

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

**ТЕХНОЛОГІЇ
ТА
ІНЖИНІРИНГ**

№ 3(14), 2023

DOI:10.30857/2786-5371.2023.3

Наукове фахове видання

Періодичність виходу: 6 разів на рік

Дата заснування: грудень 1999 р.

Київ 2023

Засновником видання «Технології та інжиніринг» є

КИЇВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ТЕХНОЛОГІЙ ТА ДИЗАЙНУ

Науковий фаховий журнал є правонаступником видання «Вісник Київського національного університету технологій та дизайну», який у свою чергу був правонаступником видання «Известия высших учебных заведений. Технология легкой промышленности», який видавався з березня 1958 року у Київському технологічному інституті легкої промисловості (СРСР).

№ 3(14), 2023

Свідоцтво про державну реєстрацію друкованого засобу масової інформації: серія KB №24822–14762 ПР від 19.04.2021р.

Свідоцтво суб'єкта видавничої справи: ДК № 993 від 24.07.2002 р.

Журнал входить до переліку наукових фахових видань України.

Наказ МОН України від 29.06.2021 №735 (додаток 3). Категорія Б. Технічні науки. Спеціальності: 122, 131, 133, 151, 161, 132, 182, 141, 144, 171 (2018, 2020).

ISSN 2786-5371 print

ISSN 2786-538X online

Журнал зареєстровано в Міжнародному центрі періодичних видань (ISSN International Centre, Париж, Франція)

Журнал реферується та індексується у наступних міжнародних базах даних: Ulrich's Periodicals Directory, EBSCOhost, WorldCat, Index Copernicus, Research Bible, SJIF, PBN, JIF, OAJI, InfoBase Index, ISI, UIF, CiteFactor, Google Scholar, Crossref

Засновник і видавець:

Київський національний університет технологій та дизайну
Україна, 01011, м. Київ, вул. Мала Шияновська, 2

Головний редактор:

Панасюк І.В., д.т.н., професор

Заступник

головного редактора:

Злотенко Б. М., д.т.н., професор

**Відповідальний
секретар:**

Кривонос О. О.

Тематична спрямованість журналу «Технології та інжиніринг»: Інформаційні технології, електроніка, механічна та електрична інженерія. Матеріалознавство індустрії моди, технологій виробництва текстилю, одягу та взуття. Хімічні та біофармацевтичні технології.

Видання орієнтоване на науковців, викладачів, аспірантів, студентів, а також науково-практичних працівників і фахівців відповідних галузей промисловості.

АДРЕСА РЕДАКЦІЇ:

01011, м. Київ, вул. Мала Шияновська, 2, корп. 1, к. 1-347

тел./факс: +38 (044) 256-21-39

e-mail: vistnuk@knuutd.edu.ua; <http://vistnyk.knuutd.edu.ua/>

Рекомендовано до друку Вченою радою Київського національного університету технологій та дизайну, протокол № 10 від 30.06.2023 р.

Матеріали друкуються мовою оригіналу. Відповідальність за переклад, достовірність фактів, цитат, власних імен, географічних назв, назв підприємств, організацій, установ та іншої інформації несуть автори статей. Передруки та переклади статей дозволяються лише за згодою автора (-ів) та редакції.

MINISTRY OF EDUCATION AND SCIENCE OF UKRAINE

TECHNOLOGIES AND ENGINEERING

Issue 3(14), 2023

DOI:10.30857/2786-5371.2023.3

Scientific Specialized Edition

Issued: 6 times a year

Founded: December, 1999

Kyiv 2023

The owner of «Technologies and Engineering» is

KYIV NATIONAL UNIVERSITY OF TECHNOLOGIES AND DESIGN

This Scientific Specialized Journal is the successor of the edition "Bulletin of the Kyiv National University of Technologies and Design", which in turn was the legal successor of the edition «Proceedings of Higher educational establishments. Technology of the light industry», which was published by Kiev Technological Institute of Light Industry from March, 1958 (USSR).

№ 3(14), 2023

The state registration of print media is KB № 24822-14762 IIP, originating date 19.04.2021

License for publishing activity is ДК №993, originating date 24.07.2002

The journal is listed & reregistered in Higher Attestation Commission of Ukraine: №735 dated 29.06.2021 "Technologies and Engineering" in the list of professional publications: cat. B, technical specialties – 122, 131, 133, 151, 161, 132, 182, 141, 144, 171 (from 2018, 2020).

ISSN 2786-5371 print
ISSN 2786-538X online

The journal is registered in ISSN International Centre, Paris.

The journal is abstracted and indexed by Ulrich's Periodicals Directory, EBSCOhost, WorldCat, Index Copernicus, Research Bible, SJIF, PBN, JIF, OAJI, InfoBase Index, ISI, UIF, CiteFactor, Google Scholar, Crossref

Owner and Publisher:

Kyiv National University of Technologies and Design
Ukraine, 01011, Kyiv, 2, Mala Shyianovska Str.

Editor-in- Chief:

Igor V. Panasiuk - Dr., professor

Deputy Editor:

Borys M. Zlotenko - Dr., professor

Executive secretary:

Olena O. Kryvonos

Scientific fields: Information technologies, electronics, mechanical and electrical engineering. Material science in the textile, clothing and footwear manufacturing industries. Chemical and biopharmaceutical technologies.

The journal is aimed at a wide range of researchers, professors, students, and graduate students and to bring the results of scientific research carried out under a variety of intellectual traditions and organizations of procedures to the attention of a specialized readership.

EDITORIAL OFFICE:

01011, Ukraine, Kyiv, 2, Mala Shyianovska Str., office 1-347

Tel./fax: +38 (044) 256-21-39

e-mail: vistnuk@knutd.edu.ua; <http://vistnyk.knutd.edu.ua/>

Recommendations from Science Council of Kyiv National University of Technologies and Design, Protocol № 10, originating date 30.06.2023.

Articles are published in the original language. The authors are responsible for the translation, authenticity of facts, quotations, proper names, geographic names, names of enterprises and other information.

The Editorial Office's and author's consent is needed prior to republishing or translating the articles.

**ВІДОМОСТІ ПРО ЧЛЕНІВ РЕДАКЦІЙНОЇ КОЛЕГІЇ
наукового фахового журналу
«ТЕХНОЛОГІЇ ТА ІНЖИНІРИНГ»
"TECHNOLOGIES AND ENGINEERING"**

Панасюк Ігор Васильович – доктор технічних наук, професор, Київський національний університет технологій та дизайну, Україна – *головний редактор*, ORCID: 0000-0001-7572-4757.
Злотенко Борис Миколайович – доктор технічних наук, професор, Київський національний університет технологій та дизайну, Україна – *заступник головного редактора*, ORCID: 0000-0002-0870-8535.

**СЕКЦІЯ: ІНФОРМАЦІЙНІ ТЕХНОЛОГІЇ, ЕЛЕКТРОНІКА,
МЕХАНІЧНА ТА ЕЛЕКТРИЧНА ІНЖЕНЕРІЯ**

Шведчикова Ірина Олексіївна – доктор технічних наук, професор, Київський національний університет технологій та дизайну, Україна – *відповідальний редактор секції*, ORCID: 0000-0003-3005-7385.
Стаценко Володимир Володимирович – доктор технічних наук, доцент, Київський національний університет технологій та дизайну, Україна – *заступник відповідального редактора секції*, ORCID: 0000-0002-3932-792X.

Білоус Інна Юріївна – кандидат технічних наук, доцент, Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського», ORCID: 0000-0002-6640-103X.

Денисюк Сергій Петрович – доктор технічних наук, професор, Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського», Україна, ORCID: 0000-0002-2134-254X.

Жуйков Валерій Якович – доктор технічних наук, професор, Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського», Україна, ORCID: 0000-0002-3338-2426.

Мілих Володимир Іванович – доктор технічних наук, професор, Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут», Україна, ORCID: 0000-0002-6176-3103.

Осипенко Володимир Васильович – доктор технічних наук, професор, Національний університет біоресурсів і природокористування України, Україна, ORCID: 0000-0002-1077-1461.

Суходуб Ірина Олегівна – кандидат технічних наук, доцент, Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського», ORCID: 0000-0002-5895-1306.

Чорний Олексій Петрович – доктор технічних наук, професор, Кременчуцький національний університет імені Михайла Остроградського, Україна, ORCID: 0000-0001-8270-3284.

Шавьолкін Олександр Олексійович – доктор технічних наук, професор, Київський національний університет технологій та дизайну, Україна, ORCID: 0000-0003-3914-0812.

Andrzej Borusiewicz – D.Sc., Associate Professor, International University of Applied Sciences in Lomza, Poland, ORCID: 0000-0002-1407-7530.

Jasim Mohmed – Docent, PhD, Al-Furat Al-Awsat Technical University – Al-Musssaib Technical college, Kufa, Ira, ORCID: 0000-0002-2983-416X.

Juraj Gerlici – Prof., Dr. Ing., University of Žilina, Slovak Republic. ORCID: 0000-0003-3928-0567

Kateryna Kravchenko – PhD, University of Žilina, Slovak Republic. ORCID: 0000-0002-3775-6288

Kay Berkling – Prof. Ph.D., Duale Hochschule Baden-Württemberg (DHBW), Karlsruhe. Germany. ORCID: 0000-0003-1186-5678

Mirosław Skibniewski – Prof., Ph.D., Dr.h.c., Honor. Prof., Department of Civil & Environmental Engineering A. James Clark School of Engineering University of Maryland, College Park, USA, ORCID: 0000-0002-7102-753X.

**СЕКЦІЯ: МАТЕРІАЛОЗНАВСТВО ІНДУСТРІЇ МОДИ, ТЕХНОЛОГІЇ
ВИРОБНИЦТВА ТЕКСТИЛЮ, ОДЯГУ ТА ВЗУТТЯ**

Галавська Людмила Євгеніївна – доктор технічних наук, професор, Лауреат Національної премії України імені Бориса Патона, Київський національний університет технологій та дизайну, Україна – *відповідальний редактор секції*, ORCID: 0000-0002-6994-6641.

Березненко Сергій Миколайович – доктор технічних наук, професор, Київський національний університет технологій та дизайну, Україна – *заступник відповідального редактора секції*, ORCID: 0000-0002-1042-6369.

Арабулі Світлана Іванівна – кандидат технічних наук, доцент, Лауреат Національної премії України імені Бориса Патона, Київський національний університет технологій та дизайну, Україна, ORCID 0000-0003-1049-8255.

Гараніна Ольга Олександрівна – доктор технічних наук, професор, Лауреат Національної премії України імені Бориса Патона, Київський національний університет технологій та дизайну, Україна. ORCID: 0000-0002-4715-3851.

Кизимчук Олена Павлівна – доктор технічних наук, професор, Дрезденський технічний університет, Німеччина, ORCID: 0000-0002-8874-8931.

Очеретна Лариса – PhD, доцент, Люберецький технічний університет, Чеська республіка, ORCID 0000-0003-4296-410X.

Первая Наталія Володимирівна, доктор технічних наук, професор Київський національний університет технологій та дизайну, Україна, ORCID: 0000-0002-5086-3926

Редько Яна Володимирівна, доктор технічних наук, доцент, Київський національний університет технологій та дизайну, Україна, ORCID: 0000-0001-7284-6898

Славінська Алла Людвигівна – доктор технічних наук, професор, Хмельницький національний університет, Україна, ORCID: 0000-0003-0663-9422.

Хімичева Анна Іванівна – доктор технічних наук, професор, Київський національний університет технологій та дизайну, Україна, ORCID: 0000-0002-3737-7341.

СЕКЦІЯ: ХІМІЧНІ ТА БІОФАРМАЦЕВТИЧНІ ТЕХНОЛОГІЇ

Плаван Вікторія Петрівна – доктор хімічних наук, професор, Лауреат Національної премії України імені Бориса Патона, Київський національний університет технологій та дизайну, Україна – *відповідальний редактор секції*, ORCID: 0000-0001-9559-8962.

Мокроусова Олена Романівна – доктор технічних наук, професор, Лауреат Національної премії України імені Бориса Патона, Київський національний університет технологій та дизайну, Україна – *заступник відповідального редактора секції*, ORCID: 0000-0003-1943-8048.

Андреева Ольга Адіславівна – доктор технічних наук, професор, Київський національний університет технологій та дизайну, Україна, ORCID: 0000-0001-8374-2306.

Бессарабов Володимир Іванович, доктор технічних наук, професор, Київський національний університет технологій та дизайну, Україна, ORCID: 0000-0003-0637-1729.

Будаш Юрій Олександрович – доктор технічних наук, професор, Київський національний університет технологій та дизайну, Україна, ORCID: 0000-0001-8718-1577.

Галстян Андрій Генрійович, доктор хімічних наук, професор, Київський національний університет технологій та дизайну, Україна, ORCID: 0000-0001-8475-8166

Іщенко Олена Володимирівна, доктор технічних наук, доцент, Київський національний університет технологій та дизайну, Україна, ORCID: 0000-0002-9510-6005

Кузьмінський Євген Васильович – доктор хімічних наук, професор, Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського», Україна, ORCID: 0000-0002-5632-8297.

Левицький Володимир Євстахович – доктор технічних наук, професор, Національний університет «Львівська політехніка», Україна, ORCID: 0000-0003-1323-1943.

Савченко Богдан Михайлович – доктор технічних наук, професор, Київський національний університет технологій та дизайну, Україна, ORCID: 0000-0002-8636-5734.

Скорохода Володимир Йосипович – доктор технічних наук, професор, Національний університет «Львівська політехніка», Україна, ORCID: 0000-0002-2352-5964.

Страшний Владислав Володимирович – доктор фармацевтичних наук, професор, Київський національний університет технологій та дизайну, Україна, ORCID: 0000-0002-9188-1821.

Хоменко Володимир Григорович – доктор технічних наук, доцент, Лауреат Національної премії України імені Бориса Патона, Київський національний університет технологій та дизайну, Україна, ORCID: 0000-0003-0013-8010.

Valeika Virgilijus – professor, PhD, Department of Physical and Inorganic Chemistry, Kaunas University of Technology, Kaunas, Lithuania, ORCID: 0000-0003-4974-7626.

Кривонос Олена Олександрівна – відповідальний секретар.

ЗМІСТ

ІНФОРМАЦІЙНІ ТЕХНОЛОГІЇ, ЕЛЕКТРОНІКА, МЕХАНІЧНА ТА ЕЛЕКТРИЧНА ІНЖЕНЕРІЯ

1. **Андрощук А. В.**
ЗАХИСТ ВІД DDOS-АТАК НА МОВАХ ПРОГРАМУВАННЯ JAVA
ТА C# 9
2. **МАЗІН М. Ю., ОНИКІЄНКО Ю. О.**
ВИКОРИСТАННЯ ВЕЙВЛЕТ ПЕРЕТВОРЕНЬ ДЛЯ ОБРОБКИ
ЗОБРАЖЕНЬ В СИСТЕМАХ ІНТЕРНЕТУ РЕЧЕЙ НА
МІКРОКОНТРОЛЕРАХ 15

ХІМІЧНІ ТА БІОФАРМАЦЕВТИЧНІ ТЕХНОЛОГІЇ

3. **ЛІСОВИЙ В. М., ЛИЖНЮК В. В., КОСТЮК В. Г.,
ПАЩЕНКО І. О., СМІШКО Р. О., ГОЙ А. М., ПОВШЕДНА І. О.,
ІЩЕНКО О. В., ЯРЕМЕНКО В. В., БЕССАРАБОВ В. І.**
ТЕХНОЛОГІЇ ОТРИМАННЯ ВИСОКОРОЗЧИННИХ ПОЛІМЕРНИХ
КОМПОЗИЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ З АКТИВНИМИ
ФАРМАЦЕВТИЧНИМИ ІНГРЕДІЄНТАМИ 26
4. **БУЛГАКОВ Є. С., САВЧЕНКО Б. М., ІСКАНДАРОВ Р. Ш.,
СВІСТІЛЬНИК Р. Ф., ПУШКАРЬОВ Д. В.**
ЗАСТОСУВАННЯ БІОРОЗКЛАДНИХ ПОЛІМЕРІВ ПРИ
ВИГОТОВЛЕННІ НЕКТАНИХ ФІЛЬТРУВАЛЬНИХ МАТЕРІАЛІВ 36
5. **ЛЯШОК І. О., ПЛАВАН В. П., ІЩЕНКО О. В.,
ГОДУНКО А. А., ШВЕЦЬ В. В.**
ВЛАСТИВОСТІ ГІБРИДНИХ ГІДРОГЕЛІВ З ДОДАВАННЯМ
МОДИФІКОВАНОГО КРОХМАЛЮ ТА ГЛИНИ
МОНТМОРИЛОНІТОВОГО ТИПУ 47
6. **МИРОНЮК О. В., БАКЛАН Д. В., ЛІ ЧЕ**
ВОДОВІДШТОВХУВАЛЬНІ ТОНКОПЛІВКОВІ ПОЛІМЕРНІ
КОМПОЗИТИ З ЧАСТИНКАМИ ЧЕРВОНОГО ШЛАМУ ЯК
СТРУКТУРОУТВОРЮВАЧАМИ 56
7. **РОЇК О. М., БАБЕНКО Н. О.**
ПОРІВНЯННЯ ВИМОГ СВІТОВИХ ФАРМАКОПЕЙ ДО ЯКОСТІ
ПЛАСТИРІВ 67
8. **ШОЛОГОН В. І., ВАХІТОВ Р. А., КАЛАФАТ К. В.,
ТАРАН Н. А., БЕССАРАБОВ В. І., ВАХІТОВА Л. М.**
МОДИФІКАЦІЯ ТА АРМУВАННЯ ЕПОКСИДНИХ ПОКРИТТІВ
ІНТУМЕСЦЕНТНОГО ТИПУ 77

TABLE OF CONTENTS

INFORMATION TECHNOLOGIES, ELECTRONICS, MECHANICAL AND ELECTRICAL ENGINEERING

1. **ANDROSHCHUK A. V.**
CYBER PROTECTION IN PROGRAMMING LANGUAGES JAVA AND C# 9
2. **MAZIN M. Yu., ONYKIIENKO Yu. O.**
WAVELET TRANSFORM APPLICATION FOR IMAGE PROCESSING IN MICROCONTROLLER BASED INTERNET OF THINGS SYSTEMS 15

CHEMICAL AND BIOPHARMACEUTICAL TECHNOLOGIES

3. **LISOVYI V. M., LYZHNIUK V. V., KOSTIUK V. G., PASHCHENKO I. O., SMISHKO R. O., GOYA A. M., POVSHEDNA I. O., ISHCHENKO O. V., YAREMENKO V. V., BESSARABOV V. I.**
TECHNOLOGIES FOR THE OBTAINING HIGHLY SOLUBLE POLYMER COMPOSITE MATERIALS WITH ACTIVE PHARMACEUTICAL INGREDIENTS 26
4. **BULHAKOV Ye. S., SAVCHENKO B. M., ISKANDAROV R. Sh., SVISTILNIK R. F., PUSHKAROV D. V.**
APPLICATION OF BIODEGRADABLE POLYMERS IN THE MANUFACTURE OF NONWOVEN FILTER MATERIALS 36
5. **LIASHOK I. O., PLAVAN V. P., ISHCHENKO O. V., GODUNKO A. A., SHVETS V. V.**
PROPERTIES OF HYBRID HYDROGELS WITH THE ADDITION OF MODIFIED STARCH AND MONTMORYLONITE-TYPE CLAY 47
6. **MYRONYUK O. V., BAKLAN D. V., LI C.**
WATER REPELLENT THIN FILM POLYMER COMPOSITES WITH RED MUD PARTICLES AS TEXTURE FORMING AGENTS 56
7. **ROIK O. M., BABENKO N. O.**
COMPARISON OF THE REQUIREMENTS OF WORLD PHARMACOPOEIAS FOR THE QUALITY OF PATCHES 67
8. **SHOLOHON V. I., VAKHITOV R. A., KALAFAT K. V., TARAN N. A., BESSARABOV V. I., VAKHITOVA L. M.**
MODIFICATION AND REINFORCEMENT OF INTUMESCENT EPOXY COATINGS 77

УДК 004.384

Андрощук А. В.

Київський національний університет технологій та дизайну, Україна

ЗАХИСТ ВІД DDOS-АТАК НА МОВАХ ПРОГРАМУВАННЯ JAVA ТА C#

Мета. Проаналізувати і порівняти можливості кіберзахисту у Java та C# та визначити переваги та недоліки кожної мови з точки зору безпеки програмного забезпечення.

Методика. В основу розробки системи ефективних засобів кіберзахисту було покладено основні механізми кіберзахисту, доступні у мовах програмування Java та C#, такі як виключення, контроль доступу, шифрування даних та перевірка вводу.

Результати. В ході дослідження було проведено аналіз загроз та вразливостей, що стосуються програм, написаних на мовах програмування Java та C#. Було виявлено, що такі загрози, як ін'єкція SQL-запитів, вразливості XSS (міжсайтовий скриптинг), вразливості переповнення буфера та інші, можуть становити серйозну загрозу для безпеки програмного забезпечення.

Для захисту програм від цих загроз було розглянуто основні механізми кіберзахисту, доступні у мовах програмування Java та C#. Серед них були виокремлені виключення, контроль доступу, шифрування даних та перевірка вводу. Ці механізми можуть бути використані для запобігання різним видам атак та злому програмного забезпечення.

Порівняно можливості кіберзахисту у Java та C# та визначено переваги та недоліки кожної мови з точки зору безпеки програмного забезпечення.

Зроблено висновки про важливість кіберзахисту на мовах програмування Java та C# та надано рекомендації для розробників програмного забезпечення стосовно свідомого підходу до кіберзахисту та використання відповідних методів та технік для забезпечення безпеки своїх програм.

Наукова новизна. Аналітично визначено переваги захисту від DDOS-атак шляхом використання обмеження кількості запитів за певний проміжок часу. А також реалізації авторизації та ролей користувачів.

Практична цінність. Запропоновано використання захисту від DDOS-атак шляхом обмеження кількості запитів, авторизацію користувачів та доступ по ролям, що може бути корисним для розробників програмного забезпечення, які працюють з мовами програмування Java та C#.

Ключові слова: кіберзахист; мови програмування Java та C#; атаки та вразливості; атаки на мережу; захист від атак; практики програмування; шифрування даних.

Вступ. У сучасному цифровому світі, де все більше і більше даних зберігається та передається за допомогою мереж, забезпечення кібербезпеки є надзвичайно важливим завданням. Кібербезпека охоплює широкий спектр заходів та технологій, які використовуються для захисту від кібератак, шахрайства та шпигунства.

Java та C# є двома популярними мовами програмування, які використовуються для розробки веб-додатків, мобільних додатків, десктопних програм та багатьох інших проектів. Однак, якщо не вживати належних заходів безпеки, програми, написані на цих мовах програмування, можуть бути вразливі до кібератак та інших загроз [1].

Проблема полягає у тому, що кібератаки стають все більш спеціалізованими та складними, тому необхідно застосовувати належні заходи безпеки, щоб уникнути вразливості. Недостатність захисту може призвести до витоку конфіденційної інформації, втрати даних, порушення законодавства та інших наслідків, які можуть значно завдати шкоди бізнесу та привести до серйозних фінансових втрат.

Тому важливо коректно використовувати методи та технології забезпечення кіберстійкості на Java та C#, щоб забезпечити надійний захист від можливих кібератак та інших загроз. Нижче розглянуті основні методи та технології, які можна використовувати для забезпечення кіберстійкості на цих мовах програмування.

Постановка задачі. Метою дослідження є проведення детального аналізу та дослідження методів кіберзахисту на мовах програмування Java та C#. Головним завданням є визначення актуальних загроз та вразливостей, які можуть впливати на безпеку програм, написаних на цих мовах, а також вивчення ефективних методів та практик для їх запобігання. Крім того, будуть представлені конкретні методи та техніки кіберзахисту, які можуть бути застосовані у розробці програм на Java та C#. Буде досліджено використання захищених класів, валідацію даних, контроль доступу та шифрування даних як основні методи для запобігання атакам та забезпечення безпеки програм.

Результати дослідження. Для забезпечення кібербезпеки в програмах на C# існують різноманітні методи. Один з таких методів – це застосування шифрування даних. Шифрування можна використовувати для захисту конфіденційних даних, таких як паролі, ключі API або особисті дані користувачів.

Іншим методом забезпечення кібербезпеки на C# є використання мережевих механізмів безпеки, таких як SSL або TLS. Ці механізми забезпечують безпеку при передачі даних між клієнтом і сервером, під час шифрування і перевірки автентичності.

Також на C# можна використовувати механізми контролю доступу, такі як ролі користувачів і авторизація на основі ролей. Ці механізми дозволяють обмежити доступ до функцій і ресурсів програми тільки тим користувачам, які мають на це право.

Для забезпечення безпеки в програмах на C# використовуються такі техніки, як валідація даних, обмеження розміру вхідних даних, перевірка цілісності даних і контроль доступу до баз даних. Також використовуються різноманітні бібліотеки і фреймворки, що забезпечують безпеку в програмах на C#.

Недоліком методів, що базуються на захисті прикладних програм на рівні коду, є те, що вони можуть залишатися вразливими до нових видів атак, які можуть бути відкриті в майбутньому [2]. Наприклад, хакери можуть використовувати вразливості в сторонніх бібліотеках, які використовуються у програмі, щоб отримати доступ до даних.

Крім того, використання методів, які забезпечують кібербезпеку на рівні програмного коду, може бути витратним у плані часу та зусиль. При зміні коду часто потрібно проводити повторні тестування та перевірку безпеки, що може затримувати процес розробки та випуску продукту на ринок [3].

Забезпечення кібербезпеки на рівні програмного коду не є універсальним рішенням, оскільки воно не враховує відмінностей у конфігурації серверів та мереж, на яких запускається програмне забезпечення. Тому, щоб забезпечити повну кібербезпеку, потрібно використовувати комплексні методи, що враховують різні аспекти безпеки, такі як фізичний доступ до серверів, захист мережі, захист даних тощо.

Якщо використання наявних методів кіберзахисту на C# не дозволяє досягнути необхідного рівня безпеки, можна розглянути інші рішення [4].

Одним з таких рішень є використання сукупності методів для забезпечення кіберзахисту.

Також можна використовувати аудит безпеки, щоб знайти потенційні вразливості в системі та виправити їх до того, як зловмисники зможуть ними скористатися.

Нарешті, необхідною складовою забезпечення кібербезпеки є культура безпеки в компанії. Кожен співробітник повинен бути свідомим можливих загроз та знати, як поводитися в разі підозри на кібератаку [5].

На Java існує велика кількість інструментів та бібліотек, що допомагають забезпечити кіберзахист додатків. Найпоширеніші методи для забезпечення кіберзахисту на Java включають:

1. Використання SSL / TLS для шифрування даних, переданих між сервером та клієнтом. Це дозволяє забезпечити конфіденційність та цілісність даних.

2. Використання криптографічних бібліотек, таких як Bouncy Castle або Java Cryptography Extension (JCE), для забезпечення безпеки при збереженні та передачі конфіденційної інформації, такої як паролі та ключі шифрування.

3. Використання функцій хешування, таких як SHA-256 або SHA-512, для збереження паролів та інших конфіденційних даних у безпечному форматі. Хешування дозволяє забезпечити захист від атак на перехоплення та злом паролів.

4. Використання механізмів контролю доступу, таких як Java Security Manager, для забезпечення безпеки на рівні коду. Це дозволяє забезпечити захист від виконання небезпечного коду та вразливостей, які можуть призвести до витоку даних або інших проблем.

5. Використання захисту від вразливостей веб-додатків, таких як OWASP Top 10, для забезпечення безпеки веб-додатків та захисту від атак, таких як SQL Injection або Cross-Site Scripting (XSS).

6. Використання механізмів моніторингу та логування, таких як Log4j або Apache Commons Logging, для виявлення та аналізу небезпечних дій або помилок в додатках.

Хоча існують різноманітні методи для забезпечення кіберзахисту на Java, вони також мають свої недоліки. Один з найбільш відчутних недоліків полягає в тому, що вони можуть бути обійдені зловмисниками. Наприклад, шифрування може бути розшифроване, якщо зловмисник знає ключ [6,7].

Іншою проблемою є те, що застосування деяких методів кіберзахисту може збільшити навантаження на систему. Наприклад, перевірка цифрових підписів може займати значну кількість часу, що може знизити продуктивність системи.

Крім того, методи кіберзахисту можуть бути складні для реалізації і підтримки, особливо в комплексних системах. Це може створювати проблеми для розробників і адміністраторів систем.

Однак, є різноманітні способи вирішення цих недоліків [8, 9]. Наприклад, можна використовувати більш складні алгоритми шифрування та автентифікації, що є більш надійними, та які важче обійти. Також можна зменшити навантаження на систему, шляхом оптимізації в роботі з даними, або використати спеціальні пристрої для шифрування та дешифрування даних.

Для розв'язання проблеми складності реалізації та підтримки методів кіберзахисту можна використовувати готові бібліотеки та фреймворки, які містять реалізації різних методів кіберзахисту та забезпечують їх просту інтеграцію в програми. Також, важливо проводити регулярну перевірку наявних методів кіберзахисту [9, 10].

На рис. 1 зображено результат успішного виконання програми, яка використовує авторизацію, захист від DDOS атак по даних користувача та IP, захист по ролях.

На рис. 2 зображено захист від DDOS атак шляхом встановлення кількості доступних запитів за хвилину.

На рис. 3 зображено захист по ролях користувачів, таким чином користувач 2, не має доступу до даних користувача 1.

На рисунку під підписом 1, зображено ввід url, по якій отримується доступ до даних.

На рисунку під підписом 2, зображено використання автентифікації, за допомогою якої передається ім'я користувача і пароль (зображено на рисунку під підписом 3) у вигляді тексту через HTTP-запит.

На рисунку під підписом 4 зображено відповідь від серверу з успішною авторизацією та доступом до даних.

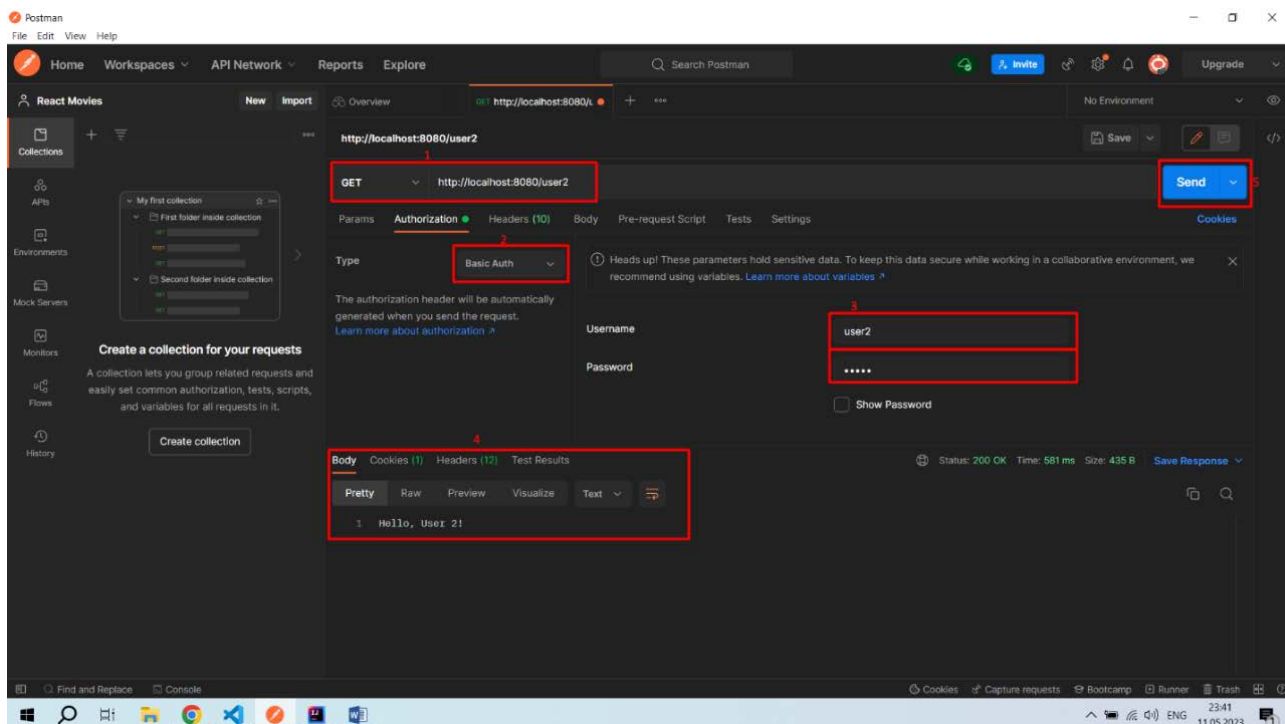


Рис. 1. Результат успішного виконання програми

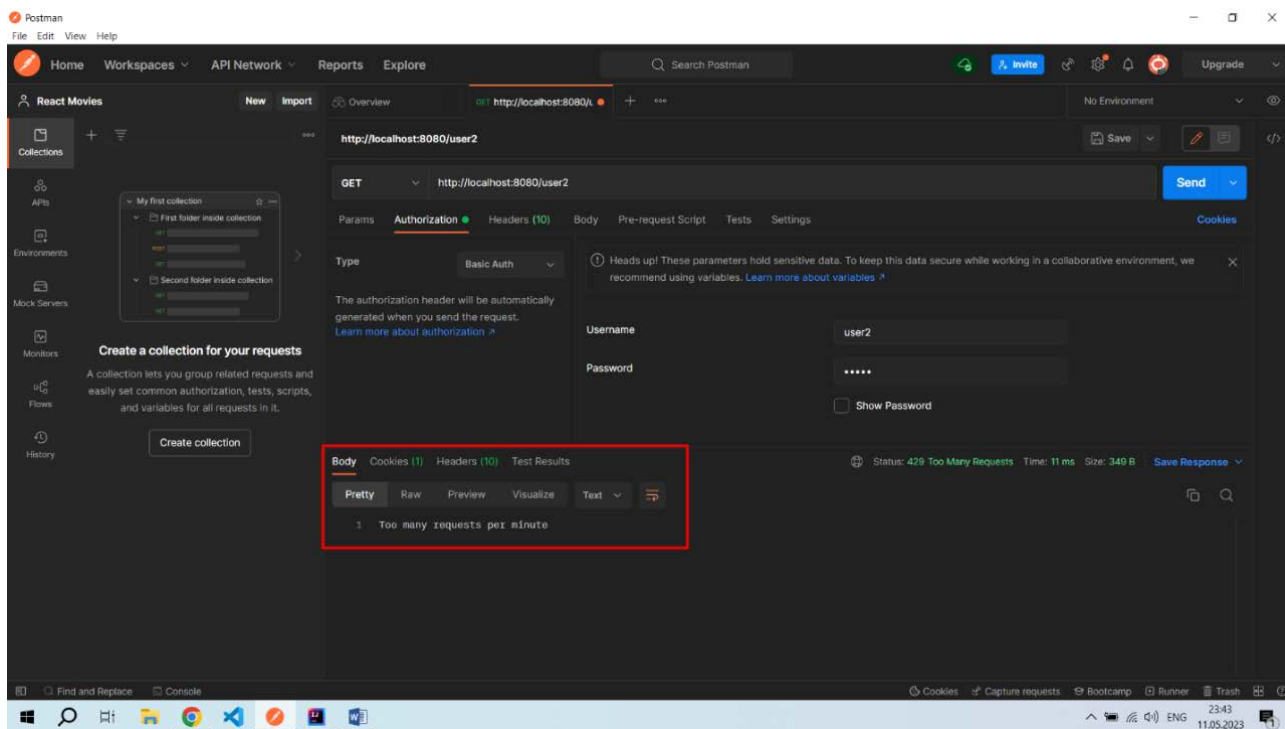


Рис. 2. Результат виконання програми зі статусом
«Перевищено ліміт запитів за хвилину»

Висновки:

В ході аналізу можливостей кіберзахисту у мовах програмування Java та C#, було виявлено, що обидві мови надають різноманітні механізми та інструменти для досягнення безпеки програмного забезпечення. Основні механізми, такі як виключення, контроль

доступу, шифрування даних та перевірка вводу, доступні в обох мовах і можуть бути використані для захисту від різних загроз.

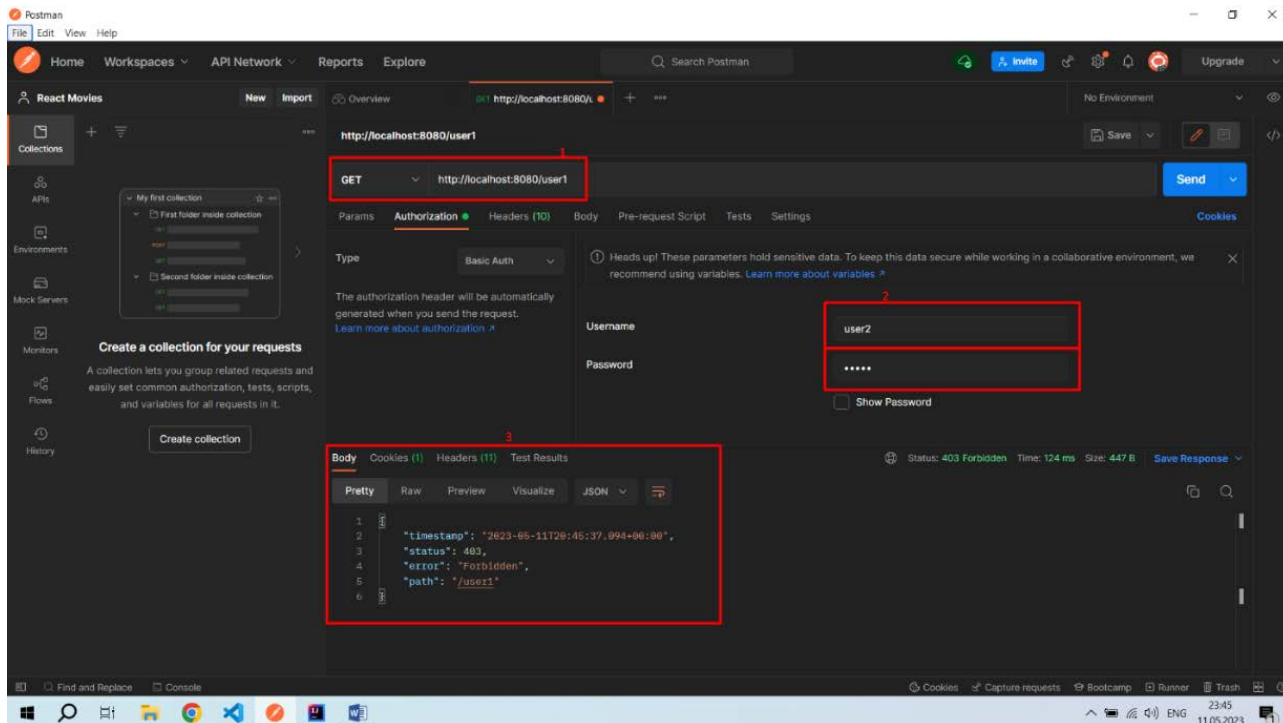


Рис. 3. Результат виконання програми зі статусом «Заборонено»

Однак, дослідження показало, що існують загрози та вразливості, які можуть впливати на безпеку програм, написаних на обох мовах. Зокрема, ін'єкція SQL-запитів, вразливості XSS та переповнення буфера виявлені як загрози, які можуть бути успішно використані зловмисниками для атак на програмне забезпечення.

Отже, хоча мови програмування Java та C# надають інструменти для кіберзахисту, є необхідність уважно враховувати потенційні загрози та вразливості при розробці програм. Тому розробникам важливо приділяти достатню увагу безпеці програмного забезпечення та застосовувати належні практики кіберзахисту, незалежно від обраної мови програмування.

References

1. Walther, S. (2010). ASP.NET 4 Unleashed. Indianapolis: Sams Publishing. 1680 p.
2. Howard, M., LeBlanc, D., Viega, J. (2009). 24 Deadly Sins of Software Security: Programming Flaws and How to Fix Them. New York: McGraw-Hill. 432 p.
3. Michaelis, M. (2017). Essential C# 7.0. Boston: Addison-Wesley Professional. 1008 p.
4. MacDonald, M. (2005). Pro.NET 2.0 Code and Design Standards in C#. New York: Apress. 968 p.
5. Manico, J., Detlefsen, A. (2014). Iron-Clad Java: Building Secure Web Applications. New York: McGraw-Hill Education. 456 p.
6. Hooker, D. (2014). Professional Java for Web Applications. Indianapolis: Wrox. 936 p.

Література

1. Walther S. ASP.NET 4 Unleashed. Indianapolis: Sams Publishing, 2010. 1680 p.
2. Howard M., LeBlanc D., Viega J. 24 Deadly Sins of Software Security: Programming Flaws and How to Fix Them. New York: McGraw-Hill, 2009. 432 p.
3. Michaelis, M. (2017). Essential C# 7.0. Boston: Addison-Wesley Professional. 1008 p.
4. MacDonald M. Pro.NET 2.0 Code and Design Standards in C#. New York: Apress, 2005. 968 p.
5. Manico J., Detlefsen A. Iron-Clad Java: Building Secure Web Applications. New York: McGraw-Hill Education, 2014. 456 p.
6. Hooker, D. Professional Java for Web Applications. Indianapolis: Wrox, 2014. 936 p.

- | | |
|--|---|
| <p>7. Schneier, B. (1996). Applied Cryptography: Protocols, Algorithms, and Source Code in C. New York: John Wiley & Sons. 758 p.</p> <p>8. McGraw, G. (2006). Software Security: Building Security In. Boston: Addison-Wesley Professional. 396 p.</p> <p>9. Tanenbaum, A. S., van Steen, M. (2002). Distributed Systems: Principles and Paradigms. Pearson Education, Upper Saddle River. 803 p.</p> <p>10. Mirkovic, J., Dietrich, S., Dittrich, D. (2016). DDoS Attacks: Evolution, Detection, Prevention, Reaction, and Tolerance. 763 p.</p> | <p>7. Schneier B. Applied Cryptography: Protocols, Algorithms, and Source Code in C. New York: John Wiley & Sons, 1996. 758 p.</p> <p>8. McGraw G. Software Security: Building Security In. Boston: Addison-Wesley Professional, 2006. 396 p.</p> <p>9. Tanenbaum A. S., van Steen M. Distributed Systems: Principles and Paradigms. Pearson Education, Upper Saddle River, 2002. 803 p.</p> <p>10. Mirkovic J., Dietrich S., Dittrich D. DDoS Attacks: Evolution, Detection, Prevention, Reaction, and Tolerance, 2016. 763 p.</p> |
|--|---|

ANDROSHCHUK ANDRII

Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine

<https://orcid.org/0000-0002-8452-4797>

Scopus Author ID: 6506601603

E-mail: andreykoandroshchuk@gmail.com

ANDROSHCHUK A. V.

Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine

CYBER PROTECTION IN PROGRAMMING LANGUAGES JAVA AND C#

Goal. Analyze and compare the cyber security capabilities of Java and C# and identify the advantages and disadvantages of each language from a software security perspective.

Method. The basis of the development of a system of effective cyber protection tools was the basic cyber protection mechanisms available in the Java and C# programming languages, such as exclusions, access control, data encryption and input validation.

The results. In the course of the study, an analysis of threats and vulnerabilities related to programs written in the Java and C# programming languages was carried out. It has been found that threats such as SQL injection, XSS (cross-site scripting) vulnerabilities, buffer overflow vulnerabilities and others can pose a serious threat to software security.

To protect applications from these threats, the main cyber defense mechanisms available in the Java and C# programming languages have been reviewed. Among them, exclusions, access control, data encryption and input verification were singled out. These mechanisms can be used to prevent various types of attacks and software hacking.

It compares the cyber defense capabilities of Java and C# and identifies the advantages and disadvantages of each language from a software security perspective.

