

**Raport științific final**  
**(2020 - 2022)**

|                                          |                                                                                                                                                                                                                                             |
|------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>Competiția:</b>                       | <b>Proiect de transfer la operatorul economic – PTE 2019</b>                                                                                                                                                                                |
| Nr. Contract:                            | 49/2020                                                                                                                                                                                                                                     |
| Cod proiect:                             | PN-III-P2-2.1-PTE-2019-0400                                                                                                                                                                                                                 |
| Domeniul de cercetare:                   | 2.3 - Securitate                                                                                                                                                                                                                            |
| Titlul                                   | Pelicle detașabile pentru decontaminarea metalelor grele si radionuclizilor                                                                                                                                                                 |
| Acronim:                                 | StripCoat-HMR                                                                                                                                                                                                                               |
| Data începere proiect:                   | 18/09/2020                                                                                                                                                                                                                                  |
| Data finalizare proiect:                 | 16/09/2022                                                                                                                                                                                                                                  |
| Durata (luni):                           | 24                                                                                                                                                                                                                                          |
| Buget total:                             | 1.488.000,00                                                                                                                                                                                                                                |
| Sursa 1 Bugetul de stat                  | 1.189.000,00                                                                                                                                                                                                                                |
| Sursa 2 Alte surse atrase (cofinanțare): | 299.000,00                                                                                                                                                                                                                                  |
| Pagina web proiect:                      | <a href="https://www.stimpex.ro/single-post/pelicle-detasabile-pentru-decontaminarea-metalelor-grele-si-radionuclizilor">https://www.stimpex.ro/single-post/pelicle-detasabile-pentru-decontaminarea-metalelor-grele-si-radionuclizilor</a> |
| Instituția coordonatoare:                | STIMPEX S.A.                                                                                                                                                                                                                                |
| Director de proiect:                     | Ing. Marcel ISTRATE                                                                                                                                                                                                                         |
| Partener 1 proiect (P1):                 | Academia Tehnică Militară „Ferdinand I”                                                                                                                                                                                                     |
| Partener 2 proiect (P2):                 | Institutul National de Cercetare-Dezvoltare pentru Chimie si Petrochimie - ICECHIM                                                                                                                                                          |
| Partener 3 proiect (P3):                 | Centrul de Cercetare Științifică pentru Apărare CBRN si Ecologie                                                                                                                                                                            |

**1. *Prezentare generală a realizării obiectivelor proiectului, cu punerea în evidență a rezultatelor și gradul de realizare a obiectivelor. Prezentarea trebuie să includă explicații care să justifice diferențele (dacă există) dintre activitățile preconizate și cele realizate.***

**Scopul proiectului StripCoat-HMR a constat în transferul unei tehnologii inovatoare de decontaminare, ce presupune utilizarea unor pelicle polimerice exfoliante pentru decontaminarea metalelor grele și radioactive, dinspre mediul academic, către partenerul industrial STIMPEX S.A.** Aceste pelicle polimerice au capacitatea de a îngloba agentul contaminant (metale grele sau metale radioactive) și de a-l înlătura, odată cu detașarea lor, de pe suprafața contaminată. Peliculele polimerice investigate în cadrul acestui proiect au fost obținute din soluțiile de decontaminare realizate la scara de prototip industrial, printr-o modalitate de sinteză verde. Soluțiile de decontaminate astfel sintetizate pot fi aplicate prin pulverizare sau vor putea fi întinse cu ajutorul unei role sau pensule, iar după uscare, peliculele obținute vor putea fi detașate prin simpla lor exfoliere, îndepărtând astfel totodată și agentul contaminant înglobat în matricea polimerică a acestora.

În vederea îndeplinirii scopului acestui proiect, au fost stabilite următoarele **obiective generale** ale proiectului:

- ❖ **Dezvoltarea unui prototip cu nivelul de maturitate tehnologică TRL 6** (bazat pe cel de nivel TRL 4, realizat deja de Academia Tehnică Militară „Ferdinand I”), capabil să susțină experimentele necesare elaborării tehnologiei de fabricare a soluțiilor de decontaminare pentru metale grele și radioactive;
- ❖ **Fabricarea** unor șarje reproductibile (în serie mică) de soluții polimerice pentru decontaminarea metalelor grele și radioactive, de către STIMPEX S.A.;
- ❖ **Testarea și optimizarea** prototipului la exigențele nivelului de maturitate tehnologică TRL 6; Totodata, au fost stabilite **obiective specifice**, după cum urmează:

**O1.** Analiza tehnologiei de laborator și transferul cunoștințelor către partenerul economic în vederea proiectării și execuției instalație pilot de fabricare a lotului prototip industrial

**O2.** Probe tehnologice și funcționale cu instalația pilot de fabricare urmată de execuția, testarea și evaluarea lotului prototip industrial.

**O3.** Evaluare de dezvoltare în vederea omologării lotului prototip industrial și întocmirea raportului final

**O4.** Diseminarea rezultatelor științifice ale proiectului prin mijloace specifice și eligibile, protecția drepturilor de proprietate intelectuală și gestionarea riscurilor.

În vederea **realizării obiectivelor generale și specifice ale proiectului de față** s-au parcurs următoarele etape de lucru:

✓ **Etapa I pe 2020 : Analiza tehnologiei de laborator și transferul cunoștințelor către partenerul economic în vederea proiectării și execuției instalație pilot de fabricare a lotului prototip industrial**

**În etapa I/2020 au fost stabiliți parametrii tehnici pentru fabricarea prototipului industrial, constând în analiza tehnologiei de fabricație a prototipului de cercetare, a fost dezvoltată specificația de fabricație** (constând de fapt în Specificația de dezvoltare - valabil model experimental, respectiv Specificația de dezvoltare - valabil prototip industrial), a fost elaborată **documentația de execuție a instalației pilot de obținere a soluțiilor de decontaminare** și a fost realizată **pagina web** a proiectului. **Etapa unică din anul 2020 a atins următoarele obiective:**

