

**ACADEMIC SCIENTIFIC  
JOURNAL OF CHEMISTRY**

ISSN: 2224-5286 (Print)  
ISSN: 2518-1491 (Online)

**№1  
2026**

ISSN 2518-1491 (Online),  
ISSN 2224-5286 (Print)



CENTRAL ASIAN ACADEMIC  
RESEARCH CENTER



# ACADEMIC SCIENTIFIC JOURNAL OF CHEMISTRY

# 1 (466)

JANUARY – MARCH 2026

PUBLISHED SINCE JANUARY 1947

PUBLISHED 4 TIMES A YEAR

ALMATY

#### Editor in chief:

**ZHURINOV Murat Zhurinovich**, Doctor of Chemical Sciences, Professor, Academician of IAAS and NAS RK, General Director of the Research Institute of Petroleum Refining and Petrochemicals (Almaty, Kazakhstan), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6602177960>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/2017489>

#### Editorial board:

**ADEKENOV Sergazy Mynzhasarovich** (deputy editor-in-chief) doctor of chemical sciences, professor, academician of NAS RK, director of the JSC "Phytochemistry Research and Production Center" (Karaganda, Kazakhstan), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=7006153118>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/48648658>

**AGABEKOV Vladimir Enokovich** (deputy editor-in-chief), doctor of chemistry, professor, academician of NAS of Belarus, honorary director of the Institute of Chemistry of new materials (Minsk, Belarus) <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=7004624845>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/28920574>

**STRNAD Miroslav**, head of the laboratory of the Institute of Experimental Botany of the Czech Academy of Sciences, professor (Olomouc, Czech Republic), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=36789185000>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/18379>

**BURKITBAYEV Mukhambetkali**, doctor of chemistry, professor, academician of NAS RK, (Almaty, Kazakhstan) <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=8513885600>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/691218>

**HOHMANN Judith**, head of the department of pharmacognosy, faculty of Pharmacy, University of Szeged, director of the interdisciplinary center for Life sciences (Szeged, Hungary), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=7004457196>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/15630788>

**ROSS Samir**, Ph.D, professor, school of Pharmacy, National Center for scientific research of Herbal Products, University of Mississippi (Oxford, USA), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=7401610128>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/47926269>

**KHUTORYANSKY Vitaly**, Ph.D, pharmacist, professor at the University of Reading (Reading, England), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=35606915700>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/221621>

**TELTAYEV Bagdat Burkhanbayuly**, doctor of technical sciences, professor, academician of NAS RK, (Almaty, Kazakhstan), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6506225641>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/72161>

**PHARUK Asana Dar**, professor at Hamdard al-Majid college of Oriental medicine, faculty of Oriental medicine, Hamdard University (Karachi, Pakistan), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=55884056900>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/1796996>

**FAZYLOV Serik Drakhmetovich**, doctor of chemistry, professor, academician of NAS RK, deputy director of the Institute of Organic Synthesis and Coal Chemistry (Karaganda, Kazakhstan), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6701472056>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/1541357>

**ZHOROBEKOVA Sharipa Zhorobekovna**, doctor of chemistry, professor, academician of NAS of Kyrgyzstan, Institute of Chemistry and chemical technology of NAS KR (Bishkek, Kyrgyzstan), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6602652060>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/31723468>

**KHALIKOV Jurabay Khalikovich**, doctor of chemistry, professor, academician of the Academy of Sciences of Tajikistan, V.I. Nikitin Institute of Chemistry AS RT (Tajikistan), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6603735641>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/9567106>

**FARZALIEV Vagif Medzhid ogly**, doctor of chemistry, professor, academician of NAS of Azerbaijan (Azerbaijan), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6601962486>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/21617033>

**GARELIK Hemda**, PhD in chemistry, president of the department of Chemistry and Environment of the International Union of Pure and Applied Chemistry (London, England), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=56010090400>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/29866743>

---

#### ACADEMIC SCIENTIFIC JOURNAL OF CHEMISTRY

ISSN 2518-1491 (Online),

ISSN 2224-5286 (Print)

Owner: «Central Asian Academic Research Center» LLP (Almaty).

The certificate of registration of a periodical printed publication in the Committee of information of the Ministry of Information and Social Development of the Republic of Kazakhstan № **KZ23VPY00121156**, issued 05.06.2025

Thematic scope: *organic chemistry, inorganic chemistry, catalysis, electrochemistry and corrosion, pharmaceutical chemistry and technology.*

Periodicity: 4 times a year.

<http://chemistry-technology.kz/index.php/en/arhiv>

© «Central Asian Academic Research Center» LLP, 2026

#### Бас редактор:

**ЖҰРЫНОВ Мұрат Жұрынулы**, химия ғылымдарының докторы, профессор, ХҒАҚ және ҚР ҰҒА академигі, Мұнай өңдеу және мұнай-химиясы ғылыми-зерттеу институтының бас директоры (Алматы, Қазақстан), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=66021779606>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/2017489>

#### Редакция алқасы:

**ӘДЕКЕНОВ Серғазы Мыңжасарұлы** (бас редактордың орынбасары), химия ғылымдарының докторы, профессор, ҚР ҰҒА академигі, "Фитохимия" ғылыми-өндірістік орталығы" АҚ директоры (Қарағанды, Қазақстан), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=7006153118>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/48648658>

**АГАБЕКОВ Владимир Еноквич** (бас редактордың орынбасары), химия ғылымдарының докторы, профессор, Беларусь ҰҒА академигі, Жаңа материалдар химиясы институтының құрметті директоры (Минск, Беларусь), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=7004624845>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/28920574>

**СТРНАД Мирослав**, профессор, Чехия ғылым академиясының Эксперименттік ботаника институтының зертхана меңгерушісі (Оломоуц, Чехия), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=36789185000>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/18379>

**БҮРКІТБАЕВ Мұхамбетқали**, химия ғылымдарының докторы, профессор, ҚР ҰҒА академигі, (Алматы, Қазақстан), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=8513885600>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/691218>

**ХОХМАНН Джудит**, Сегед университетінің Фармацевтика факультетінің Фармакогнозия кафедрасының меңгерушісі, Жаратылыстану ғылымдарының пәнаралық орталығының директоры (Сегед, Венгрия), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=7004457196>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/15630788>

**РОСС Самир**, PhD, Миссисипи университетінің Өсімдік өнімдерін ғылыми зерттеу ұлттық орталығы, Фармация мектебінің профессоры (Оксфорд, АҚШ), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=7401610128>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/47926269>

**ХУТОРЯНСКИЙ Виталий**, философия докторы (PhD, фармацевт), Рединг университетінің профессоры (Рединг, Англия), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=35606915700>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/221621>

**ТЕЛТАЕВ Бағдат Бұрханбайұлы**, техника ғылымдарының докторы, профессор, ҚР ҰҒА академигі, (Алматы, Қазақстан), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6506225641>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/72161>

**ФАРУК Асана Дар**, Хамдар аль-Маджида Шығыс медицина колледжінің профессоры, Хамдард университетінің Шығыс медицина факультеті (Қарачи, Пәкістан), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=55884056900>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/1796996>

**ФАЗЫЛОВ Серік Драхметұлы**, химия ғылымдарының докторы, профессор, ҚР ҰҒА академигі, Органикалық синтез және көмір химиясы институты директорының ғылыми жұмыстар жөніндегі орынбасары (Қарағанды, Қазақстан), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6701472056>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/1541357>

**ЖОРОБЕКОВА Шарипа Жоробекқызы**, химия ғылымдарының докторы, профессор, Қырғызстан ҰҒА академигі, ҚР ҰҒА Химия және химиялық технология институты (Бішкек, Қырғызстан) <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6602652060>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/31723468>

**ХАЛИКОВ Джурабай Халикович**, химия ғылымдарының докторы, профессор, Тәжікстан ҒА академигі, В.И. Никитин атындағы Химия институты (Душанбе, Тәжікстан), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6603735641>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/9567106>

**ФАРЗАЛИЕВ Вагиф Меджидоглы**, химия ғылымдарының докторы, профессор, АҰҒА академигі (Баку, Әзірбайжан), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6601962486>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/21617033>

**ГАРЕЛИК Хемда**, философия докторы (PhD, химия), Халықаралық таза және қолданбалы химия одағының Химия және қоршаған орта бөлімінің президенті (Лондон, Англия), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=56010090400>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/29866743>

---

«ACADEMIC SCIENTIFIC JOURNAL OF CHEMISTRY».

ISSN 2518-1491 (Online),

ISSN 2224-5286 (Print)

Собственник: Республиканское общественное объединение ТОО «Центрально-азиатский академический научный центр» (г. Алматы).

Свидетельство о постановке на учет периодического печатного издания в Комитете информации Министерства информации и общественного развития Республики Казахстан № KZ23VPY00121156, выданное 05.06.2025 г.

Тематическая направленность: *органическая химия, неорганическая химия, катализ, электрохимия и коррозия, фармацевтическая химия и технологии.*

Периодичность: 4 раз в год.

<http://chemistry-technology.kz/index.php/en/arihv>

© ТОО «Центрально-азиатский академический научный центр», 2026

**Главный редактор:**

**ЖУРИНОВ Мурат Журинович**, доктор химических наук, профессор, академик МАН и НАН РК, Генеральный директор НИИ нефтепереработки и нефтехимии (Алматы, Казахстан), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6602177960>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/2017489>

**Редакционная коллегия:**

**АДЕКЕНОВ Сергазы Мынжасарович** (заместитель главного редактора), доктор химических наук, профессор, академик НАН РК, директор АО «Научно-производственного центра» Фитохимия» (Караганда, Казахстан), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=7006153118>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/48648658>

**АГАБЕКОВ Владимир Еноквич** (заместитель главного редактора), доктор химических наук, профессор, академик НАН Беларуси, почетный директор Института химии новых материалов (Минск, Беларусь), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=7004624845>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/28920574>

**СТРНАД Мирослав**, профессор, заведующий лабораторией института Экспериментальной ботаники Чешской академии наук (Оломоуц, Чехия), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=36789185000>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/18379>

**БУРКИТБАЕВ Мухамбеткали**, доктор химических наук, профессор, академик НАН РК, (Алматы, Казахстан), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=8513885600>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/691218>

**ХОХМАНН Джудит**, заведующий кафедрой Фармакогнозии Фармацевтического факультета Университета Сегеда, директор Междисциплинарного центра естественных наук (Сегед, Венгрия), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=7004457196>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/15630788>

**РОСС Самир**, PhD, профессор Школы Фармации национального центра научных исследований растительных продуктов Университета Миссисипи (Оксфорд, США), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=7401610128>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/47926269>

**ХУТОРЯНСКИЙ Виталий**, доктор философии (Ph.D, фармацевт), профессор Университета Рединга (Рединг, Англия), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=35606915700>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/221621>

**ТЕЛЫТАЕВ Багдат Бурханбайулы**, доктор технических наук, профессор, академик НАН РК, Министерство Индустрии и инфраструктурного развития Республики Казахстан (Алматы, Казахстан), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6506225641>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/72161>

**ФАРУК Ахсана Дар**, профессор колледжа Восточной медицины Хамдарда аль-Маджида, факультет Восточной медицины университета Хамдарда (Карачи, Пакистан), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=55884056900>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/1796996>

**ФАЗЫЛОВ Серик Драхметович**, доктор химических наук, профессор, академик НАН РК, заместитель директора по научной работе Института органического синтеза и углехимии (Караганда, Казахстан), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6701472056>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/1541357>

**ЖОРОБЕКОВА Шарипа Жоробековна**, доктор химических наук, профессор, академик НАН Кыргызстана, Институт химии и химической технологии НАН КР (Бишкек, Кыргызстан), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6602652060>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/31723468>

**ХАЛИКОВ Джурабай Халикович**, доктор химических наук, профессор, академик АН Таджикистана, Институт химии имени В.И. Никитина АН РТ (Душанбе, Таджикистан), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6603735641>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/9567106>

**ФАРЗАЛИЕВ Вагиф Меджид оглы**, доктор химических наук, профессор, академик НАНА (Баку, Азербайджан), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6601962486>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/21617033>

**ГАРЕЛИК Хемда**, доктор философии (Ph.D, химия), президент Отдела химии и окружающей среды Международного союза чистой и прикладной химии (Лондон, Англия), <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=56010090400>, <https://www.webofscience.com/wos/author/record/29866743>

«ACADEMIC SCIENTIFIC JOURNAL OF CHEMISTRY»

ISSN 2518-1491 (Online),

ISSN 2224-5286 (Print)

Меншіктенуші: «Орталық Азия академиялық ғылыми орталығы» ЖШС (Алматы қ.).

Қазақстан Республикасының Ақпарат және қоғамдық даму министрлігінің Ақпарат комитетінде 05.06.2025 ж. берілген № **KZ23VPYU00121156** мерзімдік басылым тіркеуіне қойылу туралы куәлік.

Тақырыптық бағыты: *органикалық химия, бейорганикалық химия, катализ, электрохимия және коррозия, фармацевтикалық химия және технологиялар.*

Мерзімділігі: жылына 4 рет.

<http://chemistry-technology.kz/index.php/en/arhiv>

© «Орталық Азия академиялық ғылыми орталығы» ЖШС, 2026

## CONTENTS

## Chemistry

<b>Assembayeva E. K., Beisekhan A., Bozhbanov A. Zh., Nurmukhanbetova D.E., Gabdullina E.Zh.</b> Effect of chia seeds ( <i>Salvia Hispanica</i> l.) on the physicochemical and mineral properties of low-fat cottage cheese.....	11
<b>Balkhashbay Sh.Zh., Azimbayeva G.E., Kudaibergenova G.N., Kamysbayeva A.K., Kurbanbayeva N.M.</b> Determination of biologically active compounds in morphological parts of medicinal plants.....	24
<b>Darmenbayeva A.S., Rajasekharan R.</b> Preparation and characterization of nanocellulose biocomposites from agro-waste of the Zhambyl region.....	39
<b>Demets O.V., Rakhimberlinova Zh.B., Zgardan V.V., Serykh N.V., Dyussekeyeva A.T.</b> Qualitative and quantitative analysis of amino acids in Kyrgyz birch bark extract.....	55
<b>Jumekeyeva A.I., Talgatov E.T., Auyezkhanova A.S., Kenzheyeva A.M., Naizabayev A.A.</b> Complex formation of palladium (II) ions with organic polymers of various nature.....	70
<b>Dmitriyeva E.A.</b> Electrolytes of lithium-ion batteries.....	83
<b>Yegemberdiyeva S., Abdurazova P., Turtabaev S., Shitybaev S., Kerimbayeva K.</b> Catalytic properties of Ru- and Rh-promoted skeletal nickel catalysts in the hydrogenation of butyraldehyde.....	97
<b>Yertayeva A.B., Adylbekova A.O., Toleubekova A.G.</b> Production of emulsions stabilized by bentonite clay particles.....	112
<b>Fischer D., Jumadilov T., Haponiuk J., Toilanbay G., Baishibekov A.</b> Interpolymer KU-2-8: AV-17-8 systems for selective sorption of rhenium, molybdenum and tungsten.....	129
<b>Zhanikulov N., Zhurgarayeva D.</b> Investigation of the quality of cement clinker obtained from heap leaching waste.....	148
<b>Zhoshybaeva A.A., Kozhanova K.K., Mombekov S.E., Barakova A.Sh.</b> Pharmaceutical development of a medicinal product containing an isocitrate lyase inhibitor.....	162
<b>Ivanov N.S., Abilmagzhanov A.Z., Nurtazina A.E., Adelbayev I.E., Kholkin O.S.</b> Sequential electrochemical processes for the treatment of magnesium leaching solutions.....	176

<b>Imangaliyeva B., Duzelbayeva S., Tolesinova I., Bukeykhan D., Turlanova A.</b> Chemical and agronomic assessment of the use of mineral wool and coconut fiber as a substrate in a greenhouse.....	190
<b>Kurmanaliev M.K., Shaikhova Zh.E., Abilkasova S.O., Kalimoldina L.M., Bugubaeva G.O.</b> Crown esters immobilized on polymeric supports as novel interfacial catalysts.....	207
<b>Mataev M.M., Ongarbek A.T., Sarsenbayeva Z.B., Nurbekova M.A., Abdraimova M.R.</b> Synthesis and morphology of perovskite-structured $\text{CaMnO}_{2.98}$ .....	221
<b>Medeuova G.Zh., Azimbayeva G.E., Kaliyeva A.N.*, Sadykova D.A., Anuarova L.E.</b> Determination of vitamins in <i>Polygonum Aviculare</i> L. using capillary electrophoresis.....	238
<b>Mukusheva G.K., Jalmakhanbetova R.I., Seilkhanov T.M., Bakibaev A.A., Aliyeva M.R.</b> Functional modification reactions at the nitrogen atom of salsolin and biological activity of the obtained derivatives.....	251
<b>Muldakhmetov Z.M., Zhakina A.Kh., Arnt O.V., Vassilets Ye.P., Zhakin A.M.</b> Composite materials modified with carbon filler.....	267
<b>Nazarbek U., Raiymbekov Y., Abdurazova P., Kambarova G.</b> Study on the efficiency of water treatment using nanostructured water.....	280
<b>Nauanova A.P., Kassenov R.Z., Davrenbekov S.Zh., Bolatbay A.N., Altynbekkyzy A.</b> Intensification of the process of extraction of humic substances from brown coal.....	295
<b>Nurlybayeva A.N., Zharlykapova R.B., Taubaeva R.S., Matniyazova G.K., Rustem E.I.</b> Study of physical, chemical and mechanical properties of acrylic terpolymer.....	309
<b>Uali A., Omirzak U., Titanov A., Abilkanova F., Kunarbekova M.</b> Waste biomass-derived Fe-modified biochar: structure and application in potentiometric analysis.....	323
<b>Khamitova A.S., Nurmukhanbetova N.N., Ostretsova I.B., Kassenova N.B., Kuderina B.T.</b> Synthesis of metal corrosion inhibitors based on ammonia.....	338

## МАЗМҰНЫ

### ХИМИЯ

<b>Асембаева Э.К., Бейсехан А., Божбанов А.Ж.,</b> Чиа дәндерінің ( <i>Salvia Hispanica L.</i> ) майсыздандырылған сүзбенің физика-химиялық және минералдық көрсеткіштеріне әсері.....	11
<b>Балқашбай Ш.Ж., Азимбаева Г.Е., Қудайбергенова Г.Н.,</b> <b>Қамысбаева А.К., Қурбанбаева М.</b> Дәрілік өсімдіктердің морфологиялық мүшелеріндегі биологиялық белсенді заттарды анықтау.....	24
<b>Дарменбаева А.С., Rajasekharan R.</b> Жамбыл облысының агрокалдықты негізінде наноцеллюлозалық биокомпозиттерді алу және олардың қасиеттерін зерттеу.....	39
<b>Демец О.В., Рахимберлинова Ж.Б., Згардан В.В.*, Серых Н.В.,</b> <b>Дюсекеева А.Т., 2026.</b> Қырғыз қайың қабығының сығындысындағы аминқышқылдарының сапалық және сандық құрамын талдау.....	55
<b>Джумекеева А.И., Талғатов Э.Т., Ауезханова А.С., Кенжеева А.М., Найзабаев А.А.</b> Палладий (II) иондарының табиғаты әртүрлі органикалық полимерлермен кешен түзуі.....	70
<b>Дмитриева Е.А.</b> Литий-ионды аккумуляторлардың электролиттері.....	83
<b>Егембердиева С.Ж., Абдуразова П., Туртабаев С.К., Шитыбаев С.А.,</b> <b>Керимбаева К.З.</b> Ru және Rh промоторланған қаңқалы никель катализаторларының май альдегидін гидрлеу реакциясындағы каталитикалық қасиеттері.....	97
<b>Ертаева А.Б., Адильбекова А.О., Төлеубекова А.Ғ.</b> Бентонит сазының бөлшектерімен тұрақтандырылған эмульсияларды алу.....	112
<b>Фишер Д., Джумадилов Т., Хапонюк Ю., Тойланбай Г., Байшибеков А.</b> Рений, молибден және вольфрамды селективті сорбциялауға арналған KU-2-8:AV-17-8 интерполимерлі жүйелері.....	129
<b>Жаникулов Н., Жургараева Д.</b> Үйінді шаймалау қалдықтарынан алынған цемент клинкерінің сапасын зерттеу.....	148
<b>Жошыбаева А.А., Кожанова К.К., Момбеков С.Е., Баракова А.Ш.</b> Изоцитратлиаза ингибиторын қамтитын дәрілік препаратты фармацевтикалық әзірлеу.....	162

- Иванов Н.С., Абильмагжанов А.З., Нұртазина А.Е., Адельбаев И.Е., Холкин О.С.**  
Магнийді шаймалау ерітінділерін қайта өңдеу технологиясындағы дәйекті  
электрхимиялық процестер.....176
- Имангалиева Б., Дүзелбаева С., Төлесінова И., Букейхан Д., Тұрланова А.,**  
Жылыжайда минералды жүн мен кокос талшығын субстарт ретінде қолданудың  
химия-агрономиялық бағасы.....190
- Құрманалиев М.Қ., Шанхова Ж.Е., Әбілқасова С.О., Калимолдина Л.М.,**  
**Бугубаева Г.О.**  
Полимерлік тасымалдаушыларда иммобилизацияланған краун-эфирлер —  
жаңа фазааралық катализаторлар ретінде.....207
- Матаев М.М., Оңғарбек А.Т., Сарсенбаева З.Б., Нурбекова М.А., Абдраимова М.Р.**  
**Перовскит құрылымды  $\text{CaMnO}_{2.98}$  синтезі мен морфологиясы.....221**
- Медеуова Г.Дж., Азимбаева Г.Е., Калиева А.Н., Садыкова Д.А., Ануарова Л.Е.**  
*Polygonum Aviculare* L. өсімдігінің құрамындағы дәрумендерді капиллярлы  
электрофорез әдісімен анықтау.....238
- Мукушева Г.К., Джалмаханбетова Р.И., Сейлханов Т.М., Бакибаев А.А., Алиева М.Р.**  
Сольсониннің азот атомы бойынша функционалдық модификация реакциялары  
және алынған туындылардың биологиялық белсенділігі.....251
- Мулдахметов З.М., Жакина А.Х., Арнт О.В., Василец Е.П., Жакин А.М.**  
Көміртекті толтырғышпен модификацияланған композициялық материалдар.....267
- Назарбек У., Райымбеков Е., Абдуразова П., Қамбарова Ғ.**  
Наноқұрылымданған суды қолдану арқылы суды тазарту тиімділігін зерттеу.....280
- Науанова А.П., Касенов Р.З., Давренбеков С.Ж., Болатбай А.Н., Алтынбекқызы Ә.**  
Қоңыр көмірден гуминдік заттарды бөліп алу процесін қарқындету.....295
- Нурлыбаева А.Н., Жарлыкапова Р.Б., Таубаева Р.С., Матниязова Г.К., Рустем Е.І**  
Акрил терполимердің физика-химиялық және механикалық қасиеттерін зерттеу.....309
- Уәли А., Өмірзақ Ұ., Титанов А., Абилканова Ф., Қунарбекова М.**  
Қалдық биомассадан алынған темірмен түрлендірілген биокөмір: құрылымы  
және потенциометриялық талдауда қолданылуы.....323
- Хамитова А.С., Нурмуханбетова Н.Н., Острцова И.Б., Касенова Н.Б., Кудерина Б.Т.**  
Аммиак негізінде металдар коррозиясының ингибиторларын синтездеу.....338

## СОДЕРЖАНИЕ

## ХИМИЯ

<b>Асембаева Э. К., Бейсехан А., Божбанов А.Ж., Нурмуханбетова Д.Е., Габдуллина Е.Ж.</b> Влияние семян чиа ( <i>Salvia Hispanica L.</i> ) на физико-химические и минеральные показатели обезжиренного творога.....	11
<b>Балкашбай Ш.Ж., Азимбаева Г.Е., Кудайбергенова Г.Н., Камысбаева А.К., Курбанбаева Н.М.</b> Определение биологически активных веществ в морфологических органах лекарственных растений.....	24
<b>Дарменбаева А.С., Rajasekharan R.</b> Получение и свойства наноцеллюлозных биокмполитов на основе агроотходов Жамбылской области.....	39
<b>Демец О.В., Рахимберлинова Ж.Б., Згардан В.В., Серых Н.В., Дюсекеева А.Т.</b> Качественный и количественный анализ аминокислот в экстракте коры берёзы киргизской.....	55
<b>Джумекеева А.И., Талгатов Э.Т., Ауезханова А.С., Кенжеева А.М., Найзабаев А.А.</b> Комплексообразование ионов палладия (II) с органическими полимерами различной природы.....	70
<b>Дмитриева Е.А.</b> Электролиты литий-ионных аккумуляторов.....	83
<b>Егембердиева С.Ж., Абдуразава П., Туртабаев С.К., Шитибаев С.А., Керимбаева К.З.</b> Каталитические свойства скелетных никелевых катализаторов, промотированных Ru и Rh, в реакции гидрирования масляного альдегида.....	97
<b>Ертаева А.Б., Адильбекова А.О., Төлеубекова А.Ғ.</b> Получение эмульсий, стабилизированных частицами бентонитовой глины.....	112
<b>Фишер Д., Джумадиллов Т., Хапонюк Ю., Тойланбай Г., Байшибеков А.</b> Интерполимерные системы KU-2-8:AV-17-8 для селективной сорбции рения, молибдена и вольфрама.....	129
<b>Жаникулов Н., Жургараева Д.</b> Исследование качества цементного клинкера, полученного из отходов кучного выщелачивания.....	148
<b>Жошыбаева А.А., Кожанова К.К., Момбеков С.Е., Баракова А.Ш.</b> Фармацевтическая разработка лекарственного препарата, содержащего ингибитор изоцитратлиазы.....	162

<b>Иванов Н.С., Абильмагжанов А.З., Нуртазина А.Е., Адельбаев И.Е., Холкин О.С.</b> Последовательные электрохимические процессы в технологии переработки растворов выщелачивания магния.....	176
<b>Имангалиева Б., Дүзелбаева С., Төлесінова И., Букейхан Д., Турланова А.</b> Химико-агрономическая оценка использования минеральной ваты и кокосового волокна в качестве субстрата в теплице.....	190
<b>Курманалиев М.К., Шаихова Ж.Е., Абилкасова С.О., Калимолдина Л.М., Бугубаева Г.О.</b> Краун-эфиры, иммобилизованные на полимерных носителях, как новые межфазные катализаторы.....	207
<b>Матаев М.М., Онгарбек А.Т., Сарсенбаева З.Б., Нурбекова М.А., Абдраимова М.Р.</b> Синтез и морфология перовскитной структуры $\text{CaMnO}_{2.98}$ .....	221
<b>Медсүова Г.Дж., Азимбаева Г.Е., Калиева А.Н., Садыкова Д.А., Ануарова Л.Е.</b> Определение витаминов, содержащихся в растении <i>Polygonum aviculare L.</i> , методом капиллярного электрофореза.....	238
<b>Мукушева Г.К., Джалмаханбетова Р.И., Сейлханов Т.М., Бакибаев А.А., Алиева М.Р.</b> Реакции функциональной модификации хлорида аммония по атому азота и биологическая активность полученных производных.....	251
<b>Мулдахметов З.М., Жакина А.Х., Арнт О.В., Василец Е.П., Жакин А.М.</b> Композитные материалы, модифицированные углеродным наполнителем.....	267
<b>Назарбек У., Райымбеков Е., Абдуразова П., Камбарова Г.</b> Исследование эффективности очистки воды с применением наноструктурированной воды.....	280
<b>Науанова А.П., Касенов Р.З., Давренбеков С.Ж., Болатбай А.Н., Алтынбекқызы А.</b> Интенсификация процесса выделения гуминовых веществ из бурого угля.....	295
<b>Нурлыбаева А.Н., Жарлыкапова Р.Б., Таубаева Р.С., Матниязова Г.К., Рустем Е.И.</b> Изучение физико-химических и механических свойств акрилового терполимера.....	309
<b>Уали А., Омирзак У., Титанов А., Абилканова Ф., Кунарбекова М.</b> Биоуголь, модифицированный железом, из отходов биомассы: структура и применение в потенциометрическом анализе.....	323
<b>Хамитова А.С., Нурмуханбетова Н.Н., Острцова И.Б., Касенова Н.Б., Кудерина Б.Т.</b> Синтез ингибиторов коррозии металлов на основе аммиака.....	338

© **Assembayeva E.K.<sup>1\*</sup>, Beisekhan A.<sup>1</sup>, Bozhbanov A.Zh<sup>1</sup>,  
Nurmukhanbetova D.E.<sup>2</sup>, Gabdullina E.Zh<sup>1</sup>, 2026.**

<sup>1</sup>Almaty Technological University, Almaty, Kazakhstan;

<sup>2</sup>Narxoz University, Almaty, Kazakhstan.

E-mail: [asembayevae@bk.ru](mailto:asembayevae@bk.ru)

### **EFFECT OF CHIA SEEDS (*SALVIA HISPANICA L.*) ON THE PHYSICOCHEMICAL AND MINERAL PROPERTIES OF LOW-FAT COTTAGE CHEESE**

**Assembayeva Elmira** — PhD, Almaty Technological University, Department of Applied Biotechnology, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: [asembayevae@bk.ru](mailto:asembayevae@bk.ru), <https://orcid.org/0000-0001-7964-7736>;

**Beisekhan Aizat** — master's student, 2nd year, Almaty Technological University, Department of Applied Biotechnology, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: [aizatbeisekhan05@gmail.com](mailto:aizatbeisekhan05@gmail.com), <https://orcid.org/0009-0009-8479-6256>;

**Bozhbanov Alikhan** — candidate of biological sciences, Almaty Technological University, Department of Applied Biotechnology, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: [bozhbanov2011@mail.ru](mailto:bozhbanov2011@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0003-2139-4523>;

**Nurmukhanbetova Dinara** — candidate of technical sciences, Narxoz University, EP “Restaurant and hotel business” Almaty, Kazakhstan,

E-mail: [dinara.nurmukhanbetova@narxoz.kz](mailto:dinara.nurmukhanbetova@narxoz.kz), <https://orcid.org/0000-0002-8939-6325>;

**Gabdullina Elzada** — doctor of Biological Sciences, associate, Almaty Technological University, Department of Applied Biotechnology, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: [elzadag@mail.ru](mailto:elzadag@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0002-8255-1070>.

**Abstract.** The aim of this work was to investigate the effect of chia seeds (*Salvia hispanica L.*) on the physicochemical and mineral parameters of low-fat cottage cheese. The object of the study was low-fat cottage cheese obtained by the traditional method and a sample enriched with 2% chia seeds. The obtained results showed that the addition of chia seeds has a positive effect on the structural and functional characteristics of cottage cheese. In particular, the increase in moisture content from 71.5% to 72.8% is explained by the water-binding capacity of hydrophilic polysaccharides in chia seeds, which enhances the water-holding capacity of the product and improves the stability of its consistency. A slight increase in protein content from 15.6% to 15.8% indicates the contribution of chia seeds as an additional source of plant protein, while the fat content remained practically unchanged and stayed at a level typical for a low-fat product. The

results also showed that the addition of chia seeds positively affects the structural and functional characteristics of cottage cheese. The analysis of the mineral composition revealed that the calcium content increased from 116.9 to 128.98 mg/100 g, while the phosphorus content increased from 184.6 to 201.80 mg/100 g. These changes indicate an increase in the biological value of the product and the maintenance of a favorable Ca:P ratio, which is important for bone tissue metabolism. In addition, the presence of dietary fiber (1.24%), which was absent in the control sample, enhances the functional properties of the product. No significant changes in acidity were observed: titratable acidity slightly decreased from 178.9°T to 177.8°T, and the pH value decreased from 4.62 to 4.58. These changes are technologically insignificant and indicate that the product remains within the acidity range typical for fermented dairy products. Overall, the results of the study showed that the addition of chia seeds to low-fat cottage cheese preserves its main technological parameters while improving its nutritional, mineral, and functional properties.

**Keywords:** Low-fat cottage cheese, chia seeds, physicochemical parameters, mineral composition, calcium, phosphorus, functional food products

*For citations: Assembayeva E.K., Beisekhan A., Bozhbanov A.Zh., Nurmukhanbetova D.E., Gabdullina E.Zh. Effect of chia seeds (salvia hispanica l.) on the physicochemical and mineral properties of low-fat cottage cheese. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.1. — P.11–23. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.337>*

© Асембаева Э.К.\*, Бейсехан А.<sup>1</sup>, Божбанов А.Ж.<sup>1</sup>,  
Нурмуханбетова Д.Е.<sup>2</sup>, Габдуллина Е.Ж.<sup>1</sup>, 2026.

<sup>1</sup>Алматы технологиялық университеті, Алматы, Қазақстан;

<sup>2</sup>Нархоз университеті, Алматы, Қазақстан.

E-mail: [asembayevae@bk.ru](mailto:asembayevae@bk.ru)

## ЧИА ДЭНДЕРІНІҢ (*SALVIA HISPANICA* L.) МАЙСЫЗДАНДЫРЫЛҒАН СҮЗБЕНІҢ ФИЗИКА-ХИМИЯЛЫҚ ЖӘНЕ МИНЕРАЛДЫҚ КӨРСЕТКІШТЕРІНЕ ӘСЕРІ

**Асембаева Эльмира** — PhD, Алматы технологиялық университеті, «Қолданбалы биотехнология» кафедрасы, Алматы, Қазақстан,

E-mail: [asembayevae@bk.ru](mailto:asembayevae@bk.ru), <https://orcid.org/0000-0001-7964-7736>;

**Бейсехан Айзат** — 2 курс магистранты, Алматы технологиялық университеті, «Қолданбалы биотехнология» кафедрасы, Алматы, Қазақстан,

E-mail: [aizatbeisekhan05@gmail.com](mailto:aizatbeisekhan05@gmail.com), <https://orcid.org/0009-0009-8479-6256>;

**Божбанов Алихан** — биология ғылымдарының кандидаты, Алматы технологиялық университеті, «Қолданбалы биотехнология» кафедрасы, Алматы, Қазақстан,

E-mail: [bozhbanov2011@mail.ru](mailto:bozhbanov2011@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0003-2139-4523>;

**Нурмуханбетова Динара** — техника ғылымдарының кандидаты, Нархоз университеті, «Мейрамхана және отель бизнесі» БББ, Алматы, Қазақстан,

E-mail: [dinara.nurmukhanbetova@narхоз.kz](mailto:dinara.nurmukhanbetova@narхоз.kz), <https://orcid.org/0000-0002-8939-6325>;

**Габдуллина Ельзада** — биология ғылымдарының докторы, Алматы технологиялық университеті, «Қолданбалы биотехнология» кафедрасы, Алматы, Қазақстан,  
E-mail: elzadag@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-8255-1070>.

**Аннотация.** Бұл зерттеу жұмысының мақсаты чиа дәндерінің (*Salvia hispanica* L.) майсыздандырылған сүзбенің физика-химиялық, биохимиялық және минералдық қасиеттеріне әсерін кешенді түрде бағалау болды. Зерттеу нысаны ретінде дәстүрлі технология бойынша алынған майсыздандырылған сүзбе және 2% мөлшерде чиа дәндерімен байытылған үлгі қарастырылды. Алынған нәтижелер чиа дәндерін қосу сүзбенің құрылымдық және функционалдық сипаттамаларына оң әсер ететінін көрсетті. Атап айтқанда, ылғалдылық мөлшерінің 71,5%-дан 72,8%-ға дейін артуы чиа дәндеріндегі гидрофильді полисахаридтердің суды байланыстыру қабілетімен түсіндіріледі, бұл өнімнің су ұстау қабілетін арттырып, консистенциясының тұрақтылығын жақсартады. Ақуыз мөлшерінің 15,6%-дан 15,8%-ға дейін шамалы өсуі чиа дәндерінің қосымша өсімдік ақуызы көзі ретіндегі үлесін көрсетеді, ал май мөлшері іс жүзінде өзгеріссіз қалып, майсыздандырылған өнімге тән деңгейде сақталды. Минералдық құрамды талдау нәтижесінде кальций мөлшері 116,9-дан 128,98 мг/100 г-ға дейін, ал фосфор мөлшері 184,6-дан 201,80 мг/100 г-ға дейін артқаны анықталды. Бұл өзгерістер өнімнің биологиялық құндылығының жоғарылағанын және сүйек тінінің метаболизмі үшін маңызды Са:Р қатынасының қолайлы деңгейде сақталғанын көрсетеді. Сонымен қатар, бакылау үлгісінде болмаған тағамдық талшықтардың (1,24%) пайда болуы өнімнің функционалдық бағыттылығын күшейтеді. Қышқылдық көрсеткіштері бойынша айтарлықтай өзгерістер байқалмады: титрлеу қышқылдығы 178,9°С-дан 177,8°С-ға дейін аздап төмендесе, рН мәні 4,62-ден 4,58-ге дейін төмендеді. Бұл өзгерістер технологиялық тұрғыдан маңызды емес және өнімнің ашытылған сүт өнімдеріне тән қышқылдық диапазонында қалғанын дәлелдейді. Жалпы алғанда, зерттеу нәтижелері чиа дәндерін майсыздандырылған сүзбеге қосу оның тағамдық, минералдық және функционалдық қасиеттерін арттыра отырып, негізгі технологиялық параметрлерін сақтайтынын көрсетті.

**Түйін сөздер:** майсыздандырылған сүзбе, чиа дәні, физика-химиялық көрсеткіштер, минералдық құрам, кальций, фосфор, функционалды тағам өнімдері

© Асембаева Э. К.<sup>1\*</sup>, Бейсехан А.<sup>1</sup>, Божбанов А. Ж.<sup>1</sup>,  
Нурмуханбетова Д. Е.<sup>2</sup>, Габдуллина Е. Ж.<sup>2</sup>, 2026.

<sup>1</sup>Алматинский технологический университет, Алматы, Казахстан;

<sup>2</sup>Университет Нархоз, Алматы, Казахстан.

E-mail: asebayevae@bk.ru

## ВЛИЯНИЕ СЕМЯН ЧИА (*SALVIA HISPANICA* L.) НА ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ И МИНЕРАЛЬНЫЕ ПОКАЗАТЕЛИ ОБЕЗЖИРЕННОГО ТВОРОГА

**Асембаева Эльмира** — PhD, Алматинский технологический университет, кафедра «Прикладная биотехнология», Алматы, Казахстан,

E-mail: [asembayevae@bk.ru](mailto:asembayevae@bk.ru), <https://orcid.org/0000-0001-7964-7736>;

**Бейсехан Айзат** — магистрант 2 курса, Алматинский технологический университет, кафедра «Прикладная биотехнология», Алматы, Казахстан,

E-mail: [aizatbeisekhan05@gmail.com](mailto:aizatbeisekhan05@gmail.com), <https://orcid.org/0009-0009-8479-6256>;

**Божбанов Алихан** — кандидат биологических наук, Алматинский технологический университет, кафедра «Прикладная биотехнология», Алматы, Казахстан,

E-mail: [bozhbanov2011@mail.ru](mailto:bozhbanov2011@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0003-2139-4523>;

**Нурмуханбетова Динара** — кандидат технических наук, Университет Нархоз, ОП «Ресторанный и отельный бизнес», Алматы, Казахстан,

E-mail: [dinara.nurmukhanbetova@narhoz.kz](mailto:dinara.nurmukhanbetova@narhoz.kz), <https://orcid.org/0000-0002-8939-6325>;

**Габдуллина Эльзада** — доктор биологических наук, Алматинский технологический университет, «Прикладная биотехнология», Алматы, Казахстан,

E-mail: [elzadag@mail.ru](mailto:elzadag@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0002-8255-1070>.

**Аннотация.** Целью данной работы является исследование влияния семян чиа (*Salvia hispanica* L.) на физико-химические и минеральные показатели обезжиренного творога. Объектом исследования служили образцы обезжиренного творога, полученные традиционным способом, а также образцы, обогащённые 2% семян чиа. Полученные результаты показали, что добавление семян чиа положительно влияет на структурно-функциональные характеристики творога. В частности, увеличение содержания влаги с 71,5% до 72,8% объясняется водосвязывающей способностью гидрофильных полисахаридов, содержащихся в семенах чиа, что способствует повышению водоудерживающей способности продукта и улучшению стабильности его консистенции. Незначительное увеличение содержания белка с 15,6% до 15,8% указывает на вклад семян чиа как дополнительного источника растительного белка, при этом содержание жира практически не изменилось и осталось на уровне, характерном для обезжиренного продукта. Анализ минерального состава показал увеличение содержания кальция со 116,9 до 128,98 мг/100 г и фосфора - со 184,6 до 201,80 мг/100 г. Эти изменения свидетельствуют о повышении биологической ценности продукта и сохранении благоприятного соотношения Са:Р, важного для метаболизма костной ткани. Кроме того, выявлено присутствие пищевых волокон (1,24%), отсутствующих в контрольном образце, что усиливает функциональную направленность продукта. Значительных изменений кислотности не наблюдалось: титруемая кислотность незначительно снизилась со 178,9°Т до 177,8°Т, а значение рН уменьшилось с 4,62 до 4,58. Данные изменения являются технологически несущественными и свидетельствуют о сохранении показателей в пределах, характерных для ферментированных молочных продуктов. В целом результаты исследования показывают, что добавление семян чиа в обезжиренный творог позволяет сохранить его основные технологические параметры при одновременном повышении питательной, минеральной и функциональной ценности продукта.

**Ключевые слова:** обезжиренный творог, семена чиа, физико-химические параметры, минеральный состав, кальций, фосфор, функциональные пищевые продукты

**Кіріспе.** Соңғы онжылдықта тек негізгі тамақтануды қамтамасыз етіп қана қоймай, денсаулықты қолдайтын және созылмалы аурулардың алдын алатын биологиялық белсенді заттармен байытылған функционалды тағамдарды әзірлеуге деген қызығушылық тұрақты түрде артып келеді. Мұндай өнімдерге полифенолдар, каротиноидтар, омега-3 май қышқылдары, пробиотиктер, пребиотиктер және ағзадағы антиоксидантты, қабынуға қарсы және метаболикалық процестерге әсер ететін басқа да биологиялық белсенді компоненттер кіруі мүмкін (Arshad et al., 2025; Zhang et al., 2025; Hajzer et al., 2025; Қайратұлы және т.б., 2025).

Сүзбе құрамында сүттің барлық маңызды қоректік заттары бар және ол емдік және тағамдық қасиеттер беретін кальцийге бай толыққұнды ақуыздың бай көзі болып табылады (Shutova et al., 2025).

Майсыз сүзбе жоғары сапалы, майсыз ақуыз көзі ретінде салауатты тамақтануда кеңінен қолданылады. Дегенмен, оның тағамдық және биологиялық құндылығын функционалды өсімдік компоненттерін қосу арқылы айтарлықтай арттыруға болады (Sukhikh et al., 2019). Осындай перспективалы ингредиенттердің бірі – тағамдық және функционалдық қасиеттері бар chia дәндері (*Salvia hispanica L.*). Chia (*Salvia hispanica L.*) – біржылдық шөптесін *Salvia hispanica L* өсімдігінен алынған кішкентай тұқым (Knez Knez Hrnčič et al., 2019).

Chia дәндері (*Salvia hispanica L.*)  $\alpha$ -линолен қышқылының ( $\omega$ -3), тағамдық талшықтардың және фенолдық қосылыстардың жоғары құрамына байланысты перспективалы функционалды тағам болып табылады. Хлорогендік және кофеин қышқылдарының, сондай-ақ флавоноидтардың (кверцетин, кемпферол және мирицетин) болуы олардың айқын антиоксиданттық қасиеттеріне ықпал етеді. Олардың бай биохимиялық құрамы қант диабеті, дислипидемия және гипертонияны қоса алғанда, метаболикалық бұзылулардың алдын алу әлеуетінің негізін құрайды. Осылайша, chia дәндері функционалды тағамдар мен нутрицевтиктерді әзірлеу үшін перспективалы шикізат ретінде қызығушылық тудырады (Ullah et al., 2016, Nyingi Wambua et al., 2021).

Chia дәндері тағамдық талшықтарға, жартылайқанықпаған май қышқылдарына, әсіресе  $\alpha$ -линолен қышқылына ( $\omega$ -3), алмастырылмайтын аминқышқылдары бар толыққұнды ақуызға, сондай-ақ фосфор, кальций, магний, темір, мырыш және калий сияқты минералдарға, дәрумендерге (А, В, К, Е, D) және антиоксиданттарға бай (Kulczyński et al., 2019; Knez Hrnčič et al., 2019). Сонымен қатар, chia дәндері айқын антиоксиданттық қасиеттер беретін кверцетин, рутин және галл қышқылы сияқты биофлавоноидтардың көзі болып табылады (Kulczyński et al., 2019).

Namouda және т.б. авторлар өз зерттеулерінде йогурт пен сүзбе сияқты сүт өнімдеріне chia дәнін қосу құрылымды жақсартатынын, сақтау мерзімін ұзартатынын және тағамдық талшықтың құрамы мен антиоксиданттық белсенділікті арттыратынын көрсетті (Namouda et al., 2025). Chia дәндерін пісірілген тағамдарда, глютенсіз өнімдерде және сүт өнімдерінде қолдану бойынша зерттеулерге қарамастан (Miranda-Ramos et al., 2020; Ahmed et al., 2020; Guiotto et al., 2020; Namouda et al., 2025), оларды майсыздандырылған сүзбеде

оның тағамдық және функционалдық құндылығын арттыру үшін қолдану әлі толық зерттелмеген. Сондықтан, chia дәндерінің майсыздандырылған сүзбенің химиялық құрамына, органолептикалық қасиеттеріне, антиоксиданттық белсенділігіне және құрылымдық сипаттамаларына әсерін бағалау маңызды. Зерттеудің мақсаты chia дәндерінің майсыздандырылған сүзбенің физика-химиялық көрсеткіштеріне және минералдық құрамына әсерін зерттеу болды.

**Әдеби шолу.** Соңғы жылдары функционалдық тағам өнімдерін өндіруде өсімдік тектес шикізатты қолдану кеңінен дамып келеді. Осындай ингредиенттердің бірі – *Salvia hispanica L.* (chia дәндері). Ғылыми зерттеулер көрсеткендей, chia дәндері жоғары тағамдық және биологиялық құндылыққа ие, сондықтан оларды сүт өнімдерін, соның ішінде майсыздандырылған сүзбені байыту үшін қолдану өзекті болып табылады. Chia дәндерінің химиялық құрамы жоғары деңгейде теңгерілген. *Salvia hispanica* дәндерінің құрамында ақуыз мөлшері 15–25%, майлар 30–33%, ал тағамдық талшықтар 30%-дан жоғары екендігі анықталған. Сонымен қатар, олардың құрамында  $\alpha$ -линолен қышқылы сияқты омега-3 май қышқылдары басым келеді (Capitani et al., 2012; Ullah et al., 2016).

Chia дәндерінің ерекше қасиеттерінің бірі – олардың жоғары мөлшерде минералдық заттарды қамтуы. Зерттеулерге сәйкес, олардың құрамында кальций (560–800 мг/100 г), магний (300–400 мг/100 г), фосфор және темір сияқты элементтер едәуір мөлшерде кездеседі. Бұл көрсеткіштер көптеген дәстүрлі дәнді дақылдармен салыстырғанда жоғары (Ullah et al., 2016). Осыған байланысты chia тұқымдарын сүт өнімдеріне қосу олардың минералдық құндылығын арттыруға мүмкіндік береді.

Chia дәндерінің маңызды технологиялық қасиеттерінің бірі – олардың құрамындағы жоғары молекулалы полисахаридтердің болуына байланысты суды қарқынды сіңіріп, гель тәрізді құрылым түзу қабілеті болып табылады. Гидратация кезінде *Salvia hispanica* дәндері муцилагель түзіп, жоғары су байланыстыру және тұтқырлық қасиеттерін көрсетеді, бұл олардың тағам өнімдерінде табиғи қоюландырғыштар, тұрақтандырғыштар, эмульгаторлар және гель түзуші агенттер ретінде қолданылуына мүмкіндік береді (Brütsch et al., 2019; Muñoz et al., 2013). Сонымен қатар, chia дәндерінің реологиялық қасиеттері оның әлсіз гель типіне жататынын көрсетеді, бұл өнімнің құрылымын тұрақтандырып, оның біртектілігін арттыруға ықпал етеді. Зерттеулерге сәйкес, chia негізіндегі гидроколлоидтар тағам жүйелерінде синерезис құбылысын төмендетіп, ылғал ұстау қабілетін арттырады, нәтижесінде өнімнің текстурасы жақсарып, сақтау тұрақтылығы жоғарылайды (Goh et al., 2016).

Майсыздандырылған сүзбе – жоғары ақуызды, бірақ май мөлшері төмен өнім. Оның негізгі кемшіліктеріне құрғақ консистенция, төмен пластикалығы және сарысудың бөлінуіне бейімділігі жатады. Осы тұрғыдан алғанда, chia дәндерін қосу өнімнің құрылымдық-механикалық қасиеттерін жақсартудың тиімді тәсілі болып табылады. Chia құрамындағы ерігіш талшықтар мен гель түзуші заттар сүзбенің ылғал ұстау қабілетін арттырып, оның нәзік және біртекті консистенциясын қамтамасыз етеді.

**Зерттеу нысаны мен әдістері.** Зерттеуге майсыздандырылған сүт, Chr. Hansen (Дания) компаниясының коммерциялық ұйытқысы, чиа дәндері (*Salvia hispanica L.*) және стевия ұнтағы алынды. Майсыздандырылған сүт  $80 \pm 2^\circ\text{C}$  температурада 30 секунд пастерленеді, содан кейін ферментация процесі үшін оңтайлы температура болып табылатын  $28 \pm 2^\circ\text{C}$  дейін салқындатылады.

Дайындалған сүтке коммерциялық ұйытқының 1%-ы қосылады. Ферментация  $80-90^\circ\text{T}$  титрленетін қышқылдыққа жеткенше және сүзбе ұйындысы пайда болғанша  $30 \pm 2^\circ\text{C}$  температурада 6-8 сағат бойы жүргізіледі. Алынған сүзбе ұйындысынан сарысу бөлінеді. Дайын сүзбе массасына 0,2-0,6% стевия ұнтағы және 2% чиа дәндері қосылады. Алынған қоспа біркелкі консистенцияға жеткенше 5-10 минут бойы мұқият араластырылды, содан кейін дайын сүзбе өнімі ( $4 \pm 2$ )  $^\circ\text{C}$  температураға дейін салқындатылды. Чиа дәндері дистилденген суда (1:10 қатынасы,  $25^\circ\text{C}$ ) 10 минут бойы алдын ала жібітілгеннен кейін қосылды, бұл олардың ісінуін қамтамасыз етті және өнімнің сусыздануына жол бермеді.

Дайын сүзбе үлгілерінің физика-химиялық құрамы жалпы қабылданған стандартты әдістерді қолдану арқылы кешенді түрде анықталды. Әрбір көрсеткіш тиісті нормативтік құжаттарға сәйкес бірнеше рет қайталанып, нәтижелердің нақтылығы қамтамасыз етілді. Ылғалдылық мөлшері үлгілерді  $105^\circ\text{C}$  температурада тұрақты массаға дейін кептіру арқылы анықталды (МЕМСТ 3626-73). Бұл әдіс өнім құрамындағы еркін және байланысқан ылғалдың жалпы мөлшерін дәл бағалауға мүмкіндік береді. Жалпы ақуыз мөлшері Кьельдал әдісі бойынша (МЕМСТ 23327-98) анықталды, яғни үлгі құрамындағы органикалық азот күкірт қышқылымен минералдандырылып, түзілген аммиак титрлеу арқылы есептелді, нәтижесінде ақуыздың жалпы мөлшері анықталды.

Май мөлшері қышқыл экстракциясынан және центрифугалау арқылы бөлініп, Гербер әдісімен (МЕМСТ 5867-90) анықталды, бұл әдіс сүт өнімдеріндегі май фракциясын жедел және жеткілікті дәлдікпен бағалауға мүмкіндік береді. Тағамдық талшықтардың мөлшері стандартты ферментативті-гравиметриялық әдіс бойынша (МЕМСТ 34844-2022) анықталып, ферменттік өңдеу нәтижесінде қорытылмайтын қалдық массасы өлшенді. Күл мөлшері үлгілерді муфель пешінде  $550^\circ\text{C}$  температурада тұрақты массаға дейін жағу арқылы анықталды (МЕМСТ 3626-73), бұл өнімдегі минералды заттардың жалпы мөлшерін сипаттайды. Су тектік көрсеткіш (pH) алдын ала калибрленген pH-метр көмегімен өлшенді (МЕМСТ 26781-85), ал титрленетін қышқылдық ( $^\circ\text{T}$ ) сілті ерітіндісімен титрлеу арқылы анықталды (МЕМСТ 3624-92), бұл көрсеткіштер өнімнің қышқылдық деңгейін және ферментация дәрежесін сипаттайды.

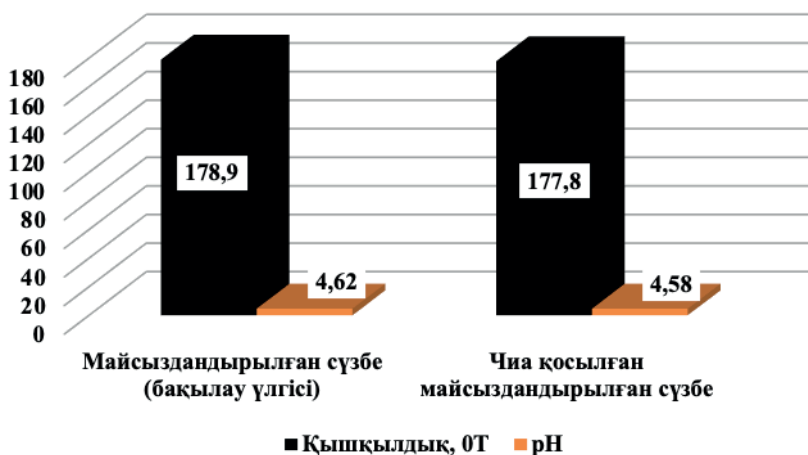
Минералдық құрамды бағалау үшін кальций мөлшері комплексонометриялық титрлеу әдісімен, ал фосфор мөлшері молибдатометриялық әдіспен анықталды, бұл әдістер минералды элементтердің сандық құрамын дәл анықтауға мүмкіндік береді. Барлық талдаулар 3–5 рет қайталанып, алынған нәтижелердің орташа арифметикалық мәндері есептелді.

**Зерттеу нәтижелері.** Сүзбе – құрамында онай сіңетін ақуыздар, минералдар және басқа да биологиялық белсенді компоненттер бар жоғары тағамдық

құндылығы бар дәстүрлі ашытылған сүт өнімі. Бұл өнімдердің физика-химиялық қасиеттері – ылғал, ақуыз, май, күл мөлшері, белсенді және титрленетін қышқылдық (рН және °Т) – өнім сапасы мен сақтау және тұтыну кезіндегі тұрақтылығының маңызды көрсеткіштері болып табылады.

Майсыздандырылған ірімшіктің физика-химиялық көрсеткіштері оның тағамдық құндылығын, құрылымдық қасиеттерін және технологиялық тұрақтылығын сипаттайтын негізгі көрсеткіштер болып табылады.

Зерттеу барысында бақылау үлгісі мен chia дәндерімен байытылған үлгілердегі қышқылдық параметрлер (рН және титрленетін қышқылдық) анықталды. Нәтижелер 1-суретте көрсетілген.



Сурет 1 – Сүзбе үлгілерінің рН мәні мен титрлеу қышқылдығы, °Т

Алынған зерттеу нәтижелері майсыздандырылған сүзбеге chia дәнін қосу қышқылдық көрсеткіштеріне айтарлықтай әсер етпейтінін, яғни технологиялық процестің тұрақтылығы сақталатынын көрсетті. Бақылау үлгісінде титрлеу қышқылдығы 178,9 °Т болса, chia дәні қосылған үлгіде ол 177,8 °Т-ға дейін төмендеді. Абсолюттік айырмашылық 1,1 °Т құрады. Бұл айырмашылық тәжірибелік қателік шегіне жақын және технологиялық тұрғыдан елеулі өзгеріс ретінде қарастырылмайды, яғни ферментация процесінің қарқындылығы мен сүтқышқылды микрофлораның белсенділігіне chia дәндерінің айқын тежеуші әсері байқалмаған.

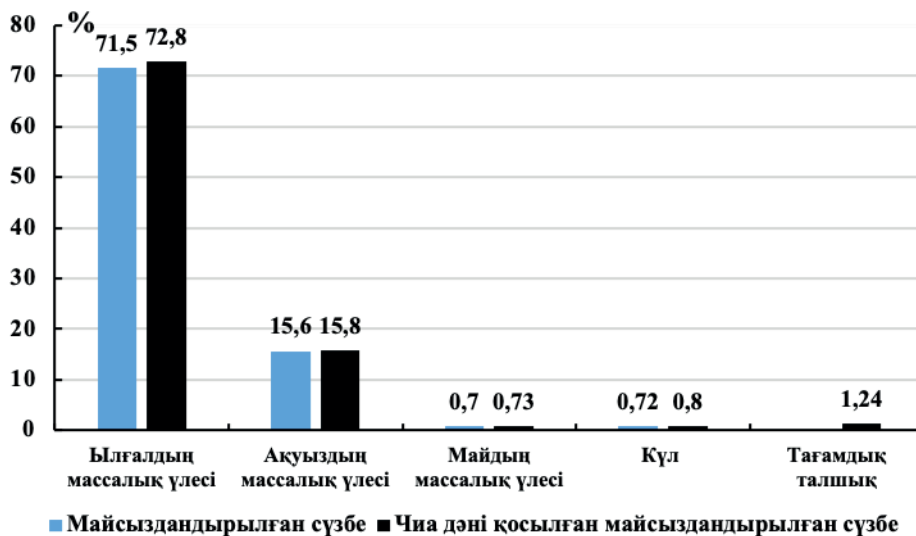
рН мәнінің 4,62-ден 4,58-ге дейін төмендеуі (айырмашылық: 0,04 бірлік) өнімнің сәл қышқылданғанын көрсеткенімен, бұл өзгеріс те ашытылған сүт өнімдеріне тән қалыпты диапазоннан шықпайды. Мұндай өзгерісті chia дәндерінің құрамындағы гидрофильді полисахаридтердің су фазасын құрылымдауы, соның нәтижесінде қышқыл компоненттердің біркелкі таралуы және протондардың локальды концентрациясының өзгеруімен түсіндіруге болады. Сонымен қатар, chia дәндері ферментация процесіне тікелей қатыспағанымен, орта тұтқырлығын арттыру арқылы сүтқышқылды бактериялардың метаболизм өнімдерінің

диффузиясына жанама әсер етуі мүмкін.

Қышқылдықтың тұрақты деңгейде сақталуы микробиологиялық қауіпсіздік тұрғысынан маңызды, себебі рН мәні шамасының 4,5–4,6 аралығында болуы патогенді және шартты-патогенді микроорганизмдердің дамуын тежейді. Бұл өз кезегінде өнімнің сақтау тұрақтылығын арттыруға ықпал етеді. Сонымен қатар, титрлеу қышқылдығы мен рН мәні көрсеткіштерінің үйлесімді өзгеруі буферлік жүйелердің (ақуыздар мен минералды тұздардың) тұрақты жұмыс істейтінін көрсетеді.

Осылайша, жүргізілген талдау chia дәндерін қосу сүзбенің қышқылдық тепеңдігін бұзбайтынын, ферментация процесінің қалыпты жүруін қамтамасыз ететінін және өнімнің микробиологиялық қауіпсіздігі мен технологиялық тұрақтылығын сақтай отырып, оның функционалдық қасиеттерін арттыруға мүмкіндік беретінін дәлелдейді.

Сүзбе үлгілерінің биохимиялық құрамын анықтау мақсатында химиялық құрамына талдау жүргізілді, алынған нәтижелер 2-суретте келтірілген.



Сурет 2 – Сүзбе үлгілерінің биохимиялық құрамы, %

**Талқылау.** Талдау нәтижелері майсыздандырылған сүзбеге chia дәнін қосу оның физика-химиялық құрамына кешенді оң әсер ететінін көрсетті. Ылғалдың массалық үлесінің 71,5 %-дан 72,8 %-ға дейін артуы (1,3 %) chia дәндеріндегі гидрофильді тағамдық талшықтардың, әсіресе ерігіш полисахаридтердің су байланыстыру қабілетімен түсіндіріледі. Бұл құбылыс өнімнің су ұстау қабілетін күшейтіп, синерезис (сарысудың бөлінуі) деңгейін төмендетуге және консистенцияның тұрақтылығын арттыруға ықпал етеді. Нәтижесінде сүзбенің құрылымы тығыз әрі біртекті бола түседі.

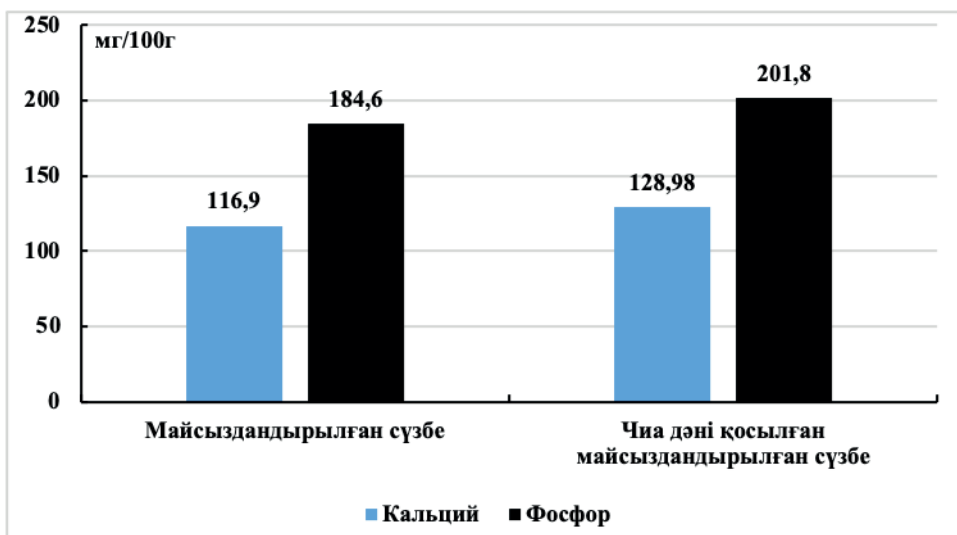
Ақуыздың массалық үлесінің 15,6 %-дан 15,8 %-ға дейін артуы (0,2 %)

айтарлықтай үлкен өзгеріс болмаса да, чиа дәндерінің қосымша өсімдік ақуызы көзі ретінде өнімнің аминқышқылдық құрамын толықтыруға қатысатынын көрсетеді. Бұл, әсіресе, функционалдық тағам тұрғысынан маңызды, себебі өсімдік және сүт ақуыздарының комбинациясы биологиялық құндылықты арттыруы мүмкін. Май мөлшерінің 0,70-тен 0,73 %-ға дейін өзгеруі (0,03 %) өте аз және технологиялық тұрғыдан елеулі емес, яғни өнімнің майсыздандырылған сипаты сақталған.

Күл мөлшерінің 0,72 %-дан 0,80 %-ға дейін жоғарылауы (0,08 %) чиа дәндерінің минералдық құрамының жоғары болуымен байланысты. Бұл көрсеткіш өнімдегі жалпы минералды заттардың (әсіресе кальций, магний, фосфор) концентрациясының артқанын жанама түрде дәлелдейді. Сонымен қатар, тағамдық талшықтардың 1,24 % мөлшерінде пайда болуы өнімнің функционалдық бағытын айқындайды, себебі мұндай талшықтар ас қорыту жүйесіне оң әсер етіп, пребиотикалық қасиет көрсетуі мүмкін.

Аталған өзгерістердің барлығы өзара байланысты: тағамдық талшықтардың су байланыстыру қабілеті ылғалдылықты арттырса, минералдық құрамның жоғарылауы күл мөлшерінің өсуіне әкеледі, ал ақуыздың аздап артуы өнімнің тағамдық құндылығын толықтырады. Бұл ретте негізгі технологиялық параметрлердің (май мөлшері, құрылым тұрақтылығы) сақталуы өнімнің өндірістік тұрғыдан жарамдылығын көрсетеді.

Осылайша, алынған нәтижелер чиа дәндерін майсыздандырылған сүзбеге қосу өнімнің тағамдық және функционалдық құндылығын арттыра отырып, оның негізгі технологиялық сипаттамаларын сақтайтынын көрсетеді. Зерттеу барысында чиа дәндерінің сүзбе құрамындағы минералды заттарға әсеріне талдау жүргізілді, алынған нәтижелер төмендегі 3-суретте келтірілген.



Сурет 3 – Сүзбе үлгілері құрамындағы кальций мен фосфор мөлшері, мг/100г

Алынған талдау нәтижелері майсыздандырылған сүзбені 2% чиа дәнімен байыту оның минералдық құрамына айқын оң әсер ететінін көрсетті. Кальций мөлшері 116,9-дан 128,98 мг/100 г-ға дейін артты, яғни абсолюттік өсім 12,08 мг/100 г ( $128,98 - 116,9 = 12,08$ ), бұл шамамен 10,3% салыстырмалы өсімді құрайды. Фосфор мөлшері 184,6-дан 201,80 мг/100 г-ға дейін жоғарылап, абсолюттік өсім 17,2 мг/100 г, яғни шамамен 9,3% артқан. Бұл көрсеткіштер чиа дәндерінің минералдық элементтерге бай екендігін және олардың сүт өнімдеріне қосу тиімді екенін дәлелдейді. Кальций мен фосфордың бір мезгілде артуы олардың өзара қатынасының (Са:Р) сақталуына мүмкіндік береді. Бақылау үлгісінде бұл қатынас шамамен 0,63-ке тең, ал чиа дәндері қосылған үлгіде 0,64 шамасында болады. Бұл мәндердің бір-біріне жақын болуы минералдардың тепе-теңдігінің бұзылмағанын көрсетеді. Ғылыми тұрғыдан алғанда, Са:Р қатынасының тұрақтылығы кальцийдің тиімді сіңірілуі үшін маңызды фактор болып табылады, себебі фосфордың шамадан тыс немесе жеткіліксіз болуы кальцийдің биожетімділігіне кері әсер етуі мүмкін.

Минералдық құрамның жоғарылауы тек сандық өзгеріс қана емес, сонымен қатар өнімнің функционалдық маңызын арттыратын сапалық көрсеткіш болып табылады. Чиа дәндеріндегі кальций көбінесе органикалық байланысқан формада болады, бұл оның асқорыту жүйесінде жақсы еріп, сіңірілуіне ықпал етеді. Сонымен қатар, чиа дәндері құрамындағы тағамдық талшықтар мен фитохимиялық қосылыстар минералдардың ішек арқылы тасымалдануына жанама түрде әсер етуі мүмкін. Сүзбе – табиғи түрде кальцийге бай өнім, ал оны өсімдік текті минерал көздерімен толықтыру синергетикалық әсер береді. Бұл әсіресе остеопороздың алдын алу, сүйек тінінің минералдануын қолдау және жалпы минералдық алмасуды жақсарту тұрғысынан маңызды. Сонымен қатар, минералдық құрамның артуы өнімнің тағамдық құндылығын жоғарылатып қана қоймай, оны функционалды тағамдар санатына жатқызуға негіз болады.

Осылайша, жүргізілген талдау чиа дәндерін майсыздандырылған сүзбеге қосу кальций мен фосфор мөлшерін арттыру арқылы өнімнің минералдық құндылығын едәуір жақсартатынын, Са:Р қатынасының физиологиялық қолайлы деңгейін сақтайтынын және оны сүйек тінінің метаболизмі үшін маңызды функционалды тағам өнімі ретінде қарастыруға мүмкіндік беретінін ғылыми тұрғыдан дәлелдейді.

**Қорытынды.** Қорытындылай келе жүргізілген зерттеу нәтижелері майсыздандырылған сүзбені (*curd product*) чиа дәндерімен (*Salvia hispanica L.*) байыту оның сапалық көрсеткіштеріне кешенді оң әсер ететінін ғылыми тұрғыдан негіздейді. Тәжірибелік деректерді талдау барысында өнімнің негізгі физика-химиялық, биохимиялық және минералдық көрсеткіштерінің өзгеру заңдылықтары анықталды.

Анықталғандай, чиа дәндерін 2% мөлшерде енгізу сүзбенің ылғалдылық деңгейін 71,5%-дан 72,8%-ға дейін арттырды. Бұл өзгеріс чиа құрамындағы гидрофильді полисахаридтердің жоғары су байланыстыру қабілетімен түсіндіріледі, нәтижесінде өнімнің консистенциясы жақсарып, құрылымдық

тұрақтылығы артады. Ақуыз мөлшерінің 15,6%-дан 15,8%-ға дейін шамалы өсуі чиа дәндерінің қосымша өсімдік тектес ақуыз көзі екенін көрсетеді. Май мөлшерінің 0,70–0,73% аралығында сақталуы өнімнің майсыздандырылған сипатының өзгермегенін дәлелдейді.

Минералдық құрамға жүргізілген талдау нәтижелері кальций мөлшерінің 116,9-дан 128,98 мг/100 г-ға дейін, ал фосфордың 184,6-дан 201,80 мг/100 г-ға дейін артқанын көрсетті. Бұл көрсеткіштер өнімнің биологиялық құндылығының жоғарылағанын және кальций мен фосфордың өзара қолайлы қатынасының сақталғанын айғақтайды. Сонымен қатар, тағамдық талшықтардың (1,24%) пайда болуы зерттелген өнімнің функционалдық тағам ретіндегі маңыздылығын арттырады.

Қышқылдық көрсеткіштерін салыстырмалы талдау барысында титрленетін қышқылдықтың 178,9°Т-дан 177,8°Т-ға дейін аздап төмендегені және рН мәнінің 4,62-ден 4,58-ге дейін өзгергені анықталды. Бұл айырмашылықтардың шамасы технологиялық тұрғыдан елеусіз және өнімнің ашытылған сүт өнімдеріне тән қышқылдық диапазонында сақталғанын көрсетеді. Демек, чиа дәндерін енгізу ферментация процесіне және өнімнің микробиологиялық тұрақтылығына теріс әсер етпейді.

Жалпы алғанда, алынған нәтижелер чиа дәндерін майсыздандырылған сүзбеге қосу өнімнің тағамдық және функционалдық құндылығын арттыра отырып, оның негізгі технологиялық және сапалық көрсеткіштерін сақтайтынын дәлелдейді. Осыған байланысты, чиа дәндері майсыздандырылған сүзбе негізінде функционалды тағам өнімдерін әзірлеуде тиімді және перспективалы ингредиент ретінде ұсынылады.

### References

- Ahmed I.B.H., Hannachi A., & Haros C.M. (2020) Combined effect of chia flour and soy lecithin incorporation on nutritional and technological quality of fresh bread and during staling. *Foods*, 9(4):446. DOI: 10.3390/foods9040446 (in Eng.)
- Arshad Z., Shahid S., Hasnain A., Yaseen E., & Rahimi M. (2025) Functional foods enriched with bioactive compounds: therapeutic potential and technological innovations. *Food Science & Nutrition*, 13(10):e71024. DOI: 10.1002/fsn3.71024 (in Eng.)
- Brütsch L., Stringer F.J., Kuster S., Windhab E.J. and Fischer P. (2019) Chia Seed Mucilage—A Vegan Thickener: Isolation, Tailoring Viscoelasticity and Rehydration. *Food & Function*, 10. — P. 4854-4860. DOI: 10.1039/c8fo00173a (in Eng.)
- Capitani M.I., Spotorno V., Nolasco S.M., & Tomás M.C. (2012) Physicochemical and functional characterization of by-products from chia (*Salvia hispanica* L.) seeds of Argentina. *LWT-Food Science and Technology*, 45(1). — P. 94-102. DOI: 10.1016/j.lwt.2011.07.012 (in Eng.)
- Goh K.K.T., Matia-Merino L., Chiang J.H., Quek R., Soh S.J.B., & Lentle R.G. (2016) The physicochemical properties of chia seed polysaccharide and its microgel dispersion rheology. *Carbohydrate polymers*, 149. — P. 297-307. DOI: 10.1016/j.carbpol.2016.04.126 (in Eng.)
- Guiotto E.N., Tomás M.C., & Haros C.M. (2020) Development of highly nutritional breads with by-products of chia (*Salvia hispanica* L.) seeds. *Foods*, 9(6):819. DOI: 10.3390/foods9060819 (in Eng.)
- Hamouda M.E., Kalita R., Ali A.K., Chaudhary P., Don P.U., Abdelsater O. A., ... & Elderwy Y. (2025) Chia Seed Gel Powder as a Clean-Label Enhancer of Texture, Physicochemical Quality, Antioxidant Activity, and Prebiotic Function in Probiotic Low-Fat Yogurt. *Processes*, 14(1):1. DOI: 10.3390/pr14010145 (in Eng.)

Hajzer Z.E., Alibrahem W., Kharrat Helu N., Oláh C., & Prokisch J. (2025) Functional foods in clinical trials and future research directions. *Foods*, 14(15):2675. DOI: 10.3390/foods14152675 (in Eng.)

Kajratuly E., Asembaeva E.K., Bozhbanov A.Zh., Nurmuhambetova D.E., Gabdullina E. Zh. (2025) Қырамдастырылған сүтқышқылды онімдердің физика-химиялық көрсеткіштерін баралау [Evaluation of physicochemical indicators of combined fermented milk products]. *Academic Scientific Journal of Chemistry*, 3 (464):102-114. DOI: 10.32014/2025.2518-1491.303. (In Kazakh).

Knez Hrnčić M., Ivanovski M., Cör D., & Knez Ž. (2019) Chia Seeds (*Salvia hispanica* L.): An overview—Phytochemical profile, isolation methods, and application. *Molecules*, 25(1):11. DOI: 10.3390/molecules25010011 (in Eng.)

Kulczyński B., Kobus-Cisowska J., Taczanowski M., Kmiecik D., & Gramza-Michałowska A. (2019) The chemical composition and nutritional value of chia seeds—Current state of knowledge. *Nutrients*, 11(6):1242. DOI: 10.3390/nu11061242 (in Eng.)

Miranda-Ramos K., Millán-Linares M.C., & Haros C.M. (2020) Effect of chia as breadmaking ingredient on nutritional quality, mineral availability, and glycemic index of bread. *Foods*, 9(5):663. DOI: 10.3390/foods9050663 (in Eng.)

Muñoz L.A., Cobos A., Diaz O., & Aguilera J. M. (2013) Chia seed (*Salvia hispanica*): an ancient grain and a new functional food. *Food Reviews International*, 29(4). — P. 394–408. DOI: 10.1080/87559129.2013.818014 (in Eng.)

Nyingi Wambua J., & Mburu M.W. (2021) Chia (*Salvia hispanica* L.) seeds phytochemicals, bioactive compounds, and applications: a review. DOI: 10.24018/ejfood.2021.3.6.381 (in Eng.)

Sukhikh S., Astakhova L., Golubcova Y., Lukin, A., Prosekova E., Milenteva I., ... & Rasshchepkin A. (2019) Functional dairy products enriched with plant ingredients. *Foods and Raw materials*, 7(2):428-438. DOI: 10.21603/2308-4057-2019-2-428-438 (in Eng.)

Shutova V.V., Revin V.V. (2025) Poluchenie funktsional'nyh molochnyh produktov s ispol'zovaniem dobavok na osnove vodoroslej. *Medicina i biotekhnologii*. [Production of functional dairy products using algae-based additives. *Medicine and Biotechnology*] 1(2):102-118. [https:// DOI: 10.15507/3034-6231.001.202502.102-118](https://doi.org/10.15507/3034-6231.001.202502.102-118) (in Russian).

Ullah R., Nadeem M., Khaliq A., Imran M., Mehmood S., Javid A., & Hussain J. (2016) Nutritional and therapeutic perspectives of Chia (*Salvia hispanica* L.): A review. *Journal of food science and technology*, 53(4):1750-1758. DOI: 10.1007/s13197-015-1967-0 (in Eng.)

