

ХМЕЛЬНИЦЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

Факультет технологій і дизайну

Кафедра хімії та хімічної інженерії

КВАЛІФІКАЦІЙНА РОБОТА

Дослідження впливу полісахаридних загусників на фізико-хімічні властивості
зубних паст

Рівень вищої освіти другий магістерський
Галузь знань 16 – Хімічна інженерія та біоінженерія
Спеціальність 161 – Хімічні технології та інженерія
Освітня програма Хімічні технології та інженерія

КвРХТІ.024130.01.04.ПЗ

Виконала студентка 2 курсу

група ХТІм-24-1

Керівник: кандидат техн. наук,
доцент


Нормоконтролер

До захисту допускаю:

Завідувач кафедри хімії та хімічної
інженерії

 Ольга СИДОРУК

 Ганна ТКАЧУК

 Олександр СТРЕМЕЦЬКИЙ

 Ольга ПАРАСКА

19 грудня 2025 р.

Хмельницький 2025

РЕФЕРАТ

Пояснювальна записка кваліфікаційної роботи Ольги СИДОРУК, науковий керівник кандидат техн. наук, доцент Ганна ТКАЧУК. На тему «Дослідження впливу полісахаридних загусників на фізико-хімічні властивості зубних паст» містить 70 ст., 20 рисунків, 23 таблиці, 37 джерел.

Ключові слова: ЗАГУСНИК, ЗУБНА ПАСТА, КСАНТАНОВА КАМЕДЬ, НАТРІЙ КАРБОКСИМЕТИЛЦЕЛЮЛОЗА, СТАБІЛЬНІСТЬ ЗУБНИХ ПАСТ.

Метою даної роботи є дослідження впливу полісахаридних загусників, зокрема, ксантану та натрій-КМЦ, на фізико-хімічні властивості зубних паст, визначення їхньої ролі у формуванні структури, стабільності та інших важливих для споживачів характеристик даного продукту.

Об'єктом дослідження є вплив полісахаридних загусників на фізико-хімічні властивості зубних паст.

Предмет дослідження – композиції зубних паст з полісахаридними загусниками.

Методи дослідження:

- теоретичні – дослідження науково-технічної інформації;
- експериментальні: розділення і концентрування, газова хроматографія з мас-спектроскопічним детектуванням, рентенофлуоресцентна спектроскопія, денситометрія, гравіметрія, іонометрія, органолептичні методи.

Практичне значення даної роботи полягає в можливості використання результатів для оптимізації технологічних процесів та рецептур зубних паст, підвищення споживчих властивостей та якості продукції, рекомендацій щодо вибору загусника.

ЗМІСТ

СКОРОЧЕННЯ ТА УМОВНІ ПОЗНАЧЕННЯ	4
ВСТУП.....	5
1 ОГЛЯД ДЖЕРЕЛ НАУКОВО-ТЕХНІЧНОЇ ІНФОРМАЦІЇ.....	8
1.1 Загальні відомості про зубні пасти	8
1.2 Виробництво зубних паст та нормативні документи	17
1.3 Класифікація, принцип дії та вплив загусників	23
1.4 Характеристика досліджуваних загусників	29
2 ОБ'ЄКТИ ТА МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ	36
2.1 Матеріали та обладнання.....	36
2.2 Методи дослідження зразків	43
3 ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ ДОСЛІДЖЕННЯ	47
3.1 Газова хроматографія з мас-спектроскопічним детектуванням	48
3.2 Ренгенофлуоресцентна спектроскопія	53
3.3 Колоїдно-хімічні та органолептичні властивості зубних паст	58
ВИСНОВКИ.....	65
ПЕРЕЛІК ДЖЕРЕЛ ПОСИЛАННЯ.....	66
ДОДАТКИ.....	70
Додаток А.....	70
Додаток Б	71

СКОРОЧЕННЯ ТА УМОВНІ ПОЗНАЧЕННЯ

ГХ-МС	Газова хроматографія з мас-спектроскопічним детектуванням
ДСТУ	Державні стандарти України
Ксантан	Ксантанова камедь
Na-КМЦ	Натрій карбоксиметилцелюлоза
ПАР	Поверхнево-активні речовини
РФС	Рентгенофлуоресцентна спектроскопія

ВСТУП

Зубні пасти є цінним косметичним та лікувально-профілактичним засобом для догляду за ротовою порожниною. Ще в стародавні часи люди використовували різні засоби, в основному порошки, для підтримки гігієни та естетичного вигляду зубів. З часом від простих порошків вони перейшли в складні багатокomпонентні системи, що захищають зуби та зменшують шкідливий вплив мікроорганізмів, які сприяють розвитку різних захворювань. Наприклад, карієсу який є однією з найпоширеніших проблем з якою стикаються люди різного віку, також відомо що близько 50% населення планети страждають від гінгівіту (запалення тканин ясен) [1].

Ефективність зубних паст напряму залежить від її структури, стабільності, однорідності розподілу компонентів. Загусники відіграють ключову роль у формуванні даних характеристик. Вони контролюють реологічні властивості паст, утворюють стабільну структуру, запобігаючи її розшаруванню протягом всього терміну зберігання.

Окрім в'язкості, загусники також впливають на різні споживчі параметри, наприклад, відчуття в роті під час використання, піноутворення, сенсорні характеристики.

Сьогодні існує велика кількість загусників, що мають різні властивості та можуть по різному впливати на характеристики готового продукту. Особливий інтерес, для косметичної і фармацевтичної промисловості, викликають полісахаридні загусники, зокрема через їх природне походження.

Наприклад, Na-КМЦ та ксантан – це полісахаридні полімери відомі своєю багатофункціональністю, вони нетоксичні, біосумісні. Їх ефективність залежить від умов гідратації, концентрації.

Вони здатні утворювати в'язку, однорідну, псевдопластичну систему, забезпечують легкість дозування пасти без розшарувань. Також вони утримують активні компоненти на поверхні зубів, сприяючи подовженню терапевтичній дії.

Комплексні дослідження впливу загусників на кінцеві характеристики зубних паст є надзвичайно важливими та актуальними при оптимізації технологічних процесів, створенні екологічних рецептур та покращенні якості зубних паст.

Метою даної роботи є дослідження впливу полісахаридних загусників, зокрема, ксантану та натрій-КМЦ, на фізико-хімічні властивості зубних паст, визначення їхньої ролі у формуванні структури, стабільності та інших важливих для споживачів характеристик даного продукту.

Об'єктом дослідження є вплив полісахаридних загусників на фізико-хімічні властивості зубних паст.

Предмет дослідження – композиції зубних паст з полісахаридними загусниками.

Основними завданням кваліфікаційної роботи є:

- аналіз складу та виробництва зубних паст;
- визначення ролі загусників в рецептурах паст, методів їх дослідження;
- приготування лабораторних зразків паст з різними загусниками;
- проведення оцінки властивостей дослідних зразків;
- аналіз отриманих результатів, надання рекомендацій з вибору загусника

для оптимізації рецептури пасти.

Методи дослідження:

- теоретичні – дослідження науково-технічної інформації;
- експериментальні: розділення і концентрування, газова хроматографія з мас-спектроскопічним детектуванням, рентенофлуоресцентна спектроскопія, денситометрія, гравіметрія, іонометрія, органолептичні методи.

Практичне значення даної роботи полягає в можливості використання результатів для оптимізації технологічних процесів та рецептур зубних паст, підвищення споживчих властивостей та якості продукції, рекомендацій щодо вибору загусника.

Під час написання роботи було проведено аналіз джерел науково-технічної інформації відповідно до теми роботи; розроблено та виготовлено дослідні

зразки паст з полісахаридними загусниками; проведено експериментальні випробування фізико-хімічних властивостей зразків для визначення впливу загусників на хімічну та фізичну стабільність паст, піноутворення, утримання води, летких речовин та абразиву; досліджено зв'язок між структурою загусника і його функціональною роллю, поведінку пасти з різними полісахаридними полімерами; зроблено висновки щодо використання ксантану і Na-КМЦ як загусників для зубних паст.

Основні положення магістерської роботи обговорювались на науково-практичній конференції «Інноваційні технології і матеріали для промисловості і довкілля» 11-12.12.2025 р. в Хмельницькому національному університеті.

Праці здобувачки:

Tkachuk, H., Sydoruk, O., Tkachuk, A., Biletska, H. GC-MS ANALYSIS OF TOOTHPASTE COMPOSITION. INNOVATIVE TECHNOLOGIES AND MATERIALS FOR INDUSTRY AND THE ENVIRONMENT (ITMIE 2025) : International Scientific and Practical Conference dedicated to the 10th anniversary of the Mineral Research Laboratory, 11–12 December 2025. Khmelnytskyi : Khmelnytskyi National University, 2025 [2].

1 ОГЛЯД ДЖЕРЕЛ НАУКОВО-ТЕХНІЧНОЇ ІНФОРМАЦІЇ

1.1 Загальні відомості про зубні пасту

Перші згадки про засоби догляду за ротовою порожниною датуються близько 4000 роками до нашої ери, наприклад, стародавні єгиптяни створювали порошки з перетертої яєчної шкаралупи чи пемзи [3].

Розвиток виробництва зубних паст значно зріс з створенням перших зубних щіток у 1770 році, що створило попит на засоби для гігієни ротової порожнини серед споживачів. На початку 19 століття, хіміками та лікарями, була створена гелева зубна паста, подібна до сучасних. І в 1873 році, компанією Colgate, було запущене перше масове виробництво паст, що продавалась у скляних банках, однак це викликало питання щодо гігієнічності спільного використання ємності [4]. Через 15 років з появою різноманітних туб для паст, цю проблему було вирішено.

У 1890 році В. Д. Міллер визначив що причиною виникнення карієсу є бактерії, що виробляють слабкі органічні кислоти, які викликають демінералізацію емалі. Це привернуло увагу науковців, кількість досліджень по вирішенню даної проблеми значно зросла [5]. Так у 1955 році компанія Crest представила світу першу фторвмісну пасту, стверджуючи що вона запобігає появі карієсу і сприяє ремінералізації зубної емалі [4].

Вже понад століття чищення зубів є стандартною процедурою підтримки чистоти та ефективним методом профілактики захворювань ротової порожнини. Адже незважаючи на можливість ранньої діагностики та лікування, карієс залишається найпоширенішим хронічним захворюванням. З початком додавання фтору в 70-х його поширеність значно знизилась, однак згідно з даними зібраними у 204 країнах, організацією «Глобальний тягар хвороб» у 2021 році, вважається, що понад 500 млн дітей мають первинний карієс та близько 2,25 млрд дорослих – постійний [6].

Отже, зубна паста – це цінний косметичний засіб, основою метою використання якого, разом з щіткою, є транспортування активних (терапевтичних) компонентів. Наприклад, сполук фтору, що зміцнюють та захищають зуби від уражень бактеріальною флорою.

В залежності від загального ефекту, зубні пасти можуть класифікувати як косметичний засіб чи лікувально-профілактичний препарат.

Зубна паста – це складна композиція, яка сприяє профілактиці утворенню захворювань, підтримуючи гігієну ротової порожнини. Пастоподібна консистенція продукту дозволяє вводити необхідні добавки в його склад. Сьогодні на ринку існує багато типів зубних паст які в залежності від цілей користувача містять певний набір компонентів. Їх класифікують за призначенням:

- гігієнічні – підходять для щоденного використання, очищають зуби і освіжають ротову порожнину (дезодоруючі, очищувальні);
- лікувально-профілактичні – містять спеціальні компоненти в своєму складі, завдяки яким виконують додаткові функції захисту пародонту та твердих тканин зуба (профілактика карієсу, запальних захворювань порожнини рота);
- лікувальні, порівняно з попередніми, містять високі концентрації активних компонентів і призначаються стоматологом під час загострення конкретного захворювання на певний період [7].

За принципом дії:

- багатоцільові – поєднують протикарієсні, антибактеріальні властивості, контролюють утворення зубного каменю і т. п.;
- спеціальні, наприклад, пасти для відбілювання чи курців.

Відповідно до форми випуску: пасти чи гелі. За наявністю піноутворювачів – піняться чи ні. Вмістом абразивних частинок: низькоабразивні, абразивні чи високоабразивні [7].

Важливим є розподіл за віковою категорією, дитячі зубні пасти повинні бути низькоабразивними, не містити алергенів, мати нижчий вміст фторидів ніж

пасти для дорослих, наприклад, норма вмісту даних сполук для дітей до 3 років не повинна перевищувати 500 ppm.

З метою адаптації паст відповідно до потреб споживачів, ринок виробництва зубних паст значно розширився. Сучасні рецептури паст можуть містити понад 20 компонентів із загального переліку, що складається приблизно із 185 різних інгредієнтів [8]. Кожен з них виконує свою конкретну функцію, яка буде впливати на загальну ефективність готового продукту.

В залежності від типу зубної пасти вміст компонентів може змінюватись, типовий склад та відповідний вміст компонентів пасти наведений у таблиці 1.1.

Таблиця 1.1 – Компоненти що містяться в зубних пастах та їх вміст

Компоненти	Приклад	Вміст, %
Абразиви	Кремзем, кальцій карбонат, кальцій фосфат	від 10 до 60
Зволожувачі	Сорбітол, гліцерин, пропіленгліколь	від 24 до 60
Загусники	КМЦ, ксантан, карагенан, карбомери	від 0,5 до 2
ПАР	Натрію лаурилсульфат, ПАР з кокосової олії	від 1 до 3
Ароматизатори, підсоложувачі	Ефірні олії м'яти, евкаліпту, цитрусових; сахарин	від 1 до 2
Консерванти	Калію сорбат, натрій бензоат, етилпарабен	від 0,1 до 1
Активний компонент	Натрій фторид, фторид олова, гідроксиапатит, ксиліт	від 0,01 до 1
Розчинник	Вода	від 0 до 50

Вважається, що для ефективного механічного очищення паста повинна містити принаймні три елементи: абразив (для очищення), загусник (для рівномірного розподілу та утримання абразиву в суспензії) та поверхнево-активну речовину (для кращого видалення залишків їжі та мікробів з ротової порожнини) [9].

Характеристика та функціональне призначення складових зубної пасти:

Активні компоненти забезпечують основну терапевтичну ефективність паст [9]. Важливим відкриттям для галузі виробництва засобів гігієни ротової порожнини стали фторвмісні пасти. Іони фтору – забезпечують місцеву дію, чим довше вони утримаються в роті, тим більше поглинаються поверхнею зубів, зменшуючи негативний вплив бактерій.

Регулярне використання даних паст є ефективним методом профілактики каріозних уражень та реамінералізації емалі. Однак його вміст суворо контролюється, адже сполуки фтору є токсичними, при ковтанні у великій кількості може спричинити флюороз в період розвитку зубів у дітей. Тому для більшості країн норма використання сполук фтору в пастах не повинна перевищувати 1500 ppm [9, 11].

ppm – це одиниця вимірювання концентрації, мільйонна частка, тобто масова частка іонів фтору (мг/кг).

Наприклад, масова частка F⁻ в сполуці NaF становить приблизно 45,24 %, тобто для отримання значення 1500 ppm (мг), або ж 0,05 % від загального об'єму, на 100 г пасти потрібно додати 0,332 г натрій фториду.

Найбільш широко вживаним активним компонентом є натрій фторид, він добре підходить для паст щоденного використання. Фторид олова, окрім захисту зубів від ураження карієсом, також допомагає людям з чутливістю зубів, гвінітом, бореться з утворенням нальоту, однак його використання може спричинити фарбування зубів [9].

Для дитячих паст, зазвичай, використовують монофторфосфат натрію, він є менш гостро токсичним порівняно з натрій фторидом.

Окрім фторидів існують й інші протикарієсні компоненти, наприклад, фосфати кальцію (гідроксапатит), ксиліт, яким властиві реамінералізуючі та захисні функції. Гідроксоapatит став популярною альтернативою фторидів завдяки своїй нетоксичності та здатності засвоюватись. Численні дослідження показали, що він підтримує нормальну флору ротової порожнини та має здатність відбілювати зубну емаль, однак має нижчу протикарієсну дію порівняно з фтором [6, 10].

Абразиви – це інертні, нерозчинні тверді частинки які допомагають механічно видаляти мікробний наліт. Вони пошкоджують шар біоплівки на поверхні зубів, перешкоджаючи прилипанню грибків та бактерій до тканин, зменшують пігментацію.

На ефективність абразиву впливають розмір полірувальних частинок, їх гострота, твердість, концентрація та сила прикладена під час чищення. Розмір частинок повинен бути 20 мкм або менше, з нейтральним показником рН, не мати вираженого смаку та запаху [11 – 13] і не завдавати шкоди тканинам зубів з плином часу. Адже, наприклад, використання високоабразивних паст для відбілювання може спричинити подразнення ясен та стирання зубів.

Найбільш широко використовувані абразиви: кальцій фосфат – легкоабразивний, добре сумісний з інгредієнтами, приємний у використанні, однак з часом може робити пасту жорсткою; кальцій карбонат є часто використовуваним полірувальним агентом, більш абразивним ніж попередній, однак при виробництві він взаємодіє з натрій фторидом, що робить його неефективним для захисту зубів від карієсу; звичайний чи гідратований діоксид кремнію, на відміну від попереднього, добре підходить для фторвмісних паст, оскільки не утворює з ними нерозчинних солей [9].

Зволожувачі – коротколанцюгові поліспирти, що запобігають втраті води в системі, перешкоджають затвердінню пасти та створюють кремоподібну текстуру [9].

Більшість зволожувачів часто застосовують в фармацевтичній та харчовій промисловості, тому ризик для здоров'я мінімальний. Наприклад, поліетиленгліколь, поліпропіленгліколь, сорбіт, гліцерин.

Два останні є найбільш широко застосовуваними зволожувачами та зважаючи структурні обмеження компонентів, часто використовуються разом. Така комбінація забезпечує кращу стабільність продукту, зберігаючи його початкову в'язкість та запобігаючи деградації [12]. Це пояснюється тим що використання лише цукрового спирту спричиняє легке затвердіння пасти після висихання води, що контактує з іншими компонентами. При додаванні багатоатомних спиртів, їх гідроксильні групи взаємодіють з гідроксильними групами цукрових спиртів, утворюючи водневі зв'язки та запобігаючи затвердінню [13].

Поверхнево-активні речовини – сприяють утворенню піни допомагаючи рівномірно розподіляти пасту по всій ротовій порожнині. Вони зменшують поверхневий натяг рідин в ротовій порожнині, допомагаючи активним компонентам контактувати з зубами та розчиняти бактеріальний наліт [9]. Також вони диспергують ароматизатори в зубних пастах, подовжуючи освіжаючий ефект чистоти після чищення .

Найпопулярнішим ПАР є натрій лаурилсульфат (SLS) – синтетичний ПАР, що має високу піноутворювальну здатність, однак може викликати подразнення різних органів і клітинне пошкодження [14].

Для посилення піноутворення, наприклад, для людей з ксеростомією – відчуття сухості в ротовій порожнині, рекомендують використовувати ПАР разом з речовинами що захищають слизову оболонку, наприклад, бетаїном [10].

Також до зубних паст додають різні ароматизатори та підсолоджувачі, тому що сама по собі паста, за смаком та запахом не буде привабливою для споживачів. В якості ароматизаторів, підсолоджувачів часто використовували синтетичні добавки, однак вони можуть подразнювати тканини ротової порожнини та створювати токсичний ефект [14].

Тому зазвичай в якості ароматизаторів почали використовувати різні ефірні олії: м'яти, ментолу, цитрусових, кориці чи евкаліпту.