1. *Analiza tehnologiei de fabricație a prototipului de cercetare prin sinteza și caracterizarea soluțiilor de decontaminare la scară de laborator și ulterior, la nivel industrial.*

2. *Stabilirea parametrilor tehnici privind fabricarea prototipului industrial.*

3. *Realizarea instalației pilot de fabricație a prototipului industrial*

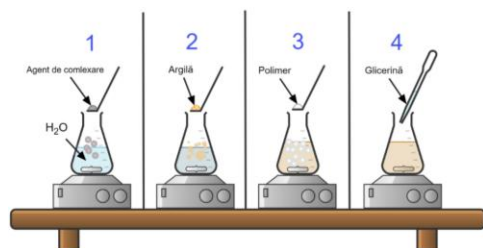
**În vederea proiectării și execuției instalației pilot de fabricare a lotului prototip industrial, au fost obținute pelicule detașabile pentru decontaminarea metalelor grele și radionuclizilor parcurgând următoarele etape: Sinteza soluției de decontaminare, aplicarea soluției pe suprafața contaminată, uscarea și exfoliereafilmului polimeric.** Pentru metoda de decontaminare a metalelor grele și radioactive propusă pentru a fi transferată către STIMPEX S.A, s-a ales utilizarea unor materii prime ieftine, netoxice și biodegradabile: alcoolul polivinilic, bentonita, glicerina și agenți de complexare specifici (Tabel 1).

| Tabel 1: Materii prime pentru sinteza soluțiilor din care se obțin peliculele pentru decontaminare |                       |                                              |                       |                                                                                                    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|----------------------------------------------|-----------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Nr. crt.                                                                                           | Materii prime         | Denumire chimică                             | Proporții amestec [%] | Caracteristici principale                                                                          |
| 1                                                                                                  | Matrice polimerică    | Alcool polivinilic                           | 10                    | Pudră granulară de culoare albă; Grad de hidroliză 98-99%, Masa moleculară medie 85,000-124,000 Da |
| 2                                                                                                  | Agenți de complexare* | Acid etilendiaminotetraacetic, sare disodică | 0.5                   | Pudră fină de culoare albă, puritate > 99%                                                         |
|                                                                                                    |                       | Acid iminodisuccinic, sare tetrasodică       | 0.5                   | Pudră fină de culoare albă, puritate > 78 %                                                        |
| 3                                                                                                  | Argilă                | Bentonită hidrofilă nanoparticule            | 1%                    | Pudră fină de culoare bej, Dimensiunea particulelor ≤ 25μm                                         |
| 4                                                                                                  | Plastifiant           | Glicerină anhidră pa                         | 5                     | Lichid vâscos incolor, Densitate relativă la 20 °C: 1,262 ± 0,002 g/ml                             |
| 5                                                                                                  | Solvent               | Apă                                          | 83.5                  | Apă distilată                                                                                      |

\* poate fi utilizat oricare dintre cei doi agenți de complexare

**Procesul de sinteză al soluțiilor de decontaminare presupune 4 etape simple:** Într-un pahar Erlenmayer, așezat pe o plită de încălzire cu agitare magnetică, s-a adăugat apă distilată și agentul de complexare. Soluția a fost menținută sub agitare timp de 20 min cu 300 rpm, la temperatura camerei, până la dizolvarea completă a acestuia. În soluția astfel obținută, s-a adăugat argila, apoi amestecul a fost

menținut sub agitare timp de 24h cu 500 rpm, la temperatura camerei. Polimerul a fost adăugat treptat în soluția menținută continuu sub agitare (500 rpm) pentru a nu se aglomera, iar amestecul a fost încălzit și menținut sub agitare (500 rpm) la 90 °C pentru încă 4h, până la solubilizarea completă a polimerului. În



ultima etapă, s-a adăugat plastifiantul, s-a oprit încălzirea și soluția a mai fost agitată încă 30 min cu 500 rpm. Soluția astfel realizată a fost acoperită și lăsată să se răcească înainte de a fi depozitată. **Schema instalației de sinteză a soluției de decontaminare la scară de laborator** este prezentată în Figura 1.

**Figura 1 - Schema instalației de sinteză a soluției de decontaminare la scară de laborator**



Soluțiile de decontaminare sintetizate (figura 2) la nivel prototip industrial în cadrul acestui proiect, au îndeplinit o serie de **cerințe tehnice**, din care rezultă **parametrii tehnici** specifici (tabel 2).

**Figura 2 – Soluție de decontaminare (aplicarea soluției pe suprafața contaminată, uscarea și exfolierea filmului polimeric)**

| <b>Tabel 2 - Parametri tehnici ai prototipului industrial</b> |                                   |                                                                                         |
|---------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>Caracteristici ale prototipului industrial</b>             | <b>Proprietăți analizate</b>      | <b>Valori optime (impuse prototipului industrial)</b>                                   |
| Modul de aplicare a soluției pe suprafețele contaminate       | Vâscozitatea                      | <b>0,3 – 0,5 Pa*s</b>                                                                   |
| Formarea peliculei exfoliante                                 | Viteza de evaporare               | <b>&gt; 1 mg/min</b>                                                                    |
| Caracterizare structurală a peliculei                         | „Ampranta” FT-IR                  | <b>Cf. spectrului de referință furnizat**</b>                                           |
| Comportamentul peliculei la solicitări termice                | Temperatura de tranziție vitroasă | <b><math>T_g &lt; 15\text{ }^{\circ}\text{C}</math></b>                                 |
|                                                               | Temperatura de descompunere       | <b><math>T_d &gt; 250\text{ }^{\circ}\text{C}</math></b>                                |
| Comportamentul peliculei la solicitări mecanice               | Rezistența la rupere              | <b><math>\sigma &gt; 6\text{ MPa}</math></b>                                            |
|                                                               | Aderența                          | <b><math>F_{\min} \text{ dezlipire} &gt; 0.3\text{ N}</math></b>                        |
| Capacitatea de decontaminare a peliculei exfoliante           | Factorul de decontaminare         | <b><math>FD &gt; 90\text{-}95\%</math></b><br>(de preferat, chiar de la prima aplicare) |

