



## Povzetek projekta Po kreativni poti do znanja 2016/2017 za namen objave in predstavitve na spletni strani sklada

### 1. Polni naslov projekta: Razvoj modificiranih polimernih materialov za doseganje željenih lastnosti

- V katero področje na prvi klasifikacijski ravni KLASIUS-P se uvršča projekt glede na vsebinsko zasnovu (neustrezno področje izbrišite):

4 - Naravoslovje, matematika in računalništvo

**2. V sodelovanju z:** (navede se univerza oz. samostojni visokošolski zavod, ki je prijavil projekt in članica, ki je nosilka projekta ter partnerja – podjetja, ki je/sta vključena v projekt)

Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo Univerze v Mariboru, Laboratorij za organsko ter polimerno kemijo in tehnologijo

REVI družba za proizvodnjo in trgovino d.o.o.

### 3. Besedilo:

- Opredelite problem, ki se je razreševal tekom izvajanja projekta

Polimerni materiali na osnovi polipropilena, polietilena, polistirena in polisulfona, se pogosto uporabljajo kot različni strukturni elementi v skupini gradbenih in funkcionalnih materialov. Za ta namen so potrebne določene lastnosti, ki jih mora material izpolnjevati, še posebej mehanske lastnosti, odpornost na visoke temperaturne spremembe in na kemijsko okolje, kot so topila, čistilna sredstva in agresivna atmosfera. Modificiranje mehanskih, termičnih in kemijskih lastnosti osnovnih zgoraj naštetih materialov, se lahko vrši na različne načine, na primer z uporabo polnil, nanodelcev, antioksidantov ter drugih dodatkov za izboljšanje lastnosti. Modifikacija pa je možna tudi s pripravo kompozitnih polimernih materialov, kjer lahko kot disperzno fazo uporabimo vlakna, modificirane nanodelce ipd. V sklopu projekta smo se osredotočili na izboljšavo mehanskih, termičnih in kemijskih lastnosti osnovnih polimerov z dodatki modificiranih nanodelcev.

- Opišite potek reševanja problema oz. kratek povzetek projekta

Aktivnosti, ki so bile izvedene na projektu in so ključno pripomogle k doseganju zastavljenih ciljev so obsegale:

#### 1. Sinteza, funkcionalizacija in karakterizacija poroznih poliHIPE materialov

S tehnikami koloidnih šablon lahko v polimernem materialu ustvarimo makropore, mikropore pa lahko dosežemo z uporabo porogenih topil in zamreženjem. S primerno uporabo polimerizacijskih pogojev lahko dokaj natančno vplivamo na morfologijo in porozno strukturo pripravljenega polimera in posledično na njegove mehanske in druge lastnosti.

V okviru projekta »R-MPM-DŽL«, smo sintetizirali različne porozne materiale (poli(stiren-ko-divinil benzenske) monolite, poli(tetratiol-ko-divinil adipatne) in poli(tetratiol-ko-1,6-heksandiol diakrilatne) monolite, poli(stiren-ko-divinil benzen-ko-metil akrilatne) monolite ter polimer, ki je imel v svoji strukturi etilen sulfidno skupino). Sintetizirali smo jih s polimerizacijo kontinuirne faze emulzije z visokim deležem notranje faze (HIP emulzije) s prosto verižno radikalsko polimerizacijo ali s tiol-enklik reakcijo. Materiale smo funkcionalizirali in ustrezno okarakterizirali z vrstičnim elektronskim mikroskopom, porozimetrijo, FTIR spektroskopijo ter z elementno analizo.

**2. Sinteza in karakterizacija nanodelcev MgO in njihova vključitev v poli(2-hidroksietil metakrilat-ko-metilen bisakrilamidnih) monolitov pripravljenih s polimerizacijo kontinuirne faze HIP emulzije**

Polimerni materiali morajo pri svojih aplikacijah mnogokrat izkazovati dobre mehanske lastnosti, odpornost na visoke temperaturne spremembe in na kemijsko okolje. V okviru projekta »R-MPM-DŽL«, smo sintetizirali nanodelce MgO s hidrotermalno metodo in metodo samovžiga. V obeh primerih smo dobili nanodelce, katerih kemijsko strukturo smo potrdili z analizo z rentgenom in termogravimetrično analizo. Različne koncentracije nanodelcev MgO, smo vključili v HIP emulzijo in končni produkt okarakterizirali. Material brez vključenih nanodelcev je bil krhek, med tem ko je bil material z vključenimi nanodelci bolj trden in stabilen.

