

ISSN 2786-5371

TECHNOLOGIES AND ENGINEERING

ТЕХНОЛОГІЇ ТА ІНЖИНІРИНГ



Том 27, № 3, 2026



МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

**ТЕХНОЛОГІЇ
ТА
ІНЖИНІРИНГ**

Том 27, № 3, 2026

DOI:10.30857/2786-5371.2026.3

Наукове фахове видання

Періодичність виходу: 6 разів на рік

Дата заснування: грудень 1999 р.

Київ 2026

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).

Том 27, № 3, 2026

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

Журнал зареєстровано як суб'єкт у сфері друкованих медіа – ідентифікатор R30-05423 (Рішення Національної Ради від 08.08.2024 р. №2520).

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, 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:

Валейка Віргіліус – PhD, професор кафедри хімії та технології полімерів
Каунаського технологічного університету, Литва.

Заступник

головного редактора:

Плаван Вікторія Петрівна – доктор технічних наук, професор, Лауреат
Державної премії України в галузі науки і техніки, завідувачка кафедри
хімічних технологій та ресурсозбереження Київського національного
університету технологій та дизайну, Україна.

**Відповідальний
секретар:**

Кривонос Олена Олександрівна.

Тематична спрямованість журналу «Технології та інжиніринг»: фундаментальні і прикладні дослідження в галузі хімії, хімічних технологій та фармацевції. Особлива увага приділяється питанням розробки, дослідження та впровадження ресурсоефективних, енергозберігаючих процесів хімії, хімічних технологій та фармацевції, екологічної безпеки хімічних і фармацевтичних виробництв, впровадження принципів «зеленої» хімії, а також переробки відходів та вторинної сировини.

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@knuetd.edu.ua; <http://vistnyk.knuetd.edu.ua/>

Рекомендовано до друку Вченою радою Київського національного університету технологій та дизайну, протокол № 10 від 29.05.2026 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**

Volume 27, Issue 3, 2026

DOI:10.30857/2786-5371.2026.3

Scientific Specialized Edition

Issued: 6 times a year

Founded: December, 1999

Kyiv 2026

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).

Vol. 27, № 3, 2026

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

The magazine is registered as an entity in the field of print media – identifier R30-05423 (Decision of the National Council dated August 8, 2024 No. 2520).

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:

Valeika Virgilijus – professor, PhD, Department of Polymer Chemistry and Technology, Kaunas University of Technology, Lithuania.

Deputy Editor:

Viktoriia Plavan – Doctor of Technical Sciences, Professor, Laureate of the State Prize of Ukraine in the field of science and technology, head of the Department of Chemical Technologies and Resource Conservation, Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine.

Executive secretary:

Olena Kryvonos

Thematic focus of the journal "Technologies and Engineering": fundamental and applied research in the field of chemistry, chemical technologies and pharmacy. Special attention is paid to the issues of development, research and implementation of resource-efficient, energy-saving processes of chemistry, chemical technologies and pharmacy, environmental safety of chemical and pharmaceutical production, implementation of the principles of "green" chemistry, as well as waste and secondary raw materials processing.

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@knuvd.edu.ua; <http://vistnyk.knuvd.edu.ua/>

Recommendations from Science Council of Kyiv National University of Technologies and Design, Protocol № 10, originating date 29.05.2026.

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"**

Валейка Віргіліус – PhD, професор кафедри хімії та технології полімерів Каунаського технологічного університету, Литва – *головний редактор*, ORCID: [0000-0003-4974-7626](https://orcid.org/0000-0003-4974-7626), [Scopus Author ID: 6505925938](https://scopus.com/authid/detail.url?authorID=6505925938).

Плаван Вікторія Петрівна – доктор технічних наук, професор, Лауреат Державної премії України в галузі науки і техніки, завідувачка кафедри хімічних технологій та ресурсозбереження Київського національного університету технологій та дизайну, Україна – *заступник головного редактора*, ORCID: [0000-0001-9559-8962](https://orcid.org/0000-0001-9559-8962), [Scopus Author ID: 6603130130](https://scopus.com/authid/detail.url?authorID=6603130130).

Хоменко Володимир Григорович – доктор технічних наук, професор, професор кафедри хімічних технологій та ресурсозбереження Київського національного університету технологій та дизайну, Лауреат Національної премії України імені Бориса Патона, Україна, ORCID: [0000-0003-0013-8010](https://orcid.org/0000-0003-0013-8010), [Scopus Author ID: 7004402598](https://scopus.com/authid/detail.url?authorID=7004402598).

Савченко Богдан Михайлович – доктор технічних наук, професор, професор кафедри хімічних технологій та ресурсозбереження Київського національного університету технологій та дизайну, Україна, ORCID: [0000-0002-8636-5734](https://orcid.org/0000-0002-8636-5734), [Scopus Author ID: 57212779258](https://scopus.com/authid/detail.url?authorID=57212779258).

Іщенко Олена Володимирівна – доктор технічних наук, професор, професор кафедри промислової фармації Київського національного університету технологій та дизайну, Україна, ORCID: [0000-0002-9510-6005](https://orcid.org/0000-0002-9510-6005), [Scopus Author ID: 57200013816](https://scopus.com/authid/detail.url?authorID=57200013816).

Бессарабов Володимир Іванович – доктор технічних наук, професор за кафедрою промислової фармації, директор Інституту фізико-органічної хімії і вуглекімії ім. Л.М. Литвиненка НАН України, Україна, ORCID: [0000-0003-0637-1729](https://orcid.org/0000-0003-0637-1729), [Scopus Author ID: 36917184700](https://scopus.com/authid/detail.url?authorID=36917184700).

Мокроусова Олена Романівна – доктор технічних наук, професор, Лауреат Державної премії України в галузі науки і техніки, професор кафедри товарознавства та митної справи Державного торговельно-економічного університету, Україна, ORCID: [0000-0003-1943-8048](https://orcid.org/0000-0003-1943-8048), [Scopus Author ID: 42062042800](https://scopus.com/authid/detail.url?authorID=42062042800).

Миронюк Олексій Володимирович – доктор технічних наук, професор, завідувач кафедри хімічної технології композиційних матеріалів Національного технічного університету України КПІ ім. Сікорського, Україна, ORCID: [0000-0003-0499-9491](https://orcid.org/0000-0003-0499-9491), [Scopus Author ID: 57190497257](https://scopus.com/authid/detail.url?authorID=57190497257).

Коваленко Сергій Іванович – доктор фармацевтичних наук, професор за кафедрою фармацевтичної хімії, головний науковий співробітник НДІ хімії і геології Дніпровського національного університету ім. Олеся Гончара, Україна, ORCID: [0000-0001-8017-9108](https://orcid.org/0000-0001-8017-9108), [Scopus Author ID: 55423997600](https://scopus.com/authid/detail.url?authorID=55423997600).

Карпічев Євген – PhD, старший науковий співробітник, кафедра хімії та біотехнології, керівник групи в Талліннському технологічному університеті, Естонія, ORCID: [0000-0003-2322-6750](https://orcid.org/0000-0003-2322-6750), [Scopus Author ID: 57217491899](https://scopus.com/authid/detail.url?authorID=57217491899).

ЗМІСТ

1. **Швець В., Ляшок І.**
Вплив фітоекстрактів на реологічну поведінку та щільність полімерних матриць полівінілового спирту/карбоксиметилкромалю у технології стоматологічних плівок 8
2. **Грінченко В., Сікорський О.**
Сучасні методи випробувань сульфатостійкості для оцінювання довговічності бетону: систематичний огляд 17
3. **Параска О., Негоруй В., Горбань А.**
Біотехнологічні підходи до створення інноваційних нетканих матеріалів з антимікробними властивостями 28
4. **Хоменко Вол., Нікулін Д., Бутенко О., Хоменко Вл.**
Одержання високочистого сферодизованого графіту для анодів літій-іонних акумуляторів 41
5. **Лижнюк В., Лісовий В., Удовицький В., Ковалевська О., Гой А., Бессарабов В.**
Вплив полівінілпіролідону та неіоногенної поверхнево-активної речовини на фазову розчинність діосміну: термодинамічний аналіз 49
6. **Потупа В., Гусейнова К., Майстренко Л., Шкотова Л., Волошина І.**
Біогенні наночастки срібла як інструмент антифунгального контролю та біобезпеки довкілля 63
7. **Іщенко О., Кучинська Д., Охріменко І., Сумська О.**
Кінетика вивільнення лідокаїну гідрохлориду з гідрогелевих матеріалів на основі полівінілового спирту, альгінату натрію та гіалуронової кислоти 73
8. **Артеменко К., Плаван В., Сайтарли С.**
Математичне обґрунтування складу наповнених поліпропіленових композицій для виготовлення деталей автомобілів з використанням RSM–GRA аналізу 82

TABLE OF CONTENTS

1. **Shvets V., Liashok I.**
Influence of phytoextracts on the rheology and density of polyvinyl alcohol/carboxymethyl starch polymer matrices in dental film technology 8
2. **Hrinchenko V., Sikorskyi O.**
Limitations of current sulfate resistance testing methods for evaluating concrete durability: a systematic review 17
3. **Paraska O., Nehorui V., Gorban A.**
Biotechnological approaches to the creation of innovative nonwoven materials with antimicrobial properties 28
4. **Khomenko Vol., Nikulin D., Butenko O., Khomenko Vl.**
Production of high-purity spheronized graphite for lithium-ion battery anodes 41
5. **Lyzhniuk V., Lisovyi V., Udovyt'skyi V., Kovalevska O., Goy A., Bessarabov V.**
Effect of polyvinylpyrrolidone and non-ionic surfactant on the phase solubility of diosmin: thermodynamical analysis 49
6. **Potupa V., Huseinova K., Maistrenko L., Shkotova L., Voloshyna I.**
Biogenic silver nanoparticles as a tool for antifungal control and environmental biosafety 63
7. **Ishchenko O., Kuchynska D., Okhrimenko I., Sumska O.**
Kinetics of lidocaine hydrochloride release from hydrogel materials based on polyvinyl alcohol, sodium alginate, and hyaluronic acid 73
8. **Artemenko K., Plavan V., Saitarly S.**
Mathematical justification of filled polypropylene composite formulations for automotive part manufacturing using RSM–GRA analysis 82

<https://doi.org/10.30857/2786-5371.2026.3.1>

Received: 21.04.2025
Revised: 05.05.2026
Accepted: 29.05.2026
Published: 29.05.2026

УДК 615.451.1:
678.744.72:616.31

Вячеслав ШВЕЦЬ, Ірина ЛЯШОК

Київський національний університет технологій та дизайну, Україна

ВПЛИВ ФІТОЕКСТРАКТІВ НА РЕОЛОГІЧНУ ПОВЕДІНКУ ТА ЩІЛЬНІСТЬ ПОЛІМЕРНИХ МАТРИЦЬ ПОЛІВІНІЛОВОГО СПИРТУ/КАРБОКСИМЕТИЛКРОХМА- ЛЮ У ТЕХНОЛОГІЇ СТОМАТОЛОГІЧНИХ ПЛІВОК

Мета. Встановити вплив водних екстрактів ромашки лікарської *Matricaria chamomilla*, кропиви дводомної *Urtica dioica*, та кори дуба *Quercus cortex* на реологічну поведінку полімерних розчинів полівінілового спирту/карбоксиметилкрохмалю та фізичні параметри сформованих на їхній основі плівок для обґрунтування технології стоматологічних плівок;

Методика. Об'єктами вивчення були композиції полівінілового спирту (марки 16/1) та карбоксиметилкрохмалю CAS: 9063-38-1e cgsddslyjityys 1/1, виготовлені на основі водних екстрактів ромашки лікарської *Matricaria chamomilla*, кропиви дводомної *Urtica dioica* та кори дуба *Quercus cortex*. Екстрагування проводили на водяній бані (85–95 °C) з наступним приготуванням 10% розчину полівінілового спирту та 5% розчину карбоксиметилкрохмалю на основі водних фітоекстрактів. Реологічні параметри визначали на ротаційному віскозиметрі NDJ-9S (ДСТУ 33–2003). Тип течії та константи рівняння Оствальда–де-Вілла розраховували за залежністю напруги зсуву від швидкості зсуву. Полімерні плівки формували методом поливу на органічне скло (аплікатор 750 мкм) із подальшим висушуванням протягом 48 годин. Щільність зразків визначали методом гідростатичного зважування у повітрі та дистильованій воді при 19,7 °C на аналітичних вагах Radwag AS 220.R2 з автоматичним розрахунком значень.

Результати. Встановлено, що введення фітоекстрактів суттєво змінює реологію систем полівініловий спирт/карбоксиметилкрохмаль. Системи без фітоекстрактів та на основі водних екстрактів ромашки лікарської *Matricaria chamomilla* та кори дуба *Quercus cortex* характеризуються дилатантною поведінкою розчинів, а система полівініловий спирт/карбоксиметилкрохмаль на основі водного екстракту кропиви дводомної *Urtica dioica* – псевдопластичною поведінкою, що забезпечує оптимальні реологічні умови для формування стоматологічних плівок методом поливу. Використання екстракту кори дуба є найбільш доцільним для створення комбінованих плівок завдяки максимальній в'язкості системи $\ln \eta \approx 10,2 \text{ Па}\cdot\text{с}$ та щільності плівок $1,36 \text{ г/см}^3$, що зумовлює стійкість у агресивному середовищі ротової порожнини. Екстракт кропиви сприяє зниженню в'язкості композицій на 20–25% порівняно з контролем, що дозволяє отримати швидкорозчинні форми зі щільністю $1,31 \text{ г/см}^3$. Діапазон в'язкості композицій $6,0\text{--}10,2 \text{ Па}\cdot\text{с}$ забезпечує варіювання товщини плівок у межах $0,05\text{--}0,25 \text{ мм}$ із середньою щільністю близько $1,32 \text{ г/см}^3$, що є задовільним для створення еластичних терапевтичних систем. Отримані результати підтверджують перспективність використання фітоекстрактів для розробки сучасних аплікаційних лікарських форм у стоматології.

Наукова новизна. Вперше встановлено вплив виду фітоекстрактів на зміну типу течії (від дилатантної до псевдопластичної) та константи консистенції систем полівініловий спирт/карбоксиметилкрохмаль. Виявлено пряму кореляцію між ступенем структурування розчинів та щільністю сформованих плівок.

Практична значимість. Обґрунтовано вибір фітоекстрактів для створення стоматологічних плівок із заданими властивостями, зокрема, міцних бар'єрних покриттів на основі водного екстракту кори дуба *Quercus cortex*, еластичних аплікацій на основі водного екстракту ромашки лікарської *Matricaria chamomilla* та швидкорозчинних форм на основі водного екстракту кропиви дводомної *Urtica dioica* з товщиною плівок $0,05\text{--}0,25 \text{ мм}$.

Ключові слова: полівініловий спирт; карбоксиметилкрохмаль; фітоекстракти; реологічні властивості полімерних композицій; щільність; стоматологічні плівки.

Вступ. Сучасна стоматологія потребує створення нових біоактивних матеріалів, здатних поєднувати механічну міцність із лікувальними властивостями. Традиційні полімерні плівки та гідрогелі часто не забезпечують достатньої адаптивності до умов ротової порожнини, що обмежує їх ефективність у терапії запальних процесів та профілактиці

інфекційних ускладнень. Тому актуальним завданням є пошук композиційних систем, які б поєднували структурну стійкість із біологічною активністю, забезпечуючи пролонговане вивільнення діючих речовин та надійний захист слизової оболонки [1–3].

Доцільність дослідження зумовлена потребою у матеріалах, що відповідають сучасним вимогам стоматологічної практики: вони мають мати механічну міцність, біосумісність, легко формуватися у вигляді плівок чи гідрогелів та проявляти антимікробну, протизапальну й антиоксидантну дію. Використання полімерної системи на основі полівінілового спирту (ПВС) [4] та карбоксиметилкрохмалю (КМК) [5] відкриває широкі можливості для модифікації її властивостей шляхом введення рослинних екстрактів, що містять біологічно активні сполуки.

Важливим напрямом сучасних досліджень є пошук біоактивних добавок, здатних не лише модифікувати реологічні характеристики полімерних матриць, але й забезпечувати терапевтичний ефект. У цьому контексті особливу увагу привертають екстракти лікарських рослин, які поєднують антисептичні, протизапальні та антиоксидантні властивості з можливістю впливати на фізико-хімічні параметри плівок [6].

Зокрема, екстракти ромашки лікарської (*Matricaria chamomilla*) [7,8] та кропиви дводомної (*Urtica dioica*) [9] продемонстрували здатність змінювати ступінь набрякання та щільність ПВС-плівок, що відкриває перспективи для створення стоматологічних матеріалів із контрольованим вивільненням активних речовин. Аналогічну роль відіграють дубильні речовини кори дуба, які можуть виступати функціональними наповнювачами, підвищуючи міцність та біоактивність композицій. Дослідженнями авторів [10] підтверджено доцільність використання екстракту кори дуба у складі комбінованих гетерогенних систем для лікування захворювань пародонту, де поєднання з іншими біоактивними речовинами дозволяє оптимізувати вивільнення діючих сполук та забезпечити виражений протизапальний ефект. У контексті технології плівок введення такого екстракту не лише надає системі терапевтичних антисептичних властивостей, а й виступає чинником модифікації фізико-хімічних параметрів плівкового полотна, що є важливим для забезпечення адгезійної здатності та механічної стабільності стоматологічних засобів у вологому середовищі ротової порожнини.

Водночас питання комплексного порівняння реологічних та фізичних характеристик композицій ПВС/КМК з різними фітоекстрактами залишається недостатньо вивченим. Зокрема, потребує вирішення проблема вибору оптимального наповнювача для створення матеріалів із заданими властивостями.

Постановка завдання. Метою даної роботи є встановлення впливу екстрактів ромашки лікарської *Matricaria chamomilla*, кропиви дводомної *Urtica dioica* та кори дуба *Quercus cortex* на реологічні параметри та щільність композицій ПВС/КМК у технології стоматологічних плівок.

Результати дослідження. У роботі досліджували полімерні композиції полівінілового спирту (ПВС) у композиції з карбоксиметилкрохмалем (КМК) у співвідношенні 1/1 використовували розглянуто можливість створення біоактивних плівок та гідрогелів на основі на основі водних екстрактів ромашки лікарської *Matricaria chamomilla*, кропиви дводомної *Urtica dioica* та кори дуба *Quercus cortex*. Як базові компоненти використовували ПВС марки 16/1 (масова частка ацетатних груп 0,9–1,7%) та карбоксиметилкрохмаль (CAS: 9063-38-1).

Для приготування екстрактів ромашки лікарської *Matricaria chamomilla* та кропиви дводомної *Urtica dioica* 100 г сухих квітів та сухого листа відповідно заливали 1 л дистильованої води. Сировину настоювали на водяній бані протягом 15 хв при температурі 95 °С, після чого охолоджували 45 хв при кімнатній температурі. Отримані водні екстракти проціджували та додатково фільтрували для видалення механічних домішок.

Особливу увагу приділено екстракту кори дуба *Quercus cortex*. Ця сировина містить до 29% дубильних речовин, а також значні кількості флавоноїдів (кверцетин), галової та елагової кислот, пентозанів, пектинових сполук, цукрів та мінеральних елементів. Завдяки такому

складу екстракт дуба характеризується вираженою в'язучою, протизапальною, антимікробною та антиоксидантною дією, що робить його перспективним для стоматології. Для отримання екстракту 100 г сухої подрібненої кори дуба заливали 1 л кип'яченої води, екстрагували на водяній бані 30 хв при температурі 85 °С, після чого охолоджували та фільтрували.

На основі цих фітоекстрактів готували 10% розчин ПВС (40 хв на водяній бані) та 5% розчин КМК (15 хв при кімнатній температурі) та змішували у співвідношенні ПВС/КМК 1/1.

Реологічні властивості отриманих композицій досліджували за допомогою ротаційного віскозиметра NDJ-9S (КНР) відповідно до ДСТУ 33–2003. В'язкість розраховували як відношення напруження зсуву (τ) до градієнта швидкості зсуву ($\dot{\gamma}$): $\eta = \tau/\dot{\gamma}$. Для оцінки структурних змін використовували показник індексу течії $n = d \lg \tau/d \lg \dot{\gamma}$.

На рис. 1 наведено залежність в'язкості розчину полімерних композицій ПВС/КМК у співвідношенні 1/1 на основі водних екстрактів ромашки лікарської *Matricaria chamomilla*, кропиви дводомної *Urtica dioica* та кори дуба *Quercus cortex* від швидкості зсуву.

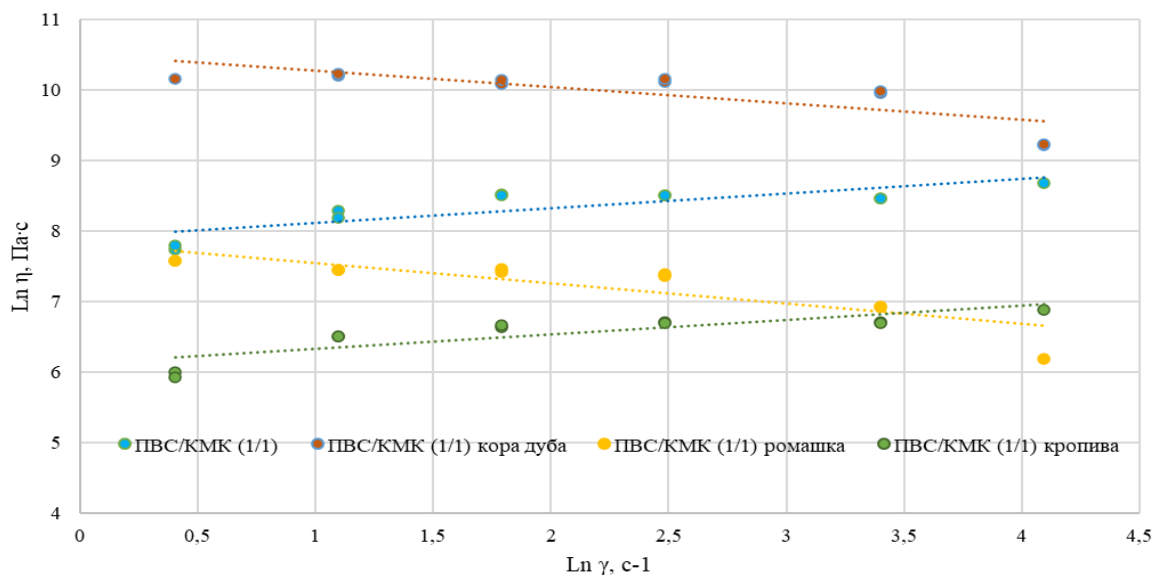


Рис. 1. Залежність в'язкості розчину полімерної композиції ПВС/КМК у співвідношенні 1/1 на основі водних екстрактів ромашки лікарської *Matricaria chamomilla*, кропиви дводомної *Urtica dioica* та кори дуба *Quercus cortex* від швидкості зсуву

У ході дослідження було встановлено, що додавання різних фітоекстрактів ромашки лікарської *Matricaria chamomilla*, кропиви дводомної *Urtica dioica*, кори дуба *Quercus cortex* до полімерної системи ПВС/КМК суттєво змінює її реологічну поведінку. Це проявляється у зміні в'язкості розчинів та індексу течії залежно від швидкості зсуву.

Композиція ПВС/КМК без екстрактів характеризується відносно стабільною структурою та помірною кореляцією між швидкістю зсуву та в'язкістю. Це свідчить про базову придатність системи для створення плівок і гідрогелів, але без вираженої біоактивності.

Екстракт ромашки лікарської *Matricaria chamomilla* зумовлює псевдопластичну поведінку системи: зі збільшенням швидкості зсуву в'язкість знижується. Така властивість є корисною для створення плівок та гідрогелів, які легко адаптуються до тканин ротової порожнини та забезпечують антисептичний ефект.

При використанні в якості основи для композиції ПВС/КМК екстракту кропиви дводомної *Urtica dioica* забезпечується висока початкова в'язкість, яка зменшується зі зростанням швидкості зсуву. Це свідчить про наявність структурних елементів, що руйнуються під дією механічного навантаження. Така композиція може бути використана для матеріалів, які потребують високої густини та антиоксидантної активності.

Екстракт кори дуба *Quercus cortex* підвищує структурованість системи, що пояснюється високим вмістом танінів та флавоноїдів. В'язкість розчину зростає, а система демонструє більший опір деформації. Це робить композицію перспективною для створення міцних стоматологічних плівок із вираженою протизапальною та антимікробною дією.

Аналіз отриманих експериментальних даних свідчить про те, що введення кожного з досліджуваних фітоекстрактів зумовлює формування специфічного реологічного профілю полімерної системи ПВС/КМК, що дає можливості для регулювання властивостей стоматологічних плівок та гідрогелів. Зокрема, використання екстракту кори дуба сприяє інтенсивному структуруванню та підвищенню когезійної стійкості матриці, що є критично важливим при розробці механічно тривких плівок для терапії гострих запальних процесів. Натомість додавання екстракту ромашки надає системі виражених псевдопластичних властивостей та здатності до легкої деформації, що робить її оптимальною основою для м'яких протизапальних гідрогелів з високою адаптивністю до рельєфу слизової оболонки. Екстракт кропиви, забезпечуючи поєднання високої початкової в'язкості з подальшим її зниженням під дією напруження зсуву, дозволяє створювати ефективні антиоксидантні покриття з керованою кінетикою вивільнення активних компонентів.

У досліджуваному інтервалі швидкостей зсуву було встановлено, що реологічна поведінка розчинів композицій ПВС/КМК на основі водних екстрактів рослинних екстрактів ромашки лікарської *Matricaria chamomilla*, кропиви дводомної *Urtica dioica* та кори дуба *Quercus cortex* відповідає степеневому закону течії. Такі системи описуються рівнянням Оствальда–де-Вілла:

$$\eta = K \cdot \dot{\gamma}^{n-1}, \quad (1)$$

де K – коефіцієнт консистенції, що залежить від природи матеріалу та умов вимірювання, а n – індекс течії, який характеризує структурованість системи.

На основі рівнянь ліній тренду, отриманих для кожної композиції, було визначено значення констант K та n для розчинів ПВС/КМК на основі водних фітоекстрактів, а також для контрольних систем без додавання цих екстрактів. Розраховані параметри наведено у таблиці, що дозволяє порівняти вплив кожного фітоекстракту на консистенцію та індекс течії полімерних композицій.

Таблиця 1

Розрахункові значення констант K та n рівняння Оствальда–де-Вілла для композицій розчинів ПВС/КМК 1/1 на основі водних фітоекстрактів

Фітоекстракт	Рівняння лінії тренду	R^2	n	K
–	$y = 0,2049x + 7,9112$	0,683	0,7951	7,9112
Ромашка лікарська <i>Matricaria chamomilla</i>	$y = -0,2883x + 7,8331$	0,7472	1,2883	7,8331
Кропива дводомна <i>Urtica dioica</i>	$y = 0,2049x + 6,1223$	0,7087	0,7951	6,1223
Кора дуба <i>Quercus cortex</i>	$y = -0,2331x + 10,503$	0,6278	1,2331	10,503

Вид фітоекстракту визначає характер реологічної поведінки композицій ПВС/КМК. Контрольна система без фітоекстрактів та композиція на основі водного екстракту кропиви дводомної *Urtica dioica* мають індекс течії $n < 1$, що свідчить про тенденцію до псевдопластичності – в'язкість зростає зі збільшенням швидкості зсуву. Це означає, що такі системи більш стійкі до механічного навантаження, але менш пластичні.

Композиції ПВС/КМК на основі водного екстракту ромашки лікарської *Matricaria chamomilla* та кори дуба *Quercus cortex* характеризуються значенням $n > 1$, що відповідає дилатантній поведінці – в'язкість зменшується зі зростанням швидкості зсуву. Це робить їх більш адаптивними до деформації, що важливо для створення плівок та гідрогелів, які повинні легко контактувати з тканинами ротової порожнини.

Константа К також варіює залежно від виду водного екстракту лікарських рослин. Найвищу структурованість композицій ПВС/КМК забезпечує водний екстракт кори дуба *Quercus cortex* ($K = 10,503$), тоді як найнижчу – водний екстракт кропиви дводомної *Urtica dioica* ($K = 6,1223$). Це підтверджує, що дубильні речовини, як містяться в корі дуба, значно підвищують опір системи до деформації, тоді як водний екстракт кропиви дводомної *Urtica dioica* формує менш щільну структуру.

Таким чином, кожен фітоекстракт формує специфічний реологічний профіль системи ПВС/КМК. Екстракт кори дуба *Quercus cortex* забезпечує найбільш виражену структурованість та стабільність, екстракт ромашки лікарської *Matricaria chamomilla* зумовлює високу пластичність, а екстракт кропиви дводомної *Urtica dioica* надає системі більшої густини при нижчому рівні структурованості. Контрольна композиція займає проміжне положення між цими варіантами. Отримані результати свідчать про можливість цілеспрямованого підбору фітоекстрактів для створення полімерних композицій ПВС/КМК для стоматологічних плівок із заданими властивостями.

З досліджуваних композицій ПВС/КМК у співвідношенні 1/1 на основі водних екстрактів ромашки лікарської *Matricaria chamomilla*, кропиви дводомної *Urtica dioica* та кори дуба *Quercus cortex* було отримано плівки на платформі з органічного скла за допомогою ручного рамкового аплікатора для нанесення покриттів товщиною 750 мкм та робочою шириною 100 мм, температура композицій при цьому становила 60 °С, з наступним висушуванням за нормальних умов протягом 48 годин.

Наступним етапом роботи стало проведення порівняльного аналізу щільності отриманих зразків плівок для встановлення впливу природи рослинної сировини на компактність полімерної матриці, що є визначальним фактором для прогнозування дифузійної проникності та механічних властивостей стоматологічних матеріалів. Визначення щільності зразків здійснювали методом гідростатичного зважування за допомогою аналітичних ваг Radwag AS 220.R2, оснащених спеціалізованим модулем. Для вимірювання щільності зразки плівок послідовно зважували у повітрі та у дистильованій воді при $t = 19,7$ °С. Розрахунок значень виконувався автоматично програмним забезпеченням приладу на основі отриманих даних про масу зразка та об'єму витісненої рідини, що забезпечило високу точність і відтворюваність результатів.

На рис. 2 наведено залежність щільності плівок з полімерних композицій ПВС/КМК у співвідношенні 1/1 на основі водних екстрактів ромашки лікарської *Matricaria chamomilla*, кропиви дводомної *Urtica dioica* та кори дуба *Quercus cortex*.

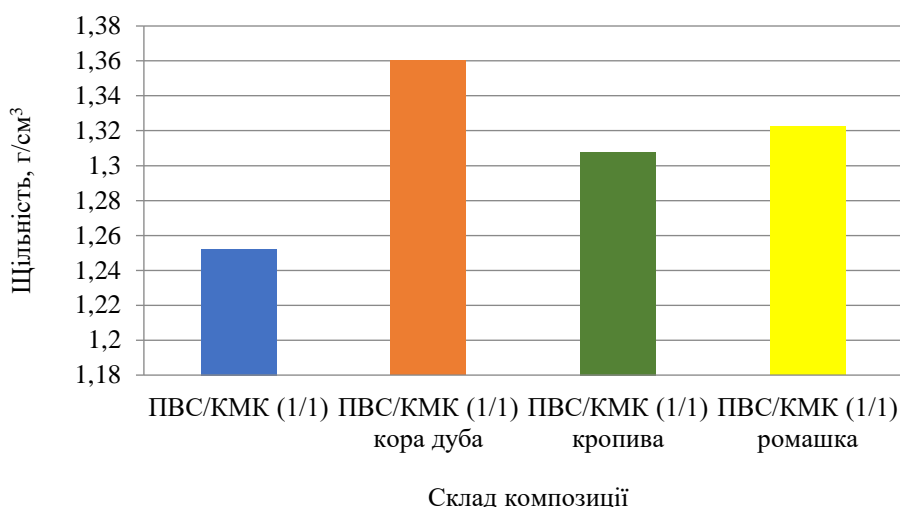


Рис. 2. Залежність щільності плівок з полімерних композицій ПВС/КМК у співвідношенні 1/1 на основі водних екстрактів ромашки лікарської *Matricaria chamomilla*, кропиви дводомної *Urtica dioica* та кори дуба *Quercus cortex*

Аналіз експериментальних даних щодо щільності сформованих плівок на основі композиції ПВС/КМК у співвідношенні 1/1 дозволив встановити чітку залежність між природою введеного рослинного екстракту та компактністю макромолекулярної упаковки отриманих матеріалів. Згідно з результатами дослідження, контрольний зразок без додавання біоактивних компонентів характеризується найнижчим значенням щільності на рівні $1,25 \text{ г/см}^3$, що відповідає базовому рівню взаємодії полімерних ланцюгів ПВС та КМК. Введення водних екстрактів лікарських рослин у всіх випадках сприяє зростанню цього показника, що зумовлено включенням низькомолекулярних екстрактивних речовин у вільний об'єм полімерної матриці та ймовірним формуванням додаткової системи водневих зв'язків.

Зокрема, композиція ПВС/КМК на основі водного екстракту кропиви дводомної *Urtica dioica* продемонструвала зростання щільності до $1,31 \text{ г/см}^3$, що, попри відносно низьку константу консистенції вихідного розчину, свідчить про ефективне наповнення структури плівки компонентами екстракту. Плівки на основі водних екстрактів ромашки лікарської *Matricaria chamomilla* характеризуються щільністю $1,32 \text{ г/см}^3$, що добре корелює з встановленою раніше псевдопластичною поведінкою системи, яка забезпечує формування гомогенної структури при видаленні розчинника. Найвищий показник щільності зафіксовано для зразків із вмістом водного екстракту кори дуба *Quercus cortex* – $1,36 \text{ г/см}^3$. Такий результат є наслідком високої концентрації дубильних речовин та танінів, що діють як ефективні структурувальні агенти та забезпечують ущільнення полімерного каркаса. Виявлена закономірність підтверджує прямий взаємозв'язок між реологічними характеристиками вихідних композицій та фізичними параметрами твердих плівок, дозволяючи прогнозувати їхню механічну міцність та здатність до пролонгованого вивільнення діючих речовин у стоматологічній практиці.

Вимірювання геометричних параметрів сформованих зразків дозволило встановити пряму залежність товщини плівок від реологічних характеристик вихідних розчинів та природи фітоекстракту. Найбільшу товщину ($0,22\text{--}0,25 \text{ мм}$) продемонстрували Плівки з композиції ПВС/КМК на основі водного екстракту кори дуба *Quercus cortex*, що зумовлено високою в'язкістю та інтенсивним структуруванням системи танінами, тоді як плівки на основі водного екстракту ромашки лікарської *Matricaria chamomilla* мають оптимальні для еластичних аплікацій показники – $0,15\text{--}0,18 \text{ мм}$. Найменша товщина зафіксована для зразків на основі водного екстракту кропиви дводомної *Urtica dioica* ($0,08\text{--}0,12 \text{ мм}$) та контрольних систем ПВС/КМК без добавок рослинних екстрактів ($0,05\text{--}0,07 \text{ мм}$), що корелює з їхньою низькою щільністю та в'язкістю. Отримані дані підтверджують можливість регулювання товщини стоматологічного покриття в діапазоні $0,05\text{--}0,25 \text{ мм}$ шляхом цілеспрямованого вибору рослинного наповнювача відповідно до необхідного часу резорбції та терапевтичного завдання.

Висновки. Системи на основі водних екстрактів кори дуба *Quercus cortex* та ромашки лікарської *Matricaria chamomilla* характеризуються дилатантною поведінкою композиційних розчинів, а системи на основі водного екстракту кропиви дводомної *Urtica dioica* характеризуються псевдопластичною поведінкою, що забезпечує сприятливі реологічні умови для формування плівок методом поливу з рівномірною товщиною та високою якістю поверхні матеріалу. Встановлено, що використання водного екстракту кропиви дводомної *Urtica dioica* сприяє зниженню в'язкості композицій ПВС/КМК на $20\text{--}25\%$ порівняно з контролем, що сприяє можливості для створення швидкокорозчинних форм стоматологічних плівок зі щільністю $1,31 \text{ г/см}^3$. Найбільш доцільним є використання водного екстракту кори дуба *Quercus cortex* для створення стоматологічних плівок ПВС/КМК комбінованої дії, оскільки він забезпечує максимальну в'язкість системи $\ln \eta \approx 10,2 \text{ Па}\cdot\text{с}$, сприяє структуруванню полімерної композиції та отримання плівки щільністю $1,36 \text{ г/см}^3$. Це прямо пов'язано з стійкістю покриття в умовах агресивного середовища ротової порожнини.

Діапазон в'язкості композицій ПВС/КМК на основі водних екстрактів водних екстрактів ромашки лікарської *Matricaria chamomilla*, кропиви дводомної *Urtica dioica* та кори дуба *Quercus cortex* від 6,0 до 10,2 Па·с у логарифмічній шкалі дозволяє варіювати товщину плівок у межах 0,05–0,25 мм зі щільністю порядку 1,32 г/см³, що є найбільш оптимальним для створення еластичних терапевтичних систем, які відповідають сучасним вимогам до аплікаційних лікарських форм у стоматології.

Таким чином, результати роботи підтверджують значущий вплив фітоекстрактів на реологічні характеристики та щільність полімерних матриць ПВС/КМК, що відкриває перспективи для цілеспрямованого конструювання стоматологічних плівок різного типу дії.

References

Література

1. Jagtap, V., Khanolkar, C., & Rukari, T. (2024). Advances in Buccal Film Technology: A Modern Drug Delivery Approach. *International Journal of Pharmaceutical Sciences*, 2(11), 1728–1738. DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.14249511>.
2. Rokaya, D., Srimaneepong, V., Sapkota, J., Qin, J., Siraleartmukul, K., & Siriwongrungson, V. (2018). Polymeric materials and films in dentistry: An overview. *Journal of Advanced Research*, 14, 25–34. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jare.2018.05.001>.
3. Karki, S., Kim, H., Na, S. J., Shin, D., Jo, K., & Lee, J. (2016). Thin films as an emerging platform for drug delivery. *Asian Journal of Pharmaceutical Sciences*, 11(5), 559–574. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ajps.2016.05.004>.
4. Liang, X., Zhong, H.-J., Ding, H., Yu, B., Ma, X., Liu, X., Chong, C.-M., & He, J. (2024). Polyvinyl Alcohol (PVA)-Based Hydrogels: Recent Progress in Fabrication, Properties, and Multifunctional Applications. *Polymers (Basel)*, 16(19), 2755. DOI: <https://doi.org/10.3390/polym16192755>.
5. Ishchenko, O., Plavan, V., Valeika, V., Koliada, M., Liashok, I., Budash, Y., & Bessarabov, V. (2022). Modified Starch in Composition with Polyvinyl Alcohol as a Basis for Development of the Polymeric Materials for Pharmaceutical Use. *Starch – Stärke*, 74 (9–10), 2200062. DOI: <https://doi.org/10.1002/star.202200062>.
6. Nikitina, O. O., Robak, A. Yu., Tsyba, D. S. (2024). Innovatsiini pidkhody do vykorystannia likarskykh roslyn u suchasni farmatsevtitsi [Innovative approaches to the use of medicinal plants in modern pharmaceuticals]. *Tekhnolohii ta inzhynirynh*, 3(20), 110–126. DOI: <https://doi.org/10.30857/2786-5371.2024.3.9> [in Ukrainian].
7. Liashok, I. O., Plavan, V. P., Kriukova, O. A., Polushkin, M. M., Shvets, V. V., & Shapovalova, Ya. S. (2024). Vplyv polisakharydiv na fizychni vlastyvoli plivok ta hidroheliiv PVS na osnovi vodnoho ekstraktu romashky likarskoї (Matricaria Chamomilla) [Influence
1. Jagtap V., Khanolkar C., Rukari T. Advances in Buccal Film Technology: A Modern Drug Delivery Approach. *International Journal of Pharmaceutical Sciences*. 2024. № 2 (11). P. 1728–1738. DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.14249511>.
2. Rokaya D., Srimaneepong V., Sapkota J., Qin J., Siraleartmukul K., Siriwongrungson V. Polymeric materials and films in dentistry: An overview. *Journal of Advanced Research*. 2018. № 14. P. 25–34. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jare.2018.05.001>.
3. Karki S., Kim H., Na S. J., Shin D., Jo K., Lee J. Thin films as an emerging platform for drug delivery. *Asian Journal of Pharmaceutical Sciences*. 2016. № 11 (5). P. 559–574. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ajps.2016.05.004>.
4. Liang X., Zhong H.-J., Ding H., Yu B., Ma X., Liu X., Chong C.-M., He J. Polyvinyl Alcohol (PVA)-Based Hydrogels: Recent Progress in Fabrication, Properties, and Multifunctional Applications. *Polymers (Basel)*. 2024. № 16 (19). Art. 2755. DOI: <https://doi.org/10.3390/polym16192755>.
5. Ishchenko O., Plavan V., Valeika V., Koliada M., Liashok I., Budash Y., Bessarabov V. Modified Starch in Composition with Polyvinyl Alcohol as a Basis for Development of the Polymeric Materials for Pharmaceutical Use. *Starch – Stärke*. 2022. № 74 (9–10), Art. 2200062. DOI: <https://doi.org/10.1002/star.202200062>.
6. Нікітіна О. О., Робак А. Ю., Циба Д. С. Інноваційні підходи до використання лікарських рослин у сучасній фармацевтиці. *Технології та інженіринг*. 2024. № 3 (20). С. 110–126. DOI: <https://doi.org/10.30857/2786-5371.2024.3.9>.
7. Ляшок І. О., Плаван В. П., Крюкова О. А., Полушкін М. М., Швець В. В., Шаповалова Я. С. Вплив полісахаридів на фізичні властивості плівок та гідрогелів ПВС на основі водного екстракту ромашки лікарської (Matricaria

- of polysaccharides on physical properties of pva films and hydrogels based on aqueous extract of the medicinal chamomile (*Matricaria Chamomilla*). *Tekhnolohii ta inzhynirynh*, 5(22), 101–109. DOI: <https://doi.org/10.30857/2786-5371.2024.5.10> [in Ukrainian].
8. McKay, D. L., & Blumberg, J. B. (2006). A review of the bioactivity and potential health benefits of chamomile tea (*Matricaria recutita* L.). *Phytotherapy Research*, 20 (7), 519–530. DOI: <https://doi.org/10.1002/ptr.1900>.
9. Liashok, I. O., Kriukova, O. A., Kychuzhynets, M. S., Shvets, V. V., Halahan, V. V., & Stadnik, D. V. (2024). Fizychni vlastyvyosti hidroheliu ta plivok PVS na osnovi vodnoho ekstraktu kropyvy dvodomnoi [Physical properties of hydrogels and PVA films based on aqueous extract of stinging nettle]. *Visnyk Khmelnytskoho natsionalnoho universytetu. Serii: Tekhnichni nauky*, 343 (6 (1)), 412–417. DOI: <https://doi.org/10.31891/2307-5732-2024-343-6-61> [in Ukrainian].
10. Tsubanova, N. A., Zhurenko, D. S., Khokhlenkova, N. V., Artiukh, T. O. (2017). Screening Study for Finding the Optimal Combination Gel Composition for the Treatment of Periodontal Disease, Which Contains Extracts of Aloe Vera and Oak Bark. *Asian Journal of Pharmaceutics*, 11 (2), 353–357. DOI: <https://doi.org/10.22377/ajp.v11i02.1276>.
- Chamomilla). *Технології та інженіринг*. 2024. № 5 (22). С. 101–109. DOI: <https://doi.org/10.30857/2786-5371.2024.5.10>.
8. McKay D. L., Blumberg J. B. A review of the bioactivity and potential health benefits of chamomile tea (*Matricaria recutita* L.). *Phytotherapy Research*. 2006. № 20 (7). P. 519–530. DOI: <https://doi.org/10.1002/ptr.1900>.
9. Ляшок І. О., Крюкова О. А., Кичужинець М. С., Швець В. В., Галаган В. В., Стаднік Д. В. Фізичні властивості гідрогелів та плівок ПВС на основі водного екстракту кропиви дводомної. *Вісник Хмельницького національного університету. Серія: Технічні науки*. 2024. № 343 (6(1)). С. 412–417. DOI: <https://doi.org/10.31891/2307-5732-2024-343-6-61>.
10. Tsubanova N. A., Zhurenko D. S., Khokhlenkova N. V., Artiukh T. O. Screening Study for Finding the Optimal Combination Gel Composition for the Treatment of Periodontal Disease, Which Contains Extracts of Aloe Vera and Oak Bark. *Asian Journal of Pharmaceutics*. 2017. № 11 (2). P. 353–357. DOI: <https://doi.org/10.22377/ajp.v11i02.1276>.

