES IN ISOTOPES AND MOLECULES Cluj-Napoca 2021, prezentare poster

Cerere de brevet înregistrată la OSIM Romania Nr. A2021/00077

(**ICECHIM+UB** – activitatea 4.9.) Mihai Cosmin COROBEA, Zina VULUGA, Rodica ZĂVOIANU, Octavian Dumitru PAVEL, George Mihail TEODORESCU, Andreea AFILIPOAEI, Alexandra Elisabeta STAMATE, Anca CRUCEANU
Compoziţie şi procedeu de obţinere, pe bază de poliamidă "BIOBASED", cu rezistenţă la foc îmbunătăţită

6. Concluzii

În concluzie, cercetările efectuate în cadrul proiectului 2 în etapa din 2021 au dus la elaborarea tehnologiei de laborator pentru obținerea compoziției de aditiv de ignifugare anorganic cu concentrația optimă de metal tranzițional modificator în structura LDH și a unui aditiv hibrid pe bază de compus LDH-modificat cu concentrația optimă de oxid de grafenă. S-a elaborat procedeul de lucru finalizat pentru depunerea prin metoda PLD a aditivului hibrid pe suport poliamidic. A fost elaborat ghidul de evaluare a materialelor hibride utilizate ca aditivi de ignifugare în scopul reducerii numărului de analize, și al excluderii analizelor distructive, pe baza etalonării ce corelează raportul dintre ariile peakurilor din spectrele XRD de la pozițiile $2\theta = 11{,}6^{o}$ și $2\theta = 21^{o}$ cu valorile LOI și clasa de ignifugare a materialului. A fost trimis spre publicare 1 articol la o revistă cotată ISI, au existat 4 participări la manifestări științifice internaționale şi s-a efectuat o vizită de lucru prin cecurile de dezvoltare a capacităţii instituţionale. Prin urmare, s-au atins toate obiectivele şi indicatorii de realizare asumate/asumaţi prin planul de realizare al proiectului EMERG2IND conform actului adiţional pe 2021.

Referințe bibliografice

[1] Raport proiect 2 EMERG2IND etapa 3/2020
[2] Raport proiect 2 EMERG2IND etapa 1/2018
[3] S. Miyata, Clays and Clay Minerals 23 (1975) 369-375.
[4] Q.-S. Du, D.-P. Li, S.-Y. Long, P.-D. Tang, F.-L. Du, H.-L. Huang, J. Dai, N.-Z. Xie, Q.-Y. Wang, R.-B. Huang, Diamond & Related Materials 90 (2018) 109-115.
[5] F. Cavani, F. Trifiró, A. Vaccari, Catalysis Today 11 (1991) 173-301
[6] R. Zăvoianu, R. Bîrjega, O.D. Pavel, A. Cruceanu, M. Alifanti, Applied Catalysis A: General 286 (2005) 211-220.
[7] J.T. Kloprogge, R.L. Frost, Journal of Solid State Chemistry 146 (1999) 506-515.
[8] J.T. Kloprogge, R.L. Frost, L. Hickey, Journal of Raman Spectroscopy 35 (2004) 967-974.
[9] C.N.R. Rao, Chemical Applications of Infrared Spectroscopy, Academic Press, New York, 1963.
[10] S.Y. Toh, K.S. Loh, S.K. Kamarudin, W.R.W. Daud, Chemical Engineering Journal 251 (2014) 422-434.
[11] A.C. Ferrari, J.C. Meyer, V. Scardaci, C. Casiraghi, M. Lazzeri, F. Mauri, S. Piscanec, D. Jiang, K.S. Novoselov, S. Roth, A.K. Geim, Physical Review Letters 97 (2006) 187401.

PROIECT COMPONENT 3 ”Tehnologii noi si emergente pentru securizarea si trasabilitatea pieselor auto”

Activitatea 4.13. Prepararea si caracterizarea finalizata a nanocompozitelor LDH modificate cu sistem fotocromic
Activitatea 4.14. Caracterizare finalizata a nanocompozitelor preparate la act. 3.13.
Activitatea 4.15 - Depunerea finalizată de filme metalice subţiri cu grosimi controlabile prin MBE în vid ultra-înalt
Activitatea 4.16 Caracterizarea finalizată a nanocompozitelor şi a filmelor subţiri
Activitatea: **4.17.** Verificarea finalizata a proceselor de depunere pe alte suprafete si caracterizarea filmelor depuse la activităţile 3.18 si 3.19
Activitatea 4.18. Optimizarea finalizată a proprietăţilor structurale şi topografice ale filmelor obţinute la activitatea 4.15 în urma caracterizării morfologice prin tehnici avansate
Activitatea 4.19. Diseminarea rezultatelor cercetării.