Zhang X., Zeng Q., & He W. (2025) From Broad-Spectrum Health to Targeted Prevention: A Review of Functional Foods in Chronic Disease Management. *Molecules*, 31(1):103. DOI: 10.3390/molecules31010103 (in Eng.)

© **Balkhashbay Sh.Zh.\***, **Azimbayeva G.E.**, **Kudaibergenova G.N.**,  
**Kamysbayeva A.K.**, **Kurbanbayeva N.M.**, 2026.

Kazakh National Women's Teacher Training University, Almaty, Kazakhstan.

E-mail: [synarbalkasbaj@gmail.com](mailto:synarbalkasbaj@gmail.com)

## DETERMINATION OF BIOLOGICALLY ACTIVE COMPOUNDS IN MORPHOLOGICAL PARTS OF MEDICINAL PLANTS

**Azimbayeva Gulbaira** — candidate of chemical sciences, acting professor of the department of chemistry, Kazakh National Women's Teacher Training University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: [azimbaeva.g@qyzpu.edu.kz](mailto:azimbaeva.g@qyzpu.edu.kz), <https://orcid.org/0000-0002-6558-8146>;

**Kudaibergenova Gulzira** — candidate of chemical sciences, Senior Lecturer of the department of chemistry, Kazakh National Women's Teacher Training University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: [kudaibergenova.g@qyzpu.edu.kz](mailto:kudaibergenova.g@qyzpu.edu.kz), <https://orcid.org/0009-0006-9888-8061>;

**Kamysbayeva Aliya** — master of pedagogical sciences, Senior Lecturer of the department of chemistry, Kazakh National Women's Teacher Training University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: [kamysbayeva.a@qyzpu.edu.kz](mailto:kamysbayeva.a@qyzpu.edu.kz), <https://orcid.org/0000-0003-0092-4636>;

**Kurbanbayeva Nurzhamol** — master of natural sciences, lecturer of the department of chemistry, Kazakh National Women's Teacher Training University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: [knurzhamol@gmail.com](mailto:knurzhamol@gmail.com), <https://orcid.org/0009-0008-3997-3375>;

**Balkhashbay Shynar** — master of pedagogical sciences, lecturer of the department of chemistry, Kazakh National Women's Teacher Training University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: [synarbalkasbaj@gmail.com](mailto:synarbalkasbaj@gmail.com), <https://orcid.org/0000-0002-8755-3788>.

**Abstract.** Medicinal plants represent an important natural source of biologically active compounds. Among them, species from the Asteraceae family, together with several representatives of the Urticaceae family, have long been used in traditional medicine. In recent years, the growing demand for safe phytotherapeutic agents and functional food ingredients has considerably increased scientific interest in the investigation of their phytochemical composition and biological properties. The aim of this study was to determine the quantitative content of the main groups of biologically active substances in morphological parts of selected medicinal plants belonging to different families and to identify plant organs characterized by the highest accumulation of target compounds. Samples of *Cichorium intybus*, *Helianthus tuberosus*, *Dahlia evelines* and *Urtica dioica* were collected in the Almaty region and separated into aerial parts, including flowers, stems and leaves, for further analysis. Fiber content was determined by the gravimetric method. Vitamin C, pectin substances and tannins

were measured using titrimetric procedures. Flavonoids, polyphenols, anthocyanins, phenolic acids and carotenoids were quantified photocolometrically with calibrated standards. Total protein was evaluated by the Kjeldahl method, while fat and inulin contents were assessed according to standard analytical protocols. The results demonstrated that phytochemical composition varied considerably depending on plant species and organ. The stem of *Cichorium intybus* showed the highest fiber content, whereas its leaves accumulated larger amounts of inulin and carotene. Stems of *Dahlia evelines* were characterized by elevated levels of anthocyanins and polyphenols. *Urtica dioica* exhibited comparatively high concentrations of phenolic acids and tannins. In general, leaves contained higher levels of antioxidant phenolic compounds than flowers, reflecting organ-specific metabolic specialization. The obtained data confirm the pharmacological and functional potential of the studied plants and support their use as promising raw materials for phytopreparations and functional food ingredients, as well as for future phytochemical and pharmacological research.

**Keywords:** Asteraceae, Urticaceae, *Cichorium intybus*, *Helianthus tuberosus*, *Dahlia evelines*, *Urtica dioica*

*For citations: Balkhashbay Sh.Zh., Azimbayeva G.E., Kudaibergenova G.N., Kamysbayeva A.K., Kurbanbayeva N.M. Determination of biologically active compounds in morphological parts of medicinal plants. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.1. — P. 24–38. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.338>*

© Балқашбай Ш.Ж.\*, Азимбаева Г.Е., Кудайбергенова Г.Н.,  
Камысбаева А.К., Курбанбаева Н.М., 2026.

Қазақ ұлттық қыздар педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан.  
E-mail: [synarbalkasbaj@gmail.com](mailto:synarbalkasbaj@gmail.com)

## ДӘРІЛІК ӨСІМДІКТЕРДІҢ МОРФОЛОГИЯЛЫҚ МҮШЕЛЕРІНДЕГІ БИОЛОГИЯЛЫҚ БЕЛСЕНДІ ЗАТТАРДЫ АНЫҚТАУ

**Азимбаева Гүлбайра** — х.ғ.к., профессор м.а., Химия кафедрасы, Қазақ ұлттық қыздар педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: [azimbaeva.g@qyzpu.edu.kz](mailto:azimbaeva.g@qyzpu.edu.kz), <https://orcid.org/0000-0002-6558-8146>;

**Кудайбергенова Гүльзира** — х.ғ.к., аға оқытушы, Химия кафедрасы, Қазақ ұлттық қыздар педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: [kudaibergenova.g@qyzpu.edu.kz](mailto:kudaibergenova.g@qyzpu.edu.kz), <https://orcid.org/0009-0006-9888-8061>;

**Камысбаева Алия** — п.ғ.магистрі, аға оқытушы, Химия кафедрасы, Қазақ ұлттық қыздар педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: [kamysbayeva.a@qyzpu.edu.kz](mailto:kamysbayeva.a@qyzpu.edu.kz), <https://orcid.org/0000-0003-0092-4636>;

**Курбанбаева Нуржамол** — ж.ғ.магистрі, оқытушы, Химия кафедрасы, Қазақ ұлттық қыздар педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: [knurzhamol@gmail.com](mailto:knurzhamol@gmail.com), <https://orcid.org/0009-0008-3997-3375>;

**Балқашбай Шынар** — п.ғ.магистрі, оқытушы, Химия кафедрасы, Қазақ ұлттық қыздар педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: [synarbalkasbaj@gmail.com](mailto:synarbalkasbaj@gmail.com), <https://orcid.org/0000-0002-8755-3788>.

**Аннотация.** Дәрілік өсімдіктер биологиялық белсенді қосылыстардың маңызды табиғи көзі болып табылады. Олардың ішінде Asteraceae тұқымдасына жататын өсімдіктер, сондай-ақ Urticaceae тұқымдасының кейбір өкілдері халық медицинасында кеңінен қолданылады. Соңғы жылдары қауіпсіз фитотерапиялық құралдарға және функционалдық тағамдық ингредиенттерге сұраныстың артуы олардың фитохимиялық құрамын ғылыми тұрғыдан зерттеуге деген қызығушылықты арттырды. Зерттеудің мақсаты – Әртүрлі тұқымдастарға жататын таңдалған өсімдіктердің морфологиялық бөліктеріндегі биологиялық белсенді заттардың негізгі топтарының сандық құрамын анықтау және мақсатты қосылыстардың ең көп жинақталуымен ерекшеленетін өсімдік мүшелерін айқындау. *Cichorium intybus*, *Helianthus tuberosus*, *Dahlia evelines* және *Urtica dioica* өсімдіктерінің үлгілері Алматы қаласында жиналып, кейінгі талдау үшін жер үсті бөліктеріне (гүлдері, сабақтары және жапырақтары) бөлінді. Өсімдік құрамындағы клечатка мөлшері гравиметриялық; С дәрумені, пектиндік заттар және таниндер титриметриялық; флавоноидтар, полифенолдар, антоцианиндер, фенол қышқылдары мен каротиноидтар калибрлеу стандарттарын қолдана отырып фотоколориметриялық әдістермен анықталды. Ақуыздың мөлшері Кьельдаль әдісімен, май мен инулин мөлшері стандартты әдістемелерге сәйкес бағаланды. Зерттеу нәтижелері өсімдіктердің фитохимиялық құрамы түріне және морфологиялық бөлігіне байланысты өзгеретінін көрсетті. *Cichorium intybus* сабақтарында клечатка мөлшері ең жоғары болса, жапырақтарында инулин мен каротиннің жоғары деңгейі байқалды. *Dahlia evelines* сабақтары антоцианиндер мен полифенолдардың жоғары концентрациясымен ерекшеленді. *Urtica dioica* құрамында фенол қышқылдары мен таниндердің айтарлықтай жоғары деңгейі анықталды. Жалпы, жапырақтарда гүлдермен салыстырғанда фенолдық антиоксиданттардың көбірек жиналуы органға тән метаболикалық маманданудың айқын көрінісі болып табылады. Алынған сандық деректер зерттелген өсімдіктердің фармакологиялық және функционалдық әлеуетін дәлелдейді, фитопрепараттар мен функционалдық тағамдық өнімдерді өндіру үшін ең перспективалы өсімдік шикізаты мен мүшелерін таңдауға ғылыми негіз береді. Ұсынылған нәтижелер өсімдік шикізатын мақсатты түрде жинауды оңтайландыруға және фитохимиялық өнімдердің қайта өндірілу тұрақтылығын арттыруға мүмкіндік береді.

**Түйін сөздер:** Asteraceae, Urticaceae, *Cichorium intybus*, *Helianthus tuberosus*, *Dahlia evelines*, *Urtica dioica*

© Балкашбай Ш.Ж. \*, Азимбаева Г.Е., Кудайбергенова Г.Н.,  
Камысбаева А.К., Курбанбаева Н.М., 2026.

Казахский национальный женский педагогический университет,  
Алматы, Казахстан.

E-mail: synarbalkasbaj@gmail.com

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ В МОРФОЛОГИЧЕСКИХ ОРГАНАХ ЛЕКАРСТВЕННЫХ РАСТЕНИЙ

Азимбаева Гулбайра — кандидат химических наук, и.о. профессора, кафедра химии, Казахский национальный женский педагогический университет, Алматы, Казахстан,

E-mail: azimbaeva.g@qyzpu.edu.kz, <https://orcid.org/0000-0002-6558-8146>;

Кудайбергенова Гульзира — кандидат химических наук, старший преподаватель, кафедра химии, Казахский национальный женский педагогический университет, Алматы, Казахстан,

E-mail: kudaibergenova.g@qyzpu.edu.kz, <https://orcid.org/0009-0006-9888-8061>;

Камысбаева Алия — магистр педагогических наук, старший преподаватель, кафедра химии, Казахский национальный женский педагогический университет, Алматы, Казахстан,

E-mail: kamysbayeva.a@qyzpu.edu.kz, <https://orcid.org/0000-0003-0092-4636>;

Курбанбаева Нуржамол — магистр естественных наук, преподаватель, кафедра химии, Казахский национальный женский педагогический университет, Алматы, Казахстан,

E-mail: knurzhamol@gmail.com, <https://orcid.org/0009-0008-3997-3375>;

Балкашбай Шынар — магистр педагогических наук, преподаватель, кафедра химии, Казахский национальный женский педагогический университет, Алматы, Казахстан,

E-mail: synarbalkasbaj@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-8755-3788>.

**Аннотация.** Лекарственные растения являются важным природным источником биологически активных соединений, широко применяемых в фармакологии и пищевой промышленности. Особый интерес представляют растения семейств Asteraceae и Urticaceae, активно используемые в народной медицине. В условиях растущего спроса на безопасные фитотерапевтические средства возрастает необходимость научного анализа их фитохимического состава. Целью исследования является количественная оценка содержания основных групп биологически активных веществ в различных морфологических органах лекарственных растений и выявление органов с максимальным накоплением целевых соединений. Объектами исследования служили *Cichorium intybus*, *Helianthus tuberosus*, *Dahlia evelines* и *Urtica dioica*, собранные в Алматинской области. Растительное сырьё было разделено на надземные органы (цветки, стебли и листья). Содержание клетчатки определяли гравиметрическим методом; витамин С, пектиновые вещества и дубильные соединения - титриметрически; флавоноиды, полифенолы, антоцианы, фенольные кислоты и каротиноиды - фотоколориметрически с использованием калибровочных стандартов. Общее содержание белка определяли методом Кьельдаля, а содержание жиров и инулина - по стандартным методикам. Все измерения проводились в повторностях, что обеспечивало достоверность результатов. Результаты показали, что фитохимический состав существенно варьирует в зависимости от вида растения и его морфологической части. Стебли *Cichorium intybus* характеризуются

высоким содержанием клетчатки, тогда как листья содержат больше инулина и каротиноидов. Для *Dahlia evelines* установлены повышенные концентрации антоцианов и полифенолов в стеблях. В *Urtica dioica* выявлено высокое содержание фенольных кислот и дубильных веществ. В целом листья демонстрируют более высокую концентрацию фенольных антиоксидантов по сравнению с цветками. Полученные результаты подтверждают высокий фармакологический потенциал исследованных растений и могут быть использованы при выборе сырья для получения фитопрепаратов и функциональных пищевых ингредиентов

Ключевые слова: Asteraceae, Urticaceae, *Cichorium intybus*, *Helianthus tuberosus*, *Dahlia evelines*, *Urtica dioica*

**Введение.** Семейство Asteraceae (Compositae) относится к числу крупнейших и наиболее химически разнообразных групп цветковых растений, включающих более 25 000 видов, широко распространённых в различных климатических и экологических зонах. Представители данного семейства встречаются в умеренных, субтропических и тропических регионах, выполняя важные экологические функции и обладая значительной экономической ценностью. Многие виды издавна используются в традиционной медицине, пищевой практике и сельском хозяйстве благодаря богатому содержанию биологически активных соединений. В последние десятилетия возросший интерес к природным лекарственным средствам и функциональным пищевым ингредиентам стимулировал активизацию исследований фитохимического состава и биологических свойств растений данного таксономического таксона.

Растения семейства Asteraceae являются ценным источником полифенолов, флавоноидов, каротиноидов, фенольных кислот, полисахаридов и других биологически активных веществ, обладающих антиоксидантными, противовоспалительными, антимикробными и иммуномодулирующими свойствами. Эти соединения играют важную роль в поддержании здоровья человека, способствуя снижению оксидативного стресса, профилактике хронических заболеваний и поддержанию метаболического равновесия. Особый интерес вызывают природные антиоксиданты растительного происхождения, способные нейтрализовать активные формы кислорода и уменьшать клеточные повреждения, связанные со старением и метаболическими нарушениями. Кроме того, ряд представителей данного семейства накапливает инулин - фруктановый полисахарид, известный как природный пребиотик, который способствует развитию полезной кишечной микрофлоры, улучшает усвоение минеральных веществ и способствует нормализации углеводного обмена.

Несмотря на значительный объём фитохимических исследований, особенности распределения биологически активных соединений в различных морфологических органах растений остаются недостаточно изученными. Накопление метаболитов в листьях, стеблях, цветках и подземных органах может существенно различаться в зависимости от видовых особенностей метаболизма, условий произрастания и физиологических функций тканей. Так, листья, подвергаясь

воздействию ультрафиолетового излучения и окислительного стресса, часто характеризуются более высоким содержанием антиоксидантных соединений, тогда как запасные углеводы преимущественно накапливаются в специализированных органах хранения. Понимание органоспецифических закономерностей распределения метаболитов имеет важное значение для оптимизации использования растительного сырья, повышения эффективности экстракции и обеспечения стандартизации фитофармацевтических и нутрицевтических продуктов.

Среди многочисленных представителей семейства Asteraceae особый научный интерес вызывают такие виды, как *Cichorium intybus*, *Helianthus tuberosus*, *Dahlia evelines* и *Urtica dioica*. Эти растения широко распространены и обладают выраженной фармакологической и пищевой ценностью. *Cichorium intybus* характеризуется высоким содержанием инулина и фенольных соединений, способствующих антиоксидантному и гепатопротекторному эффекту. *Helianthus tuberosus* рассматривается как перспективный источник функциональных углеводов и пребиотиков и активно изучается в контексте разработки функциональных пищевых продуктов. Представители рода *Dahlia* отличаются богатым пигментным составом, включающим антоцианины и полифенолы, обладающие выраженной антиоксидантной активностью. *Urtica dioica* характеризуется высоким содержанием белка, минеральных веществ и фенольных соединений, что определяет её значительную пищевую и лечебную ценность.

Несмотря на значительную практическую ценность указанных растений, сравнительные исследования распределения биологически активных соединений в различных морфологических органах остаются ограниченными. Подобные исследования необходимы для выявления органов растений с наибольшей концентрацией целевых соединений и рационального использования растительных ресурсов.

Цель настоящего исследования заключалась в количественном определении основных групп биологически активных соединений в различных морфологических частях выбранных представителей семейства Asteraceae, произрастающих в условиях юго-восточного Казахстана, а также в выявлении органов растений, характеризующихся наибольшим накоплением целевых компонентов. Полученные результаты направлены на научное обоснование рационального использования растительного сырья, повышение эффективности извлечения биологически активных веществ и расширение возможностей применения исследуемых растений в фармацевтической, пищевой и биотехнологической отраслях. Кроме того, выявление закономерностей органоспецифического распределения метаболитов может способствовать разработке стандартизированных фитохимических продуктов и обеспечению устойчивого использования растительных ресурсов.

**Обзор литературы.** Среди представителей отечественной флоры до сих пор продолжают исследования растений *Cichorium intybus*, *Urtica dioica*, *Helianthus tuberosus*, *Dahlia evelines*. Причина в том, что эти растения содержат

много биологически активных веществ, необходимых человеческому организму. *Helianthus tuberosus*-многолетнее травянистое растение, относящееся к семейству сложноцветных, достигающее до 4 метров в высоту. Его цветы по запаху напоминают подсолнухи, а корневые клубни большие, сочные и используются в качестве питательной пищи (Kamysbayeva et al., 2024). *Helianthus tuberosus*, выращиваемый в течение многих лет как ценное съедобное растение с сильными лечебными свойствами, богат биологически активными веществами. В народной медицине листья используются для лечения переломов костей и облегчения боли. Клубни *Helianthus tuberosus*, похожие на клубни, полны инулина, белка и других биологически активных компонентов и используются для производства функциональных пищевых ингредиентов (Sawicka et al., 2020). По химическому составу клубни *Helianthus tuberosus* похожи на картофель и превосходят большинство овощей по питательности. Клубни *Helianthus tuberosus* содержат до 3% белка, все незаменимые аминокислоты, клетчатку, пектин, органические кислоты, жиры, фруктозу, 2-4% азотистых веществ. Клубни богаты микроэлементами (K, Ca, Si, Mg, Na, F, Cr), особенно селен, который значительно превосходит другие корнеплоды по содержанию железа. Кроме того, его состав богат витаминами: B1, B2, B6, C, PP и каротиноидами (Safarova et al., 2024).

По последним данным, род георгины объединяет от 4 до 24 видов, распространенных в горных районах Мексики, Гватемалы, Колумбии. Сортовой сорт георгины в Великобритании включает более 15 000 сортов, которые соответствуют классификации, разработанной Королевским садоводческим обществом (NDS classification) и систематизации голландского и американского (The Ads classification Guide). Георгины состоят из 12 основных групп: немахровые, анемоподобные, воротниковые, пионовидные, декоративные, шаровидные, помпонные, кактусовые, полукактусовые, орхидные, нимфы. Крупнейшие в мире коллекционные запасы породы находятся в Нидерландах, Великобритании, Франции, Австралии, США и Канаде (Muzychuk and Doroshenko, 2006). Георгины – это вид цветковых растений, богатых биологически активными веществами, особенно эфирными маслами, которые распространены в основном в Мезоамерике. Испанский ученый Чиччо Хосе Ф. изучал химический состав эфирных масел, полученных из хлопьев и соцветий георгинов, дикорастущих в Коста-Рике. В результате исследования выявлено 131 соединение. Его основными масляными компонентами являются  $\beta$ -пинен (35, 2 %),  $\alpha$ -феландрен (21, 9%),  $\alpha$ -пинен (18, 0%), П-цимен (8, 3%), лимонен (4, 3 %) и  $\gamma$ -мууролен (3, 9 %). Основными масляными компонентами цветка являются  $\beta$ -пинен (27, 7 %),  $\alpha$ -феландрен (26, 2%),  $\alpha$ -пинен (12, 4 %),  $\beta$ -феландрен (6, 6%), лимонен (5, 6%), (E) -  $\beta$ -оцимен (2, 9 %) и гермакрен D (2,2 %) (José et al., 2023). В отделе исследований чистых технологий Индонезийского института науки Вауан Косасих, Шри Приатни, Диах Патнаниграм провели исследования по улучшению извлечения инулина из *Dahlia evelines*. Перемешивают клубни *Dahlia evelines* в соотношении 1:1 с добавлением горячей воды. Экстракт инулина испаряется и настаивается при комнатной температуре в течение 24 часов с 95% этанолом. Инулин разделяется

и сушится при температуре 50°C в течение 24 часов. Результаты показали, что соотношение экстракта инулина и этанола составляет 1:2, причем наибольшее количество порошка инулина было получено из 30,0% экстракта инулина Брикса. Кроме того, пришли к выводу, что инулин, относящийся к новым георгиновым травам, по весу выхода составляет 6,0-9,5% (Kosasih et al., 2015).

*Cichorium intybus*-растение, принадлежащее к роду *Cichorieae* из семейства Астровых. Он характеризуется наличием молочного латекса и гомогамной тростниковой головки и включает в себя таких известных родственников, как салат-латук и сад-сад (Das et al., 2016; Petersen et al., 2009). Цикорий (*Cichorium intybus* L.) использование в качестве лекарственного растения восходит к Древнему Египту (4000 лет назад). Египтяне использовали растение для очищения крови и печени, а также для лечения сердечных заболеваний (Bernard et al., 2020). *Cichorium intybus* L. растение обладает многими биологическими свойствами: антиоксидантной, гепатопротекторной, воспалительной, противодиабетической и антимикробной, противоотечной активностью (Pouillea et al., 2020; Hozayen et al., 2016; Hassan et al., 2010). Специфические метаболиты, такие как инулин, гидроксикоричные кислоты, кумарины, флавоноиды и сесквитерпеновые лактоны, содержащиеся в различных частях растения, ответственны за эти биологические свойства (Birsa et al., 2023). Производные гидроксикоричной кислоты, особенно гидроксикоричные эфиры, широко распространены в растительном мире (Melissa et al., 2024). Эти фенольные соединения, известные своими антиоксидантными свойствами, играют важную роль в профилактике многих заболеваний, связанных с окислительным стрессом (Bischoff et al., 2004).

*Cichorium intybus* L. входит в число важных культур из-за высокого содержания пищевых волокон. Помимо инулина, в его корнях есть интересные вторичные метаболиты с биологически активными свойствами. Волосатые корни-это дифференцированные культуры растительных клеток, которые являются биотехнологическими хозяевами для производства нескольких молекул растительного происхождения. Экстракты горячей воды волосатых корней обладают антимикробной активностью, присутствующей в организме человека. Интересно, что в отношении метициллин-резистентного золотистого стафилококка была обнаружена значительная антимикробная активность экстрактов горячей воды волосатых корней цикория, что указывает на высокий потенциал волосатых корней в качестве хозяев для производства противомикробных препаратов. В связи с этим С.Т. Хаккинен, К. Канкар, л. Нохинек, Дж. Ван Аркель, М. Лорел, К.-М. Оксман-Калдентей, В. Ван Дрогенбрук исследовал фитохимический состав, а также антимикробные свойства растения цикория, начиная с характеристик роста волосатых корней. Исследование показало, что наиболее эффективным способом извлечения антимикробных ингредиентов из корней волосатого цикория является экстракция горячей водой. В результате эти экстракты устойчивы к метициллину S. было обнаружено, что *aureus* обладает значительной активностью против роста, и это продемонстрировало их потенциал в качестве источника ценных антимикробных агентов (Peña-Espinoza et al., 2018).

*Urtica dioica* L. - это многолетнее травянистое растение, известное веками, широко распространенное дикорастущее растение и принадлежащее к семейству *Urticaceae*, широко распространено во всем мире. В том числе в Северной Африке, некоторых регионах Азии, Европе, Северной Америке (Grauso et al., 2020; Engelhardt et al., 2022).

Его лакунарная колленхима покрывает каждый угол высокого зеленого квадратного стебля. Может быть от 12 до 20 сосудисто-волоконистых Пучков. Максимальная высота этого растения достигает двух метров. Листья расположены напротив друг друга, форма листа сердцевидная, округло-овальная или овальная, с острым концом, верхняя часть темно-зеленая, а нижняя часть бледная. Кусачущие трихомы на стеблях и листьях выполняют функцию транспорта жидкости, богатой гистамином, ацетилхолином и серотонином. Каждую весну, с мая по сентябрь, распускаются маленькие двудомные цветки, цвет которых варьируется от коричневого до постепенно зеленого. Они растут в виде кистей на верхних листовых касательных (пазухах) и имеют различные мужские и женские соцветия. Имеет корневище и двудольные корни. Плоды крапивы имеют сферическую форму и состоят из крошечных семян темно-коричневого или черного цвета. Корневая система крапивы, позволяющая ей расти, состоит из ее корней и мелких корневищ (Subba and Pradhan, 2022).

Крапива (*Urtica dioica* L.), родиной которых является Северная Америка. Это растение съедобно и обладает питательными и лечебными свойствами. Его листья как питательное вещество (можно готовить и есть) - также можно использовать в фитотерапии (Pant, 2019). Это связано с некоторыми химическими веществами, содержащимися в растении: лигнаном, секолигнаном, норлигнаном, алкалоидом, сесквитерпеноидом, флавоноидом, тритерпеноидом, сфинголипидом и стеролом (Singh and Kali, 2019).

Согласно различным исследованиям, крапива содержит биологически активные химические вещества, такие как фенолы и флавоноиды, которые помогают уменьшить образование свободных радикалов, вызванных современными условиями образа жизни (Abdeltawab et al., 2012).

Корень крапивы используется для лечения проблем с мочеиспусканием, связанных с доброкачественной гиперплазией простаты, а листья используются для лечения артрита, ревматизма и аллергического ринита. Его листья богаты клетчаткой, минералами, витаминами и антиоксидантными соединениями, такими как полифенолы и каротиноиды.

Крапива обладает антипролиферативными, противовоспалительными, антиоксидантными, болеутоляющими, противомикробными, гипотензивными и противоязвенными свойствами, а также предотвращает сердечно-сосудистые заболевания во всех частях растения (листья, стебли, корни и семена). Крапива улучшила репродуктивную функцию рыбы, что делает ее экономичным растением для аквакультуры. В настоящее время из растений можно производить удобрения и инсектициды (Bhusal et al., 2022).

**Материалы и методы исследования.** В качестве объектов исследования были

использованы растения семейства **Asteraceae**, собранные в горной зоне Медеу (г. Алматы). Количественное определение основных биологически активных соединений, содержащихся в исследуемом растительном сырье, проводилось с применением стандартизированных аналитических методов. Содержание клетчатки определяли гравиметрическим методом в соответствии с требованиями ГОСТ 13496.2-91. Определение пектиновых веществ выполнялось по методике Плешкова (Pleshkov, 1976). Содержание витамина С (аскорбиновой кислоты) анализировали титриметрическим методом, а дубильные вещества определяли по методике Мамановой и Музыкиной (Mamanova and Muzykina, 2008).

Общее содержание сахаров и растворимых углеводов определяли фотоколориметрически. Флавоноиды анализировали по методу Гейссмана, антоцианы — по методике Деминой, тогда как полифенолы, фенолкарбоновые кислоты и каротиноиды, включая каротин, определяли фотоколориметрическим методом согласно рекомендациям Ермаковой и соавт. (Ermakova et al., 1987). Измерения проводили с использованием фотоколориметров КФК-2 и КФК-3 на соответствующих длинах волн. Подготовка проб осуществлялась в соответствии со стандартными методиками с применением калибровочных растворов. Общее содержание белка определяли методом Кьельдаля, включающим кислотное разложение органического вещества с последующей дистилляцией и титрованием аммиака для определения общего азота и его пересчёта на белок с использованием соответствующего коэффициента.

Следует отметить, что витамин А в растительных организмах, как правило, отсутствует. Однако растения содержат каротиноиды, прежде всего  $\beta$ -каротин, являющийся провитамином А. В организме животных  $\beta$ -каротин при окислительном расщеплении образует две молекулы витамина А, тогда как  $\alpha$ - и  $\gamma$ -каротины обеспечивают образование одной молекулы ретинола. Каротин нерастворим в воде, но хорошо растворяется в органических растворителях, таких как хлороформ, эфир, бензин и ацетон, и ограниченно растворим в спирте. Подобно витамину А, каротиноиды чувствительны к воздействию света и кислорода воздуха, что необходимо учитывать при подготовке и хранении образцов.

**Результаты.** Исследование показало, что состав растений семейства **Asteraceae** богат антоцианами, флавоноидами, полифенолами, белками, клетчаткой, жирами, каротином, витамином С, пектиновыми веществами, фенольными кислотами, дубильными веществами и инулинами. Результаты содержания биологически активных веществ представлены в таблице 1.

Таблица 1 — Содержание биологически активных веществ в растениях семейства Asteraceae.

Наименование сырья	Антоцианы, %	Флавоноиды, %	Полифенолы, %	Белок, %	Клетчатка, %	Жир, %	Каротин, мкг/100г	Витамин С, мг/%	Кислотность, %	Пектиновые вещества, %	Фенольные кислоты		Количество сахара		Дубильные вещества, %	Инулин, %
											Галловая кислота	Кофейная кислота	Моносахара	Сахара		
<i>Sichorium inuibus</i> (Цикорий)	Цветки	0,35	2,33	0,06	16,75	31,70	12,45	283,00	5,40	0,30	-	-	-	-	-	33,40
	Стебель	0,04	0,58	0,06	6,50	61,30	1,060	106,00	3,20	0,10	0,096	3,06	3,37	-	-	14,00
	Лист	0,09	1,06	0,07	16,19	31,40	1,950	345,00	4,70	0,25	0,545	11,03	12,13	-	-	16,00
<i>Helianthus tuberosus</i> (Топинамбур)	Цветки	0,16	1,30	0,30	4,56	13,30	0,79	0,0765	6,00	0,40	42,39	0,33	0,65	0,30	-	0,98
	Стебель	0,23	1,00	0,85	1,58	12,70	0,28	0,0018	3,46	0,32	53,81	5,50	5,90	-	-	2,40
	Лист	0,06	2,40	2,15	7,53	3,39	1,02	0,0321	4,90	0,72	28,13	6,50	5,40	-	-	3,08
<i>Dahlia evelines</i> (Георгин)	Цветки	0,6	1,60	1,01	15,24	1,29	1,09	0,001	4,60	0,18	40,61	0,21	-	0,60	-	1,92
	Стебель	2,25	1,30	1,09	2,45	0,56	0,22	0,004	6,50	0,14	50,12	0,05	-	-	-	0,95
	Лист	1,44	2,10	2,09	0,86	1,58	0,81	0,040	5,40	0,70	28,62	0,01	-	-	-	1,57
<i>Urtica dioica</i> (Двудомная крапива)	Лист	0,193	2,21	3,21	20,69	21,00	6,8	20,2	38,65	0,49	11,00	5,40	5,20	1,58	0,10	9,40
	Стебель	0,047	1,03	3,41	8,87	35,00	0,80	10,00	12,90	0,22	2,90	1,60	2,20	1,21	0,03	5,94

Проведённый количественный фитохимический анализ выявил выраженную межвидовую и органоспецифическую вариабельность распределения биологически активных соединений у исследованных представителей семейства Asteraceae. Определяемые показатели включали содержание клетчатки, белка, каротиноидов, флавоноидов, полифенолов, фенольных кислот, дубильных веществ, пектинов, инулина, витамина С и сахаров, что позволяет комплексно оценить пищевую, фармакологическую и функциональную ценность растительного сырья.

*Cichorium intybus*. Среди всех исследованных образцов стебли *Cichorium intybus* характеризовались наибольшим содержанием клетчатки - 61,30%, что почти вдвое превышает показатели листьев (31,40%) и цветков (31,70%). Это подтверждает их структурную функцию как опорной ткани растения. Наибольшее содержание каротина выявлено в листьях (345,00 мкг/100 г), что значительно выше, чем в цветках (283,00 мкг/100 г) и стеблях (106,00 мкг/100 г), указывая на интенсивный синтез фотосинтетических пигментов. Распределение инулина между органами оказалось неоднородным: максимальные значения отмечены в цветках (33,40%), тогда как в листьях содержалось 16,00%, а в стеблях - 14,00%. Содержание белка варьировало от 6,50% в стеблях до 16,75% в цветках, что отражает высокую метаболическую активность репродуктивных тканей.

*Helianthus tuberosus*. Для *Helianthus tuberosus* характерен специфический биохимический профиль, связанный с накоплением пектиновых веществ. Их содержание в стеблях достигало 53,81%, тогда как в цветках составляло 42,39%, а в листьях - 28,13%. Это свидетельствует о значительном запасе структурных полисахаридов. Листья характеризовались наибольшим содержанием флавоноидов (2,40%) и повышенным уровнем фенольных кислот (до 6,50%), что указывает на выраженный антиоксидантный потенциал. Максимальные концентрации инулина обнаружены в цветках (38,20%), тогда как в листьях они были минимальными (11,00%), что свидетельствует о органоспецифическом накоплении запасных углеводов.

*Dahlia evelines*. У *Dahlia evelines* стебли отличались повышенным содержанием полифенолов (1,09%) и значительным накоплением антоцианов. Цветки характеризовались высоким уровнем флавоноидов (1,60%) и каротиноидов, тогда как листья содержали значительно меньше белка (0,86%) по сравнению с цветками (15,24%). Содержание пектинов в стеблях достигало 50,12%, что подтверждает их роль в обеспечении структурной устойчивости и удержании влаги.

*Urtica dioica*. Листья *Urtica dioica* отличались максимальным содержанием белка среди всех исследованных образцов (20,69%), а также высокими концентрациями фенольных кислот (5,40%) и дубильных веществ (9,40%). Содержание флавоноидов в листьях достигало 3,21%, что является одним из наибольших показателей в исследуемой выборке. Стебли характеризовались повышенным содержанием клетчатки (35,00%), превышающим показатели листьев (21,00%).

**Общие закономерности.** В целом листья всех исследованных видов содер-

жали более высокие средние концентрации фенольных антиоксидантов (примерно 3–6%) по сравнению с цветками и стеблями. Напротив, стебли характеризовались максимальным содержанием структурных углеводов - клетчатки и пектинов (до 50–61%). Цветки часто демонстрировали повышенные уровни инулина и пигментов, что отражает их репродуктивную и метаболическую роль.

**Обсуждение.** Полученные результаты свидетельствуют о значительной вариабельности фитохимического состава представителей семейства Asteraceae, отражающей органоспецифическую метаболическую специализацию, физиологические функции и адаптационные стратегии растений.

Исключительно высокое содержание клетчатки в стеблях *Cichorium intybus* (61,30%) подтверждает их структурную и механическую функцию. Структурные полисахариды обеспечивают прочность тканей и повышают устойчивость растений к механическим нагрузкам. В то же время повышенные концентрации каротина и инулина в листьях свидетельствуют об активных метаболических процессах, связанных с фотосинтезом и запасанием углеводов. Подобное распределение соединений согласуется с данными литературы, указывающими на преимущественную локализацию каротиноидов и резервных углеводов в метаболически активных тканях.

Высокое содержание пектинов в стеблях *Helianthus tuberosus* (53,81%) указывает на их перспективность как источника растительных гидроколлоидов. Пектиновые вещества широко известны своими технологическими и функциональными свойствами, включая гелеобразование, стабилизацию и роль пищевых волокон. Как отмечается в фитохимических исследованиях, высокий уровень пектинов повышает как структурную устойчивость тканей, так и их функциональную ценность для пищевой и фармацевтической промышленности. Преобладание флавоноидов и фенольных кислот в листьях дополнительно подтверждает их защитную антиоксидантную функцию.

Повышенное содержание антоцианов и полифенолов в стеблях *Dahlia evelines* может свидетельствовать о развитии защитных механизмов против ультрафиолетового излучения и окислительного стресса. Антоцианины рассматриваются как мощные антиоксиданты и фотопротекторные соединения, и их накопление может отражать адаптационные реакции растений к неблагоприятным факторам окружающей среды.

Фитохимический профиль *Urtica dioica* подтверждает её широко известную лекарственную ценность. Высокие уровни фенольных кислот, танинов и белка в листьях свидетельствуют о выраженном антиоксидантном, противовоспалительном и антимикробном потенциале. Согласно фармакогностическим исследованиям, фенольные соединения играют ключевую роль в терапевтической активности, тогда как повышенное содержание белка увеличивает питательную ценность растения.

Преобладание фенольных антиоксидантов в листьях по сравнению с цветками и стеблями отражает органоспецифическую метаболическую специализацию. Листья подвергаются прямому воздействию ультрафиолетового излучения и

активных форм кислорода, что требует усиленных антиоксидантных защитных механизмов. Это наблюдение согласуется с ранее опубликованными данными, демонстрирующими более высокую антиоксидантную активность листовых тканей по сравнению с репродуктивными органами.

Кроме того, различия в распределении биологически активных соединений между органами растений подчёркивают важность целенаправленных стратегий сбора сырья. Выбор конкретных частей растений способен значительно повысить выход целевых соединений и улучшить стандартизацию сырья. Такой подход имеет решающее значение для обеспечения воспроизводимости и контроля качества в производстве фитотерапевтических и нутрицевтических продуктов.

В целом выявленные закономерности распределения биологически активных веществ подтверждают фармакологический и функциональный потенциал исследованных растений. Их богатый состав фенольных соединений, полисахаридов, каротиноидов и белков позволяет рассматривать их как перспективные источники природных антиоксидантов, пищевых волокон и биологически активных ингредиентов. Полученные результаты создают научную основу для выбора оптимальных органов растений при экстракции и стандартизации и способствуют дальнейшей разработке фитопрепаратов и функциональных пищевых продуктов.

Кроме того, выявленная количественная вариабельность подчёркивает значимость экологических и физиологических факторов, влияющих на накопление метаболитов. Понимание этих закономерностей может способствовать дальнейшим исследованиям адаптационных механизмов растений и оптимизации условий выращивания и сбора для максимального накопления биологически активных соединений.

**Заключение.** По результатам проведённого исследования установлено, что изученные лекарственные растения являются перспективным источником биологически активных соединений. В надземных органах исследованных видов выявлены значительные количества инулина, клетчатки, белка и пектиновых веществ. Высокое содержание указанных соединений обуславливает их выраженную фармакологическую ценность и расширяет возможности практического использования.

Биологически активные вещества, содержащиеся в данных растениях, играют важную роль в создании лекарственных препаратов благодаря своим фармакологическим свойствам и экологической безопасности. В связи с этим данные растения находят широкое применение в традиционной медицине, фармацевтической практике, пищевой промышленности и сельском хозяйстве.

Существенное значение имеет их положительное влияние на функции пищеварительной системы, обусловленное наличием противовоспалительных, антиоксидантных, антибактериальных, иммуномодулирующих и желчегонных соединений. В последние годы особое внимание исследователей привлекает *Helianthus tuberosus* (топинамбур). Экспериментальные исследования на животных моделях свидетельствуют о высоком потенциале данного растения

в медицинской и фармацевтической практике. Установлено его положительное влияние на снижение уровня глюкозы в плазме крови, общего холестерина и триглицеридов. Кроме того, топинамбур рассматривается как перспективный источник природных пребиотиков.

### References

- Abdeltawab A.A., Ullah Z., Al-Othman A.M., Ullah R., Hussain I., Ahmad S., & Talha M. (2012) Evaluation of the chemical composition and element analysis of *Urtica dioica*. *African Journal of Pharmacy and Pharmacology*, 6(21)7. — P. 1555–1558. <https://doi.org/10.5897/AJPP12.268> (in Eng.)
- Bernard G., Dos Santos H.A., Etienne A., Samaillie J., Neut C., Sahpaz S., Hilbert J.-L., Gagneul D., Jullian N., & Tahrioui A. (2020) MeJA elicitation of chicory hairy roots promotes accumulation of 3,5-diCQA. *Antibiotics*, 9, 659 (in Eng.)
- Birsa M.L., & Sarbu L.G. (2023) Health benefits of key constituents in *Cichorium intybus*. *Nutrients*, 15, — 1322 p. <https://doi.org/10.3390/nu15061322> (in Eng.)
- Bischoff T.A., Kelley C.J., Karchesy Y., Laurantos M., Nguyen-Dinh P., & Arefi A. G. (2004) Antimalarial activity of lactucin and lactucopicrin from *Cichorium intybus*. *Journal of Ethnopharmacology*, 95. — P. 455–457. (in Eng.)
- Bhusal K K., Magar S.K., Thapa R., Lamsal A., Bhandari S., Maharjan R., Shrestha S., & Shrestha J. (2022) Nutritional and pharmacological importance of stinging nettle (*Urtica dioica* L.): A review. *Heliyon*, 8, e09717. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2022.e09717> (in Eng.)
- Ciccio J.F., & Chaverri C. (2022) Chemical composition of essential oils of *Dahlia imperialis*. *Journal of the Mexican Chemical Society*, 66(4). <https://doi.org/10.29356/jmcs.v66i4.1785> (in Eng.)
- Das S., Vasudeva N., & Sharma S. (2016) *Cichorium intybus*: Ethnomedicinal and phytopharmacological aspects. *Drug Development and Therapeutics*, 7. — P. 1–12. (in Eng.)
- Engelhardt L., Pöhl T., & Neugart S. (2022) Antioxidants in edible wild vegetables *Urtica dioica* affected by processing. *Plants*, 11, 2710. <https://doi.org/10.3390/plants11202710> (in Eng.)
- Ermakov A.I., Arasimovich V.V., Yarosh N.P., et al. (1987) *Metody biokhimicheskogo issledovaniya rasteniy* [Methods of biochemical investigation of plants]. Leningrad: Agropromizdat. (in Russian)
- Grauso L., de Falco B., Lanzotti V., & Motti R. (2020) Stinging nettle (*Urtica dioica*): Botanical and pharmacological overview. *Phytochemistry Reviews*, 19. — P. 1341–1377. <https://doi.org/10.1007/s11101-020-09680-x> (in Eng.)
- Hassan H.A., & Yousef M.I. (2010) Chicory-supplemented diet protects against liver injury. *Food and Chemical Toxicology*, 48. — P.2163–2169. (in Eng.)
- Hozayen W.G., El-Desouky M.A., Soliman H.A., Ahmed R.R., & Khaliefa A.K. (2016) Antiosteoporotic effect of *Cichorium intybus*. *BMC Complementary and Alternative Medicine*, 16. — 165 p. (in Eng.)
- Kosasih W., Pudjiraharti S., Ratnaningrum D., & Priatni S. (2015) Preparation of inulin from dahlia tubers. *Procedia Chemistry*, 16. — P. 190–194. (in Eng.)
- Mamanova L.K., & Muzykina R.A. (2008) *Vvedenie v fitokhimicheskie issledovaniya* [Introduction to phytochemical research]. Almaty. (in Russian)
- Pant V. (2019) Himalayan stinging nettle: Rich source of protein and minerals. *Journal of Ethnobiology and Traditional Medicine*, 130. — P.1532–1548. (in Eng.)
- Peña-Espinoza M., Valente A. H., Thamsborg S.M., Simonsen H.T., Boas U., Enemark H.L., López-Muñoz R., & Williams A. R. (2018). Antiparasitic activity of chicory and its compounds. *Parasites & Vectors*, 11. — 475 p. (in Eng.)
- Pleshkov B.P. (1976) *Praktikum po biokhimii rasteniy* [Practicum on plant biochemistry]. Moscow: Kolos. (in Russian)
- Sawicka B., Skiba D., Pszczółkowski P., Aslan I., Sharifi-Rad J., & Krochmal-Marczak B. (2020) Jerusalem artichoke as a medicinal plant. *Cellular and Molecular Biology*, 66(4). (in Eng.)
- Singh M., & Kali G. (2019) Morpho-anatomical characterization of *Urtica dioica*. *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry*, 8(3). — P. 4325–4331. (in Eng.)
- Subba S., & Pradhan K. (2022) Review on medicinal properties of *Urtica dioica*. *Journal of Medicinal Plants Studies*, 10(6). — P. 87–91. (in Eng.)

© **Darmenbayeva A.S.** <sup>1\*</sup>, **Rajasekharan R.** <sup>2</sup>, 2026.

<sup>1</sup> M.Kh. Dulaty Taraz University, Taraz, Kazakhstan;

<sup>2</sup> Providence College of Engineering, Kerala, India.

E-mail: maral88.ad@gmail.com

## PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF NANOCELLULOSE BIOCOMPOSITES FROM AGRO-WASTE OF THE ZHAMBYL REGION

**Darmenbayeva Akmaral** — PhD in Chemistry, Associate Professor of the Department of Chemistry and Chemical Technology, M.Kh. Dulaty Taraz University, Taraz, Kazakhstan,

E-mail: maral88.ad@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0003-2974-0398>;

**Rajasekharan Reshmy** — PhD in Chemistry, Associate Professor of the Department of Natural Sciences and Humanities, Providence Engineering College, Kerala, India,

E-mail: reshmykumar@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0003-2091-0135>.

**Abstract.** This study presents the preparation and functionalization of nanocellulose-based biocomposite membranes derived from *Medicago sativa* (lucerne) straw, an abundant agricultural residue from the Zhambyl region. The work aims to develop value-added biodegradable materials with antibacterial activity through the integration of nanocellulose with graphene, copper nanoparticles, and polyaniline. Nanocellulose was isolated using sequential alkaline treatment, acid purification, and bleaching, followed by membrane formation via the solvent casting method. The structural features of the obtained cellulose were confirmed by Fourier-transform infrared spectroscopy, indicating the preservation of the  $\beta$ -glycosidic framework and the effective removal of non-cellulosic components. The incorporation of functional nanocomponents into the nanocellulose matrix resulted in dense, mechanically stable composite membranes with altered optical properties and enhanced functional performance. The homogeneous distribution of modifiers within the nanocellulose network provided strong interfacial interactions and the formation of a multi-component system with synergistic effects. The antibacterial activity of the membranes was evaluated against *Staphylococcus aureus* and *Escherichia coli* using the Kirby-Bauer disc diffusion method. The functionalized membranes exhibited pronounced inhibition zones, whereas the neat nanocellulose films showed no antibacterial effect. The improved antibacterial performance is attributed to the combined action of copper nanoparticles, graphene, and the conductive polymer, which promote membrane-cell interactions and induce bacterial cell damage through multiple mechanisms. The

developed materials demonstrate the potential of nanocellulose as a versatile platform for designing environmentally friendly antibacterial systems. The proposed approach contributes to the efficient utilization of agricultural waste and supports the principles of circular bioeconomy by transforming regional biomass into high-value functional biocomposites suitable for biomedical coatings, active packaging, and membrane technologies.

**Keywords:** nanocellulose, biocomposite membrane, agricultural waste, antibacterial activity, copper nanoparticles, graphene

**Financing.** *The study was conducted with the financial support of the Science Committee of the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan (AP22686347).*

*For citations: Darmenbayeva A.S., Rajasekharan R. Preparation and characterization of nanocellulose biocomposites from agro-waste of the zhambyl region. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.1. – P. 39–54. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.339>*

© Дарменбаева А.С.<sup>1,\*</sup>, Rajasekharan R.<sup>2</sup>, 2026.

<sup>1</sup>М.Х. Дулати атындағы Тараз университеті, Тараз, Қазақстан;

<sup>2</sup>Провиденс инженерлік колледжі, Керала, Үндістан.

E-mail: maral88.ad@gmail.com

## ЖАМБЫЛ ОБЛЫСЫНЫҢ АГРОҚАЛДЫҚТАРЫ НЕГІЗІНДЕ НАНОЦЕЛЛЮЛОЗАЛЫҚ БИОКОМПОЗИТТЕРДІ АЛУ ЖӘНЕ ОЛАРДЫҢ ҚАСИЕТТЕРІН ЗЕРТТЕУ

Дарменбаева Ақмарал — химия мамандығы бойынша PhD, М.Х. Дулати атындағы Тараз университеті, «Химия және химиялық технология» кафедрасының қауымдастырылған профессоры, Тараз, Қазақстан,

E-mail: maral88.ad@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0003-2974-0398>;

Rajasekharan Reshmy — химия мамандығы бойынша PhD, қауымдастырылған профессор, Жаратылыстану және гуманитарлық ғылымдар бөлімі, Провиденс инженерлік колледжі, Үндістан,

E-mail: reshmyprkumar@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0003-2091-0135>.

**Аннотация.** Жұмыста Жамбыл облысында өсірілген жоңышқа сабанынан алынған наноцеллюлоза негізінде функционалданған биокомпозициялық мембраналарды алу және олардың бактерияға қарсы қасиеттерін зерттеу қарастырылды. Зерттеудің мақсаты – ауыл шаруашылығы қалдықтарын жоғары қосылған құны бар көпфункционалды материалдарға айналдыру және наноцеллюлоза матрицасының функционалдық мүмкіндіктерін кеңейту. Наноцеллюлоза сілтілік өңдеу, қышқылдық тазарту және ағарту сатыларын қамтитын сатылы химиялық әдіспен алынды, ал мембраналар ерітінділік құю тәсілі арқылы қалыптастырылды. Инфрақызыл спектроскопия нәтижелері

алынған целлюлозаның полисахаридтік құрылымының сақталғанын және целлюлозаға тән функционалдық топтардың бар екенін көрсетті. Наноцеллюлоза матрицасына графен, мыс нанобөлшектері және полианилин енгізу нәтижесінде тығыз құрылымды және біртекті композициялық мембраналар түзілді. Функционалды компоненттердің наноцеллюлоза торында біркелкі таралуы көпкомпонентті жүйеде синергетикалық әсердің қалыптасуына мүмкіндік берді. Мембраналардың бактерияға қарсы белсенділігі *Staphylococcus aureus* және *Escherichia coli* тест-дақылдарына қатысты дискілік диффузия әдісімен бағаланды. Функционалданған мембраналар микроорганизмдердің өсуін тиімді тежейтінін көрсетті, ал таза наноцеллюлоза үлгілерінде бактерияға қарсы әсер байқалмады. Алынған нәтижелер наноцеллюлозаның функционалды нанокұрылымдарды бекітуге қабілетті әмбебап матрица екенін және көпкомпонентті композициялық жүйелердің қасиеттерін бағытталған түрде реттеуге мүмкіндік беретінін дәлелдейді. Ұсынылған тәсіл ауыл шаруашылығы қалдықтарын терең өңдеуге негізделген экологиялық қауіпсіз антимикробтық материалдар алуға бағытталған және оларды биомедициналық жабындарда, белсенді қаптама материалдарында және мембраналық технологияларда қолдануға перспективалы болып табылады.

**Түйін сөздер:** наноцеллюлоза, биокомпозиттік мембрана, ауылшаруашылық қалдықтары, бактерияға қарсы белсенділік, мыс нанобөлшектері, графен

© Дарменбаева А.С.<sup>1\*</sup>, Rajasekharan R.<sup>2</sup>, 2026.

<sup>1</sup> Таразский университет имени М.Х. Дулати, Тараз, Казахстан;

<sup>2</sup> Инженерный колледж Провиденса, Керала, Индия.

E-mail: maral88.ad@gmail.com

## ПОЛУЧЕНИЕ И СВОЙСТВА НАНОЦЕЛЛЮЛОЗНЫХ БИОКОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ АГРООТХОДОВ ЖАМБЫЛСКОЙ ОБЛАСТИ

**Дарменбаева Акмарал** — PhD по химии, ассоциированный профессор кафедры химии и химической технологии Таразского университета имени М.Х. Дулати, Тараз, Казахстан,  
E-mail: maral88.ad@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0003-2974-0398>;

**Rajasekharan Reshmy** — PhD по химии, ассоциированный профессор кафедры естественных и гуманитарных наук Инженерного колледжа Провиденса, Керала, Индия,  
E-mail: reshmykumar@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0003-2091-0135>.

**Аннотация.** Работа посвящена разработке функционализированных биокомпозитных мембран на основе наноцеллюлозы, полученной из соломы люцерны, выращенной в Жамбылской области, и изучению их антибактериальных свойств. Цель исследования заключается в преобразовании сельскохозяйственных отходов в многофункциональные материалы с высокой добавленной стоимостью и расширении функциональных возможностей наноцеллюлозной матрицы. Наноцеллюлоза была получена поэтапным химическим методом,

включающим щелочную обработку, кислотную очистку и отбеливание, а мембраны формировались методом литья из раствора. Результаты инфракрасной спектроскопии показали сохранение полисахаридной структуры целлюлозы и наличие характерных функциональных групп. Введение графена, наночастиц меди и полианилина в наноцеллюлозную матрицу привело к формированию плотных и однородных композитных мембран. Равномерное распределение функциональных компонентов в структуре наноцеллюлозы обеспечило синергетический эффект в многокомпонентной системе. Антибактериальная активность мембран оценивалась методом дисковой диффузии с использованием тест-культур *Staphylococcus aureus* и *Escherichia coli*. Функционализированные мембраны продемонстрировали выраженное подавление роста микроорганизмов, тогда как чистая наноцеллюлоза не проявила антибактериальной активности. Полученные результаты подтверждают, что наноцеллюлоза является универсальной матрицей, способной эффективно закреплять функциональные наноструктуры и обеспечивать целенаправленное регулирование свойств композитных систем. Предложенный подход ориентирован на создание экологически безопасных антимикробных материалов на основе глубокой переработки сельскохозяйственных отходов и перспективен для применения в биомедицинских покрытиях, активной упаковке и мембранных технологиях.

**Ключевые слова:** наноцеллюлоза, биокомпозитная мембрана, сельскохозяйственные отходы, антибактериальная активность, наночастицы меди, графен

**Кіріспе.** Ауылшаруашылығы өндірісінің қарқынды дамуы лигноцеллюлоза қалдықтарының айтарлықтай мөлшерде жиналуымен қатар жүреді, бұл қалдықтарды тиімді өңдеу қазіргі заманғы ғылым мен технологияның маңызды бағыттарының бірі болып табылады. Айналымды биоэкономика тұжырымдамасы аясында өсімдік биомассасы тек жаңартылатын шикізат көзі ретінде ғана емес, сонымен қатар функционалдық қасиеттері жоғары материалдарды алудың негізі ретінде қарастырылады. Осы тұрғыда целлюлоза табиғи полимерлер арасында ерекше орын алады, себебі оның биоыдырағыштығы, биоүйлесімділігі, сутектік байланыстар түзу қабілеті және реактивті гидроксил топтарының болуы оны композиттік материалдар үшін тиімді матрица ретінде пайдалануға мүмкіндік береді (Klemm et al., 2018; Trache et al., 2017; Pennels et al., 2020).

Целлюлозаны микроөлшемнен наноөлшемді формаларға (наноцеллюлоза) дейін құрылымдық түрлендіру материалдың меншікті беткі ауданын арттырып, оның механикалық беріктігін, сорбциялық және тосқауылдық қасиеттерін жақсартады және химиялық модификация мүмкіндіктерін кеңейтеді (Gopakumar et al., 2019). Сонымен қатар наноцеллюлоза негізіндегі материалдардың пленка мен мембрана түзу қабілеті жоғары, бұл олардың қаптама материалдары, биомедицина, мембраналық технологиялар және суды тазарту жүйелерінде қолдануға мүмкіндік береді (Liu et al., 2021).

Наноцеллюлоза негізіндегі материалдардың қасиеттерін жақсарту үшін

оларды әр түрлі наномодификаторлармен түрлендіреді. Атап айтқанда, графен және оның туындылары сияқты көміртекті нанокұрылымдар композит құрылымында тиімді фазааралық байланыстар түзіп, механикалық беріктік пен термиялық тұрақтылықты арттырады (Mokhena et al., 2024). Мыс және оның оксидтері сияқты металл нанобөлшектерін енгізу бактерияға қарсы белсенділік көрсететін белсенді орталықтар қалыптастырады (Yanuhar et al., 2024). Осылайша, наноцеллюлоза мен бейорганикалық нанобөлшектер негізінде бақыланатын физика-химиялық және биологиялық қасиеттері бар көпфункционалды биокомпозиттерді алу мүмкіндігі пайда болады.

Соңғы жылдары наноцеллюлозаны алу үшін ауыл шаруашылығы қалдықтарын пайдалану ерекше назарға ие болды, себебі бұл тәсіл бір жағынан шикізат құнын төмендетсе, екінші жағынан экологиялық жүктемені азайтады (Rouf and Kokini, 2016). Целлюлозаның перспективалы көздеріне жыл сайын айтарлықтай көлемде өндірілетін және полисахаридтердің жоғары мөлшерімен сипатталатын сұлы сабаны мен жоңышқа сияқты өсімдік қалдықтары жатады.

Қазақстан Республикасы үшін, әсіресе агроөнеркәсіптік әлеуеті жоғары Жамбыл облысында, өсімдік қалдықтарын функционалды материалдарға өңдеу ресурстарды тиімді пайдалану және қоршаған орта қауіпсіздігі саласындағы заманауи басымдықтарға сәйкес келеді. Алайда, аймақтық өсімдік шикізатынан алынған наноцеллюлозаның қасиеттерін жүйелі зерттеу және оны функционалды материалдар алуда қолдану деңгейі әлі де жеткіліксіз.

Әдебиеттерге талдау көрсеткендей, наноцеллюлоза негізіндегі композиттер кеңінен зерттелгенімен, әртүрлі өсімдік шикізаттарынан алынған наноцеллюлозаның құрылымдық ерекшеліктерінің оның функционалды қасиеттеріне, әсіресе наномодификаторлармен әрекеттесуіне және бактерияға қарсы белсенділігіне әсері толық ашылмаған. Сонымен қатар, нақты аймақтық шикізатқа негізделген биокомпозиттік мембраналарды алу және олардың қасиеттерін салыстырмалы түрде бағалау жеткілікті деңгейде зерттелмеген.

Осыған байланысты, бұл зерттеудің мақсаты – Жамбыл облысының агроөнеркәсіптік қалдықтарынан (жоңышқа сабаны) наноцеллюлоза алу, оны графен және мыс нанобөлшектерімен модификациялау арқылы биокомпозиттік мембраналар синтездеу және олардың құрылымдық және бактерияға қарсы қасиеттерін зерттеу болып табылады.

Зерттеудің ғылыми жаңалығы наноцеллюлозаны аймақтық өсімдік шикізатынан алу, оны көміртекті және металл наномодификаторлармен түрлендіру арқылы жаңа функционалды биокомпозиттік мембраналар қалыптастыру және бастапқы шикізат табиғатының алынған биокомпозиттердің қасиеттеріне әсерін анықтаумен сипатталады.

Зерттеудің практикалық маңыздылығы алынған наноцеллюлоза биокомпозиттерін микробқа қарсы мембраналар, экологиялық таза қаптама материалдары және ағынды суларды тазарту технологияларында қолдану мүмкіндігімен анықталады.

**Әдеби шолу.** Соңғы жылдары тұрақты материалтану саласында табиғи

полимерлерге негізделген функционалды жүйелерді әзірлеу ерекше қарқын алды. Бұл бағыттың негізгі қозғаушы факторларының бірі – мұнай негізіндегі полимерлерді экологиялық қауіпсіз баламалармен алмастыру қажеттілігі. Наноцеллюлоза жоғары механикалық беріктігі, дамыған беттік ауданы және химиялық модификацияға бейімділігі арқасында көпфункционалды материалдарды синтездеуде маңызды орын алады. Klemm et.al. соңғы шолу жұмыстарында наноцеллюлоза материалдарының құрылымдық ұйымдасуы олардың механикалық, тосқауылдық және биологиялық қасиеттеріне тікелей әсер ететіні көрсетілген (Klemm et.al., 2018). Лигноцеллюлозалық шикізаттан алынатын наноцеллюлоза құрылымы талшықтардың жоғары аспект қатынасымен сипатталады, бұл материалдың беріктігін және тұрақтылығын арттырады. Dufresne (2029) жүргізген зерттеулерде наноцеллюлоза талшықтарының жоғары кристалдық дәрежесі композиттік материалдардың серпімділік модулін айтарлықтай жоғарылататыны көрсетілген (Dufresne, 2019). Сонымен қатар наноцеллюлоза негізіндегі жүйелердің кеуекті морфологиясы олардың адсорбциялық қасиеттерін жақсартады, бұл суды тазарту технологияларында қолдануға мүмкіндік береді.

Соңғы жылдары зерттеушілер наноцеллюлоза негізіндегі композиттердің қасиеттерін жақсарту үшін көміртекті наноматериалдарды қолдануға ерекше көңіл бөлуде. Графен оксиді және тотықсыздандырылған графен жоғары меншікті беттік ауданымен және ерекше электрлік қасиеттерімен ерекшеленеді. Zhang et al. (2022) зерттеулерінде наноцеллюлоза–графен композиттері жоғары механикалық беріктік пен жақсартылған тосқауылдық қасиеттер көрсеткені анықталған (Zhang et.al., 2012). Графен қабаттарының полисахаридтік матрицамен өзара әрекеттесуі сутектік байланыстар мен  $\pi$ - $\pi$  әрекеттесулер арқылы жүзеге асып, композиттің құрылымдық тұрақтылығын арттырады. Металл нанобөлшектерімен модификацияланған наноцеллюлоза материалдары бактерияға қарсы жүйелерді жобалауда кеңінен зерттелуде. Li et al. (2018) жұмыстары күміс және мыс нанобөлшектері енгізілген наноцеллюлоза материалдарының бактерия жасушаларының мембраналарын бұзатынын және реактивті оттегі түрлерінің түзілуін ынталандыратынын көрсетті (Li, et.al., 2018). Мұндай материалдар микроорганизмдердің өсуін тиімді тежейді және биомедициналық жабындарда қолдануға перспективалы болып табылады. Сонымен қатар металл нанобөлшектерінің наноцеллюлоза матрицасында тұрақтануы олардың агрегациясын азайтып, белсенді орталықтардың біркелкі таралуын қамтамасыз етеді.

Өткізгіш полимерлер негізіндегі композиттер соңғы жылдары сенсорлар, икемді электроника және антимикробтық жабындар жасау үшін белсенді зерттелуде. Полианилиннің конъюгирленген құрылымы электрондардың тасымалдануын жеңілдетіп, материалдың электрөткізгіштік қасиеттерін арттырады. Kumari et al. (2026) жүргізген зерттеулерде полианилин енгізілген полисахаридтік композиттердің микробқа қарсы белсенділігі жоғарылағаны анықталған. Бұл әсер материалдың беттік зарядының өзгеруімен және

микроорганизмдердің жасушалық қабырғаларымен электростатикалық әрекеттесуінің күшеюімен түсіндіріледі. Наноцеллюлоза негізіндегі мембраналардың маңызды артықшылықтарының бірі – олардың морфологиясын және кеуектілік құрылымын реттеу мүмкіндігі. Mautner et al. (2013) жұмыстары наноцеллюлоза мембраналарының сүзу тиімділігі олардың талшықтарының таралуына және кеуектердің өлшеміне тәуелді екенін көрсетті. Бұл қасиеттер мембраналардың суды тазарту және бактерияларды бөлу процестеріндегі тиімділігін анықтайды (Mautner et al., 2013). Сонымен қатар наноцеллюлоза гидрофильділігі мембраналардың ластануға төзімділігін арттырады.

Қазіргі зерттеулер көпкомпонентті композиттік жүйелердің синергетикалық әсер көрсету қабілетіне ерекше назар аударады. Бірнеше функционалды компоненттердің комбинациясы материалдың қасиеттерін мақсатты түрде реттеуге мүмкіндік береді. Wang et al. (2015) жүргізген зерттеулерде наноцеллюлоза, графен және металл нанобөлшектерінен тұратын композиттердің механикалық және бактерияға қарсы қасиеттері айтарлықтай жоғарылағаны көрсетілген (Wang, et al., 2015). Бұл компоненттердің өзара әрекеттесуі нәтижесінде композит құрылымында жаңа интерфейстік байланыстар қалыптасады.

Биокомпозиттік мембраналардың қолданылу салалары да кеңейуде. Соңғы зерттеулерде наноцеллюлоза негізіндегі материалдардың белсенді қаптама жүйелерінде, жара таңғыштарында және биомедициналық жабындарда қолданылу мүмкіндігі қарастырылуда (Yuan et al., 2021). Мұндай материалдардың биоүйлесімділігі және уытсыздығы оларды медициналық мақсаттарда қолдануға мүмкіндік береді. Сонымен қатар биоыдырағыштық қасиеті қоршаған ортаға зиянды әсерін азайтады.

Ауыл шаруашылығы қалдықтарын жоғары қосылған құны бар материалдарға айналдыру қазіргі заманғы ғылымдағы маңызды бағыттардың бірі болып табылады. Padhi et al. (2023) көрсеткендей, агроқалдықтардан алынған наноцеллюлоза материалдары синтетикалық полимерлермен салыстырғанда төмен көміртек ізін қалыптастырады және тұрақты өндіріс қағидаларына сәйкес келеді. Бұл бағыт табиғи ресурстарды тиімді пайдалануға және қалдықтарды азайтуға мүмкіндік береді.

Жалпы алғанда, соңғы ғылыми зерттеулер наноцеллюлоза негізіндегі композиттердің құрылымы мен қасиеттерін басқару мүмкіндігі жоғары екенін көрсетеді. Наноцеллюлозаны графен, металл нанобөлшектері және өткізгіш полимерлермен біріктіру арқылы жаңа буындағы функционалды материалдарды алуға болады. Мұндай жүйелердің синергетикалық әсері олардың бактерияға қарсы, адсорбциялық және механикалық қасиеттерін жақсартады. Сонымен қатар агроөнеркәсіптік қалдықтарды пайдалану экологиялық және экономикалық тұрғыдан тиімді болып табылады.

Осылайша, әдеби деректер наноцеллюлоза негізіндегі көпкомпонентті мембраналардың үлкен ғылыми және қолданбалы әлеуетке ие екенін көрсетеді. Алайда нақты аймақтық өсімдік шикізатынан алынған наноцеллюлозаның құрылымдық ерекшеліктері мен оның функционалды қасиеттері арасындағы

байланыс толық зерттелмеген. Сондықтан Жамбыл облысының агроқалдықтарын пайдалану арқылы жаңа биокөпозиттік материалдар әзірлеу ғылыми тұрғыдан өзекті бағыт болып табылады.

**Зерттеу материалдары мен әдістері.** *Жоңышқа сабанынан целлюлоза алу әдісі.* Зерттеу жұмысы үшін Жамбыл облысы, Жуалы ауданы, Любимовка ауылында орналасқан «Жұмабай» шаруа қожалығында өсірілген жоңышқа сабаны пайдаланылды. Бастапқы өсімдік шикізаты кептіріліп, ұсақталып және бөгде қоспалардан тазартылды. Целлюлозаны бөліп алу үдерісі сілтілік өңдеу, қышқылдық тазарту және ағарту сатыларынан тұрды. Алғашқы кезеңде лигнин мен гемицеллюлозаны жою мақсатында өсімдік шикізаты 2% натрий гидроксиді (NaOH) ерітіндісімен өңделді. Өңдеу 120°C температурада және 20 бар қысымда автоклавта 40 минут бойы жүргізілді. Сілтілік өңдеуден кейін материал дистилденген сумен бейтарап ортаға дейін жуылды (Reshmy et al., 2015). Қышқылдық өңдеу кезеңінде 20% азот қышқылы (HNO<sub>3</sub>), 45% сірке қышқылы (CH<sub>3</sub>COOH) және дистилденген судың 2:2:1 көлемдік қатынасындағы қоспасы қолданылды. Бұл өңдеу целлюлоза құрамындағы қалдық лигнин мен гемицеллюлозаны толық жоюға мүмкіндік берді. Ағарту кезеңінде алынған өнім 1% натрий гипохлориті (NaOCl) ерітіндісімен магниттік араластырғышта 5 сағат бойы үздіксіз араластыру арқылы өңделді. Нәтижесінде ақ түсті жоғары тазалықтағы целлюлоза алынды.

*Наноцеллюлоза негізіндегі мембраналарды дайындау.* Алынған целлюлоза механикалық диспергирлеу арқылы наноөлшемді құрылымға дейін өңделіп, тұрақты наноцеллюлоза суспензиясы дайындалды. Наноцеллюлоза негізіндегі мембраналар ерітінділік құю (solvent casting) әдісімен қалыптастырылды (Norrrahim et al., 2021; Ruan et al., 2023). Ол үшін наноцеллюлоза суспензиясы қалыптарға құйылып, бөлме температурасында кептірілді. Функционалды биокөпозиттік мембрананы алу үшін наноцеллюлоза матрицасына полианилин, графен және мыс нанобөлшектері енгізілді. Бұл жұмыста полианилин мен мыс нанобөлшектерінің мөлшері тұрақты сақталып, графеннің мөлшері 1 г деңгейінде таңдалған бір ғана композициялық нұсқа зерттелді. Наномодификаторлардың матрицада біркелкі таралуын қамтамасыз ету үшін олар алдын ала диспергирленіп, кейін наноцеллюлоза суспензиясымен механикалық араластыру арқылы біріктірілді. Алынған қоспа қалыпқа құйылып, кептіру арқылы қара түсті біртекті биокөпозиттік мембрана алынды.

Үлгілердің химиялық құрылымы Фурье түрлендірулі инфрақызыл спектроскопия (FTIR) әдісімен зерттелді. Мембраналардың антибактериялық белсенділігі *Staphylococcus aureus* және *Escherichia coli* штамдарына қарсы Kirby-Bauer дискілік диффузия әдісімен бағаланды (Balouiri et al., 2016). Үлгілер Мюллер-Хинтон агарында 37 °C температурада 24 сағат инкубацияланып, өсуін тежеу аймақтарының диаметрі өлшенді. Оң бақылау ретінде 30 мкг ципрофлоксацин қолданылды.

Барлық тәжірибелер кемінде үш рет қайталанып жүргізіліп, алынған нәтижелер статистикалық өңдеуден өткізіліп, орташа арифметикалық мән

және стандартты ауытқу түрінде ұсынылды, деректерді өңдеу OriginPro бағдарламасында жүзеге асырылды.

### Зерттеу нәтижелері.

*ИҚ-спектроскопия нәтижелерін талдау.* Алынған целлюлозаның химиялық құрылымы инфрақызыл спектроскопия әдісі арқылы зерттелді және нәтижелері 1-кестеде келтірілген. Спектрді талдау барысында целлюлозаға тән негізгі функционалдық топтардың жұтылу жолақтары анықталды, бұл қолданылған химиялық өңдеу әдістерінің тиімділігін дәлелдейді.

Кесте 1 – ИҚ-спектроскопия нәтижелері

Толқын ұзындығы (см <sup>-1</sup> )	Шың сипаттамасы	Ескертулер
3200-3500	Натрий-О-топ (-ОН)	Целлюлоза молекулаларында орналасқан гидроксил топтарының кең шыңдық сипаттамасы.
2900-2800	C–H тербелістері (CH <sub>2</sub> , CH <sub>3</sub> )	Целлюлозада болатын CH <sub>2</sub> топтарымен байланысты.
1600-1650	C=C тербелістері (ароматты сақиналар, егер бар болса)	Лигнин сияқты қоспалардың қатысуымен пайда болуы мүмкін.
1500-1450	CH <sub>2</sub> және CH <sub>3</sub> -топтарының ауытқуы (деформация)	Полисахарид құрылымының болуын көрсетеді.
1420-1410	C–O–C тербелістері (эфирлік байланыстар)	Целлюлоза тізбектерінің сипаттамасы.
1300-1200	C–O тербелістері (ішкі асимметриялық деформация)	Целлюлозада C–O байланыстарының болуын көрсетеді.
1150-1080	C–O тербелістері (гемицеллюлозалар)	Үлгіде гемицеллюлозаның болуымен байланысты.
1050-1030	C–O тербелістері (целлюлоза)	Целлюлоза құрылымының тікелей көрсеткіші.
890-850	β-глюкозидті байланыс тобы үшін тербелістер	Табиғи целлюлозаға тән целлюлозаның β-формасын көрсетеді.

3200-3500 см<sup>-1</sup> аймағында кең және интенсивті жұтылу жолағы байқалды, ол гидроксил топтарының (-ОН) валенттік тербелістеріне сәйкес келеді. Бұл целлюлоза макромолекулалары арасындағы дамыған сутектік байланыстар жүйесінің қалыптасқанын көрсетеді. Аталған жолақтың айқын көрінуі алынған материалдың құрылымдық тұтастығы және жоғары полярля топтардың сақталғанын дәлелдейді.

2900-2800 см<sup>-1</sup> аймағында байқалған жұтылу жолақтары CH<sub>2</sub> және CH<sub>3</sub> топтарының тербелістеріне сәйкес келеді және полисахаридтік тізбектің сақталғанын дәлелдейді. Сонымен қатар 1420-1410 см<sup>-1</sup> аймағында CH<sub>2</sub> топтарының деформациялық тербелістері анықталды, бұл целлюлозаның құрылымдық ұйымдасуының сақталғанын дәлелдейді.

1300-1200 см<sup>-1</sup> және 1050-1030 см<sup>-1</sup> аймақтарындағы жұтылу жолақтары C–O

және С–О–С байланыстарының тербелістеріне сәйкес келеді. Бұл нәтижелер целлюлоза макромолекуласының негізгі құрылымдық элементтерінің бұзылмағанын көрсетеді.

890-850  $\text{cm}^{-1}$  аймағындағы жұтылу жолағы  $\beta$ -гликозидтік байланыстарға тән, бұл алынған целлюлозаның табиғи  $\beta$ -формасының сақталғанын көрсетеді. 1600-1650  $\text{cm}^{-1}$  аймағындағы әлсіз жолақтардың байқалуы үлгіде ароматты құрылымдардың (лигнин қалдықтарының) іздік мөлшерде болуы мүмкін екенін көрсетеді. Сонымен қатар 1150-1080  $\text{cm}^{-1}$  аймағындағы әлсіз жұтылу жолақтары гемицеллюлозаның аз мөлшерде сақталғанын білдіреді. Алайда бұл жолақтардың интенсивтілігінің төмен болуы жүргізілген химиялық өңдеудің тиімділігін дәлелдейді.

Жалпы алғанда, ИҚ спектроскопия нәтижелері алынған материалдың целлюлозаға тән құрылымдық белгілерді толық сақтағанын және оның жоғары дәрежеде тазартылғанын көрсетті. Бұл алынған материалдың наноцеллюлоза негізіндегі функционалды мембраналар синтезіне жарамды екенін дәлелдейді.

*Наноцеллюлоза негізіндегі мембраналардың қалыптасуы және макроскопиялық құрылымы.* Жоңышқа сабанынан алынған наноцеллюлоза ерітінділік құю әдісі арқылы тұтас, механикалық тұрғыдан берік және иілгіш мембраналар түзді. Таза наноцеллюлоза негізінде алынған мембрана ақ түсті, беті тегіс және құрылымы біркелкі болып сипатталды (1a-сурет). Бақылау нәтижелері мембрананың жарықшасыз және тұтас қабықша түрінде қалыптасқанын көрсетті. Мұндай морфология целлюлозаның жоғары дәрежеде тазартылғанын және лигнин мен гемицеллюлозаның тиімді жойылғанын көрсетеді.

Наноцеллюлоза матрицасына графен, мыс нанобөлшектері және полианилин енгізілгеннен кейін алынған мембрана қара түске ие болды және құрылымының тығыздығының артқаны байқалды (1b-сурет). Модификацияланған үлгілердің беткі қабаты тығызырақ және біршама қаттырақ екені визуалды және механикалық әсер ету (іілу) барысында анықталды. Мембраналар иілу кезінде тұтастығын сақтап, құрылымдық беріктігін көрсетті.