Conclusions are drawn on the importance of cyber security in the Java and C# programming languages, and software developers are encouraged to take a conscious approach to cyber security and use appropriate methods and techniques to secure their applications.

Scientific novelty. Updated analysis and research in the field of cyber security in the Java and C# programming languages is offered. A comparison of cyber security capabilities in Java and C#. An analysis of their advantages and disadvantages from the point of view of software security is made, and recommendations are made for choosing a language with cyber security in mind.

Practical value. This article provides practical value to software developers working with the Java and C# programming languages. It offers an analysis of threats and vulnerabilities that can affect the security of programs written in these languages. This analysis helps developers to be more aware of potential risks and take appropriate measures to protect their applications.

Keywords: Cyber protection; Java and C# programming languages; Attacks and Vulnerabilities; Attacks on the network; Protection against attacks; Programming practices; Data encryption.

УДК 621.382

MAZIN M. Yu., ONYKIIENKO Yu. O.

National Technical University of Ukraine "Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute", Kyiv, Ukraine

WAVELET TRANSFORM APPLICATION FOR IMAGE PROCESSING IN MICROCONTROLLER BASED INTERNET OF THINGS SYSTEMS

Purpose. Investigating the efficiency of Haar Wavelet Transform as an additional transformation to JPEG image compression in the context of limited resources on microcontrollers.

Methodology. The aims are exploring the effectiveness of using Haar wavelet transform as an additional transformation to JPEG for image compression, considering the limited resources of microcontrollers. The research focuses on reducing of the image transmission time and energy consumption by utilizing the combined approach. The methodology involves experimental evaluation of image quality processed using Haar wavelet transform and compressing performing JPEG transformation on the microcontroller module ESP32-CAM, which captures images with an embedded camera. The evaluation includes comparison of images compressed with JPEG alone and with the combination of the wavelet transform and JPEG, calculating the Peak Signal-to-Noise Ratio (PSNR) and Structural Similarity Index Measure (SSIM) coefficients.

Findings. A software module for implementing Haar wavelet transform on the ESP32-CAM microcontroller has been developed. The efficiency of using Haar wavelet transform as an additional method to JPEG for image compression and transmission is evaluated, considering the limited resources of the microcontroller. The size of compressed images and their quality was compared, assessing the size reduction of compressed images and the quality using PSNR and SSIM coefficients. The results showed that the additional use of Haar wavelet transform reduced the image size from 25% to times without significant loss in image quality, although the image processing time increased to 1 second.

Originality. A combined approach for image compression using multiple video processing methods, taking advantage of the capabilities of 32-bit microcontrollers with external memory, was proposed.

Practical value. The proposed image processing method can reduce the transmission time and energy consumption during transformations and image transmission, thereby extending the battery life of the sensor node. Moreover, this compression approach can maintain the quality of the original image with minimal data loss by reducing the amount of visual information lost during compression.

Keywords: image compression; wavelet transforms; Haar wavelet; PSNR; SSIM.

Introduction. Modern sensor networks consist of nodes equipped with sensors, a computing unit, wireless communication modules with a low data transfer rate, and a battery. In order to provide economical monitoring of the environment, the nodes must be inexpensive and energy efficient. For this reason, the node computing unit is usually an inexpensive microcontroller with limited processing power and RAM [1]. A sensor node can be equipped with a small camera to track an object or monitor the environment, thus forming a camera sensor network [2, 3]. However, systems designed for image processing require more resources than a typical low-cost sensor node. Even if the image can be stored on the node itself using cheap, fast and large flash memory [4], transferring the image over the network may require quite high bandwidth and a lot of energy. Therefore, image processing or image data compression must be performed.

With modern data and signal processing methods that require very little RAM, low-cost sensor networks can be created by connecting small cameras and external flash memory to low-cost sensor nodes. One of the widely used techniques for image preprocessing, to view or compress an image, is the discrete wavelet transform or wavelet transform.

Until now, image processing technologies required a memory volume that significantly exceeds the resources of conventional microcontrollers. Therefore, in the sensor platforms of image

processing, varieties of wave transformation in the form of fractional wave filters were used, which require very little memory in the processing process. For example, in work [5] a variant of the filter is proposed that requires less than 1.5 KB of RAM to convert an image of 256×256 pixels with 8-bit color depth using only 16-bit integer arithmetic. Thus, the fractional wavelet filter works well within the limitations of typical low-cost sensor nodes [6]. The disadvantage of transformations based on fractional filters is a sufficiently long processing time.

Currently, 32-bit microcontrollers, thanks to high performance and additional external memory, allow significantly reduce calculation time and increase the efficiency of wave transformations. In addition, there are opportunities to perform more complex, combined image processing.

Objectives. The purpose of the work is to investigate the effectiveness of using the Haar wavelet transform for image processing and then saving them in JPG format for further transmission within the network. To achieve the goal, it is necessary to capture and process the image using the ESP32-CAM microcontroller module, evaluate the effect of the number of iterations of the wavelet transformation and the quality factor of the JPG transformation on the size and quality of the obtained image. It is also necessary to estimate the processing time of the images.

Results of previous studies. Today, the main directions for improving image processing in sensor networks are to ensure a reduction in the time of transmission of the images themselves and a reduction in energy consumption during transformations and transmission of images. The image transfer time directly depends on the image size. In work [7], in order to reduce the energy consumption of the node due to the limited capacity of energy storage devices, an adaptive Haar wavelet transformation was used. An approach to grayscale compression is proposed, which ensures the quality of the original image with the least possible data loss. In this way, the battery life of the sensor is extended by reducing the amount of visual information that is lost during compression. The paper also compares the image size before and after compression. For networks with a large number of nodes located close together, redundant information in the form of images is a problem because it increases energy consumption. Therefore, the use of wavelet transformation along with the use of data prioritization together with information about the state of the channel between sensor nodes and a cluster node is proposed in [8]. This approach in the form of shared image transmission increases the service life of batteries in the network. Each sensor node receives images, which were decomposed into four sub-images using a 1-level wavelet transform and were transmitted through different channels. The cluster node manages the transmission process.

The hardware resources of the sensor nodes are no less important than the image quality, which affects the cost of the equipment. Considerable attention is paid to reducing the amount of memory used in the wavelet transform process. In [9], a variant of the architecture for calculating the wavelet transform of an image using a fractional wavelet filter (FrWF) is proposed, which provides a memory amount reduction during image processing. The disadvantage of the approach is that the original image and transformed coefficients are stored on an external memory card. Another option for calculating the wavelet transform using a fractional wavelet filter is the so-called lifting-based implementation of the transform [10], which requires fewer calculations than FrWF. The evaluation results show that for high-resolution images (2048×2048), the complexity of the proposed implementation is about 40% less than that of FrWF without any additional memory requirements.

Features of the Haar wavelet transform. The Haar transform is one of the simplest and most basic wavelet transform methods. For example, a one-dimensional discrete signal $f(f_1, f_2, \dots, f_n)$ is decomposed by the Haar transform into two components of the same size. The first component is called the average value or approximation, and the second - the difference or detail. The formula for calculating the value of the average sub-signal (sub-signal), $a_1 = (a_1, a_2, \dots, a_{N/2})$, at the first level for a signal of length N has the following form:

$$a_n = \frac{f_{2n-1} + f_{2n}}{\sqrt{2}}, \quad (1)$$

where $n = 1, 2, 3, \dots, N/2$, and detailing sub-signal, $d_1 = (d_1, d_2, \dots, d_{N/2})$, at the same level is represented as

$$d_n = \frac{f_{2n-1} - f_{2n}}{\sqrt{2}}, \quad (2)$$

These values form two new signals $a\{a_n\} \ n \in Z$ and $d\{d_n\} \ n \in Z$, one of which is a rough version of the initial signal (each pair of f elements corresponds to their arithmetic mean), and the other contains the information necessary to restore the initial signal. Really,

$$\begin{aligned} f_{2n-1} &= a_n + d_n \\ f_{2n} &= a_n - d_n \end{aligned} \quad (3)$$

A similar operation can be applied to signal a and thereby two signals will be obtained, one of them is a rough version of a and the other contains the detailed information needed to reconstruct signal a .

Discrete two-dimensional wavelet transform is performed by sequentially applying one-dimensional wavelet transforms to the rows and columns of the image matrix. First, a one-dimensional wavelet transform is applied to each row, and the resulting results are written back into place. The wavelet transform is then applied to the columns. This process divides the image into four parts: a low-frequency component (LL), a vertical-high-frequency component (LH), a horizontal-high-frequency component (HL), and a high-frequency component (HH), as shown in Fig. 1.

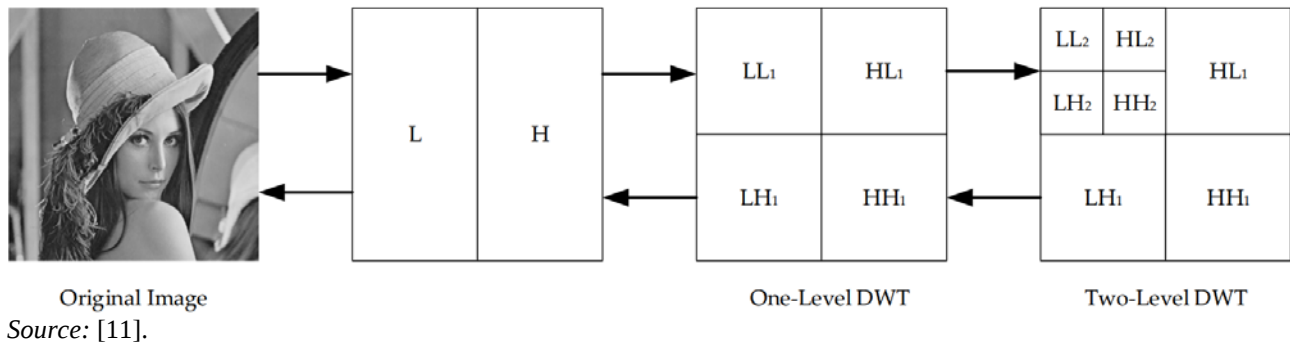


Fig. 1. One-level and two-level Haar transform wavelet algorithm

Applying an N -fold 2D wavelet transform means repeating this process N times. Each subsequent wavelet transformation is applied to the lower quarter of the matrix (quadrant LL). The result is a hierarchical image structure where each level represents a modified version of the previous level. This makes it possible to analyze the image at different scales and highlight its details depending on the requirements of the task.

The inverse wavelet transform is performed recursively, starting from the lowest level and reconstructing each level based on its respective constituents. This process allows you to reconstruct an image from different levels of decomposition and use it for further analysis or processing. To restore quadrant LL1, presented in fig. 1, quadrants LL2, LH2, HL2, HH2, etc. are used. Similarly, N -fold inverse wavelet transformation is performed. It should be noted that the specified transformation is hierarchical, i.e. if, when applying the inverse wavelet transformation, not all levels are calculated, but a smaller number of them, then a reduced copy of the image is formed in the LL quadrant, as shown in Fig. 1. In particular, if no inverse wavelet transform is used at all, then the youngest quadrant is also a reduced copy of the image. Thanks to this property, the inverse wavelet

transform allows you to cut out fragments of images at different scales. It should be noted that the available scales are determined by the number of levels of the wavelet transformation and are not arbitrary, but differ by a factor of two. Therefore, the application of two-dimensional wavelet transformation allows obtaining a multi-scale representation of the image, where each level has its own information about the details of the image at the corresponding scale. It is convenient for various image processing tasks such as compression, filtering, edge detection and others.

PSNR (Peak Signal-to-Noise Ratio) is an indicator of the quality of signal reproduction, which is measured in decibels (dB). PSNR compares the maximum possible power of the signal with the power of the noise that distorts it. The higher the PSNR, the better the signal quality. PSNR is often used to evaluate the quality of compressed images or videos. PSNR can be calculated using the following formula:

$$PSNR = 10 \cdot \log_{10} \left(\frac{MAX^2}{MSE} \right), \quad (4)$$

where MAX is the maximum possible value of the signal and MSE is the root mean square error between the original and reproduced signals. For images consisting of 8-bit pixels, $MAX = 255$. MSE can be calculated using the following formula:

$$MSE = \frac{1}{mn} \sum_{i=0}^{m-1} \sum_{j=0}^{n-1} [I(i, j) - K(i, j)]^2, \quad (5)$$

where $I(i, j)$ is the pixel value of the original signal at position (i, j) and $K(i, j)$ is the pixel value of the reproduced signal at the same position. m and n are the vertical and horizontal dimensions of the signal, respectively.

SSIM (Structural Similarity Index Measure) - is a method for evaluating the perceived quality of digital images and videos, and for measuring the similarity between two images. SSIM is based on the assumption that human visual perception is adapted to detect structural information in a scene, and takes into account important perceptual phenomena such as luminance and contrast masking. Mathematically, SSIM can be calculated using the following formula:

$$SSIM(x, y) = \frac{(2\mu_x\mu_y + c_1)(2\sigma_{xy} + c_2)}{(\mu_x^2 + \mu_y^2 + c_1)(\sigma_x^2 + \sigma_y^2 + c_2)} \quad (6)$$

where x and y are the two images to be compared, μ_x and μ_y are the averages of pixels x and y , σ_x^2 and σ_y^2 are the variances of pixels x and y , σ_{xy} is the covariance of pixels x and y , and c_1 and c_2 are constants, which prevent division by zero. Typically, $c_1 = (k_1L)^2$ and $c_2 = (k_2L)^2$, where L is the dynamic range of pixels (255 for 8-bit images) and k_1 and k_2 are constants (0.01 and 0.03). SSIM can be computed locally on small portions of images to produce an SSIM map that shows regions of similarity and difference between two images. The mean value of the SSIM map is used as an overall measure of similarity between two images.

Average pixel values for each image:

$$\mu_x = \frac{1}{16} \sum_{i=0}^3 \sum_{j=0}^3 x(i, j); \quad (7)$$

$$\mu_y = \frac{1}{16} \sum_{i=0}^3 \sum_{j=0}^3 y(i, j). \quad (8)$$

Pixel variances for each image:

$$\sigma_x^2 = \frac{1}{16} \sum_{i=0}^3 \sum_{j=0}^3 [x(i, j) - \mu_x]^2; \quad (9)$$

$$\sigma_y^2 = \frac{1}{16} \sum_{i=0}^3 \sum_{j=0}^3 [y(i, j) - \mu_y]^2. \quad (10)$$

Pixel covariance between two images:

$$\sigma_{xy} = \frac{1}{16} \sum_{i=0}^3 \sum_{j=0}^3 [x(i, j) - \mu_x][y(i, j) - \mu_y]. \quad (11)$$

An SSIM value close to or equal to 1 is considered good for images, meaning they are nearly identical or without distortion.

Description of hardware and software for investigating the effectiveness of wavelet transforms in image compression. 32-bit microcontrollers have a sufficiently high performance for processing signals of various types. However, image processing involves the use of large amounts of RAM, which most general-purpose microcontrollers do not have. The problem is solved by connecting external RAM with a serial interface to the microcontroller, although this approach reduces the speed of video processing. The ESP32-CAM module [12] was used for research, which consists of two boards: a microcontroller board with a camera and memory and a board with a USB interface and power circuits. The microcontroller board contains a dual-core ESP32 microcontroller with a Tensilica Xtensa LX6 microprocessor core and a built-in Wi-Fi channel, a 2-megapixel camera and a 4 MB PSRAM chip. The presence of Wi-Fi allows you to transfer the image directly to the web page opened in the browser. The main characteristics of the microcontroller board:

- The maximum frequency of the clock generator is 240 MHz
- Program memory capacity – 4 MB
- RAM capacity (internal + external) – 4+0.5 MB
- Camera resolution – 2 megapixels

The appearance of the ESP-CAM module with a connected camera is shown in Fig. 2.



Fig. 2. External view of ESP32-CAM module with camera and USB interface board

The Haar wavelet transform is known for its simplicity and efficiency and is suitable for implementation on a microcontroller with limited resources. The main purpose of the experiments was to determine how much the Haar transform wavelet increases the efficiency of image compression from the camera when saved in JPG format. That is, the image was saved in JPG format

after discrete wavelet transform (WDT), as shown in Fig. 3b and compared with the image saved in JPG format without additional wavelet transform (Fig. 3a). Additional compression is necessary so that the image is transferred from the microcontroller to other devices in the shortest possible time. To simplify and speed up the process of comparing results, an html page was created, which was stored in the memory of the microcontroller and to which the processed image and the size of the processed file were transferred. In addition, the number of wavelet transformation iterations and the quality level of the processed JPG file were specified through the html page. Converting the image to JPG format was performed using the functions included in the image processing library for the ESP32 microcontroller [13]. The great advantage of the library is the support of a large number of input data formats, as well as the ability to set the quality level of the image converted to JPG. In order to evaluate the quality of image compression using the JPEG + WDT method, the inverse transformation of the received data was performed on the computer with the output of the final image on the screen.

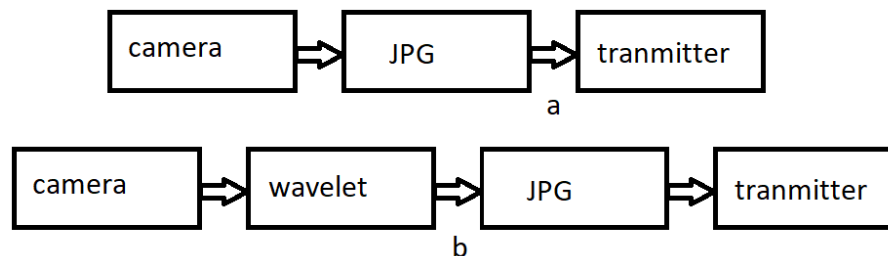


Fig. 3. Image processing and transmission algorithm: a) conventional, b) proposed

During the experiments, the following was studied:

1. Size ratio of black-and-white and color images processed using the combined JPEG + WDT conversion and black-and-white and color images of the same quality, compressed and saved in JPEG format. The experiment was performed for single and double wavelet transformation at the following quality values of JPEG and JPEG + WDT images: 70, 80, 90 and 100%.

2. Size ratio of black-and-white and color images processed using the combined JPEG + WDT conversion and the same quality black-and-white and color images saved only in JPEG format with a fixed image quality value of 100%. The experiment was performed for single and double wavelet transformation at the following quality values of JPEG + WDT images: 70, 80, 90 and 100%.

Table 1

Comparison of the results of JPEG conversion and JPEG + WDT conversion

Size	Iterations	Quality, %	Size JPEG + WDT, B	Size JPEG, B	$t_{compression\ JPEG, ms}$	$t_{wavelet, ms}$	PSNR, δB	SSIM
160x120	1	100	11987	15762	57	502	37,15	0,98
160x120	1	90	3333	4760	42	491	35,01	0,97
160x120	1	80	2242	3270	39	474	35,92	0,98
160x120	1	70	1894	2634	35	473	34,88	0,98
160x120	2	100	9621	15793	57	934	27,78	0,85
160x120	2	90	2514	4668	42	910	26,91	0,82
160x120	2	80	1695	3228	34	908	26,33	0,79
160x120	2	70	1425	2631	39	908	28,49	0,90

Analysis of the results of the experiment. Tables 1 and 2 show for all experiments the following data: input image size in pixels, Haar wavelet iteration number, JPEG quality in percent, JPEG + WDT image size and JPEG image size, time JPEG image compression, Haar wavelet image

compression time, PSNR peak signal-to-noise ratio for Haar transform, and Haar transform SSIM structural similarity index, which can range from 0 to 1, where 1 indicates complete similarity between original and reconstructed /compressed image to evaluate the compression quality. PSNR values are measured in decibels (dB) and are typically in the range of 20 to 50 dB.

The results of the first experiment are shown in Table 1, where the data is obtained for images with the same level of JPEG quality. As can be seen from the table, an additional wavelet transformation with one iteration at a quality of 100% reduces the image size by approximately 25%; for two iterations of the wavelet transformation the image is compressed by approximately 50%. PSNR values are close to 40dB, which is considered very well, as well as SSIM values close to one.

Table 2

**Comparison of JPEG conversion results at 100% constant quality
and JPEG + WDT conversion**

Size	Iterations	Quality JPEG + WDT, %	Quality JPEG, %	Size JPEG + WDT, B	Size JPEG, B	$t_{\text{compression}}$ JPEG, ms	t_{wavelet} , ms	PSNR	SSIM
160x120	1	90	100	3293	15769	58	491	32,68	0,94
160x120	1	80	100	2251	15753	59	474	31,91	0,94
160x120	1	70	100	1865	15721	54	473	30,86	0,93
160x120	1	60	100	1589	15468	56	489	30,12	0,92
160x120	2	90	100	2490	15629	58	925	27,07	0,81
160x120	2	80	100	1674	15583	56	924	26,49	0,79
160x120	2	70	100	1421	15563	55	907	28,28	0,89
160x120	2	60	100	1284	15551	58	923	27,87	0,88

The results of the second experiment for a picture with JPEG compression at 100% quality, and for a picture with JPEG + WDT compression at 90% to 60% quality are listed in Table 2. Quality values below 60% are inappropriate for conducting the experiment. The results show that reducing the quality of JPEG has almost no effect on the legibility of the image, as the PSNR and SSIM coefficients remain at a satisfactory level but with smaller picture size parameters. For the lowest quality, the difference in file sizes is about 10 times for one iteration of the Haar wavelet, while for two iterations of the Haar wavelet, the difference in image size is almost 12 times.

Figure 4 shows an image saved in JPEG format (a), processed using the forward Haar transform + JPEG (b), reconstructed using the inverse Haar transform (c) for one iteration, and the direct (d) and inverse (e) Haar transform for two iterations.

The image from the camera in RGB888 format, saved in JPEG format, is presented in Fig. 4a. The same image in RGB888 format was processed using the Haar wavelet transform, which made it possible to reduce the size of the image itself and save only the most important details, and saved in JPEG format, presented in Fig. 4b. The Haar wavelet function was used to highlight important functional elements of the image. The inverse Haar transform process restores the image to near-original quality by restoring the details of the compressed image based on the reduced wavelet transform coefficients, as shown in Fig. 4 in. Although the quality of the restored image will be worse in any case due to the loss of information due to JPEG compression. Two iterations of the Haar transformation make it possible to reduce the size of the compressed file several times, but the artifacts on the reconstructed image become more noticeable, which confirms the values of the PSNR and SSIM coefficients.

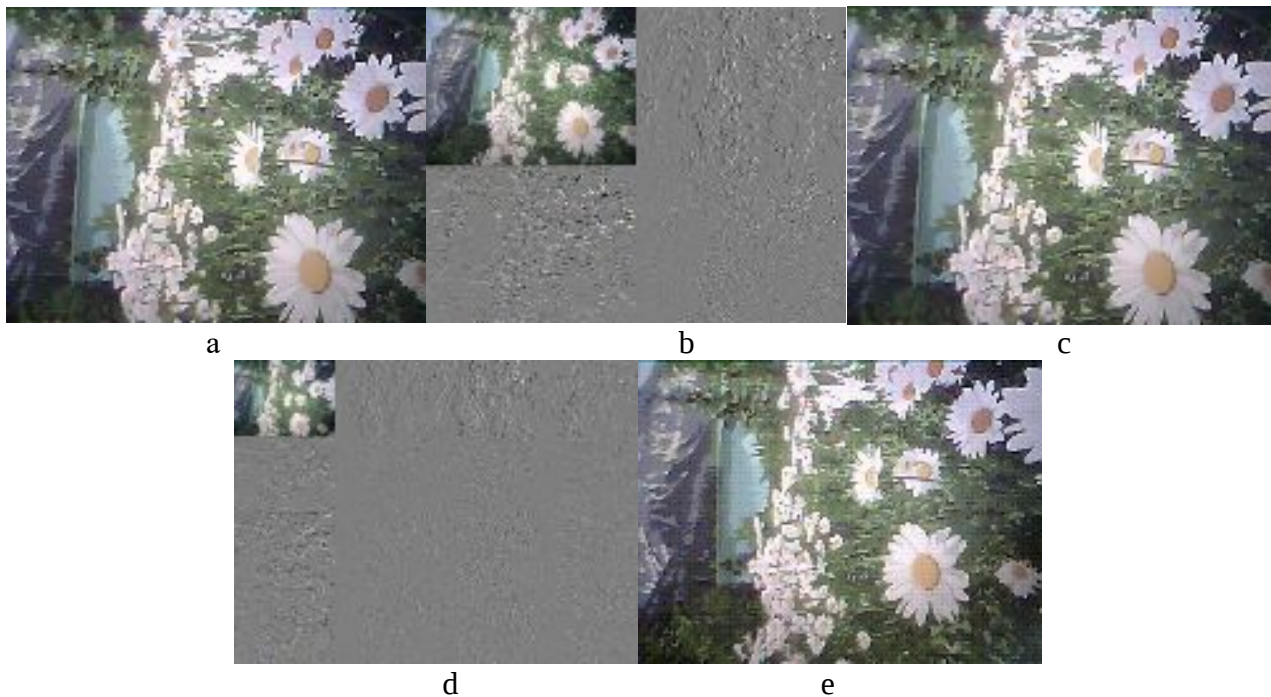


Fig. 4. Image comparison at 80% JPEG quality. Image saved in JPEG format (a), transformed image for one iteration (b), reconstructed image for one iteration (c) transformed image for two iterations (d) reconstructed image for two iterations (e)

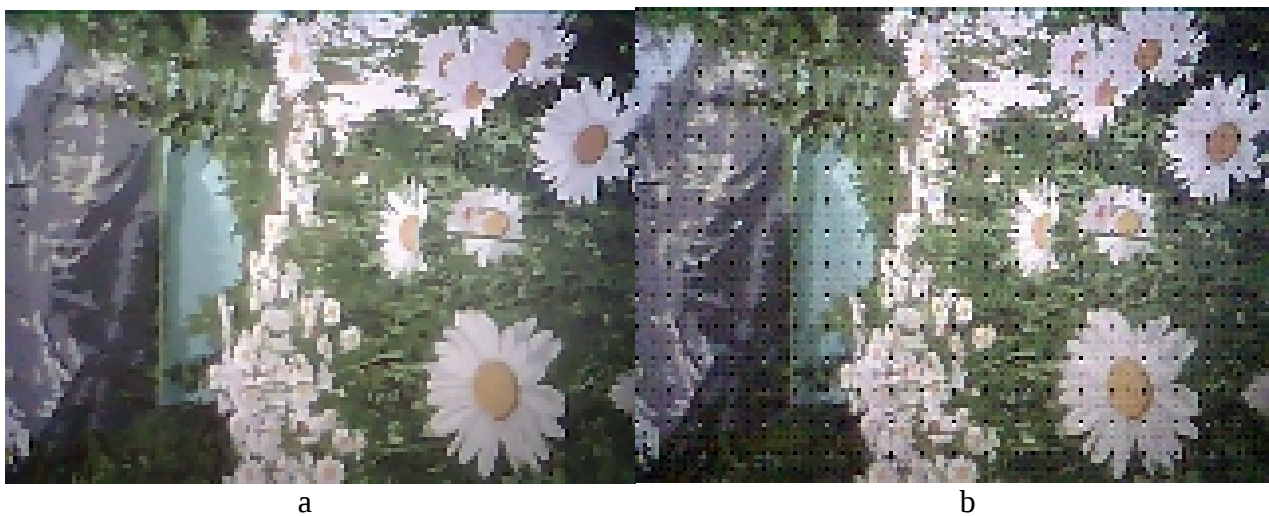


Рис. 5. Image saved in JPEG format (a) and restored image for four iterations of the Haar transform (b)

In fig. 5 presents images that clearly show the appearance of artifacts in the image after the inverse Haar transform, because black points or artifacts may appear after the inverse Haar transform due to some factors, such as the number of iterations or incorrect data encoding. One of the reasons is the incorrect restoration or loss of some details during the inverse Haar transform. Iterative application of the transformation can lead to loss of information, especially in small details or noisy components of the image. This can result in black dots or artifacts. In addition, incorrect data encoding or inverse transformation errors can also affect the quality of the restored image. For example, if the pixel values were not correctly stored or encoded, this could result in the pixels being incorrectly

restored after the inverse transformation. This is due to the errors that accumulate in the calculations for the selected data types used in the Haar wavelet transform algorithm.

Advantages of using wavelet compression in conjunction with JPEG over regular JPEG compression include better preservation of detail, as wavelet transforms preserve image features more accurately, such as fine lines, textures, and contours. Due to the using of wavelet transform, it is possible to provide higher image quality with less loss of details. In addition using of wavelet provides file size reduction, because the wavelet transform allows achieving a higher degree of Huffman compression, which is part of the JPEG format, and a file size reduction compared to ordinary JPEG. This is especially important for processing and transmitting images from systems with limited resources. Wavelet compression can reduce artifacts such as block structure and JPEG compression loss, resulting in cleaner, smoother images with less distortion. It is worth noting that wavelet compression has its limitations, such as the complexity of processing and setting parameters, which leads to an increase in image conversion time, because wavelet conversion has a more complex mathematical algorithm. In addition, the effectiveness of wavelet compression depends on the properties of a specific image and quality requirements. Therefore, before using wavelet compression, it is important to conduct experiments and evaluate its effectiveness in a specific application.

Conclusions. As a result of experimental studies, it was determined that the use of wavelet transformations for image processing for the purpose of transmission in microcontroller systems has its advantages, namely, it allows to achieve a high degree of image compression with minimal loss of quality. As determined by the experiments, the compression can reach 2–9 times, and the *SSIM* parameters are approximately equal to 0.94–0.92, as well as the *PSNR* is approximately equal to 30dB, which means an acceptable image quality, compared to the use of the usual JPEG algorithm. This is especially important in sensor systems on microcontrollers, where energy resources and time for image transmission are limited. The wavelet transform allows you to preserve a significant amount of information while reducing the file size, namely, better preserving image details, including textures, contours, and fine details. Which allows you to transmit images with high resolution and accuracy, which is also important for microcontroller systems with cameras. In addition, wavelet transforms performed in real time on microcontrollers can be improved with appropriate algorithms and optimization, which is the subject of further research.

References

Література

- | | |
|---|---|
| <ol style="list-style-type: none">1. Doorwar, M., Malathi, P. (2018). Comparison of Protocol Based on Architecture in Wireless Multimedia Sensor Network. <i>2018 IEEE Global Conference on Wireless Computing and Networking (GCWCN)</i>, P. 39–43. DOI: 10.1109/GCWCN.2018.8668650.2. Mateen, A., Abbas, K., Sehar, M., Akbar, M. A. (2017). Comparative Analysis of Wireless Sensor Networks with Wireless Multimedia Sensor Networks. <i>IEEE International Conference on Power, Control, Signals and Instrumentation Engineering (ICPCSI-2017)</i>, P. 80–83. DOI: 10.1109/ICPCSI.2017.8391847.3. Hussein, W. A., Ali, B. M., Rasid, M. F. A., Hashim, F. (2017). Design and Performance Analysis of High Reliability-optimal Routing protocol for Mobile Wireless Multimedia Sensor Networks. <i>IEEE 13th Malaysia International Conference on Communications (MICC)</i>, 28–30 Nov. 2017, The | <ol style="list-style-type: none">1. Doorwar M., Malathi P. Comparison of Protocol Based on Architecture in Wireless Multimedia Sensor Network. <i>2018 IEEE Global Conference on Wireless Computing and Networking (GCWCN)</i>. 2018. P. 39–43. DOI: 10.1109/GCWCN.2018.8668650.2. Mateen A., Abbas K., Sehar M., Akbar M. A. Comparative Analysis of Wireless Sensor Networks with Wireless Multimedia Sensor Networks. <i>IEEE International Conference on Power, Control, Signals and Instrumentation Engineering (ICPCSI-2017)</i>. 2017. P. 80–83. DOI: 10.1109/ICPCSI.2017.8391847.3. Hussein W. A., Ali B. M., Rasid M. F. A., Hashim F. Design and Performance Analysis of High Reliability-optimal Routing protocol for Mobile Wireless Multimedia Sensor Networks. <i>IEEE 13th Malaysia International Conference on Communications (MICC)</i>, 28–30 Nov. 2017. The |
|---|---|

- Puteri Pacific, Johor Bahru, Malaysia, P. 136–140. DOI: 10.1109/MICC.2017.8311747.
4. Inaba, S. (2018). 3D Flash Memory for Data-intensive Applications. *2018 IEEE International Memory Workshop (IMW)*. 2018. P. 1–15. DOI: 10.1109/IMW.2018.8388775.
5. Rein, S., Reisslein, M. (2011). Performance evaluation of the fractional wavelet filter: A low-memory image wavelet transform for multimedia sensor networks. *Ad Hoc Networks*, 2011. DOI: 10.1016/j.adhoc.2010.08.004.
6. Tausif, M., Jain, A., Khan, E., Hasan, M. (2020). Low Memory Architectures of Fractional Wavelet Filter for Low-Cost Visual Sensors and Wearable Devices. *IEEE Sensors Journal*, Vol. 20, No. 13, P. 6863–6871. DOI: 10.1109/JSEN.2019.2930006.
7. Ahmed, A. J., Hamdi, M. M., Mustafa, A. S., Rashid, S. A. (2022). WSN Application Based on Image Compression Using AHAAR Wavelet Transform. *2022 International Congress on Human-Computer Interaction, Optimization and Robotic Applications (HORA)*, Ankara, Turkey, 2022, P. 1–4. DOI: 10.1109/HORA55278.2022.9799842.
8. Sharma, A., Tandan, H., Goel, P. (2017). Energy efficient handling of DWT-image transmission over wireless sensor network. *2017 Fourth International Conference on Image Information Processing (ICIIP)*, Shimla, India, 2017, P. 1–5. DOI: 10.1109/ICIIP.2017.8313689.
9. Tausif, M., Jain, A., Khan, E., Hasan, M. (2018). Efficient Architectures of Fractional Wavelet Filter (FrWF) for Visual Sensors and Wearable Devices. *2018 IEEE SENSORS*, New Delhi, India, 2018, P. 1–4. DOI: 10.1109/ICSENS.2018.8630300.
10. Tausif, M., Khan, E., Hasan, M. (2019). Lifting-based fast and low memory DWT computation for IoT platform. *TENCON 2019 – 2019 IEEE Region 10 Conference (TENCON)*, Kochi, India, 2019, P. 435–440. DOI: 10.1109/TENCON.2019.8929533.
11. Wang, C., Zhang, Y., Zhou, X. (2018). Robust Image Watermarking Algorithm Based on ASIFT against Geometric Attacks. *School of Mechanical, Electrical and Information Engineering*, Shandong University, Weihai 264209, China, 2018, P. 1–20. DOI: 10.3390/APP8030410.
12. ESP32-CAM camera development board. *Ai-Thinker Technology*. URL: <https://docs.ai-thinker.com/en/esp32-cam>.
13. ESP32 Camera Driver. *espressif.com*. URL: <https://github.com/espressif/esp32-camera/tree/master/conversions>.
- Puteri Pacific, Johor Bahru, Malaysia, 2017. P. 136–140. DOI: 10.1109/MICC.2017. 8311747.
4. Inaba S. 3D Flash Memory for Data-intensive Applications. *2018 IEEE International Memory Workshop (IMW)*. 2018. P. 1–15. DOI: 10.1109/IMW.2018.8388775.
5. Rein S., Reisslein M. Performance evaluation of the fractional wavelet filter: A low-memory image wavelet transform for multimedia sensor networks. *Ad Hoc Networks*. 2011. DOI: 10.1016/j.adhoc.2010.08.004.
6. Tausif M., Jain A., Khan E., Hasan M. Low Memory Architectures of Fractional Wavelet Filter for Low-Cost Visual Sensors and Wearable Devices. *IEEE Sensors Journal*. 2020. Vol. 20, No. 13. P. 6863–6871. DOI: 10.1109/JSEN.2019.2930006.
7. Ahmed A. J., Hamdi M. M., Mustafa A. S., Rashid S. A. WSN Application Based on Image Compression Using AHAAR Wavelet Transform. *2022 International Congress on Human-Computer Interaction, Optimization and Robotic Applications (HORA)*. Ankara, Turkey, 2022. P. 1–4. DOI: 10.1109/HORA55278.2022.9799842.
8. Sharma A., Tandan H., Goel P. Energy efficient handling of DWT-image transmission over wireless sensor network. *2017 Fourth International Conference on Image Information Processing (ICIIP)*. Shimla, India, 2017. P. 1–5. DOI: 10.1109/ICIIP.2017.8313689.
9. Tausif M., Jain A., Khan E., Hasan M. Efficient Architectures of Fractional Wavelet Filter (FrWF) for Visual Sensors and Wearable Devices. *2018 IEEE SENSORS*. New Delhi, India, 2018. P. 1–4. DOI: 10.1109/ICSENS.2018.8630300.
10. Tausif M., Khan E., Hasan M. Lifting-based fast and low memory DWT computation for IoT platform. *TENCON 2019 – 2019 IEEE Region 10 Conference (TENCON)*. Kochi, India, 2019. P. 435–440. DOI: 10.1109/TENCON.2019.8929533.
11. Wang C., Zhang Y., Zhou X. Robust Image Watermarking Algorithm Based on ASIFT against Geometric Attacks. *School of Mechanical, Electrical and Information Engineering*. Shandong University, Weihai 264209, China. 2018. P. 1–20. DOI: 10.3390/APP8030410.
12. ESP32-CAM camera development board. *Ai-Thinker Technology*. URL: <https://docs.ai-thinker.com/en/esp32-cam>.
13. ESP32 Camera Driver. *espressif.com*. URL: <https://github.com/espressif/esp32-camera/tree/master/conversions>.

MAZIN M. Yu.
Post graduate student,
Department of Acoustic and
Multimedia Electronic Systems,
National Technical University of Ukraine
"Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute", Ukraine
<https://orcid.org/0000-0001-9566-6662>
E-mail: maksimalnuu@ukr.net

ONYKIIENKO Yu.O.
PhD, Associate Professor,
Department of Acoustic and Multimedia Electronic
Systems, National Technical University of Ukraine
"Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute", Ukraine
<https://orcid.org/0000-0001-7508-8391>
Scopus Author ID: 55819618700
Researcher ID: J-6589-2017
E-mail: yurionik@gmail.com

МАЗІН М. Ю., ОНИКІЄНКО Ю. О.

Національний технічний університет України "Київський політехнічний інститут
імені Ігоря Сікорського" Київ, Україна

ВИКОРИСТАННЯ ВЕЙВЛЕТ ПЕРЕТВОРЕНЬ ДЛЯ ОБРОБКИ ЗОБРАЖЕНЬ В СИСТЕМАХ ІНТЕРНЕТУ РЕЧЕЙ НА МІКРОКОНТРОЛЕРАХ

Мета: Дослідження ефективності використання вейвлет-перетворення Хаара, як додаткового до JPEG перетворення, для стиснення зображень у контексті обмежених ресурсів мікроконтролерів, подальшого зменшення часу передачі зображення та, відповідно, зменшення витрат енергії.

Методика: Експериментальне дослідження якості зображень, оброблених за допомогою вейвлет-перетворення Хаара та стиснених за допомогою JPEG перетворення мікроконтролерним модулем ESP32-CAM, який здійснює захоплення зображень вбудованою камерою. Оцінка якості отриманих зображень, порівняння зображень стиснутих за допомогою JPEG та з вейвлет перетворенням плюс JPEG, розрахунок коефіцієнтів Peak Signal-to-Noise Ratio та Structural Similarity Index Measure.

Результати: Створено програмний модуль для реалізації вейвлет-перетворення Хаара на мікроконтролері ESP32-CAM. Досліджена ефективність використання вейвлет-перетворення Хаара, як додаткового методу до JPEG, для стиснення та передачі зображень використовуючи обмежені ресурси мікроконтролера, оцінені розмір та якість зображень шляхом порівняння розміру стиснутих зображень, а також якості зображень візуально та за допомогою розрахунку коефіцієнтів PSNR та SSIM. За результатами встановлено, що додаткове використання вейвлет-перетворення Хаара дає зменшення розміру зображення від 25% до декількох разів в залежності від коефіцієнта якості JPEG без значних втрат якості зображення, хоча час обробки зображення збільшується до 1 с.

Наукова новизна: Запропоновано комбінований підхід для стиснення зображень за допомогою декількох способів обробки відео зображень з урахуванням можливостей 32-х бітних мікроконтролерів з додатковою зовнішньою пам'яттю.

Практична значимість: Запропонований спосіб обробки зображень може забезпечити зменшення часу передачі самих зображень та зменшити споживання енергії при виконанні перетворень і передачі зображень, що дасть змогу подовжити термін служби батареї сенсорного вузла. При цьому даний підхід до стиснення зображення може забезпечити якість вихідного зображення з найменшими можливими втратами даних за рахунок зменшення кількості візуальної інформації, як втрачається під час стиснення.

Ключові слова: image compression; wavelet transforms; Haar wavelet; PSNR; SSIM.

<https://doi.org/10.30857/2786-5371.2023.3.3>

УДК 615.4:
544.3

ЛІСОВИЙ В. М., ЛИЖНЮК В. В., КОСТЮК В. Г.,
ПАЩЕНКО І. О., СМІШКО Р. О., ГОЙ А. М., ПОВШЕДНА І. О.,
ІЩЕНКО О. В., ЯРЕМЕНКО В. В., БЕССАРАБОВ В. І.

Київський національний університет технологій та дизайну, Україна

ТЕХНОЛОГІЇ ОТРИМАННЯ ВИСОКОРОЗЧИННИХ ПОЛІМЕРНИХ КОМПОЗИЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ З АКТИВНИМИ ФАРМАЦЕВТИЧНИМИ ІНГРЕДІЄНТАМИ

Мета. Аналіз літературних джерел щодо основних аспектів перспективних технологій отримання високорозчинних твердих дисперсних систем, які можна ефективно використовувати для значного підвищення розчинності різних активних фармацевтичних інгредієнтів (АФІ).

Методика. Аналітичний огляд наукової, хіміко-технологічної, медичної та фармацевтичної літератури за останні 20 років.

Результати. Проаналізовано основні аспекти перспективних технологій отримання високорозчинних полімерних композиційних матеріалів із вмістом активних фармацевтичних інгредієнтів. Встановлено, що екструзія гарячого розплаву успішно може бути використана для підвищення розчинності АФІ з низькою температурою плавлення, метод випаровування розчинника корисний для підвищення розчинності АФІ з високою температурою плавлення, відцентрове формування волокон дозволяє підвищити розчинність АФІ з низькою температурою плавлення без використання розчинників і з меншим ризиком деградації матеріалу у порівнянні з методом екструзії. Такий спектр технологій отримання високорозчинних форм АФІ дозволяє обирати методику в залежності від фізико-хімічних характеристик полімерних носіїв та АФІ і при цьому домогтися не тільки значного підвищення розчинності, але знизити вживання надмірних доз та зменшити ризики побічних ефектів, а також гарантувати швидкий потенційний ефект.

Наукова новизна. Показано, що інноваційна технологія відцентрового формування волокон може стати основою розробки полімерних твердих дисперсних систем для підвищення розчинності різних активних фармацевтичних інгредієнтів.

Практична значимість. Проведені дослідження доводять, що до перспективних методів утворення твердих дисперсних систем, що дозволяють забезпечити значне покращення розчинності малорозчинних АФІ належать добре прогнозовані та доступні методи, такі як випаровування розчинника і екструзія гарячого розплаву, а також інноваційна технологія відцентрового формування волокон. Такі технології можуть бути перспективними для створення вітчизняних лікарських засобів з регульованим вивільненням АФІ.

Ключові слова: розчинність; активний фармацевтичний інгредієнт; тверді дисперсні системи; полімерні носії; волокна.

Вступ. Аналіз літературних джерел за останні роки свідчить, що технологія утворення твердих дисперсних систем (ТДС) представляє дуже плідний підхід у покращенні швидкості вивільнення та біодоступності погано розчинних у воді активних фармацевтичних інгредієнтів (АФІ) [1–3].

