

## **АННОТАЦИЯ**

на диссертационную работу на соискание степени доктора философии (PhD)  
по специальности 6D074000 – «Наноматериалы и нанотехнологии»

**ИСАЕВОЙ АСЕМ БАХЫТЖАНОВНЫ**

### **Коллоидно-химический дизайн микро- и нанокапсул с протекторными свойствами**

#### **Актуальность темы исследования**

Разработка наноматериалов в настоящее время является одной из наиболее быстроразвивающихся областей в нанотехнологии. Защитные покрытия с характеристиками автономного излечения или восстановления их защитной функции представляют большой интерес при исследовании процессов разрушения поверхности, такими как коррозия, биологическое обрастание и другие факторы, воздействующие на металлические структуры.

Микрокапсулирование – это процесс заключения мелких частиц вещества в тонкую оболочку пленкообразующего материала. Капсулируемое вещество, называемое содержимым микрокапсул, активным или основным веществом образует ядро микрокапсул, а капсулирующий материал составляет материал оболочек. Оболочки выполняют функцию разобщения частиц одного или нескольких веществ друг от друга и от внешней среды до момента использования.

Встраивание микро- и нанокапсул в защитные покрытия часто используется для обеспечения их одной или нескольких активных функций обратной связи. В зависимости от морфологии контейнеров и заполненных активных агентов, могут быть созданы покрытия со специально направленными самовосстанавливающимися функциональными возможностями или многофункциональные покрытия.

В настоящее время существуют проблемы, связанные с применением покрытий, основанных на органических веществах, так как они по своей природе подвержены микробиологическому загрязнению. Для таких покрытий в качестве защитной меры актуально применение материалов со специальными свойствами для предотвращения микробной атаки. Применение материалов с биоцидами может значительно снизить затраты на обслуживание, ремонт и замену структурных элементов. В современной технологии для защиты покрытий биоциды смешиваются с жидкой композицией и распределяются по всему сухому покрытию с концентрацией, рассчитанной на выдерживание ожидаемого срока службы продукта. Однако, несмотря на предпринимаемые меры с использованием биоцидов в композициях с органическими составляющими покрытия, микробиологическое загрязнение все же представляет собой повсеместное и повседневное явление, которое, однако, часто недооценивают либо вообще не принимают во внимание.

В связи с этим исследование и разработка новых форм материалов с биоцидами является актуальной проблемой современной науки о нанодисперсных материалах, в особенности важно решение задачи получения нанокапсул биоцидов.

### **Цель работы**

Разработка коллоидно-химического подхода к дизайну и синтеза микро- и нанокапсул с антимикробным действием на основе эмульсий Пикеринга для создания защитных покрытий с протекторными свойствами.

Для достижения цели поставлены и решены следующие задачи:

1. Установление оптимальных условий образования эмульсий Пикеринга и получение микро- и нанокапсул биоцида заданного размера и морфологии;

2. Изучение коллоидно-химических свойств Пикеринг эмульсий, микро- и нанокапсул и морфологии микро- и нанокапсул с оболочкой из полиуретана/полимочевины и ядром из DCOIT и с оболочкой из наночастиц диоксида кремния и ядром из полиметакрилата с включенным в него DCOIT

3. Исследование структуры и активности полученных микро- и нанокапсул методами ЭРС, ИК и ЯМР спектроскопии, а также подтверждение сохранности свойств и концентрации биоцида до и после капсулирования.

4. Исследование кинетики высвобождения биоцида DCOIT из полученных микро- и нанокапсул для выявления возможности пролонгации действия биоцида в течение длительного времени в выбранной системе для выявления перспективы их использования против биообрастания.

5. Выявление эффективности антимикробного действия биоцида в микро- и нанокапсулах с протекторными свойствами против биообрастания в выбранной системе с помощью проверки антимикробного действия покрытий с применением тестов против микроорганизмов.