Activităţile 4.13, 4.14, 4.16 şi 4.17
Aceste activităţi s-au desfăşurat în colaborare între partenerii CO-ICECHIM, P1-UB, P2-INFLPR şi P4-UCv.
Colorantul fotocromic folosit cadrul acestui proiect este un colorant cu structura spirooxazinica (SO) şi a fost sintetizat de **CO-ICECHIM.**
Studiilor anterioare au evidenţiat că pentru depunerea asistată laser a acestui colorant fotocromic este necesară «protejarea» colorantului faţă de mediu. Colorantul este, pe deoparte, sensibil la polaritatea mediile în care se aplică şi interacţioneaza cu matricile în care se înglobează iar, pe de alta parte, colorantul este instabil în fascicul laser. Din aceste cauze, pentru a obţine filme subţiri prin tehnici laser s-a ales metoda evaporării laser asistată de o matrice (MAPLE) cunoscută ca metoda «blânda» de depunere laser.
Doua metode de «protejare» a colorantului fotocromic s-au dovedid eficiente şi au asigurat trasferul proprietăţilor de fotoluminiscenţa filmului depus. Una, este cea a microîncapsulării într-o rășină. Metoda a fost dezvoltată de **CO-ICECHIM.** Cea de-a doua metodă este prin intercalarea în structura lamelară a unui hidroxid dublu stratificat (SO-LDH), metodă propusă şi dezvoltată de partenerul **P1-UB** pentru care a elaborat au elaborat un **procedeu de lucru** finalizat de preparare a nanocompozitului de LDH modificat cu sistem fotocromic.
Procedeul de lucru elaborat de Dr.ing Rodica Zăvoianu si Dr. Octavian Dumitru Pavel propune metoda reconstrucţiei pentru înglobarea sistemului fotocromic.
Cele două pulberi au fost caracterizate şi folosite ca ţinte pentru depunerea prin MAPLE. Caracterizările materialelor sintetizate au fost realizate de **P1-UB, P2-INFLPR si P4-UCraiova**.
Sau comparat rezultatele obţinute pentru filmele depuse din pulberile cu colorant fotocromic preparate prin cele două metode optimizate prin difracitie de raze X si spectroscopie FTIR observându-se defiecare dată rolul jucat de cele doua matrici «gazdă»
Pentru depunerile din filme prin MAPLE a fost utilizat un laser cu mediu optic solid, de tip Nd:YAG al 266 nm, **P2-INFLPR** optimizând protocolul experimental elaborat în cadul Etapei 2. Imagini din timpul depunerii prin MAPLE sunt prezentate in Figura 1.

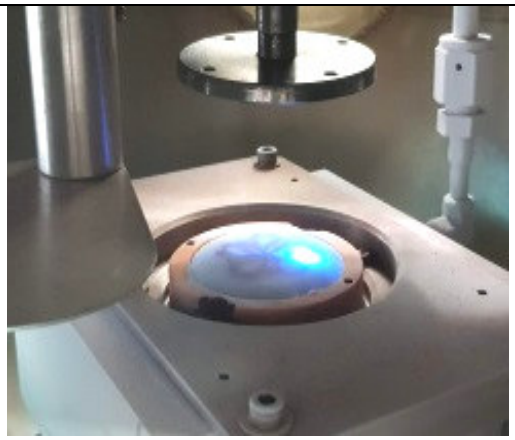
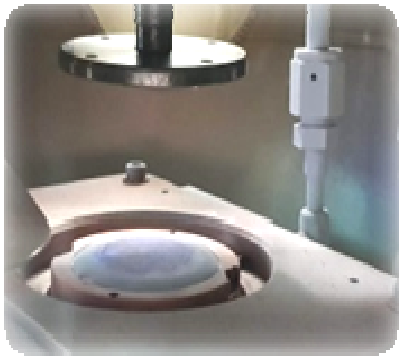
	
a)	**b)**

Figura 1. Imagini din timpul depunerii MAPLE a: a)sistemului fotocromic încapsulat în rășină ; b) înglobat ître-un hidroxid dublu stratificat.

Datele FTIR indică că structura chimică se se păstrează în urma trasferului laser în filme.
Răspunsul fotoluminescent al celor două filme după excitarea cu un laser la 420 nm este intens, în domeniul UV, UV-apropiat ca cel al pulberilor din care provin, în special pentru film din hidroxid dublu stratificat modificat cu colorant.

Activitatea 4.15 - Depunerea finalizată de filme metalice subţiri cu grosimi controlabile prin MBE în vid ultra-înalt

Activitatea a fost desfăşurata de partenerul P3-INCDTIM a fost începută în etapa anterioară (activitatea 3.15) și a avut drept scop **optimizarea procesului de depunere de filme de argint (Ag) cu grosimi controlabile** (30 nm, 60 nm și 90 nm) pe codurile QR fabricate în substraturi transparente şi flexibile de IPS® **folosind** tehnica de **epitaxie cu fascicul molecular (MBE),** în condiţii de vid ultra-înalt (~10^{-10} mbar) utilizând sistemul MBE (Lab - 10 MBE, Omicron GmbH). În această etapă, această activitate s-a continuat cu **(i)** depunerea folosind MBE de filme subțiri de Ag cu grosimi de 30 nm, 60 nm și 90 nm pe coduri QR imprintate în Topas și Zeonor (procesele de imprintare au fost optimizate in cadrul activității 2.22) și **(ii)** depunerea folosind MBE de filme subțiri de aur (Au) cu grosimi de 30 nm, 60 nm și 90 nm pe coduri QR imprintate în Topas și Zeonor (procesele de imprintare au fost optimizate in cadrul activității 2.22).