Тверді дисперсні системи зазвичай являють собою багатокомпонентні системи, у яких активний фармацевтичний інгредієнт молекулярно диспергований у полімерному носії [4, 5]. В основі покращення швидкості розчинення АФІ за допомогою методу твердих дисперсних систем лежать наступні фактори: зменшений розмір, висока пористість, покращена змочуваність та аморфний стан [4–6].

Для утворення ТДС важливим є вибір полімерного носія, функціональний потенціал якого визначається такими характеристиками: розчинністю у полярних і неполярних рідинах, розподілом молекулярної маси, структурою бічних ланцюгів, біосумісністю і здатністю до біодеградації [7]. Взаємодія активного фармацевтичного інгредієнту з полімерним носієм є фундаментальною для розуміння найважливіших питань, які виникають при створенні твердої

дисперсії, а саме: навантаження АФІ, сумісність компонентів, стабільність системи та швидкість її розчинення [8].

У якості носіїв для виготовлення ТДС найчастіше застосовуються наступні полімерні сполуки: полівінілпіролідон (ПВП), поліетиленгліколь (ПЕГ) та полівініловий спирт (ПВС) [9, 10]. Застосування саме цих полімерів для утворення ТДС пояснюється їхніми фізико-хімічними та термохімічними характеристиками: низькій температурі плавлення, низькій токсичності та широкій лікарській сумісності [10]. Композиції твердих дисперсних систем, окрім полімерних носіїв також можуть містити додаткові допоміжні речовини, такі як поверхнево-активні речовини, для додаткового посилення вивільнення та стабільності ліків [11].

Постановка завдання. Складова різноманітність твердих дисперсій представляє зростаючий інтерес протягом останнього десятиліття як в академічних колах, так і в промисловості. Однак, окрім зацікавленості у композиційному складі, ще більший інтерес у дослідників викликає удосконалення існуючих та пошук нових методів утворення твердих дисперсій. Нині відома велика кількість способів утворення твердих дисперсних систем [12, 13], серед яких найбільш поширеними є методи випаровування розчинника, екструзія гарячого розплаву, сушіння розпиленням та співосадження. З кожним роком з'являється все більше нових технологій приготування твердих дисперсій, які представляють великий потенціал для більш значного поліпшення розчинності поганорозчинних АФІ з кращою фізичною стабільністю утворених ТДС. До однієї із таких стратегій належить технологія виготовлення полімерних волокнистих твердих дисперсій методом відцентрового формування, яка представляє собою альтернативний підхід для отримання твердих дисперсних систем.

Метою дослідження є аналіз літературних джерел щодо основних аспектів перспективних технологій отримання високорозчинних твердих дисперсних систем, які можна ефективно використовувати для значного підвищення розчинності різних активних фармацевтичних інгредієнтів.

Матеріали та методи дослідження. Аналітичний огляд наукової, хіміко-технологічної, медичної та фармацевтичної літератури за останні 20 років.

Результати дослідження та обговорення. Аналіз літературних джерел свідчить, що до одних із найбільш перспективних методів, які використовуються для утворення полімерних твердих дисперсій та забезпечення високого рівня розчинності малорозчинних АФІ, належать добре прогнозовані та доступні методи, такі як випаровування розчинника і екструзія гарячого розплаву, а також інноваційна технологія відцентрового формування волокон.

Метод випаровування розчинника. Приготування твердих дисперсних систем методом випаровування розчинника є найбільш поширеним методом утворення ТДС. Тверда дисперсна система утворюється шляхом швидкого випаровування розчинника з лікарсько-полімерного розчину [12, 13].

Першими, хто розчинив активний фармацевтичний інгредієнт і носій у загальному розчиннику, а потім випаровував розчинник у вакуумі, щоб отримати твердий розчин були Тачібана та Накамура [14]. Це дозволило їм отримати твердий розчин високоліпофільного β -каротину в добре розчинному у воді носії – повідоні.

Зазвичай, для приготування твердих дисперсій методом випаровування розчинника застосовується широкий спектр різних носіїв: поліетиленгліколі, полівінілпіролідон, полісахариди тощо. Типовими розчинниками, що використовуються у даному методі є вода, спирти (метанол, етанол або ізопропанол) або інші органічні розчинники, такі як дихлорметан, ацетон, етилацетат [15].

Основна перевага методу випаровування розчинника полягає в тому, що можна запобігти термічному розкладанню активних фармацевтичних інгредієнтів або носіїв через низьку температуру, необхідну для випаровування розчинників [16].

Багато вчених присвятили свої роботи дослідженням утворення твердих дисперсних систем методом випаровування розчинника. Так, дослідникам вдалося за допомогою даного методу покращити розчинність нестероїдних протизапальних АФІ, зокрема мелоксикаму [17] та кетопрофену [18]; серцево-судинного препарату – карведилолу [19], протиепілептичного АФІ – клоназепаму [20], а також нової протипухлинної сполуки свинцю [21].

Позитивні результати досліджень застосування методу утворення полімерних ТДС шляхом випаровування розчинника свідчать про те, що дану техніку можна досить легко і успішно використовувати для підвищення розчинності малорозчинних АФІ.

Метод екструзії гарячого розплаву. Також важливою технологією у фармацевтичній промисловості для підвищення розчинності АФІ є метод екструзії гарячого розплаву (ЕГР). Перше застосування ЕГР як виробничого інструменту у фармацевтичній промисловості було досліджено El-Egakey та групою його дослідників [22]. Відтоді технологія гарячої екструзії стала універсальною платформою у фармації.

Екструзія гарячого розплаву – це процес закачування сировини в екструдер з гвинтовими елементами, що обертаються в одному або протилежних напрямках, при високих температурах для розплавлення та змішування компонентів усередині інструменту з отриманням в кінцевому підсумку екструдату через головку екструдера [23]. Після охолодження отриманий продукт збирають у ємність і подрібнюють у порошок або гранули.

Для ефективного використання техніки гарячої екструзії з метою виготовлення твердих дисперсних систем важливо мати глибокі знання стосовно вибору активних інгредієнтів, полімерів та інших допоміжних речовин, які піддаються цьому процесу [24]. Носії, що використовуються в ЕГР, як правило, є полімерами або восками з низькою температурою плавлення та склування, які використовуються як солюбілізатори лікарської речовини. Зазвичай використовувані носії включають ПВП різної молекулярної маси, повідон-вінілацетат, коповідон, різні ПЕГ, складні ефіри целюлози [25].

Метод екструзії гарячого розплаву пропонує значні переваги утворення твердих дисперсних систем. Він забезпечує кращу однорідність вмісту в екструдатах; рівномірну дисперсію дрібних частинок за відсутності розчинників. Однак, варто зважати на необхідність використання у процесі високих температур [26].

ЕГР вже показала себе як надійна техніка для виготовлення твердих дисперсій, яка покращує розчинність та біодоступність, та навіть маскує смак гірких активних фармацевтичних інгредієнтів. За технологією ЕГР були успішно виготовлені молекулярні тверді дисперсні системи ітраконазолу [27] та альбендазолу [28], ефавіренцу [29], екстракту гінкго білоба [30] тощо.

Метод відцентрового формування волокон. Відцентрове формування волокон є альтернативним методом виробництва твердих дисперсних систем із високою продуктивністю та низькими витратами.

Відомо, що дана технологія була розроблена Джеймсом Хупером у 1924 році для виробництва штучного шовкового волокна з віскози [31] і більше півстоліття широко використовувалася для виробництва скляних волокон.

Відцентрове формування волокон – це одноетапна технологія «зверху вниз», за якої матеріал поміщають у попередньо нагрітій або кімнатної температури обертовий металевий контейнер (головку для обертання) з отворами для бічних сопел або проміжком між двома пластинами, який обертається з високою швидкістю. Відцентрова сила, що створюється при високій швидкості обертання, проштовхує прядильну рідину через отвори прядильної головки. У той час як прядильна рідина викидається, вона проходить процес розтягування

через силу повітряного тертя з наступним швидким застиганням шляхом охолодження або випаровування розчинника та утворенням екструдованих волокон у діапазоні нано- або мікромасштабу [32, 33].

Даний метод дозволяє отримувати волокна різного розміру із широкого діапазону матеріалів з високою швидкістю та низькою вартістю завдяки простому обладнанню та відсутності потреби у використанні високої напруги. Також варто відзначити, що під час процесу відцентрового формування волокон матеріали перебувають максимально короткий час під дією високих температур, що у свою чергу знижує ризик їх руйнування [33]. Така особливість процесу дозволяє використовувати цей метод для підвищення розчинності у воді активних фармацевтичних інгредієнтів з низькою температурою плавлення. Усі ці переваги створили потенціал до використання методу відцентрового формування волокон у фармацевтичній промисловості як нового перспективного засобу для утворення твердих дисперсних систем.

Одним із перших помітних застосувань на практиці принципу відцентрового формування волокон стала розробка американською компанією Fuisz Pharma технології Flashdose, яка використовує унікальний механізм віджиму для створення структури, подібної до волокон нитки. Процес полягає у формуванні матриці із сахаридів або полісахаридів, яка переробляється в аморфну нитку за допомогою одночасної дії швидкого плавлення та відцентрової сили. Машина для формування нитки, що складається з прядильної головки і нагрівального елемента, схожа на машину виготовлення солодкої вати. Процес здійснюється при підвищеній температурі, щоб забезпечити повне перетворення аморфних волокон цукру в кристалічний матеріал. Отримані волокна нитки потім подрібнюють, змішують з активними фармацевтичними інгредієнтами та допоміжними речовинами і пресують у таблетки. Створений за даною технологією кінцевий продукт має велику площу поверхні для розчинення та швидко диспергується в ротовій порожнині [34].

Пізніше, керуючись ідеєю довести доцільність застосування технології відцентрового формування волокон для виробництва твердих дисперсій у формі волокон із покращеними показниками розчинення, S. Marano та її група розробили пристрій лабораторного масштабу, що передбачає контроль температури та калібрування комерційної машини для виробництва «солодкої вати». Однак їх процес був дещо відмінний від описаного вище, адже вони поміщали у фільтр не лише сахарозу, а її суміш з активними фармацевтичними інгредієнтами. Таким чином, на власній модифікованій машині для виробництва цукрової вати вони виготовили полімерні волокна з вмістом оланзапіну та піроксикаму у співвідношенні сахароза:АФІ – 90:10. Отримані мікрОВОЛОКНИСТІ аморфні тверді дисперсії активних фармацевтичних інгредієнтів були однорідні за морфологією, що підтверджує те, що обидва АФІ були успішно включені в носій. При використанні даного методу дослідники значно підвищили розчинність обох АФІ без використання розчинників і з меншим ризиком деградації компонентів системи в порівнянні з гарячою екструзією АФІ в полімерному носії [35].

S. Nasir та його група дослідників розширили коло дослідницьких інтересів, використавши для утворення волокон ще й полімери. Для виготовлення мікрОВОЛОКОН були створені різні комбінації окскарбазепіну з сахарозою, без та з полімерами. Найкращі результати були отримані при застосуванні суміші АФІ сахарози та ПВП К-30 у співвідношенні 20:60:20 відповідно. Розчинність окскарбазепіну у складі твердих дисперсних систем у формі волокон становила 88% [36].

Процес відцентрового формування волокон виявився також ефективним способом для швидкого виробництва твердих дисперсій ібупрофену. Середній час розчинення цього АФІ у складі полімерних волокон зменшився у 7 разів. МікрОВОЛОКНА з ібупрофеном були також

більш фармакологічно ефективними при зменшенні запальної реакції, ніж чистий АФІ, що підтверджено протизапальними дослідженнями *in vivo* на кроликах [37].

Загалом, кількість досліджень твердих дисперсних систем, утворених методом відцентрового формування волокон, на сьогоднішній день все ще досить невелика, адже це відносно новітня технологія у фармацевтичній сфері. Однак результати застосування відцентрового формування волокон на практиці доводять, що цей інноваційний підхід має великий потенціал при розвідці в галузі твердих дисперсій.

Висновки. У роботі проаналізовано основні аспекти перспективних технологій отримання високорозчинних полімерних композиційних матеріалів із вмістом активних фармацевтичних інгредієнтів. Встановлено, що екструзія гарячого розплаву успішно використовується для підвищення розчинності легкоплавких термостабільних АФІ, метод випаровування розчинника простий у виконанні та не потребує високої температури для проведення процесу, а за допомогою методу відцентрового формування волокон можна підвищити розчинність АФІ без використання розчинників і з меншим ризиком деградації матеріалу у порівнянні з методом гарячої екструзії. Різноманітний спектр технологій для отримання високорозчинних форм АФІ дозволяє обирати методику в залежності від фізико-хімічних характеристик полімерних носіїв та АФІ і при цьому домогтися не тільки значного підвищення розчинності, але знизити вживання надмірних доз та зменшити ризики побічних ефектів, а також гарантувати швидкий потенційний ефект.

References

Література

1. Alshehri, S., Imam, S. S., Hussain, A., Altamimi, M. A., Alruwaili, N. K., Alotaibi, F., Alanazi, A., Shakeel, F. (2020). Potential of solid dispersions to enhance solubility, bioavailability, and therapeutic efficacy of poorly water-soluble drugs: newer formulation techniques, current marketed scenario and patents. *Drug Deliv.*, 27 (1), 1625–1643. DOI: 10.1080/10717544.2020.1846638.
2. Bhalani, D. V., Nutan, B., Kumar, A., Singh Chandel, A. K. (2022). Bioavailability Enhancement Techniques for Poorly Aqueous Soluble Drugs and Therapeutics. *Biomedicines*, 10 (9), 2055. DOI: 10.3390/biomedicines10092055.
3. Slamova, M., Skolakova, T., Skolakova, A., Patera, J., Zámotny, P. (2020). Preparation of solid dispersions with respect to the dissolution rate of active substance. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 56. DOI: 10.1016/j.jddst.2020.101518.
4. Leuner, C., Dressman, J. (2000). Improving drug solubility for oral delivery using solid dispersions. *Eur J Pharm Biopharm.*, 50 (1), 47–60. DOI: 10.1016/s0939-6411(00)00076-x.
5. Craig, D. Q. (2002). The mechanisms of drug release from solid dispersions in water-soluble polymers. *Int J Pharm.*, 231 (2), 131–144. DOI: 10.1016/s0378-5173(01)00891-2.
6. Bhujbal, S. V., Mitra, B., Jain, U., Gong, Y., Agrawal, A., Karki, S., Taylor, L. S., Kumar, S., Tony Zhou, Q. (2021). Pharmaceutical amorphous solid dispersion: A review of manufacturing strategies.
1. Alshehri S., Imam S. S., Hussain A., Altamimi M. A., Alruwaili N. K., Alotaibi F., Alanazi A., Shakeel F. Potential of solid dispersions to enhance solubility, bioavailability, and therapeutic efficacy of poorly water-soluble drugs: newer formulation techniques, current marketed scenario and patents. *Drug Deliv.* 2020. Vol. 27(1). P. 1625–1643. DOI: 10.1080/10717544.2020.1846638.
2. Bhalani D. V., Nutan B., Kumar A., Singh Chandel A. K. Bioavailability Enhancement Techniques for Poorly Aqueous Soluble Drugs and Therapeutics. *Biomedicines*. 2022. Vol. 10 (9), 2055 p. DOI: 10.3390/biomedicines10092055.
3. Slamova M., Skolakova T., Skolakova A., Patera J., Zámotny P. Preparation of solid dispersions with respect to the dissolution rate of active substance. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*. 2020. Vol. 56. DOI: 10.1016/j.jddst.2020.101518.
4. Leuner C., Dressman J. Improving drug solubility for oral delivery using solid dispersions. *Eur J Pharm Biopharm.* 2000. Vol. 50 (1). P. 47–60. DOI: 10.1016/s0939-6411(00)00076-x.
5. Craig D. Q. The mechanisms of drug release from solid dispersions in water-soluble polymers. *Int J Pharm.* 2002. Vol. 231 (2). P. 131–144. DOI: 10.1016/s0378-5173(01)00891-2.
6. Bhujbal S. V., Mitra B., Jain U., Gong Y., Agrawal A., Karki S., Taylor L. S., Kumar S., Tony Zhou Q. Pharmaceutical amorphous solid dispersion: A review of manufacturing strategies. *Acta Pharm Sin B*. 2021.

- Acta Pharm Sin B., 11 (8), 2505–2536. DOI: 10.1016/j.apsb.2021.05.014.
7. Ohara, T., Kitamura, S., Kitagawa, T., Terada, K. (2005). Dissolution mechanism of poorly water-soluble drug from extended release solid dispersion system with ethylcellulose and hydroxypropylmethylcellulose. *Int J Pharm*, 302 (1–2), 95–102. DOI: 10.1016/j.ijpharm.2005.06.019.
8. Srinarong, P., Waard, H., Frijlink, H. W., Hinrichs, W. L. (2011). Improved dissolution behavior of lipophilic drugs by solid dispersions: the production process as starting point for formulation considerations. *Expert Opin Drug Deliv.*, 8 (9), 1121–1140. DOI: 10.1517/17425247.2011.598147.
9. Choi, M. J., Woo, M. R., Choi, H. G., Jin, S. G. (2020). Effects of Polymers on the Drug Solubility and Dissolution Enhancement of Poorly Water-Soluble Rivaroxaban. *Int J Mol Sci*, 23 (16), 9491. DOI: 10.3390/ijms23169491.
10. Frank, D. S., Matzger, A. J. (2018). Probing the interplay between amorphous solid dispersion stability and polymer functionality. *Mol. Pharm.*, 15, 2714–2720. DOI: 10.1021/acs.molpharmaceut.8b00219.
11. Huang, Y., Dai, W. G. (2014). Fundamental aspects of solid dispersion technology for poorly soluble drugs. *Acta Pharm Sin B.*, 4 (1), 18–25. DOI: 10.1016/j.apsb.2013.11.001.
12. Tran, P., Pyo, Y. C., Kim, D. H., Lee, S. E., Kim, J. K., Park, J. S. (2019). Overview of the Manufacturing Methods of Solid Dispersion Technology for Improving the Solubility of Poorly Water-Soluble Drugs and Application to Anticancer Drugs. *Pharmaceutics*, 11 (3), 132. DOI: 10.3390/pharmaceutics11030132.
13. Kaushik, R., Budhwar, V., Kaushik, D. (2020). An Overview on Recent Patents and Technologies on Solid Dispersion. *Recent Pat Drug Deliv Formul.*, 14 (1), 63–74. DOI: 10.2174/1872211314666200117094406.
14. Tachibana, T., Nakamura, A. (1965). A methode for preparing an aqueous colloidal dispersion of organic materials by using water-soluble polymers: dispersion of β -carotene by polyvinylpyrrolidone. *Colloid and Polymer Science.*, 203 (2), 130–133.
15. Paudel, A., Worku, Z. A., Meeus, J., Guns, S. (2013). Manufacturing of solid dispersions of poorly water soluble drugs by spray drying: formulation and process considerations. *Int J Pharm*, 453 (1), 253–284. DOI: 10.1016/j.ijpharm.2012.07.015.
16. Janssens, S., Mooter, G.V. (2009). Review: physical chemistry of solid dispersions. *J Pharm Pract*, 61 (12), 1571–1586.
- Vol. 11 (8). P. 2505–2536. DOI: 10.1016/j.apsb.2021.05.014.
7. Ohara T., Kitamura S., Kitagawa T., Terada K. Dissolution mechanism of poorly water-soluble drug from extended release solid dispersion system with ethylcellulose and hydroxypropylmethylcellulose. *Int J Pharm*. 2005. Vol. 302 (1–2). P. 95–102. DOI: 10.1016/j.ijpharm.2005.06.019.
8. Srinarong P., Waard H., Frijlink H. W., Hinrichs W. L. Improved dissolution behavior of lipophilic drugs by solid dispersions: the production process as starting point for formulation considerations. *Expert Opin Drug Deliv*. 2011. Vol. 8 (9). P. 1121–1140. DOI: 10.1517/17425247.2011.598147.
9. Choi M. J., Woo M. R., Choi H. G., Jin S. G. Effects of Polymers on the Drug Solubility and Dissolution Enhancement of Poorly Water-Soluble Rivaroxaban. *Int J Mol Sci*. 2020. Vol. 23 (16). 9491 p. DOI: 10.3390/ijms2316 9491.
10. Frank D. S., Matzger A. J. Probing the interplay between amorphous solid dispersion stability and polymer functionality. *Mol. Pharm*. 2018. Vol. 15. P. 2714–2720. DOI: 10.1021/acs.molpharmaceut.8b00219.
11. Huang Y., Dai W. G. Fundamental aspects of solid dispersion technology for poorly soluble drugs. *Acta Pharm Sin B*. 2014. Vol. 4 (1). P. 18–25. DOI: 10.1016/j.apsb.2013.11.001.
12. Tran P., Pyo Y. C., Kim D. H., Lee S. E., Kim J. K., Park J. S.. Overview of the Manufacturing Methods of Solid Dispersion Technology for Improving the Solubility of Poorly Water-Soluble Drugs and Application to Anticancer Drugs. *Pharmaceutics*. 2019. Vol. 11 (3). P. 132. DOI: 10.3390/pharmaceutics11030132.
13. Kaushik R., Budhwar V., Kaushik D. An Overview on Recent Patents and Technologies on Solid Dispersion. *Recent Pat Drug Deliv Formul*. 2020. Vol. 14 (1). P. 63–74. DOI: 10.2174/18722113 14666200117094406.
14. Tachibana T., Nakamura A. A methode for preparing an aqueous colloidal dispersion of organic materials by using water-soluble polymers: dispersion of β -carotene by polyvinylpyrrolidone. *Colloid and Polymer Science*. 1965. Vol. 203 (2). P. 130–133.
15. Paudel A., Worku Z. A., Meeus J., Guns S. Manufacturing of solid dispersions of poorly water soluble drugs by spray drying: formulation and process considerations. *Int J Pharm*. 2013. Vol. 453 (1). P. 253–284. DOI: 10.1016/j.ijpharm.2012.07.015.
16. Janssens S., Mooter G. V. Review: physical chemistry of solid dispersions. *J Pharm Pract*. 2009. Vol. 61 (12). P. 1571–1586.

17. Chaturvedi, M., Kumar, M., Pathak, K., Bhatt, S., Saini, V. (2017). Surface Solid Dispersion and Solid Dispersion of Meloxicam: Comparison and Product Development. *Adv Pharm Bull.*, 7 (4), 569–577. DOI: 10.15171/apb.2017.068.
18. Mura, P., Moyano, J. R., González-Rodríguez, M. L., Rabasco-Alvaréz, A. M., Cirri, M., Maestrelli, F. (2005). Characterization and dissolution properties of ketoprofen in binary and ternary solid dispersions with polyethylene glycol and surfactants. *Drug Dev Ind Pharm.*, 31 (4–5), 425–434. DOI: 10.1080/03639040500214621.
19. Sharma, A., Jain, C. P. (2010). Preparation and characterization of solid dispersions of carvedilol with PVP K30. *Res Pharm Sci*, 5 (1), 49–56.
20. Minhaz, M., Rahman, M., Ahsan, M., Ripon, A., Khalipha, R., Chowdhury, M. (2012). Dissolution enhancement of poorly soluble drug by solvent evaporation method using hydrophilic polymer: a solid dispersion technique. *International Journal of Pharmaceutical and Life Sciences*, 2, 1–18. DOI: 10.3329/ijpls.v1i2.12952.
21. Hou, P., Ni, J., Cao, S., Lei, H., Cai, Z., Zhang, T., Yu, F., Tan, Q. (2013). Preparation and evaluation of solid dispersions of a new antitumor compound based on early-stage preparation discovery concept. *AAPS Pharm Sci Tech*, 14 (2), 629–638. DOI: 10.1208/s12249-013-9948-y.
22. El-Egakey, M. A., Soliva, M., Speiser, P. (1971). Hot extruded dosage forms. Technology and dissolution kinetics of polymeric matrices. *Pharm Acta Helv*, 46 (1), 31–52.
23. Censi, R., Gigliobianco, M., Casadidio, C. (2018). Hot Melt Extrusion: Highlighting Physicochemical Factors to Be Investigated While Designing and Optimizing a Hot Melt Extrusion Process. *Pharmaceutics*, 10 (3), 89.
24. Crowley, M. M., Zhang, F., Repka, M. A., Thumma, S., Upadhye, S. B., Battu, S. K., McGinity, J. W., Martin, C. (2007). Pharmaceutical applications of hot-melt extrusion: part I. *Drug Dev Ind Pharm*, 33 (9), 909–926. DOI: 10.1080/03639040701498759.
25. Li, X., Jiang, C., Pan, L., Zhang, H., Hu, L., Li, T., Yang, X. (2015). Effects of preparing techniques and aging on dissolution behavior of the solid dispersions of NF/soluplus/kollidon SR: identification and classification by a combined analysis by FTIR spectroscopy and computational approaches. *Drug Dev. Ind. Pharm*, 41, 2–14.
26. Repka, M. A., Majumdar, S., Kumar Battu, S., Srirangam, R., Upadhye, S. B. (2008). Applications of hot-melt extrusion for drug delivery. *Expert Opin Drug Deliv*.
17. Chaturvedi M., Kumar M., Pathak K., Bhatt S., Saini V. Surface Solid Dispersion and Solid Dispersion of Meloxicam: Comparison and Product Development. *Adv Pharm Bull.* 2017. Vol. 7 (4). P. 569–577. DOI: 10.15171/apb.2017.068.
18. Mura P., Moyano J. R., González-Rodríguez M. L., Rabasco-Alvaréz A. M., Cirri M., Maestrelli F. Characterization and dissolution properties of ketoprofen in binary and ternary solid dispersions with polyethylene glycol and surfactants. *Drug Dev Ind Pharm.* 2005. Vol. 31 (4–5). P. 425–434. DOI: 10.1080/03639040500214621.
19. Sharma A., Jain C. P. Preparation and characterization of solid dispersions of carvedilol with PVP K30. *Res Pharm Sci.* 2010. Vol. 5 (1). P. 49–56.
20. Minhaz M., Rahman M., Ahsan M., Ripon A., Khalipha R., Chowdhury M. Dissolution enhancement of poorly soluble drug by solvent evaporation method using hydrophilic polymer: a solid dispersion technique. *International Journal of Pharmaceutical and Life Sciences*. 2012. Vol. 2. P. 1–18. DOI: 10.3329/ijpls.v1i2.12952.
21. Hou P., Ni J., Cao S., Lei H., Cai Z., Zhang T., Yu F., Tan Q. Preparation and evaluation of solid dispersions of a new antitumor compound based on early-stage preparation discovery concept. *AAPS Pharm Sci Tech.* 2013. Vol. 14 (2). P. 629–638. DOI: 10.1208/s12249-013-9948-y.
22. El-Egakey M. A., Soliva M., Speiser P. Hot extruded dosage forms. Technology and dissolution kinetics of polymeric matrices. *Pharm Acta Helv.* 1971. Vol. 46 (1). P. 31–52.
23. Censi R., Gigliobianco M., Casadidio C. Hot Melt Extrusion: Highlighting Physicochemical Factors to Be Investigated While Designing and Optimizing a Hot Melt Extrusion Process. *Pharmaceutics*. 2018. Vol. 10 (3). P. 89.
24. Crowley M. M., Zhang F., Repka M. A., Thumma S., Upadhye S. B., Battu S. K., McGinity J. W., Martin C. Pharmaceutical applications of hot-melt extrusion: part I. *Drug Dev Ind Pharm.* 2007. Vol. 33 (9). P. 909–926. DOI: 10.1080/03639040701498759.
25. Li X., Jiang C., Pan L., Zhang H., Hu L., Li T., Yang X. Effects of preparing techniques and aging on dissolution behavior of the solid dispersions of NF/soluplus/kollidon SR: identification and classification by a combined analysis by FTIR spectroscopy and computational approaches. *Drug Dev. Ind. Pharm.* 2015. Vol. 41. P. 2–14.
26. Repka M. A., Majumdar S., Kumar Battu S., Srirangam R., Upadhye S. B. Applications of hot-melt extrusion for drug delivery. *Expert Opin Drug Deliv.*

- Drug Deliv.*, 5 (12), 1357–1376. DOI: 10.1517/17425240802583421.
27. Six, K., Daems, T. (2005). Clinical study of solid dispersions of itraconazole prepared by hot-stage extrusion. *European Journal of Pharmaceutical Sciences*, 24 (2–3), 179–186.
28. Martinez-Marcos, L., Lamprou, D. A., McBurney, R. T., Halbert, G. W. (2016). A novel hot-melt extrusion formulation of albendazole for increasing dissolution properties. *Int J Pharm.*, 499 (1–2), 175–185. DOI: 10.1016/j.ijpharm.2016.01.006.
29. Pawar, J. N., Fule, R. A., Maniruzzaman, M., Amin, P. D. (2017). Solid crystal suspension of Efavirenz using hot melt extrusion: Exploring the role of crystalline polyols in improving solubility and dissolution rate. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl*, 78, 1023–1034. DOI: 10.1016/j.msec.2017.04.055.
30. Wang, W., Kang, Q., Liu, N., Zhang, Q., Zhang, Y., Li, H., Zhao, B., Chen, Y., Lan, Y., Ma, Q., Wu, Q. (2015). Enhanced dissolution rate and oral bioavailability of Ginkgo biloba extract by preparing solid dispersion via hot-melt extrusion. *Fitoterapia*, 102, 189–197. <https://doi.org/10.1016/j.fitote.2014.10.004>.
31. Hooper, J. P. (1924). Centrifugal Spinneret (US Patent № 1500931A). United States Patent Office. URL: <https://patents.google.com/patent/US1500931A/en>.
32. Kase, S., Matsuo, T. (1965). Studies on melt spinning. I. Fundamental equations on the dynamics of melt spinning. *J. Polym. Sci. Part A: Gen. Pap*, 3, 2541–2554.
33. Zhang, X., Lu, Y. (2014). Centrifugal Spinning: An Alternative Approach to Fabricate Nanofibers at High Speed and Low Cost. *Polymer Reviews*, 54 (4), 677–701. DOI: 10.1080/15583724.2014.935858.
34. Badgujar, B. P., Mundada, A. S. (2011). The technologies used for developing orally disintegrating tablets: A review. *Acta Pharmaceutica*, 61 (2), 117–139. DOI: 10.2478/v10007-011-0020-8.
35. Marano, S., Barker, S. A., Raimi-Abraham, B. T., Missaghi, S., Rajabi-Siahboomi, A., Craig, D. Q. M. (2016). Development of micro-fibrous solid dispersions of poorly water-soluble drugs in sucrose using temperature-controlled centrifugal spinning. *Eur J Pharm Biopharm*, 103, 84–94. DOI: 10.1016/j.ejpb.2016.03.021.
36. Nasir, S., Hussain, A., Abbas, N., Bukhari, N. I., Hussain, F., Arshad, M. S. (2021). Improved bioavailability of oxcarbazepine, a BCS class II drug by centrifugal melt spinning: In-vitro and in-vivo implications. *International Journal of Pharmaceutics*, 604. DOI: 10.1016/j.ijpharm.2021.120775.
2008. Vol. 5(12). P. 1357–1376. DOI: 10.1517/17425240802583421.
27. Six K., Daems T. Clinical study of solid dispersions of itraconazole prepared by hot-stage extrusion. *European Journal of Pharmaceutical Sciences*. 2005. Vol. 24 (2–3). P. 179–186.
28. Martinez-Marcos L., Lamprou D. A., McBurney R. T., Halbert G. W. A novel hot-melt extrusion formulation of albendazole for increasing dissolution properties. *Int J Pharm*. 2016. Vol. 499 (1–2). P. 175–185. DOI: 10.1016/j.ijpharm.2016.01.006.
29. Pawar J. N., Fule R. A., Maniruzzaman M., Amin P. D. Solid crystal suspension of Efavirenz using hot melt extrusion: Exploring the role of crystalline polyols in improving solubility and dissolution rate. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl*. 2017. Vol. 78. P. 1023–1034. DOI: 10.1016/j.msec.2017.04.055.
30. Wang W., Kang Q., Liu N., Zhang Q., Zhang Y., Li H., Zhao B., Chen Y., Lan Y., Ma Q., Wu Q. Enhanced dissolution rate and oral bioavailability of Ginkgo biloba extract by preparing solid dispersion via hot-melt extrusion. *Fitoterapia*. 2015. Vol. 102. P. 189–197. <https://doi.org/10.1016/j.fitote.2014.10.004>.
31. Hooper J. P. Centrifugal Spinneret (US Patent № 1500931A). United States Patent Office. 1924. URL: <https://patents.google.com/patent/US1500931A/en>.
32. Kase S., Matsuo T. Studies on melt spinning. I. Fundamental equations on the dynamics of melt spinning. *J. Polym. Sci. Part A: Gen. Pap*. 1965. Vol. 3. P. 2541–2554.
33. Zhang X., Lu Y. Centrifugal Spinning: An Alternative Approach to Fabricate Nanofibers at High Speed and Low Cost. *Polymer Reviews*. 2014. Vol. 54 (4). P. 677–701. DOI: 10.1080/15583724.2014.935858.
34. Badgujar B. P., Mundada A. S. The technologies used for developing orally disintegrating tablets: A review. *Acta Pharmaceutica*. 2011. Vol. 61 (2). P. 117–139. DOI: 10.2478/v10007-011-0020-8.
35. Marano S., Barker S. A., Raimi-Abraham B. T., Missaghi S., Rajabi-Siahboomi A., Craig D. Q. M. Development of micro-fibrous solid dispersions of poorly water-soluble drugs in sucrose using temperature-controlled centrifugal spinning. *Eur J Pharm Biopharm*. 2016. Vol. 103. P. 84–94. DOI: 10.1016/j.ejpb.2016.03.021.
36. Nasir S., Hussain A., Abbas N., Bukhari N. I., Hussain F., Arshad M. S. Improved bioavailability of oxcarbazepine, a BCS class II drug by centrifugal melt spinning: In-vitro and in-vivo implications. *International Journal of Pharmaceutics*. 2021. Vol. 604. DOI: 10.1016/j.ijpharm.2021.120775.

37. Hussain, A., Hussain, F., Arshad, M. S., Abbas, N., Nasir, S., Mudassir, J., Mahmood, F., Ali, E. (2021). Ibuprofen-loaded centrifugally spun microfibers for quick relief of inflammation in rats. *Drug Dev Ind Pharm.*, 47 (11), 1786–1793. DOI: 10.1080/03639045.2022.2059500.

37. Hussain A., Hussain F., Arshad M. S., Abbas N., Nasir S., Mudassir J., Mahmood F., Ali E. Ibuprofen-loaded centrifugally spun microfibers for quick relief of inflammation in rats. *Drug Dev Ind Pharm.* 2021. Vol. 47 (11). P. 1786–1793. DOI: 10.1080/03639045.2022.2059500.

LISOVYI VADYM

Postgraduate, Department of Chemical Technologies and Resource Saving, Assistant, Department of Industrial Pharmacy, Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine
<https://orcid.org/0000-0002-8038-0650>
Scopus Author ID: 57953524800
Researcher ID: IZE-0395-2023
E-mail: lisovyi.vm@knuud.edu.ua

KOSTIUK VIKTOR

Postgraduate, Department of Industrial Pharmacy, Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine
<https://orcid.org/0000-0001-5454-4247>
E-mail: kostiuk.vh@knuud.edu.ua

SMISHKO ROMAN

Postgraduate, Department of Industrial Pharmacy, Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine
<https://orcid.org/0000-0001-8479-2612>
E-mail: smishko.ro@knuud.edu.ua

POVSHEDNA IRYNA

Postgraduate, Department of Industrial Pharmacy, Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine
<https://orcid.org/0000-0002-0063-8923>
E-mail: povshedna.io@knuud.edu.ua

YAREMENKO VOLODYMYR

Postgraduate, Department of Chemical Technologies and Resource Saving, Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine
<https://orcid.org/0009-0001-1757-5500>
E-mail: yaremenko.vv@knuud.edu.ua

LYZHNIUK VIKTORIIA

Researcher of Molecular Pharmacology, Chemogenomics and Biogerontology Laboratory Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine
<https://orcid.org/0009-0000-0976-0311>
Researcher ID: IZE-1153-2023
E-mail: v.lyzhniuk@kyivpharma.eu

PASHCHENKO IRYNA

Postgraduate, Department of Industrial Pharmacy, Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine
<https://orcid.org/0009-0004-9425-215X>
E-mail: pashchenko.io@knuud.edu.ua

GOY ANDRIY

Candidate of Pharmaceutical Sciences, Associate Professor, Department of Industrial Pharmacy, Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine
<https://orcid.org/0009-0004-7044-4050>
E-mail: goy.am@knuud.edu.ua

ISHCHENKO OLENA

Doctor of Technical Sciences, Associate Professor, Department of Chemical Technologies and Resource Saving, Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine
<https://orcid.org/0000-0002-9510-6005>
Scopus Author ID: 57200013816
Researcher ID: GYV-0809-2022
E-mail: ishhenko.ov@knuud.com.ua

BESSARABOV VOLODYMYR

Doctor of Technical Sciences, Professor, Department of Industrial Pharmacy, Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine
<http://orcid.org/0000-0003-0637-1729>
Scopus Author ID: 36917184700
Researcher ID: D-3425-2017
E-mail: v.bessarabov@kyivpharma.eu

LISOVYI V. M., LYZHNIUK V. V., KOSTIUK V. G., PASHCHENKO I. O.,
SMISHKO R. O., GOY A. M., POVSHEDNA I. O., ISHCHEKHO O. V.,
YAREMENKO V. V., BESSARABOV V. I.

Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine

**TECHNOLOGIES FOR THE OBTAINING HIGHLY SOLUBLE POLYMER
COMPOSITE MATERIALS WITH ACTIVE PHARMACEUTICAL INGREDIENTS**

Purpose. A review of literature sources on the main aspects of promising technologies for obtaining highly soluble solid dispersion systems, which can be effectively used to significantly increase the solubility of various active pharmaceutical ingredients (APIs).

Methodology. Analytical review of scientific, chemical-technological, medical and pharmaceutical literature over the past 20 years.

Findings. The main aspects of promising technologies for obtaining highly soluble polymer composite materials containing active pharmaceutical ingredients have been analyzed. It has been found that hot melt extrusion can be successfully used to increase the solubility of low melting point APIs, the solvent evaporation method is useful for increasing the solubility of high melting point APIs, and centrifugal fiber formation can increase the solubility of low melting point APIs without the use of solvents and with less risk material degradation compared to the melting method. Such a range of technologies for obtaining highly soluble forms of APIs allows you to choose a technique depending on the physicochemical characteristics of polymer carriers and APIs and at the same time achieve not only a significant increase in solubility, but also reduce the use of excessive doses and reduce the risks of side effects, as well as guarantee a quick potential effect.

Originality. It is shown that the innovative technology of centrifugal fiber formation can become the basis for the development of polymeric solid dispersion systems for increasing the solubility of various active pharmaceutical ingredients.

Practical value. The conducted studies prove that promising methods of forming solid dispersed systems and ensuring a high level of solubility of sparingly soluble APIs include well-predicted and accessible methods, such as solvent evaporation and hot melt extrusion, as well as innovative technology of centrifugal fiber formation. Such technologies may be promising for the creation of domestic medicinal products with controlled API release.

Keywords: solubility; active pharmaceutical ingredient; solid dispersion systems; polymer carriers; fibers.

<https://doi.org/10.30857/2786-5371.2023.3.4>

УДК 678.65.
98.41

БУЛГАКОВ Є. С., САВЧЕНКО Б. М., ІСКАНДАРОВ Р. Ш.,
СВІСТІЛЬНИК Р. Ф., ПУШКАРЬОВ Д. В.

Київський національний університет технологій та дизайну, Україна

ЗАСТОСУВАННЯ БІОРОЗКЛАДНИХ ПОЛІМЕРІВ ПРИ ВИГОТОВЛЕННІ НЕКТАНИХ ФІЛЬТРУВАЛЬНИХ МАТЕРІАЛІВ

Мета дослідження. Метою даної статті є дослідження можливості отримання нетканих матеріалів з полілактиду та дослідження їх властивостей.

Методи дослідження. Неткані полімерні матеріали з поліпропілену та полілактиду отримували методом аеродинамічного розпилення розплаву на приймальний барабан (melt-blown) на лабораторній установці для виготовлення волокнистих матеріалів. Розподіл розмірів елементарних волокон за уявним діаметром досліджували шляхом програмного аналізу зображень, одержаних оптичною мікроскопією. Зображення одержувались на мікроскопі МБС-10 з застосуванням збільшення 15х. Для аналізу зображень використовувалось програмне забезпечення ImageJ зі спеціальним плагіном DiameterJ. Затримуючу здатність нетканого матеріалу оцінювали у повітряному середовищі за допомогою випробувального стенда, оснащеного лічильником аерозольних часток Temtop PMD331 (сертифіковано за ISO-21501).

Результати. Дослідним шляхом підтверджено можливість виготовлення нетканого матеріалу з полілактиду на устаткуванні, придатному для переробки поліпропілену. Досліджені параметри структури волокон та їх затримуюча здатність. Нетканий матеріал з полілактиду має на 10% нижчий середній діаметр волокон порівняно з нетканим матеріалом з поліпропілену. Неткані полімерні матеріали, виготовлені з однаковою питомою вагою, володіють подібними значеннями затримуючої здатності. Нетканий матеріал з полілактиду характеризується покращеною затримуючою здатністю та меншим середнім діаметром волокон.

Наукова новизна. Методом програмного аналізу зображення досліджено параметри структури волокон нетканих матеріалів з поліпропілену та полілактиду. Досліджено вплив розподілу діаметру волокон на затримуючу здатність матеріалів.

Практична значимість. Встановлено можливість переробки полілактиду на технологічному устаткуванні, призначеному для поліпропілену, з можливістю регулювання параметрів структури нетканого матеріалу у широких межах.

Ключові слова: неткані полімерні матеріали; полілактид; поліпропілен; аеродинамічне розпилення розплаву; затримуюча здатність.

Вступ. Неткані матеріали – це клас матеріалів, які виготовляються без використання традиційного процесу ткацтва або в'язання. Вони складаються з волокон, які зв'язані між собою за допомогою хімічних, механічних або термічних методів. У традиційному процесі ткацтва або в'язання нитки переплітаються, утворюючи структуру матеріалу. У нетканих матеріалах волокна з'єднані разом, але без застосування процесу ткання чи в'язання. Це дозволяє створювати матеріали з різною структурою, які можуть мати високу міцність, проникність повітря та води, а також інші властивості, які підходять для різних застосувань.

Неткані матеріали мають низку переваг порівняно з традиційними тканинами. Вони можуть бути легшими, міцнішими та більш гнучкими, а також володіти високими показниками водонепроникності, повітропроникності та термостійкості. Крім того, неткані матеріали доступні у різних формах та розмірах, що дозволяє використовувати їх для виробництва широкого спектру продуктів в різних галузях. Наприклад, вони не мають тканинної структури, тому не потребують складних процесів ткання або в'язання ниток. Крім того, вони є досить доступними та виготовляються з різних матеріалів, таких як поліестер, поліпропілен, нейлон, віскоза або природні волокна, що дає можливість створювати продукти різної якості та цінової категорії. Також вони є дуже легкими та гнучкими, що забезпечує

більшу універсальність використання. Неткані матеріали також мають високу проникність повітря та води, що робить їх ідеальним варіантом для використання в медичних або гігієнічних продуктах, а також для захисту від небажаних факторів зовнішнього середовища [1].

Поліпропіленові (ПП) неткані матеріали допомагають забезпечити ефективний бар'єрний захист та фільтрацію в різних медичних застосуваннях, завдяки чому стали необхідними для медичної промисловості. З їх низькою вартістю та високою ефективністю, полімерні неткані матеріали використовуються в багатьох медичних продуктах, включаючи маски для обличчя, хірургічні халати, пов'язки для ран та фільтри для медичних пристроїв [2].