### **Методы исследования**

Тензиометр РАТ-1 был использован для измерения межфазного натяжения адсорбционных слоев, Malvern Zetasizer NanoZ был применен для измерения электрокинетического дзета-потенциала и гидродинамического радиуса методом динамического светорассеяния, ControlLEO 1550 применен для определения формы, размера, морфологии микро- и нанокапсул методом сканирующего электронного микроскопа, измерения краевого угла на трехфазной границе были выполнены на установке Гониометр ЛК-1, для анализа эффективности инкапсуляции был использован термогравиметрический анализатор Netzsch TG 209 F1, инфракрасные спектры микро- и нанокапсул были получены на спектрометре Nicolet 5700 (Thermo Electron, США), спектры ЯМР  $^1\text{H}$  и  $^{13}\text{C}$  снимали на спектрометре JNM-ECA Jeol 400.

### **Основные положения, выносимые на защиту**

1. Коллоидно-химический подход к формированию и дизайну микро- и нанокапсул, синтезированных на основе эмульсий Пикеринга, позволяющих осуществить инкапсулирование зеленого биоцида DCOIT в капсулы с оболочками из полиуретана/полимочевины и с оболочкой наночастиц  $\text{SiO}_2$  и ядром из полиметакрилата.

2. Установленные оптимальные условия и параметры получения эмульсий Пикеринга и микро- и нанокапсул 10% биоцида DCOIT с использованием наночастиц SiO<sub>2</sub> при соотношении  $m_{(TPM)}/m_{(SiO_2)} = 2,23$ , спонтанным эмульгированием в течение 24 часов.

3. Установленные особенности пролонгированной кинетики высвобождения биоцида DCOIT из микро- и нанокапсул с протекторными свойствами.

4. Выявленный положительный эффект внедрения антимикробного биоцида в микро- и нанокапсулы с протекторными свойствами с оболочкой наночастиц SiO<sub>2</sub> и ядром из полиметакрилата в защитные покрытия от плесневых грибков и бактерий, а также против биообрастания.

#### **Объекты исследования**

Микро- и нанокапсулы полученные на основе биоцида 4,5-дихлор-2-н-октил-4-изотиазолин-3-он (DCOIT), алкоксисилан 3-(триметоксисилил)пропил метакрилата, диоксида кремния SiO<sub>2</sub> Ludox AS-40, инициатора Irgacure 2959 (2-гидрокси-4'- (2-гидроксиэтокси) -2-метилпропиофенон, инициатора Irgacure 651 (2,2-диметокси-2-фенилацетофенон. Также микро- и нанокапсулы полученные из полиуретана/полимочевины и ядром из DCOIT. Все реагенты, использованные в настоящем исследовании, производства фирмы Sigma Aldrich Co.

#### **Предмет исследования**

Изучение основных закономерностей и физико-химических характеристик формирования и синтеза микро- и нанокапсул с оболочками из полиуретана/полимочевины и ядром из DCOIT и синтез микро- и нанокапсул с оболочкой из наночастиц диоксида кремния и ядром из замещенного полиметакрилата с включенным в него DCOIT.

#### **Научная новизна исследования**

1. Впервые проведено капсулирование зеленого биоцида 4,5-дихлор-2-н-октил-4-изотиазолин-3-он (DCOIT) многокомпонентной системой 3-(триметоксисилил) пропил метакрилат (ТПМ) /вода/SiO<sub>2</sub> а также с оболочками полиуретана/полимочевины с целью получения микро- и нанокапсул с протекторными свойствами;

2. Впервые осуществлен коллоидно-химический подход к формированию и синтезу микро- и нанокапсул с протекторными свойствами на основе эмульсий Пикеринга наночастицами диоксида кремния для создания защитных покрытий с антимикробным действием.