\*\* *spectrul de referință se regăsește în Raportul privind stabilirea parametrilor tehnici pentru fabricarea prototipului industrial (informații incluse în RST-ul partenerului P1 - ATMFI)*

**Stabilirea specificației tehnice de fabricație pentru prototipul industrial presupune dezvoltarea tehnologiei de fabricație a nanocompozitelor polimerice exfoliante utilizate pentru decontaminarea metalelor grele și/sau radioactive.** Prepararea soluțiilor de decontaminare a fost realizată în șarje (ca proces discontinuu) și a presupus o succesiune de etape de dozare și amestecare/omogenizare. Soluțiile de decontaminare au fost obținute în patru etape: 1. solubilizarea agentului de complexare; 2. dispersarea argilei; 3. solubilizarea polimerului și 4. solubilizarea plastifiantului. Decontaminarea s-a realizat în trei pași simpli: aplicarea soluției de decontaminare pe suprafața contaminată, uscarea și exfolierea peliculelor (suprafața va fi astfel decontaminată). **Specificația tehnică de fabricație** are la bază cele două specificații de dezvoltare elaborate de către P1 – ATMFI, **Specificația de dezvoltare (valabil model experimental)**, respectiv **Specificația de dezvoltare (valabil prototip industrial)**. Succesiunea operațiilor tehnologice este descrisă prin fluxul tehnologic prezentat în Figura 3.

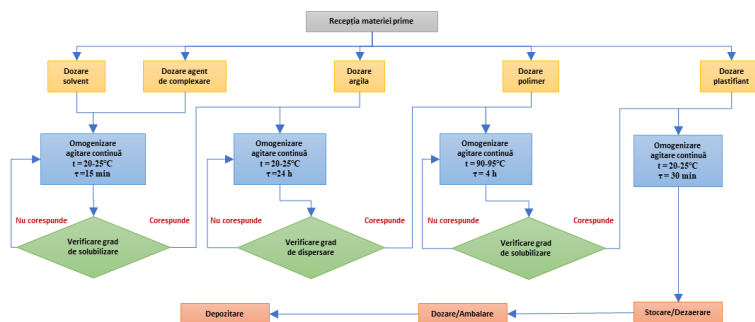


**Figura 3 – Ilustrare schematică a fluxului tehnologic de obținere a soluțiilor de decontaminare**

Pornind de la modelul de instalație de preparare a soluției la scară de laborator (Figura 2) s-a propus o instalație de sinteză la scară pilot a soluției de decontaminare, ilustrată schematic în Figura 4. Pentru realizarea amestecului decontaminant sunt

necesare: 5 dozatoare pentru materiile prime (D1-D5); un reactor pentru dizolvare (R1) prevăzut cumanta pentru încălzire, sistem de control al temperaturii și agitator cu turație variabilă (100rpm - 1000rpm); un rezervor pentru stocarea soluțiilor obținute (R2) care să ofere și posibilitatea de a doza soluția de decontaminare direct în ambalajele specifice (R3).

Pentru a realiza șarje a câte 100 kg de soluție de decontaminare, în prima etapă s-au introdus 83.5 litri de apă distilată (D1) în reactorul pentru dizolvare (R1). Turația agitatorului a fost setată la 300-500 rpm și s-a adăugat 0.5 kg de agent de complexare (EDTA sau IDS) (D2). S-a menținut sub agitare continuă pentru 15 minute iar când agentul de complexare s-a solubilizat în totalitate, s-a adăugat 1 kg de argilă (bentonita hidrofilă) (D3) și s-a mărit turația agitatorului la 500-700 rpm. Amestecul s-a menținut sub agitare timp de 24 h pentru dispersarea uniformă a nano-argilei, urmand încălzirea amestecului la 90-95°C iar turația agitatorului a fost mărită la 700-900 rpm, adaugandu-se treptat cele 10 kg de alcool polivinilic (se vor adăuga treptat câte 0.5 kg de polimer, la interval de 5 minute) (D4). Amestecul a fost menținut sub agitare la 90-95°C timp de 4h, sau până la solubilizarea completă a

polimerului. În etapa finală, s-a oprit încălzirea, apoi au fost adăugate 5 kg de glicerină anhidră (D5) iar amestecul a fost menținut sub agitare la 500-700 rpm timp de 30min. Pentru verificarea gradului de solubilizare/dispersare pe parcursului procesului s-au prelevat mostre a câte 50 mL probă din reactor pentru analize (aspectare vizuală, determinarea vâscozității soluției finale). Amestecul final a fost introdus apoi într-un rezervor pentru stocare (R2) din care s-a realizat și dozat în ambalaje din plastic de 5L (R3). După ambalare soluția a fost depozitată în condiții specifice.

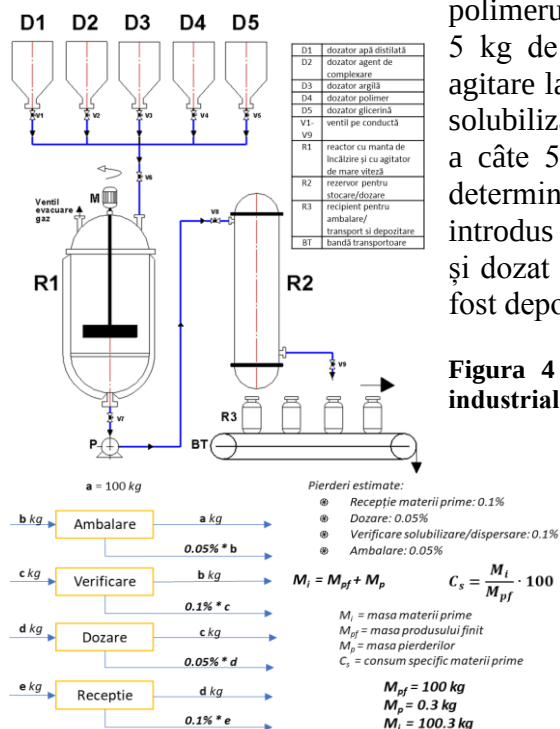


**Figura 4 – Ilustrare schematică a instalației de fabricație a prototipului industrial (cu funcționare în regim discontinuu)**

**Bilanțul de materiale** este prezentat în figura 5 (Tip proces: discontinuu, Capacitatea de producție: 100 kg soluție de decontaminare/șarjă, Durata de obținere a unei șarje: 30 ore).