Полімерні неткані матеріали є популярним вибором для виробництва хірургічних халатів завдяки їх властивостям запобігати передачі мікроорганізмів між хірургічним персоналом та пацієнтами. У науковому дослідженні, проведеному Liu et al. (2020), були порівняні бар'єрні властивості різних полімерних нетканних матеріалів, що використовуються для хірургічних халатів. Встановлено, що матеріали, які мають структуру спанбонд-мелтблаун-спанбонд (SMS), мають найвищі бар'єрні властивості та є найбільш придатними для використання у хірургічних халатах [3].

Пандемія COVID-19 зумовила широке використання масок для обличчя, а полімерні неткані матеріали знайшли застосування у їх виробництві завдяки їх високій ефективності фільтрації та повітропроникності. Дослідження, проведене Zhou et al. (2020), навіть підтвердило ефективність фільтрації поліакрилонітрилових електроволокон (PAN) на рівні понад 95%, що робить їх придатними для використання в масках для обличчя [4].

Полімерні неткані матеріали є важливою складовою у виробництві пов'язок для ран завдяки їх високій поглинальній здатності та проникності. Існують дослідження властивостей композитного нетканого матеріалу, який містив полівініловий спирт (ПВС) та хітозан, який може бути використаний як ранова пов'язка. Такий композитний матеріал має відмінні механічні властивості, може поглинати воду та навіть має антибактеріальну активність, що робить його ідеальним для використання в якості ранової пов'язки [5].

Нездатність полімерних нетканних матеріалів до біологічного розкладання призводить до проблем з накопиченням цих матеріалів на звалищах та в природному середовищі, що може мати довготривалі негативні наслідки для навколишнього середовища та екосистем. Наприклад, одне з досліджень, опубліковане у Journal of Hazardous Materials, підкреслює, що забруднення фталатами, які вимиваються з поліпропіленових нетканних мішків, може становити загрозу для здоров'я людини та довкілля. Інше дослідження, яке з'явилося в Environmental Science and Pollution Research, вказує на те, що використання поліпропіленових нетканних матеріалів у сільськогосподарських галузях може сприяти викиду мікропластику в природне середовище, що може мати негативний вплив на екосистеми та здоров'я людини [6, 7].

За останніми даними, поліпропіленові неткані матеріали є одними з найбільш поширених видів нетканних матеріалів на ринку. Згідно зі звітом, опублікованим у 2020 році, ринок поліпропіленових нетканних матеріалів в 2019 році оцінювався в 28,8 млрд доларів США і очікувалося, що він зросте до 42,6 млрд доларів США до 2025 року [8].

У цій оцінці враховувалися різні застосування поліпропіленових нетканних матеріалів, включаючи виробництво медичних та гігієнічних засобів, матеріалів для автомобільної промисловості, будівельних матеріалів та інших виробів. Хоча точна частка поліпропіленових нетканних матеріалів на ринку нетканних матеріалів залежить від багатьох факторів, вони залишаються одними з найбільш поширених та важливих компонентів на цьому ринку.

Незважаючи на свою поширеність та чисельні переваги, поліпропіленові неткані матеріали також мають свої власні глобальні проблеми, зокрема, забруднення довкілля - велика частина поліпропіленових нетканних матеріалів стає відходами після використання, і їх

недостатня утилізація може сприяти забрудненню довкілля. Якщо ці матеріали неправильно утилізуються або закопуються на сміттєзвалищах, вони можуть потрапляти до ґрунту та водних ресурсів, спричиняючи негативні наслідки для природи та морських екосистем.

Багато поліпропіленових нетканих матеріалів не можуть бути легко перероблені або рецикльовані через їх складну структуру та хімічні властивості. Це призводить до накопичення відходів і збільшення навантаження на сміттєпереробні заводи та сміттєзвалища. Недостатня інфраструктура та регулювання щодо переробки поліпропіленових нетканих матеріалів також можуть ускладнювати проблему відходів.

Виробництво поліпропіленових нетканих матеріалів потребує значних кількостей невідновлюваних ресурсів, зокрема нафти та газу. Це приводить до енергозалежності і збільшення викидів парникових газів та інших негативних ефектів на довкілля, пов'язаних з видобуванням та переробкою цих ресурсів.

Багато поліпропіленових нетканих матеріалів є недеградабельними, тобто, вони не розкладаються у природніх чи компостних умовах.

В якості біорозкладаної альтернативи поліпропіленовим нетканим матеріалам може стати полілактид (ПЛ). ПЛ – це біорозкладаний полімер, який отримують з відновлюваних джерел, таких як кукурудза, цукрова тростина, цукровий буряк та інші рослинні біомаси. Він є одним з найпоширеніших біополімерів і використовується у багатьох галузях, включаючи упаковку, текстиль, медицину та 3D-друк [9].

Однією з найважливіших переваг ПЛ є його здатність до біологічного розкладання. Під впливом вологості та мікроорганізмів в ґрунті або комерційних компостувальниках, ПЛ розкладається на природні речовини, такі як вода та вуглекислий газ. Це допомагає зменшити накопичення пластикових відходів і впливати на зниження негативного впливу на довкілля.

ПЛ виготовляється з відновлюваних ресурсів, таких як рослинна біомаса. Це зменшує залежність від необновлюваних вуглеводневих джерел, таких як нафта, і сприяє зменшенню енергетичного відбитку та викидів парникових газів, пов'язаних з виробництвом пластику.

ПЛ має деякі властивості, схожі на традиційні пластикові матеріали. Він має високу прозорість, добру міцність і жорсткість, а також непогану бар'єрну властивість щодо газів і пари. Однак, порівняно з деякими іншими полімерами, він може бути менш стійким до високих температур та розчинників.

ПЛ використовується для упаковки харчових продуктів, виготовлення одноразових столових приборів та медичних імплантантів. Його біорозкладаність робить його більш екологічною альтернативою традиційному пластику, виготовленому з невідновлюваних ресурсів. Однак важливо зазначити, що ПЛ необхідно належним чином утилізувати на комерційному компостному підприємстві, оскільки він може не розкладатися належним чином у домашній системі компостування [10–12].

Таким чином, для зменшення екологічного впливу поліпропіленових нетканих матеріалів, можливі три шляхи: застосування біорозкладаних матеріалів замість синтетичних полімерів; використання наповнювачів на мінеральній основі для традиційних полімерів задля зменшення масової частки синтетичних нерозкладаних полімерів. Такі композиції, за достатнього вмісту наповнювача, також можуть тонути у океані замість утворення плавучих плям відходів; використання мінеральних наповнювачів для біорозкладаних полімерів задля зменшення енергетичних витрат та вартості біорозкладаних композицій.

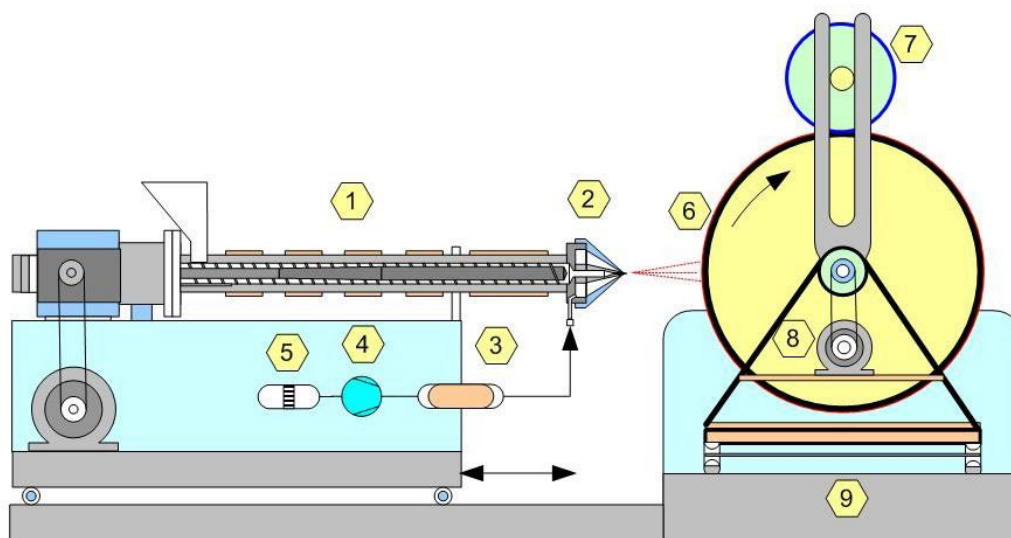
Постановка завдання. Метою даної статті є дослідження можливості отримання нетканих матеріалів з полілактиду на традиційному устаткуванні для переробки поліпропілену та визначення їх властивостей.

Вихідні матеріали та методи. В даній роботі для отримання дослідних зразків було використано поліпропілен марки PP Sabic 519A та полілактид марки Luminy PLA L130 (ТОВ «Телко Україна»).

Дослідні зразки обох нетканих матеріалів виготовлялися за методом аеродинамічного розпилення розплаву на приймальний барабан (melt-blown) на лабораторній установці для виготовлення волокнистих матеріалів (рис. 1). Установка складається з одношнекового екструдера з електронною системою керування нагрівання та приводом екструдера (1). Розплав, утворений в екструдері надходить у голівку 2, де відбувається розпилення розплаву шляхом підведення нагрітого стисненого повітря. Для розпилення використовується атмосферне повітря, котре проходить через фільтр 5 та повітродувку 4 і нагрівається у калорифері 3 до температури процесу. Струмінг розплаву полімеру, підхоплений потоком гарячого повітря, спрямовується на приймальний барабан 6, який обертається навколо своєї осі та переміщується циклічно-поступально у горизонтальній площині. Обертання та поперечне переміщення приймального барабану забезпечується приводом 8 і траверсою 9 та дозволяють рівномірно заповнити поверхню барабану напиленим полімерним матеріалом. Приймальний барабан оснащений розгладжуючим роликком 7, який ущільнює отримуваний нетканий матеріал.

Перед здійсненням переробки матеріали підлягали сушінню у сушарній шафі при температурі 60°C протягом 12 годин.

На початковій стадії досліджень було досліджено зразки фільтрувального матеріалу з одноразових захисних масок, що дозволило обрати типову питому вагу матеріалу 70 г на квадратний метр. На дослідній установці виготовлено нетканий матеріал з ПП з типовими властивостями за питомою густиною та розподілом розміру елементарних волокон. Приведена вага одиниці площі матеріалу з поліпропілену була відтворена за допомогою зміни параметрів переробки на полілактиді.



Позначки: 1 – екструдер; 2 – голова екструдера; 3 – калорифер; 4 – повітродувка; 5 – фільтр повітря; 6 – прийомний барабан; 7 – розгладжуючий барабан; 8 – привід обертання барабану; 9 – траверсний механізм для поперечного переміщення барабану

Рис. 1. Схема лабораторної установки для виготовлення волокнистих матеріалів методом розпилення розплаву

Волокноутворення в процесі аеродинамічного формування вимагає певних значень реологічних характеристик матеріалів, котрі досягаються шляхом вибору температурних параметрів переробки. Для ПП та ПЛ визначали ПТР для вихідного матеріалу та у вигляді нетканого матеріалу (табл. 1).

Таблиця 1

Властивості ПП та ПЛ

Полімерний матеріал	ПТР, г/10хв		Густина, кг/м ³
	гранула	нетканий матеріал	
ПП (230 °C; 2,16 кг)	34	86	906
ПЛ (210 °C; 2,16 кг)	21	36	1243

В процесі переробки ПП зазнає термічної та окисної деструкції, що призводить до зростання ПТР. Значення в'язкості розплаву, необхідне для формування нетканого матеріалу, досягається як вибором сировини з певним початковим значенням в'язкості розплаву, так і параметрами переробки.

Температурні режими отримання нетканих матеріалів з ПП та ПЛ наведені в таблиці 2.

Таблиця 2

Температурні режими формування нетканого матеріалу

Полімерний матеріал	Температура, °C				
	Зона 1	Зона 2	Зона 3	Зона 4 (головка екструдера)	Зона 5 (повітря)
ПП	240	290	300	280	390
ПЛ	150	190	190	230	270

Параметри переробки поліпропілену та полілактиду відрізняються температурою переробки: поліпропілен потребує вищої температури переробки (приблизно 250–300°C), порівняно з полілактидом (приблизно 190–220°C). Ця відмінність пояснюється тим, що матеріали мають різні початкові реологічні властивості.

Усі інші параметри (продуктивність, швидкість прийому на барабан, відстань від голівки екструдера до барабану, витрата повітря, тощо) були однаковими для обох матеріалів (табл. 3).

Таблиця 3

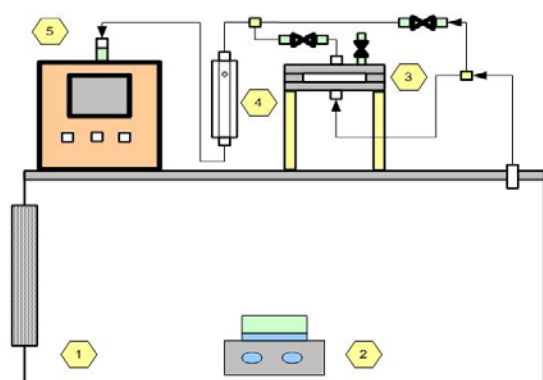
Технологічні параметри переробки

Технологічні параметри	Значення	
	ПП	ПЛ
Питома вага нетканого матеріалу, г/м ²	70	70
Швидкість обертання шнеку, Гц	5	5
Продуктивність, г/год	81	98
Витрата повітря, м ³ /с	3,3	3,3
Відстань до прийомного барабану, см	10	10
Швидкість прийому на барабан, м/с	0,264	0,264
Умовна товщина зразку, мкм	380	311

Отримані неткані матеріали аналізували щодо розподілу розмірів елементарних волокон за уявним діаметром шляхом програмного аналізу зображень, одержаних оптичною мікроскопією. Зображення одержувались на мікроскопі МБС-10 з застосуванням збільшення 15х. Мікроскоп оснащувався електронною камерою, що вмонтовано замість окуляра, для отримання цифрового зображення. Чорно-білі зображення, отримані таким чином, зберігалися у форматі 8-бітного зображення формату .tif. Для аналізу зображень використовувалось програмне забезпечення ImageJ [13], що вільно розповсюджується та широко використовується. Програмне забезпечення використовує спеціальний плагін DiameterJ, котрий перетворює та ідентифікує видимі проекції волокна на зображенні як значення

умовного діаметра волокна, вважаючи, що воно є умовно циліндричним. Для коректного перетворення масштабу зображення у розмірні характеристики волокна здійснювали калібрування оптичної системи за допомогою об'єктного мікрометра. Значення шкали мікрометра перераховували у масштаб пікселів зображення через вбудовану функцію програмного забезпечення.

Затримуюча здатність нетканого матеріалу оцінювалась у повітряному середовищі за допомогою випробувального стенда (рис. 2), який складався з лічильника аерозольних часток Temtop PMD331 (сертифіковано за ISO-21501), повітряного ротаметра РМ-0,4 ГУЗ та випробувальної комірки Millipore YY3009000 Filter Holder.



а



б

Позначки: а – загальна схема: 1 – камера з модельним середовищем; 2 – джерело аерозольних частинок, ультразвуковий атомізатор та розчин хлориду натрію; 3 – комірка-тримач досліджуваного зразка; 4 – ротаметр; 5 – лічильник частинок; б – фото, вимірювальна частина стенду.

Рис. 2. Випробувальний стенд для вимірювання затримуючої здатності у повітрі

Лічильник часток оснащений вбудованим повітряним компресором з витратою повітря 2,83 л/хв. В потоці повітря встановлено ротаметр, що вимірює витрату повітря при встановленні фільтру у комірку, з метою врахування гідравлічного опору фільтраційного елемента. Повітря до лічильника часток може проходити через комірку з зразком фільтрувального матеріалу або через обхідний канал з камери з модельним середовищем. Здійснювалось вимірювання вмісту аерозольних часток модельного середовища на установці спочатку без фільтраційного елемента в комірці, а потім з фільтраційним елементом з дослідного нетканого матеріалу. Модельне середовище створювалось шляхом розпилення ультразвуковим атомізатором 2% розчину хлориду натрію у дистильованій воді. Лічильник аерозольних частинок має 7 каналів вимірювання розміру частинок (0,3–0,5–0,7–1,0–2,5–5,0–10,0 мкм) і вимірює кількість частинок в 1 л робочого середовища в кожному діапазоні. Затримуюча здатність визначається для кожного діапазону розміру частинок у % відносно вихідного повітря. Проводилось 5 паралельних вимірювань та визначалось середнє арифметичне отриманих значень.

Результати дослідження. Неткані матеріали, одержані розпиленням розплаву на приймальний барабан, з однаковою питомою вагою одиниці площі, були досліджені за допомогою оптичної мікроскопії з подальшим програмним аналізом зображення (рис. 3).

Параметри структури матеріалу включають розподіл видимого перерізу волокна (діаметр), кількість перехрещень волокон на одиницю площі та параметри виявлених порожнин – середня площа порожнин та відсоток площі порожнин у одиниці площі поверхні (табл. 3).

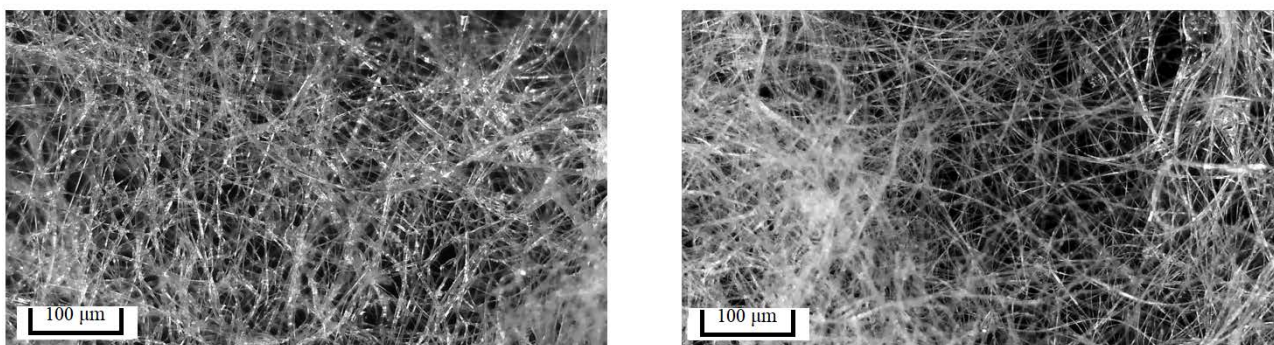


Рис. 3. Зображення нетканого матеріалу з поліпропілену (ліворуч) та полілактиду (праворуч) отримані на мікроскопі МБС-10 з кратністю 15х

Таблиця 3

Параметри структури нетканого матеріалу

Матеріал	Властивості				
	Середній діаметр волокна, мкм	Медіанний діаметр волокна, мкм	Середня площа порожнин, мкм ²	Питома площа порожнин, %	Кількість перехресть волокон, шт/мм ²
ПП	6,28	7,88	51	0,09	3340
ПЛ	5,56	7,67	50	0,11	3990

Одержані результати вказують, що за приблизно однакового медіанного діаметру волокон, нетканий матеріал з ПЛ має менший середній діаметр волокон, в той час як кількість перехрещень волокон зростає майже на 20%, що зумовлює дещо меншу середню площу пор та вищу ефективність при фільтрації дрібних частинок. Слід зазначити, що густина вихідного поліпропілену (0,915 г/см³) значно менша за полілактид (1,240 г/см³), що може бути причиною меншого діаметру волокон для полілактиду при однаковій питомій вазі нетканих матеріалів.

Неткані матеріали з полілактиду також відрізняються вищою затримуючою здатністю порівняно з поліпропіленом при подібному діаметрі волокна (табл. 4).

Таблиця 4

Затримуюча здатність досліджуваних нетканих матеріалів

Матеріал	Затримуюча здатність, % (для діапазону вимірювання)						
	0,3 мкм	0,5 мкм	0,7 мкм	1,0 мкм	2,5 мкм	5,0 мкм	10,0 мкм
ПП	46,84	53,30	73,06	88,05	95,96	98,91	100,00
ПЛ	55,33	63,43	80,47	90,94	98,00	100,00	100,00

Можна зробити припущення, що умовний діаметр волокна досліджених нетканих матеріалів є ключовим фактором, що визначає ефективність їх затримуючої здатності.

Параметри розподілу умовного діаметру відрізняються для поліпропіленових та полілактидних нетканих матеріалів (рис. 4).

Поліпропіленові волокна мають більш однорідний розмір та вузький розподіл діаметрів волокон, тоді як волокна з полілактиду мають більше перетинів на одиницю площі, що зменшує площу пор. Параметри аеродинамічного формування спричиняють вплив на форму та розмір волокон, що має значення для параметрів ефективності фільтрації та інших властивостей нетканих матеріалів.

Якість затримання частинок нетканими матеріалами суттєво залежить від параметрів процесу виробництва, і використання різних параметрів, таких як температура і тиск повітря, можуть суттєво вплинути на властивості матеріалу. В реальних виробничих умовах необхідне постійне тестування параметрів затримуючої здатності та знаходження їх кореляції від певних

режимів виробництва. Зразки нетканих матеріалів, одержані в даній роботі, виготовлені в максимально подібних умовах виробництва, але з суттєво різних полімерних матеріалів, особливо за реологічними властивостями.

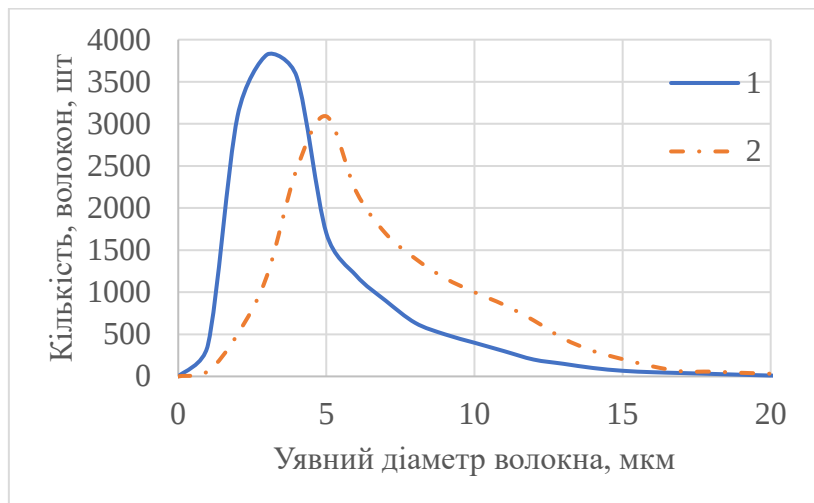


Рис. 4. Крива розподілу умовного діаметру волокон в отриманому нетканому матеріалі:
1 – полілактид; 2 – поліпропілен

Висновки. Встановлено, що на технологічному обладнанні, призначеному для переробки поліпропілену, можлива успішна переробка полілактиду та одержання нетканого матеріалу з аналогічними параметрами ваги одиниці площі.

Досліджено параметри розподілу умовного діаметру волокон поліпропілену та полілактиду, одержаних в подібних технологічних параметрах формування.

Досліджено параметри затримуючої здатності у повітряному середовищі, які вказують на можливість застосування полілактидних нетканих матеріалів у сферах застосування, притаманних поліпропіленовим матеріалам.

Затримуюча здатність нетканого матеріалу з поліпропілену становить 46% а для полілактиду 55% для діапазону часток 0,3 мкр.

Нетканий матеріал, виготовлений з полілактиду, що володіє однаковою з поліпропіленовим матеріалом питомою вагою, володіє аналогічною затримуючою здатністю та меншим значенням умовного діаметру волокон. При цьому густина вихідного полімеру у полілактиду значно вища. Даний висновок важливий з точки зору вартості сировини.

Полілактид відноситься до біорозкладаних та ком постованих полімерів, що зумовлює екологічність нетканих матеріалів на його основі. Дослідження біологічного розкладу одержаних матеріалів буде здійснене у наступних дослідженнях. В ході подальших досліджень планується дослідити властивості нетканих матеріалів з композитів на основі поліпропілену та полілактиду.

References

1. Russell, S. J., Chick, W. L., Ward, A. B. (2007). Handbook of Nonwovens. Woodhead Publishing Limited, January 1, 2007. ISBN: 978-1-84569-014-1.
2. Beloshenko, V. A., Chishko, V. V., Plavan, V. P., Rezanova, N. M., Savchenko, B. M., Sova, N. V., Vozniak, I. (2021). Production of filter material from polypropylene/copolyamide blend by fused deposition modeling: role of production conditions and ZrO₂ nanoparticles. *3D Printing and Additive*

Література

1. Russell S. J., Chick W. L., and Ward A. B. Handbook of Nonwovens. Woodhead Publishing Limited, January 1, 2007. ISBN: 978-1-84569-014-1.
2. Beloshenko V. A., Chishko V. V., Plavan V. P., Rezanova N. M., Savchenko B. M., Sova N. V., Vozniak I. Production of filter material from polypropylene/copolyamide blend by fused deposition modeling: role of production conditions and ZrO₂ nanoparticles. *3D Printing and Additive*

- Manufacturing, 8(4), P. 253–262. DOI: 10.1089/3dp.2020.0073.
3. Liu, Y., Liu, L., Mao, Z., Zhang, L., Yang, J. (2020). Barrier performance of non-woven and composite surgical gown materials. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 31(8), 70. DOI: 10.1007/s10856-020-06403-7.
4. Zhou, H., Fan, H., Li, J., Huang, A., Yan, J., Chen, Y. (2020). A review on nanofibers in electrospinning and their applications in biomedical engineering. *Journal of Materials Chemistry B*, 8(40), 9075–9104. DOI: 10.1039/D0TB01929F.
5. Liu, X., Zhou, Z., Lu, Q., Zhang, L., Shi, Y., Wang, J. (2020). Development and characterization of composite nonwoven materials made of polyvinyl alcohol and chitosan for wound dressing. *Journal of Applied Polymer Science*, 136(27), 47660. DOI: 10.1002/app.47660.
6. Santana-Viera, S., Santana-Rodríguez, J. J., Vega-Moreno, D. (2020). Leaching of phthalates from polypropylene nonwoven bags: A potential risk to human health and the environment. *Journal of hazardous materials*, 368, 819–826. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2019.01.049.
7. Nizzetto, L., Futter, M., Langaas, S. (2019). Are agricultural soils dumps for microplastics of urban origin? *Environmental Science and Pollution Research*, 26(16), 16190–16194. DOI: 10.1007/s11356-019-04860-x.
8. Polypropylene Nonwoven Fabric Market Size, Share & Trends Analysis Report By Application (Hygiene, Industrial, Medical, Construction), By Region (APAC, North America, Europe), And Segment Forecasts, 2020. 20(27).
9. Smith, J., Johnson, A., Anderson, B. (2021). Investigation of Mechanical Properties and Degradation Behavior of Polylactic Acid Composites. *Journal of Materials Science*, 45(2), 123–135. DOI: 10.1008/s11357-018-05861-x.
10. Bulhakov, Y., Savchenko, B., Slieptsov, A., Sova, N. (2022). Nonwoven filtering materials from degradable and filled polymers. *Advanced polymer materials and technologies: recent trends and current priorities: multi-authored monograph*. Edited by V. Levytskyi, V. Plavan, V. Skorokhoda, V. Khomenko. Lviv: Lviv Polytechnic National University. P. 142–146.
11. Savchenko, B. M., Slepsov, O. O., Bulhakov, Y. S. (2023). Stvorennia kompozytsiinykh netkanykh polimernykh materialiv [Creating composite nonwoven polymer materials]. *Kompozytsiini materialy: monohrafiia za materialamy XII Mizhnarodnoi naukovo-praktychnoi WEB-konferentsii = Composite Materials: Monograph*
- Manufacturing. 2021. 8(4). P. 253–262. DOI: 10.1089/3dp.2020.0073.
3. Liu Y., Liu L., Mao Z., Zhang L., Yang J. Barrier performance of non-woven and composite surgical gown materials. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*. 2020. 31(8). 70. DOI: 10.1007/s10856-020-06403-7.
4. Zhou H., Fan H., Li J., Huang A., Yan J., Chen Y. A review on nanofibers in electrospinning and their applications in biomedical engineering. *Journal of Materials Chemistry B*. 2020. 8(40). 9075–9104. DOI: 10.1039/D0TB01929F.
5. Liu X., Zhou Z., Lu Q., Zhang L., Shi Y., Wang J. Development and characterization of composite nonwoven materials made of polyvinyl alcohol and chitosan for wound dressing. *Journal of Applied Polymer Science*. 2020. 136(27). 47660. DOI: 10.1002/app.47660.
6. Santana-Viera S., Santana-Rodríguez J. J., Vega-Moreno D. Leaching of phthalates from polypropylene nonwoven bags: A potential risk to human health and the environment. *Journal of hazardous materials*. 2020. 368. 819–826. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2019.01.049.
7. Nizzetto L., Futter M., Langaas S. Are agricultural soils dumps for microplastics of urban origin? *Environmental Science and Pollution Research*. 2019. 26(16). 16190–16194. DOI: 10.1007/s11356-019-04860-x.
8. Polypropylene Nonwoven Fabric Market Size, Share & Trends Analysis Report By Application (Hygiene, Industrial, Medical, Construction), By Region (APAC, North America, Europe), And Segment Forecasts, 2020. 20(27).
9. Smith J., Johnson A., Anderson B. Investigation of Mechanical Properties and Degradation Behavior of Polylactic Acid Composites. *Journal of Materials Science*ю 2021. 45(2). 123–135. DOI: 10.1008/s11357-018-05861-x.
10. Bulhakov Y., Savchenko B., Slieptsov A., Sova N. Nonwoven filtering materials from degradable and filled polymers. *Advanced polymer materials and technologies: recent trends and current priorities: multi-authored monograph*. Edited by V. Levytskyi, V. Plavan, V. Skorokhoda, V. Khomenko. Lviv: Lviv Polytechnic National University, 2022. P. 142–146.
11. Савченко Б. М., Слепцов О. О., Булгаков Є. С. Створення композиційних нетканих полімерних матеріалів. *Композиційні матеріали: монографія за матеріалами XII Міжнародної науково-практичної WEB-конференції*. Львів; Торунь: Liha-Pres, 2023. С. 77–79.

based on the materials of the 12th International Scientific-Practical WEB Conference. Lviv; Torun: Liha-Pres. P. 77–79 [in Ukrainian].

12. Savchenko, B. M., Slepsov, O. O., Bulhakov, Ye. S., Pedchenko, R. R. (2023). Stvorennia netkanykh materialiv na osnovi polimernykh kompozytiv [Creation of nonwoven materials based on polymer composites]. *Kompleksne zabezpechennia yakosti tekhnologichnykh protsesiv ta system (KZIaTPS–2023): materialy tez dopovidei XIII Mizhnarodnoi naukovo-praktychnoi konferentsii = Complex Quality Assurance of Technological Processes and Systems (CQATPS-2023): Abstracts of the 13th International Scientific-Practical Conference*. Chernihiv: Chernihiv Polytechnic National University. Vol. 1. P. 340 [in Ukrainian].

13. ImageJ. URL: <https://imagej.nih.gov>.

12. Савченко Б. М., Слєпцов О. О., Булгаков Є. С., Педченко Р. Р. Створення нетканих матеріалів на основі полімерних композитів. *Комплексне забезпечення якості технологічних процесів та систем (КЗЯТПС–2023): матеріали тез доповідей XIII Міжнародної науково-практичної конференції*. Чернігів: НУ «Чернігівська політехніка», 2023. Т. 1. С. 340.

13. ImageJ. URL: <https://imagej.nih.gov>.

BULHAKOV YEVHENII

postgraduate student

Department of Chemical Technologies and Resource Saving of the Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine

E-mail: Yevhenii.bulhakov97@gmail.com

SAVCHENKO BOHDAN

Doctor of Technical Sciences, Professor

Department of Chemical Technologies and Resource Saving of the Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine

<https://orcid.org/0000-0002-8636-5734>

Scopus Author ID: 56685269800

E-mail: 1079@ukr.net

ISKANDAROV RUSLAN

Researcher

Department of Chemical Technologies and Resource Saving of the Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine

Scopus Author ID: 57211611052

E-mail: iskandarov.r.sh@gmail.com

SVISTILNIK ROMAN

postgraduate student

Department of Chemical Technologies and Resource Saving of the Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine

<https://orcid.org/0009-0002-2701-0092>

E-mail: romchigo@gmail.com

PUSHKAROV DENYS

postgraduate student

Department of Chemical Technologies and Resource Saving of the Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine

<https://orcid.org/0009-0006-0855-7403>

E-mail: global23412@gmail.com

BULHAKOV Ye. S., SAVCHENKO B. M., ISKANDAROV R. Sh.,

SVISTILNIK R. F., PUSHKAROV D. V.

Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine

APPLICATION OF BIODEGRADABLE POLYMERS IN THE MANUFACTURE OF NONWOVEN FILTER MATERIALS

Purpose. The purpose of this article is to investigate the possibility of obtaining nonwoven materials from polylactic acid and to examine their properties.

Methodology. Nonwoven polymer materials from polypropylene and polylactic acid was produced on a laboratory setup using the melt-blown method, which involves aerodynamic spraying of the melt onto a receiving drum. The size distribution of the elementary fibers based on their apparent diameter was analyzed through software analysis of images captured by optical microscopy. The images were obtained using a optical

microscope with a digital camera attached. ImageJ software with the specialized DiameterJ plugin was used for image analysis. The filtration efficiency of the nonwoven material was evaluated in an air environment using a testing stand equipped with a Temtop PMD331 aerosol particle counter (certified according to ISO-21501).

Findings. The possibility of manufacturing nonwoven material from polylactic acid on equipment suitable for polypropylene processing has been experimentally confirmed. The parameters of fiber structure and their filtration efficiency were investigated. The nonwoven material with same square weight from polylactic acid has a 10% lower average fiber diameter compared to the nonwoven material from polypropylene. Nonwoven polymer materials manufactured with the same square weight exhibit similar filtration efficiency values. The nonwoven material from polylactic acid is characterized by improved filtration efficiency and a smaller average fiber diameter. Nonwoven material produced from polylactic acid can be used as potential biodegradable replacement of polypropylene based on material structure and filtration performance.

Originality. The parameters of fiber structure in nonwoven materials made from polypropylene and polylactic acid were investigated using image analysis software. The influence of fiber diameter distribution on the filtration efficiency of the materials was studied.

Practical value. The feasibility of processing polylactic acid on equipment designed for polypropylene, with the ability to adjust the parameters of the nonwoven material structure within wide ranges, has been established. Equipment designed for polypropylene polymer is well suitable for processing polylactic acid with different temperature settings

Keywords: nonwoven polymer materials; polylactic acid; polypropylene; melt-blown; filtration efficiency.

<https://doi.org/10.30857/2786-5371.2023.3.5>

УДК 678.746

ЛЯШОК І. О., ПЛАВАН В. П., ІЩЕНКО О. В.,
ГОДУНКО А. А., ШВЕЦЬ В. В.

Київський національний університет технологій та дизайну, Україна

ВЛАСТИВОСТІ ГІБРИДНИХ ГІДРОГЕЛІВ З ДОДАВАННЯМ МОДИФІКОВАНОГО КРОХМАЛЮ ТА ГЛИНИ МОНТМОРИЛОНІТОВОГО ТИПУ

Мета. Метою наукової роботи є розробка технології одержання гібридних гідрогелевих матеріалів на основі полімерної композиції полівінілового спирту з додаванням модифікованого крохмалю та глини монтморилонітового типу і вивчення їх сорбційних властивостей.

Методика. Для створення основи гібридних гідрогелевих матеріалів використовували суміш 10% розчину полівінілового спирту (ПВС) та 5% розчину карбоксиметильованого крохмалю (КМК) у співвідношенні 1:1. В якості наповнювача гідрогелів використовували глину монтморилонітового типу у вигляді порошку в кількості від 1 до 10 об'ємних частин. Гібридні гідрогелі отримували шляхом однократного заморожування протягом 24 годин при температурі -15°C , в результаті якого відбувалося кріоструктурування. Вологість гідрогелевих матеріалів визначали на аналізаторі вологості MA-50 R Radwag при температурі 70°C . Для оцінки впливу кількості глини монтморилонітового типу в композиції ПВС/КМК на властивості гібридних гідрогелевих матеріалів досліджували гравіметричним методом сорбційні характеристики композицій.

Результати. Розроблено технологію одержання гібридних гідрогелевих матеріалів методом кріоструктурування. В результаті аналізу сорбційних властивостей гібридних гідрогелевих матеріалів встановлено, що введення глини монтморилонітового типу призводить до повної зміни характеру кривих сорбції. Спостерігається колапс гідрогелевих систем, а сорбція падає з 1000% до 250% з досягненням рівноважного значення протягом 72 годин. При вмісті 1 об'ємної частини глини сорбція знижується на 270% і становить в рівноважному стані 720%. Максимальне зниження сорбції на 480% спостерігається для зразків, які містять 5 об'ємних частин глини і становить в рівноважному стані 300%.

При дослідженні десорбції гібридних гідрогелевих матеріалів було встановлено, що додавання глини монтморилонітового типу уповільнює процес десорбції гідрогелів на основі ПВС/КМК. Встановили, що полімерні композиції на основі ПВС з карбоксиметильованим крохмалем у співвідношенні 1:1 з додаванням глини у кількості 1–2 об'ємні частини можна рекомендувати для одержання кріогідрогелів з підвищеними сорбційними властивостями та уповільненою швидкістю висихання.

Наукова новизна полягає у визначенні впливу додавання глини монтморилонітового типу у композицію на основі ПВС з КМК для одержання гідрогелів методом кріоструктурування. Встановлено, що додавання глини призводить до колапсу гібридних гідрогелевих матеріалів під дією води, та уповільненню десорбційних властивостей гібридних гідрогелів.

Практична значимість. Розроблено технологію одержання гібридних гідрогелевих матеріалів на основі суміші полівінілового спирту та карбоксиметильованого крохмалю з додаванням глини монтморилонітового типу методом кріоструктурування, визначено можливість регулювання сорбційних властивостей гідрогелів шляхом введення глини.

Ключові слова: гібридні гідрогелі; глина монтморилонітового типу; полівініловий спирт; карбоксиметильований крохмаль; сорбція; десорбція.

Вступ. Гібридні гідрогелі це структурований гідрофільний полімерний матеріал, який може поглинати і утримувати велику кількість води, але не розчиняється у ній. Гідрогелі, отримані з додаванням крохмалю та його похідних, мають підвищені сорбційні властивості, біосумісність та здатність до біорозкладання, що зумовлює їх використання в біомедицинній сфері [1, 2].

В роботі [3] досліджували використання модифікованого крохмалю та глини монтморилонітового типу для підвищення здатності гідрогелю до поглинання й утримання води та застосовували у медицині для створення гідрогелевих пов'язок. Також відомо

застосування гібридних гідрогелів в сільському господарстві [4] для зберігання та постачання вологи рослинам.

Додавання глини монтморилонітового типу підвищує механічну міцність гідрогелів [5], формує мережу зв'язків, що забезпечує покращення структурних властивостей та робить їх більш стійким до деформацій [6]. Це важливо для застосування таких матеріалів в технологіях, де необхідна висока міцність, наприклад, в біомедицині для створення штучних тканин, як ранозагоювальні матеріали, діагностичні системи та імпланти [2], або в механічних системах для сенсорів і приводів [7, 8]. Такі гідрогелі можуть змінювати свою структуру та властивості під впливом температури [9].

Гібридні гідрогелі з модифікованим крохмалем та глиною монтморилонітового типу можуть бути використані як носії для контрольованого вивільнення лікарських речовин [10].

Використання модифікованого крохмалю та глини монтморилонітового типу в гібридних гідрогелях розширює їх можливості та додає нові функціональні властивості, що робить їх привабливими для багатьох галузей застосування.

Постановка завдання. З метою аналізу сорбційних властивостей наповненої гідрогелевої матриці досліджували залежність ступеня набухання в дистильованій воді зразків у часі з різною концентрацією наповнювача. Набрякання зразків у дистильованій воді вимірювали ваговим методом протягом 72 годин. В роботі досліджено сорбційні властивості гідрогелевих матриць на основі полімерної композиції полівінілового спирту з карбоксиметильованим крохмалем, та визначено вплив введення глини монтморилонітового типу на утворення гібридних гідрогелів.

Методологія досліджень. Як основу гідрогелевих матеріалів використовували полівініловий спирт (ПВС) марки 16/1, масова частка ацетатних груп не більше 0,9–1,7% та карбоксиметильований крохмаль (КМК) CAS: 9063-38-1. Як мінеральну добавку в композицію вводили глину монтморилонітового типу виробництва компанії «Дашбент», Дашуківське родовище Черкаської обл. з другого продуктивного шару марки М-5, яка представляє собою шаруватий силікат із загальною формулою $(Ca,Na)(Al,Mg,Fe)_2(OH)_2[(Si,Al)_4O_{10}] \cdot nH_2O$. Хімічний склад мінералу: SiO_2 – 51,9%, Al_2O_3 – 17,10%, Fe_2O_3 – 7,92%, MgO – 1,18%, Na_2O , K_2O і CaO до 2% і H_2O – 8,78%.

Для створення основи композиції готували 10% розчин ПВС і 5% розчин КМК та змішували у співвідношенні 1:1. Додавали порошок глини, попередньо оброблений 0,025% розчином ПВС у співвідношенні 1:6 з метою одержання змоченого мінерального наповнювача. В результаті отримано 10 зразків з наступним об'ємним співвідношенням ПВС/КМК:глина 10:0; 9:1; 8:2; 7:3; 6:4; 5:5; 4:6; 3:7; 2:8; 1:9; 0:10. Гідрогелі отримували методом кріоструктурування протягом 24 годин при температурі $-15^\circ C$ з наступним поступовим розморожуванням при кімнатній температурі [10].

Вміст вологи у початкових зразках гібридних гідрогелів визначали на аналізаторі вологості MA-50 R Radwag при температурі висихання $70^\circ C$.

Сорбційні властивості гідрогелевих матеріалів оцінювали за зміною водопоглинання X (%) за розрахунковою формулою:

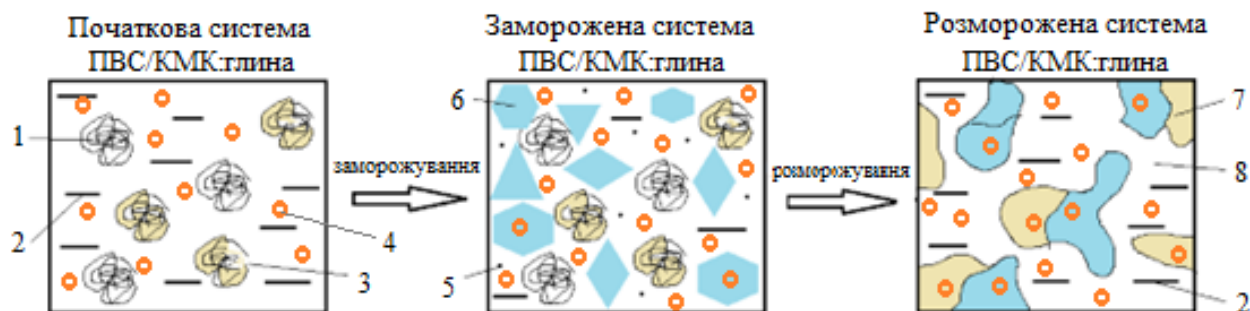
$$X = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \cdot 100 \%,$$

де m_2 – маса зразка в певний момент часу перебування у воді, г;

m_1 – маса сухого зразка, г.

Результати дослідження. В роботі було досліджено вплив кількості глини як наповнювача, для створення гібридних гідрогелів. Утворення гібридних гідрогелів на основі ПВС/КМК:глина відбувається кріоструктуруванням, при заморожуванні кристалізується КМК,

а при розморожуванні – ПВС (рис. 1). Встановлено, що композиції з вмістом глиняної компоненти вище 8 об'ємних частин не утворюють стійкої структури гідрогелевого матеріалу, тобто недостатня кількість структуруючої полімерної матриці та частинки порошкового наповнювача, перешкоджають утворенню гідрогелевого матеріалу. Такі зразки легко руйнувалися навіть при незначних навантаженнях, тому їх сорбційні властивості не досліджувалися. Зразки з наповненням глиною до 8 об'ємних частин включно мали достатню міцність.



