



ИЗСЛЕДВАНЕ НА МЕТОДИ И ПОДХОДИ, И РАЗРАБОТВАНЕ НА СТРАТЕГИЯ ЗА ИМОБИЛИЗИРАНЕ НА ПРИРОДНИ ВЕЩЕСТВА С ФИТОХИМИЧЕН ПРОИЗХОД ВЪРХУ БИОПОЛИМЕРИ

ПРОЕКТ 2018-RU-08

Тема на проекта: "ИЗСЛЕДВАНЕ НА МЕТОДИ И ПОДХОДИ, И РАЗРАБОТВАНЕ НА СТРАТЕГИЯ ЗА ИМОБИЛИЗИРАНЕ НА ПРИРОДНИ ВЕЩЕСТВА С ФИТОХИМИЧЕН ПРОИЗХОД ВЪРХУ БИОПОЛИМЕРИ"

Ръководител: гл. ас. д-р Станислав Георгиев Байрямов
Работен колеги: доц. д-р инж. Димитър Иванов Зафиров, доц. д-р инж. Тая Петкова Грозева, доц. д-р инж. Мария Пламенова Николова, доц. д-р Христо Петров Новаков, гл. ас. д-р Васил Петров Кочев, гл. ас. д-р Божана Яворова Стойчева, Светлин Светославов Маринов, Мирослав Маринов Миланов.

Адрес: 7017 Русе, ул. "Студентска" 8, Русенски университет "Ангел Кънчев"
Тел.: 082 - 888 459
E-mail: sbayryamov@uni-ruse.bg

Цел на проекта: Проучване на постиженията за имобилизиране на природни продукти с фитохимичен произход върху биополимери, като на тази база ще се създадат нови стратегии за усъвършенстване на съществуващите технологии и евентуално разработване на нови подходи за имобилизирането, както и необходимата техническа осигуреност за прилагане на стратегиите.

Основни задачи:

- Контент анализ на постиженията за имобилизиране на природни продукти с фитохимичен произход върху биополимери;
- Избор на стратегия, подкрепена с подходящ метод за имобилизиране на веществото с фитохимичен произход върху биополимер;
- Избор на конкретен метод (протокол) за микро/нанокапсулиране на природното вещество върху конкретен биополимер;
- Литературен анализ и теоретично изследване относно избора на оптимна техническа установка за осъществяване на имобилизационни процедури с вещества с фитохимичен произход върху биополимери

Основни резултати:

- Направен е изчерпателен контент анализ по отношение имобилизирането на веществата с природен произход върху биополимери.
- Въз основа на литературния анализ е избрана конкретна стратегия за имобилизиране на веществата.
- Направен е изчерпателен контент анализ върху методите за микрокапсулиране, въз основа на който са подбрани подходящите методи и подходи.
- Осъществен е синтез на микрокапсули с включени природни вещества, използвайки различни методи, етични и екологично чисти суровини и материали.
- Проучено е влиянието на условията по време на хомогенизационния процес (скорост на разбъркване, температура, време и количество емулсификатор SDS), върху качеството на получените чрез *in situ* полимеризация карбамид-формалдехидни микрокапсули, пълни с розово масло.
- Направен е изчерпателен литературен анализ, както и теоретично изследване относно избора на оптимна техническа установка за осъществяване на имобилизационни процедури на веществата с фитохимичен произход върху биополимери.

АНОТАЦИЯ

Огром проблем в съвременната текстилна индустрия се явява неспособността на дадено активно вещество, намиращо се върху текстилното изделие, да запази своето действие за продължителен период от време. От една страна, то лесно би могло да бъде премахнато в резултат на изпиране, а от друга, с течение на времето да бъде намален или изгубен неговият ефект, вследствие на подлагане при неблагоприятни условия. В тази връзка химията и текстилната промишленост се опитват да намерят решение на въпроса, старейки се да приложат различни възможни подходи и методи.

Единият подход включва директно имобилизиране на веществото върху биополимерното влакно на физичен, физикохимичен и химичен принцип. Другият подход е свързан с предварителното микрокапсулиране на веществото, като то също бива физично, физикохимично и химично.