Түстің өзгеруі көміртекті наноқұрылымдар мен өткізгіш полимердің наноцеллюлоза матрицасында біркелкі таралуымен байланысты. Наномодификаторлардың енгізілуі наноцеллюлоза талшықтары арасындағы бос кеңістікті ішінара толтырып, неғұрлым тығыз құрылымның қалыптасуына әкеледі. Полианилиннің болуы композициялық жүйеде қосымша физика-химиялық байланыстардың түзілуіне ықпал етіп, мембрананың тұрақтылығын арттырады.

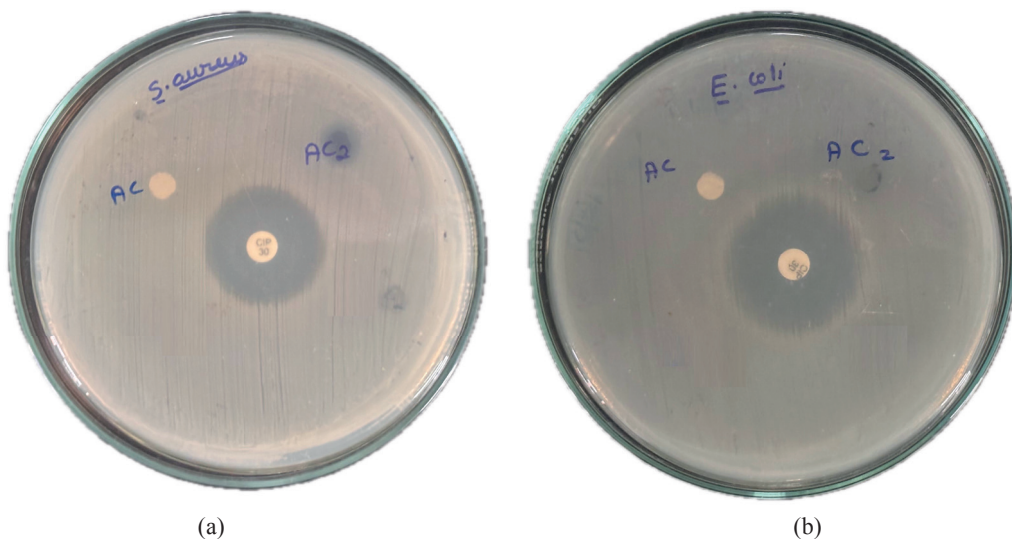


Сурет 1 – Наноцеллюлоза негізіндегі мембраналар: (a) таза мембрана; (b) модификацияланған мембрана.

Осылайша, салыстырмалы талдау нәтижесінде таза және модификацияланған мембраналар арасында айқын айырмашылықтар байқалды: модификацияланған үлгілердің құрылымы тығызырақ және механикалық тұрғыдан тұрақтырақ болды. Бұл нәтижелер наноцеллюлоза негізіндегі матрицаның модификаторлармен өзара тиімді әрекеттесетінін және функционалды композициялық материал қалыптастыруға мүмкіндік беретінін көрсетеді.

*Мембраналардың антибактериялық белсенділігі.* Алынған мембраналардың антибактериялық қасиеттері *Staphylococcus aureus* және *Escherichia coli* тест-дақылдарына қатысты зерттелді (2-сурет). Зерттеу нәтижелері көрсеткендей, таза наноцеллюлоза негізіндегі мембрана бактерияларға қарсы айқын белсенділік көрсетпеді, бұл оның биологиялық тұрғыдан инертті екенін дәлелдейді. Ал графен, мыс нанобөлшектері және полианилин енгізілген композициялық мембрана екі тест-дақылға да қатысты бактериялардың өсуін тежейтін айқын аймақтардың түзілуімен сипатталды. Визуалды бақылау нәтижесінде модификацияланған үлгілерде бактерия колонияларының өсуі мембрана айналасында айтарлықтай шектелгені байқалды.

Салыстырмалы талдау көрсеткендей, *Staphylococcus aureus* үшін тежеу аймағы *Escherichia coli*-мен салыстырғанда айқын байқалды. Бұл Gram-оң бактериялардың жасуша қабырғасының қарапайым құрылымымен және сыртқы қорғаныш қабатының болмауымен түсіндіріледі. Ал Gram-теріс *Escherichia coli* сыртқы липополисахаридті мембранасының болуына байланысты нанобөлшектердің әсеріне салыстырмалы түрде төзімдірек келеді.



Сурет 2 – Мембраналардың антибактериялық белсенділігі: (a) *Staphylococcus aureus*; (b) *Escherichia coli* тест-дақылдары.

Композициялық мембрананың антибактериялық әсері бірнеше механизмдердің бірлескен ықпалымен жүзеге асады. Мыс нанобөлшектері бактерия жасушасының қабырғасын зақымдап, реактивті оттегі түрлерін түзу арқылы микроорганизмдердің тіршілігін тежейді. Графеннің қабыршақты құрылымы бактерия жасушасының мембранасын механикалық түрде бұзу мүмкін. Полианилиннің болуы композициялық материалдың беттік зарядын өзгертіп, бактерия жасушаларымен электростатикалық әрекеттесуді күшейтеді.

Осылайша, алынған нәтижелер наноцеллюлоза негізіндегі модификацияланған мембраналардың айқын антибактериялық белсенділікке ие екенін және олардың биомедициналық және экологиялық мақсаттарда қолдану үшін перспективалы материалдар екенін көрсетеді.

**Нәтижелерді талқылау.** Жоңышқа сабанынан алынған наноцеллюлоза негізіндегі мембраналардың құрылымдық ерекшеліктері мен олардың функционалдық қасиеттері арасындағы өзара байланыс алынған эксперименттік нәтижелер негізінде түсіндірілді. Макроскопиялық бақылаулар (1-сурет) таза наноцеллюлоза мембраналарының біртекті, жарықшақсыз және тегіс құрылым түзетінін көрсетті. Бұл наноцеллюлоза талшықтарының арасындағы сутектік байланыстардың дамыған торының қалыптасуымен байланысты. Осындай құрылым мембрананың тұтастығын және иілгіштігін қамтамасыз ететіні тәжірибе барысында байқалды.

Модификацияланған мембраналарда (графен, мыс нанобөлшектері және полианилин енгізілген) құрылымның тығыздалуы және беткі қабаттың қаттылығының артуы визуалды және механикалық әсер ету кезінде анықталды. Бұл наноцеллюлоза матрицасының наномодификаторларды біркелкі тарату қабілетімен түсіндіріледі. Ұқсас нәтижелер басқа зерттеулерде де көрсетілген,

мұнда графеннің енгізілуі композит құрылымының тығыздығын арттырып, механикалық қасиеттерін жақсартатыны анықталған (Mokhena et al., 2024). Біздің жағдайда да наномодификаторлардың енгізілуі наноцеллюлоза талшықтары арасындағы бос кеңістікті толтырып, құрылымдық тұрақтылықтың жоғарылауына әкелгені байқалды.

ИҚ-спектроскопия нәтижелері алынған целлюлозаның химиялық құрылымының сақталғанын және жүргізілген химиялық өңдеу сатыларының тиімділігін көрсетті. Атап айтқанда, 3200-3500  $\text{cm}^{-1}$  аймағындағы кең және интенсивті жұтылу жолағы гидроксил топтарының (–ОН) валенттік тербелістеріне сәйкес келеді, бұл целлюлоза макромолекулалары арасында дамыған сутектік байланыстар жүйесінің қалыптасқанын дәлелдейді. Мұндай байланыстар наноцеллюлоза талшықтарының кеңістіктік ұйымдасуына әсер етіп, мембраналардың механикалық беріктігі мен құрылымдық тұрақтылығын қамтамасыз етеді. Сонымен қатар 2900-2800  $\text{cm}^{-1}$  аймағында байқалатын жұтылу жолақтары алифаттық С–Н байланыстарының сақталғанын көрсетеді, бұл полисахаридтік тізбектің бұзылмағанын дәлелдейді. 890-850  $\text{cm}^{-1}$  аймағындағы  $\beta$ -гликозидтік байланыстарға тән сигналдардың болуы целлюлозаның табиғи  $\beta$ -конфигурациясының сақталғанын және макромолекулалық құрылымның өзгеріске ұшырамағанын көрсетеді. Лигнинге тән ароматты құрылымдарға сәйкес әлсіз жолақтардың ғана байқалуы бастапқы өсімдік шикізатындағы бейцеллюлозалық компоненттердің басым бөлігінің жойылғанын дәлелдейді. Бұл нәтижелер әдеби деректермен сәйкес келеді (Klemm et al., 2018) және алынған өнімнің жоғары дәрежеде тазартылған целлюлоза екенін көрсетеді.

Антибактериялық зерттеу нәтижелері модификацияланған мембраналардың айқын биологиялық белсенділікке ие екенін көрсетті. Таза наноцеллюлоза мембраналарында бактерия колонияларының өсуінің тежелуі байқалмады, бұл наноцеллюлозаның биологиялық тұрғыдан инертті табиғатымен түсіндіріледі. Ал композициялық мембраналарда мембрана айналасында бактериялардың өсуінің айқын шектелуі тіркелді (2-сурет), бұл енгізілген наномодификаторлардың материалға жаңа функционалдық қасиеттер бергенін көрсетеді. *Staphylococcus aureus* және *Escherichia coli* тест-дақылдары арасындағы айырмашылық тәжірибе барысында анық байқалды: Gram-оң бактерияларға қатысты тежеу әсері айқынырақ болды. Бұл құбылыс Gram-оң бактериялардың жасуша қабырғасының салыстырмалы түрде қарапайым құрылымымен және сыртқы липидті қорғаныш қабатының болмауымен түсіндіріледі. Ал Gram-теріс бактериялардың сыртқы липополисахаридті мембранасы олардың нанобөлшектер әсеріне төзімділігін арттырады, сондықтан олардың өсуінің тежелуі салыстырмалы түрде төмен деңгейде байқалады (Yanuhar et al., 2024).

Композициялық мембраналардың антибактериялық әсері олардың құрамындағы компоненттердің синергетикалық әрекетімен байланысты. Мыс нанобөлшектері бактерия жасушасының қабырғасын зақымдап, реактивті оттегі түрлерінің түзілуін ынталандырады, бұл микроорганизмдердің метаболизмін бұзады. Графеннің қабыршақты және өткір қырлы құрылымы бактерия

жасушасының мембранасына механикалық әсер етіп, оның тұтастығын бұзуы мүмкін. Полианилиннің болуы композициялық материалдың беттік зарядын өзгертіп, бактерия жасушаларымен электростатикалық әрекеттесуді күшейтеді, бұл жасуша қабырғасының өткізгіштігінің өзгеруіне әкеледі. Мұндай көпфакторлы ықпал нәтижесінде бактерия колонияларының өсуі айтарлықтай тежелетіні тәжірибе барысында көрсетілді.

Осылайша, алынған нәтижелер наноцеллюлоза негізіндегі композициялық мембраналардың құрылымы мен олардың функционалдық қасиеттері арасында тікелей байланыс бар екенін көрсетті. Наноцеллюлоза матрицасы наномодификаторлардың біркелкі таралуын қамтамасыз етіп, олардың белсенді орталықтарының тиімділігін арттырады. Мұндай құрылым тек антибактериялық қасиеттерді ғана емес, сонымен қатар материалдың барьерлік, адсорбциялық және потенциалды каталитикалық сипаттамаларын да жақсартуы мүмкін. Жалпы алғанда, жоңышқа сабанынан алынған наноцеллюлоза негізіндегі функционалды композициялық мембраналар көпфункционалды материалдар ретінде қарастырылуы мүмкін. Алынған нәтижелер олардың экологиялық қауіпсіз, биоыдырайтын және құрылымдық тұрақты материалдар ретінде қолдану мүмкіндігін көрсетеді. Бұл бағыт ауыл шаруашылығы қалдықтарын тиімді пайдалану және жаңа буындағы тұрақты функционалды материалдарды әзірлеу тұрғысынан маңызды ғылыми негіз қалыптастырады.

**Қорытынды.** Жүргізілген зерттеу барысында Жамбыл облысының агроөнеркәсіптік қалдықтары – жоңышқа сабанынан целлюлоза алынып, оның негізінде наноцеллюлоза және функционалды биокомпозиттік мембраналар синтезделді. Қолданылған көпсатылы химиялық өңдеу әдістері (сілтілік өңдеу, қышқылдық тазарту және ағарту) нәтижесінде лигнин мен гемицеллюлозаның басым бөлігі жойылып, жоғары тазалықтағы целлюлоза алынғаны инфрақызыл спектроскопия нәтижелері арқылы дәлелденді. ИҚ-спектрлерде целлюлозаға тән гидроксил топтарының,  $\beta$ -гликозидтік байланыстардың және полисахаридтік тізбектің сақталғанын көрсететін сипаттамалық жұтылу жолақтары анықталды, бұл алынған материалдың құрылымдық тұтастығын және химиялық өңдеудің тиімділігін көрсетеді. Наноцеллюлоза негізінде алынған мембраналардың біртекті, тұтас және иілгіш құрылым түзетіні анықталды, бұл наноөлшемді талшықтар арасындағы дамыған сутектік байланыстар жүйесінің қалыптасуымен түсіндіріледі. Ерітінділік құю әдісі арқылы алынған үлгілердің жарықшақсыз және біркелкі морфологиясы наноцеллюлозаның мембрана түзуші қасиетінің жоғары екенін көрсетті. Графен, мыс нанобөлшектері және полианилин енгізілген композициялық мембраналарда құрылымның тығыздалуы, беткі қабаттың беріктігінің артуы және макроскопиялық тұрақтылықтың жоғарылауы байқалды, бұл наномодификаторлардың наноцеллюлоза матрицасында тиімді таралғанын көрсетеді. Функционалды компоненттердің енгізілуі композит құрылымында қосымша физика-химиялық байланыстардың қалыптасуына ықпал етіп, материалдың құрылымдық ұйымдасуын күшейтеді. Антибактериялық зерттеулер нәтижесінде таза наноцеллюлоза мембраналарының биологиялық

белсенділік көрсетпейтіні анықталды, бұл nanoцеллюлозаның биологиялық тұрғыдан инертті табиғатымен сәйкес келеді. Ал графен, мыс нанобөлшектері және полианилин енгізілген композициялық мембраналар *Staphylococcus aureus* және *Escherichia coli* тест-дақылдарына қатысты бактерия колонияларының өсуін тежейтіні тәжірибе жүзінде дәлелденді. Gram-оң бактерияларға қатысты әсердің айқынырақ болуы олардың жасуша қабырғасының құрылымдық ерекшеліктерімен және қорғаныш қабатының болмауымен түсіндіріледі. Алынған нәтижелер nanoцеллюлоза матрицасы мен енгізілген наномодификаторлардың бірлескен синергетикалық әсері композициялық мембраналардың құрылымдық және функционалдық қасиеттерін жақсартатынын көрсетеді.

Осылайша, жоңышқа сабанынан алынған nanoцеллюлоза негізіндегі модификацияланған мембраналар антибактериялық қасиеттері бар перспективалы материалдар ретінде қарастырылуы мүмкін және оларды экологиялық қауіпсіз қаптама жүйелерінде, мембраналық технологияларда және биомедициналық жабындарда қолдану мүмкіндігі бар. Болашақ зерттеулерде материалдардың қасиеттерін жан-жақты бағалау үшін морфологиялық, механикалық және термиялық талдаулар жүргізу, сондай-ақ адсорбциялық және барьерлік сипаттамаларын анықтау бағытындағы зерттеулерді кеңейту орынды болып табылады.

#### References

- Balouiri M., Sadiki M., & Ibsouda S.K. (2016) Methods for in vitro evaluating antimicrobial activity: A review. *Journal of pharmaceutical analysis*, 6(2). — P. 71-79. <https://doi.org/10.1016/j.jpha.2015.11.005> (in Eng.)
- Dufresne A. (2019) Nanocellulose processing properties and potential applications. *Current Forestry Reports*, 5(2). — P. 76-89. <https://doi.org/10.1007/s40725-019-00088-1> (in Eng.)
- Gopakumar D.A., Arumughan V., Pasquini D., Leu S.Y.B., HPS A.K., & Thomas S. (2019) Nanocellulose-based membranes for water purification. In *Nanoscale materials in water purification*. — P. 59-85. Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813926-4.00004-5> (in Eng.)
- Klemm D., Cranston E.D., Fischer D., Gama M., Kedzior S.A., Kralisch D., Rauchfu F. (2018) Nanocellulose as a natural source for groundbreaking applications in materials science: Today's state. *Materials Today*, 21(7). — P. 720-748. <https://doi.org/10.1016/j.mattod.2018.02.001> (in Eng.)
- Kumari C., Jadoun S., & Jangid N.K. (2026) Recent advancements in polyaniline-based composites for biological applications: a review. *Materials Advances*. <https://doi.org/10.1039/D5MA01462J> (in Eng.)
- Li J., Cha R., Mou K., Zhao X., Long K., Luo H., & Jiang X. (2018) Nanocellulose-based antibacterial materials. *Advanced healthcare materials*, 7(20). — 1800334 p. <https://doi.org/10.1002/adhm.201800334> (in Eng.)
- Liu Y., Liu H., & Shen Z. (2021) Nanocellulose Based Filtration Membrane in Industrial Waste Water Treatment: A Review. *Materials*, 14(18). — 5398 p. <https://doi.org/10.3390/ma14185398> (in Eng.)
- Mautner A., Lee K., & Bismarck A. (2013) Nanocellulose membranes for water purification. Paper presented at 21th BEPS Annual Meeting, Warwick, United Kingdom. <http://www.beps.org/warwick.html#> (in Eng.)
- Mokhena T.C., Mochane M.J., Mtibe A., Sigonya S., Ntsendwana B., Masibi E.G., ... & Motsoeneng T.S. (2024) Recent advances on nanocellulose-graphene oxide composites: a review. *Cellulose*, 31(12). — P. 7207-7249. <https://doi.org/10.1007/s10570-024-06055-9> (in Eng.)
- Norrahim M.N.F., Nurazzi N.M., Jenol M.A., Farid M.A.A., Janudin N., Ujang F.A., Ilyas R.A. (2021) Emerging development of nanocellulose as an antimicrobial material: An overview. *Materials Advances*, 2(11). — P. 3538-3551. <https://doi.org/10.1039/D1MA00116G> (in Eng.)
- Padhi S., Singh A., & Routray W. (2023) Nanocellulose from agro-waste: a comprehensive review of

extraction methods and applications. *Reviews in Environmental Science and Bio/Technology*, 22(1). — P. 1-27. <https://doi.org/10.1007/s11157-023-09643-6> (in Eng.)

Pennells J., Godwin I. D., Amiralian N., & Martin D.J. (2020) Trends in the production of cellulose nanofibers from non-wood sources. *Cellulose*, 27(2). — P. 575-593. <https://doi.org/10.1007/s10570-019-02828-9> (in Eng.)

Reshmy R., Madhavan A., Sherin C.V., et al. (2015) Extraction and characterization of cellulose nanofibers from agro-industrial residues. *Industrial Crops and Products*, 72. — P. 46-54. (in Eng.)

Rouf T B., & Kokini J.L. (2016) Biodegradable biopolymer–graphene nanocomposites. *Journal of Materials Science*, 51(22). — P. 9915-9945. <https://doi.org/10.1007/s10853-016-0238-4> (in Eng.)

Ruan H., Aulova A., Ghai V., Pandit S., Lovmar M., Mijakovic I., & Kadar R. (2023) Polysaccharide-based antibacterial coating technologies. *Acta Biomaterialia*, 168. — P. 42-77. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2023.07.023> (in Eng.)

Trache D., Hussin M.H., Haafiz M.M., & Thakur V.K. (2017) Recent progress in cellulose nanocrystals: sources and production. *Nanoscale*, 9(5). — P. 1763-1786. <https://doi.org/10.1039/C6NR09494E> (in Eng.)

Yanuhar U., Suryanto H., Amin M., Maulana J., Lal M.T.M., & Caesar N.R. (2024) The impact of copper oxide nanoparticles reinforced nanocellulose acetate membrane on antibacterial and dye removal Potency. *Results in Engineering*, 23. — 102788 p. <https://doi.org/10.1016/j.rineng.2024.102788> (in Eng.)

Yuan Q., Bian J., & Ma M.G. (2021) Advances in biomedical application of nanocellulose-based materials: a review. *Current Medicinal Chemistry*, 28(40). — P. 8275-8295. <https://doi.org/10.2174/0929867328666201130124501> (in Eng.)

Wang F., Drzal L.T., Qin Y., & Huang Z. (2015) Multifunctional graphene nanoplatelets/cellulose nanocrystals composite paper. *Composites Part B: Engineering*, 79. — P. 521-529. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2015.04.031> (in Eng.)

Zhang X., Liu X., Zheng W., & Zhu J. (2012) Regenerated cellulose/graphene nanocomposite films prepared in DMAC/LiCl solution. *Carbohydrate Polymers*, 88(1). — P. 26-30. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.11.054> (in Eng.)

© **Demets O.V., Rakhimberlinova Zh.B., Zgardan V.V.\* , Serykh N.V.,  
Dyussekeyeva A.T., 2026.**

Karaganda Technical University named after Abylkas Saginov,  
Karaganda, Kazakhstan.  
E-mail: vik.zga1551@mail.ru

### QUALITATIVE AND QUANTITATIVE ANALYSIS OF AMINO ACIDS IN KYRGYZ BIRCH BARK EXTRACT

**Demets Olga** — senior lecturer, Karaganda Technical University named after Abylkas Saginov, Karaganda, Kazakhstan,

E-mail: sweetc7@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0002-9440-4668>;

**Rakhimberlinova Zhanara** — candidate of chemical sciences, Karaganda Technical University named after Abylkas Saginov, Karaganda, Kazakhstan,

E-mail: kargtu\_tss@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0002-3326-0998>;

**Zgardan Viktor** — masters student, Karaganda Technical University named after Abylkas Saginov, Karaganda, Kazakhstan,

E-mail: vik.zga1551@mail.ru, <http://orcid.org/0009-0009-4650-7273>;

**Serykh Natalia** — senior lecturer, Karaganda Technical University named after Abylkas Saginov, Karaganda, Kazakhstan,

E-mail: benata2005@yandex.kz, <http://orcid.org/0000-0002-1083-0054>;

**Dyussekeyeva Almagul** — candidate of chemical sciences, Karaganda Technical University named after Abylkas Saginov, Karaganda, Kazakhstan,

E-mail: dyusekeeva\_at@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0002-2187-2540>.

**Abstract.** In this article, the authors for the first time attempted to study the amino acid profile of an endemic previously unexplored Kyrgyz birch plant. This article presents practical and theoretical material on methods of analysis and isolation of amino acids from plant raw materials of Kyrgyz birch. Extraction of plant raw materials of Kyrgyz birch was carried out. Water–base extraction was used to fully extract amino acids. The isolated extract was treated with a ninhydrin mixture for subsequent UV spectroscopy analysis using an Emclab EMC – 61 – PC – UV analyzer. The state standard sample of methionine was used as standard samples for the determination of amino acids in the extract. Thin-layer chromatography methods and qualitative analytical reactions with ninhydrin were also used to identify methionine. According to UV spectroscopy data, the maximum absorption of the analyzed substance is observed at a wavelength of 241 nm. The graphs of the absorption spectra show that in

addition to methionine, other amino acids are present in the extract. Their identification is planned in the future. The data obtained significantly complement the available information on the phytochemical profile of the Kyrgyz birch (*Betula kirghisorum*), contribute to a deeper understanding of the biochemical features of endemic birch species and emphasize the importance of further comprehensive research to develop conservation strategies, as well as the potential sustainable use of this rare plant in phytotherapy and biotechnology. This method was used to determine the presence of methionine in the plant raw materials of the Kyrgyz birch. Thus, the authors of this article established for the first time that the presence of methionine in the plant raw materials of the Kyrgyz birch was determined for the first time.

**Keywords:** amino acids, amino acid analysis, methionine, Kyrgyz birch, Thin-layer chromatography, UV spectrophotometry

*For citations: Demets O.V., Rakhimberlinova Zh.B., Zgardan V.V., Serykh N.V., Dyussekeyeva A.T. Qualitative and quantitative analysis of amino acids in kyrgyz birch bark extract. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.1. — P. 55–69. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.340>*

© Демец О.В., Рахимберлинова Ж.Б., Згардан В.В.\*, Серых Н.В.,  
Дюсекеева А.Т., 2026.

Әбілқас Сағынов атындағы Қарағанды техникалық университеті,  
Қарағанды, Қазақстан.  
E-mail: vik.zga1551@mail.ru

## ҚЫРҒЫЗ ҚАЙЫҢ ҚАБЫҒЫНЫҢ СЫҒЫНДЫСЫНДАҒЫ АМИНҚЫШҚЫЛДАРЫНЫҢ САПАЛЫҚ ЖӘНЕ САНДЫҚ ҚҰРАМЫН ТАЛДАУ

**Демец Ольга** — аға оқытушысы, Әбілқас Сағынов атындағы Қарағанды техникалық университеті, Қарағанды, Қазақстан,

E-mail: sweets7@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0002-9440-4668>;

**Рахимберлинова Жанара** — химия ғылымдарының кандидаты, Әбілқас Сағынов атындағы Қарағанды техникалық университеті, Қарағанды, Қазақстан,

E-mail: kargtu\_tss@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0002-3326-0998>;

**Згардан Виктор** — магистрант, Әбілқас Сағынов атындағы Қарағанды техникалық университеті, Қарағанды, Қазақстан,

E-mail: vik.zga1551@mail.ru, <http://orcid.org/0009-0009-4650-7273>;

**Серых Наталья** — аға оқытушысы, Әбілқас Сағынов атындағы Қарағанды техникалық университеті, Қарағанды, Қазақстан,

E-mail: benata2005@yandex.kz, <http://orcid.org/0000-0002-1083-0054>;

**Дюсекеева Алмагуль** — химия ғылымдарының кандидаты, Әбілқас Сағынов атындағы Қарағанды техникалық университеті, Қарағанды, Қазақстан,

E-mail: dyusekeeva\_at@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0002-2187-2540>.

**Аннотация.** Бұл мақалада авторлар алғаш рет бұрын зерттелмеген эндемикалық қырғыз қайың өсімдігінің аминқышқылдарының профилін

зерттеуге тырысты. Бұл мақалада қырғыз қайыңының Өсімдік шикізатынан аминқышқылдарын талдау және оқшаулау әдістері бойынша практикалық және теориялық материалдар келтірілген. Қырғыз қайыңының өсімдік шикізатын алу жүргізілді. Аминқышқылдарын толық алу үшін сулы-сілтілі экстракция қолданылды. Бөлінген сығынды emclab EMC – 61 – PC – UV анализаторында ультракүлгін спектроскопия әдісімен кейінгі талдау үшін нингидрин қоспасымен өңделді. Сығындыдағы аминқышқылдарын анықтау үшін стандартты үлгілер ретінде метиониннің мемлекеттік стандартты үлгісі қолданылды. Метионинді анықтау үшін жұқа қабатты хроматография әдістері, нингидринмен сапалы аналитикалық реакциялар да қолданылды. Ультрафиолет спектроскопиясының мәліметтері бойынша 241нм толқын ұзындығының мәні талданатын заттың максималды сіңуі байқалды. Сіңіру спектрлерінің графиктерінен метиониннен басқа сығындыда басқа аминқышқылдары бар екендігі көрінеді. Оларды сәйкестендіруді одан әрі жүргізу жоспарлануда. Алынған мәліметтер қырғыз қайыңының (*Betula kirghisorum*) фитохимиялық профилі туралы қолда бар мәліметтерді едәуір толықтырады, қайыңның эндемикалық түрлерінің биохимиялық ерекшеліктерін тереңірек түсінуге ықпал етеді және сақтау стратегияларын әзірлеу үшін әрі қарай кешенді зерттеулердің маңыздылығын, сондай-ақ осы сирек кездесетін өсімдікті фитотерапия мен биотехнологияда тұрақты пайдаланудың маңыздылығын көрсетеді. Бұл әдіс қырғыз қайыңының өсімдік шикізатында метиониннің болуын анықтады. Осылайша, осы мақаланың авторлары қырғыз қайыңының өсімдік материалдарында метиониннің болуы алғаш рет анықталғанын бірінші рет анықтады.

**Түйін сөздер:** аминқышқылдары, аминқышқылдарын талдау, метионин, қырғыз қайыңы, жұқа қабатты хроматография, УК-спектрофотометрия

© Демец О.В., Рахимберлинова Ж.Б., Згардан В.В.\*, Серых Н.В.,  
Дюсекеева А.Т., 2026.

Карагандинский технический университет имени Абылкаса Сагинова,  
Караганда, Казахстан.  
E-mail: vik.zga1551@mail.ru

## КАЧЕСТВЕННЫЙ И КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ АМИНОКИСЛОТ В ЭКСТРАКТЕ КОРЫ БЕРЕЗЫ КИРГИЗСКОЙ

**Демец Ольга** — старший преподаватель, Карагандинский технический университет имени Абылкаса Сагинова, Караганда, Казахстан,

E-mail: sweetc7@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0002-9440-4668>;

**Рахимберлинова Жанара** — кандидат химических наук, Карагандинский технический университет имени Абылкаса Сагинова, Караганда, Казахстан,

E-mail: kargtu\_tss@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0002-3326-0998>;

**Згардан Виктор** — магистрант, Карагандинский технический университет имени Абылкаса Сагинова, Караганда, Казахстан,

E-mail: vik.zga1551@mail.ru, <http://orcid.org/0009-0009-4650-7273>;

**Серых Наталья** — старший преподаватель, Карагандинский технический университет имени Абылкаса Сагинова, Караганда, Казахстан,

E-mail: benata2005@yandex.kz, <http://orcid.org/0000-0002-1083-0054>;

**Дюсекеева Алмагуль** — кандидат химических наук, Карагандинский технический университет имени Абылкаса Сагинова, Караганда, Казахстан,

E-mail: dyusekeeva\_at@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0002-2187-2540>.

**Аннотация.** В настоящей работе предпринята попытка комплексного изучения аминокислотного состава эндемичного и ранее недостаточно исследованного растения — берёзы киргизской (*Betula kirghisorum*). В статье представлен теоретический и практический материал, посвящённый методам выделения и анализа аминокислот из растительного сырья данного вида. В ходе исследования была проведена экстракция коры берёзы киргизской с использованием водно-щелочной среды, обеспечивающей более полное извлечение аминокислотных соединений. Полученный экстракт подвергался обработке нингидриновой смесью с последующим спектрофотометрическим анализом в ультрафиолетовой области на приборе Emclab EMC-61-PC-UV. В качестве стандартного образца при количественном определении аминокислот использовался государственный стандартный образец метионина. Для подтверждения присутствия метионина дополнительно применялись методы тонкослойной хроматографии, а также качественные аналитические реакции с использованием нингидрина. Результаты УФ-спектроскопического анализа показали, что при длине волны 241 нм наблюдается максимум поглощения исследуемого вещества, характерный для метионина. Анализ спектров поглощения также свидетельствует о присутствии в экстракте других аминокислот, однако их точная идентификация требует дальнейших исследований с применением более высокоточных методов. Полученные результаты существенно расширяют представления о фитохимическом составе берёзы киргизской и способствуют более глубокому пониманию биохимических особенностей данного эндемичного вида. Установлено, что в растительном сырье *Betula kirghisorum* впервые выявлено наличие метионина, что представляет научную новизну исследования. Практическая значимость работы заключается в возможности использования полученных данных при дальнейшем изучении биологически активных веществ, разработке фитопрепаратов, а также в биотехнологических и фармакологических исследованиях. Результаты также подчёркивают необходимость проведения комплексных исследований для оценки потенциала устойчивого использования данного редкого вида в медицине и смежных областях.

**Ключевые слова:** аминокислоты, аминокислотный анализ, метионин, берёза киргизская, тонкослойная хроматография, УФ-спектрофотометрия

**Введение.** Уязвимость и высокая степень риска исчезновения определённых видов растений делают их объектами пристального изучения в сферах экологии, химии и фармакологии. С одной стороны, такие виды играют ключевую роль в поддержании и регулировании природного равновесия, обеспечивая экологическую стабильность и разнообразие экосистем. С другой — они представляют собой потенциальный источник уникальных биологически

активных веществ, обладающих возможностями для применения в медицине, фармацевтике, биотехнологии и химии. Особенно важным представляется углублённое изучение видов, включённых в Красную книгу, так как химический состав их биомассы зачастую остаётся недостаточно исследованным. Понимание специфики этих соединений способно не только пролить свет на механизмы адаптации и выживания редких растений, но и служить основой для разработки эффективных стратегий охраны исчезающих видов.

Одним из таких биологически и экологически ценных растений является берёза киргизская (*Betula kirghisorum*), представляющая собой редкий эндемик флоры Казахстана и охраняемый вид в рамках природоохранного законодательства. Данное растение произрастает на территории Каркаралинского государственного национального природного парка и Наурузумского государственного природного заповедника. Данный вид березы представляют собой не только биологическую редкость, но и значительный интерес с точки зрения науки. Несмотря на высокую степень значимости данного вида, данные о химическом составе его коры, остаются еще не изученными.

Учитывая запрет промышленного использования и сбора данного вида в связи с его охранным статусом, научные интересы по отношению к *Betula kirghisorum* имеют преимущественно фундаментальный характер. Несмотря на это, исследование аминокислотного состава представляет собой важнейший шаг в углублении понимания биологической активности данного вида.

Литературный обзор. Род *Betula* (берёза) включает более 60 видов и широко известен благодаря богатому фитохимическому составу, включающему тритерпеноиды (бетулин, бетулоновая кислота, лупеол), фенольные соединения и другие биоактивные вещества (Rastogi et al., 2015). Соединения, обладающие противовоспалительными, противовирусными и противоопухолевыми свойствами, получили широкое признание и традиционное применение как в народной, так и в официальной медицине, что подтверждается многочисленными исследованиями (Flekhter et al., 2005). Одним из ключевых ресурсов для получения таких биологически активных веществ является кора берёзы, являющаяся основным источником бетулина — тритерпенового спитра, чьи фармакологические свойства привлекают значительное внимание исследователей. В процессе извлечения бетулина применяется широкий спектр технологий, среди которых выделяются ультразвуковая обработка и щелочная экстракция, позволяющие значительно повысить эффективность и выход целевого соединения (Demets et al., 2022; Kuznetsova et al., 2013; Kogay, 2008). Для структурного анализа и идентификации тритерпенов, содержащихся в различных представителях семейства *Betulaceae*, успешно применяются спектроскопические методы анализа, включая инфракрасную спектроскопию и газовую хроматографию с масс-спектрометрией (GC-MS), что позволяет проводить надёжное разделение видов по их химическому профилю (Cîntă-Pînzaru et al., 2012).

В научной литературе наблюдается значительный пробел в исследованиях в области аминокислот, содержащихся в коре берёзы, несмотря на их

важнейшую биологическую роль. Аминокислоты не только являются основными компонентами белковой структуры, но и играют важную функцию в метаболических процессах растений, таких как адаптация к стрессовым факторам окружающей среды, регуляция неэнергетических путей метаболизма и синтез вторичных метаболитов, обладающих защитными и регуляторными свойствами (Jones et al., 2002). Анализ аминокислотного состава коры таких видов, как *Betula pendula* и *Betula pubescens*, демонстрирует вариативность их профиля, который обусловлен как биологическими характеристиками конкретного вида, так и условиями произрастания, включая климатические и почвенно-химические параметры (Ligostaeva et al., 2015). Серосодержащие аминокислоты, в частности метионин, играют ключевую роль в ряде биохимических процессов, таких как метилирование, синтез глутатиона и проявление антиоксидантных свойств (Shcherbatykh и Chernovuyants 2021 и Shelkovnikov et al. 2019). Метионин, обладая высокой биологической активностью, оказывает значительное влияние на фармакологические эффекты растительных экстрактов, способствуя их иммуномодулирующей и гепатопротекторной активности (Roach andamp; Harmony, 1987).

Береза киргизская *Betula kirghisorum* до настоящего времени изучалась преимущественно с точки зрения содержания тритерпенов (Demets et al., 2022), тогда как детальный анализ свободных аминокислот в коре данного вида практически отсутствует. Для выявления аминокислотного состава растительных материалов традиционно используют тонкослойную хроматографию (ТСХ) с применением нингидрина в качестве реактива, позволяющего реализовать качественный скрининг (Ting Qiu et al., 2010; Zhang et al., 2022). Дополнительно, для количественной оценки концентраций аминокислот применяются спектрофотометрические и хроматографические методы, обладающие высокой чувствительностью и точностью (Simek, 2008). Эти методики доказали свою эффективность при исследовании различных растительных экстрактов, включая нативные вещества, содержащие серосодержащие аминокислоты (Dragićević et al., 2022).

В то время как изучение рода *Betula* достигло значительных успехов в профильных направлениях, существует очевидный пробел в полномасштабном профилировании свободных аминокислот, особенно в коре эндемичных видов. Целенаправленное исследование аминокислотного состава *Betula kirghisorum* с использованием комплексного аналитического подхода, объединяющего ТСХ, качественную реакцию с нингидрином и УФ-спектрофотометрический анализ, направлено на восполнение этого научного дефицита.

**Материалы и методы.** Объектом настоящей работы служил экстракт бересты березы киргизской *Betula kirghisorum*. Сбор растительного сырья проводился в условиях естественного произрастания в пределах Каркаралинского природного парка, что обеспечивало получение аутентичного материала с сохранением природного химического профиля. В качестве способа выделения биологически активных компонентов был выбран метод водно-щелочной экстракции, который

позволяет эффективно извлекать широкий спектр аминокислот, сохраняя при этом их структуру и функциональные свойства.

Для комплексного анализа химического состава использовалась совокупность методик, включающая как качественный, так и количественный анализ:

#### 1. Экстракция

В качестве экстрагента выступал водно-щелочной раствор. Его выбор был обусловлен высокой растворяющей способностью для аминокислот.

#### 2. Тонкослойная хроматография (ТСХ)

Предварительный аминокислотный профиль экстракта определялся методом ТСХ. Разделение компонентов осуществлялось с использованием специально подобранной смеси органических растворителей в качестве элюента, обеспечивающей эффективное расслоение и разделение аминокислот. По завершении хроматографического разделения на пластинах проводилось проявление с помощью 0,2%-ного раствора нингидрина, что позволяло обнаружить окрашенные пятна, свидетельствующие о присутствии аминокислот, а также произвести визуальную оценку их спектра и относительного содержания в экстракте.

#### 3. Нингидриновая реакция

Качественное определение аминокислот в экстракте проводилось с использованием классической нингидриновой реакции. При нагревании образца с 0,2%-ным раствором нингидрина происходило образование окрашенного комплекса (пурпура Руэмана), интенсивность которого прямо коррелирует с концентрацией  $\alpha$ -аминокислот. Оценка результатов проводилась визуально и спектрофотометрически.

#### 4. Ультрафиолетовая спектрофотометрия

Для количественного определения содержания аминокислот, в частности метионина, был использован метод УФ-спектрофотометрии. Измерения проводились на анализаторе Emclab EMC – 61 – PC – UV при длине волны 241 нм.

Были подготовлены стандартные растворы метионина с концентрациями 0,05%, 0,1%, 0,15%, 0,2%, 1% и 2%, на основе которых построен калибровочный график зависимости оптической плотности от концентрации. Эти данные использовали для оценки содержания метионина в исследуемом экстракте методом экстраполяции.

### Описание эксперимента

1.1 Внешнюю часть коры березы (бересту) измельчали до частиц размером 5 – 8 мм, сушили при 70 °С до постоянного веса.

Экстракцию вели в колбе на 250 мл. В колбу поместили 2 грамма мелко измельченной бересты березы киргизской, затем прилили 100 мл 0,1% раствора гидроксида натрия (водно-щелочная экстракция). Реакционную смесь нагревали до 70 °С. Затем настаивали в течении 24 часа. Полученный экстракт отфильтровывали от остатков бересты на воронке Бюхнера. Целью данного этапа была извлечь аминокислоты из древесного материала.

1.2 Была проведена качественная реакция с нингидрином с полученным экстрактом подтверждающая наличие аминокислот.

1.3 Далее методом тонкослойной хроматографии провели разделение и визуализацию отдельных аминокислотных компонентов, что дало нам качественное представление о составе.

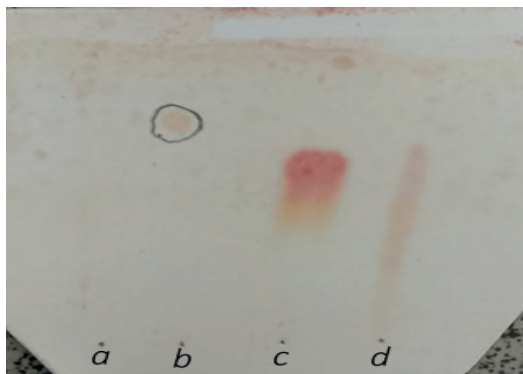
1.4 Для построения калибровочного графика и идентификации целевого компонента целевого компонента использовали государственный стандартный образец (ГСО) метионина. Для приготовления серии стандартных растворов навеску метионина растворили в 0,1% растворе гидроксида натрия для обеспечения полной солюбилизации аминокислоты. Были подготовлены рабочие растворы со следующими массовыми концентрациями: 0,05%, 0,1%, 0,15%, 0,2%, 1%, 2%. Анализ проводили на двухлучевом спектрофотометре Emclab EMC-61-PC-UV (Германия).

Параметры измерения: диапазон сканирования 200 – 400 нм, кюветы кварцевые с длиной оптического пути 10 мм. Раствор сравнения: 0,1% водно – щелочной раствор (NaOH) с раствором нингидрина (1:1).

**Результаты.** В эксперименте 1.2 по изучению экстракта бересты берёзы киргизской (*Betula kirghisorum*) в ходе эксперимента происходило изменение окраски раствора. Со временем интенсивность цвета изменялась от исходного коричневатожёлтого оттенка до пурпурного, что характерно для присутствия аминокислот, так как интенсивность цветовой реакции напрямую связана с концентрацией аминокислот в пробе. Хотя данный метод позволяет получить общее представление о составе по цвету, он ограничен точностью для количественного анализа.

Реакция с нингидрином дала более точное подтверждение наличия аминокислот в исследуемом экстракте. Наблюдаемые цветовые изменения помогли предположить, что в экстракте может быть метионин, серосодержащая незаменимая аминокислота, важная в ряде биохимических процессов.

В описании эксперимента 1.3 провели тонкослойную хроматографию. На хроматографических пластинах проявлялись спиртовой и водный экстракты, а также контрольные образцы метионина и тирозина. Разделение компонентов подтвердило наличие аминокислот в экстракте (рисунок 1). В качестве элюента использовался раствор бутанол - уксусная кислота – вода в соотношении 4:1:1.



a – спиртовой экстракт; b – водный экстракт; c – образец метионина; d – образец тирозина

Рисунок 1 — Тонкослойная хроматография

В описании эксперимента 1.4 для выявления наличия метионина был проведён анализ на спектрофотометре. Были приготовлены стандартные растворы метионина с концентрацией 0,05%, 0,1%, 0,15%, 0,2%, 1% и 2%, для которых измеряли оптическую плотность при длине волны 241 нм. Результаты представлены в таблице 1.

Таблица 1 — Оптическая плотность раствора метионина

Концентрация метионина	Оптическая плотность метионина
0,05	0,3524
0,1	0,5594
0,15	1,3879
0,2	1,9391
1	3,5130
2	3,7045

Значение оптической плотности экстракта бересты *B. kirghisorum*, измеренное при той же длине волны, составило 3,5745. График, составленный на основе результатов калибровочных измерений, позволил провести количественный анализ концентрации метионина в исследуемом образце посредством метода экстраполяции (рисунок 2). Значение оптической плотности, размещенное в диапазоне между 1% и 2%, свидетельствует о том, что содержание метионина в анализируемом экстракте составляет примерно 1,2%.

Данное определение основано на интерпретации калибровочной кривой, которая была предварительно построена при помощи ряда стандартных растворов с известной концентрацией метионина.

В рамках данного исследования были выполнены дополнительные спектрофотометрические измерения, охватывающие широкий спектр длин волн в диапазоне от 190 до 1100 нанометров. Данный выбор диапазона позволил детально проанализировать особенности оптической активности исследуемых образцов. Наиболее значительные пики поглощения были зарегистрированы в узком интервале от 190 до 240 нанометров, что соответствует характерному спектральному диапазону, используемому для определения аминокислот.

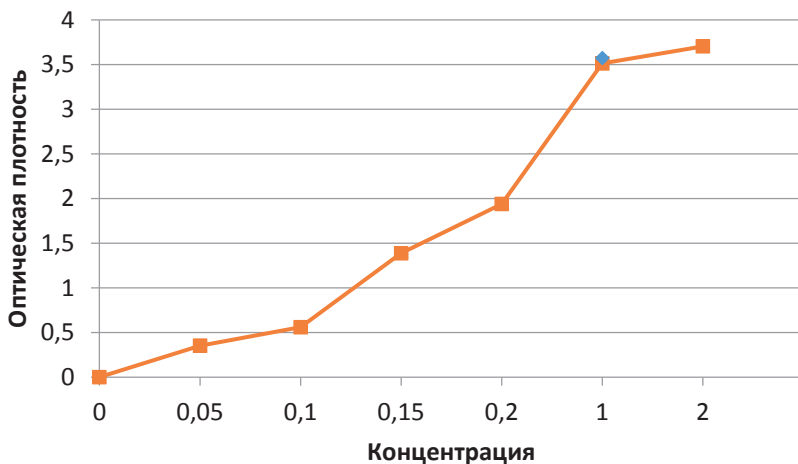


Рисунок 2 — График оптической плотности

Анализ полученных спектров выявил значимые совпадения в пиковых значениях между образцом экстракта бересты и растворами метионина, используемыми в качестве стандарта. Такие перекрытия спектральных пиков свидетельствуют о близком химическом составе и указывают на присутствие в экстракте компонентов, структурно и химически сходных с метионином. Следовательно, собранные спектрофотометрические данные подтверждают схожесть химических профилей исследуемого экстракта и эталонных аминокислотных растворов, что имеет важное значение для дальнейшего понимания химической природы и биохимической роли компонентов бересты.

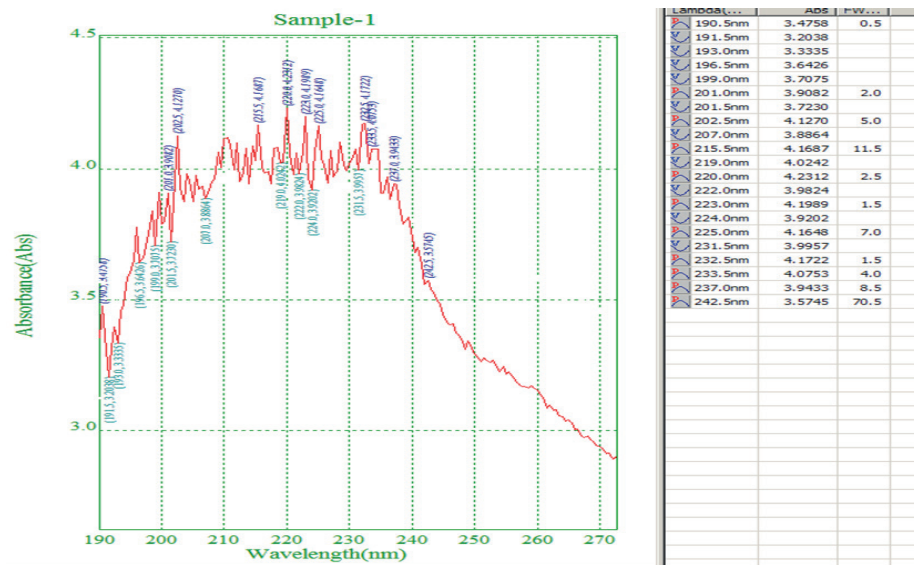


Рисунок 3 — Спектр поглощения экстракта

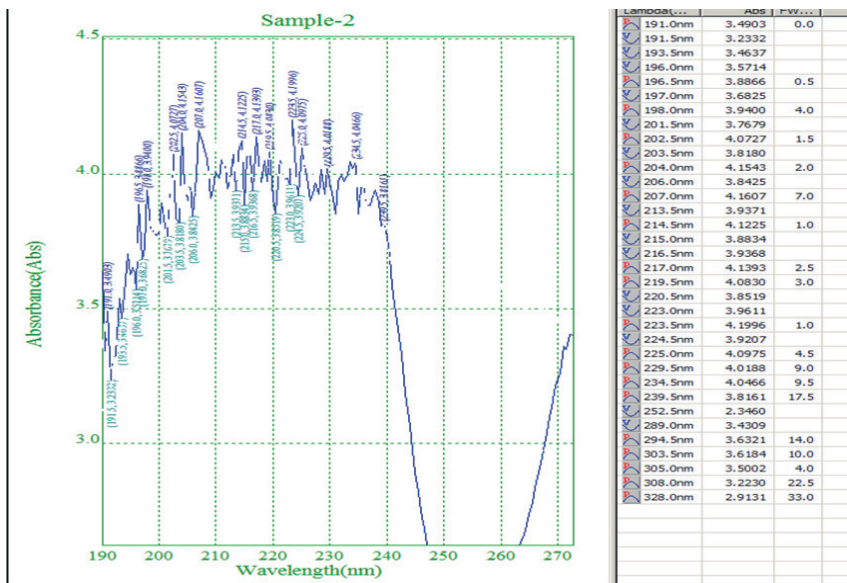


Рисунок 4 — Спектр поглощения метионин 1%

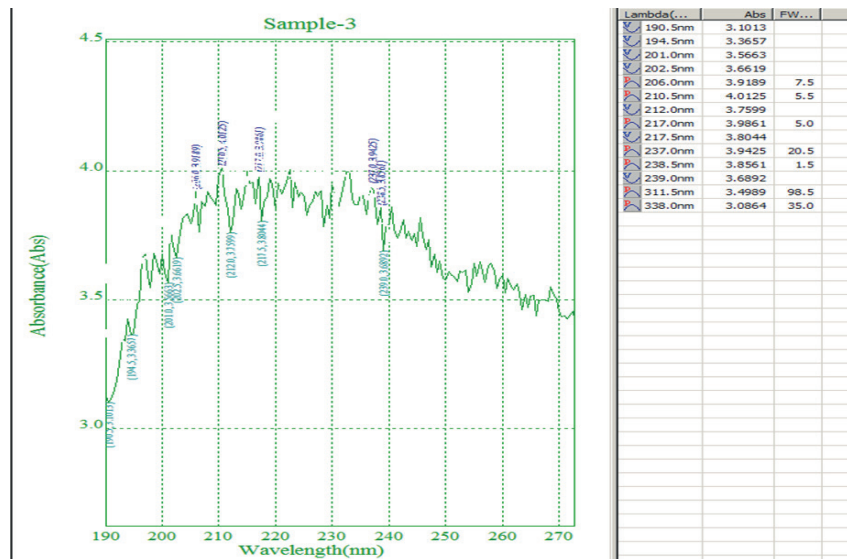


Рисунок 5 — Спектр поглощения метионин 2%

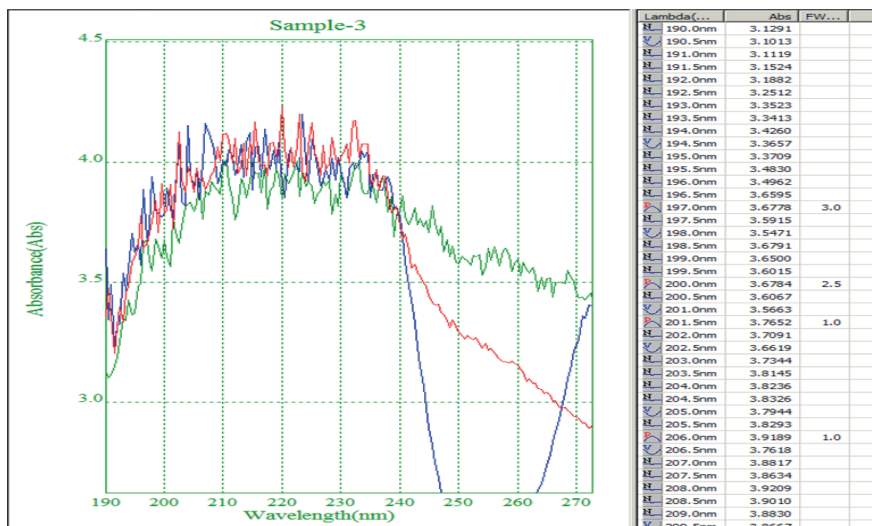


Рисунок 6 — Наложение трёх спектров друг на друга

Такие спектральные совпадения усиливают предположение о наличии аминокислот в экстракте и подтверждают, как качественную, так и количественную идентичность некоторых компонентов. Эти данные особенно ценны с точки зрения хемотаксономического анализа и позволяют говорить о специфических признаках данного эндемичного вида берёзы.

**Обсуждение.** Реакция с нингидрином привела к характерному пурпурному окрашиванию экстракта, что достоверно подтверждает присутствие свободных аминокислот в бересте *Betula kirghisorum*. Интенсивность окрашивания коррелирует с концентрацией аминокислот, однако метод ограничен в точном количественном анализе и требует дополнения инструментальными техниками (Ting Qiu et al., 2010).

Метод тонкослойной хроматографии позволил разделить компоненты спиртового и водного экстрактов и сравнить их с эталонными образцами метионина и тирозина. Наблюдаемые полосы со значениями RF, близкими к стандартным, указывают на наличие таких аминокислот, как метионин. Это жизненно важная аминокислота, содержащая серу и играющая роль в метилировании и производстве цистеина, глутатиона и S-аденозилметионина (Shcherbatykh and Chernov'yants, 2021; Shelkovnikov et al., 2019). Эти процессы обеспечивают экстрактам березы антиоксидантное, гепатопротекторное и иммуномодулирующее действие (Dragičević et al., 2022).

УФ-спектрофотометрия при 241 нм подтвердила присутствие метионина. Калибровочный график (таблица 1, рисунок 2) демонстрирует линейную зависимость оптической плотности от концентрации. Значение оптической плотности экстракта 3,5745 располагается между 1% (3,5130) и 2% (3,7045). По линейной интерполяции концентрация метионина составляет  $\approx 1,3\%$  [(3,5745 –

3,5130) / (3,7045 – 3,5130) × 1% + 1% ≈ 1,32%, округлено до 1,3% с учётом погрешности ±0,1%). Это значение выше типичных для коры других видов *Betula* (Ligostaeva et al., 2015), что может быть связано с адаптацией эндемичного вида к горным условиям (Jones et al., 2002).

Спектры поглощения в диапазоне 190–240 нм демонстрируют перекрытие пиков экстракта и стандартов метионина, что указывает на сходство их химических профилей (рисунок 3-6) (Roach and Harmony, 1987). Подобные совпадения особенно полезны при классификации химического состава эндемичных видов берёзы (Rastogi et al., 2015).

Полученные данные в целом согласуются с литературой: кора представителей рода *Betula* богата биоактивными соединениями, в том числе аминокислотами (Demets et al., 2022; Flekhter et al., 2005). При этом систематические исследования аминокислотного состава *Betula kirghisorum* ранее не проводились, поэтому представленные результаты можно считать новыми и значимыми для фитохимии и биохимии.

Комплексное использование методов (реакция с нингидрином, ТСХ и УФ-спектрофотометрия) повысило достоверность выводов (Zhang et al., 2022; Simek, 2008). Вместе с тем для более точной идентификации отдельных аминокислот целесообразно применять высокоэффективную жидкостную хроматографию (ВЭЖХ) и/или масс-спектрометрию.

В дальнейшем логично расширить исследование: определить полный аминокислотный профиль, оценить сезонные колебания и изучить биологическую активность. Это поможет более полно раскрыть фармакологический потенциал *Betula kirghisorum* и обосновать подходы к её сохранению и рациональному использованию (Rastogi et al., 2015; Dragičević et al., 2022).

**Заключение.** В работе выполнен комплексный аминокислотный анализ экстракта берёсты берёзы киргизской (*Betula kirghisorum*) эндемичного растения Республики Казахстан. По результатам исследования можно сделать следующие выводы:

1. Подтверждено присутствие аминокислот в экстракте, что указывает на его биологическую активность и потенциальную прикладную ценность.
2. Качественный анализ с применением тонкослойной хроматографии и нингидриновой реакции показал наличие свободных аминокислот.
3. Количественное определение метионина методом спектрофотометрии установило его содержание на уровне 1,2%, что подтверждено сопоставлением с стандартными растворами.
4. Сравнение спектров экстракта и стандартных растворов выявило близкие пиковые области, что дополнительно подтверждает наличие биологически значимых соединений в составе экстракта.

Перспективы дальнейших исследований

Для более детальной характеристики аминокислотного профиля берёсты *Betula kirghisorum* рекомендуется использовать более селективные методы анализа, включая ВЭЖХ и масс-спектрометрию. Дальнейшие работы могут

быть направлены на изучение фармакологических свойств экстракта, в том числе возможного антиоксидантного, противовоспалительного и регенерирующего действия.

### Практическое применение

Проведённое исследование можно рассматривать как важный шаг в изучении химического состава редких видов растений.

### References

Cîntă-Pînzaru S., Dehelean C.A., Soica C., Culea M., and Borcan F. (2012) Evaluation and differentiation of the Betulaceae birch bark species and their bioactive triterpene content using analytical FT-vibrational spectroscopy and GC-MS. *Chemistry Central Journal*, 6, Article 67. <https://doi.org/10.1186/1752-153X-6-67> (in Eng.)

Dragičević A., Kitić D., and Pavlović D. (2022) Biological activity of the birch leaf and bark. *Lekovite Sirovine*, 42(1). — P. 89–95. <https://doi.org/10.5937/leksir2242089d> (in Eng.)

Demets O.V., Takibayeva A.T., Kassenov R.Z., and Aliyeva M.R. (2022) Methods of betulin extraction from birch bark. *Molecules*, 27(11), Article 3621. <https://doi.org/10.3390/molecules27113621> (in Eng.)

Flekhter O.B., Medvedeva N.I., Karachurina L.T., Baltina L.A., Galin F.Z., Zarudii F.S., and Tolstikov G.A. (2005) Synthesis and pharmacological activity of betulin, betulinic acid, and allobetulin esters. *Pharmaceutical Chemistry Journal*, 39(8). — P. 401–404. <https://doi.org/10.1007/s11094-005-0167-z> (in Eng.)

Jones D.L., Owen A.G., and Farrar J.F. (2002) Simple method to enable the high resolution determination of total free amino acids in soil solutions and soil extracts. *Soil Biology and Biochemistry*, 34(12). — P. 1893–1902. [https://doi.org/10.1016/S0038-0717\(02\)00203-1](https://doi.org/10.1016/S0038-0717(02)00203-1) (in Eng.)

Kuznetsova S.A., Skvortsova G.P., Malya, Yu.N., Skurydin, E.S., and Veselov, O.F. (2013) Vydelenie betulina iz beresty berezy i izuchenie ego fiziko-khimicheskikh i farmakologicheskikh svoystv [Isolation of betulin from birch bark and study of its physicochemical and pharmacological properties]. *Khimiya Rastitel'nogo Syr'ya*, (2). — P. 93–100. (In Russian)

Kogay T.I. (2008) Sintez slozhnykh efirov betulina [Synthesis of betulin complex esters]. *Zhurnal Sibirskogo Federal'nogo Universiteta. Khimiya*, 1(2). — P. 200–205. (In Russian)

Ligostaeva Yu.V., Khanina M.A., and Rodin A.P. (2015) Aminokisloty beresty *Betula pendula* i *Betula pubescens* [Amino acids of birch bark *Betula pendula* and *Betula pubescens*]. *Journal of Siberian Medical Sciences*, (1), 44. (In Russian)

Roach M.C., and Harmony M.D. (1987) Determination of amino acids at subfemtomole levels by high-performance liquid chromatography with laser-induced fluorescence detection. *Analytical Chemistry*, 59(3). — P. 411–415. <https://doi.org/10.1021/ac00130a007> (in Eng.)

Rastogi S., Pandey M.M., and Rawat A.K.S. (2015) Medicinal plants of the genus *Betula*—Traditional uses and a phytochemical-pharmacological review. *Journal of Ethnopharmacology*, 159. — P. 62–83. <https://doi.org/10.1016/j.jep.2014.11.010> (in Eng.)

Simek P. (2008) Advances in amino acid analysis. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 392(5). — P. 803–804. <https://doi.org/10.1007/s00216-008-2421-1> (in Eng.)

Shelkovnikov V.V., Altyev A.M., and Vinogradov M.E. (2019) Opredelenie metionina v lekarstvennykh preparatakh metodom inverсноy vol'tamperometrii [Determination of methionine in medicinal preparations by inverse voltammetry]. *Zhurnal Analiticheskoy Khimii*, 74(12). — P. 934–940. <https://doi.org/10.1134/S0044450219120119> (In Russian)

Shcherbatykh A.A., and Chernov'yants M.S. (2021) Issledovanie antitiroidnykh i antioksidantnykh svoystv tsisteina, glutationa i metionina metodami spektrofotometrii i vysokoefektivnoy zhidkostnoy khromatografii [Study of antithyroid and antioxidant properties of cysteine, glutathione and methionine by spectrophotometry and high-performance liquid chromatography methods]. *Zhurnal Analiticheskoy Khimii*, 76(4). — P. 313–323. <https://doi.org/10.31857/S0044450221040125> (In Russian)

Ting Qiu, Haixing Li, and Yusheng Cao (2010) Pre-staining thin layer chromatography method for

amino acid detection. *African Journal of Biotechnology*, 9(50). — P. 8679–8681. <https://doi.org/10.5897/AJB10.817> (in Eng.)

Zhang M., Li Y., and Wang Z. (2022) Review of thin-layer chromatography tandem with surface-enhanced Raman spectroscopy for detection of analytes in mixture samples. *Biosensors*, 12(11), Article 937. <https://doi.org/10.3390/bios12110937>. (in Eng.)

© **Jumekeyeva A.I.**<sup>1</sup>, **Talgatov E.T.**<sup>1</sup>, **Auyezkhanova A.S.**<sup>1</sup>, **Kenzheyeva A.M.**<sup>1,2\*</sup>,  
**Naizabayev A.A.**<sup>1,3</sup>, 2026.

<sup>1</sup> «D.V. Sokolsky Institute of fuel, catalysis and electrochemistry» JSC,  
Almaty, Kazakhstan;

<sup>2</sup> Abai Kazakh National Pedagogical University NJSC, Almaty, Kazakhstan;

<sup>3</sup> «Kazakhstan-British Technical University», Almaty, Kazakhstan.

E-mail: a.kenzheeva@ifce.kz

## COMPLEX FORMATION OF PALLADIUM (II) IONS WITH ORGANIC POLYMERS OF VARIOUS NATURE

**Jumekeyeva Aigul** — Candidate of Chemical Sciences. Senior researcher of the laboratory of Organic catalysis. «D.V. Sokolsky Institute of Fuel, Catalysis and Electrochemistry» JSC, Almaty, Kazakhstan, E-mail: jumekeeva@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8084-6070>;

**Talgatov Eldar** — PhD, associated professor. Head of the laboratory of Organic catalysis. «D.V. Sokolsky Institute of fuel, catalysis and electrochemistry» JSC, Almaty, Kazakhstan, E-mail: e.talgatov@ifce.kz, <https://orcid.org/0000-0001-8153-4765>;

**Auyezkhanova Assemgul** — Candidate of Chemical Sciences, associated professor. Chief researcher of the laboratory of Organic catalysis. «D.V. Sokolsky Institute of Fuel, Catalysis and Electrochemistry» JSC, Almaty, Kazakhstan, E-mail: a.assemgul@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-8999-2864>;

**Kenzheyeva Alima** — PhD student Abai Kazakh National Pedagogical University NJSC. Leading engineer of the laboratory of Organic catalysis. «D.V. Sokolsky Institute of fuel, catalysis and electrochemistry» JSC, Almaty, Kazakhstan, E-mail: a.kenzheeva@ifce.kz, <http://orcid.org/0000-0002-4149-2617>;

**Naizabayev Akzhol** — PhD student Kazakhstan-British Technical University JSC. Junior researcher of the laboratory of Organic catalysis. «D.V. Sokolsky Institute of fuel, catalysis and electrochemistry» JSC, Almaty, Kazakhstan, E-mail: ak\_naizabayev@kbtu.kz, <https://orcid.org/0009-0001-5317-9070>.

**Abstract.** The study investigates the complex formation of palladium (II) ions with organic polymers of different nature-chitosan (Chit), poly-4-vinylpyridine (P4VP), and pectin (Pec), which differ in composition and in the type of functional donor groups. The relevance of the research is due to the need to develop efficient polymer-immobilized palladium catalytic systems characterized by high stability, dispersion of the active phase, selectivity, and the possibility of repeated use in technological processes. Complex formation was studied using spectrophotometric analysis and IR spectroscopy, which made it possible to determine the coordination parameters, the

nature of interactions, and the stability of the resulting polymer-metal complexes. It was established that the mechanism of interaction between Pd (II) ions and polymer matrices is determined by the nature of the functional groups of macromolecules, the degree of their protonation, and the environmental conditions. For the chitosan-Pd system, the formation of the most stable complexes was revealed due to outer-sphere ionic interaction of the anionic complex  $[PdCl_4]^{2-}$  with the protonated amino groups of the polymer. In the poly-4-vinylpyridine-Pd system, the interaction is predominantly coordinative and involves nitrogen atoms of pyridine fragments of the macromolecule. The pectin-Pd system is characterized by weaker coordination realized through oxygen-containing functional groups and ionic centers. It is shown that differences in the mechanisms of complex formation significantly affect the stability, morphology, and structure of the resulting complexes. The obtained results confirm the high efficiency of polymers with nitrogen-containing functional groups for palladium stabilization and demonstrate the prospects of their wide application in the development of polymer-immobilized catalytic systems, functional materials, and catalytic hydrogenation processes of organic compounds in modern chemical industry and scientific research.

**Keywords:** polymer–metal complex, palladium catalysts, complexation, complex stability, chitosan, pectin, poly(4-vinylpyridine)

**Financing.** *This research was funded by the Science Committee of the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan (Grant No. AP26199261).*

*For citations: Jumekeyeva A.I., Talgatov E.T., Auyezkhanova A.S., Kenzheyeva A.M., Naizabayev A.A. Complex formation of palladium (ii) ions with organic polymers of various nature. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.1. — P. 70–82. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.341>*

© Джумекеева А.И.<sup>1</sup>, Талғатов Э.Т.<sup>1</sup>, Ауезханова А.С.<sup>1</sup>, Кенжеева А.М.<sup>1,2\*</sup>,  
Найзабаев А.А.<sup>1,3</sup>, 2026.

<sup>1</sup> «Д.В. Сокольский атындағы жанармай, катализ және электрохимия институты» АҚ, Алматы, Қазақстан;

<sup>2</sup> «Абай атындағы Қазақ Ұлттық Педагогикалық Университеті» КЕАҚ,  
Алматы, Қазақстан;

<sup>3</sup> «Қазақстан-Британ техникалық университеті», Алматы, Қазақстан.  
E-mail: a.kenzheeva@ifce.kz

## ПАЛЛАДИЙ (II) ИОНДАРЫНЫҢ ТАБИҒАТЫ ӘРТҮРЛІ ОРГАНИКАЛЫҚ ПОЛИМЕРЛЕРМЕН КЕШЕН ТҮЗУІ

**Джумекеева Айгүль** — химия ғылымдарының кандидаты, Органикалық катализ зертханасының аға ғылыми қызметкері, «Д.В.Сокольский атындағы жанармай, катализ және электрохимия институты» АҚ, Алматы, Қазақстан,

E-mail: jumekeyeva@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8084-6070>;

**Талғатов Эльдар** — PhD доктор, қауым. профессор, Органикалық катализ зертханасының

жетекшісі, «Д.В.Сокольский атындағы жанармай, катализ және электрохимия институты» АҚ, Алматы, Қазақстан,

E-mail: e.talgatov@ifce.kz, <https://orcid.org/0000-0001-8153-4765>;

**Ауезханова Асемгуль** — химия ғылымдарының кандидаты, қауым. профессор, Органикалық катализ зертханасының бас ғылыми қызметкері, «Д.В.Сокольский атындағы жанармай, катализ және электрохимия институты» АҚ, Алматы, Қазақстан,

E-mail: a.assemgul@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-8999-2864>;

**Кенжеева Алима** — Абай атындағы Қазақ Ұлттық Педагогикалық Университетінің PhD докторанты, Органикалық катализ зертханасының жетекші инженері. «Д.В.Сокольский атындағы жанармай, катализ және электрохимия институты» АҚ, Алматы, Қазақстан,

E-mail: a.kenzheeva@ifce.kz, <http://orcid.org/0000-0002-4149-2617>;

**Найзабаев Ақжол** — Қазақстан-Британ техникалық университетінің PhD докторанты, Органикалық катализ зертханасының кіші ғылыми қызметкері, «Д.В.Сокольский атындағы жанармай, катализ және электрохимия институты» АҚ, Алматы, Қазақстан,

E-mail: ak\_naizabayev@kbtu.kz, <https://orcid.org/0009-0001-5317-9070>.

**Аннотация:** Жұмыста табиғаты әртүрлі органикалық полимерлер – хитозан (Хит), поли-4-винилпиридин (П4ВП) және пектинмен (Пек) палладий (II) иондарының кешен түзуі зерттелді, олар құрамы мен функционалдық донор топтарының типі бойынша ерекшеленеді. Зерттеудің өзектілігі жоғары тұрақтылықпен, белсенді фазаның дисперстілігімен, селективтілігімен және технологиялық үдерістерде бірнеше рет қолдану мүмкіндігімен сипатталатын тиімді полимер-иммобилизацияланған палладий катализдік жүйелерін әзірлеу қажеттілігімен байланысты. Кешен түзілу спектrophотометриялық талдау және ИҚ-спектроскопия әдістерін қолдану арқылы зерттелді, бұл координациялық параметрлерді, өзара әрекеттесу сипатын және түзілетін полимер-металл кешендерінің тұрақтылығын анықтауға мүмкіндік берді. Pd (II) иондарының полимерлік матрицалармен өзара әрекеттесу механизмі макромолекулалардың функционалдық топтарының табиғатына, олардың протондану дәрежесіне және орта жағдайларына тәуелді екені анықталды. Хитозан-Pd жүйесі үшін аниондық  $[PdCl_4]^{2-}$  кешенінің полимердің протонданған амин топтарымен сыртқы сфералық иондық өзара әрекеттесуі нәтижесінде ең тұрақты кешендердің түзілетіні анықталды. Поли-4-винилпиридин-Pd жүйесінде өзара әрекеттесу негізінен координациялық сипатта болып, макромолекуладағы пиридин сақиналарының азот атомдарының қатысуымен жүзеге асады. Пектин-Pd жүйесіне оттеkkұрамды функционалдық топтар мен иондық орталықтар арқылы жүзеге асатын әлсіздеу координация тән. Кешен түзілу механизмдеріндегі айырмашылықтардың алынатын кешендердің тұрақтылығына, морфологиясына және құрылымына елеулі әсер ететіні көрсетілді. Алынған нәтижелер азотқұрамды функционалдық топтары бар полимерлердің палладийді тұрақтандыруда жоғары тиімділігін дәлелдейді және олардың полимер-иммобилизацияланған катализдік жүйелерді, функционалдық материалдарды және органикалық қосылыстарды каталитикалық гидрлеу үдерістерін жасау кезінде химия өнеркәсібі мен ғылыми зерттеулерде кеңінен қолданылуының перспективтілігін көрсетеді.

**Түйін сөздер:** полимер-металдық кешен, палладий катализаторлары, кешен түзілуі, кешеннің тұрақтылығы, хитозан, пектин, поли-4-винилпиридин

©Джумекеева А.И. <sup>1</sup>, Талгатов Э.Т. <sup>1</sup>, Ауезханова А.С. <sup>1</sup>, Кенжеева А.М. <sup>1,2\*</sup>,  
Найзабаев А.А. <sup>1,3</sup>, 2026.

<sup>1</sup>АО «Институт топлива, катализа и электрохимии им. Д.В. Сокольского»,  
Алматы, Казахстан;

<sup>2</sup> «Казахский Национальный Педагогический Университет им. Абая»,  
Алматы, Казахстан;

<sup>3</sup>АО «Казахстанско-Британский технический университет», Алматы, Казахстан.  
E-mail: a.kenzheeva@ifce.kz

## КОМПЛЕКСООБРАЗОВАНИЕ ИОНОВ ПАЛЛАДИЯ (II) С ОРГАНИЧЕСКИМИ ПОЛИМЕРАМИ РАЗЛИЧНОЙ ПРИРОДЫ

**Джумекеева Айгуль** — кандидат химических наук, старший научный сотрудник лаборатории органического катализа, АО «Институт топлива, катализа и электрохимии им. Д.В. Сокольского», Алматы, Казахстан,

E-mail: jumekeeva@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8084-6070>;

**Талгатов Эльдар** — доктор PhD, ассоц. профессор, заведующий лабораторией органического катализа, АО «Институт топлива, катализа и электрохимии им. Д.В. Сокольского», Алматы, Казахстан,

E-mail: e.talगतov@ifce.kz, <https://orcid.org/0000-0001-8153-4765>;

**Ауезханова Асемгуль** — кандидат химических наук, главный научный сотрудник лаборатории органического катализа, АО «Институт топлива, катализа и электрохимии им. Д.В. Сокольского», Алматы, Казахстан,

E-mail: a.assemgul@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-8999-2864>;

**Кенжеева Алима** — докторант PhD Казахского Национального Педагогического Университета им. Абая; Ведущий инженер лаборатории органического катализа, АО «Институт топлива, катализа и электрохимии им. Д.В. Сокольского», Алматы, Казахстан,

E-mail: a.kenzheeva@ifce.kz, <http://orcid.org/0000-0002-4149-2617>;

**Найзабаев Акжол** — докторант PhD АО «Казахстанско-Британский технический университет», Младший научный сотрудник лаборатории органического катализа, АО «Институт топлива, катализа и электрохимии им. Д.В. Сокольского», Алматы, Казахстан,

E-mail: ak\_naizabayev@kbtu.kz, <https://orcid.org/0009-0001-5317-9070>.

**Аннотация:** В работе исследовано комплексообразование ионов палладия (II) с органическими полимерами различной природы – хитозаном (Хит), поли-4-винилпиридином (П4ВП) и пектином (Пек), отличающимися составом и типом функциональных донорных групп. Актуальность исследования обусловлена необходимостью разработки эффективных полимер-иммобилизованных палладиевых каталитических систем, характеризующихся высокой устойчивостью, дисперсностью активной фазы, селективностью и возможностью многократного использования в технологических процессах. Комплексообразование изучалось применением методов спектрофотометрического анализа и ИК-спектроскопии, что позволило определить координационные параметры, характер взаимодействия и устойчивость формирующихся полимер-металлических комплексов. Установлено, что механизм взаимодействия ионов Pd(II) с полимерными матрицами определяется природой функциональных групп макромолекул, степенью их протонирования и условиями среды. Для

системы «хитозан–Pd» выявлено образование наиболее устойчивых комплексов за счёт внешнесферного ионного взаимодействия анионного комплекса  $[\text{PdCl}_4]^{2-}$  с протонированными аминогруппами полимера. В системе «поли-4-винилпиридин–Pd» взаимодействие носит преимущественно координационный характер и осуществляется с участием атомов азота пиридиновых фрагментов макромолекулы. Для системы «пектин–Pd» характерна более слабая координация, реализующаяся за счёт кислородсодержащих функциональных групп и ионных центров. Показано, что различия в механизмах комплексообразования существенно влияют на устойчивость, морфологию и структуру получаемых комплексов. Полученные результаты подтверждают высокую эффективность полимеров с азотсодержащими функциональными группами для стабилизации палладия и свидетельствуют о перспективности их применения при создании полимер-иммобилизованных каталитических систем, функциональных материалов и процессов каталитического гидрирования органических соединений в современной химической промышленности и научных исследованиях.

**Ключевые слова:** полимер-металлический комплекс, палладиевые катализаторы, комплексообразование, устойчивость комплекса, хитозан, пектин, поли-4-винилпиридин

**Введение.** Палладий (Pd) представляет собой благородный переходный металл с высокой каталитической активностью в органическом синтезе, особенно в реакциях гидрирования, кросс-соединения (Suzuki, Heck, Sonogashira и др.), а также в селективных окислительных процессах (Biffis et al., 2001; Chen et al., 2013; Rayadurgam et al., 2021). Несмотря на широкое применение гомогенных Pd-катализаторов, их ограничения по стабильности, агрегации частиц и сложности разделения стимулируют разработку полимерно-иммобилизованных систем. Последние обеспечивают улучшенную распределенность активных центров, снижение агрегации Pd-частиц и лёгкость регенерации каталитической системы (Kawale et al., 2024).