Примітка: 1 – глобули молекул ПВС; 2 – розчинник (вода); 3 – молекули КМК; 4 – частинки глини монтморилонітового типу; 5 – незамерзла рідка мікрофаза; 6 – полікристали замерзлого розчинника; 7 – полімерна сітка гідрогелю на основі ПВС та КМК; 8 – макропори.

Рис. 1. Загальна схема гелеутворення композицій ПВС/КМК:глина в кріоумовах

В роботі було досліджено сорбційні властивості гідрогелів, отриманих на основі композиції ПВС/КМК у співвідношенні 1/1 з додаванням попередньо обробленої глини. На рис. 2 наведено криві сорбції гібридних гідрогелів. Характер кривої сорбції гідрогелю ПВС/КМК свідчить, що цей матеріал має просторово зшиту структуру з обмеженим набуханням. Тобто під час перебування у дистильованій воді відсоток вологості збільшується з 1150 до 1463%, тобто у 0,8 разів. При додаванні глини монтморилонітового типу М-5 відбувається повна зміна характеру кривих сорбції. Вже з перших хвилин перебування зразків у воді їх маса знижується, спостерігається візуальне зменшення об'єму, вологість при цьому знижується в середньому у 2,3 рази. Тобто спостерігається колапс гідрогелів, або витіснення води.

Рівноважне значення вологості встановлюється через 72 годин для всіх зразків, наповнених глиною, незалежно від її вмісту. Встановлено, що найменше значення втрати вологи 270% характерне для зразків, які містять 1 об'ємну частину глини. Максимальна втрата вологи 480% спостерігається для зразків, які містять 5 об'ємних частин глини. При подальшому збільшенні вмісту глини в гідрогелевих матеріалах відсоток сорбції після колапсу знижується та становить 730–668%.

На рис. 3 наведена залежність вологості зразків гібридних гідрогелів на основі полівінілового спирту та карбоксиметильованого крохмалю від вмісту глини на початку дослідження та після перебування у воді 72 години.

Із збільшенням кількості глини в гідрогелях вологість матеріалів знижується з 1150 до 670%. Для зразків, які містять від 1 об'ємної частини глини вологість зменшується на 27% після перебування у воді 72 години. При наповненні глиною від 2 до 8 об'ємних частин втрата вологи становить 50–65% від вологості початкового зразка. Максимальна втрата спостерігається для зразків із вмістом глини 5 об'ємних частин.

Тобто для гідрогелевих матеріалів на основі ПВС/КМК з додаванням 1 об'ємної частини глини спостерігається найменша втрата вологи під час колапсу системи. Подальше збільшення вмісту глини призводить до зменшення кількості вологи у гідрогелевих матеріалах, що є недоцільним з точки зору експлуатації гідрофільних систем.

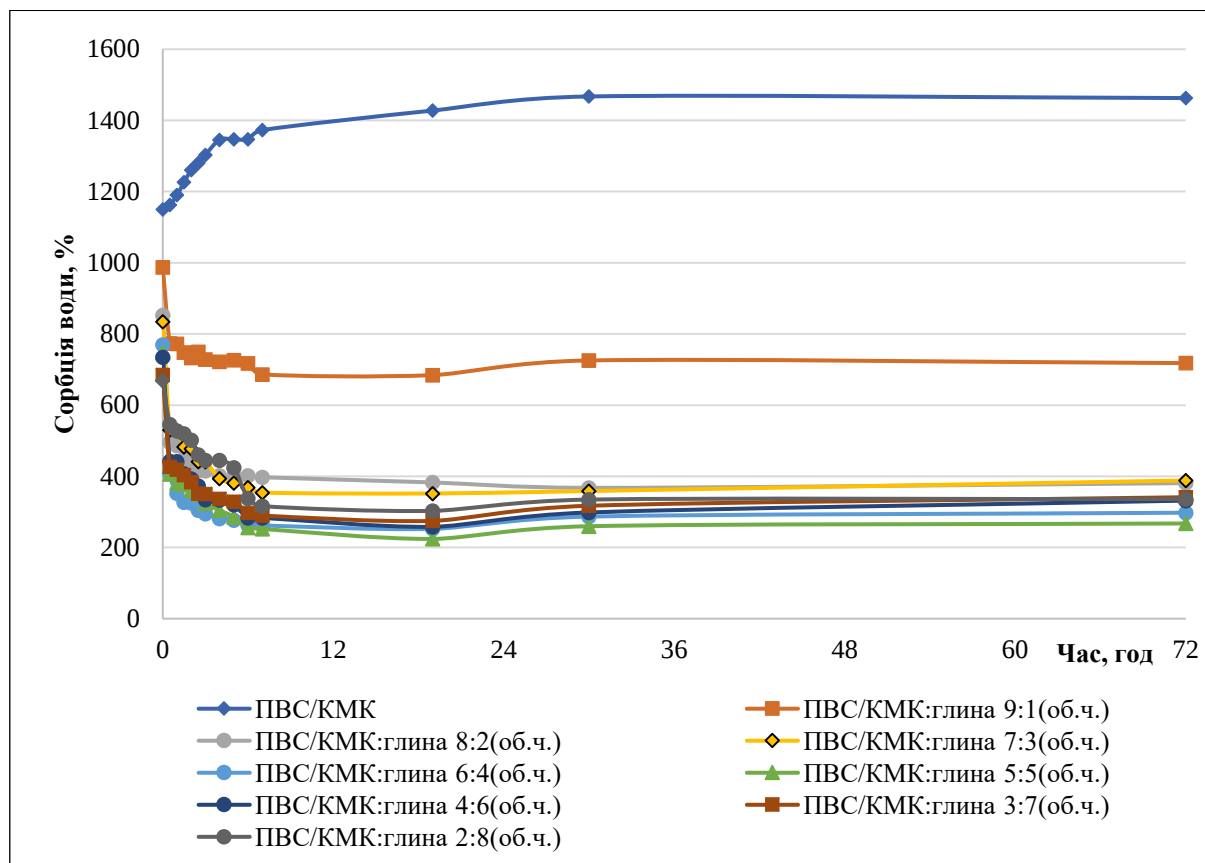


Рис. 2. Сорбція води для зразків гібридних гідрогелів на основі ПВС/КМК у співвідношенні 1:1 з додаванням глини

З огляду на практичне застосування гідрогелевої матриці, спосіб зберігання гідрогелів має забезпечити вологе середовище. В зв'язку з тим, що гідрогелеві матеріали мають утримуватися на певній ділянці шкіри людини, слід враховувати властивість гідрогелю висихати на відкритому повітрі, що обумовлюється здатністю до десорбції. Для чого в роботі фіксували зміну маси зразків у часі, залишивши їх на відкритому повітрі.

На рис. 4 наведено залежність десорбції води від часу висихання зразків гідрогелей на основі ПВС/КМК у співвідношенні 1:1 з додаванням глини. Найбільше значення початкової вологості характерне для зразків ПВС/КМК, які не містять глиняний наповнювач, а десорбція перші 6 годин відбувається швидко, після чого швидкість втрати води вирівнюється і встановлюється в межах 0,03 г/год.

Для зразків, які містять глинистий наповнювач від 1 до 9 об'ємних частин, характерне зменшення кута нахилу кривих десорбції, що свідчить про уповільнення процесу висихання гібридних гідрогелевих матеріалів. Причому збільшення вмісту глини призводить до зменшення періоду швидкої десорбції з 6 до 3 годин. Для зразка на основі лише глини, обробленої 0,025% розчином ПВС, період швидкої десорбції складає 2 години.

Через 72 години всі зразки не залежно від вмісту глини втрачають вологу до мінімального значення, при чому швидкість висихання тим вища, чим більший вміст глини. Було проведено розрахунок середньої швидкості десорбції для композицій гідрогелів ПВС/КМК у співвідношенні 1/1, які містять різну кількість об'ємних частин глини (рис. 5).

Найбільшу швидкість втрати води мають зразки гідрогелів на основі ПВС/КМК у співвідношенні 1:1 та становить 15%/год. При вмісті 1 об'ємної частини монтморилонітової глини висихання гідрогелевого матеріалу уповільнюється і досягає 13%/год. Подальше

збільшення глини в композиції несуттєво впливає на швидкість висихання гідрогелевих матеріалів і в середньому становить 9,8%/год

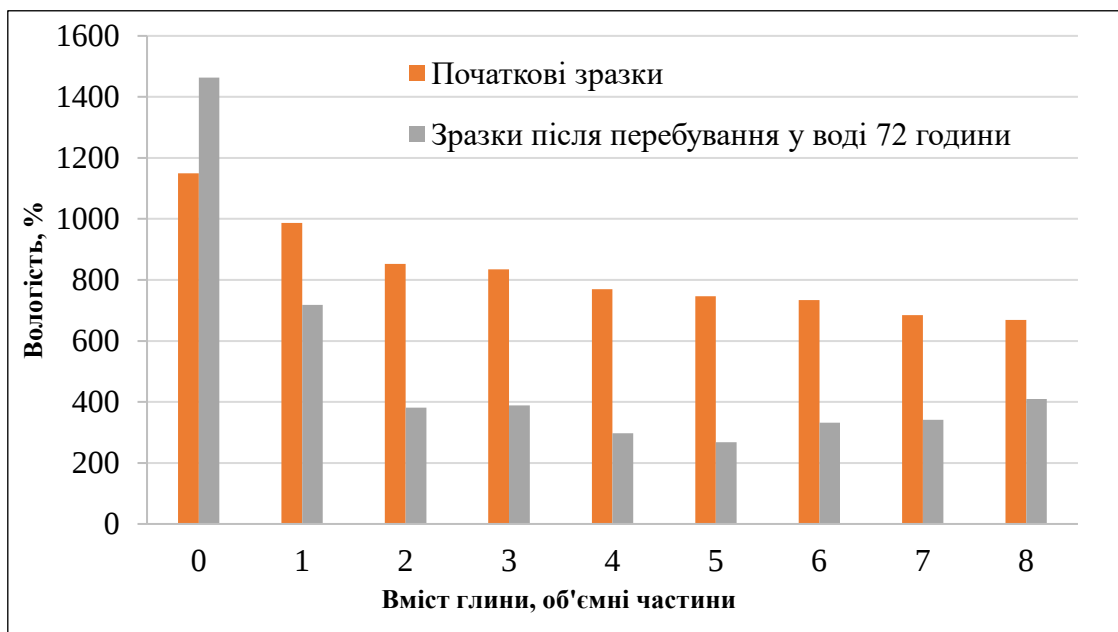


Рис. 3. Вологість зразків гібридних гідрогелів на основі полівінілового спирту та карбоксиметильованого крохмалю в залежності від вмісту глини

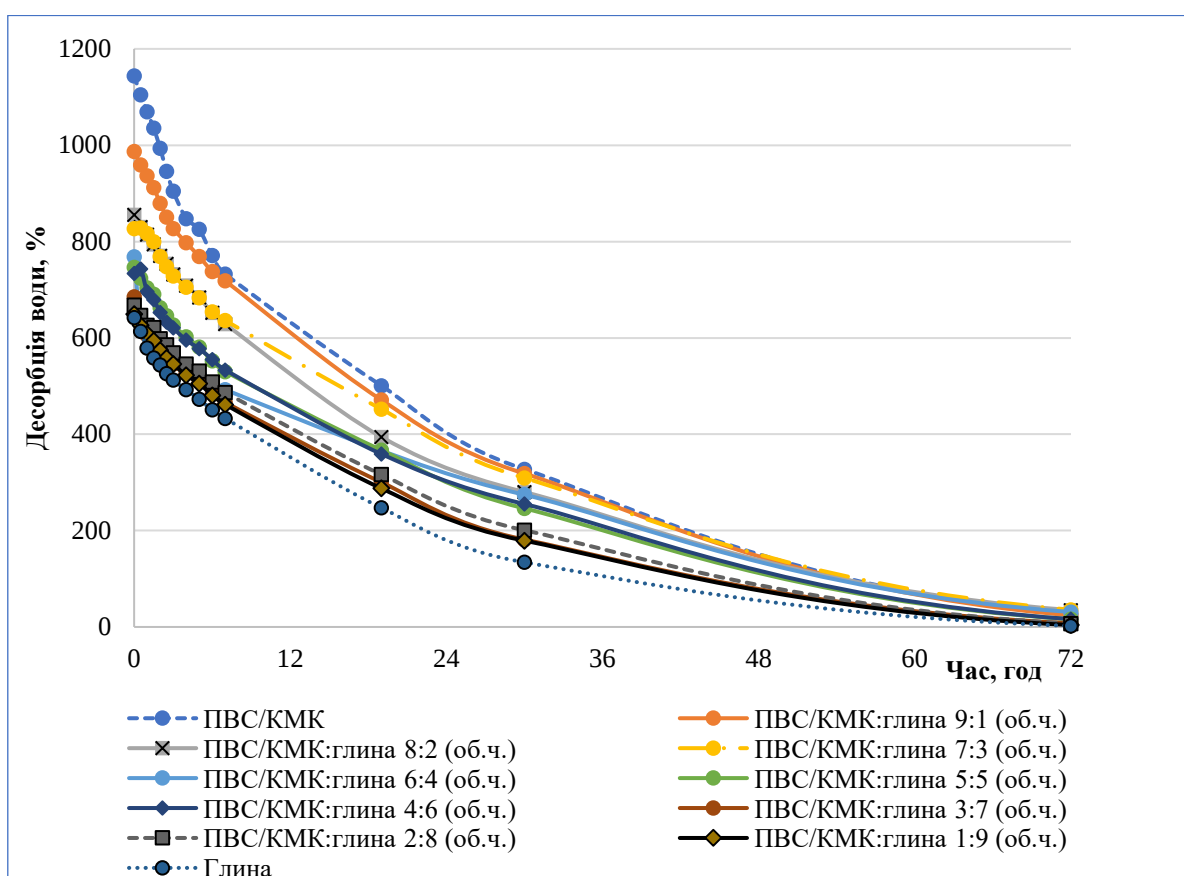


Рис. 4. Залежність десорбції води від часу висихання зразків гідрогелів на основі полівінілового спирту та карбоксиметильованого крохмалю у співвідношенні 1:1 з додаванням глини

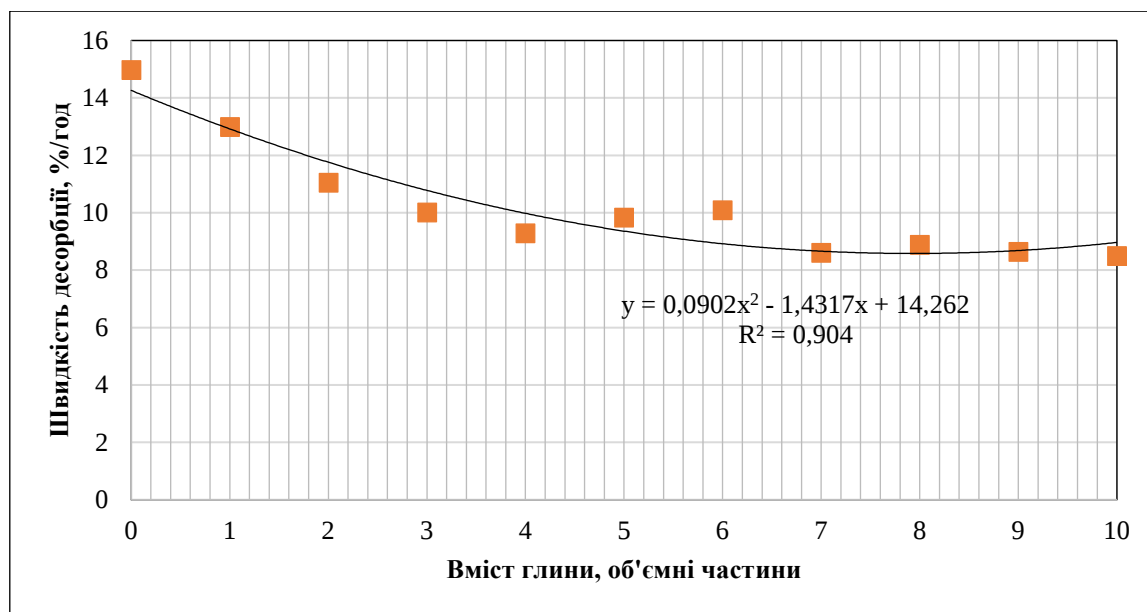


Рис. 5. Кінетика десорбції зразків гідрогелів на основі ПВС/КМК у співвідношенні 1:1 від вмісту глини

Залежність швидкості десорбції від вмісту глини відповідає емпіричному рівнянню $y = 0,0902x^2 - 1,4317x + 14,262$, $R^2 = 0,904$. Тобто збільшення вмісту глини в гібридних гідрогелях на основі ПВС/КМК уповільнює десорбцію. Для всіх зразків був досліджений початковий вміст вологи, який становив в середньому 89%. Тобто на швидкість висихання має вплив лише вміст глини. Максимальна швидкість десорбції гідрогелевих матеріалів спостерігається протягом перших 5–7 годин експерименту для всіх зразків, і становить в середньому 60%/год для зразка, який не містить глину, та 30%/год для зразків, що містять монтморилонітову глину. Отже, додавання глини монтморилонітового типу уповільнює процес десорбції гідрогелів на основі ПВС/КМК.

Висновки. В роботі доведено можливість отримання методом кріоструктурування гібридних гідрогелів на основі суміші полімерів ПВС:КМК у співвідношенні 1:1 з додаванням глини монтморилонітового типу (М-5).

Встановлено, що на характер кривих сорбції має принциповий вплив введення глини, а саме відбувається колапс глинонаповнених гідрогелевих систем з досягненням протягом 72 годин рівноважного значення сорбції. Для зразків, які містять 1 об'ємну частину глини, сорбція знижується на 270% і становить в рівноважному стані 720%. Максимальне зниження сорбції на 480% спостерігається для зразків, які містять 5 об'ємних частин глини, і становить в рівноважному стані 300%. При дослідженні десорбції гібридних гідрогелевих матеріалів було встановлено, що додавання глини монтморилонітового типу уповільнює процес десорбції гідрогелів на основі ПВС/КМК.

Таким чином, полімерні композиції на основі ПВС 16/1 з карбоксиметильованим крохмалем у співвідношенні 1:1 з додаванням глини монтморилонітового типу у кількості 1–2 об'ємні частини можна рекомендувати для одержання кріогідрогелів з підвищеними сорбційними властивостями та уповільненою швидкістю висихання.

References

Література

- Sivoli, L., Perez, E., Caraballo, D., Rodriguez, J. P., Rodriguez, D., Moret, J., Sojo, F., Arvelo, F., Tapia, M., Colina, M. J. (2013). Cytocompatibility of a
- Sivoli L., Perez E., Caraballo D., Rodriguez J. P., Rodriguez D., Moret J., Sojo F., Arvelo F., Tapia M., Colina M. J. Cytocompatibility of a matrix of

- matrix of methylated cassava starch and chitosan. *Cellular Plastics*, 49: 507–520. <https://doi.org/10.1177/0021955X13503843>.
2. Vasile, C. (2020). New developments in medical applications of hybrid hydrogels containing natural polymers. *Molecules*, 25.7: 1539. <https://doi.org/10.3390/molecules25071539>.
3. Rezanejad Gatabi Zahra, Niloofar Heshmati, Mehri Mirhoseini, Maedeh Dabbaghianamiri (2022). The Application of Clay-Based Nanocomposite Hydrogels in Wound Healing. *Arabian Journal for Science and Engineering*, P. 1–14. <https://doi.org/10.1007/s13369-022-06959-3>.
4. Aydinoglu, D., Karaca, N., Ceylan, Ö. (2021). Natural carrageenan/psyllium composite hydrogels embedded montmorillonite and investigation of their use in agricultural water management. *Journal of Polymers and the Environment*, 29: 785–798. <https://doi.org/10.1007/s10924-020-01914-5>.
5. Kokabi, M., Sirousazar, M., Hassan, Z. M. (2007). PVA–clay nanocomposite hydrogels for wound dressing. *European polymer journal*, 43.3: 773–781. <http://dx.doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2006.11.030>.
6. Peiying, M. A., Zhou, W., Yibei, J., Zongwang, H., Lu, X., Jinlong, J., Fulai, Yu., Hui, X., Yi, Z. (2022). Clay-based nanocomposite hydrogels with microstructures and sustained ozone release for antibacterial activity. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 641: 128497. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2022.128497>.
7. Yiming, Z., Jiuyu, C., Xiaoyong, Q., Yonggan, Y., Zekai, Z., Kezhong, F., Yu, Y., Xiaolai, Z., Jun, H. (2022). Manufacturing and post-engineering strategies of hydrogel actuators and sensors: From materials to interfaces. *Advances in Colloid and Interface Science*, 2022: 102749. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2022.102749>.
8. Budash, Y., Plavan, V., Tarasenko, N., Ishchenko, O., Koliada, M. (2023). Effect of Acid Modification on Porous Structure and Adsorption Properties of Different Type Ukrainian Clays for Water Purification Technologies. *Journal of Ecological Engineering*, 24(5): 210–221. [doi:10.12911/22998993/161691](https://doi.org/10.12911/22998993/161691).
9. Eslahi, N., Abdorahim, M., Simchi, A. (2016). Smart polymeric hydrogels for cartilage tissue engineering: a review on the chemistry and biological functions. *Biomacromolecules*, 17.11: 3441–3463. <https://doi.org/10.1021/acs.biomac.6b01235>.
10. Meirelles, L. M., Nervo, R. F. (2017). Clay and polymer-based composites applied to drug release: A scientific and technological prospection. *Journal of*
- methylated cassava starch and chitosan. *Cellular Plastics*. 2013. 49. P. 507–520. <https://doi.org/10.1177/0021955X13503843>.
2. Vasile C. New developments in medical applications of hybrid hydrogels containing natural polymers. *Molecules*. 2020. 25.7. P. 1539. <https://doi.org/10.3390/molecules25071539>.
3. Rezanejad Gatabi Zahra, Niloofar Heshmati, Mehri Mirhoseini, Maedeh Dabbaghianamiri. The Application of Clay-Based Nanocomposite Hydrogels in Wound Healing. *Arabian Journal for Science and Engineering*. 2022. P. 1–14. <https://doi.org/10.1007/s13369-022-06959-3>.
4. Aydinoglu D., Karaca N., Ceylan Ö. Natural carrageenan/psyllium composite hydrogels embedded montmorillonite and investigation of their use in agricultural water management. *Journal of Polymers and the Environment*. 2021. 29. P. 785–798. <https://doi.org/10.1007/s10924-020-01914-5>.
5. Kokabi M., Sirousazar M., Hassan Z. M. PVA–clay nanocomposite hydrogels for wound dressing. *European polymer journal*. 2007. 43.3. P. 773–781. <http://dx.doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2006.11.030>.
6. Peiying M. A., Zhou W., Yibei J., Zongwang H., Lu X., Jinlong J., Fulai Yu., Hui X., Yi Z. Clay-based nanocomposite hydrogels with microstructures and sustained ozone release for antibacterial activity. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 2022. 641. 128497. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2022.128497>.
7. Yiming Z., Jiuyu C., Xiaoyong Q., Yonggan Y., Zekai Z., Kezhong F., Yu Y., Xiaolai Z., Jun H. Manufacturing and post-engineering strategies of hydrogel actuators and sensors: From materials to interfaces. *Advances in Colloid and Interface Science*. 2022. 102749. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2022.102749>.
8. Budash Y., Plavan V., Tarasenko N., Ishchenko O., Koliada M. Effect of Acid Modification on Porous Structure and Adsorption Properties of Different Type Ukrainian Clays for Water Purification Technologies. *Journal of Ecological Engineering*. 2023. 24(5). P. 210–221. [doi:10.12911/22998993/161691](https://doi.org/10.12911/22998993/161691).
9. Eslahi N., Abdorahim M., Simchi A. Smart polymeric hydrogels for cartilage tissue engineering: a review on the chemistry and biological functions. *Biomacromolecules*. 2016. 17.11. P. 3441–3463. <https://doi.org/10.1021/acs.biomac.6b01235>.
10. Meirelles L. M., Nervo R. F. Clay and polymer-based composites applied to drug release: A scientific and technological prospection. *Journal of Pharmacy*

Pharmacy & Pharmaceutical Sciences, 20: 115–134. <https://doi.org/10.18433/J3R617> | & Pharmaceutical Sciences. 2017. 20. P. 115–134. <https://doi.org/10.18433/J3R617>.

LIASHOK IRYNA

PhD, Associate Professor,
Department of Chemical Technologies and
Resource Saving, Kyiv National University of
Technologies and Design, Ukraine
<https://orcid.org/0000-0001-9171-1075>
SCOPUS Author ID: 6508201621
Researcher ID: rid47052
E-mail: lyashok.io@kntd.com.ua

ANASTASIA GODUNKO

Student Department of Chemical Technologies and
Resource Saving, Kyiv National University of
Technologies and Design, Ukraine
E-mail: godunkoan225@gmail.com

PLAVAN VIKTORIIA

Doctor of Technical Sciences, Professor,
Head of Department of Chemical Technologies and Resource Saving, Kyiv National
University of Technologies and Design, Ukraine
<https://orcid.org/0000-0001-9559-8962>
Scopus Author ID: 6603130130
Researcher ID: I-5852-2015
E-mail: plavan.vp@kntd.edu.ua

ISHCHENKO OLENA

Doctor of Technical Sciences, Associate Professor,
Department of Chemical Technologies and Resource
Saving, Kyiv National University of
Technologies and Design, Ukraine
<https://orcid.org/0000-0002-9510-6005>
SCOPUS Author ID: 57200013816
Researcher ID: GYV-0809-2022
E-mail: ishhenko.ov@kntd.com.ua

SHVETS VYACHESLAV

Postgraduate Student Department of Chemical
Technologies and Resource Saving, Kyiv National
University of Technologies and Design, Ukraine
E-mail: svecv2528@gmail.com

LIASHOK I. O., PLAVAN V. P., ISHCHENKO O. V., GODUNKO A. A., SHVETS V. V.

Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine

**PROPERTIES OF HYBRID HYDROGELS WITH THE ADDITION
OF MODIFIED STARCH AND MONTMORILLONITE-TYPE CLAY**

Purpose. The aim of the scientific work is to develop the technology for obtaining hybrid hydrogel materials based on the polymer composition of polyvinyl alcohol with the addition of modified starch and montmorillonite-type clay and to study their sorption properties.

Methodology. A mixture of 10% solution of polyvinyl alcohol (PVA) and 5% solution of carboxymethylated starch (CMS) in a ratio of 1:1 was used to create the basis of hybrid hydrogel materials. As a filler for hydrogels, montmorillonite-type clay was used in the form of powder in the amount of 1 to 10 parts by volume. Hybrid hydrogels were obtained by single freezing for 24 hours at a temperature of -15 °C, as a result of which cryostructuring took place. The moisture content of the hydrogel materials was determined on a MA-50 R Radwag moisture analyzer at a temperature of 70 °C. To assess the effect of the amount of montmorillonite-type clay in the PVA/CMS composition on the properties of hybrid hydrogel materials, the sorption characteristics of the compositions were studied by the gravimetric method.

Findings. The technology for obtaining hybrid hydrogel materials by the cryostructuring method has been developed. As a result of the analysis of the sorption properties of hybrid hydrogel materials, it was established that the introduction of montmorillonite-type clay leads to a complete change in the nature of the sorption curves. Collapse of hydrogel systems is observed, and sorption drops from 1000% to 250%, reaching an equilibrium value within 72 hours. At the content of 1 volume part of clay, sorption decreases by 270% and

is 720% in the equilibrium state. The maximum decrease in sorption by 480% is observed for samples that contain 5 volume parts of clay and is 300% in the equilibrium state.

When studying the desorption of hybrid hydrogel materials, it was established that the addition of montmorillonite-type clay slows down the desorption process of hydrogels based on PVA/CMS. It was found that polymer compositions based on PVA with carboxymethylated starch in a ratio of 1:1 with the addition of clay in the amount of 1–2 parts by volume can be recommended for obtaining cryohydrogels with increased sorption properties and slower drying speed.

Originality consists in determining the effect of adding montmorillonite-type clay to a composition based on PVA with CMS for obtaining hydrogels by the cryostructuring method. It was established that the addition of clay leads to the collapse of hybrid hydrogel materials under the influence of water, and to the slowing down of the desorption properties of hybrid hydrogels.

Practical value. The technology for obtaining hybrid hydrogel materials based on a mixture of polyvinyl alcohol and carboxymethylated starch with the addition of montmorillonite-type clay by the cryostructuring method was developed, and the possibility of adjusting the sorption properties of hydrogels by introducing clay was determined.

Keywords: hybrid hydrogels; montmorillonite-type clay; polyvinyl alcohol; carboxymethylated starch; sorption; desorption.

<https://doi.org/10.30857/2786-5371.2023.3.6>

УДК 667.6

MYRONYUK O. V., BAKLAN D. V., LI C.
Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute, Ukraine

WATER REPELLENT THIN FILM POLYMER COMPOSITES WITH RED MUD PARTICLES AS TEXTURE FORMING AGENTS

Purpose. To confirm the possibility of manufacturing thin-layer water-repellent coatings based on red mud particles.

Methodology. In this work, red mud was used to create a microtexture. The decontamination process was carried out at a temperature of 950 °C to lower the pH. Stearic acid, methyltriethoxysilane, and octyltriethoxysilane were used as hydrophobic agents. Styrene-butyl-acrylate polymer was used as a polymeric binder. A laser particle analyzer was used to obtain particle size data. An optical microscope and a digital camera were used to take photographs of the sample surface. Infrared spectroscopy was used to confirm the modification of the red mud using KBr pellets as an inert carrier. The water contact angles were measured by the sessile drop method using a goniometer and a digital camera. The determination of contact angles for hydrophilic materials was performed by the Washburn thin-walled capillary impregnation method.

Findings. The paper considers one of the options for utilizing red mud to obtain a micro-sized base for water-repellent coatings. It is shown that the largest water contact angle is 143° and is achieved by using stearic acid as a modifier in thin-film composites depleted of binder. It has been established that red mud can be considered as a suitable basis for obtaining hierarchical systems with the prospect of achieving a hydrophobic state along with conventional dispersed fillers.

Originality. It is shown for the first time that coatings with high water-repellent properties can be obtained on the basis of red mud particles.

Practical value. The method of treatment of aluminum production waste - red mud, which consists in sintering, dispersing and hydrophobization, and the corresponding composition of the organic-mineral coating based on prepared particles, which has a uniform water-repellent surface, have been developed.

Keywords: hydrophobicity; contact angle; water-repellent coatings; organic-mineral composite; red mud.

Introduction. Water-repellent surfaces that use the stable Cassie state due to the special structure and chemical composition are quite common in nature [1, 2]. The study of the behavior of lotus leaf surfaces gave impetus to the development of the field of research on hydrophobic surfaces, which led to the creation of theoretical criteria for the most effective water-repellent structures depending on geometry [3, 4]. A large number of works are also devoted to the creation of such structures by various methods, from laser and electrochemical etching to the deposition of organo-mineral coatings [5–7]. At this stage, the technology of water-repellent coatings is in a state of development and is quite far from large-scale implementation due to a number of limitations, including scaling difficulties, high cost of obtaining such structures and their rather low stability under atmospheric conditions [8]. The scaling problem can be solved using existing industrial practices for applying organo-mineral coatings, and the cost problem for large-scale hydrophobic surfaces can be solved by using waste particles such as red mud as components of dispersed particles [9, 10]. An obstacle to this solution is the rather high chemical activity of this waste and the presence of water-soluble components, which, however, can be overcome in a number of ways – inactivation with acid gases or the same waste, the hydrothermal method [11], and as well as high temperature annealing. The latter method, as shown in [12], makes it possible to incorporate recycled waste into the composition of building materials, since the resulting particles turn out to be quite chemically inert.

Task statement. The literature review has uncovered the growing need of the red mud valorization ways and revealed the possibility to use its particles as texture forming elements of water-repellent thin film polymer based coatings. To show the acceptability of such surfaces obtaining there

is a need for the technique of the waste material treatment including the binding of soluble media and the following hydrophobization.

Purpose. The aim of our work is to demonstrate the possibility of manufacturing thin-layer water-repellent coatings based on red mud particles.

Materials and methods of the research. In the work, red mud was used, which was obtained from PJSC "Zaporozhye aluminum plant" as an industrial waste generated during the processing of bauxite ore.

The deactivation process was carried out in a muffle furnace at a temperature of 950 °C for reducing pH. Crushing was carried out in a mortar for 20 minutes. Next, the red mud was sieved through a sieve with a pore diameter of 63 microns.

Hydrophobization of red mud was carried out with the following modifiers: stearic acid, Methyltriethoxysilane (MTES), Octyltriethoxysilane (OCTEO). MTES and OCTEO are possible options for replacing fluorine-containing water repellents to improve environmental friendliness [13]. For modification, red mud samples were immersed in an isopropyl MTES/OCTEO solution (1 wt. %) for 30 min at a temperature of 20–25 °C, and then the material was dried in an oven at 130 °C for 1 hour [14]. Modification with stearic acid was carried out in 3 wt. % solution in isopropyl alcohol, after 60 minutes of exposure, the red mud was washed and dried in an oven at a temperature of 60 °C [15].

To create the compositions, a styrene-acrylate binder (NeoCryl B-880, DSM coating resins) was used, which was dissolved in xylene before being introduced into the filler.

A FRITSCH Analysette 22 laser particle analyzer was used to obtain particle size data. An optical microscope and a digital camera (Delta Optical HCDE-50) were used to obtain photographs of the surface of the samples. To confirm the red mud modification, IR spectroscopy (Specord IR 75, in the wavenumber range from 400 to 4000 cm⁻¹) was used using KBr tablets as an inert carrier. The contact angles were measured by the sessile drop method, using a digital goniometer, using a digital camera (Delta Optical HCDE-50, China) and the corresponding software (ScopeTek View). For statistical processing, a minimum of 5 measurements were made for each sample. To determine the contact angles, the technique described in [16] was applied, which is based on the Washburn thin-walled capillary impregnation technique. Wetting time was recorded using a digital video camera with an accuracy of 0.16 s. The number of time measurements for each solvent was 5 times.

Результати дослідження. It has been established that the pH of the water extract of the initial red mud is 11–12 close to reported in [17, 18], while that of the annealed mud is reduced to 7, which can be explained by the binding of low-temperature alkaline sodium salts to the corresponding oxide (Table 1) in the composition of amorphous ceramics. The presence of a set of oxides of alkali and alkaline earth metals, however, causes the expected high polarity of the surface of the annealed material [19].

Table 1

Chemical composition of red mud

Content, %							
SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	Na ₂ O	Residue
7,2	16,7	50,6	5,6	6,1	0,3	2,2	11,3

The size and shape of dispersed particles are important parameters that determine the geometric configuration of the surface texture. Particles of the original red mud have a fairly wide particle size distribution in the range from 20 to 300 μm with a predominance of the 100–160 μm fraction (Fig. 1a). The annealed material has a non-Gaussian particle size distribution in the range from 0.2 to 20 μm with a predominance of the 5–10 μm fraction (Fig. 1b). The presence of a submicron fraction in this case is an advantage, since in the future it is a resource for obtaining the lower level of the hierarchical structure [20].

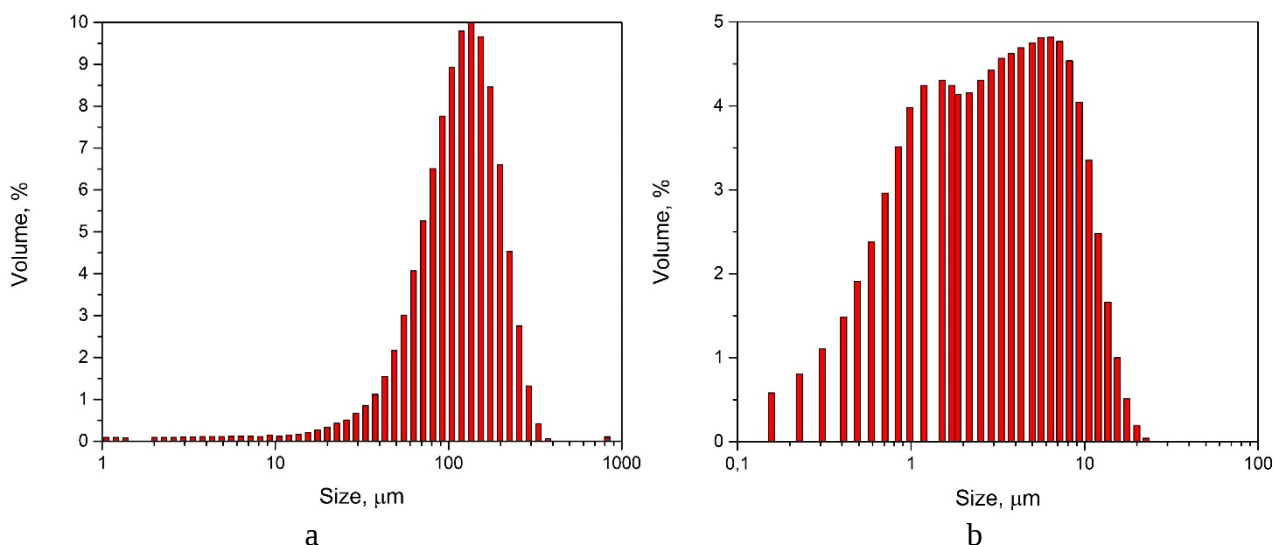


Fig. 1. Particle size histogram of untreated (a) and after 950 °C (b) red mud

The presence of two different fractions in the annealed material can be clearly seen in the photographs (Fig. 2). It is obvious that the degree of particle aggregation in the starting material is higher and it can be assumed that the fine fraction in its composition is bound due to hygroscopic moisture. In general, both materials have a similar structure of particles of a relatively large fraction – aggregates with a size of tens of microns, composed of chips. This allows us to conclude that, during annealing at 950 °C, the structure of primary particles changes insignificantly, and further grinding and sifting makes it possible to separate a fine submicron fraction.

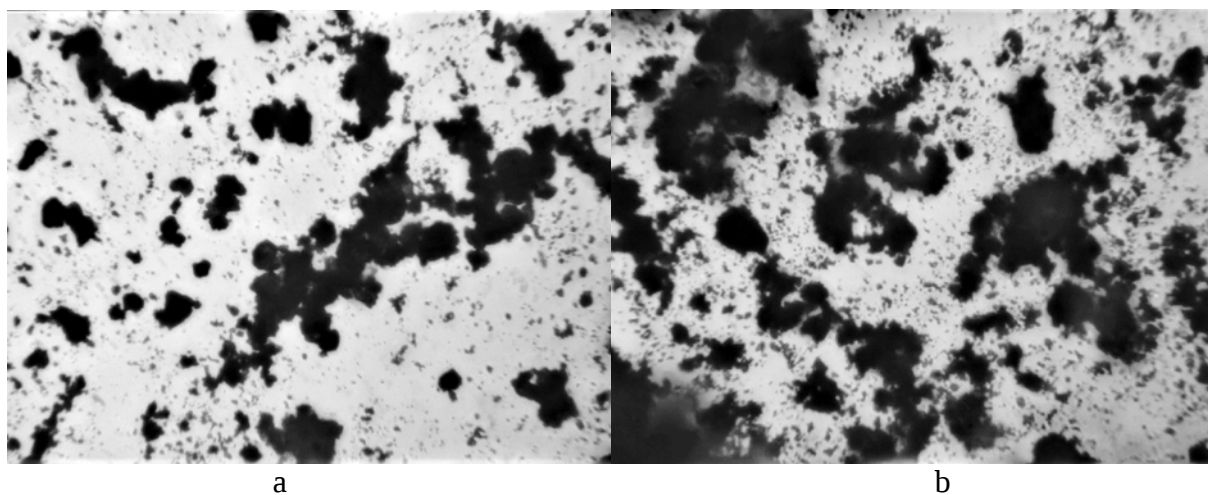


Fig. 2. Optical microscopy photo of untreated (a) and after 950 °C (b) red mud

In addition to the structural features of the surface textures of water-repellent coatings, the determining factor for the stability of the Cassie state is the intrinsic contact angle of the surface, which follows from the corresponding equation (1):

$$\cos \theta_{app} = f_1 \cos \theta_1 + f_2 \cos \theta_2, \quad (1)$$

$\cos \theta_{app}$ – contact angle of a two-phase heterogeneous surface;

f_1 and $\cos \theta_1$ – the proportion of the surface and the contact angle of the first phase;

f_2 and $\cos \theta_2$ – surface fraction and contact angle of the second phase.

For textured surfaces, it is assumed that the second phase is air, therefore $\cos\theta_2 = (-1)$. Factors of surface fractions in contact with particles (f_1) and (f_2) are determined mainly by its configuration and typically range from 0 to 1, however, as shown in [21] $f_1 + f_2 \neq 1$ at least for surfaces with complex geometry. Therefore, the value of the intrinsic contact angle of the particle surface $\cos\theta_1$ proportional to the cosine of the contact angle of the two-phase surface $\cos\theta_{app}$.

The contact angle of the surface of particles of the initial red mud with water is $53 \pm 3^\circ$, and after annealing at 950°C it increases to $55 \pm 3^\circ$. The difference between the values is within the measurement error, which indicates the proximity of the polar components of their surface. This result is not surprising, since ceramic materials consisting of metal oxides are characterized by the presence of pronounced acidic and basic components of surface interactions [22]. Materials were treated with stearic acid, OCTEO and MTES to reduce polarity.

In the infrared spectrum (Fig. 3. a) of untreated red mud, there is a peak at 3470 cm^{-1} , which corresponds to $-\text{OH}$ groups, which are absent in materials after thermal treatment, which can be explained by a decrease in the proportion of hygroscopically bound water due to the binding of soluble salts during annealing [23]. On Fig. 3. c peaks at 2903 cm^{-1} and 2836 cm^{-1} indicate the presence of symmetric and asymmetric C–H vibrations, which are evidence of the presence of a large amount of stearic acid on the surface of the red mud [24]. All IR spectra of the original, after treatment, and modified red mud at $530\text{--}570\text{ cm}^{-1}$ contain peaks of high intensity, which corresponds to the Si–O–Si bond [25]. The infrared spectra of the red mud treated with OCTEO and MTES do not differ significantly from the unmodified red mud after heat treatment, which indicates a low amount of adsorbed silane modifiers.

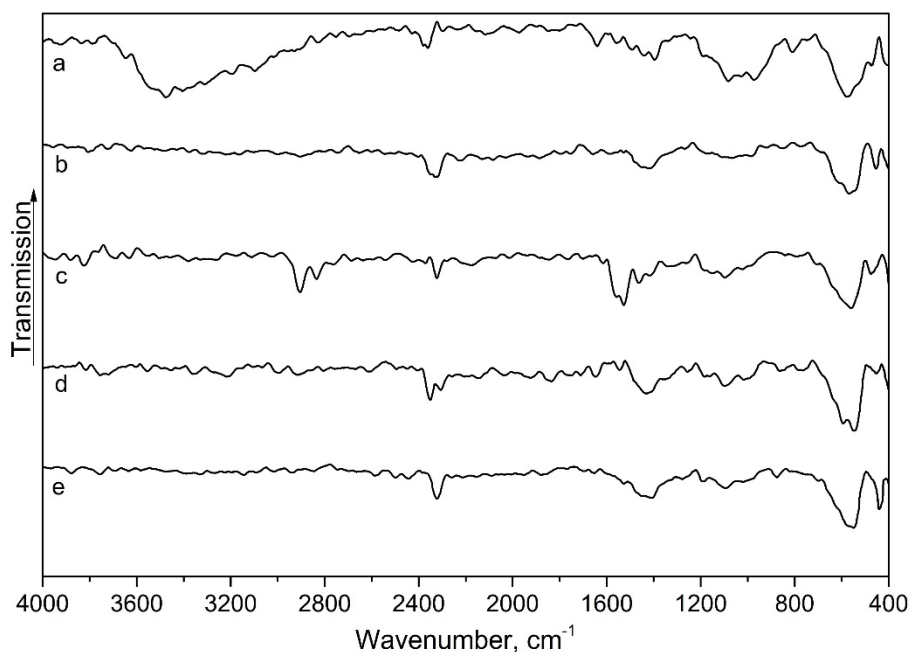


Fig. 3. FTIR spectra of pristine (a), annealed at 950°C (b), stearic acid modified (c), MTES modified (d) and OCTEO modified (e) red mud

It has been established that all water repellents used are effective and allow reaching the contact angle values of initially hydrophilic red mud particles above 90° (Fig. 4). It is interesting that the largest values of the contact angle – up to 136° are achieved when the red mud is modified with stearic acid, which can be explained by the large amount of the layer of this water repellent compared to silane ones. However, the water repellent OCTEO approaches it in terms of its effectiveness. It is

on his example that one can clearly see the difference in the efficiency of hydrophobization of annealed and unannealed red mud.