С цел – запазване действието на веществото за продължително време се използва процесът на микрокапсулиране. Поради своята екологична чистота, както и поради стремежа на екипа да се насочи към технологиите на "зелената химия", използваната стратегия е свързана предимно с физикохимичните методи за микрокапсулиране. Материалът, изграждащ микрокапсулите е изцяло от природни източници, като това би позволило тяхната биоразградимост във времето. За разлика от химичните полимери, използвани при физичните и химичните методи и характеризирани се с вредното влияние върху околната среда и здравето на организмите, природните вещества, изграждащи стената на капсулата са екологично приемливи.

В тази връзка проектът е насочен към прилагането на три основни стратегии, свързани с имобилизирането на природното вещество върху нишковиден биополимер: 1) директно имобилизиране, т.е. функционализиране на влакното (дължащо се на химични връзки); 2) индиректно имобилизиране - чрез предварително микрокапсулиране, използвайки физикохимичните методи за получаване на микрокапсулите (коацервация, сол-гел, метод на самостявяване и йонно желиране), както и химичните методи на *in situ* полимеризация, използвайки екологично чисти прекурсори; 3) стратегия, основаваща се на комбинирането на директното и индиректното имобилизиране с използването на споменатите варианти при първите две стратегии. Именно последната стратегия се явява новост и би придала оригиналност на научните изследвания, тъй като при нея освен предимствата, свързани с използването на лесно приложими и сравнително евтини, безвредни за здравето, както и бързи методи и протоколи, изцяло природни суровини, като основна заслуга може да бъде изтъкната минималната загуба на материал и едновременно с това осъществяване на по-голяма устойчивост на имобилизираното върху биополимерното влакно природно вещество.

PROJECT 2018-RU-08

Project title: STUDY OF METHODS AND APPROACHES, AND THE DEVELOPMENT OF A STRATEGY FOR IMMOBILIZATION OF NATURAL SUBSTANCES OF PHYTOCHEMICAL ORIGIN ON BIOPOLYMERS

Project director: assistant professor Stanislav Georgiev Bayryamov, PhD
Project team: assoc. prof. eng. Dimitar Ivanov Zafirov, PhD; assoc. prof. eng. Tanya Petkova Grozeva, PhD; assoc. prof. eng. Maria Plamenova Nikolova, PhD; assoc. prof. Hristo Petrov Novakov, PhD; assist. prof. Vasil Petrov Kochev, PhD; assist. prof. Bozhana Yavorova Stoycheva, PhD; Svetlin Svetoslavov Marinov, PhD student; Miroslav Marinov Milanov, student

Address: University of Ruse, 8 Studentska str., 7017 Ruse, Bulgaria
Phone: +359 82 - 888 459
E-mail: sbayryamov@uni-ruse.bg