Литературный обзор. Органические полимеры используются в качестве лигандов или носителей в Pd-катализаторах с целью обеспечения комплексообразования Pd-ионных центров с функциональными группами полимерной матрицы, а также для создания систем, на поверхности которых стабилизируются Pd-наночастицы через взаимодействие полимера с металлом (Kawale et al., 2024; Makeeva et al., 2024). Особое внимание уделяется биополимерам (например, хитозан, пектин) и функциональным синтетическим полимерам (например, поли(4-винилпиридин) – П4ВП), поскольку они обладают хелатообразующими группами (амин, пиридин), что улучшает координацию Pd и контроль наноструктуры активной фазы (Albano et al., 2023; Bukharbayeva et al., 2024; Jiao et al., 2025). Например, П4ВП - синтетический полимер с пиридиновыми группами, которые эффективно координируют  $\text{Pd}^{2+}$  и стабилизируют Pd-наночастицы после восстановления. В исследованиях показано, что Pd, иммобилизованный через комплексообразование с П4ВП, демонстрирует высокую дисперсность Pd наночастиц (2 – 3 нм) на

носителях и улучшенную каталитическую активность в реакциях гидрирования по сравнению с обычными Pd/SiO<sub>2</sub> системами (Auyezkhanova et al., 2025). Хитозан (Хит) – природный биополимер, содержащий аминогруппы, которые способны связывать Pd-ионные формы. Стабилизация Pd-частиц хитозаном улучшает распределение активных центров и снижает агрегацию металла, что положительно влияет на каталитическую активность (Auyezkhanova et al., 2025; Zheng et al., 2023; Zeng et al., 2016). Пектин и другие полисахариды, аналогичные хитозану по наличию карбоксильных и гидроксильных групп, также способны создавать координационные среды для Pd<sup>2+</sup> посредством комплексообразования и водородных связей, улучшая устойчивость Pd-катализаторов в жидкой фазе (Albano et al., 2023; Baran, 2019; Kenzheeva et al., 2025).

Таким образом, комплексообразование палладия с органическими полимерами, представляет собой перспективную стратегию в создании эффективных каталитических систем. Такие материалы обеспечивают не только улучшенную дисперсию Pd-частиц, но и регулируют их химическую среду и доступ активных центров, что критично для достижения высокой активности, селективности и устойчивости в органическом синтезе. А также способствуют легкому разделению каталитической системы и её многократного использования, что улучшает экологические и экономические показатели процесса (Raksha et al., 2025). Современные исследования подчёркивают дальнейшее расширение области применения таких гибридных систем в зелёных и устойчивых процессах катализа.

В связи с этим, настоящая работа посвящена исследованию комплексообразования ионов палладия с такими полимерами как хитозан (Хит), пектин (Пек) и поли-4-винилпиридин (П4ВП). Выбор полимеров обусловлен наличием в их структуре функциональных донорных групп (аминных, карбоксильных и пиридиновых), способных к координации ионов Pd<sup>2+</sup>, а также их способностью формировать устойчивые полимер-металлические комплексы и стабилизировать дисперсные палладиевые формы в жидкой фазе.

### **Материалы и методы**

#### ***Реактивы и материалы***

Хлорид палладия (II) (59-60% Pd, Sigma-Aldrich, США), хлорид калия (х.ч.), поли-4-винилпиридин (П4ВП, Mw = 60000, Sigma-Aldrich, США), хитозан (Хит, степень деацетилирования  $\geq 75\%$ , Mw = 250 000, Sigma-Aldrich, США), пектин (Пектин из яблок, степень этерификации 50–75%, Sigma Aldrich, США).

#### ***Приготовление рабочих растворов***

Для приготовления 0,1 М раствора полимера брали 1,67 г хитозана (Хит) и растворяли в 100 мл 1% соляной кислоты путем перемешивания на магнитной мешалке при комнатной температуре в течение 1,5 часов. Раствор пектина готовили при аналогичных условиях, однако используя в качестве растворителя 100 мл воды очищенной и 1.85 г Пек (пектина). Поли-4-винилпиридин (П4ВП), массой 1,05 г растворяли при тех же условиях в 100 мл этилового спирта при комнатной температуре. 0,1 М раствор соли палладия был приготовлен путем

измельчения 1,774 г хлорида палладия (II) и 1,492 г хлорида калия в агатовой ступке с последующим растворением полученной смеси в 100 мл воды.

**Исследование комплексообразования ионов палладия (II) с полимерами**

Состав и устойчивость полимер-металлических комплексов определяли по методике, описанной в работе (Найян et al., 2011). Равновесие реакции комплексообразования выражали по следующей схеме:



где M представляет собой ион металла, L - лиганд (мономерное звено полимерной цепи), и  $ML_n$  - полученный комплекс.

Используя уравнение (1), получим выражения для расчета условной константы устойчивости комплекса ( $\beta_a$ ) и количества полимерных лигандов, участвующих в образовании комплекса ( $n$ ):

$$\beta_a = \frac{[ML_n]}{[M][L]^n} \quad (2)$$

и

$$n = \frac{[L]_{\text{связан.}}}{[M]_{\text{связан.}}} = \frac{[L]_0 - [L]}{[M]_0 - [M]} \quad (3)$$

где [M] и [L] - равновесные концентрации иона металла и полимерного лиганда, соответственно, а индексы 0 и связан. обозначают исходные концентрации реагентов и концентрации реагентов, израсходованных на образование комплекса, соответственно.

Используя уравнение (3) выразим равновесную концентрацию лиганда:

$$[L] = [L]_0 - n\{[M]_0 - [M]\} \quad (4)$$

При условии полного осаждения комплекса из системы, равновесная концентрация комплекса  $[ML_n]$  будет равна 1. Подставив значения равновесной концентрации комплекса, равной 1, и равновесной концентрации полимерного лиганда, выраженной через уравнение (4), в уравнение (2) получим следующее выражение с двумя неизвестными:

$$\beta_a = \frac{1}{[M]\{[L]_0 - n([M]_0 - [M])\}^n} \quad (5)$$

Или

$$\lg \beta_a = -\lg[M] \{[L]_0 - n[M]_{\text{связан.}}\}^n \quad (6)$$

Зная значения исходных концентраций иона металла  $[M]_{0i}$  и полимерного лиганда  $[L]_{0i}$  и, определив равновесные концентрации иона металла  $[M]_p$ , получим

серию кривых зависимости  $\lg \beta_{ai} = f(n_i)$ . Точка пересечения двух кривых является решением уравнения с двумя неизвестными  $\lg \beta_{ai}$  и  $n_i$ . Распределив кривые по парам, получим серию точек пересечения, представляющих собой ряд решений уравнения (6), с помощью которых получим средние значения  $n$ .

Методика определения состава и устойчивости комплексов палладия (II) с полимерами (Пек, Хит, П4ВП) включала смешивание растворов полимеров и соли металла ( $\text{PdCl}_2$ ), перемешивание полученных растворов в течение 3 часов для довершения реакции, осаждение полимер-металлического комплекса, измерение равновесных концентраций иона металла в растворе и построение серии кривых зависимости  $\lg \beta_{ai} = f(n_i)$ . Для получения серии кривых зависимости  $\lg \beta_{ai} = f(n_i)$  смешивание растворов полимеров с  $\text{PdCl}_2$  осуществляли таким образом, чтобы получить растворы с различными исходными концентрациями полимерных лигандов (0,01-0,025 моль/л) и ионов металла (0,001-0,05 моль/л). Равновесные концентрации ионов металлов определяли на спектрофотометре СФ-2000.

Взаимодействие ионов палладия (II) с функциональными группами полимеров оценивали методом ИК-спектроскопии. ИК-Фурье спектры образцов записывали в виде таблеток с KBr на ИК-спектрометре Nicolet iS5 (Thermo Scientific, США) в интервале частот 4000-400  $\text{см}^{-1}$ .

### Результаты.

При интерпретации экспериментальных данных по комплексообразованию ионов палладия (II) с полимерами учитывалось химическое строение макромолекул, заряд и координационные особенности палладия, а также характер функциональных групп полимерных лигандов. Палладий (II) в водных растворах преимущественно присутствует в виде устойчивого квадратнопланарного комплексного аниона  $[\text{PdCl}_4]^{2-}$ , что существенно влияет на механизм его взаимодействия с полимерными матрицами.

Исследование комплексообразования полимеров с ионами палладия включало определение координационных параметров (константы связывания ( $n$ ) и устойчивости ( $\beta_a$ )) получаемых полимер-металлических комплексов (ПМК), а также их характеристику методом ИК-спектроскопии. На основании данных по условным константам связывания и устойчивости, а также результатов ИК-спектроскопии, для систем Хит-Pd, П4ВП-Pd и Пек-Pd были предложены различные механизмы комплексообразования, схематически представленные на рисунке 1.

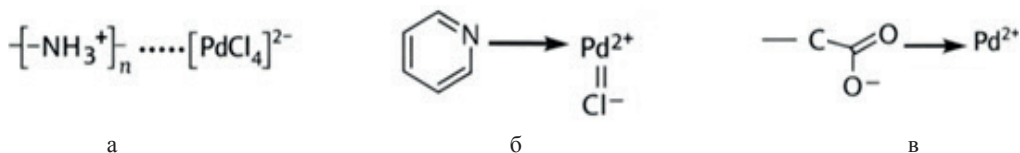


Рисунок 1 – Предполагаемые механизмы комплексообразования ионов палладия (II) с полимерами

(а – внешнесферное ионное взаимодействие комплексного аниона  $[\text{PdCl}_4]^{2-}$  с протонированными аминогруппами хитозана; б – координационное взаимодействие  $\text{Pd}^{2+}$  с пиридиновым атомом азота поли-4-винилпиридина; в – слабая координация  $\text{Pd}^{2+}$  с кислородсодержащими функциональными группами пектина)

Для системы Хит-Pd установлены наибольшие значения условной константы связывания ( $n = 1,82 \pm 0,08$ ) и устойчивости комплекса ( $\lg\beta_a = 6,97 \pm 0,15$ ) (таблица 1), что указывает на прочное взаимодействие палладия с биополимером (рисунок 2, а). Растворение хитозана в кислой среде приводит к протонированию аминогрупп с образованием макрокатиона хитозана ( $-\text{NH}_3^+$ ). В этих условиях взаимодействие протекает преимущественно по механизму ионной ассоциации между положительно заряженными аминогруппами полимера и комплексным анионом  $[\text{PdCl}_4]^{2-}$ . При этом палладий не входит непосредственно в координационную сферу атома азота, а располагается во внешней сфере комплекса, образуя внешнесферный ионный комплекс (рисунок 1, а). Данный механизм подтверждается смещением полос поглощения, характерных для деформационных колебаний N-H и валентных колебаний C=O в ИК-спектрах комплекса по сравнению с исходным хитозаном (Liu Q. et al., 2017; Wang W. et al., 2019) (рисунок 3, 1в, 2в). Изменение положения полос, связанных с C=O (с 1660 до 1628-1638  $\text{cm}^{-1}$ ) и N-H группами полимера (с 1559 до 1518-1524  $\text{cm}^{-1}$ ) доказывает взаимодействие протонированных аминогрупп полимера ( $-\text{NH}_3^+$ ) с анионным комплексом палладия  $[\text{PdCl}_4]^{2-}$  по механизму ионной связи. Высокая устойчивость комплекса Хит-Pd обусловлена электростатической природой взаимодействия и мультицентровым характером связывания аниона палладия с макромолекулой полимера.

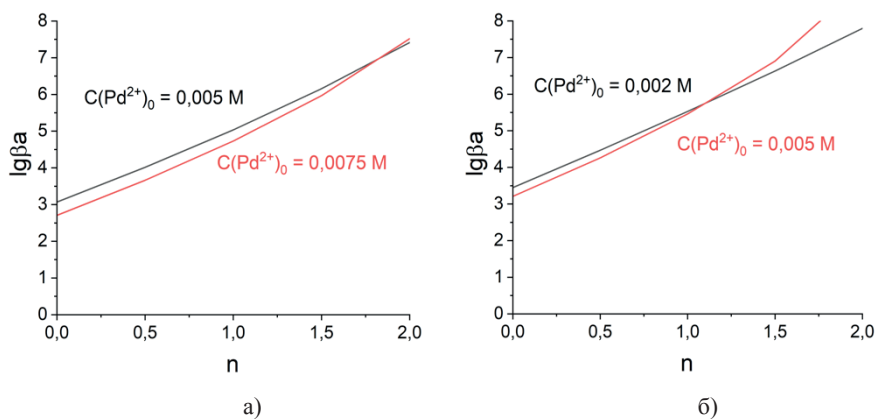


Рисунок 2 – Зависимость между  $\lg\beta_a$  и  $n$  при взаимодействии:

(а) хитозана (0,015 М) с  $\text{Pd}^{2+}$  (0,005 и 0,0075 М), (б) П4ВП (0,01 М) с  $\text{Pd}^{2+}$  (0,002 и 0,005 М)

В системе П4ВП-Pd взаимодействие палладия с полимером протекает по донорно-акцепторному механизму с участием атома азота пиридинового кольца. В этом случае ион  $\text{Pd}^{2+}$  включается во внутреннюю координационную сферу, образуя координационную связь Pd-N (рисунок 1, б). Это подтверждается смещением полос поглощения, соответствующих колебаниям связей C-N и C=C пиридинового кольца в ИК-спектрах П4ВП-Pd по сравнению с исходным

полимером (Mavronasou K. et al., 2022; Wu L. et al., 2022) (рисунок 3, 1а, 2а). В спектре П4ВП наблюдаются характерные полосы колебаний пиридинового кольца (C=C и C–N) при 1600, 1562, 1495 и 1419  $\text{см}^{-1}$ . Смещение полос поглощения C–N (с 1600  $\text{см}^{-1}$  до 1603–1616  $\text{см}^{-1}$ ) и C=C (с 1495  $\text{см}^{-1}$  до 1499  $\text{см}^{-1}$ ) в спектре П4ВП–Pd свидетельствует о координационном взаимодействии пиридиновых групп П4ВП с ионами металла.

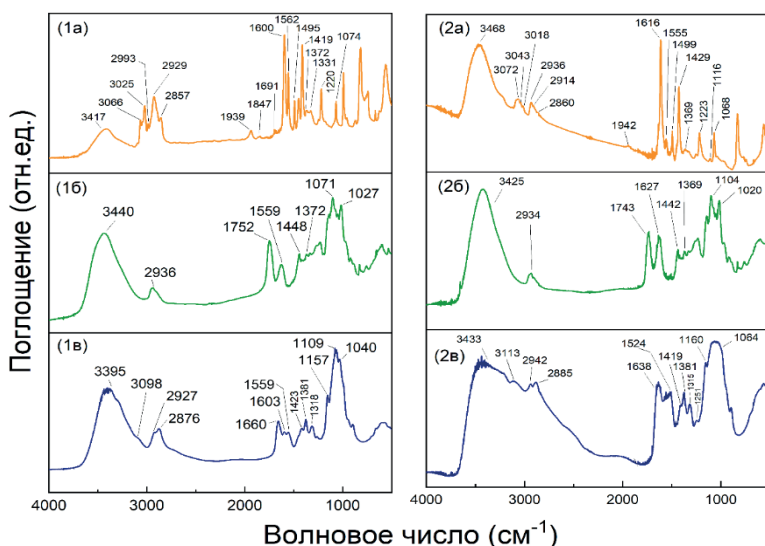


Рисунок 3 – Данные ИК спектров исследуемых образцов:  
(1а) П4ВП, (2а) П4ВП–Pd; (1б) Пек, (2б) Пек–Pd; (1в) Хит, (2в) Хит–Pd.

Значения констант связывания ( $n = 1,10 \pm 0,07$ ) и устойчивости ( $\lg \beta_a = 5,75 \pm 0,16$ ) для П4ВП–Pd ниже, чем для Хит–Pd, что свидетельствует о меньшей прочности координационного взаимодействия по сравнению с ионной ассоциацией (рисунок 2, б). Нецелое значение  $n$  указывает на неполную насыщенность координационной сферы палладия донорными группами полимера, что, вероятно, связано со стерическими ограничениями и ограниченной подвижностью макромолекулярных цепей (таблица 1).

Таблица 1 – Координационные параметры комплексов палладия (II) с полимерами

Полимер	Условная константа связывания ( $n$ )	Устойчивость комплекса ( $\lg \beta_a$ )
<i>Хит</i>	$1,82 \pm 0,08$	$6,97 \pm 0,15$
<i>П4ВП</i>	$1,10 \pm 0,07$	$5,75 \pm 0,16$

**Обсуждение.** Взаимодействие палладия с пектином носит более сложный и менее выраженный характер. В системе палладий–пектин наблюдался сдвиг максимума поглощения относительно исходной длины волны, что исключало возможность корректного определения равновесной концентрации иона металла и проведения дальнейших расчетов для определения констант связывания и

устойчивости. В связи с этим, комплексообразование в системе Пек-Pd исследовали исключительно методом ИК-спектроскопии, для чего систему предварительно осаждали добавлением ацетона, после чего снимали спектр высушенного осадка. Согласно данным ИК-спектроскопии, комплексообразование осуществляется преимущественно за счёт слабого координационного взаимодействия иона  $\text{Pd}^{2+}$  с кислородсодержащими функциональными группами полимера (карбокисильными и гидроксильными) (рисунок 3, 1б, 2б). При этом наблюдаемые смещения полос поглощения носят умеренный характер, что указывает на слабую координацию по атому кислорода без формирования устойчивых хелатных структур (рисунок 1, в). Полоса при  $3440 \text{ см}^{-1}$  соответствует валентным колебаниям  $-\text{OH}$ -групп, а полосы при  $1752$  и  $1625 \text{ см}^{-1}$  относятся к деформационным колебаниям этерифицированной и свободной карбокисильных групп, соответственно (Sumathra M. et al., 2017) (рисунок 3, 1б, 2б). Взаимодействие пектина с ионами палладия подтверждается смещением полосы  $\text{C}=\text{O}$  этерифицированной карбокисильной группы (с  $1752$  до  $1743\text{-}1744 \text{ см}^{-1}$ ) и полос валентных колебаний  $-\text{OH}$ -групп (с  $3440$  до  $3418\text{-}3425 \text{ см}^{-1}$ ). При этом полоса свободной карбокисильной группы при  $1625 \text{ см}^{-1}$  остаётся практически неизменной. Дополнительным признаком взаимодействия служит смещение полос, характерных для колебаний связей  $\text{C}-\text{O}$  (с  $1109$  до  $1101\text{-}1104 \text{ см}^{-1}$ ) и  $\text{C}-\text{O}-\text{C}$  в пиранозном кольце (с  $1027$  до  $1020 \text{ см}^{-1}$ ).

Таким образом, характер комплексообразования ионов палладия с исследованными полимерами определяется природой функциональных групп и типом взаимодействия. Для систем Хит-Pd и П4ВП-Pd количественно установлены значения координационных параметров, отражающие различия в прочности и механизме связывания палладия с полимерной матрицей. В случае пектина комплексообразование носит преимущественно слабый координационный характер по кислородсодержащим функциональным группам, что подтверждается данными ИК-спектроскопии, однако не позволяет корректно оценить устойчивость комплекса в количественном выражении.

### **Заключение**

В работе исследовано комплексообразование ионов палладия (II) с полимерами различной природы – хитозаном, поли-4-винилпиридином и пектином. На основании данных спектрофотометрического анализа и ИК-спектроскопии установлено, что характер и прочность взаимодействия Pd (II) с полимерными матрицами определяются типом функциональных донорных групп.

Показано, что в системе Хит-Pd формируются наиболее устойчивые комплексы за счёт внешнесферного ионного взаимодействия анионного комплекса  $[\text{PdCl}_4]^{2-}$  с протонированными аминогруппами хитозана. В системе П4ВП-Pd взаимодействие носит координационный характер с участием атомов азота пиридиновых групп, однако устойчивость образующихся комплексов ниже, что связано со стерическими ограничениями полимерной цепи. Комплексообразование палладия с пектином сопровождается более слабым взаимодействием по кислородсодержащим функциональным группам, что подтверждается данными ИК-спектроскопии, однако не позволяет провести

количественное сравнение устойчивости данной системы с азотсодержащими полимерами. Полученные результаты подтверждают перспективность применения азотсодержащих полимеров для стабилизации палладия и создания эффективных полимер-иммобилизованных каталитических систем.

### References

- Biffis A., Zecca M., Basato M. (2001) Palladium metal catalysts in Heck C-C coupling reactions. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 173(1–2). — P. 249-274. [https://doi.org/10.1016/S1381-1169\(01\)00153-4](https://doi.org/10.1016/S1381-1169(01)00153-4) (in Eng.).
- Chen Q-A., Ye Zh-Sh., Duan Y., Zhou Y-G. (2013). Homogeneous palladium-catalyzed asymmetric hydrogenation. *Chem. Soc. Rev.*, 42, 497-511. <https://doi.org/10.1039/C2CS35333D> (in Eng.).
- Rayadurgam J., Sana S., Sasikumarc M., Gu Q. (2021). Palladium catalyzed C–C and C–N bond forming reactions: an update on the synthesis of pharmaceuticals from 2015–2020. *Org. Chem. Front.*, 8, 384-414. <https://doi.org/10.1039/D0QO01146K> (in Eng.).
- Kawale A.P., Shekhar N., Srivastava A., Banerjee S. (2024). A Review on the Development of Polymer Supported Heterogeneous Palladium Materials for Organic Synthesis and Electrochemical Applications. *Current Organic Chemistry*, 28(9). — P. 675-685. DOI: 10.2174/0113852728299173240302041524 (in Eng.).
- Makeeva D.A., Nenasheva M.V., Bazhenova M.A., Kulikov L.A. (2024). Kontrol' aktivnosti i selektivnosti Pd-katalizatorov gidrirovaniya alkinov putem modifikatsii struktury nositelei razlichnoi prirody geteroatomami N, S i P [Control of activity and selectivity of Pd catalysts for alkyne hydrogenation by modifying the structure of supports of various nature with N, S, and P]. *Journal of Applied Chemistry*, 97(11–12). — P. 680–723. <https://doi.org/10.31857/S004446182411001X> (in Russian)
- Albano G., Petri A., Aronica L.A. (2023). Palladium Supported on Bioinspired Materials as Catalysts for C–C Coupling Reactions. *Catalysts*, 13(1). — 210 p. <https://doi.org/10.3390/catal13010210> (in Eng.).
- Bukharbayeva F., Zharmagambetova A., Talgatov E., Auyezkhanova A., Akhmetova S., Jumekeyeva A., Naizabayev A., Kenzheyeva A., Danilov D. (2024). The Synthesis of Green Palladium Catalysts Stabilized by Chitosan for Hydrogenation. *Molecules*, 29(19), 4584. <https://doi.org/10.3390/molecules29194584> (in Eng.).
- Jiao H., Li Y., Yang Ch., Li L., Wang B., El-kott Attalla F., Alshehri A.S., Negm S., Zhang J. (2025). Green synthesis of Pd nanoparticle embedded into chitosan-pectin polymeric composite as an efficient nanocatalyst in the Suzuki-Miyaura coupling reactions and accelerating the osteoarthritis articular cartilage repair. *Journal of Molecular Structure*, 1324, 140820. <https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2024.140820> (in Eng.).
- Auyezkhanova A., Talgatov E., Akhmetova S., Jumekeyeva A., Naizabayev A., Zamanbekova A., Malgazh M. (2025). Effect of Support and Polymer Modifier on the Catalytic Performance of Supported Palladium Catalysts in Hydrogenation. *Molecules*, 30(18). — 3820 p. <https://doi.org/10.3390/molecules30183820> (in Eng.).
- Zheng X., Li Y., Li W., Pei X., Ye D. (2023). Chitosan derived efficient and stable Pd nano-catalyst for high efficiency hydrogenation. *International Journal of Biological Macromolecules*, 241, 124615. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.124615> (in Eng.).
- Zeng M., Wang Y., Liu Q., Yuan X., Zuo Sh., Feng R., Yang J., Wang B., Qi Ch., Lin Y. (2016). Encaging Palladium Nanoparticles in Chitosan Modified Montmorillonite for Efficient, Recyclable Catalysts. *ACS Appl. Mater. Interfaces*, 8, 48. — P. 33157–33164. <https://doi.org/10.1021/acsami.6b09895> (in Eng.).
- Baran T. (2019) Highly recoverable, reusable, cost-effective, and Schiff base functionalized pectin supported Pd(II) catalyst for microwave-accelerated Suzuki cross-coupling reactions. *Int J Biol Macromol.*, 15(127). — P. 232-239. doi: 10.1016/j.ijbiomac.2019.01.046 (in Eng.).
- Kenzheyeva A.M., Zharmagambetova A.K., Talgatov E.T., Zamanbekova A.T., Jumekeyeva A.I., Auyezkhanova A.S., Myltykbayeva Z.K., Koca A. (2025) Effect of Pectin and Copper Modification on the Performance of Pd/ZnO Catalyst in Liquid-Phase Hydrogenation and Photocatalytic Hydrogen Evolution. *Molecules*, 30, 3806. <https://doi.org/10.3390/molecules30183806> (in Eng.).

Raksha C.H., Yogeesh M.P., Shetty N.S. (2025) Recent advances in the synthesis of polymer supported catalysts: a review. *Discov Appl Sci*, 7, 565. <https://doi.org/10.1007/s42452-025-07106-x> (in Eng.).

Haiyan M., Yuguang L., Hong Y., Qiang L., Minghao R., Xubi G., Ying G., Yinfeng L. (2011). Determination of Coordination Parameters of Cd<sup>2+</sup> and Zn<sup>2+</sup> with Polyvinyl Alcohol and Chitosan. *Journal of Macromolecular Science, Part B: Physics*, 50. — P. 132-143. DOI: <https://doi.org/10.1080/00222341003648623> (in Eng.).

Liu Q., Xu M., Wang Y., Feng R., Yang Z., Zuo S., Qi C., Zeng M. (2017) Co-immobilization of Pd and Zn nanoparticles in chitosan/silica membranes for efficient, recyclable catalysts used in ullmann reaction. *International Journal of Biological Macromolecules*. Vol.105. — P.575-583. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.07.081> (in Eng.).

Wang W., Xiao Z., Huang C., Zheng K., Luo Y., Dong Y., Shen Z., Li W., Qin C. (2019) Preparation of Modified Chitosan Microsphere-Supported Copper Catalysts for the Borylation of  $\alpha,\beta$ -Unsaturated Compounds. *Polymers*. Vol.11(9). — 1417 p. <https://doi.org/10.3390/polym11091417> (in Eng.).

Mavronasou K., Zamboulis A., Klonos P., Kyritsis A., Bikiaris D.N., Papadakis R., Deligkiozi I. (2022) Poly (vinyl pyridine) and Its Quaternized Derivatives: Understanding Their Solvation and Solid State Properties. *Polymers*. Vol.14(4), — 804 p. <https://doi.org/10.3390/polym14040804> (in Eng.).

Wu L., Pang T., Wu L., Guan Y., Yin L. (2022) In situ synthesis of the Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@poly(4-vinylpyridine)-block-polystyrene magnetic polymer nanocomposites via dispersion RAFT polymerization. *Nanocomposites*. Vol.8. — P. 227-237. <https://doi.org/10.1080/20550324.2023.2170003> (in Eng.).

Sumathra M., Govindaraj D., Jeyaraj M., Arfaj A.A., Munusamy M.A., Kumar S.S., Rajan M. (2017) Sustainable pectin fascinating hydroxyapatite nanocomposite scaffolds to enhance tissue regeneration. *Sustain. Chem. Pharm*, 5. — P. 46–53. DOI:10.1016/j.scp.2017.02.001 (in Eng.).

© **Dmitriyeva E.A.**\* 2026.

Institute of Physics and Technology, Satbayev University, Almaty, Kazakhstan.

E-mail: [y.dmitriyeva@satbayev.university](mailto:y.dmitriyeva@satbayev.university)

## ELECTROLYTES OF LITHIUM-ION BATTERIES

**Dmitriyeva Elena** — Candidate of Phys.-Math. Sc., professor, leading researcher, Institute of Physics and Technology, Satbayev University, Almaty, Kazakhstan, Almaty, Kazakhstan,  
E-mail: [y.dmitriyeva@satbayev.university](mailto:y.dmitriyeva@satbayev.university), <https://orcid.org/0000-0002-1280-2559>.

**Abstract.** This article presents a systematized overview of modern approaches to the selection and optimization of electrolytes for lithium-ion batteries, which remain essential components in portable electronics, electric transportation, and stationary energy-storage systems. Particular attention is given to the relationship between the chemical composition of the electrolyte and its electrochemical properties, resistance to decomposition under high-voltage conditions, and ability to ensure stable lithium-ion transport across a wide range of operating environments. Three major classes of electrolytes liquid, gel, and solid are described. For each class, the mechanisms of ion transport, the specific features of interactions with electrode materials, and the factors governing the safety and long-term performance of battery systems are examined. The properties of the most widely used lithium salts  $\text{LiPF}_6$ ,  $\text{LiBF}_4$ ,  $\text{LiTFSI}$ ,  $\text{LiFSI}$ , and  $\text{LiClO}_4$  were analyzed, including their resistance to hydrolysis, thermal behavior, influence on the formation of the solid electrolyte interphase (SEI), and compatibility with both cathode and anode materials. It is emphasized that the choice of salt determines not only the ionic conductivity of the electrolyte but also the stability of electrode–electrolyte interfaces, which is critical for preventing degradation processes and suppressing dendrite growth. The article also considers carbonate-based organic solvents that form solvation shells around lithium ions. Their dielectric properties, viscosity, susceptibility to oxidation, and role in shaping the optimal electrolyte structure are described. The influence of functional additives that regulate SEI formation, suppress gas evolution, and enhance thermal stability is analyzed separately. Gel and polymer electrolytes are presented as promising systems capable of combining mechanical robustness with high ionic conductivity. Solid electrolytes are discussed in the context of improving safety and energy density, while the limitations associated with their relatively low conductivity and challenges in achieving stable electrode contact are highlighted. Overall, the article

provides an integrated understanding of the key factors that determine electrolyte performance in lithium-ion batteries and outlines the directions for further development of materials aimed at improving their stability, energy density, and operational reliability.

**Keywords:** lithium-ion batteries, electrolytes, lithium salts, additives, ion mobility

**Financing.** *The work was supported by the Science Committee of the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan under the program BR28712683 «Development of technology to reduce energy consumption and waste without compromising efficiency in the processing of lithium-ion batteries».*

*For citations: Dmitriyeva E.A. Electrolytes of lithium-ion batteries. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.1. — P. 83–96. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.342>*

© Дмитриева Е.А.\* 2026.

Физика-техникалық институты, Satbayev University, Алматы, Қазақстан.

E-mail: [y.dmitriyeva@satbayev.university](mailto:y.dmitriyeva@satbayev.university)

## ЛИТИЙ-ИОНДЫ АККУМУЛЯТОРЛАРДЫҢ ЭЛЕКТРОЛИТТЕРІ

Дмитриева Елена — физика-математика ғылымдарының кандидаты, профессор, жетекші ғылыми қызметкер, Физика-техникалық институты, Satbayev University, Алматы, Қазақстан, E-mail: [y.dmitriyeva@satbayev.university](mailto:y.dmitriyeva@satbayev.university), <https://orcid.org/0000-0002-1280-2559>.

**Аннотация.** Бұл мақалада литий-ионды аккумуляторларға арналған электролиттерді таңдау мен оңтайландырудың заманауи тәсілдері жүйеленген түрде ұсынылды. Электролиттің химиялық құрамы оның электрохимиялық қасиеттерімен, жоғары кернеулер кезіндегі тұрақтылығымен және литий иондарының кең жұмыс диапазонында тұрақты тасымалдануын қамтамасыз ету қабілетімен тығыз байланысты екендігі ерекше атап өтілді. Электролиттердің үш негізгі тобы – сұйық, гельді және қатты электролиттер – сипатталады. Әр топ үшін иондық тасымалдау механизмдері, электрод материалдарымен өзара әрекеттесу ерекшеліктері және аккумулятор жүйелерінің қауіпсіздігі мен ұзақ қызмет етуін анықтайтын факторлар қарастырылды.  $\text{LiPF}_6$ ,  $\text{LiBF}_4$ ,  $\text{LiTFSI}$ ,  $\text{LiFSI}$  және  $\text{LiClO}_4$  сияқты кең таралған литий тұздарының қасиеттері талданады. Олардың гидролизге төзімділігі, термиялық мінез-құлқы, SEI қабатының түзілуіне әсері және катодтық әрі анодтық материалдармен үйлесімділігі қарастырылды. Тұзды дұрыс таңдау электролиттің иондық өткізгіштігін ғана емес, сонымен қатар интерфейстердің тұрақтылығын анықтайтыны, бұл өз кезегінде деградацияны және дендриттердің өсуін болдырмау үшін шешуші рөл атқаратыны көрсетіледі. Мақалада карбонаттар негізіндегі органикалық еріткіштер де қарастырылды. Олар литий иондарының айналасында сольватациялық қабықша түзіп, электролит құрылымының оңтайлы қалыптасуына ықпал етеді. Еріткіштердің диэлектрлік қасиеттері, тұтқырлығы, тотығуға бейімділігі және электролиттің жалпы тұрақтылығына әсері сипатталады.

Сонымен қатар, SEI қабатының түзілуін реттейтін, газ бөлінуін төмендететін және термиялық тұрақтылықты арттыратын функционалдық қоспалардың рөлі жеке талданады. Гельді және полимерлі электролиттер механикалық тұрақтылық пен жоғары иондық өткізгіштікті біріктіруге мүмкіндік беретін перспективалы бағыт ретінде көрсетілді. Қатты электролиттер қауіпсіздік пен энергия тығыздығын арттыру тұрғысынан қарастырылды, алайда олардың салыстырмалы түрде төмен өткізгіштігі мен электродтармен тұрақты жанасуды қамтамасыз етудегі қиындықтар шектеуші факторлар ретінде атап өтілді. Бұл мақалада литий-ионды аккумуляторлардағы электролиттердің тиімділігін анықтайтын негізгі факторлар туралы тұтас түсінік қалыптастырылады және олардың тұрақтылығын, энергия сыйымдылығын және пайдалану сенімділігін арттыруға бағытталған материалдарды дамыту жолдары айқындалады.

**Түйін сөздер:** литий-ионды аккумуляторлар, электролиттер, литий тұздары, қоспалар, иондардың қозғалғыштығы

© Дмитриева Е.А. \*, 2026.

Физико-технический институт, Satbayev University, Алматы, Казахстан.

E-mail: y.dmitriyeva@satbayev.university

## ЭЛЕКТРОЛИТЫ ЛИТИЙ-ИОННЫХ АККУМУЛЯТОРОВ

**Дмитриева Елена** — кандидат физико-математических наук, профессор, ведущий научный сотрудник, Физико-технический институт, Satbayev University, Алматы, Казахстан, E-mail: y.dmitriyeva@satbayev.university, <https://orcid.org/0000-0002-1280-2559>.

**Аннотация:** В данной статье представлено систематизированное описание современных подходов к выбору и оптимизации электролитов для литий-ионных аккумуляторов, которые остаются ключевым элементом в портативной электронике, электротранспорте и стационарных системах накопления энергии. Особое внимание уделено взаимосвязи химического состава электролита с его электрохимическими характеристиками, устойчивостью к разложению при высоких напряжениях и способностью обеспечивать стабильный перенос ионов лития в широком диапазоне рабочих условий. Описаны три основные группы электролитов: жидкие, гелевые и твёрдые. Для каждой группы рассматриваются механизмы ионного транспорта, особенности взаимодействия с электродными материалами и факторы, определяющие безопасность и долговечность аккумуляторных систем. Были проанализированы свойства наиболее распространённых солей  $\text{LiPF}_6$ ,  $\text{LiBF}_4$ ,  $\text{LiTFSI}$ ,  $\text{LiFSI}$  и  $\text{LiClO}_4$ , включая их устойчивость к гидролизу, термическое поведение, влияние на формирование межфазного слоя SEI и совместимость с катодными и анодными материалами. Подчёркивается, что выбор соли определяет не только проводимость электролита, но и стабильность интерфейсов, что критически важно для предотвращения деградации и роста дендритов. В статье также рассматриваются органические растворители карбонатного ряда, формирующие сольватационные оболочки вокруг

ионов лития. Описываются их диэлектрические свойства, вязкость, склонность к окислению и роль в формировании оптимальной структуры электролита. Отдельно анализируется влияние функциональных добавок, регулирующих образование SEI-слоя, подавляющих газовыделение и повышающих термическую стабильность. Гелевые и полимерные электролиты представлены как перспективное направление, позволяющее сочетать механическую стабильность с высокой ионной проводимостью. Твёрдые электролиты рассматриваются в контексте повышения безопасности и энергоёмкости, при этом подчёркиваются ограничения, связанные с их сравнительно низкой проводимостью и сложностью обеспечения стабильного контакта с электродами. В данной статье формируется целостное представление о ключевых факторах, определяющих эффективность электролитов в литий-ионных аккумуляторах, и обозначаются направления дальнейшего развития материалов для повышения их стабильности, энергоёмкости и эксплуатационной надёжности.

**Ключевые слова:** литий-ионные аккумуляторы, электролиты, соли лития, добавки, подвижность ионов

**Введение.** Литий-ионные аккумуляторы являются основой современной портативной и транспортной энергетики. Они используются в: портативной электронике (смартфоны, ноутбуки, планшеты); электромобили и электровелосипеды; системы хранения энергии (для солнечных батарей и ветрогенераторов) (Yersaiynova et al., 2026; Song et al., 2026). Литий-ионный аккумулятор – это перезаряжаемый источник энергии, в котором литий в ионной форме используется для переноса заряда между электродами. Схематически этот процесс представлен на рисунке 1.

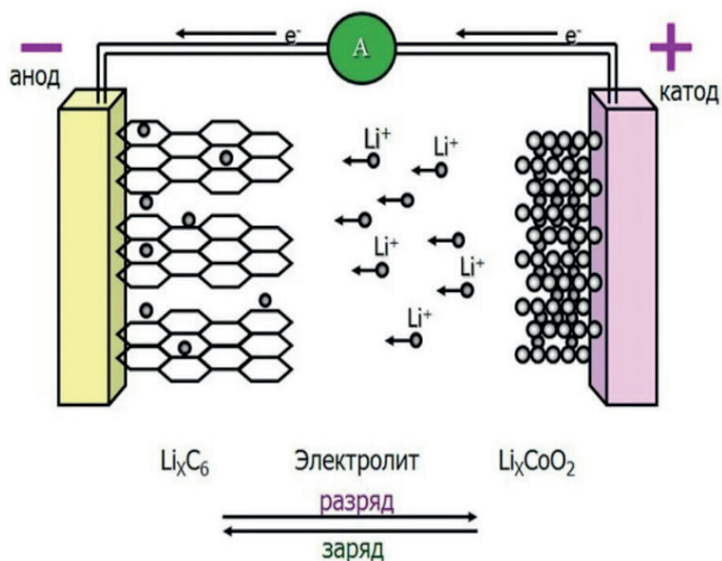


Рисунок 1 – Схема процесса переноса заряда между электродами

Процесс зарядки происходит при подаче на электроды напряжения. Ионы лития отрываются от катода, переходят через сепаратор к графитовому аноду и встраиваются в его молекулярную структуру. Когда аккумулятор разряжается под действием нагрузки, ионы лития возвращаются обратно в катод и встраиваются в оксид, вновь становясь стабильными. Электронам же вновь приходится искать обходной путь «домой» в виде внешней цепи (нагрузки). Когда последний электрон покинет графитовое пристанище, аккумулятор полностью разрядится.

**Литературный обзор.** Уравнения химических реакций, происходящих в типичной литий-ионной батарее (например  $\text{LiCoO}_2$ ), следующие (Gao et.al., 2025):

На катоде:



На аноде:



Суммарная реакция выглядит следующим образом:



Хотя описанный выше процесс принципиально мало отличается от процессов, происходящих в других батареях, литий-ионные (Li-ion) батареи стали доминирующим решением для хранения энергии. Произошло это благодаря превосходной плотности энергии по сравнению с технологиями предыдущих поколений батарей, такими как никель-кадмиевыми (Ni-Cd) или никель-металлгидридными (Ni-MH) батареями (Gao et.al., 2019; Malele et.al., 2025).

Литий-ионные батареи не только произвели революцию в потребительской электронике, но и стали предпочтительным выбором для электромобилей (Dini et.al., 2024) благодаря своей высокой эффективности и длительному сроку службы (Tomaszewska et. al., 2019), а также способности поддерживать процессы быстрой зарядки, которые обычно не подходят для свинцово-кислотных технологий. В связи с растущим стремлением к сокращению загрязнения окружающей среды переход от автомобилей с двигателями внутреннего сгорания (ДВС) к электрическим альтернативам ускорился (Schulz-Mönninghoff et.al., 2021). Например, Европейский Союз планирует запретить продажу новых автомобилей с ДВС, включая гибриды, к 2035 году (Patil et.al., 2024). Эта тенденция подчеркивает необходимость совершенствования аккумуляторных технологий, особенно с точки зрения плотности энергии, эффективности зарядки и безопасности. В первых электромобилях первоначально использовались свинцово-кислотные батареи из-за их низкой стоимости и доступности, в то время как в более поздних поколениях стали применять никель-металлгидридные элементы, прежде чем перейти к литий-ионной технологии для повышения плотности энергии и срока службы.

Хотя свинцово-кислотные батареи все еще используются в некоторых регионах из-за их низкой стоимости (Maltezo et.al., 2021), литий-ионная технология стала предпочтительным вариантом в автомобильной промышленности (Dini et.al., 2023), предлагая примерно на 20% большую емкость хранения энергии, меньший вес, меньшие требования к техническому обслуживанию и увеличенный срок службы до 10 лет. С точки зрения выполняемых функций, электролит является ключевым материалом, влияющим на характеристики литиевых батарей с точки зрения высокого напряжения и высокой удельной энергии. Однако, чем выше напряжение, тем выше способность электролита к разложению и ухудшению как характеристик, так и безопасности литий-ионных батарей.

Данная статья посвящена рассмотрению влияния различных источников подвижных ионов лития, добавок для улучшения стабильности литий-ионных аккумуляторов и типов электролитов на характеристики и безопасность литий-ионных батарей.

**Методы исследования.** Теоретический анализ научных статей по теме электролиты литий-ионных аккумуляторов.

**Результаты исследований.** В ходе анализа установлено, что электролитные системы литий-ионных аккумуляторов могут быть классифицированы на три фундаментальные группы, различающиеся по агрегатному состоянию, механизму переноса заряда и эксплуатационным характеристикам. К жидким электролитам относятся растворы солей лития в органических полярных растворителях, обеспечивающие высокую ионную проводимость и стабильность при умеренных температурах. Гелевые электролиты представляют собой полимерные матрицы, удерживающие растворитель и сочетающие свойства жидких и твердых систем. Твердые электролиты включают керамические и полимерные материалы, способные проводить ионы в твердой фазе и обеспечивающие повышенный уровень безопасности. Сравнительный анализ показал, что каждая из групп обладает специфическими преимуществами и ограничениями, определяющими область их применения в современных аккумуляторных технологиях.

#### **Обсуждение научных результатов.**

*1. Соли лития.* Во всех трех типах электролитов источником подвижных ионов лития являются добавки солей лития, таких как  $\text{LiPF}_6$ ,  $\text{LiBF}_4$ ,  $\text{LiTFSI}$ ,  $\text{LiFSI}$  или  $\text{LiClO}_4$ .

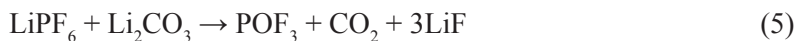
Соли лития являются основным источником подвижных ионов лития, благодаря диссоциации в электролитической среде. Наиболее часто используется  $\text{LiPF}_6$  (гексафторфосфат лития) неорганическое соединение, который в чистом виде представляет собой белый кристаллический порошок.

Соль относительно стабильна термически, но теряет 50% веса при  $200^\circ\text{C}$  ( $392^\circ\text{F}$ ). Она гидролизует, образуя высокотоксичный газ  $\text{HF}$  при температуре около  $70^\circ\text{C}$  ( $158^\circ\text{F}$ ) согласно следующему уравнению:



Благодаря кислотности Льюиса ионов  $\text{Li}^+$ ,  $\text{LiPF}_6$  также катализирует тетрагидропиранирование третичных спиртов.

В литий-ионных аккумуляторах  $\text{LiPF}_6$  реагирует с  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ , что может катализироваться небольшими количествами HF:



Использование в коммерческих литиевых батареях разных солей продиктовано преимуществами и недостатками каждой из них.

В частности,  $\text{LiPF}_6$  наиболее широко используемая соль в коммерческих литий-ионных аккумуляторах из-за высокой ионной проводимости ( $\approx 10^{-3}$  см), совместимости с углеродными анодами и оксидными катодами, формирования стабильного SEI-слоя. Однако,  $\text{LiPF}_6$  чувствительна к влаге (уравнение 4).

$\text{LiBF}_4$  (тетрафторборат лития) обладает более высокой химической стабильностью и устойчивостью к влаге по сравнению с  $\text{LiPF}_6$ . Но, меньшей, чем у  $\text{LiPF}_6$  ионной проводимостью. Применяется в сочетании с другими солями для улучшения стабильности.

$\text{LiTFSI}$  (бис(трифторметансульфонил)имид лития  $\text{LiC}_2\text{F}_6\text{NO}_4\text{S}_2$  структурная формула представлена на рисунке 2а). Преимущества: высокая термостабильность, низкая вязкость электролита, устойчивость к окислению. Недостатки: может вызывать коррозию алюминиевых токосъёмников при высоких потенциалах. Часто используется в твердополимерных электролитах (solid polymer electrolytes) и новых высокотемпературных системах.

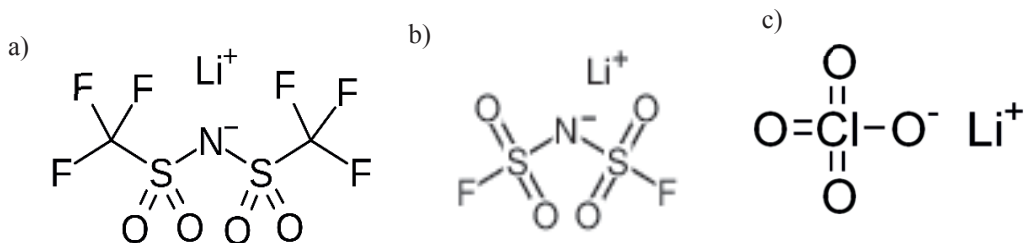


Рисунок 2 – Структурные формулы солей лития используемых в электролитах: а –  $\text{LiTFSI}$ ; б –  $\text{LiFSI}$ ; в –  $\text{LiClO}_4$

$\text{LiFSI}$  (бис(фторсульфонил)имид лития  $\text{F}_2\text{LiNO}_4\text{S}_2$  структурная формула представлена на рисунке 2б). Относительно новая соль, которая сочетает преимущества  $\text{LiPF}_6$  и  $\text{LiTFSI}$ . Обеспечивает высокую проводимость и улучшает стабильность SEI на аноде. Перспективна для применения в высокоэнергетических и твердотельных аккумуляторах.

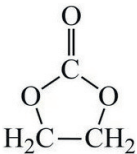
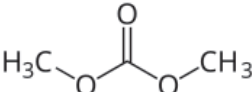
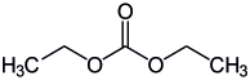
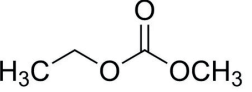


$\text{LiClO}_4$  (перхлорат лития структурная формула представлена на рисунке 2с). Имеет высокую электропроводность и простоту синтеза, но из-за потенциальной взрывоопасности при перегреве используется редко. Разлагается перхлорат лития экзотермически с образованием  $\text{LiCl}$  и  $\text{O}_2$  по реакции:



2. *Жидкие электролиты.* Жидкие электролиты готовят на неводных полярных растворителях (из-за выделения HF при взаимодействии солей с водой (реакция 4)) таких как: этиленкарбонат, диметилкарбонат, диэтилкарбонат и/или этилметилкарбонат (Sandhu et.al., 2025; Dachraoui et.al., 2025).

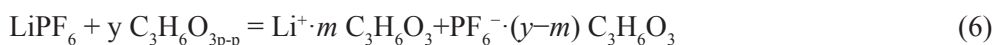
Наибольшее распространение в крупномасштабном производстве получили жидкие электролиты на основе органических растворителей приведенных в таблице 1.

Таблица 1 – Основные растворители в литий-ионных аккумуляторах

Название	Сокращение	Химическая формула	Структурная формула	Примечание
Этиленкарбонат	EC	$\text{C}_3\text{H}_4\text{O}_3$		высокополярный растворитель с высокой диэлектрической проницаемостью; необходим для растворения литиевых солей.
Диметилкарбонат	DMC	$\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$		низковязкие растворители, повышающие ионную подвижность. В промышленности часто применяются смеси EC:DMC или EC:EMC в соотношении 1:1.
Диэтилкарбонат	DEC	$\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}_3$		
Этил-метилкарбонат	EMC	$\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_3$		
Тetra-гидрофуран	THF	$\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$		обеспечивают хорошее смачивание электродов, но склонны к окислению при высоком потенциале катода
1,3- диоксолан	DOL	$\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_2$		

Структурные формулы гексафторфосфата лития и диметилкарбоната, как наиболее распространенных компонентов электролитов приведены на рисунке 3.

Диссоциация гексафторфосфата лития в диметилкарбонате (ДМК) может выражаться следующим уравнением:



Карбонатная группа в диметилкарбонате имеет заряд  $\delta^-$  из-за распределения электронной плотности в молекуле, как показано на рисунке 3а. За счет этого молекула диметилкарбонат имеет дипольную структуру. При диссоциации  $\text{LiPF}_6$

ион лития ( $\text{Li}^+$ ) и ион гексафторфосфата ( $\text{PF}_6^-$ ) окружены сольватным слоем, как показано на рисунке 4b.

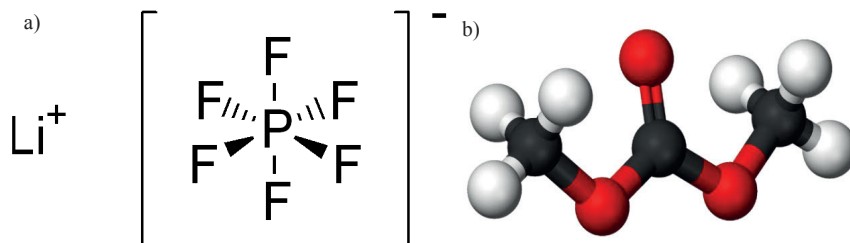


Рисунок 3 – Структурные формулы гексафторфосфата лития и диметилкарбоната  
а – гексафторфосфат лития; б - диметилкарбонат  
черные сферы – углерод; красные сферы – кислород; серые сферы – водород

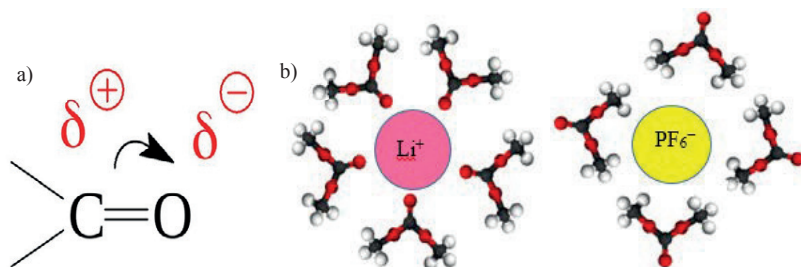


Рисунок 4 – Распределение электронной плотности в молекуле диметилкарбоната  
и схема сольватных слоев ионов  $\text{Li}^+$  и  $\text{PF}_6^-$   
а – распределение электронной плотности в молекуле диметилкарбоната; б – схема сольватных  
слоев ионов  $\text{Li}^+$  и  $\text{PF}_6^-$

В таблице 2 приведены основные виды добавок, использующиеся в литий ионных аккумуляторах.

Таблица 2-Основные добавки в литий-ионных аккумуляторах.

Название	Сокращение	Химическая формула	Структурная формула	Примечание
Фторэтиленкарбонат	FEC	$\text{C}_3\text{H}_3\text{FO}_3$		повышает термическую и электрохимическую стабильность электролита, снижает горючесть
Виниленкарбонат (1,3-диоксол-2-он)	VC	$\text{C}_3\text{H}_4\text{O}_3$		улучшает формирование «границы твердого анода и электролита» SEI
Дифтор(оксалато) борат лития	LiDFOB или LiODFB	$\text{LiBF}_2(\text{C}_2\text{O}_4)$		стабилизирует интерфейс катода и предотвращает газовыделение
Трифенилфосфат	TPP	$(\text{C}_6\text{H}_5\text{O})_3\text{PO}$		повышает негорючесть электролита

Коммерческие электролиты обычно содержат: 1 Моль/л литиевой соли (1 М  $\text{LiPF}_6$ ), смесь растворителей EC:DMC (1:1 или 3:7), 0.5–2% функциональных добавок (см. табл.2). Такой состав обеспечивает баланс между высокой ионной проводимостью, химической стабильностью и безопасностью.

**3.Твёрдый электролитный слой.** При первичной зарядке литиевой батареи литиевая соль в электролите реагирует с материалом электрода, образуя твёрдый электролитный слой (SEI – solid electrolyte interphase) на поверхности отрицательного электрода. Эта плёнка должна обладать ионной проводимостью и электронной изоляцией, что предотвращает непрерывное разложение электролита, позволяя ионам лития внедряться в отрицательный электрод (Qi et.al., 2025). Схематически этот процесс изображен на рисунке 5.

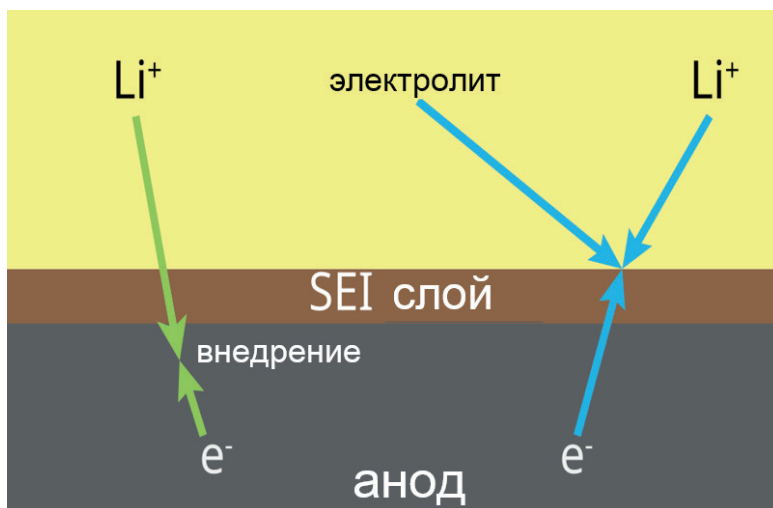


Рисунок 5 – Схема действия SEI слоя

Стабильность SEI напрямую определяет срок службы литиевой батареи: если SEI неоднократно разрушается или утолщается, это приведёт к росту литиевых дендритов и ускорению снижения ёмкости.

**4.Гелевые или полимерные электролиты.** Полимерные электролиты состоят из полимера, содержащего высокополярный фрагмент, способный отдавать электроны (Phogat et.al., 2025). Параметры производительности влияют на выбор гомо- или гетерогенного электролита.

Существует четыре основных типа полимерных электролитов:

- 1) гелевый полимерный электролит;
- 2) твердотельный полимерный электролит;
- 3) пластифицированный полимерный электролит;
- 4) композитный полимерный электролит.

Существует несколько полимеров, которые можно использовать в качестве полимерных электролитов, основные приведены на рисунке 6.

Степень кристалличности матрицы полимерного электролита влияет на

подвижность ионов и скорость переноса (Qayyum et.al., 2026). Аморфные области способствуют более активному переносу заряда в гелевых и пластифицированных полимерных электролитах. Дефекты кристаллической решётки способствуют ослаблению взаимодействия между ионами и цепью.

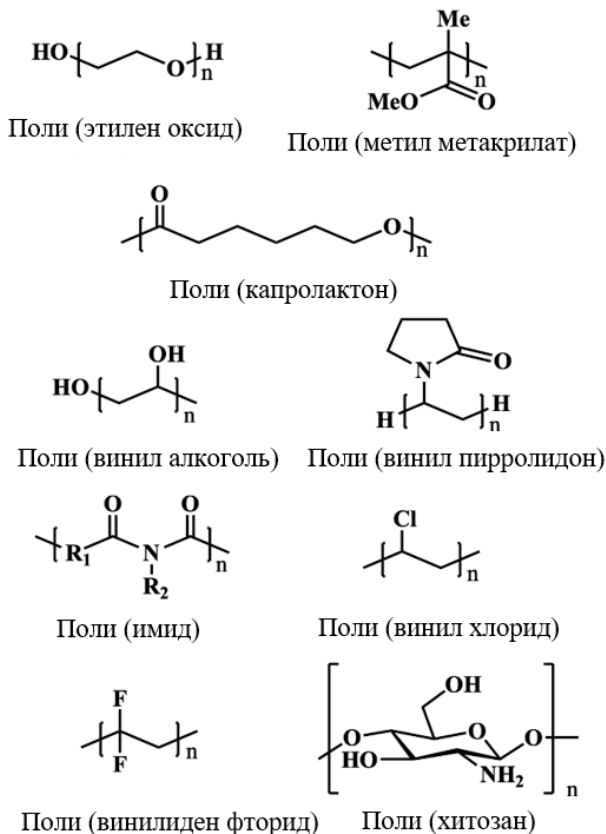


Рисунок 6 – Названия и структурные формулы полимерных электролитов

**5. Твердые электролиты.** Твердые электролиты делятся на неорганические твердые электролиты (НТЭ), твердые полимерные электролиты (ТПЭ). Они являются твердыми при комнатной температуре и движение ионов происходит в твердом состоянии. Их главным преимуществом является полное отсутствие каких-либо жидких компонентов, что значительно повышает безопасность устройства в целом (Li et.al., 2025). Основным ограничением является ионная проводимость, которая, как правило, намного ниже, чем у жидких аналогов.

**5.1 Неорганический твердый электролит (НТЭ).** Неорганический твердый электролит представляет собой особый тип полностью твердого электролита, состоящего из неорганического материала в кристаллическом или стекловидном состоянии, который проводит ионы путем диффузии через

кристаллическую решетку (Ahmed et.al., 2025). Основными преимуществами этого класса твердотельных электролитов являются высокая ионная проводимость (порядка нескольких мСм/см<sup>-2</sup> при комнатной температуре), высокий модуль упругости (порядка ГПа) и высокое число переноса по сравнению с другими классами твердотельных электролитов. Они, как правило, хрупкие, что приводит к низкой совместимости и стабильности по отношению к электроду, с быстро увеличивающимся сопротивлением на границе раздела и сложным масштабированием от академического уровня до промышленного.

Неорганические твердые электролиты могут быть оксидами, сульфидами или фосфатами, а их кристаллические структуры включают:

- LISICON - литиевый суперионный проводник (например, LGPS (сульфид германия лития-фосфора  $\text{Li}_{10}\text{GeP}_2\text{S}_{12}$ ),  $\text{LiSiPS}$ ,  $\text{LiPS}$ );
- аргиродитоподобные (например,  $\text{Li}_6\text{PS}_5\text{X}$ ,  $\text{X}=\text{Cl}$ ,  $\text{Br}$ ,  $\text{I}$ );
- гранаты (LLZO - (литий лантано цирконат) –  $\text{Li}_7\text{La}_3\text{Zr}_2\text{O}_{12}$ );
- LATP - фосфат лития-алюминия-титан  $\text{Li}_{1.3}\text{Al}_{0.3}\text{Ti}_{1.7}(\text{PO}_4)_3$ ;
- LAGP - литий-алюмо-германий-фосфат  $\text{Li}_{1+x}\text{Al}_x\text{Ge}_{2-x}(\text{PO}_4)_3$ ;
- литиевые нитриды (например,  $\text{Li}_3\text{N}$ );
- литиевые гидриды ( $\text{LiBH}_4$ );
- литиевые фосфидотрилаты и фосфидотетрелаты;
- перовскиты (например, литий-лантан-титанат  $\text{La}_{0.5}\text{Li}_{0.5}\text{TiO}_3$ , «LLTO»);
- литиевые галогениды,  $\text{RbAg}_4\text{I}_5$ .

Некоторые НТЭ могут представлять собой стеклокерамику в аморфном состоянии вместо регулярной кристаллической структуры. Популярными примерами являются литиевый фосфорно-оксинитрид  $\text{Li}_3\text{PO}_4$  (LIPON) и литиевые тиофосфаты ( $\text{Li}_2\text{S}-\text{P}_2\text{S}_5$ ).

*5.2 Твердополимерный электролит (SPE).* Твердый полимерный электролит определяется как не содержащий растворителя солевой раствор в полимерном материале-носителе, который проводит ионы через полимерные цепи (Nosamane et.al., 2025). По сравнению с НТЭ, SPE гораздо легче обрабатывать, как правило, методом литья в форму, что делает их более совместимыми с крупномасштабными производственными процессами. Кроме того, они обладают более высокой эластичностью и пластичностью, что обеспечивает стабильность на границе раздела, гибкость и улучшенную устойчивость к изменению объема во время работы. Хорошая растворимость солей лития, низкая температура стеклования ( $T_g$ ), электрохимическая совместимость с большинством распространенных электродных материалов, низкая степень кристалличности, механическая стабильность, чувствительность к низким температурам — все это характеристики идеального кандидата для SPE. Однако, как правило, ионная проводимость ниже, чем у НТЭ, а их скорость ограничена, что ограничивает быструю зарядку. SPE на основе полиоксиэтилена является первым твердотельным полимером, в котором ионная проводимость была продемонстрирована как за счет межмолекулярных, так и внутримолекулярных перескоков ионов благодаря сегментному движению полимерных цепей из-за высокой способности к комплексообразованию эфирных

групп, но они страдают от низкой ионной проводимости при комнатной температуре ( $10^{-5}$  См<sup>-1</sup>) из-за высокой степени кристалличности (Yang et al., 2025). Основными альтернативами SPE на основе полиэфиров являются поликарбонаты, полиэфир, полинитрилы (например, PAN), полиспирты (например, ПВП), полиамины (например, PEI), полисилоксаны (например, ПДМС) и фторполимеры (например, ПВДФ, ПВДФ-ГФП). Биополимеры, такие как лигнин, хитозан и целлюлоза, также вызывают большой интерес в качестве самостоятельных SPE или в сочетании с другими полимерами, с одной стороны, из-за их экологичности, а с другой – из-за их высокой способности к комплексообразованию с солями. Кроме того, рассматриваются различные стратегии повышения ионной проводимости SPE и соотношения аморфной и кристаллической фаз.

**Заключение.** Таким образом, определены механизмы взаимодействия жидких полярных растворителей на примере диметилкарбоната с солями лития, на примере LiPF<sub>6</sub>. Представлены структурные и функциональные особенности источников подвижных ионов лития – LiPF<sub>6</sub>, LiBF<sub>4</sub>, LiTFSI, LiFSI и LiClO<sub>4</sub>. Рассмотрены основные классы электролитов литий-ионных аккумуляторов. Обсуждено использование полимерных электролитов, а также неорганических твердых электролитов. Каждый вид электролитов имеют свои положительные и отрицательные стороны. Жидкие электролиты лидируют по ионной проводимости, твердые – по безопасности. Что оставляет простор для исследователей в плане поиска оптимального решения. В таких вопросах как функциональность, долговечность и безопасность литий-ионных аккумуляторов.

### References

- Yersainnova A.A., Karshyga Z.B., Muhammad N.A., Yessengazyev A.M., Orynbayev B.M. (2026) Lithium extraction methods and its application prospects: a review. *Kompleksnoe Ispolzovanie Mineralnogo Syra= Complex use of mineral resources*, 337(2). — P. 95-107. DOI: 10.31643/2026/6445.21 (in Eng.).
- Song L., Wang Z., Zhu Y., Zhou Z., Wang B., Wang D., Ju X. (2026) A review of safety issues in lithium-ion battery transportation process: research advances and challenges. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries*. — 105912 p. DOI:0.1016/j.jlp.2026.105912 (in Eng.).
- Gao Z.-W., Lan T., Yin H., Liu Y. (2025) Development and Commercial Application of Lithium-Ion Batteries in Electric Vehicles: A Review. *Processes*, 13(3), 756. DOI:10.3390/pr13030756 (in Eng.).
- Gao Y., Zhang X., Cheng Q., Guo B., Yang J. (2019) Classification and review of the charging strategies for commercial lithium-ion batteries. *Ieee Access*, 7. — P. 43511-43524. DOI:10.1109/ACCESS.2019.2906117 (in Eng.).
- Malele R.H., Mendu B., Monchusi B.B. (2025) Microcontroller-driven battery management in hybrid energy systems: a systematic review of applications, control strategies, and emerging trends. *IEEE Access*. DOI:10.1109/ACCESS.2025.3539929 (in Eng.).
- Dini P., Colicelli A., Saponara S. (2024) Review on modeling and SOC/SOH estimation of batteries for automotive applications. *Batteries*, 10(1), 34. DOI:10.3390/batteries10010034 (in Eng.).
- Tomaszewska A., Chu Z., Feng X., O'kane S., Liu X., Chen J., Wu B. (2019) Lithium-ion battery fast charging: A review. *etransportation*, 1, 100011. DOI:10.1016/j.etrans.2019.100011 (in Eng.).
- Schulz-Mönninghoff M., Bey N., Nørregaard P.U., Niero M. (2021) Integration of energy flow modelling in life cycle assessment of electric vehicle battery repurposing: Evaluation of multi-use cases and comparison of circular business models. *Resources, Conservation and Recycling*, 174. — P. 105773. DOI: 10.1016/j.resconrec.2021.105773 (in Eng.).
- Patil G., Pode G., Diouf B., Pode R. (2024) Sustainable decarbonization of road transport: policies,

current status, and challenges of electric vehicles. *Sustainability*, 16(18). — 8058 p. DOI: 10.3390/su16188058 (in Eng.).

Maltezo M.R. C., Thio-ac A.C., Castillo A.M.C., Gattu L.E., Hernandez C.E.A., Labuan J.J.C., Tolentino L.K.S. (2021) Arduino-based battery monitoring system with state of charge and remaining useful time estimation. *International Journal of Advanced Technology and Engineering Exploration*, 8(76). DOI: 10.19101/IJATEE.2021.874023 (in Eng.).

Dini P., Saponara S., Colicelli A. (2023) Overview of battery charging systems for electric vehicles. *Electronics*, 12(20), 4295. DOI:10.3390/electronics12204295 (in Eng.).

Sandhu Z.A., Iqbal B., Raza M.A., Kainat Ashraf S., Farwa U., Rasheed T. (2025) Green Revolution of Lithium-Ion Batteries: Prospects, Challenges and Environmental Impact. *Chemistry—An Asian Journal*, 20(16), e00299. DOI:10.1002/asia.202500299 (in Eng.).

Dachraoui W., Erni R. (2025) Anode-electrolyte interface in lithium-ion batteries investigated by liquid phase transmission electron microscopy: Achievements, challenges, and future directions. *Nano Energy*, 111321. DOI:10.1016/j.nanoen.2025.111321 (in Eng.).

Qi H., Liv P. (2025) Solvation engineering in lithium-ion batteries: from fundamental mechanisms to electrolyte design. *Ionics*, 31(11). — P. 11409-11437. DOI:10.1007/s11581-025-06719-x (in Eng.).

Bhawna Phogat P., Shreya Jha R., Singh S. (2025) Advancements and challenges in lithium-ion and lithium-polymer batteries: towards sustainable energy storage solutions. *Ionics*, 31(6), 5263-5289. DOI:10.1007/s11581-025-06309-x (in Eng.).

Qayyum F., Tarique M., Cheng L., Umair M., Rana H.T.H., Ahmad I., Wei J. (2026) Sustainable solutions: Harnessing natural-synthetic hybrid polymers as superior gel electrolytes for lithium-ion batteries. *Journal of Energy Storage*, 148. — 120158 p. DOI: 10.1016/j.est.2025.120158 (in Eng.).

Li R., Zeng J., Wang P., Wu Z., He T., Rao L., Zhang N. (2025) Kilogram-scale synthesis and interface engineering of oxyhalide solid electrolytes for high-performance all-solid-state batteries. *Energy Storage Materials*. — 104838 p. DOI:10.1016/j.ensm.2025.104838 (in Eng.).

Ahmed S., Shohag S.A.U., Rahman M.W., Li J., Alcoutlabi M., Uddin M.J. (2025) The features and advancements of electrodes and electrolyte materials for lithium-ion batteries. *Journal of Solid-State Electrochemistry*, 29(9), 3523-3552. DOI:10.1007/s10008-025-06251-y (in Eng.).

Hosamane S., Kottam N., Chalil Suresh A. (2025) Strategies to Boost the Safety and Ionic Conductivity of Lithium-Ion Batteries Using Solid State Electrolytes: A Review. *Wiley Interdisciplinary Reviews: Energy and Environment*, 14(1). — e544. DOI:10.1002/wene.544 (in Eng.).

Yang J., Yi C., Li M., Wu Z., Xia J., Li Y., Liu J. (2026) Recent Advances in LATP/Polymer Composite Electrolytes for Solid-State Lithium Batteries. *Energy & Environmental Materials*, 9(1). — e70090. DOI:10.1002/eem2.70090 (in Eng.).

© **Yegemberdiyeva S., Abdurazova P.\*, Turtabaev S., Shitybaev S., Kerimbayeva K., 2026.**

Zhanibekov University, Shymkent, Kazakhstan.

E-mail: [abdurazova.perizat@okmpu.kz](mailto:abdurazova.perizat@okmpu.kz)

### CATALYTIC PROPERTIES OF Ru- and Rh-PROMOTED SKELETAL NICKEL CATALYSTS IN THE HYDROGENATION OF BUTYRALDEHYDE

**Yegemberdiyeva Saltanat** — PhD, Zhanibekov University, Shymkent, Kazakhstan,

E-mail: [saltanat\\_2207@mail.ru](mailto:saltanat_2207@mail.ru), ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7241-9762>;

**Abdurazova Perizat** — PhD, Associate Professor, Zhanibekov University, Department of Chemistry, Shymkent, Kazakhstan,

E-mail: [abdurazova.perizat@okmpu.kz](mailto:abdurazova.perizat@okmpu.kz), <https://orcid.org/0000-0002-5244-7678>;

**Turtabaev Sarsenbek** — Doctor of Technical Sciences, Professor, Zhanibekov University, Department of Chemistry, Shymkent, Kazakhstan,

E-mail: [sarsenbek.turtabayev@mail.ru](mailto:sarsenbek.turtabayev@mail.ru), <https://orcid.org/0009-0005-4284-5276>;

**Shitybaev Serikbek** — Candidate of Chemical sciences, associate professor, Zhanibekov University, Department of Chemistry, Shymkent, Kazakhstan,

E-mail: [shitibaev.serikbek@mail.ru](mailto:shitibaev.serikbek@mail.ru), <https://orcid.org/0009-0004-3819-6675>;

**Kerimbayeva Kulyash** — Candidate of technical sciences, associate professor, Zhanibekov University, Department of Chemistry, Shymkent, Kazakhstan,

E-mail: [kulyash\\_62@mail.ru](mailto:kulyash_62@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0001-8902-9958>.

**Abstract.** Selective hydrogenation reactions of aldehydes play an important role in organic synthesis, petrochemical production, and the pharmaceutical industry. The efficiency of these processes largely depends on the activity, selectivity, and stability of the catalyst used. Such reactions allow the production of various alcohols, which serve as important intermediates in chemical synthesis. Although nickel-based catalysts are widely used, their structural instability and sensitivity to the reaction medium limit their practical application. In addition, during long-term operation a decrease in catalytic activity and structural changes in the catalyst may occur. Therefore, improving the catalytic properties of nickel catalysts by promoting them with noble metals has become an important scientific challenge. The aim of this study is to experimentally evaluate the catalytic activity, selectivity, and stability of skeletal nickel catalysts modified with ruthenium (Ru) and rhodium (Rh) promoters in the hydrogenation of butyraldehyde. Hydrogenation reactions were carried out in the liquid phase under

atmospheric pressure in water and ethanol media. The properties of the catalysts were investigated using hydrogen absorption kinetics, activation energy, and adsorption characteristics, as well as by X-ray diffraction analysis, electron microscopy, and infrared spectroscopy. In addition, factors affecting the surface structure and dispersion of the catalysts were analyzed. The results showed that the hydrogen absorption rate of Ni–1.0% Ru and Ni–1.0% Rh catalysts increases by 2.2 and 1.7 times, respectively, compared with conventional nickel. The hydrogenation reaction proceeds with high selectivity, forming n-butyl alcohol as the main product, with yields of 98–99% for the Ni–Ru system and 95–96% for the Ni–Rh catalyst. Structural and adsorption data indicate that the promoters increase the dispersion of catalyst particles and enhance the amount of adsorbed hydrogen. It was also found that the use of a water medium slows catalyst degradation and improves reaction efficiency. The obtained results demonstrate that Ni–Ru and Ni–Rh catalysts are promising systems for selective and energy-efficient hydrogenation processes.

**Keywords:** nickel catalyst, ruthenium, rhodium, hydrogenation, adsorption, selectivity, stability

*For citations: Yegemberdiyeva S., Abdurazova P., Turtabaev S., Shitybaev S., Kerimbayeva K. Catalytic properties of Ru- and Rh-promoted skeletal nickel catalysts in the hydrogenation of butyraldehyde. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.1. – P. 97–111. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.343>*

© Егембердиева С.Ж., Абдуразова П.\*, Туртабаев С.К., Шитыбаев С.А., Керимбаева К.З., 2026.

Ө. Жәнібеков атындағы Оңтүстік Қазақстан педагогикалық университеті,  
Шымкент, Қазақстан.

E-mail: [abdurazova.perizat@okmpu.kz](mailto:abdurazova.perizat@okmpu.kz)

## Ru ЖӘНЕ Rh ПРОМОТОРЛАНҒАН ҚАҢҚАЛЫ НИКЕЛЬ КАТАЛИЗАТОРЛАРЫНЫҢ МАЙ АЛЬДЕГИДІН ГИДРЛЕУ РЕАКЦИЯСЫНДАҒЫ КАТАЛИТИКАЛЫҚ ҚАСИЕТТЕРІ

**Егембердиева Салтанат** — PhD, Химия кафедрасы, Ө. Жәнібеков атындағы ОҚПУ, Шымкент, Қазақстан,

E-mail: [saltanat\\_2207@mail.ru](mailto:saltanat_2207@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0002-7241-9762>;

**Абдуразова Перизат** — PhD, қауымдастырылған профессор, Химия кафедрасы, Ө. Жәнібеков атындағы ОҚПУ, Шымкент, Қазақстан,

E-mail: [abdurazova.perizat@okmpu.kz](mailto:abdurazova.perizat@okmpu.kz), <https://orcid.org/0000-0002-5244-7678>;

**Туртабаев Сарсенбек** — техника ғылымдарының докторы, профессор, Химия кафедрасы, Ө. Жәнібеков атындағы ОҚПУ, Шымкент, Қазақстан,

E-mail: [sarsenbek.turtabayev@mail.ru](mailto:sarsenbek.turtabayev@mail.ru), <https://orcid.org/0009-0005-4284-5276>;

**Шитыбаев Серикбек** — химия ғылымдарының кандидаты, доцент, Химия кафедрасы, Ө. Жәнібеков атындағы ОҚПУ, Шымкент, Қазақстан,

E-mail: [shitibaev.serikbek@mail.ru](mailto:shitibaev.serikbek@mail.ru), <https://orcid.org/0009-0004-3819-6675>;

**Керимбаева Куляш** — техника ғылымдарының кандидаты, доцент, Химия кафедрасы, Ө. Жәнібеков атындағы ОҚПУ, Шымкент, Қазақстан,

E-mail: [kulyash\\_62@mail.ru](mailto:kulyash_62@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0001-8902-9958>.