In order to form textured surfaces, a number of compositions were obtained, in which the content of the film-forming agent that binds the particles on the surface varied. It should be clarified that the intrinsic contact angle of the styrene-acrylic polymer is 85° , that is, it is quite close to the hydrophobic state.

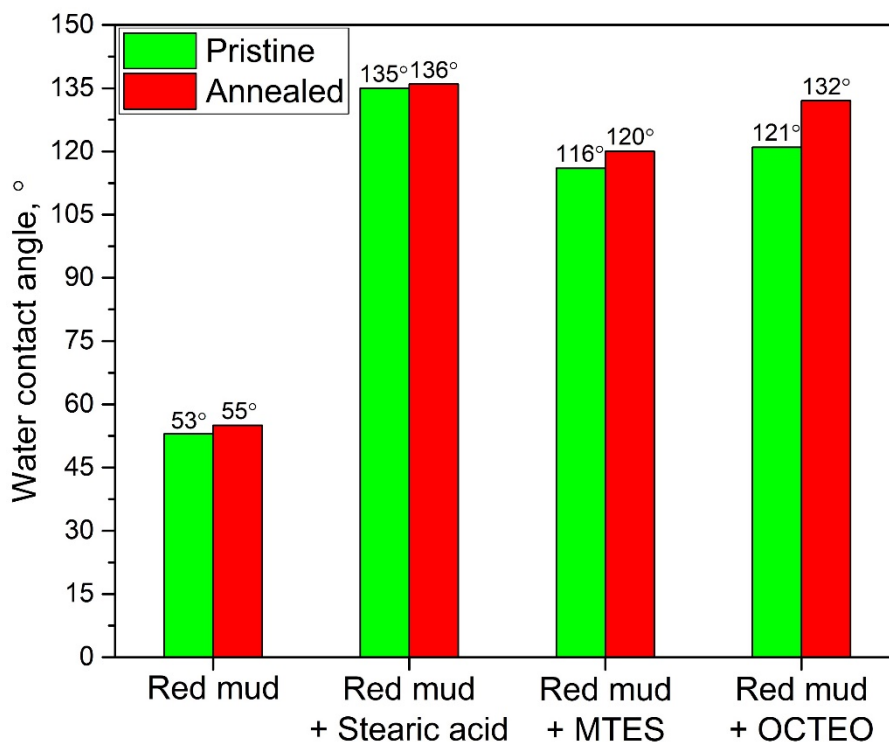


Fig. 4. Dependence of water contact angles by treatment of red mud

The surface of the coatings obtained by the squeegee method based on red mud and polymer is characterized by heterogeneity – areas with different wetting properties, some of which are depleted in the film former, while others, on the contrary, are enriched (Fig. 5). Also, this figure provides photos of the surfaces of coatings obtained by deposition of annealed (Fig. 5a) and modified annealed (Fig. 5b) dispersions.

Conventionally, according to the wetting properties, the sections of the compositions with the polymer can be described within three types. Type “C” (Fig. 5c) is characterized by the presence of a minimum amount of polymer, which only allows the red mud particles to be bonded together. This type corresponds to high porosity and development of the surface structure. Type “D” (Fig. 5d) contains more polymer in its structure, which allows more filling of voids between the particles, however, the surface is still quite rough and matte. Type “E” (Fig. 5e) is characterized by a sufficient amount of polymer to completely cover the red mud particles.

Unannealed red mud particles without polymer give a water contact angle of 53° , while already with polymer the angle is 131° , with a filler content of 95% (Fig. 5a). A similar picture is observed with annealed red mud, where 55° and 131° are observed (at 90% filler), respectively (Fig. 5b).

In compositions with a binder, a gradient transition is observed from particles completely unwetted with polymer to completely wetted (Fig. 5c, 5d, 5e). The “C” condition denotes the polymer wetness of only the lower red mud particles, resulting in water contact angles of 133° and 138° for unannealed and annealed, respectively. The “E” condition denotes complete polymer wetness of the

red mud particles, resulting in water contact angles of 86° and 101° for unannealed and annealed, respectively. The average state “D” is also observed, in which there is conditionally half the wetness of the red mud particles by the polymer.

It should be noted that each state is characterized by certain orders of contact angle values (Table 2).

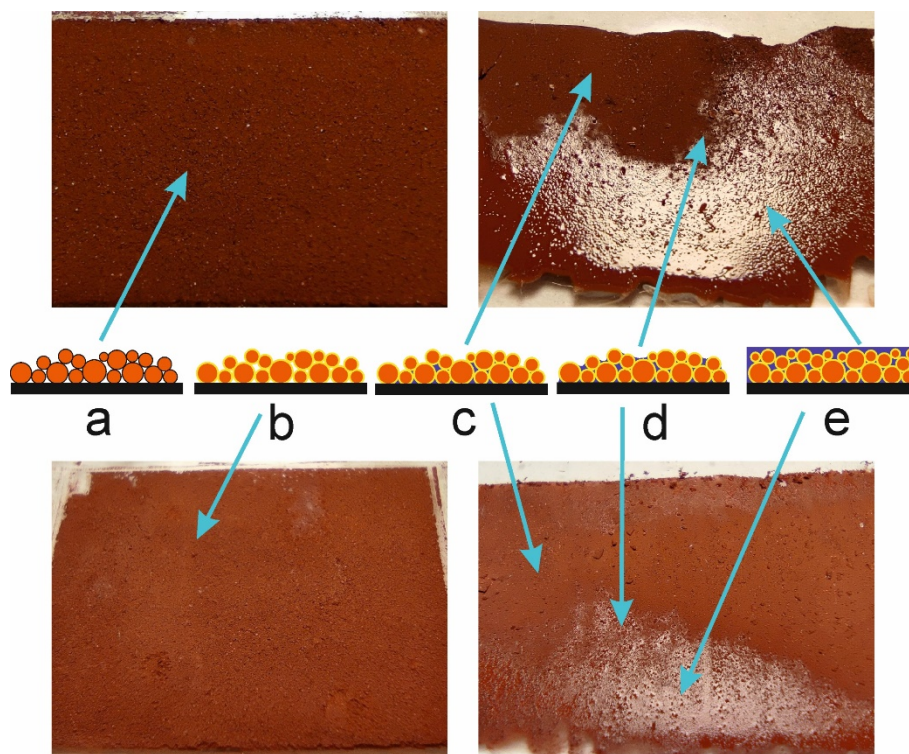


Fig. 5. Thin film composites of red mud and acrylic polymer

Table 2

Water contact angles of red mud composites

Red mud type	Modifier	Contact angles, °		
		C	D	E
Annealed	-	131	104	86
Annealed	Stearic acid	143	130	104
Annealed	MTES	134	127	97
Annealed	OCIEO	136	128	97

It can be seen from the obtained data that the contact angles with water for states C, D, E differ numerically and the dependence of contact angles $C > D > E$ is preserved.

This difference is determined by 2 factors. The first factor is the water repellency of the surface of the red mud particles themselves. The water repellent layer performs the function of water repellency better than the styrene-acrylic polymer. This is explained by the presence of nonpolar hydrocarbon chains in the water repellent molecules both in the case of stearic acid and in the case of OCIEO and MTES [26, 27]. This provides a larger contact angle than a polymer that contains polar groups such as $-OH$ and $C=O$ [28], which reduces the contact angle.

The second factor is determined by the surface texture. In a number of states C, D, E, a gradual decrease in contact angles is observed with an increase in the amount of polymer. At the same time, an increase in the amount of polymer reduces the roughness of the resulting surface, as can be seen from Fig. 5.

It is noteworthy that even the composition with untreated red mud water repellent shows a high water contact angle. This indicates that the styrene-acrylic polymer has good film-forming properties and makes it possible to obtain a stable coating that protects well from contact with water.

The most effective water repellent for this system is stearic acid, thanks to which it was possible to achieve a contact angle of 143° in state C. MTES and OCTEO have similar results. Coatings based on them have a contact angle in the C state of 134° and 136° , respectively.

Conclusions. In this paper, one of the options for recycling red mud to obtain the basis of water-repellent coatings is considered. The water-soluble part of the waste was bound by annealing at a temperature of 950°C . It is shown that the largest contact angle of 143° is achieved when using stearic acid as a water repellent in binder-depleted thin-film composites. Thus, red mud can be considered as a suitable basis for obtaining hierarchical systems with the prospect of achieving a hydrophobic state along with common dispersed fillers.

References

1. Nosonovsky, M., Bhushan, B. (2008). Multiscale Dissipative Mechanisms and Hierarchical Surfaces. *NanoScience and Technology*. <https://doi.org/10.1007/978-3-540-78425-8>.
2. Larmour, I., Bell, S., Saunders, G. (2007). Remarkably Simple Fabrication of Superhydrophobic Surfaces Using Electroless Galvanic Deposition. *Angewandte Chemie International Edition*, 46(10), 1710–1712. <https://doi.org/10.1002/anie.200604596>.
3. Milles, S., Soldera, M., Voisiat, B., Lasagni, A. F. (2019). Fabrication of superhydrophobic and ice-repellent surfaces on pure aluminium using single and multiscaled periodic textures. *Scientific Reports*, 9(1). <https://doi.org/10.1038/s41598-019-49615-x>.
4. Prydatko, A., Myronyuk, O., Svidersky, V. (2015). Analysis of approaches to mathematical description of the characteristics of materials with high hydrophobicity. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, 5(5(77)), 30. <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2015.50647>.
5. Manoharan, K., Bhattacharya, S. (2019). Superhydrophobic surfaces review: Functional application, fabrication techniques and limitations. *Journal of Micromanufacturing*, 2(1), 59–78. <https://doi.org/10.1177/2516598419836345>.
6. Ta, V. D., Dunn, A., Wasley, T. J., Li, J., Kay, R. W., Stringer, J., Smith, P. J., Esenturk, E., Connaughton, C., Shephard, J. D. (2016). Laser textured superhydrophobic surfaces and their applications for homogeneous spot deposition. *Applied Surface Science*, 365, 153–159. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2016.01.019>.
7. Shadmani, S., Khodaei, M., Chen, X., Li, H. (2020). Superhydrophobicity through Coatings

Література

1. Nosonovsky M., Bhushan B. Multiscale Dissipative Mechanisms and Hierarchical Surfaces. *NanoScience and Technology*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2008. <https://doi.org/10.1007/978-3-540-78425-8>.
2. Larmour I. A., Bell S. E. J., Saunders G. C. Remarkably Simple Fabrication of Superhydrophobic Surfaces Using Electroless Galvanic Deposition. *Angewandte Chemie International Edition*. Wiley, 2007. Vol. 46, № 10. P. 1710–1712. <https://doi.org/10.1002/anie.200604596>.
3. Milles S. et al. Fabrication of superhydrophobic and ice-repellent surfaces on pure aluminium using single and multiscaled periodic textures. *Scientific Reports*. Springer Science and Business Media LLC, 2019. Vol. 9, № 1. <https://doi.org/10.1038/s41598-019-49615-x>.
4. Prydatko A., Myronyuk O., Svidersky V. Analysis of approaches to mathematical description of the characteristics of materials with high hydrophobicity. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*. Private Company Technology Center, 2015. Vol. 5, № 5 (77). P. 30. <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2015.50647>.
5. Manoharan K., Bhattacharya S. Superhydrophobic surfaces review: Functional application, fabrication techniques and limitations. *Journal of Micromanufacturing*. SAGE Publications, 2019. Vol. 2, № 1. P. 59–78. <https://doi.org/10.1177/2516598419836345>.
6. Ta V. D. et al. Laser textured superhydrophobic surfaces and their applications for homogeneous spot deposition. *Applied Surface Science*. Elsevier BV, 2016. Vol. 365. P. 153–159. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2016.01.019>.
7. Shadmani S. et al. Superhydrophobicity through Coatings Prepared by Chemical Methods.

- Prepared by Chemical Methods. *Superhydrophobic Surfaces – Fabrications to Practical Applications*. <https://doi.org/10.5772/intechopen.92626>.
8. Erbil, H. Y. (2020). Practical Applications of Superhydrophobic Materials and Coatings: Problems and Perspectives. *Langmuir*, 36(10), 2493–2509. <https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.9b03908>.
9. Sviderskii, V. A., Strashnenko, S. V., Chernyak, L. P. (2007). Ceramics from mining by-products and alumina production wastes. *Glass and Ceramics*, 64(1–2), 51–54. <https://doi.org/10.1007/s10717-007-0012-9>.
10. Melnyk, L., Myronyuk, O., Ratushnyi, V., Baklan, D. (2020). The feasibility of using red mud in coatings based on glyptal resins. *French-Ukrainian Journal of Chemistry*, 8(1), 88–94. <https://doi.org/10.17721/fujcv8i1p88-94>.
11. Qi, Y. (2021). The neutralization and recycling of red mud – a review. *Journal of Physics: Conference Series*, 1759, 012004. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1759/1/012004>.
12. Babisk, M. P., Amaral, L. F., Ribeiro, L. D. S., Vieira, C. M. F., Prado, U. S. D., Gadioli, M. C. B., Oliveira, M. S., Luz, F. S. D., Monteiro, S. N., Garcia Filho, F. D. C. (2020). Evaluation and application of sintered red mud and its incorporated clay ceramics as materials for building construction. *Journal of Materials Research and Technology*, 9(2), 2186–2195. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.12.049>.
13. Salazar-Hernández, C., Salazar-Hernández, M., Mendoza-Miranda, J. M., Miranda-Avilés, R., Elorza-Rodríguez, E., Carrera-Rodríguez, R., Puy-Alquiza, M. J. (2018). Organic modified silica obtained from DBTL polycondensation catalyst for anticorrosive coating. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 87(2), 299–309. <https://doi.org/10.1007/s10971-018-4732-9>.
14. Zhang, B., Zeng, Y., Wang, J., Sun, Y., Zhang, J., Li, Y. (2020). Superamphiphobic aluminum alloy with low sliding angles and acid-alkali liquids repellency. *Materials & Design*, 188, 108479. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108479>.
15. Hu, J., He, S., Wang, Z., Zhu, J., Wei, L., Chen, Z. (2019). Stearic acid-coated superhydrophobic Fe₂O₃/Fe₃O₄ composite film on N80 steel for corrosion protection. *Surface and Coatings Technology*, 359, 47–54. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.12.040>.
16. Myronyuk, O., Baklan, D., Nudchenko, L. (2020). Evaluation of the surface energy of dispersed aluminium oxide using owens-wendt theory. *Technology Audit and Production Reserves*, 2(1(52)), 63–70. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.12.040>.
- Superhydrophobic Surfaces – Fabrications to Practical Applications. IntechOpen, 2020. <https://doi.org/10.5772/intechopen.92626>.
8. Erbil H. Y. Practical Applications of Superhydrophobic Materials and Coatings: Problems and Perspectives. *Langmuir*. American Chemical Society (ACS), 2020. Vol. 36, № 10. P. 2493–2509. <https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.9b03908>.
9. Sviderskii V. A., Strashnenko S. V., Chernyak L. P. Ceramics from mining by-products and alumina production wastes. *Glass and Ceramics*. Springer Science and Business Media LLC, 2007. Vol. 64, № 1–2. P. 51–54. <https://doi.org/10.1007/s10717-007-0012-9>.
10. Melnyk L. et al. The feasibility of using red mud in coatings based on glyptal resins. *French-Ukrainian Journal of Chemistry*. Taras Shevchenko National University of Kyiv, 2020. Vol. 8, № 1. P. 88–94. <https://doi.org/10.17721/fujcv8i1p88-94>.
11. Qi Y. The neutralization and recycling of red mud – a review. *Journal of Physics: Conference Series*. IOP Publishing, 2021. Vol. 1759. P. 012004. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1759/1/012004>.
12. Babisk M. P. et al. Evaluation and application of sintered red mud and its incorporated clay ceramics as materials for building construction. *Journal of Materials Research and Technology*. Elsevier BV, 2020. Vol. 9, № 2. P. 2186–2195. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.12.049>.
13. Salazar-Hernández C. et al. Organic modified silica obtained from DBTL polycondensation catalyst for anticorrosive coating. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*. Springer Science and Business Media LLC, 2018. Vol. 87, № 2. P. 299–309. <https://doi.org/10.1007/s10971-018-4732-9>.
14. Zhang B. et al. Superamphiphobic aluminum alloy with low sliding angles and acid-alkali liquids repellency. *Materials & Design*. Elsevier BV, 2020. Vol. 188. P. 108479. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108479>.
15. Hu J. et al. Stearic acid-coated superhydrophobic Fe₂O₃/Fe₃O₄ composite film on N80 steel for corrosion protection. *Surface and Coatings Technology*. Elsevier BV, 2019. Vol. 359. P. 47–54. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.12.040>.
16. Myronyuk O., Baklan D., Nudchenko L. Evaluation of the surface energy of dispersed aluminium oxide using owens-wendt theory. *Technology audit and production reserves*. Private

- 25–27. <https://doi.org/10.15587/2312-8372.2020.200756>.
17. Zhang, D. R., Chen, H. R., Xia, J. L., Nie, Z. Y., Zhang, R. Y., Pakostova, E. (2022). Efficient dealkalization of red mud and recovery of valuable metals by a sulfur-oxidizing bacterium. *Frontiers in Microbiology*, 13. <https://doi.org/10.3389/fmicb.2022.973568>.
18. Rai, S., Wasewar, K. L., Lataye, D. H., Mishra, R. S., Puttewar, S. P., Chaddha, M. J., Mahindiran, P., Mukhopadhyay, J. (2012). Neutralization of red mud with pickling waste liquor using Taguchi's design of experimental methodology. *Waste Management & Research: The Journal for a Sustainable Circular Economy*, 30(9), 922–930. <https://doi.org/10.1177/0734242x12448518>.
19. Alkan, G., Schier, C., Gronen, L., Stopic, S., Friedrich, B. (2017). A Mineralogical Assessment on Residues after Acidic Leaching of Bauxite Residue (Red Mud) for Titanium Recovery. *Metals*, 7(11), 458. <https://doi.org/10.3390/met7110458>.
20. Teisala, H., Butt, H. J. (2018). Hierarchical Structures for Superhydrophobic and Superoleophobic Surfaces. *Langmuir*, 35(33), 10689–10703. <https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.8b03088>.
21. Milne, A., Amirfazli, A. (2012). The Cassie equation: How it is meant to be used. *Advances in Colloid and Interface Science*, 170(1–2), 48–55. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2011.12.001>.
22. Król, P., Król, B. (2006). Determination of free surface energy values for ceramic materials and polyurethane surface-modifying aqueous emulsions. *Journal of the European Ceramic Society*, 26(12), 2241–2248. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2005.04.011>.
23. Nath, H., Sahoo, A. (2014). A study on the characterization of red mud. *International Journal on Applied Bio-Engineering*, 8(1), 1–4. <https://doi.org/10.18000/ijabeg.10118>.
24. Zhu, J., Liu, B., Li, L., Zeng, Z., Zhao, W., Wang, G., Guan, X. (2016). Simple and Green Fabrication of a Superhydrophobic Surface by One-Step Immersion for Continuous Oil/Water Separation. *The Journal of Physical Chemistry A*, 120(28), 5617–5623. <https://doi.org/10.1021/acs.jpca.6b06146>.
25. Kazak, O., Eker, Y. R., Akin, I., Bingol, H., Tor, A. (2017). Green preparation of a novel red mud carbon composite and its application for adsorption of 2,4-dichlorophenoxyacetic acid from aqueous solution. *Environmental Science and Pollution Research*. Springer Science and Business Company Technology Center, 2020. Vol. 2, № 1(52). P. 25–27. <https://doi.org/10.15587/2312-8372.2020.200756>.
17. Zhang D. et al. Efficient dealkalization of red mud and recovery of valuable metals by a sulfur-oxidizing bacterium. *Frontiers in Microbiology*. Frontiers Media SA, 2022. Vol. 13. <https://doi.org/10.3389/fmicb.2022.973568>.
18. Rai S. et al. Neutralization of red mud with pickling waste liquor using Taguchi's design of experimental methodology. *Waste Management & Research: The Journal for a Sustainable Circular Economy*. SAGE Publications, 2012. Vol. 30, № 9. P. 922–930. <https://doi.org/10.1177/0734242x12448518>.
19. Alkan G. et al. A Mineralogical Assessment on Residues after Acidic Leaching of Bauxite Residue (Red Mud) for Titanium Recovery. *Metals*. MDPI AG, 2017. Vol. 7, № 11. P. 458. <https://doi.org/10.3390/met7110458>.
20. Teisala H., Butt H.-J. Hierarchical Structures for Superhydrophobic and Superoleophobic Surfaces. *Langmuir*. American Chemical Society (ACS), 2018. Vol. 35, № 33. P. 10689–10703. <https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.8b03088>.
21. Milne A. J. B., Amirfazli A. The Cassie equation: How it is meant to be used. *Advances in Colloid and Interface Science*. Elsevier BV, 2012. Vol. 170, № 1–2. P. 48–55. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2011.12.001>.
22. Król P., Król B. Determination of free surface energy values for ceramic materials and polyurethane surface-modifying aqueous emulsions. *Journal of the European Ceramic Society*. Elsevier BV, 2006. Vol. 26, № 12. P. 2241–2248. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2005.04.011>.
23. Nath H., Sahoo A. A study on the characterization of red mud. *International Journal on Applied Bio-Engineering*. Sathyabama University, 2014. Vol. 8, № 1. P. 1–4. <https://doi.org/10.18000/ijabeg.10118>.
24. Zhu J. et al. Simple and Green Fabrication of a Superhydrophobic Surface by One-Step Immersion for Continuous Oil/Water Separation. *The Journal of Physical Chemistry A*. American Chemical Society (ACS), 2016. Vol. 120, № 28. P. 5617–5623. <https://doi.org/10.1021/acs.jpca.6b06146>.
25. Kazak O. et al. Green preparation of a novel red mud carbon composite and its application for adsorption of 2,4-dichlorophenoxyacetic acid from aqueous solution. *Environmental Science and Pollution Research*. Springer Science and Business

- Research, 24(29), 23057–23068. <https://doi.org/10.1007/s11356-017-9937-x>.
26. Baranov, O. V., Komarova, L. G., Golubkov, S. S. (2020). Hydrophobic coatings based on triethoxy(octyl)silane. *Russian Chemical Bulletin*, 69(6), 1165–1168. <https://doi.org/10.1007/s11172-020-2884-6>.
27. Figueira, R. B., Silva, C. J. R., Pereira, E. V. (2014). Organic–inorganic hybrid sol–gel coatings for metal corrosion protection: a review of recent progress. *Journal of Coatings Technology and Research*, 12(1), 1–35. <https://doi.org/10.1007/s11998-014-9595-6>.
28. Semeshko, O., Pasichnyk, M., Hyrlya, L., Vasylenko, V., Kucher, E. (2019). Studying the influence of uv adsorbers on optical characteristics of light-protective polymer films for textile materials. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, 3(6 (99)), 14–21. <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2019.167956>.
- Media LLC, 2017. Vol. 24, № 29. P. 23057–23068. <https://doi.org/10.1007/s11356-017-9937-x>.
26. Baranov O. V., Komarova L. G., Golubkov S. S. Hydrophobic coatings based on triethoxy(octyl)silane. *Russian Chemical Bulletin*. Springer Science and Business Media LLC, 2020. Vol. 69, № 6. P. 1165–1168. <https://doi.org/10.1007/s11172-020-2884-6>.
27. Figueira R. B., Silva C. J. R., Pereira E. V. Organic–inorganic hybrid sol–gel coatings for metal corrosion protection: a review of recent progress. *Journal of Coatings Technology and Research*. Springer Science and Business Media LLC, 2014. Vol. 12, № 1. P. 1–35. <https://doi.org/10.1007/s11998-014-9595-6>.
28. Semeshko O. et al. Studying the influence of uv adsorbers on optical characteristics of light-protective polymer films for textile materials. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*. Private Company Technology Center, 2019. Vol. 3, № 6 (99). P. 14–21. <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2019.167956>.

MYRONYUK OLEKSIY

PhD, Associate Professor,
Department of Chemical Technology of Composite
Materials, Chemical Technology Faculty,
Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute, Ukraine
<https://orcid.org/0000-0003-0499-9491>
Scopus Author ID: 57190497257
Researcher ID: I-8423-2017
E-mail: o.myronyuk@kpi.ua

BAKLAN DENYS

PhD student
Department of Chemical Technology of Composite
Materials, Chemical Technology Faculty,
Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute, Ukraine
<https://orcid.org/0000-0002-6608-0117>
Scopus Author ID: 57194569043
Researcher ID: ABH-1251-2021
E-mail: d.baklan@kpi.ua

LI CHE

PhD student
Department of Chemical Technology of Composite
Materials, Chemical Technology Faculty,
Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute, Ukraine
<https://orcid.org/0009-0006-5530-0061>
E-mail: liche1kpi@gmail.com

МИРОНЮК О. В., БАКЛАН Д. В., ЛІ ЧЕ

Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут
імені Ігоря Сікорського», Україна

**ВОДОВІДШТОВХУВАЛЬНІ ТОНКОПЛІВКОВІ ПОЛІМЕРНІ КОМПОЗИТИ
З ЧАСТИНКАМИ ЧЕРВОНОГО ШЛАМУ ЯК СТРУКТУРОУТВОРЮВАЧАМИ**

Мета. Підтвердження можливості виготовлення тонкошарових водовідштовхувальних покриттів на основі частинок червоного шламу.

Методика. У даній роботі було використано червоний шлам для створення мікротекстури. Процес дезактивації проведено при температурі 950 °С для зниження рН. Гідрофобізаторами було використано стеаринову кислоту, метилтриетоксисилан та октилтриетоксисилан. У якості полімерного зв'язуючого було використано стиролбутилакрилатний полімер. Для отримання даних про розмір частинок було використано лазерний аналізатор частинок. Для отримання фотографій

поверхні зразків було використано оптичний мікроскоп і цифрову камеру. Для підтвердження модифікації червоного шламу було використано ІЧ-спектроскопію з використанням таблеток KBr в якості інертного носія. Кут змочування водою було виміряно методом сидячої краплі з використанням гоніометра та цифрової камери. Визначення кутів змочування для гідрофільних матеріалів проведено методом тонкостінного капілярного просочення за Уошбурном.

Результати. У роботі було розглянуто один з варіантів утилізації червоного шламу для отримання мікророзмірної основи для водовідштовхувальних покриттів. Показано, що найбільший кут змочування водою складає 143° і досягається при використанні стеаринової кислоти як модифікатора в тонкоплівкових композитах, що збіднені зв'язуючим. Встановлено, що червоний шлам можна розглядати як придатну основу для отримання ієрархічних систем з перспективою досягнення гідрофобного стану поряд із звичайними дисперсними наповнювачами.

Наукова новизна. Вперше показано що покриття з високими водовідштовхуючими властивостями можуть бути одержані на основі частинок червоного шламу.

Практична значимість. Розроблено методіку обробки відходу алюмінієвого виробництва – червоного шламу, яка полягає в спіканні, розсіюванні та гідрофобізації та відповідний склад органо-мінерального покриття на основі підготовлених частинок, який має рівномірну водовідштовхуючу поверхню.

Ключові слова: гідрофобність; кут змочування; водовідштовхувальні покриття; органо-мінеральний композит; червоний шлам.

<https://doi.org/10.30857/2786-5371.2023.3.7>

УДК [615.282:
615.477.66].
014.24

РОЙК О. М., БАБЕНКО Н. О.

Київський національний університет технологій та дизайну, Україна

ПОРІВНЯННЯ ВИМОГ СВІТОВИХ ФАРМАКОПЕЙ ДО ЯКОСТІ ПЛАСТИРІВ

Мета. Провести порівняльний аналіз вимог провідних фармакопей щодо визначення, характеристики, показників якості та норм, методів та методик, які визначають якість пластирів як лікарської форми.

Методика. Показники якості м'яких препаратів для наскрізного використання (пластирів) наведено в Державній Фармакопеї України (ДФУ) та в зарубіжних фармакопеях. При проведенні досліджень були використані методи аналізу літературних джерел, інформаційного пошуку, порівняння та узагальнення.

Результати. Проведено порівняння та аналіз фармакопей провідних країн світу та ДФУ щодо характеристики, класифікації та показників якості пластирів, залежно від їх способу застосування. В результаті проведеного наукового аналізу встановлено, що вимоги до груп м'яких лікарських форм, до яких належать пластирі, в країнах Європи не відрізняються. Проте, в фармакопеях Японії та США детально розглядаються допоміжні речовини, які забезпечують механічні та технологічні властивості (адгезиви та плівотворюючі агенти), а також їх опис, механізм дії, фізико-хімічні властивості. Розглянуто питання розробки та стандартизації нових сучасних лікарських засобів у формі рідких пластирів.

Наукова новизна. Встановлені певні розбіжності даних світових фармакопей щодо контролю якості пластирів. Це є свідченням необхідності гармонізації вимог фармакопей для уніфікації методик та методів аналізу пластирів, які знайшли широке застосування в медицині та фармації.

Практична значимість. Отримані результати проведеного аналізу, свідчать про доцільність гармонізації фармакопейних вимог щодо пластирів як лікарської форми з метою уніфікації підходів до підтвердження їх якості. Визначена нагальна потреба в детальному вивченні, стандартизації та впровадженні у практику нових лікарських засобів, зокрема у формі рідких пластирів, які мають ряд переваг порівняно з іншими лікарськими формами при лікуванні ран.

Ключові слова: пластирі; наскрісні пластирі; лікувальні пластирі; рідкі пластирі; трансдермальні системи; патчі; катаплазми; активний фармацевтичний інгредієнт; лікарський засіб; лікарська форма.

Вступ. Український фармацевтичний ринок поступово відновлюється та пропонує великий асортимент лікарських засобів (ЛЗ) для зовнішнього використання вітчизняного та зарубіжного виробництва. Закон України «Про лікарські засоби» встановлює загальні вимоги до ЛЗ, згідно з яким всі ліки, що виробляються та реалізуються для потреб населення, мають бути якісними, високоефективними та безпечними. Вимоги до якості лікарських засобів контролюються нормативними документами (стандарти, технічні умови, фармакопейні статті, технологічні регламенти, специфікації). Дотримання цих вимог, дозволяє забезпечити відповідну якість препаратів, покращуючи показники в галузі охорони здоров'я та розвиваючи фармацевтичний ринок країни, зокрема за рахунок імпорту та експорту. Фармакопея є національним збірником стандартів якості фармацевтичної продукції та важливим інструментом безпеки ліків. Фармакопея – це офіційний правовий нормативний документ, що містить загальні вимоги до ліків, фармакопейні статті (ФС), монографії, а також методики контролю якості та розробляється під контролем професійного, державного, уповноваженого органу [1].

Постановка завдання. Сьогодні в фармацевтичній промисловості існують різні підходи до класифікації, визначення та показників якості пластирів як лікарської форми, проте, обов'язковими є вимоги фармакопей. Тому, порівняння вимог фармакопей різних країн світу до ЛЗ у формі пластиру є необхідною умовою вдосконалення підходів та стандартів до

якості ЛЗ. Також, важливим є стандартизація та впровадження у практику нових ЛЗ, зокрема у формі рідких пластирів, які мають ряд переваг порівняно з іншими лікарськими формами (ЛФ) для лікування ран.

Матеріали і методи. Об'єктами досліджень є: загальні фармакопейні статті у Державній Фармакопеї України (ДФУ) 2.4 доповнення 4, ДФУ 2.5 доповнення 5, Європейській Фармакопеї 8 вид. (Ph. Eur.), Європейській Фармакопеї (EUROPEAN PHARMACOPOEIA 10.0), Британській Фармакопеї (BP), Фармакопеї Сполучених Штатів Америки 30 NF25 (USP), Фармакопеї Японії (JP), Державній Фармакопеї Казахстану (ДФРК), Фармакопеї Польщі (PZ wydanie XII suplement 2021) [1–8]. В результаті проведеного порівняльного аналізу використані методики інформаційного пошуку літературних джерел, узагальнення та порівняння.

Результати дослідження. У світі існує стійка тенденція до необхідності створення інноваційних ЛЗ для зовнішнього застосування у вигляді трансдермальних пластирів, які є альтернативою традиційному введенню речовин (пероральне, ін'єкційне введення) та являють собою лікарські препарати, призначені для нанесення на поверхню шкіри з метою доставки певної дози активного фармацевтичного інгредієнта (АФІ) через шари шкіри безпосередньо в кров'яне русло. Серед всіх інноваційних ЛЗ лідерами є трансдермальні пластирі (ТП), проте в загальній кількості зареєстрованих ЛЗ, трансдермальні пластирі займають найнижчі позиції порівняно з іншими лікарськими формами (ЛФ). Тому, актуальним є створення нових сучасних ЛЗ для нанесення на шкіру у формі пластирів, які завдяки трансдермальному способу доставки діючих речовин (ДР) здатні стимулювати систему місцевого кровообігу, чинити знеболюючу дію та впливати на загальний стан організму [9]. Крім того, існує ще одна асортиментна група пластирів (рідкі пластирі), які знайшли своє широке використання в медичній практиці та потребують стандартизації та впровадження на фармацевтичний ринок.

Пластир (Emplastra) – ЛФ у вигляді пластичної маси, здатна розм'якшуватися при температурі тіла та прилипати до шкіри, або у вигляді тієї ж пластичної маси на плоскому носії та призначена для зовнішнього застосування. Дія пластиру розповсюджується на шкіру, підшкірну тканину та може впливати на організм в цілому. Державна Фармакопея України (ДФУ) розрізняє пластирі лікувальні, нашкірні та трансдермальні. Лікувальні та нашкірні пластирі представляють собою еластичні препарати, які містять одну або більше діючих речовин та призначені для застосування на шкірі. Пластирі нашкірні застосовують як засоби першої допомоги при лікуванні ран, виразок та опіків. Проте, на відміну від традиційних нашкірних пластирів, розробляються сучасні модернізовані пластирі, які здатні поєднувати декілька ключових функцій. Актуальним є використання тонких гнучких пластирів на основі нових наноматеріалів та гнучких електронних технологій. Отже, значення терміну «нашкірний пластир» стає ширшим і розумнішим порівняно з традиційними визначеннями [10]. Трансдермальні пластирі є новітньою сучасною ЛФ, яка займає лідируючі позиції серед лікарських форм, які здійснюють пролонгований транспорт лікарських речовин (ЛР) через шкіру та системно діють на організм [11]. Також, слід зазначити, що трансдермальний шлях введення є одним з найбільш перспективних способів доставки АФІ через шкіру в велике коло кровообігу, що забезпечує зручність введення при різних клінічних станах. У науковій літературі можна зустріти схожість визначень «трансдермальна терапевтична система» (ТТС) і «трансдермальний пластир», оскільки вони є однаковими за змістом, лише конкретизується форма ТТС [9]. Трансдермальні пластирі зазвичай складаються з кількох шарів, призначених для доставки ліків через шкіру та в кровотік. Конкретний склад і структура пластиру можуть змінюватися залежно від препарату, який доставляється, і бажаної швидкості вивільнення препарату. Підкладковий шар є зовнішнім шаром пластиру і служить для захисту інших шарів від навколишнього середовища. Цей шар зазвичай виготовляється з гнучкого водонепроникного матеріалу, такого як поліетилен або поліпропілен. Клейовий шар служить

для прикріплення пластиру до шкіри та утримання його на місці. Зазвичай він складається з міцного гіпоалергенного клею. Наступним є шар, що містить АФІ, які доставляються через шкіру. Він створений для вивільнення ліків з постійною швидкістю протягом певного періоду часу. Мембрана, що контролює швидкість, служить для контролю швидкості, з якою ліки вивільняються з пластиру. Мембрани зазвичай виготовляються з напівпроникних матеріалів, які дозволяють лікам проходити через мембрану з контрольованою швидкістю [12]. Пластирі при кімнатній температурі мають вигляд твердої маси, при температурі 60–100 °C плавляться та утворюють густі рідини, розм'якшуються при температурі тіла, можуть сплавлятися з різними активними фармацевтичними інгредієнтами (АФІ) та допоміжними речовинами.

Пластирі в залежності від медичного призначення поділяють на: епідерматичні, ендерматичні і діадерматичні. Епідерматичні пластирі відносяться до виробів медичного призначення, їх використовують з метою захисту шкіри від впливу шкідливих чинників, для зближення країв ран, після хірургічних втручань, для закриття дефектів шкіри та фіксації пов'язок на поверхні шкіри. До них належать лейкопластирі та каучукові пластирі. Ендерматичні та діадерматичні пластирі – це лікарські засоби, які мають форму пластиру. Ендерматичні пластирі містять лікарські речовини, що чинять поверхневу дію на хвору шкіру, до них відносяться мозольні пластирі, бактерицидні, протигрибкові, тощо. Діадерматичні пластирі містять ЛР, які здатні проникати крізь всі шари шкіри та впливати на них, або чинити загальну дію на організм. Прикладами діадерматичних пластирів є нікотинові пластирі, пластирі з нітрогліцерином, нестероїдними протизапальними засобами (НПЗЗ), контрацептивні. В залежності від складу пластирі поділяють на свинцеві, смоляно-воскові, каучукові та рідкі (шкірні клеї). Наразі, рідкі пластирі є сучасними та перспективними лікарськими засобами для нашкірного застосування, які використовують для місцевого лікування ран на різних частинах тіла, особливо невеликих травм, або ран у частинах тіла, які беруть участь у рухах, наприклад, для лікування невеликих ран в області нігтьового ложе або згину пальця. Також рідкі пластирі широко використовуються як стерильний перев'язувальний матеріал при стаціонарному та амбулаторному лікуванні в гінекології, зокрема враховуючи специфічну локалізацію рани (промежини у післяпологовому періоді), коли неможливо накласти асептичну пов'язку, або пов'язку з будь-яким ЛЗ, за рахунок того, що післяпологові виділення швидко «змивають» ЛЗ нанесені на промежину. Крім того, рідкі пластирі є необхідним ЛЗ для надання першої невідкладної допомоги при отриманні ран та вибухонебезпечних травм.

Слід врахувати, що пластирі відповідно до вимог ДФУ належать до м'яких препаратів для нашкірного застосування, тому виникає питання щодо віднесення рідких пластирів до даної ФС. У ДФУ рідкі пластирі як ЛФ не описана, проте у класифікаторі ЛЗ (Фармацевтична енциклопедія) рідкі пластирі віднесені до групи ЛЗ «Рідкі ліки для зовнішнього застосування». За визначенням, наведеним у Фармацевтичній енциклопедії шкірні клеї та рідкі пластирі (Emplastra liquida) – це леткі рідини (спиртоєфірні розчини) природних або синтетичних речовин, які після випаровування розчинника утворюють міцну еластичну плівку на шкірі. Вони поділяються на епідерматичні або ендерматичні пластирі. В якості плівкоутворювачів використовують похідні целюлози (нітроцелюлоза), каніфоль, колодій, смоли тощо. В якості допоміжних речовин, що надають утвореній плівці еластичності додають рослинні олії такі як соняшникова або рицинова. Еластичні плівки, які не містять АФІ, належать до шкірних клеїв, основною їх функцією є фіксування пов'язок. Плівки, які містять АФІ, в основному антимікробної дії (рідкі пластирі), крім фіксації, чинять ще певну терапевтичну дію, яка залежить від теоретично та експериментально обґрунтованого підходу до вибору допоміжних речовин, що утворюють плівкоутворюючу систему ПС [13]. ПС є новою місцевою трансдермальною композицією, яка спочатку має вигляд рідини, проте згодом після висихання створює еластичну прозору плівку на шкірі. Ці системи в основному складаються з активного

інгредієнта та плівкоутворюючого агента, розчиненого в носії, який випаровується на шкірі та залишає за собою плівку.

У ДФУ 2.4 наведено загальну статтю на ЛФ «М'які препарати для нашкірного застосування» (*Praeparationes molles ad usum dermicum*) відповідно до якої м'які форми для зовнішнього застосування поділяються на мазі, креми, гелі, пасти, припарки, пластирі лікувальні і пластирі нашкірні. ДФУ 2.5 містить загальну статтю на ЛФ «Пластирі трансдермальні» (*Emplastra transcutanea*) [1, 2].

У Державній Фармакопеї республіки Казахстан (ДФРК) наведена ФС «М'які лікарські засоби для місцевого застосування» (*Preparations molles ad usum dermicum*), в якій до м'яких лікарських форм відносяться: мазі, креми, гелі, пасти, припарки та медичні пластирі [3].

Лікарські препарати у формі пластирів в Європейській Фармакопеї *European Pharmacopoeia 10.0* представлені в розділі «Дозовані форми» (*Dosage forms*) у вигляді двох фармакопейних статей, а саме: «Напівтверді препарати для нанесення на шкіру» (*Semi-solid preparations for cutaneous application*) та «Патчі трансдермальні» (*Patches, transdermal*) [4]. ФС «Напівтверді препарати для місцевого застосування» (*Topical semi-solid preparations*) та «Патчі трансдермальні» (*Patches, transdermal*) що наведені у ВР є аналогічними за змістом та суттю до Європейської Фармакопеї. Монографія поділяє пластирі на лікувальні та нашкірні [5].

Фармакопея Польщі містить монографію «*Praeparationes semi solidae ad usum dermicum*», де серед інших лікарських форм, представлена ЛФ – катаплазми [6].

Японська Фармакопея має особливу структуру, яка складається з однієї монографії «*Monographs for Preparations*», яка підрозділяє препарати залежно від шляхів їх застосування. У монографії наводиться визначення лікарських форм, способи виготовлення, методи випробувань, тара та упаковка, зберігання. Так, у підпункті «*Preparations for Cutaneous Application*» даної статті, пластирі відокремлюються (власне пластирі та желатинові пластирі) як окремі ЛФ, які не об'єднані в групу м'яких форм [7].

З-поміж всіх провідних фармакопей світу найбільш вагомою та інформативною є Фармакопея Сполучених Штатів Америки 30 NF25 USP. Усі ЛФ розглядаються в загальній статті «*Pharmaceutical dosage forms*», в якій описана детальна інформація щодо виробництва та опису випробувань конкретно для кожної лікарської форми. Термін «пластир» не є бажаним і його не слід використовувати для назв нових лікарських засобів, необхідним є використання терміну «системи». В даній Фармакопеї наявна окрема стаття «*Excipient performance*», у якій представлена характеристика та функціональне призначення усіх допоміжних речовин, які використовуються у розробці складу та технології різних лікарських форм, зокрема і пластирів. Так, у розділі «*Transdermals and patches*» детально розглядаються адгезиви та плівкоутворюючі агенти, а також їх опис, функціональний механізм, хімічні властивості та загальний розділ [8].