**Figura 5 – Sumarul bilanțului de materiale**

În conformitate cu schema instalației de fabricație a prototipului industrial (cu funcționare în regim discontinuu), a datelor tehnice specifice Procesului de preparare al soluției de decontaminare precum și al bilanțului de materiale s-au executat proiectarea și elaborarea documentației preliminare pentru instalația pilot de obținere a soluțiilor de decontaminare.

Echipa de proiectare a dimensionat principalele elemente mecanice si electromecanice componente: (1) *Reactor 100 l din otel inoxidabil cu manta de încălzire*; (2) *Ansamblu motor electric-reductor pentru acționarea sistemului de agitare al reactorului având o putere de circa 5-7 kw*; (Nota: La stabilizarea puterii ansamblului motor electric reductor s-a luat in calcul si posibilitatea obținerii unor soluții polimerice mai vâscoase) (3) *Sistem mecanic de basculare al reactorului de 100 l in vederea evacuării șarjei si dozarea acesteia*; (4) *Platforma suport pentru dispunerea elementelor electromecanice enumerate mai sus*. (5) *Tablou pentru electro-alimentare concomitent cu stabilizarea schemei electrice de funcționare si componentele acesteia in vederea aprovizionării*.

In vederea realizării instalației pilot de fabricație a lotului prototip industrial de soluții de decontaminare, activitățile parcurse au fost: **(1)** Instalația pilot de fabricație a prototipului industrial a fost realizată în cadrul Atelierului mecanic: „Producție, filtre, confecții metalice si prototipuri”; **(2)** Profilele, laminatele si țevile din otel inoxidabil necesare construcției reactorului de 100 l au fost aprovizionate si debitate; **(3)** S-a identificat si aprovizionat reductorul tip Neptun cu raport de demultiplicare 1:20; **(4)** Prin montarea la motorul electric a unui variator de putere s-a rezolvat problema variației turației între 300-900 rpm; **(5)** S-au verificat dimensionarea ansamblului de roți dințate pentru antrenarea sistemului de amestecare cu palete elicoidale destinat omogenizării soluțiilor vâscoase de polimeri; **(6)** Parametrii propuși prin documentația preliminară de execuție: putere electromecanică 5-7 Kw si raport de transmisie motor-reductor-amestecător de 1:20 sunt corespunzători.

**Obiectivul etapei I/2020 a fost indeplinit in totalitate.**

✓ **Etapa II pe 2021 : Probe tehnologice și funcționale cu instalația pilot de fabricare urmată de execuția, testarea și evaluarea lotului prototip industrial**

In etapa II/2021 a fost optimizată instalația de fabricație a prototipului industrial. Lotul prototip industrial, constând în 50 kg soluție de decontaminare „StripCoat-HMR” a fost supus unui program de testare evaluare pentru validarea îndeplinirii cerințelor impuse acestuia. Testarea prototipului s-a desfășurat conform planului de testare și evaluare de dezvoltare PTED-StripCoatHMR, având ca documente de bază specificația de dezvoltare SD—StripCoatHMR și specificația de fabricație SF—StripCoatHMR. Produsul a fost testat pentru încercările descrise în PTED. Etapa unica din anul 2021 a atins urmatoarele obiective:

1. *Execuția probelor tehnologice și funcționale ale instalației pilot de fabricare a soluțiilor de decontaminare prin analiza verificărilor inițiale (componența și aspectul produsului, existența documentelor care atestă calitatea materiilor prime) și a verificărilor caracteristicilor fizico-chimice a produsului*
2. *Testarea pentru verificarea caracteristicilor de performanță a prototipului, prin realizarea unei șarje mai mici (10 kg soluție de decontaminare)*
3. *Execuția lotului prototip industrial (50 kg soluție de decontaminare StripCoatHMR)*
4. *Testarea șarjei de control si a lotului prototip industrial al soluțiilor de decontaminare (PTED).*

După validarea bunei funcționări a instalației de fabricație și a conformității șarjei de control cu cerințele impuse în specificația de dezvoltare a produsului de bază, s-a trecut la **execuția lotului prototip industrial** (Figura 7, 8). Soluția de decontaminare dezvoltată în cadrul acestui proiect la nivel de prototip industrial, este o soluție netoxică, biodegradabilă, pe bază de apă care ca și component principal un polimer care formează pelicula propriu-zisă, plastifiantul care oferă elasticitate filmelor și două tipuri de substanțe folosite pentru reținerea metalelor grele și radionuclizilor în interiorul matricei polimerice: argila și agentul de complexare. Proporțiile în care componenții se regăsesc în aceste soluții sunt: **10% polimer (alcool polivinilic), 5% plastifiant (glicerină), 0.5% agent de complexare (acid etilendiaminotetraacetic, sare disodică/ acid iminodisuccinic, sare tetrasodică), 1% argilă (bentonită hidrofیلă) - material cu capacitate mare de adsorbție si 83.5 % solvent (apă).**

A fost elaborat **Planul de testare si evaluare de dezvoltare a soluțiilor de decontaminare (PTED) (valabil prototip industrial)**, care contine verificarea caracteristicilor fizico-chimice și

funcționale ale acestora, prin evaluarea capacității de decontaminare metalelor grele și a materialelor radioactive, parcurgând anumite proceduri operaționale. Programul de testare-evaluare complet, cuprinzând toate datele referitoare la activitățile desfășurate, este prezentat în Tabelul 3.