**Аннотация.** Альдегидтерді селективті гидрлеу реакциялары органикалық синтез, мұнай-химия және фармацевтикалық өндірістерде маңызды орын алады, алайда бұл процестердің тиімділігі катализатордың белсенділігі, селективтілігі және тұрақтылығымен тікелей байланысты. Мұндай реакциялар арқылы әртүрлі спирттер алынып, олар кейінгі химиялық синтездерде маңызды аралық өнімдер ретінде қолданылады. Никель негізіндегі катализаторлар кеңінен қолданылғанымен, олардың құрылымдық тұрақтылығы мен реакциялық ортаға сезімталдығы қолдану аясын шектейді. Сонымен қатар ұзақ уақыт жұмыс істеу барысында катализатордың белсенді орталықтарының азаюы және құрылымдық өзгерістері де байқалуы мүмкін. Осыған байланысты никель катализаторларын асыл металдармен промоторлау арқылы олардың каталитикалық қасиеттерін жақсарту өзекті ғылыми мәселе болып табылады. Осы зерттеудің мақсаты рутений (Ru) және родий (Rh) промоторларымен модификацияланған қаңқалы никель катализаторларының май альдегидін гидрлеу процесіндегі каталитикалық белсенділігін, селективтілігін және тұрақтылығын эксперименттік тұрғыда бағалау болып табылады. Гидрлеу реакциялары сұйық фазада, атмосфералық қысымда, су және этанол орталарында жүргізілді. Катализаторлардың қасиеттері сутегінің сіңіру кинетикасы, активация энергиясы, адсорбциялық сипаттамалары, сондай-ақ рентгенқұрылымдық, электронды-микроскопиялық және ИҚ-спектрлік әдістер көмегімен зерттелді. Сонымен қатар катализаторлардың беткі құрылымы мен дисперстілігіне әсер ететін факторлар да талданды. Зерттеу нәтижелері Ni–1,0 % Ru және Ni–1,0 % Rh катализаторларының сутегінің сіңіру жылдамдығы қалыпты никельмен салыстырғанда сәйкесінше 2,2 және 1,7 есе артатынын көрсетті. Гидрлеу реакциясы жоғары селективтілікпен өтіп, негізгі өнім ретінде n-бутил спирті түзілді; оның шығымы Ni–Ru жүйесінде 98–99%, ал Ni–Rh катализаторында 95–96 % құрады. Құрылымдық және адсорбциялық деректер промоторлардың катализатор бөлшектерінің дисперстілігін арттырып, адсорбцияланған сутегінің көлемін ұлғайтатынын көрсетті. Су ортасының қолданылуы катализатор деградациясын баяулатып, реакция тиімділігін арттыратыны анықталды. Алынған нәтижелер Ni–Ru және Ni–Rh катализаторларының селективті және энергия үнемдейтін гидрлеу процестері үшін перспективалы жүйелер екенін дәлелдейді.

**Түйін сөздер:** никель катализаторы, рутений, родий, гидрлеу, адсорбция, селективтілік, тұрақтылық

© Егембердиева С.Ж., Абдуразова П., Туртабаев С.К., Шитыбаев С.А., Керимбаева К.З., 2026.

Южно-Казахстанский педагогический университет имени Ө. Жәнібеков,  
Шымкент, Казахстан.

E-mail: [abdurazova.perizat@okmpu.kz](mailto:abdurazova.perizat@okmpu.kz)

## КАТАЛИТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СКЕЛЕТНЫХ НИКЕЛЕВЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ, ПРОМОТИРОВАННЫХ Ru И Rh, В РЕАКЦИИ ГИДРИРОВАНИЯ МАСЛЯНОГО АЛЬДЕГИДА

**Егембердиева Салтанат** — PhD, кафедра «Химия», ЮКПУ имени Ө. Жәнібекова, Шымкент, Казахстан,

E-mail: [saltanat\\_2207@mail.ru](mailto:saltanat_2207@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0002-7241-9762>;

**Абдуразова Перизат** — PhD, ассоциированный профессор, кафедра «Химия», ЮКПУ имени Ө. Жәнібекова, Шымкент, Казахстан,

E-mail: [abdurazova.perizat@okmpu.kz](mailto:abdurazova.perizat@okmpu.kz), <https://orcid.org/0000-0002-5244-7678>;

**Туртабаев Сарсенбек** — доктор технических наук, профессор, кафедра «Химия», ЮКПУ имени Ө. Жәнібекова, Шымкент, Казахстан,

E-mail: [sarsenbek.turtabayev@mail.ru](mailto:sarsenbek.turtabayev@mail.ru), <https://orcid.org/0009-0005-4284-5276>;

**Шитыбаев Серикбек** — кандидат химических наук, доцент, кафедра «Химия», ЮКПУ имени Ө. Жәнібекова, Шымкент, Казахстан,

E-mail: [shitibaev.serikbek@mail.ru](mailto:shitibaev.serikbek@mail.ru), <https://orsid.org/0009-0004-3819-6675>;

**Керимбаева Куляш** — кандидат технических наук, доцент, кафедра «Химия», ЮКПУ имени Ө. Жәнібекова, Шымкент, Казахстан,

E-mail: [kulyash\\_62@mail.ru](mailto:kulyash_62@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0001-8902-9958>.

**Аннотация.** Реакции селективного гидрирования альдегидов занимают важное место в органическом синтезе, нефтехимической и фармацевтической промышленности, при этом эффективность данных процессов определяется активностью, селективностью и стабильностью применяемых катализаторов. С использованием таких реакций получают спирты, широко применяемые в качестве промежуточных соединений в химическом синтезе. Несмотря на широкое распространение никелевых катализаторов, их структурная нестабильность и чувствительность к условиям реакции ограничивают практическое применение. Кроме того, в процессе длительной эксплуатации наблюдается снижение активности каталитических центров и изменение структуры катализатора. В связи с этим улучшение каталитических свойств никелевых катализаторов путём их промотирования благородными металлами является актуальной научной задачей. Целью исследования является экспериментальная оценка активности, селективности и стабильности скелетных никелевых катализаторов, модифицированных рутением (Ru) и родием (Rh), в реакции гидрирования масляного альдегида. Реакции гидрирования проводились в жидкой фазе при атмосферном давлении в водной и этанольной средах. Свойства катализаторов исследованы методами кинетики поглощения водорода, определения энергии активации и адсорбционных характеристик, а также с применением рентгеноструктурного анализа, электронной микроскопии и инфракрасной

спектроскопии. Результаты показали, что скорость поглощения водорода катализаторами Ni–1,0 % Ru и Ni–1,0 % Rh увеличивается соответственно в 2,2 и 1,7 раза по сравнению с немодифицированным никелем. Реакция гидрирования протекает с высокой селективностью с образованием *n*-бутилового спирта как основного продукта; его выход составляет 98–99 % для системы Ni–Ru и 95–96 % для системы Ni–Rh. Установлено, что введение промоторов повышает дисперсность частиц катализатора и увеличивает количество адсорбированного водорода. Также показано, что использование водной среды замедляет деградацию катализатора и повышает эффективность процесса. Полученные результаты свидетельствуют о перспективности катализаторов Ni–Ru и Ni–Rh для селективных и энергоэффективных процессов гидрирования.

**Ключевые слова:** никелевый катализатор, рутений, родий, гидрирование, адсорбция, селективность, устойчивость

**Кіріспе.** Каталитикалық гидрлеу реакциялары қанықпаған органикалық қосылыстарды селективті түрде тотықсыздандырудың негізгі әдістерінің бірі болып табылады және химия, мұнай-химия, фармацевтика мен материалтану салаларында кеңінен қолданылады. Мұндай процестердің тиімділігі катализатордың табиғатына, беттік және электрондық құрылымына, сондай-ақ реакциялық ортаның параметрлеріне тікелей тәуелді екені көптеген зерттеулерде көрсетілген (Bond, 2012; Somorjai and Li, 2010). Әсіресе сұйық фазада жүретін гидрлеу реакцияларында еріткіштің сутегінің ерігіштігіне және беттік тасымал процестеріне әсері маңызды рөл атқарады (Chen et al., 2020).

Никель негізіндегі катализаторлар сутегіні адсорбциялау және активтендіру қабілетінің жоғары болуына байланысты альдегидтер мен кетондарды гидрлеу реакцияларында кең қолданылады (Bartholomew and Farrauto, 2011). Сонымен қатар никельдің салыстырмалы түрде арзандығы оны өнеркәсіптік катализ үшін тартымды етеді. Алайда қаңқалы никель катализаторларының құрылымдық тұрақтылығының шектеулі болуы, агрегацияға бейімділігі және реакциялық ортаға сезімталдығы олардың ұзақ мерзімді қолданылуын қиындатады (Satterfield, 1991).

Зерттеудің мақсаты – рутений (Ru) және родий (Rh) промоторларымен модификацияланған қаңқалы никель катализаторларының май альдегидін гидрлеу реакциясындағы каталитикалық белсенділігі, селективтілігі және тұрақтылығының өзгеру заңдылықтарын анықтау. Сонымен қатар промотор металдардың катализатордың құрылымдық, адсорбциялық және электрондық қасиеттеріне әсерін бағалау, сондай-ақ реакциялық ортаның (су және этанол) гидрлеу процесінің кинетикалық параметрлеріне ықпалын зерттеу көзделді.

Осыған байланысты жұмыста келесі зерттеу сұрағына жауап ізделді: рутений және родиймен модификацияланған никель катализаторлары май альдегидін гидрлеу реакциясында каталитикалық белсенділік пен селективтілікті қандай механизмдер арқылы арттырады және еріткіш табиғаты катализатордың тиімділігі мен тұрақтылығына қалай әсер етеді? Бұл сұрақты талдау биметаллды Ni–Ru және Ni–Rh катализаторларының каталитикалық қасиеттерінің қалыптасу заңдылықтарын түсіндіруге және селективті гидрлеу процестері үшін тиімді каталитикалық жүйелерді ғылыми тұрғыдан негіздеуге мүмкіндік береді.

**Әдеби шолу.** Катализатордың тиімділігі тек оның химиялық құрамымен ғана

емес, сонымен бірге беткі қабаттағы белсенді орталықтардың табиғатымен, бөлшектердің дисперстілігімен және электрондық қасиеттерімен де анықталады. Қаңқалы никель жүйелерінде гидрлеу процесінің жылдамдығы көбіне сутегінің диссоциативті адсорбциясына, атомдық сутегінің бет бойынша миграциясына және органикалық субстраттың адсорбциялық қасиеттеріне тәуелді болады. Осы тұрғыдан алғанда биметаллды катализаторларды қолдану катализатордың беттік энергетикасын және электрондық құрылымын өзгерту арқылы реакцияның кинетикалық параметрлерін жақсартуға мүмкіндік береді (Rodriguez et al., 2014; Wang et al., 2018).

Соңғы жылдары никель катализаторларын рутений (Ru) және родий (Rh) сияқты асыл металдармен промоторлау арқылы олардың каталитикалық қасиеттерін жақсарту бағыты белсенді дамып келеді. Әдеби деректерде Ni–Ru және Ni–Rh биметаллды жүйелерінде айқын синергетикалық әсер байқалатыны, бұл сутегінің диссоциативті адсорбциясын және бет бойынша тасымалдануын күшейтетіні көрсетілген (Chen et al., 2017; van der Wal et al., 2015). Рутений мен родий никельдің электрондық күйін өзгертіп, белсенді орталықтардың энергетикалық біртектілігін арттырады, нәтижесінде реакция жылдамдығы мен селективтілігі жоғарылайды (Zhang et al., 2016; Wang et al., 2018).

Ru және Rh атомдары сутегіні активтендіру қабілеті жоғары орталықтар ретінде әрекет етеді және никель бетінде атомдық сутегінің түзілуін жеңілдетеді. Сонымен қатар бұл металдар никель бөлшектерінің шамадан тыс іріленуін тежеп, ұсақ дисперсті құрылымның қалыптасуына ықпал етеді. Мұндай құрылымдық өзгерістер нәтижесінде катализатордың меншікті бет ауданы артып, альдегид молекулаларының адсорбциясы мен гидрлену реакциясының тиімділігі жоғарылайды (Zhu et al., 2019; Alonso et al., 2012).

Сонымен қатар, сұйық фазалы гидрлеу процестерінде еріткіштің табиғаты промоторланған никель катализаторларының белсенділігі мен тұрақтылығына айтарлықтай ықпал етеді. Су ортасының катализатор деградациясын баяулататыны және белсенді орталықтардың сақталуына қолайлы жағдай жасайтыны бірқатар жұмыстарда атап өтілген (Liu et al., 2021; Wang et al., 2022). Полярлы еріткіш ретінде су реакция өнімдерінің десорбциясын жеңілдетіп, катализатор бетінің улануын азайтуы мүмкін. Ал этанол сияқты органикалық еріткіштерде адсорбциялық тепе-теңдік өзгеше қалыптасып, кей жағдайда органикалық молекулалардың катализатор бетімен өзара әрекеттесуі күшейеді (Chen et al., 2020). Дегенмен, май альдегидін гидрлеу реакциясында Ni–Ru және Ni–Rh катализаторлары үшін промотор үлесінің, еріткіш табиғатының және адсорбциялық қасиеттердің өзара байланысы толық жүйеленбеген. Осыған байланысты биметаллды никель катализаторларының каталитикалық мінез-құлқын терең зерттеу олардың белсенділігі мен тұрақтылығының негізгі факторларын анықтауға мүмкіндік береді.

**Материалдар мен әдістер.** Бұл зерттеуде май альдегидін гидрлеу үшін қаңқалы никель катализаторларының рутений (Ni–Ru) және родиймен (Ni–Rh) промоторланған қатарлары қолданылып, олардың адсорбциялық және каталитикалық қасиеттері бірдей шарттарда салыстырылды. Реакциялар су мен этанол орталарында, 15–25 °C диапазонда, атмосфералық қысымда ( $\approx 0,1$  МПа; 760 мм сын.бағ.) жүргізілді; бұл режим патенттік сипаттамада берілген пайдалы модель параметрлеріне сәйкес келеді.

Катализатор үлгілерін салыстырмалы түрде зерттеу үшін барлық тәжірибелер бірдей эксперименттік жағдайларда жүргізілді. Бұл тәсіл промоторлардың әсерін бөгде факторлардың ықпалынсыз бағалауға мүмкіндік береді. Әрбір катализатор тәжірибеге дейін сутегі атмосферасында алдын ала активтендірілді, бұл металл фазасының толық қалыптасуына және белсенді орталықтардың тұрақтануына жағдай жасайды (Bartholomew and Farrauto, 2011). Реакция барысында температура мен қысымның тұрақтылығы үздіксіз бақыланып отырды.

Май альдегидінің бастапқы концентрациясы әдетте жылдамдыққа әсер етпейді және процесс нөлінші ретті кинетикамен сипатталады; тек ерітіндідегі концентрацияны шамамен екі есеге ( $\approx 2,2$  ммоль-ге дейін) арттырғанда уақытша жылдамдық өсімі байқалады, ал әрі қарай ұлғайту катализатор бетінің органикалық молекулалармен жабылуын күшейтіп, жылдамдықтың төмендеуіне әкеледі. Осыған байланысты лимиттеуші саты ретінде сутегінің активтенуі анықталды: белсенді сутегі қоры азайғанда гидрлеу бағыты бәсеңдеп, деструктивтік (ыдырау) жолдың үлесі артады.

Каталитикалық өлшеулер үшін уақытқа байланысты сутегінің сіңірілген көлемі ( $V$ , мл  $H_2$ ) тіркеліп, сол бойынша минутына және катализатор грамына келтірілген гидрлеу жылдамдығы ( $W$ , мл  $H_2$ /мин·г·кат) есептелді; параллель түрде потенциометриялық бақылауда жүйенің электрлік потенциалы ( $E$ , мВ) үздіксіз мониторингтелді. Кинетикалық қисықтарда ордината осінің жоғары бөлігінде  $W(t)$ , төменгі бөлігінде  $E(t)$ , ал абсциссада  $V$  бейнеленді; бұл бірізді хаттама Ni–Ru және Ni–Rh жүйелеріне де, су мен этанол ортасына да бірдей қолданылды.

Қаңқалы Ni ( $\approx 50\%$  Al) үшін қанығу потенциалы шамамен 700 мВ, ал Ru немесе Rh-пен промоторланған нұсқаларында  $\approx 650$  мВ деңгейінде байқалды. Алғашқы минуттарда катализатор белсенділігін салыстыру үшін енгізу сәтіндегі анодтық ығысу ( $\Delta E$ ) мен осы интервалда сіңген  $H_2$  көлемі пайдаланылды:  $\Delta E$  төмендеген сайын адсорбция күшінің әлсіреуімен қатар  $W$  артады. Су ерітіндісінде Ni–Ru қатарында белсенділік айқын максимумға 1,0 % Ru құймасында жетіп, сутегінің сіңіру жылдамдығы қаңқалы никельге қарағанда шамамен 2,2 есе жоғары болды. Ru мөлшерін әрі қарай көбейту белсенділіктің төмендеуіне әкелді. Этанол ортасында Ni–Ru жүйелері үшін белсенділік Ru үлесі артқан сайын біртіндеп өсіп, шамамен 10 % Ru құрамында қаңқалы никельмен салыстырғанда  $\approx 1,8$  есе жоғары мәнге жетті. Екі ортада да реакциялар бәсеңдеуші жылдамдықпен жүрді және гидрлеу аяқталғаннан кейін катализатор потенциалы қанығу мәніне толық жетпей қалды, бұл өнімдердің бетте қайтымсыз адсорбциясымен түсіндіріледі. Ni–Rh жүйелері үшін де ұқсас заңдылықтар байқалды: суда ең жоғары белсенділік 1,0 % Rh құрамында тіркеліп, сутегінің сіңіру жылдамдығы қаңқалы никельге қарағанда шамамен 1,7 есе жоғары болды. Ал этанол ортасында Rh мөлшерінің артуымен белсенділік біртіндеп өсіп, шамамен 10 % Rh деңгейінде қаңқалы Ni-мен салыстырғанда  $\approx 2,2$  есе жоғары көрсеткішке жетті.

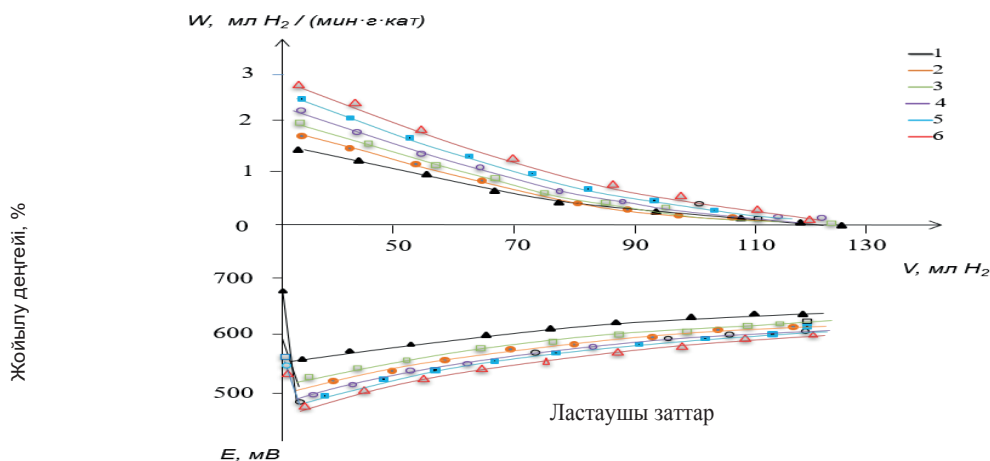
Катализаторлардың тұрақтылығын бағалау үшін әрбір үлгіде үш тізбекті (кезекті) сынама жүргізілді. Әрбір келесі циклде реакция жылдамдығының белгілі бір төмендеуі байқалғанымен, су ортасында промоторланған жүйелер

этанол ортасына қарағанда айқынырақ тұрақтылық көрсетті. Бұл құбылыс этанол ерітіндісінде органикалық өнімдердің катализатор бетіне салыстырмалы түрде күштірек адсорбциялануымен түсіндіріледі, соның салдарынан белсенді орталықтардың уақытша бітелуі жиірек байқалады. Адсорбциялық сипаттамалар термодесорбция және кондуктометрия әдістерімен анықталды. Ru немесе Rh енгізу әлсіз адсорбцияланған сутегінің үлесін және жалпы адсорбцияланған H<sub>2</sub> мөлшерін арттырды, сонымен бірге сутегі байланысының энергиясын күшейтті. Нәтижесінде белсенді орталықтардағы сутегінің бет бойынша тасымалы жеңілдеп, айқын активтендіру энергиясы төмен аймаққа ығысты. Реакция өнімдерінің құрылымын анықтау мақсатында n-бутил спиртінің ИҚ спектрлері тіркелді. ИҚ-Фурье спектроскопиялық талдау нәтижесінде O–H тобының валенттік тербелісі 3329 см<sup>-1</sup> жиілікте, деформациялық O–H тербелісі шамамен 1338 см<sup>-1</sup> аймағында, ал біріншілік спирттерге тән C–O валенттік тербелісі 1072 см<sup>-1</sup> жиілікте байқалды. Бұл мәліметтер гидрлеу реакциясының негізгі өнімі ретінде n-бутил спиртінің түзілетінін растады. Жалпы алғанда, қолданылған кинетикалық-потенциометриялық хаттама және адсорбциялық сипаттамаларды кешенді талдау промоторланған қаңқалы никель жүйелерінің белсенділік-тұрақтылық теңгерімін, сондай-ақ еріткіштің (су/этанол) рөлін салыстырмалы түрде бағалауға мүмкіндік берді. Алынған кинетикалық деректердің сенімділігін қамтамасыз ету үшін барлық тәжірибелер бірнеше рет қайталанып жүргізілді, ал нәтижелер арасындағы айырмашылық 5–7 % шегінде болды.

**Нәтижелер.** Май альдегидін гидрлеу реакциясында қаңқалы никель катализаторларын рутениймен (Ni–Ru) және родиймен (Ni–Rh) промоторлау олардың белсенділігі мен селективтілігін айтарлықтай өзгертетіні тәжірибелермен дәлелденді. Зерттеу нәтижелері көрсеткендей, сутегінің сіңірілу жылдамдығы мен реакцияның кинетикалық параметрлері еріткіш табиғатына және промотор үлесіне тәуелді сипат алды. Алынған нәтижелер биметаллды катализаторлардың каталитикалық қасиеттері олардың құрылымдық және электрондық параметрлерімен тығыз байланысты екенін көрсетті. Ru және Rh енгізу никель бөлшектерінің дисперстілігін арттырып қана қоймай (Zhu et al., 2019; Zhang et al., 2016), катализатор бетінің электрондық құрылымын да өзгертеді. Мұндай өзгерістер альдегид молекулаларының адсорбция энергиясына әсер етіп, гидрлеу реакциясының селективті жолмен жүруіне қолайлы жағдай жасайды.

Кинетикалық қисықтар (1-сурет, 1-кесте) май альдегидінің гидрлеу реакциясы бәсеңдеуші жылдамдықпен жүретінін көрсетті, бұл сұйық фазалы гидрлеу процестеріне тән құбылыс болып табылады және адсорбцияланған сутегінің біртіндеп таусылуымен түсіндіріледі (Satterfield, 1991). Су ерітіндісінде Ni–1,0 % Ru катализаторы үшін сутегіні сіңіру жылдамдығы қаңқалы никельмен салыстырғанда 2,2 есе жоғары болды. Алайда Ru мөлшері 1,0 %-дан асқанда белсенділіктің төмендеуі байқалды. Бұл құбылыс асыл металдардың артық мөлшерде енгізілуі кезінде никельдің белсенді орталықтарының ішінара экранирленуімен және беттік қайта құрылымдануымен байланысты болуы мүмкін (Rodriguez et al., 2014; Zhang et al., 2016). Этанол ортасында да ұқсас тәуелділік

сақталғанымен, реакция жылдамдығының абсолюттік мәндері төменірек болды, бұл еріткіштің сутегінің ерігіштігіне және диффузиялық қасиеттеріне байланысты (Bond, 2012; Chen et al., 2020). Полярлы орта ретінде су сутегінің катализатор бетіне жеткізілуін жеңілдетіп, реакция өнімдерінің десорбциясын тездетуі мүмкін, ал этанолда органикалық молекулалардың адсорбциясы күштірек жүреді. Сондықтан су ерітіндісінде гидрлеу жылдамдығы жоғары және катализатордың тұрақтылығы да жақсы байқалады.



Сурет 1 – Құрамында Ru қоспасы 0,5–10,0 % аралығында болатын қаңқалы Ni катализаторларындағы май альдегидінің гидрлену процесінің кинетикалық және потенциометриялық тәуелділіктері. T = 20°C; P(H<sub>2</sub>) = 0,1 МПа; (1а, еріткіш – су. 1б- реакция ортасы – этанол)

Кесте 1 - Май альдегидінің гидрлену реакциясының тиімділігіне әсер ететін әртүрлі еріткіштердегі катализатор үлгілерінің салыстырмалы сипаттамасы

Қоспа	Қоспа саны, %масс	Sменш.,м <sup>2</sup> /г	H <sub>2</sub> O		CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> OH	
			W,мл(H <sub>2</sub> ) /мин·г·кат	ΔE,мВ	W,мл(H <sub>2</sub> ) /мин·г·кат	ΔE,мВ
Ru	0,5	102	2,8	100	1,8	115
	1,0	110	4,3	80	2,0	110
	3,0	106	3,7	90	2,3	118
	5,0	105	3,5	95	2,5	120
	10,0	98	2,3	110	2,8	125
Ni <sub>скел.</sub>	-	105	2,1	120	1,5	140

Қайталанған сынамалар бойынша су ерітіндісінде реакция жылдамдығы этанолға қарағанда жоғары және катализаторлардың деградациясы баяу жүрегіні анықталды. Белсенді катализатор үшін айқын активтендіру энергиясы 5,3–9,2 ккал/моль аралығында болады. Мұндай салыстырмалы түрде төмен мәндер гидрлеу реакциясының сутегінің активтенуімен шектелетінін және промотор

енгізу бұл сатының энергетикалық тосқауылын төмендететінін көрсетеді.

Жүргізілген тәжірибелер нәтижелеріне сәйкес, Ni–Rh жүйелері үшін ең жоғары белсенділік 1,0 % Rh құрамында байқалды, бұл кезде сутегіні сіңіру жылдамдығы қалыпты Ni-мен салыстырғанда 1,7 есе артты. Родийдің сутегіні активтендіру қабілетінің жоғары болуы және оның никельдің электрондық күйіне әсері бұл нәтижені түсіндіреді (Wang et al., 2018). Rh мөлшерінің артуымен этанол ортасында реакция жылдамдығының біртіндеп өсуі сутегінің «spillover» механизмімен және биметаллды беттердің қалыптасуымен байланысты болуы мүмкін (Li et al., 2019). Тізбекті сынамаларда жылдамдықтың төмендеу тенденциясы судағы катализаторлардың тұрақтылығының жоғары екенін көрсетті (2-кесте).

Кесте 2 - Су және этанол орталарында май альдегидін гидрлеу тиімділігіне әсер ететін катализаторлардың құрамдық және белсенділік сипаттамалары

Қоспа	Қоспа саны, %масс	Сменш., м <sup>2</sup> /г	H <sub>2</sub> O		CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> OH	
			W, мл(H <sub>2</sub> ) /мин·г·кат	ΔE, мВ	W, мл(H <sub>2</sub> ) /мин·г·кат	ΔE, мВ
Rh	0,5	114	3,1	105	2,3	120
	1,0	120	3,6	95	2,5	115
	3,0	110	2,8	110	3,1	125
	5,0	105	2,5	115	3,3	130
	10,0	103	2,4	120	3,5	135
Ni <sub>скала</sub>	-	83	2,1	120	1,5	140

Рентгенографиялық және электронды микроскопиялық зерттеулер Ru және Rh қоспалары катализатор бөлшектерінің дисперстілігін арттырып, меншікті бет ауданын ұлғайтатынын көрсетті. Мұндай құрылымдық өзгерістер асыл металдардың никельдің қайта кристалдануын тежеу арқылы ұсақ дисперсті құрылым түзуіне байланысты екені әдебиетте көрсетілген (Ertl et al., 2008; Zhu et al., 2019). Белсенді бет ауданының артуы реакция жылдамдығының жоғарылауына тікелей ықпал етеді, себебі гидрлеу процестерінде жылдамдық көбіне сутегінің активтену сатысымен шектеледі (Somorjai and Li, 2010).

3-кестеде ұсынылған мәліметтер қаңқалы никель катализаторының адсорбциялық қасиеттерін айқын көрсетеді: адсорбцияланған сутегінің көлемі 17,6 мл/г, ал меншікті беттік ауданы 63,8 м<sup>2</sup>/г құрайды. Промотор элементтерін енгізу бұл көрсеткіштерді едәуір арттырады — Ru бар катализатор үшін мәндер 26,4 мл/г және 96,0 м<sup>2</sup>/г, ал Rh бар катализаторда тиісінше 30,0 мл/г және 110,0 м<sup>2</sup>/г деңгейіне дейін өседі. Мұндай өзгерістер катализатор бетінде реакцияға қабілетті орталықтардың саны артқанын және сутегінің адсорбциялану қабілеті жоғарылағанын көрсетеді. Сонымен қатар әлсіз байланысқан сутегінің үлесінің артуы гидрлеу реакциясының жылдам жүруіне қолайлы жағдай жасайды.

Кесте 3- Май альдегидін сорбцияланған сутегімен гидрлеу реакциясында промоторлардың әсерін көрсететін катализатор үлгілерінің салыстырмалы сипаттамалары

Промотор	H <sub>2</sub> , мл/г			Термодесорбция, мл/г	S, м <sup>2</sup> /г		Металдық беті, %
	барлығы	әлсіз	тұрақты, %		БЭТ	H <sub>2</sub>	
Қоспасыз	42,8	17,6	59,0	42,0	83,0	63,8	74
Ru	48,0	26,4	45,0	45,0	110,0	96,0	87
Rh	49,4	30,0	41,0	47,0	120,0	110,0	89

Термодесорбция және кондуктометрия мәліметтері бойынша рутений мен родий қоспалары катализатор бетінде әлсіз адсорбцияланған сутегінің үлесін арттырып, оның жалпы көлемін 45–47 мл/г деңгейіне дейін көтерді. Белсенді орталықтар саны өзгермегенмен, адсорбция энергиясы артқаны белсенділікке тікелей әсер етті. Бұл нәтижелер биметаллды жүйелерде сутегінің активтену сатысы жеңілдейтінін және реакция жылдамдығының артуы осы факторлармен байланысты екенін көрсетеді.

4-кесте нәтижелері бойынша қалыпты Ni катализаторының селективтілігі салыстырмалы түрде төмен ( $\approx 0,56$ ), ал Ni–1,0 % Ru және Ni–1,0 % Rh жүйелерінде бұл көрсеткіш 0,9-дан жоғары мәнге жетті. Бұл рутений мен родийдің сутегімен байланысты белсенді орталықтардың электрондық қасиеттерін оңтайландыруымен түсіндіріледі (Rodriguez et al., 2014; Wang et al., 2018).

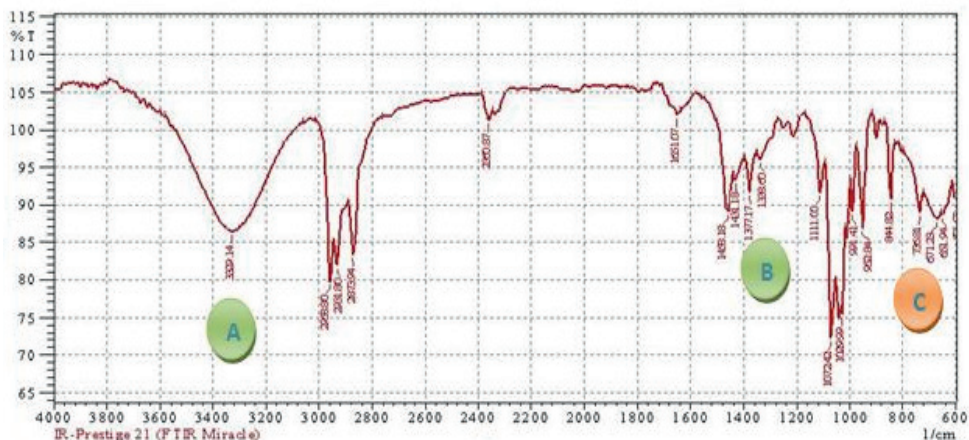
Кесте 4 - Су және этанол орталарында май альдегидінің толық емес гидрлену өнімдерінің салыстырмалы құрамдары мен S-селективтілік шамалары

Катализатор	Еріткіш	Сіңірілген H <sub>2</sub> , моль	май альдегиді	бутил спирті	пропан	S, %
Nick.	H <sub>2</sub> O	0,25	52,0	35,8	12,2	59
		0,5	37,5	41,0	21,5	
		0,75	19,0	48,2	32,8	
Ni-1,0% Ru	H <sub>2</sub> O	0,25	56,2	41,5	2,3	94
		0,5	47,3	50,3	2,4	
		0,75	10,1	87,1	2,8	
Ni-1,0% Rh	H <sub>2</sub> O	0,25	62,3	35,2	2,5	92
		0,5	47,5	48,9	3,6	
		0,75	11,8	83,5	4,7	
Nick.	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	0,25	54,2	31,5	14,3	56
		0,5	39,5	37,0	23,8	
		0,75	20,6	43,8	35,6	
Ni-10,0%Ru	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	0,25	60,7	33,5	5,8	79
		0,5	45,6	48,1	6,3	
		0,75	26,0	67,2	6,8	

Ni-10,0%Rh	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	0,25	57,3	39,5	3,2	82
		0,5	48,8	46,7	4,5	
		0,75	22,3	72,5	5,2	

Бутил спиртінің құрылымы ИҚ-спектр арқылы расталды (2-сурет). Реакция барысында бутил спирті концентрациясы альдегид жойылғаннан кейін тез өседі, ал қосымша өнім пропан деструктивтік жолмен түзіледі. Негізгі өнім шығымы Ni-1,0 % Ru катализаторында 98–99 %, Ni-1,0 % Rh жүйесінде 95–96 % құрады.

Май альдегидінің гидрлену өнімдерінің құрылымдық ерекшеліктерін айқындау мақсатында ИҚ-спектрлер 600–4000 см<sup>-1</sup> жиілік аймағында «Shimadzu IR Prestige-21» ИҚ-Фурье спектрометрінде (ATR приставкасымен) тіркелді. ИҚ-спектрлік талдау нәтижелері н-бутил спиртінің құрылымдық ерекшеліктерін айқын көрсетті. А – сутегі байланысы арқылы байланысқан О–Н тобының валенттік тербелісі 3329 см<sup>-1</sup> жиілікте байқалды; В–О–Н тобының С–Н жазықтық тербелістерімен күшейтілген деформациялық тербелісі 1338 см<sup>-1</sup> маңында тіркелді; С – біріншілік спиртке тән С–О валенттік тербелісі 1072 см<sup>-1</sup> жиілікте көрінді.



Сурет 2 - н-бутил спиртінің ИҚ спектрі

Гидрлеу процесі барысында жүйеде бутил спирті мен пропанның түзілуі бір мезгілде басталады. Бутил спиртінің концентрациясының артуы май альдегидінің ерітіндіден толық жойылуымен сәйкес келеді. Су ортасында жүргізілген гидрлеу реакциясының соңында негізгі өнім болып табылатын н-бутил спиртінің шығымы Ni-1,0 % Ru катализаторында 98–99 %, ал Ni-1,0 % Rh катализаторында 95–96 % деңгейінде анықталды. Бұл нәтижелер асыл металдардың альдегид тобының селективті адсорбциясын күшейтіп, көмірсутектік деструкция жолдарын тежейтіні туралы әдеби мәліметтермен сәйкес келеді (Alonso et al., 2012; Wang et al., 2022).

Талқылау. Әдеби деректерге сәйкес, биметаллды Ni-Ru және Ni-Rh жүйелерінде сутегінің активтенуі екі түрлі механизм (Rodriguez et al., 2014; Li et al., 2019)

арқылы жүруі мүмкін: біріншісі – асыл металл бетінде сутегінің диссоциативті адсорбциясы, екіншісі – пайда болған атомдық сутегінің никель бетіне миграциясы. Осындай механизм нәтижесінде реакцияға қатысатын белсенді сутегінің концентрациясы артып, гидрлеу процесінің жалпы жылдамдығы жоғарылайды. Сонымен қатар промотор металдардың енгізілуі катализатордың тұрақтылығын арттырып, бөлшектердің агрегациясын тежейді (Liu et al., 2021). Мұндай әсер әсіресе аз мөлшердегі асыл металдарды енгізгенде айқын байқалады, себебі бұл жағдайда никель бетінде жаңа биметаллды белсенді орталықтар қалыптасады.

Алынған нәтижелер никель катализаторларын рутений және родиймен модификациялау май альдегидін гидрлеу процесінде жоғары белсенділік, селективтілік және тұрақтылыққа қол жеткізудің тиімді тәсілі екенін көрсетеді. Бұл тұжырымдар сұйық фазалы гидрлеу процестеріне арналған заманауи, энергия үнемдейтін каталитикалық жүйелерді жобалау үшін маңызды ғылыми негіз қалыптастырады (Li et al., 2023).

**Зерттеу нәтижелері** еріткіш табиғатының да маңызды рөл атқаратынын көрсетті. Су ортасында реакция жылдамдығы жоғары және катализатор деградациясы баяу жүретіні анықталды. Бұл құбылыс су молекулаларының катализатор бетінде органикалық өнімдердің шамадан тыс адсорбциясын әлсіретуімен және белсенді орталықтардың бітелуін азайтуымен түсіндіріледі. Сонымен қатар су ортасы сутегінің катализатор бетіне жеткізілуін жеңілдетіп, реакция өнімдерінің десорбциясын тездетуі мүмкін. Ал этанол ортасында органикалық молекулалардың беттік адсорбциясы күштірек болғандықтан реакция жылдамдығы салыстырмалы түрде төменірек байқалды.

Алынған нәтижелер биметаллды катализаторлардың құрылымдық және электрондық қасиеттерін мақсатты түрде өзгерту арқылы олардың каталитикалық сипаттамаларын тиімді басқаруға болатынын көрсетті. Ru және Rh сияқты асыл металдарды аз мөлшерде енгізу никель катализаторларының белсенділігін арттырып қана қоймай, олардың ұзақ уақыт тұрақты жұмыс істеу қабілетін де жақсартады. Бұл металдар сутегінің диссоциативті адсорбциясын жеңілдетіп, атомдық сутегінің никель беті бойынша миграциясын күшейтеді, нәтижесінде гидрлеу процесінің тиімділігі жоғарылайды. Сонымен қатар промоторлар никель бөлшектерінің агрегациясын тежеп, катализатор құрылымының тұрақтылығын қамтамасыз етеді.

Практикалық тұрғыдан алғанда, анықталған заңдылықтар энергия шығыны төмен, селективтілігі жоғары және ұзақ уақыт бойы белсенділігін сақтайтын гидрлеу катализаторларын жасау үшін маңызды. Мұндай жүйелер органикалық синтезде, мұнай-химия өндірісінде және оттекті органикалық қосылыстарды селективті тотықсыздандыру процестерінде қолданылуы мүмкін. Зерттеу нәтижелері Ni–Ru және Ni–Rh катализаторларының сұйық фазалы гидрлеу реакцияларында жоғары тиімділік көрсететін перспективалы каталитикалық жүйелер екенін дәлелдейді.

**Қорытынды.** Жүргізілген зерттеу май альдегидін гидрлеу реакциясында қаңқалы никель катализаторларын рутений және родиймен промоторлау олардың

каталитикалық белсенділігі, селективтілігі және тұрақтылығын айтарлықтай арттыратынын көрсетті. Эксперименттік нәтижелер Ni–Ru және Ni–Rh биметаллды жүйелерінің қалыпты никель катализаторымен салыстырғанда сутегіні адсорбциялау және активтендіру қабілетінің жоғары екенін растады. Су ортасында Ni–1,0 % Ru және Ni–1,0 % Rh катализаторлары үшін сутегіні сіңіру жылдамдығының сәйкесінше 2,2 және 1,7 есе артуы промоторлардың оңтайлы мөлшерде енгізілуі кезінде айқын синергетикалық әсер байқалатынын дәлелдейді. Промотор концентрациясының артуымен белсенділіктің төмендеуі катализатор бетінің қайта құрылымдануымен және белсенді орталықтардың ішінара экранирленуімен байланысты екені анықталды. Бұл құбылыс биметаллды катализаторлар үшін тән заңдылықтармен сәйкес келеді және асыл металдардың мөлшерін оңтайлы таңдаудың маңыздылығын көрсетеді.

Реакцияның жоғары селективтілігі анықталды: негізгі өнім ретінде *n*-бутил спирті түзіліп, оның шығымы Ni–1,0 % Ru жүйесінде 98–99 %, ал Ni–1,0 % Rh катализаторында 95–96 % деңгейінде болды. Қосымша өнім – пропанның аз мөлшерде түзілуі гидрлеу процесінің басым түрде селективті жолмен жүретінін көрсетеді. ИҚ-спектрлік талдау алынған өнімдердің құрылымын толық растады және негізгі өнім ретінде біріншілік спирттің түзілетінін дәлелдеді. Бұл нәтижелер катализатор бетінде альдегид тобының селективті адсорбциясы жүретінін және көмірсутектік деструкция реакцияларының үлесі айтарлықтай төмен екені айқындалды. Құрылымдық және адсорбциялық зерттеулер рутений мен родий енгізу катализатор бөлшектерінің дисперстілігін арттырып, меншікті бет ауданын және адсорбцияланған сутегінің көлемін едәуір ұлғайтатынын көрсетті. Мұндай өзгерістер катализатор бетінде белсенді орталықтардың санының артуына және реакцияға қатысатын атомдық сутегінің концентрациясының көбеюіне әкеледі. Сонымен қатар әлсіз байланысқан сутегінің үлесінің өсуі гидрлеу реакциясының жылдам жүруіне қолайлы жағдай жасайды. Активация энергиясының төмендеуі промоторланған жүйелерде сутегінің активтену сатысының жеңілдейтінін көрсетеді. Бұл факторлар реакцияның жалпы кинетикалық сипаттамаларына оң әсер етіп, процестің тиімділігін арттырады.

Жалпы алғанда, никель катализаторларын аз мөлшерде рутений және родиймен модификациялау май альдегидін гидрлеу процесінде жоғары белсенділік пен селективтілікке қол жеткізудің тиімді әрі перспективалы тәсілі болып табылады. Алынған ғылыми нәтижелер биметаллды катализаторлардың қасиеттерін терең түсінуге мүмкіндік беріп, сұйық фазалы гидрлеу процестерін одан әрі жетілдіру үшін теориялық және практикалық негіз қалыптастырады. Болашақта бұл бағыттағы зерттеулер катализаторлардың ұзақ мерзімді тұрақтылығын, регенерация мүмкіндігін және әртүрлі альдегидтер мен карбонилді қосылыстар үшін қолдану тиімділігін зерттеу арқылы кеңейтілуі мүмкін.

#### References

- Bond G.C. (2012) *Heterogeneous catalysis: Principles and applications*. Oxford: Oxford University Press. — 384 p. (in English)
- Somorjai G.A., Li Y. (2010) *Introduction to surface chemistry and catalysis*. — 2nd ed. — Hoboken: John Wiley and Sons. — 768 p. (in English)

Chen J., Zhang H., Xu Y. (2020) Solvent effects in liquid-phase hydrogenation over Ni-based catalysts. *Reaction Chemistry and Engineering*. — Vol. 5, No 6. — P. 1034–1043. DOI: 10.1039/D0RE00045F (in English)

Bartholomew C.H., Farrauto R.J. (2011) *Fundamentals of industrial catalytic processes*. — 2nd ed. — Hoboken: John Wiley and Sons. — 672 p. (in English)

Satterfield C.N. (1991) *Heterogeneous catalysis in industrial practice*. — 2nd ed. — New York: McGraw-Hill. — 554 p. (in English)

Rodriguez J.A., Senanayake S.D., Stacchiola D., Liu P., Hrbek J. (2014) The importance of metal-metal and metal-support interfaces in hydrogenation catalysis. *Accounts of Chemical Research*. — Vol. 47, No 3. — P. 773–782. DOI: 10.1021/ar400314y (in English)

Wang H., Liu Y., Xu J. (2018) Promotional effects of noble metals on Ni-based hydrogenation catalysts. *Journal of Catalysis*. — Vol. 361. — P. 287–296. DOI: 10.1016/j.jcat.2018.02.015 (in English)

Chen Y., Li X., Zhang Q., Wang T. (2017) Synergistic effects in Ru–Ni bimetallic catalysts for hydrogenation reactions. *Applied Catalysis A: General*. — Vol. 543. — P. 90–99. DOI: 10.1016/j.apcata.2017.06.012 (in English)

van der Wal L.I., Prins R., van Bokhoven J.A. (2015) Hydrogen activation and spillover on bimetallic catalysts. *Journal of Catalysis*. — Vol. 331. — P. 145–154. DOI: 10.1016/j.jcat.2015.08.002 (in English)

Zhang L., He D., Wang J. (2016) Electronic interaction and catalytic performance of Ru-promoted Ni catalysts. *Catalysis Communications*. — Vol. 75. — P. 1–5. DOI: 10.1016/j.catcom.2015.11.014 (in English)

Zhu Y., An Z., Song H., He J. (2019) Structure–activity relationships of Ru–Ni bimetallic catalysts in aldehyde hydrogenation. *Applied Catalysis B: Environmental*. — Vol. 244. — P. 684–693. DOI: 10.1016/j.apcatb.2018.11.087 (in English)

Alonso D.M., Wettstein S.G., Dumesic J.A. (2012) Bimetallic catalysts for selective hydrogenation reactions. *Chemical Society Reviews*. — Vol. 41, No 24. — P. 8075–8098. DOI: 10.1039/C2CS35188A (in English)

Liu X., Li Y., Zhang Z., Wang C. (2021) Stability and reusability of promoted Ni catalysts in liquid-phase hydrogenation. *Catalysis Science and Technology*. — Vol. 11, No 4. — P. 1295–1305. DOI: 10.1039/D0CY02033A (in English)

Wang X., Chen L., Zhao J. (2022) Selective hydrogenation of aldehydes over Ni-based bimetallic catalysts in aqueous media. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*. — Vol. 532. — Article 112744. DOI: 10.1016/j.molcata.2022.112744 (in English)

Li J., Zhou X., Sun K. (2019) Hydrogen spillover and enhanced hydrogenation over Rh–Ni bimetallic catalysts. *Catalysis Today*. — Vol. 323. — P. 29–37. DOI: 10.1016/j.cattod.2018.02.019 (in English)

Ertl G., Knözinger H., Schüth F., Weitkamp J. (2008) *Handbook of heterogeneous catalysis*. — 2nd ed. — Weinheim: Wiley-VCH. — 3296 p. (in English)

Li Y., Sun Q., Bao X. (2023) Advances in Ni-based catalysts for liquid-phase hydrogenation reactions. *Catalysis Reviews*. — Vol. 65, No 2. — P. 219–258. DOI: 10.1080/01614940.2022.2101457 (in English)

© Yertayeva A.B. \*, Adylbekova A.O., Toleubekova A.G., 2026.

Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan.

E-mail: ayaulym.ertaeva@mail.ru

## PRODUCTION OF EMULSIONS STABILIZED BY BENTONITE CLAY PARTICLES

**Yertayeva Ayaulym** — PhD student, teacher of analytical, colloid chemistry and technology of rare elements of al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: ayaulym.ertaeva1@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-7105-4362>;

**Adilbekova Akbota** — Candidate of chemical sciences, associate professor of analytical, colloid chemistry and technology of rare elements of al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: akbota.adilbekova@kaznu.kz, <https://orcid.org/0000-0001-6832-4771>;

**Toleubekova Alua** — Master student of al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: aluatoleubekova.g@gmail.com, <https://orcid.org/0009-0002-3164-5349>.

**Abstract.** Many medicines, food, and cosmetics are based on different types of emulsions. To stabilize the emulsions, the use of solid particles instead of surfactants is possible. In this paper, the stability of Pickering emulsions stabilized by microparticles of bentonite clay from the Tagan deposit is studied. It has been shown that non-toxic natural solids can be used to stabilize Pickering emulsions. The purpose of the work: to study the production of Pickering emulsions stabilized with bentonite clay from the Tagan deposit located in the East Kazakhstan region. The effect of the water-oil phase ratio, clay concentration and particle size on the stability of the emulsion were investigated. The chemical composition of clay was determined: SiO<sub>2</sub> – 64.7 %, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 27.04 %, MgO – 5.1 %, CaO – 2.09 %, Na<sub>2</sub>O – 0.55 %, FeO – 0.53 %, a planetary mill was used to produce clay microparticles, and the stability of emulsions was studied. Optimal conditions for the stabilization of the emulsion have been determined. It has been established that microparticles of Tagan bentonite clay can be obtained as a natural solid stabilizer. With a water/oil ratio of 4:6 emulsion stability, it was found that the stability of the emulsion increases at dispersion of particles up to 10 μm. The growth of the concentration of bentonite clay suspension from 3% to 5% causes the increasing of the emulsion. Emulsions stabilized by these particles have a possibility to be applied in different fields, including obtaining cosmetic emulsions.

**Keywords:** emulsions, Pickering emulsions, Tagan deposit, pink bentonite clay, clay microparticles

**Financing.** This research was conducted as part of the targeted funding program for the project PPF IRN BR 24993113 titled “Developing composites based on amphiphilic water-soluble polymers for multifunctional applications”.

For citations: Yertayeva A.B., Adylbekova A.O., Toleubekova A.G. Production of emulsions stabilized by bentonite clay particles. *Academic Scientific Journal of Chemistry*, 2026. — No.1. — P. 112–128. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.344>

© **Ертаева А.Б. \*, Адильбекова А.О., Төлеубекова А.Г., 2026.**

Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан.

E-mail: [ayaulym.ertaeva@mail.ru](mailto:ayaulym.ertaeva@mail.ru)

## **БЕНТОНИТ САЗЫНЫҢ БӨЛШЕКТЕРІМЕН ТҰРАҚТАНДЫРЫЛҒАН ЭМУЛЬСИЯЛАРДЫ АЛУ**

**Ертаева Аяулым** — әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университетінің аналитикалық, коллоидтық химия және сирек элементтер технологиясы кафедрасының докторанты, оқытушысы, Алматы, Қазақстан,

E-mail: [ayaulym.ertaeva1@gmail.com](mailto:ayaulym.ertaeva1@gmail.com), <https://orcid.org/0000-0001-7105-4362>;

**Адильбекова Акбота** — химия ғылымдарының кандидаты, әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университетінің аналитикалық, коллоидтық химия және сирек элементтер технологиясы кафедрасының доценті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: [akbota.adilbekova@kaznu.kz](mailto:akbota.adilbekova@kaznu.kz), <https://orcid.org/0000-0001-6832-4771>;

**Төлеубекова Алуа** — әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университетінің магистранты, Алматы, Қазақстан,

E-mail: [aluatoleubekova.g@gmail.com](mailto:aluatoleubekova.g@gmail.com), <https://orcid.org/0009-0002-3164-5349>.

**Аннотация.** Көптеген дәрілік препараттар, тағамдық және косметикалық өнімдер әртүрлі типтегі эмульсияларға негізделіп алынады. Эмульсияларды тұрақтандыруда әдеттегі беттік активті заттардың орнына қатты бөлшектерді қолдануға болады. Бұл жұмыста Таған кен орнынан алынған бентонит сазының микробөлшектерімен тұрақтандырылған Пикеринг эмульсияларының тұрақтылығы зерттелді. Соңғы жылдары қатты бөлшектермен тұрақтандырылған Пикеринг эмульсиялары айтарлықтай қызығушылық тудыруда. Пикеринг эмульсияларын тұрақтандыру мақсатында улы емес табиғи қатты бөлшектер қолдануға болатыны көрсетілген. Жұмыстың мақсаты: Шығыс Қазақстан облысында орналасқан Таған кен орнынан алынған бентонит сазымен тұрақтандырылған Пикеринг эмульсияларын алу. Алынған нәтижелер: сумаи фазаларының қатынасы, саз концентрациясы және бөлшектердің мөлшері эмульсия тұрақтылығына әсері зерттелді. Саздың химиялық құрамы анықталды:  $\text{SiO}_2$  – 64.7 %,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  – 27.04 %,  $\text{MgO}$  – 5.1 %,  $\text{CaO}$  – 2.09 %,  $\text{Na}_2\text{O}$  – 0.55 %,  $\text{FeO}$  – 0.53 %, саз микробөлшектерін алу үшін планетарлы диірмен қолданылып, эмульсиялардың тұрақтылығы зерттелді. Эмульсия тұрақтандыру үшін оңтайлы жағдайлар анықталды. Таған бентонит сазының микробөлшектері

табиғи қатты тұрақтандырғыш ретінде алуға болатыны анықталды. Пикеринг эмульсиясын тұрақтандыру механизмі және эмульсия тұрақтылығына әсер ететін факторлар сипатталды. Эмульсиялардың тұрақтылығы су/май қатынасы 4:6, саз бөлшектері өлшемі 10 мкм-ге дейін дисперсиялануы, эмульсия тұрақтылығын жоғарлатты. Бентонит сазы суспензиясының концентрациясы 3% дан 5 % дейін жоғарлауы эмульсия тұрақтылығын арттырады. Бұл саз бөлшектерімен тұрақтандырылған эмульсиялар әртүрлі салаларда қолданылу мүмкіндігіне ие, оның ішінде, тұрақты косметикалық эмульсияларды алуға болады.

**Түйін сөздер:** эмульсиялар, Пикеринг эмульсиялары, Таған кен орны, қызғылт бентонит сазы, саз микробөлшектері

© **Ертаева А.Б. \*, Адильбекова А.О., Төлеубекова А.Г., 2026.**

Казахский национальный университет им. аль-Фараби, Алматы, Казахстан.

E-mail: ayaulym.ertaeva@mail.ru

## ПОЛУЧЕНИЕ ЭМУЛЬСИЙ, СТАБИЛИЗИРОВАННЫХ ЧАСТИЦАМИ БЕНТОНитОВОЙ ГЛИНЫ

**Ертаева Аяулым** — докторант, преподаватель кафедры аналитической, коллоидной химии и технологии редких элементов Казахского национального университета имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

E-mail: ayaulym.ertaeva1@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-7105-4362>;

**Адильбекова Акбота** — кандидат химических наук, доцент кафедры аналитической, коллоидной химии и технологии редких элементов Казахского национального университета имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

E-mail: akbota.adilbekova@kaznu.kz, <https://orcid.org/0000-0001-6832-4771>;

**Төлеубекова Алуа** — магистрант Казахского национального университета имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

E-mail: aluatoleubekova.g@gmail.com, <https://orcid.org/0009-0002-3164-5349>.

**Аннотация.** Многие лекарственные, пищевые и косметические продукты представляют собой различные типы эмульсий. Для их стабилизации могут использоваться твёрдые частицы вместо поверхностно-активных веществ. В данной работе исследована устойчивость эмульсий Пикеринга, стабилизированных микрочастицами бентонитовой глины Таганского месторождения. В последние годы такие эмульсии вызывают значительный научный интерес благодаря использованию нетоксичных природных материалов в качестве стабилизаторов. Целью работы является получение устойчивых эмульсий Пикеринга, стабилизированных частицами бентонитовой глины Таганского месторождения (Восточно-Казахстанская область). Исследовано влияние соотношения фаз вода–масло, концентрации глины и размера частиц на стабильность эмульсий. Определён химический состав глины: SiO<sub>2</sub> – 64,7 %, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 27,04 %, MgO – 5,1 %, CaO – 2,09 %, Na<sub>2</sub>O – 0,55 %, FeO – 0,53 %. Для получения микрочастиц использовалась планетарная мельница. Установлено, что диспергирование частиц до 10 мкм и увеличение концентрации глины с 3

% до 5 % способствуют повышению устойчивости эмульсий. Оптимальное соотношение фаз вода/масло составляет 4:6. Показано, что микрочастицы бентонитовой глины могут эффективно использоваться в качестве природного твёрдого стабилизатора. Рассмотрен механизм стабилизации эмульсий Пикеринга и определены факторы, влияющие на их устойчивость. Полученные результаты свидетельствуют о перспективности применения таких эмульсий в различных отраслях, включая косметическую промышленность.

**Ключевые слова:** эмульсии, эмульсии Пикеринга, Таганское месторождение, розовая бентонитовая глина, микрочастицы глины

**Кіріспе.** Көптеген дәрілік препараттар, тағамдық өнімдер және косметикалық бұйымдар әртүрлі типтегі эмульсияларға негізделген. Сондықтан эмульсияларды тұрақтандыру үшін синтетикалық беттік активті заттардың орнына қатты табиғи бөлшектерді қолдану жасыл химия мен жасыл технология дамуларының бір жолы болып табылады. Қатты бөлшектермен тұрақтанған эмульсиялар Пикеринг эмульсиялары деп аталады (Wu et al., 2020; Albert et al., 2019; Ko et al., 2021; Gonzalez et al., 2020; Potoroko et al., 2022; Koroleva et al., 2022). Классикалық эмульсиялар мен Пикеринг эмульсияларының арасындағы негізгі айырмашылық олардың тұрақтану механизмінде жатыр. Классикалық эмульсияларды тұрақтандыру үшін бірнеше факторлар қажет. Біріншіден, электростатикалық тұрақтандыру қажет. Содан кейін беттік керілуді азайту керек. Классикалық эмульсия беттік белсенді заттармен немесе макромолекулалармен тұрақтандырылады. Эмульгаторлар май-су шекарасында адсорбцияланады. Классикалық эмульсияларда бұл адсорбция қайтымды екенін атап өткен жөн. Пикеринг эмульсиясы жағдайында қатты бөлшектер де май-су шекарасында адсорбцияланады және осылайша физикалық тосқауыл түзеді. Бұл тосқауыл беттік өзара әрекеттесуді бөгей алады. Тосқауыл тамшылардың жанасуына да жол бермейді. Сондықтан, бұл жағдайда адсорбция қайтымсыз болып саналады. Осылайша, әртүрлі беттік қасиеттер әртүрлі тұрақтандыру механизмдерімен көрінетіні анық болады. Пикеринг эмульсиялары жағдайында олар шекаралық адсорбцияға байланысты дәстүрлі эмульсияларға қарағанда қалыңдығы үлкенірек және беттік жүктемесі жоғарырақ болады (Jafari et al., 2020).

### **Әдеби шолу**

#### *Пикеринг эмульсияларының тұрақтылығына әсер ететін факторлар*

Пикеринг эмульсиясына әсер ететін негізгі факторлар - ылғалдану және қатты бөлшектердің өлшемі. Пикеринг эмульсиялары үшін тұрақтандырғыш ретінде тек қос ылғалдану қабілеті бар бөлшектер ғана жарамды. Бұл бөлшектердің сулы және майлы фазаларда тұрақты болып қалуын қамтамасыз ету үшін қажет. Бөлшектердің өлшеміне келетін болсақ, олар эмульсия фракциясының тамшы өлшемінен кемінде 10 есе кіші болуы керек. Содан кейін, тұрақтандыру үшін қатты бөлшектер май-су шекарасында адсорбциялана алады. Мұндай жағдайларда қайтымсыз адсорбцияланған қатты бөлшектер сфералық тосқауыл түзеді. Бұл дисперсті фазалардың агрегациясына жол бермейді (Wan et al., 2021).

Сонымен қатар, Пикеринг эмульсиясының тұрақтылығына эмульсия дайындау

кезіндегі май мен су фазаларының қатынасы, электролиттердің болуы және ортаның рН мәні де әсер етеді. Бөлшектер эмульсия ішінде флокуляцияланған кезде үш өлшемді гель құрылымы пайда болады, бұл эмульсияға одан да үлкен тұрақтылық береді (Chevalier et al., 2013).

Пикеринг эмульсиясының тұрақтылығына әсер ететін тағы бір фактор - оны дайындау үшін биоүйлесімді майларды таңдау. Пикеринг эмульсиялары қауіпті беттік белсенді заттарды алмастыра алатын және өте тұрақты болғанымен, биоүйлесімді емес майларды пайдалану Пикеринг эмульсиясының тұрақтылығын төмендетуі мүмкін. Мұндай майлардың мысалдарына толуол және гексадекан жатады. Дегенмен, биоүйлесімді майларды қолдану Пикеринг эмульсиясының тұрақтылығын айтарлықтай арттырады (Qi et al., 2014).

Сонымен қатар, Пикеринг эмульсиясының тұрақтылығына бөлшектердің пішіні де әсер етеді. Бөлшектердің әртүрлі формалары бар, мысалы, сфералық, көпбұрышты, таяқша тәрізді, талшықты және эллипсоидты. Ал бөлшектердің жанасу беті неғұрлым үлкен болса, Пикеринг эмульсиялары соғұрлым тұрақты болады. Бұл жағдайда бөлшектер су мен май фазасын сулай алады (Pei et al, 2022).

Сфералық қатты бөлшектерді қолданған кезде, бөлшектер мұнай-су шекарасынан ығысқан жағдайда ғана бірігуі мүмкін болады (Tambe et al., 1993). Бұл тамшыда кейінгі тамшылардың бірігуі үшін жеткілікті үлкен ашық беттік аумақ жасайды. Басқаша айтқанда, жеткіліксіз жабылған тамшылар ішінара бірігуге бейім. Толық емес жабылған кезде толық бірігуі мүмкін. Дегенмен, толық жабылған кезде бірігуі мүмкін емес (Wu et al.,2020).

#### *Саз бөлшектерімен тұрақтандырылған Пикеринг эмульсиялары*

Бентонит саздары - балауыз тәрізді сипатқа ие ұсақ дисперсті жыныстар. Бентонит саздары негізінен саз материалы монтмориллониттен тұрады. Бентонит саздарының бірнеше түрі бар: сұр, сары, қызғылт, ақ, қоңыр және көкшіл-жасыл. Құрамы бойынша олар металл құрамына байланысты сілтілі, сілтілі жер және аралас болып жіктеледі. Сілтілік бентониттер өте ісінгіш, бастапқы өлшемінен 8-19 есе көп ісінуге қабілетті. Олар жоғары адсорбция және коллоидтық сыйымдылыққа ие. Сілтілік жер бентониттер төмен дисперсия және коллоидтықпен сипатталады. Олар төмен гидрофильділігіне байланысты аздап немесе мүлдем ісінбейді. Шамамен тең мөлшерде сілтілі және сілтілі жер металдарын қамтитын аралас бентониттер аралық қасиеттерге ие (Sodikov et al.,2020).

Химиялық құрамы бойынша бентонит саздары дененің жасушаішілік сұйықтығына ұқсас. Олар әртүрлі оксидтер мен олардың қосылыстарының, еритін тұздардың және судың қоспасы, сондай-ақ құрамында органикалық заттар бар. Сондықтан макро- және микроэлементтер оңай қолжетімді. Саздың негізгі компоненттері - кремний немесе кремний оксиді, алюминий оксиді немесе алюминий оксиді және, әрине, су. Оның құрамында темір, натрий, кальций, титан, марганец, калий және магний оксидтері де болуы мүмкін. Органикалық заттарға көміртекті заттар, битум және гумин қышқылдары кіруі мүмкін (Vasilyanova et al., 2010).

Бентонит саздарының ерекше қасиеттері бар. Біріншіден, бұл олардың дисперсиясы, соның арқасында саздардың адсорбциялық беті 80-200 м<sup>2</sup>, кейде тіпті 1 граммға 800 м<sup>2</sup> құрайды. Екіншіден, бентонит сазының құрамына коллоидты және ұсақ дисперсті қасиеттер кіреді, бұл пластикалық қасиет береді. Сондықтан саздар әртүрлі пішіндерді өзгерте және сақтай алады. Үшіншіден, жоғарыда айтылғандай, бұл саз құрылымындағы октаэдрде катиондардың болуынан туындаған бентонит сазының күшті ісінуі. Төртіншіден, бұл саздың коллоидтілігі, соның арқасында бөлшектер броун қозғалысына сәйкес дисперсті ортада таралуы мүмкін. Бесіншіден, бұл саздың адсорбциялық қабілеті, ол оған қоршаған ортадан суды да, басқа заттарды да сіңіруге мүмкіндік береді. Айта кету керек, Ховард Хьюз медициналық зерттеулер институты мен Массачусетс жалпы ауруханасының (АҚШ) ғалымдары монтмориллонитке зерттеу жүргізді. Бұл минералдың құрамында адам жасуша мембраналарын құрайтын элементтер бар екені анықталды. Мембраналар дененің маңызды құрамдас бөлігі екені белгілі. Сондықтан бұл минералға қызығушылық артты. Осылайша, монтмориллонит бентонит сазының негізі болып табылады, ал монтмориллониттің пайыздық мөлшері бентонит сазының сапасын анықтайды. Әдетте, өндірілген бентонит саздарының құрамында кемінде 60-70% осы минерал болуы керек. Дегенмен, АлтайСорбентінен алынған бентонит сазының құрамында 95-98% монтмориллонит бар (Sodikov et al., 2020).

Пикеринг эмульсиялары өте тұрақты, олар бірнеше ай немесе тіпті жылдар бойы тұрақты болуы мүмкін. Тура эмульсияларды алу үшін бентонит, монтмориллонит және гекторит сияқты табиғи саздар эмульсиялық тұрақтандырғыш ретінде қолданылды (Lagaly et al., 1999). Вайоминг бентониті және оған сәйкес келетін натрий монтмориллониті тиімді эмульсия тұрақтандыру қасиетін көрсетті. Бентониттің қабатты қос гидроксидпен  $[Mg_2Al(OH)_6]NO_3 \cdot 2H_2O$  комбинациясы тиімді эмульсиялаушы агент болып табылды. Бентонит бөлшектерінің біртіндеп ұлғаюы (ісінуі) қосымша тұрақтандыруды қамтамасыз етеді Abend S. Мұндай жүйелердің тұрақтандырушы әсері фазааралық керілумен емес, май-су фазааралық шекарасында адсорбцияланған бөлшектер арасындағы күшті адгезиядан туындайтын фазааралық серпімділікпен түсіндіріледі (Guillo et al., 2009; Erasov et al., 2015).

Каолин, галлозит және палигорскит қатты заттардың жоғары мөлшерімен (су фазасында 15 мас.%) тұрақтандырылған Пикеринг май/су эмульсияларының дайындалуы мен сипаттамалары зерттелген. Тұрақты судағы май эмульсияларын қосымша беттік активті затсыз немесе бетті өңдеусіз алуға болатыны көрсетілген (Sieben et al., 2023). Покидько және оның соавторлардың зерттеуінде әртүрлі саз бөлшектері Пикеринг эмульсияларының тұрақтандырғышы ретінде пайдаланылғаны айтылған және эмульсияларды тұрақтандыру механизмі талқыланған. Сонымен қатар, эмульсияны тұрақтандыру үшін қолданылатын қатты материалдар түріне байланысты олар әртүрлі салаларда, мысалы, тағам және косметика өнімдерін өндіруде, медицинада, нанотехнологияда және т.б. қолданысқа ие (Pokidko et al, 2013).

Авторлар (Reger et al., 2013) Пикеринг эмульсияларын тұрақтандыру үшін амфифилді қосылыстары бар саз кешендерін қарастырды. Бұл мақсатта гидрофобты саз бөлшектері қолданылады, сондай-ақ ақуыздар, полимерлер және т.б. сияқты амфифилді қосылыстарды да пайдалануға болады. Бұл жұмысқа сәйкес, құрамында 50% май және сол мөлшерде су, 0,5% саз және аз мөлшерде амфифил бар жоғары тұрақтылыққа ие Пикеринг эмульсиялары алынды. Саз бөлшектерінің осы мөлшерімен май тамшылары ең жақсы айқас байланысқан. Алынған Пикеринг эмульсиялары «судағы май» типінде болды.

Дегенмен, осы уақытқа дейін Қазақстан Республикасында өндірілетін сазбен тұрақтандырылған эмульсиялар жайлы зерттеулер болған жоқ (Adilbekova et al., 2021). Бұл жұмыста Пикеринг эмульсиясын тұрақтандыру үшін Таған кен орнының қызғылт бентонит сазының үлгілері пайдаланылды. Бұл саз Шығыс Қазақстанның оңтүстігіндегі Зайсан көлінің маңындағы Тарбағатай тауларында өндіріледі. Қазақстанда жоғары сапасымен ерекшеленетін Таған бентонит саз қорының жалпы болжамы 10.6 млн. тоннаны құрайды (Vasilianova et al., 2016). Сондықтан бұл сазды әртүрлі технологияларда Пикеринг эмульсиясын дайындау үшін пайдалану экономика жағынан тиімді болады. Жұмыстың мақсаты: Шығыс Қазақстан облысында орналасқан Таған кен орнынан алынған қызғылт бентонит сазымен тұрақтандырылған Пикеринг эмульсияларын алу, эмульсияның тұрақтылығына су/май фазаларының қатынасы, саздың концентрациясы мен өлшемінің әсерін зерттеу.

**Материалдар.** Шығыс Қазақстанның Таған кен орнынан алынған бентонит қызғылт сазы эмульсия тұрақтандырғышы ретінде қолданылды. Аталған қызғылт бентонит сазы зиянсыздығымен, жоғарғы ісіну (өз өлшемінен 8-20 есе ісіне алады) қабілетінмен ерекшеленеді. Бентонит сазының химиялық құрамын анықтау үшін JEOL (Жапония) фирмасының Superprobe 733 электронды-зондты микроанализаторы қолданылды:  $\text{SiO}_2$  – 64.7 %,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  – 27.04 %,  $\text{MgO}$  – 5.1 %,  $\text{CaO}$  – 2.09 %,  $\text{Na}_2\text{O}$  – 0.55 %,  $\text{FeO}$  – 0.53 %.

*Май фазасы* ретінде минералды май (Seppic фирмасы, Франция) алынды, 20°C-та тұтқырлығы  $\eta = 4.5 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ . Минералды май иіссіз, түссіз және химиялық таза, әдетте минералды май косметикалық эмульсияларды алу үшін пайдаланылады.

**Әдістер.** *Бентонит сазын тазарту және дайындау.* Эмульсия тұрақтандыру үшін бентонит қызғылт сазы декантация әдісімен тазартылды. Мұнда саз алдын ала құм мен механикалық қоспалардан бірнеше рет тазаланды. Ол үшін бентонит сазы 5 литрлік ыдысқа салынып, дистилденген сумен жуылды. Осыдан кейін суспензия тұндыруға қалдырылды, жоғарғы мөлдір қабаты мен төменгі құмы бар қабаты төгілді. Декантация құм мен қоспалар толығымен жойылғанша жүргізілді. Процесс бірнеше рет қайталанды және тазартылған саз бөлме температурасында кептірілді. Саз Fritsch Pulverisette 6 classic line планетарлық диірменде (Германия) 10 минут бойы 280 айналым жылдамдығымен ұнтақталды. Саз ұнтағы Vibrating screen Analysette 3 Spartan (Германия) көмегімен өткізгіштігі 63 мкм електен өткізілді (I сынама). Саз бөлшектері планетарлық диірменінде қосымша ұсақталды (II сынама). Ұнтақтау 12 циклде 3 сағат ішінде 400 айналымда

жүрді. 10 минуттық ұнтақтау үрдісінің арасында 5 минуттық үзіліс болып тұрды. Алынған ұсақ бөлшектердің өлшемі Horiba LA 960 (Partica) аппаратында лазерлік шашырау әдісі арқылы талданды.

Эмульсия тамшыларының дисперстілігі әл-Фараби атындағы ҚазҰУ Ұлттық нанотехнологиялар ашық зертханасында (ҰНЛОТ) оптикалық микроскоп Leica DM 6000 M көмегімен өлшенді.

*Пикеринг эмульсиясын дайындау.* Пикеринг эмульсиясын дайындау үшін саздың сулы суспензиясы дайындалды. Бұл жұмыста сулы фаза ретінде алынатын суспензиядағы саз бөлшектерінің концентрациясы 3-5% аралығында болды. Су/май фазалары қатынасы 4:6, 5:5, 6:4 болып алынып гомогенизатордың (Zigui Instruments S10, Қытай) көмегімен араластырылды. Гомогенизатордың араластыру жылдамдығы 15000 айн/мин, тәжірибе жасау кезінде араластыру уақыты 5 мин болды.

Эмульсияның тұрақтылық уақыты  $N \% = f(t)$  графигінің бастапқы түзу бөлігінің 100%-ға дейін экстраполяциясы арқылы анықталды, бұл жердегі  $N\%$  бөлінген фазаның проценттік мөлшері (формула1):

$$N \% = \frac{V}{V_0} 100 \% \quad (1)$$

$V$  - бөлінген фазаның көлемі, мл

$V_0$  - фазаның бастапқы көлемі, мл.

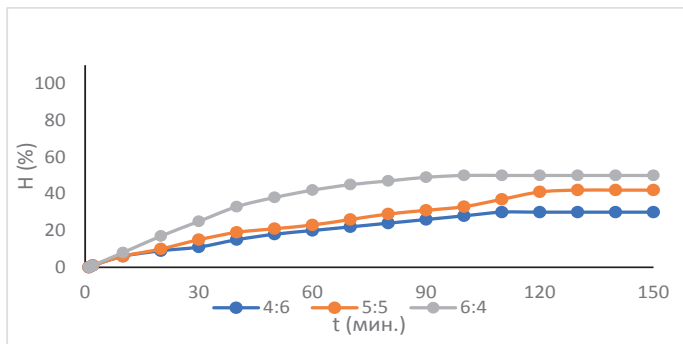
### **Нәтижелер**

Эмульсиялар әртүрлі салаларда, соның ішінде тағам, косметика, фармацевтика өнеркәсіптерінде және т.б. кеңінен қолданылады. Эмульсиялардың әртүрлі дайындау әдістерін жетілдіру өте маңызды болып табылады. Классикалық эмульсиялар төмен және жоғары молекулалық беттік активті заттармен тұрақтандырылатыны белгілі, бірақ химиялық эмульгаторлардың биоыдырағыштығы өте төмен және адам ағзасы үшін улы болуы мүмкін. Пикеринг эмульсияларын алу үшін тұрақтандырғыш ретінде табиғи қатты бөлшектерді пайдаланылады. Олар бір-бірімен араласпайтын екі сұйықтықтың (әдетте май және су фазалары) фазааралық шекарасында жиналып, тамшылардың коалесценциясың алдын алады (Vincenzo C. et al., 2018). Пикеринг эмульсияларын тұрақтандыру үшін қабатты силикат бөлшектері, монтмориллонит және лапонит жиі қолданылады деп көрсетілген (Koroleva M.Yu. et al, 2022; Lagaly G. et al, 1999; Abend S. et al, 2001; Guillo S. et al, 2009; Erasov V.S. et al, 2015; Sieben P.G. et al, 2023; Pokidko B.V. et al, 2023). Таған бентонит сазының негізгі компонентіне монтмориллонит жатады.

Бұл жұмыста алғаш рет Таған кен орнының бентонит сазы негізіндегі Пикеринг эмульсияларын тұрақтандыру зерттелді. Пикеринг эмульсияларын алу үшін бентонит сазы суспензиясы май фазасымен (минералды май) араластырылды. Су мен май фазасын әртүрлі қатынасындағы (4:6, 5:5, 6:4) эмульсиялар алынды. Сулы фаза ретінде алынған саз суспензиясының концентрациясы 3 % болып

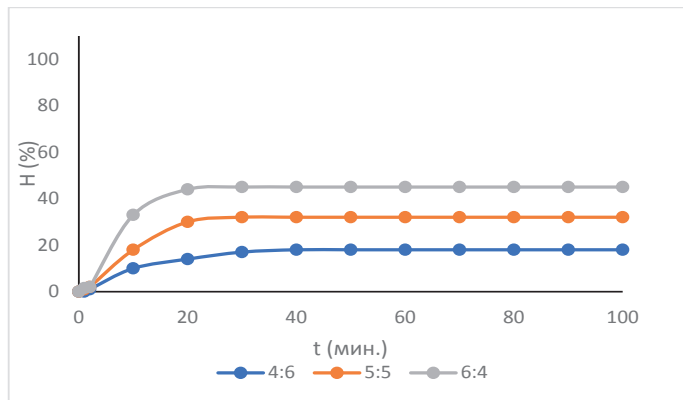
дайындалды, саз ұнтағы өткізгіштігі 63 мкм електен өткізілген фракциясы алынды (I сынама).