SHVETS VYACHESLAV

Postgraduate Student,
Department of Chemical Technologies
and Resource Saving,
Kyiv National University of Technologies
and Design, Ukraine
<https://orcid.org/0009-0003-0149-4364>
E-mail: svecv2528@gmail.com

LIASHOK IRINA

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
E-mail: lyashok.io@knuud.edu.ua

Vyacheslav SHVETS, Irina LIASHOK

Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine

INFLUENCE OF PHYTOEXTRACTS ON THE RHEOLOGY AND DENSITY OF POLYVINYL ALCOHOL/CARBOXYMETHYL STARCH POLYMER MATRICES IN DENTAL FILM TECHNOLOGY

Purpose. To establish the effect of aqueous extracts of *Matricaria chamomilla*, *Urtica dioica*, and *Quercus cortex* on the rheological behavior of Polyvinyl Alcohol/Carboxymethyl Starch polymer solutions and the physical parameters of films formed on their basis to substantiate the technology of dental films.

Methodology. The objects of study were compositions of Polyvinyl Alcohol (grade 16/1) and Carboxymethyl Starch CAS: 9063-38-1e cgsddslyjityys 1/1, made on the basis of aqueous extracts of chamomile *Matricaria chamomilla*, stinging nettle *Urtica dioica* and oak bark *Quercus cortex*. Extraction was carried out in a water bath (85–95 °C) with subsequent preparation of 10% Polyvinyl Alcohol solution and 5% Carboxymethyl Starch solution based on aqueous phytoextracts. Rheological parameters were determined using a rotational viscometer NDJ-9S (DSTU 33–2003). The type of flow and constants of the Ostwald–de Villa equation were calculated based on the dependence of shear stress on shear rate. Polymer films were

formed by the method of pouring onto organic glass (applicator 750 μm) with subsequent drying for 48 hours. The density of the samples was determined by hydrostatic weighing in air and distilled water at 19.7 °C on a Radwag AS 220.R2 analytical balance with automatic calculation of values.

Findings. It was found that the introduction of phytoextracts significantly changes the rheology of Polyvinyl Alcohol/Carboxymethyl Starch systems. Systems without phytoextracts and based on aqueous extracts of chamomile *Matricaria chamomilla* and oak bark *Quercus cortex* are characterized by dilatant behavior of solutions, and the Polyvinyl Alcohol/Carboxymethyl Starch system based on aqueous extract of stinging nettle *Urtica dioica* is characterized by pseudoplastic behavior, which provides optimal rheological conditions for the formation of dental films by the irrigation method. The use of oak bark extract is most appropriate for the creation of combined Polyvinyl Alcohol/Carboxymethyl Starch films due to the maximum viscosity of the system $\ln\eta \approx 10.2 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ and the density of the films 1.36 g/cm^3 , which determines stability in the aggressive environment of the oral cavity. Nettle extract contributes to a decrease in the viscosity of the compositions by 20–25% compared to the control, which allows obtaining quickly dissolving forms with a density of 1.31 g/cm^3 . The viscosity range of the compositions 6.0–10.2 $\text{Pa}\cdot\text{s}$ provides a variation in the thickness of the films within 0.05–0.25 mm with an average density of about 1.32 g/cm^3 , which is satisfactory for the creation of elastic therapeutic systems. The results obtained confirm the promising use of plant extracts for the development of modern application dosage forms in dentistry.

Originality. For the first time, the influence of the type of phytoextracts on the change in the type of flow (from dilatant to pseudoplastic) and the consistency constant of Polyvinyl Alcohol/Carboxymethyl Starch systems was established. A direct correlation was found between the degree of structuring of solutions and the density of the formed films.

Practical value. The choice of phytoextracts for creating dental films with specified properties is justified, in particular, strong barrier coatings based on aqueous extract of oak bark *Quercus cortex*, elastic applications based on aqueous extract of medicinal chamomile *Matricaria chamomilla* and quick-dissolving forms based on aqueous extract of stinging nettle *Urtica dioica* with a film thickness of 0.05–0.25 mm.

Keywords: Polyvinyl Alcohol; Carboxymethyl Starch; phytoextracts; rheological properties of polymer compositions; density; dental films.

<https://doi.org/10.30857/2786-5371.2026.3.2>

Received: 13.03.2026
Revised: 15.05.2026
Accepted: 29.05.2026
Published: 29.05.2026

УДК 666.97:620.193.4:
620.169

Віталій ГРІНЧЕНКО, Олексій СІКОРСЬКИЙ

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

СУЧАСНІ МЕТОДИ ВИПРОБУВАНЬ
СУЛЬФАТОСТІЙКОСТІ ДЛЯ ОЦІНЮВАННЯ
ДОВГОВІЧНОСТІ БЕТОНУ: СИСТЕМАТИЧНИЙ ОГЛЯД

Мета. Мета роботи полягає у виявленні та систематизації основних обмежень сучасних методів випробування сульфатостійкості бетону, які знижують їхню надійність для прогнозування реальної поведінки конструкцій в агресивних середовищах експлуатації, а також аналіз перспективних шляхів подолання цих обмежень з урахуванням потреб України щодо відновлення та модернізації об'єктів водовідведення.

Методика. Дослідження базується на систематичному огляді та якісному синтезі даних, отриманих з первинних експериментальних досліджень та оглядово-аналітичних публікацій, а також нормативно-правових документів. Огляд джерел здійснено з використанням наукометричних баз Scopus та Web of Science за критеріями фокусу на методах випробування сульфатостійкості, ідентифікації обмежень протоколів та дослідження кореляції лабораторних і натурних результатів. Прикладну частину сформовано на основі даних Національної доповіді про якість питної води та стан питного водопостачання та водовідведення в Україні у 2024 році.

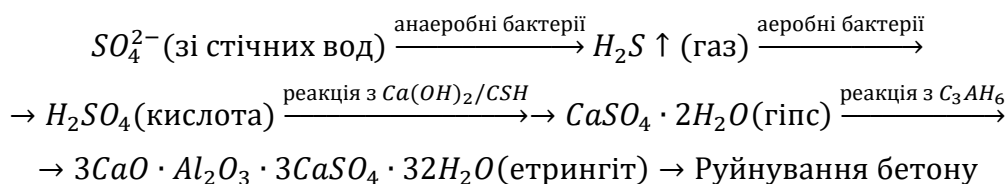
Результати. Виявлено шість основних категорій обмежень: неможливість адекватного відтворення реальних умов експлуатації, недосконалість існуючих стандартів, обмеження часового масштабу, недостатня надійність вимірювальних показників і підходів, нерепрезентативність зразків і матеріалів, неузгодженість хімічних та біогенних методів випробувань. Встановлено, що прискорені тести з висококонцентрованими розчинами здатні змінювати механізми деградації, а не тільки пришвидшувати їх. Чинні стандарти ASTM C1012, SIA 262/1, CSA A3004-C8, DIN 19573 та GB/T 50082 суттєво розрізняються за умовами випробувань і критеріями оцінювання, а Європейський комітет CEN не має уніфікованого протоколу.

Наукова новизна. Полягає в системному зіставленні методологічних обмежень міжнародних протоколів випробування сульфатостійкості з прикладними вимогами оцінювання довговічності бетону в умовах інфраструктурної кризи в Україні, що дало змогу обґрунтувати пріоритетні напрями адаптації цих протоколів для потреб відновлення сектору водовідведення.

Практична значимість. Запропонована систематика обмежень може бути використана при формуванні технічних завдань для лабораторних випробувань бетонів для ремонту й реконструкції 417 очисних споруд і понад 14,7 тис. км аварійних мереж централізованого водовідведення, а також при гармонізації національних нормативних документів з вимогами Закону України № 2887-IX та директив Європейського Союзу.

Ключові слова: бетон; сульфатостійкість бетону; методи випробування; біогенна корозія; каналізаційні мережі; прискорені випробування; очисні споруди.

Вступ. Бетонні конструкції, що експлуатуються в сульфатному середовищі, зазнають значного негативного впливу, який спричиняє їх передчасне руйнування та необхідність дороговартісного ремонту із застосуванням спеціалізованих матеріалів. Сульфатна агресія поєднує процеси хімічного та фізичного характеру і додатково ускладнюється біогенною компонентою в каналізаційних середовищах, що створює перешкоди для її повноцінного відтворення в лабораторних умовах:



Правильне оцінювання сульфатостійкості бетону має вирішальне значення для проектування, ремонту й експлуатації каналізаційних мереж, очисних споруд, заглиблених фундаментів та морських об'єктів. Проте існуючі методи випробувань характеризуються деякими обмеженнями, за рахунок чого не можна повністю спрогнозувати реальну поведінку конструкцій в умовах експлуатації.

Для України, враховуючи критичний стан інфраструктури водовідведення та масштабні руйнування галузі внаслідок воєнних дій, дана проблема стала надзвичайно гострою. За даними Національної доповіді про якість питної води та стан питного водопостачання й водовідведення в Україні у 2024 році, 41,9% мереж централізованого водовідведення перебувають у ветхому та аварійному стані, із 714 очисних споруд 417 (58,4%) потребують реконструкції, а темпи заміни мереж становлять лише 0,8% на рік [1]. За оцінкою Світового банку, збитки сектору водопостачання та водовідведення внаслідок збройної агресії складають 4,6 млрд дол. США [1]. Ухвалений у 2024 році Закон України «Про водовідведення та очищення стічних вод» [2] закладає правову основу модернізації галузі. Саме тому надійне оцінювання довговічності бетону в сульфатних і біогенних середовищах має для України не лише академічне, а й стратегічне практичне значення.

Сучасні дослідження сульфатостійкості охоплюють досить широкий спектр різних методологічних підходів: стандартизовані хімічні випробування за ASTM C1012 [3, 4] та національні стандарти різних країн – SIA 262/1, CSA A3004-C8, DIN 19573, GB/T 50082 [5–7]; мікробіологічне моделювання за участі сіркоокиснювальних бактерій [8, 9]; натурні випробування у каналізаційних колекторах [10, 11]; неруйнівні методи з використанням ультразвуку, комп'ютерної томографії та фрактального аналізу [12–14]; прогностичні моделі на основі машинного навчання [15, 16]. Але умови випробувань суттєво відрізняються між собою: концентрація сульфатної кислоти варіюється від рН 0,0 до 3,4 [7, 17, 18], концентрація сульфату натрію – від 3% до 10% [12, 14, 19], тривалість випробувань – від 7 діб до 4 років [20, 21].

Можна виокремити кілька системних, невирішених проблем. По-перше, прискорені тести з висококонцентрованими розчинами не лише пришвидшують деградацію, а й здатні змінювати самі її механізми, зокрема при дії сульфатів магнію [3, 20], що робить такі тести непридатними для прогнозування терміну служби в реальних умовах [5, 10]. По-друге, хімічні випробування з H_2SO_4 не охоплюють біогенну компоненту, яка домінує в каналізаційних середовищах [22]. По-третє, наразі відсутній загальноприйнятий міжнародний стандарт випробування сульфатостійкості: Європейський комітет CEN такого протоколу не має, а національні норми суттєво розходяться за методикою [3, 17, 23, 24]. По-четверте, чинні методи слабо враховують комбіновану дію сульфатів і циклів заморожування-відтавання, температурних коливань та хлорид-іонів [6, 25]. Незважаючи на наявність окремих оглядових публікацій з даної проблематики, у літературі бракує системного зіставлення методологічних обмежень з прикладними вимогами оцінювання довговічності бетону в умовах інфраструктурної кризи в Україні, що й визначає напрям цієї статті.

Постановка завдання. Мета даної статті полягає у виявленні та систематизації основних обмежень сучасних методів випробування сульфатостійкості бетону, які знижують їхню надійність для прогнозування реальної поведінки конструкцій в агресивних експлуатаційних середовищах, а також обґрунтування перспективних шляхів подолання цих обмежень з урахуванням прикладних потреб України щодо відновлення й модернізації об'єктів водовідведення. Для досягнення поставленої мети розв'язано такі завдання: проведено систематичний аналіз 33 джерел за період 2000–2025 років; визначено 6 основних категорій обмежень існуючих протоколів випробувань; зіставлено наявні методологічні підходи зі специфічними умовами каналізаційних середовищ і комбінованих експлуатаційних впливів; узагальнено перспективні напрями подальших досліджень із врахуванням стратегічних потреб України.

Результати дослідження. Основна проблема існуючих методів полягає в тому, що прискорені випробування, в яких застосовуються високі концентрації сульфатів, змінюють механізми деградації зразків, посилюють процеси декальцинації [20], а тому є нерепрезентативними для реальних умов експлуатації [3, 5]. Випробування, що проводяться із застосуванням сульфатної кислоти також призводять до процесів деградації зразків, які відрізняються від натурних умов, і є непридатними для надійного прогнозування терміну служби каналізаційних споруд [10].

Особливо складно відтворити біогенну сірчаноокислу корозію в каналізаційних середовищах. Лабораторні випробування не можуть повною мірою охопити мікробіологічні процеси, які найбільше впливають на фактичну деградацію стічних мереж [22]. Результати хімічних випробувань з H_2SO_4 значно відрізняються від тих, що отримані за участі мікробіологічно продукованої H_2SO_4 . Наприклад, мікрокремнезем та зола виносу покращували стійкість зразків у хімічних тестах, але у разі мікробіологічного впливу не показували послідовного покращення [8]. Надзвичайно складним завданням є відтворення реальних каналізаційних умов в лабораторії, а саме: комплексна дія мікробіологічного впливу, складність контролю температури та вологості, а також безпекові ризики, що пов'язані з утворенням газу H_2S [9].

В існуючих методах не відтворюються повноцінно реальні умови з одночасною дією кількох агресивних факторів [25]. Іноді у випробуваннях досліджується одночасний вплив як сульфатної агресії, так і циклів заморожування-відтавання, однак результати таких випробувань відрізняються від умов експлуатації [6]. А вплив циклів зволоження-висихання, зміни температури, ламінарного потоку та хлорид-іонів не повністю відтворюється в існуючих протоколах досліджень [3, 5, 18]. Цикли зволоження-відтавання іноді включаються в протокол, проте вони не стандартизовані і демонструють суттєву розбіжність в різних дослідженнях [5]. Вплив ламінарного потоку також досліджується в окремих випробуваннях, але не відображає повноцінно складну гідродинаміку реальних умов [18]. Фізико-хімічна деградація зразків у розчинах сульфатів моделюється нерівномірно, особливо у випадках, коли В/Ц зразків відрізняється [26].

На даний час немає загального глобального стандарту чи протоколу дослідження для випробування стійкості бетону до сульфатноокислої агресії [17, 23, 24]. Умови випробувань та оцінка результатів відрізняються залежно від країни. Наприклад, в Європі немає уніфікованого стандарту для визначення сульфатостійкості [3]. Національні ж стандарти інших країн (швейцарський SIA 262/1, канадський CSA A3004-C8, німецький DIN 19573 та китайський GB/T 50082-2024) суттєво відрізняються за методами підготовки зразків, режимами попередньої витримки, умовами експозиції та критеріями оцінювання результатів [5, 27].

Зараз найбільш широко застосовується американський стандарт ASTM C1012, але і в ньому є суттєві обмеження. Він переважно орієнтований на випробування розчинових сумішей, а не бетонних, має суттєву розбіжність результатів під час тестування в різних лабораторіях, і не відтворює реальну поведінку конструкцій в умовах експлуатації [4]. Інший стандарт ASTM C452-15 застосовується лише для класичного портландцементу без добавок [3]. ASTM C267 обмежується застосуванням для певних типів бетону [28].

Для різних досліджень змінними є ключові параметри: концентрація розчину, частота оновлення розчину, геометрія зразків, умови витримки, інтервали вимірювань та критерії оцінювання [27, 29]. Частота оновлення розчину неоднаково враховується в різних протоколах, але при цьому часто визначається як основний параметр, який впливає на втрату маси та швидкість деградації зразків [29].

Також різні індикатори не можна однаковим чином застосувати до звичайного портландцементу та, наприклад, лужноактивованого в'язучого. Універсального показника стійкості до сульфатної кислоти немає, а візуальна оцінка часто є суб'єктивною [7, 28]. Немає кореляції між споживанням кислоти та зміною міцності на стиск, зміна маси може відрізнитися

через можливі сколювання самих зразків, а глибина втрати лужності значною мірою залежить від початкової лужності та типу матеріалу [7, 28]. Існуючі стандарти передбачають однорідність матеріалу, а тому є неприйнятними для бетонних елементів, що виготовлені за допомогою 3D-друку, що мають анізотропні властивості [30].

Ще однією проблемою є тривалість випробувань на сульфатостійкість. Стандартні випробування згідно ASTM C1012 потребують до 18 місяців для оцінки розчинів [4], а метод USBR 4908 для бетонних зразків – до 2 років [3]. В той же час для прогнозування довгострокової поведінки бетонних конструкцій навіть таких тривалих термінів може бути недостатньо [8, 23, 31].

За допомогою прискорених методів можна швидко отримати результати, але їх достовірність буде не точною. Вже існують методи, що скорочують тривалість випробувань з 12 місяців до 21 дня для розчинів та з 6 місяців до 56 днів для бетону [4]. Але таке значне скорочення термінів ставить під сумнів правильність процесу деградації зразків [16]. Високі концентрації чи підвищена температура можуть кардинально змінити механізм сульфатної атаки [8, 20]. Як правило, властивості бетону при сульфатній агресії спочатку покращуються, а потім з часом погіршуються. Відповідно дослідження на різних часових етапах (від 3 місяців до декількох років) можуть охоплювати різні стадії деградації [19, 26].

Тому одним з основних невирішених питань залишається встановлення надійного співвідношення між прискореними методами та реальними умовами витримки [24]. Об'єктивно складно одержати довгострокові дані про корозію в реальних умовах, проте без цих даних обґрунтованість прискорених методів підтвердити неможливо [24].

Помітні недоліки мають також окремі вимірювальні підходи. Наприклад, нерівномірний розподіл крупного заповнювача в бетоні може давати неточні результати вимірювання швидкості ультразвукового імпульсу (UPV) [13]. Цей метод також не реагує на оптимізацію мікропористої структури матеріалу на ранніх стадіях [14]. Метод комп'ютерної томографії хоч і дає детальні зображення внутрішніх пошкоджень, однак він дороговартісний і за його допомогою не завжди можливо точно ідентифікувати тяжкість пошкоджень [12, 13]. А стандартні тензометричні датчики, наприклад, не можна надійно закріпити на зразках, що піддалися корозії [23].

Навіть типові параметри вимірювань часто важко інтерпретувати. Внаслідок сколювання та утворення гіпсу на поверхні зразків вимірювання втрати маси не стандартизовані між різними протоколами [5, 28, 29]. Випробування міцності на стиск є руйнівним методом і для моніторингу в реальному часі не підходить [14]. При вимірюванні розширення припускається повне проникнення сульфату в зразок, але на практиці це практично не відбувається [5]. Для різних в'язучих систем глибина нейтралізації рН також буде різною, тому що залежить від початкової лужності матеріалу [7].

Одним із перспективних підходів є метод тривимірного фрактального аналізу кородованих поверхонь [17, 24], однак ще остаточно не встановлено його зв'язок з реальними показниками експлуатації [17]. Для моніторингу внутрішніх змін рН застосовуються також рН-сенсори на основі оксидів іридію, які в сильному кислотному середовищі можуть розчинятися [32]. Сучасним методом прогнозування деградації є моделі машинного навчання. Вони можуть мати високі коефіцієнти кореляції ($R^2=0,9739$ для PSO-LSTM), проте дещо обмежені доступністю даних [16].

Як вже згадувалося, більшість випробувань проводиться на розчинових зразках, а не бетонних. Однак такий підхід залишає поза увагою вплив крупного заповнювача та зони контакту «заповнювач-матриця» (interfacial transition zone, ITZ) [3, 5]. Невеликі розміри зразків не можуть повною мірою репрезентувати реальні умови [5]. Тому результати, отримані для розчинів чи цементної пасти, не можна безпосередньо застосувати для бетону [8]. Зразки бетону, відібрані з натурних об'єктів, є неоднорідними, що ускладнює як інтерпретацію результатів, так і їх відтворюваність та надійність [12].

Для нових класів матеріалів та в'язучих наявні методи можуть бути не зовсім придатними. Для лужноактивованих в'язучих [9, 11], геополімерів та інших нетрадиційних матеріалів [5] існуючі стандарти можуть мати обмеження щодо застосування. А для бетонних елементів, виготовлених за допомогою 3D-друку, які мають анізотропні властивості за рахунок пошарового формування, протоколи випробувань фактично відсутні [30]. Для гібридних в'язучих систем на основі алюмінатного цементу з додаванням доменного гранульованого шлаку (CAC+GGBFS) також виявлено, що чинні методи оцінювання сульфатостійкості не повною мірою враховують специфіку формування продуктів гідратації, що ускладнює прогнозування довговічності таких систем [33].

Згадані раніше розбіжності між суто хімічними випробуваннями в розчинах сульфатів або кислот та біогенною корозією є окремою категорією обмежень. У процесі корозії беруть участь сірчаноокиснювальні бактерії (зокрема, *Acidithiobacillus thiooxidans*). Тому чисто хімічні випробування не здатні повною мірою відтворити динаміку деградації, що відбувається в реальних умовах [8, 22].

Вже застосовуються методи, які моделюють біогенну корозію. Такі мікробіологічні випробування більш реалістичні порівняно зі стандартними, проте є складними як з технічної точки зору, так і для стандартизації [9, 28]. Для їх реалізації потрібне спеціалізоване обладнання та контрольований ріст бактерій, а також врахування безпекових ризиків, пов'язаних з утворенням газу H_2S [9, 28].

Існує також комбінований підхід, який враховує взаємодію біологічних та хімічних процесів. Однак його практичне впровадження залишається обмеженим [22].

Висновки щодо опрацьованих джерел є неоднозначними. Це значною мірою зумовлено різними умовами експлуатації, за яких відбувається сульфатна агресія. У дослідженнях, що орієнтовані на каналізаційні середовища, звертається увага на неспроможність суто хімічних випробувань достовірно відтворити механізми біогенної корозії [8, 9, 10, 11, 22]. Дослідження, які зосереджені на заглиблених конструкціях, що експлуатуються в сульфатних ґрунтах чи в морських середовищах, роблять основний акцент на концентрації агресивного середовища, іонній взаємодії то комбінованих процесах деградації [6, 20, 25]. Однак обидва напрямки визначають, що прискорені методи випробувань можуть змінювати механізм деградації, але характер цієї зміни залежить від фактичних умов експлуатації.

Сучасні неруйнівні підходи, що поєднують комп'ютерну томографію з вимірюванням швидкості ультразвукового імпульсу (UPV) [13], а також характеристика поверхні за допомогою тривимірного фрактального аналізу [17, 24] усувають окремі обмеження вимірювань, однак вони поки що не стандартизовані, і тому не можуть повноцінно інтегруватись до існуючих систем оцінювання.

Вибір системи матеріалів також впливає на різницю між лабораторними та натурними результатами. Чинні норми найбільш придатні у разі випробувань систем на основі звичайного портландцементу у середовищах розчинів з низькою концентрацією [20]. В цьому випадку стандартні показники (розширення, втрата маси, зниження міцності) демонструють прийнятну кореляцію з реальними умовами [20]. Але для лужноактивованих в'язучих систем та геополімерів ці показники можуть давати доволі суперечливі чи навіть хибні результати, оскільки їх механізми деградації відрізняються від систем на основі портландцементу [11, 28].

Лабораторні мікробіологічні випробування (МІС) з тіосульфатом як джерелом сірки [9] демонструють, що умови біогенної корозії можна частково відтворити. При цьому можна отримати характер деградації, подібний до реальних умов. Однак тривалість такого випробування складає 6 місяців і потребує підтримки мікробіологічної культури, що обмежує його практичне впровадження.

Дослідження, що безпосередньо порівнюють багаторічні лабораторні та натурні результати, послідовно доводять, що прискорені методи придатні для порівняльного

скринінгу матеріалів, але непридатні для надійного прогнозування терміну служби конструкцій [10, 11, 20].

Для України, враховуючи масштаб інфраструктурної кризи, ці обмеження створюють також специфічну прикладну проблему. Значний відсоток аварійних мереж та очисних споруд, що потребують реконструкції [1], вимагає методів, які можуть реалістично відтворити комбіновану дію сульфатної агресії, біогенної корозії та циклічних температурно-вологісних навантажень. А, оскільки, ця проблема є нагальною, то розробка точних та швидких методів має бути пріоритетною.

Перспективи подальших досліджень полягають у розробленні методів з реалістичними концентраціями сульфатів, які зберігають натурні механізми деградації за прийнятною тривалості випробувань; стандартизації мікробіологічних випробувань біогенної корозії на основі тіосульфату; створенні протоколів для комбінованих впливів (сульфатна агресія, заморожування-відтавання, хлорид-іони); уніфікації показників експлуатаційних властивостей для різних в'язучих систем; а також у подальшому розвитку неруйнівних методів і прогностичних моделей машинного навчання з валідацією на довгострокових натурних даних. Принциповим є те, що чинні хімічні прискорені тести залишаються придатними для порівняльного скринінгу матеріалів, проте остаточне рішення щодо терміну служби конструкцій має спиратися на комплексний підхід, який поєднує лабораторні, мікробіологічні та натурні методи оцінювання.

Висновки.

1. Прискорені тести з висококонцентрованими розчинами не лише пришвидшують деградацію, а й здатні змінювати її механізми, внаслідок чого результати таких випробувань є непридатними для надійного встановлення терміну служби конструкцій.

2. Встановлено шість основних категорій обмежень існуючих методів: неможливість відтворення реальних біогенних процесів у каналізаційних середовищах; відсутність уніфікованого протоколу на рівні СЕН; обмеження часового масштабу; недостатня надійність вимірювальних показників; нерепрезентативність розчинових зразків щодо бетонних конструкцій; неузгодженість хімічних і біогенних методів випробувань.

3. Запропонована систематика обмежень може бути використана при формуванні технічних завдань на лабораторні випробування бетонів для реконструкції 417 очисних споруд і понад 14,7 тис. км аварійних мереж централізованого водовідведення в Україні та для гармонізації національної нормативної бази з вимогами Закону України № 2887-IX і європейських директив.

4. Подальші дослідження варто спрямувати на розробку методів з реалістичними концентраціями сульфатів, стандартизацію мікробіологічних випробувань біогенної корозії, створення протоколів для комбінованих експлуатаційних впливів, а також на розвиток неруйнівних методів і прогностичних моделей машинного навчання.

References

1. Ministry of Community and Territorial Development of Ukraine (2025). Natsionalna dopovid pro yakist pytnoi vody ta stan pytnoho vodopostachannia ta vodovidvedennia v Ukraini u 2024 rotsi [National report on the quality of drinking water and the state of drinking water supply and wastewater disposal in Ukraine in 2024]. Kyiv. URL: <https://mindev.gov.ua/diialnist/napriamy/sfera-komunalnykh-posluh/tsentralizovane-vodopostachannia-ta-vodovidvedennia/natsionalna-dopovid-pro-iakist-pytnoi-vody-ta-stan-pytnoho-vodopostachannia-v-ukraini> [in Ukrainian].

Література

1. Національна доповідь про якість питної води та стан питного водопостачання та водовідведення в Україні у 2024 році / Міністерство розвитку громад та територій України. Київ, 2025. URL: <https://mindev.gov.ua/diialnist/napriamy/sfera-komunalnykh-posluh/tsentralizovane-vodopostachannia-ta-vodovidvedennia/natsionalna-dopovid-pro-iakist-pytnoi-vody-ta-stan-pytnoho-vodopostachannia-v-ukraini> (дата звернення: 13.03.2026).

2. Verkhovna Rada of Ukraine (2023). Pro vodovidvedennia ta ochyshchennia stichnykh vod [On water drainage and wastewater treatment: Law of Ukraine dated 12.01.2023 No. 2887-IX]. URL: <https://zakon.rada.gov.ua/laws/show/2887-20> [in Ukrainian].
3. Jabbour, M., Metalssi, O. O., Quiertant, M., & Baroghel-Bouny, V. (2022). A critical review of existing test-methods for external sulfate attack. *Materials*, 15(21), Article 7554. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma15217554>.
4. Mousavinezhad, S., Toledo, W. K., Newton, C. M., & Aguayo, F. (2024). Rapid assessment of sulfate resistance in mortar and concrete. *Materials*, 17(19), Article 4678. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma17194678>.
5. Wang, Q., Kunther, W., Li, Y., Visalakshi, T., Gomasa, R., Amroun, S., De Souza, D. J., Kasaniya, M., Tole, I., Li, X., Hooton, R. D., Suraneni, P., & Wilson, W. (2025). Sulfate attack testing approaches from concrete to cement paste: A review by RILEM TC 298-EBD. *Materials and Structures*, 58, Article 232. DOI: <https://doi.org/10.1617/s11527-025-02759-x>.
6. Wu, H., Lv, C., Xu, Y., Sun, Y., & Qu, S. (2025). Deterioration of concrete under the combined action of sulfate attack and freeze-thaw cycles: A review. *Materials*, 18(18), Article 4309. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma18184309>.
7. Santos, B. S., Machini, W. B. S., Matias, G., Moreira, N. F. S. T., Portugal, P. M. M., Torres, I., Tadeu, A., & Almeida, J. A. S. (2025). Mortars with enhanced chemical resistance: Effects of sulphuric acid exposure. *Developments in the Built Environment*, 21, Article 100592. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dibe.2024.100592>.
8. Monteny, J., Vincke, E., Beeldens, A., De Belie, N., Taerwe, L., Van Gemert, D., & Verstraete, W. (2000). Chemical, microbiological, and in situ test methods for biogenic sulfuric acid corrosion of concrete. *Cement and Concrete Research*, 30(4), 623–634. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(00\)00219-2](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00219-2).
9. Khan, H. A., Yasir, M., & Castel, A. (2022). Performance of cementitious and alkali-activated mortars exposed to laboratory simulated microbially induced corrosion test. *Cement and Concrete Composites*, 128, Article 104445. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2022.104445>.
10. Khan, H. A., Castel, A., Khan, M. S. H., & Mahmood, A. H. (2019). Durability of calcium aluminate and sulphate resistant Portland cement based mortars in aggressive sewer environment and sulphuric acid. *Cement and Concrete Research*, 124, Article 105852. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.105852>.
11. Khan, H. A., Castel, A., & Khan, M. S. H. (2020). Corrosion investigation of fly ash based geopolymer
2. Про водовідведення та очищення стічних вод: Закон України від 12.01.2023 № 2887-IX. *Верховна Рада України: офіц. вебпортал*. 2023. URL: <https://zakon.rada.gov.ua/laws/show/2887-20> (дата звернення: 13.03.2026).
3. Jabbour M., Metalssi O. O., Quiertant M., Baroghel-Bouny V. A critical review of existing test-methods for external sulfate attack. *Materials*. 2022. Vol. 15, No. 21. Article 7554. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma15217554>.
4. Mousavinezhad S., Toledo W. K., Newton C. M., Aguayo F. Rapid assessment of sulfate resistance in mortar and concrete. *Materials*. 2024. Vol. 17, No. 19. Article 4678. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma17194678>.
5. Wang Q., Kunther W., Li Y. et al. Sulfate attack testing approaches from concrete to cement paste: a review by RILEM TC 298-EBD. *Materials and Structures*. 2025. Vol. 58. Article 232. DOI: <https://doi.org/10.1617/s11527-025-02759-x>.
6. Wu H., Lv C., Xu Y. et al. Deterioration of concrete under the combined action of sulfate attack and freeze-thaw cycles: A review. *Materials*. 2025. Vol. 18, No. 18. Article 4309. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma18184309>.
7. Santos B. S., Machini W. B. S., Matias G. et al. Mortars with enhanced chemical resistance: Effects of sulphuric acid exposure. *Developments in the Built Environment*. 2025. Vol. 21. Article 100592. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dibe.2024.100592>.
8. Monteny J., Vincke E., Beeldens A. et al. Chemical, microbiological, and in situ test methods for biogenic sulfuric acid corrosion of concrete. *Cement and Concrete Research*. 2000. Vol. 30, No. 4. P. 623–634. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(00\)00219-2](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00219-2).
9. Khan H. A., Yasir M., Castel A. Performance of cementitious and alkali-activated mortars exposed to laboratory simulated microbially induced corrosion test. *Cement and Concrete Composites*. 2022. Vol. 128. Article 104445. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2022.104445>.
10. Khan H. A., Castel A., Khan M. S. H., Mahmood A. H. Durability of calcium aluminate and sulphate resistant Portland cement based mortars in aggressive sewer environment and sulphuric acid. *Cement and Concrete Research*. 2019. Vol. 124. Article 105852. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.105852>.
11. Khan H. A., Castel A., Khan M. S. H. Corrosion investigation of fly ash based geopolymer mortar in

- mortar in natural sewer environment and sulphuric acid solution. *Corrosion Science*, 168, Article 108586. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2020.108586>.
12. Jian, Y., Liu, D., Cao, K., & Tang, Y. (2023). Compartmentalized quantitative analysis of concrete sulfate-damaged area based on ultrasonic velocity. *Materials*, 16(7), Article 2658. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma16072658>.
13. Liu, D., Gong, C., Tang, Y., Jian, Y., Cao, K., & Chen, H. (2022). Evaluation of corrosion damage in sulfate-attacked concrete by CT, ultrasonic pulse velocity testing and AHP methods. *Sensors*, 22(8), Article 3037. DOI: <https://doi.org/10.3390/s22083037>.
14. Song, H., Fan, S., Zhang, S., & Gong, M. (2023). Strength deterioration prediction of pervious concrete in sulfate and dry-wet cycle environments utilizing ultrasonic velocity. *PLOS One*, 18(6), Article e0286948. DOI: <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0286948>.
15. Wu, L., Hu, C., & Liu, W. V. (2020). Forecasting the deterioration of cement-based mixtures under sulfuric acid attack using support vector regression based on Bayesian optimization. *SN Applied Sciences*, 2, Article 1970. DOI: <https://doi.org/10.1007/s42452-020-03778-9>.
16. Cao, K., Liu, D., Tang, Y., Zhang, W., Jian, Y., & Chen, S. (2024). Failure node prediction study of in-service tunnel concrete for sulfate attack by PSO-LSTM based on Markov correction. *Case Studies in Construction Materials*, 20, Article e03153. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cscm.2024.e03153>.
17. Xiao, J., Zeng, H., Huang, H., Liu, L., Li, L., Yuan, B., & Zhong, Z. (2024). Experimental investigation on the influence of strength grade on the surface fractal dimension of concrete under sulfuric acid attack. *Buildings*, 14(3), Article 713. DOI: <https://doi.org/10.3390/buildings14030713>.
18. Zhang, W., & Song, Z. (2023). Theoretical model and experimental research on mortar corrosion by sulfuric acid in laminar flow. *Tehnički Vjesnik*, 30(6), 1929–1934. DOI: <https://doi.org/10.17559/TV-20230713000800>.
19. Wu, Q., Ma, Q., & Huang, X. (2021). Mechanical properties and damage evolution of concrete materials considering sulfate attack. *Materials*, 14(9), Article 2343. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma14092343>.
20. Qiao, D., Matsushita, T., Maenaka, T., & Shimamoto, R. (2021). Long-term performance assessment of concrete exposed to acid attack and external sulfate attack. *Journal of Advanced Concrete Technology*, 19(7), 796–810. DOI: <https://doi.org/10.3151/jact.19.796>.
21. Chang, H. B., & Choi, Y. C. (2020). Accelerated performance evaluation of repair mortars for concrete natural sewer environment and sulphuric acid solution. *Corrosion Science*. 2020. Vol. 168. Article 108586. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2020.108586>.
12. Jian Y., Liu D., Cao K., Tang Y. Compartmentalized quantitative analysis of concrete sulfate-damaged area based on ultrasonic velocity. *Materials*. 2023. Vol. 16, No. 7. Article 2658. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma16072658>.
13. Liu D., Gong C., Tang Y. та ін. Evaluation of corrosion damage in sulfate-attacked concrete by CT, ultrasonic pulse velocity testing and AHP methods. *Sensors*. 2022. Vol. 22, No. 8. Article 3037. DOI: <https://doi.org/10.3390/s22083037>.
14. Song H., Fan S., Zhang S., Gong M. Strength deterioration prediction of pervious concrete in sulfate and dry-wet cycle environments utilizing ultrasonic velocity. *PLOS One*. 2023. Vol. 18, No. 6. Article e0286948. DOI: <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0286948>.
15. Wu L., Hu C., Liu W. V. Forecasting the deterioration of cement-based mixtures under sulfuric acid attack using support vector regression based on Bayesian optimization. *SN Applied Sciences*. 2020. Vol. 2. Article 1970. DOI: <https://doi.org/10.1007/s42452-020-03778-9>.
16. Cao K., Liu D., Tang Y. et al. Failure node prediction study of in-service tunnel concrete for sulfate attack by PSO-LSTM based on Markov correction. *Case Studies in Construction Materials*. 2024. Vol. 20. Article e03153. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cscm.2024.e03153>.
17. Xiao J., Zeng H., Huang H. et al. Experimental investigation on the influence of strength grade on the surface fractal dimension of concrete under sulfuric acid attack. *Buildings*. 2024. Vol. 14, No. 3. Article 713. DOI: <https://doi.org/10.3390/buildings14030713>.
18. Zhang W., Song Z. Theoretical model and experimental research on mortar corrosion by sulfuric acid in laminar flow. *Tehnički Vjesnik*. 2023. Vol. 30, No. 6. P. 1929–1934. DOI: <https://doi.org/10.17559/TV-20230713000800>.
19. Wu Q., Ma Q., Huang X. Mechanical properties and damage evolution of concrete materials considering sulfate attack. *Materials*. 2021. Vol. 14, No. 9. Article 2343. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma14092343>.
20. Qiao D., Matsushita T., Maenaka T., Shimamoto R. Long-term performance assessment of concrete exposed to acid attack and external sulfate attack. *Journal of Advanced Concrete Technology*. 2021. Vol. 19, No. 7. P. 796–810. DOI: <https://doi.org/10.3151/jact.19.796>.
21. Chang H. B., Choi Y. C. Accelerated performance evaluation of repair mortars for

- sewer pipes subjected to sulfuric acid attack. *Journal of Materials Research and Technology*, 9(6), 13635–13645. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.09.124>.
22. O’Connell, M., McNally, C., & Richardson, M. G. (2010). Biochemical attack on concrete in wastewater applications: A state of the art review. *Cement and Concrete Composites*, 32(7), 479–485. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2010.05.001>.
23. Xiao, J., Huang, H., Zeng, H., Liu, L., Li, L., Jiang, H., Zhong, Z., & Chen, A. (2023). Experimental study on the sulfuric acid corrosion resistance of PHC used for pipe pile and NSC used in engineering. *Buildings*, 13(7), Article 1596. DOI: <https://doi.org/10.3390/buildings13071596>.
24. Xiao, J., Qu, W., Jiang, H., & Dong, W. (2020). Three-dimensional fractal characterization of concrete surface subjected to sulfuric acid attacks. *Journal of Nondestructive Evaluation*, 39, Article 57. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10921-020-00689-y>.
25. Zhang, C., Li, J., Yu, M., Lu, Y., & Liu, S. (2024). Mechanism and performance control methods of sulfate attack on concrete: A review. *Materials*, 17(19), Article 4836. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma17194836>.
26. Sun, Y., You, M., Yin, X., Hou, D., Li, J., & Zhou, X. (2025). Study on the micro-mechanism of corrosion deterioration of concrete under sulfate attack environment. *Materials*, 18(12), Article 2904. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma18122904>.
27. Carvalho, Y. M., Pinheiro, B. S., Pinto, V. G., & Brandt, E. M. F. (2020). Performance of blended concrete with supplementary cementitious materials under sulfuric acid – A systematic review. *Matéria*, 27(2), Article e13211. DOI: <https://doi.org/10.1590/S1517-707620220002.1311>.
28. Gu, L., Bennett, T., & Visintin, P. (2019). Sulphuric acid exposure of conventional concrete and alkali-activated concrete: Assessment of test methodologies. *Construction and Building Materials*, 197, 681–692. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.11.166>.
29. Irico, S., De Meyst, L., Qvaeschning, D., Alonso, M. C., Villar, K., & De Belie, N. (2020). Severe sulfuric acid attack on self-compacting concrete with granulometrically optimized blast-furnace slag – Comparison of different test methods. *Materials*, 13(6), Article 1431. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma13061431>.
30. Baz, B., Aouad, G., Kleib, J., Bulteel, D., & Remond, S. (2021). Durability assessment and microstructural analysis of 3D printed concrete exposed to sulfuric acid environments. *Construction and Building Materials*, 278, Article 121456. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.121456>.
- concrete sewer pipes subjected to sulfuric acid attack. *Journal of Materials Research and Technology*. 2020. Vol. 9, No. 6. P. 13635–13645. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.09.124>.
22. O’Connell M., McNally C., Richardson M. G. Biochemical attack on concrete in wastewater applications: A state of the art review. *Cement and Concrete Composites*. 2010. Vol. 32, No. 7. P. 479–485. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2010.05.001>.
23. Xiao J., Huang H., Zeng H. et al. Experimental study on the sulfuric acid corrosion resistance of PHC used for pipe pile and NSC used in engineering. *Buildings*. 2023. Vol. 13, No. 7. Article 1596. DOI: <https://doi.org/10.3390/buildings13071596>.
24. Xiao J., Qu W., Jiang H., Dong W. Three-dimensional fractal characterization of concrete surface subjected to sulfuric acid attacks. *Journal of Nondestructive Evaluation*. 2020. Vol. 39. Article 57. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10921-020-00689-y>.
25. Zhang C., Li J., Yu M. et al. Mechanism and performance control methods of sulfate attack on concrete: A review. *Materials*. 2024. Vol. 17, No. 19. Article 4836. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma17194836>.
26. Sun Y., You M., Yin X. et al. Study on the micro-mechanism of corrosion deterioration of concrete under sulfate attack environment. *Materials*. 2025. Vol. 18, No. 12. Article 2904. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma18122904>.
27. Carvalho Y. M., Pinheiro B. S., Pinto V. G., Brandt E. M. F. Performance of blended concrete with supplementary cementitious materials under sulfuric acid – a systematic review. *Matéria*. 2020. Vol. 27, No. 2. Article e13211. DOI: <https://doi.org/10.1590/S1517-707620220002.1311>.
28. Gu L., Bennett T., Visintin P. Sulphuric acid exposure of conventional concrete and alkali-activated concrete: Assessment of test methodologies. *Construction and Building Materials*. 2019. Vol. 197. P. 681–692. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.11.166>.
29. Irico S., De Meyst L., Qvaeschning D. та ін. Severe sulfuric acid attack on self-compacting concrete with granulometrically optimized blast-furnace slag-comparison of different test methods. *Materials*. 2020. Vol. 13, No. 6. Article 1431. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma13061431>.
30. Baz B., Aouad G., Kleib J. et al. Durability assessment and microstructural analysis of 3D printed concrete exposed to sulfuric acid environments. *Construction and Building Materials*. 2021. Vol. 278. Article 121456. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.121456>.