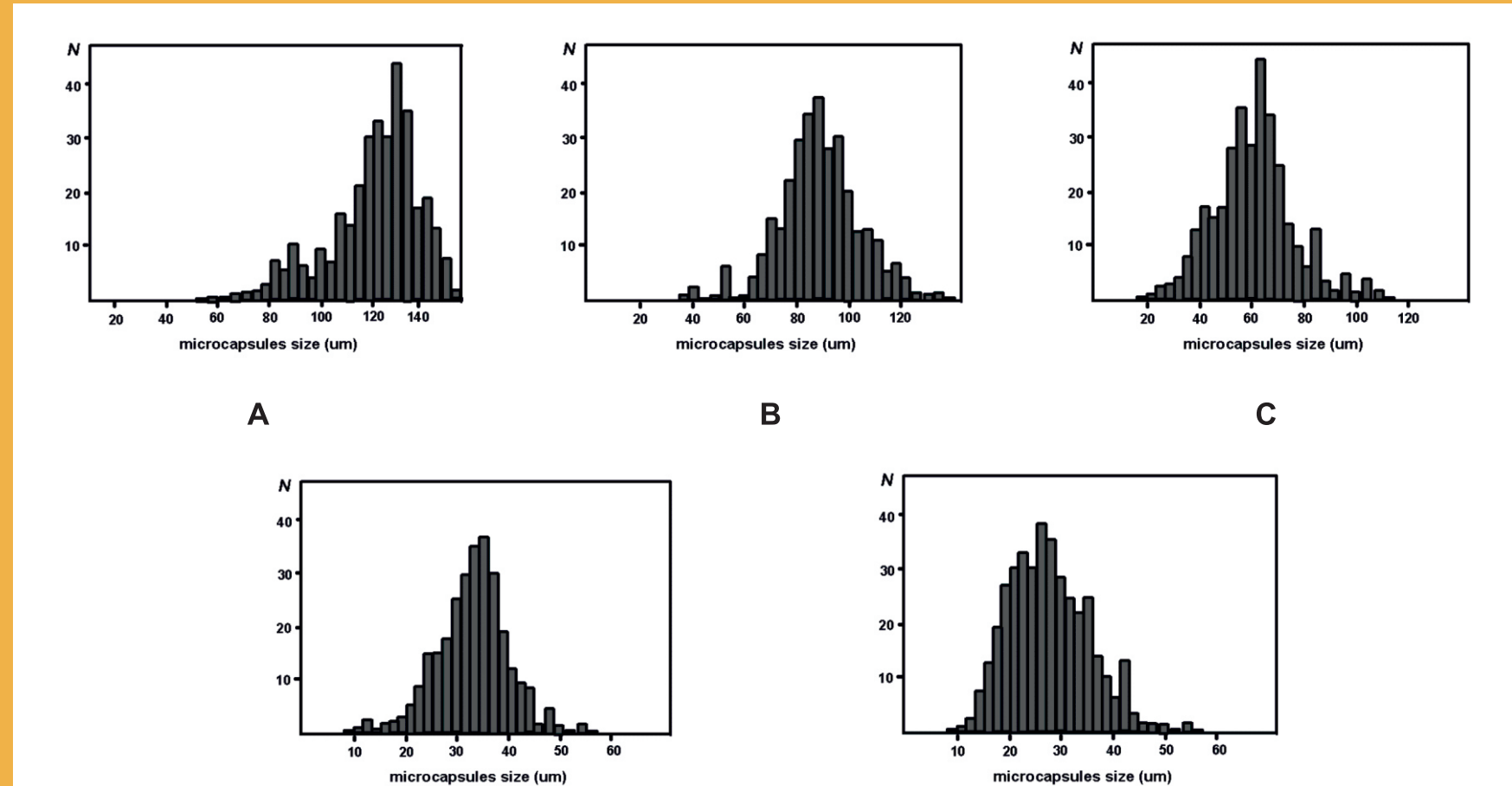
Project objective: A study of the achievements for the immobilization of natural products of phytochemical origin on biopolymers and on this basis new strategies will be developed for the improvement of the existing technologies and possible development of new approaches for the immobilization as well as the necessary technical assurance for the implementation of the strategies.

Main activities:

