

# Κατασκευή υδρόφοβων και αντιμικροβιακών επιφανειών

Dr. Nikos Kehagias, CTO

CELL4GLUE

Κωδικός έργου: Τ6ΥΒΠ-00341



ΕΠΑΝΕΚ 2014-2020  
ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ  
ΑΝΤΑΓΩΝΙΣΤΙΚΟΤΗΤΑ  
ΕΠΙΧΕΙΡΗΜΑΤΙΚΟΤΗΤΑ  
ΚΑΙΝΟΤΟΜΙΑ

ΕΛΛΗΝΙΚΗ ΔΗΜΟΚΡΑΤΙΑ  
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ  
ΑΝΑΠΤΥΞΗΣ ΚΑΙ ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΕΩΝ  
ΕΘΝΙΚΗ ΓΡΑΜΜΑΤΕΙΑ ΔΙΑΧΕΡΙΣΗΣ  
ΠΡΟΓΡΑΜΜΑΤΩΝ ΕΣΠΑ, ΤΣ & ΤΣΑ  
ΕΣΩΤΕΡΙΚΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΤΙΚΑ ΕΓΚΛΗΜΑΤΑ

ΓΓΕΤ

ΓΕΝΙΚΗ ΓΡΑΜΜΑΤΕΙΑ  
ΕΡΕΥΝΑΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ

ΕΣΠΑ  
2014-2020

ανάπτυξη - εργασία - αλληλεγγύη

Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης

## Outline



Ποιοι είμαστε



Μέθοδοι κατασκευής



Υδρόφοβες και αντιμικροβιακές  
επιφάνειες



Χαρακτηρισμός



## Ποιοι είμαστε

Εταιρεία έρευνας και τεχνολογίας  
δημιουργήθηκε το 2012 στην Θεσσαλονίκη

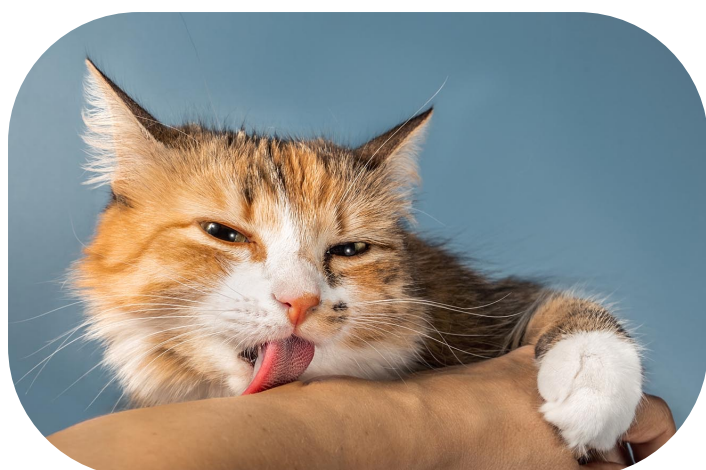
- ✓ Σχεδιασμός και κατασκευή
- ✓ Ανάπτυξη προϊόντων
- ✓ Πιλοτική παραγωγή
- ✓ Συμβεβλημένη έρευνα και ανάπτυξη
- ✓ Συνεργατικά ερευνητικά προγράμματα
- ✓ Εκτυπώσεις ασφαλείας

### Research intense

- 2.5Μ€ τα τελευταία 4 χρόνια.
- Συμμετοχή σε 8 Εθνικά ερευνητικά προγράμματα
- Συμμετοχή σε 4 Η2020 EU προγράμματα (BIOMAC, ODYSSEY, In2Sight, PULSE)



## Ελέγχοντας την επιφανειακή τραχύτητα...



Η φυσική δομή και η αλληλεπίδραση μιας επιφάνειας με τους υποδοχείς ανθρώπινων αισθήσεων έχει τεράστιο αντίκτυπο στην αντίληψη της αφής, της αίσθησης και της γεύσης.





# Έμπνευση

Δημιουργώντας μικρο/νάνο τοπογραφίες στη επιφάνεια ενός υλικό μπορούμε να προσδώσουμε χαρακτηριστικές ιδιότητες και να δημιουργήσουμε προστιθέμενης αξίας προϊόντα...