- Building Materials*, 290, Article 123220. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123220>.
31. Luimes, R. A., Rooyackers, F. A. M., Suiker, A. S. J., Clemens, F. H. L. R., & Bosco, E. (2024). A novel approach for the lifetime prediction and structural health monitoring of concrete sewer systems exposed to biogenic sulphide corrosion. *Cement and Concrete Research*, 181, Article 107517. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2024.107517>.
32. Sampaio, R., Bastos, A., & Ferreira, M. (2022). New sensors for monitoring pH and corrosion of embedded steel in mortars during sulfuric acid attack. *Sensors*, 22(14), Article 5356. DOI: <https://doi.org/10.3390/s22145356>.
33. Fan, W., Zhuge, Y., Ma, X., Chow, C. W. K., Gorjian, N., Oh, J. A., & Duan, W. (2020). Durability of fibre-reinforced calcium aluminate cement (CAC)-ground granulated blast furnace slag (GGBFS) blended mortar after sulfuric acid attack. *Materials*, 13(17), Article 3822. <https://doi.org/10.3390/ma13173822>.
- Materials*. 2021. Vol. 290. Article 123220. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123220>.
31. Luimes R. A., Rooyackers F. A. M., Suiker A. S. J. та ін. A novel approach for the lifetime prediction and structural health monitoring of concrete sewer systems exposed to biogenic sulphide corrosion. *Cement and Concrete Research*. 2024. Vol. 181. Article 107517. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2024.107517>.
32. Sampaio R., Bastos A., Ferreira M. New sensors for monitoring pH and corrosion of embedded steel in mortars during sulfuric acid attack. *Sensors*. 2022. Vol. 22, No. 14. Article 5356. DOI: <https://doi.org/10.3390/s22145356>.
33. Fan W., Zhuge Y., Ma X. et al. Durability of fibre-reinforced calcium aluminate cement (CAC)-ground granulated blast furnace slag (GGBFS) blended mortar after sulfuric acid attack. *Materials*. 2020. Vol. 13, No. 17. Article 3832. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma13173822>.

HRINCHENKO VITALII

PhD student,
Department of Chemical Technology of Composite
Materials, National Technical University of Ukraine
"Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute", Ukraine
<https://orcid.org/0009-0006-2965-5096>
Researcher ID: QAX-7683-2026
E-mail: v.hrinchenko@kpi.ua

SIKORSKYI OLEKSII

Candidate of Technical Sciences, Senior Lecturer,
Department of Chemical Technology of Composite
Materials, National Technical University of Ukraine
"Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute", Ukraine
<https://orcid.org/0000-0002-3730-2016>
Scopus Author ID: 57205190051
Researcher ID: J-5174-2017
E-mail: o.sikorsky@kpi.ua

Vitalii HRINCHENKO, Oleksii SIKORSKYI

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

**LIMITATIONS OF CURRENT SULFATE RESISTANCE TESTING METHODS
FOR EVALUATING CONCRETE DURABILITY: A SYSTEMATIC REVIEW**

Purpose. The purpose of this work is to identify and systematize the main limitations of current sulfate resistance testing methods for concrete that reduce their reliability in predicting the actual behaviour of structures under aggressive service environments, as well as to analyse promising directions for overcoming these limitations, taking into account Ukraine's needs in the recovery and modernization of wastewater infrastructure.

Methodology. The study is based on a systematic review and qualitative synthesis of data derived from primary experimental studies, narrative and systematic reviews, and regulatory documents. Source screening was conducted using the Scopus and Web of Science databases according to criteria focused on sulfate resistance testing methods, identification of protocol limitations, and examination of the correlation between laboratory and field results. The practical part was developed on the basis of data from the National Report on the Quality of Drinking Water and the State of Drinking Water Supply and Wastewater Disposal in Ukraine in 2024.

Findings. Six main categories of limitations have been identified: inability to adequately reproduce real service conditions, imperfection of existing standards, time-scale constraints, insufficient reliability of measurement indicators and approaches, non-representativeness of specimens and materials, and inconsistency between chemical and biogenic testing methods. It has been established that accelerated tests using highly concentrated solutions can alter the mechanisms of degradation rather than merely accelerate them. The current standards ASTM C1012, SIA 262/1, CSA A3004-C8, DIN 19573 and GB/T 50082 differ

substantially in testing conditions and evaluation criteria, while the European Committee CEN does not have a unified protocol.

Originality. *It consists in the systematic alignment of methodological limitations of international sulfate resistance testing protocols with the applied requirements for evaluating concrete durability under conditions of infrastructure crisis in Ukraine, which has made it possible to substantiate priority directions for adapting these protocols to the needs of the wastewater sector recovery.*

Practical value. *The proposed systematization of limitations can be used in the formulation of technical specifications for laboratory testing of concrete intended for the repair and reconstruction of 417 wastewater treatment facilities and more than 14.7 thousand kilometres of dilapidated centralized sewerage networks, as well as for the harmonization of national regulatory documents with the requirements of the Law of Ukraine No. 2887-IX and the directives of the European Union.*

Keywords: *concrete; concrete sulfate resistance; testing methods; biogenic corrosion; sewer networks; accelerated testing; wastewater treatment facilities.*

<https://doi.org/10.30857/2786-5371.2026.3.3>

Received: 29.04.2026
Revised: 18.05.2026
Accepted: 29.05.2026
Published: 29.05.2026

Ольга ПАРАСКА¹, Віта НЕГОРУЙ¹, Андрій ГОРБАНЬ²

¹Хмельницький національний університет, Україна

²Чорноморський національний університет імені Петра Могили,
Миколаїв, Україна

УДК 677.076.4:602.4:
615.46

БІОТЕХНОЛОГІЧНІ ПІДХОДИ ДО СТВОРЕННЯ ІННОВАЦІЙНИХ НЕТКАНИХ МАТЕРІАЛІВ З АНТИМІКРОБНИМИ ВЛАСТИВОСТЯМИ

Мета. Обґрунтування та аналіз біотехнологічних методів створення інноваційних нетканних матеріалів з антимікробними властивостями для підвищення безпечності та функціональних властивостей готових виробів.

Методика дослідження полягає у комплексному аналізі сучасних біотехнологічних способів модифікації нетканних полотен, фізико-хімічних методах оцінювання структури та властивостей матеріалів. Просочення методом занурення текстильного матеріалу використано як технологічний спосіб біомодифікації нетканних матеріалів антимікробними агентами на основі декаметоксину. У процесі дослідження використано методи аналізу наукових джерел, структурно-функціонального оцінювання матеріалів, а також методи визначення антимікробної активності та стійкості модифікованих поверхонь.

Результати. Дослідження показали, що застосування біотехнологічних методів модифікації нетканних матеріалів сприяє формуванню стійких антимікробних властивостей зі збереженням їх структурної цілісності після антимікробної обробки. Встановлено, що використання методу просочення композиціями на основі декаметоксину забезпечує рівномірний розподіл антимікробного агента на поверхні матеріалу та підвищує ефективність пригнічення патогенної мікрофлори.

Наукова новизна. Обґрунтовано біотехнологічні підходи до функціоналізації інноваційних нетканних матеріалів із використанням антимікробних агентів та визначенні ролі декаметоксину у формуванні стабільних антимікробних структур. Підтверджено доцільність біомодифікації нетканних матеріалів для підвищення їх біоцидної активності без погіршення експлуатаційних властивостей.

Практична значимість. Систематизовано біотехнологічні підходи створення інноваційних санітарно-гігієнічних виробів, спеціалізованих нетканних матеріалів, медичних матеріалів із пролонгованою антимікробною дією. Запропоновані рішення сприяють підвищенню рівня безпеки, біосумісності, гігієнічності та функціональності сучасних нетканних матеріалів.

Ключові слова: неткані матеріали; біотехнологічні підходи; антимікробні властивості; декаметоксин; вологі серветки.

Вступ. Актуальність дослідження зумовлена зростанням потреби у функціональних текстильних матеріалах, здатних забезпечувати ефективний антимікробний захист, біосумісність та безпечність використання. Неткані матеріали найбільше застосовують в гігієнічному секторі, який охоплює майже 32% їх використання. Одним із ключових напрямів цього сектору є виробництво для охорони здоров'я та гігієнічного призначення, серед яких: операційні покриття, драпірувальні матеріали, медичні тканини, покривала, постільна білизна, гігієнічні серветки тощо. За типом структури, світовий ринок поділяють наступним чином: близько 15% припадає на тканинні матеріали, 20% – на трикотажні, а переважна частка 65% на неткані матеріали. Медичний текстиль – один із динамічних напрямів технічного текстилю у світі. За оцінками експертів, у 2019 році обсяг ринку медичних технологій становив близько 17 млрд дол. США, у 2025 році спостерігалось зростання до 24 млрд дол. США, демонструючи середньорічний приріст до 5% [1, 2].

В асортименті медичного текстилю особливе місце займають серветки – одноразові виробництво з нетканого полотна, просочені спеціальними засобами. Їх класифікують на два основні типи: вологі та сухі. Волога серветка (або вологий рушник) – це заздалегідь зволожений засіб для очищення, який часто використовують для догляду за тілом, медичним

обладнанням та побутового прибирання. Основною перевагою таких серветок є зручність у використанні, у порівнянні з традиційними мийними та дезінфекційними засобами [3, 4].

Забезпечення належної гігієни поверхонь у закладах охорони здоров'я, медичного обладнання є важливим аспектом профілактики інфекцій, пов'язаних із наданням медичної допомоги. Одним із найбільш ефективних методів локальної дезінфекції є використання серветок, просочених дезінфекційними засобами. Антимікробні серветки використовують для швидкої та цільової обробки поверхні шкіри, робочих поверхонь, елементів медичного обладнання. Їх перевага полягає у поєднанні механічного очищення та хімічної дезінфекції в одному продукті, що дозволяє значно скоротити час обробки та забезпечити рівномірний розподіл антимікробних речовин у поверхні волокна. Ефективність вологих серветок значною мірою залежить від складу просочувального розчину, текстильного матеріалу та часу контакту з поверхнею. Визначним фактором, який обумовлює вибір дезінфекційного засобу, є ризик розвитку резистентності до антимікробних препаратів, що важливим аргументом на користь застосування готових серветок із контрольованим вмістом активних речовин, які забезпечують стандартизовану та відтворювану дію під час щоденної обробки поверхонь.

Таким чином, антимікробні серветки є невід'ємною частиною сучасної системи інфекційного контролю, а їх застосування для очищення має науково обґрунтований та практично ефективний підхід інфекційного контролю в закладах охорони здоров'я. Однак деякі серветки можуть бути агресивними для шкіри через вміст спирту або консервантів, наприклад, таких як метилхлорізогіазолінон. Часте застосування таких виробів може спричинити подразнення, висипання, сухість, почервоніння чи інші негативні реакції, особливо при використанні на чутливих ділянках, наприклад, на обличчі. Як альтернатива, дедалі більшої популярності набувають вологі серветки на основі біорозкладних та екологічно безпечних матеріалів [1, 3, 5].

Постановка завдання. Обґрунтування та аналіз біотехнологічних підходів до створення інноваційних нетканих матеріалів з антимікробними властивостями для розширення сфер їх практичного застосування у санітарно-гігієнічних, медичних та спеціалізованих виробках.

Результати дослідження. Антимікробні серветки, як правило, складаються з двох основних складових: абсорбувальної основи та антисептичного розчину. Основа виконує функцію носія, що забезпечує механічну міцність виробу та сприяє рівномірному розподілу активного складу. Основу нетканих матеріалів виготовляють з натуральних, синтетичних волокон або їх комбінацій [3, 6]. Основні типи сировини для основи нетканих матеріалів та їх характеристики детально проаналізовано в таблиці 1.

Таблиця 1

Властивості матеріалів основи для виготовлення антимікробних серветок







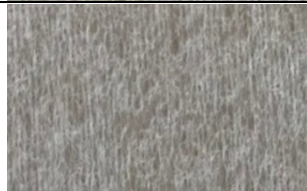
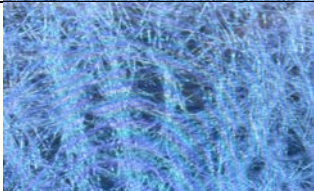


Матеріал	Характеристика
Бавовна	М'яка на дотик, добре поглинає вологу, висока міцність
Віскоза	Дуже м'яка на дотик, висока поглинальна здатність, середня міцність
Поліестер	Висока механічна міцність
Деревна целюлоза	Має велику площу поверхні та стрічкоподібну морфологію, що покращує очищення
Поліпропілен	Висока міцність
Поліамід	М'який на дотик, гнучкий, забезпечує комфортне відчуття
Поліетилен	Низька густина, висока гнучкість
Сумішеві матеріали (поліестер/віскоза, льон/віскоза)	Поєднують властивості обох компонентів у суміші
Льон, джут, шовк, рамі, коноплі	Висока міцність, гігроскопічність, повітропроникність, стійкість до зношування

За даними таблиці 1, тип волокнистого матеріалу істотно впливає на властивості антимікробних серветок, зокрема їх міцність, поглинальну здатність, біорозкладність та екологічну безпеку.

Морфологічна структура антимікробних серветок з нетканих матеріалів визначає функціональні властивості: міцність, вологопоглинання, ворсоутворення, бар'єрні властивості готових виробів, що безпосередньо впливає на фізико-механічні властивості матеріалу. Для детального вивчення структурних особливостей дослідних зразків нетканих матеріалів за допомогою цифрового мікроскопу Andonstar ADSM 301 (Shenzhen Andonstar Technology Co. Ltd., Китай), було проведено мікроскопічний аналіз поверхні, проаналізовано волокнистий склад (аналіз будови) на структурному рівні, поверхневу щільність, товщину зразків, які є ключовими показниками при виборі матеріалів для виробництва антимікробних серветок [6, 7]. Товщину зразків вимірювали за допомогою мікрометричного пристрою з плоскою вимірювальною платформою та пресувальним елементом – товщиноміром Shahe 5317-10 (Shahe®, Китай). Для стабілізації показників перед вимірюванням дослідні зразки витримували за кімнатної температури та нормальної вологості протягом доби. Узагальнені дані, наведено в таблиці 2.

Таблиця 2

Структурно-морфологічні властивості дослідних зразків нетканих матеріалів

Зразок	Зовнішній вигляд дослідних зразків	Зображення зразка під мікроскопом	Волокнистий склад, %	Товщина, мм
№1			Віскоза, 100%	0,3
№2			Бавовна, 100%	0,32
№3			Віскоза, 30%; поліестер 70%	0,28
№4			Віскоза, 10%; поліестер, 90%	0,19
№5			Віскоза, 80%; віскоза (BioFlush), 20%	0,4

Аналіз структурно-морфологічних властивостей дослідних зразків нетканих матеріалів показав, що їх товщина значною мірою залежить від волокнистого складу. Зразки № 1, № 2,

виготовлені з переважанням целюлозних волокон (віскоза, бавовна), мають більшу товщину, що обумовлено особливостями структури та щільності волокон. Натомість матеріали з високим вмістом поліестеру, зразок № 3, № 4 мають меншу товщину, що може бути пов'язано з більш щільним упорядкуванням синтетичних волокон. Зразок № 5 з (BioFlush) має найвищу товщину серед досліджених, що свідчить про можливість створення матеріалів із покращеними фізичними властивостями для застосування у виготовленні антимікробних серветок із підвищеною міцністю та комфортом використання. Візуальний аналіз зразків під мікроскопом підтверджує різноманітність волокнистої структури, що визначає їх функціональні характеристики.

З метою комплексного аналізу дослідних зразків нетканих матеріалів було проведено органолептичне дослідження, що включало визначення швидкості горіння, характеру запаху при термічному розкладанні, а також реакції зразків на дію концентрованих мінеральних кислот. Результати досліджень наведено в таблиці 3.

Таблиця 3

Органолептичні характеристики дослідних зразків нетканих матеріалів

№ зразка	Волокнистий склад	Поверхнева щільність, г/м ²	Швидкість горіння	Запах при горінні	Розчинність в хімічних реагентах
1	Віскоза, 100%	40	Горить швидко без кіптяви	Паленого паперу	Розчинність в HCl _{конц.} , H ₂ SO ₄ конц.
2	Бавовна, 100%	45	Горить швидко без кіптяви	Паленого паперу	При взаємодії з HCl _{конц.} спостерігають жовте забарвлення
3	Віскоза, 30%; поліестер 70%	40	Помірне горіння з утворенням оплавленого краю	Слабко виражений солодкуватий	Часткова стійкість до HCl _{конц.} , деформація в H ₂ SO ₄ конц.
4	Віскоза, 10%; поліестер, 90%	25	Повільне горіння з оплавленням	Солодкуватий	Не розчинні в HCl _{конц.} , H ₂ SO ₄ конц.
5	Віскоза, 80%; віскоза (BioFlush), 20%	60	Горить швидко без кіптяви	Паленого паперу	Розчинність в HCl _{конц.} , H ₂ SO ₄ конц.

Зазначені показники таблиці 3 дозволяють оцінити не лише термічну та хімічну стійкість матеріалів, але й зробити припущення щодо їх екологічної безпечності, ступеня біорозкладності та придатності до використання в умовах підвищених гігієнічних вимог.

Аналіз органолептичних характеристик нетканих матеріалів різного волокнистого складу показав, що домінування целюлозних компонентів (віскози, бавовни) зумовлює швидке горіння з утворенням запаху паленого паперу та високу чутливість до концентрованих мінеральних кислот (HCl_{конц.}, H₂SO₄конц.). Такі матеріали легко розчинні під дією кислот, що свідчить про їхню низьку хімічну стійкість, але високу екологічну здатність до біодеструкції. Натомість у зразках з переважанням синтетичних волокон, зокрема поліестеру, спостерігають уповільнене горіння, формування оплавленого краю, солодкуватий запахом та виражену хімічну стійкість до кислотних середовищ. Матеріали змішаного складу мають проміжні характеристики, що свідчить про можливість варіювання властивостей шляхом зміни

співвідношення волокон. Високу поверхневу щільність має зразок № 5 з BioFlush, що може забезпечити покращення механічних та сорбційних властивостей виробу, водночас підвищуючи його екологічну безпечність.

Таким чином, на морфологічну структуру антимікробних серветок впливає основа нетканих матеріалів, яка забезпечує необхідні функції: очищення, поглинання, дезінфекція, мінімальна контамінація. Тип волокон, метод спікання або з'єднання, поверхнева обробка формують специфічні властивості антимікробних серветок. Отримані результати дозволяють диференційовано підходити до вибору інноваційних нетканих матеріалів залежно від вимог до їх термостійкості, хімічної інертності чи здатності до біодеструкції в умовах медичного або гігієнічного використання [4, 6].

Дослідження капілярності (h , мм) нетканих матеріалів є важливим етапом оцінки їх гігроскопічних властивостей. Капілярність нетканих матеріалів, що використовують для виготовлення антимікробних серветок, визначали з метою оцінки їх здатності поглинати та рівномірно розподіляти рідину поверхнею матеріалу. Цей показник важливий для забезпечення ефективного змочування, рівномірного розподілу активних речовин та збереження споживчих властивостей готового виробу [6, 8]. Капілярність характеризує поглинання рідини поздовжніми капілярами матеріалу, оцінюють – висотою підйому рідини протягом години у зразку матеріалу, який одним кінцем занурений у забарвлений розчин. Для визначення капілярності зразки розміром 50×300 мм фіксували в затискачі таким чином, щоб один кінець залишався вільним, а інший занурювали в ємність з розчином барвника. Кінетичне вимірювання висоти підняття рідини h , мм проводили з інтервалом 10 хвилин протягом 1 години. Результати дослідження капілярності дослідних зразків нетканих матеріалів наведено на рис. 1.

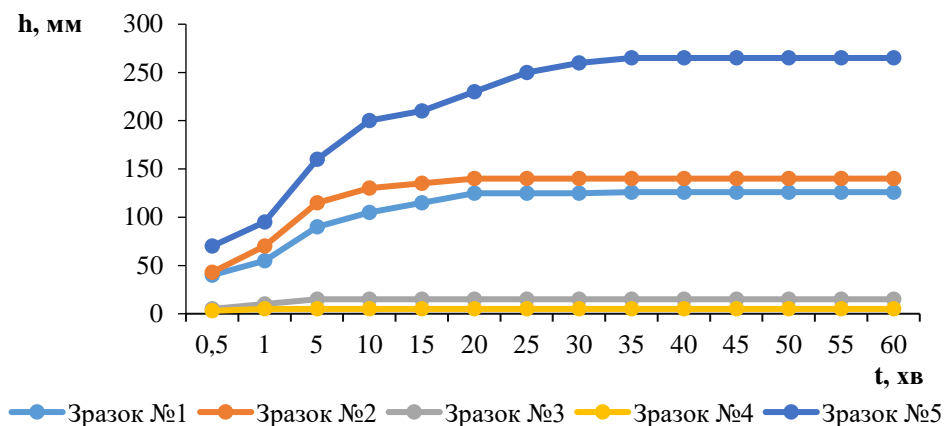


Рис. 1. Кінетика підйому рідини (h , мм) у дослідних зразках нетканих матеріалів

Графічне представлення результатів дослідження капілярного підняття рідини, свідчить про суттєву різницю в абсорбційній здатності досліджуваних нетканих матеріалів залежно від їхнього складу та поверхневої щільності.

Найвищу капілярну активність продемонстрував зразок № 5 (віскоза 80%, віскоза BioFlush, 20%, щільністю 60 г/м^2), який вже упродовж перших 30 хвилин досяг висоти підняття понад 260 мм, після чого спостерігалось насичення. Такий результат зумовлений високою гідрофільністю віскозних волокон у поєднанні з оптимальною щільністю матеріалу. Високі значення також показав зразок № 2 (бавовна, 100%, щільністю 45 г/м^2) – до 140 мм, що пояснюють природною абсорбційною здатністю бавовняних волокон та добре розвиненою пористою структурою полотна.

Зразок № 1 (віскоза, 100%, щільністю 40 г/м^2) продемонстрував середню капілярну активність – до 125 мм, що свідчить про ефективну, але дещо нижчу порівняно із зразком № 5 здатність до вологопоглинання. Натомість зразок № 3 (віскоза 30%, поліестер, 70%, щільністю

40 г/м²) та зразок № 4 (віскоза, 10%, поліестер, 90%, щільністю 25 г/м²) показали суттєво нижчі значення менше 20 мм, що обумовлено переважним вмістом гідрофобного поліестеру та зниженою щільністю, особливо у зразка № 4.

Таким чином, результати дослідження показують доцільність застосування нетканих матеріалів з високим вмістом віскози або бавовни та підвищеною щільністю у виробництві інноваційних нетканих матеріалів для забезпечення ефективного змочування, рівномірного розподілу дезінфекційного розчину і комфортного використання споживачами.

Біотехнологічні підходи до створення інноваційних нетканих матеріалів з антимікробними властивостями передбачають використання методів біомодифікації, іммобілізації антимікробних агентів, функціоналізації поверхні та просочування матеріалів біологічно активними композиціями з метою надання їм стійких антимікробних, гігієнічних і захисних властивостей без погіршення фізико-хімічних та експлуатаційних характеристик [9, 10]. Аналіз біотехнологічних підходів показав, що біомодифікація, функціоналізація поверхні та іммобілізація антимікробних агентів забезпечують формування стійких антимікробних властивостей нетканих матеріалів. Найбільш ефективними є окуночні методи просочування та нанесення біологічно активних композицій, які сприяють рівномірному розподілу антимікробних речовин, збереженню фізико-хімічних характеристик нетканих матеріалів, підвищенню їх безпечності та функціональності.

Крім того, сучасні біотехнологічні підходи створення інноваційних нетканих матеріалів з антимікробними властивостями мають забезпечувати використання ефективних та безпечних антимікробних компонентів для формування функціональних покриттів і модифікації поверхні. З урахуванням вимог впливу на шкіру, широкого спектра антимікробної активності, стабільності та сумісності з нетканими матеріалами, як антисептичний компонент було обрано водний розчин декаметоксину [11, 12]. Декаметоксин є катіонною поверхнево-активною речовиною, що належить до класу четвертинних амонієвих сполук. Структурну формулу декаметоксину зображено на рис. 2.

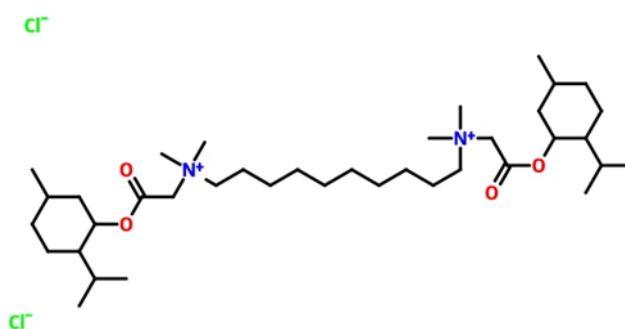


Рис. 2. Структурна формула декаметоксину

Механізм антимікробної дії декаметоксину зумовлений здатністю до порушення цілісності клітинних мембран мікроорганізмів, що призводить до втрати осмотичної рівноваги, руйнування цитоплазматичних структур і загибелі клітини. Декаметоксин проявляє високу активність щодо грампозитивних та грамнегативних бактерій, включаючи *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*, а також щодо дріжджоподібних грибів *Candida albicans* та вірусів, зокрема з ліпідною оболонкою.

Важливою перевагою декаметоксину та препаратів на його основі, є низька токсичність, відсутність кумулятивного ефекту, а також відсутність подразнювальної дії на шкіру та слизові оболонки, що дозволяє його застосування у виробі особистої гігієни, включно з продукцією для дітей та осіб з підвищеною чутливістю шкіри. На відміну від інших антисептиків, декаметоксин не сприяє розвитку резистентних форм мікроорганізмів при тривалому застосуванні.

З технологічної точки зору, декаметоксин є стабільним у водному середовищі, не вступає в реакцію з іншими компонентами антимікробної композиції, добре фіксується на целюлозовмісних та синтетичних волокнах, зберігаючи антисептичну активність упродовж усього терміну зберігання виробу.

Таким чином, вибір розчину декаметоксину як активного компонента для просочення нетканих матеріалів є доцільним з погляду ефективності, безпечності та технологічної сумісності, що дозволяє створювати інноваційні гігієнічні вироби із антимікробною дією. Слід зазначити, що використання декаметоксину відповідає принципами зеленої хімії, оскільки препарат не містить токсичних чи канцерогенних домішок, не створює побічних продуктів та має низьке екотоксикологічне навантаження. Відсутність летких органічних сполук у водних розчинах декаметоксину сприяє зменшенню негативного впливу на довкілля [3, 5].

З екологічної точки зору, просочення нетканих матеріалів водними розчинами декаметоксину сприяє реалізації цілей сталого розвитку (ЦСР), зокрема забезпеченню здоров'я та добробуту (ЦСР 3), відповідального споживання і виробництва (ЦСР 12), а також зменшенню забруднення водних екосистем (ЦСР 6 – чиста вода та санітарія, ЦСР 14 – збереження морських екосистем) [1, 5, 13].

Таким чином, використання розчинів декаметоксину забезпечує баланс між функціональністю, безпекою та екологічністю при створенні сучасних безспиртових вологих серветок.

Одним із перспективних біотехнологічних підходів в текстильному опорядженні є надання нетканим матеріалам антимікробних властивостей з метою підвищення їхньої функціональності та безпечності у використанні. Це особливо актуально для виробів гігієнічного і медичного призначення, де необхідно забезпечити захист від патогенних мікроорганізмів. Біотехнологічні підходи процесів антимікробної обробки забезпечують високу ефективність, економічну доцільність застосування технології, що не погіршує споживчих властивостей інноваційних нетканих матеріалів. Загальна схема технологічного процесу антимікробної обробки нетканих матеріалів включає три основні стадії (рис. 3). А саме вибір нетканої основи, підготовка антимікробного розчину, просочення та герметичне пакування.



Рис. 3. Схема технологічного процесу антимікробної обробки

Оптимальний підбір параметрів технологічного процесу антимікробної обробки нетканих матеріалів забезпечує ефективність знезараження, стабільність препарату та безпечність використання. Кожен із зазначених етапів відіграє важливу роль у досягненні кінцевого результату. Підготовка зразків забезпечує належні умови для подальшої антимікробної обробки. Як видно з рис. 3, надання антимікробних властивостей здійснюють за контрольованими параметрами (тривалість від 5 до 10 хв., температура 20 °C). В процесі фасування необхідно забезпечити збереження властивостей матеріалу до моменту використання. Така структура технологічного процесу відповідає сучасним біотехнологічним

підходам, є універсальною основою для подальшої оптимізації умов та адаптації до конкретних типів нетканних матеріалів.

З метою надання антимікробної обробки дослідні зразки оброблено водними розчинами декаметоксину (ТОВ Юрія-Фарм, Україна) різної концентрації (0,02%; 0,01%; 0,005%) при нормальних умовах методом просочення, тривалість обробки від 5 до 10 хвилин з плюсуванням. Витрати антимікробного розчину 1 мл на 1 зразок нетканого матеріалу розмірами 25x25 мм.

Для оцінювання ефективності антимікробної обробки було здійснено мікробіологічне дослідження. Зразки нетканних матеріалів помістили в чашки Петрі в хромогенне середовище (таблиця 4) для виділення і диференціації патогенів [4, 8]. Головне призначення хромогенного середовища – швидке виявлення патогенних мікроорганізмів в посівах із сечостатевого тракту. Однак використання може бути ширшим – в якості загального поживного агару для ізоляції різноманітних мікроорганізмів.

Таблиця 4

Середовище для виділення і диференціації патогенів

Склад	С, г/л
Пептон і дріжджовий екстракт	17
Хромогенна суміш	1
Агар	15

Хромогенна суміш містить субстрат, який проникає в середину мікроорганізму і там взаємодіє з специфічним ферментом. Кольоровий продукт спричиняє локалізацію забарвлення в місці росту колонії (рис. 4). Різні мікроорганізми набувають насичених специфічних кольорів.



Рис. 4. Зразки нетканних матеріалів в хромогенному середовищі

Посів проводять за допомогою пінцету в антисептичних умовах. Якщо чашку з готовим середовищем зберігають в холодильнику, її необхідно нагріти при кімнатній температурі до 25 °С. Після використання кожного дослідного зразка пінцет обов'язково підносять до полум'я пальника на відстані до 10 см для знезараження, після чого наносять дослідні зразки на чашку Петрі. Інкубацію проводять в аеробних умовах при 37 °С від 18 до 24 годин.

Для виявлення антимікробної дії провели оцінювання росту мікроорганізмів за такими групами: ентерококи, представники кишкової групи, стафілококи *Staphylococcus aureus*, кокова мікрофлора та гриби, зокрема *Aspergillus spp.* Також використовували контрольний зразок, у якому не було зафіксовано росту жодного виду мікроорганізмів [14, 15]. Результати дослідження наведено у таблицях 5–7.

Зразки, оброблені розчином декаметоксину у концентрації 0,02%, продемонстрували найбільш виражену антимікробну дію. Ентерококи, представники кишкової групи, кокова мікрофлора та кишкові палички були відсутні. Із грибів виявлено лише *Aspergillus spp.* у зразку № 1, при цьому концентрація була незначною. Щодо *Staphylococcus aureus*, ріст зафіксовано лише у зразках № 3 і № 5. У зразках № 1, № 2 та № 4 стафілококи не виявлені.

Таблиця 5

Вплив мікроорганізмів на антимікробні властивості нетканних матеріалів, оброблених розчином декаметоксину концентрацією 0,02%

Зразок нетканого матеріалу	Мікроорганізми	Колонії	Гриби	Колонії
1	-	-	-	-
2	-	-	<i>Aspergillius</i>	$1 \cdot 10^4$
3	<i>Staphylococcus Aureus</i>	$1 \cdot 10^7$	-	-
4	-	-		
5	<i>Staphylococcus Aureus</i>	$1 \cdot 10^7$		

Таблиця 6

Вплив мікроорганізмів на антимікробні властивості нетканних матеріалів, оброблених розчином декаметоксину концентрацією 0,01%

Зразок нетканого матеріалу	Мікроорганізми	Колонії	Гриби	Колонії
1, 2, 4	-	-	<i>Aspergillius</i>	$1 \cdot 10^4$
3, 5	<i>Staphylococcus Aureus</i>	$1 \cdot 10^7$		

Зниження концентрації декаметоксину до 0,01% демонструє відсутність росту бактерій із досліджених груп, проте в цих зразках виявлено колонії грибів *Aspergillus spp.* При цьому антимікробну дія проти *Staphylococcus aureus* зберігають зразки № 3 та № 5, що свідчить про високу чутливість бактерій до концентрації 0,01% декаметоксину. Водночас виявлення грибкової мікрофлори вказує на обмежену ефективність розчинів декаметоксину при цій концентрації щодо грибкових інфекцій, що потребує удосконалення складу або режиму обробки.

Таблиця 7

Вплив мікроорганізмів на антимікробні властивості нетканних матеріалів, оброблених розчином декаметоксину концентрацією 0,005%

Зразок нетканого матеріалу	Мікроорганізми	Колонії	Гриби	Колонії
1, 3, 4	-	-	<i>Aspergillius</i>	$1 \cdot 10^4$
2, 5	<i>Staphylococcus Aureus</i>	$1 \cdot 10^7$		

При концентрації декаметоксину 0,005% спостерігають зниження ефективності антимікробної дії. Усі досліджувані зразки демонструють наявність колоній грибів *Aspergillus spp.*, а в зразках № 2 та № 5 спостерігають активний ріст *Staphylococcus aureus*. Це свідчить про те, що дана концентрація декаметоксину недостатня для забезпечення належного контролю як бактеріальної, так і грибкової стійкості нетканних матеріалів.

Таким чином, встановлено, що антимікробна дія розчинів декаметоксину є концентраційно залежною. При 0,02% вмісті діючої речовини спостерігають значне зменшення загальної мікробної контамінації, включаючи грибкові та бактеріальні компоненти. Використання декаметоксину у концентрації 0,01% дозволяє досягти часткового знезараження, головним чином проти бактерій, але є менш ефективним щодо грибкової мікрофлори.

Для детального дослідження взаємодії розчину декаметоксину з поверхнею волокон проведено спектральний аналіз зразків нетканних матеріалів після обробки розчинами декаметоксину. Вплив розчинів декаметоксину на структуру нетканних матеріалів досліджено за допомогою методів ІЧ-спектроскопії на ІЧ-Фур'є спектрометрі IRAffinity-1 (Shimadzu®, Японія), що наведено на рис. 4.

В результаті ІЧ-спектроскопії встановлено, що смуги зв'язаної абсорбованої води зміщені в область низьких частот, а також спостерігають зменшення їх інтенсивності внаслідок витягування ОН-груп.

Спектральний аналіз засвідчив, що целюлозні і поліестерні зразки містять первинні та вторинні -ОН групи, які мають максимумами приблизно рівної інтенсивності: 3856 см^{-1} – первинна -ОН та 3508 см^{-1} – вторинна -ОН, що здатні утворювати водневий зв'язок різної сили.

Первинні групи утворюють такий зв'язок швидше, однак він слабкіший за силою взаємодії, а вторинні групи – повільніше, але зв'язок сильніший. Завдяки водневим зв'язкам забезпечується здатність розчину декаметоксину добре сорбуватися та утримуватися на поверхні і всередині структури волокон.

SHIMADZU

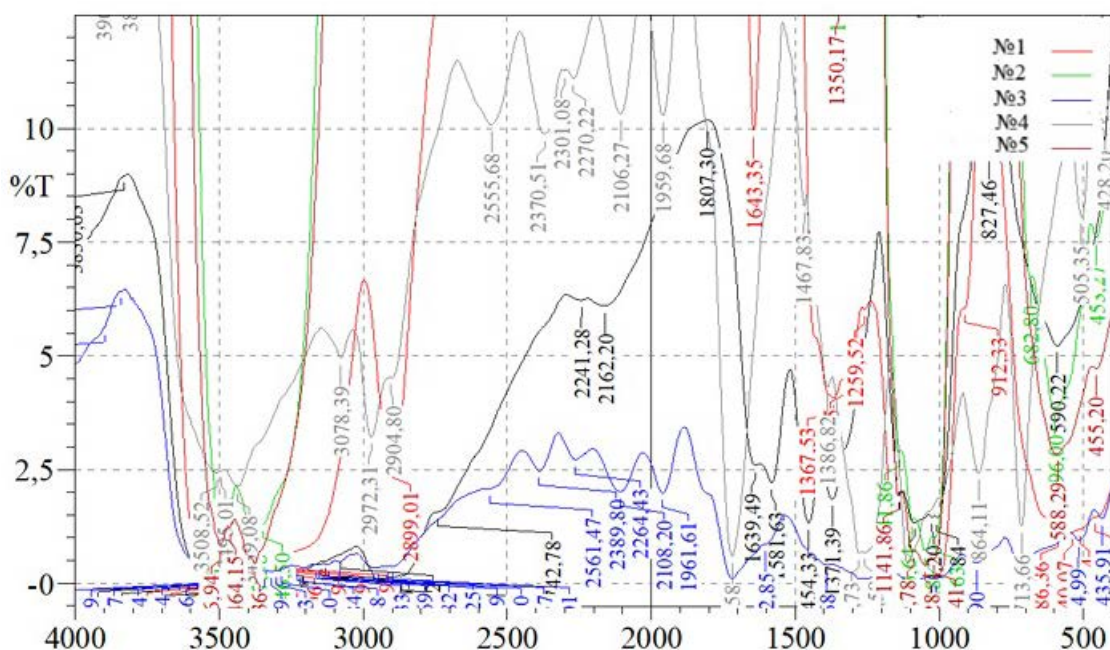


Рис. 5. Спектральний аналіз нетканних матеріалів

Зафіксувати безпосередньо наявність адсорбованих розчинів декаметоксину на волокнах методом ІЧ-спектроскопії складно, оскільки основні характеристичні смуги груп атомів компонентів суміші перекривають характеристичні смуги груп волокон.

Комплексне дослідження біотехнологічних підходів до створення інноваційних нетканних матеріалів з антимікробними властивостями показало, що зразки № 3, № 4 з високим вмістом поліестеру мають низку капілярність, а відповідно низьку ефективність проникнення антимікробних засобів в структуру матеріалів. Тому не рекомендовано для вибору основи інноваційних нетканних матеріалів з антимікробними властивостями.

Зразки № 1, № 2, № 5 продемонстрували високі значення капілярності, що пояснюють природною абсорбційною здатністю целюлозних волокон та добре розвинуеною пористою структурою полотна. Однак при дослідженні антимікробної стійкості зразка № 5 зафіксовано ріст *Staphylococcus aureus*, при всіх концентраціях антимікробної речовини.

Тому оптимальними матеріалами для створення інноваційних нетканних матеріалів з антимікробними властивостями є зразки № 1 та № 2. Використання 0,02 % розчину декаметоксину сприяє значному зменшенню загальної мікробної контамінації, включаючи грибові та бактеріальні компоненти. Використання 0,01 % розчину декаметоксину дозволяє досягти часткового знезараження, головним чином проти бактерій, але є менш ефективним щодо грибової мікрофлори.

Висновки. У результаті проведеного дослідження обґрунтовано доцільність застосування біотехнологічних підходів для створення інноваційних нетканних матеріалів з

антимікробними властивостями. Встановлено, що використання сучасних методів біомодифікації забезпечує формування стійкої антимікробної активності матеріалів.

Доведено ефективність методу просочення як технологічного способу функціоналізації нетканих полотен розчинами на основі декаметоксину. Визначено, що така модифікація сприяє рівномірному розподілу антимікробного агента на поверхні матеріалу, підвищує рівень пригнічення патогенної мікрофлори та забезпечує стабільність антимікробного ефекту.

Запропоновано технологію антимікробної обробки нетканих матеріалів методом просочення. Проаналізовано вплив біомодифікації на властивості нетканих матеріалів і підтверджено збереження їх структурної цілісності після антимікробної обробки. Встановлено перспективність використання декаметоксину як ефективного антимікробного компонента для створення медичних, санітарно-гігієнічних та спеціалізованих текстильних виробів із пролонгованою захисною дією.

Практичне значення отриманих результатів полягає у можливості впровадження запропонованих біотехнологічних рішень у виробництво інноваційних нетканих матеріалів підвищеної безпечності, біосумісності та функціональності. Отримані результати можуть бути використані для подальшого удосконалення технологій створення функціональних текстильних матеріалів із антимікробною дією.

References

Література

1. Tanasa, F., Teaca, C.-A., Nechifor, M., Ignat, M., Duceac, I. A., & Ignat, L. (2023). Highly specialized textiles with antimicrobial functionality – advances and challenges. *Textiles*, 3(2), 219–245. DOI: <https://doi.org/10.3390/textiles3020015>.
2. Textile Exchange (n.d.). Materials Market Report 2025. URL: <https://textileexchange.org/knowledge-center/reports/materials-market-report-2025/>.
3. Ramya, K. K., & Amutha, K. K. (2021). Eco-Friendly Wet Wipes – A Review. *ICATT 2021 – International Conference Advances In Technical Textiles* (pp. 60–66). Tamilnadu, India. URL: https://www.researchgate.net/publication/355522200_Eco-Friendly_Wet_Wipes_-A_Review.
4. Song, X., Vossebein, L., & Zille, A. (2019). Efficacy of disinfectant-impregnated wipes used for surface disinfection in hospitals: a review. *Antimicrob Resist Infect Control*, 8, 139. DOI: <https://doi.org/10.1186/s13756-019-0595-2>.
5. Shahid-ul-Islam, Shahid, M., & Mohammad, F. (2013). Green chemistry approaches to develop antimicrobial textiles based on sustainable biopolymers – a review. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 52(15), 5245–5260. DOI: <https://doi.org/10.1021/ie303627x>.
6. Kushevskiy, M. O., & Shvets, G. S. (2021). *Materialoznavstvo shveinoho vyrobnytstva* [Materials science of garment production: a textbook]. Kyiv: Condor. 412 p. [in Ukrainian].
7. Kaikobad, M., Mahmud, M. F., Sayam, A., Paul, S. C., Reza, M. A., Faruque, M. O., Apel, N. A., & Sarker, M. E. (2023). Evaluation of physical and mechanical characteristics of three-thread fleece knit fabric for their structural changes. *Heliyon*. 2023. Vol. 9.
1. Tanasa F., Teaca C.-A., Nechifor M., Ignat M., Duceac I.A., Ignat L. Highly specialized textiles with antimicrobial functionality – advances and challenges. *Textiles*. 2023. Vol. 3, No. 2. P. 219–245. DOI: <https://doi.org/10.3390/textiles3020015>.
2. Materials Market Report 2025. *Textile Exchange*. URL: <https://textileexchange.org/knowledge-center/reports/materials-market-report-2025/>.
3. Ramya K. K., Amutha K. K. Eco-Friendly Wet Wipes – A Review. *ICATT 2021 – International Conference Advances In Technical Textiles*. Tamilnadu, India, 2021. P. 60-66. URL: https://www.researchgate.net/publication/355522200_Eco-Friendly_Wet_Wipes_-A_Review.
4. Song X., Vossebein L., Zille A. Efficacy of disinfectant-impregnated wipes used for surface disinfection in hospitals: a review. *Antimicrob Resist Infect Control*. 2019. Vol. 8. Art. 139. DOI: <https://doi.org/10.1186/s13756-019-0595-2>.
5. Shahid-ul-Islam, Shahid M., Mohammad F. Green chemistry approaches to develop antimicrobial textiles based on sustainable biopolymers – a review. *Industrial & Engineering Chemistry Research*. 2013. Vol. 52, No. 15. P. 5245–5260. DOI: <https://doi.org/10.1021/ie303627x>.
6. Кущевський М. О., Швець Г. С. *Матеріалознавство швейного виробництва: навчальний посібник*. К.: Кондор, 2021. 412 с.
7. Kaikobad M., Mahmud M. F., Sayam A., Paul S. C., Reza M. A., Faruque M. O., Apel N. A., Sarker M. E. Evaluation of physical and mechanical characteristics of three-thread fleece knit fabric for their structural changes. *Heliyon*. 2023. Vol. 9.