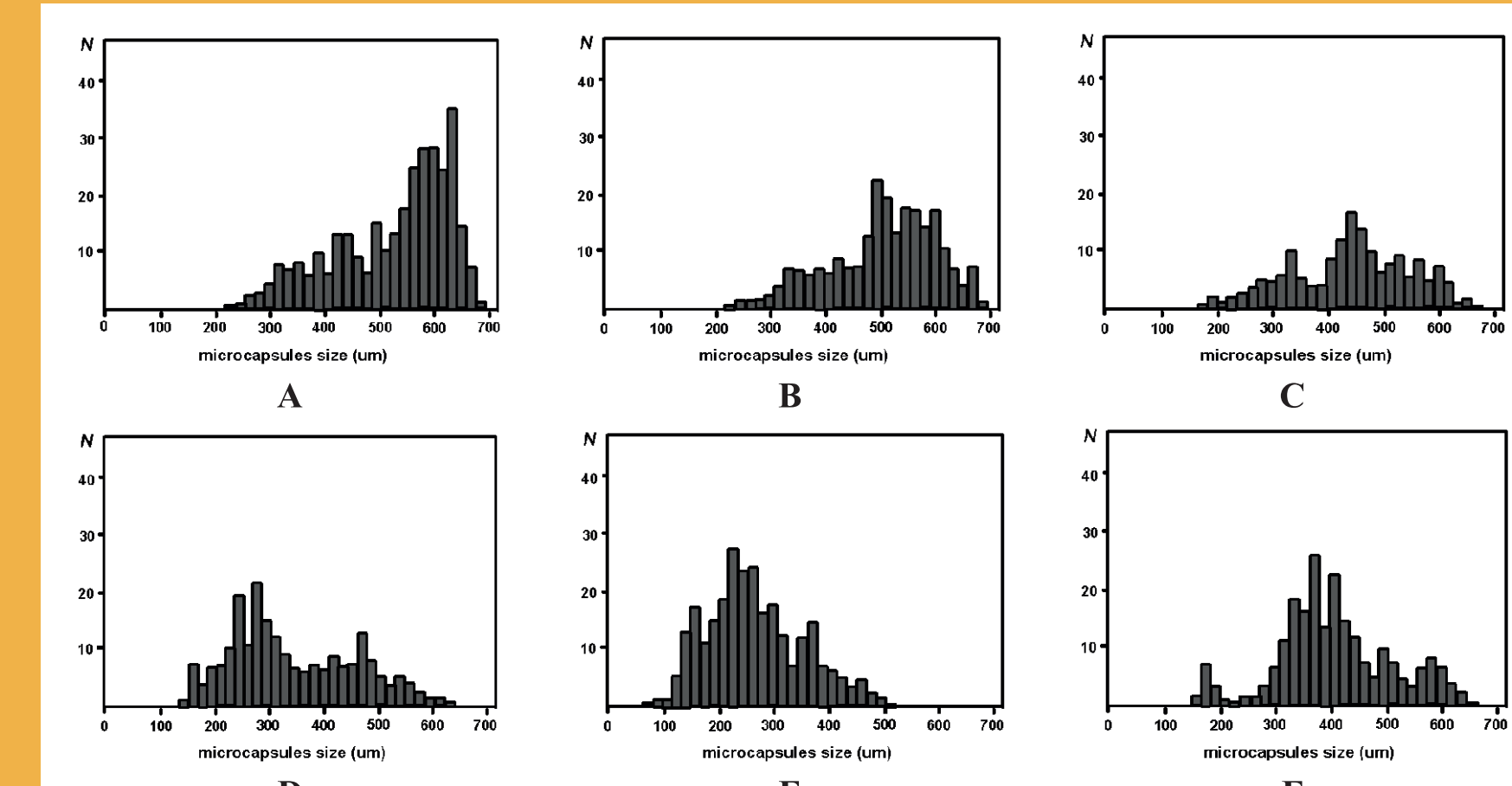
- Content analysis of the achievements for immobilization of natural products of phytochemical origin on biopolymers;
- Selection of a strategy, supported by a suitable method for immobilization of a substance of phytochemical origin on a biopolymer;
- Selection of a specific method (protocol) for micro/nanocapsulation of the natural compound on a fibrillar biopolymer;
- A literature analysis and theoretical study on the selection of experimental technical equipment and facility for carrying out immobilization procedures with substances of phytochemical origin on biopolymers.

Main outcomes:

- Comprehensive analysis of naturally occurring substances on biopolymers has been made.
- Based on the literary analysis, a specific strategy for the immobilization of substances is chosen.
- Comprehensive analysis of microencapsulation methods based on the appropriate methods and approaches has been made
- The influence of conditions during the homogenization process (stirring rate, temperature, time and surfactant concentration: SDS) on the quality of microcapsules filled with rose oil, prepared by *in situ* polymerization method was studied.
- Synthesis of microcapsules with natural substances was achieved, using different methods, cheap and environmentally friendly raw materials.
- A complete literature analysis and a theoretical study on the choice of an experienced technical apparatus and equipment for the implementation of immobilization procedures of substances of phytochemical origin on biopolymers has been made.
- Rose oil microcapsules encapsulated with environmentally friendly capsule shell material were obtained using the self-assembly method and a combination of TWEEN 20 and SPAN 80 as emulsifiers.