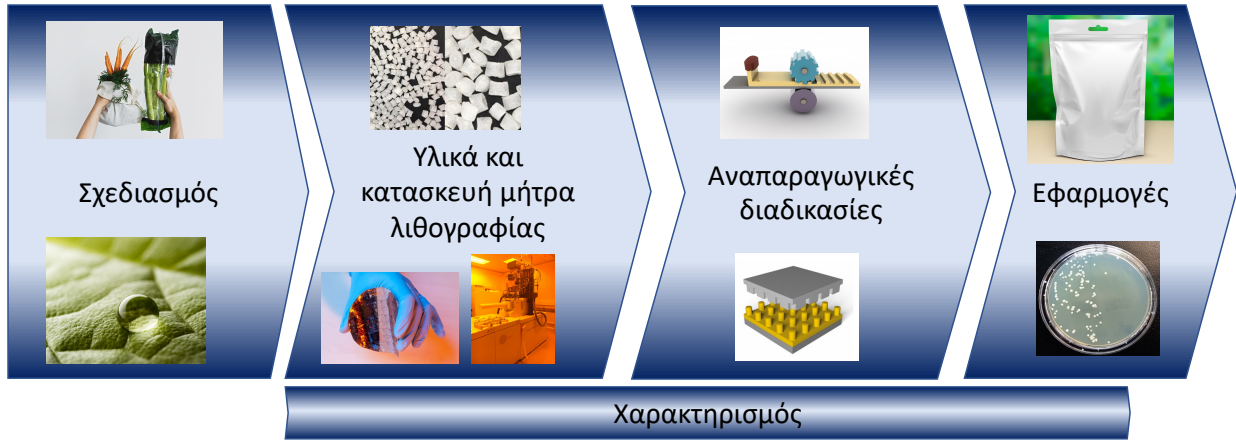


## Μεθοδολογία CELL4GLUE

- Σχεδιασμός υδρόφοβων επιφανειών
- Κατασκευή μήτρας λιθογραφίας
- Αναπαραγωγή μήτρας μέσω νανοεκτυπωτικής λιθογραφίας
- Εφαρμογή σε προϊόντα σύνθετης ξυλείας

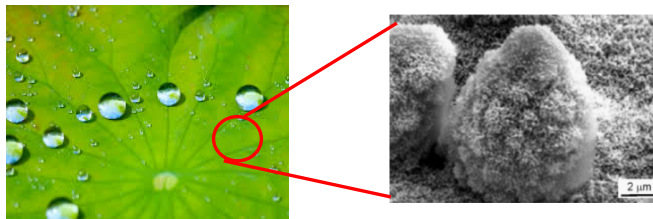


# Μεθοδολογία CELL4GLUE

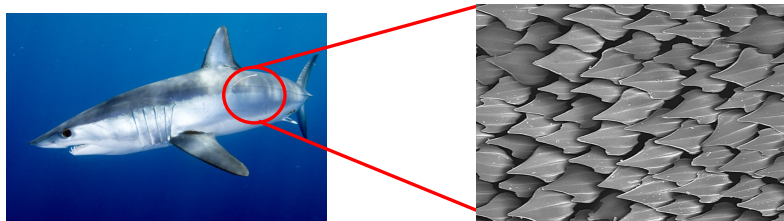


## Στόχος

Lotus leaf



Shark skin



# Σχεδιασμός υδρόφοβων επιφανειών

**Wenzel model**

To increase the surface area of the material by means of roughness

$r = \frac{S_{actual}}{S_{projected}}$   
 Structured surface > 1  
 Smooth surface = 1

**Cassie-Baxter model**

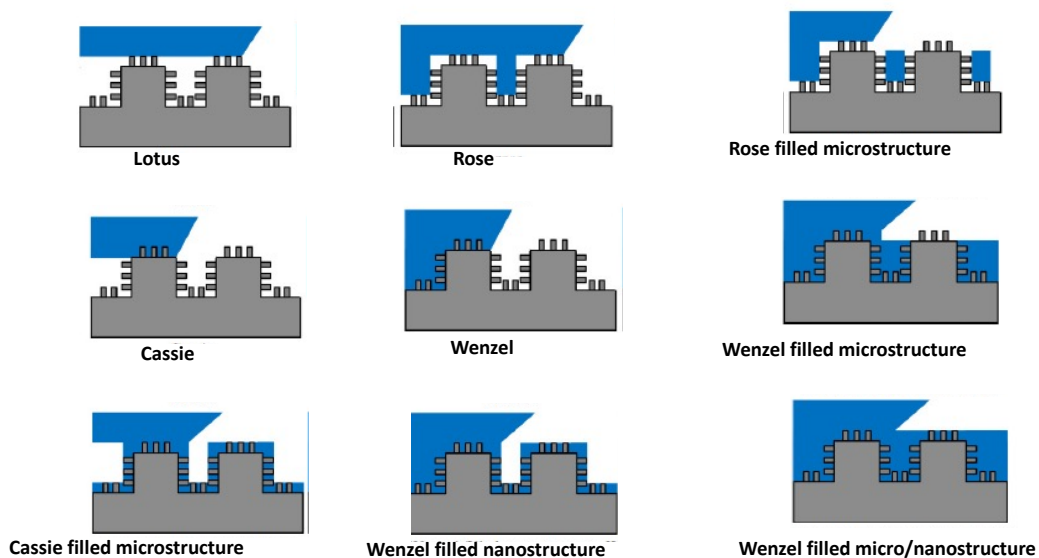
To decrease the contact area between the water and the solid surface

$f = \frac{S_{top}}{S_{projected}}$

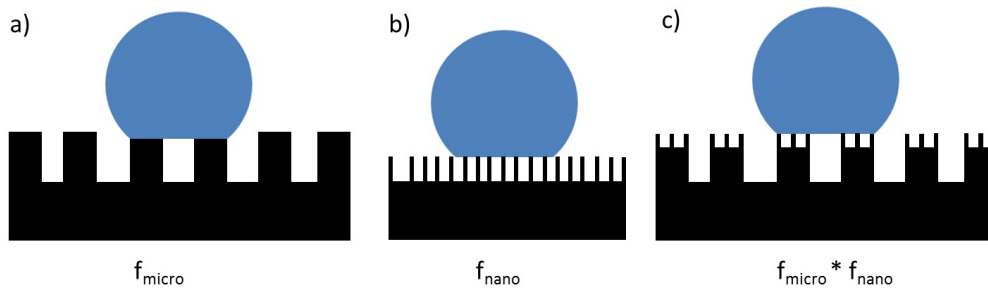
$\cos \theta_{CB} = f(\cos \theta_Y + 1) - 1$