### **3. Določevanje stopnje zamreženosti vzorcev podjetja REVI d.o.o.**

Za potrebe podjetja REVI d.o.o., smo na njihovih materialih izvajali analize določevanja stopnje zamreženosti materialov. Analize so potekale po standardu SIST EN ISO 10147:2013. Metoda analize je vključevala več stopenj (sušenje materialov, tehtanje, ekstrakcija v topilu ksilenu, vroče filtriranje, sušenje, tehtanje in na koncu računanje). Stopnja zamreženosti materialov se je gibala med 3% in 19%.

- Navedite in opišite rezultate projekta ter njihov doprinos k družbeni koristnosti

Podjetje je zaradi vključitve v projekt pridobilo na dveh področjih; dobilo je dostop do sodobne analitske metode za določanje stopnje zamreženja poliolefinskih materialov ter za določanje oksidativne sposobnosti peroksidne reakcijske zmesi, ki jo uporablja pri zamreževanju poliolefinskih materialov. Poleg tega je podjetje dobilo vpogled v sodobne metode izboljšanja mehanskih lastnosti poliolefinov, kar bo lahko uporabilo pri načrtovanju izboljšanih produktov v svojem proizvodnem programu. Preko sodelave z laboratorijem in dodiplomskimi ter podiplomskimi študenti je podjetje spoznalo možnosti nadaljnje sodelave in uporabe specialne analitske opreme v laboratoriju na fakulteti.

Projekt je bil izveden kot dobro zasnovana preliminarna študija in se v prihodnosti lahko razvije v širše sodelovanje pri skupni prijavi projektov znotraj Slovenije, EU ali širše, kar predstavlja za podjetje dodatno konkurenčno prednost.

Kot pomemben rezultat projekta pa velja izpostaviti tudi sodelovanje in povezovanje partnerjev realnega in javnega sektorja v večini primerov gre sploh za prvo tovrstno izkušnjo tako študentov kot mladih pedagoških mentorjev.

### **4. Priloge:**

- Slikovno gradivo: Priložite vsaj dve sliki npr. sliko končnega produkta, sliko študentov pri delu na projektu, sliko s sestankov ipd. Pri pošiljanju slik bodite pozorni, v kolikor gre za končni produkt, da bo zadoščeno zahtevam glede informiranja in obveščanja (ustrezni logotipi itd.).

## POROZNI POLIMERNI MATERIALI NA OSNOVI STIRENA, DIVINIL BENZENA, METIL AKRILATA, TETRATIOLA, DIVINIL ADIPATA, ...

☞ **Sinteza poroznih polimernih materialov s polimerizacijo kontinuirne faze emulzij z visokim deležem notranje faze (HIP emulzije):**

- Priprava HIP emulzije z uporabo elektronskega mešala



V bučki si pripravimo monomerno mešanico (monomeri, zamreževalo, surfaktant, iniciator, porogeno topilo) in ji z lijem kapalnikom po kapljicah dodamo vodno raztopino kalcijevega klorida heksahidrata. Nastane belo obarvana emulzija (viskoznost emulzije odvisna od vrste uporabljenih reagentov). Ves čas priprave emulzije konstantno mešamo pri 250 – 300 obr/min. Pripravljeno emulzijo nato polimeriziramo – lahko v pečici ali v UV komori.



## POROZNI POLIMERNI MATERIALI NA OSNOVI STIRENA, DIVINIL BENZENA, METIL AKRILATA, TETRATIOLA, DIVINIL ADIPATA, ...

☞ **Sinteza poroznih polimernih materialov s polimerizacijo kontinuirne faze emulzij z visokim deležem notranje faze (HIP emulzije):**

- Priprava HIP emulzije z uporabo elektronskega mešala in ultratoraksom



HIP emulzijo pripravimo na enak način kot prej opisano, nato pa jo določen čas mešamo še z ultratoraksom pri hitrostih mešanja med 1000 in 30.000 obr/min – s tem razbijeme dispergirane kapljice v manjše.