Фиг. 1. Влияние на скоростта на разбъркване, върху размера на получените микрокапсули: А – 500 об./мин., В – 750 об./мин., С – 1000 об./мин., D – 1250 об./мин., E – 1500 об./мин.

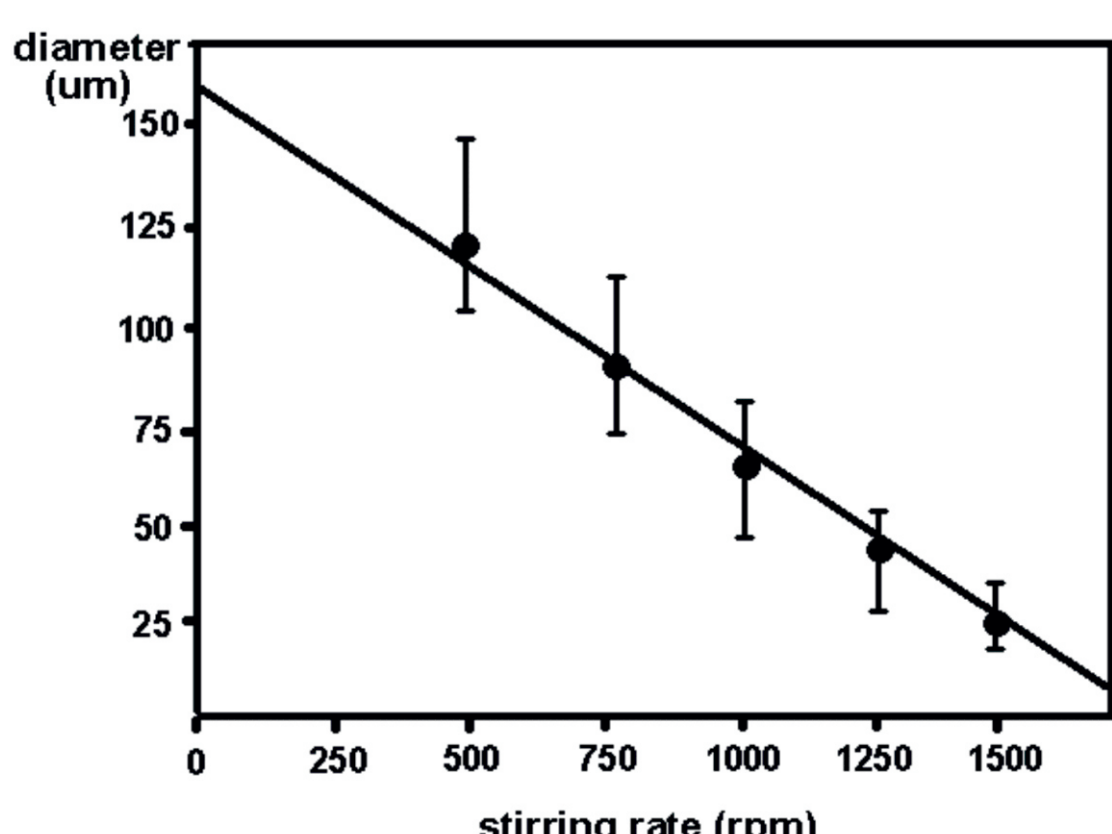


Фиг. 3. Влияние на различните разтворители върху диаметъра на микрокапсулите, представен чрез разпределението въз основа размера на частиците на получените капсули. А: n-пентан (C₅H₁₂); В: n-хексан (C₆H₁₄); С: n-хептан (C₇H₁₆); D: n-октан (C₈H₁₈); E: n-нонандан (C₉H₂₀); F: n-декедан (C₁₀H₂₂)