Серед підсолоджувачів найпоширенішим є сахарин натрію, однак гліцерин і сорбіт теж можуть виконувати цю функцію додаючи солодкуватість у смак пасти.

Також вважається що ефірні олії можуть чинити антибактеріальну дію, зменшуючи бактеріальний наліт та допомагають контролювати неприємний запах з ротової порожнини [11].

Для запобігання розмноженню мікроорганізмів в зубних пастах використовують різноманітні консерванти. Вони є важливою складовою косметичних та лікувальних засобів щоденного використання, адже забезпечують мікробіологічну стабільність продукції [14]. Найпоширенішими є метил- та етилпарабени, однак вони можуть потенційно спричинити рак та негативно впливати на ендокринну систему [15]. Натрій бензоат та калію сорбат вважаються більш безпечними консервантами.

Для розчинення та зручного змішування усіх компонентів, використовують очищену або деіонізовану воду разом з багатоатомними спиртами (зволожувачами). Також вона потрібна для гідратації загусників.

Існують також безводні системи зубних паст, де вміст води мінімізується або повністю виключає її. Рідка фаза в такому випадку складається з неводних розчинників: зволожувачів, олій.

Отже, зубна паста – це багатокомпонентна система, яка є важливою для підтримки гігієни, профілактики захворювань ротової порожнини. Правильний підбір компонентів та їх взаємодія забезпечує безпечність, ефективність та зручність у використанні пасти.

До основних взаємодій компонентів пасти відносять, наприклад, зволожувачі з загусниками формують реологічний профіль пасти та впливають на її стабільність; загусники мають забезпечувати рівномірний розподіл і утримування абразиву; ПАР впливають на відчуття і смакове сприйняття пасти, наприклад, SLS може тимчасово впливати на сприйняття солодких смаків після

чищення, також даний ПАР може впливати на ефективність антимікробних компонентів; абразиви повинні бути інертними, як згадувалось раніше вони не мають зв'язувати іони фтору, залишаючи його біодоступним; консерванти повинні взаємодіяти з водною фазою зубних паст, високий вміст зволожувачів, спрятиме росту мікробів.

Оцінку зубних паст встановлюють за їх впливом на слизову оболонку ротової порожнини та емаль, якістю очисних і полірувальних характеристик тощо. Вона має бути збалансованою й поєднувати сенсорні та реологічні характеристики з функціональними.

Дані характеристики формуються наступними параметрами:

Реологія – це наука що вивчає деформації матеріалів під дією навантажень. Зубні пасти – це неньютонівські (псевдопластичні) гелі, тобто їх в'язкість може змінюватись в залежності від швидкості зсуву (деформації). Зі збільшенням даної швидкості в'язкість пасти знижується.

Більшості паст також властива тиксотропна поведінка, тобто їх структура може відновлюватися після закінчення механічної дії, наприклад, під час чищення.

Для контролю процесу дозування визначають межу текучості – це мінімальна напруга, яку потрібно прикласти щоб паста почала рухатись. Високі значення даного показника в стані спокою, вказує на гарну стабільність структури.

Ці три показники впливають на легкість видавлювання пасти з туби, зберігаючи при цьому її форму.

Реологічні властивості пасти впливають також на її розподіл під час чищення, однорідність і відсутність розшарувань, швидкість вивільнення активних компонентів.

Стабільність структури впливає на збереження властивостей пасти протягом усього терміну зберігання, вона повинна бути стійкою до розшарувань (фазового розділення). Важливим фактором є стабільність самих компонентів, наприклад, ефективність активних сполук протягом даного терміну.

Також, попередні два параметри мають прямий вплив на однорідність пасти, тобто рівномірний розподіл компонентів по її матриці та органолептичні властивості, такі як запах, смак, зовнішній вигляд. Дані сенсорні характеристики мають великий вплив на бажання регулярного використання пасти споживачами, формують позитивне враження від продукту.

На стабільність і реологічну поведінку паст має вплив здатність загусників і зволожувачів утримувати воду всередині структури пасти. Дана властивість буде запобігати затвердінню і висиханню пасти протягом всього терміну зберігання.

Абразивність пасти впливає на ступінь очищення – механічного видалення зубного нальоту, за допомогою твердих частинок.

Для визначення абразивності паст, зазвичай, використовують метод вимірювання відносного стирання дентину (позначають індексом RDA). Відповідно до шкали, прийнятої Міжнародною організацією зі стандартизації (ISO), стандарт ISO 11609, визначено, що пасти з RDA від 50 до 70 вважається безпечним і ефективним для щоденного використання, якщо показник RDA буде більше 250 це може привести до стирання емалі.

Піноутворення – забезпечує рівномірний розподіл пасти по ротовій порожнині, впливає на зручність у використанні споживачами, створює відчуття чистоти після чищення [9]. ПАР зменшують поверхневий натяг, що дозволяє пасті проникати в нерівності поверхні зубів, забезпечуючи їх необхідну терапевтичну дію компонентів.

Для безпечного використання пасти без ризику подразнення слизової оболонки й забезпечення сумісності компонентів визначають її рН. Це важливий параметр зубних паст, контроль нейтрального чи слаболужного середовища може підвищити ефективність сполук фтору, знижувати активність бактерій в середині ротової порожнини.

Дані параметри є дуже важливими, вони впливатимуть не лише на споживчі чи лікувальні характеристики, а також на технологічні процеси виробництва зубних паст.

1.2 Виробництво зубних паст та нормативні документи

Зубні пасти є косметично-гігієнічним засобом, що виконують профілактичну, лікувальну, естетичну функції. Їх виробництво включає в себе багато технологічних ланок від обробки сировини, змішування, наповнення до пакування. На кожному з цих етапів використовують відповідне обладнання, що забезпечить ефективну роботу виробництва та контролю якості продукції.

Обладнання для подачі сировини:

- системи транспортування порошку (використовуються для транспортування абразиву, загусників) та рідин (ароматизатори, ПАР);
- системи зважування.

Обладнання для змішування:

- реактор змішування для водної фази, оснащений мішалкою та підігрівом або сорочкою (до 40 °C);
- вакуумний гомогенізатор створює однорідну структуру пасти завдяки високошвидкісному перемішуванню.

Обладнання для зберігання (резервуари з герметичними кришками) та транспортування (насоси для транспортування отриманої пасти до дозувальної лінії).

Фасувально-пакувальне обладнання включає в себе системи дозування і наповнення туб пастою, герметизації, маркування.

Допоміжне обладнання складається з системи очистки води, повітряного компресора, який забезпечує стабільне джерело повітря для автоматизованого обладнання, наприклад, наповнювачі та машини для картонування, які потребують стисненого повітря для роботи. Також сюди відносять детектори ваги та металодетектори.

Усі частини обладнання, що контактують із продуктом, мають бути виготовлені з харчової нержавіючої сталі та відповідати вимогам ISO та HACCP.

Загальний вигляд апаратурної схеми виробництва зубних паст наведено у Додатку А (рисунок А).

Оптимальною технологічною схемою для виробництва зубної пасти середньої потужності є періодична схема з вакуумною гомогенізацією, яка дає можливість за потреби легко адаптувати рецептуру та мінімізувати втрати продукту. Наприклад, в порівнянні зі звичайним змішуванням, дана технологія дає змогу досягти високої стабільності структури пасти, забезпечує мінімальний вміст повітря. Хоча вона й потребує помірних енерговитрат, однак враховуючи специфіку рецептури є кращою альтернативою та забезпечує недовготривалість процесу.

З метою зменшення втрат на етапах виробництва використовують автоматичну систему подачі сировини, вимірювання та контролю.

Для отримання стабільної зубної пасти, виробництво має складатись з наступних етапів:

1) Підготовка приміщень, обладнання, сировини та персоналу до початку виконання виробничих процесів.

2) Отримання водної фази: в реактор з мішалкою подають очищену воду та підігрівають для кращого розчинення компонентів. Після чого додають зволожувачі (сорбітол, гліцерин), перемішують при температурі 30 °C приблизно 15 хвилин, до досягнення однорідності. На низьких обертах, з метою запобігання піноутворення, вводять ПАР.

3) Введення твердої фази: до отриманої рідкої основи, додають загусник, в залежності від його типу, це відбувається при інтенсивному або ж помірному перемішуванні для забезпечення рівномірного розподілу. При інтенсивному перемішуванні (для запобігання утворення грудок), повільно вводять абразив (діоксид кремнію).

4) Введення добавок: останніми, з метою збереження активності, додають консервант, ароматизатор і активні компоненти (фторид натрію). Перемішують при кімнатній температурі без додаткового підігріву.

5) Гомогенізація та деаерація: отриману в'язку, пастоподібну масу подають в швидкісний вакуумний гомогенізатор для отримання однорідної

структури без грудок та розшарувань. Контролюють параметри процесу: тиск; швидкість обертання мішалки.

Вакуумна деаерація забезпечить видалення зайвого повітря, яке могло утворитись при перемішуванні, це покращить зовнішній вигляд пасти, перешкодить можливому окисленню компонентів і забезпечить точне дозування під час фасування.

б) Пасту охолоджують до температури 20 °С та подають на автоматичну лінію фасування, де дозують в пластикові туби, які запаюють, маркують і пакують в індивідуальні коробки.

Аналіз впливу технологічних режимів на основні виробничі показники:

- температура 30 °С є оптимальною для розчинення сорбіту, диспергування діоксиду кремнію, активізації загусників;

- тиск (вакуум до 0,08 МПа) використовується, наприклад, при деаерації для видалення бульбашок повітря, запобігання окиснення активних речовин;

- час змішування (до 70 хв) для забезпечення рівномірного розподілу компонентів без перегріву;

- швидкість обертання мішалки від 100 до 300 об/хв.

Раціональне регулювання технологічних параметрів дозволить мінімізувати енергетичні витрати, підвищити економічну ефективність виробництва й якість продукції.

Вакуумний режим в гомогенізаторі дає змогу знизити температуру кипіння летких речовин, покращити якість пасти шляхом видалення повітря.

Контроль температури, тиску та швидкості обертання мішалки надає змогу знизити кількість побічних продуктів, споживання електроенергії та утворення викидів летких органічних речовин (наприклад з ефірних олій).

Для забезпечення умов максимальної ефективності виробництва зубної пасти можна використовувати залишкову теплоту нагрітих компонентів для переднагріву інших матеріалів або для підтримання температурного режиму під час змішування.

Важливим етапом у створенні якісної, безпечної та ефективною готової продукції є дотримання стандартів і вимог щодо виробництва, поєднання технологічних аспектів з нормативними документами визначає конкурентоспроможність зубної пасти на ринку.

Адже стандарти встановлюють вимоги не лише до складу чи маркування готових паст, а також щодо вибору обладнання, контролю технологічних режимів виробництва, мікробіологічної безпеки (обмеження або відсутності патогенних чи умовно патогенних мікроорганізмів при умовах використання згідно з призначенням протягом терміну зберігання) [14].

Загальні норми показників якості зубних паст наведені в таблицях 1.2, 1.3.

Таблиця 1.2 – Органолептичні показники зубних паст

Показники якості	Норматив для зубної пасти
Зовнішній вигляд	Однорідна пастоподібна маса без сторонніх включень
Колір	Власивий кольору пасти даного складу
Запах	Власивий запаху пасти даного складу
Смак	Власивий смаку пасти даного складу

Таблиця 1.3 – Фізико-хімічні показники зубних паст

Показник	Значення
pH (1 % водної суспензії)	від 6,5 до 8,0
Показник абразивності	від 50 до 70
Вміст фтору (як F ⁻), ppm	до 0,15 %
Масова частка води, %	від 20 до 45
Масова частка гліцерину, %	від 10 до 35
Стійкість піни	від 0,2 до 1,0
Стабільність при зберіганні	Без розшарувань, збереження текстури ≥ 12 міс.

В Україні при виробництві та розробці рецептури зубних паст необхідно дотримуватись вимог наступних нормативних документів:

Технічний регламенту на косметичну продукцію – це документ, що встановлює норми для косметичної продукції, з метою забезпечення високого рівня захисту здоров'я людини (розроблений на основі Регламенту (ЄС) № 1223/2009 Європейського Парламенту і Ради від 2009 року на косметичну продукцію) [16].

Засоби догляду ротової порожнини входять в перелік продукції що регламентуються даним документом та повинні відповідати його вимогам: бути безпечним для здоров'я людини, мати відповідне маркування з переліком інгредієнтів і попередженнями про можливу небезпеку, наприклад, наявність алергенів.

Технічний регламент містить список дозволених та заборонених для використання речовин, різних консервантів, барвників і речовин вміст яких в продукті має обмеження, наприклад, сполуки фтору.

ДСТУ EN ISO 11609:2022 «Стоматологія. Засоби чищення зубів» [17] – це аналог міжнародного стандарту ISO 11609:2017 в якому описуються вимоги до фізико-хімічних властивостей (вміст фтору, важких металів, значення рН, стабільність, абразивність, мікробіологія), маркування і пакування зубних паст.

Він також містить рекомендації щодо методів випробування паст: визначення показника рН, абразивності для емалі та дентину, стабільності.

В Україні при виробництві та розробці зубних паст, даний документ не є обов'язковим для застосування.

ДСТУ EN ISO 22716:2015 «Косметика. Належна виробнича практика (GMP). Настанови з належної виробничої практики» [18], гармонізований з європейським стандартом EN ISO 22716:2007 нормативний документ, який містить наступні вимоги та рекомендації щодо:

- організаційної структури виробництва;
- контролю обладнання та приміщень;
- управління документацією;

- забезпечення якості сировини та готової продукції.

Це важливий стандарт, що гарантує належний рівень якості зубних паст, охоплюючи всі етапи виробництва.

Також великий вплив на маркетингову складову ринку зубних паст, мають різні організації, наприклад, Всесвітня Стоматологічна Федерація FDI – це міжнародна організація, вона не контролює напряду виробництво зубних паст, однак може надавати рекомендації, сприяти схваленню продукції.

У багатьох країнах існують свої локальні громадські організації стоматологічних асоціацій, які можуть впливати на ринок зубних паст через інформування громадськості, вони беруть участь в розробці рекомендацій для стоматологів, проводять експертну оцінку засобів для догляду за ротовою порожниною, після чого можуть надати свій знак якості, наприклад, «Схвалено асоціацією стоматологів України» [19].

Отже, всі етапи виробництва зубних паст мають контролюватись та відповідати вимогам GMP, ISO, рекомендаціям FDI, впровадження яких дозволить створити безпечну продукцію, підвищить довіру споживачів, що в подальшому матиме вплив на імідж виробника, як гаранта якості.

Адже відповідно до закону України «Про захист прав споживачів» [20] при придбанні товару неналежної якості (пошкоджена упаковка, закінчився термін придатності), споживач має право вимагати від продавця або виробника повернення сплачених коштів або ж заміни товару.

Отже, виробництво зубних паст є складним процесом, що потребує контролю параметрів змішування, послідовність введення компонентів, з метою отримання однорідної і стабільної структури. Для досягнення потрібної текстури важливим є співвідношення водної фази з загусниками. Гідратація зв'язуючих полімерів і кінцева в'язкість продукції впливають на ефективність диспергування частинок абразиву, запобігаючи їх осіданню. Саме вони формують реологічні властивості й впливають на стабільність продукції. Тож вибір загусника матиме великий вплив на кінцеві фізико-хімічні властивості паст.

1.3 Класифікація, принцип дії та вплив загусників

Загусники – це допоміжні речовини що формують текстуру продукту. Вони відграють ключову роль у структурних і реологічних характеристиках які є важливим для кінцевих продуктів, наприклад, косметичної, фармацевтичної, харчової промисловості та впливають не лише на споживчі характеристики, а й технологічні параметри виробництва.

В більшості випадків загусники підбирають відповідно до їх походження, що враховує їх хімічну природу, походження як сировини. Також їх класифікують за механізмом загущення, розчинністю у воді, способом дії як загусника, стабілізатора, гелеутворювача чи емульгатора, здатністю розкладатись тощо.

Загусники поділяють на органічні – сполуки з великою молекулярною масою, що формують розгалужені колоїдні системи в водному середовищі та неорганічні – дрібнодисперсні, інертні, тверді речовини, що утворюють просторові структури за рахунок взаємодій між частинками, набухання у водних системах (мінеральні матеріали – кремземи, глини) [21, 22].

Часто використовують їх комбінації, органічні є більш гнучкими для регулювання потрібних властивостей, а неорганічні відомі своєю високою стабільністю.

Більшість з загусників є органічними, їх додатково поділяють на наступні підкласи:

Природні загусники – це полімери отримані з рослин, водоростей, мікроорганізмів чи насіння, що впливають на в'язкість продукту, наприклад: ксантанова камедь; карагенан; гуарова камедь [22].

Однак природні загусники мають різні обмеження при формуванні структури кінцевого продукту, що призвело до широкого впровадження в косметичну промисловість синтетичних полімерів [22].

Синтетичні загусники – полімери отримані з нафтопродуктів, їх часто використовують завдяки їх здатності забезпечувати гладку текстуру, рівномірний розподіл і сумісність з більшістю компонентів [22]:

- карбомери – полімери отримані з полівінілових ефірів та акрилової кислоти;
- поліакрилат натрію – полімер акрилонітрилу.

Їх недоліком є те що багато косметичних продуктів змиваються відразу після нанесення, тому велика кількість даних полімерів потрапляє в стічні води, що негативно впливає на стан навколишнього середовища [22].

Напівсинтетичні загусники – це природні полімери які модифікували з метою покращення кінцевих властивостей продукту. Наприклад, хімічно модифіковані полісахариди: целюлозні продукти (гідроксиетилцелюлоза, метилцелюлоза, Na-КМЦ), альгінати, гуарові камеді.

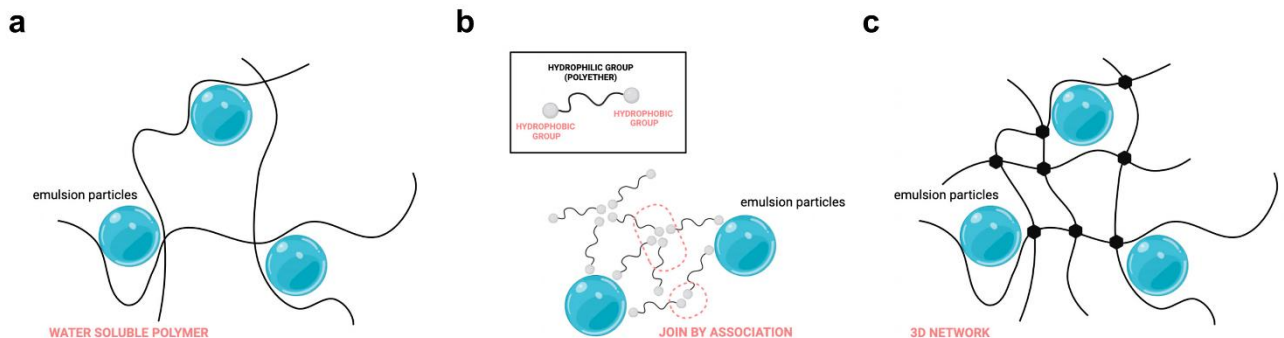
В зв'язку з сучасними тенденціями використання екологічної та стійкої сировини популярності набувають саме природні загусники, які є відновлювальними [23], наприклад, полісахариди. Вони добре відомі своєю біосумісністю є нетоксичними та біорозкладними. Їх також класифікують відповідно до походження:

- рослинні полісахариди: крохмалі (картопляний, кукурудзяний), пектини (містяться в м'якоті та шкірці овочів та фруктів), похідні целюлози (гідроксиетилцелюлоза, карбоксиметилцелюлоза);
- полісахариди отримані з морських червоних та бурих водоростей (карагеннани, агар, альгінати);
- полісахариди тваринного походження (гіалуронова кислота, хітозан);
- мікробного походження (геланова та ксантанова камедь) [23].