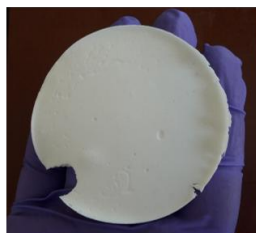
## POROZNI POLIMERNI MATERIALI NA OSNOVI STIRENA, DIVINIL BENZENA, METIL AKRILATA, TETRATIOLA, DIVINIL ADIPATA, ...

### ☞ Končni produkti

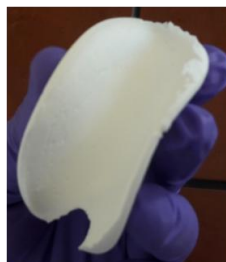
- Poli(stiren-ko-divinil benzen)



- Poli(tetratiol-ko-divinil adipat)



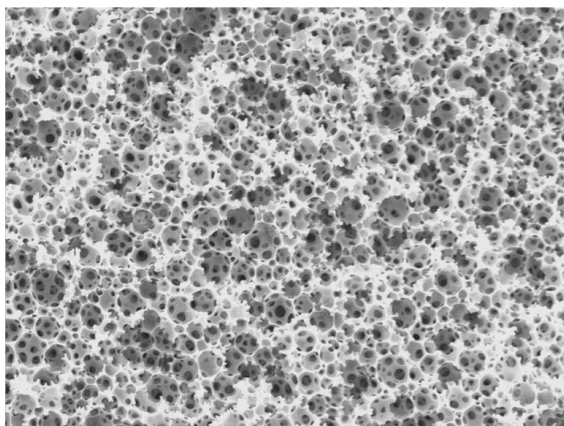
Zelo elastičen material



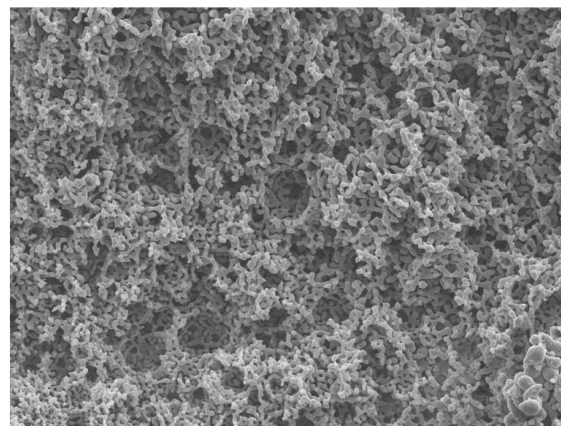
## POROZNI POLIMERNI MATERIALI NA OSNOVI STIRENA, DIVINIL BENZENA, METIL AKRILATA, TETRATIOLA, DIVINIL ADIPATA, ...

### ☞ Karakterizacija polimernih materialov

- SEM mikroskopija



Poli(2-hidroksietil metakrilat-ko-metilen bisakrilamid) z vključenimi MgO nanodelci

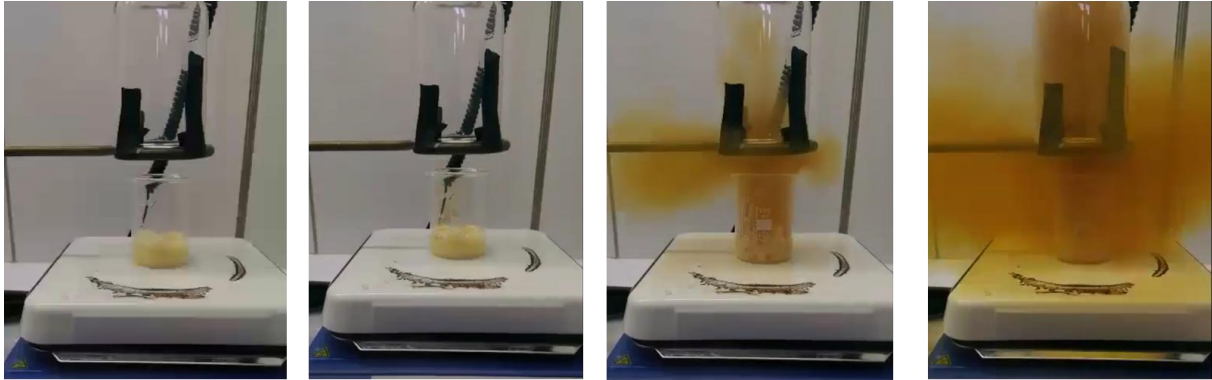


Poli(tetratiol-ko-divinil adipat)