Ознайомившись із фармакопейними статтями України, Європейського Союзу, Великої Британії, Японії, Польщі та республіки Казахстан можна звернути увагу на відмінності між підходом до класифікацій м'яких лікарських форм. Так в ДФУ, ДФРК, Ph. Eur., ВР, ГР виділена окрема стаття для розгляду характеристик та вимог до м'яких лікарських форм для нашкірного застосування, а в ЛР препарати згруповані відповідно до їх застосування, а тому м'які лікарські форми, не об'єднані в окрему групу, а розглядаються поряд з твердими формами як окремі лікарські засоби.

Терміни та визначення щодо пластирів та трансдермальних систем згідно з даними світових фармакопей представлені в табл. 1.

При аналізі вимог фармакопей щодо показників якості, за якими повинні контролюватися м'які препарати для нашкірного застосування (у ДФУ 2.4 наведено загальну статтю на ЛФ «М'які препарати для нашкірного застосування», до складу якої окрім пластирів входять ще мазі, креми, гелі, пасти, припарки), результати дослідження показують, що

основними показниками якості для м'яких лікарських засобів є ідентифікація АФІ та антимікробних консервантів (при потребі – також інших ДР), однорідність дозованих одиниць ОДО (окрім ЛЗ рослинного походження), рН або кислотне та перекисне число, вимірювання консистенції (методом пенетрометрії), в'язкість (відносна в'язкість), герметичність контейнера, мікробіологічна чистота або стерильність, кількісне визначення [14].

Таблиця 1

**Терміни та визначення щодо пластирів та трансдермальних систем
згідно з даними світових фармакопей**

Нормативний документ (ДФ)	Назва ФС	Терміни та визначення
ДФУ 2.4 [1]	М'які препарати для нашкірного застосування	Пластирі лікувальні – еластичні препарати, які містять одну або декілька діючих речовин, призначені для застосування на шкірі. Розроблені для утримання діючої речовини (діючих речовин) у щільному контакті зі шкірою, так щоб ці речовини могли адсорбуватися повільно або діяти як захисні або кератолітичні засоби. Пластирі нашкірні – еластичні препарати, що містять одну або декілька діючих речовин, призначені для застосування на шкірі. Розроблені для утримання діючої речовини (діючих речовин) у щільному контакті зі шкірою, так щоб ці речовини могли надавати місцеву дію.
ДФУ 2.5 [2]	Пластирі трансдермальні	Пластирі трансдермальні – гнучкі фармацевтичні препарати різного розміру, що містять одну або більше діючих речовин. Вони призначені для нанесення на неушкоджену шкіру з метою доставки діючої речовини (діючих речовин) до системного кровообігу після проходження крізь шкірний бар'єр. Пластирі трансдермальні зазвичай складаються з зовнішнього покривного шару, який утримує препарат, що містить діючу речовину (діючі речовини). З боку поверхні вивільнення препарату пластирі вкриті захисним шаром, який видаляють перед нанесенням пластиру на шкіру.
ДФРК [3]	М'які лікарські засоби для місцевого застосування	Медичні пластирі – еластичні препарати, що складаються з однієї чи більше активних речовин, призначені для накладання на шкіру. Використовують для утримання активної речовини (активних речовин) у закритому контакті зі шкірою, таких речовин, які повільно абсорбують, або мають захисні або кератолітичні властивості.
Ph. Eur 10.0 [4]	Напівтверді препарати для нанесення на шкіру	Лікувальні пластирі – еластичні препарати, що містять 1 або більше активних речовин, призначені для застосування на шкірі. Розроблені для підтримки активної речовини (активних речовин) при тісному контакті зі шкірою, щоб могли повільно поглинатися або діяти як захисні чи кератолітичні засоби. Нашкірні патчі – це гнучкі препарати, що містять 1 або більше активних речовин, призначені для застосування на шкірі. Розроблені для підтримки активної речовини (активних речовин) при тісному контакті зі шкірою, щоб могли діяти локально.

Продовження табл. 1

Нормативний документ (ДФ)	Назва ФС	Терміни та визначення
	Патчі трансдермальні	Трансдермальні патчі – гнучкі фармацевтичні препарати різного розміру, що містять одну або декілька діючих речовин. Призначені для нанесення на неушкоджену шкіру для доставки активної речовини (активних речовин) в системний кровотік після проходження через шкірний бар'єр.
BP [5]	Напівтверді препарати для місцевого застосування	Лікувальні пластирі – еластичні препарати, що містять 1 або більше активних речовин, призначені для нанесення на шкіру. Розроблені для підтримки активної речовини (активних речовин) у тісному контакті зі шкірою, повільно поглинаються або діють як захисні чи кератолітичні засоби. Нашкірні патчі – еластичні препарати, що містять 1 або більше активних речовин, призначені для нанесення на шкіру. Розроблені для підтримки активної речовини (активних речовин) у тісному контакті зі шкірою, діють місцево.
	Патчі транс-дермальні	Трансдермальні патчі – гнучкі фармацевтичні препарати різного розміру, що містять одну або декілька діючих речовин. Вони призначені для нанесення на неушкоджену шкіру для доставки активної речовини (активних речовин) в системний кровотік після проходження через шкірний бар'єр.
FP [6]	Напівтверді препарати для шкірного застосування	Катаплазми – це напівтверді препарати для нанесення на шкіру, що складаються з гідрофільної, теплозберігаючої основи, у якій дисперговані тверді або рідкі діючі речовини. Зазвичай їх накладають товстим шаром на відповідну пов'язку і нагрівають перед нанесенням.
JP [7]	Препарати для нанесення на шкіру	Патчі – це препарати, призначені для наклеювання на шкіру. Стрічки (тейпи) – це патчі, які виготовляються з основи, що практично не містять води. Катаплазми/гелеві патчі – це патчі, що містять водовмісні основи.
USP [8]	Фармацевтичні дозовані форми	Пластир – напівтверда речовина для зовнішнього застосування, яка наноситься на підкладку. Накладаються пластирі на тривалі періоди для забезпечення захисту, підтримки або оклюзії (мацерація). Системи – це препарати лікарської речовини (субстанцій) у пристроях-носіях, які часто містять адгезивну основу та застосовуються місцево або вмонтовані в порожнини тіла. Лікарська речовина призначена для контрольованого вивільнення протягом визначеного періоду часу або лікарська речовина вивільняється залежно від її концентрації в рецептурі.

Стосовно визначення якості пластирів нашкірних та лікувальних у цій же загальній ФС «М'які препарати для нашкірного застосування» вказано, що необхідним показником для визначення якості пластирів є вивільнення діючої речовини (діючих речовин). Відповідне вивільнення діючої речовини (діючих речовин) може бути продемонстровано за допомогою випробування, наприклад описаного в загальній статті «Тест «Розчинення» для трансдермальних пластирів» [1]. Залежно від складу, розміру та форми пластиру випробування можуть бути застосовані: метод із використанням набору дисків, метод із використанням комірки або метод із використанням циліндра, що обертається. Може бути використана мембрана. Вона може бути з різних матеріалів, таких як інертна пориста целюлоза або силікони, і не має впливати на кінетику вивільнення діючої речовини (діючих речовин) із пластиру. Крім того, мембрана має бути вільною від речовин, які можуть змінювати її властивості (наприклад, жир). Мембрана може бути оброблена підходящим способом перед випробуванням, наприклад витримуванням її у середовищі, використовуваному у випробуванні, протягом 24 год. Мембрану наносять на поверхню вивільнення пластиру, уникаючи утворення повітряних бульбашок [1].

Проте, у ФС на ЛФ «Пластирі трансдермальні» (Emplastra transcutanea) крім показника вивільнення діючої речовини (діючих речовин) тест розчинення, наведені показники за якими повинні контролюватися трансдермальні пластирі, а саме: пластирі мають витримувати вимоги випробування на однорідність дозованих одиниць та якщо це обґрунтовано та дозволено, вимоги випробування на однорідність вмісту. Якщо не зазначено або не обґрунтовано та не дозволено інше, пластирі трансдермальні мають витримувати вимоги тесту С (лікарський засіб витримує випробування, якщо середній вміст у 10 однодозових одиницях знаходиться у межах від 90 % до 110 % від номінального вмісту і якщо вміст у кожній з 10 одиниць знаходиться у межах від 75 % до 125 % від середнього вмісту) [2].

Під час проведення аналізу світових Фармакопей (ДФУ, Ph. Eur., ВР, FR, ДФРК, JP), було встановлено, що показники якості ДФУ ідентичні до Фармакопей Великої Британії та Європейського Союзу, що відповідає державній концепції щодо гармонізації зі стандартами Європейського Союзу. Аналізуючи фармакопею Сполучених Штатів Америки 30 NF25 USP було відзначено, що крім основних показників якості, визначаються ще й специфічні показники, пов'язані з будовою та структурою пластиру, а саме: адгезія на відокремлення, відокремлення підкладки, липкість (клейкість), холодний потік, зсув.

В японській фармакопеї, відсутній показник однорідність вмісту, проте в даній фармакопеї наявні технологічні показники, такі як адгезія на відокремлення та липкість (клейкість). Крім того, дана фармакопея має інакшу структуру, згрупувавши м'які та тверді лікарські форми відповідно до застосування, це може пояснюватися різницею фармацевтичних ринків, які хоч і мають загальні тенденції, проте схильні до впливу національних та регіональних особливостей.

Порівняльні показники якості за даними світових фармакопей наведені у табл. 2.

Провівши детальний аналіз рідких пластирів (шкірних клеїв), для встановлення показників якості необхідно виходити з фізико-хімічних та технологічних характеристик даної ЛФ. За органолептичними показниками утворена плівка має бути прозора, однорідна та не містити сторонніх включень. Крім плівкоутворювачів та розчинників до складу рідкого пластиру входить також пластифікатор, який використовується для зняття внутрішньої напруги, що виникає в процесі формування плівки та впливає на механічні властивості покриття такі як міцність, еластичність і адгезія.

Принциповими технологічними показниками рідких пластирів є забезпечення однорідності розчину, адгезія та час висихання плівки. Визначення адгезії плівок (нанесених у декілька шарів, без міжшарового висушування) проводять методом решітчастих надрізів.

Показник час висихання плівки залежить від швидкості випаровування розчинника та складу розробленого засобу [15].

Таблиця 2

**Показники якості пластирів відповідно до світових фармакопей
(ДФУ, Ph.Eur. BP, JP, USP, FP, ДФРК)**

№ п/п	Назва показника якості	Наявність у фармакопії						
		ДФУ	Ph.Eur.	BP	JP	USP	FP	ДФРК
1	Вивільнення АФІ (тест розчинення)	+	+	+	+	+	+	+
2	Однорідність дозованих одиниць	+	+	+	+	+	+	–
3	Однорідність вмісту	+	+	+	–	–	+	+
4	Адгезія на відокремлення	–	–	–	+	+	–	–
5	Відокремлення підкладки	–	–	–	–	+	–	–
6	Липкість (клейкість)	–	–	–	+	+	–	–
7	Холодний потік, зсув	–	–	–	–	+	–	–

Рідкі шкірні клеї випускаються в аерозольних балонах, алюмінієвих тубах та використовуються як стерильний перев'язувальний матеріал у хірургії, гінекології, дерматології для захисту шкіри і ранових поверхонь, тому необхідно контролювати стерильність ЛЗ (контактують із ураженою поверхнею), та визначати вивільнення активних фармакологічних інгредієнтів (впливають на терапевтичну ефективність лікарських засобів). Проте, в ДФУ відсутня ФС на дану асортиментну групу, що утруднює проведення стандартизації рідких пластирів (шкірних клеїв). Так як, фармацевтична енциклопедія виділяє окрему групу ЛЗ «Рідкі ліки для зовнішнього застосування» та у визначенні самого терміну «Рідкі пластирі» вказано, що це леткі рідини (спиртосфідні розчини) природних або синтетичних речовин, які після випаровування розчинника утворюють плівку, постає питання стандартизації даної асортиментної групи. Отже, перспективним є впровадження у фармацевтичну та медичну діяльність нових ЛЗ у нових ЛФ, зокрема у формі рідких пластирів, їх стандартизацію, так як вони мають ряд переваг в порівнянні з іншими ЛФ та забезпечують локальну тривалу дію в зоні нанесення.

Висновки.

1. Проведений аналіз даних фармакопей ДФУ, BP, JP, Ph. Eur., USP, ДФРБ, PF щодо термінів та визначень пластирів, показників їх якості та методів контролю. Отримані результати дослідження показують деякі відмінності фармакопей світу щодо пластирів та показників їх якості. Таким чином, для покращення взаємодії між основними фармацевтичними ринками світу, вважаємо за доцільне уніфікувати систему, що забезпечує контроль якості лікарських засобів. Водночас, однаковий рівень вимог до препаратів, об'єднаних у групу м'яких лікарських форм, в фармацевтичній галузі України, Європейського Союзу та Великої Британії забезпечує перспективи розвитку та розширює напрямки для створення та просування лікарських засобів даної групи на європейському ринку.

2. Враховуючи нові досягнення в розробці інноваційних ЛЗ в медичній та фармацевтичній галузі потребує детального вивчення, стандартизації та впровадження у практику нових ЛЗ, зокрема у формі рідких пластирів, які мають ряд переваг порівняно з іншими ЛФ при лікуванні ран на різних ділянках шкіри.

References

Література

- Derzhavna Farmakopeia Ukrainy: v 3 t. [State Pharmacopoeia of Ukraine: in 3 volumes]. 2nd edition Kharkiv: State enterprise "Ukrainian Scientific Pharmacopoeia Center for the Quality of Medicinal Products", 2015. Vol. 1. 1128 p. [in Ukrainian].
- Державна Фармакопея України: в 3 томах. 2-е вид. Харків: Державне підприємство "Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів", 2015. Т. 1. 1128 с.

2. Derzhavna Farmakopeia Ukrainy [State Pharmacopoeia of Ukraine]. 2nd edition Addendum 5. Kharkiv: State enterprise "Ukrainian Scientific Pharmacopoeia Center for the Quality of Medicinal Products", 2021. 4424 p. [in Ukrainian].
3. Derzhavna farmakopeia respubliky Kazakhstan [State pharmacopoeia of the Republic of Kazakhstan]. 1st edition Almaty: Publishing House "Zhybek Zholy", 2015. Vol. 1. 720 p.
4. European Pharmacopoeia. 10th ed. Strasbourg: Council of Europe, 2019. 4370 p.
5. The British Pharmacopoeia. 13th ed. London: The Stationery Office, 2016. 1276 p.
6. Farmakopea Polska wydanie XII suplement 2021.
7. The Japanese Pharmacopoeia. 17th ed. Tokio, 2016. 2618 p.
8. The United States Pharmacopoeia. 36th ed. NF 31, 2013. 5230 p.
9. Vons, B. V., Chubka M. B., Hroshovyi, T. A. (2017). Transdermalni systemy dostavky likarskykh rehovyn [Transdermal drug delivery systems]. *Farmatsevtychnyi chasopys = Pharmaceutical journal*, No. 2, P. 106–112 [in Ukrainian].
10. Hwang, I., Kim, H. N., Seong, M. et al. (2018). Multifunctional Smart Skin Adhesive Patches for Advanced Health Care. *Adv Healthc Mater.*, 7(15): e1800275. DOI:10.1002/adhm.201800275.
11. Pastore, M. N., Kalia, Y. N., Horstmann, M., Roberts, M. S. (2015). Transdermal patches: history, development and pharmacology. *Br J Pharmacol.*, 172(9): 2179–2209. DOI:10.1111/bph.13059.
12. Wong, W. F., Ang, K. P., Sethi, G., Looi, C. Y. (2023). Recent Advancement of Medical Patch for Transdermal Drug Delivery. *Medicina*, 59, 778. <https://doi.org/10.3390/medicina59040778>.
13. Orlovetska, N. F. Ridki liky dlia zovnishnoho zastosuvannia [Liquid medicine for external use]. *Farmatsevtychna entsyklopediia = Pharmaceutical encyclopedia*. URL: <http://www.pharmencyclopedia.com.ua/article/1119/ridkiliki-dlya-zovnishnogo-zasto-suvannya> [in Ukrainian].
14. Blazhko, I. V., Chubka, M. B., Pavliuk, B. V., Hroshovyi, T. A. (2020). Suchasni vymohy providnykh farmakopei do kharakterystyky, klasyfikatsii ta kontroliu yakosti m'iakykh likarskykh form [Modern requirements of the leading pharmacopoeias for the characterization, classification and quality control of soft dosage forms]. *Farmatsevtychnyi chasopys = Pharmaceutical journal*, No. 4, P. 73–81. <https://doi.org/10.11603/2312-0967.2021.4.12633> [in Ukrainian].
2. Державна Фармакопея України. 2-е вид. Доповнення 5. Харків: Державне підприємство "Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів", 2021. 424 с.
3. Державна фармакопея республіки Казахстан. 1-е вид. Алмати: Видавничий дім "Жибек жоли", 2015. Т. 1. 720 с.
4. European Pharmacopoeia. 10th ed. Strasbourg: Council of Europe, 2019. 4370 p.
5. The British Pharmacopoeia. 13th ed. London: The Stationery Office, 2016. 1276 p.
6. Farmakopea Polska wydanie XII suplement 2021.
7. The Japanese Pharmacopoeia. 17th ed. Tokio, 2016. 2618 p.
8. The United States Pharmacopoeia. 36th ed. NF 31, 2013. 5230 p.
9. Вонс Б. В., Чубка М. Б., Грошовий Т. А. Трансдермальні системи доставки лікарських речовин. *Фармацевтичний часопис*. 2017. № 2. С. 106–112.
10. Hwang I., Kim H. N., Seong M. et al. Multifunctional Smart Skin Adhesive Patches for Advanced Health Care. *Adv Healthc Mater.* 2018. Iss. 7(15). e1800275. DOI:10.1002/adhm.201800275.
11. Pastore M. N., Kalia Y. N., Horstmann M., Roberts M. S. Transdermal patches: history, development and pharmacology. *Br J Pharmacol.* 2015. Iss. 172 (9). P. 2179–2209. DOI:10.1111/bph.13059.
12. Wong W. F., Ang K. P., Sethi G., Looi C. Y. Recent Advancement of Medical Patch for Transdermal Drug Delivery. *Medicina*. 2023. 59, 778. <https://doi.org/10.3390/medicina59040778>
13. Орловецька Н. Ф. Рідкі ліки для зовнішнього застосування. *Фармацевтична енциклопедія*. URL: <http://www.pharmencyclopedia.com.ua/article/1119/ridkiliki-dlya-zovnishnogo-zasto-suvannya>.
14. Блажко І. В., Чубка М. Б., Павлюк Б. В., Грошовий Т. А. Сучасні вимоги провідних фармакопей до характеристики, класифікації та контролю якості м'яких лікарських форм. *Фармацевтичний часопис*. 2020. № 4. С. 73–81. <https://doi.org/10.11603/2312-0967.2021.4.12633>.

15. Vashchenko, O. O. (2015). Rozrobka skladu novoho likarskoho zasobu dlia mistsevoho likuvannia mikozy stop u formi riddkoho plastyru [Development of the composition of a new medicinal product for the local treatment of mycosis of the feet in the form of a liquid patch]. *Farmatsevtichnyi chasopys = Pharmaceutical journal*, No. 3, P. 19–23. <https://doi.org/10.11603/2312-0967.2015.3.4934> [in Ukrainian].

15. Ващенко О. О. Розробка складу нового лікарського засобу для місцевого лікування мікозу стоп у формі рідкого пластиру. *Фармацевтичний часопис*. 2015. № 3. С. 19–23. <https://doi.org/10.11603/2312-0967.2015.3.4934>.

ROIK OLENA

PhD, Department of Industrial Pharmacy,
Faculty of Chemical and Biopharmaceutical
Technologies, Kyiv National University
of Technologies and Design, Ukraine
<https://orcid.org/0000-0002-5988-6577>
Scopus Author ID: 57216831699
Researcher ID: AAR-6065-2020
E-mail: alena_08@ukr.net

BABENKO NATALIA

Student, Department of Industrial Pharmacy,
Faculty of Chemical and Biopharmaceutical
Technologies, Kyiv National University
of Technologies and Design, Ukraine

ROIK O. M., BABENKO N. O.

Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine

**COMPARISON OF THE REQUIREMENTS OF WORLD PHARMACOPOEIAS
FOR THE QUALITY OF PATCHES**

The purpose. To conduct a comparative analysis of the requirements of the leading pharmacopoeias for the definition, characteristics, quality indicators and standards, methods and techniques that determine the quality of medical patches as a dosage form.

Methodology. The quality indicators of soft preparations for cutaneous use (plasters) are given in the State Pharmacopoeia of Ukraine (SPU) and in foreign pharmacopoeias. The methods of literature analysis, information search, comparison and generalisation were used in the study.

Results. A comparison and analysis of pharmacopoeias of the leading countries of the world and the State Fiscal Service of Ukraine regarding the characteristics, classification and quality indicators of patches, depending on their method of application, was carried out. As a result of the scientific analysis, it was found that the requirements for groups of soft dosage forms, which include patches, do not differ in European countries. However, the pharmacopoeias of Japan and the United States provide a detailed discussion of excipients that provide mechanical and technological properties (adhesives and film-forming agents), as well as their description, functional mechanism, chemical properties and general section. The issues of development and standardisation of new modern medicinal products in the form of liquid patches and the need to establish quality indicators for liquid patches are considered.

Scientific novelty. Certain discrepancies in the data of world pharmacopoeias regarding the quality control of plasters were established. This is evidence of the need to harmonize the requirements of pharmacopoeias for the unification of techniques and methods of patch analysis, which have found wide application in medicine and pharmacy.

Practical significance. The results of the analysis indicate that it is advisable to harmonise pharmacopoeial requirements in order to unify approaches to confirming their quality. However, there is a need for detailed study, standardisation and implementation of new drugs, in particular in the form of liquid patches, which have a number of advantages over other drugs in the treatment of wounds.

Keywords: patches; cutaneous patches; therapeutic patches; liquid patches; transdermal systems; patches; cataplasms; active pharmaceutical ingredient ; medicinal product; dosage form.

<https://doi.org/10.30857/2786-5371.2023.3.8>

УДК 678.7:
661.1:615.4

¹ШОЛОГОН В. І., ²ВАХІТОВ Р. А., ¹КАЛАФАТ К. В.,
¹ТАРАН Н. А., ²БЕССАРАБОВ В. І., ¹ВАХІТОВА Л. М.

¹ Інститут фізико-органічної хімії та вуглехімії ім. Л.М. Литвиненка НАН
України, Київ, Україна

² Київський національний університет технологій та дизайну, Україна

МОДИФІКАЦІЯ ТА АРМУВАННЯ ЕПОКСИДНИХ ПОКРИТТІВ ІНТУМЕСЦЕНТНОГО ТИПУ

Мета. Дослідження впливу наноречовин, армувального волокна, неорганічних антипіренів і їх сумішей на побудову захисного коксового шару та вогнезахисну ефективність епоксидних покриттів складу поліфосфат амонію/меламін/пентаеритрит/діоксид титану/епоксидна смола.

Методика. За модельну інтумесцентну систему обрано вогнезахисну поліфосфатну суміш, що містить епоксидну смолу бісфенолів А/В разом з поліамідоамінним затверджувачем. Методом термогравіметрії визначали вплив антипіренів та армувальних домішок на температурний режим розкладання інтумесцентного покриття. Коефіцієнт спучення та масу коксового залишку інтумесцентних композицій вивчали поетапно в інтервалі температур 200–800 °С. Вогневі випробування виконували у міні-печі в умовах стандартної пожежі згідно з методикою.

Результати. Досліджено вплив нанографіту, наноглини, мінерального волокна та неорганічних антипіренів на формування та фізичні характеристики коксового шару інтумесцентної системи поліфосфат амонію/меламін/пентаеритрит/епоксидна смола в інтервалі температур 200–800 °С. Визначено, що вогнезахисна ефективність покриття знижується в ряду: оксинітрат графіту/органомодифікований монтморилоніт > органомодифікований монтморилоніт > борат цинку > оксинітрат графіту/мінеральне волокно. Розроблено рецептуру інтумесцентної системи на основі епоксидної смоли з антипіренами та армуючими домішками (органомодифікований монтморилоніт, оксинітрат графіту, борат цинку та мінеральне волокно), ефективність якої доведена вогневими випробуваннями.

Наукова новизна. Вперше вивчено вплив оксинітрату графіту та його сумішей з наноречовинами та антипіренами на формування коксового шару та вогнезахисну ефективність епоксидного інтумесцентного покриття.

Практична значимість. Встановлено оптимальний склад наноречовин, армувального волокна та неорганічних антипіренів для конструювання інтумесцентних епоксидних покриттів з підвищеними вогнезахисними властивостями.

Ключові слова: вогнезахист сталевих конструкцій; епоксидна смола; інтумесцентне покриття; нанографіт; наноглина.

Вступ. Епоксидні інтумесцентні покриття [1, 2] є безальтернативними засобами вогнезахисту сталевих конструкцій, які можуть потенційно піддаватися впливу вуглеводневої пожежі [3] на об'єктах критичної інфраструктури [4]. Сталеві конструкції під час пожежі або вибуху на нафтогазових об'єктах зазнають руйнівного впливу високої температури та надлишкового тиску, що відповідає режиму вуглеводневої пожежі, коли протягом кількох хвилин температура досягає 1000 °С та вище [5]. Одним із способів забезпечення стійкості сталевих конструкцій та збереження несучої здатності у разі пожежі є обробка засобами пасивного вогнезахисту [1, 6, 7]. Сучасною тенденцією вогнезахисту об'єктів критичної інфраструктури є застосування покриттів на основі епоксидних зв'язуючих, основними характеристиками яких є хімічна та кліматична стійкість, низький вміст летючих речовин, життєвий цикл щонайменше 25 років, висока адгезія до металевих субстратів та ремонтпридатність [8–10]. В зв'язку з цим наукові розробки щодо пошуку ефективних рецептур з удосконаленими вогнезахисними, експлуатаційними, екологічними та технічними характеристиками епоксидних вогнезахисних покриттів є актуальним напрямком наукових досліджень з розвитку пасивного вогнезахисту [1, 6, 7, 11].

Загальним підходом до підвищення межі вогнестійкості сталевих конструкцій, що може забезпечити інтумесцентне покриття, є створення умов для зміцнення теплоізоляційного коксового шару, який є ключовим елементом вогнезахисту в умовах теплового впливу [11, 12]. Для цієї мети, як правило, застосовуються неорганічні та органічні антипірени [13, 14], наноструктурні вуглецеві матеріали, нанотрубки, графени [15, 16], армуючі термостійкі волокна [17–19]. Одним із напрямків підвищення термостійкості епоксидного полімеру (EP), а відповідно й вогнезахисної ефективності інтумесцентної системи (IFR) за його участю є утворення нанокомпозитів (НК) структури EP/наноглина (або нанографітові сполуки) [20, 21]. В цілому такий підхід до удосконалення інтумесцентного вогнезахисту демонструє свою ефективність [22, 23], але наукові дослідження з впливу різних класів антипіренів, нанододатків, армувальних компонентів не можна назвати систематичними та достатніми для теоретичних узагальнень. З огляду на різноманітність рецептур епоксидних вогнезахисних систем (поліфосфатні, боратні, термостійкі, тощо), а також на широкий асортимент антипіренових сполук та їх комбінацій, дослідження щодо пошуку оптимальних рецептур інтумесцентних епоксидних композицій є своєчасними та актуальними й мають вагоме наукове значення.

Постановка завдання. Метою дослідження є вивчення впливу наноречовин, армувального волокна, неорганічних антипіренів та їх сумішей на побудову захисного коксового шару та вогнезахисну ефективність епоксидних покриттів складу поліфосфат амонію/меламін/пентаеритрит/діоксид титану/епоксидна смола.

Поставлена мета передбачає вирішення двох пов'язаних між собою завдань:

- дослідити вплив нанографіту, наноглини, мінерального волокна та неорганічних антипіренів на формування та фізичні характеристики коксового шару інтумесцентної системи в інтервалі температур 200–800 °C;
- перевірити отримані результати шляхом вогневих випробувань в умовах міні печі.

Як модельну систему було обрано IFR складу поліфосфат амонію (APP)/меламін (MA)/пентаеритрит (PE)/діоксид титану (TiO_2)/епоксидна смола типу A/F. В умовах високих температур компоненти IFR взаємодіють між собою та утворюють теплоізоляційний коксовий шар, який протягом певного часу (R , хв) забезпечує несучу здатність сталевих конструкцій до досягнення нею критичної температури (500 °C).

Матеріали та обладнання. В дослідженні використовували епоксидну смолу Araldite GY 783 виробництва фірми Huntsman Advanced Materials (Швейцарія), поліфосфат амонію типу II CF-APP 201 виробництва Shifang Changfeng Chemical Co., Ltd. (Китай), пентаеритрит мікронізований марки RN-P40, меламін RN-M40 від Roshal Group. Як затверджувач інтумесцентної композиції застосовували поліамідоамінний аддукт Aradur 3745 виробництва Huntsman Advanced Materials (Швейцарія). Оксид нітрату графіту (ONG) отримували окисленням природного лускатого графіту як описано в роботі [24].

Досліджено фізико-хімічні параметри термічного розкладання системи APP/MA/PE/ TiO_2 /EP у присутності неорганічних антипіренів (борату цинку (ZnB) – $2\text{ZnO} \cdot 3\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 3,5\text{H}_2\text{O}$, гідроксиду алюмінію – $\text{Al}(\text{OH})_3$), наноречовин (оксиду нітрату графіту, наноглини – органомодифікованого монтморилоніту Garamite 7303 (oMMT) та мінеральних волокон торгової марки Lapinus (CF-30).

Приготування інтумесцентної композиції з епоксидною смолою. В лабораторний дисольвер поміщали епоксидну смолу та компоненти інтумесцентної системи у необхідних співвідношеннях. Суміш перемішували протягом 30 хв. і отримували відповідну інтумесцентну композицію (IFR0-IFR10, табл. 1). Волокна вмішувалися в композицію на низьких швидкостях обертів дисольверу (до 300 об/хв), щоб не подрібнити та не пошкодити структуру. Для затвердження до 100 г IFR додавали 20 г з поліамідоаміну Aradur 3745.

Суміш інтенсивно перемішували до утворення гомогенної субстанції та витримували при кімнатній температурі протягом 10 діб до повного формування вогнезахисного покриття. Виготовлення зразків, проведення термогравіметричних досліджень та визначення об'ємного коефіцієнту спучування K_v (см³/г) описано в роботах [25, 26].

Таблиця 1

Склад інтумесцентних композицій

Назва IFR	Компонент, мас. %									
	EP	APP	MA	PE	TiO ₂	ONG	CF-30	oMMT	Al(OH) 3	ZnB
IFR0	42	31	10	10	7	-	-	-	-	-
IFR1	38	31	10	10	7	4	-	-	-	-
IFR2	38	31	10	10	7	-	4	-	-	-
IFR3	38	31	10	10	7	-	-	4	-	-
IFR4	38	31	10	10	7	-	-	-	4	-
IFR5	38	31	10	10	7	-	-	-	-	4
IFR6	38	31	10	10	7	2	2	-	-	-
IFR7	38	31	10	10	7	2	-	2	-	-
IFR8	38	31	10	10	7	2	-	-	2	-
IFR9	38	31	10	10	7	2	-	-	-	2
IFR10	38	28	10	10	5	1	2	4		2

Вогневі випробування виконували у міні-печі згідно з методикою [26].

Результати дослідження. Дослідження хімії та фізики інтумесцентного захисту демонструють [11], що ефективність тонкошарових вогнезахисних покриттів, що спучуються, головним чином, визначається температурним режимом побудови коксового шару та його результуючою товщиною. При цьому маса коксового залишку, що утворюється в результаті термічних перетворень та формує каркас теплоізоляційного шару, визначає густину, а відповідно і міцність теплоізолюючого субстрату.

Формування коксового шару інтумесцентної композиції APP/MA/PE/TiO₂/EP/модифікатор. В табл. 2 представлені результати термогравіметричних (ТГА) досліджень композицій IFR0-IFR9. Окислювальну термічну деградацію IFR досліджували вивченням процесів втрати маси (рис. 1) та ступеню спучення (рис. 2) IFR-систем в атмосферних умовах: T_{20%}, T_{40%}, T_{50%}, T_{70%}, T_{80%} відповідають температурам, де втрата маси зразків складає 20, 40, 50, 70 та 80%.

Таблиця 2

Термогравіметричний аналіз епоксидних інтумесцентних композицій IFR0-IFR9

Назва IFR	T _{20%}	T _{40%}	T _{50%}	T _{70%}	T _{80%}	m, % (800 °C)	K, см ³ /г (800 °C)
IFR0	262	327	369	504	565	4,0	3
IFR1	259	341	361	519	652	13,0	9
IFR2	256	319	395	568	>800	21,0	18
IFR3	250	318	370	539	>800	24,0	33
IFR4	259	335	369	479	621	17,0	24
IFR5	241	311	355	488	761	18,8	21
IFR6	268	356	402	601	>800	27,1	27
IFR7	266	349	381	582	>800	21,9	45
IFR8	241	301	355	546	>800	25,8	21
IFR9	256	346	375	501	>800	24,7	24

Умовно термічне розкладання випробуваних епоксидних інтумесцентних покриттів поділяється на три етапи, які в допустимих межах співпадають із загальноприйнятим механізмом термічної деградації системи APP/MA/PE:

0–200 °С – повільна втрата маси, в основному за рахунок випаровування води та вивільнення з APP поліфосфорної кислоти і аміаку, антипірени в IFR практично не впливають на швидкість термічної деградації;

200–550 °С – інтенсивна втрата маси за рахунок реакції між компонентами IFR, які призводять до летких продуктів та до формування пористої структури вогнезахисного шару;

550–800 °С – повільна втрата маси створеного тугоплавкого каркасу, швидкість розкладання якого залежить від природи антипірену, що містить IFR

Саме на останньому етапі (550–800 °С) антипірени істотно знижують швидкість втрати маси та обумовлюють зсув ендотермічних процесів у більш високотемпературну область. За даними табл. 2 втрата маси на 70% IFR0, яка додатково не містить антипіренів, відбувається при 504 °С, в той час як для IFR6, що містить ONG та волокно CF-30, ця температура складає 601 °С.

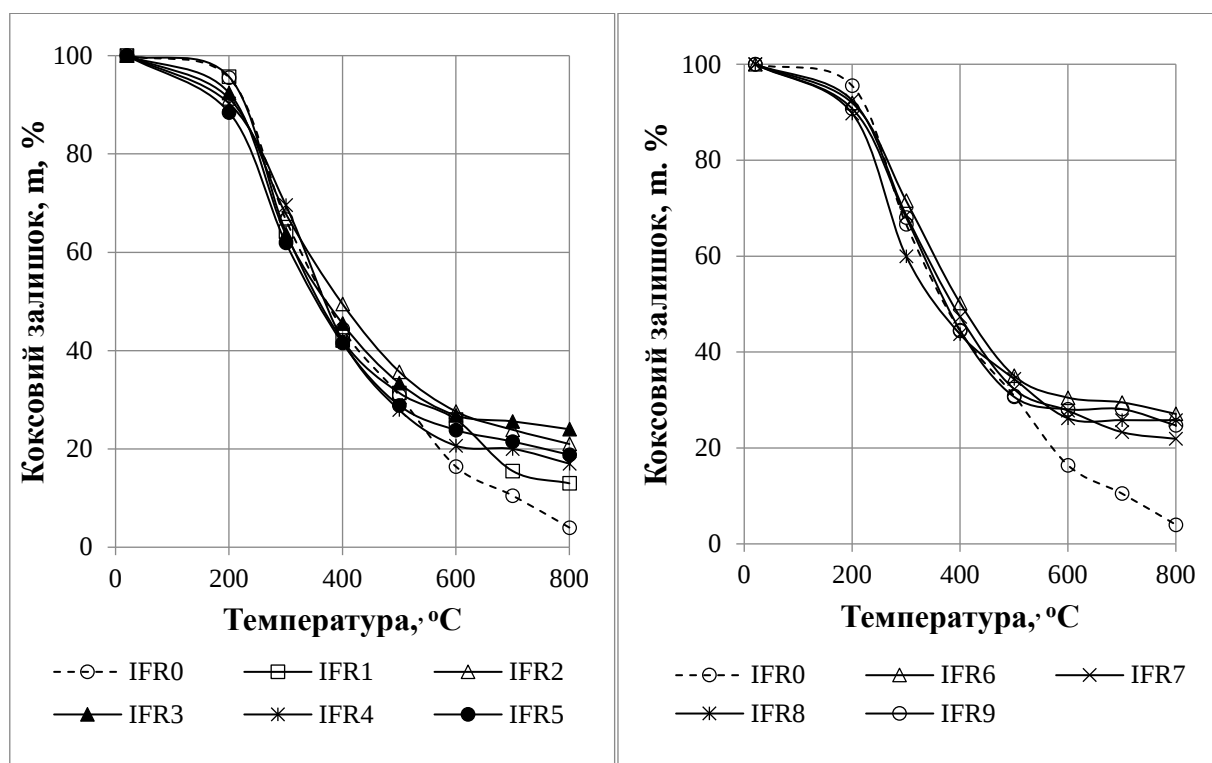


Рис. 1. Залежність маси коксового залишку m (%) інтумесцентних композицій від температури T (°С)

Загальним висновком з ТГА-досліджень є той факт, що антипірени, які присутні в IFR додатково до інтумесцентної системи APP/MA/PE, підвищують значення маси коксового залишку при максимальній температурі випробувань (800 °С). При цьому мінімальний ефект збільшення маси за даними табл. 2 спостерігається при застосуванні оксинітрату графіту – (IFR1, 13,0%), гідроксиду алюмінію – (IFR4, 17,0%), борату цинку – (IFR5, 18,8%). В той же час застосування сумішей ONG/Al(OH)₃ та ONG/ZnB дозволяє спостерігати синергічний ефект обох пар антипіренів, який проявляється в значеннях маси коксового залишку 25,8% (IFR8, табл. 2) та 24,7% (IFR9, табл. 2). У відсутності синергічної дії очікувані значення m мали б складати 15–16%.

Відомо, що позитивний внесок антипіренів, який полягає у максимальному збереженні маси коксового залишку, може нівелюватися пригніченням спучення IFR. Тому для ефективного вогнезахисту необхідно збереження співвідношення маси коксового залишку до коефіцієнту спучення, значення якого є прямою характеристикою густини утвореного коксу. Саме густина коксового каркасу є відповідною за такі важливі параметри як міцність та теплопровідність теплоізоляційного шару.

На рис. 2 наведені результати зі зміни коефіцієнта спучення K інтумесцентних композицій IFR0-IFR9. Характер залежності значення K для досліджених систем в інтервалі температур 200–800 °C демонструє, що зниження спучення спостерігається для IFR, які містять волокно Larinus CF-30 ($K_{\max} \approx 30$ при 400–500 °C, рис. 2), гідроксид алюмінію ($K_{\max} \approx 27$ при 400–500 °C, рис. 2), суміш ONG/Al(OH)₃ ($K_{\max} \approx 35$ при 400–450 °C, рис. 2). Ці зниження не є критичними для застосованих концентрацій антипіренів, але свідчать про тенденцію пригнічення спучення епоксидних інтумесцентних композицій сполуками, що містять у своєму складі оксиди алюмінію. Основними складовими мінерального волокна CF-30 є такі речовини: SiO₂ (39,8%), Al₂O₃ (19,0%), CaO (32,8%).

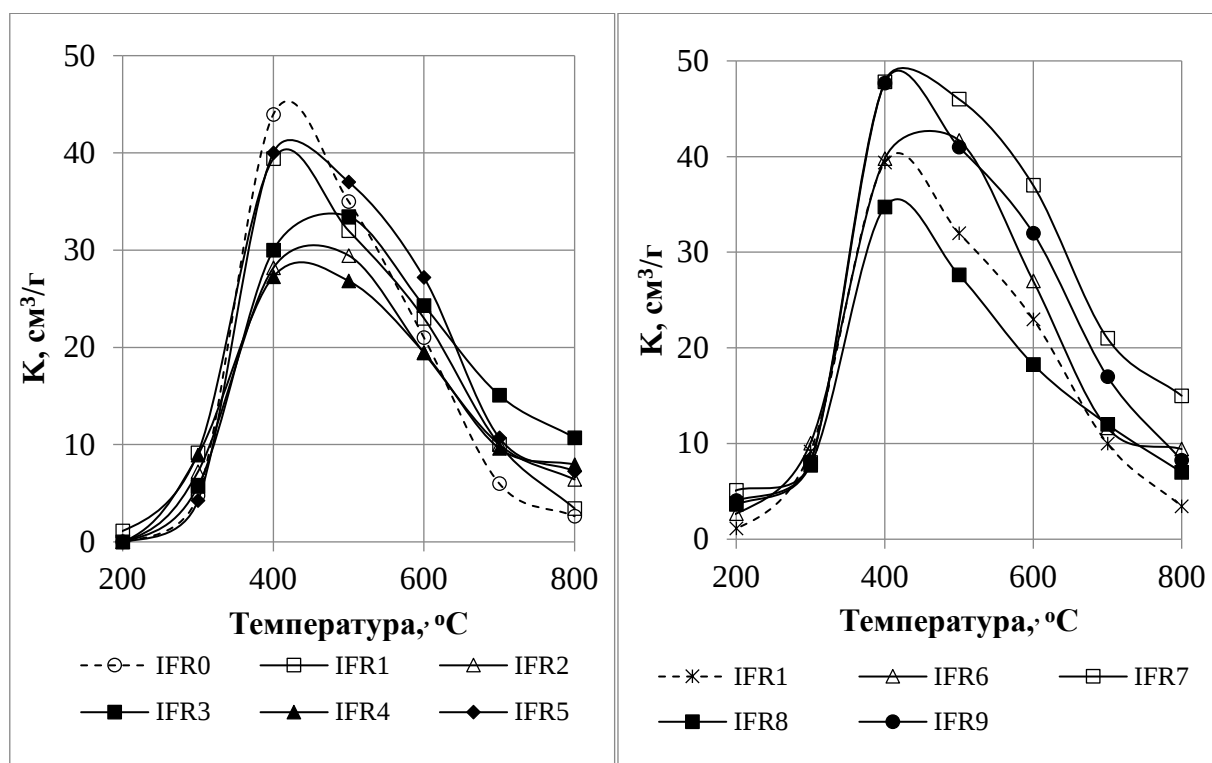


Рис. 2. Залежність коефіцієнта спучення K (см³/г) інтумесцентних композицій при варіюванні нанодомішки від температури T (°C)

Звичайно для теоретичного обґрунтування напрямку дії антипіренів на ефективність вогнезахисту чи на причину синергізму необхідне послідовне та детальне вивчення впливу антипіренів та їх сумішей на механізм хімічних перетворень протягом всього інтервалу підвищення температур. В свою чергу, отримані результати дозволяють визначити IFR, які за результатами проведеного експерименту можуть розглядатися як перспективні основи для конструювання нових ефективних засобів реактивного вогнезахисту за участю епоксидних полімерів. Якщо проводити вибір за значеннями найвищих показників $T_{80\%}$ (табл. 2), маси коксових залишків та коефіцієнта спучення (табл. 2, рис. 3), то найбільшою вогнезахисною ефективністю мають характеризуватися системи – IFR7 та IFR3, а найнижчою – IFR0 та IFR1.