Загусники – це добавки які при взаємодії з рідинами утворюють полімерні мережі, що розширюються по всьому об'єму рідини в результаті хімічної або фізичної взаємодії.

Зміна властивостей рідин, залежно від природи загусника, описується трьома механізмами: асоціативний, неасоціативний та хімічний (рисунок 1.1)

[22]. Зшивання полімерних ланцюгів, залежно від механізму, може утворювати слабкі взаємодії (фізичні) та сильні (хімічні) з утворенням ковалентних зв'язків.



a – неасоціативний механізм; b – асоціативний механізм; c – хімічний

Рисунок 1.1 – Механізми дії загусників на основі полімерів

Фізичне зшивання включає:

- неасоціативний механізм, що відбувається шляхом сплутування високомолекулярних ланцюгів [21]. Загусники розчиняються в воді забезпечуючи м'яке переплетення.

Збільшення концентрації полімеру, при неасоціативному зшиванні, підвищує в'язкість, однак це може привести до витіснення диспергованих компонентів з системи, що сприятиме флокуляції частинок.

Зазвичай даний механізм забезпечується загусниками природного походження, які є недорогими та поширеними, вони утворюють високоеластичні розчини з псевдопластичною поведінкою.

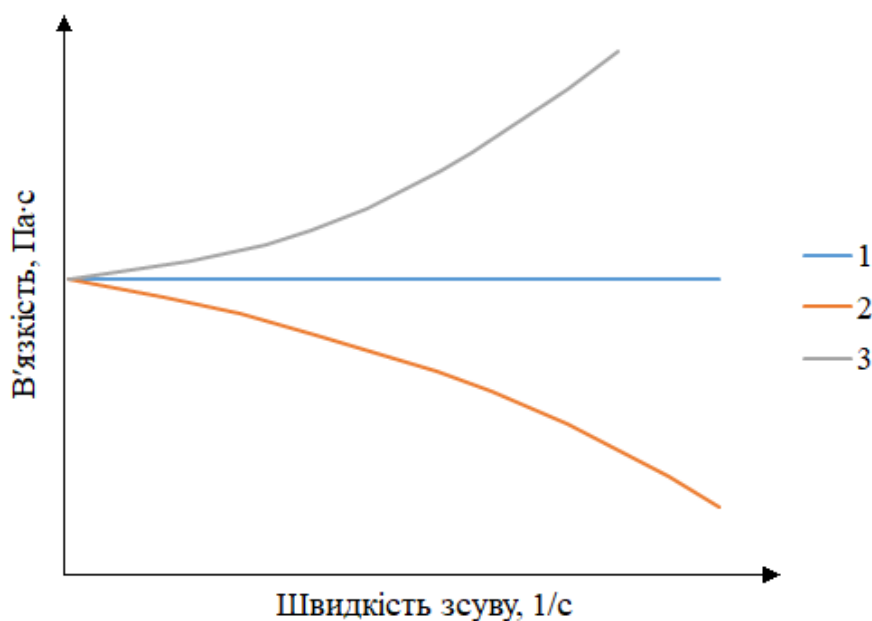
- асоціативний механізм зшивання відбувається коли загусник – це водорозчинний полімер, який завдяки гідрофобним групам, розміщених вздовж ланцюга, полімеризується з іншими гідрофобними речовини створюючи сітчасту структуру та збільшує загальну в'язкість [21, 22].

Гелі утворенні за допомогою даного методу зшивання є оборотними, їх міцність залежатиме від експериментальних параметрів, наприклад, температури, рН і т. п.

Хімічне зшивання відбувається коли функціональні групи полімерних ланцюгів взаємодіють між собою, утворюючи ковалентні зв'язки [22]. Такі гелі класифікують залежно від функцій та природи загусника, відповідно до механізму зшивання:

- полімеризація – створення полімерної сітки шляхом утворення вільних радикалів під дією ініціаторів (світла, тепла і т. п.). Такі реакції можуть утворювати неоднорідні гелі з незадовільними механічними властивостями;
- поліконденсація – зшивання відбувається при взаємодії функціональних груп мономерів з виділенням побічних продуктів;
- клік-реакції – високоселективні реакції, які мають швидку кінетику при помірних температурах [21, 22]. Їх використовують для отримання гелів які добре сумісні з біоактивними компонентами.

Загусники впливають на фізичні властивості продуктів, зокрема на стабільність, реологічну поведінку, запобігають розділенню фаз. Вони можуть створювати три основні реологічні профілі: ньютонівський, зсувне розрідження та зсувне загушення [21] рисунок 1.2.



1 – ньютонівський; 2 – зсувне розрідження; 3 – зсувне загушення

Рисунок 1.2 – Криві реологічних профілів

Реологічний профіль залежить від прикладеної напруги зсуву. Він описує як змінюється в'язкість речовини під час деформацій.

Ньютонівський профіль, коли в'язкість залишається постійною незалежно від швидкості зсуву, тобто не залежать від напруги зсуву. Наприклад, деякі поліуретанові загусники можуть утворювати дані профілі.

При зсувному розрідженні або псевдопластичній поведінці, збільшення швидкості зсуву, призводить до зменшення в'язкості рідин. Він добре підходить для фарб, гелів чи зубних паст, де продукт повинен бути стабільним в стані спокою та легко розподілятися під час використання (КМЦ, альгінати, ксантан).

При зсувному загущенні навпаки зі збільшенням швидкості зсуву в'язкість збільшується. Даний профіль можуть утворювати, наприклад, суспензії крохмалю.

Зубні паста є неньютонівською рідиною яка розріджується при зсуві, демонструє тиксотропну поведінку (коли в'язкість знижується під механічним зсувом та відновлюється у стані спокою) і має характерні властивості до межі текучості [24]. Окрім цього, ще однією проблемою, що стосується виробництва зубних паст, є зсув стінки – ковзання пасти по стінкам обладнання [24]. Ці три фактори є важливими характеристиками реології пасти та впливають на її рух по трубах і капілярних каналах. Відповідно вони контролюються загусниками, вимірювання реологічних властивостей зубних паст допоможе прогнозувати необхідний тиск для різних виробничих процесів.

Дослідження поведінки пасти з різними загусниками, їх реологічних властивостей, використовують для адаптації рецептури відповідно до наявного обладнання, прогнозування поведінки пасти під час виробничих операцій, зокрема перекачування та наповнення, вивчення сенсорних характеристик, наприклад, легкість витискання зубної пасти з тюбика [24].

Загусники створюють галеву матрицю яка зв'язує всі компоненти зубної пасти, однак це може спричинити проблему поганого вивільнення даних інгредієнтів під час чищення зубів. Відповідно, склад зубної пасти має

характеризуватись чудовою властивістю вивільнення і збереження форми одночасно [25].

Тож існує проблема пов'язана зі швидкістю видалення активних інгредієнтів та ароматизаторів зі слизової оболонки шляхом ковтання, в результаті через брак часу їх корисна дія швидко втрачається.

У патенті [25] досліджено що швидкість диспергованості (здатність до вивільнення) пов'язана з структурою гелю та має великий вплив на доставку лікарських інгредієнтів. Тому важливим є використання мукоадгезивів в зубних пастах. Це підгрупа загусників, які завдяки функціональним групам, прилипають до ясен і зубів, таким чином подовжуючи час контактування активних компонентів з поверхнями ротової порожнини. Цей процес називають мукоадгезією – адгезія між слизовою оболонкою та полімерним матеріалом [26].

Ксантанова камедь, карагенан, карбоксиметилцелюлоза є відомими мукоадгезивами, які зв'язують формулу, утримують структуру продукту, контролюють вивільнення активних компонентів, подовжують час утримання пасти на слизових оболонках ротової порожнини, забезпечуючи більшу користь для користувачів, оскільки це потенційно означає, що активні інгредієнти можуть утримуватися в своїх активних центрах довше [26]. Це особливо важливо для лікувально-профілактичних зубних паст, які мають на меті зниження гіперчутливості зубів та сприяють їх ремінералізації.

Також загусники окрім фізичною стабільності (утримання частинок абразиву) можуть впливати і на хімічну стабільність пасти: запобігають розділенню фаз; захищають чутливі активні компоненти від гідролізу чи окислення; взаємодіють з продуктами напіврозпаду, леткими чи напівлеткими речовинами, зменшуючи їх рухливість і тим самим допомагаючи зберігати сенсорні властивості пасти протягом часу (дослідження даного питання допоможе контролювати хімічну стабільність, наприклад, ароматизаторів чи консервантів у присутності відповідних загусників). Всі ці характеристики також формують сенсорні профілі, наприклад, смак і текстуру пасти, відчуття під час

чищення і після використання. Вони мають великий вплив на сприйняття зубних паст споживачами.

Отже вибір відповідного загусника є важливим оскільки він може впливати на вимоги щодо реологічних і сенсорних характеристик, рівня біоадгезії тощо.

1.4 Характеристика досліджуваних загусників

Як згадувалось раніше, загальний інтерес до натуральних полімерів, з метою вирішення екологічних питань та сталого розвитку, зростає. Наприклад, серед великої кількості загусників виділяють полісахариди. Вони відомі своєю багатофункціональністю, що зумовлена їх хімічною структурою та дозволяє використовувати їх як загусники, текстурозатори та стабілізатори [23].

Перевагами їх використання є те що вони нетоксичні, біорозкладні, утворюють псевдопластичні гелі, стабілізують леткі та нерозчинні компоненти, сумісні з активними інгредієнтами продуктів догляду за ротовою порожниною.

Найпопулярнішими на даний час загусниками вважаються ксантан і На-КМЦ. Це доступні й ефективні полісахаридні полімери, що відрізняються походженням, механізмом дії та структурою. Їх дослідження дозволить оцінити переваги та обмеження їх використання під час виробництва зубних паст.

Ксантанова камедь – це гідрогелевий полісахарид отриманий шляхом ферментації аеробної бактерії *Xanthomonas campestris*, яку можна знайти на листі овочів родини Brassica, наприклад, на різних видах капусти, редису чи ріпаку [24].

Ксантан ($C_{35}H_{49}O_{29}$) або кукурудзяна цукрова камедь була відкрита у 1960-х роках та має вигляд гладкого порошку блідо-жовтого або білого кольору з молекулярною масою від $2 \cdot 10^6$ до $20 \cdot 10^6$ г/моль [27].

Це гетерополісахарид, що має складну хімічну структуру складається з β -1,4-d – глюкозного каркасу та трисахаридних бічних ланцюгів: однієї β -1,2 – глюкуронової кислоти та двох β -1,4 – манозних одиниць як можна побачити на рисунку 1.3 [28].

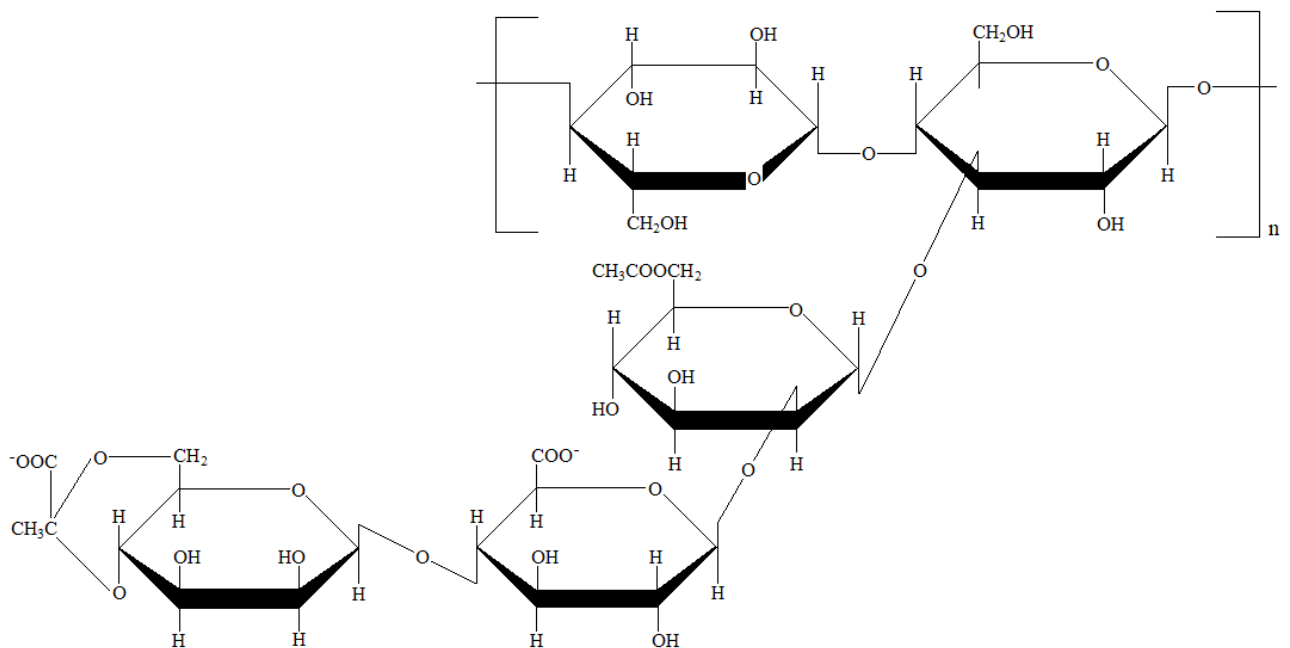


Рисунок 1.3 – Структурна формула ксантану

Ксантан має гідрофільну природу, відомий своїми зв'язуючими властивостями, завдяки великій молекулярній масі та здатності його гідроксильних і карбоксильних груп утворювати водневі зв'язки [28]. Його водні розчини мають псевдопластичну поведінку, що робить його популярним для використання в якості загусника чи стабілізатора в косметичній промисловості, фармацевтичних препаратах, харчових продуктах.

Ксантан є екзополісахаридом – це високомолекулярні вуглеводневі полімери, що покривають поверхню клітини захищаючи від інфекцій, адгезії, висихань [29].

Ксантанова камедь утворює гелі шляхом хімічного або фізичного механізму зшивання, має високу термостабільність, завдяки дисоціації полімеру, вивільненню електролітів у розчині води, розчинна як в гарячій так і холодній воді [28]. Вона нетоксична, немає смаку та запаху, біорозкладна, має гарну біосумісність, стабільна в лужному чи кислому середовищах та утворює високов'язкі гелі навіть при низьких концентраціях.

Na-КМЦ – аніонний, напівсинтетичний полімер, має вигляд порошку білого кольору та немає запаху. Його отримують шляхом обробки натрієм монохлорацетатом очищеної лужної целюлози [30].

Вперше Na-КМЦ було синтезовано у 1918 році. Його екстрагували, в основному з деревини, хоча з часом було досліджено та представлено різні альтернативні целюлозовмісні матеріали, наприклад, кукурудза (качани, лущиння, стебла), жом цукрової тростини, текстильні відходи, макулатура [31]. Хімічна структура Na-КМЦ складається з залишків глюкозних ланцюгів так само як у целюлози єдина відмінність полягає в тому що деякі карбоксометильні групи (CH_2COOH) заміщуються натрієм ($\text{CH}_2\text{COO-Na}^+$), що робить даний полімер водорозчинним (рисунок 1.4 [31]).

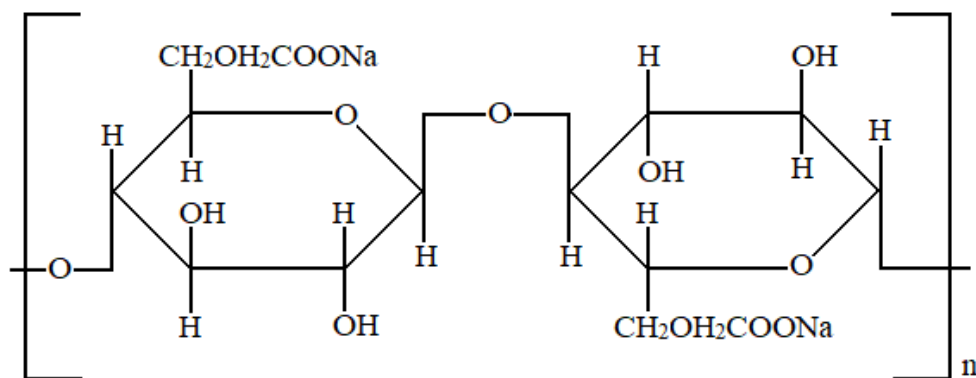


Рисунок 1.4 – Структурна формула Na-КМЦ

Завдяки великій різноманітності сировини, простому та дешевому способу синтезу, регульованій гідрофільності та в'язкості й міцності, її широко застосовують в різних сферах: фармацевтичній, харчовій, косметичній, будівельній, текстильній і т. п., в якості загусника, емульгатора чи стабілізатора.

Na-КМЦ також розчинна як у холодній та гарячій воді. Водні розчини є псевдопластичними та в залежності від ступеня заміщення і молекулярної маси можуть бути високої, низької чи середньої в'язкості.

Вона має високі показники біосумісність, стабільності, немає смаку та запаху, фізіологічно інертна, чутлива до температур та pH [31].

Na-КМЦ та ксантан в зубних пастах використовуються в якості загусників, що покращують в'язкість і текстуру паст, стабілізують та забезпечують рівномірний розподіл компонентів, контролюють текучість пасти, утримують воду запобігаючи висиханню, рівномірно розподіляють абразив.

Можливе також використання обох загусників, їх комбінація дозволить оптимізувати реологічні властивості пасти, підвищити споживчі характеристики та знизити собівартість.

В таблиці 1.4 наведено порівняння даних загусників їх переваги, обмеження.