Таблица 1. Влияние на скоростта на разбъркване*

№	Скорост на разбъркване (об./мин.)	Добив на капсулите (%)	Ефективност на капсулиране (добив на капсулираното вещество, %)	Съдържание на капсулираното вещество, (Е% с/мл)	Размер на капсулите. Средна стойност (µm)
1	500	19,78	56,76	67,89	140-110
2	750	24,55	63,34	65,25	100-80
3	1000	37,27	71,77	43,18	70-50
4	1250	48,56	78,19	41,07	40-30
5	1500	55,75	85,08	38,29	30-20

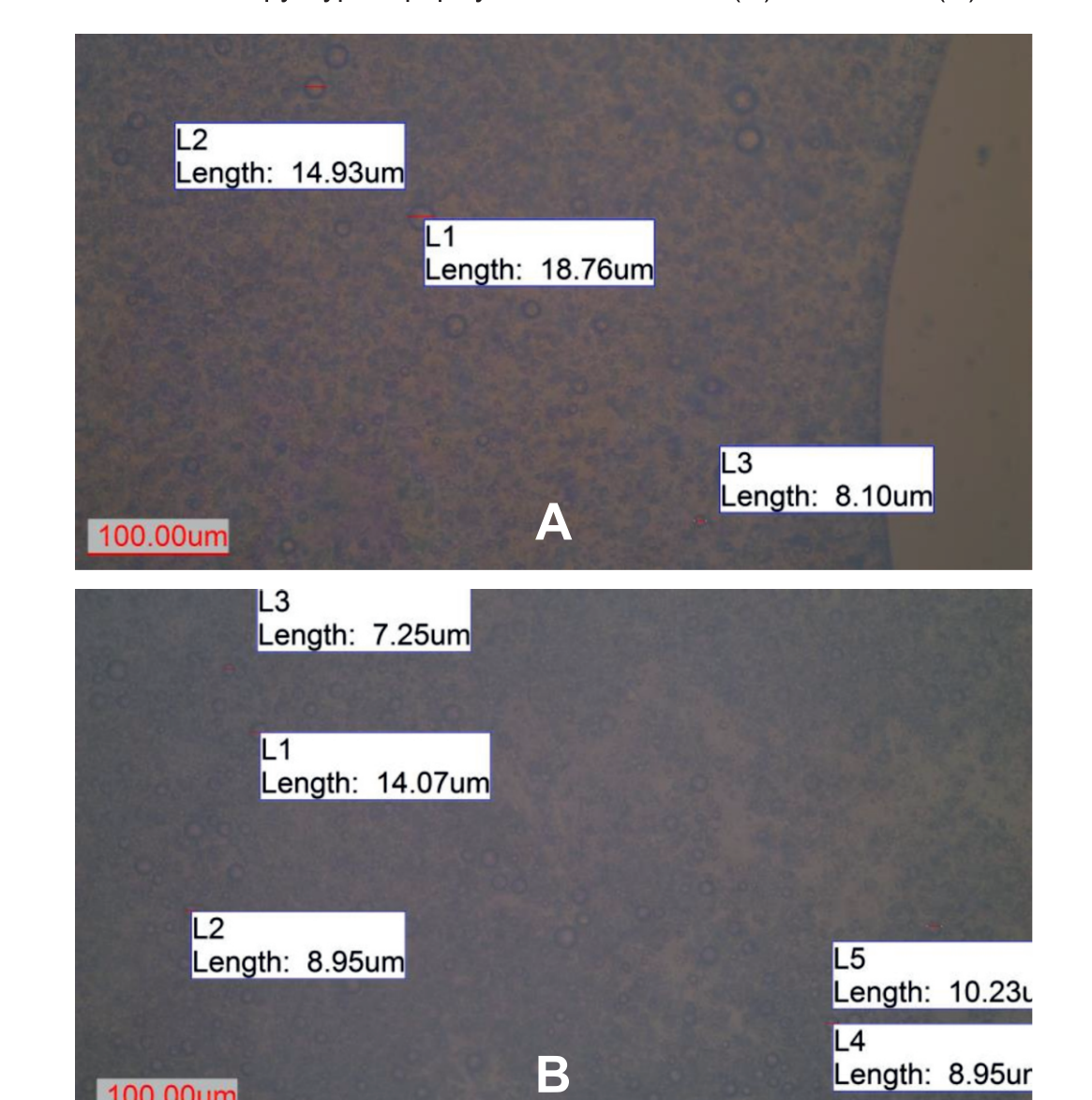
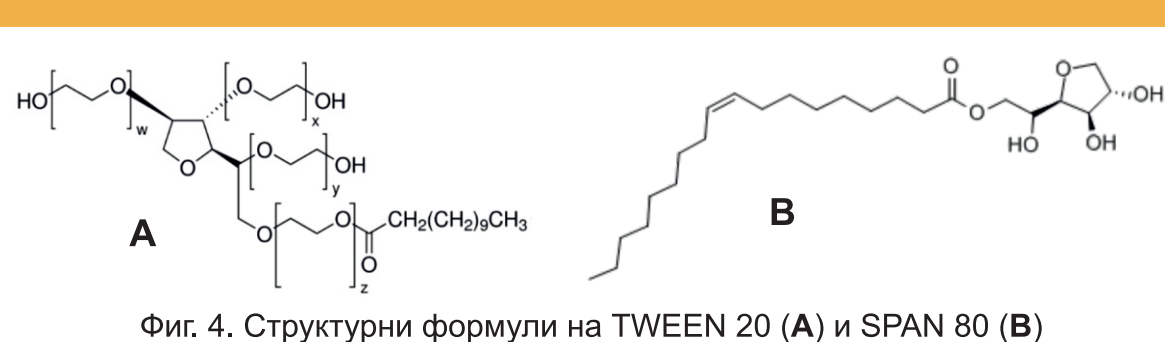
* Останали условия: време на разбъркване: 3,5 h; температура: 55 °C, концентрация на съфрактант: 2%.