**Tabelul 3 –Programul de testare-evaluare**

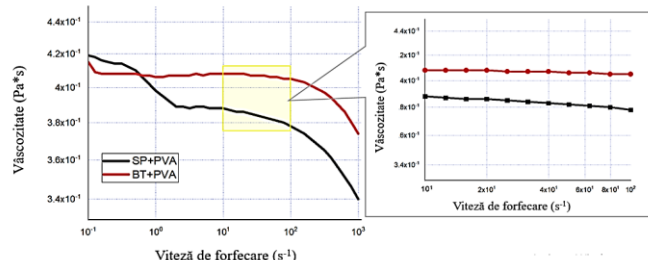
| NR. CRT.                                               | DENUMIRE TEST                                                                                 | VALORI ADMISE                                                                                                                       | MOD DE VERIFICARE | APARATURĂ NECESARĂ                 | EXECUTANT   | LOC DESFĂȘURARE |
|--------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------|------------------------------------|-------------|-----------------|
| <b>1. Verificări inițiale</b>                          |                                                                                               |                                                                                                                                     |                   |                                    |             |                 |
| 1                                                      | Verificarea materiilor prime                                                                  | Analizarea conținutului certificatelor, buletinelor de analiză sau a altor documente legale care atestă calitatea materiilor prime. | PONr.1            | -                                  | CO          | CO              |
| <b>2. Verificarea caracteristicilor fizico-chimice</b> |                                                                                               |                                                                                                                                     |                   |                                    |             |                 |
| 2                                                      | Verificarea vâscozității                                                                      | 0.3 – 0.4 Pa·s (la 25°C)                                                                                                            | PO Nr.2           | Viscozimetru rotațional            | ICECHIM     | ICECHIM         |
| 3                                                      | Verificarea vitezei de evaporare a solventului                                                | 2 – 11 mg/min (în intervalul 25-40°C)                                                                                               | PO Nr. 2          | Termobalanța                       | ATMFI       | ATMFI           |
| <b>3. Verificarea caracteristicilor de performanță</b> |                                                                                               |                                                                                                                                     |                   |                                    |             |                 |
| 4                                                      | Verificarea eficienței decontaminării radiologice - Am <sup>241</sup> , (Sr- Y) <sup>90</sup> | Min. 90 %                                                                                                                           | PO Nr. 3          | Monitor de radiații ionizante      | ATMFI       | CCSA CBRNE      |
| 5                                                      | Eficiența în îndepărtarea metalelor grele Pb, Sr, Co                                          | Min. 90 %                                                                                                                           | PO Nr. 3          | Spectrometrie de adsorbție atomică | CCS ACB RNE | CCS ACB RNE     |

În urma parcurgerii Planului de testare evaluare al soluțiilor de decontaminare s-au întocmit buletine de analize, iar pe baza acestora, rezultatele obținute au fost centralizate într-un **Raport de testare evaluare (RTED)**. Programul de testare a cuprins verificarea parametrilor menționați în Planul de Testare și Evaluare de Dezvoltare (PTED-StripCoatHMR, tabel 4).

**Tabel 4 – Rezultatele testărilor efectuate**

| Nr. crt.                                        | Parametru                                                                    | Mod de verificare | Valoare                                                                                                                        |                                                                                                                                | Concluzii                             |
|-------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------|-------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------|
|                                                 |                                                                              |                   | Impusă                                                                                                                         | Obținută                                                                                                                       |                                       |
| 1. Verificări inițiale                          |                                                                              |                   |                                                                                                                                |                                                                                                                                |                                       |
| 1                                               | Verificarea materiilor prime                                                 | RST<br>Etapa 2    | Conținutul certificatelor, buletinelor de analiză trebuie să ateste calitatea materiilor prime.                                | Documentele atestă calitatea materiilor prime                                                                                  | CORESPUNDE<br>BR nr. 1 din 10.07.2021 |
| 2. Verificarea caracteristicilor fizico-chimice |                                                                              |                   |                                                                                                                                |                                                                                                                                |                                       |
| 2                                               | Verificarea caracteristicilor fizico-chimice ale soluțiilor de decontaminare | RST<br>Etapa 2    | -Viscozitatea soluțiilor: 0.3 – 0.4 Pa·s (25°C)<br>-Viteza de evaporare: 2-11 mg/min(25°C)<br>-Durata obținere peliculă: ≤ 24h | -Viscozitate măsurată: 0.38 Pa·s (25°C)<br>-Viteza de evaporare măsurată: 5 mg/min (25°C)<br>- Durata obținere peliculă: ≈20 h | CORESPUNDE<br>BR nr. 2 din 20.07.2021 |
| 3. Verificarea caracteristicilor de performanță |                                                                              |                   |                                                                                                                                |                                                                                                                                |                                       |
| 3                                               | Verificarea eficienței decontaminării                                        | RST<br>Etapa 2    | DF = min. 90 %                                                                                                                 | DFs obținute ≥ 90%                                                                                                             | CORESPUNDE<br>BR nr. 3 din 03.11.2021 |

**Viscozitatea soluțiilor de decontaminare** este un factor care influențează semnificativ modul în care operatorul folosește/aplică pe soluția pe suportul contaminat. În urma testarilor asupra lotului



prototip industrial (Figura 6), vâscozitatea are un comportament asemănător cu cel al unui lichid newtonian, apoi după o anumită valoare a vitezei de forfecare, vâscozitatea scade când viteza de forfecare crește și soluțiile au un comportament pseudoplastic. **S-a concluzionat că valoarea vâscozității obținute s-a încadrat în intervalul 0.3 – 0.4 Pa·s (la 25°C).**

**Figura 6 – Analiză asupra vâscozității soluțiilor de decontaminare „StripCoat-HMR”**

**Viteza de evaporare a soluțiilor de decontaminare** este o caracteristică importantă în generarea de pelicule de decontaminare. Factorii care influențează viteza de evaporare sunt umiditatea relativă, suprafața de evaporare, dar și vâscozitatea soluției și natura constituenților. **Măsurătorile efectuate au arătat că soluțiile de decontaminare peliculogene au prezentat valori ale vitezelor de evaporare cuprinse între 2 – 11 mg/min (în intervalul 25-40 °C).**

Partenerii P1-ATMFI, P2-ICECHIM și P3-CCSACBRNE au mai efectuat și alte tipuri de măsurători, teste și caracterizări (SEM, TEM, încercări mecanice, încercări termice, teste de decontaminare biologică sau teste de decontaminare agenți chimici, etc.) pentru soluțiile de decontaminare. În cadrul studiilor de cercetare realizate de către P1-ATMFI, P2-ICECHIM și P3-CCSACBRNE s-au propus și soluții de îmbunătățire ale soluțiilor de decontaminare prin introducerea de noi agenți de complexare „eco-friendly” sau folosirea de nanoparticule active.