- fabric for their structural changes. *Heliyon*, 9, e21588. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e21588>.
8. Paraska, O., Nehorui, V., Gorban, A., & Buratowski, T. (2025). Analysis of the effectiveness of the application of the composition biosurfactants in technologies of antimicrobial treatment of fleece materials for military and civil purposes. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, 4 (6 (136)), 23–34. DOI: <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2025.337901>.
9. Lourenço, M., Duarte, N., & Ribeiro, I. A. (2024). Exploring biosurfactants as antimicrobial approaches. *Pharmaceuticals*, 17(9), 1239. DOI: <https://doi.org/10.3390/ph17091239>.
10. Falk, N. A. (2019). Surfactants as antimicrobials: a brief overview of microbial interfacial chemistry and surfactant antimicrobial activity. *Journal of Surfactants and Detergents*, 22(5), 1119–1127. DOI: <https://doi.org/10.1002/jsde.12293>.
11. YURiA-PHARM (n.d.). Pharmaceutical group. URL: <https://www.uf.ua/>
12. Faustova, M., Ananieva, M., Loban, G., Chumak, Y., & Petrenko, R. (2021). Film-forming properties of *Streptococcus* spp. in the presence of antiseptics based on cationic surface-active compounds. *Current problems of modern medicine: Bulletin of the Ukrainian Medical Stomatological Academy*, 21 (3(75)), 218–221. DOI: <https://doi.org/10.31718/2077-1096.21.3.218>.
13. Reshma, A., Priyadarisini, V., & Amutha, K. (2018). Sustainable antimicrobial finishing of fabrics using natural bioactive agents – a review. *Int J Life Sci Pharma Res.*, 8(4), 10–20. DOI: <https://doi.org/10.22376/ijpbs/lpr.2018.8.4.L10-20>.
14. Paraska, O., Synyuk, O., Radek, N., Zolotenko, E., & Mychajlovskyi, Y. (2023). Usage of biosurfactants as environmental friendly detergents for textile products cleaning. *Fibres and Textiles*, 30(5), 42–51. DOI: <https://doi.org/10.15240/tul/008/2023-5-005>.
15. McKenna, P. P., Naughton, P. J., Dooley, J. S. G., Ternan, N. G., Lemoine, P., Banat, I. M. (2024). Microbial Biosurfactants: Antimicrobial Activity and Potential Biomedical and Therapeutic Exploits. *Pharmaceuticals*, 17(1), 138. DOI: <https://doi.org/10.3390/ph17010138>.
- Art. e21588. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e21588>.
8. Paraska O., Nehorui V., Gorban A., Buratowski T. Analysis of the effectiveness of the application of the composition biosurfactants in technologies of antimicrobial treatment of fleece materials for military and civil purposes. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*. 2025. Vol. 4, No. 6 (136). P. 23–34. DOI: <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2025.337901>.
9. Lourenço M., Duarte N., Ribeiro I. A. Exploring biosurfactants as antimicrobial approaches. *Pharmaceuticals*. 2024. Vol. 17(9). Art. 1239. DOI: <https://doi.org/10.3390/ph17091239>.
10. Falk N. A. Surfactants as antimicrobials: a brief overview of microbial interfacial chemistry and surfactant antimicrobial activity. *Journal of Surfactants and Detergents*. 2019. Vol. 22 (5). P. 1119–1127. DOI: <https://doi.org/10.1002/jsde.12293>.
11. YURiA-PHARM. Pharmaceutical group. URL: <https://www.uf.ua/>
12. Faustova M., Ananieva M., Loban G., Chumak Y., Petrenko R. Film-forming properties of *Streptococcus* spp. in the presence of antiseptics based on cationic surface-active compounds. *Актуальні проблеми сучасної медицини: Вісник Української медичної стоматологічної академії*. 2021. Т. 21, № 3 (75). С. 218–221. DOI: <https://doi.org/10.31718/2077-1096.21.3.218>.
13. Reshma A., Priyadarisini V., Amutha K. Sustainable antimicrobial finishing of fabrics using natural bioactive agents – a review. *Int J Life Sci Pharma Res*. 2018. Vol. 8 (4). P. 10–20. DOI: <https://doi.org/10.22376/ijpbs/lpr.2018.8.4.L10-20>.
14. Paraska O., Synyuk O., Radek N., Zolotenko E., Mychajlovskyi Y. Usage of biosurfactants as environmental friendly detergents for textile products cleaning. *Fibres and Textiles*. 2023. Vol. 30, № 5. P. 42–51. DOI: <https://doi.org/10.15240/tul/008/2023-5-005>.
15. McKenna P. P., Naughton P. J., Dooley J. S. G., Ternan N. G., Lemoine P., Banat I. M. Microbial Biosurfactants: Antimicrobial Activity and Potential Biomedical and Therapeutic Exploits. *Pharmaceuticals*. 2024. Vol. 17, № 1. Art. 138. DOI: <https://doi.org/10.3390/ph17010138>.

PARASKA OLGA

Doctor of Technical Science, Professor,
Department Chemistry and Chemical Engineering,
Khmelnyskyi National University, Ukraine
<https://orcid.org/0000-0002-3803-0382>
Scopus Author ID: 56226918000
Researcher ID: HTR-2763-2023
E-mail: olgaparaska@khnmu.edu.ua

NEHORUI VITA

PhD student,
Department Chemistry and Chemical Engineering,
Khmelnyskyi National University, Ukraine
<https://orcid.org/0009-0003-9262-8689>
E-mail: nehoruyyv@khnmu.edu.ua

Andriy GORBAN

Doctor of Medical Science,
Department of Morphology and Public Health,
Petro Mohyla Black Sea National University, Mykolaiv, Ukraine
<https://orcid.org/0000-0002-3023-3505>
E-mail: minf01@ukr.net

Olga PARASKA¹, Vita NEHORUI¹, Andriy GORBAN²

¹Khmelnyskyi National University, Ukraine

²Petro Mohyla Black Sea National University, Mykolaiv, Ukraine

**BIOTECHNOLOGICAL APPROACHES TO THE CREATION OF INNOVATIVE
NONWOVEN MATERIALS WITH ANTIMICROBIAL PROPERTIES**

Purpose. To substantiate and analyze biotechnological approaches for the development of innovative nonwoven materials with antimicrobial properties aimed at improving the safety and functional characteristics of finished products.

Methodology. The study is based on a comprehensive analysis of modern biotechnological methods for modifying nonwoven fabrics and physicochemical methods for evaluating the structure and properties of materials. The dip-impregnation method was applied as a technological approach for the biomodification of nonwoven materials using antimicrobial agents based on decamethoxin. The research involved the analysis of scientific literature, structural and functional assessment of materials, as well as methods for determining the antimicrobial activity and stability of modified surfaces.

Findings. Studies have shown that the use of biotechnological methods for modifying nonwoven materials contributes to the formation of stable antimicrobial properties. It was established that the use of the dot impregnation method with decamethoxin-based compositions ensures a uniform distribution of the antimicrobial agent on the surface of the material and increases the effectiveness of inhibiting pathogenic microflora.

Originality. The study substantiates biotechnological approaches to the functionalization of innovative nonwoven materials using antimicrobial agents and determines the role of decamethoxin in the formation of stable antimicrobial structures. The feasibility of biomodification of nonwoven materials to enhance their biocidal activity without compromising their performance properties has been confirmed.

Practical value. Biotechnological approaches to the creation of innovative sanitary and hygienic products, specialized nonwoven materials, medical materials with prolonged antimicrobial action are systematized. The proposed solutions contribute to improving the safety, biocompatibility, hygienic properties, and functionality of modern nonwoven materials.

Keywords: nonwoven materials; biotechnological approaches; antimicrobial properties; decamethoxin; wet wipes.

<https://doi.org/10.30857/2786-5371.2026.3.4>

Received: 28.04.2026
Revised: 19.05.2026
Accepted: 29.05.2026
Published: 29.05.2026

Володимир ХОМЕНКО, Дмитро НІКУЛІН,
Оксана БУТЕНКО, Владислав ХОМЕНКО
Київський національний університет технологій та дизайну

УДК 621.355.8:
544.6:661.666.2

ОДЕРЖАННЯ ВИСОКОЧИСТОГО СФЕРОДИЗОВАНОГО ГРАФІТУ ДЛЯ АНОДІВ ЛІТІЙ-ІОННИХ АКУМУЛЯТОРІВ

Мета. Визначення та обґрунтування послідовності технологічних стадій одержання сферичного графіту для анодів літій-іонних акумуляторів, яка забезпечує мінімізацію втрат високочистого матеріалу під час сферонізації та дозволяє досягнути чистоти понад 99,95 мас.% на етапі доочищення без порушення морфології частинок і погіршення їхніх електрохімічних характеристик.

Методика. Дослідження виконано із використанням зразків сферодизованого графіту, одержаного з природного графіту марки GAK-2. Хімічне очищення сферодизованого матеріалу проводили розчином сульфатної кислоти з додаванням амоній фториду. Хімічну чистоту графіту визначали методом озолення у муфельній печі за температури 1050 °C та рентгенофлуоресцентним аналізом золи із використанням спектрометра Oxford Instruments X-Supreme 8000. Електрохімічні випробування графітових матеріалів здійснювали у двоелектродних комірках із літєвим електродом із використанням 32-канального приладу MSTAT ARBIN.

Результати. Встановлено, що запропонований метод хімічного очищення сферодизованого графіту забезпечує одержання анодного матеріалу з чистотою понад 99,95 % при збереженні сферичної морфології частинок. Електрохімічні дослідження підтвердили високу стабільність отриманих матеріалів, зокрема досягнення питомої ємності на рівні 365 мА·год/г при тривалому циклуванні.

Наукова новизна. Підтверджено ефективність запропонованої технологічної схеми одержання анодного матеріалу для літій-іонних акумуляторів, яка передбачає сферонізацію графіту з низькою чистотою з подальшим хімічним доочищенням сферодизованого матеріалу. Вперше показано можливість ефективного очищення сферодизованого графіту із використанням розбавленого розчину сульфатної кислоти з додаванням амоній фториду.

Практична значимість. Запропонований технологічний підхід до одержання сферичного графіту забезпечує зниження втрат високочистого графіту на стадії сферонізації та сприяє більш ефективному використанню графітової сировини у виробництві анодних матеріалів для літій-іонних акумуляторів.

Ключові слова: природний графіт; сферичний графіт; анодні матеріали літій-іонних акумуляторів; хімічне очищення; проєктування процесів очищення графіту.

Вступ. Природний графіт залишається основним анодним матеріалом для літій-іонних акумуляторів (ЛІА) завдяки поєднанню високої оборотної ємності, хімічної стабільності та відносно низької вартості [1, 2]. Для використання в анодах ЛІА графіт повинен мати чистоту не менше 99,95 мас. %, оскільки навіть незначний вміст мінеральних домішок може негативно впливати на стабільність циклування та безпечність елементів живлення [3]. Найбільш економічно доступним способом одержання графіту є флотаційне збагачення, однак чистота такого матеріалу зазвичай обмежується рівнем 95–98 мас. % через наявність силікатних і металовмісних домішок [4]. Подальше очищення графіту потребує застосування енергоємного термічного очищення або хімічної обробки з використанням насамперед фторводневої кислоти. Це супроводжується суттєвим зростанням загальної собівартості графітового матеріалу [3, 4]. Важливим етапом виробництва анодного матеріалу є сферонізація графіту, під час якої пластинчасті частинки природного графіту трансформуються у сферичні або квазісферичні структури. Формування сферичної морфології забезпечує підвищення насипної густини матеріалу, покращення ущільнення електрода та зростання енергоємності ЛІА в цілому [1, 5]. Водночас процес сферонізації характеризується низьким виходом цільового

продукту. За даними експериментальних і технологічних досліджень [5], вихід сферичного графіту зазвичай становить лише 40–60%, тоді як інша частина матеріалу переходить у дрібнодисперсні фракції, що мають обмежене практичне застосування. За таких умов критично важливим технологічним питанням є вибір оптимальної послідовності стадій очищення та сферонізації графіту. Проведення сферонізації високочистого графіту (> 99,95 мас. %) є економічно недоцільним, оскільки значна частина очищеного матеріалу втрачається під час формування сферичних частинок. Водночас використання для сферонізації графіту з чистотою 95–98 мас. % також є недоцільним. У цьому випадку мінеральні домішки можуть інкапсулюватися всередині сформованих сферичних частинок, що ускладнює подальше очищення, збільшує витрати реагентів та створює ризик часткового руйнування сферичної морфології під час інтенсивної кислотної або термічної обробки [6–8].

У даній роботі запропоновано інноваційний технологічний підхід, який передбачає проведення сферонізації графіту після його первинного хімічного очищення, що забезпечує чистоту на рівні 99,1–99,5 мас. %. Подальше доочищення до рівня > 99,95 мас. % було здійснено вже для сферодизованого графітового матеріалу. Такий підхід дозволяє мінімізувати втрати високочистого графіту та підвищити ефективність виробництва анодних матеріалів для ЛІА.

Постановка завдання. Метою роботи є визначення та обґрунтування послідовності технологічних стадій одержання сферичного графіту для анодів літій-іонних акумуляторів, яка забезпечує мінімізацію втрат високочистого матеріалу під час сферонізації та дозволяє досягнути чистоти понад 99,95 мас. % на етапі доочищення без порушення морфології частинок і погіршення їхніх електрохімічних характеристик.

Результати дослідження. Для проведення сферонізації було використано природний графіт марки GAK-2 виробництва Заваллівський графітовий комбінат. Використання даної марки обумовлене відповідністю її гранулометричних характеристик вимогам процесу механічної сферонізації графіту для анодних матеріалів ЛІА. За даними авторів роботи [5], ефективно формування сферичного графіту досягається після попереднього подрібнення природного лускатого графіту до $d_{50} \approx 20$ мкм та $d_{90} \approx 37$ мкм. Сферонізація природного графіту забезпечує формування вузького гранулометричного розподілу та дозволяє отримувати сферичний графіт із виходом 35–55%.

У даній роботі сферонізацію графіту GAK-2 було виконано компанією NETZSCH Trockenmahltechnik GmbH із отриманням сферодизованих фракцій із характерним розміром частинок 10 та 15 мкм. Ефективність процесу становила близько 40%. Визначення гранулометричного складу отриманих сферодизованих зразків графіту проводиться методом лазерної дифракції із використанням аналізатора розмірів частинок – Bettersizer 2600 (Bettersize Instruments). Результати дослідження гранулометричного складу зразків графіту наведені на рис. 1 та у таблиці 1. Для характеристики розподілу частинок за розмірами використовували параметри D10, D50 та D90, які відповідають розмірам частинок, нижче яких знаходиться відповідно 10, 50 та 90% об'єму матеріалу. Для оцінки ширини гранулометричного розподілу визначали коефіцієнт полідисперсності гранулометричного складу $(D_{90}-D_{10})/D_{50}$.

Встановлено, що зразок №1 характеризується медіанним розміром частинок $D_{50} = 10,7$ мкм та відносно вузьким гранулометричним розподілом із коефіцієнтом полідисперсності 1,0. Значення D10 та D90 для даного зразка становили 6,2 та 17,1 мкм відповідно, що свідчить про обмежений вміст як дрібнодисперсних, так і крупних фракцій.

Для зразка №2 спостерігалось зміщення гранулометричного розподілу в область більших розмірів частинок. Значення D50 становило 14,0 мкм, тоді як D90 досягало 25,7 мкм. При цьому коефіцієнт полідисперсності зростав до 1,3, що вказує на формування більш широкого гранулометричного розподілу та збільшення частки крупнодисперсних фракцій у матеріалі.

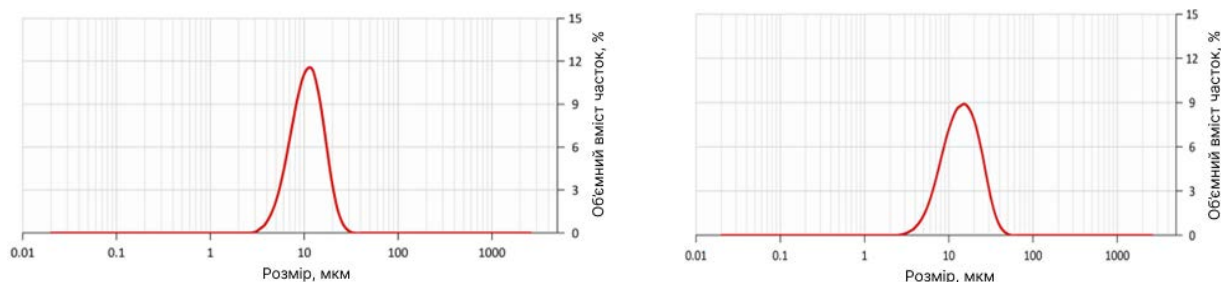


Рис. 1. Гранулометричний склад зразка № 1 (ліворуч) та зразка № 2 (праворуч)

Таблиця 1

Результати дослідження гранулометричного складу зразків графіту

Зразок	D10, мкм	D50, мкм	D90, мкм	(D90 – D10)/D50	Розподіл
Зразок № 1	6,2	10,7	17,1	1,0	відносно вузький
Зразок № 2	7,1	14,0	25,7	1,3	широкий

Отримані результати свідчать, що зразок № 1 характеризується більш однорідним гранулометричним складом, тоді як для зразка № 2 характерний ширший розподіл частинок за розмірами. Водночас для анодного графіту надмірно вузький гранулометричний розподіл не завжди є оптимальним. У комерційних анодних матеріалах для ЛІА часто використовують бімодальний або помірно широкий розподіл частинок, оскільки наявність дрібнодисперсної фракції забезпечує заповнення пор між більшими частинками, що сприяє підвищенню насипної густини та покращенню ущільнення електродного шару.

Хімічне доочищення сферодизованого графіту (зразки № 1 та № 2) проводили із використанням методики, розробленої в межах міжнародного проекту 101103752-GR4FITE3 програми «Горизонт Європа». У роботах [9, 10] наведені розроблені методи очищення графіту розбавленими розчинами сульфатної кислоти у присутності підібраної кількості амоній фториду з урахуванням зольності матеріалу та його хімічного складу. Концентрація NH_4F у реакційному середовищі не перевищувала 6 г/л, що суттєво нижче кількостей, необхідних для стехіометричного зв'язування всіх кремнійвмісних домішок. Основна частина мінеральних домішок природного графіту представлена алюмосилікатними та оксидними фазами. У присутності сульфатної кислоти HF взаємодіє передусім із кремній- та алюмінійвмісними компонентами домішок. При цьому відбувається часткове руйнування алюмосилікатного каркасу з утворенням розчинних фторсилікатних та фторалюмінатних комплексів, що суттєво полегшує подальше розчинення мінеральних фаз у розбавленій сульфатній кислоті. Таким чином, NH_4F у даній системі виконує функцію активатора руйнування силікатних домішок, а не реагента для повного стехіометричного зв'язування кремнію. Це дозволяє суттєво обмежити використання фторвмісних реагентів та зменшити екологічні ризики процесу хімічного очищення.

Згідно з даними попередніх досліджень [9, 10], графіт GAK-2 характеризується вмістом карбону 99,19% та зольністю 0,81%. Основними домішками графіту є Fe, Si, Al, Ca, Ti, Cr та Ni. Оскільки сферонізація є механічним процесом, який не супроводжується зміною фазового або хімічного складу графіту, сферодизовані зразки № 1 та № 2 характеризувалися аналогічним типом домішок, притаманним вихідному графіту GAK-2.

У роботі було проведено порівняльний хімічний аналіз очищених сферодизованих зразків графіту та двох комерційних анодних графітів методом рентгено-флуоресцентного аналізу із використанням спектрометра Oxford Instruments X-Supreme 800, Велика Британія. Ефективність хімічного доочищення оцінювали за результатами хімічного аналізу зольного залишку. Порівняння двох сферодизованих фракцій показало, що для зразка № 2 з характерним розміром частинок 15 мкм досягнуто вищого ступеня очищення порівняно зі

зразком № 1 (10 мкм). Зокрема, для фракції 15 мкм вміст вуглецю становив 99,97%, тоді як для фракції 10 мкм – 99,95%. Крім того, для зразка № 2 спостерігались нижчі концентрації SiO_2 та Fe_2O_3 , які є основними залишковими домішками у сферодизованому графіті. Ймовірно, нижча ефективність очищення дрібнодисперсної фракції пов'язана з особливостями процесу сферонізації. Під час формування сферичних частинок частина мінеральних домішок може інкапсулюватися всередині графітових агломератів, що ускладнює їх контакт із кислотним розчином під час хімічної обробки. Для фракції 10 мкм цей ефект може проявлятися більшою мірою через вищу інтенсивність механічної обробки.

Отримані результати (таблиця 2) свідчать, що розроблений метод очищення забезпечує рівень чистоти, співставний із комерційними анодними графітами.

Таблиця 2

Хімічний аналіз зразків графіту

Оксидні домішки	Вміст оксидних домішок у графіті, мг/кг (ppm)			
	Зразок № 1	Зразок № 2	Комерційний зразок № 1	Комерційний зразок № 2
NaO	5,6	4,1	20,9	50,9
Al ₂ O ₃	3,0	4,7	6,1	5,8
SiO ₂	119,0	73,5	69,0	106,9
K ₂ O	0,3	1,2	0,2	0,3
CaO	34,9	13,7	11,8	44,6
TiO ₂	3,6	2,4	7,6	22,0
V ₂ O ₅	0,2	0,3	1,7	21,5
Cr ₂ O ₃	12,2	14,8	2,2	3,3
MnO ₂	2,3	1,9	0,7	3,6
Fe ₂ O ₃	99,7	69,6	78,0	95,2
CoO	1,4	1,2	1,3	1,9
NiO	8,6	6,3	2,7	7,2
CuO	0,6	0,8	0,2	0,5
ZnO	0,9	4,1	0,8	1,1

Основними залишковими домішками у всіх досліджуваних зразках були сполуки кремнію та заліза. Для сферодизованого графіту вміст SiO_2 становив 119,0 ppm для фракції 10 мкм та 73,5 ppm для фракції 15 мкм, тоді як концентрація Fe_2O_3 знаходилась у межах 69,6–99,7 ppm. Аналогічні концентрації SiO_2 та Fe_2O_3 спостерігались і для комерційних анодних графітів. Слід відзначити, що сферодизовані зразки після очищення характеризувалися низьким вмістом Al_2O_3 , TiO_2 , V_2O_5 та MnO_2 . Таким чином, результати рентгенофлуоресцентного аналізу підтверджують високу ефективність запропонованого методу хімічного доочищення сферодизованого графіту. Отримані зразки характеризуються низьким вмістом критичних домішок та рівнем чистоти, достатнім для використання як анодного матеріалу ЛІА.

У роботі було проведено дослідження морфології очищеного сферодизованого графіту методом скануючої електронної мікроскопії (скануючий електронний мікроскоп ZEISS Gemini SEM 500, Німеччина). Мікроструктура матеріалу після хімічної обробки наведена на рис. 2. Отримані результати підтверджують, що після кислотного доочищення сферодизований графіт зберігає сформовану сферичну морфологію частинок без суттєвого руйнування поверхні або деструкції сферичних агломератів. Це свідчить про можливість використання розробленого методу хімічного очищення без погіршення морфологічних характеристик сферичного графіту.

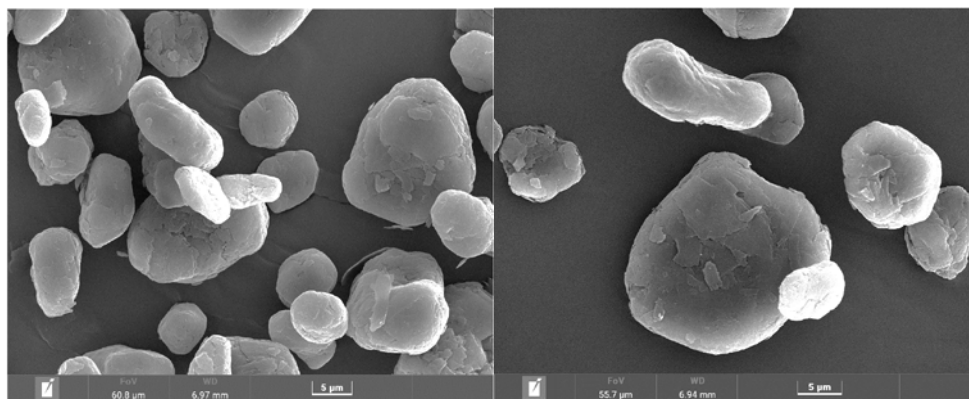


Рис. 2. Мікроструктура зразка № 1 (ліворуч) та зразка № 2 (праворуч) після кислотного доочищення

Електрохімічні характеристики очищеного сферодизованого графіту досліджували з метою оцінки можливості його використання як анодного матеріалу для літій-іонних акумуляторів. Випробування проводили для двох фракцій сферичного графіту з характерним розміром частинок 10 та 15 мкм, очищених із використанням розбавленого розчину сульфатної кислоти. На рис. 3 наведено типові гальваностатичні криві електродів на основі очищеного сферодизованого графіту. Електрохімічні дослідження проводили у напівкомірках Li/графіт у діапазоні потенціалів 0,01–2,0 В при густині струму $C/10$. Для обох зразків характерна типова для графіту форма зарядно-розрядних кривих із вираженим плато в області низьких потенціалів, що відповідає процесам інтеркаляції та деінтеркаляції літію у графітову структуру. Формування плато в області 0,1–0,2 В свідчить про утворення стадійованих сполук літію типу LiC_6 та підтверджує збереження впорядкованої кристалічної структури графіту після сферонізації та хімічного очищення. Питома ємність досліджених матеріалів знаходилась у межах 362–365 мА·год/г, що є близьким до теоретичної ємності графіту (372 мА·год/г). Необоротна втрата ємності у першому циклі становила близько 10,4%, що свідчить про якісне формування пасивного міжфазного шару (SEI). Обидва сферодизовані зразки продемонстрували близькі значення питомої ємності та кулонівської ефективності.

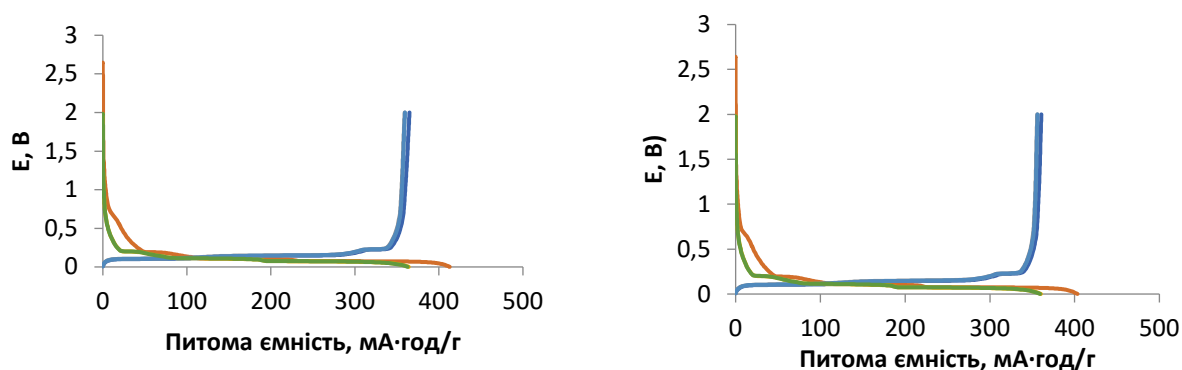


Рис. 3. Гальваностатичні заряд/розрядні криві електродів на основі зразка № 1 (ліворуч) та зразка № 2 (праворуч)

На рис. 4 наведено зміну питомої ємності сферодизованого графіту під час тривалого циклування. Для обох зразків після першого циклу спостерігалася стабілізація ємності на рівні близько 360 мА·год/г без суттєвого зниження протягом 100 циклів.

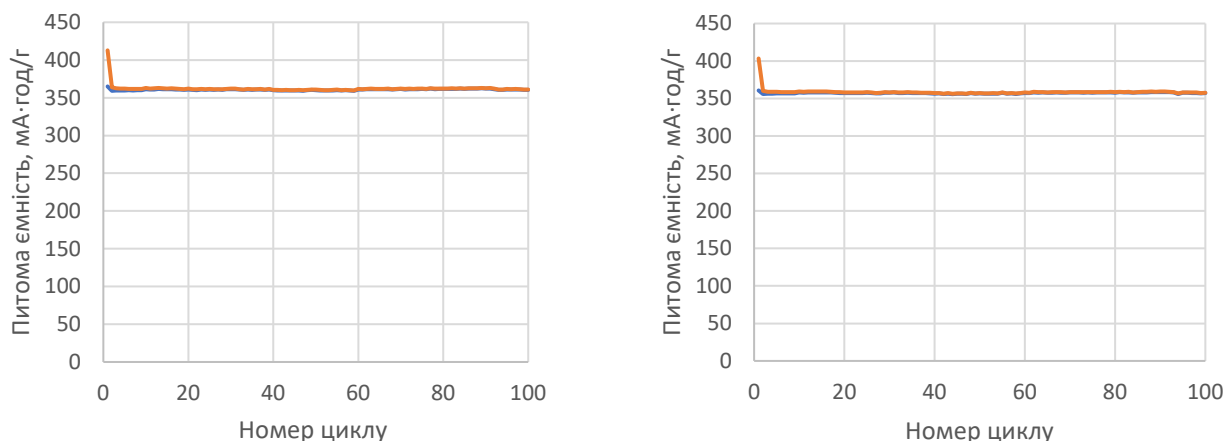


Рис. 4. Зміна питомої ємності сферодизованого графіту (зразок № 1-ліворуч, зразок № 2-праворуч) під час тривалого гальваностатичного циклування

Отримані результати свідчать про високу стабільність процесів інтеркаляції та деінтеркаляції літію, а також про формування стабільного міжфазного шару на поверхні графіту. Відсутність помітної деградації ємності під час циклування підтверджує високу структурну стабільність очищеного сферичного графіту.

Висновки. Запропоновано підхід до одержання високочистого сферичного графіту для анодів літій-іонних акумуляторів шляхом поєднання сферонізації та подальшого хімічного доочищення у розбавленому розчині H_2SO_4 з додаванням NH_4F . Встановлено, що після очищення сферодизований графіт зберігає сферичну морфологію та характеризується чистотою 99,95–99,97%. Електрохімічні дослідження показали високу стабільність матеріалів при циклуванні та досягнення питомої ємності 365 $\text{mA}\cdot\text{год}/\text{г}$ при необоротній втраті ємності близько 10,4%. Отримані результати підтверджують перспективність використання очищеного сферичного графіту як анодного матеріалу для літій-іонних акумуляторів.

Подяка. Робота виконується за фінансовою підтримкою проекту ЄС 101103752-GR4FITE «Стижке постачання графіту для анодів літій-іонних акумуляторів завдяки сталому розвитку європейського ланцюга постачання» програми «Горизонт Європа».

References

1. Asenbauer, J., Eisenmann, T., Kuenzel, M., Kazzazi, A., Chen, Z., & Bresser, D. (2020). The success story of graphite as a lithium-ion anode material – Fundamentals, remaining challenges, and recent developments including silicon (oxide) composites. *Sustainable Energy & Fuels*, 4(11), 5387–5416. DOI: <https://doi.org/10.1039/D0SE00175A>.
2. International Energy Agency (2022). Global supply chains of EV batteries. IEA Publications. URL: <https://www.iea.org/reports/global-supply-chains-of-ev-batteries>.
3. Jara, A. D., Betemariam, A., Woldetinsae, G., & Kim, J. Y. (2019). Purification, application and current market trend of natural graphite: A review. *International Journal of Mining Science and Technology*, 29(5), 671–689. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijmst.2019.04.003>.

Література

1. Asenbauer J., Eisenmann T., Kuenzel M., Kazzazi A., Chen Z., Bresser D. The success story of graphite as a lithium-ion anode material – Fundamentals, remaining challenges, and recent developments including silicon (oxide) composites. *Sustainable Energy & Fuels*. 2020. Vol. 4, No. 11. P. 5387–5416. DOI: <https://doi.org/10.1039/D0SE00175A>.
2. Global supply chains of EV batteries. IEA Publications. *International Energy Agency*. 2022. URL: <https://www.iea.org/reports/global-supply-chains-of-ev-batteries>.
3. Jara A. D., Betemariam A., Woldetinsae G., Kim J. Y. Purification, application and current market trend of natural graphite: A review. *International Journal of Mining Science and Technology*. 2019. Vol. 29, No. 5. P. 671–689. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijmst.2019.04.003>.

4. Jara, A. D., & Kim, J. Y. (2020). Chemical purification processes of the natural crystalline flake graphite for Li-ion battery anodes. *Materials Today Communications*, (25), 101437. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2020.101437>.
5. Fischer, S., Doose, S., Müller, J., Höfels, C., & Kwade, A. (2023). Impact of spheroidization of natural graphite on fast-charging capability of anodes for lithium-ion batteries. *Batteries*, 9(6), 305. DOI: <https://doi.org/10.3390/batteries9060305>.
6. Mundszinger, M., Farsi, S., Rapp, M., Golla-Schindler, U., Kaiser, U., & Wachtler, M. (2017). Morphology and texture of spheroidized natural and synthetic graphites. *Carbon*, (111), 764–773. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2016.10.060>.
7. Vu, T. T., La, D. D., Le, L. V., Pham, T. K., Nguyen, M. A., Nguyen, T. H., Dang, T. D., Um, M.-J., Chung, W., & Nguyen, D. D. (2024). Purification of spherical graphite as anode for Li-ion battery: A comparative study on the purifying approaches. *Micromachines*, 15(7), 827. DOI: <https://doi.org/10.3390/mi15070827>.
8. Dong, H., Qiu, Y., Mai, Y., Liu, J., You, D., & Sun, K. (2024). Quantifying the impurity distribution in spherical graphite: The limitation of flotation for graphite purification explained. *Minerals*, 14(12), 1187. DOI: <https://doi.org/10.3390/min14121187>.
9. Makieieva, I. S., Kyslova, O. V., Patlun, D. V., Khomenko, V. H., & Nikulin, D. O. (2024). Rozrobka metodiv pidvyshchennia efektyvnosti khimichnoho ochyshchennia pryrodnoho hrafitu [Development of methods for increasing the efficiency of chemical purification of natural graphite]. *Tekhnolohii ta inzhynirynh*, 2(19), 117–124. DOI: <https://doi.org/10.30857/2786-5371.2024.2.11> [in Ukrainian].
10. Khomenko, V. H., Makieieva, I. S., Kyslova, O. V., & Nikulin, D. O. (2025). Rozrobka efektyvnoi khimichnoi tekhnolohii ochyshchennia hrafitu dlia anodiv liti-ionnykh akumulatoriv [Development of an effective chemical purification technology of graphite for lithium-ion battery anodes]. *Tekhnichni nauky ta tekhnolohii*, 2(40), 354–361. DOI: [https://doi.org/10.25140/2411-5363-2025-2\(40\)-354-361](https://doi.org/10.25140/2411-5363-2025-2(40)-354-361) [in Ukrainian].
4. Jara A. D., Kim J. Y. Chemical purification processes of the natural crystalline flake graphite for Li-ion battery anodes. *Materials Today Communications*. 2020. Vol. 25. Art. 101437. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2020.101437>.
5. Fischer, S., Doose, S., Müller, J., Höfels, C., Kwade, A. Impact of spheroidization of natural graphite on fast-charging capability of anodes for lithium-ion batteries. *Batteries*. 2023. Vol. 9, No. 6. Art. 305. DOI: <https://doi.org/10.3390/batteries9060305>.
6. Mundszinger M., Farsi S., Rapp M., Golla-Schindler U., Kaiser U., Wachtler M. Morphology and texture of spheroidized natural and synthetic graphites. *Carbon*. 2017. Vol. 111. P. 764–773. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2016.10.060>.
7. Vu T. T., La D. D., Le L. V., Pham T. K., Nguyen M. A., Nguyen T. H., Dang T. D., Um M.-J., Chung W., Nguyen D. D. Purification of spherical graphite as anode for Li-ion battery: A comparative study on the purifying approaches. *Micromachines*. 2024. Vol. 15, No. 7. Art. 827. DOI: <https://doi.org/10.3390/mi15070827>.
8. Dong H., Qiu Y., Mai Y., Liu J., You D., Sun K. Quantifying the impurity distribution in spherical graphite: The limitation of flotation for graphite purification explained. *Minerals*. 2024. Vol. 14, No. 12. Art. 1187. DOI: <https://doi.org/10.3390/min14121187>.
9. Макеєва І. С., Кислова О. В., Патлун Д. В., Хоменко В. Г., Нікулін Д. О. Розробка методів підвищення ефективності хімічного очищення природного графіту. *Технології та інженіринг*. 2024. № 2 (19). С. 117–124. DOI: <https://doi.org/10.30857/2786-5371.2024.2.11>.
10. Хоменко В. Г., Макеєва І. С., Кислова О. В., Нікулін Д. О. Розробка ефективної хімічної технології очищення графіту для анодів літій-іонних акумуляторів. *Технічні науки та технології*. 2025. № 2 (40). С. 354–361. DOI: [https://doi.org/10.25140/2411-5363-2025-2\(40\)-354-361](https://doi.org/10.25140/2411-5363-2025-2(40)-354-361).

KHOMENKO VOLODYMYR

Doctor of Engineering Sciences, Professor,
Department of Chemical Technologies and Resource Saving,
Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine

<https://orcid.org/0000-0003-0013-8010>

Scopus Author ID: 7004402598

Researcher ID: X-2214-2018

E-mail: v.khomenko@i.ua

NICULIN DMYTRO

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

<https://orcid.org/0009-0001-7063-2826>

E-mail: nikulin74@gmail.com

BUTENKO OKSANA

PhD, Senior Lecturer, Department of Chemical
Technologies and Resource Saving,
Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine
<http://orcid.org/0000-0002-4513-3355>
Scopus Author ID: 57207988484
ResearcherID: AAH-4024-2019
E-mail: butenko.oo@knutd.com.ua

KHOMENKO VLADYSLAV

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

Volodymyr KHOMENKO, Dmytro NIKULIN, Oksana BUTENKO, Vladyslav KHOMENKO

Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine

**PRODUCTION OF HIGH-PURITY SPHERONIZED GRAPHITE
FOR LITHIUM-ION BATTERY ANODES**

Purpose. Determination and justification of the sequence of process stages for the production of spherical graphite for lithium-ion battery anodes, which ensures the minimisation of losses of high-purity material during spheronization and enables a purity of over 99.95% by mass to be achieved during the post-purification stage without altering the particle morphology or impairing their electrochemical characteristics.

Methodology. The study was carried out using samples of spheronized graphite obtained from natural graphite of the GAK-2 grade. Chemical purification of the spheronized material was performed using a sulphuric acid solution with the addition of ammonium fluoride. The chemical purity of the graphite was determined by ashing in a muffle furnace at 1050 °C followed by X-ray fluorescence analysis of the ash using an Oxford Instruments X-Supreme 8000 spectrometer. Electrochemical testing of the graphite materials was conducted in two-electrode cells with lithium counter electrodes using a 32-channel MSTAT ARBIN system.

Findings. It was established that the proposed chemical purification method for spheronized graphite enables the production of an anode material with a purity exceeding 99.95% while preserving the spherical morphology of the particles. Electrochemical studies confirmed the high stability of the obtained materials, including the achievement of a specific capacity of 365 mAh g⁻¹ during prolonged cycling.

Originality. The effectiveness of the proposed technological route for producing graphite anode materials for lithium-ion batteries has been demonstrated. The approach involves the spheronization of partially purified graphite followed by chemical post-purification of the spheronized material. For the first time, the possibility of efficient purification of spheronized graphite using dilute sulphuric acid solutions with the addition of ammonium fluoride has been demonstrated.

Practical value. The proposed technological approach to spherical graphite production reduces losses of high-purity graphite during the spheronization stage and promotes more efficient utilisation of graphite raw materials in the manufacture of anode materials for lithium-ion batteries.

Keywords: natural graphite; spherical graphite; lithium-ion batteries; graphite anodes; chemical purification; spheronization.

<https://doi.org/10.30857/2786-5371.2026.3.5>

Received: 04.05.2026
Revised: 20.05.2026
Accepted: 29.05.2026
Published: 29.05.2026

УДК 615.014.2:
547.972:544.3

Вікторія ЛИЖНЮК^{1,2}, Вадим ЛІСОВИЙ^{1,2},
Владислав УДОВИЦЬКИЙ^{1,3}, Ольга КОВАЛЕВСЬКА¹,
Андрій ГОЙ^{1,3}, Володимир БЕССАРАБОВ^{1,2}

¹ Київський національний університет технологій та дизайну, Україна

² Інститут фізико-органічної хімії і вуглехімії ім. Л. М. Литвиненка
НАН України, Київ, Україна

³ АТ «Фармак», Київ, Україна

ВПЛИВ ПОЛІВІНІЛПРОЛІДОНУ ТА НЕІОНОГЕННОЇ ПОВЕРХНЕВО-АКТИВНОЇ РЕЧОВИНИ НА ФАЗОВУ РОЗЧИННІСТЬ ДІОСМІНУ: ТЕРМОДИНАМІЧНИЙ АНАЛІЗ

Мета. Дослідження впливу полімерного носія полівінілпролідону (ПВП) К-25 та неіоногенної поверхнево-активної речовини (ПАР) твіном 80 на фазову розчинність флавоноїду діосміну у водному середовищі та визначення термодинамічних параметрів утворених систем.