функция на скоростта на разбъркване $d = f(\text{rpm})$. Размерът на микрокапсулите е установен, използвайки светлинен микроскоп CARL ZEISS JENA и отражателен микроскоп NIKON.

ЛИТЕРАТУРА

- Whitaker, Sr. Stabilized Perfume-containing microcapsules and method of preparing the same. US Pat.No 5,051,305.
- Norbury et al. Encapsulated cosmetic materials and process of making. US Pat.No 4,976,961.
- U. S. Pat. No. 5,576,008. Inventors: Chien-Chung Yang, I-Hong Pan. Preparation of pesticide microcapsule. (Patented: 1996-11-19; Priority date: 1994-06-21).
- U. S. Pat. No. 3,993,831. Inventor: Anthony E. Vassiliades. Microcapsules, process for their formation and transfer sheet record material coated therewith. (Patented: 1976-11-23; Priority date: 1971-04-08).
- Xiong, W., Zhu, G., Tang, J., Dong, B., Han, N., Xing, F., & Schlangen, E. (2013). Preparation and characterization of poly (ureaformaldehyde) walled dicyclopentadiene. *ICSHM*, 220-224.
- Chuanjie Fan, Xiaodong Zhou. (2010). Influence of operating conditions on the surface morphology of microcapsules prepared by *in situ* polymerization. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 363, 49-55.
- Soo-Jin Park, Yu-Shik Shin, & Jae-Rock Lee. (2001). Preparation and Characterization of Microcapsules Containing Lemon Oil. *Journal of Colloid and Interface Science*, 241, 502-508.
- Katouezideh, E., Zebarjad, S. M., & Janghorban, K. (2019). Investigating the effect of synthesis conditions on the formation of urea-formaldehyde microcapsules. *J. Mater. Res. Technol.*, 8(1), 541-552.
- Rochmadi, A. P., & Hasokowati, W. (2010). Mechanism of Microencapsulation with Urea-Formaldehyde Polymer. *American Journal of Applied Sciences*, 7 (6), 739-745.
- Brown, E. N., Kessler, M. R., Sottos, N. R., & White, S. R. (2003). *In situ* poly(urea-formaldehyde) microencapsulation of Dicyclopentadiene. *J. Microencaps.*, 20 (6), 719-730.



Фиг. 5. Микроскопска снимка на микрокапсули от повърхността на супернатанта (надутаяната течност) А и от утайката В, получени по метода на самостявянето на частиците