**Concluzionand, în urma desfășurării activităților de testare și evaluare, produsul „StripCoat-HMR – prototip industrial” a corespuns prevederilor specificației de dezvoltare, astfel ca Obiectivul etapei II/2021 a fost îndeplinit în totalitate.**

✓ **Etapa III pe 2022 : Evaluare de dezvoltare în vederea omologării lotului prototip industrial și întocmirea raportului final**

**În etapa III/2022** a fost pregătită documentației pentru omologare, a fost solicitata numirea unei comisii în vederea omologării, urmand analiza omologării oficiale și Auditul configurației funcționale. CO-STIMPEX S.A. a emis o cerere pentru numirea unei comisii în vederea omologării, care a fost transmisă către Ministerul Apărării Naționale - Departamentul pentru Armamente Șefului Direcției Management și Programe de Înzestrare. **Etapa unica din anul 2022 a atins următoarele obiective:**

1. *Memoriu tehnic în vederea omologării, care are ca anexe documentația întocmită în 2021 (și revizuită în 2022: Specificație de fabricație (valabil prototip industrial); Plan de testare-evaluare a soluțiilor de decontaminare (valabil prototip industrial); Raport de testare-evaluare a soluțiilor de decontaminare (valabil prototip industrial);*
2. *Analiza omologării oficiale și Auditul configurației funcționale*

**Etapile principale ale procesului de omologare:** (1) depunerea cererii oficiale pentru omologare și a documentelor necesare omologării; (2) numirea unei comisii de omologare de către structura beneficiară; (3) analiza documentației; (4) verificarea conformității cu documentația depusă; (5) acordarea omologării. După desemnarea de către DpA a Comisiei de omologare, la sediul coordonatorului acestui proiect, SC STIMPEX SA, s-au desfășurat activitățile de audit al configurației funcționale (ACF) și analiza omologării oficiale (AOO). Parcurgerea cu succes a acestor activități va consemna intrarea produsului în înzestrarea Armatei. Lista documentelor necesare analizate în vederea omologării: (1) Specificația tehnică de fabricație; (2) Planul de testare și evaluare de dezvoltare; (3) Raportul de testare și evaluare de dezvoltare; (4) Ordin privind numirea comisiei de analize și audituri tehnice.

*Comisia de omologare a concluzionat faptul că „Rezultatele analizate îndeplinesc cerințele și produsul Pelicule detasabile pentru decontaminarea metalelor grele și radionuclizilor StripCoatHMR, faza prototip industrial, cod SF-StripCoatHMR/2021 este omologat, după cum rezultă din Analiza Omologării Oficiale, respectiv Dosarul Auditului Configurației Funcționale. Obiectivul etapei III/2022 a fost îndeplinit în totalitate.*

## **2. Prezentarea și argumentarea nivelului de maturitate tehnologică (TRL) la finalul proiectului.**

*Prin desfășurarea proiectului, s-a realizat transferul tehnologic către STIMPEX SA, dezvoltarea în parteneriat și implementarea tehnologiei de fabricație și a instalației pilot, în vederea realizării lotului prototip industrial de serie mică (Fabricarea unor șarje reproductibile de soluții polimerice -10 kg soluție de decontaminare, pentru decontaminarea metalelor grele și radioactive, de către STIMPEX S.A.).*

*A fost dezvoltat un prototip cu nivelul de maturitate tehnologică TRL 6, demonstrându-se funcționalitatea produsului în condiții relevante de funcționare. În vederea validării prototipului într-un mediu relevant, a fost realizată execuția probelor tehnologice și funcționale ale instalației pilot de fabricare a soluțiilor de decontaminare prin analiza verificărilor inițiale (componența și aspectul produsului, existența documentelor care atestă calitatea materiilor prime) și a verificărilor caracteristicilor fizico-chimice a produsului, urmând ca lotul prototip industrial, constând în 50 kg soluție de decontaminare „StripCoat-HMR” să fie supus unui program de testare evaluare descris în raport. A fost realizat Memoriu tehnic în vederea omologării, cu Analiza omologării oficiale și Auditul configurației funcționale. A fost testat și optimizat prototipul la exigențele nivelului de maturitate tehnologică TRL 6, prin urmare gradul de îndeplinire al obiectivelor specifice și, implicit, al obiectivului general, a fost de 100%.*

## **3. Modul de atribuire și exploatare de către parteneri a drepturilor de proprietate (intelectuală, de producție, difuzare, comercializare etc.) asupra rezultatelor proiectului**

Rezultatele științifice și tehnologice ale proiectului pot fi evaluate în două direcții, luând în considerare modul de atribuire și exploatare de către parteneri: *diseminarea largă a rezultatelor proiectului și protecția proprietății intelectuale prin cererile de brevet.*

Prima direcție s-a bazat în principal pe un plan de răspândire, diseminare și promovare a rezultatelor în media științifică și economică, rezultatele constând în: **5 articole, dintre care 4 articole ISI, cu FI cumulată de 14,406 și 1 articol BDI** (rezultate preconizate minimum 3 lucrări cu specific ISI), **10 comunicări orale sau comunicări tip poster** în cadrul unor **conferințe internaționale** (rezultate preconizate minimum 6 comunicări științifice la evenimente naționale și internaționale), **pagina web proiect**: actualizarea site-ului conform link-ului <https://www.stimpex.ro/single-post/pelicule-detasabile-pentru-decontaminarea-metalelor-grele-si-radionuclizilor> (rezultate preconizate pagina web proiect).