Таблиця 1.4 – Порівняння характеристик обох загусників

Показник	Загусник	
	Ксантан	Na-КМЦ
Стійкість до рН; - температур; - іонів;	від 2 до 14; Більш стійкий до температур: від 0 до 80 °С; Стійкий до дії іонів.	рН від 4 до 10; Менш стійка – до 60 °С; Чутлива до багатовалентних іонів.
Реологія	Висока в'язкість розчинів	Залежить від молекулярної маси
Ціна	Вища вартість	Низька вартість
Переваги	Ефективний навіть в малих кількостях	Можливість регулювати властивості
Обмеження	При великих концентраціях утворює гумові, слизькі текстури	Чутлива до багатовалентних катіонів; схильна до мікробного розкладання

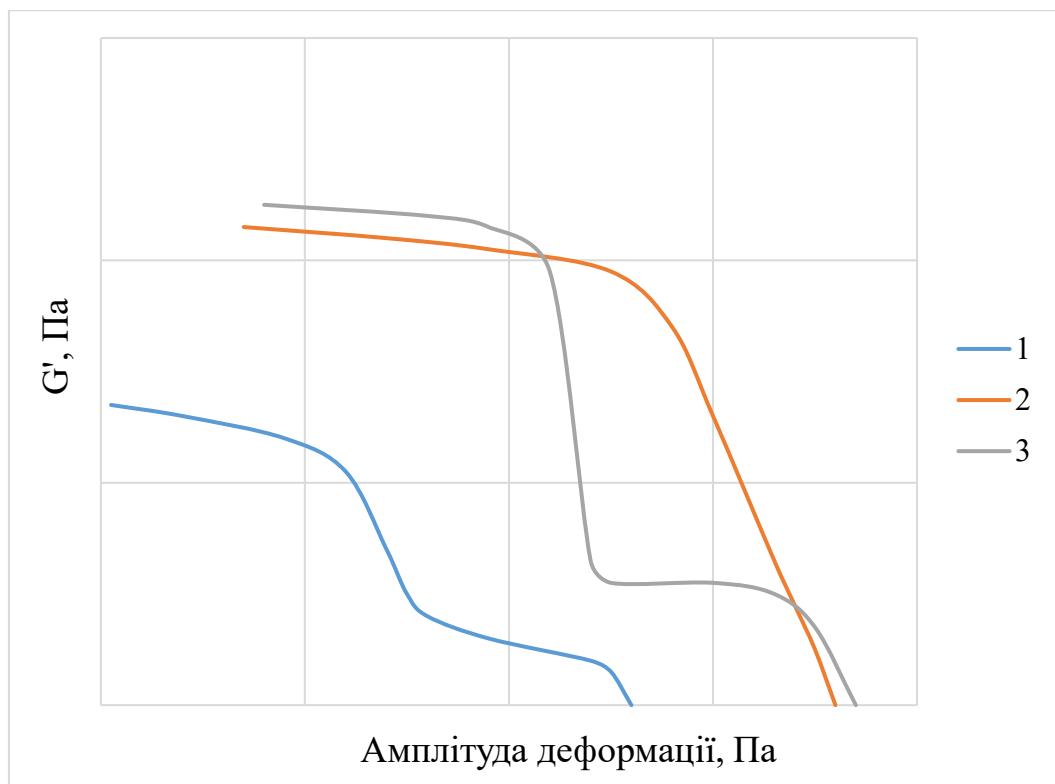
В'язкість зубної пасти в середньому може становити від 30 000 до 100 000 мПа·с [25], дана характеристика може впливати на вивільнення активних

компонентів та відчуття під час використання пасти (сенсорні властивості) про які згадувалось раніше.

Однією з важливих функцій загусників є створення стабільної системи, тобто він має бути сполучним агентом який запобігатиме розшаруванню пасти, седиментації твердих компонентів (абразиву).

Багато зубних паст є дисперсіями діоксиду кремнію з загусниками які їх стабілізують, з часом вони можуть втратити свою в'язкість, у статті [32] розглянуто як на це впливатимуть Na-КМЦ та ксантан.

Для дослідження зміни структури дисперсії протягом часу її піддають механічним навантаженням (амплітуда деформації). Модуль накопичення (G') характеризує еластичність пасти рисунок 1.5 [32].



1 – дисперсія діоксиду кремнію; 2 – діоксид кремнію з ксантаном; 3 – діоксид кремнію з Na-КМЦ

Рисунок 1.5 – Графік залежності модуля накопичення від амплітуди деформації

Зі збільшенням амплітуди деформації спочатку відбувається руйнування дисперсії діоксиду кремнію, пізніше – розпад агрегатів. Це явище називається двоступеневою текучістю та є досить поширеним для зубних паст [32].

Додавання ксантану приводить до зближення точок текучості, тобто стрижеподібні молекули загусника, через водневі зв'язки, взаємодіють з поверхнею частинок діоксиду кремнію, з'єднують їх утворюючи стабільну, однорідну систему. А Na-КМЦ хоч і загущує дисперсію, однак не усуває проблему двоступеневої текучості, ймовірно через те що вона формує мережу в рідкій фазі, не об'єднуючи частинки, тобто вони залишаються двома окремими структурами [32].

Незважаючи на функціональну схожість даних загусників вони потребують різних технологічних режимів (швидкість гідратації, змішування) при виробництві паст.

У таблиці 1.5 наведено характерні параметри в залежності від вибору загусника.

Таблиця 1.5 – Параметри виробництва пасти з різними загусниками

Параметр	Загусник	
	Ксантан	Na-КМЦ
Температура	Стійкий; Гідратація: від 20 до 25 °С	Менш стійка; Гідратація: від 30 до 40 °С
Швидкість перемішування	Висока; швидко зв'язує систему	Середня; в'язкість збільшується поступово
Гідратація	Від 30 до 50 хв Гідратується поступово; при швидкому введенні, утворює грудки	Від 10 до 30 хв Швидко розчиняється; гідратується більш рівномірно
Деаерація	Може затримувати повітря; потребує деаерації	Менш схильний до піноутворення

Інтенсивне перемішування ксантану забезпечує рівномірність розподілу компонентів по системі, однак може негативно впливати на її молекулярну структуру, зменшуючи в'язкість. Na-КМЦ потребує помірного перемішування, щоб запобігти неповному розчиненню.

Гідратацію ксантану можна проводити за кімнатної температури. Він є більш стійким до впливу температур, в'язкість знижується при нагріві від 70 °С. Na-КМЦ більш чутлива до впливу температур (в'язкість знижується від 50 °С), тому потребує ретельного контролю.

Після гідратації ксантан швидко зв'язує систему, створюючи міцну, стабільну мережу без розшарувань. Гідратація Na-КМЦ відбувається швидше, однак утворює менш міцну мережу, схильну до синерезису.

2 ОБ'ЄКТИ ТА МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ

2.1 Матеріали та обладнання

Об'єктами дослідження даної роботи є виготовлені в лабораторних умовах зразки зубних паст з ксантаном і Na-КМЦ, з метою вивчення впливу даних загусників на фізико-хімічні властивості паст. Під час виготовлення зразків використовували стандартні компоненти, які супроводжувались сертифікатами якості та відповідають оригінальним сертифікатам виробника ТОВ «Хімлаборреактив» (Україна).

Натрій фторид – активний компонент, сіль фториду найпоширеніша форма фтору що використовують в зубних пастах, відома своєю біодоступністю, високою реакційною здатністю фторид-іонів. Робить зуби стійкими до дії кислот вироблених бактеріями, зміцнює емаль.

При високих концентраціях може спричинити флюороз зубів у дітей віком до 6 років, тому сучасна література рекомендує використовувати 0,243 % від загального об'єму пасти, що в перерахунку на фтор становить 0,110 % або 1100 ppm, як оптимальний рівень для ефективного захисту від карієсу в зубних пастах для дорослих. Відповідно до Технічного регламенту на косметичну продукцію вміст фтору не повинен перевищувати 0,15 % (розраховано для F⁻).

Сертифікат якості NaF наведений в таблиці 2.1.

Таблиця 2.1 – Сертифікат якості натрій фториду

Показник	Норма	Результат аналізу
Масова частка основної речовини, %	99,0	99,1
Нерозчинність у воді речовини	0,02	0,01
Кислотність (перерахунок на HF)	0,03	0,02
Лужність (перерахунок на Na ₂ CO ₃)	0,1	0,1
Свинець, мідь, марганець	0,001	0,001

Надзвичайно важливим є поєднання фториду з сумісним абразивом, наприклад, кремзем який при взаємодії з ним не утворює нерозчинних солей.

Діоксид кремнію відомий своїми стабільними хімічними та фізичними властивостями, хорошою очищувальною здатністю, адаптивністю до інших компонентів, безпечний для навколишнього середовища. Показники якості діоксиду кремнію представлені в таблиці 2.2.

Таблиця 2.2 – Сертифікат якості кремній діоксид

Показник	Норма	Результати
Питома площа поверхні, м ² /г	Від 100 до 130	125
В сухому продукті, %	≥ 97	97,5
Втрата при прожарюванні, %	≤ 7,0	4,3
10 % - го водного розчину	Від 6,0 до 7,5	7,0
Поглинальна здатність, см ³ /100 г	Від 200 до 300	244

Вміст важких металів (мідь, залізо, марганець) відповідає нормі.

Сорбіт – це цукровий спирт, що широко використовуються в різних сферах, відомий своїми пом'якшувальними та зволожуючими властивостями. Має вигляд білого порошку, розчинний у воді, отримується з глюкози, яка міститься в ягодах, фруктах, пшениці тощо. Сертифікат якості сорбіту наведений в таблиці 2.3.

Таблиця 2.3 – Сертифікат якості сорбіту

Показник	Норматив	Результати
Вміст сорбіту, %	≥ 97,0	99,54
Вологість, %	≤ 1,0	0,15
Загальний цукор, %	≤ 8	0,03
50 % - го розчину	Від 5,0 до 7,0	6,5
Залишок після прожарювання, %	≤ 0,1	Відповідає

Вміст важких металів відповідає нормі.

Гліцерин – трьохатомний спирт, який широко використовується в косметичній та фармацевтичній сферах. Його отримують з ефірних олій та жирів. Має зволожуючі та протимікробні властивості. Показники якості гліцерину представлені в таблиці 2.4.

Таблиця 2.4 – Сертифікат якості гліцерину

Показник	Норматив	Результати
Вміст гліцерину, %	$\leq 98,0$	99,92
Густина, г/см ³	Від 1,258 до 1,268	1,264
Вода, %	$\leq 0,5$	0,06
Важкі метали, ppm	$\leq 0,1$	0,1

Натрій карбоксиметилцелюлоза – похідна целюлози, яка використовується як загусник, стабілізатор, емульгатор. Сертифікат якості наведений в таблиці 2.8.

Таблиця 2.8 – Сертифікат якості Na-КМЦ

Показник	Норматив	Випробування
В'язкість 1 % (холд. розч.) при 25 °С, cps	Від 7000 до 8000	7930
Ступінь заміщення	Від 0,65 до 0,85	0,82
Вологість, %	≥ 10	5,7
pH	Від 6,5 до 8,5	7,1

Наступні компоненти (ПАР, ксантан) супроводжувались сертифікатами від виробників.

Кокамідопропілбетаїн – амфотерна ПАР, отримана з кокосової олії та бетаїну. Напівв'язка, неоднорідна, блідо-жовта рідина, відома як м'яка ПАР, що стабілізує піну.

ПАР супроводжувалась сертифікатом від виробника «ЕОС Group» (Бельгія) таблиця 2.5.

Таблиця 2.5 – Сертифікат якості кокамідопропілбетаїну

Показник	Норматив	Результати
Вміст твердих речовин, %	Від 44 до 48	44,2
pH	Від 4,5 до 5,5	4,9
Хлорид натрію, %	Від 5,8 до 7,3	6,4

Ксантанова камедь – дволанцюговий полісахарид, отриманий шляхом ферментації. Широко використовується як загусник або модифікатор в'язкості зубних паст. Компонент ксантан супроводжувався сертифікатом від виробника «BASF» (Німеччина), таблиця 2.7.

Таблиця 2.7 – Сертифікат якості ксантану

Показник	Норматив	Випробування
В'язкість, мПа·с	Від 1300 до 1700	1495
Прозорість, %	≤ 85	96
Втрата ваги при висушуванні, %	≥ 12	8,7
pH, 1 % -го розчину	Від 6,0 до 8,0	7,4

В якості консерванту було використано розчин калій сорбату з бензоатом натрію. Він ефективний в аніонних, катіонних та неіоногенних середовищах. Сумісний з усіма ПАР і більшістю косметичних компонентів. Повністю розчинний у воді, сорбітолі, гліцерині; не підходить для безводних систем.

Ароматизатор – ефірна олія м'яти, яка сприяє зняттю запальних процесів ясен, нейтралізує неприємний подих та покращує смак самої пасти.

Тож, підтверджена якість вихідної сировини дозволяє зосередити дослідження на ключовому аспекті – визначенні ролі та ефективності

полісахаридних загусників у формуванні фізико-хімічних та споживчих властивостей зубних паст.

Під час виготовлення та дослідження лабораторних зразків використовувалось наступне обладнання та прилади:

- Мірний посуд: скляні стакани (термостійкі для підігріву води), циліндри, шпателі, скляні палички для перемішування, пробірки, бюкси.

- Технічні ваги (точністю до 0,001 г) – точний прилад, який використовувався при зважування компонентів для виготовлення зразків відповідно до рецептури, контролю вологовмісту.

- Магнітна мішалка – пристрій який за допомогою обертового магнітного поля змушує обертатись магнітний стрижень занурений в розчин, тим самим перемішуючи його. Чудово підходить для роботи з скляним посудом, адже він не впливає на магнітне поле.

Параметри: швидкість обертання від 100 до 2000 об/хв; максимальний об'єм перемішування до 3 л; можливість підігріву.

Використовувалась для перемішування інгредієнтів до досягнення однорідної пастоподібної структури без грудок.

- Для контролю кислотно-лужного показника дослідних зразків було використано рН-метр – прилад для вимірювання електрорушійної сили між скляним електродом і електродом порівняння, яка пропорційна активності іонів водню. Діапазон значень рН від 0 до 14, точність вимірювання $\pm 0,01$ рН.

- Аналітичні ваги AS-220/C з рідкокристалічним дисплеєм використовувались для точного визначення маси речовин, матеріалів в лабораторних умовах.

Вони мають скляну вітрину, що захищає від можливих вітряних потоків, автоматичний процес калібрування, можливість обнулення під час зважування.

- GCMS-QP2020 EI Shimadzu – газовий хромато-мас-спектрометр з електронною іонізацією, прилад що використовують для кількісного та якісного аналізу органічних сполук. Він поєднує хроматографічну систему з чутливим квадрупольним мас-аналізатором.

Конфігурація приладу: капілярна колонка – Rxi-5ms її довжина становить 30 м, діаметр – 0,25 мм, фаза – 0,25 мкм, постійний потік – 1,5 мл/хв, газ-носій – гелій; системи інжектора – автоінжектор АОС20і, температура випарника – 250 °С; детектора – мас-селективного, для точного вимірювання інтенсивності піків, температура інтерфейсу – 280 °С, тип іонізації – електронний удар, енергія іонізації становить 70 еВ, температура іонного джерела – 230 °С; температура квадруполя – 150 °С.

Використовувався для дослідження впливу загусників на вивільнення летких та напівлетких речовин в зубних пастах.

- Elvax Pro – це високоточний рентгенофлуоресцентний спектрометр, який розроблений для виявлення широко діапазону елементів від Na до U.

Робота з приладом: спочатку відбувається підготовка дослідних зразків, після чого їх поміщають у камеру спектрометра і програмне забезпечення Elvax Pro ідентифікує піки отриманого спектра і визначає концентрацію елементів.

Для отримання спектрів важких і легких елементів застосовували налаштування для звичайних і легких задач, параметри наведені в таблиці 2.9. Для виконання легких задач, робочу камеру продували гелієм.

Таблиця 2.9 – Параметри випромінювача спектрометра

Напруга і фільтри			Струм і стабілізація завантажень		
Параметри	Задача		Параметри	Задача	
	Звичайна	Легка		Звичайна	Легка
Напруга, кВ	45	10	Струм трубки, мкА	270	25
Фільтр, мкм	Ni, 300+ Al, 300	Без фільтра	Стабілізація, імп/с	99000	235000

Під час виконання роботи використовувався з метою якісного і кількісного елементного аналізу зразки зубної пасти.

- Сушильна шафа – прилад, що забезпечує стабільну температуру, відповідно до заданих параметрів. Вона складається з корпусу, робочої камери, підставки та полицок. Зверху корпусу є отвір для встановлення термометра.

Діапазон температур від 50 до 300 °С, циркуляція повітря забезпечує рівномірне висушування.

Використовується для дослідження здатності загусників утримувати воду в системі. Вміст вологи в зубній пасті впливатиме на її консистенцію та термін зберігання.

- Центрифуга – прилад, який під дією відцентрованих сил, що виникають під час швидкого обертання, відділяє завислі в рідині тверді частинки.

Зазвичай вона має від 4 до 20 гнізд в які симетрично одна проти одної встановлюють пробірки з суспензіями.

Швидкість обертання в основному від 1000 до 15000 об/хв; можливий об'єм пробірок від 1,5 до 50 мл.

Під час дослідження застосовувалась для оцінки впливу загусників на стійкість структури пасти, утримання абразиву.

Для контролю температур застосовувався рідинний термометр.

Використання даних приладів та обладнання під час проведення дослідження дозволило отримати достовірні результати фізико-хімічних показників зразків паст; здійснювати контроль процесів при виготовленні дослідних зразків; оцінити вплив полісахаридних загусників (ксантан і Na-КМЦ) на властивості зубних паст.

Важливим етапом проведення дослідження і виготовлення зразків є належна підготовка обладнання. Калібрування приладів, дотримання умов їх експлуатації, очищення робочих поверхонь і контролю лабораторних умов: температури, тиску, вологості.

Це забезпечить достовірність отриманих результатів вимірювань та мінімізацію похибок.

2.2 Методи дослідження зразків

Для дослідження лабораторних зразків пасти з різниці загусниками та визначення їх впливу на фізико-хімічні властивості паст було використано наступні методи:

ГХ-МС – це аналітичний метод розділення компонентів суміші, за допомогою газового хроматографа та їх ідентифікації – мас-спектрофотометром.

Принцип роботи даного методу дослідження: спочатку в газовий хроматограф поміщається досліджувана речовина, яка там випаровується і переноситься інертним газом (гелієм) в капілярну колонку. Розділені (леткі) сполуки взаємодіють зі стаціонарною фазою та виходять з колонки. Різні речовини виходять у різний час, це називають часом утримання.

Далі вони потрапляють у мас-спектрометр де молекули іонізуються електронним ударом. Аналізатор (квадруполь) розділяє дані фрагменти на іони по відношенню їх маси до заряду, а детектор фіксує ці іони створюючи мас-спектр для кожної сполуки.

Аналіз масхроматограм проводили за допомогою програмного забезпечення GCMSsolution, із використанням баз даних мас-спектрів NIST 2014, NIST 2017, SWDRUG 3.6 та програмного забезпечення NIST MS Search Program з використанням баз даних мас-спектрів CaymanSpectralLibrary_v10192019, dd2015.

Даний метод використовують не для визначення самих загусників, а дослідження їх впливу на фізико-хімічні та сенсорні властивості, зокрема на хімічну стабільність зубних паст, шляхом відстеження летких сполук.

Загусники будуть впливати на інтенсивність і стабільність летких компонентів. Створена ними гелева мережа регулює розкладання, утримання і вивільнення летких речовин.

РФС – аналітичний метод, що використовують при дослідженні якісного та кількісного аналізу речовин. Він забезпечує швидкий аналіз з широким діапазоном елементів.

Даний метод визначає концентрацію елементів в діапазоні від 0,0001 % до 100 % у різних речовинах [33].

Суть методу: на досліджувану речовину спрямовується первинний рентгенівський промінь який викидає електрони з внутрішньої оболонки, куди потрапляють зовнішні електрони, заповнюючи прогалини та вивільняють флуоресцентні рентгенівські промені. Вони є унікальними для кожного елемента, вимірюючи їх енергію можна ідентифікувати елемент, а за інтенсивністю можна визначати їх концентрацію.

Результати аналізу РФС застосовувались для дослідження взаємодії неорганічних речовин з загусниками, їх вплив на стабільність і однорідність розподілу абразивних частинок.

Обробка результатів дослідження відбувалася з використанням спеціалізованого програмного забезпечення, яке поставляється разом зі спектрометром.

Піноутворення – оцінка здатності пасти пінитися. ПАР в зубних пастах відповідають за очищувальні та споживчі характеристики. Однак загусники впливають на реологічні властивості пасти, пригнічуючи або збільшуючи ефективність роботи ПАР. Даний тест покаже як різні загусники впливають на стабільність піни, їх сумісність з ПАР.

Спочатку визначають пінне число V_1 (мл), вимірюючи стовп піни після хвилиного струшування.

Стійкість піни (Y) вимірюють через 5 хвилину після визначення пінного числа, розраховують за формулою (2.1) [34]:

$$Y = \frac{V_2}{V_1}, \quad (2.1)$$

де V_1 – початковий об'єм піни, мл;

V_2 – об'єм піни через 5 хвилин, мл.