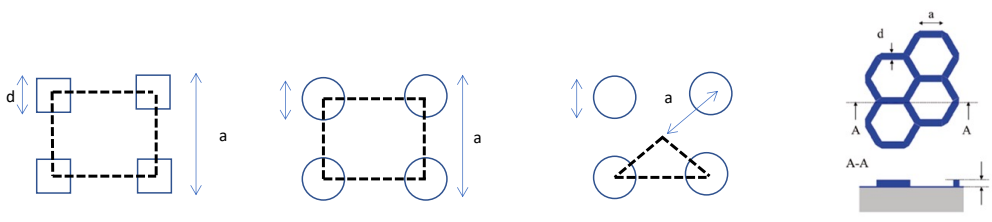
## Καταστάσεις διαβροχής



# Μίκρο ή νάνο



## Σχεδιασμός

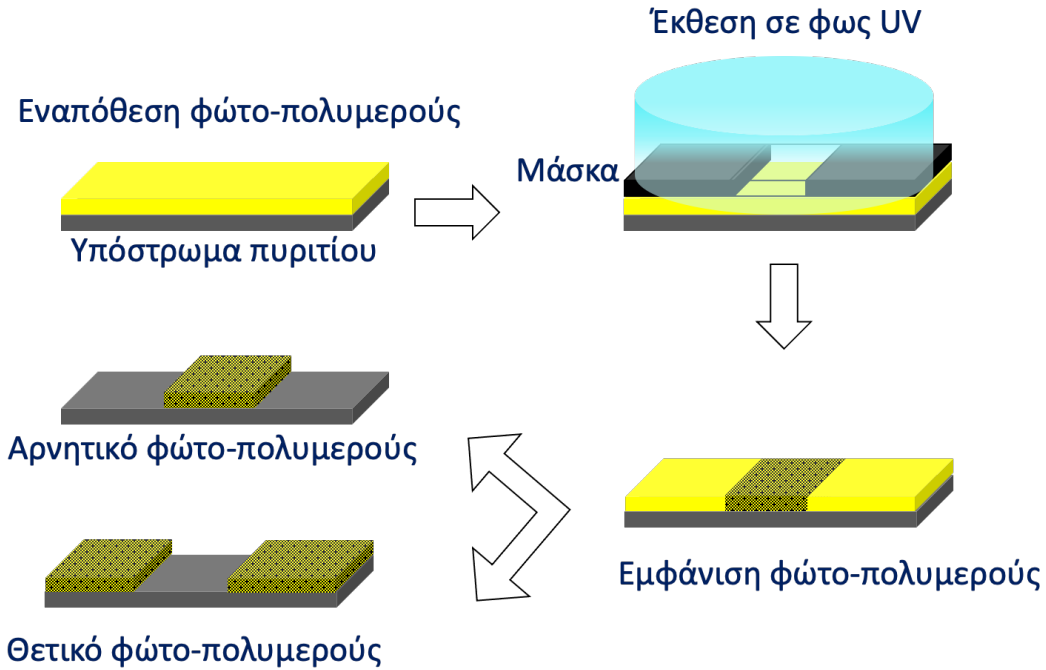


Geometrical parameters					
Surface Structure	Width	Pitch	Height	r	f
Squared pillars	40 $\mu\text{m}$	115 $\mu\text{m}$	40 $\mu\text{m}$	1.50	0.09
Cylindrical pillars	40 $\mu\text{m}$	115 $\mu\text{m}$	40 $\mu\text{m}$	1.48	0.09
Honeycomb pillars	5 $\mu\text{m}$	500 nm	800 nm	2.04	0.88
Honeycomb lines	5 $\mu\text{m}$	500 nm	800 nm	2.04	0.12
Nanopillars	500 nm	750 nm	700 nm	3.25	0.40
Nanospikes	200-600 nm	Random	1-3 $\mu\text{m}$		