### **Articole:**

1. Gabriela Toader, Daniela Pulpea, Traian Rotariu, Aurel Diacon, Edina Rusen, Andreea Moldovan, Alice Podaru, Raluca Ginghină, Florentina Alexe, Ovidiu Iorga, Sorina Aurora Bajenaru, Mihai Ungureanu, Florin Dîrloman, Bogdan Pulpea, Lucia Leonat, ***Strippable Polymeric Nanocomposites Comprising “Green” Chelates, for the Removal of Heavy Metals and Radionuclides***, *Polymers* 2021, 13(23), 4194; <https://doi.org/10.3390/polym13234194> (IF = 4.967)

2. Gabriela Toader, Aurel Diacon, Traian Rotariu, Mioara Alexandru, Edina Rusen, Raluca Elena Ginghină, Florentina Alexe, Ramona Oncioiu, Florina Lucica Zorila, Alice Podaru, Andreea Elena Moldovan, Daniela Pulpea, Ana Mihaela Gavrila, Tanta Verona Iordache, R. Șomoghi, ***Eco-Friendly***

***Peelable Active Nanocomposite Films Designed for Biological and Chemical Warfare Agents Decontamination***, *Polymers*, 2021,13(22), 3999; <https://doi.org/10.3390/polym13223999> (IF = 4.967)

3. G. Toader, T. Rotariu, D. Pulpea, A. Moldovan, A. Podaru, A.M. Gavrilă, M. Alexandru, A. Diacon, R. Gînghină, O. Iorga, C. Sau, ***Polymeric Blends Designed For Surface Decontamination***, *U.P.B. Sci. Bull. Series B Chemistry and Materials Science*, 83(3), July 2021.

4. Raluca Elena Gînghină, Adriana Elena Bratu, Gabriela Toader, Andreea Elena Moldovan, Tudor Viorel Tiganescu, Ramona Elena Oncioiu, Panaghia Deliu, Razvan Petre, Gabriel Epure and Munizer Purica, ***Reactive Organic Suspensions Comprising ZnO, TiO<sub>2</sub>, and Zeolite Nanosized Adsorbents: Evaluation of Decontamination Efficiency on Soman and Sulfur Mustard***, *Toxics* 2021, 9, 334. <https://doi.org/10.3390/toxics9120334> (IF = 4.472)

5. Daniela PULPEA, Dan BULIGA, Marian BUNEA, Bogdan PULPEA, Gabriela TOADER, Andreea MOLDOVAN, and Alice PODARU, ***The Disposal of Strippable Coatings Employed in Chemical and Radioactive Surface Decontamination***, *Journal of Military Technology*, Vol. 3, No. 2, Dec. 2020.

#### **Comunicari stiintifice:**

1. „Polymeric blends designed for surface decontamination” - Gabriela Toader, Traian Rotariu, Daniela Pulpea, Andreea Moldovan, Alice Podaru, Ana Mihaela Gavrilă, Mioara Alexandru, Aurel Diacon, Raluca Gînghină, Ovidiu Iorga, Ciprian Sau – **8th International Conference on Materials Science and Technologies – RoMat 2020**, Bucharest, Romania, November 26-27th, 2020.

2. “Application of host- guest polymerization for titanium nitride synthesis”, Andreea Miron, Anita Radu, Carmen Lazau, Anca Dumitru, Ana- Mihaela Florea, Teodor Sandu, Tanta Verona Iordache, Andrei Sarbu, **4th International conference on emerging technologies in materials engineering EmergeMAT**, 4-5 November 2021, Bucharest, Romania.

3. “A review on water decontamination methods and future research trends”, D. PULPEA, G. TOADER, T. ROTARIU, A. MOLDOVAN, G.B. PULPEA and E. TRANĂ, **Proceedings of the International Scientific Conference SEA-CONF 2021**, pg.115-122, doi: 10.21279/2457-144X-21-015

4. “Advances in Radioactive Decontamination via STRIPCOAT-HMR Research Project”, D. PULPEA, G. TOADER, T. ROTARIU, A. MOLDOVAN, G.B. PULPEA, A. PODARU, **Nuclear 2021 – The 13th Annual International Conference on Sustainable Development through Nuclear Research and Education**, 26-28 May 2021, Pitesti, Romania, online.

5. “Strippable polymeric nanocomposite coatings for radioactive decontamination”, Daniela Pulpea, Gabriela Toader, Traian Rotariu, Mircea Teodorescu, Gheorghe Bogdan Pulpea, Valentina Neculae, **Bucharest Polymer Conference 2nd Edition University POLITEHNICA of Bucharest**, Romania, 10 - 11 June 2021.

6. “Evaluation of alginate-based formulations suitable for the removal of radionuclides and heavy metals from the contaminated surfaces”, Gabriela Toader, Daniela Pulpea, Traian Rotariu, Aurel Diacon, Andreea Moldovan, Alice Podaru, Ciprian Sau, Florentina Alexe, Raluca Gînghină, Mihai Ungureanu, Florin Dirloman, **Bucharest Polymer Conference 2nd Edition University POLITEHNICA of Bucharest**, Romania, 10 - 11 June 2021.

7. “The influence of the zinc oxide nanoparticles over decontamination efficiency of soman and sulfur mustard”, Adriana BRATU, Raluca GINGHINĂ, Andreea MOLDOVAN, Tudor TIGĂNESCU, Gabriela TOADER, Ramona ONCIOIU, Panaghia DELIU, Gabriel EPURE, **The International Symposium PRIORities of CHEMistry for a sustainable development**, XVIIth Edition, ICECHIM - Bucharest – ROMANIA October 27 - 29, 2021

8. “Film-forming polymeric blends designed for the removal of heavy metals and radionuclides from contaminated surfaces”, Alice PODARU, Gabriela TOADER, Daniela PULPEA, Traian ROTARIU, Aurel DIACON, Edina RUSEN, Andreea MOLDOVAN, Raluca GINGHINĂ, Florentina ALEXE, Sorina BAJENARU, Ovidiu IORGA, Mihai UNGUREANU, Florin DIRLOMAN,