Гравіметрія – метод кількісного аналізу, який ґрунтується на визначенні маси досліджуваної суміші. Застосовувався при визначенні кількості води в зубній пасти. Вміст вологи може впливати на її термін зберігання, консистенцію та мікробіологічну стабільність.

Даний тест проводився для дослідження ефективності утримання води загусниками. Значення вологовмісту від 20 до 45 %, в залежності від типу пасти, вважається нормою, його розраховують за формулою (2.2) [34]:

$$W = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \%, \quad (2.2)$$

де m_1 – маса бюкса з піском;

m_2 – маса бюкса з піском та пастою до висушування;

m_3 – маса бюкса з піском та пастою після висушування.

Ще одним гравіметричним методом який використовувався є визначення густини пасти, шляхом точного вимірювання маси пасти в певному об'ємі.

Густину розраховують за формулою (2.3):

$$\rho = \frac{m}{V}, \quad (2.3)$$

де m – маса пасти, г;

V – об'єм пасти, см³.

Густина пасти є важливим фізико-хімічним параметром, що впливає на ефективність і якість продукту. Результати вимірювання якої використовують для дослідження впливу загусників на в'язкість і текстуру паст.

Центрифугування – метод дослідження, який шляхом обертання зразків на великій швидкості розділяє частинки (використовуючи їх відмінності: густину, розмір, масу) під дією відцентрованих сил.

Він може створити імітацію довготривалого зберігання, покаже наскільки структура пасти є стабільної. Проводять для перевірки утримуючої здатності загусників води та абразиву, слабка не стабільна система буде швидко розшаруватися під дією відцентрованих сил.

Як згадувалося раніше загусники безсумнівно впливають на рівномірний розподіл частинок абразиву в зубній пасті. Оцінку однорідності пасти проводять за допомогою тесту на розподільність який характеризує баланс між густиною та легкістю нанесення. Загусники які формують в'язкість впливають на розподіл пасти на щітці та ротовій порожнині.

Іонометрія – електрохімічний метод, який ґрунтується на визначенні концентрацій іонів в розчині іоноселективними електродами. Використовувався при визначенні показника рН зразків.

Загусники всередині паст можуть впливати на буферні властивості системи, які є важливими для сумісності, наприклад, з активними компонентами.

Органолептична оцінка зразків (колір, запах, консистенція). Загусники формують структуру пасти, тому її перевіряють на гладкість, наявність грудочок, однорідність, комфорт під час чищення.

Дані методи дозволять надати загальну оцінку впливу загусників на властивості паст: стабільність, консистенція, споживчі характеристики.

Отримані дані були оброблені методами математичної статистики, зокрема узагальнення даних (визначення середніх значень, зведені діаграми), за допомогою програмного забезпечення MS Excel.

3 ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ ДОСЛІДЖЕННЯ

Дана частина кваліфікаційної роботи спрямована на практичне підтвердження теоретичних положень щодо ролі полісахаридних загусників у формуванні фізико-хімічних властивостей зубних паст. Адже реологічні характеристики, стабільність рецептури та поведінка пасти під час використання визначатимуть її якість.

Для досягнення поставленої мети було розроблено модельні зразки зубних паст із полісахаридними загусниками: Na-КМЦ і ксантаном.

Загальна рецептура (таблиця 3.1) та методика виготовлення дослідних зразків однаково змінним є лише досліджувані загусники.

Таблиця 3.1 – Рецептура виготовлених зразків пасти

Компонент	Функція	Вміст, г
Ксантан / Na-КМЦ	Загусник	1
Діоксид кремнію	Абразив	20
Сорбітол 70 %	Зволожувач	35
Гліцерин	Зволожувач	5
Кокамідопропілбетаїн	ПАР	2
Натрій фторид	Активний компонент	0,24
Ефірна олія м'яти	Ароматизатор	1
Розчин калій сорбату та натрій бензоату	Консервант	0,5
Вода	Розчинник	35,26

Методика виготовлення дослідних зразків зубної пасти масою 100 г:

1. Підготовка обладнання та сировини (зважування).
2. Спочатку було приготовано 70 % - вий розчин сорбітолу. Відповідно до рецептури для отримання 35 г розчину у скляний стакан додавали 24,5 г

порошку сорбіту та 10,5 г дистильованої води попередньо підігрітої до температури 40 °С, отриманий розчин перемішували однорідності і залишали вистигати до температури від 25 до 20 °С.

3. Тим часом готували гелеву основу: 1 г загусника (Na-КМЦ чи ксантану) розчиняли в 5 грамах гліцерину.

4. До отриманого розчину сорбітолу, кімнатної температури, додавали 17 г води та гелеву систему, перемішували за допомогою магнітної мішалки, на середніх обертах, протягом 20 хвилин до повного розчинення усіх складових.

5. У 10 грамах дистильованої води розчиняли 0,24 г NaF та вводили в отриману гідратовану основу при помірному перемішуванні, для забезпечення стабільності фторидної фази.

6. Щоб уникнути спінювання оберти мішалки зменшували, після чого додавали 2 г ПАР, тобто 4,44 г 45 % -го розчину кокамідопропілбетаїну.

7. В отриману суміш поступово, невеликими порціями, з метою рівномірного розподілу частинок та запобіганню утворення грудок, було додано 20 г діоксиду кремнію. Утворену суміш перемішували до отримання однорідної структури.

8. В кінці було додано 0,5 г консерванту та 1 г ароматизатора. Отриману пасту перемішували протягом 10 хвилин до досягнення однорідності.

За потреби додавали залишки води та проводили контроль рН.

Отриману пасту залишали для стабілізації структури від 24 до 48 годин та досліджували описаними раніше методами.

3.1 Газова хроматографія з мас-спектроскопічним детектуванням

Готові зразки паст перевіряли на леткі речовини за допомогою ГХ-МС.

Для проведення дослідження відбирали 0,2 г зубної пасти, заливали 2 см³ розчинника метанолу. Екстрагували розчинні сполуки протягом 3 годин, отриманий розчин фільтрували та досліджували методом газової хроматографії з мас-селективним детектуванням.

Експеримент проводили в двох температурних режимах роботи термостата хроматографа з різними коефіцієнтами поділу потоку та об'ємом проби:

1) Початкова температура 120 °С, збільшення температури до 300 °С протягом 18 хвилин та витримка 300 °С протягом 12 хвилин. Об'єм проби 1 мкл, коефіцієнт поділу потоку 50.

Отримані хроматограми для зразків паст з ксантаном та Na-КМЦ зображено на рисунках 3.1, 3.2.

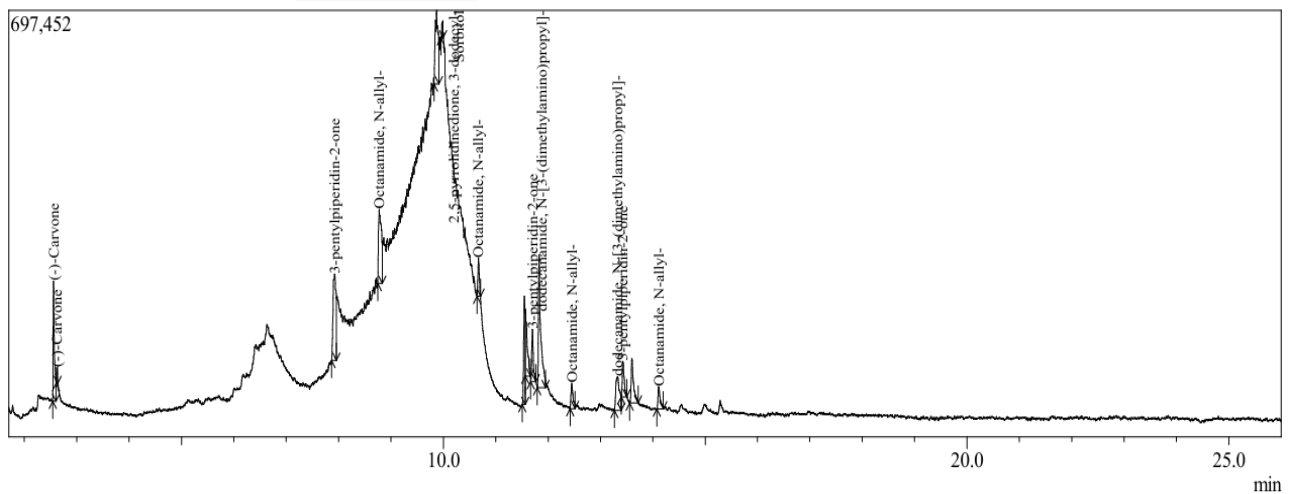


Рисунок 3.1 – Хроматограма пасти з ксантаном (режим 1)

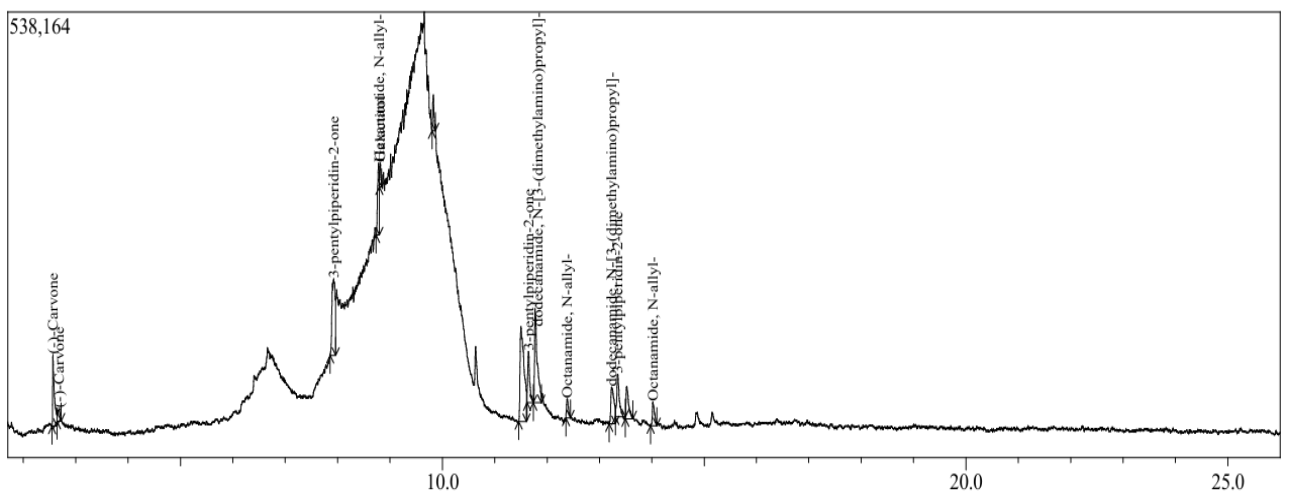


Рисунок 3.2 – Хроматограма пасти з Na-КМЦ (режим 1)

Карвон присутній в обох зразках. Зразок з Na-КМЦ показує два піки карвону, сума площі яких становить 8,83 %, тоді як паста з ксантаном – 8,49 %.

Незначне підвищенням для Na-КМЦ відповідає його властивості сильніше зв'язувати воду та щільнішій мережі.

Обидва зразки містять довголанцюгові амідні та амідноаміні сполук, які можуть впливати на сенсорні відчуття та піноутворення:

- додеканамід, N-[3-(диметиламіно)пропіл]: зразок з Na-КМЦ містить значно більше даної сполуки, приблизно 29 %, порівняно з 14 % з ксантаном;
- октанамід, N-аліл: більш помітний у зразку з ксантаном загалом близько 18,6 %, тоді як для Na-КМЦ він незначний.

3-пентилпіперидин-2-он зустрічається неодноразово в обох зразках, з вищим вмістом в зразку з Na-КМЦ (26,4 %) порівняно з 20,6 % в пасти з ксантаном.

Для порівняння проведено також аналіз пасти з мас-маркету, зокрема було досліджено зубну пасту Elmex (загусник пасти гідроксиетилцелюлоза – неіонний полімер, тоді як ксантан і Na-КМЦ є аніонними) рисунок 3.3.

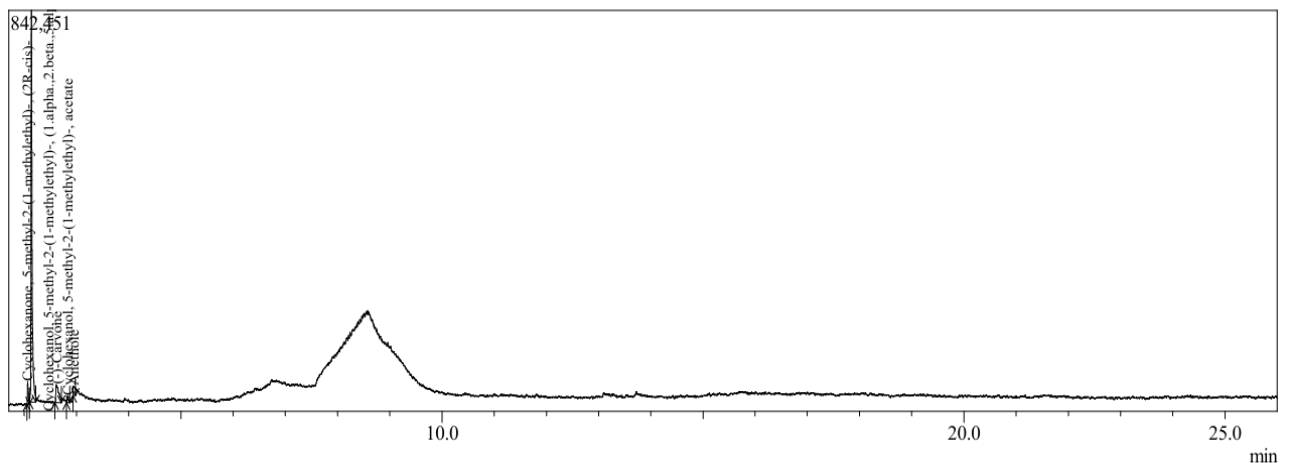


Рисунок 3.3 – Хроматограма пасти Elmex (режим 1)

Основними речовинами в комерційна пасти є циклогексанол, 5-метил-2-(1-метилетил)- близько 83 % та каврон – 10 %, які є типовими для м'ятних паст. Відсутність, наприклад, амідів скоріш за все пов'язана з контролем і меншою схильністю до вивільнення напівлетких речовин неіоногенною матрицею.

Загальні таблиці для наведених графіків в першому режимі наведені в Додатку Б (таблиці Б.1 – Б.3).

2) Початкова температура 60 °С витримується 2 хвилини, збільшення температури до 300 °С протягом 16 хвилин та витримка 300 °С протягом 12 хвилин. Об'єм проби 2 мкл, коефіцієнт поділу потоку 5.

Режим 2 є більш чутливим та краще підходить для порівняння впливу загусників, нижче наведено таблиці 3.2 – 3.4 з основними леткими компонентами що виділились.

Хроматограми для розроблених зразків та пасти Elmex можна побачити на рисунках 3.4 – 3.6.

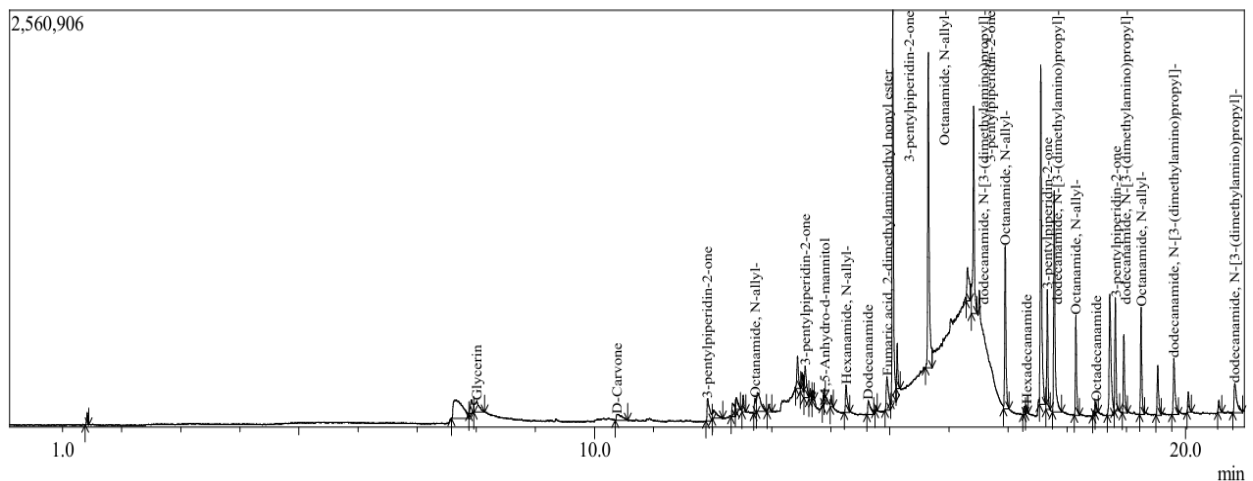


Рисунок 3.4 – Хроматограма пасти з ксантаном (режим 2)

Таблиця 3.2 – Основні леткі компоненти в другому режимі зразка з ксантаном

Площа, %	Сполука
0,73	Карвон
26	3-пентилпіперидин-2-он
21,21	Октанамід, N-аліл
21,43	Додеканамід, N,N-диметил

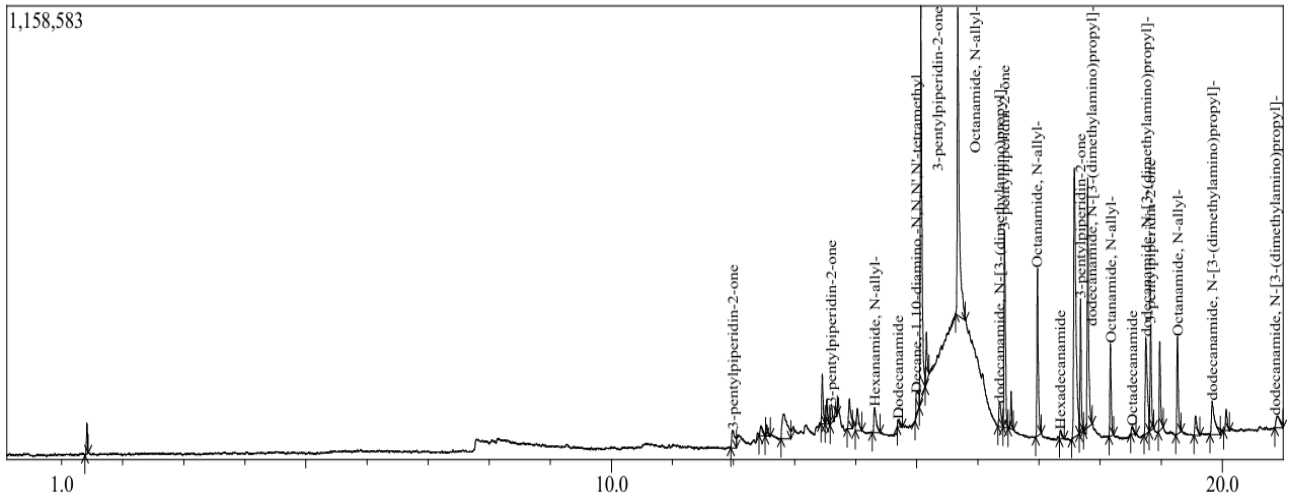


Рисунок 3.5 – Хроматограма пасти з Na-КМЦ (режим 2)

Таблиця 3.3 – Основні леткі компоненти в другому режимі зразка з Na-КМЦ

Площа, %	Сполука
28,37	3-пентилпіперидин-2-он
1,29	Гексанамід, N-аліл-
21,94	Додеканамід, N-[3-(диметиламіно)пропіл]
23,22	Октанамід, N-аліл-

В обох пастах присутні довголанцюгові аміді (гексадеканамід, октадеканамід, додеканамід).