# Φωτολιθογραφία



## Ξηρή εγχάραξη πυριτίου (Μήτρα λιθογραφίας)

Φωτολιθογραφία

Μετά από εγχάραξη

ICP-RIE

Μήτρα πυριτίου με κολώνες διαμέτρου 8  $\mu\text{m}$

Συνθήκες χάραξης

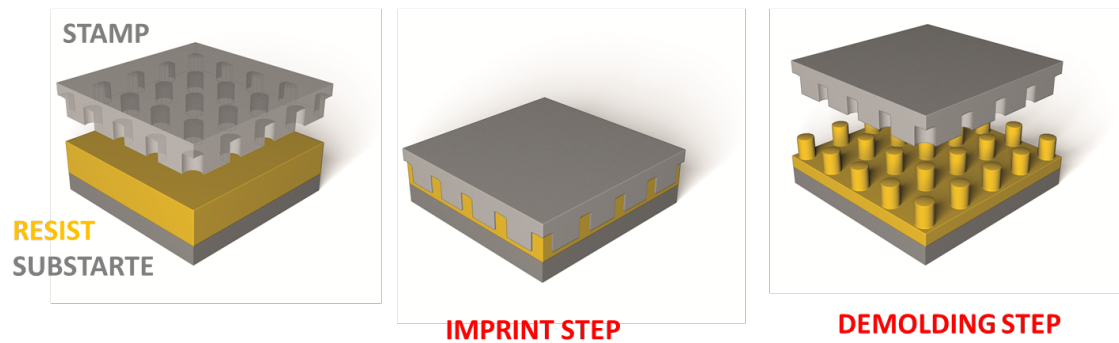
- SF6 ροή=172 sccm με κύκλο χρόνου  $t=6\text{s}$ ,
- C4F8 ροή=110 sccm με κύκλο χρόνου  $t=3\text{s}$ ,
- ισχύς=1800 W,
- bias voltage=60V,
- πίεση=37 mTorr
- θερμοκρασία υποστρώματος  $\theta=15\text{ }^\circ\text{C}$

Black Silicon



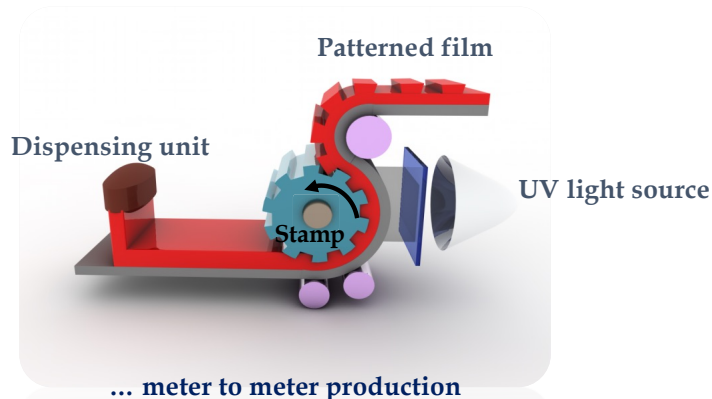
# Νανοεκτυπωτική λιθογραφία (NIL)

## Θερμική λιθογραφία NIL



## Συνεχής νανοεκτυπωτική λιθογραφία

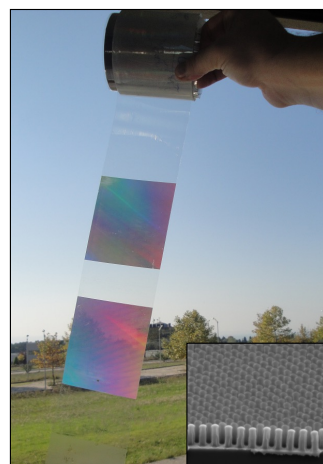
### Roll-to-Roll Nanoimprint Lithography



# Νανοεκτυπωτική λιθογραφία



## Μαζική παραγωγή πολυμερικής μήτρας



# Εργαστηριακή επιβεβαίωση



## Εργαστηριακές δοκιμές αποτύπωσης

### Μήτρες προς δοκιμή

- ✓ Μήτρα 1 (μικροδομές ~10 μm)-πολυμερική
- ✓ Μήτρα 2 (νανοδομές 500-600 nm)-μεταλλική Ni
- ✓ Μήτρα 3 -PDMS

### Μήτρα 1

1. 15s hot pressing, 190 °C, 76 bar- επιτυχής αποτύπωση μήτρας, δεν καταστράφηκε το χαρτί στην επιφάνεια, επιτυχές πρεσάρισμα
2. 30s hot pressing, 190 °C, 76 bar- επιτυχής αποτύπωση μήτρας, επιτυχής αποτύπωση μήτρας, δεν καταστράφηκε το χαρτί στην επιφάνεια, επιτυχές πρεσάρισμα
3. 60s hot pressing, 190 °C, 76 bar, επιτυχής αποτύπωση μήτρας- καταστράφηκε το χαρτί στην επιφάνεια- ξεκόλλησε



### Μήτρα 2

1. 30s hot pressing, 190 °C, 76 bar σε λευκό χαρτί
2. 30s hot pressing, 190 °C, 76 bar σε σκούρο χαρτί (για να φαίνεται καλύτερα η αντίθεση με το imprint)

### Μήτρα 3

**Η PDMS μήτρα δε δοκιμάστηκε λόγω μεγάλου πάχους κ πιθανώς να κολλούσε στην πλάκα**





## Εργαστηριακές δοκιμές αποτύπωσης



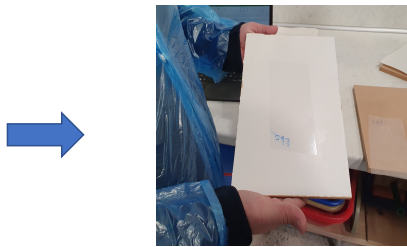
Επίδειξη της υδρόφοβης ιδιότητας της προς χρήση μήτρας