3. Установленный коллоидно-химический подход к синтезу микро- и нанокапсул с антимикробным действием на основе эмульсий Пикеринга, стабилизированный наночастицами SiO<sub>2</sub> и расширение современных представлений по инкапсулированию биоцидов, подтвержденные совокупностью результатов современных физико-химических методов исследований, как ЭРС, ИК, ЯМР спектроскопия;

4. Выявлен положительный эффект антимикробного действия биоцида в микро- и нанокапсулах с протекторными свойствами против биообрастания и пролонгация действия вследствие капсулирования.

Новизна заключается в разработке коллоидно-химической научной платформы для дизайна микро- и нанокапсул с целью получения новых материалов используемых в составе защитных покрытий.

Впервые проведено капсулирование «зеленого» биоцида DCOIT с применением эмульсий Пикеринга.

#### **Теоретическая значимость полученных результатов**

- Установленный коллоидно-химический подход к синтезу микро- и нанокапсул с антимикробным действием на основе эмульсий Пикеринга, стабилизированный наночастицами SiO<sub>2</sub> и расширение современных представлений по инкапсулированию биоцидов;

- Выявленная взаимосвязь между дисперсностью эмульсий и капсул биоцида, а также установленная эффективность капсулированного биоцида DCOIT связанная пролонгированной кинетикой высвобождения.

#### **Практическая значимость полученных результатов**

- заключается в разработке наноматериалов и создании микро- и нанокапсул «зеленого» биоцида, применяемых для получения защитных покрытий против разрушения поверхностей из-за биологического обрастания.

- результаты исследования могут быть использованы для расширения ассортимента прототипов капсул с антимикробными свойствами с защитными бактерицидными, противогрибковыми свойствами.

#### **Обоснование важности полученных результатов исследования**

Результаты исследования рекомендованы для создания эффективных, экологически безопасных и в то же время экономически выгодных микро- и наноконтейнеров для капсулирования «зеленого» биоцида DCOIT в систему. Выявлен положительный эффект внедрения микро- и наноконтейнеров на антимикробные свойства полимерных покрытий, имеющих потенциал внедрения в биотехнологии, производстве добавок для красок, лаков, защитных покрытий различных типов.

#### **Соответствие работы направлениям развития науки или государственным программам**

Работа выполнена в соответствии с планом НИР Казахского национального технического университета им. К. И. Сатпаева по бюджетной программе: 120 «Грантовое финансирование научных исследований» по проекту № 757.МОН.ГФ.15.РИПР.10 от 12.02.2015 «Новые функциональные и мультифункциональные самовосстанавливающиеся материалы на основе нано- и микрокапсулированных гидрофобных активных агентов» (2015-2017г.г.), а также по проекту № 2018/АР05131984 «Разработка коллоидно-химической платформы мультиэмульсионной технологии капсулирования природными полимерами и ПАВ» (2018-2020гг.)

#### **Описание вклада докторанта в подготовку каждой публикации**

В диссертации изложены результаты работ, в которых автор принимал непосредственное участие.

Личный вклад докторанта в подготовку каждой публикации заключался в подготовке и изучении литературных данных по теме диссертации, в проведении экспериментальных работ, а также в участии в обработке и

интерпретации полученных результатов, в анализе и оформлении их в виде научных публикаций.

Результаты научной работы докладывались и обсуждались на Международных научных конференциях «III Международная конференция «Промышленные технологии и инжиниринг» - ICITE 2016, 2020», «IX Ежегодная Конференция Нанотехнологического общества-2018», Москва, «16th Conference of the International Association of Colloid and Interface Scientists-2018», «10th international conference Interfaces Against Pollution-2018»

Основные результаты по теме диссертации представлены в 15 печатных работах, включая 2 статьи в зарубежных журналах с импакт-фактором (IF 3,99 и 0,367), входящих в базу данных Scopus, 3 статьи в зарубежном журнале цитируемый в базе данных Web of Science, 5 статей в журналах входящих в список, рекомендованных Комитетом по контролю и надзору в сфере образования и науки МОН РК, 4 тезиса на международных конференциях и 1 патент (№ 33998, номер бюллетеня №45 от 08.11.2019).