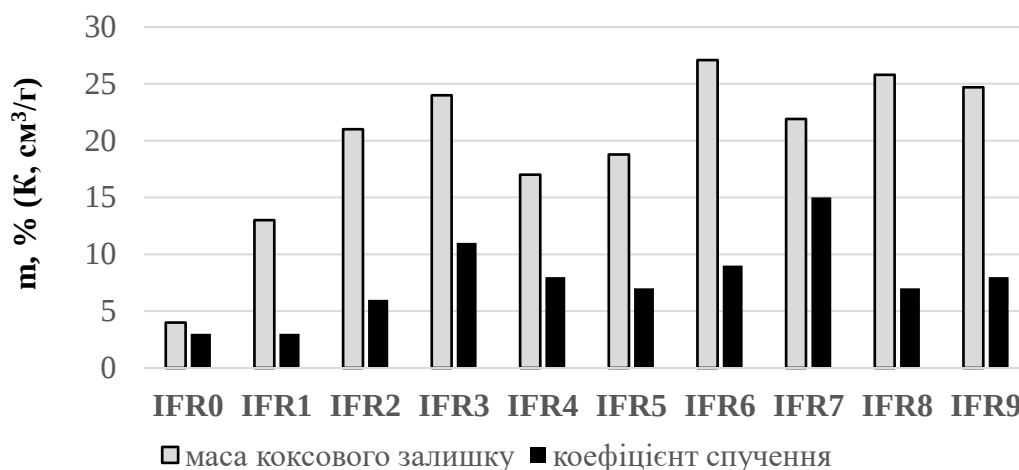


Рис. 3. Значення маси коксових залишків m (%) та коефіцієнта спучення K (см³/г) інтумесцентних композицій IFR при температурі 800 °C

Отримані результати дозволяють зробити попередні висновки про позитивний вплив шаруватих силікатів та їх комбінацій з наносполуками графіту на вогнезахисну ефективність епоксидних інтумесцентних композицій. Причиною такого впливу є насамперед каталітичне сприяння вивільненню фосфатної кислоти з APP, підвищення термостійкості епоксидної смоли за рахунок утворення нанокомпозиту полімер/глина, участь іонів металу наноглини у побудові теплоізоляційного каркасу та створення бар'єрних ефектів для відводу газів зі спученого шару [27]. Крім того, в роботі [28] наголошується на армуючій здатності монтморилоніту у складі нанокомпозитів з епоксидними смолами, що обумовлює зниження гідрофільності, підвищення вогнестійкості, довговічності та міцності покриття.

Позитивним внеском у побудову коксового шару характеризуються й мінеральні волокна CF-30, які як у вигляді індивідуальних домішок так і у парі з ONG забезпечують максимальні коксові залишки при 800 °C (IFR2 та IFR6, табл. 2). При цьому необхідні додаткові дослідження із з'ясування, що є головною причиною такого впливу волокна – армування коксового шару чи хімічна взаємодія основних складових (SiO_2 , Al_2O_3 , CaO) з компонентами інтумесцентної системи.

Вогневі випробування інтумесцентного покриття APP/MA/PE/ TiO_2 /EP/модифікатор. Перевірка гіпотез, отриманих при поетапному вивченні побудови коксового шару в інтервалі температур 200–800 °C, була здійснена шляхом порівняльних вогневих випробувань інтумесцентних покриттів IFR0–IFR9 в умовах міні-печі, як описано у роботі [25]. Склад компонентів композицій відповідає табл. 1, товщини покриттів, визначений час досягнення сталевими пластинами температури 500 °C (R , хв), а також значення лінійних коефіцієнтів спучення після проведення вогневих випробувань наведені у табл. 3.

За даними вогневих випробувань інтумесцентних покриттів (табл. 3) можливо узагальнити вплив неорганічних домішок на значення межі вогнестійкості покриття R (хв). Вогнезахисна ефективність, що забезпечує епоксидне покриття, знижується в ряду: IFR7 (ONG/оММТ, 47 хв) > IFR3 (оММТ, 45 хв) > IFR9 (ONG/ZnB, 43 хв) > IFR8 (ONG/ $\text{Al}(\text{OH})_3$, 41 хв) = IFR6 (ONG/CF-30, 41 хв). Слід зауважити, що в цілому, індивідуальні неорганічні антипірени (в композиціях IFR1, IFR2, IFR4, IFR5) незначно підвищують значення R в порівнянні з базовим покриттям IFR0. Виключенням є наноглина оММТ, присутність якої в композиції IFR3 обумовлює зростання вогнезахисної ефективності покриття на 55%. Такий ефект пов'язаний з багатофункціональністю наноглин в інтумесцентній системі: каталітичний вплив на процеси побудови коксового шару; створення додаткових центрів для формування вуглецевого каркасу; бар'єрні ефекти за рахунок наноструктури глини, тощо [27].

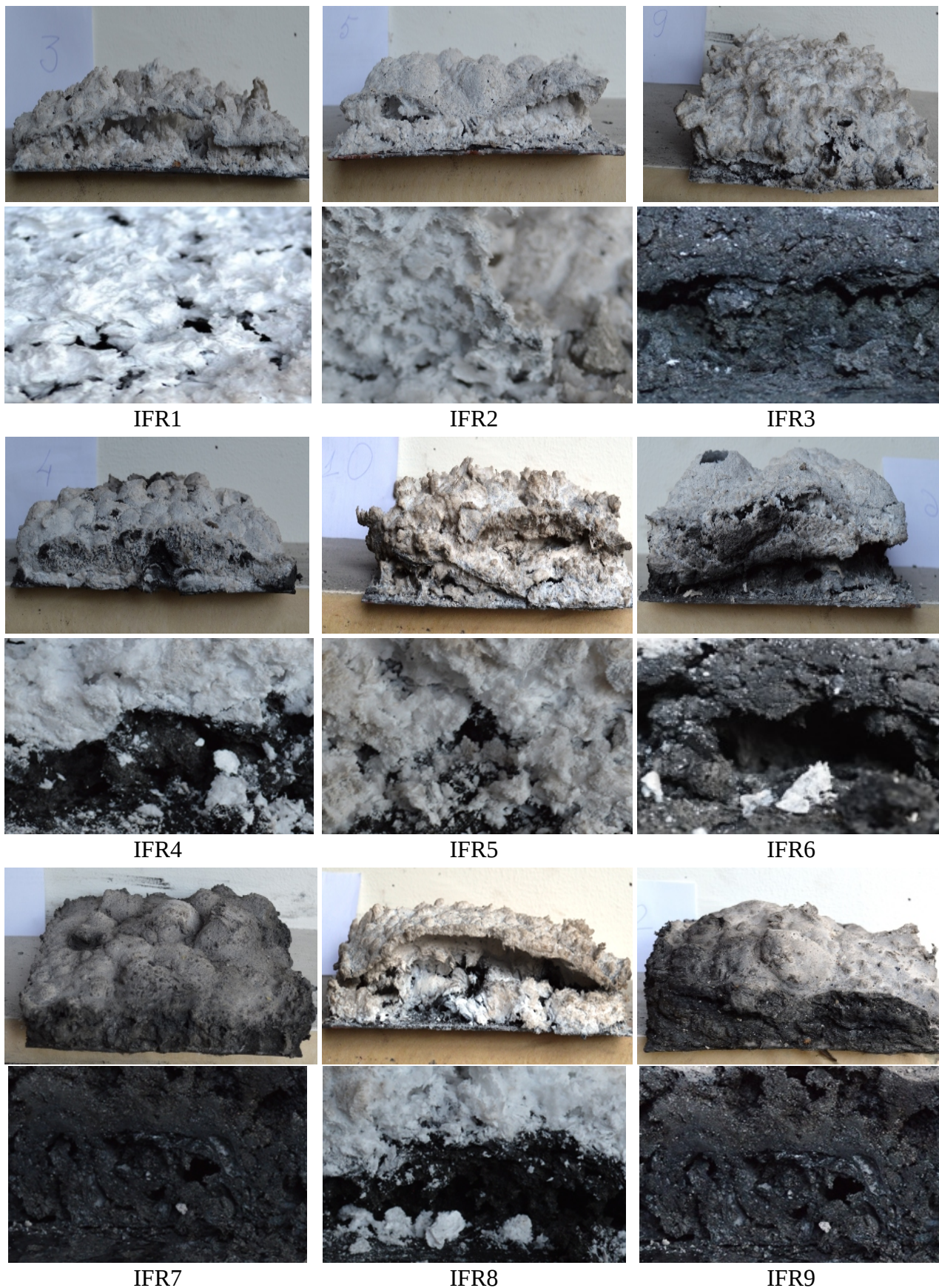


Рис. 4. Зовнішній вигляд коксового шару інтумесцентних композицій IFR після вогневих випробувань у міні-печі

Таблиця 3

Результати вогневих випробувань епоксидних інтумесцентних композицій IFR0–IFR10

Назва IFR	Товщина покриття, мм	Межа вогнестійкості, R, хв	K ¹⁾
IFR0	2,13	29	7
IFR1	2,09	30	9
IFR2	2,17	35	18
IFR3	2,08	45	15
IFR4	2,15	32	14
IFR5	2,07	35	16
IFR6	2,25	41	12
IFR7	2,06	47	18
IFR8	2,11	41	10
IFR9	2,21	43	14
IFR10	2,05	58	21

¹⁾ Лінійний коефіцієнт спучення.

На рис. 3 наведено візуалізацію експерименту з вогневих випробувань, де продемонстровано коксові залишки після вогневого впливу. Аналіз зовнішнього вигляду спученого шару після вогневого впливу дозволяє констатувати, що найбільш міцними та невичерпаними системами є IFR, які містять у своєму складі oMMT (IFR3), ONG/oMMT (IFR7), ONG/ZnB (IFR9). Експериментальні результати з поетапного вивчення формування захисного коксового шару в інтервалі температури 200–800 °C в сукупності з даними вогневих випробувань дозволяють змодельовати нову рецептуру IFR10, яка містить у своєму складі ефективну нанодомішку oMMT, армуючі волокна CF-30, неорганічний антипірен ZnB та додатковий агент спучення ONG (склад композиції IFR10 наведено у табл. 1).

За результатами вогневих випробувань у міні печі покриття IFR10 (табл. 3) забезпечує межу вогнестійкості сталевій пластини R = 58 хв, що значно перевищує значення R для IFR0–9, вивчених у цьому дослідженні. Цей результат є однозначним підтвердженням попередніх спостережень та висновків. Крім того розроблена рецептура інтумесцентної системи на основі епоксидної смоли може бути рекомендована як основа для розробки нових ефективних засобів вогнезахисту металевих конструкцій.

Висновки. Досліджено вплив нанографіту, наноглини, мінерального волокна та неорганічних антипіренів на формування та фізичні характеристики коксового шару інтумесцентної системи поліфосфат амонію/меламін/пентаеритрит/епоксидна смола в інтервалі температур 200–800 °C. Встановлено, що найбільш ефективною домішкою, відповідальною за вогнезахисну ефективність інтумесцентної системи, є органомодифікований монтморилоніт та його суміші з оксинітратом графіту. Розроблено рецептуру інтумесцентної системи на основі епоксидної смоли з антипіреновими та армуючими домішками (органомодифікований монтморилоніт, оксинітрат графіту, борат цинку та мінеральне волокно), ефективність якої доведена вогневими випробуваннями.

References

Література

- | | |
|--|---|
| <p>1. Kandola, B. K., Magnoni, F., Ebdon, J. R. (2022). Flame retardants for epoxy resins: Application-related challenges and solutions. <i>J. Vinyl. Addit. Technol.</i>, 8(1), 17–49.</p> <p>2. Gravit, M., Klementev, B., Shabunina, D. (2021). Fire protection of steel structures with epoxy coatings</p> | <p>1. Kandola B. K., Magnoni F., Ebdon J. R. Flame retardants for epoxy resins: Application-related challenges and solutions. <i>J. Vinyl Addit. Technol.</i> 2022. Vol. 8 (1). P. 17–49.</p> <p>2. Gravit M., Klementev B., Shabunina D. Fire protection of steel structures with epoxy coatings</p> |
|--|---|

- under cryogenic exposure. *Buildings*, 11(537), 1–11.
3. EN 1363-2:1999. Fire Resistance Tests – Part 2: Alternative and Additional Procedures. 16 p. URL: <https://nd.gostinfo.ru/document/6239985.aspx>.
4. Mojarad, A. A. S., Atashbari, V., Tantau, A. (2018). Challenges for sustainable development strategies in oil and gas industries. *Proceedings of the International Conference on Business Excellence*, 12(1), 626–638.
5. Gravit, M., Gumerova, E., Bardin, A., Lukinov, V. (2018). Increase of fire resistance limits of building structures of oil-and-gas complex under hydrocarbon fire. *Adv. Intell. Syst. Comput.*, 692, 818–829.
6. Yasir, M., Ahmad, F., Yusoff, P. S. M. M., Ullah, S., Jimenez, M. (2019). Latest trends for structural steel protection by using intumescent fire protective coatings: a review. *Sur. Eng.*, 36, 334–363.
7. Puri, R. G., Khanna, A. S. (2016). Intumescent coatings: A review on recent progress. *J. Coat. Technol. Res.*, 14, 1–20.
8. Hawileh, R. A., Kodur, V. K. R. (2018). Performance of reinforced concrete slabs under hydrocarbon fire exposure. *Tunn. Undergr. Space Technol.*, 77, 177–187.
9. Jimenez, M., Bellayer, S., Revel, B., Duquesne S., Bourbigot, S. (2013). Comprehensive study of the influence of different aging scenarios on the fire protective behavior of an epoxy based intumescent coating. *Ind. Eng. Chem. Res.*, 52(2), 729–743.
10. Zeng, Y., Weinell, C. E., Dam-Johansen, K., Ring, L., Kiil, S. (2020). Effects of coating ingredients on the thermal properties and morphological structures of hydrocarbon intumescent coating chars. *Prog. Org. Coat.*, 143, 105626.
11. Lucherini, A., Maluk, C. (2019). Assessing the onset of swelling for thin intumescent coatings under a range of heating conditions. *Fire Saf. J.*, 106, 1–12.
12. Sun, Q., Wang, J., Meng, X., Zhang, J., Yan, H. (2023). A novel high-efficient P/N/Si-containing APP-based flame retardant with a silane coupling agent in its molecular structure for epoxy resin. *Chin. J. Chem. Eng.*, 55, 137–147.
13. Li, K., Li, Y., Zou, Y. et al. (2023). Improving the fire performance of structural insulated panel core materials with intumescent flame-retardant epoxy resin adhesive. *Fire Technol.*, 59, 29–51.
14. Price, E. J., Covello, J., Tuchler, A., Wnek, G. E. (2020). Intumescent, epoxy-based flame-retardant coatings based on poly (acrylic acid) compositions. *ACS Appl. Mater. Interfaces.*, 16, 18997–19005.
- under cryogenic exposure. *Buildings*. 2021. Vol. 11. 537. P. 1–11.
3. EN 1363-2:1999. Fire Resistance Tests – Part 2: Alternative and Additional Procedures. 16 p. URL: <https://nd.gostinfo.ru/document/6239985.aspx>.
4. Mojarad A. A. S., Atashbari V., Tantau A. Challenges for sustainable development strategies in oil and gas industries. *Proceedings of the International Conference on Business Excellence*. 2018. Vol. 12(1) P. 626–638.
5. Gravit M., Gumerova E., Bardin A., Lukinov V. Increase of fire resistance limits of building structures of oil-and-gas complex under hydrocarbon fire. *Adv. Intell. Syst. Comput.* 2018. Vol. 692. P. 818–829.
6. Yasir M., Ahmad F., Yusoff P. S. M. M, Ullah S., Jimenez M. Latest trends for structural steel protection by using intumescent fire protective coatings: a review. *Sur. Eng.* 2019. Vol. 36. P. 334–363.
7. Puri R. G., Khanna A. S. Intumescent coatings: A review on recent progress. *J. Coat. Technol. Res.* 2016. Vol. 14. P. 1–20.
8. Hawileh R. A., Kodur V. K. R. Performance of reinforced concrete slabs under hydrocarbon fire exposure. *Tunn. Undergr. Space Technol.* 2018. Vol. 77. P. 177–187.
9. Jimenez M., Bellayer S., Revel B., Duquesne S., Bourbigot S. Comprehensive study of the influence of different aging scenarios on the fire protective behavior of an epoxy based intumescent coating. *Ind. Eng. Chem. Res.* 2013. Vol. 52(2). P. 729–743.
10. Zeng Y., Weinell C.E., Dam-Johansen K., Ring L., Kiil S. Effects of coating ingredients on the thermal properties and morphological structures of hydrocarbon intumescent coating chars. *Prog. Org. Coat.* 2020. Vol. 143. 105626.
11. Lucherini A., Maluk C. Assessing the onset of swelling for thin intumescent coatings under a range of heating conditions. *Fire Saf. J.* 2019. Vol. 106. P. 1–12.
12. Sun Q., Wang J., Meng X., Zhang J., Yan H. A novel high-efficient P/N/Si-containing APP-based flame retardant with a silane coupling agent in its molecular structure for epoxy resin. *Chin. J. Chem. Eng.* 2023. Vol. 55. P. 137–147.
13. Li K., Li Y., Zou Y. et al. Improving the fire performance of structural insulated panel core materials with intumescent flame-retardant epoxy resin adhesive. *Fire Technol.* 2023. Vol. 59. P. 29–51.
14. Price E. J., Covello J., Tuchler A., Wnek G. E. Intumescent, epoxy-based flame-retardant coatings based on poly (acrylic acid) compositions. *ACS Appl. Mater. Interfaces.* 2020. Vol. 16. P. 18997–19005.

15. Asante, J., Modiba, F., Mwakikunga, B. (2016). Thermal measurements on polymeric epoxy-expandable graphite material. *Int. J Polym. Sci.*, 2016, 1–12.
16. Gantayat, S., Prusty, G., Rout, D. R., Swain, S. K. (2015). Expanded graphite as a filler for epoxy matrix composites to improve their thermal, mechanical and electrical properties. *New Carbon Mater.*, 30(5), 432–437.
17. Shi, X.-H., Li, X.-L., Li, Y.-M., Li, Z., Wang, D.-Y. (2022). Flame-retardant strategy and mechanism of fiber reinforced polymeric composite: A review. *Composites Part B. Engineering.*, 233, 109663.
18. Ma, L., Liu, H., Wen, X., Szymańska K., Mijowska, E., Hao, C. et al. (2022). Polyhydric SiO₂ coating assistant to graft organophosphorus onto glass fabric for simultaneously improving flame retardancy and mechanical properties of epoxy resin composites, *Composites Part B. Engineerin*, 243, 110176.
19. Yasir, M., Ahmad, F., Megat-Yusoff, P. S. M., Ullah, S., Jimenez, M. (2019). Quantifying the effects of basalt fibers on thermal degradation and fire performance of epoxy-based intumescent coating for fire protection of steel substrate. *Progress in Organic Coatings*, 132, 148–158.
20. Mishra, T., Mandal, P, Rout, A. K., Sahoo, D. (2022). A state-of-the-art review on potential applications of natural fiber-reinforced polymer composite filled with inorganic nanoparticle. *Composites Part C. Open. Access. J. Sci.*, 9. 100298.
21. Hapuarachchi, T. D., Peijs, T., Bilotti, E. (2013). Thermal degradation and flammability behavior of polypropylene/clay/carbon nanotube composite systems. *Polym. Adv. Technol.*, 24 (3), 331–338.
22. Hofmann, D., Wartig, K. A., Thomann, R., Dittrich, B., Scharrel, B., Mülhaupt, R. (2013). Functionalized graphene and carbon materials as additives for melt-extruded flame retardant polypropylene. *Macromol. Mater. Eng.*, 298, 1322–1334.
23. Wang, X., Kalaliand, E. N., Wang, D.-Y. (2016). Two-Dimensional Inorganic Nanomaterials: A Solution to Flame Retardant Polymers. *Nanoscale Adv.*, 1, 1–16.
24. Sholohon, V. I., Vakhitov, R. A., Taran, N. A., Vakhitova, L. M., Bessarabov, V. I. (2022). Syntez ta identyfikatsiia oksynitratu hrafitu [Synthesis and identification of graphite oxynitrate]. *Tekhnolohii ta inzhynirynh = Technologies and engineering*, 5 (10), 67–79 [in Ukrainian].
15. Asante J., Modiba F., Mwakikunga B. Thermal measurements on polymeric epoxy-expandable graphite material. *Int. J Polym. Sci.* 2016. Vol. 2016. P. 1–12.
16. Gantayat S., Prusty G., Rout D. R., Swain S. K. Expanded graphite as a filler for epoxy matrix composites to improve their thermal, mechanical and electrical properties. *New Carbon Mater.* 2015. Vol. 30(5). P. 432–437.
17. Shi X.-H., Li X.-L., Li Y.-M., Li Z., Wang D.-Y. Flame-retardant strategy and mechanism of fiber reinforced polymeric composite: A review. *Composites Part B. Engineering.* 2022. Vol. 233. 109663.
18. Ma L., Liu H., Wen X., Szymańska K., Mijowska E., Hao C. et al. Polyhydric SiO₂ coating assistant to graft organophosphorus onto glass fabric for simultaneously improving flame retardancy and mechanical properties of epoxy resin composites, *Composites Part B. Engineering.* 2022. Vol. 243. 110176.
19. Yasir M., Ahmad F., Megat-Yusoff P. S. M., Ullah S., Jimenez, M. Quantifying the effects of basalt fibers on thermal degradation and fire performance of epoxy-based intumescent coating for fire protection of steel substrate. *Progress in Organic Coatings.* 2019. Vol. 132. P. 148–158.
20. Mishra T., Mandal P., Rout A. K., Sahoo D. A state-of-the-art review on potential applications of natural fiber-reinforced polymer composite filled with inorganic nanoparticle. *Composites Part C. Open. Access. J. Sci.* 2022. Vol. 9. 100298.
21. Hapuarachchi T. D., Peijs T., Bilotti E. Thermal degradation and flammability behavior of polypropylene/clay/carbon nanotube composite systems. *Polym. Adv. Technol.* 2013. Vol. 24 (3). P. 331–338.
22. Hofmann D., Wartig K. A., Thomann R., Dittrich B., Scharrel B., Mülhaupt R. Functionalized graphene and carbon materials as additives for melt-extruded flame retardant polypropylene. *Macromol. Mater. Eng.* 2013. Vol. 298. P. 1322–1334.
23. Wang X., Kalaliand E. N., Wtang D.-Y. Two-Dimensional Inorganic Nanomaterials: A Solution to Flame Retardant Polymers. *Nanoscale Adv.* 2016. Vol. 1. P. 1–16.
24. Шологон В. І., Вахітов Р. А., Таран Н. А., Вахітова Л. М., Бессарабов В. І. Синтез та ідентифікація оксинітрату графіту. *Технології та інжиніринг.* 2022. № 5 (10). С. 67–79.

25. Vakhitova, L. M., Plavan, V. P., Sholohon, V. I., Kalafat, K. V., Taran N. A., Bessarabov, V. I. (2020). Pidvyshchennia vohnezakhysnoi efektyvnosti intumestsentnykh epoksydnykh pokryttiv spolukamy interkalovanoho hrafitu [Improvement of fire protection efficiency of intumescent epoxy coatings with intercalated graphite compounds]. *Visnyk Kyivskoho natsionalnoho universytetu tekhnolohii ta dyzainu. Seriya Tekhnichni nauky = Bulletin of the Kyiv National University of Technologies and Design. Technical Science Series*, 6 (152), 55–65 [in Ukrainian].
26. Vakhitova, L., Drizhd, V., Taran, N., Kalafat, K., Bessarabov, V. (2016). The effect of organoclays on the fire-proof efficiency of intumescent coatings. *Eastern-European J. Enterp. Technol.*, 6/10 (84), 19–24.
27. Vakhitova, L. N. (2019). Fire retardant nanocoating for wood protection. In: *Nanotechnology in Eco-efficient Construction*. Publisher: Elsevier Ltd., 361–391.
28. Surendran, A, Pionteck, J., Kalarikkal, N., Thomas, S. (2022). Mechanical responses of epoxy/cloisite nanocomposites. *Mater. Chem. Phys.*, 2022, 125755.
25. Вахітова Л. М., Плаван В. П., Шологон В. І., Калафат К. В., Таран Н. А., Бессарабов В. І. Підвищення вогнезахисної ефективності інтумесцентних епоксидних покриттів сполуками інтеркальованого графіту. *Вісник Київського національного університету технологій та дизайну. Серія Технічні науки*. 2020. № 6 (152). С. 55–65.
26. Vakhitova L., Drizhd V., Taran N., Kalafat K., Bessarabov V. The effect of organoclays on the fire-proof efficiency of intumescent coatings. *Eastern-European J. Enterp. Technol.* 2016. № 6/10 (84). P. 19–24.
27. Vakhitova L. N. Fire retardant nanocoating for wood protection. In: *Nanotechnology in Eco-efficient Construction*. Publisher: Elsevier Ltd. 2019. P. 361–391.
28. Surendran A., Pionteck J., Kalarikkal N., Thomas S. Mechanical responses of epoxy/cloisite nanocomposites. *Mater. Chem. Phys.* 2022. 125755.

SHOLOGON VIKTOR

Candidate of Chemical Sciences, Department of Nucleophilic Reactions Research, L. M. Litvinenko Institute of Physical-Organic and Coal Chemistry of the National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine
<http://orcid.org/0000-0002-6249-5390>
Scopus Author ID: 6507045182
E-mail: Shologon@nas.gov.ua

KALAFAT KONSTANTIN

Candidate of Technical Sciences, Junior Researcher Department of Nucleophilic Reactions Research L. M. Litvinenko Institute of Physical-Organic and Coal Chemistry of the National Academy of Sciences of Ukraine
<https://orcid.org/0000-0001-6165-0005>
Scopus Author ID: 5719302971
E-mail: kalafat@nas.gov.ua

BESSARABOV VOLODYMYR

Doctor of Technical Sciences, Professor, Department of Nucleophilic Reactions Research, L. M. Litvinenko Institute of Physical-Organic and Coal Chemistry of the National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine; Department of Industrial Pharmacy, Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine
<http://orcid.org/0000-0003-0637-1729>
Scopus Author ID: 36917184700
Researcher ID: D-3425-2017
E-mail: v.bessarabov@kyivpharma.eu

VAKHITOV RAMIL

Postgraduate, Department of Applied Ecology, Technology of Polymers and Chemical Fibers, Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine
<http://orcid.org/0000-0002-9657-5743>
Researcher ID: rid30607
E-mail: vahitov89@gmail.com

TARAN NADIYA

Candidate of Chemical Sciences, Senior researcher Department of Nucleophilic Reactions Research, L. M. Litvinenko Institute of Physical-Organic and Coal Chemistry of the National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine
<http://orcid.org/0000-0003-1043-5596>
Scopus Author ID: 15119449100
E-mail: N.A.Taran@nas.gov.ua

VAKHITOVA LIUBOV

Candidate of Chemical Sciences, Senior researcher Department of Nucleophilic Reactions Research, L. M. Litvinenko Institute of Physical-Organic and Coal Chemistry of the National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine
<http://orcid.org/0000-0003-1923-7895>
Scopus Author ID: 8443383300
Researcher ID: J-9402-2016
E-mail: L.M.Vakhitova@nas.gov.ua

¹SHOLOHON V. I., ²VAKHITOV R. A., ¹KALAFAT K. V.,
¹TARAN N. A., ²BESSARABOV V. I., ¹VAKHITOVA L. M.

¹ L. M. Lytvynenko Institute of Physical and Organic Chemistry and Coal Chemistry
of the National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine

² Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine

MODIFICATION AND REINFORCEMENT OF INTUMESCENT EPOXY COATINGS

Purpose. To investigate the effect of nanosubstances, reinforcing fibres, inorganic fire retardants and their mixtures on the formation of a protective char layer and the fire retardant efficiency of epoxy coatings of the formulation ammonium polyphosphate/melamine/pentaerythritol/titanium dioxide/epoxy resin.

Methodology. A fire retardant polyphosphate mixture containing an epoxy resin of bisphenols A/F together with a polyamidoamine hardener was chosen as a model intumescent system. The effect of fire retardants and reinforcing additives on the temperature decomposition of the intumescent coating was determined by thermogravimetry. The intumescent coefficient and the weight of the char residue of the intumescent compositions were studied in stages in the temperature range of 200–800 °C. Fire tests were performed in a mini-oven under standard fire conditions according to the method.

Findings. The effect of nanographite, nanoclay, mineral fibre, and inorganic fire retardants on the formation and physical characteristics of the char layer of the ammonium polyphosphate/melamine/pentaerythritol/epoxy resin intumescent system in the temperature range of 200–800 °C was studied. It was found that the fire protection efficiency of the coating decreases in the following order: graphite oxynitrate/organomodified montmorillonite > organomodified montmorillonite > zinc borate > graphite oxynitrate/mineral fibre. The formulation of an intumescent system based on epoxy resin with fire retardant and reinforcing additives (organomodified montmorillonite, graphite oxynitrate, zinc borate and mineral fibre) was developed, the effectiveness of which was proved by fire tests.

Scientific novelty. The influence of graphite oxynitrate and its mixtures with nanosubstances and fire retardants on the formation of the char layer and the fire protection efficiency of the epoxy intumescent coating was studied for the first time.

Practical significance. The optimum composition of nanosubstances, reinforcing fibre and inorganic fire retardants for the design of intumescent epoxy coatings with enhanced fire protection properties has been established.

Keywords: fire protection of steel structures; epoxy resin; intumescent coating; nanographite; nanoclay.

ЗАГАЛЬНІ ВИМОГИ ЩОДО ПОДАННЯ РУКОПISУ СТАТЕЙ наукового фахового видання «Технології та інжиніринг» (Technologies and Engineering)

Редакційна колегія журналу «Технології та інжиніринг» приймає до розгляду наукові статті авторів за матеріалами досліджень і науково-технічних розробок. Подані статті розглядаються редакційною колегією журналу «Технології та інжиніринг», і після отримання позитивної рецензії приймаються до публікації.

ПРАВИЛА ПОДАННЯ РУКОПISІВ СТАТЕЙ

Для публікації автори подають в редакцію журналу:

(ЕТАП 1) Подаються 2 електронних файли рукопису на електронну адресу vistnuk@knutd.edu.ua:

– один файл – в текстовому редакторі *Microsoft Word* for Windows (версії 97/2000/XP/2003).

Назва файлів: *Прізвище_statja_ukr.docx* та *Прізвище_statja_ukr.pdf*

В темі листа обов'язково вказується: Стаття у «Технології та інжиніринг».

- Другий файл – сканована копія заяви на перевірку на ознаки академічного плагіату (Додаток 3).

Після отримання електронного примірника рукопису наукової статті, Редакція направляє підтвердження щодо прийняття матеріалів на анонімне рецензування (у разі результату на ознаки академічного плагіату менше 9,99% схожості у Системі "Unicheck"). У разі необхідності Редакція направляє автору (-ам) пропозиції врахувати зауваження при підготовці статті та доопрацювати її.

(ЕТАП 2) Остаточнo, після доопрацювання, до Редакції подаються:

1) 1 узгоджений електронний варіант статті (файл – Word формату). Назва файлу: *Прізвище_statja_ukr.docx*;

2) відомості про автора (-ів) (укр. та англ. мовами): ПІБ, вчений ступінь та звання, місце роботи (навчання), посада, місто, телефон, e-mail.

Назва файлу: *Прізвище_vidom.docx*;

3) угоду про публікацію з автором (-ами) статті про авторські права;

4) оригінал платіжного документа, який засвідчує оплату за публікацію. **ОПЛАТА ЗДІЙСНЮЄТЬСЯ ПІСЛЯ ВНУТРІШНЬОГО РЕЦЕНЗУВАННЯ ТА ПРИЙНЯТТЯ СТАТТІ ДО ДРУКУ.**

Відсутність зазначеного вище, а, також, відсутність підписів авторів або узгоджувачих віз, невідповідність вимогам засобу комунікації, наявність орфографічних, граматичних та стилістичних помилок, нехтування необхідністю дотримання лексичних, граматичних і стилістичних норм мови перекладу – є підставою для відмови в опублікуванні статті.

Датою надходження рукопису статті в редакцію вважається дата надсилання її **кінцевого варіанту**. Номер журналу, в якому публікуються подані матеріали, визначається редакцією журналу. До друку приймаються рукописи, які раніше не були опубліковані в друкованих та електронних виданнях. Передрук та інше використання публікацій журналу здійснюється тільки за погодженням з редакцією та обов'язковим посиланням на джерело.

ПОСЛІДОВНІСТЬ СТРУКТУРНИХ ЕЛЕМЕНТІВ СТАТТІ:

УДК: Times New Roman, кегль – 12 pt, без абзацу, міжрядковий інтервал – 1, вирівнювання по лівому краю, прописними літерами;

ПРІЗВИЩЕ ІМ'Я по-БАТЬКОВІ автора (-ів): Times New Roman, кегль – 12 pt, з абзацним відступом – 0,5 см, міжрядковий інтервал – 1, прописні, вирівнювання по лівому краю;

Назва установи (закладу): Times New Roman, кегль – 11 pt, міжрядковий інтервал – 1, з абзацним відступом – 0,5 см, вирівнювання по лівому краю;

НАЗВА СТАТТІ: Times New Roman, кегль – 12 pt, міжрядковий інтервал – 1, прописні, напівжирні, з абзацним відступом – 0,5 см, вирівнювання по лівому краю.

Порожній рядок.

Анотація до статті **українською** мовою: Times New Roman, кегль – 11 pt, курсив, з абзацним відступом – 1,25 см, міжрядковий інтервал – 1, вирівнювання по ширині, назва рубрик – напівжирним;

Анотація (UA) не менше 1800 знаків. Рубрики анотації:

- Мета.
- Методика.
- Результати.
- Наукова новизна.

- Практична значимість.

Ключові слова анотації українською мовою: назва – *напівжирний курсив*, Times New Roman, кегль – 11 pt, міжрядковий інтервал – 1, з абзацним відступом – 1,25 см.; перелік ключових слів: 5–6 слів чи словосполучень, Times New Roman, кегль – 11 pt, вирівнювання по ширині;

Порожній рядок.

Основний текст статті: Times New Roman, кегль – 12 pt, міжрядковий інтервал – 1, з абзацним відступом – 1,25 см., вирівнювання по ширині.

Наукова стаття передбачає таку **послідовність** структурних елементів **текстової частини**:

– **Вступ** – постановка проблеми у загальному вигляді та її зв'язок з важливими практичними завданнями (5–10 рядків); актуальність і доцільність питання (5–10 рядків); останні дослідження та публікації, на які спирається автор, виділення невіршених частин загальної проблеми, котрим присвячується дана стаття (звичайно ця частина статті становить близько 1/3 сторінки).

– **Постановка завдання** – формулювання цілей статті. Вказаний розділ вельми важливий, бо з нього читач визначає корисність для себе пропонованої статті; мета статті впливає з постановки загальної проблеми і огляду раніше виконаних досліджень, тобто дана стаття має на меті ліквідувати “білі плями” у загальній проблемі (обсяг цієї частини статті 5–10 рядків).

– **Результати дослідження** – виклад власне матеріалу дослідження (від 5–6 сторінок тексту). Невеликий обсяг потребує виділення головного у матеріалах дослідження; іноді можна обмежитися тільки формулюванням мети дослідження, короткою згадкою про метод вирішення задачі і викладом отриманих результатів; якщо на обсяг статті не має суворих обмежень, то доцільно описати методику дослідження повніше.

– **Висновки** – у закінченні наводяться висновки з даного дослідження і стисло подаються перспективи подальших розвідок у цьому напрямку.

Таблиця: Times New Roman, кегль – 12 pt, міжрядковий інтервал – 1, вирівнювання по центру, без абзацу. Згадана в тексті таблиця позначається скорочено (табл. 4). Всі таблиці, якщо їх декілька, нумерують арабськими цифрами в межах всього тексту: *Таблиця 1, Таблиця 2, ..., тощо*. Таблиці забезпечують тематичними заголовками, які розташовують з лівого боку сторінки перед таблицею і пишуть з прописної букви, *курсивом*, без крапки на кінці.

Вміст таблиці: Times New Roman 10/12pt, інтервал 1. Якщо цифрові або інші дані в певному елементі таблиці не подають, там обов'язково ставлять прочерк. У разі потреби таблиця забезпечується примітками, що поміщаються під таблицею. При перенесенні таблиці на наступну сторінку слід пронумерувати граfi і продовжити їх нумерацію. Нову сторінку почати зі слів «*Продовження табл. 1*». Заголовок таблиці не повторюють.

Після таблиці – порожній рядок.

Рисунки (діаграми, фото та ін.) подаються у кольоровому та чорно-білому зображенні разом із текстом у місцях посилань на них та обов'язково в окремих файлах (*.TIFF, *.jpg та ін.) з роздільністю 300 dpi. Бажана ширина рисунків – 9 см або не більше 17 см для карт, схем та інших об'ємних матеріалів. Рисунок має бути розташований по центру, **без обтікання текстом**. Рисунки розміщують „в тексті“, (не в таблицях). Символи, підписи, лінії рисунків слід виконувати таким чином, щоб вони сприймалися. Підписи до рисунків повинні містити нумерацію в порядку розміщення в тексті.

У тексті на ілюстрацію робляться посилання, що містять порядкові номери, під якими ілюстрації поміщені в статті. Всі ілюстрації, якщо їх декілька, нумерують арабськими цифрами в межах всього тексту: рис. 1, рис. 2, ..., тощо. Якщо в тексті тільки одна ілюстрація, то номер їй не привласнюється і слово «рисунок» не пишуть. Ілюстрації забезпечують тематичними заголовками, які розташовують посередині сторінки після рисунку і пишуть з прописної букви, **напівжирним**, без крапки на кінці. Кожну ілюстрацію необхідно забезпечувати підписом, знизу ілюстрації, розкриваючи його зміст, який повинен відповідати основному тексту і самій ілюстрації. В підписі дається, також, розшифровка умовних позначень (цифрових та буквених).

Після ілюстрації – порожній рядок.

Формули в статтях мають бути набрані за допомогою редактора формул (внутрішній редактор формул в редакторі Microsoft Word for Windows). Прості формули та символи, що їх складають, набираються за допомогою редактора формул, стиль – математичний (курсив), розмір формул – 10 pt. Складні формули набирають у редакторі Microsoft Equation. Формули завдовжки понад 8 см розбивають на окремі блоки до 8 см (за окремими винятками – 17 см). Формули відокремлюють від тексту зверху та знизу одним інтервалом. Нумерація формул, на які є посилання в тексті, – справа в дужках. Усі *фізичні величини* подаються в системі СІ. Цілі частини від десяткових відокремлюються комою. Формули набираються в редакторі формул **MathType** та розташовуються по центру (без абзацу) рядка, нумерація цифрова, наскрізна. Номер формули (у круглих дужках, Times New Roman, кегль – 12 pt) розташовується по правому краю сторінки на одному рівні з формулою. Пояснення значень символів і числових коефіцієнтів розташовують безпосередньо під формулою, у тій послідовності, у якій вони представлені у формулі. Кожне значення необхідно пояснювати в новому абзаці з відступом 75 мм. Перший ряд пояснень начитають зі слова «де» (без відступу).

Список використаної літератури – елемент бібліографічного апарату, котрий містить описи використаних джерел. Список використаної літератури приводиться наприкінці статті. При цитуванні літератури в тексті необхідно вказувати номер у квадратних дужках, наприклад [1]. Нумерація літератури в порядку згадування,

арабськими цифрами, дотримуючись наскрізної нумерації: Times New Roman 12 pt, міжрядковий інтервал 1, без абзацного відступу, вирівнювання по ширині.

Список джерел – не менше 10 позицій, мовами оригіналу, оформляється згідно з ДСТУ 3017: 2015. У тексті рукопису посилання на літературу ставляться в квадратні дужки.

References – Times New Roman 11 pt, міжрядковий інтервал 1,0, без абзацного відступу, вирівнювання по ширині. Транслітерований (*транслітерація з укр. мови* – <http://www.slovyk.ua/services/translit.php>; з рос. – <http://www.fotosav.ru/services/transliteration.aspx>) та перекладений англійською список літератури з дотриманням вимог міжнародних стандартів оформлення бібліографічних посилань.

Порожній рядок.

В кінці надається коротко інформація англійською мовою Times New Roman, кегль – 10 pt, прописні, міжрядковий інтервал – 1, назва рубрик – курсив.

Приклад:

IVANOV YURI

PhD, Professor

Department of Applied Ecology, Technology of Polymers and Chemical Fibers of the Kyiv National University of Technologies and Design

<https://orcid.org/0000-0001-8718-1202>

Scopus Author ID: 9134000100

Researcher ID: H-6012-2020

e-mail: обо 'язково

Анотація (EN) не менше 1800 знаків.

ПРИЗВИЩЕ І. Б. автора (-ов): Times New Roman, кегль – 12 pt, прописні, міжрядковий інтервал – 1, без абзацу, вирівнювання по центру.

Назва установи (закладу): Times New Roman, кегль – 11 pt, курсив, міжрядковий інтервал – 1, без абзацу, вирівнювання по центру.

НАЗВА СТАТТІ: Times New Roman, кегль – 12pt, міжрядковий інтервал – 1, прописні, напівжирні, без абзацу, вирівнювання по центру.

Анотація до статті англійською мовою: Times New Roman, кегль – 11 pt, з абзацним відступом – 1,25 см., міжрядковий інтервал – 1, вирівнювання по ширині, назва рубрик – **напівжирним**;

Рубрики анотації:

- Purpose.
- Methodology.
- Findings.
- Originality.
- Practical value.

Ключові слова анотації англійською мовою: назва – **напівжирний**, Times New Roman, кегль – 11 pt, міжрядковий інтервал – 1, з абзацним відступом – 1,25 см.; перелік ключових слів: 5 – 6 слів чи словосполучень, Times New Roman, кегль – 11 pt, *курсив*, вирівнювання по ширині.

Застосування автоматичного перекладу наукового тексту (статті, анотації, тощо) **НЕ ДОПУСКАЄТЬСЯ**. Переклад (статті, анотації, тощо) має бути належної якості.

Остаточний висновок щодо публікації схвалює редакційна колегія журналу та повідомляє автора (-ів) телефонним дзвінком або повідомленням по електронній пошті.

Редакція лишає за собою право на незначне редагування та скорочення, зберігаючи при тому головні висновки та авторську стилістику. **Статті, оформлені без дотримання зазначених вимог, розглядатися не будуть**

Статті приймаються на поштову скриньку: vistnuk@knutd.edu.ua.

Банківські реквізити видання «Технології та інжиніринг» для перерахування оплати за публікацію наукової статті (вартість 1 стор. формату А4 коштує 60 грн):

Одержувач: Київський національний університет технологій та дизайну

Код ЄДРПОУ отримувача: 02070890

Банк отримувача: ДКСУ у м. Києві

Код банку отримувача: 820172

Розрахунковий рахунок: **UA038201720313251003202003551**

Призначення платежу: П.І.Б. (автора (-ів) публікації) – Технічні науки.

ТЕХНОЛОГІЇ ТА ІНЖИНІРИНГ

Комп'ютерний набір та макетування

КРИВОНОС Олена

Технічний редактор

ПАНАСЮК Ігор

Відповідальний за поліграфічне виконання

ОВЕЧКІНА Лілія

Підп. до друку 30.06.2023. Формат 60×84 1/8.
Ум. друк. арк. 10,68. Облік. вид. арк. 8,36. Наклад 100 пр. Зам. 1931.

Видавець і виготовлювач Київський національний університет технологій та дизайну.
вул. Мала Шияновська, 2, м. Київ, 01011, Україна.

Свідоцтво про державну реєстрацію друкованого засобу масової інформації
Серія КВ №24822–14762 ПР від 19.04.2021р.

Свідоцтво про внесення суб'єкта видавничої справи до державного реєстру видавців,
виготівників і розповсюджувачів видавничої продукції ДК № 993 від 24.07.2002.

TECHNOLOGIES AND ENGINEERING

Computer Typesetting & Modeling

KRYVONOS Olena

Technical Editor

PANASIUK Ihor

Responsible for printing

OVECHKINA Liliia

Printing proof 30.06.2023. Format 60×84 1/8.
Conditional sheet 10.68. Calculated sheet 8.36. Circulation 100 copies. Order N 1931.

KNUTD Instant Printing Department.
Mala Shyianovska Street, 2, Kyiv, 01011, Ukraine.

Certificate KB №24822–14762 ПР від 19.04.2021 р.

Certificate ДК № 993, 24.07.2002.