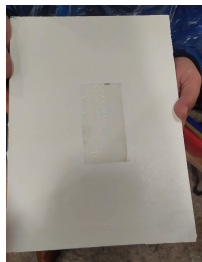
Εμποτισμένο σε MF φύλλο χαρτί που θα επιστρωθεί με τη μήτρα στη σανίδα με πρεσάρισμα υπό κατάλληλη θερμοκρασία και πίεση



Πρεσάρισμα και νανοαποτύπωση του εμποτισμένου χαρτιού στην επιφάνεια της σανίδας



Αποτυπωμένο χαρτί και μήτρα μετά ακριβώς από το πρεσάρισμα -Δεν παρατηρείται καταστροφή τόσο της μήτρας όσο και του χαρτιού



Νανοαποτυπωμένες σανίδες



## Εργαστηριακές δοκιμές αποτύπωσης

- Μήτρες: Flex και ODC

Διάμετρος πυλώνων	Περίοδος μεταξύ πυλώνων	Ύψος πυλώνων
8-10 μm	20-25 μm	10-15 μm

Διαφορά μεταξύ των μητρών: Υλικό Κατασκευής - Εξέταση ικανότητας αποτύπωσης

- Συνθήκες Nanoimprint
- 30 s, 190 °C, 76-77 bar

### Φόρμουλες- Κατασκευή Σανίδων

- Reference
- NCS 0.3% synthesis (NC\* reinforced)
- NCS 0.3% glue mix (NC reinforced)
- NCS 0.15% Glue mix (NC reinforced)

\* NC: Nanocellulose



## Εργαστηριακές δοκιμές αποτύπωσης

Μήτρες  
Flex και  
ODC



Nanoimprinted  
Particle Boards



Κοίλωμα στην  
επιφάνεια της σανίδας  
μετά το imprint



## Χαρακτηρισμός επιφανειών

- ✓ Μετρήσεις γωνίας επαφής με νερό – Water Contact angle measurements (WCA)
- ✓ Οπτικό Μικροσκόπιο
- ✓ Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο (SEM)
- ✓ Αντιβακτηριακές ιδιότητες έναντι των αρνητικών κατά gram *E.Coli* και των θετικών κατά gram *S. aureus*



# Χαρακτηρισμός επιφανειών

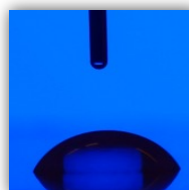
## Μετρήσεις Γωνίας επαφής με το νερό (WCA)

- Ossila Goniometer



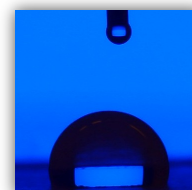
- Εικόνες από γωνιόμετρο

Before nanoimprint



Γωνία επαφής σε μη  
νανοαποτυπωμένη  
σανίδα (Reference)

After nanoimprint



Γωνία επαφής σε  
νανοαποτυπωμένη  
σανίδα

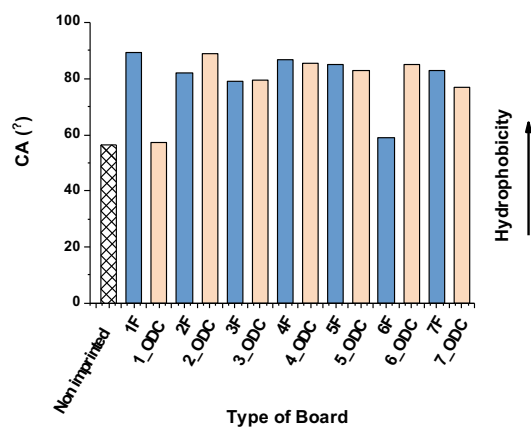


# Χαρακτηρισμός επιφανειών

- Contact angle measurements

Type of Boards	Contact Angle , CA (°)
Non imprinted	56.55
1F	89.31
1_ODC	57.15
2F	82.08
2_ODC	88.78
3F	78.87
3_ODC	79.33
4F	86.87
4_ODC	85.36
5F	84.96
5_ODC	83.08
6F	59.13
6_ODC	85.01
7F	82.81
7_ODC	77.08

- Γωνίες επαφής των σανίδων πριν και μετά το nanoimprint με τις μήτρες F και ODC



✓ Η παρουσία των μικροκολώνων στην επιφάνεια της σανίδας αυξάνει εμφανώς την υδροφοβικότητα των σανίδων

# Χαρακτηρισμός επιφανειών

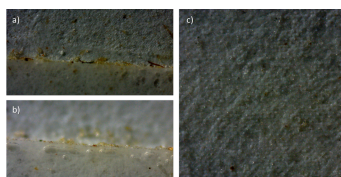
## Οπτικό Μικροσκόπιο

- Οι σανίδες αρχικά παρατηρήθηκαν στο οπτικό μικροσκόπιο για την επιβεβαίωση της επιτυχούς αποτύπωσης των δομών στην επιφάνεια των σανίδων
- Οι εικόνες επιβεβαιώνουν την επιτυχή και κατά κύριο λόγο ομοιογενή αποτύπωση των δομών στην επιφάνεια των σανίδων