Методика. Вплив полімеру ПВП К-25 та його комбінації з твіном 80 на фазову розчинність діосміну у водному середовищі досліджували за методом Higuchi-Connors з використанням УФ-спектрофотометрії. Температурну залежність фазової розчинності діосміну вивчали в діапазоні 25,0–40,0 °С. На основі отриманих даних розраховано константи стійкості та дисоціації утворених систем, а також термодинамічні параметри – зміни вільної енергії Гіббса, ентальпії та ентропії. Статистичну обробку результатів виконували методом однофакторного дисперсійного аналізу (ANOVA) з пост-факторним тестом Tukey HSD при рівні значущості $p \leq 0,05$.

Результати. Встановлено, що ПВП К-25 підвищує фазову розчинність діосміну у 5,08 раза завдяки утворенню розчинних бінарних систем типу AL за класифікацією Higuchi-Connors, а у потрібній системі з твіном 80 цей показник зростає до 7,60 раза внаслідок синергічної дії солюбілізаційних властивостей полімеру та ПАР. Температура є визначальним чинником фазової розчинності діосміну у досліджуваних системах – максимальне зростання показника розчинності (у 9,17 раза) досягається при $40,0 \pm 0,5$ °С. Позитивна температурна залежність процесу супроводжується закономірним збільшенням константи стійкості системи з $782,9 \text{ M}^{-1}$ при $25,0 \pm 0,5$ °С до $1602,1 \text{ M}^{-1}$ при $40,0 \pm 0,5$ °С, що свідчить про посилення міжмолекулярної взаємодії між компонентами при підвищенні температури. Визначивши термодинамічні показники було встановлено, що від'ємні значення вільної енергії Гіббса підтверджують спонтанний характер процесу в усьому досліджуваному температурному діапазоні, тоді як позитивні значення ентальпії та ентропії вказують на ендотермічну природу та ентропійно-керований механізм стабілізації системи, який збільшується зі зростанням температури та концентрації полімерного носія.

Наукова новизна. Вперше вивчено термодинамічні параметри фазової розчинності діосміну у потрібній системі з ПВП К-25 та твіном 80. Встановлено ендотермічний та ентропійно-керований характер процесу, а також обґрунтовано температурну залежність стійкості досліджуваної системи.

Практична значимість. Встановлені термодинамічні закономірності створюють наукове підґрунтя для обґрунтування технологічних параметрів одержання та умов зберігання фармацевтичних систем на основі діосміну з ПВП К-25 та твіном 80. Ендотермічний характер процесу визначає доцільність проведення технологічних стадій за підвищених температур, тоді як виражена температурна залежність констант стійкості системи зумовлює необхідність контролю фізичної стабільності на етапах охолодження та подальшого зберігання.

Ключові слова: термодинаміка; флавоноїди; діосмін; полівінілпролідон; поверхнево-активні речовини; фазова розчинність; активний фармацевтичний інгредієнт; полімер; лікарський засіб.

Вступ. Флавоноїди – це велика група природних біологічно активних сполук рослинного походження, які відіграють важливу роль у метаболізмі рослин і відомі своїм широким спектром фармакологічної дії на організм людини [1, 2]. Одним із найбільш вивчених і важливих представників цього класу вважається діосмін (3',5,7-тригідрокси-4'-метоксифлавоон-7-рутинозид). Це природний флавоноїд, який у значних кількостях міститься

в рослинах та плодах роду *Citrus spp.* родини рутових (Rutaceae) [3]. Вперше він був виділений у 1925 році з листя *Scrophularia nodosa*, а на фармацевтичному ринку лікарський засіб на його основі з'явився у 1969 році [4]. Діосмін отримують двома основними шляхами: екстракцією зі шкірки цитрусових плодів родини *Rutaceae*, насамперед із апельсина гіркокого (*Citrus aurantium*), або напівсинтетичним методом шляхом дегідрування гесперидину. Останній підхід є економічно доцільнішим і домінує у промисловому виробництві, оскільки гесперидин міститься у шкірці цитрусових у значно більших кількостях порівняно з діосміном [5, 6].

У сучасній фармацевтичній практиці діосмін використовують як активний фармацевтичний інгредієнт (АФІ) венотонізуючих та ангіопротекторних лікарських засобів, призначених для лікування хронічної венозної недостатності, геморою, лімфедими та варикозного розширення вен [7, 8]. У науково-літературних джерелах також повідомляється, що діосмін виявляє антиоксидантні, антипроліферативні, антидіабетичні, нейропротекторні та гепатопротекторні властивості [8, 9].

Молекула діосміну містить ліпофільний флавоновий аглікон (діосметин) та гідрофільний дисахаридний залишок рутинози, однак переважно гідрофобний характер сполуки у поєднанні з високою енергією кристалічної решітки зумовлює її низьку розчинність у воді та більшості органічних розчинників. Низька водна розчинність діосміну критично обмежує швидкість його розчинення, абсорбцію та біодоступність у шлунково-кишковому тракті, що зумовлює необхідність застосування відносно високих терапевтичних доз у складі лікарських засобів – від 500 мг на один прийом [9, 10]. Для подолання цієї проблематики у фармацевтичній технології використовують різноманітні стратегії покращення біодоступності АФІ. До них належать мікронізація (зменшення розміру частинок для збільшення площі поверхні), створення твердих дисперсних систем (у яких АФІ молекулярно розподілений у гідрофільній матриці), формування наносуспензій за допомогою методів осадження або подрібнення, використання ліпідних систем, а також комплексоутворення з гідрофільними полімерами, поверхнево-активними речовинами (ПАР) та циклічними олігосахаридами, такими як циклодекстрини [11, 12]. Ефективність цих підходів базується на формуванні специфічних міжмолекулярних структур (міцел, комплексів включення, полімерних матриць), які здатні утримувати ліпофільні молекули АФІ у розчиненому або аморфному стані, запобігаючи їхній агрегації та кристалізації.

Аналіз літературних джерел свідчить, що найчастіше використовуваним носієм для отримання високорозчинних форм флавоноїдів є полівінілпіролідон (ПВП), друге ж місце належить поліетиленгліколю (ПЕГ) [13]. Популярність використання ПВП очевидна, адже даний полімер нетоксичний, неіонний, інертний, термостійкий, рН-стабільний, біосумісний і демонструє комплексну спорідненість як до гідрофільних, так і до гідрофобних АФІ [14].

Варто також зазначити, що окрім полімерних носіїв, поверхнево-активні речовини, такі як твіни і лаурилсульфат натрію, також знаходять місце у складі композицій для покращення розчинності АФІ [15]. Літературні дані свідчать, що застосування ПАР не тільки підвищує швидкість розчинення важкорозчинних у воді АФІ, але й покращує їхню фізичну стабільність [15]. ПАР сприяють кращій фізичній змішуваності гідрофобних АФІ завдяки амфіфільній природі, зменшують рекристалізацію та покращують змочуваність.

Постановка завдання. Незважаючи на значну кількість публікацій, присвячених підвищенню розчинності флавоноїдів із застосуванням полімерних носіїв та поверхнево-активних речовин, термодинамічні аспекти процесу фазової розчинності систем та комплексоутворення в цих потрібних композиціях залишаються недостатньо вивченими. Відсутність систематичних даних про ентальпійні та ентропійні внески у процес взаємодії між компонентами таких систем ускладнює наукове обґрунтування технологічних параметрів виробництва та умов зберігання відповідних лікарських форм розроблених на основі отриманих композицій.

Мета роботи полягає у дослідженні впливу полімерного носія полівінілпіролідону К-25 та неіоногенної поверхнево-активної речовини твіну 80 на фазову розчинність флавоноїду діосміну у водному середовищі та визначення термодинамічних параметрів утворених систем.

Матеріали та методи дослідження. При проведенні експериментальних досліджень використовували діосмін (CAS № 520-27-4) (Chemieliva Pharmaceutical Co., Ltd, КНР); полівінілпіролідон ПВП К-25 (CAS № 9003-39-8) (JRS PHARMA GmbH & Co. KG, Німеччина); твін 80 (CAS № 9005-65-6) (Lamberti S. p. A, Італія), воду високоочищену І класу.

Дослідження фазової розчинності. Оцінку впливу полімерного носія та його комбінації з поверхнево-активною речовиною на фазову розчинність діосміну проводили за методом Higuchi-Connors [16]. Для оцінки впливу полімерного носія на фазову розчинність діосміну надлишкову його кількість (0,5 мг) поміщали у мікропробірки об'ємом 2 мл, після чого додавали ПВП К-25 у концентраціях 1,33–12,00 мМ, підібраних відповідно до ряду Фібоначчі [16, 17]. Отримані бінарні суміші розчиняли у воді. Для кожного молярного співвідношення готували не менше трьох паралельних зразків.

Для дослідження впливу комбінації полімеру та поверхнево-активної речовини на фазову розчинність діосміну точно зважені кількості діосміну, ПВП К-25 та твіну-80 ретельно змішували у ступці з подальшим розчиненням у воді. При приготуванні потрібних систем використовували ті ж концентрації ПВП К-25, що й для бінарних композицій (1,33–12,00 мМ), тоді як кількість твіну-80 підбирали таким чином, щоб його кінцева концентрація у системі становила 0,1%.

Після цього всі зразки перемішували у термошейкері TS-100С з блоком SC-24С (Biosan, Латвія) протягом 30 хв при температурі $37,0 \pm 0,5$ °С. Для відокремлення твердої фази зразки обробляли на центрифугі СМ-3 (Micromed, КНР) протягом 20 хв при швидкості 6000 об/хв [17]. Концентрацію діосміну в надосадовій рідині визначали на спектрофотометрі OPTIZEN POP (Mecasys, Південна Корея) при довжині хвилі 348 нм із використанням попередньо побудованого калібрувального графіка залежності концентрації від абсорбції ($R^2 = 0,9987$).

Дослідження впливу змінної температури на фазову розчинність діосміну при спільному розчиненні з фармацевтично прийнятними допоміжними речовинами. Систему з найвищим показником підвищення розчинності діосміну досліджували за різних температур: $25,0 \pm 0,5$ °С, $30,0 \pm 0,5$ °С, $37,0 \pm 0,5$ °С та $40,0 \pm 0,5$ °С. Верхню межу температурного діапазону обмежено $40,0$ °С з метою моделювання умов, наближених до фізіологічних.

Константи стійкості комплексів (K_S) розраховували з лінійних ділянок діаграм фазової розчинності, отриманих за різних температур, згідно з рівнянням Higuchi-Connors (рівняння 1) [16, 18]:

$$K_S = \frac{\text{Slope}}{S_0 (1 - \text{Slope})}, \quad (1)$$

де slope – кутовий коефіцієнт прямолінійної ділянки діаграми розчинності, визначений методом лінійної регресії; S_0 – розчинність чистого АФІ.

Константу дисоціації комплексу визначали як величину, обернену до константи стійкості, за рівнянням 2 [19]:

$$K_D = \frac{1}{K_S}. \quad (2)$$

Дослідження термодинамічних параметрів. На основі експериментально отриманих даних фазової розчинності були розраховані термодинамічні параметри систем АФІ з полімером та поверхнево-активною речовиною, зокрема зміна вільної енергії Гіббса, а також зміни ентальпії та ентропії [19, 20]. Отримані величини є ключовими для оцінки термодинамічної поведінки систем і прогнозування їх стабільності. Вони дозволяють

встановити домінуючі термодинамічні фактори, що визначають процес комплексоутворення між АФІ, полімером і ПАР.

Розрахунок зміни вільної енергії Гіббса здійснювали за рівнянням 3:

$$\Delta G_{tr}^0 = -RT \log \frac{S}{S_0}, \quad (3)$$

де R – газова стала; T – абсолютна температура реакції; S/S_0 – співвідношення між розчинністю АФІ у присутності фармацевтично прийнятних допоміжних речовин та розчинністю чистого АФІ [21].

Показник вільної енергії Гіббса розраховували за рівнянням 4:

$$\Delta G^0 = -2.303 RT \log K_s, \quad (4)$$

де K_s – константа стійкості комплексу [17].

Для визначення зміни ентальпії (ΔH^0) використовували рівняння 5 [18]:

$$\text{Slope} = \frac{\Delta H^0}{2.303R}, \quad (5)$$

де slope – значення тангенса кута нахилу прямої, побудованої за залежністю $\log K_s = f(1/T)$ відповідно до інтегрованого рівняння Вант-Гоффа (рівняння 6) [18, 21]:

$$\ln K_s = -\frac{\Delta H^0}{RT} + \frac{\Delta S^0}{R}. \quad (6)$$

Показник зміни ентропії (ΔS^0) розраховували відповідно до формули 7 [19, 21]:

$$\Delta G^0 = \Delta H^0 - T\Delta S^0. \quad (7)$$

Статистичний аналіз даних. Отримані числові результати подано як середнє значення \pm стандартне відхилення. Кожне експериментальне дослідження проводили у трьох незалежних повтореннях. Для оцінки статистично значущих відмінностей між групами застосовували однофакторний дисперсійний аналіз (ANOVA) з пост-факторним тестом Tukey HSD. Рівень статистичної значущості приймали при $p \leq 0,05$.

Результати дослідження та обговорення.

Результати дослідження впливу фармацевтично прийнятних допоміжних речовин на фазову розчинність флавоноїда діосміну. Отримані експериментальні дані щодо фазової розчинності діосміну в системах «флавоноїд–полімер» та «флавоноїд–полімер–ПАР» представлено на рисунку 1.

Як видно з рисунка, розчинність діосміну зростає в обох досліджуваних системах. У бінарній системі з ПВП К-25 спостерігається лінійне підвищення розчинності АФІ зі збільшенням концентрації полімеру, що відповідає AL-типу діаграми фазової розчинності за класифікацією Higuchi-Connors та свідчить про утворення розчинних комплексів у стехіометрії 1:1 [16]. Встановлено, що у складі бінарної системи з ПВП К-25 фазова розчинність діосміну зростає у 5,08 раза. У той час як у потрійній системі з додаванням твіну 80 приріст розчинності є вищим, досягаючи максимального значення у 7,60 раза за концентрації ПВП К-25 12,00 мМ та вмісту твіну 80 0,1%, що пояснюється синергічною дією сольобілізаційних і змочувальних властивостей полімеру та ПАР. З урахуванням отриманих результатів цю композицію було обрано для подальшого дослідження впливу змінної температури на фазову розчинність.

Температурний вплив на фазову розчинність діосміну при сумісному розчиненні з полімером та поверхнево-активною речовиною. Вплив температури на фазову розчинність діосміну в потрійній системі з ПВП К-25 та твіном 80 представлено на рисунку 2.

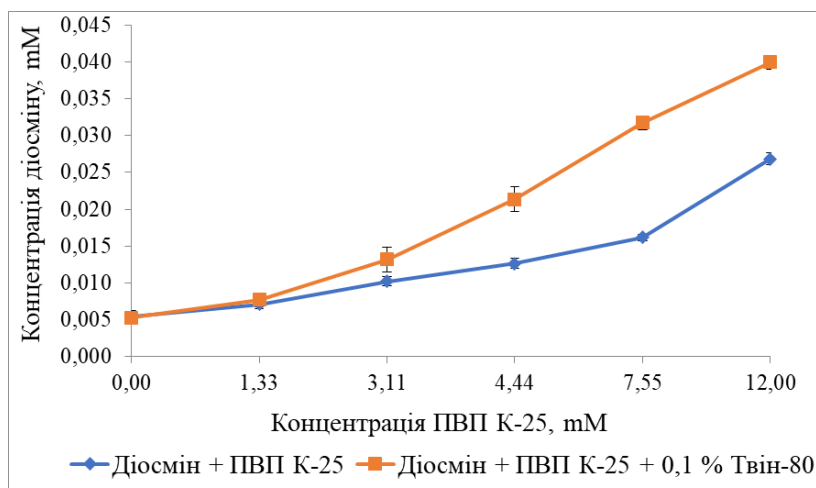


Рис. 1. Профілі фазової розчинності діосміну в системах з фармацевтично прийнятними допоміжними речовинами при температурі $37,0 \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$

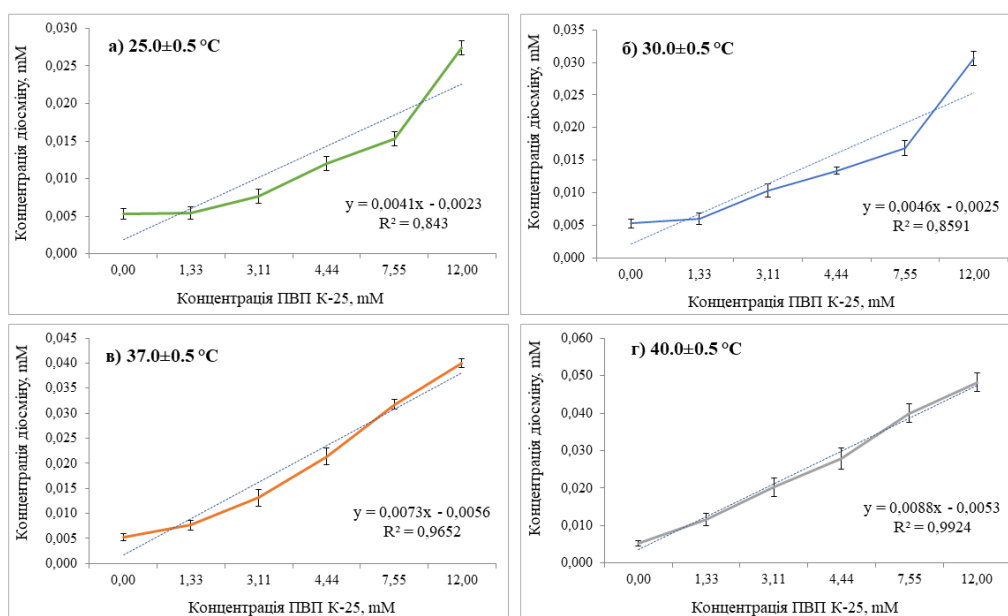


Рис. 2. Діаграми фазової розчинності діосміну в потрійній системі з ПВП К-25 та твіном 80 за різної температури: а) $25,0 \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$; б) $30,0 \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$; в) $37,0 \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$; г) $40,0 \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$

Аналіз діаграм фазової розчинності свідчить, що розчинність діосміну в потрійній системі закономірно зростає як із підвищенням концентрації ПВП К-25 у системі, так і з підвищенням температури експерименту. Лінійний характер залежності зберігається в усьому досліджуваному температурному діапазоні, що підтверджує стабільність механізму комплексоутворення та відповідність AL-типу діаграми за класифікацією Higuchi-Connors [16]. За отриманими даними із діаграм фазової розчинності (рис. 2) розраховано максимальні значення коефіцієнта підвищення розчинності діосміну в потрійній системі з ПВП К-25 (12,0 мМ у системі) та твіном 80 за кожної з досліджуваних температур. Результати представлено у таблиці 1.

Найвищий показник покращення розчинності діосміну досягається за температури $40,0 \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$, що є максимальним значенням у досліджуваному температурному діапазоні.

За лінійними ділянками діаграм фазової розчинності, отриманих за кожної досліджуваної температури, методом лінійної регресії визначено кутові коефіцієнти нахилу та

розраховано константи стійкості та дисоціації комплексів потрійної системи «діосмін – ПВП К-25 – твін-80». Узагальнені результати наведено в таблиці 2.

Таблиця 1

Значення коефіцієнта підвищення розчинності діосміну у складі системи з ПВП К-25 та твіном 80 в залежності від температури

Температура	Коефіцієнт підвищення розчинності діосміну, разів
25,0 ± 0,5 °C	5,21 ± 0,02
30,0 ± 0,5 °C	5,82 ± 0,02
37,0 ± 0,5 °C	7,60 ± 0,04
40,0 ± 0,5 °C	9,17 ± 0,03

Таблиця 2

Кутовий коефіцієнт нахилу, константи стійкості та дисоціації діосміну при спільному розчиненні з ПВП К-25 та твіном 80 у воді при різній температурі

Температура	Температура, К	Slope	Ks, M ⁻¹	K _D , M
25,0 ± 0,5 °C	298,15	0,0041	782,908	0,00128
30,0 ± 0,5 °C	303,15	0,0045	878,826	0,00114
37,0 ± 0,5 °C	310,15	0,0066	1398,452	0,00072
40,0 ± 0,5 °C	313,15	0,0086	1602,109	0,00063

За даними літератури, оптимальні значення константи стійкості зазвичай знаходяться в межах 100–1000 M⁻¹ [23]. Нижчі значення свідчать про слабку міжмолекулярну взаємодію та незначне покращення розчинності АФІ, тоді як надмірно високі можуть ускладнювати вивільнення АФІ з комплексу. Водночас у низці досліджень запропоновано розширений оптимальний діапазон для сольобілізації гідрофобних АФІ – 200-5000 M⁻¹ [24]. Отримані у даній роботі значення констант стійкості для систем діосміну з ПВП К-25 та твіном 80 при всіх досліджуваних температурах потрапляють у межі цього діапазону, що свідчить про формування достатньо стабільних комплексів, здатних зберігати рівновагу між стійкістю та потенційною дисоціацією з вивільненням АФІ у біологічних середовищах.

З позицій хімічної термодинаміки зростання константи стійкості зі збільшенням температури є характерною ознакою ендотермічного процесу. Відповідно до принципу Ле Шательє, підвищення температури зміщує рівновагу у бік утворення комплексу, що проявляється у зростанні K_s. Встановлено, що за фізіологічної температури стійкість комплексу є вищою, ніж за кімнатної, що може мати важливе біофармацевтичне значення. За таких умов система потенційно здатна ефективніше підтримувати діосмін у сольобілізованому стані та зменшувати ймовірність його кристалізації у шлунково-кишковому тракті. Виявлена позитивна температурна залежність константи стійкості може розглядатися як одна з передумов покращення розчинення та потенційного підвищення біодоступності діосміну при пероральному застосуванні.

Термодинамічні параметри процесу. На підставі даних фазової розчинності діосміну в потрійній системі за різних температур розраховано термодинамічні параметри процесу комплексоутворення. Ключовою характеристикою серед них є стандартна зміна вільної енергії Гіббса, яка визначає термодинамічну спрямованість процесу та є кількісним критерієм оцінки рушійних сил міжмолекулярної взаємодії між компонентами системи. Розраховані значення наведено в таблиці 3.

Згідно з даними таблиці 3, значення зміни вільної енергії Гіббса (ΔG) є від'ємними, що свідчить про термодинамічну сприятливість процесу сольобілізації АФІ у присутності досліджуваних речовин. Встановлено, що зі збільшенням концентрації полімерного носія та підвищенням температури значення ΔG поступово зменшуються, що вказує на посилення

спонтанності процесу та підвищення ефективності міжмолекулярної взаємодії в системі [25]. Таким чином, збільшення вмісту полімеру та температури експерименту сприяє більш інтенсивному формуванню комплексів між АФІ та допоміжними речовинами.

Таблиця 3

Значення зміни вільної енергії Гіббса для системи діосміну з ПВП К-25 та твіном 80 при змінних значеннях температури

ΔG_{tr}^0 , кДж×М ⁻¹	Концентрація ПВП К-25, мМ	Температура			
		25 ± 0,5 °С (298,15 К)	30 ± 0,5 °С (303,15 К)	37 ± 0,5 °С (310,15 К)	40 ± 0,5 °С (313,15 К)
	1,33	-0,024	-0,129	-0,416	-0,830
	3,11	-0,400	-0,737	-1,019	-1,472
	4,44	-0,890	-1,020	-1,566	-1,837
	7,55	-1,150	-1,270	-2,013	-2,245
	12,00	-1,775	-1,927	-2,270	-2,456

Показники зміни ентальпії (ΔH) та ентропії (ΔS) визначали за рівняннями 5–7, а також на основі графіка Вант–Гоффа, побудованого як залежність $\ln K_s$ від $1/T$. Відповідний графік представлено на рисунку 3. Отримані термодинамічні параметри дозволяють охарактеризувати енергетичну природу процесу комплексоутворення та встановити внесок ентальпійних і ентропійних факторів у його перебіг.

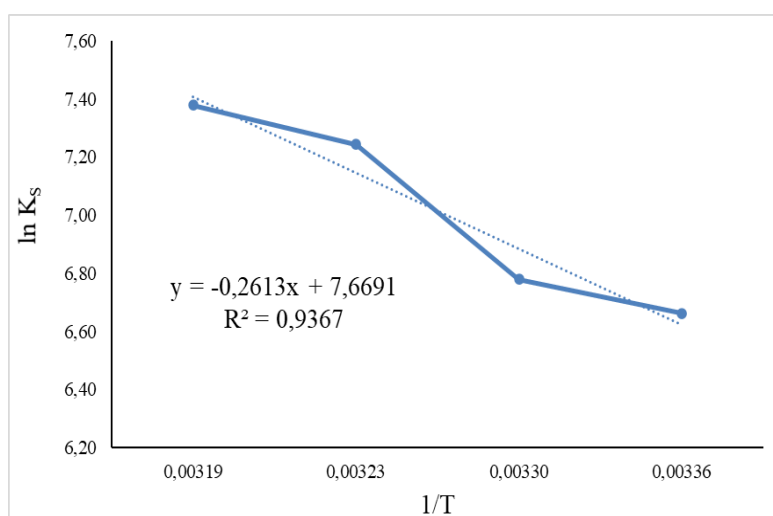


Рис. 3. Графік Вант-Гоффа для процесу комплексоутворення між діосміном, ПВП К-25 та твіном 80

Термодинамічні показники процесу комплексоутворення у системі діосмін–ПВП К-25–твін-80 наведено в таблиці 4.

Значення показника ΔH° є константою для всього досліджуваного температурного діапазону (25–40 °С), оскільки розраховувалось за рівнянням Вант-Гоффа як єдиний параметр із нахилу лінійної залежності $\ln(K_s)$ від $1/T$. Це відповідає стандартному припущенню про незалежність ентальпії від температури у вузькому інтервалі, що є загальноприйнятим підходом у подібних термодинамічних дослідженнях. Аналіз термодинамічних параметрів свідчить, що значення ΔG° у всьому досліджуваному інтервалі температур є від’ємними, що свідчить про спонтанний характер процесу комплексоутворення між діосміном, ПВП К-25 та твіном 80 [17]. При цьому зі збільшенням концентрації полімерного носія та підвищенням температури спостерігається подальше зменшення ΔG° , що вказує на зростання термодинамічної сприятливості та стабільності комплексів. Негативні значення вільної енергії

Гіббса ΔG^0 свідчать про те, що процес комплексоутворення має спонтанний характер при досліджуваних температурах [25, 26]. Значення ентальпії (ΔH^0) додатні, а отже, процес має ендотермічний характер: для утворення міжмолекулярних комплексів необхідне поглинання теплової енергії. Це повністю узгоджується з експериментально зафіксованою температурною залежністю константи стійкості. Значення зміни ентропії (ΔS^0), своєю чергою, також є додатними і досить великими, що вказує на ентропійно-керований характер комплексоутворення [27, 28].

Таблиця 4

Термодинамічні характеристики комплексу «діосмін–ПВП К-25–твін-80»

Функція	ΔH^0 , кДж·моль ⁻¹	ΔG^0 , кДж·моль ⁻¹	ΔS^0 , Дж·моль ⁻¹ ·К ⁻¹
Температура			
25,0 ± 0,5 °С (298,15 К)	+37,04	-16,52	+179,6
30,0 ± 0,5 °С (303,15 К)	+37,04	-17,09	+178,6
37,0 ± 0,5 °С (310,15 К)	+37,04	-18,68	+179,7
40,0 ± 0,5 °С (313,15 К)	+37,04	-19,21	+179,6

Найімовірніше при утворенні комплексу «діосмін – ПВП – твін 80» відбувається послідовна реалізація кількох термодинамічних стадій. На початковому етапі гідрофобні фрагменти діосміну взаємодіють із ліпофільними ділянками полімеру та ядром міцели ПАР. Далі для формування міжмолекулярних зв'язків відбувається часткова десольватація компонентів, що супроводжується руйнуванням їх гідратних оболонок. Одночасно конформаційна перебудова полімерного ланцюга ПВП та дестабілізація мережі водневих зв'язків у сольватному оточенні потребують енергетичних витрат, що зумовлює позитивний ентальпійний внесок. Водночас при порушенні структурованого стану гідратаційної води навколо гідрофобних ділянок компонентів відбувається перехід молекул розчинника у менш впорядкований стан із підвищенням ступеня їх рухливості. Це супроводжується зростанням ентропії системи та забезпечує загальну термодинамічну сприятливість процесу.

Встановлені ефекти мають вагомe технологічне та біофармацевтичне значення. Оскільки підвищення температури сприяє утворенню комплексів, відповідні технологічні процеси отримання форм з підвищеною розчинністю або ж готових фармацевтичних композицій (наприклад методом вологого гранулювання, приготування розчинів для розпилювального сушіння, екструзія, а також отримання рідких і напівтвердих лікарських форм) доцільно проводити за підвищених температур. Це забезпечуватиме ефективніше включення активного фармацевтичного інгредієнта до системи полімер–ПАР. Натомість застосування низькотемпературних (так званих «холодних») технологій для цієї композиції є недоцільним через зниження розчинності діосміну та стабільності утворюваних комплексів.

Встановлена температурна залежність також суттєво впливає на фізичну стабільність системи під час зберігання. Зниження температури з 40 °С до 25 °С супроводжується значним зменшенням константи стійкості, що свідчить про зниження солубілізуючої здатності системи. У разі насичення розчину діосміном за підвищених температур подальше охолодження може спричинити пересичення системи та ініціювати кристалізацію АФІ. Щоб запобігти цьому явищу, під час розроблення складу необхідно враховувати температурний режим зберігання, додавати інгібітори кристалізації, а також проводити дослідження стабільності в умовах прискорених випробувань для достовірного прогнозування терміну придатності.

Крім того, виявлені термодинамічні закономірності вказують на сприятливість з погляду біофармацевтичної ефективності. За фізіологічної температури тіла константа стійкості потрійного комплексу є вищою порівняно з умовами зберігання, що сприяє надійному утриманню діосміну в розчиненому стані в середовищі шлунково-кишкового тракту. Це мінімізує ризик його преципітації, збільшує частку АФІ, доступну для всмоктування, та підтримує концентраційний градієнт, необхідний для ефективної абсорбції через біологічні мембрани.

Висновки.

1. Вперше досліджено вплив фармацевтично прийнятних допоміжних речовин, а саме полімерного носія ПВП К-25 та його комбінації з неіоногенною поверхнево-активною речовиною твін 80 на фазову розчинність діосміну. Встановлено, що при сумісному розчиненні діосміну із ПВП К-25 та твіном 80 його розчинність збільшується у 7,6 раза, що є кращим показником у порівнянні із системою, яка містить лише полімерний носій.

2. Досліджено вплив змінних значень температури на фазову розчинність діосміну у складі систем з ПВП К-25 та твіном 80. При температурі дослідження $40,0 \pm 0,5$ °C зафіксовано максимальне значення покращення розчинності діосміну – у 9,17 раза.

3. Розраховано константи стійкості комплексоутворення та основні термодинамічні параметри системи «діосмін – ПВП К-25 – твін 80». Встановлено, що від’ємні значення стандартної зміни вільної енергії Гіббса свідчать про термодинамічну сприятливість та спонтанність процесу солюбілізації АФІ у присутності досліджуваних фармацевтично прийнятних допоміжних речовин. Підвищення концентрації полімеру та температури проведення експерименту позитивно впливає на перебіг процесу комплексоутворення.

4. Отримані значення ентальпії вказують на ендотермічний характер процесу, тоді як позитивні значення ентропії свідчать про те, що утворення комплексів, швидше за все, відбувається за умов руйнування водної сольватної оболонки молекул.

5. Встановлені закономірності є науковим підґрунтям для обґрунтування умов отримання та зберігання фармацевтичних систем на основі діосміну: ендотермічний характер процесу визначає доцільність проведення технологічних стадій за підвищених температур, а виражена температурна залежність стійкості комплексів зумовлює необхідність контролю фізичної стабільності системи при охолодженні та зберіганні.

References

Література

1. Wang, X., Li, Y., Zhao, X., & Fu, D. (2026). Flavonoids in Medicine and Food Homology Substances: Structure-Activity Relationship, Application Challenges, and Cutting-Edge Technological Breakthroughs. *Foods (Basel, Switzerland)*, 15(4), 658. DOI: <https://doi.org/10.3390/foods15040658>.
2. Duarte, M., Pedrosa, S. S., Khusial, P. R., & Madureira, A. R. (2025). The biological potential and health-benefits of flavonoids: A review and development opportunities. *Chemico-biological interactions*, 421, 111755. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cbi.2025.111755>.
3. Pielorz, S., Węglińska, M., Mazurek, S., & Szostak, R. (2022). Quantitative Determination of Diosmin in Tablets by Infrared and Raman Spectroscopy. *Molecules*, 27(23), 8276. DOI: <https://doi.org/10.3390/molecules27238276>.
4. Freag, M. S., Elnaggar, Y. S., & Abdallah, O. Y. (2013). Lyophilized phytosomal nanocarriers as
1. Wang X., Li Y., Zhao X., Fu D. Flavonoids in Medicine and Food Homology Substances: Structure-Activity Relationship, Application Challenges, and Cutting-Edge Technological Breakthroughs. *Foods (Basel, Switzerland)*. 2026. Vol. 15, No. 4. Art. 658. DOI: <https://doi.org/10.3390/foods15040658>.
2. Duarte M., Pedrosa S. S., Khusial P. R., Madureira A. R. The biological potential and health-benefits of flavonoids: A review and development opportunities. *Chemico-biological interactions*. 2025. Vol. 421. Art. 111755. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cbi.2025.111755>.
3. Pielorz S., Węglińska M., Mazurek S., Szostak R. Quantitative Determination of Diosmin in Tablets by Infrared and Raman Spectroscopy. *Molecules*. 2022. Vol. 27, No. 23. Art. 8276. DOI: <https://doi.org/10.3390/molecules27238276>.
4. Freag M. S., Elnaggar Y. S., Abdallah O. Y. Lyophilized phytosomal nanocarriers as platforms

- platforms for enhanced diosmin delivery: optimization and ex vivo permeation. *Int J Nanomedicine*, 8, 2385–2397. DOI: <https://doi.org/10.2147/IJN.S45231>.
5. Bogucka-Kocka, A., Woźniak, M., Feldo, M., Kockic, J., & Szewczyk, K. (2013). Diosmin – isolation techniques, determination in plant material and pharmaceutical formulations, and clinical use. *Nat Prod Commun*, 8(4), 545–550. DOI: <https://doi.org/10.1177/1934578X1300800435>.
6. Bessarabov, V., Lisovyi, V., Lyzhniuk, V., Kostiuk, V., Smishko, R., Yaremenko, V., Goy, A., Derkach, T., Kuzmina, G., & Gureyeva, S. (2025). Development and characterisation of polymeric solid dispersed systems of hesperidin, obtained by centrifugal fibre formation. *Heliyon*, 11(4), e42702. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2025.e42702>.
7. Bessarabov, V. I., & Zderko, N. P. (2023). Механізм інгібування 15-ліпоксигенази діосміном [Mechanism of 15-lipoxygenase inhibition by diosmin]. *Farmatsevtichniy chasopys*, (2), 41–45. DOI: <https://doi.org/10.11603/2312-0967.2023.2.14053> [in Ukrainian].
8. Huwait, E., & Mobashir, M. (2022). Potential and Therapeutic Roles of Diosmin in Human Diseases. *Biomedicines*, 10(5), 1076. DOI: <https://doi.org/10.3390/biomedicines10051076>.
9. Rahman, L., Talha Khalil, A., Ahsan Shahid, S., Shinwari, Z. K., Almarhoon, Z. M., Alalmaie, A., Sharifi-Rad, J., & Calina, D. (2024). Diosmin: A promising phytochemical for functional foods, nutraceuticals and cancer therapy. *Food science & nutrition*, 12(9), 6070–6092. DOI: <https://doi.org/10.1002/fsn3.4271>.
10. Alshamrani, M., Khan, M. K., Khan, B. A., Salawi, A., & Almoshari, Y. (2022). Technologies for Solubility, Dissolution and Permeation Enhancement of Natural Compounds. *Pharmaceuticals* (Basel, Switzerland), 15(6), 653. DOI: <https://doi.org/10.3390/ph15060653>.
11. Hashmi, A. R., Sekar, M., Zahra, F., Molugulu, N., & Wong, L. S. (2025). Advanced Drug Delivery Strategies to Overcome Solubility and Permeability Challenges: Driving Biopharmaceutical Advancements Toward Commercial Success. *ACS omega*, 10(36), 40769–40792. DOI: <https://doi.org/10.1021/acsomega.5c06171>.
12. Kumari, L., Choudhari, Y., Patel, P., Gupta, G. D., Singh, D., Rosenholm, J. M., Bansal, K. K., & Kurmi, B. D. (2023). Advancement in Solubilization Approaches: A Step towards Bioavailability Enhancement of Poorly Soluble Drugs. *Life* (Basel, Switzerland), 13(5), 1099. DOI: <https://doi.org/10.3390/life13051099>.
- for enhanced diosmin delivery: optimization and ex vivo permeation. *Int J Nanomedicine*. 2013. Vol. 8. P. 2385–2397. DOI: <https://doi.org/10.2147/IJN.S45231>.
5. Bogucka-Kocka A., Woźniak M., Feldo M., Kockic J., Szewczyk K. Diosmin – isolation techniques, determination in plant material and pharmaceutical formulations, and clinical use. *Nat Prod Commun*. 2013. Vol. 8, No. 4. P. 545–550. DOI: <https://doi.org/10.1177/1934578X1300800435>.
6. Bessarabov V., Lisovyi V., Lyzhniuk V., Kostiuk V., Smishko R., Yaremenko V., Goy A., Derkach T., Kuzmina G., Gureyeva S. Development and characterisation of polymeric solid dispersed systems of hesperidin, obtained by centrifugal fibre formation. *Heliyon*. 2025. Vol. 11, No. 4. Art. e42702. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2025.e42702>.
7. Бессарабов В. І., Здерко Н. П. Механізм інгібування 15-ліпоксигенази діосміном. *Фармацевтичний часопис*. 2023. № 2. С. 41–45. DOI: <https://doi.org/10.11603/2312-0967.2023.2.14053>.
8. Huwait E., Mobashir, M. Potential and Therapeutic Roles of Diosmin in Human Diseases. *Biomedicines*. 2022. Vol. 10, No. 5, 1076. DOI: <https://doi.org/10.3390/biomedicines10051076>.
9. Rahman L., Talha Khalil A., Ahsan Shahid S., Shinwari Z. K., Almarhoon Z. M., Alalmaie A., Sharifi-Rad J., Calina, D. Diosmin: A promising phytochemical for functional foods, nutraceuticals and cancer therapy. *Food science & nutrition*. 2024. Vol. 12, No. 9. P. 6070–6092. DOI: <https://doi.org/10.1002/fsn3.4271>.
10. Alshamrani M., Khan M. K., Khan B. A., Salawi A., Almoshari Y. Technologies for Solubility, Dissolution and Permeation Enhancement of Natural Compounds. *Pharmaceuticals* (Basel, Switzerland). 2022. Vol. 15, No. 6. Art. 653. DOI: <https://doi.org/10.3390/ph15060653>.
11. Hashmi A. R., Sekar M., Zahra F., Molugulu N., Wong L. S. Advanced Drug Delivery Strategies to Overcome Solubility and Permeability Challenges: Driving Biopharmaceutical Advancements Toward Commercial Success. *ACS omega*. 2025. Vol. 10, No. 36. P. 40769–40792. DOI: <https://doi.org/10.1021/acsomega.5c06171>.
12. Kumari L., Choudhari Y., Patel P., Gupta G. D., Singh D., Rosenholm J. M., Bansal K. K., Kurmi B. D. Advancement in Solubilization Approaches: A Step towards Bioavailability Enhancement of Poorly Soluble Drugs. *Life* (Basel, Switzerland). 2023. Vol. 13, No. 5. Art. 1099. DOI: <https://doi.org/10.3390/life13051099>.