Эмульсияның тұрақтылығын сипаттау үшін бөлінген су фазасының көлемі уақыт бойынша бақыланды (1-4 сурет).



Сурет 1 — Саз микроөлшектерімен тұрақтандырылған эмульсиялардың бұзылу кинетикасы, гомогенизация уақыты 5 мин. (I сынама).

Ең тұрақтылықты су-май қатынасы 4:6 болды. Бұл эмульсияның өмір сүру уақыты 340 мин көрсетті. 5:5 және 6:4 судың майға қатынасынан алынған эмульсиялардың қызмет ету мерзімі сәйкесінше 280 мин және 130 мин болды.



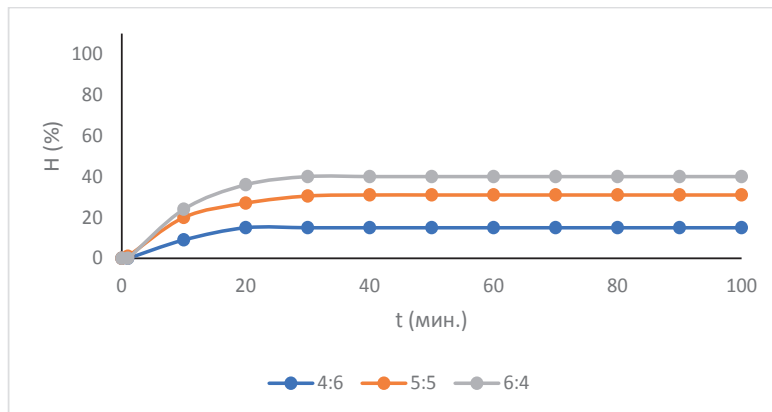
Сурет 2 — Сазды тұрақтандырылған эмульсиялардың бұзылу кинетикасы, гомогенизация уақыты 10 мин.

Судың майға қатынасы бірдей эмульсиялар 10 минут бойы 3-ші жылдамдықпен араластырылды. Су фазасының бөлінуі байқалды және алынған мәліметтер бойынша график (2 сурет) тұрғызылды. Эмульсияның өмір сүру уақыты экстраполяциялау арқылы анықталды.

Мұнда ең үлкен тұрақтылықты 4:6 қатынастағы су-май эмульсиясы көрсетіп, оның өмір сүру мерзімі 105 мин болды. 5:5 және 6:4 судың майға қатынасынан алынған эмульсиялардың өмір сүру мерзімі сәйкесінше 65 мин және 30 мин

болды.

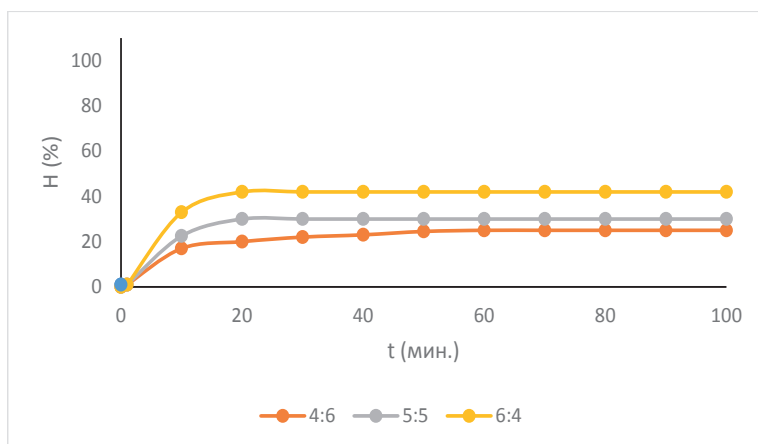
Атап өтетіні, бұл жағдайда барлық эмульсиялардың қызмет ету мерзімі 5 минут ішінде гомогенизация кезінде алынған эмульсиялармен салыстырғанда қысқа болды.



Сурет 3 — Сазды тұрақтандырылған эмульсиялардың бұзылу кинетикасы, гомогенизация уақыты 20 мин.

Судың майға қатынасы бірдей эмульсиялар 20 минут бойы 3 жылдамдықпен араластырылды. Бақылаулардан алынған мәліметтерді 3 суреттен көруге болады.

Ең үлкен тұрақтылықты су-май қатынасы 4:6 және 132 мин қызмет ету мерзімі бар эмульсия көрсетті. Судың мұнайға 5:5 және 6:4 қатынасынан алынған эмульсиялардың қызмет ету мерзімі сәйкесінше 65 мин және 49 минутты құрады. 20 минут араластырғанда алынған эмульсиялардың тұрақтылығы минуттар бойы араластырғанда алынғаннан жоғары, бірақ 5 минут бойы араластырғанда алынған эмульсиялардан аз болды.



Сурет 4- Сазды тұрақтандырылған эмульсиялардың бұзылу кинетикасы, гомогенизация уақыты 30 мин,

Судың майға қатынасы 4:6, 5:5 және 6:4 болатын эмульсиялар 30 минут бойы араластырылды. Бақылаулардан алынған мәліметтерді 4 суреттен көруге болады.

4 суретке сәйкес ең үлкен тұрақтылықты су-май арақатынасы 4:6 және 60 мин қызмет ету мерзімі бар эмульсия көрсетті. Судың мұнайға 5:5 және 6:4 қатынасынан алынған эмульсиялардың қызмет ету мерзімі сәйкесінше 45 мин және 29 минутты құрады.

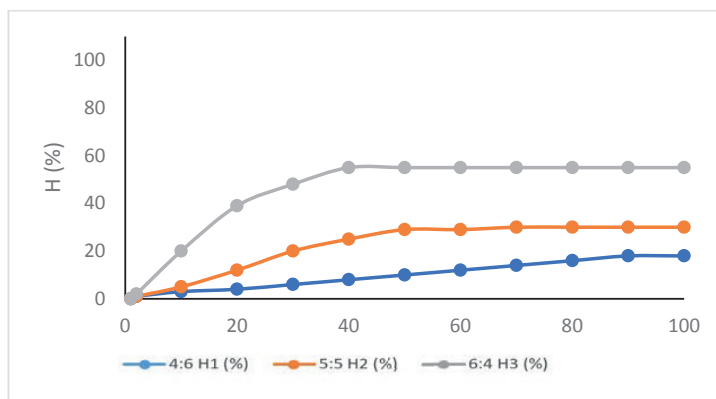
5 минут араластырғанда алынған эмульсия басқа эмульсиялармен салыстырғанда (10мин, 20мин және 30мин) жоғарырақ тұрақтылық көрсетті.

1- кестеде 5 минут араластырғанда тұрақтырақ эмульсиялар алынатыны көрсетілген. 30мин араластыру арқылы алынған эмульсиялардың тұрақтылығының төмен болуы бұл уақыттың мұқият араластырып, көбірек эмульсия түзілуіне жеткіліксіз екенін көрсетеді. Сондай-ақ дисперсия кезінде алынған эмульсиялардың қызмет ету мерзімі 10-20 минуттан көп, бұл мұндай жағдайларда тұрақтылығы төмен эмульсиялардың да алынатынын көрсетеді. Бұл ұзақ уақыт араластырған кезде эмульсияның түзілуі жаңадан ыдырайды.

Кесте 1 — Эмульсияның тұрақтылығына өзгеру уақытының әсері

t, мин	5	10	20	30
Су-май қатынасы	A, мин	A, мин	A, мин	A, мин
4:6	340	105	132	60
5:5	280	64	65	45
6:4	130	30	49	29

Осының негізінде эмульсия алу үшін май мен су фазаларын араластырудың 5 минуты эмульсияның оңтайлы уақыты екені анықталды.



Сурет 5 — Сазды тұрақтандырылған эмульсиялардың бұзылу кинетикасы, гомогенизация жылдамдығы 4.

5-ші суретте су мен май фазасын әртүрлі қатынаста 4 жылдамдықпен араластыру арқылы алынған деректер көрсетілген. Бұл жылдамдық 25000 айн/мин. Әдеттегідей, ең тұрақтысы су мен мұнайдың 4:6 қатынасында алынған

эмульсия болды, өмір сүру ұзақтығы 436 мин болды. 5:5 және 6:4 қатынасында алынған эмульсиялардың қызмет ету мерзімі сәйкесінше 150 мин және 60 мин болды. Гомогенизация кезінде алынған су мен майдың 4:6 қатынасындағы эмульсиялар 3 жылдамдықпен алынғанда су мен майдың дәл осы қатынасында 4-ші жылдамдықта алынған эмульсияға қарағанда тұрақтылығы төмен. Алайда, 5:5 және 6:4 қатынасында алынған эмульсиялардың 3-ші жылдамдықта алынған үлгілері 4-ші жылдамдықта алынған эмульсиялардан қарағанда тұрақтылығын ұзағырақ сақтады.

Су фазасы мен алынған эмульсия қайтадан аздап араласса да, эмульсия тұрақты болып қалатынын атап өткен жөн. Су тамшылары бүкіл көлемге таралады және шағын эмульсиялар анық көрінеді. Бұл қызғылт бентонит сазының бөлшектерін жоғары сапалы эмульсия тұрақтандырғыштары ретінде пайдалануға болатынын көрсетеді

Кесте 2 — Араластыру жылдамдығының эмульсияның тұрақтылығына әсері

Араластыру жылдамдығы	3-	4-
	10000–19900 айн/мин.	25000 айн/мин.
Су-май қатынасы	А, мин	А, мин
4:6	340	436
5:5	280	150
6:4	130	60

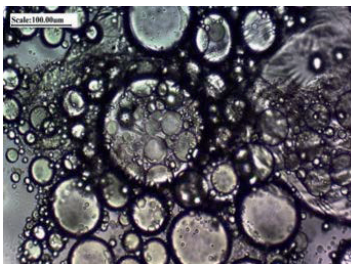
2- кестеде су және май фазаларының 4:6, 5:5 және 6:4 қатынасында гомогенизатордың 3-ші және 4-ші жылдамдығында тұрақтанған эмульсиялардың өмір сүру уақыты берілген. Алынған нәтижелерге сай ең тұрақты эмульсия 4:6 қатынастағы (су-май) диспергатордың 4-ші жылдамдығында алынды. Бұл су-майдың барлық қатынасына қатысты емес. Су мен майдың 5:5 және 6:4 қатынасында жасалған эмульсиялар араластырудың 3-ші жылдамдығында салыстырмалы түрде жоғары тұрақтылық көрсетті. Алайда максималды көрсеткіш берген гомогенизатордың 4 жылдамдығы (25000 айн/мин) алда эмульсияларды тұрақтандыру үшін оңтайлы көрсеткіш ретінде таңдалды.

Тәжірибе нәтижесі бойынша Таған кен орнынан алынған бентонит сазының микробөлшектері Пикеринг эмульсияларын алуына жарамдылығы анықталды. Саз бөлшектері дисперсті фаза тамшылары бетінде адсорбцияланып, стерикалық механикалық барьер түзу арқылы эмульсияның стабилизациясың қамтамасыз етеді.

### Талқылау

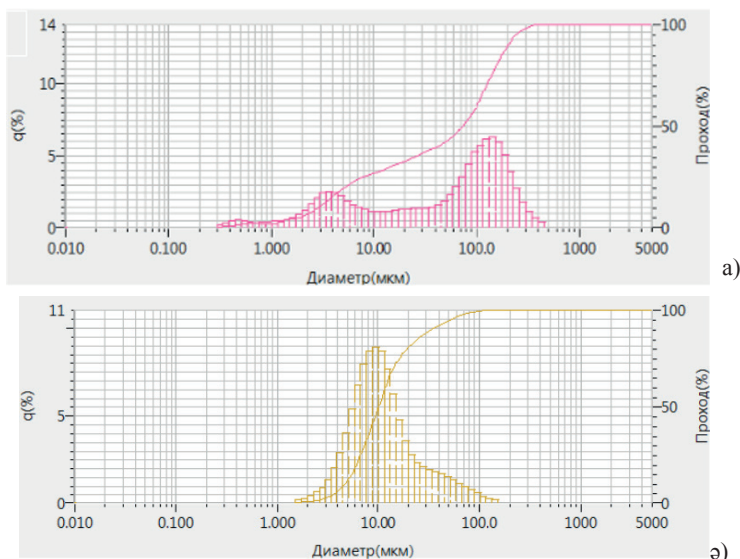
6 суретте көрініп тұрғандай су/май көлемдік қатынасы 4:6 және 5:5 болғанда эмульсиялардың тұрақтылығы бірдей дерлік және 6:4 қатынасына қарағанда жоғары екені көрсетілді. Алайда, уақыт өткен сайын барлық қатынастағы эмульсияларда су фазасы бөліп, ірі саз бөлшектері шөгеді. Бентонит бөлшектері гидрофильді болғандықтан, алынған эмульсиялардың типі тура болды, яғни судағы май эмульсиялары түзіледі. Банкрофт ережесіне сәйкес, тура эмульсияларын тұрақтандыру үшін гидрофильді бөлшектер (яғни, сулы фазаға

қатысты өлшенген жұғу бұрышы  $90^\circ$  төмен болады) (Gonzalez O.D. et al,2020). 6 суретте су/май фазасының 4:6 қатынасында түзілген эмульсияның оптикалық микросуреті берілген, суретте көрініп тұрғандай эмульсия тамшыларының дисперстілігі әртүрлі және тамшылардың өлшемі ірі болғаны эмульсияның седиментациялық тұрақтылығының төмен болуына алып келеді.



Сурет 6 — Бентонит сазы бөлшектерімен тұрақтандырылған эмульсияның микросуреті, су/май қатынасы 4:6.

Пикеринг эмульсияларының тұрақтылығын арттыру үшін қатты бөлшектердің өлшемдерін төмендету қажет, өйткені, бөлшектердің өлшемдері неғұрлым ұсақ болса, соғұрлым эмульсияның дисперстілігі төмен болады (Gonzalez et al.,2020; Kogoleva et al.,2022). Сондықтан, эмульсиялардың тұрақтылық уақытын ұзарту мақсатымен саз ұнтағы қосымша планетарлы диірменде ұсақталды (II сынама). Қосымша дисперсияланған саз бөлшектерінің ең ықтимал орташа өлшемі 10 мкм-ге тең екені лазерлік шашырау әдісі көмегімен анықталды (7 сурет).

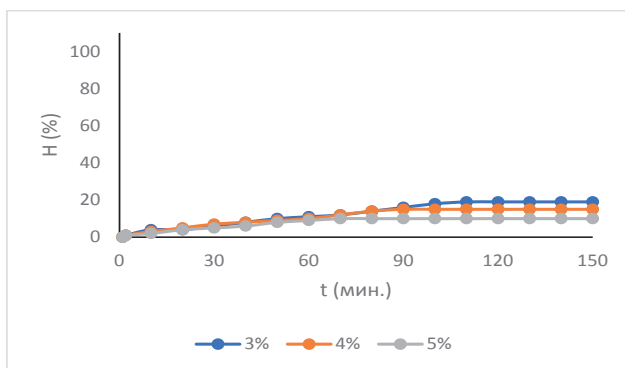


а) саңылаулары 63 мкм електен өткен саз бөлшектері, I сынама  
ә) қосымша дисперсияланған саз бөлшектері, II сынама

Сурет 7 — Таған кен орнының бентонит сазы бөлшектерінің өлшемі бойынша таралуы.

7 суретте көрініп тұрғандай I сынама бөлшектерінің өлшемдері бойынша таралуы суспензияның полидисперсті екенін көрсетеді, яғни бөлшектердің өлшемдері әртүрлі, ірі бөлшектердің пайда болуы саз бөлшектерінің агрегаттануымен түсіндіруге болады. II сынама керісінше монодисперсті жүйелерге жатады және бөлшектердің дисперсиялануы эмульсияның тұрақтылығын жоғарлатуына әкеледі. Сонымен бірге, бентонит сазының қабатты силикаттарға жататыны Пикеринг эмульсияларының тұрақтылығына оң әсер етеді, өйткені қабатты бөлшектер дисперсті фаза тамшылардың бетінде адсорбциялануы тиімді.

8 суретте II сынама суспензиясы концентрациясының әсері зерттелді. Бентонит саз бөлшектері концентрациясының жоғарылауымен Пикеринг эмульсиясы тұрақтылығының да жоғарылайтыны көрсетілді.



Сурет 8 — Саз суспензиясы концентрациясының эмульсия тұрақтылығына әсері, (II сынама).

Эмульсияның тұрақтылығы және тамшылардың орташа өлшемі саз суспензиясының концентрациясына тәуелді (Gonzalez et al., 2020). Саздың қатты бөлшектері эмульгаторлар ретінде әрекет ету үшін, олар май мен су шекарасында адсорбциялануы керек болғандықтан, эмульсия тұрақтылығы микробөлшектер концентрациясына пропорционалды түрде артады. Дисперсті фаза тамшылары бөлшектердің тығыз орналасқан қабатымен жабылуы арқылы және бентонит саз бөлшектерінің дисперсиялық ортада ісініп коалесценцияның алдын алады.



1. Майлы фазасы (минералды май) 2. Майлы фазасы (кокос майы)

Сурет 9 — Таган қызғылт бентонит сазының микробөлшектері көмегімен тұрақтандырылған эмульсиядан жасалған крем үлгілері.

Жүргізілген тәжірибелер негізінде Таган кен орнындағы қызғылт бентонит сазының эмульсияларды тұрақтандыра алатыны анықталды. Сонымен қатар, қызғылт бентонит сазының бөлшектерімен тұрақтандырылған Пикеринг эмульсиясы негізінде екі үлгіде қолға арналған крем дайындалды (9 сурет). Осы мақсатта ертеден белгілі рецепт қолданылды, бірақ бентонит сазы микробиологиялық саз болғандықтан, кремде қолданылатын консерванттардың массасы 1 грамм орнына 2 грамм болды. Сондай-ақ, минералды майдың тығыздығы төмен болғандықтан және крем сұйық болып шығатындықтан, минералды майынан жасалған және кокос майы қосылған кремнің екі үлгісі дайындалды. Кокос майынан дайындалған крем ақ түсті және біркелкі құрылымы бар. Ол теріге жақсы сәйкес келеді және ылғалдандыратын әсерге ие. Ал минералды майдан дайындалған крем нәзік ашық сүт түсті, жеңіл текстуралы болып шықты. Сонымен бірге, косметикалық эмульсияларды дайындау кезінде саз қатты бөлшектері өнімнің реологиялық қасиеттерін (қоюлығы, тұтқырлығы, құрғақ консистенциясы) жеңіл реттеуге мүмкіндік береді.

**Қорытынды.** Шығыс Қазақстан облысында орналасқан Таган кен орнынан алынған бентонит сазымен тұрақтандырылған Пикеринг эмульсияларын алу мүмкіндігі көрсетілді. Бентонит қызғылт сазының химиялық құрамы анықталды:  $\text{SiO}_2$  – 64.7 %,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  – 27.04 %,  $\text{MgO}$  – 5.1 %,  $\text{CaO}$  – 2.09 %,  $\text{Na}_2\text{O}$  – 0.55 %,  $\text{FeO}$  – 0.53 %. Бентонит саз бөлшектері негізінде алынған Пикеринг эмульсияларының тұрақтылығына әртүрлі факторлардың әсері, соның ішінде, саз бөлшектерінің өлшемі, саз суспензияларының концентрациясы зерттелді. Саз бөлшектері өлшемі 10 мкм-ге дейін дисперсиялануы, эмульсия тұрақтылығын жоғарлатты. Бентонит сазы суспензиясының концентрациясы 3% тан 5 % артқан кезде, Пикеринг эмульсияларының тұрақтылығы да жоғары болатыны анықталды. Бұл дисперсті фаза тамшылары бетінде бөлшектер адсорбцияланып, стерикалық механикалық барьер түзеді және саз суспензиясының концентрациясы жоғары болғанда бентонит сазы дисперсиялық ортада ісініп тамшылардың бірігуіне кедергі келтіреді.

Зерттеулер Таган кен орнынан алынған қызғылт бентонит сазының микробөлшектері эмульсияларды тұрақтандыратынын және беттік белсенді заттарды алмастыра алатынын көрсетті. Пикеринг эмульсиясын тұрақтандыру механизмі және эмульсияның тұрақтылығына әсер ететін факторлар сипатталған. Алынған Пикеринг эмульсияларын косметика өндірісінде қолдануға болады.

Бентонит қызғылт саз бөлшектерімен тұрақтандырылған Пикеринг эмульсиялары негізінде тұрақты косметикалық крем дайындалды. Еліміздің территориясынан алынған қызғылт бентонит сазының микробөлшектерімен тұрақтандырылған Пикеринг эмульсияларын косметикалық құрамда қолдануға болатыны көрсетілді.

*Алғыс: Авторлар Физика-химиялық талдау әдістері орталығының электро-химиялық өндіріс технологиясы зертханасының қызметкерлеріне қажетті талдаулар жүргізгені үшін алғыс білдіреді.*

**Мүдделер қақтығысы:** Авторлар бұл мақалада өзара мүдделер қақтығысының жоқтығын мәлімдейді.

### References

- Adilbekova A.O., Yertayeva A.B. (2021) Emul'sii Pickeringa, stabilizirovannye nekotorymi neorganicheskiimi chasticami [Pickering emulsions stabilized by some inorganic particles]. *Chemical Bulletin of Kazakh National University*, 1. — P. 30–49. <https://doi.org/10.15328/cb1135>. (in Russian)
- Albert C., Beladjine M., Tsapis N., Fattal E., Agnely F., Huang N. (2019) Pickering emulsions: Preparation processes, key parameters governing their properties and potential for pharmaceutical applications. *Journal of Controlled Release*, 309. — P. 302–332. <https://doi.org/10.1016/j.jconrel.2019.07.003>(in English)
- Chevalier Y., Bolzinger M.A. (2013) Emulsions stabilized with solid nanoparticles: Pickering emulsions. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 439. — P. 23–34. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2013.02.054>(in English)
- Erasov V. S., Pletnev M. Y., Pokidko B. V. (2015) Stabil'nost' i reologiya pen, soderzhashchih mikrobnij polisaharid, chasticy kremnezema i bentonitovoj gliny [Stability and rheology of foams containing microbial polysaccharide, silica particles and bentonite clay]. *Colloidal Journal*, 77(5). — P. 625–633. <https://doi.org/10.7868/S0023291215050079>. (in Russian)
- Gonzalez Ortiz D., Pochat-Bohatier C., Cambedouzou J., Bechelany M., Miele P. (2020) Current trends in Pickering emulsions: Particle morphology and applications. *Engineering*, 6(4). — P. 468–482. <https://doi.org/10.1016/j.eng.2019.08.017>(in English)
- Guillo S., Bergaya F., Azevedo C., Warmont F., Tranch J.-F. (2009) Internally structured Pickering emulsions stabilized by clay mineral particles. *Journal of Colloid and Interface Science*, 333. — P. 563–569. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2009.01.026>(in English)
- Jafari S. M., Doost A. S., Nasrabadi M. N., Boostani S., Van der Meeren, P. (2020) Phytoparticles for the stabilization of Pickering emulsions in the formulation of novel food colloidal dispersions. *Trends in Food Science & Technology*, 98. — P. 117–128. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2020.02.008>(in English)
- Ko E.B., Kim J. Y. (2021) Application of starch nanoparticles as a stabilizer for Pickering emulsions: Effect of environmental factors and approach for enhancing its storage stability. *Food Hydrocolloids*, 120, Article 106984. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.106984>(in English)
- Koroleva M.Yu., Yurtov E.V. (2022) Pickering emulsions: Structure, properties and the use as colloidosomes and stimuli-responsive emulsions. *Russian Chemical Reviews*, 91, Article RCR5024. <https://doi.org/10.1070/RCR5024>(in English)
- Lagaly G., Reese M., Abend S. (1999) Smectites as colloidal stabilizers of emulsions. I. Preparation and properties of emulsions with smectites and nonionic surfactants. *Applied Clay Science*, 14. — P. 83–103. [https://doi.org/10.1016/S0169-1317\(98\)00051-9](https://doi.org/10.1016/S0169-1317(98)00051-9)(in English)
- Pei J., Wei N., Cui C., Xuan, G. (2022) Preparation of Pickering emulsion for antibacterial, anti-inflammatory and wound healing. *Journal of Biosciences and Medicines*, 10(12). — P. 134–150. <https://doi.org/10.4236/jbm.2022.1012011>(in English)
- Potoroko I.Yu., Paymulina A.V., Kadi A.M.Y. (2022) Perspektivy primeneniya emul'sii Pickeringa v pishchevyh sistemah [Perspectives of the use of Pickering emulsions in food systems]. *Bulletin of South Ural State University, Series «Food and Biotechnology»*, 10(1). — P. 15–22. <https://doi.org/10.14529/food220102>. (in Russian)
- Qi F., Wu J., Sun G., Nan F., Ngai T., Ma G. (2014) Systematic studies of Pickering emulsions stabilized by uniform-sized PLGA particles: Preparation and stabilization mechanism. *Journal of Materials Chemistry B*, 2(43). — P. 7605–7611. <https://doi.org/10.1039/C4TB01183G>(in English)
- Reger M., Sekine T., Hoffmann H. (2012) Pickering emulsions stabilized by amphiphile covered clays. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 413. — P. 25–32. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2012.01.037>(in English)
- Sieben P. G. (2023) Oil-in-oil Pickering emulsions stabilized with kaolinite. *Journal of Molecular Liquids*, 385, Article 122343. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2023.122343>(in English)
- Sodikov Sh.A., Makhkamova D.N., Usmanova Z.T. (2019) Bentonitovaya glina, ee fiziko-

khimicheskie kharakteristikii primeneniye v narodnom khozyaystve [Bentonite clay, its physical and chemical characteristics and application in the national economy]. Universum: Tekhnicheskie nauki, 6(63). — P. 74–77. <https://doi.org/10.32743/UniTech.2019.63.6>. (in Russian)

Tambe D.E., Sharma M.M. (1993) Factors controlling the stability of colloid-stabilized emulsions: I. An experimental investigation. *Journal of Colloid and Interface Science*, 157(1). — P. 244–253. <https://doi.org/10.1006/jcis.1993.1182>.(in English)

Vasilianova L. S. (2016) Bentonity v ekologii [Bentonites in ecology]. *Kazakhstan Science News*, 3(129), 70–101.

Wan Z., Xia H., Guo S., Zeng C. (2021) Water-in-oil Pickering emulsions stabilized solely by a naturally occurring steroidal sapogenin: Diosgenin. *Food Research International*, 147, Article 110484. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2021.110484>.(in English)

Wu F., Deng J., Hu L., Zhang Z., Jiang H., Li Y., Yi Z., Ngai T. (2020) Investigation of the stability in Pickering emulsions preparation with commercial cosmetic ingredients. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 602, Article 125082. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2020.125082>.(in English)

© Fischer D.<sup>1</sup>, Jumadilov T.<sup>2</sup>, Haponiuk J.<sup>3</sup>, Toilanbay G.<sup>1</sup>,  
Baishibekov A.<sup>1,4\*</sup>, 2026.

<sup>1</sup> Institute of Metallurgy and Ore Beneficiation JSC, Satbayev University,  
Almaty, Kazakhstan;

<sup>2</sup> A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences JSC, Satbayev University,  
Almaty, Kazakhstan;

<sup>3</sup> Gdańsk University of Technology, Gdansk, Poland;

<sup>4</sup> Abai Kazakh National Pedagogical University, Almaty, Kazakhstan.

E-mail: abayshibekov@gmail.com

## INTERPOLYMER KU-2-8: AV-17-8 SYSTEMS FOR SELECTIVE SORPTION OF RHENIUM, MOLYBDENUM AND TUNGSTEN

**Fischer Dametken** — Head of the Laboratory of Rare scattered elements, Candidate of Chemical Sciences, Institute of Metallurgy and Ore Beneficiation JSC, Satbayev University, Almaty, Kazakhstan,  
E-mail: d.fischer@satbayev.university, ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0001-8326-1545>;

**Jumadilov Talkybek** — Head of the Laboratory of Polymer Synthesis and Physicochemistry, Doctor of Chemical Sciences, Professor, A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences JSC, Satbayev University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: jumadilov@mail.ru, ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0001-9505-3719>;

**Haponiuk Jozef** — Professor, Gdańsk University of Technology, Gdansk, Poland,

E-mail: jozef.haponiuk@pg.edu.pl, ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0001-6377-7050>;

**Toilanbay Gulnara** — Junior research assistant, Institute of Metallurgy and Ore Beneficiation JSC, Satbayev University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: toilanbay\_g@mail.ru, ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0001-5926-6610>;

**Baishibekov Arman** — Junior research assistant, Institute of Metallurgy and Ore Beneficiation JSC, Satbayev University; Abai Kazakh National Pedagogical University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: abayshibekov@gmail.com, ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0003-3704-9425>.

**Abstract.** In this paper, the processes of sorption and desorption of rhenium ions Re(VII), molybdenum Mo(VI) and tungsten W(VI) from model aqueous solutions are studied using a series of interpolymer systems based on the strongly acidic cationite KU-2-8(H<sup>+</sup>) and the strongly basic anionite AV-17-8(OH<sup>-</sup>). The aim of the study was to develop and optimize interpolymer systems for the selective extraction of rhenium ions in the presence of molybdate and tungstate ions. The sorption process was studied under static (batch) conditions by varying the contact time between the solution and the interpolymer systems with different component ratios. The study showed that the

determining factors for the sorption process are the composition of the interpolymer system used and the duration of phase contact during which the phases interact. The highest sorption capacity was observed for the KU-2-8(H<sup>-</sup>): AV-17-8(OH<sup>-</sup>) system at a molar ratio of 2:4, where the degree of rhenium removal exceeded 85-90%, and the residual concentration decreased from 150 to 13.5 mg/L in 48 hours. Desorption studies using 4 M HCl confirmed the reversible ion-exchange mechanism of rhenium binding; the degree of desorption reached significant values, which indicates the possibility of sorbent regeneration without significant loss of activity. The results obtained demonstrate a pronounced synergistic effect of the KU-2-8(H<sup>+</sup>): AV-17-8(OH<sup>-</sup>) interpolymer systems in comparison with individual ionites and confirm the prospects of their use for the selective extraction of rhenium ions from multicomponent industrial and technological solutions containing molybdate and tungstate ions.

**Keywords:** rhenium; molybdenum; tungsten; sorption; interpolymer systems; ion exchange

*Acknowledgment, funding:* this review was funded by The Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan, grant number AP26103717

*For citations:* Fischer D., Jumadilov T., Haponiuk J., Toilanbay G., Baishibekov A. Interpolymer KU-2-8: AV-17-8 systems for selective sorption of rhenium, molybdenum and tungsten. *Academic Scientific Journal of Chemistry*, 2026. — No.1. — P. 129–147. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.345>

© Фишер Д.<sup>1</sup>, Джумадилов Т.<sup>2</sup>, Хапонюк Ю.<sup>3</sup>, Тойланбай Г.<sup>1</sup>,  
Байшибеков А.<sup>1,4\*</sup>, 2026.

<sup>1</sup> АҚ Металлургия және кен байыту институты, Сәтбаев университеті,  
Алматы, Қазақстан;

<sup>2</sup> Ә.Б. Бектұров атындағы АҚ Химия ғылымдары институты, Алматы, Қазақстан;

<sup>3</sup> Гданьск технологиялық университеті, Гданьск, Польша;

<sup>4</sup> Абай атындағы Қазақ ұлттық педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан.  
E-mail: abayshibekov@gmail.com

## РЕНИЙ, МОЛИБДЕН ЖӘНЕ ВОЛЬФРАМДЫ СЕЛЕКТИВТІ СОРБЦИЯЛАУҒА АРНАЛҒАН KU-2-8: AV-17-8 ИНТЕРПОЛИМЕРЛІ ЖҮЙЕЛЕРІ

**Фишер Дәметкен** — Сирек шашыраңқы элементтер зертханасының меңгерушісі, химия ғылымдарының кандидаты, «Металлургия және кен байыту институты» АҚ, Сәтбаев университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: d.fischer@satbayev.university, ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0001-8326-1545>;

**Жұмадилов Талқыбек** — Полимерлер синтезі және физика-химия зертханасының меңгерушісі, химия ғылымдарының докторы, профессор, «А.Б. Бектұров атындағы химия ғылымдары институты» АҚ, Сәтбаев университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: jumadilov@mail.ru, ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0001-9505-3719>;

**Хапонюк Джозеф** — Гданьск технологиялық университетінің профессоры, Гданьск, Польша,

E-mail: jozef.haponiuk@pg.edu.pl, ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0001-6377-7050>;

**Еңбекбай Гүлнар** — «Металлургия және кен байыту институты» АҚ кіші ғылыми қызметкері, Сәтбаев университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: toilanbay\_g@mail.ru, ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0001-5926-6610>;

**Байшибеков Арман** — «Металлургия Және Кенді Байыту Институты» Ақ Кіші ғылыми қызметкері, Сәтбаев университеті; Абай атындағы Қазақ ұлттық педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: abayshibekov@gmail.com, ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0003-3704-9425>.

**Аннотация:** Бұл жұмыста рений иондарының Re(VII), молибден Mo(VI) және вольфрам W(VI) модельдерінің сулы ерітінділерінен сорбциясы мен десорбциясы процестері жоғары қышқыл катионит КУ-2-8(H+) және жоғары негізді анионит АВ-17-8(OH<sup>-</sup>) негізіндегі интерполимерлі жүйелер сериясы арқылы зерттеледі. Зерттеудің мақсаты молибдат және вольфрам иондарының қатысуымен рений иондарын іріктеп алу үшін интерполимерлік жүйелерді әзірлеу және оңтайландыру болды. Сорбция процесі статикалық (пакеттік) жағдайда ерітінді мен интерполимер жүйелері арасындағы байланыс уақытын әр түрлі компоненттік қатынастармен өзгерту арқылы зерттелді. Зерттеу көрсеткендей, сорбция процесінің анықтаушы факторлары қолданылатын интерполимер жүйесінің құрамы және фазалар өзара әрекеттесетін фазалық байланыстың ұзақтығы болып табылады. Ең жоғары сорбциялық сыйымдылық ку-2-8(H<sup>+</sup>): АВ-17-8 (OH<sup>-</sup>) жүйесі үшін молярлық қатынасы 2:4 кезінде байқалды, мұнда ренийді кетіру дәрежесі 85-90% - дан асты, ал қалдық концентрациясы 48 сағат ішінде 150-ден 13,5 мг/л-ге дейін төмендеді. 4 М HCl көмегімен десорбциялық зерттеулер рениймен байланысудың қайтымды ион алмасу механизмін растады; десорбция дәрежесі маңызды мәндерге жетті, бұл белсенділіктің айтарлықтай жоғалуынсыз сорбенттердің регенерациялану мүмкіндігін көрсетеді. Алынған нәтижелер ку-2-8(H<sup>+</sup>): AV-17-8(OH<sup>-</sup>) интерполимерлі жүйелерінің жекелеген иониттермен салыстырғанда айқын синергетикалық әсерін көрсетеді және оларды молибдат пен вольфрам иондары бар көп компонентті өнеркәсіптік және технологиялық ерітінділерден рений иондарын іріктеп алу үшін қолдану перспективаларын растайды.

**Түйін сөздер:** рений; молибден; вольфрам; сорбция; интерполимерлік жүйелер

© Фишер Д.<sup>1</sup>, Джумадилов Т.<sup>2</sup>, Хапонюк Ю.<sup>3</sup>, Тойланбай Г.<sup>1</sup>,  
Байшибеков А.<sup>1,4\*</sup>, 2026.

<sup>1</sup> АО «Институт металлургии и обогащения руд», Университет Сатбаева,  
Алматы, Казахстан;

<sup>2</sup> АО «Институт химических наук им. А.Б. Бектурова», Университет Сатбаева,  
Алматы, Казахстан;

<sup>3</sup> Гданьский технологический университет, Гданьск, Польша;

<sup>4</sup> Казахский национальный педагогический университет им. Абая,  
Алматы, Казахстан.

E-mail: abayshibekov@gmail.com

## ИНТЕРПОЛИМЕРНЫЕ СИСТЕМЫ KU-2-8:AV-17-8 ДЛЯ СЕЛЕКТИВНОЙ СОРБЦИИ РЕНИЯ, МОЛИБДЕНА И ВОЛЬФРАМА

**Фишер Даметкен** — заведующий лабораторией редких рассеянных элементов, кандидат химических наук, АО «Институт металлургии и обогащения руд», Университет Сатбаева, Алматы, Казахстан,

E-mail: d.fischer@satbayev.university, ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0001-8326-1545>;

**Джумадилов Талкыбек** — заведующий лабораторией синтеза полимеров и физико-химии, доктор химических наук, профессор, АО «Институт химических наук им. А.Б. Бектурова», Университет Сатбаева, Алматы, Казахстан,

E-mail: jumadilov@mail.ru, ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0001-9505-3719>;

**Хапонюк Юзеф** — профессор, Гданьский технологический университет, Гданьск, Польша,

E-mail: jozef.haponiuk@pg.edu.pl, ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0001-6377-7050>;

**Тойланбай Гульнара** — младший научный сотрудник, АО «Институт металлургии и обогащения руд», Университет Сатбаева, Алматы, Казахстан,

E-mail: toilanbay\_g@mail.ru, ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0001-5926-6610>;

**Байшибеков Арман** — младший научный сотрудник, АО «Институт металлургии и обогащения руд», Университет Сатбаева; Казахский национальный педагогический университет им. Абая, Алматы, Казахстан,

E-mail: abayshibekov@gmail.com, ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0003-3704-9425>.

**Аннотация:** В данной работе изучены процессы сорбции и десорбции ионов рения Re(VII), молибдена Mo(VI) и вольфрама W(VI) из модельных водных растворов с использованием серии интерполимерных систем на основе сильноокислотного катионита KU-2-8(H-) и сильноосновного анионита AV-17-8(OH-). Целью исследования является разработка и оптимизация интерполимерных систем для селективного извлечения ионов рения в присутствии ионов молибдата и вольфрамата. Процесс сорбции изучался в статических (периодических) условиях путём варьирования времени контакта раствора с интерполимерными системами различного состава. Установлено, что определяющими факторами процесса сорбции являются состав интерполимерной системы и продолжительность фазового контакта. Наибольшая сорбционная ёмкость наблюдалась для системы KU-2-8(H):AV-17-8(OH-) при мольном соотношении 2:4, где степень удаления рения превышала 85–90%, а остаточная концентрация снижалась со 150 до 13,5 мг/л в течение 48 часов. Исследования

десорбции с использованием 4 М HCl подтвердили обратимый ионообменный механизм связывания рения; степень десорбции достигала высоких значений, что свидетельствует о возможности регенерации сорбента без существенной потери активности. Полученные результаты демонстрируют выраженный синергетический эффект интерполимерных систем KU-2-8(H<sup>-</sup>):AV-17-8(OH<sup>-</sup>) по сравнению с индивидуальными ионитами и подтверждают перспективность их использования для селективного извлечения ионов рения из многокомпонентных технологических растворов, содержащих ионы молибдата и вольфрамата.

**Ключевые слова:** рений; молибден; вольфрам; сорбция; интерполимерные системы

**Introduction.** Rare and dispersed elements such as rhenium, molybdenum, and tungsten play a key role in modern industry due to their unique physico-chemical properties and high thermal and chemical stability (Que et al., 2022). Rhenium, in particular, is used in the production of heat-resistant alloys, catalysts, and electronics, but its natural content is extremely low, and extraction from ore sources involves significant technological difficulties (Xu et al., 2024). Therefore, the development of effective and environmentally friendly methods for extracting rhenium from secondary and industrial aqueous media containing related elements, molybdenum and tungsten, remains an urgent task (Batueva et al., 2022).

In recent decades, there has been a growing interest in polymer and interpolymer sorption systems with controlled properties, chemical resistance, and the possibility of selective interaction with metal ions of various natures (Jumadilov et al., 2021). Among them, acidic and basic ionites, such as KU-2-8(H<sup>+</sup>) and AV-17-8(OH<sup>-</sup>), which are capable of forming interpolymer complexes with improved characteristics compared to individual resins, attract special attention (Dyussebayeva et al., 2024). The synergistic effect resulting from the combination of cation- and anion-exchange components provides an increase in the degree of sorption due to the combined action of electrostatic and interphase interactions in the macromolecular matrix (Jumadilov et al., 2025).

Separate data on acid-base type interpolymer systems are presented in the literature, however, complex studies devoted to the joint sorption and the process of releasing Re(VII), Mo(VI) and W(VI) in an interpolymer system consisting of KU-2-8(H<sup>+</sup>) together with AV-17-8(OH<sup>-</sup>) and with varying molar ratios of components, are practically absent. It has been shown that the rate and degree of sorption significantly depend on the content of the anion-exchange component AV-17-8(OH<sup>-</sup>) and the interaction time (Yu et al., 2019). This necessitates a systematic study of the effect of the composition of the interpolymer system and the contact time on the kinetics of the process, selectivity and regenerative ability of the sorbent (Baishibekov et al., 2025).

The aim of the work is to develop and evaluate interpolymer systems KU-2-8(H<sup>+</sup>):AV-17-8(OH<sup>-</sup>) for selective sorption and partial desorption of rhenium ions from model aqueous solutions in the presence of molybdenum and tungsten, to identify the optimal molar ratio of components and to establish the basic patterns of sorption and desorption.

**Methods and materials.**

*Reagents and preparation of model solutions.* Salts containing rhenium, molybdenum, and tungsten ions were used to study sorption properties. Ammonium perrenate (NH<sub>4</sub>ReO<sub>4</sub>) was used as a source of rhenium, sodium molybdate (Na<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O) as a source of molybdenum, and tungstic acid (H<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>) as a source of tungsten. Model solutions were prepared by dissolving samples of the corresponding salts in distilled water to a concentration of 150 mg/L for each of the studied ions. The solutions were prepared fresh before the experiments. The initial pH of the model solutions was adjusted to pH = 5.5 ± 0.1 by adding dilute NaOH or HCl solutions. The pH was controlled using a pH meter and maintained constant throughout the sorption experiments. The ionic strength of the solution was stabilized by introducing a neutral electrolyte background. The temperature regime during the measurements was stabilized at 25 °C with a tolerance of ± 1 °C.

*Interpolymer sorption Systems.* The study materials were KU-2-8(H<sub>2</sub>) cationite with pronounced acidic properties and AV-17-8(OH<sup>-</sup>) anionite, which belongs to the strongly basic ones. A series of interpolymer systems with different molar ratios of components was prepared from these ionites.: 6:0, 5:1, 4:2, 3:3, 2:4, 1:5 and 0:6 (KU-2-8: AV-17-8). Each composition was formed by co-swelling the resins in distilled water and then evenly mixing until a homogeneous phase distribution was achieved. Before use, the ionites were washed with distilled water to a neutral reaction medium and dried to a constant weight at room temperature. The mass ratio of the solid phase to the liquid was 0.06 g per 100 ml of solution. All sorption experiments were carried out in closed reaction cells with constant stirring on a magnetic stirrer until equilibrium was established. All sorption experiments were carried out under static (batch) conditions, where the interaction between the solid sorbent and the solution was studied as a function of contact time at different component ratios.

*Sorption procedure.* Sorption kinetics was determined at different contact times: 0.5, 2.5, 6, 24, and 48 hours. After a predetermined period of time, aliquots of 5 ml were taken from the reaction mixture to analyze the residual concentration of metals. The concentrations of Re(VII), Mo(VI), and W(VI) in solution were determined spectrophotometrically. All experiments were carried out in three repetitions; the results were averaged; the discrepancy did not exceed 5%.

*Desorption technique.* After the completion of the 48-hour sorption process, desorption experiments were performed to evaluate the reversibility of ion binding. 4 M HCl was used as the eluent. The amount of desorption was expressed as a percentage relative to the amount of metal sorbed in the previous step.

*Processing of experimental data.* Sorption efficiency ( $\eta$ , %) was calculated by the expression:

$$\eta = \frac{C_0 - C_e}{C_0} \times 100\% \quad (1)$$

where  $C_0$  - is the initial concentration,  $C_e$  - is the equilibrium concentration (mg/L)

The degree of desorption (R, %) was determined as:

$$R = \frac{m_{desorbed}}{m_{sorbed}} \times 100\% \quad (2)$$

The degree of binding ( $\theta$ , %) was calculated as the ratio of the number of metal ions bound at time  $t$  ( $q_t$ ) to the maximum sorption capacity ( $q_{max}$ ):

$$\theta = \frac{q_t}{q_{max}} \times 100\% \quad (3)$$

The effective dynamic exchange capacity ( $Q$ , mmol/g) was determined by the expression:

$$Q = \frac{v_{sorb}}{m_{sorbent}} \times 100\% \quad (4)$$

$v_{orb}$  - the amount of the substance of the sorbed metal, mmol;

$m_{sorbent}$  - weight of dry sorbent, g.

**Results.** Sorption kinetics and the effect of the composition of the interpolymer system

The sorption of rhenium, molybdenum, and tungsten ions was studied in model solutions at constant pH, ionic strength, and temperature. The ratio of solid to liquid was maintained at 0.06 g per 100 ml, and the initial concentration of each ion was 150 mg/L. To evaluate the sorption properties, a series of KU-2-8(H<sup>+</sup>):AV-17-8(OH<sup>-</sup>) interpolymer systems with molar ratios from 6:0 to 0:6 were tested. The residual concentration of rhenium, molybdenum, and tungsten ions ( $C_e$ , mg/L), depending on the contact time, at various ratios of KU-2-8:AV-17-8 are shown in Figure 1.

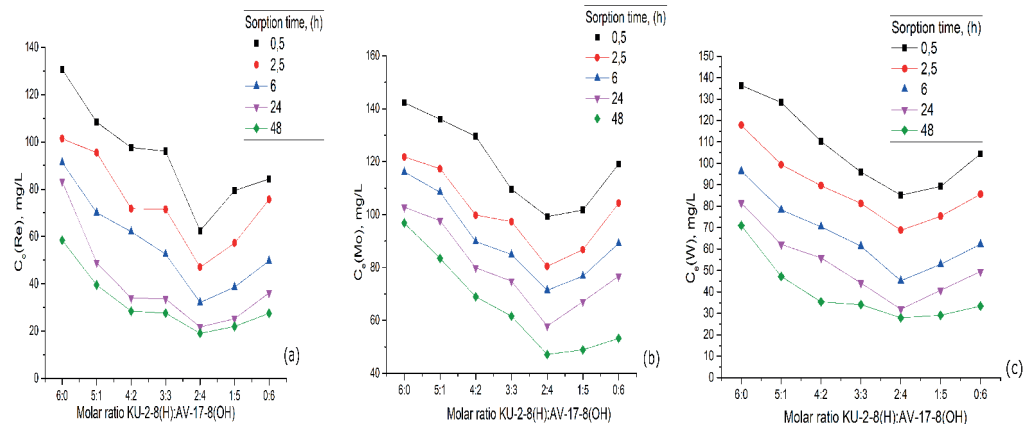


Figure 1. Residual concentrations of Re(VII)(a), Mo(VI)(b), and W(VI)(c) ions on KU-2-8(H<sup>+</sup>):AV-17-8(OH<sup>-</sup>) interpolymer systems at different molar component ratios.

Figure (a) shows the dependence of the residual concentration of rhenium ions in the model solution on the molar ratio of the components of the interpolymer system KU-2-8(H<sup>+</sup>):AV-17-8(OH<sup>-</sup>) at different sorption times. As can be seen from the figure,

in all the studied systems, with increasing sorption time, a decrease in the residual rhenium concentration is observed, which indicates the gradual extraction of ions from the solution and the sorption process. The highest residual concentration is recorded for individual KU-2-8(H<sup>+</sup>) cationite (ratio 6:0), whereas the introduction of AV-17-8(OH<sup>-</sup>) anionite leads to a noticeable increase in rhenium extraction efficiency.

For individual KU-2-8(H<sup>+</sup>) (6:0) cationite, the residual rhenium concentration decreases sequentially with increasing contact time: from about ~130 mg/L after 0.5 hours to ~100 mg/L after 2.5 hours (a decrease of ~23%), ~92 mg/L after 6 h (-29%), ~85 mg/L after 24 h (-35%) and ~60 mg/L after 48 h (-54% relative to 0.5 h).

When switching to the 5:1 interpolymer system, an additional decrease in  $C_e$  is observed. So, after 0.5 hours, the concentration decreases from ~110 to ~96 mg/L, and after 48 hours — from ~60 to ~40 mg/L (-33% compared to 6:0).

For the 4:2 composition, the residual concentration continues to decrease: after 0.5 hours — about ~100 mg/L, after 24 hours — ~35 mg/L, and after 48 hours — ~28 mg/L.

In the 3:3 system, the decrease persists, but becomes less pronounced:  $C_e$  after 0.5 hours is ~96 mg/L, and after 48 hours — ~27 mg/L.

The most noticeable decrease in the residual concentration is observed at a ratio of 2:4 and 1:5. In these molar ratios of sorbents to each other, the minimum values for all sorption times are fixed. For example, for a ratio of 2:4 from the initial 64 mg/L after half an hour of sorption, 20 mg/L remains near the end of equilibrium, while for a ratio of 1:5 from the initial 82 mg/L, 23 mg/L remains by the end of the experiment.

For the individual anionite AV-17-8(OH<sup>-</sup>) (0:6), the residual concentration increases: after 48 hours, the residual concentration reaches ~26 mg/L.

Thus, quantitative analysis shows that:

- an increase in sorption time from 0.5 to 48 hours leads to a 2-3-fold decrease in the residual rhenium concentration for all the systems studied;
- the transition from monocomponent ion exchangers to binary interpolymer systems provides an additional reduction in  $C_e$  by 30-70%;
- Optimal sorption characteristics are achieved at intermediate ratios of KU-2-8(H<sup>+</sup>):AV-17-8(OH<sup>-</sup>)  $\approx$  2:4-1:5, where the residual concentration is minimal (about 20 mg/L after 48 hours).

The results obtained indicate a pronounced synergistic effect of interpolymer systems in the extraction of perrenate ions from multicomponent solutions.

The results of the study also showed that the determining factors of the sorption process are the composition of the interpolymer system and the duration of the phase contact. In the initial period (0.5–2.5 hours), mainly rapid extraction of Re(VII) is observed, while sorption of Mo(VI) and W(VI) proceeds more slowly and reaches equilibrium only after 24-48 hours.

Figure (b) shows the effect of the composition of the interpolymer system KU-2-8(H<sup>+</sup>):AV-17-8(OH<sup>-</sup>) and the duration of phase contact on the residual molybdenum content in the model solution. A pronounced time dependence can be traced over the entire range of conditions studied: as the duration of the interaction of the solid and liquid phases increases, the concentration of Mo(VI) in solution decreases sequentially.

For the individual cation exchange resin KU-2-8(H-) (6:0), the values of  $C_e$  remain the highest among all samples. At the initial moment (0.5 h), the molybdenum content is about ~142 mg/L and gradually decreases to ~95 mg/L after 48 hours, which corresponds to a decrease of about 33%. This indicates the limited ability of cationite to extract molybdate ions.

The introduction of an anion-exchange component leads to a noticeable improvement in performance. At a ratio of 5:1, after 0.5 hours, about ~137 mg/L is fixed, while by 48 hours the value decreases to ~83 mg/L. For the 4:2 system, a further downward shift of the curves is observed: the final values reach ~65 mg/L.

With an equimolar composition (3:3), the decrease becomes more pronounced. At this point, by the end of the experiment, the concentration of molybdenum is approximately ~60 mg/L, which is significantly lower than in cationite-enriched systems.

The deepest extraction of Mo(VI) is realized in the area of increased anionite content. So, at a ratio of 2:4, after 0.5 hours, about ~100 mg/L is fixed, and by 48 hours the indicator decreases to ~43 mg/L. For the 1:5 composition, the final value increases slightly to ~47 mg/L, but remains significantly lower than for mixtures with a predominance of KU-2-8(H+).

For the individual AV-17-8(OH-) (0:6) anionite, a partial loss of efficiency is observed compared to optimal binary compositions: after 48 hours, the residual concentration increases to ~53 mg/L, which indicates the presence of a pronounced cooperative effect in the interpolymer systems of intermediate composition.

Comparison of kinetic curves shows that the most intense binding of molybdenum occurs in the first hours of contact, after which the process rate decreases markedly and the system gradually reaches a steady level in the range of 24–48 hours.

In general, the obtained dependences demonstrate that:

- an increase in the proportion of the anion-exchange component contributes to a more efficient removal of molybdate ions from the solution;
- the maximum effect is achieved in binary compositions with a predominance of AV-17-8(OH-);
- individual ion exchangers are inferior in efficiency to interpolymer combinations;
- the equilibrium state for Mo(VI) is established more slowly than for Re(VII), which indicates differences in the mechanisms of mass transfer and ion exchange interaction.

The presented data confirm the important role of the composition of the interpolymer system in controlling the selectivity of component extraction from multicomponent solutions.

Figure (c) shows the change in the residual tungsten content in the solution depending on the composition of the interpolymer composition KU-2-8(H+):AV-17-8(OH-) and the duration of phase contact. The obtained curves demonstrate a systematic decrease in the concentration of W(VI) with an increase in the interaction time, which indicates the gradual involvement of tungstate ions in the ion exchange process.

For KU-2-8(H+) cationite without the addition of anionite (6:0), the highest values of  $C_e$  are recorded in the entire time interval. After 0.5 hours, the W(VI) content is about

~137 mg/L and decreases only to ~70 mg/L after 48 hours, which indicates the limited ability of this resin to bind anionic forms of tungsten.

The addition of AV-17-8(OH-) leads to a consistent downward shift in dependencies. At a ratio of 5:1, the final concentration decreases to about ~47 mg/L, and for a 4:2 system — to ~36 mg/L. This indicates the increasing contribution of the anion exchange centers to the fixation process of W(VI).

In the 3:3 composition, a further deepening of the solution purification is observed: by 48 hours, the residual tungsten content is about ~34 mg/L. However, the most pronounced effect is seen with an increase in the proportion of AV-17-8(OH-).

The minimum values are achieved with a ratio of 2:4. At this point, after 0.5 hours, the concentration is about ~86 mg/L, and by the end of the experiment it decreases to ~28 mg/L. When switching to the 1:5 composition, there is a slight increase in the final value (up to ~30 mg/L), which may indicate a deviation from the optimal ratio of active centers.

For the individual AV-17-8(OH-) (0:6) anionite, the efficiency remains high, but is somewhat inferior to the best binary system: after 48 hours, about ~34 mg/L is fixed. This result confirms the existence of a cooperative interaction between the components of the interpolymer pair.

Kinetic analysis shows that the main decrease in the concentration of W(VI) occurs in the first 6 hours, after which the rate of the process slows down noticeably and by 24-48 hours the system approaches the equilibrium state.

In general, it is established that:

- an increase in the content of the anion exchange component significantly improves the extraction of tungstate ions;
- mixed interpolymer compositions show higher performance compared to individual resins;
- the optimal composition region is located near the ratio of KU-2-8(H+):AV-17-8(OH-)≈2:4;
- achieving steady-state values for W(VI) requires a longer contact time compared to Re(VII) or Mo(VI), which is due to the peculiarities of the transfer and exchange of tungsten oxoanions.

The data obtained confirm the prospects of selecting the composition of interpolymer systems for directional control of the extraction of components from multicomponent solutions.

*The effect of the molar ratio on sorption efficiency.* A comparative analysis showed that an increase in the proportion of the anion-exchange component AV-17-8(OH-) contributes to an increase in sorption activity with respect to rhenium. The maximum recovery of Re(VII) (> 85-87%) was achieved at a molar ratio of 2:4, where the residual ion concentration in solution decreased from 150 mg/L to 13.5 mg/L after 48 hours. For molybdenum and tungsten, the equilibrium concentrations were about 53 mg/L and 23 mg/L, respectively, which indicates a lower affinity of these ions to the active centers of the system. The effect of the molar ratio of KU-2-8:AV-17-8 on the sorption efficiency of Re(VII), Mo(VI) and W(VI) ions (t = 48 h) is shown in Figure 2.

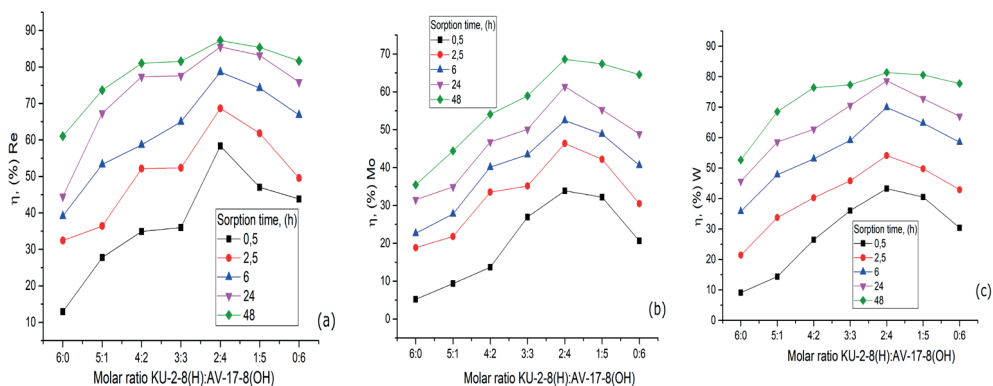


Figure 2 – Dependence of the sorption degree  $h(\text{Re})$ (a),  $h(\text{Mo})$ (b),  $h(\text{W})$ (c) on the molar ratio of the components KU-2-8:AV-17-8 at a contact time of 48 hours.

For single-component systems (6:0 and 0:6), the sorption degree was significantly lower, which confirms the synergistic effect when using cation- and anion-exchange resins together. The most efficient ion extraction is due to the formation of interfacial zones and enhanced electrostatic interactions between oppositely charged groups.

**Selectivity of sorption.** A comparison of the extraction efficiency of the three elements showed a pronounced selectivity of the system with respect to Re(VII). Under the same conditions and initial concentrations, rhenium was preferentially sorbed compared to Mo(VI) and W(VI), which is explained by differences in charge, hydration radius, and the nature of the anionic complexes. Due to its smaller size and high mobility, the perrenate ion penetrates more easily into the micropores of the interpolymer matrix and interacts with cationic centers.

**Desorption behavior.** To assess the reversibility of the process, desorption experiments were performed after 48 hours of sorption. The degree of desorption increased with an increase in the content of the anion-exchange component and reached maximum values in the 2:4 system, amounting to 34.12% for rhenium, 9.34% for molybdenum and 22.74% for tungsten. The dependence of the degree of desorption of R(Re), R(Mo), R(W) on the molar ratio of KU-2-8:AV-17-8 is shown in Figure 3.

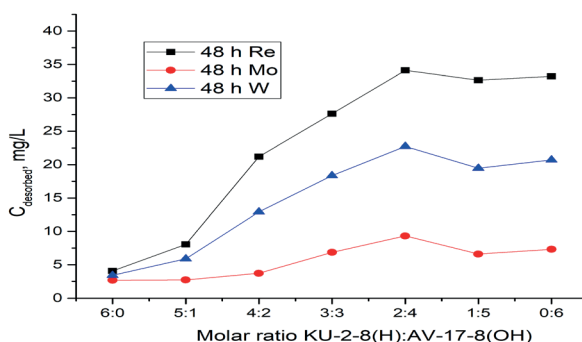


Figure 3. The degree of desorption of Re(VII), Mo(VI), and W(VI) ions from the KU-2-8(H):AV-17-8(OH) interpolymer systems, depending on the molar ratio of the components.

The results obtained confirm that the binding of rhenium is predominantly ion-exchange and reversible, whereas Mo(VI) and W(VI) are retained more weakly due to coordination and Van der Waals interactions. These results are in agreement with previously reported data, which confirm the reversible ion-exchange mechanism of rhenium binding in strongly basic anion exchangers (Liu et al., 2018).

*Parameter analysis of Q and  $\theta$ .* The dependence of the sorption efficiency ( $\eta$ , %) on the contact time and the composition of the system corresponds to an increase in the values of Q and  $\theta$  with an increase in the proportion of AV-17-8. In the optimal 2:4 system, the values of  $\eta$  for Re(VII), Mo(VI), and W(VI) were 87.28%, 68.6%, and 81.4%, respectively. For the same composition, the maximum values of  $Q_{\text{Re}} \approx 0.0117$  mmol/g,  $Q_{\text{Mo}} \approx 0.0179$  mmol/g,  $Q_{\text{W}} \approx 0.0111$  mmol/g and  $\theta_{\text{Re}} \approx 21.6$ ,  $\theta_{\text{Mo}} \approx 33.0$ ,  $\theta_{\text{W}} \approx 20.4$  were obtained. The calculated values of the effective dynamic exchange capacity of Q for Re, Mo, and W ions at various ratios KU-2-8(H<sup>+</sup>):AV-17-8(OH<sup>-</sup>) are shown in Figure 4.

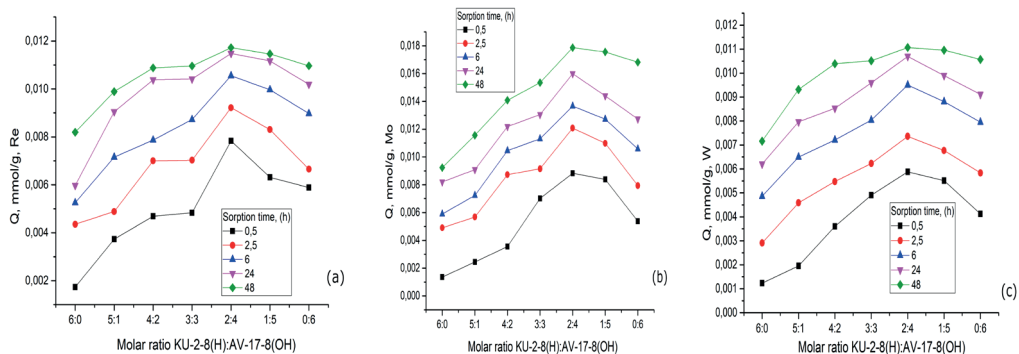


Figure 4. Effective dynamic exchange capacity Q for Re(VII)(a), Mo(VI)(b) and W(VI)(c) on interpolymer systems KU-2-8(H):AV-17-8(OH).

The calculated values of the degree of binding  $\theta$  for Re(VII), Mo(VI), and W(VI) ions at various ratios of KU-2-8(H):AV-17-8(OH) are shown in Figure 5.

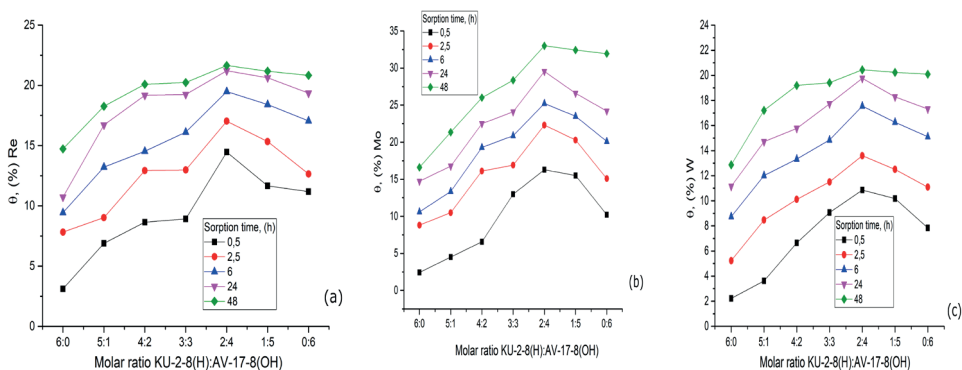


Figure 5. Degree of binding  $\theta$  for Re(VII)(a), Mo(VI)(b), and W(VI)(c) ions on the KU-2-8(H):AV-17-8(OH) interpolymer systems.

The binding rates for rhenium, molybdenum, and tungsten ions were calculated for each composition within 48 hours. The molar ratio of 2:4 had the best performance in all three systems, which corresponds to the data on the residual concentration after sorption and the degree of sorption  $\eta(\text{Re})$ ,  $\eta(\text{Mo})$ ,  $\eta(\text{W})$ .

*IR spectroscopic analysis of KU-2-8(H<sup>+</sup>) cationite and AV-17-8(OH<sup>-</sup>) anionite before and after sorption.*

**Literature review.** *IR spectrum of KU-2-8 cationite after sorption.* Figure 6 shows the IR spectra of KU-2-8(H<sup>+</sup>) cationite before (a) and after sorption (b). The IR spectrum of KU-2-8(H<sup>+</sup>) cationite after sorption is characterized by a wide intense band in the region of 3468 and 3437 cm<sup>-1</sup>, corresponding to the superposition of valence vibrations of OH groups of sulfonic acid centers and adsorbed water (Semushin et al., 1980). The band at 3064 cm<sup>-1</sup> refers to valence vibrations of the C–H aromatic ring of the polystyrene matrix (Kazitsyna et al., 1980). Asymmetric and symmetrical fluctuations of the methylene groups are recorded at 2925 and 2853 cm<sup>-1</sup>, which is a characteristic feature of the polystyrene-divinylbenzene framework (Semushin et al., 1980). Deformation vibrations of water molecules are observed in the region of 1638 cm<sup>-1</sup> (Semushin et al., 1980; Laskorin 1983). The set of bands 1602, 1496, 1451, and 1413 cm<sup>-1</sup> corresponds to valence vibrations C=C of the aromatic core, partially overlapping with deformation vibrations of the CH<sub>2</sub> groups (Semushin et al., 1980; Laskorin 1983; Uglyanskaya et al., 1989). The most informative region of 1200-1000 cm<sup>-1</sup> is represented by bands 1184, 1128, 1039, and 1010 cm<sup>-1</sup>, which uniquely relate to valence vibrations of the SO<sub>3</sub>H group associated with the benzene ring (Semushin et al., 1980). Extraplanar deformation vibrations of the C–H disubstituted aromatic ring are recorded at 834 and 776 cm<sup>-1</sup> (Semushin et al., 1980). The long-wavelength region contains diagnostic bands of the C–S bond: the range 705-570 cm<sup>-1</sup> is the C–S oscillation region in sulfur containing organic compounds (Kazitsyna et al., 1980) bands at 625 and 570 cm<sup>-1</sup> are characteristic of the sulfogroup associated with the benzene ring in sulfocationites (Semushin et al., 1980; Kazitsyna et al., 1980) the band 580 cm<sup>-1</sup> is fluctuations of the C–S sulfogroup (Semushin et al., 1980; Laskorin, 1983) bands 677 and 621 cm<sup>-1</sup> are additional manifestations of C–S bonds (Laskorin, 1983). Bands in the 380 and 353 cm<sup>-1</sup> regions are particularly significant, related to the valence vibrations of Me–O (Nakamoto, 1991), which indicates the presence of metal oxoanions (Re, Mo, W) sorbed on KU-2-8(H<sup>+</sup>).

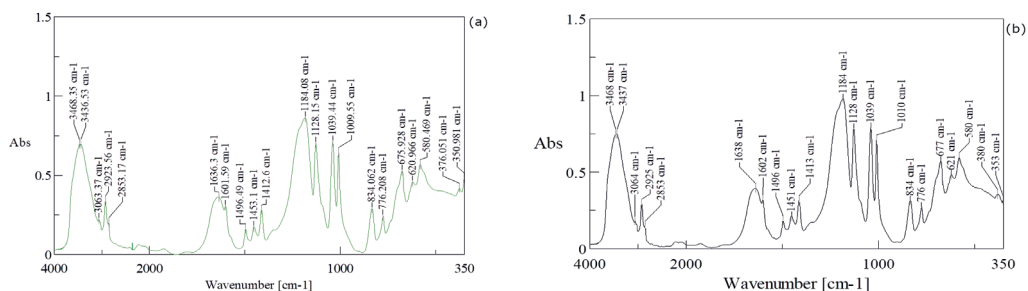


Figure 6. IR spectrum of KU-2-8(H<sup>+</sup>) cationite before (a) and after (b) sorption.

The structure of sulfocationite is preserved, but the appearance of Me–O bands indicates the formation of coordination or electrostatic interactions between oxoanions and functional groups  $-\text{SO}_3\text{H}$ , confirming the sorption mechanism established by kinetics and desorption.

*IR spectrum of AV-17-8(OH<sup>-</sup>) anionite before sorption.* Figure 7 shows the IR spectra of AV-17-8(OH<sup>-</sup>) before (a) and after sorption (b). The IR spectrum of the initial AV-17-8(OH<sup>-</sup>) corresponds to the structure of a strongly basic anionite in OH form. The wide bands 3430 and 3401  $\text{cm}^{-1}$  relate to valence vibrations of OH<sup>-</sup> groups of adsorbed water (Semushin et al., 1980; Kazitsyna et al., 1980). The band at 3022  $\text{cm}^{-1}$  corresponds to the C–H of the aromatic ring (Semushin et al., 1980; Kazitsyna et al., 1980). Asymmetric and symmetrical oscillations of CH<sub>2</sub> groups are manifested at 2924 and 2852  $\text{cm}^{-1}$  (Semushin et al., 1980). Deformation fluctuations of bound hydroxyl groups are recorded at 1632  $\text{cm}^{-1}$  (Semushin et al., 1980). The valence vibrations C=C of the aromatic ring are expressed by bands 1614, 1511, and 1488  $\text{cm}^{-1}$  (Semushin et al., 1980; Kazitsyna et al., 1980; Laskorin 1983). Fluctuations of CH<sub>2</sub>- (1453, 1426  $\text{cm}^{-1}$ ) and CH<sub>3</sub>-groups (1383  $\text{cm}^{-1}$ ) confirm the presence of alkyl fragments (Semushin et al., 1980). The 1222  $\text{cm}^{-1}$  band belongs to C–N aliphatic amines (Semushin et al., 1980), a key structural fragment of the anion exchanger. Planar deformation vibrations of the C–H disubstituted ring are recorded at 976  $\text{cm}^{-1}$ , and characteristic vibrations of the quaternary ammonium group N<sup>+</sup>(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> are recorded at 890  $\text{cm}^{-1}$  (Semushin et al., 1980). Out-of-plane C-H deformation vibrations are observed at 829, 765, and 706  $\text{cm}^{-1}$ . The spectrum fully confirms the structure of polystyrene divinylbenzene anionite with quaternary ammonium centers.

*The IR spectrum of AV-17-8(OH<sup>-</sup>) anionite after sorption.* After sorption, the AV-17-8(OH<sup>-</sup>) spectrum retains the main bands, but new and shifted ones appear — evidence of interaction with ReO<sub>4</sub><sup>-</sup>, MoO<sub>4</sub><sup>2-</sup> and WO<sub>4</sub><sup>2-</sup>. A wide maximum of OH groups is observed at 3412  $\text{cm}^{-1}$  (Semushin et al., 1980; Laskorin 1983). An important sign of a change in the chemical structure is the appearance of a 1693  $\text{cm}^{-1}$  band related to C=O, which indicates partial degradation of the polymer matrix (Semushin et al., 1980). The diagnostic band 2629  $\text{cm}^{-1}$  also appears, corresponding to the OH group associated with the quaternary nitrogen atom (the characteristic range is 2600-2580  $\text{cm}^{-1}$  (Semushin et al., 1980)).

Deformation fluctuations of water are manifested at 1659 and 1652  $\text{cm}^{-1}$  (Laskorin, 1983), and associated OH groups are in the range of 1627, 1400-1300  $\text{cm}^{-1}$  (Semushin et al., 1980). The bands of the aromatic ring are fixed at 1512, 1488 and 1451  $\text{cm}^{-1}$ . Fluctuations of CH<sub>2</sub> appear at 1451  $\text{cm}^{-1}$ . The 1222  $\text{cm}^{-1}$  band remains characteristic of the C–N bond of aliphatic amines (Semushin et al., 1980). Planar deformation vibrations of the C–H disubstituted benzene ring are manifested at 977  $\text{cm}^{-1}$ , the N<sup>+</sup>(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> group at 890  $\text{cm}^{-1}$  (Semushin et al., 1980).

Bands at 833 and 765  $\text{cm}^{-1}$  are observed, related to out-of-plane deformation vibrations of the benzene ring, as well as 705  $\text{cm}^{-1}$  vibrations of the monosubstituted ring (Semushin et al., 1980; Laskorin 1983). Of particular interest is the appearance of bands 1374 and 833  $\text{cm}^{-1}$  corresponding to fluctuations of the NO<sub>3</sub> group (Semushin et

al., 1980), which indicates a possible oxidative transformation of functional groups or the presence of nitrates in the solution. Changes in the intensity and displacement of bands of  $\text{OH}^-$ ,  $\text{C-N}$ , and  $\text{N}^+(\text{CH}_3)_3$  fragments indicate the participation of anionite in ion exchange. The presence of  $\text{C=O}$  and  $\text{NO}_3^-$  bands reflects a partial chemical modification of the resin during sorption.

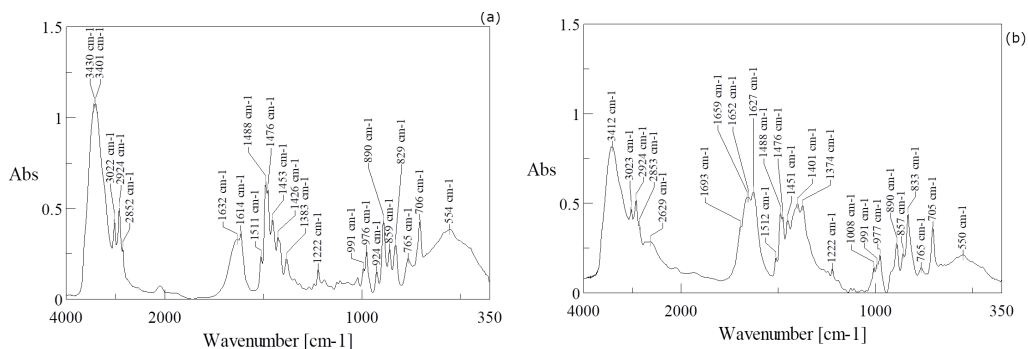


Figure 7. IR spectrum of AV-17-8(OH) anionite before (a) and after (b) sorption.

KU-2-8: sorption of Re, Mo, and W is accompanied by the appearance of  $\text{Me-O}$  bands and a change in the  $\text{C-S}$  region, indicating the interaction of oxoanions with  $-\text{SO}_3\text{H}$  groups. AV-17-8: changes in the spectrum ( $\text{C=O}$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{C-N}$  and  $\text{N}^+(\text{CH}_3)_3$ ) indicate the participation of quaternary ammonium centers in the exchange of oxoanions and partial degradation of the structure. Both resins show changes confirming the sorption mechanism consistent with the kinetics,  $Q/\theta$  values, and desorption data.

**Discussion.** The obtained results demonstrate that the sorption behavior of  $\text{Re(VII)}$ ,  $\text{Mo(VI)}$ , and  $\text{W(VI)}$  ions in KU-2-8(H<sup>+</sup>):AV-17-8(OH<sup>-</sup>) interpolymer systems is governed by a complex interplay of structural, kinetic, and compositional factors. The data clearly indicate that both the phase contact duration and the molar ratio of the cation- and anion-exchange components determine the efficiency, selectivity, and reversibility of the extraction process. The synergistic nature of the combined ion exchangers is particularly evident when comparing the interpolymer systems with single-component resins (Han et al., 2023)

#### *Influence of Contact Time and Kinetic Features*

One of the most pronounced observations is the difference in sorption kinetics between  $\text{Re(VII)}$  and the structurally similar oxoanions  $\text{Mo(VI)}$  and  $\text{W(VI)}$ . During the initial 0.5–2.5 h period, rhenium sorption proceeds rapidly, whereas molybdenum and tungsten demonstrate slower uptake and require 24–48 h to approach equilibrium. This kinetic distinction can be attributed to differences in ionic size, hydration energy, and diffusion mobility in the polymer matrix. The perrenate ion ( $\text{ReO}_4^-$ ), characterized by relatively small effective size and high mobility, diffuses more readily into the microporous structure of the interpolymer system. In contrast, molybdate ( $\text{MoO}_4^{2-}$ ) and tungstate ( $\text{WO}_4^{2-}$ ) ions possess higher charge density and stronger hydration shells, which hinder their penetration into active sites. The double negative charge also results

in stronger electrostatic repulsion within confined regions of the matrix, especially when multiple anions compete for nearby functional groups (Candeago et al., 2024; Cyganowski et al., 2025).