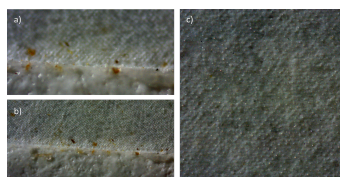


# Χαρακτηρισμός επιφανειών

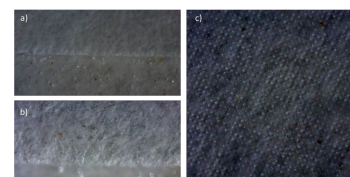
Μήτρα Flex



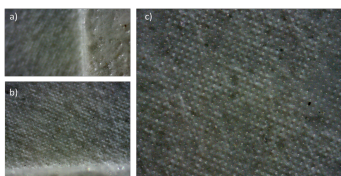
1F



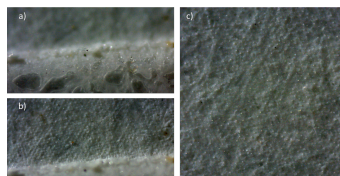
2F



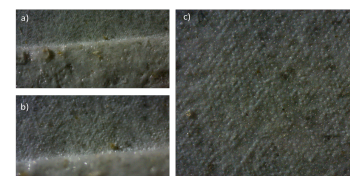
3F



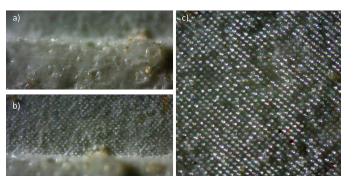
4F



5F



6F



7F

Όπου:  
a) zoomed non-imprinted board surface  
b) zoomed imprinted board surface  
c) imprinted board surface in 10x magnification



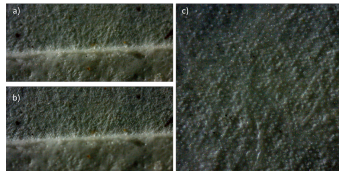
- ✓ Ομοιογενής και επιτυχής αποτύπωση των δομών στις σανίδες
- ✓ Μερική καταστροφή των δομών σε κάποιες σανίδες



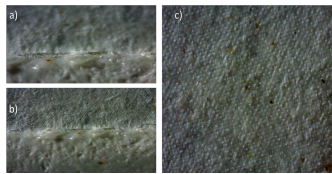


# Χαρακτηρισμός επιφανειών

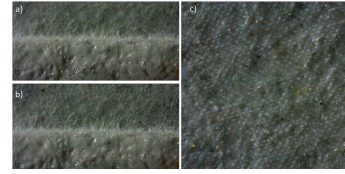
Μήτρα ODC



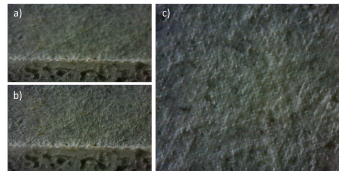
1ODC



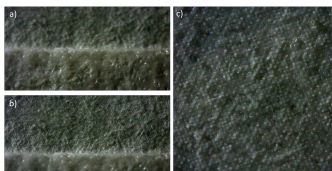
2ODC



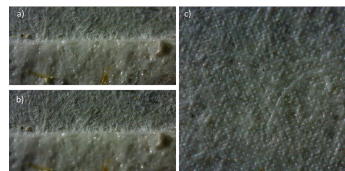
3ODC



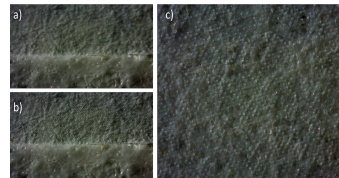
4ODC



5ODC



6ODC



7ODC

Όπου:  
 a) zoomed non-imprinted board surface  
 b) zoomed imprinted board surface  
 c) imprinted board surface in 10x magnification



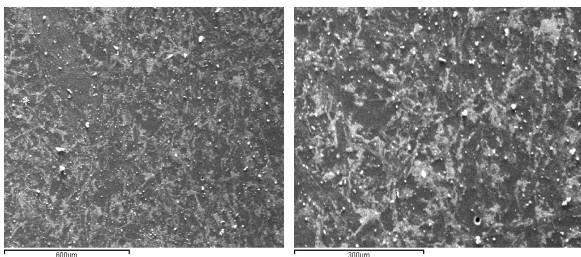
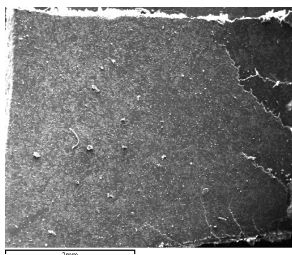
- ✓ Ομοιογενής και επιτυχής αποτύπωση των δομών στις σανίδες
- ✓ Μερική καταστροφή των δομών σε κάποιες σανίδες