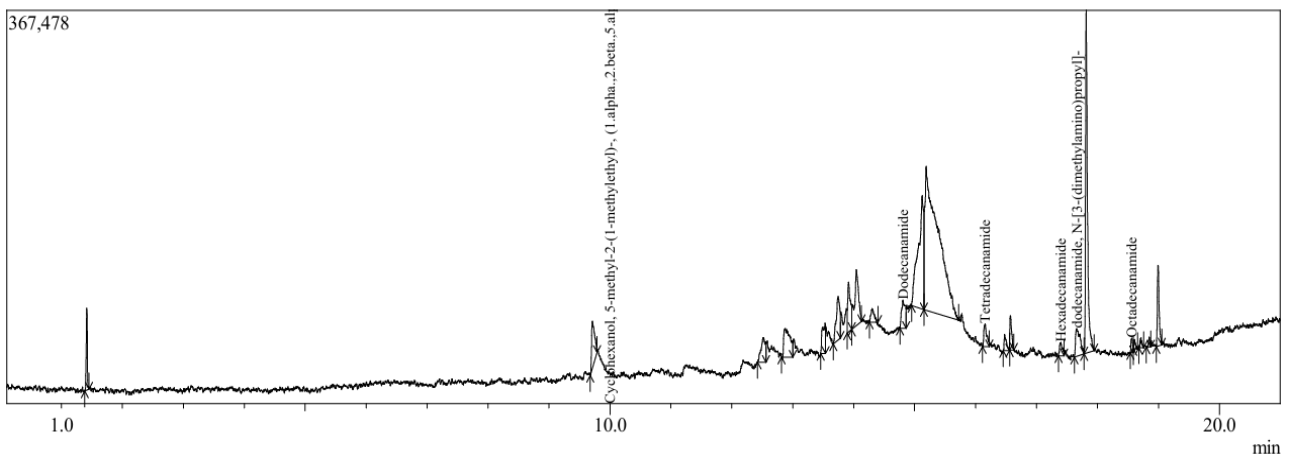


Рисунок 3.6 – Хроматограма пасти Elmex (режим 2)

Таблиця 3.4 – Леткі компоненти в другому режимі порівняльного зразка пасти

Площа, %	Сполука
2,78	Циклогексанол, 5-метил-2-(1-метилетил)
2,09	Додеканамід
1,33	Тетрадеканамід
0,76	Гексадеканамід
2,53	Додеканамід, N-[3-(диметилоамін)пропіл]
0,51	Октадеканамід

Збільшення показників вмісту летких компонентів (3-пентилпіперидин-2-он, додеканамід, октанамід, N-аліл-) в другому режимі для розроблених паст підтверджує вивільнення напівлетких речовин.

Також результати ГХ-МС в другому режимі показали наявність амідів і в комерційній пасті.

Отже, Na-КМЦ частково утримує ароматичні сполуки, може знижувати стабільність при зберіганні, створює відчуття гелю, помірну гладкість і слабе маскування смаку. Менш ефективна у стабілізації летких речовин.

Пасти з ксантаном мають високу в'язкість, він утримує леткі речовини, але може пригнічувати аромат. Створює в'язке відчуття, сильне маскування смаку. Тому підійде для паст з нейтральним або слабким ароматом.

3.2 Ренгенофлуоресцентна спектроскопія

За допомогою методу ренгенофлуоресцентної спектроскопії було визначено елементний склад паст.

Результати дослідження пасти з ксантаном, за допомогою РФС подані на рисунках 3.7 і 3.8, узагальнені дані наведені в таблиці 3.5.

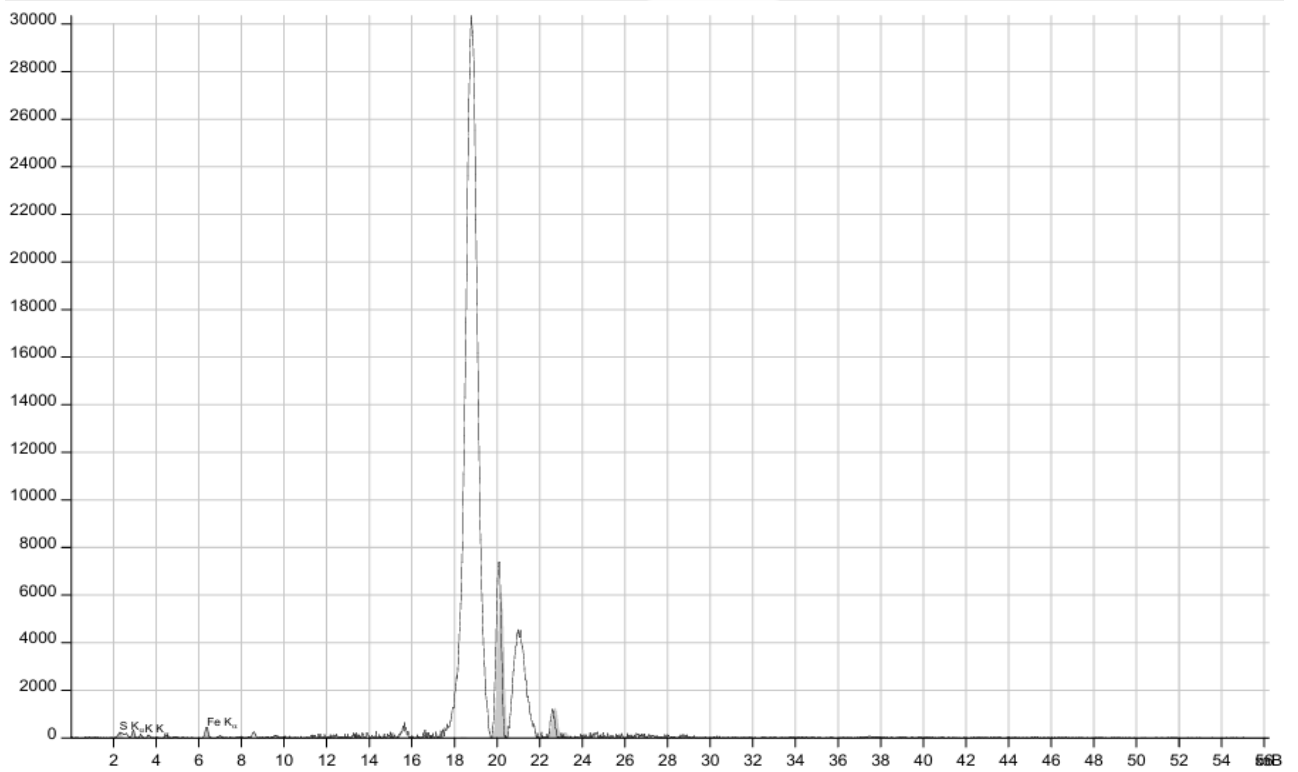


Рисунок 3.7 – РФА-спектр пасти з ксантаном (важкі)

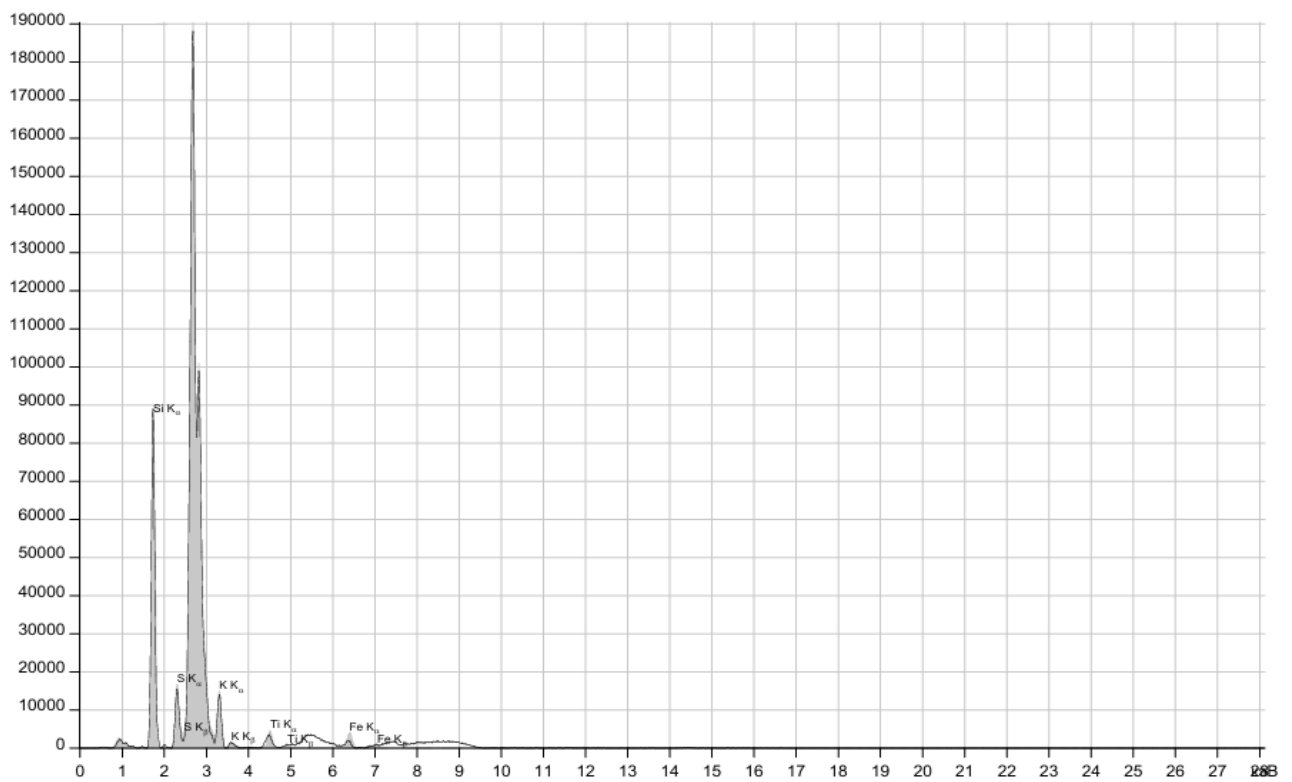


Рисунок 3.8 – РФА-спектр пасти з ксантаном (легкі)

Таблиця 3.5 – Протокол дослідження елементного складу зразка з ксантаном

Атомний номер	Елемент	Інтенсивність	Концентрація
14	Si	422059	51,718 ± 0,181 %
19	K	84705	39,972 ± 0,527 %
16	S	92408	7,948 ± 0,092 %
22	Ti	325	0,188 ± 0,078 %
26	Fe	1573	0,138 ± 0,014 %

Результати дослідження пасти з Na-КМЦ, зображені на рисунках 3.9 і 3.10, узагальнені дані наведені в таблиці 3.6.

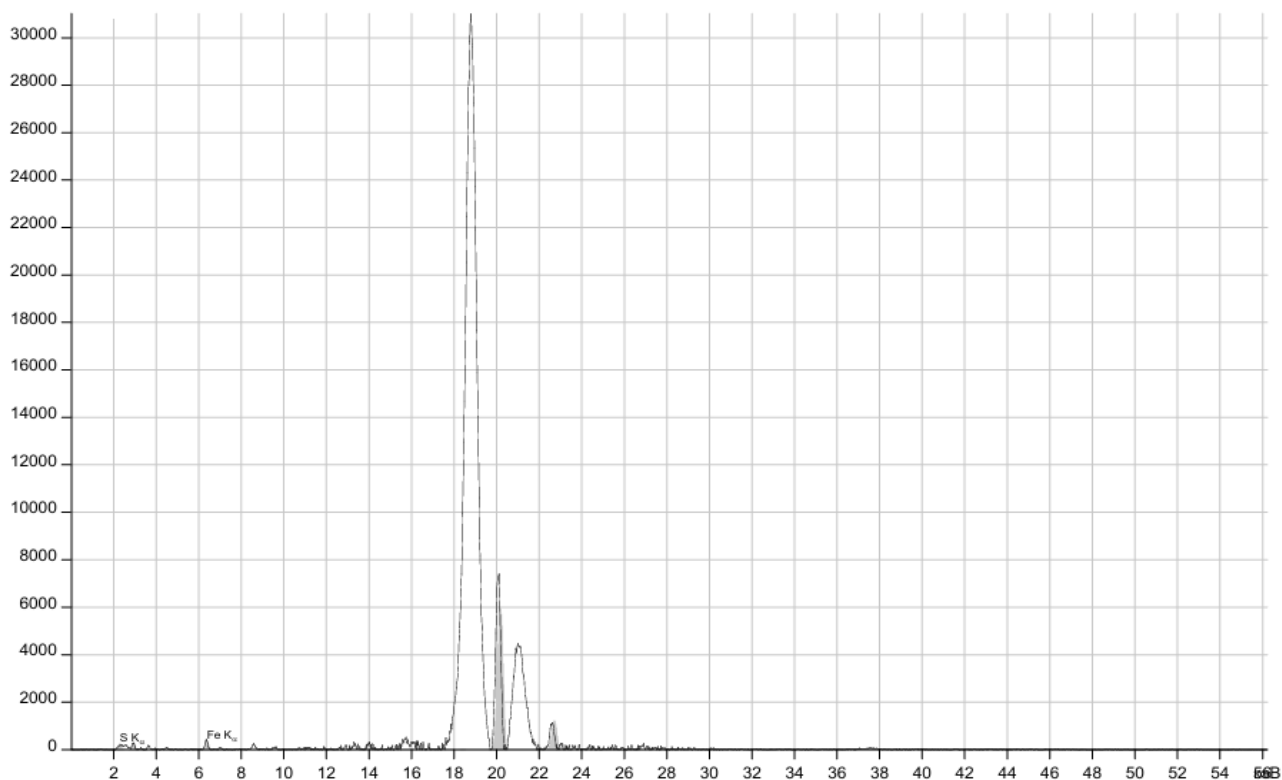


Рисунок 3.9 – РФА-спектр пасти з Na-КМЦ (важкі)

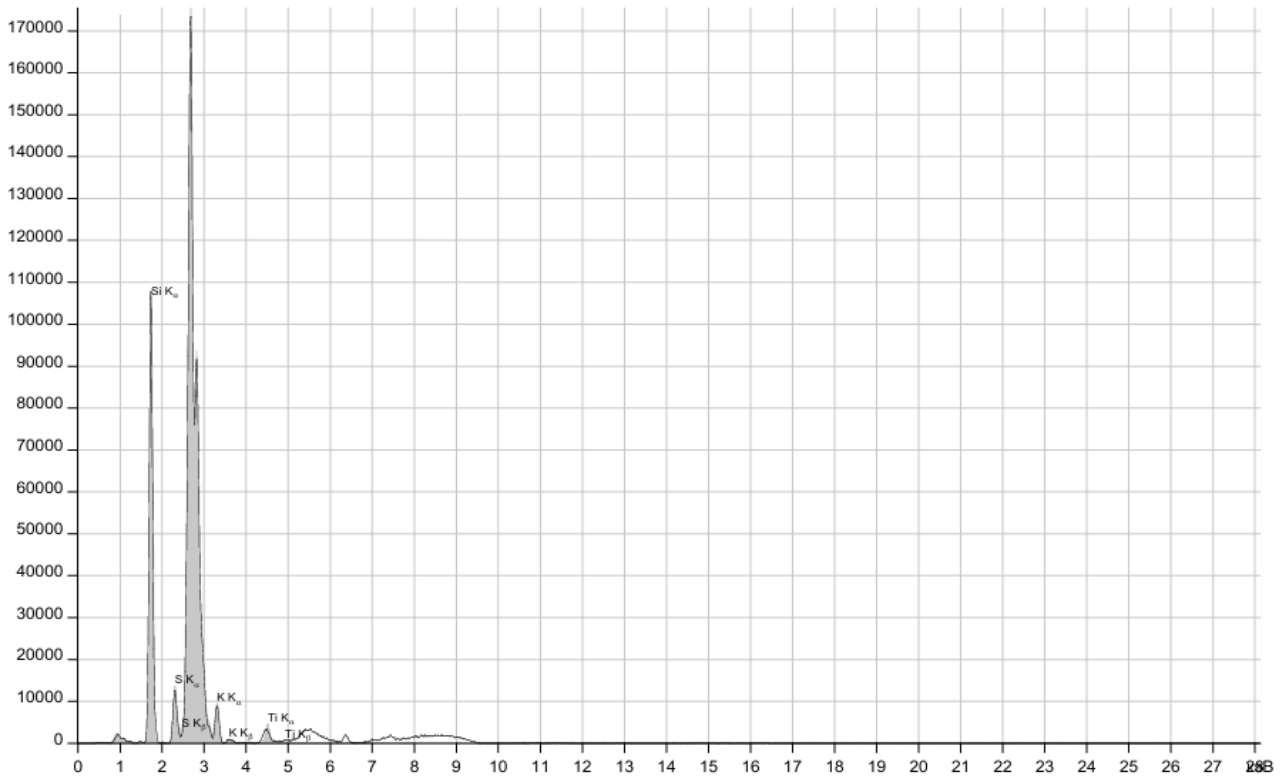


Рисунок 3.10 – РФА-спектр пасти з Na-КМЦ (легкі)

Таблиця 3.6 – Протокол дослідження елементного складу зразка з Na-КМЦ

Атомний номер	Елемент	Інтенсивність	Концентрація
14	Si	512368	63,910 ± 0,187 %
19	K	55415	28,152 ± 0,567 %
16	S	76184	7,681 ± 0,099 %
22	Ti	272	0,147 ± 0,074 %
26	Fe	1358	0,110 ± 0,012 %

Вміст Si в зразках з ксантаном (52 %) нижчий в порівнянні з Na-КМЦ (64 %), отже пасти загущенні ксантаном потенційно краще утримуватимуть абразиви в системі.

Для порівняння нижче в таблиці 3.7 наведено дані дослідження РФС пасти Elmex.