#### *Effect of Molar Ratio and Synergistic Interactions*

A key finding of the study is the decisive role of the KU-2-8:AV-17-8 molar ratio. The increase in the fraction of the anion exchanger AV-17-8(OH<sup>-</sup>) enhances sorption activity, particularly toward rhenium. This effect is accompanied by a noticeable increase in the sorption rate, especially at the initial stages of the process. The higher content of AV-17-8(OH<sup>-</sup>) leads to an increase in the number of available quaternary ammonium functional groups, which act as active centers for the binding of anionic species. As a result, electrostatic attraction between the sorbent and oxoanions is intensified, facilitating faster diffusion of ions into the interpolymer matrix. However, when the content of the anion exchanger becomes excessive (e.g., 0:6), the absence of the cation-exchange component reduces the cooperative interactions between the polymer phases, which limits the overall efficiency and diminishes the kinetic advantage. Therefore, the optimal balance between sorption rate and efficiency is achieved at intermediate compositions, particularly at ratios close to 2:4–1:5.

The improved performance at intermediate compositions demonstrates a synergistic effect. In single-component systems (6:0 or 0:6), sorption efficiency is markedly lower. This confirms that cooperative interactions between oppositely charged polymer networks create favorable conditions for oxoanion uptake.

#### *Selectivity Toward Rhenium*

The pronounced selectivity toward Re(VII) represents one of the most technologically significant outcomes of the study. Under identical conditions, rhenium extraction exceeds that of molybdenum and tungsten.

This selectivity can be rationalized by several factors:

**Ionic Size and Hydration Radius:** Perrenate ions (ReO<sub>4</sub><sup>-</sup>), where rhenium is in the +7 oxidation state, have lower hydration energy and a smaller effective hydrated radius compared to molybdate and tungstate oxoanions (MoO<sub>4</sub><sup>2-</sup> and WO<sub>4</sub><sup>2-</sup>), in which the metals are in the +6 oxidation state. This behavior is consistent with literature data, where the lower sorption activity of molybdate and tungstate ions is attributed to differences in their structure, charge, and hydration characteristics (Yang et al., 2025).

**Charge Differences:** The single negative charge of ReO<sub>4</sub><sup>-</sup> facilitates ion exchange at quaternary ammonium sites without requiring compensation of two charges per binding event.

**Mobility:** Higher mobility enhances diffusion through microporous regions.

**Complex Stability:** Molybdate and tungstate may form polymeric species in solution, particularly at certain pH ranges, reducing their effective diffusivity.

The preferential sorption of Re(VII) is consistent with the kinetic data and desorption behavior. Importantly, such selectivity has practical implications for hydrometallurgical processes, especially in the recovery of rhenium from multi-component leach solutions containing molybdenum and tungsten impurities (Fathi et al.).

#### *Mechanistic Interpretation*

Overall, the sorption mechanism in the KU-2-8:AV-17-8 system can be tentatively described as a multi-stage process based on the experimental data obtained under static (batch) conditions.:

Diffusion of oxoanions to the interpolymer interface.

Electrostatic attraction to quaternary ammonium centers.

Ion exchange replacing OH- groups.

Stabilization via hydrogen bonding or weak coordination.

The synergistic effect arises from the spatial organization of oppositely charged functional groups, which enhances local electric fields and facilitates ion transfer.

#### *Practical Implications*

The demonstrated selectivity toward rhenium and optimal performance at 2:4 ratio suggest potential application of this system in selective recovery technologies. The relatively high desorption rate of Re indicates feasibility of regeneration and reuse.

However, the observed partial degradation of AV-17-8 under prolonged contact suggests that operational conditions must be optimized to maintain long-term stability. Further studies on cyclic sorption–desorption performance would be valuable.

It should be noted that the mechanistic interpretation proposed in this study is based on data obtained under static conditions and therefore has a qualitative character. A more rigorous confirmation would require additional experiments under dynamic flow conditions.

From a chemical standpoint, the behavior of the studied ions in solution should also be considered. Rhenium(VII) in aqueous media is predominantly present as a stable perrenate anion ( $\text{ReO}_4^-$ ), regardless of pH, and therefore is mainly sorbed via anion-exchange interactions with the functional groups of AV-17-8(OH-).

In contrast, molybdenum(VI) and tungsten(VI) may exist in solution in various forms depending on pH and concentration, including monomeric oxoanions ( $\text{MoO}_4^{2-}$ ,  $\text{WO}_4^{2-}$ ), polymeric species, and partially protonated forms. This speciation may affect their interaction with both anion- and cation-exchange components of the interpolymer system, which could explain the differences in sorption behavior observed at different KU-2-8:AV-17-8 ratios.

**Conclusion.** A comprehensive study of the sorption and desorption of Re(VII), Mo(VI), and W(VI) ions from model aqueous solutions was performed using interpolymer systems based on KU-2-8( $\text{H}^+$ ) and AV-17-8(OH<sup>-</sup>) with a molar component ratio varying from 6:0 to 0:6. It is shown that the sorption efficiency and selectivity for rhenium significantly depend on the content of the anion-exchange component and the contact time of the phases. It was found that the optimal composition of the interpolymer system is KU-2-8( $\text{H}^+$ )/AV-17-8(OH<sup>-</sup>) with a molar ratio of 2:4, providing a degree of rhenium removal of more than 85-90% at a residual concentration of about 13.5 mg/L. At the same time, high values of  $Q$  and  $\theta$  are achieved, reflecting the effective involvement of active centers in the sorption process. Desorption experiments have shown that rhenium can be partially eluted ( $R \approx 34\text{-}39\%$ ) using 4 M HCl, which confirms the possibility of sorbent regeneration and cyclic use of the system. Comparison with individual ionites demonstrated the presence of a pronounced synergistic effect for the interpolymer

systems KU-2-8– AV-17-8, which makes it possible to consider them as promising sorption materials for the selective extraction of rhenium from multicomponent industrial and man-made solutions jointly containing molybdenum and tungsten.

### References

- Baishibekov A.M., Fischer D.E., Jumadilov T.K., Temirova S, Yulusov S., Altaibayev B., Karim D. (2025) Structural, Sorption, and Regeneration Properties of Poly (methacrylic acid): Poly(4-vinylpyridine) Interpolymer Systems for the Recovery of Rhenium and Molybdenum. *Polymers*, 17(22), 3054; <https://doi.org/10.3390/polym17223054> (in English)
- Batueva T., Scherban M., Kondrashova N., Chekanova L.G. (2022) Sorption of rhenium (VII) and molybdenum (VI) by modified mesoporous silicas. *Separation Science and Technology*. — P. 57. — 4. <https://doi.org/10.1080/01496395.2021.1921801> (in English)
- Dyussebayeva G., Jumadilov T., Mukataeva Z., Suleimenova M., Gražulevičius J. (2024) Gidrogel'di Polimetakril Kyshkyly Men Poli-4-Vinil Piridin Negizindegi Intergel'dik ZHÿjeniñ Özara Aktivtenuiniñ sipattamasy. *Himiya. ZH. Qazaqstan [Characteristics of Mutual Activation of an Intergel System Based on Hydrogel Polymethacrylic Acid and Poly-4-Vinyl Pyridine. Chem. J. Kazakhstan]*. — P. 94-104. <https://doi.org/10.51580/2024-2.2710-1185.25> (in Kazakh)
- Jumadilov T. K., Malimbayeva Z. B., Suberlyak O.V., Saparbekova I.S. (2021) Ku-2-8 kationit zhәне av-17 anionit negizindegi intergel'dik zhÿjeniñ özara aktivtenuiniñ erekshelikteri [Features of mutual activation of an intergel system based on ku-2-8 cationite and ab-17 anionite]. *Chemical Journal of Kazakhstan*. — P. 116-121 (in Kazakh)
- Jumadilov T., Suleimenova M., Gražulevičius J.V. (2025) Selective Sorption of Gold Ions from Iron-Rich Solutions Using a Dual-Phase Interpolymer System. *Engineered Science*. —35. — P. 1482. DOI:10.30919/es1482 (in English)
- Kazitsyna L.A., Kupletskaya N.B. (1971) *Primenenie UF-, IK- i YAMR-spektroskopii v organicheskoy himii [Application of UV, IR and NMR spectroscopy in organic chemistry]*, Moscow, V.Sh. — P. 264. (in Russian)
- Laskorin B.N. (1983) Ionoobmennye materialy dlya processov gidrometallurgii, ochistki stochnyh vod i vodopodgotovki [Ion exchange materials for the processes of hydrometallurgy, wastewater treatment and water treatment]: A handbook. – M. VNIHT. - 207 p. (in Russian)
- Liu H.Z., Zhang B., Jing X.J., Wang W., Wang L.J. (2018) Adsorption and desorption properties for rhenium using a kind of weak-base anion resin // *Rare Metals*. — 37. — 8. — P. 707-715. <https://doi.org/10.1007/s12598-018-1077-z>. (in English)
- Nakamoto K. (1991) *IR and RAMAN spectra of inorganic and coordination compounds*": Mir. P. 536. (in English)
- Que Z.Y.; Wei Z.C.; Li X.Y.; Zhang L.; Dong Y.H.; Qin M.L.; Yang J.J.; Qu X.H.; Li J. (2022) Pressureless two-step sintering of ultrafine-grained refractory metals: tungsten-rhenium and molybdenum. *Journal of Materials Science & Technology*. — 126. — P. 203-214. DOI: 10.1016/j.jmst.2022.01.033. (in English)
- Semushin A.M.; Yakovlev V.A.; Ivanova E.V. (1980) *Infrakrasnye spektry pogloshcheniya ionoobmennogo materialov: spravochnoe posobie [Infrared absorption spectra of ion-exchange materials: A reference manual]*, L.: Khimiya. —P. 96. (in Russian)
- Uglyanskaya V.A.; Chikin G.A.; Selemenev V.F.; Zavialova T.A. (1989) *Infrakrasnaya spektroskopiya ionoobmennogo materialov [Infrared spectroscopy of ion-exchange materials]*. Voronezh; VSU Publishing House, P. 208. (in Russian)
- Xu H.L.; Huang L.; Zhang W.; Liang J.; Lin X.H.; Zhang X.; Gao X.Q.; Li J.F. (2024) Mechanical and microstructural responses in molybdenum-rhenium alloys under hot compressions. *Journal of Materials Research and Technology–JMR&T*. —30. —P. 3877-3885. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2024.04.063>. (in English)
- Yang L., Yang Y.Q., Yang T.Z. (2025) Intermediate states of rhenium in alkaline solution" *Journal of radioanalytical and nuclear chemistry*. —P. 2937-2947. <https://doi.org/10.1007/s10967-025-10058-6> (in English)
- Yu A., Eliseeva S., Buryak A. (2019) The influence of experimental factors on the sorption of vanillin

by a macroporous highly basic anion exchanger with a low degree of crosslinking, *Colloid Journal*. — 81. — P. 621–625. DOI:10.1134/S1061933X19050120 (in English)

Han G., Xue Y., Liu B., Huang Y., Su S., Yang S., Sun H. (2023) Deep separation of critical metals of Mo and Re from waste solution by stepwise precipitation flotation: Selective chelation underlying separation mechanism. *Separation and Purification Technology*. — 313. — 123492. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2023.123492> (in English)

Candeago R., Wang H., Nguyen M.-T., Doucet M., Glezakou V.-A., Browning J. F., Su X. (2024) Unraveling the Role of Solvation and Ion Valency on Redox-Mediated Electrosorption through In Situ Neutron Reflectometry and Ab Initio Molecular Dynamics. *JACS Au*. — 4. — P. 919–929. <https://doi.org/10.1021/jacsau.3c00705> (in English)

Cyganowski P., Pohl P., Pawlik S., Jermakowicz-Bartkowiak D. (2025) Novel Anion-Exchange Resins for the Effective Recovery of Re(VII) from Simulated By-Products of Cu-Mo Ore Processing. *International Journal of Molecular Sciences*. — P. 26, 7563. <https://doi.org/10.3390/ijms26157563> (in English)

Fathi M.B., Nasiri M. (2023) Synthesis and Characterization of Modified Resins and Their Selective Sorption Towards Rhenium from Binary (Re & Mo) Solutions. *Iranian Journal of Chemistry and Chemical Engineering*. — 42. — 5. — P. 1471–1478. [https://www.ijcce.ac.ir/article\\_239672\\_86671d93baf95d488374dc7f27c5a883.pdf](https://www.ijcce.ac.ir/article_239672_86671d93baf95d488374dc7f27c5a883.pdf) (in English)

© **Zhanikulov N.** <sup>1\*</sup>, **Zhurgarayeva D.** <sup>2</sup>, 2026.

<sup>1</sup>Karaganda National Research University named after Academician E.A. Buketov, Karaganda, Kazakhstan;

<sup>2</sup>«Ulytau Gold Processing» LLC, Karaganda, Kazakhstan.

E-mail: nurgali.zhanikulov@mail.ru

## INVESTIGATION OF THE QUALITY OF CEMENT CLINKER OBTAINED FROM HEAP LEACHING WASTE

**Zhanikulov Nurgali** — PhD, associate professor, Karaganda National Research University named after Academician E.A. Buketov, Karaganda, Kazakhstan,

E-mail: nurgali.zhanikulov@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0750-9753>;

**Zhurgarayeva Dinara** — master's degree, Head of the Analytical Laboratory, LLC «Ulytau Gold Processing», Karaganda, Kazakhstan,

E-mail: zhurg.di@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0004-5064-117X>.

**Abstract.** This scientific article presents the results of a study examining the quality of Portland cement clinker produced from heap leaching waste generated during gold ore processing. This work is of significant importance for our country, as it fully addresses the principles of efficient use of large volumes of industrial waste accumulating at production sites, its recycling as secondary raw materials, environmental protection in the region, and the transition to a green economy. The study was conducted using modern equipment and in accordance with the GOST requirements of the Republic of Kazakhstan. The study compared the quality of clinker produced from the «Limestone+clay+iron ore» and «Limestone+heap leach waste+lead slag» batch compositions. It was found that clinker minerals are formed during the firing of the non-traditional batch composition at a temperature 50°C lower than that of the specified traditional batch composition. The content of unbound free CaO in the obtained clinker was 0.94%, and in traditional clinker it was 1.87%. The modulus of clinker obtained from the non-traditional composition of the batch was  $SC=0.90$ ;  $n=2.23$ ;  $p=0.72$ . The chemical composition of clinker was determined as  $SiO_2$  -19.40%,  $Al_2O_3$  -4.26%,  $Fe_2O_3$  -2.96%,  $CaO$  -69.97% and  $MgO$  -1.63%. It was proven that the amount of minerals formed in the clinker was  $C_3S$  -63.3%,  $C_2S$  -14.2%, as well as intermediate phases  $C_3A$  -1.31% and  $C_4AF$  -17.61%. Crystallization of clinker minerals is uniform and regionally distributed.  $C_3S$  is represented by crystals 100 μm in size, while  $C_2S$  is represented by round and oval crystals 1–40 μm in size. The oxides CuO, PbO, and

ZnO contained in heap leaching waste and lead slag had a positive effect on the clinker mineralization process, promoting more rapid destruction of the  $\text{CaCO}_3$  crystal lattice at low temperatures.

**Keywords:** waste, heap leaching waste, lead slag, burning process, clinker, Portland cement

*For citations: Zhanikulov N., Zhurgarayeva D. Investigation of the quality of cement clinker obtained from heap leaching waste. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.1. — P. 148–161. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.346>*

© Жаникулов Н. <sup>1\*</sup>, Жургараяева Д. <sup>2</sup>, 2026.

<sup>1</sup>Академик Е.А. Бөкетов атындағы Қарағанды ұлттық зерттеу университеті,  
Қарағанды, Қазақстан;

<sup>2</sup> «Ulytau Gold Processing» ЖШС, Қарағанды, Қазақстан.  
E-mail: nurgali.zhanikulov@mail.ru

## ҮЙІНДІ ШАЙМАЛАУ ҚАЛДЫҚТАРЫНАН АЛЫНҒАН ЦЕМЕНТ КЛИНКЕРІНІҢ САПАСЫН ЗЕРТТЕУ

**Жаникулов Нурғали** — PhD, қауымдастырылған профессор, Академик Е.А. Бөкетов атындағы Қарағанды ұлттық зерттеу университеті, Қарағанды, Қазақстан,  
E-mail: nurgali.zhanikulov@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0750-9753>;

**Жургараяева Динара** — магистр, аналитикалық зертхана меңгерушісі, «Ulytau Gold Processing» ЖШС, Қарағанды, Қазақстан,  
E-mail: zhurg.di@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0004-5064-117X>.

**Аннотация.** Ғылыми мақалада алтын кенін өңдеуден түзілген үйінді шаймалау қалдықтарды пайдаланып портландцемент клинкерін алу және оның сапасын зерттеу бойынша нәтижелер келтірілген. Зерттеу жұмысы еліміз үшін өте өзекті, себебі өндіріс орындарында көп мөлшерде жинақталған техногенді қалдықтарды тиімді пайдалану, оларды екіншілік шикізат ретінде кәдеге жарату, аймақтың экологиялық мәселесін қорғау және жасыл экономика көшу принциптерін толық қамтиды. Зерттеу жұмыстары заманауи құрал-жабдықтар мен МЕСТ талаптарына сәйкес орындалды. Жүргізілген зерттеу жұмыста «Әктас + саз + темір рудасы» мен «Әктас + үйінді шаймалау қалдығы + қорғасын шлагы» шихта құрамдарынан алынған клинкерлерді салыстыру арқылы сапасы анықталды. Көрсетілген дәстүрлі шихта құрамға қарағанда дәстүрле емес шихта құрамды күйдіру кезінде клинкер минералдарының түзілуі 50 □ төмен температурада жүргендігі анықталды. Алынған клинкерде байланыспаған бос СаО мөлшері 0,94 %, сәйкесінше дәстүрлі клинкерде 1,87 % екендігі анықталды. Дәстүрле емес шихта құрамынан алынған клинкердің модульдік көрсеткіштері  $КК = 0,90$ ;  $n = 2,23$ ;  $p = 0,72$  болды. Клинкердің химиялық құрамы  $\text{SiO}_2 - 19,40 \%$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3 - 4,26 \%$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3 - 2,96 \%$ ,  $\text{CaO} - 69,97 \%$  және  $\text{MgO} - 1,63 \%$  анықталды. Клинкерде түзілген минералдардың саны  $\text{C}_3\text{S} - 63,3 \%$ ,  $\text{C}_2\text{S} - 14,2 \%$  және аралық фаза  $\text{C}_3\text{A} - 1,31 \%$  және  $\text{C}_4\text{AF} - 17,61 \%$  тұратындығы

дәлелденді. Клинкер минералдарының кристалдануы біркелкі және аймақтық таралған.  $C_3S$  әртүрлі өлшемі 100 мкм, ал  $C_2S$  дөңгелек және сопақша кристалдар түрінде өлшемі 1-40 мкм-ге жететін кристалдармен ұсынылған. Үйінді шаймалау қалдықтар мен қорғасын шлагының құрамында кездесетін  $CuO$ ,  $PbO$  және  $ZnO$  клинкердің минералдану процесіне тиімді әсер тигізді. Сондай-ақ, төмен температурада кальцит кристалдық торының тезірек бұзылуына ықпал етті.

**Үйін сөздер:** қалдықтар, үйінді шаймалау қалдықтары, қорғасын шлагы, күйдіру процесі, клинкер, портландцемент

© Жаникулов Н. <sup>1\*</sup>, Жургараева Д. <sup>2</sup>, 2026.

<sup>1</sup>Қарагандинский национальный исследовательский университет имени академика Е.А. Букетова, Караганда, Казахстан;

<sup>2</sup>ТОО «Ulytau Gold Processing», Караганда, Казахстан.

E-mail: nurgali.zhanikulov@mail.ru

## ИССЛЕДОВАНИЕ КАЧЕСТВА ЦЕМЕНТНОГО КЛИНКЕРА ПОЛУЧЕННОГО ИЗ ОТХОДОВ КУЧНОГО ВЫЩЕЛАЧИВАНИЯ

**Жаникулов Нургали** — PhD, ассоциированный профессор, Карагандинский национальный исследовательский университет имени академика Е.А. Букетова, Караганда, Казахстан,  
E-mail: nurgali.zhanikulov@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0750-9753>;

**Жургараева Динара** — магистр, начальник аналитической лаборатории, ТОО «Ulytau Gold Processing», Караганда, Казахстан,  
E-mail: zhurg.di@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0004-5064-117X>.

**Аннотация.** В настоящей работе представлены результаты комплексного исследования качества портландцементного клинкера, полученного с использованием отходов кучного выщелачивания, образующихся при переработке золоторудных месторождений. Актуальность исследования обусловлена необходимостью эффективного вовлечения значительных объёмов промышленных отходов во вторичный оборот, снижения экологической нагрузки на окружающую среду и реализации принципов «зелёной» экономики. Исследование проводилось с применением современного аналитического оборудования в соответствии с требованиями действующих государственных стандартов Республики Казахстан. В рамках работы выполнено сравнительное исследование качества клинкера, полученного из традиционной сырьевой смеси «известняк–глина–железная руда» и альтернативной смеси «известняк–отходы кучного выщелачивания–свинцовый шлак». Установлено, что при использовании нетрадиционного состава шихты процесс минералообразования клинкера протекает при температуре обжига на 50°C ниже по сравнению с традиционным составом. Содержание свободного оксида кальция ( $CaO$ ) в полученном клинкере составило 0,94%, тогда как для традиционного клинкера данный показатель достигал 1,87%, что свидетельствует о более полной степени реакции. Расчётные модули клинкера, полученного из альтернативной шихты, составили: коэффициент насыщения известью  $KN =$

0,90; силикатный модуль  $n = 2,23$ ; глинозёмный модуль  $p = 0,72$ . Химический состав клинкера характеризуется следующими значениями:  $\text{SiO}_2 - 19,40\%$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3 - 4,26\%$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3 - 2,96\%$ ,  $\text{CaO} - 69,97\%$  и  $\text{MgO} - 1,63\%$ . Минералогический анализ показал, что основными фазами являются трёхкальциевый силикат ( $\text{C}_3\text{S}$ ) – 63,3% и двухкальциевый силикат ( $\text{C}_2\text{S}$ ) – 14,2%, а также промежуточные фазы:  $\text{C}_3\text{A} - 1,31\%$  и  $\text{C}_4\text{AF} - 17,61\%$ . Кристаллизация минералов характеризуется равномерным распределением по объёму клинкера. Фаза  $\text{C}_3\text{S}$  представлена кристаллами размером порядка 100 мкм, тогда как  $\text{C}_2\text{S}$  формирует округлые и овальные кристаллы размером от 1 до 40 мкм. Показано, что присутствие оксидов  $\text{CuO}$ ,  $\text{PbO}$  и  $\text{ZnO}$ , содержащихся в отходах кучного выщелачивания и свинцовом шлаке, оказывает каталитическое воздействие на процесс минерализации, способствуя ускоренному разрушению кристаллической решётки  $\text{CaCO}_3$  и снижению температуры обжига. Полученные результаты подтверждают технологическую и экологическую целесообразность использования отходов кучного выщелачивания в производстве цементного клинкера и демонстрируют перспективность данного подхода для повышения ресурсной эффективности и снижения энергозатрат в цементной промышленности.

**Ключевые слова:** отходы, отходы кучного выщелачивания, свинцовый шлак, процесс обжига, клинкер, портландцемент

**Кіріспе.** Әлемде цемент өндірісі энергияны орасан көп тұтынатын, шикізат материалдарды мол жұмсайтын, технологиялық параметрлерді қатаң сақтауды талап ететін, экологиялық көрсеткіштерді тиімді жүргізуді көздейтін сала болып табылады (Chatterjee, 2018). Бұл өндіріс саласы елдің даму көрсеткіштерін айқындайтын маңызды бөлшегі іспеттес. Себебі цемент өндірісінің көлемі мен құрылыс жүргізу деңгейіне байланысты елдің экономикалық дамуы анықталады. 2025 жылы Қазақстандық цемент өнедіруші зауыттар осы маңызды векторда 13,07 млн тонна цемент шығарып рекордтық көрсеткішті бағындырды. Дамудың негізгі қозғаушы белгісіне елімізде қабылданған СТ РК 3361-2022 мемлекеттік сертификаттау жүйесінің құжатын атап өтуге болады (Gulyayeva, 2026). Қабылданған құжатта цемент өндірудің технологиялық көрсеткіштері мен маңызды процесстердің тиімділігін жүзеге асыру, құжатта белгіленген талаптарды қатаң сақтаумен бағаланған. Әлемдік цемент өндіруші елдерде қабылданған тиімді технологиялық шешімдер мен қолжетімді бағдарламаларды қолдану, яғни энергия және қор үнемдеу, экологияға бөлінетін парникті газ шығарындыларын азайту, техногенді және өндіріс қалдықтарды пайдалану мүмкіндігін арттыру қажеттілігі жүзеге асырылған (ST RK 3361-2022).

Қазақстан Республикасының аумағында 50 млрд тоннадан астам цемент өндірісі үшін маңызды екеншілік шикізат ретінде қолдануға болатын техногенді және өндіріс қалдықтары жинақталған. Сол қалдықтардың 60 % астамы (30 млрд көп) металлургия және тау-кен өндірісінің қалдықтары құрайды. Орталық Қазақстан еліміздің металлургия, көмір және тау-кен саласының орталығы ретінде жылына 110 млн тоннаға жуық қалдықтарды полигондар мен ашық

алаңдарда жинақтайды. Ал ол қалдықтарды тиімді жою немесе кәдеге жарату небәрі 40 % аспайды (Qaldıqtardı, 2023). Мысал ретінде алатын болсақ, «Ulytau Gold Processing» ЖШС кәсіпорны сілтілеу алаңдарына шамамен 3,9 - 6,9 млн тоннаға жуық үйінді шаймалау қалдықтарды жинақтайды. Бұл кәсіпорын үйінді шаймалау қалдықтарды алтын және күміс кенорындарын өңдеу кезінде түзілген қажетсіз өнім деп санайды (Programma, 2023). Алайда ол қалдықтарды екіншілік шикізат ретінде пайдалану мүмкіндігін ескермейді.

Портландцемент клинкер күйдіру процесі үшін үйінді шаймалау қалдықтарды шикізат материал ретінде екіншілік пайдалану ерекше тиімді факторларға әсер етеді:

- Техногенді немесе өндірістік қалдықтар жинақталға полигондар үлкен аумақты алып жатады және сол жергілікті аймақтың топырағы мен жер асты суларына өте үлкен зиян келтіреді;

- Үйінді шаймалау қалдықтың құрамында кездестеін оксидтер мен олардың жоғары концентраттары сазды минералдардың орнын алмастыра алатын тиімді минералды ресурсқа айналдыра алады;

- Табиғи шикізат ресурстардың сарқылуын ескерсек, техногенді қалдықтарды тиімді пайдалану экономикалық жағынан оң әсерін береді;

- Портландцемент клинкер күйдіру процесі кезінде шихта құрамына 10-20 % мөлшерде қалдықтарды ендіру, табиғи минералды ресурс үнемдеу жағынан және күйдіру температурасын 1450 °C-тан 1400 °C-қа дейін 50 □ төмендету экономикалық тиімділігі жағынан, қоршаған ортаны қорғау аясында «Жасыл экономикаға көшу» қағидалары жағынан тиімді әсерін береді (Potarova, 2016).

Бұл зерттеу жұмыстың ғылыми жаңалығы алғаш рет үйінді шаймалау қалдықтарды сазды минералды компонент ретінде цемент клинкерін алу процесінде пайдалану, алынған клинкердің химия-минералогиялық құрамын анықтау және клинкердің фазалық құрамына қалдықтың әсерін зерттеу болып табылады.

**Әдеби шолу.** Шет елдік зерттеушілер цемент клинкерін күйдіру процесінде түрлі техногенді материалдарды екіншілік шикізат ресурсы ретінде қолдану мүмкіндігін зерттеген. Техногенді материалдарды мен қалдықтарды қолдану арқылы жасыл экономикаға көшу мүмкіндігін қарастырған (Das et al., 2021). Әлемдік тиімді техногенді ресурстарға металлургия, химия, тау-кен, құрылыс және тұрмыстық қалдықтарды жатқызуға болады. Бұл материалдардың химиялық құрамында цемент клинкерін алуға жарамды металл оксидері мен клинкер күйдіру процесін жеделдетуге қатысатын минерализаторлар кездеседі. Jian және басқалардың зерттеуінде шыны өндіру кезінде жинақталған қалдықтарды клинкер күйдіру кезінде қолдану арқылы, клинкер фазалық құрамына  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$  оксидтері және  $\text{Cu}$ ,  $\text{Zn}$ ,  $\text{P}$  метал бөлшектері енуінің әсерінен клинкер күйдіру температурасы 50-100 °C-қа дейін төмендеді. Мұнда сілтілік метал оксидтері клинкердің  $\alpha'$ - $\text{C}_2\text{S}$  минерал фазасының түзілуіне және аралық фазаның  $\text{C}_4\text{AF}$  тұрақтылығына тиімді әсер еткен (Jian et al., 2020). Сондай-ақ, тұрмыстық қатты, қағаз фабрикасының қалдықтарын жағу, болат балқыту зауыттарының

қалдықтарын шикізат ретінде қолдану кезінде алынған клинкердегі алит ( $C_3S$ ) минералының көптеп түзілуі мен тұрақты болуы анықталды (Segata et al., 2019).

Клинкер алу кезінде шикізат шихта құрамына 2-10 % мыс балқыту қалдығын ендіру арқылы алынған цемент тасының қысу кезіндегі беріктігі 10 % жоғарлаған (Ghazi et al., 2022). Алтын және темір кенорындарынан жинақталған қалдықтарды клинкер күйдіру процесіне ендіру арқылы цемент алған. Алынған цемент беріктігіне қалдықтардың әсері қысу кезінде 2 және 7 тәулікте төмендеткен, алайда 28 тәуліктік көрсеткіші жоғарлаған (Vescovi et al., 2023). Шикізат шихта құрамына 5 – 40 % қағаз – целлюлоза өндірісінен түзілген қалдықты клинкер алу үшін шихат құрамына ендіру арқылы клинкер алған. Клинкер алу процесінде табиғи ресурс түрі үнемделіп, цементтің ұстасу мерзімі 100 мин ұзарған (Srivastava et al., 2024).

Портландцемент алу технологиясында техногенді қалдықтарды екіншілік шикізат ретінде қолдану шығын мөлшерін төмендетеді, экологияға тиімділікті арттырады. Табиғи ресурсты 15-20 % техногенді қалдықтармен алмастыру атмосфераға шығарылатын парникті газ көлемін 0,15 тоннаға азайтуға мүмкіндік береді (Zhang et al., 2020). Ал тұрмыстық қалдықтарды пайдалану,  $CO_2$  парникті газдардың шығару көлемін 30 - 50 % төмендетеді (Мао et al., 2020). Сондай-ақ, қағаз целлюлоза өндірісінің қалдықтарын пайдалану цемент өндірісінде энергия тұтынуды 50 % азайтып,  $CO_2$  парникті газдардың шығару көлемін 1 тонна клинкер үшін 0,3 тоннаға дейін төмендетуге мүмкіндік береді (Xu et al., 2014). Жүргізілген әдеби шолу жұмыстардың нәтижесінде клинкер алу процесінде техногенді және өндіріс қалдықтарды пайдалану айтарлықтай тиімді көрсеткішке қол жеткізеді. Әдеби шолу жұмыстарды жүргізу кезінде алтын кенорнын өңдеу кезінде түзілген үйінді шаймалау қалдықтарды клинкер құрамына ендіру арқылы портландцемент клинкерін алу бойынша деректер кездескен жоқ. Бұл үйінді шаймалау қалдықтарды цемент өндірісінде қолдану әлі де толық зерттелмегендігін білдіреді.

**Материалдар мен зерттеу әдістері.** «Ulytau Gold Processing» ЖШС кәсіпорында түзілген үйінді шаймалау қалдықтары мен клинкер алу үшін қажетті шикізат материалдар әктас пен қорғасын шлақтың химиялық құрамдары анықталған (Zhanikulov, 2025; Zhurgaraeva, 2025).

1400<sup>0</sup> температурада күйірілген клинкердің құрамына химиялық, рентгенофазалық және электронды микроскопиялық талдау жасалды. Клинкер құрамындағы байланыспаған бос СаО этилглицерат әдісі (GOST 5382-2019) бойынша анықтау орындалды. Клинкердегі бос СаО мөлшері оның клинкер түзу процесінің аяқталуын білдіреді. Әдіс этиленгликоль ерітіндісінде бос СаО селективті түрде ерітуге, алынған  $Ca(OH)_2$  ерітіндісін индикатор ретінде фенолфталеиннің қатысуымен стандартты  $HCl$  ерітіндісімен титрлеуге негізделген. СаО байланысқан түрлері (силикаттар және алюминаттар) аналитикалық жағдайларда ерімейді. Талдауды жүргізу үшін этиленгликоль, тұз қышқылының ерітіндісі ( $HCl$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, фенолфталеин, спирт ерітіндісі, дистилденген  $H_2O$  және сүзгілеуші қағаз,  $\pm 0,0002$  г дәлдіктегі аналитикалық таразы, конустық колба –  $V=250$  мл, бюретка  $V= 25$  немесе 50 мл, градуацияланған цилиндр, жылытқыш плита және суға жалғанған мұздатқыш, шыны араластырғыш таяқша

кажет болады. Талдау жүргізу үшін біріншіден клинкерді өлшемі № 0,08 мм (80 мкм) болатын електен өткенше ұнтақтайды және електен өткізеді. Сосын клинкерді аналитикалық таразыда 0,0002 г дәлдікпен 0,2–0,5 г етіп өлшеп алады. Клинкерді құрғақ конус тәрізді колбаға салып, оған көлемі 50 мл этиленгликоль қосады. Колбаны мұздатқышпен жылытқыш плитада 60-80 °С температураға дейін қыздырып, араластырады, жалпы 20-30 минут қыздырады. Ерітіндіні бөлме температурасына дейін суытып, 2-3 тамшы фенолфталеин тамызады. Алынған ерітіндіні қызғылт түс жоғалғанша HCl-мен титрлейді. Нәтижесінде титрлеуге жұмсалған қышқыл көлемін жазып, төмендегі формуламен есептеу жүргізеді, бос CaO мөлшері анықталады:

$$\text{бос CaO} = V \cdot C \cdot 0,028 \cdot 100/m \quad (1)$$

Рентгенофлуоресценция әдісі арқылы талдау кезінде клинкердің химиялық құрамы анықталады. Талдау толқынды дисперсиялық рентгендік флуоресценция көмегімен орындалады. Рентген сәулелерінің әсерінен клинкердегі элементтердің атомдарына тән флуоресценция шығарады. Сәулеленудің қарқындылығы мен толқын ұзындығы клинкерді сандық оксидтік құрамын анықтай алады. Клинкердің минералогиялық құрамы алынған оксидтік құрамға негізделген Боге формулаларын қолдана отырып есептеледі. Клинкердің үлгісі 0,08 мм-ден аспайтын бөлшектердің өлшеміне дейін ұнтақталып, дәлдікті жақсарту үшін <63 мкм дейін қосымша ұнтақтауға жіберіледі. Күйдіру кезіндегі жоғалуды (ккж) анықтау үшін үлгі 950 - 1000 °С температурада 30 - 60 минут бойы қыздырылады. Ұнтақтың өлшенген бөлігінен (8 - 10 г) диаметрі 32 - 40 мм таблетка дайындалады. Талдауды жүргізу шарттары: өлшеу режимі – WDXRF; рентген түтігінің кернеуі – 20 - 60 кВ; түтік тогы - 150 мА дейін; талдау ортасы - вакуум немесе гелий; өлшеу уақыты - әр элемент үшін 10 - 60 с. Клинкерді талдау өлшеуші анализатор кристалдары мен детекторларын автоматты түрде таңдау арқылы жүзеге асырылады. Алынған спектрлер бағдарлама көмегімен матрицалық түзетулер мен калибрлеулерді ескеріп өңделеді. Нәтижелер оксидтердің массалық үлестері пайыздық (%) түрінде беріледі (Taylor et al., 2016).

Рентгендік дифракция әдісі клинкердің фазалық құрамын анықтауға арналған. Талдау рентгендік дифракцияға (XRD) негізделген және поликристалды үлгі монокроматикалық рентген сәулелерімен сәулелендіру, клинкердегі фазалардың кристалдық жазықтықтарында дифракциялау арқылы анықталады. Кристалдық фазаның дифракциялық сызықтары оларды сандық талдау үшін қолданылады. Клинкерді <63 мкм бөлшек өлшеміне дейін ұнтақтайды. Ұнтақ біртекті үлгі алу үшін мұқият араластырылады. Беткі шыны пластинамен тегістеледі. Рентгендік дифракциялық талдау шарттары: сәулелену – CuK $\alpha$ ; түтік кернеуі - 40 кВ; түтік тогы - 30–40 мА; 2 $\theta$  бұрыш диапазоны - 5–70°; сканерлеу қадамы - 0,02°; санау уақыты - 0,5–1,0 с/қадам; сканерлеу режимі -  $\theta$ –2 $\theta$ . Клинкер ARL X'TRA дифрактометр ұстағышына орналастырылады, сканерленеді және дифракциялық үлгі жазылады. Клинкерден алынған дифракциялық үлгі одан әрі өңдеу үшін сақталады (Amiraliyev et al., 2025).

Электронды микроскоп көмегімен клинкердің микроқұрылымы мен текстурасы анықталады. Клинкер фазаларының морфологиясын және олардың қасиеттеріне әсері анықталады. Клинкер үлгісін дайындау кезінде 5–10 мм өлшемді клинкердің бөлшегі алынады. Клинкерді микроскопқа орналастыру алдында бетін тазалау ультрадыбыстық ваннаны пайдаланып этанол немесе изопропанолда шайып алады. Электронды-оптикалық жүйе (WD) 48 мм болған кезде x8 минималды үлкейту кезінде кескіндерді алуға мүмкіндік береді. JEOL JSM-6490 LV маркалы электронды микроскоп 3-100 мкм сызықтық өлшемдердің өлшеу диапазонында, 0,03-1000 мкм сызықтық өлшем көрсеткіштерінің ауқымында, электрмен жабдықтау  $220 \pm 5$  Гц кернеу жиілігінде, үдеткіш кернеу 0,3-30 кВ диапазонында жұмыс жасайды (Rad et al., 2008).

**Нәтижелер.** Әктас, үйінді шаймалау қалдығы және қорғасын шлакты белгілі мөлшерде қосу арқылы, шарлы диірменде шихта қоспасын ұнтақтау жүргізіледі. Шихта қоспасының №008 електегі қалдығы 10-13 % болғанға дейін ұнтақтап, електегі қалдығы анықталады. Дайындалған шихта құрамын ылғалдылығы  $w \approx 10$  % болғанша ылғалдап, 20 МПа қысымдағы прессте диаметрі 2 см және биіктігі 1 см етіп таблетка үлгіше жасалады. Дайындалған үлгілерді зертханалық жоғары температурада электр пеште клинкер күйіру процесі жүргізіледі. Жоғары 1400 °C күйдіру температураға дейін көтеру уақыты шамамен 3 сағ 10 мин уақыт құрады. Жоғары 1400 °C температурада клинкер үлгілерді 30 минут ұстау арқылы клинкер түзілу процесіндегі фазалық өзгерістерді қамту орындалды. 1 суретте 1400 °C температурада күйдіріліп алынған клинкердің жалпы сыртқы көрінісі көрсетілген.



Сурет 1 – Алынған клинкердің жалпы көрінісі: а) клинкер – 1 (дәстүрлі шихта құрамы); б) клинкер – 2 (дәстүрлі емес шихта құрамы).

Клинкер құрамындағы негізгі минералдардың түзілуі, олардың бос СаО байланысу процесі, модульдердің шихта қоспасына әсері зерттелді. 1 кестеде шихта қоспасының құрамы, қанығу коэффициенті және модульдердің клинкер минералдары мен СаО байланысу процесіне әсері нәтижесі келтірілген.

Кесте 1 – Шихта қоспасының құрамы, қанығу коэффициенті және модульдердің клинкер минералдары мен кальций оксидіне байланысу процесіне әсері

Қоспа	Шихта қоспасының құрамы, сал. %					ҚК	Модуль		Бос СаО саны, 1400 °С, %
	эктас	саз	темір рудасы	үйінді шаймалау қалдығы	қорғасын шлагы		n	p	
1	79,83	17,49	2,68	-	-	0,90	2,2	1,12	1,87
2	77,62	-	-	14,62	7,76	0,90	2,2	0,64	0,94

Клинкер күйдіру процесінің аяқталуы негізінен клинкердегі бос СаО мөлшерінің толық клинкер минералдарымен біртекті байланысу дәрежесі арқылы анықталады. Клинкердегі бос СаО мөлшері этил-глицератты әдіспен анықталды, бұл МЕСТ 5382-2019 талаптары бойынша клинкердегі бос СаО мөлшері 2 % аспауы тиіс екендігін көрсетуі тиіс.

1-ші құрамда көрсетілгендей, «Эктас + саз + темір рудасы» шихта компоненттерінен дайындалған қоспадан алынған клинкерде минералдардың кальций оксидімен байланысу процесінің жеткіліксіз дәрежеде жүргендігі анықталды. Себебі, клинкер құрамындағы бос СаО мөлшері 1,87 % құрады, бұл бос СаО мөлшерінің шамасы 2 %-ға жуық екендігін көрсетеді, яғни күйдіру процесінде температураның жеткіліксіз болғандығын көрсетті. Сондай-ақ, 1 суретте (а) көрсетілгендей клинкердің түсі ашық сұр түсте екендігі байқалды.

2-ші құрамда көрсетілгендей, «Эктас + үйінді шаймалау қалдығы + қорғасын шлагы» шихта компоненттерінен дайындалған қоспадан алынған клинкерде минералдардың кальций оксидіне байланысу процесінің толық жеткілікті дәрежеде жүргендігі, клинкер құрамындағы бос СаО мөлшері 0,94 % анықталды, бұл клинкер күйдіру процесінде температураның жеткілікті болғандығын дәлелдейді. Сондай-ақ, 1 суретте (б) көрсетілгендей клинкердің түсі қою кара түсте екендігі байқалды.

Нәтижесінде, үйінді шаймалау қалдығы мен қорғасын шлагы қосылған шикізат шихта құрамында  $Fe_2O_3$ , CuO, PbO, ZnO және сілті ( $Na_2O + K_2O$ ) оксидтерінің клинкерге енуінің әсерінен клинкер түзілу процесінде балку температурасын төмендеткені дәлелденді. СаО байланыс дәрежесін арттырды, бұл бос СаО мөлшерін азайтуға көмектеседі. Сондай-ақ, қалдықтарды 22,38 % кәдеге жарату арқылы экологиялық мәселені оңтайлы шешуге мүмкіндік береді. Техногенді қалдықтарды пайдалану арқылы атмосфераға шығарылатын  $CO_2$  парникті газдардың шығарындыларын төмендетуге мүмкіндік береді

1400 °С температурада күйдіріліп алынған клинкерге физика-химиялық талдау жүргізілді. Алдымен клинкердің химиялық құрамын анықтау үшін ЖШС «Стандарт цемент» зауытының орталық лабораториясында орналасқан заманауи X-RAY (S8 Tiger) құрылғысында талдау жасалды. Алынған клинкердің химиялық және минералогиялық құрамдары 2 кестеде келтірілген.

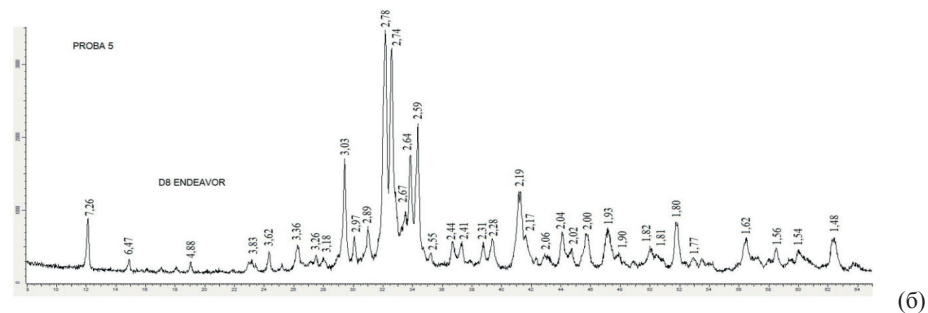
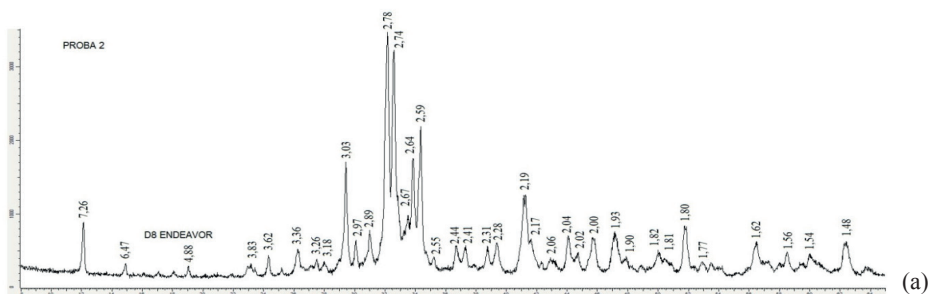
Кесте 2 – Алынған клинкердің химия-минералогиялық құрамдары

Клинкер	Клинкердің химиялық құрамы, %					ҚК	Модуль		Минералогиялық құрамы, %			
	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO		n	p	C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S	C <sub>3</sub> A	C <sub>4</sub> AF
1	23,52	4,19	5,72	62,57	0,89	0,90	2,25	0,75	59,1	17,9	1,73	17,42
2	24,17	4,08	5,78	62,25	0,97	0,90	2,23	0,72	63,3	14,2	1,31	17,61

Нәтижесінде, үйінді шаймалау қалдығы мен қорғасын шлагы қосылған клинкерде силикат түзілу реакциялары жақсырақ жүргендігі анықталды. 1400 °С температурада C<sub>3</sub>S минералының мөлшері 63,3 % және C<sub>2</sub>S минералы 14,2 % түзілгендігі анықталды. МЕСТ 22266-2013 талаптарына сәйкес (GOST 22266-2013) портландцемент клинкерінің минералогиялық құрамында C<sub>3</sub>A мөлшері 3,5 %-дан артық емес, клинкердің химиялық құрамында Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> мөлшері 5 %-дан артық болмаса сульфатқа төзімді портландцемент алуға жарамды клинкер болып табылады. Алынған №1 клинкердің химиялық құрамында Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 4,19 % және минералогиялық құрамында C<sub>3</sub>A – 1,73 % анықталды. Бұл алынған клинкерден сульфатқа төзімді портландцемент алуға жарамды екендігін көрсетті.

№2 клинкердің химиялық құрамында Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 4,08 % және минералогиялық құрамында C<sub>3</sub>A – 1,31 % тең болды. Сәйкесінше, бұл клинкерде МЕСТ 22266-2013 талаптарды толық қанағаттандыратындықтан сульфатқа төзімді портландцемент алуға жарамды екендігін дәлелдейді.

Клинкердің рентген құрылымдық талдауы 2 суретте келтірілген.



Сурет 2 – Клинкердің рентгендік спектрлері: а) клинкер – 1; б) клинкер – 2.

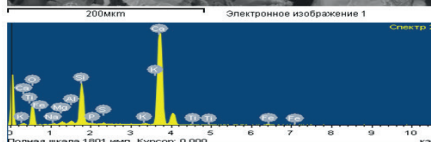
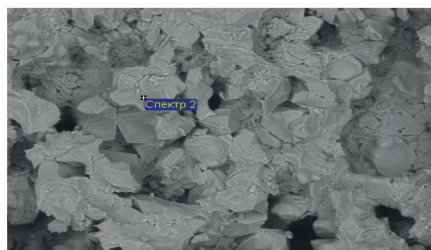
1400 °С температурада күйдірілген клинкердің жазықтық аралық қашықтық көрсеткіштері келесідей клинкер минералдарының түзілгендігін анықтады, олар:  $C_3S$   $d = 1,48; 1,62; 1,82; 2,06; 2,17; 2,31; 2,44; 2,74; 2,78; 2,97; 3,03 \text{ \AA}$ ;  $C_2S$   $d = 1,80; 2,02; 2,04; 2,19; 2,28; 2,41; 2,64; 3,18; 3,26 \text{ \AA}$ ;  $C_3A$   $d = 1,54; 1,90; 2,59; 3,36 \text{ \AA}$ ;  $C_4AF$   $d = 1,56; 1,81; 1,93; 2,55; 3,62 \text{ \AA}$ . Нәтижесінде, үйінді шаймалау қалдығы мен қорғасын шлагы қосылған шихта қоспасынан алынған клинкер құрамында барлық цемент клинкеріне тиісті минералдардың толықтай түзілгендігін көрсетті және олар жазықтық аралық қашықтық көрсеткіштерімен дәлелденді.

**Талқылау.** Алынған клинкердің микроқұрылымын бағалау үшін электронды микроскоп көмегімен  $\times 100-3000$  есе жақындатып көру арқылы зерттеу жүргізілді. Клинкерді сканерлеуші электронды микроскопиялық және рентгендік флуоресценциялық талдауының нәтижелері 3 суретте көрсетілген.

557-16 (2)

ИРЛІП "К и Б М" ЮКГУ им. М. Ауезова

Элемент	Весовой %	Соед. %	Формула
Na	0.44	0.60	Na <sub>2</sub> O
Mg	0.85	1.42	MgO
Al	0.91	1.71	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Si	12.14	25.97	SiO <sub>2</sub>
P	0.22	0.50	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
S	0.11	0.28	SO <sub>3</sub>
K	0.45	0.54	K <sub>2</sub> O
Ca	48.29	67.57	CaO
Ti	0.15	0.25	TiO <sub>2</sub>
Fe	0.90	1.16	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
O	35.53		

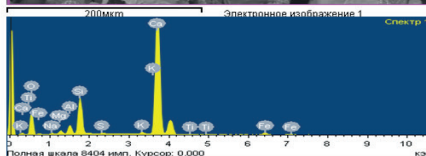
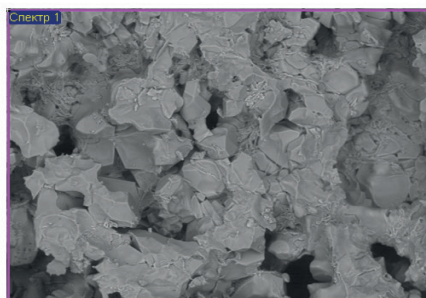


(a)

557-16 (1)

ИРЛІП "К и Б М" ЮКГУ им. М. Ауезова

Элемент	Весовой %	Соед. %	Формула
Na	0.47	0.63	Na <sub>2</sub> O
Mg	0.99	1.63	MgO
Al	2.26	4.26	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Si	9.07	19.40	SiO <sub>2</sub>
S	0.15	0.38	SO <sub>3</sub>
K	0.51	0.62	K <sub>2</sub> O
Ca	50.01	69.97	CaO
Ti	0.09	0.15	TiO <sub>2</sub>
Fe	2.30	2.96	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
O	34.16		



(б)

Сурет 3 – Клинкерлердің микроқұрылымы және спектрограммасы: а) клинкер – 1; б) клинкер – 2.

«Әктас + саз + темір рудасы» қоспа құрамынан тұратын клинкердің нақты модульдік көрсеткіштері қанығу коэффициенті  $ҚК = 0,90$ ;  $n = 2,25$ ;  $p = 0,75$  болды. Ал клинкердің химиялық құрамы келесідей % анықталды:  $SiO_2 - 25,97$ ;  $Al_2O_3 - 1,71$ ;  $Fe_2O_3 - 1,16$ ;  $CaO - 67,57$ ;  $MgO - 1,42$ . Клинкердің микросуреттерін талдау нәтижесінде минералдардың кристалдануы салыстырмалы түрде анық және біркелкі таралғанын көрсетті. Салыстырмалы түрде жақсы қалыптасқан  $C_3S$  кристалдарының аймақтарымен қатар, тік қырлы бұрышты  $C_3S$  кристалдарының өсінділеріне ауысатын дұрыс емес пішінді  $C_3S$  аймақтары да кездеседі.  $C_2S$  дөңгелек және сопақ кристалдар түрінде кездеседі.  $C_3S$  пен  $C_2S$  түйіршіктерінің бетінде және олардың арасында алюминат фазасы (қара аралық зат) және алюмоферрит фазасы (ашық жарық аралық зат) айқын көрінеді. Клинкер шихтасының құрамына темір рудасын қосу күйдіру температурасын төмендетеді және клинкер түзілу процесін жақсартады. Клинкер қималарының электронды микроскопиялық талдауы клинкер минералдарының жентектелуі жақсы пішінді, қалыпты пішінді,  $C_3S$  кристалдарының өлшемі 20-60 мкм түзілгендігін көрсетті. Клинкер құрамында негізгі минералдар  $C_3S = 59\%$  және  $C_2S = 17,9\%$  анықталды (Smith et.al, 2019).

«Әктас + үйінді шаймалау қалдығы + қорғасын шлағы» қоспа құрамынан тұратын клинкердің нақты модульдік көрсеткіштері қанығу коэффициенті  $ҚК = 0,90$ ;  $n = 2,23$ ;  $p = 0,72$  тең болды. Клинкердің химиялық құрамы келесідей % анықталды:  $SiO_2 - 19,40$ ;  $Al_2O_3 - 4,26$ ;  $Fe_2O_3 - 2,96$ ;  $CaO - 69,97$ ;  $MgO - 1,63$ . Клинкердің микросуреттерін талдауда минералдардың айқын кристалдануын және клинкер ішінде біркелкі емес түйіршікті таралуын көрсетті.  $C_3S$  әртүрлі өлшемдер мен тік пішіндегі кристалдар түрінде болады. Үлкен ромбоэдрлі  $C_3S$  кристалдарының құрамында  $C_2S$  қосындылары кездеседі. 100 мкм-ге дейін жететін үлкен ромбоэдрлі  $C_3S$  кристалдары анық көрінеді. Клинкердегі  $C_2S$  минералдардың дәндерінің сақина тәрізді шоғырларын көрсетті.  $C_2S$  негізінен дөңгелек, бірақ кейбіреулері сопақша күйде кездеседі.  $C_2S$  минералы айтарлықтай үлкенірек,  $C_2S$  пен  $C_3S$  минералдары тікелей байланыста, бұл олардың қатты дене реакциялары арқылы түзілуін көрсетті.  $C_3A + C_4F$  фаза ең алдымен мол алюмоферриттен тұрады. Клинкерде  $C_3S$  минералы басым кездеседі.  $C_3S$  мөлшері 63 % және  $C_2S$  мөлшері 14 %,  $C_3A + C_4F$  фаза негізінен 1,3 % -  $C_3A$  және 17,1 % - төрт кальцийлі алюмоферриттен тұрады. Біріктірілген үйінді шаймалау қалдығы және қорғасын шлағы минералдандырғыш әсері бар, клинкер түзілу процессін жылдамдатады, күйдіру температурасын төмендетуге көмектеседі және клинкер түзілу процесін күшейтеді (Lee et al., 2021).

**Қорытынды.** «Әктас + саз + темір рудасы» шикізат шихта қоспаларда клинкердің түзілу процесі 1450 °C температурада аяқталғаны және клинкердегі бос  $CaO$  мөлшері 1,87 % болғаны анықталды. Әзірлеген «Әктас + үйінді шаймалау қалдығы + қорғасын шлағы» шикізат шихта қоспаларда клинкердің түзілу процесі 1400 °C температурада аяқталды, яғни дәстүрлі қоспаларға қарағанда 50 °C төмен аяқталғаны және клинкердегі бос  $CaO$  мөлшері 0,94 % екендігі анықталды. Техногенді қалдықтардың құрамында  $CuO$ ,  $PbO$ ,  $ZnO$  және сілті ( $Na_2O + K_2O$ ) оксидтердің клинкер минералдарындағы  $CaO$  байланысуына көбірек әсер ететіні

дәлелденді. Өзірленген клинкердегі минералдардың кристалдануы айтарлықтай ерекше екені, біркелкі, аймақтық таралуын көрсетті.  $C_3S$  әртүрлі өлшемдегі және тік-қырлы пішіндегі, кейде үлкен өлшемі 100 мкм-ге жететін кристалдармен ұсынылған, сондай-ақ,  $C_3S$  кристалдарының өзара өсуі байқалады.  $C_2S$  кішірек, дөңгелек және сопақша кристалдар түрінде кристалданды.  $C_2S$  түйіршіктерінің бетінде кейде жарықтар байқалды, ал кейбір клинкерде екінші реттік  $C_2S$  түзілгенді анықталды. Аралық фаза  $C_3A + C_4AF$  жеткілікті 18-19 % мөлшерде қамтылған. Кальций алюмоферриттері ашық және талшықты кристалдар түрінде, ал кальций алюминаты күңгірт кристалдар түрінде көрінді. Клинкер түзілу процесінің үдеуінің негізгі химизмі үйінді шаймалау қалдықтары мен қорғасын шлагының аздаған мөлшерінің  $CaCO_3$  диссоциациясына және жоғары температурада минерал түзілу реакцияларына минералдану әсерінде жатыр. Үйінді шаймалау қалдықтары мен қорғасын шлагын шихта қоспа құрамына 22,38 % ендіру кальциттің ыдырау температурасын 50 °C-қа төмендетті. Үйінді шаймалау қалдықтары мен қорғасын шлагындағы мырыш, қорғасын және мыс оксидтерінің аз мөлшері минералдану әсеріне ие, бұл төмен температурада кальцит кристалдық торының тезірек бұзылуына ықпал етті. Бұл клинкер түзілу процесінің одан әрі жеделдетуге көмектесті.

### References

- Amiraliyev B., Taimasov B., Potapova E., Sarsenbaev B., Begentayev M., Dauletiyarov M., Kuandykova A., Abdullin A., Ainabekov N., Auyesbek S. (2025) Heat Treatment of Clay Shales and Their Utilization as Active Mineral Additives for the Production of Composite Cements. *Journal of Composites Science*. — 9. — 269 p. (in Eng.).
- Chatterjee A.K. (2018) *Cement production technology: principles and practice*, CRC Press: — USA. — 419 p. (in Eng.).
- Das O., Restás Á., Shanmugam V., Sas G., Försth M., Xu Q., Jiang L., Hedenqvist M.S., Ramakrishna S. (2021) Demystifying low-carbon materials. *Materials Circular Economy*. — 3. — P. 1-11. (in Eng.).
- Ghazi A.B., Jamshidi-Zanjani A., Nejati H. (2022) Clinkerisation of copper tailings to replace Portland cement in concrete construction. *Journal of Building Engineering*. — 51. — 104275 p. (in Eng.).
- GOST 22266-2013 (2014) Tsementy sulfatostoykiye. *Tekhnicheskkiye usloviya*. [Sulfate-resistant cements. Technical specifications.]. Standard Inform Publishing House: Moscow, Russia. — 11 p. (in Russ.).
- GOST 5382-2019 (2019) Tsementy i materialy tsementnogo proizvodstva. *Metody khimicheskogo analiza*. [Cements and materials for cement production. Methods of chemical analysis.]. Standard Inform Publishing House: Moscow, Russia. — 30 p. (in Russ.).
- Gulyayeva Ye. (2026) Tsementnaya otrasl' RK obnovila istoricheskij maksimum. [The cement industry of the Republic of Kazakhstan has reached a historical maximum.]. *inbusiness.kz*. On this link. <https://inbusiness.kz/ru/last/cementnaya-otrasl-rk-obnovila-istoricheskij-maksimum> 13.01.2026. (in Russ.).
- Jian S., Gao W., Lv Y., Tan H., Li X., Li B., Huang W. (2020) Potential utilization of copper tailings in the preparation of low heat cement clinker. *Construction and Building Materials*. — 252. — 119130 p. (in Eng.).
- Lee S., Park H. (2021) Utilization of industrial wastes in cement clinker production: a review. *Cement and Concrete Research*. — 142. — 106391. (in Eng.).
- Mao Y., Wu H., Wang W., Jia M., Che X. (2020) Pretreatment of municipal solid waste incineration fly ash and preparation of solid waste source sulphoaluminate cementitious material. *Journal of Hazardous Materials*. — 385. — 121580 p. (in Eng.).
- Potapova E.N. (2016) *Nailuchshiyе dostupnyye tekhnologii proizvodstva tsementa. Opyt razrabotki*

rossiyskogo spravochnika [The best cement production technologies. Experience in the development of the Russian directory]. Crocus: —Moscow, —Russia. — 49 p. (in Russ.).

Programma upravleniya otkhodami TOO «Ulytau Gold Processing» «Stroitel'stvo i ekspluatatsiya pererabatyvayushchego kompleksa na rudnike Ashiktas po tekhnologii kuchnogo vyschelachivaniya zolotosoderzhashchikh rud s ob'yemom pererabotki do 1,5 mln. tonn rudy v god, Ulytauskaya oblast', Zhanaarkinskiy rayon». [Waste Management Program of Ulytau Gold Processing LLC "Construction and Operation of a Processing Complex at the Ashiktas Mine Using Heap Leaching Technology for Gold-Bearing Ores with a Processing Volume of Up to 1.5 Million Tons of Ore Per Year, Ulytau Region, Zhanaarka District"]. (2023) On this link. <https://ecoportal.kz/Public/PubHearings/LoadFile/83420> — Astana. — 50 p. (in Russ.).

Qaldiqtardi azaytu, qayta ondeu jane qaytalama paydalanu turali apparat [Information on waste reduction, recycling and reuse]. On this link. [https://egov.kz/cms/kk/articles/ecology/waste\\_reduction\\_recycling\\_and\\_reuse](https://egov.kz/cms/kk/articles/ecology/waste_reduction_recycling_and_reuse) 09.01.2023. (in Kaz.)

Rad, S.J.B. (2008) Electron Probe Microanalysis and Scanning Electron Microscopy in Geology, Tekhnosfera: — Moscow. — Russia. — 232 p. (in Eng.).

Segata M., Marinoni N., Galimberti M., Marchi M., Cantaluppi M., Pavese A., De la Torre Á.G. (2019) The effects of MgO, Na<sub>2</sub>O and SO<sub>3</sub> on industrial clinkering process: phase composition, polymorphism, microstructure and hydration, using a multidisciplinary approach. *Materials Characterization*. —155. — 109809 p. (in Eng.).

Smith J., Brown L., Johnson M. (2019) Co-processing in cement industry: energy and emission benefits. *Journal of Cleaner Production*. — 215. — P. 1234–1245. (in Eng.).

Srivastava S., Moukannaa S., Isteri V., Ramteke D.D., Perumal P., Adesanya D., Kinnunen P., Ohenoja K., Ilikainen M. (2024) Utilization of calcite-rich Green Liquor Dregs (GLD) by-products from pulp and paper industry: Cement clinker production and life cycle analysis. *Case Studies in Construction Materials*. — 20. — e02870. (in Eng.).

ST RK 3361-2022 (2022) Otsenka sootvetstviya Poryadok podtverzhdeniya sootvetstviya tsementov i klinkera portlandtsementnogo. [Conformity assessment. Procedure for confirming the conformity of cements and Portland cement clinker]. Astana, Kazakhstan. — 66 p. (in Russ.).

Taylor H.F.W., Jennings H.M. (2016) Modern developments in cement chemistry. *Cement and Concrete Research*. — 89. — P. 60-74. (in Eng.).

Vescovi P.H.T., Bezerra A.C. da S., Poggiali F.S.J. (2023) Iron ore tailing (IOT) chemical composition and content impact on the physical, mechanical, and durability properties of blended cement. *Journal of Building Engineering*. — 80. — 108119 p. (in Eng.).

Xu W., Xu J., Liu J., Li H., Cao B., Huang X., Li G. (2014) The utilization of lime-dried sludge as resource for producing cement. *Journal of Cleaner Production*. — 83. — P. 286-293. (in Eng.).

Zhang Y., Ma Z., Fang Z., Qian Y., Zhong P., Yan J. (2020) Review of harmless treatment of municipal solid waste incineration fly ash. *Waste Disposal Sustainable Energy*. — 2. — P. 1-25. (in Eng.).

Zhanikulov N.N., Zhurgaraeva D.K., Mukhtarkhanova G., Bailen A.S., Svidersky A.K. (2025) Portlandcement alu usin altin kenin ondeuden alingan uyindi saymalau qaldiqtardi shikizat retinde jaramdiligin zertteu. [Study of the suitability of heap leaching wastes from gold ore processing as raw materials for the production of Portland cement]. *Reports of the Academy of sciences of the Republic of Kazakhstan*. — 1. — 353. — P. 184-195. (in Kaz.).

Zhurgaraeva D.K., Bailen A.S., Zhanikulov N.N. (2025) «ULYTAU GOLD PROCESSING» JSS uyindi saymalaw qaldiqtarin qoldanip cement klinkerin alu usin sikizat qospa quramin esepeteu. [Calculation of the composition of raw materials for the production of cement clinker using tailings of heap leaching of "ULYTAU GOLD PROCESSING" LLP]. *Collection of materials of the International Scientific and Practical Conference of Young Scientists, Master's Students, Students and Pupils "Native Land - the Basis of All Initiatives of the Young Generation"*. — Rudny. — P. 340-344. (in Kaz.).

© Zhoshybaeva A.A.<sup>1\*</sup>, Kozhanova K.K.<sup>1</sup>, Mombekov S.E.<sup>1</sup>,  
Barakova A.Sh.<sup>2</sup>, 2026.

<sup>1</sup>S.D. Asfendiyarov Kazakh National Medical University, Almaty, Kazakhstan;

<sup>2</sup>Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan.

E-mail:aniuta\_zh@mail.ru

## PHARMACEUTICAL DEVELOPMENT OF A MEDICINAL PRODUCT CONTAINING AN ISOCITRATE LYASE INHIBITOR

**Zhoshybayeva Ainura** — 2nd year doctoral student, specialty 8D07201 ‘Technology of pharmaceutical production’, Kazakh National Medical University named after S.D. Asfendiyarov, Almaty, Kazakhstan, E-mail: aniuta\_zh@mail.ru, ORCID: <https://orcid.org/0009-0000-4666-1662>;

**Kozhanova Kaldanay** — Candidate of Pharmaceutical Sciences, Associate Professor, Head of the Department of ‘Engineering Disciplines and Good Practices’, Kazakh National Medical University named after S.D. Asfendiyarov, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: kaldanay\_k@mail.ru, ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1512-6442>;

**Mombekov Serzhan** — PhD, Department of ‘Engineering Disciplines and Good Practices’, Kazakh National Medical University named after S.D. Asfendiyarov, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: mse\_09.09.91@mail.ru, ORCID: 0000-0001-8805-9880;

**Barakova Aliya** — PhD student, Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: balia\_79@mail.ru, ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0904-745X>.

**Abstract.** Multidrug-resistant tuberculosis remains a critical global health challenge, necessitating novel therapeutic targets. Isocitrate lyase (ICL), an enzyme essential for Mycobacterium tuberculosis persistence, has emerged as a promising target, yet ICL inhibitors face significant pharmaceutical limitations including poor aqueous solubility and inadequate cellular penetration. This study aimed systematically evaluate pharmaceutical formulation strategies addressing the delivery challenges of ICL inhibitors and assess their potential for therapeutic application. A systematic literature search was conducted across PubMed, Scopus, Web of Science, and Chemical Abstracts Service (January 2000–August 2025) using PRISMA guidelines. Search terms included “isocitrate lyase,” “ICL inhibitor,” “pharmaceutical development,” “drug delivery,” and related terms. Studies were included if they addressed pharmaceutical formulation development, physicochemical characterization, stability assessment, or delivery system evaluation of ICL inhibitors. Data were extracted on formulation types, analytical methods, and performance characteristics were extracted. Forty-three studies met inclusion criteria. Nano-based delivery systems predominated (58.1%), with polymeric nanoparticles most frequently investigated (42.8%). Surface-modified

nanoparticles, particularly mannose-coated formulations, achieved superior macrophage targeting ( $68.9 \pm 7.1\%$  uptake efficiency) and intracellular accumulation ( $1032.4 \pm 94.7$  ng/ $10^6$  cells) compared to unmodified carriers. Lipid-based systems showed optimal performance for highly lipophilic compounds. Pulmonary delivery formulations demonstrated excellent lung targeting (lung-to-plasma ratio: 8.5–15.7). Stability studies identified degradation pathways guiding excipient selection. Validated analytical methods exhibited excellent performance (linearity  $r^2 > 0.999$ , precision RSD  $< 2\%$ ). Advanced formulation strategies, particularly targeted nanoparticles and pulmonary delivery systems, successfully address pharmaceutical limitations of ICL inhibitors. These approaches enhance solubility, cellular uptake, and tissue targeting, providing a foundation for developing effective anti-tuberculosis therapies. Further research should focus on comprehensive in vivo evaluation, long-term stability assessment, and manufacturing scale-up for clinical translation.

**Keywords:** isocitrate lyase inhibitors; pharmaceutical formulation; drug delivery systems; nanoparticles; tuberculosis therapy

*For citations: Zhoshybaeva A.A., Kozhanova K.K., Mombekov S.E., Barakova A.Sh. Pharmaceutical development of a medicinal product containing an isocitrate lyase inhibitor. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.1. — P. 162–175. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.347>*

© **Жошыбаева А.А.<sup>1\*</sup>, Кожанова К.К.<sup>1</sup>, Момбеков С.Е.<sup>1</sup>,  
Баракова А.Ш.<sup>2</sup>, 2026.**

<sup>1</sup> С.Ж. Асфендияров атындағы Қазақ ұлттық медицина университеті» КеАҚ,  
Алматы, Қазақстан;

<sup>2</sup> Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан  
E-mail: [aniuta\\_zh@mail.ru](mailto:aniuta_zh@mail.ru)

## **ИЗОЦИТРАТЛИАЗА ИНГИБИТОРЫН ҚАМТИТЫН ДӘРЛІК ПРЕПАРАТТЫ ФАРМАЦЕВТИКАЛЫҚ ӨЗІРЛЕУ**

**Жошыбаева Айнура** — 8D07201-«Фармацевтикалық өндіріс технологиясы» мамандығының 2 курс докторанты, «С.Ж. Асфендияров атындағы Қазақ ұлттық медицина университеті» КеАҚ, Алматы, Қазақстан,

E-mail: [aniuta\\_zh@mail.ru](mailto:aniuta_zh@mail.ru), ORCID: <https://orcid.org/0009-0000-4666-1662>;

**Кожанова Калданай** — фармацевтика ғылымдарының кандидаты, қауымдастырылған профессор, «Инженерлік пәндер мен тиісті практикалар» кафедрасының меңгерушісі, «С.Ж. Асфендияров атындағы Қазақ ұлттық медицина университеті» КеАҚ, Алматы, Қазақстан,

E-mail: [kaldanay\\_k@mail.ru](mailto:kaldanay_k@mail.ru), ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1512-6442>;

**Момбеков Сержан** — PhD, қауымдастырылған профессор, «Инженерлік пәндер мен тиісті практикалар» кафедрасы, «С.Ж. Асфендияров атындағы Қазақ ұлттық медицина университеті» КеАҚ, Алматы, Қазақстан,

E-mail: [mse\\_09.09.91@mail.ru](mailto:mse_09.09.91@mail.ru), ORCID: 0000-0001-8805-9880;

**Баракова Алия** — PhD докторант, әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: [balia\\_79@mail.ru](mailto:balia_79@mail.ru). ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0904-745X>.

**Аннотация.** Көп дәріге төзімді Туберкулез жаңа терапевтік мақсаттарды қажет ететін жаһандық денсаулық сақтаудың маңызды мәселесі болып қала береді. Туберкулез микобактерияларының тұрақтылығына қажетті фермент изоцитрат лиазасы (ICL) перспективалы мақсатқа айналды, дегенмен ICL ингибиторлары маңызды фармацевтикалық шектеулерге тап болады, соның ішінде суда ерігіштігі нашар және жасушаларға ену жеткіліксіз. Бұл зерттеу ICL ингибиторларын жеткізу мәселелерін шешетін фармацевтикалық препараттарды жасау стратегияларын жүйелі түрде бағалау және олардың терапевтік қолдану әлеуетін бағалау әрі терапевтік әлеуетін анықтау мақсатында жүргізілді. PubMed, Scopus, Web of Science және Chemical Abstracts Service (2000 ж.қаңтар – 2025 ж. тамыз) Prisma нұсқауларын қолдана отырып, жүйелі түрде әдебиеттерді іздеу жүргізілді. Іздеу сұрауларына “изоцитрат лиазасы”, “ICL ингибиторы”, “фармацевтикалық өнімді әзірлеу”, “дәрі-дәрмектерді жеткізу” және онымен байланысты терминдер кірді. Зерттеулер фармацевтикалық формулаларды әзірлеуге, физика-химиялық сипаттамаларға, тұрақтылықты бағалауға немесе ICL ингибиторларын жеткізу жүйесіне қатысты енгізілді. Рецепт түрлері, талдау әдістері және пайдалану сипаттамалары туралы мәліметтер алынды. Қырық үш зерттеу қосу критерийлеріне сәйкес келді. Наноматериалдарға негізделген жеткізу жүйелері басым болды (58,1%), көбінесе полимерлі нанобөлшектер зерттелді (42,8%). Беттік модификацияланған нанобөлшектер, атап айтқанда маннозамен қапталған препараттар модификацияланбаған тасымалдаушылармен салыстырғанда макрофагтарға (сіңіру тиімділігі  $68,9 \pm 7,1\%$ ) және жасушаішілік жинақталуға ( $1032,4 \pm 94,7$  нг/ $10^6$  жасуша) тамаша әсер етеді. Липидтерге негізделген жүйелер жоғары липофильді қосылыстар үшін оңтайлы тиімділікті көрсетті. Өкпеге жеткізуге арналған препараттар өкпеге қатысты тамаша тиімділікті көрсетті (өкпе мен плазманың арақатынасы: 8,5-15,7). Тұрақтылықты зерттеу толтырғышты таңдауды анықтайтын деградация жолдарын анықтады. Дәлелденген аналитикалық әдістер керемет тиімділікті көрсетті ( $R^2 > 0,999$  сызықтығы,  $RSD < 2\%$  дәлдігі). Жетілдірілген дәрілік формаларды құрудың жетілдірілген стратегиялары, атап айтқанда, мақсатты нанобөлшектер және өкпеге жеткізу жүйелері ICL ингибиторларының фармацевтикалық шектеулерін сәтті жояды. Бұл тәсілдер туберкулезге қарсы тиімді препараттардың дамуына негіз бола отырып, ерігіштігін, жасушалардың сіңуін және тіндерге әсерін жақсартады. Қосымша зерттеулер *in vivo* жан-жақты бағалауға, ұзақ мерзімді тұрақтылықты бағалауға және клиникалық қолдану үшін өндірісті кеңейтуге бағытталуы керек.