13. Colombo, M., Michels, L. R., Teixeira, H. F. et al. (2022). Flavonoid delivery by solid dispersion: a systematic review. *Phytochem Rev*, 21, 783–808. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11101-021-09763-3>.
14. Kurakula, M., Rao, G. K. (2020). Moving polyvinyl pyrrolidone electrospun nanofibers and bioprinted scaffolds toward multidisciplinary biomedical applications. *European Polymer Journal*, 136, 109919. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2020.109919>.
15. Chaudhari, S. P., & Dugar, R. P. (2017). Application of surfactants in solid dispersion technology for improving solubility of poorly water soluble drugs. *Journal of drug delivery science and technology*, 41, 68–77. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jddst.2017.06.010>.
16. Higuchi, T., Connors, K. A. (1965). Phase solubility techniques. *Adv. Anal. Chem. Instrum.*, 4, 117–212.
17. Bessarabov, V., Kostiuk, V., Lyzhniuk, V., Lisovyi, V., Derkach, T., Kuzmina, G., Goy, A., & Vakhitova, L. (2025). Polymer solid dispersion system of nimesulide: in vitro dissolution assessment, thermodynamic and physicochemical characteristics. *ScienceRise: Pharmaceutical Science*, 1 (53), 41–53. DOI: <https://doi.org/10.15587/2519-4852.2025.322985>.
18. Kicuntod, J., Sangpheak, K., Mueller, M. et al. (2018). Theoretical and Experimental Studies on Inclusion Complexes of Pinostrobin and β -Cyclodextrins. *Sci Pharm*, 86(1), 5. DOI: <https://doi.org/10.3390/scipharm86010005>.
19. Del Valle, E. M. M. (2004). Cyclodextrins and their uses: a review. *Process biochemistry*, 39(9), 1033–1046. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0032-9592\(03\)00258-9](https://doi.org/10.1016/S0032-9592(03)00258-9).
20. Connors, K. A. (2003). Thermodynamics of pharmaceutical systems: an introduction for students of pharmacy. *John Wiley & Sons*, 136–142.
21. Liu, B., Li, W., Nguyen, T. A., & Zhao, J. (2012). Empirical, thermodynamic and quantum-chemical investigations of inclusion complexation between flavanones and (2-hydroxypropyl)-cyclodextrins. *Food Chem*, 134(2), 926–932. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2012.02.207>.
22. Cirri, M., Maestrelli, F., Corti, G., Mura, P., & Valleri, M. (2007). Fast-dissolving tablets of glyburide based on ternary solid dispersions with PEG 6000 and surfactants. *Drug Deliv*, 14(4), 247–255. DOI: <https://doi.org/10.1080/10717540601067802>.
23. Imam, S. S., Alshehri, S., Mahdi, W. A. et al. (2022). Formulation of Multicomponent Chrysin-Hydroxy Propyl β Cyclodextrin-Poloxamer Inclusion
13. Colombo M., Michels L. R., Teixeira H. F. et al. Flavonoid delivery by solid dispersion: a systematic review. *Phytochem Rev*. 2022. Vol. 21. P. 783–808. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11101-021-09763-3>.
14. Kurakula M., Rao G. K. Moving polyvinyl pyrrolidone electrospun nanofibers and bioprinted scaffolds toward multidisciplinary biomedical applications. *European Polymer Journal*. 2020. Vol. 136. Art. 109919. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2020.109919>.
15. Chaudhari S. P., Dugar R. P. Application of surfactants in solid dispersion technology for improving solubility of poorly water soluble drugs. *Journal of drug delivery science and technology*. 2017. Vol. 41. P. 68–77. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jddst.2017.06.010>.
16. Higuchi T., Connors K. A. Phase solubility techniques. *Adv. Anal. Chem. Instrum.* 1965. Vol. 4. P. 117–212.
17. Bessarabov V., Kostiuk V., Lyzhniuk V., Lisovyi V., Derkach T., Kuzmina G., Goy A., Vakhitova L. Polymer solid dispersion system of nimesulide: in vitro dissolution assessment, thermodynamic and physicochemical characteristics. *ScienceRise: Pharmaceutical Science*. 2025. No. 1 (53). P. 41–53. DOI: <https://doi.org/10.15587/2519-4852.2025.322985>.
18. Kicuntod J., Sangpheak K., Mueller M. et al. Theoretical and Experimental Studies on Inclusion Complexes of Pinostrobin and β -Cyclodextrins. *Sci Pharm*. 2018. Vol. 86, No. 1. Art. 5. DOI: <https://doi.org/10.3390/scipharm86010005>.
19. Del Valle E. M. M. Cyclodextrins and their uses: a review. *Process biochemistry*. 2004. Vol. 39, No. 9. P. 1033–1046. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0032-9592\(03\)00258-9](https://doi.org/10.1016/S0032-9592(03)00258-9).
20. Connors K. A. Thermodynamics of pharmaceutical systems: an introduction for students of pharmacy. *John Wiley & Sons*, 2003. P. 136–142.
21. Liu B., Li W., Nguyen T. A., Zhao J. Empirical, thermodynamic and quantum-chemical investigations of inclusion complexation between flavanones and (2-hydroxypropyl)-cyclodextrins. *Food Chem*. 2012. Vol. 134, No. 2. P. 926–932. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2012.02.207>.
22. Cirri M., Maestrelli F., Corti G., Mura P., Valleri M. Fast-dissolving tablets of glyburide based on ternary solid dispersions with PEG 6000 and surfactants. *Drug Deliv*. 2007. Vol. 14, No. 4. P. 247–255. DOI: <https://doi.org/10.1080/10717540601067802>.
23. Imam S. S., Alshehri S., Mahdi W. A. et al. Formulation of Multicomponent Chrysin-Hydroxy Propyl β Cyclodextrin-Poloxamer Inclusion

- Complex Using Spray Dry Method: Physicochemical Characterization to Cell Viability Assessment. *Pharmaceuticals* (Basel), 15(12), 1525. DOI: <https://doi.org/10.3390/ph15121525>.
24. Gyarmati, B., Dargó, G., Szilágyi, B. A., Vincze, A., Facsko, R., Budai-Szűcs, M., & Balogh, G. T. (2022). Synthesis, complex formation and corneal permeation of cyclodextrin-modified, thiolated poly (aspartic acid) as self-gelling formulation of dexamethasone. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 174, 1–9. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ejpb.2022.03.008>.
25. Corciova, A., & Ivanescu, B. (2014). Study on the hesperidin–cyclodextrins interactions by thin layer chromatography. *Eur. Chem. Bull.*, 3(6), 548–551. DOI: <https://doi.org/10.17628/ECB.2014.3.548-551>.
26. Khaleel, N. Y., Abdulrasool, A. A., Ghareeb, M. M., & Hussain, S. A. (2011). Solubility and dissolution improvement of ketoprofen by solid dispersion in polymer and surfactant using solvent evaporation method. *Acad Sci IJPPS*, 3, 431–435.
27. Mohamed Ameen, H., Kunsági-Máté, S., Bognár, B., Szente, L., Poór, M., & Lemli, B. (2019). Thermodynamic Characterization of the Interaction between the Antimicrobial Drug Sulfamethazine and Two Selected Cyclodextrins. *Molecules*, 24(24), 4565. DOI: <https://doi.org/10.3390/molecules24244565>.
28. Gonzalez, G. B., & Espinoza, J. M. (2022). Thermodynamic and reactivity aspect of β -cyclodextrine inclusion complexes with coumarin derivatives. *Journal of the Chilean Chemical Society*, 67(2), 5514–5520. DOI: <http://dx.doi.org/10.4067/S0717-97072022000205514>.
- Complex Using Spray Dry Method: Physicochemical Characterization to Cell Viability Assessment. *Pharmaceuticals* (Basel). 2022. Vol. 15, No. 12. Art. 1525. DOI: <https://doi.org/10.3390/ph15121525>.
24. Gyarmati B., Dargó G., Szilágyi B. A., Vincze A., Facsko R., Budai-Szűcs M., Balogh G. T. Synthesis, complex formation and corneal permeation of cyclodextrin-modified, thiolated poly (aspartic acid) as self-gelling formulation of dexamethasone. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*. 2022. Vol. 174. P. 1–9. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ejpb.2022.03.008>.
25. Corciova A., Ivanescu B. Study on the hesperidin–cyclodextrins interactions by thin layer chromatography. *Eur. Chem. Bull.* 2014. Vol. 3, No. 6. P. 548–551. DOI: <https://doi.org/10.17628/ECB.2014.3.548-551>.
26. Khaleel N. Y., Abdulrasool A. A., Ghareeb M. M., Hussain S. A. Solubility and dissolution improvement of ketoprofen by solid dispersion in polymer and surfactant using solvent evaporation method. *Acad Sci IJPPS*. 2011. Vol. 3. P. 431–435.
27. Mohamed Ameen H., Kunsági-Máté S., Bognár B., Szente L., Poór M., Lemli B. Thermodynamic Characterization of the Interaction between the Antimicrobial Drug Sulfamethazine and Two Selected Cyclodextrins. *Molecules*. 2019. Vol. 24, No. 24. Art. 4565. DOI: <https://doi.org/10.3390/molecules24244565>.
28. Gonzalez G. B., Espinoza J. M. Thermodynamic and reactivity aspect of β -cyclodextrine inclusion complexes with coumarin derivatives. *Journal of the Chilean Chemical Society*. 2022. Vol. 67, No. 2. P. 5514–5520. DOI: <http://dx.doi.org/10.4067/S0717-97072022000205514>.

LYZHNIUK VIKTORIIA

PhD student, Department of Industrial Pharmacy,
Kyiv National University of Technologies
and Design, Ukraine,
L. M. Litvinenko Institute of Physical-Organic
and Coal Chemistry of the National Academy
of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine
<https://orcid.org/0009-0000-0976-0311>
Scopus Author ID: 59322302800
Researcher ID: IZE-1153-2023
E-mail: v.lyzhniuk@kyivpharma.eu

LISOVYIVADYM

PhD in Chemical Technology and Engineering,
Assistant of the Department of Industrial Pharmacy,
Kyiv National University of Technologies
and Design, Ukraine
L. M. Litvinenko Institute of Physical-Organic
and Coal Chemistry of the National Academy
of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine
<https://orcid.org/0000-0002-8038-0650>
Scopus Author ID: 57953524800
Researcher ID: IZY-3509-2023
E-mail: v.lisovyi@kyivpharma.eu

UDOVYTSKYI VLADYSLAV

PhD student, Department of Industrial Pharmacy,
Kyiv National University of Technologies
and Design, Ukraine;
Farmak JSC, Kyiv, Ukraine
<https://orcid.org/0000-0003-0188-9553>
E-mail: udovytskyi.vv@knuud.edu.ua

GOY ANDRIY

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

KOVALEVSKA OLHA

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

BESSARABOV VOLODYMYR

Doctor of Technical Sciences, Professor,
L. M. Litvinenko Institute of Physical-Organic
and Coal Chemistry of the
National Academy of Sciences of 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

**Viktorii LYZHNIUK^{1,2}, Vadym LISOVYI^{1,2}, Vladyslav UDOVYTSKYI^{1,3},
Olha KOVALEVSKA¹, Andrii GOY^{1,3}, Volodymyr BESSARABOV^{1,2}**

¹ Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine

² L. M. Litvinenko Institute of Physical-Organic and Coal Chemistry
of the National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine

³ Farmak JSC, Ukraine

**EFFECT OF POLYVINYLPIRROLIDONE AND NON-IONIC SURFACTANT
ON THE PHASE SOLUBILITY OF DIOSMIN: THERMODYNAMICAL ANALYSIS**

Purpose. Study of the effect of the polymeric carrier polyvinylpyrrolidone (PVP) K-25 and the nonionic surfactant (surfactant) Tween 80 on the phase solubility of the flavonoid diosmin in an aqueous medium and determination of the thermodynamic parameters of the formed systems.

Methodology. The effect of PVP K-25 and its combination with Tween 80 on the phase solubility of diosmin in an aqueous medium was studied by the Higuchi-Connors method using UV spectrophotometry. The temperature dependence of the phase solubility of diosmin was studied in the range of 25.0–40.0 °C. Based on the obtained data, the stability and dissociation constants of the formed systems were calculated, as well as thermodynamic parameters - changes in Gibbs free energy, enthalpy and entropy. Statistical processing of the results was performed by the method of one-way analysis of variance (ANOVA) with a post-factorial Tukey HSD test at a significance level of $p \leq 0.05$.

Findings. It was found that PVP K-25 increases the phase solubility of diosmin by 5.08 times due to the formation of soluble binary systems of the AL type according to the Higuchi-Connors classification, and in the ternary system with Tween 80 this indicator increases to 7.60 times due to the synergistic action of the solubilization properties of the polymer and the surfactant. Temperature is a determining factor in the phase solubility of diosmin in the studied systems - the maximum increase in the solubility indicator by 9.17 times is achieved at 40.0 ± 0.5 °C. The positive temperature dependence is accompanied by a regular increase in the stability constant of the system from $782.9 M^{-1}$ at 25.0 ± 0.5 °C to $1602.1 M^{-1}$ at 40.0 ± 0.5 °C, which indicates an increase in intermolecular interaction between the components with increasing temperature. Having determined the thermodynamic indicators, it was found that negative values of Gibbs free energy confirm the spontaneous nature of the process in the entire studied temperature range, while positive values of enthalpy and entropy indicate the endothermic nature and an entropy-driven stabilization mechanism of the system, which increases with increasing temperature and concentration of the polymer carrier.

Originality. For the first time, the thermodynamic parameters of the phase solubility of diosmin in a ternary system with PVP K-25 and Tween 80 were studied. The endothermic and entropy-controlled nature of

the process was established, and the temperature dependence of the stability of the studied system was substantiated.

Practical value. *The established thermodynamic laws create a scientific basis for substantiating the technological parameters of the production and storage conditions of pharmaceutical systems based on diosmin with PVP K-25 and Tween 80. The endothermic nature of the process determines the feasibility of conducting technological stages at elevated temperatures, while the pronounced temperature dependence of the system stability constants necessitates the control of physical stability at the stages of cooling and subsequent storage.*

Keywords: *thermodynamics; flavonoids; diosmin; polyvinylpyrrolidone; surfactant; phase solubility; active pharmaceutical ingredient; polymer; drug.*

<https://doi.org/10.30857/2786-5371.2026.3.6>

Received: 22.04.2026
Revised: 21.05.2026
Accepted: 29.05.2026
Published: 29.05.2026

Владислава ПОТУПА¹, Крістіна ГУСЕЙНОВА¹,
Леся МАЙСТРЕНКО¹, Людмила ШКОТОВА²,
Ірина ВОЛОШИНА¹

¹Київський національний університет технологій та дизайну, Україна

²Інститут молекулярної біології і генетики НАН України, Київ, Україна

УДК 602.6:546.57-
022.532]:[632.93:
582.28]:504.05

БІОГЕННІ НАНОЧАСТКИ СРІБЛА ЯК ІНСТРУМЕНТ АНТИФУНГАЛЬНОГО КОНТРОЛЮ ТА БІОБЕЗПЕКИ ДОВКІЛЛЯ

Мета. Визначити антифунгальну активність біогенних наночастинок срібла, синтезованих за допомогою супернатанту культуральної рідини *Lactobacillus acidophilus* УКМ В-2691, щодо тест-культур *Fusarium solani*, *Alternaria alternata*, *Rhizoctonia solani*, *Nigrospora oryzae*, а також мікроміцетів, виділених із пошкодженого листя троянди сорту «Black Magic».

Методика. Біогенний синтез AgNPs здійснювали з використанням супернатанту культуральної рідини *Lactobacillus acidophilus* УКМ В-2691. Середній розмір синтезованих наночастинок визначали методом фотонної кореляційної спектроскопії (34,66 нм). Антифунгальну активність досліджували методом «отруєної їжі» на середовищі Сабуро-агар. Наночастки срібла вносили в поживне середовище у концентраціях 0,1; 1; 10 та 100 мМ. Тест-культури інкубували при температурі 25±1 °С протягом 7 діб. Оцінку проводили візуально за розміром і морфологією колоній, порівнюючи з контролем (без AgNPs). Використовували колекційні штами з Інституту мікробіології і вірусології ім. Д. К. Заболотного НАН України та ізоляти, виділені з листя троянди.

Результати. Біогенні AgNPs продемонстрували виражену дозозалежну антифунгальну активність. Найвищу чутливість продемонструвала *Alternaria alternata*: вже за концентрації 1 мМ відмічалось істотне пригнічення росту, тоді як при 10 мМ розвиток міцелію практично повністю припинявся. При концентрації 0,1 мМ відзначали лише початкові ознаки стресу. *Picm Rhizoctonia solani* та *Nigrospora oryzae* теж децю пригнічувався при концентрації 1 мМ. *Fusarium solani* проявляв нижчу чутливість, а саме, виражений ефект відзначено при 1–10 мМ, однак максимальне пригнічення – при 10–100 мМ. Серед ізолятів із листя троянди «Black Magic» один демонстрував високу чутливість до 10 мМ AgNPs, тоді як інші виявляли значну стійкість.

Наукова новизна. Вперше досліджено антифунгальну активність біогенних наночастинок срібла, синтезованих із використанням супернатанту *Lactobacillus acidophilus* УКМ В-2691, щодо комплексу фітопатогенних мікроміцетів, включаючи ізоляти з ураженого листя троянди. Встановлено видові відмінності чутливості досліджених патогенів та показано дозозалежний характер інгібуючої дії наночастинок.

Практична значимість. Отримані результати свідчать про доцільність використання біогенних наночастинок срібла як перспективного засобу захисту рослин від фітопатогенних мікроміцетів. Їх застосування може сприяти зменшенню використання традиційних хімічних фунгіцидів, зниженню екологічного навантаження та мінімізації накопичення токсичних залишків у рослинній продукції. Встановлені закономірності дії AgNPs можуть бути використані як основа для подальшої розробки ефективних біофунгіцидних препаратів.

Ключові слова: біогенний синтез; наносрібло; *Lactobacillus acidophilus*; мікроміцети; фітопатогени; антифунгальна активність.

Вступ. Сільське господарство відіграє важливу роль у забезпеченні продовольчої безпеки людства. Водночас фітопатогенні мікроміцети щороку спричиняють значні втрати врожаю сільськогосподарських культур, викликаючи кореневі та стеблові гнилі, плямистості листя, а також погіршуючи якість продукції. Не менш серйозно страждають і декоративні рослини, зокрема троянди. Грибкові захворювання у них призводять до втрати декоративності, передчасного опадання листя, ослаблення рослин і, як наслідок, значного зниження їхньої ринкової цінності. Традиційним засобом боротьби з фітопатогенними грибами залишається застосування хімічних фунгіцидів. Однак їх тривале та масове використання призводить до

розвитку резистентності у патогенів, накопичення токсичних залишків у ґрунті, воді та рослинній продукції, а також негативного впливу на навколишнє середовище і здоров'я людини. У зв'язку з цим зростає глобальна потреба у пошуку екологічно безпечних і ефективних альтернативних методів захисту рослин [1]. Останніми роками значну увагу дослідників привертають наноматеріали, зокрема біогенні наночастки срібла (AgNPs). Завдяки високій площі поверхні, здатності вивільняти іони Ag^+ та генерувати активні форми кисню, AgNPs ефективно порушують цілісність клітинної стінки і мембрани грибів, інгібують синтез ергостеролу, порушують метаболізм і спричиняють загибель клітин мікроміцетів [2, 3]. Біогенний синтез AgNPs за допомогою мікроорганізмів, зокрема молочнокислих бактерій, має вагомні переваги порівняно з фізичними та хімічними методами. Він є екологічно чистим, економічно доступним, відбувається в м'яких умовах і не потребує використання токсичних реагентів. Молочнокислі бактерії завдяки продукції метаболітів (наприклад, органічних кислот, ферментів, полісахаридів тощо) здатні ефективно відновлювати іони срібла до наночасток із їх подальшою біологічною стабілізацією. Аналіз сучасних літературних даних свідчить про високу антифунгальну активність біогенних AgNPs проти широкого спектра фітопатогенних мікроміцетів. Водночас більшість досліджень стосується наночасток, синтезованих рослинними екстрактами або іншими бактеріальними культурами. Дані щодо антифунгальної дії біогенних наночасток срібла, отриманих саме за допомогою молочнокислих бактерій, залишаються обмеженими і потребують детального вивчення [4, 5].

Постановка завдання. Попри наявність численних досліджень, присвячених антифунгальним властивостям наночасток срібла, питання ефективності біогенних AgNPs, отриманих за участю мікроорганізмів, залишається недостатньо вивченим. Особливий інтерес становлять наночастки, синтезовані за допомогою молочнокислих бактерій, однак дані щодо їх дії на фітопатогенні мікроміцети та залежності ефекту від концентрації є обмеженими. Це зумовлює необхідність подальших досліджень у цьому напрямі. Мета роботи полягає у визначенні антифунгальної активності біогенних наночасток срібла, синтезованих із використанням супернатанту культуральної рідини *Lactobacillus acidophilus* УКМ В-2691, щодо тест-культур *Fusarium solani*, *Alternaria alternata*, *Rhizoctonia solani*, *Nigrospora oryzae*, а також мікроміцетів, виділених із пошкодженого листя троянди сорту «Black Magic», і встановленні ефективних концентрацій цих наночасток для пригнічення росту зазначених патогенів.

Результати дослідження. Визначення біологічної активності є критично важливим етапом дослідження, оскільки саме функціональні властивості визначають доцільність їх подальшого практичного застосування у сільському господарстві. У зв'язку з цим біогенно синтезовані наночастки срібла було досліджено на наявність антифунгальної активності.

Для проведення дослідження використовували синтезовані нами наночастки срібла за допомогою біогенного методу. Наночастки отримували використовуючи культуру молочнокислих бактерій *Lactobacillus acidophilus* УКМ В-2691, які були надані Інститутом мікробіології і вірусології ім. Д. К. Заболотного НАН України. Для визначення розміру наночасток застосовували метод фотонної кореляційної спектроскопії з використанням аналізатора розміру наночасток BeNano 90 (КНР). За результатами вимірювань встановлено, що середній розмір синтезованих наночасток становить 34,66 нм.

У ході роботи використовувались такі тест культури, як *Fusarium solani* (рис. 1, а), *Alternaria alternata* (рис. 1, б), *Rhizoctonia solani* (рис. 1, в) та *Nigrospora oryzae* (рис. 1, г). Дані мікроорганізми були отримані з колекції відділу фізіології і систематики мікроміцетів Інституту мікробіології і вірусології імені Д.К. Заболотного НАН України.

Видовий комплекс *F. solani* – це група нитчастих грибів, до яких належить близько 60 філогенетичних видів, які важко відрізняються за морфологією. *F. solani* належать до родини *Nectriaceae*. Колонії на середовищі Сабуро-агар виростають досить швидко, досягаючи 4,5–8 см за період від 4 до 10 днів. На початкових етапах вони мають біле або кремове забарвлення з

наявністю повітряного міцелію. Згодом колір може змінюватися, набуваючи блакитно-коричневих або синьо-зелених відтінків через утворення спородохій. *F. solani* є одним із найпоширеніших грибів, що паразитують у ґрунтах по всьому світу.

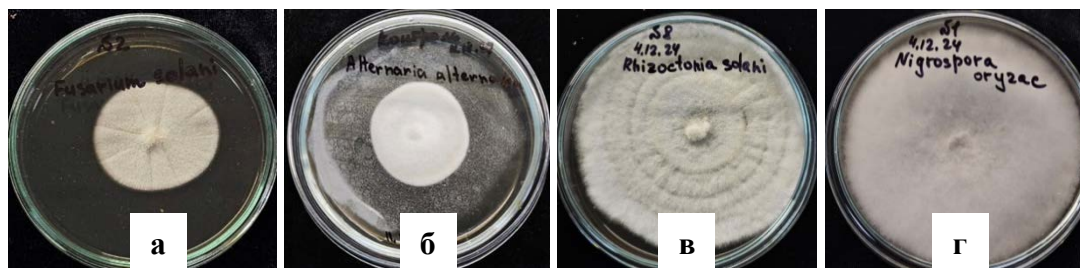


Рис. 1. Тест культури висіяні на чашках Петрі на середовищі Сабуро-агар: а – *Fusarium solani*; б – *Alternaria alternata*; в – *Rhizoctonia solani*; г – *Nigrospora oryzae*

Цей мікроорганізм виконує різні екологічні ролі, зокрема функціонує як сапротроф, розкладаючи рослинні рештки, а також виступає ендодітом або патогеном. Даний комплекс вирізняється широким спектром хазяїв, що налічує понад 66 родин рослин. До рослин, які піддаються ураженню *F. solani*, належать овочеві культури (картопля, огірки, бобові, гарбузові), плодів дерева, декоративні рослини та лісові види. Гриб здатний виживати в ґрунті завдяки формуванню хламідоспор. Його поширення переважно відбувається через воду, механічне пошкодження кореневої системи, інфіковане насіння або контаміновані інструменти. Оптимальні умови для росту цього патогенна включають вологий, багатий на органічні залишки ґрунт та підвищені температури. Серед прикладів патологій можна виділити суху гниль картоплі, гниль кореневої системи бобових, огірків і цитрусових. Крім цього, грибок викликає в'янення, некрози та загибель рослин. Основними симптомами ураження є некротичні ураження коренів та стебла, пожовтіння листя, загальне в'янення й подальша загибель рослини [6, 7].

A. alternata, *R. solani* та *N. oryzae* є поширеними фітопатогенними грибами, що уражають широкий спектр сільськогосподарських культур і характеризуються швидким ростом колоній на поживних середовищах та здатністю тривалий час зберігатися в навколишньому середовищі. *A. alternata* належить до класу гіфоміцетів і продукує ферменти та токсини, зокрема тентоксин, спричиняючи плямистості, гнилі плодів і водночас виступаючи одним із найпоширеніших аероалергенів, пов'язаних із розвитком алергічного риніту та бронхіальної астми [8, 9]. *R. solani*, представник Basidiomycota, уражує понад 250 видів рослин, пошкоджуючи корені, стебла, листя та плоди, а також здатний виживати у ґрунті у формі склероціїв протягом кількох років [10]. *N. oryzae* інфікує кукурудзу, рис, пшеницю, сорго та інші культури, викликаючи некротичні плями, хлороз і передчасне опадання листя, що негативно впливає на фотосинтез і врожайність; його колонії з віком темнішають унаслідок активного спороутворення [11, 12].

Іншими тест-культурами були мікроміцети, виділені з пошкодженого листя троянди червоної «Black Magic».

Для оцінки впливу наносрібла було обрано метод «отруєної їжі». Метод «отруєної їжі» являє собою антимікробний підхід до скринінгу, що включає змішування досліджуваної сполуки з поживним середовищем, у яке згодом додають певний мікроорганізм. Після цього аналізують ступінь пригнічення росту тестових культур [13].

До початку проведення дослідження впливу наносрібла на тест-культури проводилася їх підготовка. Отримання чистої тест-культури відбувалось шляхом пересівання міцелію на чашки Петрі з поживним середовищем Сабуро-агар з інкубуванням протягом 7 днів при температурі 25 ± 1 °C.

Наступним етапом була підготовка розчинів наночастинок срібла у різних концентраціях. Спочатку отримували стерильний розчин концентрованих наночастинок срібла (100 мМ) за допомогою шприцевого фільтра 0,22 мкм. Стерильне наносрібло в початковій концентрації 100 мМ розводили до концентрацій від 0,1 до 10 мМ стерильною дистильованою водою.

Проведення експерименту відбувалося в декілька етапів. Спочатку розігрівалося поживне середовище, та в нього вносилися різні концентрації наночастинок. Далі це поживне середовище розливалось по чашках Петрі та засівалося мікроміцетами. Після цього дослідні зразки інкубувалися при температурі 25 ± 1 °С протягом 7 діб. Результатом був візуальний контроль за зоною затримки росту.

На рис. 2. представлено результати впливу наночастинок срібла на ріст тест-культури *A. alternata*.

У контрольному зразку (рис. 2, а), де наночастки не використовували, *A. alternata* мала інтенсивний ріст колонії, зокрема, вона має значний діаметр, щільну структуру міцелію та рівномірно розвинену поверхню. Це свідчить про сприятливі умови для метаболізму фітопатогена. Гіфи інтенсивно розгалужуються, що дає змогу швидко споживати поживне середовище. Значна площа колонії свідчить про відсутність стресових умов, які могли б перешкоджати грибові синтезувати ферменти та збільшувати біомасу.

На рис. 2, б при дії концентрації 0,1 мМ спостерігали початкові прояви стресової реакції гриба. Попри те, що колонія гриба ще займає доволі значну площу, її морфологічні характеристики починають зазнавати змін. Зокрема, краї колонії стають менш регулярними, а центральна частина демонструє підвищену щільність міцелію. Такі зміни є проявами захисної реакції організму, спрямованої на мінімізацію контакту з токсичними речовинами у середовищі. Хоча концентрація наносрібла на рівні 0,1 мМ є недостатньою для повного припинення росту колонії, вона вже стає достатньою для активації клітинних механізмів детоксикації.

Залежно від зразка, концентрація 1 мМ (рис. 2, в) спричиняє виражену антифунгальну дію, що проявляється істотним уповільненням радіального росту колонії, який приблизно вдвічі менший порівняно з контрольним зразком (рис. 2, а). Наночастки срібла у представленій концентрації виявляють активну дію на термінальні ділянки гіфів, що призводить до їх пошкодження і, як наслідок, значного уповільнення подальшого подовження. В результаті колонія набуває більш пригніченого вигляду, а її потенціал до подальшої колонізації поживного середовища стає істотно обмеженим.

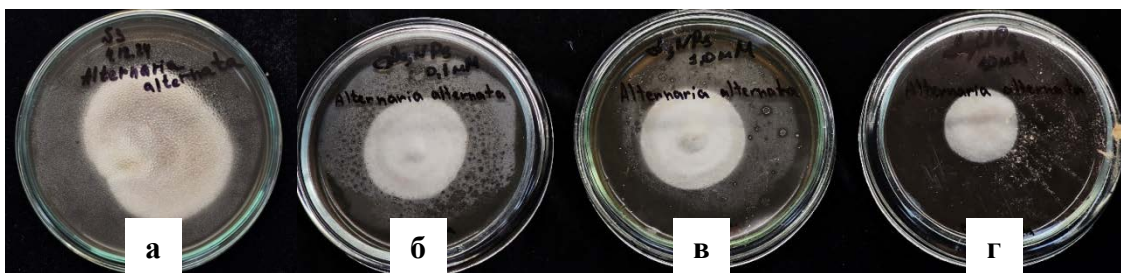


Рис. 2. Вплив різних концентрацій наночастинок срібла на *Alternaria alternata*:
а – контроль; б – 0,1 мМ; в – 1 мМ; г – 10 мМ

Найбільш виражений ефект впливу наночастинок срібла спостерігається за концентрації 10 мМ (рис. 2, г). На зображенні можемо побачити, що ріст міцелію гриба в порівнянні з контролем майже повністю припиняється. Така висока концентрація AgNPs призводить до масштабного пошкодження клітинних мембран і повного блокування ферментативних систем гриба. Така реакція *A. Alternata* на наночастки срібла зумовлена тим, що AgNPs володіють дуже високою поверхневою енергією колоній [2, 3, 14]. При взаємодії з клітинною стінкою гриба вони спричиняють локальне розчинення хітину та глюканів. У результаті утворюються

пошкодження, через які іони Ag^+ проникають у цитоплазму. У межах клітини AgNPs сприяють утворенню активних форм кисню (АФК), включаючи супероксид-радикали та перекис водню. Через те, що гриби володіють обмеженою антиоксидантною системою захисту від впливу металів, запускається ланцюгова реакція руйнування ліпідів, яка фактично призводить до розпаду внутрішніх органел клітини.

Також срібло здатне взаємодіяти з ДНК, утворюючи стабільні комплекси з гуаніном і цитозином, що фактично блокує процес поділу клітин. Навіть за низької концентрації від 0,1 до 1 мМ (рис. 2, б та 2, в) воно спричиняє виникнення мутацій або зупинку клітинного циклу. Це проявляється, зокрема, у зменшенні діаметра колоній [2, 3, 14].

Результати впливу наночастинок срібла на *F. solani* представлені на рис. 3. У зразку, що не містить наночинку (рис. 3, а), відзначається інтенсивна колонізація субстрату. Гриб утворює симетричну та добре розвинену колонію з характерною радіальною структурою гіф. Міцелій має здоровий вигляд, характеризується достатньою щільністю та безперешкодно поширюється від центральної частини до периферії, що свідчить про сприятливі умови для метаболічної активності фітопатогена.

За результатами дослідження впливу наночастинок срібла у концентрації 0,1 мМ (рис. 3, б) видно характерну зміну росту колонії. Хоча візуально колонія демонструє відносно активне розростання, структура міцелію в порівнянні з контролем (рис. 3, а) стає менш щільною, розрихленою і характеризується частковою втратою однорідності. У такому випадку не можна повністю виключити можливість прояву слабкого стимулювального ефекту, відомого як гормезис, який іноді проявляється за дії низьких концентрацій токсичних речовин. Такий ефект може полягати в збереженні або навіть певному прискоренні радіального росту міцелію за рахунок активації адаптаційних механізмів клітин. Однак відсутність суттєвого збільшення розміру колоній порівняно з контрольним зразком (рис. 3, а) та зменшення щільності міцелію свідчать про те, що найбільш ймовірно є наявність початкового стресового впливу наночастинок срібла, а не стимуляції процесів росту.



Рис. 3. Вплив різних концентрацій наночастинок срібла на *Fusarium solani*:
а – контроль; б – 0,1 мМ; в – 1 мМ; г – 10 мМ

За концентрації 10 мМ (рис. 3, в) інгібувальний ефект значно посилюється. Діаметр колонії помітно зменшується, її структура набуває розрідженого вигляду, а також виявляються ознаки деградації міцелію. Відзначається нерівномірний ріст колонії та часткова втрата морфологічної цілісності. Ці результати свідчать про те, що наночастки срібла починають активно впливати на клітинні мембрани та внутрішньоклітинні процеси, спричиняючи стресові реакції та пошкодження клітин.

Найбільший рівень змін фіксувався за концентрації 100 мМ (рис. 3, г), що відповідає максимальному пригніченню росту *F. solani*. Ріст гриба в порівнянні з концентрацією 10 мМ (рис. 3, г) менший, а колонія має нерівномірні краї росту міцелію. Такий високий рівень AgNPs створює умови, абсолютно несумісні з нормальним життєвим циклом фітопатогена, що призводить до повної деструкції його основних метаболічних шляхів і незворотного руйнування клітинних структур. Дія AgNPs залежить від концентрації і посилюється зі збільшенням дози та тривалості експозиції. При низьких концентраціях домінують поверхневі

ефекти, такі як адгезія та часткове ушкодження мембрани. Зі зростанням концентрації відбуваються масивне проникнення, інтенсивний окислювальний стрес і значні внутрішньоклітинні ушкодження, що зрештою призводить до майже повного знищення міцелію.

Наступні результати впливу наночасток срібла на фітопатогенний мікроміцет *R. solani* представлені на рис. 4.



Рис. 4. Вплив концентрації 1 мМ наночасток срібла на *Rhizoctonia solani*:
а – контроль; б – 1 мМ

Дослідження антифунгальної активності AgNPs демонструє їхній виражений інгібуючий вплив на ріст міцелію фітопатогенного гриба *R. solani*. Порівняння контрольного зразка (рис. 4, а) та дослідного зразка з концентрацією наночасток 1 мМ (рис. 4, б) спостерігали помітні відмінності в морфології та швидкості розвитку колонії. У контрольному зразку гриб характеризується активним радіальним ростом, формуючи густий, пухнастий білосніжний міцелій, який рівномірно покриває поверхню поживного середовища, утворюючи концентричні зони наростання. Натомість під впливом 1 мМ AgNPs (рис. 4, б) фізіологічний стан культури значно змінюється. Ріст міцелію суттєво пригнічується, що проявляється у меншому діаметрі колонії порівняно з контролем. Крім того, структура міцелію стає менш щільною, набуває розрідженого вигляду, а межі колонії стають нечіткими. Це свідчить про руйнівний ефект наночасток на клітинні стінки гіфів і виникнення порушень у метаболічних процесах гриба. Таким чином, отримані результати наочно підтверджують ефективність застосування AgNPs у концентрації 1 мМ як перспективного засобу для інгібування росту *R. solani*.

Ще одні результати впливу наночасток срібла на культуру *N. oryzae* представлені на рис. 5.

У контрольному варіанті (рис. 5, а) фіксували інтенсивне розростання міцелію, що характеризувалося світлою, рівномірною та пухнастою структурою, яка майже повністю заповнювала всю площу чашки Петрі. Це свідчить про створення оптимальних умов для вегетативного розвитку гриба. У дослідному зразку (рис. 5, б), за умов додавання 1 мМ AgNPs, бачимо, що відбулося суттєве пригнічення зростання колонії. Хоча міцелій продовжував поширюватися від центру до периферії, його щільність виявилася значно меншою, структура мала підвищену прозорість, а вміст біомаси був знижений. Особливо помітним ефект уповільнення зростання був у периферійних ділянках чашки, що може бути прояснено створенням наночастками несприятливих умов для активного подовження гіфів.

Отримані результати свідчать про чутливість грибного штаму *N. oryzae* до впливу наночасток срібла, що проявляється у деградації повітряного міцелію та зменшенні загальної швидкості колонізації субстрату. Таким чином, AgNPs можуть розглядатися як потенційно ефективний інгібітор росту для цього виду патогенів, що забезпечує стабільний антифунгальний ефект навіть за невисоких концентрацій активної речовини.

Аналіз результатів впливу концентрації 10 мМ на ізолят (рис. 6, а) свідчить про виражений інгібуючий ефект. Ріст колонії значно обмежується у напрямку до джерела AgNPs, формуючи чітко виражену зону інгібування, де розвиток міцелію майже повністю відсутній.

Колонія має щільну, сплюснену структуру з пригніченням утворення повітряного міцелію та слабкою споруляцією. Краї колонії нерівні та деформовані, що вказує на порушення нормального апікального росту гіф. Така реакція типова для грибів, які проявляють високу чутливість до впливу срібла, оскільки наночастки срібла ефективно руйнують клітинні структури та порушують метаболічні процеси. Ймовірно, цей вид має менш розвинені механізми детоксикації або антиоксидантного захисту, що сприяє нагромадженню активних форм кисню і призводить до серйозного пошкодження клітин.



Рис. 5. Вплив концентрації 1 мМ наночастинок срібла на *Nigrospora oryzae*:
а – контроль; б – 1 мМ

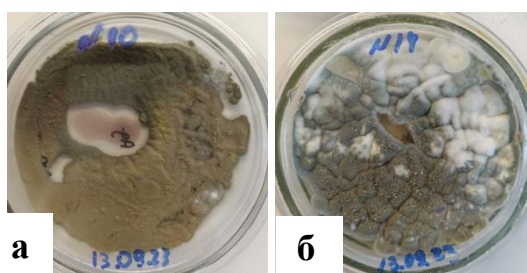


Рис. 6. Вплив концентрації 10 мМ наночастинок срібла на тест-культури, вирощені на чашці Петрі та виділені з листя троянди червоної «Black Magic»

Другий ізолят (рис. 6, б) демонструє істотно вищу стійкість до впливу наночастинок срібла. Попри присутність AgNPs та невеликої зони затримки росту по центру, колонія зберігає активний ріст, практично заповнюючи всю поверхню чашки Петрі. Варто зазначити, що морфологічні характеристики частково змінюються, зокрема формується більш щільна структура, з'являється неоднорідність та можливі ознаки перебудови зонального розподілу. Однак повного інгібування росту колонії не відбувається. Такий феномен свідчить про наявність у цього виду специфічних адаптаційних механізмів, що забезпечують здатність протистояти токсичному впливу срібла.

Таким чином, отримані результати свідчать, що антифунгальна ефективність наночастинок срібла має виражений видовий характер і не є універсальною. Один і той самий агент за однакової концентрації може проявляти мінімальний інгібуючий ефект щодо одних видів грибів і водночас діяти як потужний фунгіцид щодо інших. Це, ймовірно, зумовлено відмінностями у структурі клітинної стінки, метаболічній активності та механізмах захисту мікроміцетів. Отримані дані підкреслюють необхідність індивідуального підбору концентрацій наночастинок срібла для кожного збудника, що є важливим аспектом розробки ефективних і науково обґрунтованих підходів до захисту рослин в агробіотехнології.

Висновки. Проведене дослідження підтвердило високу антифунгальну активність біогенно синтезованих наночастинок срібла (середній розмір 34,66 нм), отриманих із використанням супернатанту культуральної рідини *Lactobacillus acidophilus* УКМ В-2691, щодо фітопатогенних мікроміцетів.

Результати показали, що наночастки срібла виявляють дозозалежний інгібуючий вплив на всі досліджені тест-культури. Найбільш чутливою виявилася культура *A. alternata*, зокрема,

антифунгальний ефект проявлявся вже при концентрації 1 мМ, а при 10 мМ ріст міцелію майже повністю припинявся. За низьких концентрацій (0,1 мМ) місцями відзначали початкові ознаки стресового впливу або слабого гормезису, що, втім, не переростало в стимуляцію росту. Значну чутливість до AgNPs також продемонстрували *R. solani* та *N. oryzae*, ріст колоній яких дещо пригнічувався при концентрації 1 мМ. У випадку *F. solani* був зафіксований трохи нижчий рівень чутливості, зокрема, виражений інгібуючий ефект проявлявся при концентраціях у межах 1–10 мМ, тоді як максимального пригнічення досягали при 10–100 мМ.

Крім колекційних штамів, наночастки срібла в концентрації 10 мМ ефективно пригнічували ріст одного з ізолятів мікроміцетів, виділених із пошкодженого листа троянд сорту «Black Magic», тоді як інший ізолят проявив високу стійкість. Це свідчить про видові відмінності дії біогенних наночасток срібла та підкреслює важливість індивідуального підходу до їх використання. Отримані результати свідчать про перспективність біогенних наночасток срібла як екологічно безпечнішої альтернативи звичайним хімічним фунгіцидам для захисту сільськогосподарських та декоративних культур від фітопатогенних грибів.

Подальші дослідження варто зосередити на визначенні мінімальних інгібуючих концентрацій для кожного виду патогенів, аналізі ефективності біогенних наночасток срібла порівняно з традиційними фунгіцидами, а також на проведенні випробувань *in vivo* у тепличних і польових умовах із врахуванням фітотоксичності та залишкових речовин. Особливу увагу слід приділити вивченню механізмів стійкості окремих ізолятів, розробленню стабільних препаративних форм і оцінці їхнього впливу на корисну мікробіоту ґрунту. Цей підхід стане основою для створення екологічно безпечних біофунгіцидів нового покоління, здатних забезпечити сталий захист рослин.

Подяка. Автори висловлюють подяку кафедрі біотехнології, шкіри та хутра КНУТД та Фонду Саймонса, грант № SFI PD-Ukraine-00017453 [Шкотова Л.В.] за фінансову підтримку.

References

Література

1. Steinberg, G., & Gurr, S. J. (2020). Fungi, fungicide discovery and global food security. *Fungal genetics and biology*, 144, 103476. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.fgb.2020.103476>.
 2. Mussin, J., & Giusiano, G. (2022). Biogenic silver nanoparticles as antifungal agents. *Frontiers in chemistry*, 10. DOI: <https://doi.org/10.3389/fchem.2022.1023542>.
 3. Li, L. et al. (2022). The antifungal activity and mechanism of silver nanoparticles against four plant pathogenic fungi. *Frontiers in Microbiology*, 13, 988633. DOI: <https://doi.org/10.3389/fmicb.2022.988633>.
 4. Mansoor, S. et al. (2021). Fabrication of silver nanoparticles against fungal pathogens. *Frontiers in nanotechnology*, 3. DOI: <https://doi.org/10.3389/fnano.2021.679358>.
 5. Tariq, M. et al. (2022). Biological synthesis of silver nanoparticles and prospects for agricultural application. *Molecules*, 27(15), 4754. DOI: <https://doi.org/10.3390/molecules27154754>.
 6. Srivastava, S., Kadooka, C., & Uchida J. Y. (2018). *Fusarium* species as pathogen on orchids. *Microbiological research*, 207, 188–195. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.micres.2017.12.002>.
 7. Coleman, J. J. (2015). The *Fusarium solani* species complex: ubiquitous pathogens of agricultural
1. Steinberg G., Gurr S. J. Fungi, fungicide discovery and global food security. *Fungal genetics and biology*. 2020. Vol. 144. Art. 103476. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.fgb.2020.103476>.
 2. Mussin J., Giusiano G. Biogenic silver nanoparticles as antifungal agents. *Frontiers in chemistry*. 2022. Vol. 10. DOI: <https://doi.org/10.3389/fchem.2022.1023542>.
 3. Li L. et al. The antifungal activity and mechanism of silver nanoparticles against four plant pathogenic fungi. *Frontiers in Microbiology*. 2022. Vol. 13. Art. 988633. DOI: <https://doi.org/10.3389/fmicb.2022.988633>.
 4. Mansoor S. et al. Fabrication of silver nanoparticles against fungal pathogens. *Frontiers in nanotechnology*. 2021. Vol. 3. DOI: <https://doi.org/10.3389/fnano.2021.679358>.
 5. Tariq M. et al. Biological synthesis of silver nanoparticles and prospects for agricultural application. *Molecules*. 2022. No. 27(15). Art. 4754. DOI: <https://doi.org/10.3390/molecules27154754>.
 6. Srivastava S., Kadooka C., Uchida J. Y. *Fusarium* species as pathogen on orchids. *Microbiological research*. 2018. Vol. 207. P. 188–195. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.micres.2017.12.002>.
 7. Coleman J. J. The *Fusarium solani* species complex: ubiquitous pathogens of agricultural importance.