Bogdan PULPEA, Lucia LEONAT, **The International Symposium PRIOrities of CHEMistry for a sustainable development**, XVIIth Edition, ICECHIM - Bucharest – ROMANIA October 27 - 29, 2021

9. **“Ligand-free targeted delivery nanogels for recognizing Hymenoptera venom-originated PLA2 enzyme”**, Anamaria Zaharia, Ana-Mihaela Gavrila, Anita-Laura Chiriac, Iulia Elena Neblea, Teodor Sandu, Sorin Dolana, Bogdan Trica, Iuliana Caras, Andrei Sarbu, Tanta-Verona Iordache, **22nd Romanian International Conference on Chemistry and Chemical Engineering Sinaia, ROMANIA** - September 7 – 9, 2022

10. **“Photo-crosslinkable N-vinyl-2-pyrrolidone hydrogel films designed for immediate decontamination of surfaces”**, Alice Podaru, Gabriela Toader, Aurel Diacon, Edina Rusen, Traian Rotariu, Raluca Elena Ginghină, **22nd Romanian International Conference on Chemistry and Chemical Engineering Sinaia, ROMANIA** - September 7 – 9, 2022

A doua direcție include *activitatea de protecție a proprietății intelectuale* a aspectelor originale de către brevete. În acest sens, consorțiul proiectului de față a întocmit și depus **1 cerere de brevet național** (rezultate preconizate cel puțin 1 cerere de brevet național):

1. G. Toader, T. Rotariu, E.A. Moldovan, S.R. Esanu, D. Pulpea, I.A. Podaru, M.F. Dirloman, T.V. Iordache, A.M. Gavrila, M. Istrate, **“Nanocompozite polimerice biodegradabile, cu proprietăți peliculogene, destinate decontaminării suprafețelor și procedeu pentru obținerea și utilizarea acestora”**, Înregistrat la OSIM cu numărul A00340 / 16.06.2021.

#### 4. *Prezentarea realizărilor economice și/sau tehnologice obținute la finalul proiectului comparativ cu obiectivele propuse în planul de afaceri*

La finalul proiectului de față, realizările economice și tehnologice constau în (i) **dezvoltarea unui prototip cu nivelul de maturitate tehnologică TRL 6 (Figura 7) și (ii) omologarea produsului Pelicule detasabile pentru decontaminarea metalelor grele și radionucliziilor StripCoatHMR, faza prototip industrial (Figura 8), cod SF-StripCoatHMR/2021, prin optimizarea instalației de fabricare a lotului prototip industrial.**



Figura 7 – Flacon de 1 litru conținând soluția de decontaminare pentru metale grele și radionuclizi StripCoat HMR (lot prototip industrial)

Selectarea materialelor din care s-a realizat compoziția s-a făcut pe baza condițiilor de calitate impuse prin standardele și normativele în vigoare. Materiile prime și materialele folosite la realizarea produselor au fost însoțite de certificate de calitate, buletine de analiză și declarații de conformitate ale firmelor producătoare. Deoarece furnizorii de materii prime au îndeplinit cerințele ISO 9001, nu a fost necesară testarea suplimentară a acestora înainte de introducerea în procesul tehnologic de fabricație.

Obiectivele propuse în planul de afaceri au fost atinse de consorțiul proiectului prin **specificația tehnică a soluțiilor de decontaminare pentru metale grele și radionuclizi StripCoat-HMR** și modul de utilizare al acestora prin: completarea catalogului electronic al Stimpex S.A. în Sistemul Electronic de Achiziții Publice, SEAP, cu parametri tehnici ai **soluțiilor de decontaminare StripCoat-HMR** pentru mai ușoară accesare de către compartimentele logistice ale M.Ap.N, MAI, SRI, SPP. Conform rezultatelor experimentelor realizate de cercetătorii acestui consorțiu, s-a determinat faptul că pelicula este eficientă la o grosime între 0.1 și 0.5 mm, așadar ar fi necesară o cantitate între **0.75 kg și 3 kg soluție de decontaminare** pentru a acoperi și implicit pentru a decontamina o **suprafață de 1 m<sup>2</sup>**. **Deșeurile solide rezultate în urma decontaminării cu pelicule polimerice exfoliante pot fi compactate** în formă cilindrică pentru reducerea dimensiunilor. Dintre metodele de tratare a deșeurilor rezultate din procesul de decontaminare enumerate, **imobilizarea deșeurilor radioactive în**



analiza omologării oficiale (AOO). Parcurgerea cu succes a acestor activități va consemna intrarea produsului în înzestrarea Armatei. În acest sens, a fost realizat un memoriu tehnic în vederea omologării, care are ca anexe documentația întocmită în 2021 (și revizuită în 2022: Specificație de fabricație (valabil prototip industrial); Plan de testare-evaluare a soluțiilor de decontaminare (valabil prototip industrial); Raport de testare-evaluare a soluțiilor de decontaminare (valabil prototip industrial); Analiza omologării oficiale și Auditul configurației funcționale.

Rezultatele cheie ale proiectului prin diseminarea rezultatelor științifice prin mijloace specifice și eligibile și protecția drepturilor de proprietate intelectuală sunt: 5 articole, dintre care 4 articole ISI, cu FI cumulativ de 14,406 și 1 articol BDI, 10 comunicări științifice, pagina web proiect, 1 cerere de brevet.

**Impactul rezultatelor obținute în urma parcurgerii testelor prevăzute în planul de testare și evaluare de dezvoltare, demonstrează că produsul StripCoat-HMR prototip industrial corespunde prevederilor specificației de fabricație. Comisia de omologare a concluzionat faptul că „Rezultatele analizate îndeplinesc cerințele și produsul Pelicule detașabile pentru decontaminarea metalelor grele și radionuclizilor StripCoatHMR, faza prototip industrial, cod SF-StripCoatHMR/2021 este omologat, după cum rezultă din Analiza Omologării Oficiale, respectiv Dosarul Auditului Configurației Funcționale.**

**Director de proiect,**

Coordonatorul proiectului  
DIRECTORUL S.C. STRIPCOAT S.A.  
Inginer  
1  
Marcel ISTRATE

**Data: 16.09.2022**