# Χαρακτηρισμός επιφανειών

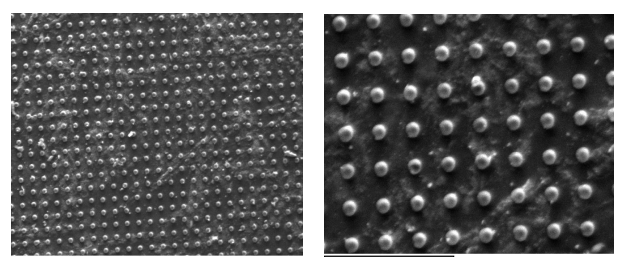
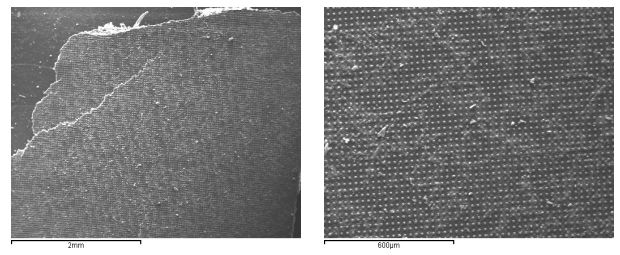
SEM

1Ref: Non-imprinted Board Surface



- ✓ Ομοιογενής διασπορά της ρητίνης MF στην επιφάνεια της σανίδας

3ODC: Nanoimprinted Board Surface



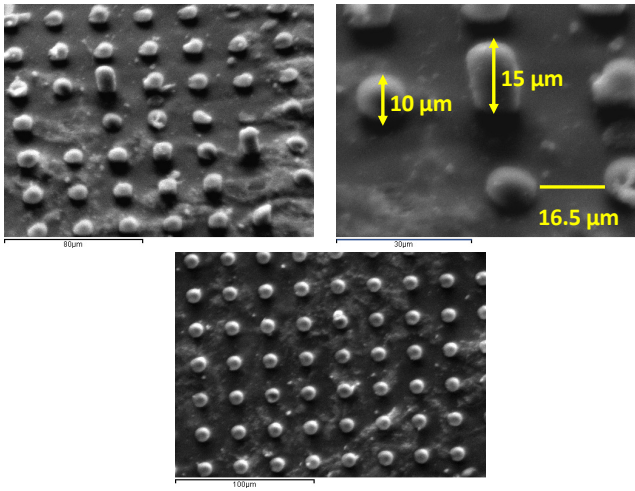
- ✓ Ομοιογενής εκτύπωση των μικροδομών στην επιφάνεια της σανίδας



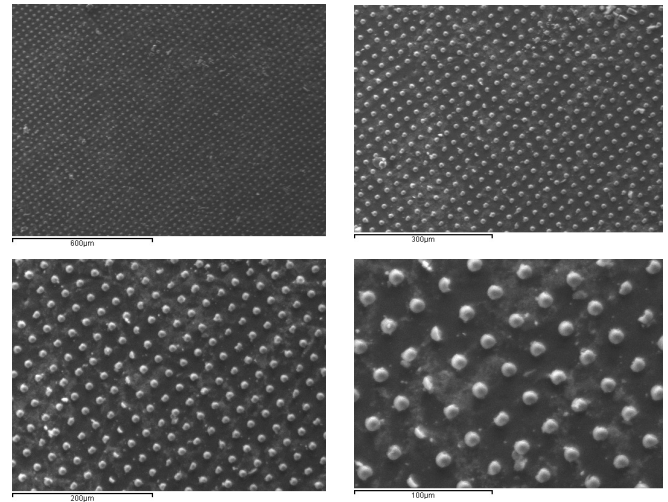
# Χαρακτηρισμός επιφανειών

SEM

3ODC: Nanoimprinted Board Surface-Tilted 45°



4F: Nanoimprinted Board Surface-Tilted

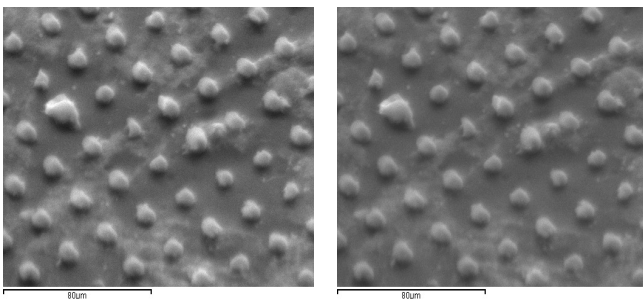


- ✓ Ομοιογενής εκτύπωση των μικροδομών στην επιφάνεια της σανίδας
- ✓ Μερική καταστροφή σε κάποιες δομές (2<sup>η</sup> χρήση της μήτρας)