- importance. *Molecular plant pathology*, 17(2), 146–158. DOI: <https://doi.org/10.1111/mpp.12289>.
8. Alasadi, R. M. S. (2024). *Alternaria alternata*: the most common pathogen on date palm. *Studies in fungi*, 9, e012. DOI: <https://doi.org/10.48130/sif-0024-0012>.
9. DeMers, M. (2022). *Alternaria alternata* as endophyte and pathogen. *Microbiology*, 168(3). DOI: <https://doi.org/10.1099/mic.0.001153>.
10. Hendel, P. et al. (2022). *Rhizoctonia solani* AG5 and its offspring – morphology and sensitivity to fungicides. *Acta mycologica*, 57, 578. DOI: <https://doi.org/10.5586/am.578>.
11. Tao, Y. et al. (2024). New occurrence of *Nigrospora oryzae* causing leaf blight in ginkgo biloba in china and biocontrol screening of endophytic bacteria. *Microorganisms*, 12(11), 2125. DOI: <https://doi.org/10.3390/microorganisms12112125>.
12. Abubakar, A. Y. et al. (2026), Wound-dependent infection by *Nigrospora oryzae* causes sugarcane leaf spot: pathogen characterization and fungicide sensitivity. *Frontiers in plant science*, 16, 1742944. DOI: <https://doi.org/10.3389/fpls.2025.1742944>.
13. Hossain, T. J. (2024). Methods for screening and evaluation of antimicrobial activity: a review of protocols, advantages, and limitations. *European journal of microbiology and immunology*, 14(2), 97–115. DOI: <https://doi.org/10.1556/1886.2024.00035>.
14. Daniel, A. I., Smith, E., Al-Hashimi, A., Gokul, A., Keyster, M., & Klein, A. (2024). Mechanistic insight into the anti-alternaria activity of bimetallic zinc oxide and silver/zinc oxide nanoparticles. *Heliyon*, 10(10), e31330. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e31330>.
- Molecular plant pathology*. 2015. No. 17 (2). P. 146–158. DOI: <https://doi.org/10.1111/mpp.12289>.
8. Alasadi R. M. S. *Alternaria alternata*: the most common pathogen on date palm. *Studies in fungi*. 2024. No. 9. Art. e012. DOI: <https://doi.org/10.48130/sif-0024-0012>.
9. DeMers M. *Alternaria alternata* as endophyte and pathogen. *Microbiology*. 2022. No. 168 (3). DOI: <https://doi.org/10.1099/mic.0.001153>.
10. Hendel P. et al. *Rhizoctonia solani* AG5 and its offspring – morphology and sensitivity to fungicides. *Acta mycologica*. 2022. Vol. 57. Art. 578. DOI: <https://doi.org/10.5586/am.578>.
11. Tao Y. et al. New occurrence of *Nigrospora oryzae* causing leaf blight in ginkgo biloba in china and biocontrol screening of endophytic bacteria. *Microorganisms*. 2024. No. 12 (11). Art. 2125. DOI: <https://doi.org/10.3390/microorganisms12112125>.
12. Abubakar A. Y. et al. Wound-dependent infection by *Nigrospora oryzae* causes sugarcane leaf spot: pathogen characterization and fungicide sensitivity. *Frontiers in plant science*. 2026. Vol. 16. Art. 1742944. DOI: <https://doi.org/10.3389/fpls.2025.1742944>.
13. Hossain T. J. Methods for screening and evaluation of antimicrobial activity: a review of protocols, advantages, and limitations. *European journal of microbiology and immunology*. 2024. Vol. 14, Iss. 2. P. 97–115. DOI: <https://doi.org/10.1556/1886.2024.00035>.
14. Daniel A. I., Smith E., Al-Hashimi A., Gokul A., Keyster M., Klein A. Mechanistic insight into the anti-alternaria activity of bimetallic zinc oxide and silver/zinc oxide nanoparticles. *Heliyon*. 2024. No. 10 (10). Art. e31330. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e31330>.

POTUPA VLADYSLAVA

Student, Department of Biothecnology, Leather and Fur,
Kyiv National University of Technologies
and Design, Ukraine
<https://orcid.org/0009-0005-4728-1027>
E-mail: vladislavapotupa@gmail.com

MAISTRENKO LESIA

PhD, Associate Professor,
Department of Biothecnology, Leather and Fur,
Kyiv National University of Technologies
and Design, Ukraine
<https://orcid.org/0000-0002-1643-305X>
Scopus Author ID: 57189215148
ResearcherID: ABE-8214-2020
E-mail: mavstrenko.la@knutd.edu.ua

HUSEINOVA KRISTINA

Student, Department of Biothecnology, Leather and Fur,
Kyiv National University of Technologies
and Design, Ukraine
<https://orcid.org/0009-0006-6684-7329>
E-mail: kgusejnova626@gmail.com

SHKOTOVA LYUDMYLA

Senior Research Scientist,
Institute of Molecular Biology and Genetics National
Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine
<https://orcid.org/0000-0003-2594-0413>
Scopus Author ID: 8206833100
ResearcherID: D-6353-2018
E-mail: luda_shkotova@yahoo.com

VOLOSHYNA IRYNA

PhD, Associate Professor,

Department of Biothecnology, Leather and Fur,

Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine

<https://orcid.org/0000-0002-8125-8817>

Scopus Author ID: 8264131600

E-mail: wirn@ukr.net

Vladyslava POTUPA¹, Kristina HUSEINOVA¹, Lesia MAISTRENKO¹,
Lyudmyla SHKOTOVA², Iryna VOLOSHYNA¹

¹Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine

²Institute of Molecular Biology and Genetics National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine

BIOGENIC SILVER NANOPARTICLES AS A TOOL FOR ANTIFUNGAL CONTROL AND ENVIRONMENTAL BIOSAFETY

Purpose. To determine the antifungal activity of biogenic silver nanoparticles synthesized using the cell-free supernatant of *Lactobacillus acidophilus* UCM B-2691 against the test cultures *Fusarium solani*, *Alternaria alternata* 3043, *Rhizoctonia solani* 16036, *Nigrospora oryzae* 15966, as well as micromycetes isolated from damaged leaves of the rose cultivar "Black Magic".

Methodology. Biogenic synthesis of silver nanoparticles (AgNPs) was carried out using the cell-free supernatant of *Lactobacillus acidophilus* UCM B-2691 culture broth. The average size of the synthesized nanoparticles was determined using photon correlation spectroscopy and was 34.66 nm. The poisoned food technique on Sabouraud agar evaluated the antifungal activity of AgNPs. Silver nanoparticles were added to the nutrient medium at concentrations of 0.1, 1, 10, and 100 mM. The test cultures were incubated at 25 ± 1 °C for 7 days. The evaluation of antifungal activity was performed visually by comparing the size, morphology, and density of colonies with the control (without AgNPs). Collection strains from the Institute of Microbiology and Virology named after D.K. Zabolotny of the National Academy of Sciences of Ukraine, and isolates obtained from rose leaves were used in the study.

Findings. Biogenic silver nanoparticles demonstrated a pronounced dose-dependent antifungal activity against all tested phytopathogenic micromycetes. The highest sensitivity was shown by *Alternaria alternata* 3043: significant growth inhibition was observed already at a concentration of 1 mM, while at 10 mM the mycelial growth was almost completely inhibited. At 0.1 mM, only initial signs of stress were noted. The growth of *Rhizoctonia solani* and *Nigrospora oryzae* was also notably suppressed at 1 mM. *Fusarium solani* exhibited lower sensitivity: a pronounced inhibitory effect was observed at concentrations of 1–10 mM, with maximum suppression at 10–100 mM. Among the isolates from rose leaves of the «Black Magic» cultivar, one demonstrated high sensitivity to 10 mM AgNPs, while the other showed considerable resistance.

Originality. For the first time, the antifungal activity of biogenic silver nanoparticles synthesized using the cell-free supernatant of *Lactobacillus acidophilus* UCM B-2691 was investigated against a complex of phytopathogenic micromycetes, including isolates from damaged rose leaves. Species-specific differences in the sensitivity of the tested pathogens were established, and the dose-dependent nature of the inhibitory effect of the nanoparticles was demonstrated.

Practical value. The obtained results indicate the feasibility of using biogenic silver nanoparticles as a promising agent for protecting plants from phytopathogenic micromycetes. Their application can contribute to reducing the use of traditional chemical fungicides, decreasing the environmental load, and minimizing the accumulation of toxic residues in plant products. The established patterns of AgNPs action can serve as a basis for the further development of effective biofungicidal preparations.

Keywords: biogenic synthesis; silver nanoparticles; *Lactobacillus acidophilus*; micromycetes; phytopathogens; antifungal activity.

<https://doi.org/10.30857/2786-5371.2026.3.7>

Received: 28.04.2026
Revised: 21.05.2026
Accepted: 29.05.2026
Published: 29.05.2026

УДК 615.011:547.
458.82+615.281

Олена ІЩЕНКО^{1,2}, Дар'я КУЧИНСЬКА¹,
Ігор ОХРИМЕНКО¹, Ольга СУМСЬКА³

¹ Київський національний університет технологій та дизайну, Україна

² Інститут фізико-органічної хімії і вуглехімії ім. Л.М. Литвиненка НАН України, Київ, Україна

³ Херсонський державний аграрно-економічний університет, Україна

КІНЕТИКА ВИВІЛЬНЕННЯ ЛІДОКАЇНУ ГІДРОХЛОРИДУ З ГІДРОГЕЛЕВИХ МАТЕРІАЛІВ НА ОСНОВІ ПОЛІВІНІЛОВОГО СПИРТУ, АЛЬГІНАТУ НАТРІЮ ТА ГІАЛУРОНОВОЇ КИСЛОТИ

Мета. Розроблення та дослідження гідрогелевих матеріалів на основі полівінілового спирту, альгінату натрію та гіалуронової кислоти з різними молекулярними масами як носіїв лідокаїну гідрохлориду для систем місцевої та трансдермальної анестезії; встановлення механізмів та параметрів кінетики вивільнення активного фармацевтичного інгредієнту залежно від складу полімерної матриці.

Методика. Гідрогелеві матеріали отримували методом іонотропного гелеутворення шляхом взаємодії аніонних груп альгінату (COO^-) з іонами Ca^{2+} . Дослідження реологічних властивостей проводили на ротаційному реометрі «Brookfield» DV-III; апроксимацію даних здійснювали за моделлю Оствальда–де-Ваале. Оцінку кінетики вивільнення лідокаїну гідрохлориду проводили спектрофотометрично (спектрофотометр OPTIZEN POP UV VIS, «Mecasys», Республіка Корея) у фосфатному буферному розчині рН 7,4 при температурі 37 °С. Математичне моделювання кінетики вивільнення лідокаїну гідрохлориду проводили із застосуванням моделі Korsmeyer–Peppas.

Результати. Встановлено псевдопластичну природу всіх досліджених систем (показник $n = 0,38-0,52$); збільшення концентрації гіалуронової кислоти та її молекулярної маси підвищує в'язкість (K зростає від 7,21 до 14,80 Па·с). Аналіз кінетики вивільнення за моделлю Korsmeyer–Peppas підтвердив механізм аномальної дифузії для всіх систем ($n = 0,61-0,72$). Для системи на основі полівінілового спирту та альгінату натрію у співвідношенні 50/50 з вмістом лідокаїну 5% за 30 хв вивільняється понад 50%, за 90 хв – понад 80%. Підвищення молекулярної маси та концентрації гіалуронової кислоти дозволяє регулювати профіль вивільнення у діапазоні 5–16 год.

Наукова новизна. Вперше встановлено кількісні закономірності впливу молекулярної маси та концентрації (0,5 та 1,0 %) гіалуронової кислоти на параметри моделі Korsmeyer–Peppas (K та n) для гідрогелевих матеріалів на основі полівінілового спирту, альгінату натрію та гіалуронової кислоти з лідокаїном. Доведено, що включення гіалуронової кислоти до складу полімерної матриці забезпечує перехід від швидкого вивільнення АФІ до пролонгованого профілю та модулює транспортний механізм у бік аномальної дифузії.

Практична значимість. Розроблені гідрогелеві матеріали є перспективними для застосування у вигляді пов'язок для знеболення та лікування ран, трансдермальних пластирів та офтальмологічних гелів. Регулювання складу дозволяє цілеспрямовано управляти профілем вивільнення лідокаїну – від швидкого ефекту з 5% лідокаїну, та 1% низькомолекулярної гіалуронової кислоти до пролонгованої анестезії з 15% лідокаїну, 1% високомолекулярної гіалуронової кислоти).

Ключові слова: гідрогель; лідокаїн; полівініловий спирт; альгінат натрію; гіалуронова кислота; кінетика вивільнення; молекулярна маса; Korsmeyer–Peppas.

Вступ. Сучасна фармацевтична наука орієнтована на розроблення систем контрольованого вивільнення активних фармацевтичних інгредієнтів (АФІ), здатних забезпечувати стабільну терапевтичну концентрацію речовини у місці дії при мінімальній системній токсичності [1, 2]. Особливого значення набуває місцева анестезія у дерматології, офтальмології та хірургії, де традиційні ін'єкційні форми є незручними або неефективними. Одним із найбільш перспективних напрямів є застосування гідрогелевих матриць –

тривимірних полімерних сіток, здатних поглинати великі об'єми води і забезпечувати дифузійне вивільнення включеного АФІ [3].

Лідокаїн гідрохлорид є широко застосовуваним місцевим анестетиком групи амідів ($pK_a \approx 7,9$), механізм дії якого полягає у блокуванні Na^+ -каналів нейронних мембран. Застосування лідокаїну в складі трансдермальних форм дозволяє уникнути ін'єкційного введення, знизити частоту побічних ефектів і забезпечити пролонговану анестезію [4]. Разом з тим контроль профілю вивільнення залишається ключовою технологічною проблемою, оскільки надто швидке вивільнення спричиняє системну токсичність, а надто повільне – знижує ефективність [5].

Полівініловий спирт (ПВС) і альгінат натрію (АльгNa) є добре вивченими матрицями для гідрогелів. ПВС забезпечує механічну міцність та контролює швидкість деградації [6], тоді як АльгNa утворює іонно-зшиті гелі у присутності двовалентних катіонів Ca^{2+} , а його молекулярна маса суттєво впливає на пористість і транспортні властивості матриці [7]. Включення гіалуронової кислоти (ГК) – природного поліаніонного біополімера позаклітинного матриксу – підвищує гідрофільність, збільшує ступінь набухання та прискорює деградацію гідрогелю, що відкриває можливості для тонкого регулювання кінетики вивільнення АФІ [8, 9].

Незважаючи на значну кількість публікацій щодо гідрогелів на основі ПВС та АльгNa [6, 7], дані щодо систем ПВС/АльгNa/ГК з лідокаїну гідрохлоридом та кількісного аналізу механізмів його вивільнення залишаються обмеженими. Зокрема, не встановлено залежності параметрів моделі Korsmeyer–Peppas від молекулярної маси та концентрації ГК, що є необхідним для прогнозування поведінки системи *in vivo*. Актуальність дослідження зумовлена зростаючим інтересом до створення біосумісних полімерних систем на основі гіалуронової кислоти для медичного та фармацевтичного застосування.

Постановка завдання. Метою роботи є встановлення кількісних закономірностей кінетики вивільнення лідокаїну гідрохлориду з гідрогелевих матеріалів на основі ПВС/АльгNa/ГК залежно від концентрації лідокаїну (5%, 10%, 15%), молекулярної маси та концентрації гіалуронової кислоти (0,5%; 1,0%) та дослідження реологічних властивості вихідних полімерних розчинів.

Результати дослідження

Матеріали та методика. В роботі для одержання гідрогелів використовували альгінат натрію (АльгNa) (CAS 9005-38-3), полівініловий спирт (ПВС) марки PVA-17-99, гіалуронова кислота (ГК) (Hyaluronic acid) (CAS 9004-61-9, Sigma-Aldrich (Merck), Німеччина), в якості зшиваючого агенту – кальцію хлорид (CAS 10035-04-8). В якості АФІ використовували лідокаїн (European pharmacopoeia name: Lidocaine Hydrochloride), хімічна назва – 2-(Діетиламіно)-N-(2,6-диметилфеніл)ацетамід гідрохлорид моногідрат (CAS 6108-05-0). Консерванти – ніпагін (метилпарабен), хімічна назва: метил-4-гідроксибензоат (CAS 99-76-3); ніпазол (пропілпарабен), хімічна назва: пропіл 4-гідроксибензоат (CAS 94-13-3).

Гідрогелеві матеріали отримували на основі рецептурних серій (табл. 1). Базові серії включали полімерні пари АльгNa/ПВС у трьох масових співвідношеннях (75:25, 50:50, 25:75) при загальній концентрації полімерів 10%. До кожної базової серії готували варіанти з додаванням ГК з різною молекулярною масою у концентраціях 0,5 та 1,0 мас.%, а також серії з лідокаїну гідрохлоридом 5, 10 та 15%. Гелеутворення систем ПВС/АльгNa забезпечували шляхом заморожування (температура $-18^{\circ}C$ протягом 24 год.) з подальшою обробкою сформованого гелю 2% розчином $CaCl_2$ для іотропного зшивання АльгNa через Ca^{2+} -іони.

Реологічні властивості полімерних розчинів. Дослідження реологічних властивостей проводили на ротаційному реометрі «Brookfield» DV-III; апроксимацію даних здійснювали за моделлю Оствальда–де-Ваале. Всі досліджені системи виявили псевдопластичну поведінку ($n < 1$ за моделлю Оствальда–де-Ваале), що є типовим для розчинів полісахаридів та полімерних сумішей на їх основі [6]. Реологічні параметри для систем ПВС/АльгNa/ГК з

різними молекулярними масами та концентраціями наведено у табл. 2. Підвищення молекулярної маси збільшує коефіцієнт консистенції K від 7,21 до 14,80 Па·с, що пов'язано із зростанням ентальпійної складової міжмолекулярної взаємодії у більш розгалужених ланцюгах. Цей ефект є вираженим у системах ПВС/АльгНа/ГК з високомолекулярною ГК за концентрації 1,0 %, де K зростає до 14,80 Па·с. Одночасне зниження показника потоку n (від 0,52 до 0,38) свідчить про наростання ступеня псевдопластичності, що є результатом формування густіших міжполімерних асоціатів у присутності ГК [8].

Таблиця 1

Рецептурний склад досліджуваних гідрогелевих систем

№	Полімерна пара	Конц., %	Склад (мас.ч.)	ГК, %	Лідокаїн, %
1	АльгНа/ПВС	10	75/25	0; 0,5; 1,0	5; 10; 15
2	АльгНа/ПВС	10	25/75	0; 0,5; 1,0	5; 10; 15
3	АльгНа/ПВС	10	50/50	0; 0,5; 1,0	5; 10; 15

Таблиця 2

Реологічні параметри моделі Оствальда–де-Ваале для систем ПВС/АльгНа/ГК

Система	K , Па·с	N	R^2	Тип течії
ПВС/АльгНа	7,2134	0,52	0,997	Псевдопластична
ПВС/АльгНа + 0,5% ГК (низька Мм)	7,8256	0,50	0,996	Псевдопластична
ПВС/АльгНа + 1,0% ГК (низька Мм)	8,5123	0,47	0,995	Псевдопластична
ПВС/АльгНа + 0,5% ГК (середня Мм)	10,3289	0,46	0,997	Псевдопластична
ПВС/АльгНа + 1,0% ГК (середня Мм)	11,2415	0,43	0,996	Псевдопластична
ПВС/АльгНа + 0,5% ГК (висока Мм)	13,2341	0,41	0,997	Псевдопластична
ПВС/АльгНа + 1,0% ГК (висока Мм)	14,8012	0,38	0,998	Псевдопластична

ІЧ-аналіз гідрогелевих плівок. Для підтвердження включення лідокаїну до полімерної матриці проводили порівняльний ІЧ-аналіз (спектрофотометр Perkin Elmer Spectrum 1000, Perkin Elmer, США) чистих компонентів та плівок з АФІ (рис. 1). У спектрах гідрогелевих плівок, що містять лідокаїн, з'являється смуга поглинання в області 3400 см^{-1} , віднесена до валентних коливань N–H аміногрупи молекули лідокаїну. Інтенсивність смуги при 1725 см^{-1} (валентні коливання C=O амідної групи) у плівках з анестетиком зростає, що вказує на участь цієї групи у взаємодії з полімерною матрицею. Зростання інтенсивності смуги в області 1300 см^{-1} (валентні коливання C–O) є додатковим свідченням включення лідокаїну до структури гідрогелю. Відсутність у спектрі нових смуг поглинання свідчить про те, що включення АФІ відбувається без утворення нових ковалентних зв'язків. Представлені спектри свідчать про утримання лідокаїну в полімерній матриці за рахунок водневих зв'язків та іон-дипольних взаємодій, що є важливим чинником збереження фармакологічної активності АФІ після його вивільнення. [4, 10].

Кінетика вивільнення лідокаїну гідрохлориду. Оцінку кінетики вивільнення лідокаїну гідрохлориду проводили спектрофотометрично (спектрофотометр OPTIZEN POP UV VIS, «Mecasys», Республіка Корея) у фосфатному буферному розчині рН 7,4 при температурі $37 \text{ }^\circ\text{C}$. Профіль вивільнення з базової системи ПВС/АльгНа (50/50) при різних концентраціях лідокаїну наведено на рис. 2.

Для системи з 5% лідокаїну встановлено, що вже за 30 хв вивільняється понад 50% АФІ, а за 90 хв – понад 80%, що відповідає критеріям Фармакопеї США для форм які швидко вивільнюються ($Q > 80\%$ за 60 хв або аналогічний критерій). Профіль характеризується вираженим різким початковим виходом АФІ з поверхні гідрогелю з подальшим переходом до дифузійно-контрольованого вивільнення. Збільшення концентрації лідокаїну з 5 до 15% уповільнює вивільнення: за 30 хв з гелів, що містять 15% АФІ, вивільняється лише $\sim 41\%$, за 90 хв – $\sim 59\%$. Це пояснюється збільшенням питомого навантаження на матрицю, при вищих

концентраціях частина молекул лідокаїну формує кристалічні включення, для дифузії яких необхідне попереднє розчинення, що гальмує загальну кінетику вивільнення [5].

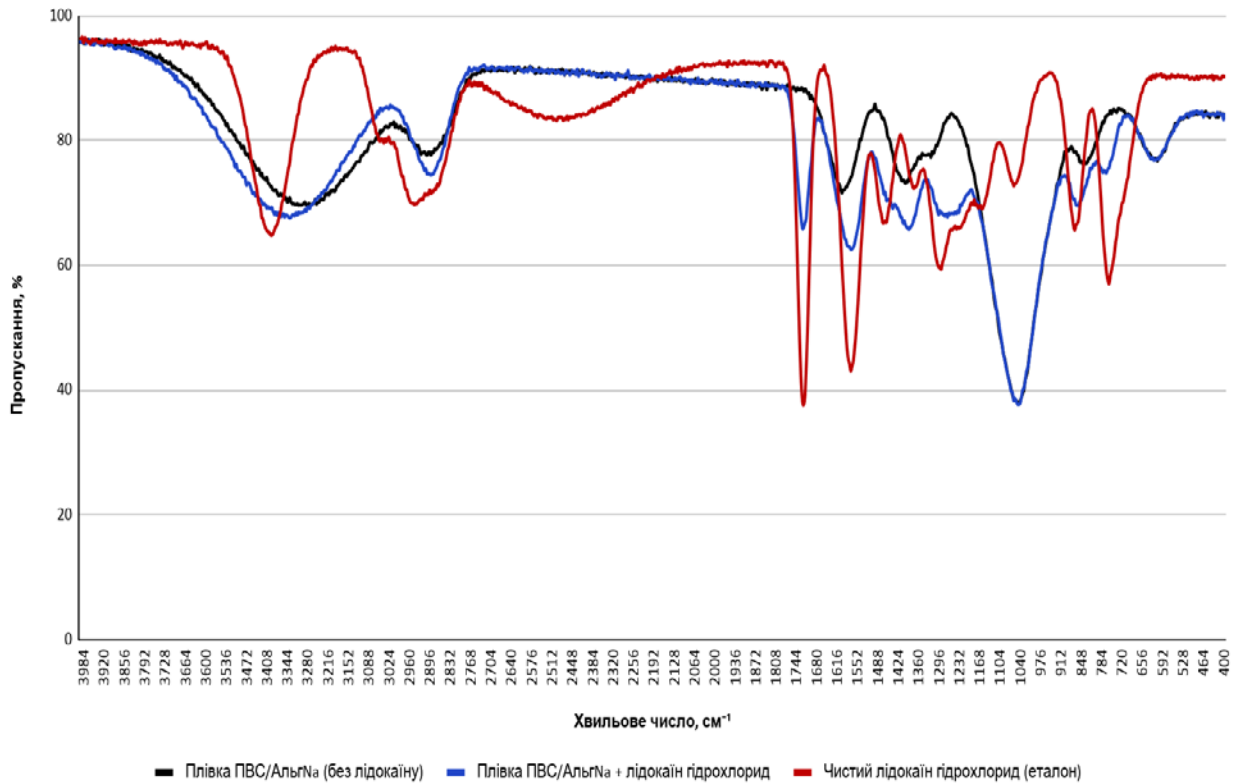


Рис. 1. ІЧ-спектри лідокаїну гідрохлориду та гідрогелевих плівок ПВС/АльгНа без та з лідокаїном

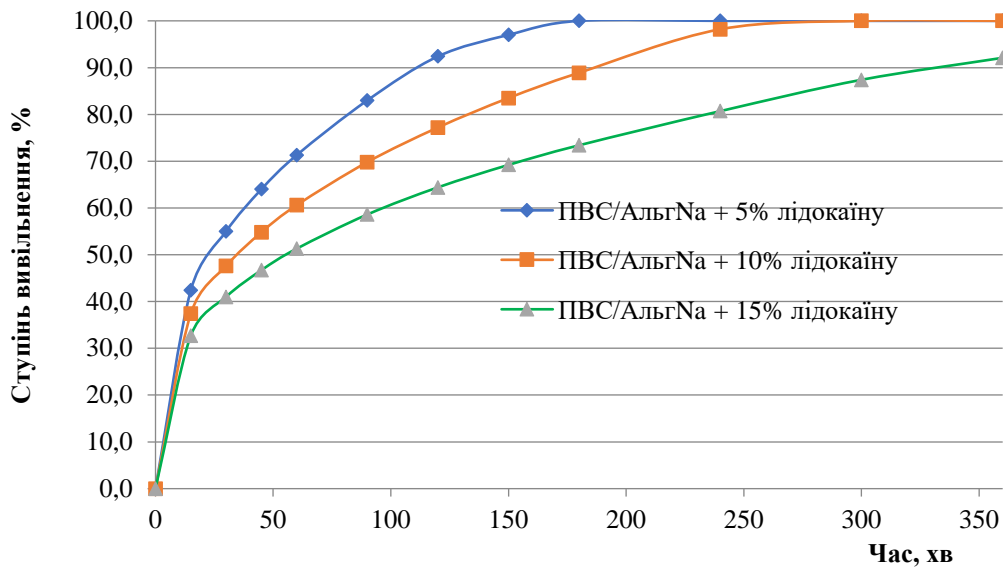


Рис. 2. Кінетика вивільнення лідокаїну з гідрогелевих матеріалів ПВС/АльгНа (50/50) з різним вмістом АФІ у фосфатному буферному розчині (рН 7,4, 37 °С)

Числові значення ступеня вивільнення у ключових часових точках для трьох досліджуваних концентрацій наведено у табл. 3.

Таблиця 3

Ступінь вивільнення лідокаїну гідрохлориду з гідрогелів ПВС/АльгНа (50/50)

	15 хв	30 хв	60 хв	90 хв	120 хв	240 хв
ПВС/АльгНа + 5% лідокаїну	42,4	55,0	71,3	83,0	92,4	100,0
ПВС/АльгНа + 10% лідокаїну	37,4	47,6	60,6	69,8	77,2	98,2
ПВС/АльгНа + 15% лідокаїну	32,7	41,0	51,3	58,6	64,4	80,7

Вплив молекулярної маси та концентрації ГК на профіль вивільнення. Включення ГК та варіювання її молекулярної маси (Мм) суттєво впливає на кінетику вивільнення (рис. 3). Альгінат натрію (АльгНа) за рахунок утворення більш щільної іонно-зшитой полімерної сітки при взаємодії з іонами кальцію (Ca^{2+}) сприяє зменшенню розміру пор гідрогелю та уповільнює дифузію лідокаїну гідрохлориду з гідрогелівого матеріалу. Система з ПВС/АльгНа та ГК низької Мм досягає повного вивільнення за ~6 год, тоді як система з ГК високої Мм – лише за ~16 год. Додавання до системи 1,0% ГК високої Мм прискорює вивільнення порівняно з чистою системою (~13 год), оскільки ГК підвищує ступінь набухання гідрогелю та осмотичний тиск сітки, полегшуючи транспорт молекул АФІ крізь гель [9].

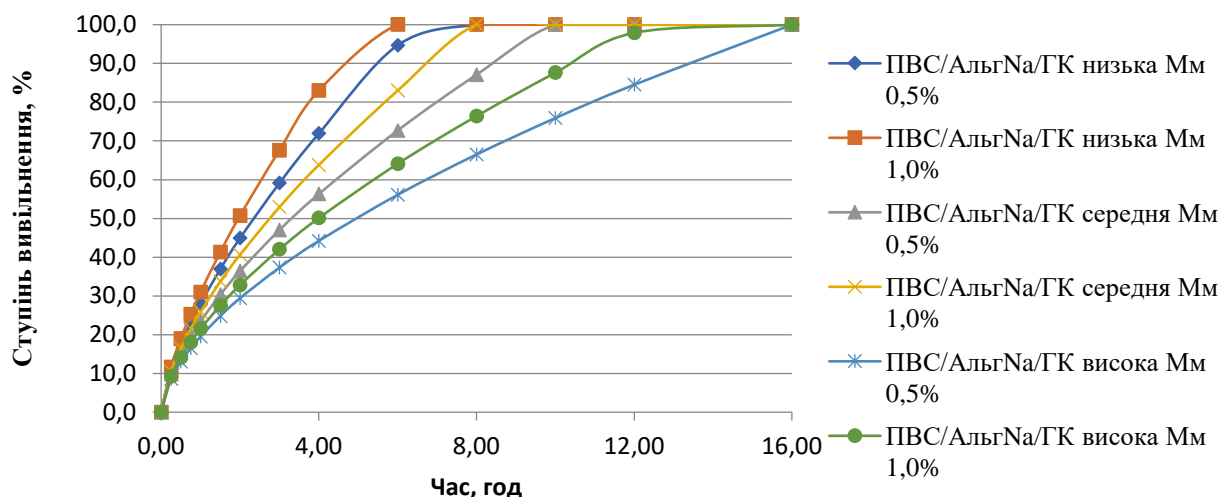


Рис. 3. Кінетичні криві вивільнення лідокаїну гідрохлориду з гідрогелів ПВС/АльгНа додаванням 0,5 та 1,0 % гіалуронової кислоти з різними молекулярними масами

Математичне моделювання кінетики вивільнення. Для встановлення механізму вивільнення лідокаїну застосовували модель Korsmeyer–Peppas:

$$M_t/M_\infty = K \cdot t^n,$$

де M_t/M_∞ – частка вивільненого АФІ в момент часу t ; K – кінетична константа вивільнення (год^{-n}); n – показник вивільнення, що відображає механізм транспорту, при $n \leq 0,5$ – фіктивська дифузія, $0,5 < n < 1,0$ – аномальна дифузія (поєднання дифузії та ерозії матриці), $n = 1,0$ – кінетика нульового порядку [11-13].

Результати апроксимації наведено у табл. 4. Для всіх систем встановлено n у діапазоні 0,59–0,71, що відповідає аномальній дифузії. Це свідчить про те, що вивільнення лідокаїну відбувається одночасно за двома механізмами – дифузією крізь полімерну сітку та частковою набрякально-ерозійною релаксацією матриці. Вищий показник n для систем з ГК низької Мм вказує на виражений внесок ерозії – оскільки нещільніша сітка деградує швидше, забезпечуючи додаткові шляхи для транспорту лідокаїну.

У табл. 4 наведено також час досягнення 50% (t_{50}) та 100% (t_{100}) вивільнення АФІ, розраховані з апроксимованих кінетичних кривих.

Таблиця 4

Параметри моделі Korsmeyer–Peppas для систем ПВС/АльгНа/ГК + лідокаїн (10%)

Зразок	Концентрація ГК, %	K, год ⁻ⁿ	N	R ²	t ₅₀ , год	t ₁₀₀ , год	Механізм
ПВС/АльгНа + 0,5% (низька Мм)	0,5	0,280	0,68	0,996	2,35	6,50	Аномальна дифузія
ПВС/АльгНа + 1% ГК (низька Мм)	1,0	0,310	0,71	0,995	1,96	5,20	Аномальна дифузія
ПВС/АльгНа + 0,5 % (середня Мм)	0,5	0,235	0,63	0,997	3,31	9,96	Аномальна дифузія
ПВС/АльгНа + 1% ГК (середня Мм)	1,0	0,259	0,65	0,997	2,75	7,99	Аномальна дифузія
ПВС/АльгНа + 0,5 % (висока Мм)	0,5	0,195	0,59	0,998	4,93	15,97	Аномальна дифузія
ПВС/АльгНа + 1% ГК (висока Мм)	1,0	0,215	0,61	0,998	3,99	12,43	Аномальна дифузія

Базова матриця – ПВС/АльгНа 50/50; при $n > 0,5$ та $< 1,0$ – аномальна дифузія.

Коефіцієнт детермінації $R^2 > 0,995$ для всіх систем підтверджує адекватність моделі Korsmeyer–Peppas. Час досягнення 50% вивільнення (t_{50}) зростає від 1,96 год (низька Мм) до 4,93 год (АльгНа висока Мм), тоді як додавання 1% ГК до системи з високої Мм скорочує t_{50} до 3,99 год – підтверджуючи можливість тонкого регулювання профілю вивільнення шляхом варіювання концентрації ГК.

Висновки. Розроблено та досліджено гідрогелеві матеріали на основі полімерної системи ПВС/АльгНа/ГК як носія лідокаїну гідрохлориду. Отримано такі основні результати:

1. Усі досліджені системи мають псевдопластичну природу ($n = 0,38–0,52$ за моделлю Оствальда–де-Ваале). Підвищення молекулярної маси та концентрації ГК закономірно збільшує коефіцієнт консистенції K від 7,21 до 14,80 Па·с, що відображає зростання в'язкості системи та щільності полімерної сітки.

2. ІЧ-аналіз підтвердив включення лідокаїну до матриці гідрогелю без утворення нових ковалентних зв'язків. Спектральна картина узгоджується з утриманням АФІ за рахунок водневих зв'язків та іон-дипольних взаємодій, що забезпечує збереження фармакологічної активності лідокаїну після вивільнення.

3. Для базової системи АН/ПВС 50/50 з 5% лідокаїну досягнуто $>50\%$ вивільнення за 30 хв і $>80\%$ за 90 хв. Збільшення концентрації АФІ до 15% уповільнює вивільнення ($\sim 41\%$ за 30 хв, $\sim 59\%$ за 90 хв) внаслідок кристалізації частини лідокаїну у матриці.

4. Кінетика вивільнення з систем ПВС/АльгНа/ГК підпорядковується моделі Korsmeyer–Peppas ($R^2 > 0,995$) з $n = 0,61–0,72$, що відповідає аномальній дифузії – поєднанню дифузійного транспорту крізь сітку та часткової ерозійно-релаксаційної складової. Час t_{50} варіює від 1,96 (ГК низька Мм) до 4,93 год (ГК висока Мм) та скорочується до 3,99 год при додаванні 1% ГК.

5. Варіювання молекулярної маси та концентрації ГК забезпечує керований профіль вивільнення лідокаїну у діапазоні 5–16 год, що відкриває перспективи створення пов'язок для знеболення з пролонгованою дією та трансдермальних пластирів нового покоління.

Перспективами подальших досліджень є – проведення повноцінних *in vitro* мікробіологічних досліджень з оцінкою антимікробної активності; дослідження набухання та

деградації у фізіологічному розчині з кількісним визначенням ступеня набухання; оцінка цитотоксичності матеріалів; масштабування технологій для промислового виробництва.

References

1. Baran, G. R., Kiani, M. F., & Samuel, S. P. (2013). Clever strategies for controlled drug release and targeted drug delivery. In *Healthcare and biomedical technology in the 21st century* (pp. 323–342). Springer. https://doi.org/10.1007/978-1-4614-8541-4_10.
2. Hoffman, A. S. (2012). Hydrogels for biomedical applications. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 64(Suppl.), 18–23. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.addr.2012.09.010>.
3. Wichterle, O., & Lim, D. (1960). Hydrophilic gels for biological use. *Nature*, 185, 117–118. DOI: <https://doi.org/10.1038/185117a0>.
4. Ignatova, M., Paneva, D., Kyuchuk, S., Manolova, N., Rashkov, I., Mourdjeva, M., & Markova, N. (2025). Multifunctional Electrospun Materials from Poly(Vinyl Alcohol)/Chitosan and Polylactide Incorporating Rosmarinic Acid and Lidocaine with Antioxidant and Antimicrobial Properties. *Polymers*, 17(19), 2657. DOI: <https://doi.org/10.3390/polym17192657>.
5. Chen, Y., Cao, Y., Cui, P., & Lu, S. (2025). Mussel-Inspired Hydrogel Applied to Wound Healing: A Review and Future Prospects. *Biomimetics*, 10(4), 206. DOI: <https://doi.org/10.3390/biomimetics10040206>.
6. Paradossi, G., Cavalieri, F., Chiessi, E., Spagnoli, C., & Cowman, M. K. (2003). Poly(vinyl alcohol) as versatile biomaterial for potential biomedical applications. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 14, 687–691. DOI: <https://doi.org/10.1023/A:1024907615244>.
7. Lee, K. Y., & Mooney, D. J. (2012). Alginate: Properties and biomedical applications. *Progress in Polymer Science*, 37(1), 106–126. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2011.06.003>.
8. Fallacara, A., Baldini, E., Manfredini, S., & Vertuani, S. (2018). Hyaluronic acid in the third millennium. *Polymers*, 10(7), 701. DOI: <https://doi.org/10.3390/polym10070701>.
9. Ishchenko, O. V., & Okhrimenko, I. V. (2025). Doslidzhennia vplyvu molekuliarnoi masy hialuronovoi kysloty na strukturni ta funktsionalni vlastyvyosti materialu [Study of the influence of hyaluronic acid molecular weight on the structural and functional properties of the material]. *Bulletin of Kherson National Technical University*, (3(94),1), 116–122. DOI: <https://doi.org/10.35546/kntu2078-4481.2025.3.1.14> [in Ukrainian].
10. Kobryń, J., Raszewski, B., Zięba, T., & Musiał, W. (2023). Modified Potato Starch as a Potential

Література

1. Baran G. R., Kiani M. F., Samuel S. P. Clever Strategies for Controlled Drug Release and Targeted Drug Delivery. *Healthcare and Biomedical Technology in the 21st Century*. New York, NY: Springer, 2013. P. 323–342. DOI: https://doi.org/10.1007/978-1-4614-8541-4_10.
2. Hoffman A. S. Hydrogels for biomedical applications. *Advanced Drug Delivery Reviews*. 2012. Vol. 64. P. 18–23. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.addr.2012.09.010>.
3. Wichterle O., Lim D. Hydrophilic gels for biological use. *Nature*. 1960. Vol. 185. P. 117–118. DOI: <https://doi.org/10.1038/185117a0>.
4. Ignatova M., Paneva D., Kyuchuk S., Manolova N., Rashkov I., Mourdjeva M., Markova N. Multifunctional Electrospun Materials from Poly(Vinyl Alcohol)/Chitosan and Polylactide Incorporating Rosmarinic Acid and Lidocaine with Antioxidant and Antimicrobial Properties. *Polymers*. 2025. Vol. 17, No. 19. Art. 2657 DOI: <https://doi.org/10.3390/polym17192657>.
5. Chen Y., Cao Y., Cui P., Lu S. Mussel-Inspired Hydrogel Applied to Wound Healing: A Review and Future Prospects. *Biomimetics*. 2025. Vol. 10, No. 4. Art. 206. DOI: <https://doi.org/10.3390/biomimetics10040206>.
6. Paradossi G., Cavalieri F., Chiessi E., Spagnoli C., Cowman M. K. Poly(vinyl alcohol) as versatile biomaterial for potential biomedical applications. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*. 2003. Vol. 14. P. 687–691. DOI: <https://doi.org/10.1023/A:1024907615244>.
7. Lee K. Y., Mooney D. J. Alginate: properties and biomedical applications. *Progress in Polymer Science*. 2012. Vol. 37, No. 1. P. 106–126. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2011.06.003>.
8. Fallacara A., Baldini E., Manfredini S., Vertuani S. Hyaluronic acid in the third millennium. *Polymers*. 2018. Vol. 10, No. 7. Art. 701. DOI: <https://doi.org/10.3390/polym10070701>.
9. Іщенко О. В., Охріменко І. В. Дослідження впливу молекулярної маси гіалуронової кислоти на структурні та функціональні властивості матеріалу. *Вісник Херсонського національного технічного університету*. 2025. № 3 (94), Ч. 1. С. 116–122. DOI: <https://doi.org/10.35546/kntu2078-4481.2025.3.1.14>.
10. Kobryń J., Raszewski B., Zięba T., Musiał W. Modified Potato Starch as a Potential Retardant for

- Retardant for Prolonged Release of Lidocaine Hydrochloride from Methylcellulose Hydrophilic Gel. *Pharmaceutics*, 15(2), 387. DOI: <https://doi.org/10.3390/pharmaceutics15020387>.
11. Wójcik-Pastuszka, D. et al. (2023). Influence of HA on release process of anionic and cationic API incorporated into hydrophilic gel. *International Journal of Molecular Sciences*, 24(6), 5606. DOI: <https://doi.org/10.3390/ijms24065606>.
12. Korsmeyer, R. W., Gurny, R., Doelker, E., Buri, P., & Peppas, N. A. (1983). Mechanisms of solute release from porous hydrophilic polymers. *International Journal of Pharmaceutics*, 15(1), 25–35. DOI: [https://doi.org/10.1016/0378-5173\(83\)90064-9](https://doi.org/10.1016/0378-5173(83)90064-9).
13. Peppas, N. A., & Sahlin, J. J. (1989). A simple equation for the description of solute release. III. Coupling of diffusion and relaxation. *International Journal of Pharmaceutics*, 57(2), 169–172. DOI: [https://doi.org/10.1016/0378-5173\(89\)90306-2](https://doi.org/10.1016/0378-5173(89)90306-2).
- Prolonged Release of Lidocaine Hydrochloride from Methylcellulose Hydrophilic Gel. *Pharmaceutics*. 2023. Vol. 15, No. 2. Art. 387. <https://doi.org/10.3390/pharmaceutics15020387>.
11. Wójcik-Pastuszka D. et al. Influence of HA on Release Process of Anionic and Cationic API Incorporated into Hydrophilic Gel. *International Journal of Molecular Sciences*. 2023. Vol. 24(6). Art. 5606.
12. Korsmeyer R. W., Gurny R., Doelker E., Buri P., Peppas N. A. Mechanisms of solute release from porous hydrophilic polymers. *International Journal of Pharmaceutics*. 1983. Vol. 15, No. 1. P. 25–35. DOI: [https://doi.org/10.1016/0378-5173\(83\)90064-9](https://doi.org/10.1016/0378-5173(83)90064-9).
13. Peppas N. A., Sahlin J. J. A simple equation for the description of solute release. III. Coupling of diffusion and relaxation. *International Journal of Pharmaceutics*. 1989. Vol. 57, No. 2. P. 169–172. DOI: [https://doi.org/10.1016/0378-5173\(89\)90306-2](https://doi.org/10.1016/0378-5173(89)90306-2).