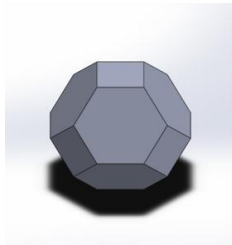
## NANODELCI MgO

### ☞ Sinteza z metodo samovžiga

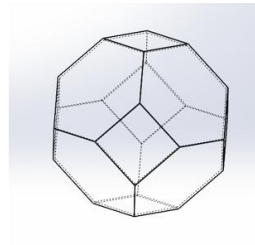


## Delo z operacijskim sistemom SolidWorks

### ☞ Kelvinova celica polistirena



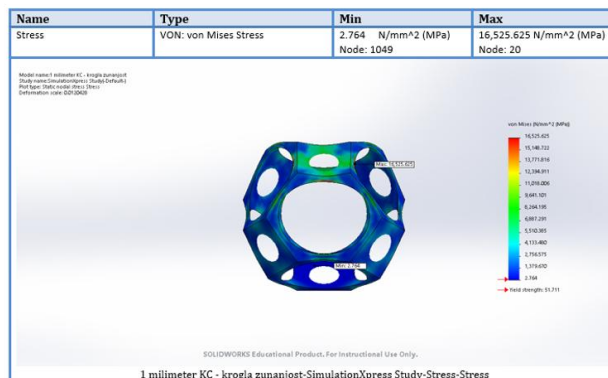
s polno notranjostjo



s praznino

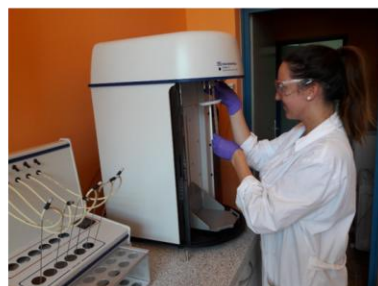


z odprtini



simulacija mehanskih lastnosti

Študenti pri delu (analiza s TGAjem, tehtanje, kolonska kromatografija, SolidWorks, analiza s FTIR spektroskopijo, analiza s porozimetrom):



## Povzetek projekta Po kreativni poti do znanja 2016/2017 za namen objave in predstavitve na spletni strani sklada

- **1. Polni naslov projekta:** Resveratrol: Ekstrakcijske metode, antioksidativno delovanje in antikancerogeni učinki.
  - **V katero področje na prvi klasifikacijski ravni KLASIUS-P se uvršča projekt glede na vsebinsko zasnovu** (neustrezno področje izbrišite):

4 - Naravoslovje, matematika in računalništvo

### 2. V sodelovanju z:

Univerza v Mariboru, Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo

**SANOFARM proizvodnja in trgovina s fitoterapevtskimi izdelki, medicinskimi pripomočki ter storitve d.o.o.**

### 3. Besedilo:

- **Opreделите problem, ki se je razreševal tekom izvajanja projekta**

Projekt se je ukvarjal z izolacijo, antioksidativnim delovanjem ter antikarcinogenimi učinki resveratrola, ki predstavlja naravni polifenol iz družine stilbenov, ki se v znatnih količinah nahaja v nekaterih naravnih materialih. Ker resveratrol poseduje močne antioksidativne, protivnetne in antikarcinogene učinke ugodne za zdravje ljudi, ga v obliki uvoženega preparata iz Italije v sodelujočem podjetju Sanofarm, Fitoterapija in farmacevtika, na slovenski trg plasirajo kot prehranski dodatek. V okviru prijavljenega projekta smo na Fakulteti za kemijo in kemijsko tehnologijo Univerze v Mariboru to aktivno učinkovino izolirali iz različnih naravnih materialov; borovnic, goji jagod, fig ter lupin granatnega jabolka s pomočjo klasičnih ter naprednih ekstrakcijskih tehnik. Tako pridobljenim ekstraktom smo antioksidativno učinkovitost izmerili s testom DPPH (prosti radikal 2,2-difenil-1-pikrilhidrazil) ter jo primerjali z antioksidativno učinkovitostjo resveratrolnega preparata uvoženega iz Italije. Antikancerogeno učinkovitost resveratrola smo določili z računalniškim pristopom, in sicer s pomočjo in silico molekularnega modeliranja.