Activitatea 4.18 - Optimizarea finalizată a proprietăţilor structurale şi topografice ale filmelor obţinute la activitatea 4.15 în urma caracterizării morfologice prin tehnici avansate

Au fost depuse filme de Au și Ag cu grosimi controlabile (30 nm, 60 nm și 90 nm) pe codurile QR fabricate în substraturi transparente și flexibile de QR@Topas si QR@Zeonor. Depunerea s-a realizat folosind tehnica de depunere MBE în vid ultra-înalt. Au fost găsite valorile optime pentru filmele de Ag in urma caracterizării morfologice prin microscopie electronică de baleiaj (SEM). Măsurătorile SEM au fost efectuate folosind un sistem dedicat UHR Hitachi SU-8230, la o tensiune de accelerare de 10 kV, în configurație perpendiculară.

Imaginile SEM a substraturilor imprintate și metalizate prezintă o depunere continuă a filmelor de Au și Ag. O dată cu creșterea grosimii, modul de depunere de tip insular se transformă în depunere de tipul strat cu strat, pentru ca în cazul filmului de 90 nm depunerea să se facă atât strat cu strat cât și insular.

Un ultim scop în acest proiect a fost încercarea de a citi informația înmagazinată în codul QR din probele de QR@Zeonor și QR@Topas acoperite cu filme de Au și Ag. Acest proces s-a realizat folosind un telefon mobil marca Samsung A40 dotat cu cameră foto cu rezoluția de 25MP.

Citirea informației s-a făcut cu succes doar în cazul codului QR imprintat în Zeonor și metalizat cu un film de 30 nm cu Au. Imagini cu proba citită și cu informația citită sunt prezentate în Figura 2.

Figura 2. Cititea informației cu ajutorul telefomului pentru codul QR imprintat în Zeonor și metalizat cu un film de 30 nm cu Au

În concluzie, un film subțire usor transparent și reflectorizant face posibilă citirea facilă a unei etichete nanostructurate de tipul codului QR care poate conține detalii asupra produsului pe care eticheta este aplicată, asigurând autenticitatea lui și trasabilitatea pe piață. Rezultatele obținute fac ca aceste nanostructuri să fie potrivite pentru fabricarea de etichete anti-falsificare pentru a ajuta companiile și consumatorii să identifice autenticitatea / trasabilitatea produselor.

Activitatea: Act 4.19 Diseminarea rezultatelor cercetării.

Rezultatele obţinute în această activitate au fost diseminate printr-un articol ISI (**P3-INCDTIM**) si o lucrarea prezentate la EMRS 31May-4 June 2021 virtual conference **(CO-ICECHIM, P1-UB, P2-INFLPR)**

Articol:

1. Adrian Calborean, Alia Colniță, Ioana Grosu, Ioana Brezeștean, Roxana-Diana Pașca, Lucian Barbu-Tudoran, Daniel Marconi, The adhesion of L-methionine amino acid through Dip Pen Nanolithography on silver thin films grown by Molecular Beam Epitaxy technique, Journal of Molecular Structure 1244 (2021) 131247, https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2021.131247

lucrare la EMRS 31May-4 June 2021 virtual conference:

2.Nicoleta Dumitrescu, A. Matei, R. Birjega, A.I. Trefilov, M. Ionita, M. Dinescu, M. Secu, A. Marinescu , V. Raditoiu, M.C. Corobea, R. Zavoianu, Smart Systems Applications of Photochromic Dyes-LDH Thin Films Processed via Laser Techniques, Symposium H : Laser material processing: from fundamental interactions to innovative applications

De asemenea echipa INCDTIM a efectuat o vizită de lucru la INFLPR prin cecurile de dezvoltare a capacităţii instituţionale.

In concluzie în Etapa 4 echipa alcătuită din toţi participanţii la consorţiu a realizat :

-filme cu răspuns fotoluminescente din colorant fotocromic stabile în mediul exterior (**INFLPR, ICECHIM, UB, UCv**) elaborând **procedeul de lucru** pentru preparea unei pulberi de LDH modificată sistem fotocromic

- film subțire semi-transparent și reflectorizant care face posibilă citirea facilă a unei etichete nanostructurate de tipul codului QR (**INCDTIM**) cu elaborarea unei **metode experimentale** pentru depunerea preliminară de filme metalice subţiri cu grosimi controlabile prin epitaxie cu jet molecular (MBE) în vid ultra-înalt şi a unui **procedeu experimental** de optimizare a proprietăţilor structurale şi topografice ale filmelor obţinute în urma caracterizării morfologice prin tehnici avansate.

S-au îndeplinit astfel toate obiectivele propuse în planul de lucru propus pentru anul 2021.