ISHCHENKO OLENA

Doctor of Technical Sciences, Professor,
Professor of the Department of Industrial Pharmacy,
Kyiv National University of Technologies
and Design, Ukraine
Leading Researcher, Department of Physical-Organic
Chemistry of Functional Substances and Materials
L. M. Litvinenko Institute of Physical-Organic
Chemistry and Coal Chemistry NAS of Ukraine, Kyiv, Ukraine
<https://orcid.org/0000-0002-9510-6005>
Scopus Author ID: 57200013816
E-mail: ishhenko.ov@knuud.edu.ua

KUCHYNSKA DARIA

PhD, Senior Researcher,
Department of Industrial Pharmacy,
Kyiv National University of Technologies
and Design, Ukraine
<https://orcid.org/0009-0007-5928-6639>
Scopus Author ID: 59897040200
E-mail: kuchynska.da@knuud.edu.ua

OKHRIMENKO IGOR

Postgraduate Student, Department of Chemical
Technologies and Resource Saving,
Kyiv National University of Technologies
and Design, Ukraine
<https://orcid.org/0009-0002-4338-8917>
E-mail: okhrimenko.iv@knuud.edu.ua

SUMSKA OLHA

Candidate of Technical Sciences, Associate Professor,
Professor of the V.P. Kovalenko Department of
Veterinary Medicine, Hygiene and Animal Breeding,
Kherson State Agrarian and Economic
University, Ukraine
<https://orcid.org/0000-0003-1606-6103>
Scopus Author ID: 57204470556
E-mail: sumska_o@ksaeu.kherson.ua

Olena ISHCHENKO^{1,2}, Daria KUCHYNSKA¹, Igor OKHRIMENKO¹, Olha SUMSKA³

¹ Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine

² L. M. Litvinenko Institute of Physical-Organic Chemistry
and Coal Chemistry NAS of Ukraine, Kyiv, Ukraine

³ Kherson State Agrarian and Economic University, Ukraine

**KINETICS OF LIDOCAINE HYDROCHLORIDE RELEASE FROM HYDROGEL
MATERIALS BASED ON POLYVINYL ALCOHOL, SODIUM ALGINATE,
AND HYALURONIC ACID**

Purpose. To develop and investigate hydrogel materials based on polyvinyl alcohol, sodium alginate, and hyaluronic acid of different molecular weights as carriers for lidocaine hydrochloride in local and transdermal anesthesia systems, as well as to determine the mechanisms and kinetic parameters of active pharmaceutical ingredient release depending on the composition of the polymer matrix.

Methodology. Hydrogel materials were prepared by ionotropic gelation through the interaction of alginate anionic groups (COO^-) with Ca^{2+} ions. Rheological properties were studied using a Brookfield DV-III rotational rheometer, and the experimental data were fitted using the Ostwald–de Waele model. The release kinetics of lidocaine hydrochloride were evaluated spectrophotometrically (OPTIZEN POP UV VIS spectrophotometer, Mecasys, Republic of Korea) in phosphate buffer solution (pH 7.4) at 37 °C. Mathematical modeling of lidocaine hydrochloride release kinetics was performed using the Korsmeyer–Peppas model.

Findings. The pseudoplastic behavior of all investigated systems was established (flow behavior index $n = 0.38\text{--}0.52$). An increase in both the concentration and molecular weight of hyaluronic acid led to a rise in viscosity (K increased from 7.21 to 14.80 Pa·s). Analysis of release kinetics using the Korsmeyer–Peppas model confirmed an anomalous diffusion mechanism for all systems ($n = 0.61\text{--}0.72$). For the polyvinyl alcohol/sodium alginate system at a 50/50 ratio containing 5% lidocaine, more than 50% of the active ingredient was released within 30 min, and over 80% within 90 min. Increasing the molecular weight and concentration of hyaluronic acid enabled regulation of the release profile within the range of 5–16 h.

Originality. For the first time, quantitative relationships between the molecular weight and concentration (0.5 and 1.0%) of hyaluronic acid and the parameters of the Korsmeyer–Peppas model (K and n) were established for hydrogel materials based on polyvinyl alcohol, sodium alginate, and hyaluronic acid containing lidocaine. It was demonstrated that the incorporation of hyaluronic acid into the polymer matrix provides a transition from rapid drug release to a prolonged release profile and modulates the transport mechanism toward anomalous diffusion.

Practical value. The developed hydrogel materials are promising for application as wound dressings for pain relief and wound healing, transdermal patches, and ophthalmic gels. Adjustment of the composition allows targeted control of the lidocaine release profile, ranging from rapid action (5% lidocaine and 1% low-molecular-weight hyaluronic acid) to prolonged anesthesia (15% lidocaine and 1% high-molecular-weight hyaluronic acid).

Keywords: hydrogel; lidocaine; polyvinyl alcohol; sodium alginate; hyaluronic acid; release kinetics; molecular weight; Korsmeyer–Peppas model.

<https://doi.org/10.30857/2786-5371.2026.3.8>

Received: 05.05.2026
Revised: 22.05.2026
Accepted: 29.05.2026
Published: 29.05.2026

Кирило АРТЕМЕНКО¹, Вікторія ПЛАВАН¹,
Світлана САЙТАРЛИ²

¹Київський національний університет технологій та дизайну, Україна

²Національний університет «Одеська політехніка», Україна

УДК 678.7:519.8

**МАТЕМАТИЧНЕ ОБҐРУНТУВАННЯ СКЛАДУ
НАПОВНЕНИХ ПОЛІПРОПІЛЕНОВИХ КОМПОЗИЦІЙ
ДЛЯ ВИГОТОВЛЕННЯ ДЕТАЛЕЙ АВТОМОБІЛІВ
З ВИКОРИСТАННЯМ RSM–GRA АНАЛІЗУ**

Мета. Метою роботи є встановлення можливості застосування методології поєднання поверхні відгуку (Response Surface Methodology, RSM) та сірого реляційного аналізу (Grey Relational Analysis, GRA) для математичного обґрунтування складу наповнених поліпропіленових композицій для виготовлення деталей автомобілів, які можуть бути відібрані для подальшої експериментальної перевірки з урахуванням різних інженерних пріоритетів.

Методика. Математичне моделювання виконано ретроспективно на основі експериментальних даних, отриманих у попередніх дослідженнях авторів. Як незалежні фактори використано вміст концентрату кальциту та вміст поліолефінового еластомеру. Як залежні відгуки розглянуті межа міцності при розтягуванні, показник течії розплаву та ударна в'язкість. На основі експериментального масиву методом найменших квадратів побудовано регресійні моделі другого порядку. На основі побудованих RSM-моделей сформовано серію розрахункових варіантів складу полімерних композицій, для яких виконано GRA-ранжування за різними сценаріями.

Результати. Побудовані RSM-моделі дозволили кількісно описати вплив вмісту концентрату кальциту та поліолефінового еластомеру на міцність, ПТР і ударну в'язкість композицій. Використання GRA дало змогу перевести різнорозмірні відгуки до єдиної безрозмірної шкали й порівняти однаковий набір розрахункових варіантів складу за різних вагових сценаріїв. GRA виконано за різними сценаріями відповідно до інженерних пріоритетів. Отримано структурований ранжований перелік конкурентних варіантів складу полімерних композицій, що дає можливість відбирати рецептури із збалансованими властивостями.

Наукова новизна. Запропоновано схему поєднання методів RSM та GRA для багатокритеріального аналізу складу наповнених поліпропіленових композицій на основі ретроспективного масиву експериментальних даних.

Практична значимість. Запропонований підхід може бути використаний для попереднього відбору складів наповнених поліпропіленових композицій для виготовлення деталей автомобілів без проведення додаткових експериментів. Сценарне GRA-ранжування дає можливість скоротити кількість складів полімерних композицій, що потребують перевірки, та оцінити компроміс між межею міцності при розтягуванні, ПТР та ударною в'язкістю.

Ключові слова: багатокритеріальна оптимізація; ранжування; поліпропілен; концентрат кальциту; карбонат кальцію; поліолефіновий еластомер; RSM; GRA; ударна в'язкість; ПТР.

Вступ. Композиційні матеріали на основі поліпропілену широко застосовуються в автомобільній промисловості завдяки поєднанню низької щільності, хімічної стійкості, технологічності переробки та порівняно низької собівартості [1]. Оскільки поліпропілен (ПП) вважається найлегшим термопластиком завдяки низькій щільності, 0,9 г/мл, більшість пластикових деталей в нових автомобілях виготовлено саме з ПП, оскільки автомобільні виробники прагнуть зменшити загальну вагу своїх автомобілів, щоб заощадити на витратах на паливо для покупців [2].

Для автомобільних деталей, зокрема бамперних систем, важливим є не один окремих показник, а баланс між різними експлуатаційними характеристиками матеріалу. Відомо [3], що покращений баланс ударної в'язкості та модуля пружності можливий шляхом змішування ПП з різними еластомерами, такими як етилен-пропіленовий співполімер, стирол-бутадієновий блок-співполімер (SBS), етилен-пропілен-дієновий терполімер (EPDM) чи

ізопрен-стирольний блок-співполімер (ISR-A). Однак, ПП та більшість інших чисто синтетичних полімерів мають досить низьку стійкість до високих температур і часто нижчу міцність, ніж потрібно для довговічних промислових застосувань. Існує кілька методів покращення властивостей ПП з використанням різного роду наповнювачів [4–7]. Відомі результати [8] про застосування тальку, як наповнювача для виготовлення полімерного композиту, який можна використовувати в автомобільній галузі.

У попередніх дослідженнях авторів встановлено, що введення поліолефінового еластомеру в поєднанні з концентратом кальциту дозволяє регулювати міцність, ударну в'язкість, морозостійкість і текучість розплаву композицій, причому для досліджуваного наповнювача спостерігається нетиповий вплив на реологічну поведінку, пов'язаний з особливостями поверхневої обробки частинок наповнювача [9].

Традиційний емпіричний підхід до підбору рецептур не дозволяє повноцінно врахувати нелінійність впливу факторів та взаємодію між ними і вимагає безлічі складних трудомістких експериментів [10]. Для формалізації залежностей між факторами та властивостями композицій доцільно застосовувати методологію поверхні відгуку (Response Surface Methodology, RSM), яка дозволяє перейти від дискретних експериментальних точок до безперервної математичної моделі факторного простору [11]. Проте сама по собі RSM не розв'язує задачу вибору рецептури за наявності кількох суперечливих критеріїв. Для ранжування результатів використовується сірий реляційний аналіз Grey Relational Analysis, GRA [12].

Постановка завдання. Метою роботи є встановлення можливості застосування методології поєднання поверхні відгуку (Response Surface Methodology, RSM) та сірого реляційного аналізу (Grey Relational Analysis, GRA) для математичного обґрунтування складу наповнених поліпропіленових композицій для виготовлення деталей автомобілів, які можуть бути відібрані для подальшої експериментальної перевірки з урахуванням різних інженерних пріоритетів.

Матеріали та методи дослідження. Математичне моделювання виконано ретроспективно на основі попередніх експериментальних даних авторів щодо поліпропіленових композицій, наповнених концентратом кальциту та модифікованих поліолефіновим еластомером. Як полімерну матрицю використовували поліпропілен марки ПП 21030, як мінеральний наповнювач – концентрат кальциту марки 1ТК (ТОВ «Техноком», Україна) з розміром частинок 2,5 мкм (max 20 мкм – 1,5%), а як еластомерний модифікатор – поліолефіновий еластомер «Vistamaxx 6202» («ExxonMobil», США). Для дослідження відібрано ті показники, для яких наявний систематизований масив експериментальних даних у координатах вмісту концентрату кальциту та поліолефінового еластомеру.

Межу міцності при розтягуванні визначали на зразках, одержаних методом лиття під тиском, з використанням розривної машини Р-50 за ДСТУ EN ISO 527-1:2017. Випробування проводили за температури 23 ± 2 °С і відносної вологості 50 ± 5 % зі швидкістю деформування 50 мм/хв. Показник течії розплаву визначали за ДСТУ EN ISO 1133-1 «Пластмаси. Визначення масової та об'ємної швидкості течії розплаву термoplastів (MFR та MVR). Частина 1. Стандартний метод» на приладі «ПРТ-АМ» як масу полімеру, що проходить крізь стандартний капіляр діаметром 2,06 мм за 10 хв, за температури 230 °С і навантаження 2,16 кг. Ударну в'язкість зразків без надрізу визначали за ДСТУ EN ISO 179-2:2017 на маятниковому копрі.

Які незалежні фактори розглядали:

1. X_1 – вміст концентрату кальциту, % мас.;
2. X_2 – вміст поліолефінового еластомеру «Vistamaxx 6202», % мас.

Які залежні відгуки використовували:

1. Y_1 – межа міцності при розтягуванні, МПа;
2. Y_2 – показник течії розплаву (ПТР), г/10 хв;

3. Y_3 – ударна в'язкість, кДж/м²;

Для апроксимації експериментальних даних використано метод найменших квадратів у матричній формі. Для показників міцності при розтягуванні та ПТР застосовано повну квадратичну модель другого порядку, яка описується рівнянням (1):

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_{11} X_1^2 + \beta_{22} X_2^2 + \beta_{12} X_1 X_2. \quad (1)$$

Для ударної в'язкості побудовано неповну квадратичну модель, яка описується рівнянням (2):

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_{11} X_1^2 + \beta_{12} X_1 X_2. \quad (2)$$

Виключення члена X_2^2 у (2) є методично обґрунтованим. У вихідному масиві даних для ударної в'язкості фактор X_2 набуває лише двох значень: 0 та 5% мас. У такому випадку стовпець X_2^2 містить лише значення 0 та 25 і є строго пропорційним стовпцю X_2 . Це створює мультиколінеарність, тобто лінійну залежність стовпців інформаційної матриці. За включення X_2^2 визначник матриці нормальних рівнянь дорівнював би нулю, а метод найменших квадратів не міг би коректно знайти обернену матрицю. Тому для Y_3 використано редуковані квадратичні моделі без члена X_2^2 .

Для оцінювання якості регресійних моделей використовувались коефіцієнт детермінації R^2 , скоригований коефіцієнт детермінації R_{adj}^2 для оцінювання пояснювальної здатності моделей з урахуванням кількості предикторів, стандартна похибка оцінки, а також F-критерій Фішера. Статистична значущість регресій оцінювалась шляхом порівняння розрахованого значення F_{exp} з критичним значенням F_{crit} за рівня значущості $\alpha = 0,05$.

Результати досліджень. На основі отриманих RSM-моделей сформовано серію розрахункових варіантів складу композицій $(X_1, X_2)_k$ із кроком 5% мас. за обома факторами. Для X_1 використано діапазон 0–50% мас., для X_2 – діапазон 0–30% мас.

Для ударної в'язкості значення за X_2 більше 5% мас. є екстрапольованими оцінками, оскільки вихідні експериментальні дані для Y_3 містили лише два рівні еластомерного модифікатора. Тому рецептури з високим вмістом еластомеру, які з'являються у верхніх позиціях GRA-ранжування, не слід трактувати як експериментально доведені оптимуми. Їх треба розглядати як кандидати для подальшої експериментальної перевірки.

Для багатокритеріального ранжування варіантів складу композицій застосовано GRA. Кожний із варіантів складу композицій відповідав певній парі значень факторів $(X_1, X_2)_k$. У межах цієї роботи вищі значення межі міцності при розтягуванні та ударної в'язкості розглядалися як бажані з погляду механічних властивостей матеріалу. Для показника течії розплаву Y_2 вищі значення інтерпретували як ознаку кращої текучості та потенційно полегшеної переробки. Тому для всіх критеріїв використано нормалізацію типу «чим більше, тим краще», що описується формулою (3):

$$Y_{ik}^* = \frac{Y_{ik} - \min Y_i}{\max Y_i - \min Y_i}, \quad (3)$$

де Y_{ik}^* – нормалізоване значення i -го відгуку, k -го варіанта складу композиції X_1 та X_2 .

Після нормалізації всі критерії переводилися у безрозмірний інтервал $[0; 1]$, де значення 1 відповідало найкращому значенню відповідного відгуку в межах розрахункової сітки. Еталонне значення для кожного критерію після нормалізації прийнято рівним 1.

Відхилення нормалізованого значення від еталонного визначається за формулою (4):

$$\Delta_{ik} = |1 - Y_{ik}^*|, \quad (4)$$

де Δ_{ik} – відхилення i -го відгуку, k -го варіанта складу композиції від еталонного значення.

Сірий реляційний коефіцієнт розраховували за формулою (5):

$$GRC_{ik} = \frac{0.5}{(1-Y_{ik}^*)+0.5}, \quad (5)$$

де GRC_{ik} – сірий реляційний коефіцієнт i -го відгуку, k -го варіанта складу композиції.

Значення 0,5 відповідає розрізняльському коефіцієнту GRA. Оскільки еталонне нормалізоване значення для кожного критерію дорівнює 1, величина $(1 - Y_{ik}^*)$ характеризує відхилення відповідного варіанта складу композиції від найкращого значення за цим критерієм.

Інтегральна оцінка GRG_k для кожного варіанта складу композиції визначали за формулою (6), як зважену суму сірих реляційних коефіцієнтів:

$$GRG_k = \sum_i w_i GRC_{ik}, \quad (6)$$

де w_i – ваговий коефіцієнт i -го відгуку. Найвищі значення GRG_k відповідали варіантам складу композицій із найкращим інтегральним поєднанням властивостей у межах заданого вагового сценарію.

GRA виконано за трьома критеріями для системи відгуків Y_1, Y_2, Y_3 . Такий підхід дозволяє порівняти однаковий набір розрахункових варіантів складу композиції за різних вагових сценаріїв і визначити, як зміна інженерних пріоритетів впливає на порядок ранжування рецептур.

Для кожного варіанта розрахунку застосовано чотири сценарії вагових коефіцієнтів відповідно до інженерних пріоритетів (табл. 1).

Таблиця 1

Сценарії вагових коефіцієнтів

Сценарій	Ваги $Y_1; Y_2; Y_3$	Інженерний зміст
А	[0.2; 0.2; 0.6]	Пріоритет ударної в'язкості
Б	[0.33; 0.33; 0.33]	Рівнозначний баланс критеріїв
В	[0.3; 0.4; 0.3]	Пріоритет технологічності переробки через ПТР
Г	[0.6; 0.1; 0.3]	Пріоритет межі міцності при розтягуванні

На основі наявних експериментальних даних отримано рівняння регресії (7), (8), (9).
Для межі міцності при розтягуванні:

$$Y_1 = 29.1868 - 0.0694 * X_1 - 0.4811 * X_2 - 0.0009 * X_1^2 + 0.0028 * X_2^2 - 0.000018 * X_1 * X_2. \quad (7)$$

Для показника течії розплаву:

$$Y_2 = 3.7260 + 0.0380 * X_1 - 0.0058 * X_2 - 0.00067 * X_1^2 + 0.00029 * X_2^2 - 0.0020 * X_1 * X_2. \quad (8)$$

Для ударної в'язкості:

$$Y_3 = 59.466 - 0.285 * X_1 + 1.467 * X_2 - 0.0009 * X_1^2 - 0.0198 * X_1 * X_2. \quad (9)$$

Результати обчислення отриманих моделей на основі повного набору варіантів складів композиції графічно представлені у вигляді контурних карт на рис. 1 і в табл. 2.

Отримані значення F_{exp} перевищують відповідні F_{crit} , що свідчить про статистичну значущість регресійних моделей на рівні $\alpha = 0,05$. Водночас модель ПТР має лише помірну пояснювальну здатність ($R^2 = 0.708$, $R^2_{adj} = 0.623$), тому її результати слід інтерпретувати обережно, особливо за межами густо представленої експериментальної області.

Модель міцності при розтягуванні показує загальну тенденцію до зниження Y_1 зі збільшенням вмісту еластомерного модифікатора. Це узгоджується з очікуваним впливом

м'якої еластомерної фази, яка підвищує здатність матеріалу до розсіювання енергії, але може знижувати статичну міцність поліпропіленового каркасу.

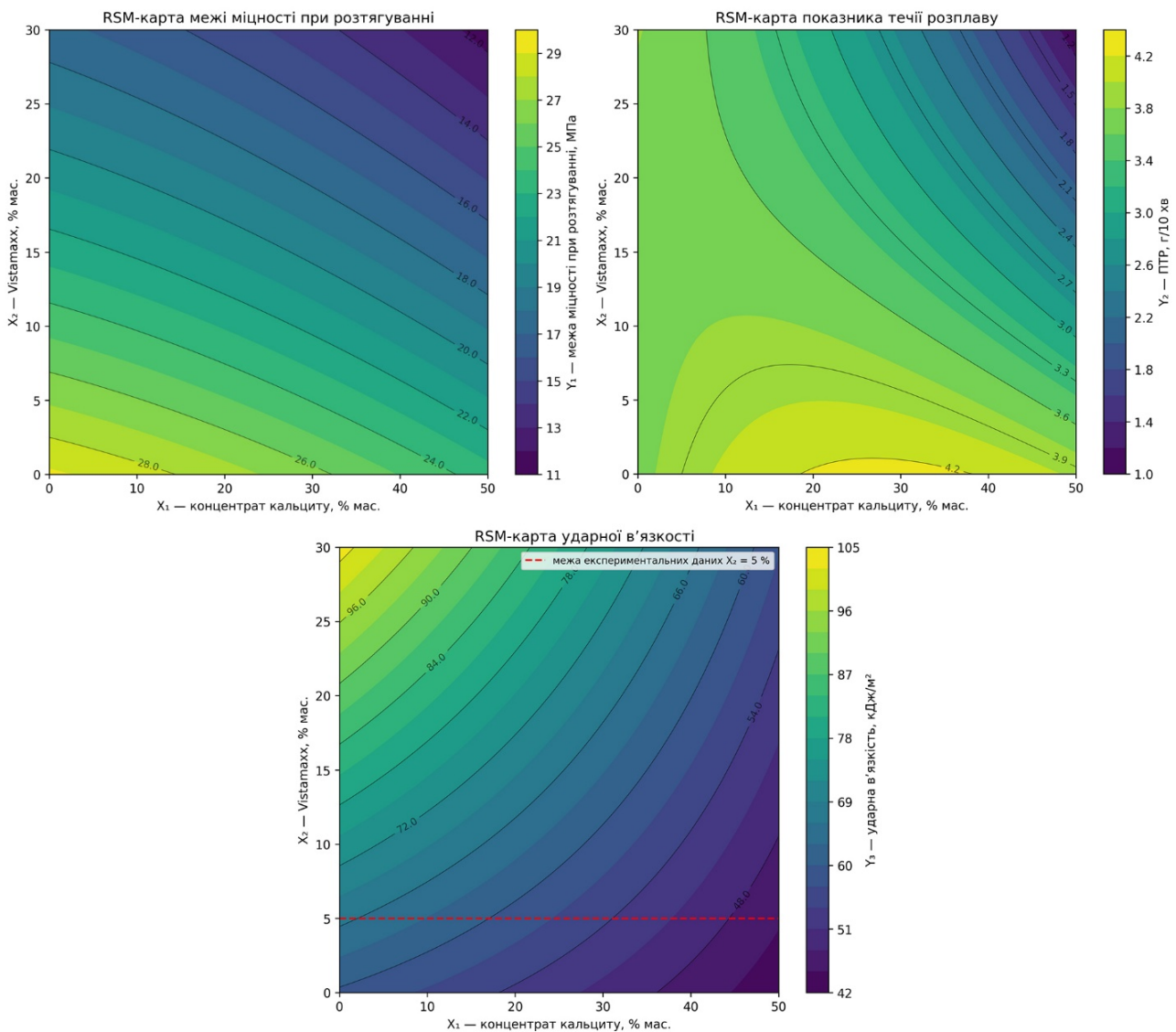


Рис.1. Суміщені контурні карти поверхонь відгуків Y_1, Y_2, Y_3

Таблиця 2

Статистичні характеристики отриманих моделей

Відгук	Тип моделі	R ²	R ² adj	RMSE	F _{exp}	F _{crit}
Y_1 , міцність	повна квадратична	0.861	0.830	3.045	27.33	2.66
Y_2 , ПТР	повна квадратична	0.708	0.623	0.793	8.26	2.81
Y_3 , ударна в'язкість	неповна квадратична	0.914	0.876	2.719	23.93	3.63

Модель ПТР відображає нетипову поведінку досліджуваної системи. Позитивний лінійний коефіцієнт при X_1 свідчить про те, що збільшення вмісту концентрату кальциту у певному діапазоні може супроводжуватися підвищенням текучості розплаву. Це узгоджується з інтерпретацією щодо впливу стеаринового шару на поверхні частинок CaCO_3 [13]. Водночас від'ємний коефіцієнт при X_1^2 вказує на наявність нелінійного обмеження цього ефекту, а

від'ємний коефіцієнт при взаємодії $X_1 * X_2$ свідчить про погіршення текучості при одночасному підвищенні вмісту наповнювача та еластомеру.

У моделях ударної в'язкості позитивний коефіцієнт при X_2 відображає внесок еластомерного модифікатора у зростання здатності матеріалу поглинати енергію удару. Має місце важливе обмеження: вихідні дані ударної в'язкості містять лише два рівні еластомеру (0 та 5% мас.). Тому прогнозування для $X_2 > 5\% \text{ мас.}$ є екстраполяцією і потребує експериментальної перевірки.

У сценарії А найбільшу вагу має ударна в'язкість ($w = 0.6$). Тому у верхні позиції потрапляють рецептури з високим розрахунковим вмістом еластомеру (табл. 3).

Таблиця 3

Результати ранжування варіантів складу композиції для сценарію А

Ранг	X_1 , % мас.	X_2 , % мас.	Y_1 , МПа	Y_2 , г/10 хв	Y_3 , кДж/м ²	GRG
1	0	30	17.2738	3.8130	103.4760	0.841501
2	5	30	16.9016	3.6863	99.0585	0.754503
3	0	25	18.9093	3.7623	96.1410	0.727954
4	10	30	16.4844	3.5260	94.5960	0.683135
5	5	25	18.5376	3.6855	92.2185	0.675211

Результати $X_2 = 30\% \text{ мас.}$ не трактується як оптимальний вміст еластомеру. Оскільки модель ударної в'язкості екстраполюється за межі експериментального інтервалу $X_2 [0;5]\% \text{ мас.}$ Рецептури з $X_2 = 25\text{--}30\% \text{ мас.}$ є передусім кандидатами для подальшої експериментальної перевірки. Водночас сама поява таких складів у верхній частині рейтингу наочно показує, що за пріоритету ударної в'язкості модельна система очікувано зміщується в еластомер-збагачену область.

У сценарії Б усі три критерії мають однакову вагу. Це дозволяє оцінити, які рецептури є конкурентними без явно заданого пріоритету на одну властивість (табл. 4).

Таблиця 4

Результати ранжування варіантів складу композиції для сценарію Б

Ранг	X_1 , % мас.	X_2 , % мас.	Y_1 , МПа	Y_2 , г/10 хв	Y_3 , кДж/м ²	GRG
1	0	30	17.2738	3.8130	103.4760	0.728476
2	15	0	27.9433	4.1453	54.9885	0.723601
3	10	0	28.4028	4.0390	56.5260	0.722159
4	20	0	27.4388	4.2180	53.4060	0.720806
5	5	0	28.8173	3.8993	58.0185	0.717875

Рівнозначний сценарій показує, що система має не один безумовний оптимум, а групу близьких за GRG варіантів складу композиції. Частина з них належить до області без мінерального наповнювача, а частина – до області помірному вмісту концентрату кальциту без еластомеру. Це демонструє, що в умовах конкурентних властивостей GRA вимагає чіткої постановки задачі і відповідного розподілення вагових коефіцієнтів та не може бути інтерпретований як універсальна рецептура для всіх умов експлуатації.

У сценарії В найбільшу вагу має ПТР ($w = 0.4$), тому рейтинг очікувано зміщується до рецептур із підвищеною текучістю розплаву (табл. 5).

Сценарій В демонструє, що за підвищеної ваги ПТР рейтинг зміщується до композицій із помірним вмістом концентрату кальциту та без поліолефінового еластомеру. Перші три позиції займають варіанти $X_1 = 15\text{--}25\% \text{ мас.}$, $X_2 = 0\% \text{ мас.}$, а склад $X_1 = 10\% \text{ мас.}$, $X_2 = 0\% \text{ мас.}$ залишається близьким конкурентом. Це дозволяє розглядати область $X_1 = 10\text{--}25\% \text{ мас.}$, $X_2 = 0\% \text{ мас.}$ як основну зону технологічно привабливих рецептур за даного вагового сценарію.

Таблиця 5

Результати ранжування варіантів складу композиції для сценарію В

Ранг	X ₁ , % мас.	X ₂ , % мас.	Y ₁ , МПа	Y ₂ , г/10 хв	Y ₃ , кДж/м ²	GRG
1	20	0	27.4388	4.2180	53.4060	0.752563
2	15	0	27.9433	4.1453	54.9885	0.751014
3	25	0	26.8893	4.2573	51.7785	0.747391
4	10	0	28.4028	4.0390	56.5260	0.744311
5	0	30	17.2738	3.8130	103.4760	0.740433

Водночас рецептура X₁ = 0% мас., X₂ = 30% мас. потрапляє до топ-5 не завдяки максимальному ПТР, а через високу прогнозу ударну в'язкість, отриману в зоні екстраполяції за вмістом еластомеру. Тому її доцільно розглядати не як частину основної технологічної зони, а як окремий кандидат для експериментальної перевірки. Загалом сценарій В добре демонструє перевагу GRA: метод не зводить аналіз до одного формального максимуму, а показує групу близьких за інтегральним рангом варіантів складу композиції, серед яких можна здійснювати подальший експертний відбір.

У сценарії Г (табл. 6) найбільшу вагу має межа міцності при розтягуванні (w = 0.4). Верхні позиції закономірно займають склади без еластомеру, оскільки еластомерна фаза знижує межу міцності при розтягуванні. Водночас перші позиції також містять склади з невеликим або помірним вмістом концентрату кальциту, що може бути важливим для подальшого врахування вартості виробу, стабільності розмірів або екологічних показників.

Таблиця 6

Результати ранжування варіантів складу композиції для сценарію Г

Ранг	X ₁ , % мас.	X ₂ , % мас.	Y ₁ , МПа	Y ₂ , г/10 хв	Y ₃ , кДж/м ²	GRG
1	0	0	29.1868	3.7260	59.4660	0.797235
2	5	0	28.8173	3.8993	58.0185	0.777376
3	10	0	28.4028	4.0390	56.5260	0.756438
4	15	0	27.9433	4.1453	54.9885	0.734397
5	20	0	27.4388	4.2180	53.4060	0.711133

Узагальнення результатів GRA показує, що рейтинг рецептур істотно залежить від постановки інженерної задачі та вибору вагових коефіцієнтів. Зміна пріоритетів зміщує область перспективних складів: за пріоритету ударної в'язкості система тяжіє до еластомер-збагачених рецептур, за пріоритету ПТР – до композицій з помірним вмістом концентрату кальциту, а за пріоритету міцності – до складів з мінімальним вмістом модифікатора.

Поява у верхній частині рейтингу складів без мінерального наповнювача не суперечить попереднім експериментальним результатам авторів, у яких практично доцільна область наповнених композицій була пов'язана з помірним вмістом концентрату кальциту та введенням поліолефінового еластомеру. У цьому дослідженні GRA враховує лише механічні та реологічні критерії, але не враховує вартість, екологічність або обмеження на мінімальний вміст наповнювача. Тому склади з X₁ = 0% слід розглядати не як спростування доцільності наповнення, а як наслідок обраної математичної постановки задачі.

Практична цінність GRA полягає не у визначенні одного остаточного оптимуму, а у формуванні групи близьких за інтегральним рангом рецептурних кандидатів. Це дозволяє поєднати формальний розрахунок із подальшим експертним відбором: відкидати екстраполяційні або технологічно недоцільні склади, виділяти реалістичні рецептурні зони та планувати наступні експериментальні перевірки.

У подальших дослідженнях доцільно розширити GRA-модель за рахунок додаткових критеріїв, зокрема собівартості, екологічності та мінімально допустимого вмісту концентрату кальциту.

Висновки. У роботі доведено можливість поєднання методів RSM та GRA для ретроспективного аналізу експериментальних даних щодо системи «поліпропілен – концентрат кальциту – поліолефіновий еластомер». Побудовані RSM-моделі дозволили кількісно описати вплив вмісту концентрату кальциту та поліолефінового еластомеру на міцність, ПТР і ударну в'язкість композицій. Використання GRA дало змогу перевести різнорозмірні відгуки до єдиної безрозмірної шкали й порівняти однаковий набір розрахункових варіантів складу за різних вагових сценаріїв. Основним результатом є не стільки визначення єдиного оптимального складу, скільки формування набору параметрів для подальшої експериментальної перевірки.

RSM виявився корисним для кількісного опису нелінійних залежностей між складом і властивостями композицій, а GRA – для порівняння варіантів складу за кількома суперечливими критеріями. Водночас результати GRA суттєво залежать від вагових коефіцієнтів, способу нормалізації та складу критеріїв.

Отримані результати узгоджуються з попередніми експериментальними висновками авторів щодо вмісту концентрату кальциту і поліолефінового еластомеру у складі композиції, але також показують обмеженість оптимізації лише за механічними та реологічними критеріями. Подальші дослідження доцільно спрямувати на експериментальну перевірку відібраних рецептурних діапазонів, розширення масиву даних за рівнями X_2 та включення до GRA додаткових критеріїв: собівартості, екологічності, мінімально допустимого вмісту наповнювача та стабільності лінійних розмірів виробів.

References

Література

1. Hossain, M. T., Shahid, M. A., Mahmud, N., Habib, A., Rana, M. M., Khan, S. A., & Hossain, M. D. (2024). Research and application of polypropylene: a review. *Discover Nano*, 19(1), 2. DOI: <https://doi.org/10.1186/s11671-023-03952-z>.
2. Karian, H. G. (2005). *Handbook of Polypropylene and Polypropylene Composites* (2nd ed., p. 76). New York: Marcel Dekker. URL: https://api.pageplace.de/preview/DT0400.9780203911808_A23567367/preview-9780203911808_A23567367.pdf.
3. Maddah, H. A. (2016). Polypropylene as a promising plastic: a review. *American Journal of Polymer Science*, 6(1), 1–11. DOI: <https://doi.org/10.5923/j.ajps.20160601.01>.
4. Shirvanimoghaddam, K., Balaji, K. V., Yadav, R. et al. (2021). Balancing the toughness and strength in polypropylene composites. *Composites Part B: Engineering*, 223, 109121. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2021.109121>.
5. Singh, M. K., Tewari, R., Zafar, S. et al. (2023). A comprehensive review of various factors for application feasibility of natural fiber-reinforced polymer composite. *Results in Materials*, 17, 100355. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.rinma.2022.100355>.
6. Mohan, K. A., Dimple, A. N., Ashokavel, S. et al. (2022). Numerical investigation of mechanical properties of hybrid fiber reinforced polymer composites. *Materials Today: Proceedings*, 52, 2255–
1. Hossain M. T., Shahid M. A., Mahmud N., Habib A., Rana M. M., Khan S. A., Hossain M. D. Research and application of polypropylene: a review. *Discover Nano*. 2024. Vol. 19, No. 1. Article 2. DOI: <https://doi.org/10.1186/s11671-023-03952-z>.
2. Karian H. G. *Handbook of Polypropylene and Polypropylene Composites*. 2nd ed. New York: Marcel Dekker, 2005. P. 76. URL: https://api.pageplace.de/preview/DT0400.9780203911808_A23567367/preview-9780203911808_A23567367.pdf.
3. Maddah H. A. Polypropylene as a promising plastic: a review. *American Journal of Polymer Science*. 2016. Vol. 6, No. 1. P. 1–11. DOI: <https://doi.org/10.5923/j.ajps.20160601.01>.
4. Shirvanimoghaddam K., Balaji K. V., Yadav R. et al. Balancing the toughness and strength in polypropylene composites. *Composites Part B: Engineering*. 2021. Vol. 223. Article 109121. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2021.109121>.
5. Singh M. K., Tewari R., Zafar S. et al. A comprehensive review of various factors for application feasibility of natural fiber-reinforced polymer composite. *Results in Materials*. 2023. Vol. 17. Article 100355. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.rinma.2022.100355>.
6. Mohan K. A., Dimple A. N., Ashokavel S. et al. Numerical investigation of mechanical properties of hybrid fiber reinforced polymer composites. *Materials Today: Proceedings*. 2022. Vol. 52.

2263. DOI: P. 2255–2263. DOI:
<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.08.096>.
<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.08.096>.
7. Yu, T., Zhang, Z., Song, S. et al. (2019). Tensile and flexural behaviors of additively manufactured continuous carbon fiber-reinforced polymer composites. *Composite Structures*, 225, 111147. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2019.111147>.
7. Yu T., Zhang Z., Song S. et al. Tensile and flexural behaviors of additively manufactured continuous carbon fiber-reinforced polymer composites. *Composite Structures*. 2019. Vol. 225. Article 111147. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2019.111147>.
8. Timsina, S. (2019). Investigation into mechanical properties to use recycled polypropylene/talc composites for car bumper application. *Technical Journal*, 1(1), 54–64. DOI: <https://doi.org/10.3126/tj.v1i1.27592>.
8. Timsina S. Investigation into mechanical properties to use recycled Polypropylene/Talc composites for car bumper application. *Technical Journal*. 2019. Vol. 1, No. 1. P. 54–64. DOI: <https://doi.org/10.3126/tj.v1i1.27592>.
9. Saitarly, S. V. (2019). Rozrobka napovnenykh polimernykh kompozytsii z polipsheny my vlastyvo stiyamy na osnovi polipropilenu i olihobutadiieniv [Development of filled polymer compositions with improved properties based on polypropylene and oligobutadienes: extended abstract of Candidate's thesis in Technical Sciences, 05.17.06 – Technology of polymer and composite materials]. Kyiv: Kyiv National University of Technologies and Design [in Ukrainian].
9. Сайтарли С. В. Розробка наповнених полімерних композицій з поліпшеними властивостями на основі поліпропілену і олігобутадиєнів: автореф. дис. ... канд. техн. наук: 05.17.06 – технологія полімерних і композиційних матеріалів. Київ: Київський національний університет технологій та дизайну, 2019.
10. Vasnetsov, V., & Vasnetsov, C. (2023). Optimization techniques for multi-component materials. *Journal of Modern Polymer Chemistry and Materials*, 2, 2. DOI: <https://doi.org/10.53964/jmpcm.2023002>.
10. Vasnetsov V., Vasnetsov C. Optimization techniques for multi-component materials. *Journal of Modern Polymer Chemistry and Materials*. 2023. Vol. 2. Article 2. DOI: <https://doi.org/10.53964/jmpcm.2023002>.
11. Bezerra, M. A., Santelli, R. E., Oliveira, E. P., Villar, L. S., & Escalera, L. A. (2008). Response surface methodology (RSM) as a tool for optimization in analytical chemistry. *Talanta*, 76, 965–977. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2008.05.019>.
11. Bezerra M. A., Santelli R. E., Oliveira E. P., Villar L. S., Escalera L. A. Response surface methodology (RSM) as a tool for optimization in analytical chemistry. *Talanta*. 2008. Vol. 76. P. 965–977. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2008.05.019>.
12. Deng, J. (1989). Introduction to Grey System Theory. *The Journal of Grey System*, 1(1), 1–24.
12. Deng J. Introduction to Grey System Theory. *The Journal of Grey System*. 1989. Vol. 1, No. 1. P. 1–24.
13. Dziubenko, L. S., Saitarly, S. V., Sapianenko, O. O., Horbyk, P. P., Plavan, V. P., & Budash, Yu. O. (2019). Vplyv vysokodispersnoho kaltsytu na reolohiiu, strukturu ta termostiikist kompozytiv na osnovi polipropilenu [Influence of highly dispersed calcite on rheology, structure and thermal stability of polypropylene-based composites]. *Surface*, 11(26), 403–413. DOI: <https://doi.org/10.15407/Surface.2019.11.403>.
13. Дзюбенко Л. С., Сайтарли С. В., Сап'яненко О. О., Горбик П. П., Плаван В. П., Будащ Ю. О. Вплив високодисперсного кальциту на реологію, структуру та термостійкість композитів на основі поліпропілену. *Поверхня*. 2019. № 11 (26). С. 403–413. DOI: <https://doi.org/10.15407/Surface.2019.11.403>.

ARTEMENKO KYRYLO

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

<https://orcid.org/0009-0001-2714-0068>

E-mail: artemenko.kv@knutd.edu.ua

PLAVAN VIKTORIYA

Doctor of Sci., 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
e-mail: plavan.vp@knutd.edu.ua

SAITARLY SVITLANA
PhD, Associate Professor,
Department of Chemical Technologies,
Odessa National Polytechnic University, Ukraine
<http://orcid.org/0000-0002-1344-444X>
E-mail: svetlanasaitarly@gmail.com

Kyrylo ARTEMENKO¹, Viktoriia PLAVAN¹, Svitlana SAITARLY²

¹ Kyiv National University of Technologies and Design, Ukraine

² Odessa National Polytechnic University, Ukraine

MATHEMATICAL JUSTIFICATION OF FILLED POLYPROPYLENE COMPOSITE FORMULATIONS FOR AUTOMOTIVE PART MANUFACTURING USING RSM–GRA ANALYSIS

Purpose. The purpose of the study is to assess the applicability of a combined response surface methodology (RSM) and grey relational analysis (GRA) approach to the selection of filled polypropylene composite formulations for automotive part manufacturing, which can be selected for further experimental verification with regard to different engineering priorities.

Methodology. The mathematical modelling was performed retrospectively using experimental data obtained in previous studies by the authors. The contents of calcite concentrate and polyolefin elastomer were used as independent variables. Tensile strength, melt flow index and impact strength were selected as the responses. Second-order regression models were developed based on the experimental dataset using the least squares method. Based on the obtained RSM models a series of calculated composition variants of polymer composites was generated and GRA ranking was performed for these variants under different scenarios.

Findings. The use of GRA enabled responses with different dimensions to be transformed into a single dimensionless scale and allowed the same set of calculated composition variants to be compared under different weighting scenarios. GRA was performed under different scenarios corresponding to engineering priorities. As a result, a structured ranked list of competitive composition variants of polymer composites was obtained, which makes it possible to select formulations with balanced properties.

Originality. A scheme combining RSM and GRA methods for multi-criteria analysis of the composition of filled polypropylene composites based on a retrospective experimental dataset is proposed.

Practical value. The proposed approach can be used for the preliminary selection of filled polypropylene composite formulations for automotive part manufacturing prior to additional experimental verification. Scenario-based GRA ranking helps reduce the number of compositions requiring verification and supports the evaluation of compromise between tensile strength, melt flow index and impact strength.

Keywords: multi-criteria optimization; ranking; polypropylene; calcite concentrate; calcium carbonate; polyolefin elastomer; RSM; GRA; impact strength; melt flow index.

ТЕХНОЛОГІЇ ТА ІНЖИНІРИНГ

Комп'ютерний набір та макетування	КРИВОНОС Олена
Технічний редактор	ПЛАВАН Вікторія
Відповідальний за поліграфічне виконання	ОВЕЧКІНА Лілія

Підп. до друку 29.05.2026. Формат 60×84 1/8.
Ум. друк. арк. 10,68. Облік. вид. арк. 8,36. Наклад 100 пр. Зам. ____.

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 ПП від 19.04.2021р.

Журнал зареєстровано як суб'єкт у сфері друкованих медіа – ідентифікатор R30-05423
(Рішення Національної Ради від 08.08.2024 р. №2520).

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	PLAVAN Viktoriia
Responsible for printing	OVECHKINA Liliia

Printing proof 29.05.2026. Format 60×84 1/8.
Conditional sheet 10.68. Calculated sheet 8.36. Circulation 100 copies. Order N ____.

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

Certificate КВ №24822–14762 ПП від 19.04.2021 р.

Print media identifier R30-05423, 08.08.2024.

Certificate ДК № 993, 24.07.2002.