- **Opišite potek reševanja problema oz. kratek povzetek projekta**

V okviru projekta smo na Fakulteti za kemijo in kemijsko tehnologijo Univerze v Mariboru izolirali aktivne učinkovine iz različnih naravnih materialov; borovnic, goji jagod, fig ter lupin granatnega jabolka. Izvedli smo različne postopke ekstrakcije ter spremljali kako procesni parametri (topilo, razmerje med materialom in topilom, mešanje, temperatura) vplivajo na izkoristek ekstrakcije ter na kvaliteto dobljenih ekstraktov. Material smo pred postopkom ustrezno tretirali - posušili po postopku sušenja z zamrzovanjem (liofilizacijo). Sledila je analiza vzorcev z različnimi spektrofotometričnimi metodami, določali smo vsebnost totalnih fenolov, proantocianidinov ter antioksidativno aktivnost, izraženo kot procent inhibicije. Za določanje antioksidativne aktivnosti smo uporabili metanolno raztopino DPPH\* radikala z absorbanco približno 1,0. Spremembe v barvi raztopine DPPH\* radikala (od močno vijolične do svetlo rumene) smo ovrednotili s spektrofotometrom pri valovni dolžini 515 nm. Pri reakciji DPPH\* z antioksidantom nastane DPPH<sub>2</sub>, ki ne absorbira pri navedeni valovni dolžini, kar se vidi tudi v spremembi barve. Antikancerogeno delovanje resveratrola smo študirali s pomočjo in silico molekularnega modeliranja – poganjali smo ab initio kvantno-mehanske simulacije resveratrola kot naravnega lovilca kemijskih karcinogenov aflatoksina B1, akrilamida, uretana, akrilonitrila ter β-propiolaktona, ki smo jim v vsakdanjem življenju pogosto izpostavljeni.

- **Navedite in opišite rezultate projekta ter njihov doprinos k družbeni koristnosti**

Ugotovili smo, da so izkoristki ekstrakcij najvišji v primeru, ko je kot topilo uporabljen metanol. Nekoliko nižje izkoristke da etanol, znatno nižji so v primeru acetona, najnižji pa kadar sta kot topilo

uporabljeni petroleter in heksan, kar velja v primeru vseh ekstrahiranih materialov. Celokupno, glede na material, smo najvišji masni izkoristek ekstrakta dobili v primeru ekstrakcije borovnic (etanolni ekstrakt; 73.90 ut.%), nekoliko nižji granatno jabolko (42 %) in fige (40 %), najmanj ekstrakta smo pridobili iz goji jagod (29 %). Najvišji DPPH je bil izmerjen v primeru metanalnega ekstrakta iz granatnih jabolk (93,33 %), tudi sicer so metanolni ekstrakti kazali najvišji odstotek inhibicije; metanolni ekstrakt fige (45 %), borovnic (24 %) ter goji jagod (8 %). Vsebnost totalnih fenolov je bila prav tako najvišja v ekstraktih granatnega jabolka; okoli 40%, medtem ko vsebnost proantocianidinov ni preseгла 3%. Procent inhibicije v primeru resveratrolnega preparata iz Italije je bil 27.08 %, vsebnost totalnih fenolov je znašala 52,2 %, vsebnost proantocianidinov pa je manj kot 1%. Tablete so relativno dobro toplne v metanolu, praktično nemogoče jih je bilo raztopiti v vodi.

#### 4. Priloge:

- Slikovno gradivo: Priložite vsaj dve sliki npr. sliko končnega produkta, sliko študentov pri delu na projektu, sliko s sestankov ipd. Pri pošiljanju slik bodite pozorni, v kolikor gre za končni produkt, da bo zadoščeno zahtevam glede informiranja in obveščanja (ustrezni logotipi itd.).



Slika 1: Ekstrakcija po Soxhletu iz borovnic s polarnim topilom - metanolom.



Slika 2: Ekstrakcija iz borovnic s hladnim topilom - metanolom.