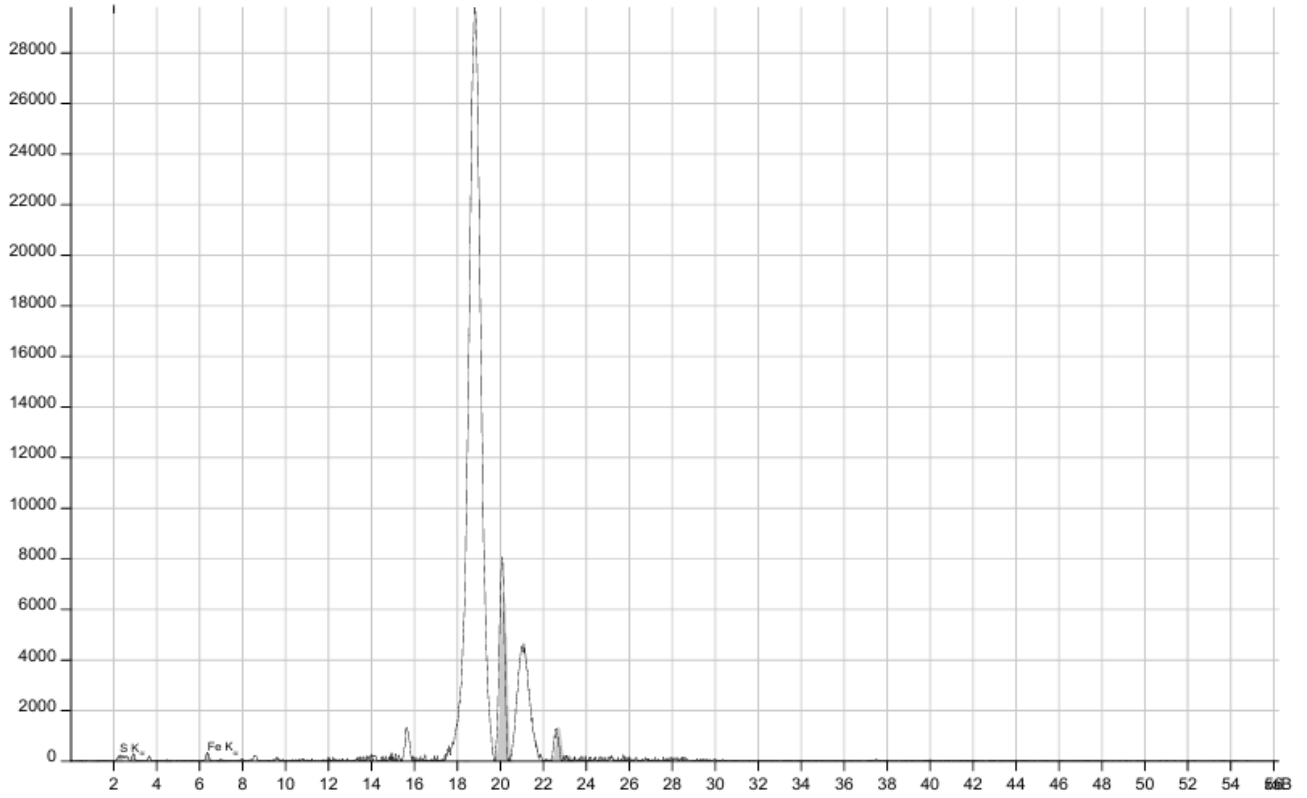


Рисунок 3.11 – РФА-спектр пасти Eltex (важкі)

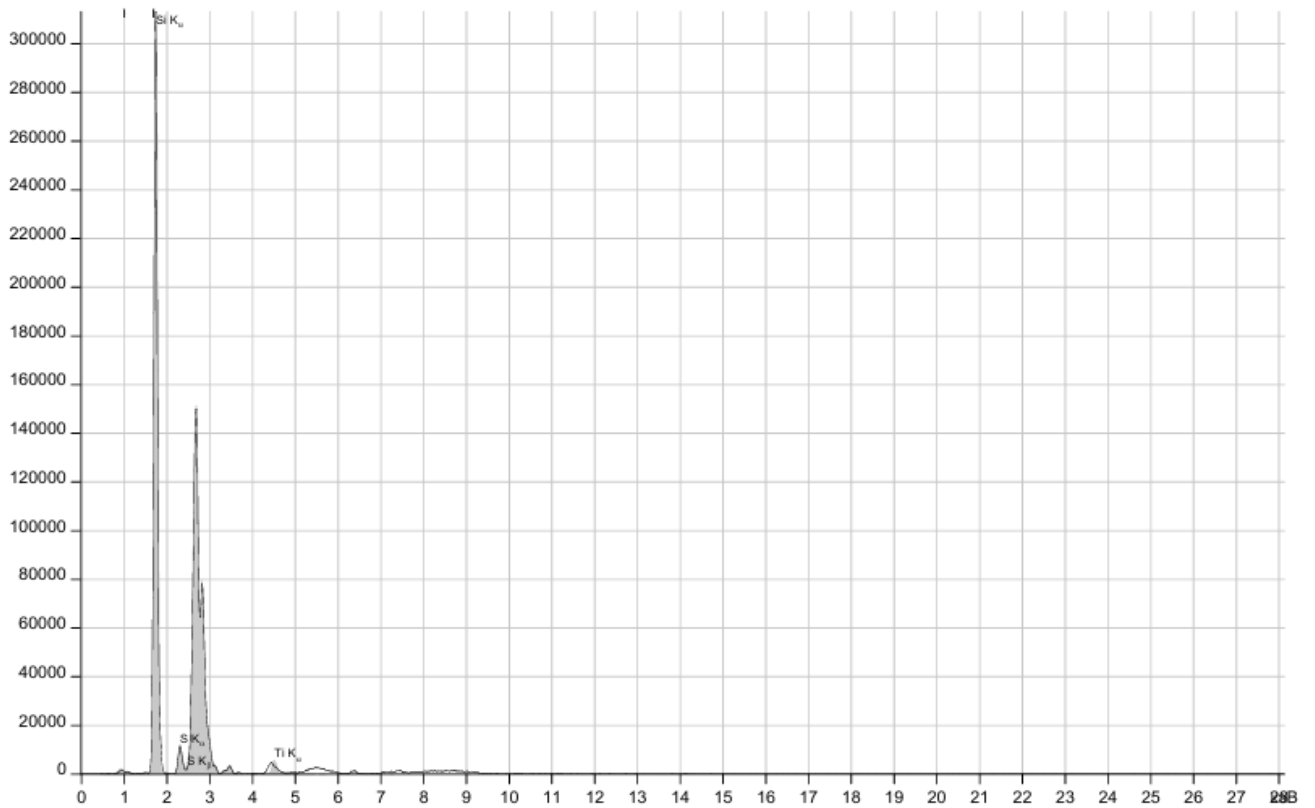


Рисунок 3.12 – РФА-спектр пасти Eltex (легкі)

Таблиця 3.7 – Протокол дослідження елементного складу пасти Elmex

Атомний номер	Елемент	Інтенсивність	Концентрація
14	Si	1479857	92,821 ± 0,081 %
19	K	67283	4,625 ± 0,063 %
16	S	8450	2,491 ± 0,297 %
22	Ti	1125	0,037 ± 0,005 %
26	Fe	116	0,026 ± 0,032 %

Усі три зразки мають низький вміст Ti та Fe, що відповідає нормам.

Вищий вміст K та S в лабораторних зразках може підвищувати іонні зв'язки в матриці пасти, тобто вони залишаються стабільними протягом часу.

Високий вміст кремнію в комерційній пасті ймовірно пов'язаний з вищим вмістом абразиву в системі.

Отже, ксантан утворює міцну структури пасти, однак обмежує абразив. А Na-КМЦ забезпечує стабільну в'язкість з вищим вмістом кремнію.

3.3 Колоїдно-хімічні та органолептичні властивості зубних паст

Також було досліджено наступні колоїдно-хімічні та органолептичні властивості паст:

1. Піноутворення

У циліндр об'ємом 100 мл поміщали 5 г пасти та доводили водою до 50 мл, після чого виконували стандартні струшування протягом 30 секунд та вимірювали початкову висоту піни та висоту через 5 хвилин.

Розраховували стійкість піни за формулою (3.1).

Зразок з ксантаном:

$$Y = \frac{127}{161} = 0,79$$

3 Na-КМЦ:

$$Y = \frac{121}{165} = 0,73$$

Результати тесту на піноутворення наведені на рисунку 3.13.

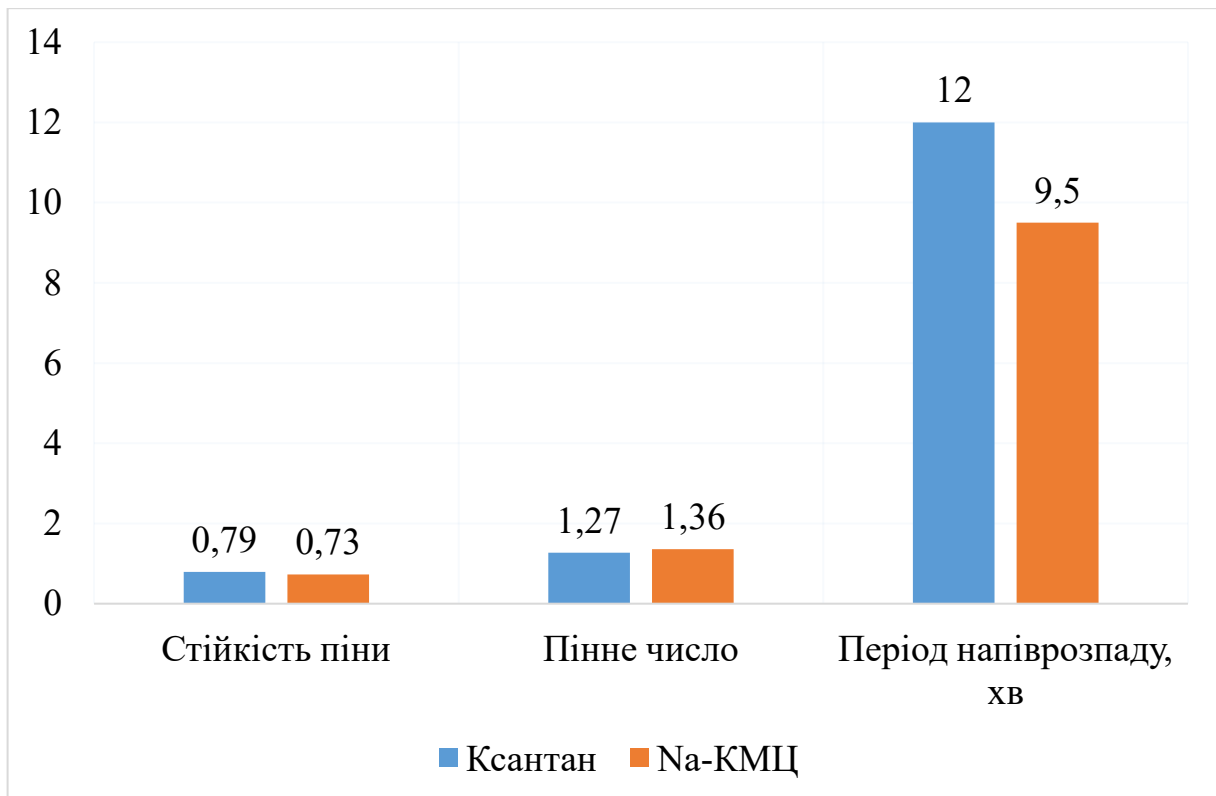


Рисунок 3.13 – Результати тесту на піноутворення

Паста з ксантаном демонструє дещо нижче (1,27) значення пінного числа, проте має вищий показник стійкості піни що пояснюється високою в'язкістю та уповільненим дренажем рідини. Зразок з Na-КМЦ має вищу здатність до піноутворення, однак піна менш стабільна.

2. Визначення вологовмісту

Бюкс наповнений на 1/3 піском (m_1) спочатку зважували та додавали отримані раніше зрази паст, перемішували та знову зважували (m_2). Зразки було поміщено у сушильну шафу та витримано 1,5 години при сталій температурі 105

°С. Після чого їх виймали та охолоджували до кімнатної температури та зважували (m_3).

Розрахунки проводили за формулою (3.2).

Зразок з ксантаном:

$$X = \frac{33,48 - 32,37}{33,48 - 30,01} \times 100 = 32 \%$$

З Na-КМЦ:

$$X = \frac{31,52 - 30,53}{31,52 - 28,12} \times 100 = 29 \%$$

Показник вологовмісту для пасти з ксантаном вищий, що свідчить про кращу здатність утримування води в системі та гелеутворювання. Обидва значення знаходяться в межах норми, однак не значна відмінність вказує на те що Na-КМЦ сильніше зв'язує воду, роблячи текстуру пасти твердішою.

3. Визначення густини пасти

Спочатку зважували пустий циліндр, заповнювали його пастою (без бульбашок) та знову зважували. В залежності від кількості абразиву нормою є значення від 1,2 до 1,6 г/см³.

Густина пасти з ксантаном становила 1,31 г/см³, а з Na-КМЦ – 1,34 г/см³.

Зразок пасти з Na-КМЦ має вищу щільність, що підтверджує попередні твердження про міцність зв'язування води загусником.

4. Тест на розподільність

На скляну пластину в центр наносили 0,5 г пасти, обережно накривали іншою пластиною та встановлювали поверх неї вантаж масою 500 г. Після 1 хвилини знімали вантаж та вимірювали діаметр плями. Норма розтікання для більшості паст становить від 20 до 30 мм.

Для зразка з Na-КМЦ діаметр становив 26 мм, а з ксантаном 25 мм.

Дані показники є майже ідентичними, однак більший діаметр зразка з Na-КМЦ вказує на нижчу межу текучості пасти, тобто вона буде більш розріджуватись при зсуві.

5. Центрифугування

У пробірки було поміщено 10 г пасти, після чого їх ставили в центрифугу на 20 хвилин при 3000 об/хв. Після чого зразки виймали та перевіряли на наявність вільної рідини чи осаду.

При центрифугуванні у пробірці з пастою (ксантаном) розшарування не спостерігалось, що свідчить про гарну стабільність, а в зразка з Na-КМЦ можна було спостерігати легке виділення рідкої фази (в межах норми).

6. Визначення рН

Для визначення водневого показника було приготовано 10 % розчин зразків: 1 г пасти було розчинено у 9 г води. Визначали рН суспензії протягом 10 хвилин за допомогою рН-метра [17].

Показник рН на момент виготовлення двох зразків становив 6,5.

Після стабілізації показник становив (середнє двох паралельних вимірювань):

- для зразку з ксантаном:

$$pH_{сер} = \frac{pH_1 + pH_2}{2} = \frac{7,4 + 7,6}{2} = 7,5$$

- з Na-КМЦ:

$$pH_{сер} = \frac{7,3 + 7,1}{2} = 7,2$$

рН показник вищий для зразка з ксантаном, однак, обидва значення є нейтральними, тобто комфортними для споживача. Нейтральний показник рН забезпечує стабільність іонів фтору, ефективність ПАР.

Узагальнені результати фізико-хімічних показників паст наведені в таблиці 3.8.

Таблиця 3.8 – Фізико-хімічні характеристики зубної пасти

Показник	Значення	
	Ксантан	Na-КМЦ
рН (10 % водної суспензії)	7,5	7,2
Здатність до піноутворення	Середня	Висока
Вологовміст, %	32	29
Розподільність, мм	26	25
Густина, г/см ³	1,31	1,34

Ксантанова камедь виявилася ефективнішою в забезпеченні відповідних характеристик паст, однак Na-КМЦ також є непоганим варіантом з хорошим балансом властивостей.

7. Органолептична та сенсорна оцінка

Зразки пасти наносили на скляну пластину (рисунок 3.12) і досліджували її органолептичні властивості.

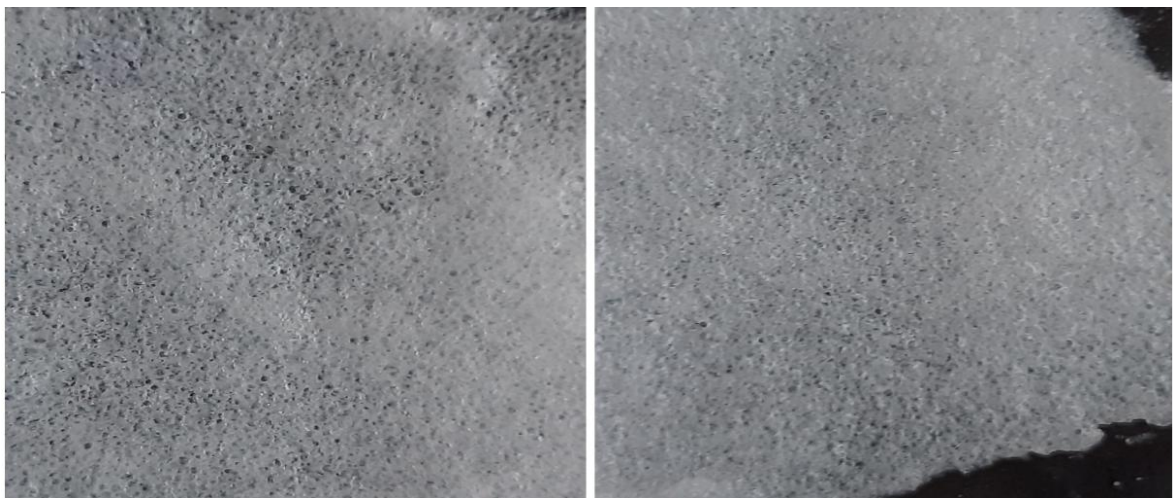


Рисунок 3.14 – Зовнішній вигляд зразків пасти: а) з ксантаном; б) з Na-КМЦ

Оцінку паст проводили за однакових умов, температура повітря в приміщенні 20 ± 3 °С. Під час чищення оцінювали смак, піноутворення, консистенцію паст. Після використання – відчуття чистоти, легкість змивання.

Для зручності використовували шкалу від 1 до 5 (таблиця 3.9), де 1 бал – це низька або негативна оцінка характеристики, а 5 – висока чи позитивна.

Таблиця 3.9 – Органолептичні показники зубних паст

Показники	Оцінка	
	Ксантан	Na-КМЦ
Зовнішній вигляд, текстура	5	4
Смак і запах	5	4
Легкість нанесення	4	5
Відчуття під час чищення	5	4
Відчуття після чищення	5	5

На рисунку 3.15 зображено порівняння сенсорних профілів органолептичних властивостей паст з досліджуваними загусниками.

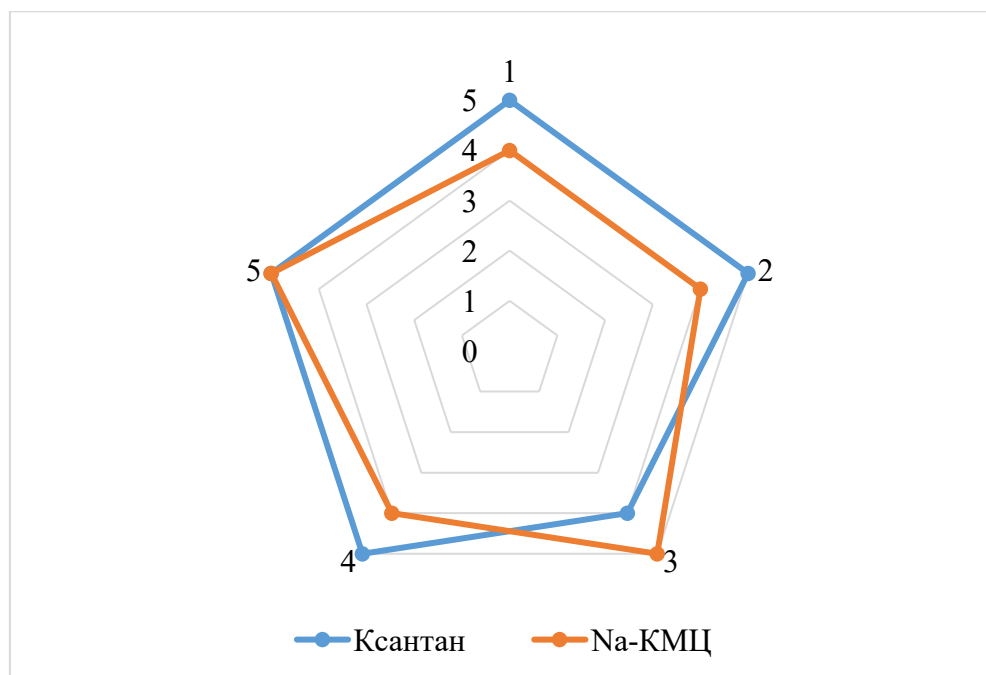


Рисунок 3.15 – Органолептичні показники паст з ксантаном і Na-КМЦ

Зразки мали вигляд однорідної пастоподібної маси білого кольору з свіжим, м'ятним запахом і солодкувато-свіжим смаком. Обидві пасти мали прийнятні сенсорні профілі.