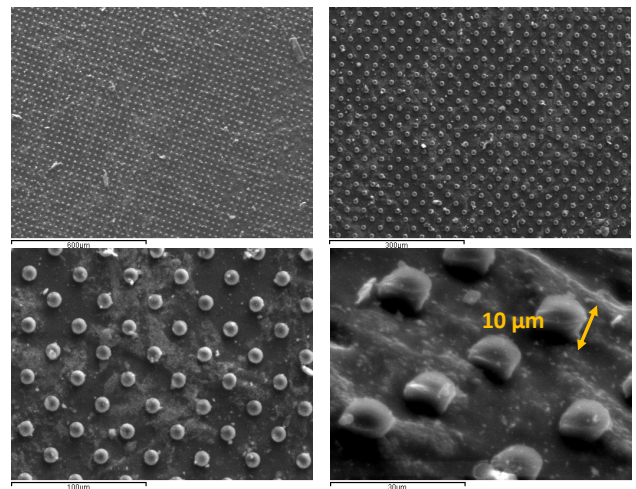
# Χαρακτηρισμός επιφανειών

4F: Nanoimprinted Board Surface-Tilted 45°



✓ Μικροκολώνες ύψους ~9.2 µm

5ODC: Nanoimprinted Board Surface



✓ Μικροκολώνες ύψους ~10 µm



# Αντιβακτηριακή μελέτη



- Η εκτυπωμένη επιφάνεια των σανίδων θα μελετηθεί έναντι των βακτηρίων **E.coli** (gram negative) και **S. aureus** (gram positive)
- Εμποτισμένα χαρτιά MF και MF-Nanocellulose, δόθηκαν στη Nanotyper για nanoimprint
- Τα nanoimprinted χαρτιά (με τα οποία γίνεται το lamination των σανίδων), θα εξεταστούν ως προς τις αντιβακτηριακές τους ιδιότητες

## • Δείγματα προς μελέτη

	Δείγμα	Περιγραφή
1	Ref	Non-Imprinted paper
2	10 μm- 6	Nanoimprinted paper, 10 μm pillars
3	10 μm- 8	Nanoimprinted paper, 10 μm pillars
4	BSi-6	Nanoimprinted paper, black silicon topography
5	BSi-8	Nanoimprinted paper, black silicon topography



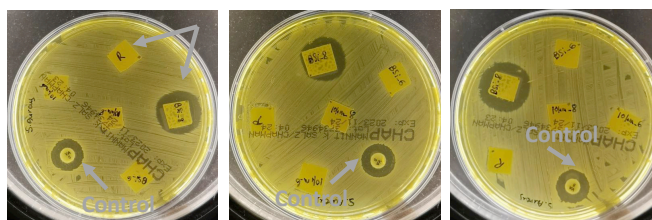
# Αντιβακτηριακή μελέτη

## Αντιβακτηριακή μελέτη με τη μέθοδο Kirby-Bauer



### S. aureus

**Control:** δισκίο εμποτισμένο με αντιβιοτικό που αναστέλλει τη βακτηριακή ανάπτυξη



### E.coli

- Το BSi\_8 παρουσιάζει μια μικρή ζώνη αναστολής έναντι του E.coli, στις 2 από τις 3 τεχνικές επαναλήψεις



- το δείγμα Bsi\_8 έχει ισχυρή ανασταλτική δράση έναντι του *S. aureus* (3 τεχνικές επαναλήψεις)
- Δεν παρατηρήθηκε αναστολή της βακτηριακής ανάπτυξης στα υπόλοιπα δείγματα

Τα nanoimprinted δείγματα τοπογραφίας Bsi\_8 παρουσιάζουν αντιβακτηριακή δράση έναντι κ των δύο βακτηρίων, με ισχυρότερη να εμφανίζεται αυτή έναντι του *S.aureus*





# Ευχαριστίες

Η εργασία υλοποιείται στο πλαίσιο της Δράσης «Ειδικές Δράσεις «Υδατοκαλλιέργειες» - «Βιομηχανικά Υλικά» - «Ανοιχτή Καινοτομία στον Πολιτισμό» που συγχρηματοδοτείται από το Ευρωπαϊκό Ταμείο Περιφερειακής Ανάπτυξης (ΕΤΠΑ) της Ευρωπαϊκής Ένωσης και εθνικούς πόρους μέσω του Ε.Π. Ανταγωνιστικότητα, Επιχειρηματικότητα & Καινοτομία (ΕΠΑνΕΚ 2014-2020) (κωδικός έργου: Τ6ΥΒΠ-00341)



**ΕΠΑνΕΚ 2014-2020**  
**ΕΠΙΧΕΙΡΗΣΙΑΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ**  
**ΑΝΤΑΓΩΝΙΣΤΙΚΟΤΗΤΑ**  
**ΕΠΙΧΕΙΡΗΜΑΤΙΚΟΤΗΤΑ**  
**ΚΑΙΝΟΤΟΜΙΑ**

  
ΕΛΛΗΝΙΚΗ ΔΗΜΟΚΡΑΤΙΑ  
ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ  
ΑΝΑΠΤΥΞΗΣ ΚΑΙ ΕΠΕΝΔΥΣΕΩΝ  
ΕΙΔΙΚΗ ΓΡΑΜΜΑΤΕΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ  
ΠΡΟΓΡΑΜΜΑΤΩΝ ΕΤΠΑ, ΤΣ & ΕΚΤ  
ΕΙΔΙΚΗ ΥΠΗΡΕΣΙΑ ΔΙΑΧΕΙΡΙΣΗΣ ΕΠΑνΕΚ

  
ΓΕΝΙΚΗ ΓΡΑΜΜΑΤΕΙΑ  
ΕΡΕΥΝΑΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ

  
**ΕΣΠΑ**  
**2014-2020**  
ανάπτυξη - εργασία - αλληλεγγύη

Με τη συγχρηματοδότηση της Ελλάδας και της Ευρωπαϊκής Ένωσης

[www.nanotypos.com](http://www.nanotypos.com)

[nikos@nanotypos.com](mailto:nikos@nanotypos.com)