Паста з ксантаном має вищі оцінки за зовнішній вигляд і відчуття під час чищення, завдяки кращій здатності утворювати гладку гелеву структуру. Також вона краще зберігає аромат, завдяки, як згадувалось раніше, здатності утримувати леткі сполуки. Зразок з Na-КМЦ легко розподіляється по зубній щітці.

Отримані результати підтверджують важливість вибору полімеру для визначення кінцевих властивостей зубних паст.

Ксантанова камедь утворює в'язкі і стабільні структури, які не розшаровуються навіть при прискореному центрифугуванні. Вона створює однорідні міцні матриці, що ефективно утримують воду в системі.

Натрій карбоксиметилцелюлоза незважаючи на непогану в'язкість продукту, демонструє слабші структурні зв'язки, що може призвести до виділення рідкої фази. Це вказує на обмежену стійкість до синерезису і зменшення стабільності з плином часу.

Порівняльний аналіз стабільності зразків вказує на те що ксантан не тільки підвищує межу текучості пасти, а й збільшує стійкість до механічної нестабільності, тоді як в Na-КМЦ показники збереження структурної стабільності є меншими.

Отже вибір відповідного загусника для рецептур зубних паст є важливим. Ксантан є надійним стабілізатором для продукту, тоді як Na-КМЦ краще підійде на роль вторинного модифікатора для покращення текстури і сенсорних характеристик, ніж як основного загусника.

ВИСНОВКИ

В ході виконання кваліфікаційної роботи було досліджено вплив полісахаридних загусників, ксантану і Na-КМЦ, на фізико-хімічні властивості розроблених паст, а саме:

Проведено аналіз науково-технічної інформації, зокрема досліджено: загальні характеристики зубних паст, компонентний склад, нормативні документи що стосуються їх виробництва; роль і функції загусників, їх класифікацію та вплив на фізико-хімічні властивості паст; характеристики полісахаридних загусників – ксантану і Na-КМЦ.

Розроблено рецептуру зубної пасти з різними загусниками.

Досліджено зразки паст з ксантаном і Na-КМЦ методами:

- методом ГХ-МС було вивчено вплив загусників на хімічну стабільність паст. Визначено що Na-КМЦ менш ефективна в стабілізації летких речовин;
- аналіз РФС показав, що вміст Si в зразках з ксантаном нижчий в порівнянні з Na-КМЦ, отже пасти загущенні ксантаном будуть краще утримувати абразиви в системі;
- гравіметричним методом визначено вологовміст і густину паст. Обидва значення для паст знаходяться в межах норми. Однак менші значення вологовмісту для пасти з Na-КМЦ і більша густина вказує на те що даний загусник сильніше зв'язує воду;
- іонометричним методом визначено, що значення рН для обох зразків є нейтральними, тобто комфортними для споживача.
- органолептична та сенсорна оцінка паст показала що обидва зразки мають прийнятні сенсорні профілі, однак паста з ксантаном має вищі оцінки.

Результати досліджень показали, що ксантан добре підходить на роль загусника для зубних паст, тоді як Na-КМЦ краще використовувати в якості вторинного модифікатора ніж як основного загусника.

ПЕРЕЛІК ДЖЕРЕЛ ПОСИЛАННЯ

1. Гудзь Н. І.; Власенко І. О. Розроблення складу й технології лікувальнопрофілактичної зубної пасти з антимікробними і дезодоруючими властивостями // Фармацевтичний журнал, 2021. – Т. 76, №2. – С. 36 – 47.
2. Tkachuk, H., Sydoruk, O., Tkachuk, A., Biletska, H. GC-MS analysis of toothpaste composition // Innovative technologies and materials for industry and the environment (ITMIE 2025): International Scientific and Practical Conference, 11–12 December 2025. – Khmelnytskyi: Khmelnytskyi National University, 2025. – С. 82 – 85.
3. Unterbrink P., Schulze zur Wiesche E., Meyer F., Fandrich P., Amaechi B. T., Enax J. Prevention of dental caries: A review on the improvements of toothpaste formulations from 1900 to 2023 // Dentistry Journal. – 2024. – Vol. 12. Is (3), 64.
4. O’hagan A.. Modernity, beauty and the Swedish “way of life”: Lifestyle marketing in Stomatol toothpaste advertisements, 1910–1940 // Journal of Historical Research in Marketing. – 2022. – Vol. 14, Is. 4. P. 424 – 452.
5. Kirtley K. B. Chemistry of Toothpaste: dissertation: 31.08.22 / K. B. Kirtley; Pillars at Taylor University. – 2022.
6. Abedi M., Ghasemi Y., Nemati M. M. Nanotechnology in toothpaste: Fundamentals, trends, and safety // Heliyon. – 2024. – Vol. 10, Is. 3.
7. Гудзь Н. Особливості класифікації та складу зубних паст для щоденного використання // Збірник наукових праць співробітників НМАПО ім. П. Л. Шупика. – 2018, Вип. 32. – С. 80 – 95.
8. Kasi S. R., Roffel S., Özcan M., Gibbs S., Feilzer A. J. In vitro cytotoxicity (irritant potency) of toothpaste ingredients // PloS one. – 2025. – Vol. 20, Is. 1.
9. Martu M. A., Stoleriu S., Pasarin L., Tudorancea D., Sioustis I. A., Taraboanta I., Solomon S. M. Toothpastes Composition and Their Role in Oral Cavity Hygiene. // Romanian Journal of Medical and Dental Education. – 2021. – Vol. 10, Is. 3.

10. Prete B., Barsoum F., Ouanounou A. Toothpaste in Dentistry: A Review // Oral Health Group. – 2022.
11. Aspinall S. R., Parker J. K., Khutoryanskiy V. V. Oral care product formulations, properties and challenges // Colloids and Surfaces B: Biointerfaces, – 2021. – Vol. 200.
12. Ucuncu M. K., Guven K., Yazicioglu, O. Investigate the constituents of commercially available toothpastes // International Journal of Dental Hygiene. – 2024. – Vol. 22, Is.4. P. 913 – 932.
13. Patent US10646424B2. Oral composition / Aram Y. O. U., Moon K. T., Won-Но H. A., Lee I. H. – № US10646424B2.; publ. 12.05.2020.
14. Смойловська Г. П. Сучасні підходи до створення окремих косметичних форм : навч. посіб. до семінар. занять для слухачів вторинної спеціалізації «Фармацевтична косметологія» / Г. П. Смойловська, О. О. Малюгіна, Л. А. Фуклева. – Запоріжжя : ЗДМФУ, 2025. – 129 с.
15. Mani A., Thawani V. Are all additives of toothpastes rational? // Journal of Mahatma Gandhi Institute of Medical Sciences. – 2019. – Vol. 24, P. 71 – 74.
16. Про затвердження Технічного регламенту на косметичну продукцію: Постанова Каб. Міністрів України від 20.01.2021 № 65 [Електронний ресурс]. – Режим доступу: <https://zakon.rada.gov.ua/laws/show/65-2021-%D0%BF#Text> (дата звернення: 07.09.2025).
17. ДСТУ EN ISO 11609:2022. Стоматологія. Засоби для чищення зубів. Вимоги, методи випробування та маркування (ISO 11609:2017, IDT). – Київ: ДП «УкрНДНЦ», 2022. – 34 с.
18. ДСТУ EN ISO 22716:2015. Косметика. Належна виробнича практика (GMP). Настанови з належної виробничої практики (EN ISO 22716:2007, IDT); чинний від 2016–01–01. – Київ: ДП «УкрНДНЦ», 2016. – 36 с.
19. Асоціація стоматологів України [Електронний ресурс]. – Режим доступу: <https://www.udenta.org.ua/> (дата звернення: 05. 10. 2025).
20. Україна. Закони. Про захист прав споживачів : закон (№ 1023-ХІІ (зі змінами та доповненнями)) : від 12.05.1991 // Верховна Рада України. – 1991.

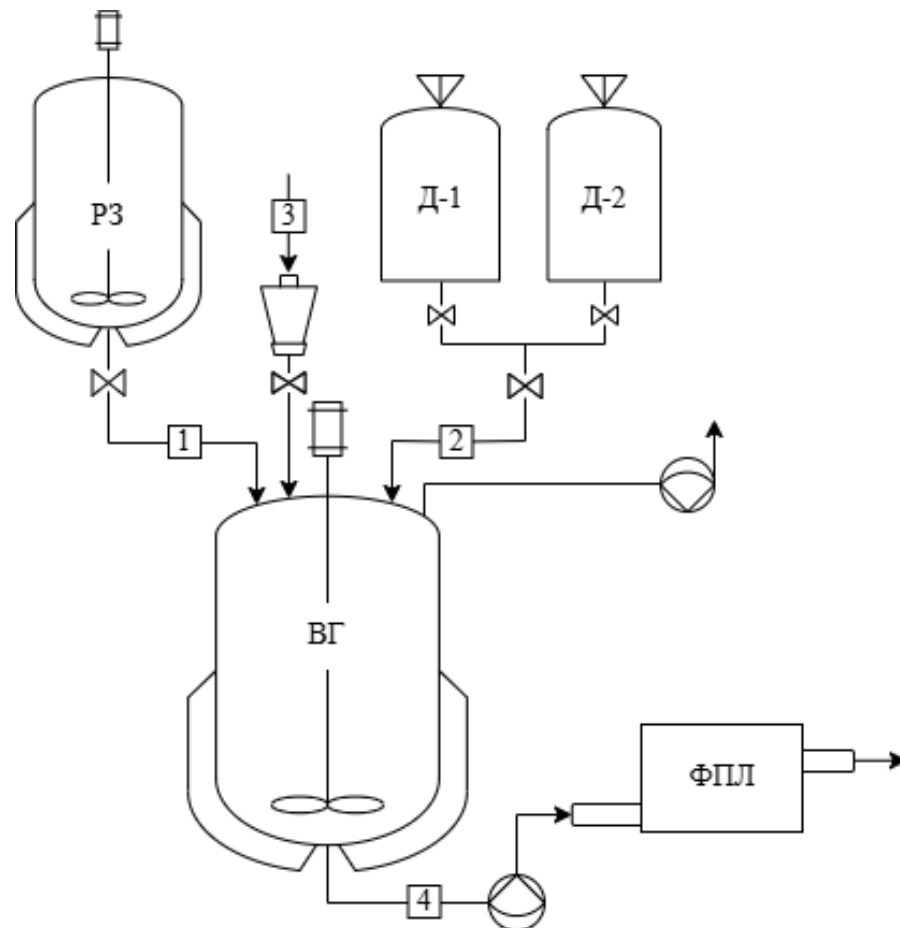
21. Cong, L., Zou, B., Palacios, A., Navarro, M. E., Qiao, G., Ding, Y. Thickening and gelling agents for formulation of thermal energy storage materials—A critical review // *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. – 2022. – Vol. 155.
22. Franceschini M., Pizzetti F., Rossi, F. On the Key Role of Polymeric Rheology Modifiers in Emulsion-Based Cosmetics // *Cosmetics*, – 2025. – Vol. 12, Is. 2, 76.
23. Tafuro G., Costantini A., Baratto G., Francescato S., Busata L., Semenzato A. Characterization of polysaccharidic associations for cosmetic use: Rheology and texture analysis // *Cosmetics*. – 2021. – Vol. 8, Is. 3.
24. Ahuja A., Luisi G., Potanin, A. Rheological measurements for prediction of pumping and squeezing pressures of toothpaste // *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*. – 2018, – Vol. 258, P. 1 – 9.
25. Patent U.S. 0128275A1. Toothpaste Composition / Kim J. Y., Bak S., Ha W. H. – Pub. No. US20230128275A1. – Publication date: April 27, 2023.
26. Role of mucoadhesive polymers in retention of toothpaste in the oral cavity / S. Aspinall, J. Parker, V. Khutoryanskiy // *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*. – 2021. – Vol. 208.
27. Nsengiyumva E. M., Alexandridis P. Xanthan gum in aqueous solutions: Fundamentals and applications // *International journal of biological macromolecules*. – 2022. – Vol. 216.
28. Patel J., Maji B., Moorthy N. H. N., Maiti S. Xanthan gum derivatives: Review of synthesis, properties and diverse applications // *RSC advances*. – 2020. – Vol. 10, Is. 45.
29. Bhat I. M., Wani S. M., Mir S. A., Masoodi F. A. Advances in xanthan gum production, modifications and its applications // *Biocatalysis and Agricultural Biotechnology*. – 2022. – Vol. 42.
30. Chalah, K., Benmounah, A., Mahdad, M. H., Kheribet, R. Rheological study of sodium carboxymethylcellulose: Effect of concentration and molecular weight // *Materials Today: Proceedings*. – 2022. – Vol. 53, P. 185 – 190.

31. Rahman M. S., Hasan M. S., Nitai A. S., Nam S., Karmakar A. K., Ahsan M. S., Ahmed M. B. Recent developments of carboxymethyl cellulose // *Polymers*. – 2021. – Vol. 13, Is. 8.
32. Potanin A. Rheology of silica dispersions stabilized by polymers / Potanin A. // *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. – 2019. – Vol. 562, P. 54 – 60.
33. Методи біотехнологічних досліджень: лекції для студентів освітнього ступеня «бакалавр» / Миколаївський національний аграрний університет. – Миколаїв: МНАУ, 2023. – 50 с.
34. Методичні рекомендації для самостійної роботи студентів заочної форми навчання з дисципліни «Технологія парфумерно-косметичних засобів. Стандартизація» / Національний фармацевтичний університет. – Харків: НФаУ, 2018. – 33 с.
35. Текстові документи. Загальні вимоги. СОУ 207.01:2025 / О. М. Синюк, В. Г. Лопатовський, Г. В. Красильникова, І. В. Андрощук, В. С. Яремчук, Н. В. Полевська. – Хмельницький : ХНУ, 2025. – 36 с.
36. Бібліографічний запис. Загальні вимоги та правила складання. СОУ 207.02:2025 / О. М. Синюк, О. П. Шмурікова. – Хмельницький : ХНУ, 2025. – 38 с.
37. Кваліфікаційна робота магістра : методичні рекомендації щодо її підготовки та виконання здобувачами вищої освіти спеціальності 161 «Хімічні технології та інженерія» / уклад.: Т. В. Іванішена, О.А. Параска. Хмельницький : ХНУ, 2025. 43 с.

ДОДАТКИ

Додаток А

Схема виробництва зубної пасти зображена на рисунку А.



1 – рідка фаза (вода, зволожувач, ПАР); 2 – тверда фаза (абразив, загусник); 3 –
 добавки: фторид, консервант, ароматизатор; 4 – готова суміш

Рисунок А – Апаратурна схема виробництва зубної пасти

Позначення	Назва
РЗ	Реактор змішування
Д	Дозатори для сипких речовин
ВГ	Вакуумний гомогенізатор
ФПЛ	Фасувально-пакувальна лінія

Додаток Б

Результати ГХ-МС для зразків пасти у режимі 1

Таблиця Б.1 — Результати ГХ-МС для зразка з ксантаном у режимі 1

Пік	Час ут.	Час п.	Час к.	Площа	Площа, %	Висота	Висота, %	A/H	Назва
1	2.557	2.540	2.607	335798	7.89	196232	12.72	1.71	(-)-Carvone
2	2.620	2.607	2.637	25335	0.60	25858	1.68	0.98	(-)-Carvone
3	7.925	7.867	7.960	553864	13.02	140920	9.14	3.93	3-pentylpiperidin-2-one
4	8.776	8.747	8.833	454421	10.68	120975	7.84	3.76	Octanamide, N-allyl-
5	9.870	9.823	9.917	460754	10.83	120220	7.79	3.83	2,5-pyrrolidinedione, 3-dodecyl-
6	9.978	9.950	9.997	186753	0.44	25879	1.68	0.72	Sorbitol
7	10.671	10.643	10.710	117265	2.76	61623	3.99	1.90	Octanamide, N-allyl-
8	11.548	11.510	11.563	336747	7.92	176489	11.44	1.91	dodecanamide, N-[3-(dimethylamino)propyl]-
9	11.570	11.567	11.663	254086	5.97	107696	6.98	2.36	
10	11.701	11.670	11.770	172156	4.05	85428	5.54	2.02	3-pentylpiperidin-2-one
11	11.828	11.793	11.950	652065	15.33	217394	14.09	3.00	
12	12.450	12.420	12.513	110245	2.59	41518	2.69	2.66	Octanamide, N-allyl-
13	13.330	13.270	13.397	273811	6.44	54824	3.55	4.99	dodecanamide, N-[3-(dimethylamino)propyl]-
14	13.428	13.397	13.500	150629	3.54	58182	3.77	2.59	3-pentylpiperidin-2-one
15	13.602	13.560	13.720	229347	5.39	72799	4.72	3.15	
16	14.111	14.077	14.200	108695	2.56	36587	2.37	2.97	Octanamide, N-allyl-
				4253891	100.00	1542624	100.00		

Таблиця Б.2 — Результати ГХ-МС для зразка з Na-КМЦ в режимі 1

Пік	Час ут.	Час п.	Час к.	Площа	Площа, %	Висота	Висота, %	A/H	Назва
1	2.566	2.547	2.640	200499	7.19	86501	10.43	2.32	(-)-Carvone
2	2.688	2.640	2.723	45861	1.64	15147	1.83	3.03	(-)-Carvone
3	7.926	7.857	7.967	403199	14.46	92270	11.12	4.37	3-pentylpiperidin-2-one
4	8.783	8.737	8.800	199844	7.17	86727	10.46	2.30	Hexanamide, N-allyl-
5	8.817	8.800	8.843	38193	1.37	28619	3.45	1.33	Galactitol
6	9.828	9.803	9.863	78416	2.81	43388	5.23	1.81	
7	11.500	11.457	11.607	608608	21.82	114656	13.82	5.31	dodecanamide, N-[3-(dimethylamino)propyl]-
8	11.647	11.617	11.737	165937	5.95	61884	7.46	2.68	3-pentylpiperidin-2-one
9	11.772	11.737	11.893	403077	14.45	113179	13.64	3.56	
10	12.386	12.360	12.447	59032	2.12	23220	2.80	2.54	Octanamide, N-allyl-
11	13.234	13.187	13.307	195676	7.02	44447	5.36	4.40	dodecanamide, N-[3-(dimethylamino)propyl]-
12	13.348	13.307	13.497	168250	6.03	51704	6.23	3.25	3-pentylpiperidin-2-one
13	13.522	13.497	13.640	137785	4.94	39066	4.71	3.53	
14	14.021	13.980	14.093	84322	3.02	28701	3.46	2.94	Octanamide, N-allyl-
				2788699	100.00	829509	100.00		

Таблиця Б.3 — Результати ГХ-МС для пасти Елпех у режимі 1

Пік	Час ут.	Час п.	Час к.	Площа	Площа, %	Висота	Висота, %	A/H	Назва
1	2.067	2.047	2.100	55967	3.71	47586	5.06	1.18	Cyclohexanone, 5-methyl-2-(1-methylethyl)-,
2	2.136	2.100	2.223	1227611	81.29	822575	87.48	1.49	Cyclohexanol, 5-methyl-2-(1-methylethyl)-,
3	2.614	2.583	2.710	150416	9.96	37696	4.01	3.99	(-)-Carvone
4	2.836	2.810	2.870	25234	1.67	13298	1.41	1.90	Cyclohexanol, 5-methyl-2-(1-methylethyl)-,
5	2.941	2.930	2.983	50887	3.37	19104	2.03	2.66	Anethole
				1510115	100.00	940259	100.00		