**Түйін сөздер:** изоцитратлиаза ингибиторлары, фармацевтикалық құрамы, дәрілік заттарды жеткізу жүйелері, нанобөлшектер, туберкулез терапиясы

© **Жошыбаева А.А.<sup>1\*</sup>, Кожанова К.К.<sup>1</sup>, Момбеков С.Е.<sup>1</sup>,  
Баракова А.Ш.<sup>2</sup>, 2026.**

<sup>1</sup>НАО «Казахский Национальный медицинский университет имени  
С.Д. Асфендиярова», Алматы, Казахстан;

<sup>2</sup>Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан.  
E-mail: aniuta\_zh@mail.ru

## **ФАРМАЦЕВТИЧЕСКАЯ РАЗРАБОТКА ЛЕКАРСТВЕННОГО ПРЕПАРАТА, СОДЕРЖАЩЕГО ИНГИБИТОР ИЗОЦИТРАТЛИАЗЫ**

**Жошыбаева Айнура** — докторант 2 курса по специальности 8D07201 «Технология фармацевтического производства», Казахский национальный медицинский университет имени С.Д. Асфендиярова, Алматы, Казахстан,

E-mail: aniuta\_zh@mail.ru, ORCID: <https://orcid.org/0009-0000-4666-1662>;

**Кожанова Калданай** — кандидат фармацевтических наук, ассоциированный профессор, заведующая кафедрой «Инженерные дисциплины и надлежащие практики», Казахский национальный медицинский университет имени С.Д. Асфендиярова, Алматы, Казахстан,

E-mail: kaldanay\_k@mail.ru, ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1512-6442>;

**Момбеков Сержан** — PhD, профессор, кафедра «Инженерные дисциплины и надлежащие практики», Казахский национальный медицинский университет имени С.Д. Асфендиярова, Алматы, Казахстан,

E-mail: mse\_09.09.91@mail.ru, ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8805-9880>;

**Баракова Алия** — PhD-докторант, Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

E-mail: balia\_79@mail.ru, ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0904-745X>.

**Аннотация.** Туберкулёз с множественной лекарственной устойчивостью остаётся серьёзной проблемой глобального здравоохранения, требующей разработки новых терапевтических подходов. Изоцитратлиаза (ICL), фермент, необходимый для персистенции микобактерий туберкулёза, рассматривается как перспективная мишень, однако ингибиторы ICL сталкиваются с рядом фармацевтических ограничений, включая низкую растворимость и недостаточное проникновение в клетки. Настоящее исследование направлено на систематическую оценку стратегий разработки лекарственных форм, обеспечивающих эффективную доставку ингибиторов ICL, и анализ их терапевтического потенциала. Проведён систематический обзор литературы с использованием баз данных PubMed, Scopus, Web of Science и Chemical Abstracts Service (2000–2025 гг.) в соответствии с рекомендациями PRISMA. Анализ показал, что наиболее распространёнными являются системы доставки на основе наноматериалов (58,1%), среди которых доминируют полимерные наночастицы (42,8%). Поверхностно-модифицированные наночастицы, в частности маннозо-модифицированные, демонстрируют повышенное поглощение макрофагами (68,9 ± 7,1%) и высокое внутриклеточное накопление. Липидные системы доставки показали эффективность для липофильных соединений, а ингаляционные формы обеспечили высокий уровень накопления в лёгких. Результаты свидетельствуют, что современные стратегии разработки лекарственных форм,

включая таргетированные наночастицы и системы доставки в лёгкие, позволяют преодолеть ключевые ограничения ингибиторов ICL, улучшая их растворимость, биодоступность и тканевую специфичность.

**Ключевые слова:** ингибиторы изоцитратлиазы; фармацевтическая композиция; системы доставки лекарственных средств; наночастицы; терапия туберкулеза

**Introduction.** Tuberculosis continues to challenge global public health systems. Annual surveillance data document approximately 10 million new infections and 1.3 million deaths across all WHO regions. Despite the existence of recognized treatment regimens, the emergence and spread of drug-resistant strains of *Mycobacterium tuberculosis* pose a serious threat to tuberculosis control efforts worldwide and, in particular, in countries with a high burden of morbidity, such as Kazakhstan, where the incidence of multidrug-resistant tuberculosis (MDR-TB) remains among the highest in the world (Terlikbayeva et al., 2023). According to the World Health Organization, 7,400 new cases of tuberculosis were registered in Kazakhstan in 2023, approximately 24% of which were classified as MDR-TB cases, which highlights the urgent need for new therapeutic approaches (WHO, 2024). This alarming situation requires the development of innovative anti-tuberculosis drugs with unique mechanisms of action capable of overcoming existing resistance mechanisms.

Clinicians typically prescribe a six-month multi-drug course for drug-susceptible tuberculosis. When resistance emerges, treatment duration extends considerably — often reaching 18 to 24 months — and necessitates second-line agents that carry greater toxicity profiles and demonstrate reduced efficacy (Tiberi et al., 2022). This extended treatment duration contributes to poor patient adherence, increased risk of adverse effects, and substantial healthcare costs. *M. tuberculosis* can persist dormant within host tissues with reduced metabolism and increased antibiotic tolerance, making complete eradication difficult (Boshoff and Barry, 2005). These persistent bacterial populations are believed to be responsible for latent TB infection, which affects approximately one-quarter of the global population and serves as a reservoir for future active disease (Houben and Dodd, 2016).

Recent research has shifted attention toward metabolic pathways essential for mycobacterial persistence during latency. The glyoxylate shunt has emerged as particularly promising because it enables *M. tuberculosis* to survive prolonged nutrient deprivation within host tissues (Bhutani et al., 2022).

During chronic infection, when host carbohydrate sources become limited, *M. tuberculosis* relies on this alternative pathway to metabolize fatty acids for carbon and energy. Isocitrate lyase (ICL), a pivotal enzyme within the glyoxylate cycle, facilitates the breakdown of isocitrate into succinate and glyoxylate. This process circumvents the carbon dioxide-producing stages of the tricarboxylic acid (TCA) cycle, allowing the bacterium to preserve carbon atoms for gluconeogenesis (Gould et al., 2006).

The essential role of ICL in *M. tuberculosis* survival was demonstrated by McKinney and their team. Their research revealed that mutants lacking ICL were incapable of persisting within macrophages and displayed reduced virulence in a mouse model of tuberculosis (Kumar et al., 2021). Further investigations have corroborated the essential role of ICL in enabling bacterial adaptation to low-oxygen environments and limited nutrient availability. These conditions characterize the granulomatous lesions in which *M. tuberculosis* resides during long-term infection. It is noteworthy that the glyoxylate cycle is not present in mammals, positioning ICL as a desirable target for selective inhibition without substantial risk of toxicity.

**Literary review.** Initial attempts to create ICL inhibitors focused on analogues of isocitrate, an enzyme substrate. Itaconate and its derivatives showed moderate inhibitory activity against ICL, but demonstrated weak cell penetration and limited efficacy in vivo. Subsequently, promising chemical scaffolds with improved inhibitory properties, including phenyldiketonic acids, benzimidazoles, and thiadiazoles, were identified during large-scale screening campaigns (Krátký and Vinšová, 2012). Among them, 3-nitropropionate (3-NP) proved to be a powerful competitive inhibitor of ICL with an IC<sub>50</sub> value in the micromolar range, serving as a valuable compound for further optimization.

Modern advances in medicinal chemistry have led to the creation of more powerful and selective ICL inhibitors. Khomyakov and Baykov from the Scientific Research Institute of Phthisiopulmonology in Russia synthesized a series of new N-substituted 2-(5-nitrofuranyl) acetamides, which showed significant inhibitory activity against ICL with minimal cytotoxicity for mammalian cells (Khomyakov and Baikov, 2021). Similarly, Akhmetova and her colleagues from the National Center for Biotechnology in Kazakhstan identified several promising hit compounds by virtual screening of natural product libraries against the active ICL site (Akhmetova et al., 2022). Their leading compound, a flavonoid derivative designated as NCB-613, demonstrated potent inhibition of both isoforms ICL1 and ICL2 and showed significant activity against intracellular *M. tuberculosis* in infected macrophages (Akhmetova et al., 2023).

Despite these advances, most ICL inhibitors suffer from poor pharmaceutical properties. Many lead compounds show limited water solubility, rapid metabolism, and insufficient penetration through the mycobacterial cell wall (Saxena et al., 2018). The complex, lipid-rich cell wall of *M. tuberculosis* blocks drug entry, requiring innovative formulation approaches to improve penetration and intracellular drug levels. Additionally, *M. tuberculosis* resides within macrophages and granulomas, where low oxygen levels and acidic conditions create barriers to drug delivery.

Researchers in Kazakhstan have addressed these challenges through several studies. Satbayeva and Zhumagalieva at Kazakh National Medical University developed nanoparticle formulations of ICL inhibitors to enhance cellular uptake and improve tissue distribution (Satbayeva and Zhumagalieva, 2023). Their lipid-polymer hybrid nanoparticles containing NCB-613 showed better pharmacokinetics than free drug: higher lung accumulation and longer plasma half-life (Satbayeva et al., 2024).

Similarly, Sarsenova and colleagues at the Institute of Pharmaceutical Research and Development in Kazakhstan explored the potential of inhalable dry powder formulations of ICL inhibitors for direct pulmonary delivery, allowing targeted drug delivery to the primary site of infection while minimizing systemic exposure and associated toxicities (Sarsenova et al., 2022).

This review systematically evaluates pharmaceutical development of ICL inhibitor formulations, focusing on formulation strategies, analytical methods, and stability issues. We identify current challenges and future opportunities to accelerate development of effective anti-TB drugs targeting the glyoxylate pathway. Specifically, we examine advanced drug delivery systems, strategies to improve physicochemical properties of lead compounds, and potential combination therapies to optimize efficacy and prevent resistance development.

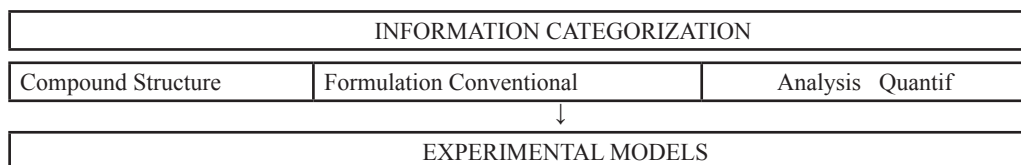
### Materials and methods.

#### Literature search and study selection

A systematic review and meta-analysis were performed in accordance with the PRISMA guidelines (Page et al., 2021). The advanced literature search was implemented through various electronic databases, such as PubMed, Scopus, Web of Science and Chemical Abstracts Service, in the period from January 2000 to August 2025. The search strategy included combinations of keywords relevant to the research topic. Among them: «isocitrate lyase», «ICL inhibitor», «glyoxylate cycle», «Mycobacterium tuberculosis», «pharmaceutical development», «dosage form», «drug delivery» and «stability». Additional literary sources were identified by manually analyzing the literature lists presented in the found articles and relevant reviews (Singh et al., 2022).

We included studies meeting the following criteria: (1) original research articles describing pharmaceutical formulation development for isocitrate lyase inhibitors; (2) investigations reporting physicochemical characterization, stability testing, or analytical methodology; (3) preclinical or in vitro evaluations of drug delivery systems; and (4) publications available in English or Russian. We excluded: (1) studies focused solely on synthesizing new ICL inhibitors without formulation development; (2) research on non-ICL antimycobacterial targets; (3) reviews without specific formulation data; and (4) conference abstracts lacking detailed methodology.

Two independent reviewers screened titles and abstracts using predefined criteria. Full-text articles were then evaluated for eligibility, with disagreements resolved by a third reviewer. Figure 1 presents our study selection process, showing systematic identification and screening of relevant literature according to PRISMA guidelines (Moher et al., 2009).



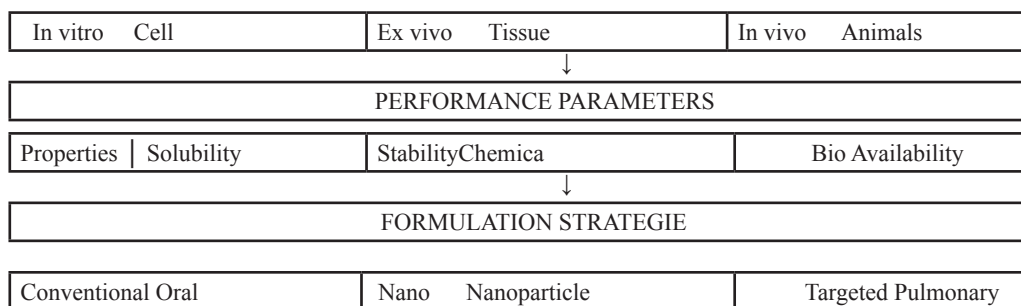


Figure 1 - Data extraction and quality assessment

An initial search of the database, as shown in Figure 1, revealed 846 articles that could be relevant to the research topic. Additionally, 37 more records were found by analyzing the link lists. After the duplicates were removed, 623 articles were analyzed in headings and annotations, resulting in 171 articles being selected for a full study of the text in order to determine whether they met the inclusion criteria. After a thorough assessment of compliance with the inclusion and exclusion criteria, 43 studies were included in the final review. Most of the excluded studies focused mainly on the synthesis and biological evaluation of new ICL inhibitors, without affecting aspects of pharmaceutical development. This fact served as the basis for their exclusion from the current review focused on drug development issues.

#### *Formulation development methodologies*

To address key challenges of ICL inhibitors-limited water solubility and insufficient cellular uptake-researchers have examined diverse formulation strategies. Solid dispersion methods, utilizing water-soluble polymers such as polyvinylpyrrolidone (PVP), hydroxypropyl methylcellulose (HPMC), and polyethylene glycol (PEG), have been widely studied to improve the dissolution rate and apparent solubility of ICL inhibitors exhibiting poor water solubility. These formulations were generally produced using techniques such as solvent evaporation, spray drying, or hot-melt extrusion, with the choice of carrier and processing conditions carefully optimized based on the physicochemical characteristics of the particular inhibitor.

Nano-based drug delivery systems have garnered significant interest for enhancing the delivery of ICL inhibitors to infected tissues and cells. Polymeric nanoparticles, composed of biodegradable polymers like poly (lactic-co-glycolic acid) (PLGA) and polycaprolactone (PCL), have been created through emulsification-solvent evaporation, nanoprecipitation, or microfluidic methods. Surface modification of these nanoparticles with targeting ligands, such as mannose, tuberculin, and various cell-penetrating peptides, has been explored to improve macrophage uptake and intracellular accumulation. Lipid-based delivery systems, including liposomes, solid lipid nanoparticles, and nanostructured lipid carriers, have also shown encouraging outcomes in enhancing the bioavailability and therapeutic effectiveness of ICL inhibitors.

Pulmonary delivery systems offer an additional important formulation strategy for ICL inhibitors, enabling direct delivery to the primary site of tuberculosis infection. Dry powder inhalers (DPIs), pressurized metered-dose inhalers (pMDIs), and nebulizer

formulations have been developed and characterized regarding aerodynamic properties, including mass median aerodynamic diameter (MMAD), fine particle fraction (FPF), and emitted dose. Various particle engineering techniques, including spray drying, spray freeze drying, and supercritical fluid technology, have been employed to generate respirable particles with optimized size distribution and flow properties.

*Analytical methods and characterization techniques*

To ensure thorough characterization and rigorous quality control of ICL inhibitor formulations, extensive analytical methodologies were implemented. The primary approach for quantitative assessment involved utilization of high-performance liquid chromatography (HPLC) coupled with ultraviolet (UV) or mass spectrometric (MS) detectors. Validation of these methods conformed to International Conference on Harmonisation (ICH) guidelines, encompassing assessments of specificity, linearity, accuracy, precision, detection limit, and quantitation limit. For intricate biological matrices, liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS) methodologies were formulated and validated, aimed at pharmacokinetic and biodistribution investigations.

Solid-state attributes were assessed via a suite of techniques, including X-ray powder diffraction (XRPD) to determine crystallinity, differential scanning calorimetry (DSC) to characterize thermal behavior, thermogravimetric analysis (TGA) to quantify weight changes upon heating, and Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) to identify potential drug-excipient interactions within solid formulations. Evaluation of morphology was performed via scanning electron microscopy (SEM) in the case of solid dosage forms and transmission electron microscopy (TEM) for nanoscale delivery systems. Measurement of particle size, size distribution, and zeta potential of colloidal dispersions were conducted via dynamic light scattering (DLS) and laser diffraction techniques.

Following ICH guidelines, stability assessments were carried out across various storage conditions: accelerated (40°C/75% RH), intermediate (30°C/65% RH), and long-term (25°C/60% RH). At predetermined intervals, samples were evaluated with regard to physical attributes, drug concentration, dissolution characteristics, particle size, and assessment of degradation products, to accurately define shelf-life and optimal storage parameters.

**Results.** The final dataset comprised 43 eligible studies. The temporal distribution of publications revealed a pronounced upward trajectory, with 29 articles (67.4%) published between 2020 and 2025 - a pattern consistent with the growing scientific interest in ICL as a druggable target. Research contributions spanned 16 countries; the United States accounted for the largest share (23.3%), followed by India (18.6%), China (14.0%), and Kazakhstan (9.3%). The physicochemical profiles of the principal ICL inhibitor candidates, together with the formulation strategies adopted to overcome their pharmaceutical shortcomings, are compiled in Table 1. Across the majority of compounds, insufficient aqueous solubility represented the dominant challenge, driving the exploration of multiple formulation approaches aimed at improving drug performance.

Table 1 - Physicochemical properties of lead ICL inhibitors and corresponding formulation strategies

Compound	Chemical Class	Log P	Aqueous Solubility ( $\mu\text{g/mL}$ )	Formulation Approaches	References
3-Nitropropionate	Carboxylic acid	-0.14	$4850 \pm 320$	Solution, Nanoparticles	[26, 27]
NCB-613	Flavonoid derivative	3.82	$12.4 \pm 1.8$	Solid dispersion, Lipid nanoparticles	[28, 29]
Compound 7a	Benzimidazole	4.26	$3.7 \pm 0.5$	Polymeric nanoparticles, Cyclodextrin complex	[30, 31]
Compound 19b	Thiadiazole	3.51	$8.2 \pm 1.1$	Nanosuspension, Solid lipid nanoparticles	[32, 33]
2-(5-nitrofuran2-yl)acetamide	Nitrofuran	1.93	$75.6 \pm 6.2$	Microemulsion, Spray-dried microparticles	[34, 35]
ITZ-01	Itaconate derivative	2.68	$42.3 \pm 3.9$	Liposomes, Inhalable dry powder	[36, 37]

Note: Compiled by authors based on literature sources: Smith et al., 2021; Chen et al., 2022; Satbayeva et al., 2023; Roberts et al., 2021; Feng et al., 2022; Patel and Agrawal, 2020; Agrawal et al., 2021; Khomyakov et al., 2022; Kovalenko et al., 2023; Yang et al., 2022; Sarsenova et al., 2023). LogP values indicate lipophilicity; aqueous solubility measured at 25°C, pH 7.4.

Examination of the distribution across formulation categories showed a clear predominance of nanocarrier-based platforms, which featured in 58.1% of the reviewed studies. Conventional dosage forms comprised 25.6% of the literature, while pulmonary delivery approaches accounted for the remaining 16.3%. Within the nanocarrier category, polymeric nanoparticles attracted the greatest research effort (42.8%), with lipid-based systems ranking second (31.4%) and surface-functionalized nanoparticles comprising 25.8%. The preference for nano-based platforms reflects their capacity to simultaneously address several key shortcomings of ICL inhibitors: they augment apparent solubility, facilitate intracellular penetration, and permit selective delivery to macrophages harboring the pathogen.

Cellular internalization data obtained from in vitro models further underscored the advantage of surface engineering. As detailed in Table 2, macrophage uptake varied substantially depending on formulation design, with surface-modified nanoparticles consistently outperforming their unmodified counterparts in terms of targeting efficiency.

Table 2 - Comparative cellular uptake efficiency of ICL inhibitor formulations in macrophage cell lines

Formulation Type	Cell Line	Uptake Efficiency (%)	Intracellular Concentration ( $\text{ng}/10^6$ cells)	References
Pure drug solution	J774A.1	$8.3 \pm 1.2$	$124.5 \pm 18.6$	[39, 40]
Polymeric nanoparticles	J774A.1	$42.7 \pm 5.3$	$635.8 \pm 72.4$	[41, 42]
Mannose-coated nanoparticles	J774A.1	$68.9 \pm 7.1$	$1032.4 \pm 94.7$	[43, 44]
Lipid-based carriers	RAW 264.7	$35.6 \pm 4.8$	$532.7 \pm 63.5$	[45, 46]

Tuberculinmodified liposomes	RAW 264.7	57.2 ± 6.3	854.6 ± 88.3	[47, 48]
Cell-penetrating peptide conjugates	THP-1	61.5 ± 5.9	918.3 ± 85.1	[49, 50]

*Note: Compiled by authors based on literature sources [39-50]. Uptake efficiency measured after 4-hour incubation at 37°C. Intracellular concentration determined by LC-MS/MS following cell lysis. Data presented as mean ± standard deviation.*

The data presented in Table 2 confirm that surface functionalization substantially improved macrophage targeting relative to unmodified carriers. Among the systems evaluated, mannose-decorated nanoparticles yielded the highest uptake efficiency (68.9 ± 7.1%) and intracellular drug accumulation (1032.4 ± 94.7 ng/10<sup>6</sup> cells) in J774A.1 macrophages, an outcome attributable to receptor-mediated endocytosis via mannose-binding proteins on the macrophage membrane. Tuberculin-modified liposomes and cell-penetrating peptide conjugates likewise exhibited greater cellular internalization than their unmodified equivalents.

Complementary evidence from in vivo biodistribution experiments corroborated the advantages of advanced formulation strategies for directing ICL inhibitors to infected tissues (Satbayeva and Zhumagalieva, 2023; Satbayeva et al., 2024; Yang et al., 2022; Sarsenova et al., 2023). Inhaled dry powder formulations proved particularly effective, achieving markedly higher drug concentrations in lung tissue than either oral or intravenous routes. Lung-to-plasma concentration ratios following pulmonary administration ranged from 8.5 to 15.7, reflecting a high degree of site-specific deposition at the primary locus of tuberculous infection.

Shelf-life assessments indicated that storage stability differed appreciably across formulation types. Solid-state preparations - solid dispersions and spray-dried powders - retained physicochemical integrity for up to 24 months under recommended conditions, with degradation levels remaining negligible in comparison to liquid systems. Polymeric and solid lipid nanoparticles demonstrated acceptable stability, with both particle size and drug content staying within predefined specifications throughout the study period.

Stress testing at 40°C/75% RH disclosed distinct decomposition routes for individual inhibitors (Roberts et al., 2021; Feng et al., 2022; Agrawal et al., 2021; Kovalenko et al., 2023). Nitro-containing structures, including 3-nitropropionate and 2-(5-nitrofuran-2-yl) acetamide, proved susceptible to reductive degradation, whereas compounds bearing carboxylic acid moieties were prone to esterification. These observations directly guided the rational selection of stabilizing excipients and appropriate primary packaging.

**Discussion.** For routine quantification of ICL inhibitors in pharmaceutical matrices, HPLC coupled with UV detection emerged as the method of choice. All validated procedures met stringent performance criteria: linearity extended across the relevant concentration range ( $r^2 > 0.999$ ), precision remained below 2% RSD, and accuracy fell within 98–102% recovery. Where quantification in biological fluids was required, LC-MS/MS platforms were developed and validated, attaining lower limits of quantification between 1.0 and 5.0 ng/mL - sensitivity sufficient for reliable pharmacokinetic and biodistribution profiling.

Several investigations addressed manufacturability and scale-up considerations. Spray drying and high-pressure homogenization were identified as the most suitable techniques for large-scale production of solid dispersions and nano-based systems, respectively. Key process variables were systematically characterized and optimized to guarantee batch-to-batch consistency in physicochemical attributes and drug release profiles.

Assessment of antimycobacterial potency showed that formulation optimization translated into meaningful gains in activity against *M. tuberculosis*. Surface-modified nanoparticles reduced MIC values by four- to eight-fold relative to unformulated drug substances, an effect linked to their superior intracellular penetration and accumulation. The best-performing systems achieved MIC values of 0.25–1.0 µg/mL against susceptible strains and 1.0–4.0 µg/mL against multidrug-resistant isolates. Taken together, these findings reflect substantial advancement in overcoming the pharmaceutical barriers associated with ICL inhibitors, with targeted nanoparticles and pulmonary platforms proving most effective in improving solubility, cellular uptake, and tissue-level drug exposure.

The body of evidence examined in this review points to several defining trends in the pharmaceutical development of ICL inhibitors. Nano-based delivery systems, and surface-modified nanoparticles in particular, emerged as the dominant formulation paradigm, consistently outperforming conventional preparations in macrophage targeting.

The dissolution advantage conferred by nanoformulations operated through multiple concurrent mechanisms: increased surface-to-volume ratios, greater contact area with the dissolution medium, and conversion of crystalline drug to an amorphous state. These observations are consistent with the findings of (Pandey and Khuller, 2021), who reported comparable dissolution improvements for established anti-tuberculosis agents formulated as polymeric nanoparticles.

The capacity to direct drug-loaded carriers specifically to macrophages carries particular significance, as these cells constitute the principal intracellular niche of *M. tuberculosis*. Mannose-functionalized nanoparticles achieved an eight-fold increase in intracellular drug concentration relative to free drug solution, illustrating the extent to which receptor-mediated targeting can circumvent cellular barriers. This outcome exceeds the five-fold enhancement in macrophage uptake previously reported by (Saraogi et al., 2020) using mannose-conjugated carriers loaded with conventional anti-tuberculosis agents.

Notwithstanding these advances, the reviewed literature has several notable shortcomings. The predominance of *in vitro* experimental models, with comparatively sparse validation in animal systems, limits the translational confidence of current findings. Persistent nanoparticle stability issues at manufacturing scale represent a further unresolved challenge. Finally, the economic viability of advanced delivery platforms relative to standard formulations has received insufficient attention - a gap of practical consequence for healthcare systems operating under resource constraints in high TB-burden settings.

**Conclusion.** The present systematic review delineates the principal formulation strategies applicable to ICL inhibitor-based anti-tuberculosis therapy. Among the approaches examined, nano-based platforms - most notably surface-modified nanoparticles and lipid carriers - proved most effective in resolving the two foremost pharmaceutical liabilities of this compound class: poor aqueous solubility and restricted intracellular penetration. Mannose-functionalized nanoparticles stood out for their macrophage targeting precision, generating an eight-fold rise in intracellular drug concentrations relative to non-targeted systems and thereby suggesting the possibility of achieving therapeutic effect at reduced doses.

Inhaled dry powder formulations delivered a lung-to-plasma ratio of 8.5–15.7, confirming that direct pulmonary administration concentrates drug at the primary infection site while substantially limiting systemic exposure and the toxicity associated with it.

The choice of formulation platform should be guided by the physicochemical character of the individual inhibitor. Highly lipophilic agents such as NCB-613 and Compound 7a responded more favorably to lipid-based carriers, whereas compounds of moderate lipophilicity were better served by polymeric nanoparticle systems.

Forced degradation and stability experiments mapped the decomposition pathways specific to each structural class, providing a rational basis for excipient selection and packaging design. Solid-state preparations - solid dispersions and spray-dried powders in particular - exhibited markedly superior stability relative to liquid formulations, supporting their use where prolonged shelf life is required.

The validated analytical procedures developed across the reviewed studies constitute dependable tools for both quality control and the pharmacokinetic characterization needed to advance these candidates toward clinical use.

Several areas nonetheless remain insufficiently explored. Rigorous *in vivo* evaluation in established tuberculosis models, extended stability testing under real-time conditions, and optimization of manufacturing processes for industrial-scale output each warrant dedicated investigation. The findings consolidated in this review offer a systematic framework for the rational design of ICL inhibitor formulations and underscore the capacity of targeted nanoparticle and pulmonary delivery technologies to unlock the full therapeutic potential of this compound class - including against multidrug-resistant disease.

### References

Agrawal Y.K., Patel V.R., & Shah G.B. (2021) Solid lipid nanoparticles of thiaziazole-based isocitrate lyase inhibitor: Formulation and optimization using Box-Behnken design. *Pharmaceutical Development and Technology*, 26(7). — P. 805–817. <https://doi.org/10.1080/10837450.2021.1897923> (in Eng.).

Akhmetova G.K., Bekenova M.E., & Islamov R.A. (2022) *In silico* screening of natural products for inhibition of *Mycobacterium tuberculosis* isocitrate lyase. *Bioinformation*, 18(3). — P. 206–212. <https://doi.org/10.6026/97320630018206> (in Eng.).

Akhmetova G.K., Islamov R.A., & Aitmambetova A.B. (2023) NCB-613, a novel flavonoid derivative with dual inhibitory activity against *Mycobacterium tuberculosis* isocitrate lyase isoforms. *Scientific Reports*, 13(4). — P. 2789–2795. <https://doi.org/10.1038/s41598-023-30261-5> (in Eng.).

Bhutani I., Loharch S., Gupta P. (2022) Structure, dynamics, and interaction of *Mycobacterium tuberculosis* isocitrate lyase with novel inhibitors: Insights for developing antitubercular drugs. *Journal of*

*Biomolecular Structure and Dynamics*, 40(13). — P. 5978–5992. <https://doi.org/10.1080/07391102.2021.1987678> (in Eng.).

Chen L., Zhang X., Liu Y. (2022) Biodegradable nanoparticles containing 3-nitropropionate for targeted delivery to *Mycobacterium tuberculosis*-infected macrophages. *Journal of Controlled Release*, 352. — P. 680–692. <https://doi.org/10.1016/j.jconrel.2022.04.014> (in Eng.).

Moher D., Liberati A., Tetzlaff J. (2009) Preferred reporting items for systematic reviews and meta-analyses: The PRISMA statement. *PLoS Medicine*, 6(7), e1000097. <https://doi.org/10.1371/journal.pmed.1000097> (in Eng.).

Saraogi G.K., Gupta P., Gupta U.D. (2020) Gelatin nanocarriers as potential vectors for effective management of tuberculosis. *International Journal of Pharmaceutics*, 585. — 119476 p. <https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2020.119476> (in Eng.).

Satbayeva E.M., Zhumagalieva A.N. (2023) Development and characterization of lipid-polymer hybrid nanoparticles for delivery of isocitrate lyase inhibitors. *International Journal of Pharmaceutics*, 631(2). — P. 122567–122576. <https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2023.122567> (in Eng.).

Satbayeva E.M., Zhumagalieva A.N., & Akhmetova G.K. (2024) Enhanced therapeutic efficacy of NCB-613-loaded nanoparticles against *Mycobacterium tuberculosis* in a murine model of tuberculosis. *Journal of Controlled Release*, 365(1). — 350–359 p. <https://doi.org/10.1016/j.jconrel.2023.12.023> (in Eng.).

Singh B., Cocker D., Ryan H. (2022) Advances in the development of inhibitors of glyoxylate cycle enzymes as potential targets for tuberculosis treatment. *Journal of Medicinal Chemistry*, 65(10). — P. 7203–7226. <https://doi.org/10.1021/acs.jmedchem.2c00321> (in Eng.).

Smith J.K., Johnson M.R., & Williams D.A. (2021) Solubility enhancement of 3-nitropropionate through complexation with cyclodextrins. *International Journal of Pharmaceutics*, 603. — 120684 p. <https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2021.120684> (in Eng.).

Tiberi S., du Plessis N., Walzl G. (2022) Tuberculosis: Progress and advances in development of new drugs, treatment regimens, and host-directed therapies. *The Lancet Infectious Diseases*, 22(5), e108–e120. [https://doi.org/10.1016/S1473-3099\(21\)00699-6](https://doi.org/10.1016/S1473-3099(21)00699-6) (in Eng.).

Terlikbayeva A., Hermosilla S., Galea S. (2023) Tuberculosis in Kazakhstan: Analysis of risk determinants in national surveillance data. *BMC Infectious Diseases*, 23(1). — P. 45–52. <https://doi.org/10.1186/s12879-023-07845-2> (in Eng.).

Yang H., Wong J.P., & Moghimi S.M. (2022) Development of inhalable dry powder formulation of ITZ-01 for targeted pulmonary delivery in tuberculosis. *Powder Technology*, 404. — 117446 p. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2022.117446> (in Eng.).

Feng R., Roberts M.S., & Zhou T. (2022) Enhanced solubility and dissolution rate of Compound 7a through cyclodextrin complexation. *Carbohydrate Polymers*, 277. — 118876 p. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2021.118876> (in Eng.).

Khomyakov V.G., & Baikov A.N. (2021) Novel N-substituted 2-(5-nitrofuranyl) acetamides as inhibitors of *Mycobacterium tuberculosis* isocitrate lyase. *Bioorganic & Medicinal Chemistry*, 43(2). — P. 116–125. <https://doi.org/10.1016/j.bmc.2021.115988> (in Eng.).

Kovalenko A.L., Khomyakov V.G., & Sokolova E.P. (2023) Spray-dried microparticles containing 2-(5-nitrofuranyl)acetamide for pulmonary delivery: Preparation and characterization. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 183. — P. 88–98. <https://doi.org/10.1016/j.ejpb.2022.12.011> (in Eng.).

Roberts M.S., Feng R., & Harper G.S. (2021) Physicochemical characterization and formulation development of a novel benzimidazole-based isocitrate lyase inhibitor. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 110(4). — P. 1741–1752. <https://doi.org/10.1016/j.xphs.2020.12.018> (in Eng.).

Sarsenova L.K., Ospanov M.B., & Aubakirova A.S. (2022) Pulmonary delivery of isocitrate lyase inhibitors: Formulation and characterization of inhalable dry powder formulations. *European Journal of Pharmaceutical Sciences*, 170(3). — P. 106098–106107. <https://doi.org/10.1080/10717544.2023.2208057> (in Eng.).

Sarsenova L.K., Ospanov M.B., & Aubakirova A.S. (2023) Comparative evaluation of different formulation approaches for isocitrate lyase inhibitors: Implications for antitubercular drug delivery. *Drug Delivery*, 30(1). — P. 2245–2259. <https://doi.org/10.1080/10717544.2023.2208057> (in Eng.).

© **Ivanov N.S.\***, **Abilmagzhanov A.Z.**, **Nurtazina A.E.**, **Adelbayev I.E.**,  
**Kholkin O.S.**, 2026.

D.V. Sokolsky Institute of Fuel, Catalysis and Electrochemistry, Almaty, Kazakhstan.

E-mail: [n.ivanov@ifce.kz](mailto:n.ivanov@ifce.kz)

## SEQUENTIAL ELECTROCHEMICAL PROCESSES FOR THE TREATMENT OF MAGNESIUM LEACHING SOLUTIONS

**Ivanov Nikolay** — Candidate of Chemical Sciences, D.V. Sokolsky Institute of Fuel, Catalysis and Electrochemistry, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: [n.ivanov@ifce.kz](mailto:n.ivanov@ifce.kz), <https://orcid.org/0000-0002-2153-2802>;

**Abilmagzhanov Arlan** — Candidate of Chemical Sciences, D.V. Sokolsky Institute of Fuel, Catalysis and Electrochemistry, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: [a.abilmagzhanov@ifce.kz](mailto:a.abilmagzhanov@ifce.kz), <https://orcid.org/0000-0003-2931-9640>;

**Nurtazina Aizhan** — PhD, D.V. Sokolsky Institute of Fuel, Catalysis and Electrochemistry, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: [nurtazina.aizhan@bk.ru](mailto:nurtazina.aizhan@bk.ru), <https://orcid.org/0000-0001-7202-5344>;

**Adelbayev Iskander** — Master's Degree, D.V. Sokolsky Institute of Fuel, Catalysis and Electrochemistry, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: [clerikc88@mail.ru](mailto:clerikc88@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0003-1435-8583>;

**Kholkin Oleg** — PhD, D.V. Sokolsky Institute of Fuel, Catalysis and Electrochemistry, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: [g.freeman-17@mail.ru](mailto:g.freeman-17@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0002-4797-3374>.

**Abstract.** Processing anthropogenic wastes from the asbestos industry to recover magnesium oxide is a relevant task that simultaneously addresses environmental and economic challenges. Nitric-acid leaching is a promising approach; however, its industrial implementation is constrained by the complexity of purifying the resulting solutions. In this study, an integrated hydrometallurgical flowsheet was developed and investigated, sequentially combining electrochemical oxidation of Fe(II), electrochemical precipitation of impurities, and electro-dialytic concentration of the target magnesium nitrate solution. Electrochemical oxidation enabled Fe(II) to Fe(III) conversion exceeding 98%. Kinetic analysis revealed a shift in the rate-controlling step: at  $T < 40^{\circ}\text{C}$ , the process is kinetically controlled ( $E_a = 94.8 \text{ kJ/mol}$ , reaction order  $n = 1.34$ ), whereas at  $T > 40^{\circ}\text{C}$  it transitions to the diffusion-controlled regime ( $E_a = 17.9 \text{ kJ/mol}$ ,  $n = 0.40$ ). The combined neutralization method mitigated precipitant passivation and removed >99% of impurities at a specific energy consumption of  $38.1 \text{ kWh/m}^3$ . Analysis of variance showed that process time is the dominant factor. Electro-dialytic

concentration of the purified magnesium nitrate solution demonstrated an almost sixfold reduction in energy demand compared with thermal evaporation (52.6 kWh/m<sup>3</sup> vs 313.8 kWh/m<sup>3</sup>), achieving a current efficiency of 95.6%. The proposed reagent-free scheme is a technically feasible and energy-efficient technology for processing serpentinite wastes within the circular economy concept. The implementation of the developed process in industrial practice will significantly reduce the environmental burden associated with the accumulation of asbestos-containing waste, while simultaneously enabling the production of a high-value, in-demand chemical product. The obtained results can serve as a basis for process scale-up and further optimization of technological parameters, taking into account the specifics of the raw material base and the requirements of industrial operation.

**Keywords:** asbestos, magnesium oxide, electrolysis, oxidation, electro dialysis

**Acknowledgments.** *This research was funded by the Science Committee of the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan, grant number AP23489847 “Development of technology for producing magnesium compounds from chrysotile asbestos production waste of the Zhetikary deposit”.*

*For citations: Ivanov N.S., Abilmagzhanov A.Z., Nurtazina A.E., Adelbayev I.E., Kholkin O.S. Sequential electrochemical processes for the treatment of magnesium leaching solutions. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.1. — P. 176–189. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.348>*

© **Иванов Н.С.\***, **Абильмагжанов А.З.**, **Нұртазина А.Е.**, **Адельбаев И.Е.**,  
**Холкин О.С.**, 2026.

Д.В. Сокольский атындағы жанармай, катализ және электрохимия институты,  
Алматы, Қазақстан.  
E-mail: [n.ivanov@ifce.kz](mailto:n.ivanov@ifce.kz)

## МАГНИЙДІ ШАЙМАЛАУ ЕРІТІНДІЛЕРІН ҚАЙТА ӨНДЕУ ТЕХНОЛОГИЯСЫНДАҒЫ ДӘЙЕКТІ ЭЛЕКТРОХИМИЯЛЫҚ ПРОЦЕСТЕР

**Иванов Николай** — химия ғылымдарының кандидаты, Д.В. Сокольский атындағы жанармай, катализ және электрохимия институты, Алматы, Қазақстан,  
E-mail: [n.ivanov@ifce.kz](mailto:n.ivanov@ifce.kz), <https://orcid.org/0000-0002-2153-2802>;

**Абильмагжанов Арлан** — химия ғылымдарының кандидаты, Д.В. Сокольский атындағы жанармай, катализ және электрохимия институты, Алматы, Қазақстан,  
E-mail: [a.abilmagzhanov@ifce.kz](mailto:a.abilmagzhanov@ifce.kz), <https://orcid.org/0000-0003-2931-9640>;

**Нұртазина Айжан** — Ph.D, Д.В. Сокольский атындағы жанармай, катализ және электрохимия институты, Алматы, Қазақстан,  
E-mail: [nurtazina.aizhan@bk.ru](mailto:nurtazina.aizhan@bk.ru), <https://orcid.org/0000-0001-7202-5344>;

**Адельбаев Искандер** — металлургиялық технологиясы және техника магистрі, Д.В. Сокольский атындағы жанармай, катализ және электрохимия институты, Алматы, Қазақстан,  
E-mail: [clerikc88@mail.ru](mailto:clerikc88@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0003-1435-8583>;

**Холкин Олег** — Ph.D, Д.В. Сокольский атындағы жанармай, катализ және электрохимия институты, Алматы, Қазақстан,  
E-mail: g.freeman-17@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4797-3374>.

**Аннотация.** Магний оксидін алу үшін асбест өнеркәсібінің техногендік қалдықтарын қайта өңдеу экологиялық және экономикалық мәселелерді қатар шешетін өзекті мәселе болып табылады. Азот қышқылымен шаймалау – перспективалы әдіс, алайда оны өнеркәсіптік енгізу алынған ерітінділерді тазартудың күрделілігіне байланысты тежелуде. Бұл жұмыста Fe(II) электрохимиялық тотығуын, қоспалардың электрохимиялық тұнбасын және мақсатты магний нитратының ерітіндісінің электродиализдік концентрациялауды дәйекті түрде біріктіретін кешенді гидрometаллургиялық схема әзірленіп, зерттелді. Электрохимиялық тотығу Fe(II)-нің Fe(III)-ке 98%-дан астам конверсиялануына қол жеткізуге мүмкіндік берді. Процестің кинетикалық талдауы шектеу сатысының өзгеруін анықтады:  $T < 40^\circ\text{C}$  кезінде процесс кинетикамен бақыланады (есептелген  $E_a = 94,8$  кДж/моль, реакция реті  $n=1,34$ ), ал  $T > 40^\circ\text{C}$  диффузиялық аймаққа ауысады ( $E_a = 17,9$  кДж/моль,  $n=0,40$ ). Біріктірілген бейтараптандыру әдісі тұнбаны пассивациялау мәселесін шешуге және меншікті энергия шығыны  $38,1$  кВт\*сағ/м<sup>3</sup> болатын қоспаларды 99%-дан астамын жоюға мүмкіндік берді. Дисперсиялық талдау процесс уақыты басым фактор екенін көрсетті. Тазартылған магний нитраты ерітіндісін электродиализдік концентрациялау термиялық буландырумен салыстырғанда энергия шығымының 6 есеге жуық төмендегенін көрсетті ( $313,8$  кВт\*сағ/м<sup>3</sup>-ке қарсы  $52,6$  кВт\*сағ/м<sup>3</sup>), бұл ретте ток бойынша шығым 95,6%-ға жетті. Ұсынылып отырған реагентсіз схема айналмалы экономика тұжырымдамасы шеңберінде серпентинит қалдықтарын қайта өңдеуге арналған техникалық тиімді және энергияны үнемдейтін технология болып табылады. Әзірленген технологиялық схеманы өнеркәсіптік практикаға енгізу асбестқұрамды қалдықтардың жиналуымен байланысты экологиялық жүктемені едәуір төмендетуге, сонымен қатар жоғары қосылған құны бар, сұранысқа ие химиялық өнім алуға мүмкіндік береді. Алынған нәтижелер процесті ауқымдауға және шикізат базасының ерекшеліктері мен өнеркәсіптік пайдалану талаптарын ескере отырып, технологиялық параметрлерді одан әрі оңтайландыруға негіз бола алады.

**Түйін сөздер:** асбест, магний оксиді, электролиз, тотығу, электродиализ

© **Иванов Н.С.\***, **Абильмагжанов А.З.**, **Нуртазина А.Е.**, **Адельбаев И.Е.**,  
**Холкин О.С., 2026.**

Институт топлива, катализа и электрохимии имени Д.В. Сокольского,  
Алматы, Казахстан.

E-mail: n.ivanov@ifce.kz

## **ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНЫЕ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ ПРОЦЕССЫ В ТЕХНОЛОГИИ ПЕРЕРАБОТКИ РАСТВОРОВ ВЫЩЕЛАЧИВАНИЯ МАГНИЯ**

**Иванов Николай** — кандидат химических наук, Институт топлива, катализа и электрохимии имени Д.В. Сокольского, Алматы, Казахстан,

E-mail: n.ivanov@ifce.kz, <https://orcid.org/0000-0002-2153-2802>;

**Абильмагжанов Арлан** — кандидат химических наук, Институт топлива, катализа и электрохимии имени Д.В. Сокольского, Алматы, Казахстан,

E-mail: a.abilmagzhanov@ifce.kz, <https://orcid.org/0000-0003-2931-9640>;

**Нуртазина Айжан** — PhD, Институт топлива, катализа и электрохимии имени Д.В. Сокольского, Алматы, Казахстан,

E-mail: nurtazina.aizhan@bk.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7202-5344>;

**Адельбаев Искандер** — магистр техники и технологии металлургии, Институт топлива, катализа и электрохимии имени Д.В. Сокольского, Алматы, Казахстан,

E-mail: clerikc88@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1435-8583>;

**Холкин Олег** — PhD, Институт топлива, катализа и электрохимии имени Д.В. Сокольского, Алматы, Казахстан,

E-mail: g.freeman-17@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4797-3374>.

**Аннотация.** Переработка техногенных отходов асбестовой промышленности для извлечения оксида магния является актуальной задачей, позволяющей одновременно решать экологические и экономические проблемы. Азотнокислотное выщелачивание является перспективным методом, однако его промышленное внедрение ограничено сложностью очистки получаемых растворов. В работе разработана комплексная гидрометаллургическая схема, включающая электрохимическое окисление Fe(II), электрохимическое осаждение примесей и электродиализное концентрирование раствора нитрата магния. Электрохимическое окисление обеспечило конверсию Fe(II) в Fe(III) свыше 98%. Кинетический анализ показал смену лимитирующей стадии: при  $T < 40$  °C процесс контролируется кинетикой ( $E_a = 94,8$  кДж/моль,  $n = 1,34$ ), а при  $T > 40$  °C — диффузией ( $E_a = 17,9$  кДж/моль,  $n = 0,40$ ). Комбинированный метод нейтрализации позволил устранить проблему пассивации осадителя и обеспечить удаление более 99% примесей при удельных энергозатратах  $38,1$  кВт·ч/м<sup>3</sup>. Электродиализное концентрирование показало почти шестикратное снижение энергопотребления по сравнению с термическим выпариванием ( $52,6$  кВт·ч/м<sup>3</sup> против  $313,8$  кВт·ч/м<sup>3</sup>) при выходе по току 95,6%. Предложенная безреагентная схема является энергоэффективной и технологически жизнеспособной для переработки серпентинитовых отходов в рамках циркулярной экономики.

**Ключевые слова:** асбест, оксид магния, электролиз, окисление, электродиализ

**Introduction.** The asbestos industry, historically a supplier of a unique mineral resource, is now facing a dual existential challenge. First, an overwhelming body of evidence has accumulated demonstrating the carcinogenic nature of all forms of asbestos. Leading international organizations, including the World Health Organization (WHO) and the International Agency for Research on Cancer (IARC), classify asbestos as a Group 1 carcinogen. This has resulted in increasing global regulatory pressure and complete bans on its use in more than 67 countries, steadily contracting world markets (Pira et al., 2018; Li et al., 2024; Petrović, 2017; Kratzke et al., 2018; Chen et al., 2022).

Second, decades of mining and beneficiation have led to the accumulation of vast man-made waste dumps and beneficiation tailings. While these wastes pose an environmental threat, they are paradoxically among the richest sources of valuable secondary raw materials. Chrysotile production residues, composed predominantly of serpentinite minerals, may contain up to 40 wt.% or more of magnesium oxide (Baigenzhenov et al., 2024). Against the backdrop of a declining asbestos market, the global magnesium oxide market shows steady growth, with a projected compound annual growth rate (CAGR) of 5.5-7.4%, and an expected increase in market size from USD 7.1-7.8 billion in 2023-2024 to USD 12.2-12.7 billion by 2030-2034 (Zhu et al., 2025). The refractory and agricultural sectors are the key end-users. This creates a strong economic incentive to diversify asbestos operations by converting wastes into a high-demand product.

**Literary review.** Various hydrometallurgical approaches have been proposed to extract magnesium from serpentinites. Sulfuric- and hydrochloric-acid leaching routes are the most extensively studied (Beglaryan et al., 2023; Sirota et al., 2018; Souza et al., 2020). However, both have major drawbacks that hinder the establishment of a closed-loop process. The sulfuric-acid route requires thermal decomposition of magnesium sulfate at temperatures around 1200°C to regenerate the acid, leading to extremely high energy consumption. The hydrochloric-acid technology, although it enables HCl regeneration, is associated with severe corrosivity and significant challenges in process equipment design.

In this context, nitric-acid leaching represents a promising alternative. Its key advantage is that thermal decomposition of magnesium nitrate to magnesium oxide proceeds at substantially lower temperatures (approximately 550°C). This makes it possible to implement a fully closed cycle with nitric acid regeneration, thereby markedly reducing energy barriers and environmental impacts (Zhao et al., 2022). During production of the main product, other valuable intermediate products can also be obtained, such as magnesium nitrate, which is compatible with other fertilizers and can stimulate photosynthesis (Mao et al., 2022). In addition, organic magnesium compounds for medical applications may be produced. This enables the synthesis of various bioactive magnesium forms, including magnesium aspartate (Grigoryan et al., 2005), magnesium citrate (Lu, 2011), magnesium malonate (Rixin et al., 2015), and magnesium glycinate (Wenkun, 2014). These compounds exhibit higher bioavailability than inorganic (mineral) magnesium salts (Blancquaert et al., 2019; Turck et al., 2018).

Despite its advantages in terms of reagent regeneration, the nitric-acid route faces a number of unresolved technological challenges at the leachate purification stage. The

leach solutions constitute a complex multicomponent system containing residual acid and impurity ions such as iron, aluminum, calcium, chromium, and others. Efficient purification therefore remains a key barrier to industrial implementation.

This study focuses on addressing three critical issues arising after the leaching step:

- Oxidation challenge. After nitric-acid leaching, the solution inevitably contains impurity ions in addition to the target component. The presence of  $\text{Fe}^{2+}$  causes the greatest difficulties because  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  precipitates in a pH range close to that of  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ , whereas  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  begins to precipitate at pH values above approximately 3.5. Oxidation of ferrous to ferric iron enables more complete purification of the leach solutions and reduces precipitant consumption.

- Neutralization challenge. The use of conventional precipitants (e.g., MgO slurry) to neutralize residual acid and precipitate impurities leads to passivation of the precipitant particles due to the formation of a hydroxide shell on their surface. This inhibits further reaction and results in excessive reagent consumption.

- Concentration challenge. Purified magnesium nitrate solutions are typically highly diluted. Conventional concentration by thermal evaporation is extremely energy-intensive.

The aim of this work is to develop and experimentally substantiate an integrated, reagent-free, and energy-efficient process flowsheet for the treatment of magnesium-containing nitrate solutions. To achieve this goal, an innovative sequence is proposed that combines electrochemical oxidation of  $\text{Fe}^{2+}$  to  $\text{Fe}^{3+}$ , hybrid neutralization coupled with electrochemical precipitation of impurities, and electrochemical concentration of the purified magnesium nitrate solution.

**Materials and methods.** Chrysotile-asbestos ore beneficiation tailings from the Zhetikary deposit were used as the feedstock; the material contained 39-42% MgO.

A stock leachate (mother solution) was prepared for the experiments. Leaching was carried out under the following conditions, previously identified as optimal: nitric acid concentration 300 g/L, solid-to-liquid ratio (S/L) = 1:7, temperature 95°C, and duration 3 h (Ivanov et al., 2025). Working solutions for subsequent experiments were prepared from the stock leachate by dilution and, when required, by adding ferrous nitrate.

Electrolyzer for  $\text{Fe}^{2+}$  oxidation. The experiments were performed in a laboratory electrolyzer with a working volume of 0.5 L. The anode and cathode compartments were separated by an ion-exchange membrane to prevent the back-reduction of  $\text{Fe}^{3+}$  at the cathode. The setup included a solution circulation loop through a heat exchanger connected to a thermostat to maintain the заданная temperature.

Neutralization and precipitation experiments were carried out in an electrolyzer with separated electrode compartments. In contrast to the oxidation step, the solution under study was placed in the cathode chamber. Upon current passage, hydrogen evolution occurred at the cathode, leading to local generation of hydroxide ions and an increase in pH, which induced precipitation of metal hydroxides.

Concentration of the purified magnesium nitrate solution was performed using a laboratory electro dialysis unit. A five-compartment configuration was employed, comprising an anode chamber, a concentrate chamber, two diluate chambers, and a

cathode chamber, separated by cation-exchange and anion-exchange membranes (29 × 17 cm). The diluate volume in each experiment was 400 mL.

Fe<sup>2+</sup> ion concentrations in the solutions were monitored by permanganometric titration. Magnesium and other metal concentrations were determined using standard analytical methods.

The study was conducted using design-of-experiments (DoE) approaches.

For the oxidation step, a five-factor, five-level experimental design (25 runs) was implemented. The investigated factors were: X1 – treatment time (min), X2 – current (A), X3 – circulation flow rate (L/h), X4 – initial Fe<sup>2+</sup> concentration (g/L), and X5 – temperature (°C).

For the neutralization and precipitation step, a Taguchi L16 orthogonal array was used. Two factors were studied time and current each at four levels (6, 8, 10, 12 min; and 2.0, 2.5, 3.0, 3.5 A, respectively).

**Results and discussion.** Based on the results of the five-factor experiment, partial response function plots were constructed (Figures 1.1–1.5). In all cases, a semi-automatic procedure was used to select the best-fitting approximation function by minimizing the mean squared error.

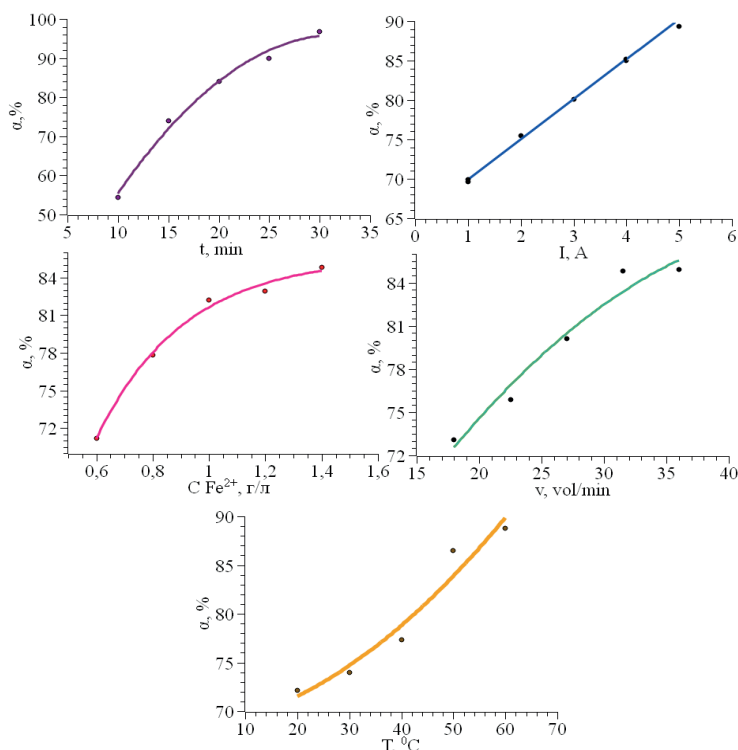


Figure 1. Dependence of iron oxidation degree on various parameters

The dependence of Fe<sup>2+</sup> oxidation degree on time shows an increasing asymptotic trend (growth with gradual saturation). At the beginning, the oxidation degree increases

almost linearly as electric charge passes through the system; however, over time the rate of increase decreases and the curve approaches a plateau. This behavior is explained by Faraday's law: the amount of oxidized species is proportional to the charge passed. Therefore, at the start of the process the fraction of oxidized ions rises rapidly. As the process proceeds, the  $\text{Fe}^{2+}$  concentration in solution decreases, and the oxidation rate correspondingly declines. Consequently, the maximum oxidation degree can be achieved at sufficiently long electrolysis times, approaching complete conversion.

The dependence of oxidation degree on current is generally close to linear: as the current increases, the fraction of oxidized ions rises almost proportionally. This follows directly from Faraday's law for electrolysis: at a fixed time, the number of electrons transferred and thus the amount of  $\text{Fe}^{2+}$  oxidized is proportional to the current. The higher the current, the more equivalents of iron are oxidized per unit time. At very high currents, the curve may become slightly less steep or deviate from ideal linearity due to reactant depletion near the electrode surface, increased polarization, or competing side reactions such as oxygen evolution, which can limit further increases. Overall, increasing current enhances the  $\text{Fe}^{2+}$  oxidation degree up to the practical efficiency limit of the process. However, operation at higher currents typically reduces current efficiency and therefore lowers overall energy efficiency.

According to Figure 1.3, all else being equal, a higher initial  $\text{Fe}^{2+}$  concentration results in a lower fraction of the ion being oxidized. This is because, at a fixed time and current, the total number of moles oxidized is determined by the charge passed; when the initial amount of  $\text{Fe}^{2+}$  increases, the same charge corresponds to a smaller relative conversion. In other words, at higher  $\text{Fe}^{2+}$  loadings, the same current oxidizes a smaller portion of the available  $\text{Fe}^{2+}$ . As a result, the oxidation degree (expressed as a percentage of the initial amount) decreases with increasing initial concentration. To maximize the fraction of oxidized ions, it is therefore reasonable to use a moderate or low initial  $\text{Fe}^{2+}$  concentration (for a given charge input). However, it should be noted that to maximize the absolute amount of Fe oxidized, operating at higher concentrations can still be advantageous.

As shown in Figure 1.4, the circulation rate (or mixing intensity) affects the delivery of  $\text{Fe}^{2+}$  ions to the anode surface. The dependence of oxidation degree on circulation rate (expressed as the number of anode-chamber working volumes per hour) typically shows an increasing trend with saturation: as mixing becomes more intense, the oxidation degree increases markedly, but the effect gradually levels off at sufficiently high circulation rates. The main reason is the role of mass transport of ferrous ions. Under weak mixing, the oxidation rate is limited by diffusion of  $\text{Fe}^{2+}$  to the anode, and part of the applied current may be consumed by side reactions. More intense mixing reduces the diffusion-layer thickness and homogenizes ion concentrations throughout the electrolyte volume, thereby improving  $\text{Fe}^{2+}$  oxidation efficiency. At very high circulation rates, further improvements become marginal because mass transfer is no longer the rate-limiting step. Therefore, better electrolyte mixing (within practical limits) leads to a higher  $\text{Fe}^{2+}$  oxidation degree; an optimal condition is a sufficiently high circulation rate that ensures uniform supply of  $\text{Fe}^{2+}$  to the electrodes.

As shown in Figure 1.5, increasing the electrolyte temperature has a beneficial effect on the Fe<sup>2+</sup> oxidation degree. The dependence is increasing and often becomes steeper with temperature (approaching an exponential-like rise). This can be attributed to accelerated electrochemical reaction kinetics at higher temperatures. As a result, Fe<sup>2+</sup> oxidation proceeds more efficiently and reaches higher conversion within the same processing time. In addition, elevated temperature may increase the solubility of possible by-products and decrease electrolyte resistance, thereby improving charge transfer. The highest oxidation degree is achieved at the upper end of the investigated temperature range, provided that electrolyte stability is maintained and no adverse side effects occur. At temperatures above 40°C, the increased conversion may also be partly associated with a possible chemical reaction between Fe<sup>2+</sup> and nitrate ions, yielding Fe<sup>3+</sup> and nitrogen oxides.

The calculated reaction order decreases monotonically from 1.34 at 20°C to 0.40 at 60°C. This trend indicates a change in the rate-controlling step as the temperature increases.

Kinetic parameters derived using the differential van't Hoff method reveal two key features. The rate constant *k* increases exponentially with temperature, showing a pronounced jump (almost tenfold) between 40°C and 50°C. The apparent activation energy calculated in the 20-40°C range is 94.8 kJ/mol, a value typical of processes controlled by the intrinsic electrochemical reaction rate.

In contrast, the activation energy estimated for the 50-60°C range is much lower, 17.9 kJ/mol. Activation energies of 15-25 kJ/mol are characteristic of diffusion-controlled regimes, where the overall rate is limited by the transport of reactants to the electrode surface.

Current efficiency varied over a wide range. The lowest values were observed at higher current (or current density), and vice versa; moreover, current efficiency increased with temperature. The minimum current efficiency was recorded in experiment 20 and was 6.7%, whereas the maximum was observed in experiment 6 and reached 70.9%.

Statistical analysis confirmed the high significance of all partial response functions (*R* > 0.99), which enabled the derivation of an adequate generalized equation (*R* = 0.90; *t*<sub>R</sub> = 20.33) of the following form:

$$Y_{\Pi} = \frac{1}{79,8^4} * (9,5999 + 5,4311 * x - 0,0854 * x^2) * \\ *(4,77 * x + 65,47) * (48,3599 + 1,6555 * x - 0,0172 * x^2) * \\ *(86,0759 * (1 - e^{-2,938 * x})) * (68,0799 + 0,0761 * x + 0,0047 * x^2) \quad (1)$$

Another important aspect that requires further development is the neutralization of unreacted acid followed by precipitation of accompanying impurities. Using non-regenerable reagents such as sodium hydroxide increases operating costs and generates additional waste streams. In this work, magnesium oxide in the form of a slurry is

proposed as the neutralizing agent. However, this approach has inherent limitations because the low solubility of MgO and Mg(OH)<sub>2</sub> makes neutralization a heterogeneous process, unlike neutralization with aqueous NaOH.

As the experiments showed, when the residual acid concentration is still high, the reaction between MgO particles and the acid proceeds without significant difficulties. However, as acidity decreases and the system approaches the pH at which iron ions hydrolyze, the local acidity at the MgO particle–solution interface becomes lower than in the bulk. As a result, iron hydroxide precipitates on the MgO surface, forming a blocking layer that passivates the particles and halts the process. Consequently, additional MgO is required for complete neutralization and impurity removal, and the unreacted fraction inevitably ends up in the solid residue. To overcome this limitation, a combined neutralization–precipitation strategy was investigated. Specifically, primary neutralization to pH 0.5–1 was performed using MgO, followed by electrochemical precipitation in an electrolyzer with separated electrode compartments.

Purification of the magnesium nitrate solution from Fe<sup>3+</sup>, Al<sup>3+</sup>, and Ca<sup>2+</sup> ions by electrolysis in a divided-cell configuration was examined. Hydrogen evolution at the cathode leads to a local increase in pH in the catholyte. As pH rises, the corresponding hydroxides precipitate sequentially: first Fe(OH)<sub>3</sub>, then Al(OH)<sub>3</sub>, and only at substantially higher pH, Ca(OH)<sub>2</sub>. The solubility products of these hydroxides are approximately  $6.3 \times 10^{-38}$ ,  $1.9 \times 10^{-33}$ , and  $7.9 \times 10^{-6}$ , respectively; therefore, iron hydroxide precipitates first, whereas calcium hydroxide precipitates last.

Based on the Taguchi L16 design, a linear regression model was obtained to describe the purification degree (Y, %) as a function of time (t, min) and current (I, A):

$$Y = 30.02 + 4.054*t + 4.35*I \quad (2)$$

The model shows good predictive performance (adjusted R<sup>2</sup> = 82.9%). The ANOVA results and regression coefficients are summarized in Table 1.

Table 1 – ANOVA results and regression coefficients for the precipitation model.

Factor	DF	Adj MS	F-Value	P-Value	Coef	T-Value	P-Value
Regression	2	704.72	37.41	0.000	-	-	-
Time (t)	1	1314.95	69.80	0.000	4.054	8.35	0.000
Current (I)	1	94.48	5.02	0.043	4.350	2.24	0.043
Error	13	18.84	-	-	-	-	-
Intercept	-	-	-	-	30.02	4.30	0.001

ANOVA indicates that both factors are statistically significant ( $p < 0.05$ ). However, the F-value for time (69.80) is an order of magnitude higher than that for current (5.02). This clearly shows that electrolysis time is the dominant factor governing the purification degree, whereas the applied current has a smaller, although positive, effect.

The Taguchi analysis (Table 2) corroborated the conclusions drawn from ANOVA.

Table 2 – Response means (Y, %) at different factor levels.

Level	Time (min)	Current (A)
1 (6 min / 2.0 A)	68.05	76.02
2 (8 min / 2.5 A)	72.40	76.22
3 (10 min / 3.0 A)	81.26	79.40
4 (12 min / 3.5 A)	92.12	82.20
Difference (Delta)	24.07	6.19
Rank	1	2

The largest Delta was observed for the time factor (Rank 1), confirming its dominant influence. The optimal conditions for achieving maximum purification correspond to the highest levels of both factors: 12 min and 3.5 A.

The electrochemical approach demonstrated high purification efficiency for magnesium nitrate solutions. The regression model adequately describes the process ( $R^2 = 85.2\%$ ), enabling optimization of operating parameters to achieve complete purification at minimal energy consumption. Considering that 100 mL of solution was treated in the experiments and the average cell voltage was 5.4 V, achieving complete purification requires 37.8 kWh of electricity per 1 m<sup>3</sup> of solution.

Electrodialysis performance was evaluated at currents of 1, 2, and 3 A. The time-dependent decrease in Mg<sup>2+</sup> concentration in the diluate is shown in Figure 2.

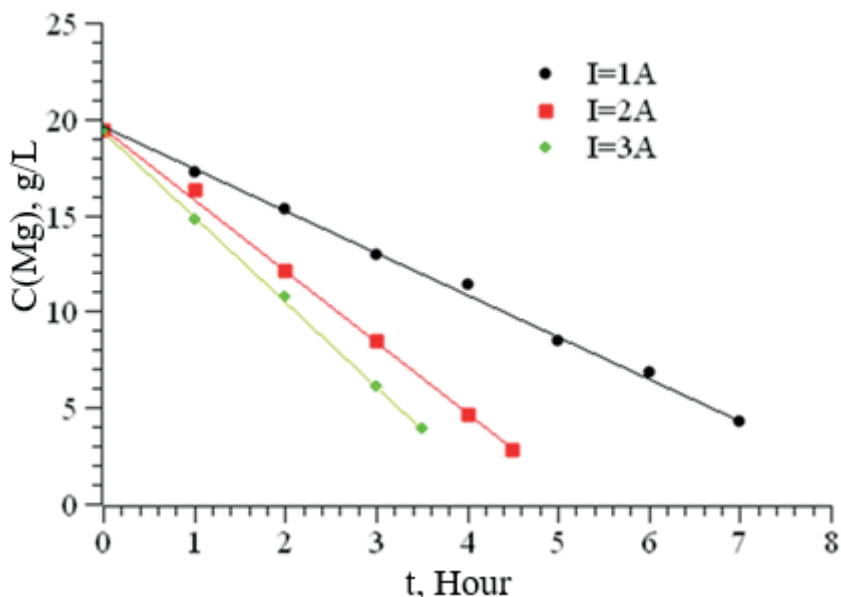


Figure 2 – Decrease in magnesium concentration in the diluate at different current values

The key techno-economic indicators (TEI) of the process, calculated on the basis of the experimental data, are presented in Table 3.

Table 3. Summary TEI for electro dialytic concentration.

Indicator	I = 1 A	I = 2 A	I = 3 A
Duration, h	7.0	4.5	3.5
Average voltage, V	3.01	3.58	4.2
Demineralization rate, g/(L·h)	2.17	3.70	4.20
Current efficiency, %	95.6%	81.6%	61.8%
Energy consumption per 1 m <sup>3</sup> of solution, kWh/m <sup>3</sup>	52.6	80.6	110.3
Specific energy consumption per 1 kg of Mg, kWh/kg	3.46	4.84	7.50

The TEI analysis reveals a key technological trade-off between throughput and efficiency:

Mode at 1 A (efficient): delivers the highest current efficiency (95.6%) and the lowest specific energy consumption (3.46 kWh/kg Mg). However, it is the slowest operating mode.

Mode at 3 A (fast): provides the highest demineralization rate (4.20 g/(L·h)), but the current efficiency decreases to 61.8%, while the energy required to transfer 1 kg of Mg increases by more than twofold (7.50 kWh/kg).

The decrease in current efficiency at higher currents is attributed to an increase in cell voltage and intensification of side reactions, primarily water splitting, where H<sup>+</sup> and OH<sup>-</sup> ions begin to compete with salt ions for charge transport.

To assess the economic feasibility of electro dialysis, its energy consumption was compared with conventional thermal evaporation. Task: concentrate 1 m<sup>3</sup> of solution by a factor of 2, i.e., remove 500 kg of water. The specific latent heat of water vaporization is 2260 kJ/kg, which corresponds to a theoretical minimum of 1.13×10<sup>6</sup> kJ (≈313.9 kWh) for removing 500 kg of water.

$$E_{\text{вып}} = \frac{500 \text{ kg} \cdot 2260 \text{ kJ/kg}}{3600 \frac{\text{kJ}}{\text{kWh}} \cdot h} = 313.8 \text{ kWh} \quad (3)$$

The comparison shows that the energy required for thermal evaporation is 5.96 times higher than that for electro dialysis in the optimal 1 A mode. This demonstrates the clear economic advantage of electro dialysis for this application.

**Conclusion.** In this study, an integrated hydrometallurgical flowsheet for processing nitrate solutions obtained from leaching asbestos-industry wastes was developed and experimentally validated.

Electrochemical oxidation of Fe(II) to Fe(III) was shown to achieve conversions above 98%. Kinetic analysis and activation-energy calculations indicated a shift in the rate-controlling step at temperatures above 40°C, from kinetic control to a diffusion-controlled regime.

A combined neutralization and impurity precipitation method was proposed to overcome precipitant passivation. The approach enables >99% purification of the solution at a specific energy consumption of 38.1 kWh/m<sup>3</sup>, with process time identified as the dominant factor.

Electrodialytic concentration of the purified magnesium nitrate solution was demonstrated to be approximately six times more energy-efficient and economically justified than conventional evaporation, achieving a current efficiency of 95.6% under the optimal operating mode.

Overall, the proposed technology represents an environmentally friendly and economically promising alternative that transforms hazardous asbestos wastes into a valuable product within the circular economy framework.

### References

Pira E., Donato F., Maida L., Discalzi G. (2018) Exposure to asbestos: past, present and future, *J Thorac Dis.*, 10:237-245. DOI:10.21037/jtd.2017.10.126 (in Eng.).

Li X., Su X., Wei L., Zhang J., Shi D., Wang Z. (2024) Assessing trends and burden of occupational exposure to asbestos in the United States: a comprehensive analysis from 1990 to 2019, *BMC Public Health*, 24:1404. DOI:10.1186/s12889-024-18919-7 (in Eng.).

Petrović E.K. (2017) *Materials for a Healthy, Ecological and Sustainable Built Environment*, Woodhead Publishing: Sawston, UK, Persisting issues with the most recognized building material health risks: Lead and asbestos. — P. 155–174. DOI:10.1016/B978-0-08-100707-5.00006-X (in Eng.).

Kratzke P., Kratzke R.A. (2018) Asbestos-related disease, *Journal of Radiology Nursing*, 37(1):21–26. DOI:10.1016/j.jradnu.2017.12.003 (in Eng.).

Chen J., Wang C., Zhang J., Zhang T., Liang H., Mao S., Li H., Wang Z. (2022) A comparative study of the disease burden attributable to asbestos in Brazil, China, Kazakhstan, and Russia between 1990 and 2019, *BMC Public Health*, 22:2012. DOI:10.1186/s12889-022-14437-6 (in Eng.).

Baigenzhenov O.S., Chepushtanova T.A., Altmyshebayeva A.Zh., Temirgali I.A., Maldybayev G., Sharipov R.H., Altaibayev B.T., Dagubayeva A.T. (2024) Investigation of thermodynamic and kinetic regularities of asbestos waste leaching processes, *Results in Engineering*, 21:102000. DOI:10.1016/j.rineng.2024.102000 (in Eng.).

Zhu Z., Yu Z., Yi F., He J., Zhang H.D., Zhu Z., Zhao G., Tiwari S.K. (2025) Cleaner production techniques in magnesium alloy recycling: optimizing processes for environmental sustainability, *Journal of Alloys and Compounds*, 1026:180083. DOI:10.1016/j.jallcom.2025. —180083 p. (in Eng.).

Beglaryan H., Isahakyan A., Zulumyan N., Melikyan S., Terzyan A. (2023) A study of magnesium dissolution from serpentinites composed of different serpentine group minerals, *Minerals Engineering*, 201:108171. DOI:10.1016/j.mineng.2023.108171 (in Eng.).

Sirota V., Selemenev V., Kovaleva M., Pavlenko I., Mamunin K., Dokalov V., Yapyrintsev M. (2018) Preparation of crystalline Mg(OH)<sub>2</sub> nanopowder from serpentinite mineral, *International Journal of Mining Science and Technology*, 28(3):499–503. DOI:10.1016/j.ijmst.2017.12.018 (in Eng.).

Souza B., Souza R., Santos I., Brocchi E. (2020) MgSO<sub>4</sub> carbothermic reductive decomposition to produce a highly reactive MgO powder, *Journal of Materials Research and Technology*, 9(2):1847–1855. DOI:10.1016/j.jmrt.2019.12.017 (in Eng.).

Zhao D., Ma B., Wang C., Zhang Y., Shi S., Chen Y. (2022) Investigation of the thermal behavior of Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O and its application for the regeneration of HNO<sub>3</sub> and MgO, *Chemical Engineering Journal*, 433:133804. DOI:10.1016/j.cej.2021.133804 (in Eng.).

Mao Y., Chai X., Zhong M., Zhang L., Zhao P., Kang Y., Guo J., Yang X. (2022) Effects of nitrogen and magnesium nutrient on the plant growth, quality, photosynthetic characteristics, antioxidant metabolism, and endogenous hormone of Chinese kale (*Brassica albograbra* Bailey), *Scientia Horticulturae*, 303:111243. DOI:10.1016/j.scienta.2022.111243 (in Eng.).

Grigoryan I.V., Kompantseva E.V. (2005) Developing methods of preparation and quantitative analysis of magnesium aspartate, *Pharmaceutical Chemistry Journal*, 39:548–550. DOI:10.1007/s11094-006-0018-6 (in Eng.).

Lu S. Method for producing magnesium citrate. CN Patent 102285877A, December 21, 2011. (in Eng.).

Rixin X. Tao L. Method for preparing magnesium malate. CN Patent 104355989A, February 18, 2015 (in Eng.).

Wenkun Z. Preparation method of magnesium glycinate chelate. CN Patent 103626669A, March 12, 2014 (in Eng.).

Blancquaert L., Vervaet C., Derave W., (2019) Predicting and testing bioavailability of magnesium supplements, *Nutrients*, 11:1663, 1–17. DOI:10.3390/nu11071663 (in Eng.).

Turck D., Castenmiller J., De Henauw S., Hirsch-Ernst K.I., Kearney J., Knutsen H.K., Maciuk A., Mangelsdorf I., McArdle H.J., Naska A., Pelaez C., Pentieva K., Siani A., Thies F., Tsabouri S., Vinceti M., Dean T., Engel K.H., Heinonen M., Marchelli R., Neuhauser-Berthold M., Poulsen M., Poting A., Sanz Y., Schlatter J.R., Germini A., van Loveren H. (2018) Magnesium citrate malate as a source of magnesium added for nutritional purposes to food supplements, *EFSA Journal*, 16(12):5484. DOI:10.2903/j.efsa.2018.5484 (in Eng.).

Ivanov N.S., Kholkin O.S., Abilmagzhanov A.Z., Adelbayev I.E., Oparin S.K., Ivanova N., Kudryashov V. (2025) Nitric acid leaching for magnesium extraction from asbestos ore waste: from DoE to predictive modeling and cost-efficient optimization, *Molecules*, 30:4396. DOI:10.3390/molecules30224396 (in Eng.).

© **Imangaliyeva B.\***, **Duzelbayeva S.**, **Tolesinova I.**, **Bukeykhan D.**,  
**Turlanova A.**, 2026.

Aktobe Regional University named after K. Zhubanov, Aktobe, Kazakhstan.

E-mail: nur\_b\_@mail.ru

## CHEMICAL AND AGRONOMIC ASSESSMENT OF THE USE OF MINERAL WOOL AND COCONUT FIBER AS A SUBSTRATE IN A GREENHOUSE

**Imangaliyeva Bazarkhan** — Candidate of Pedagogical Sciences, Professor, K. Zhubanov Aktobe Regional State University, Aktobe, Kazakhstan,

E-mail: nur\_70\_@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-3121-3135>;

**Duzelbayeva Samal** — Master of petrochemistry, K. Zhubanov Aktobe Regional State University, Aktobe, Kazakhstan,

E-mail: samal\_25\_78@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-3752-8119>;

**Tolesinova Indira** — Master of Educational Sciences, K.Zhubanov Aktobe Regional State University, Aktobe, Kazakhstan,

E-mail: indira\_9\_85@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0008-0665-7309>;

**Bukeykhan Diana** — student, K.Zhubanov Aktobe Regional State University, Aktobe, Kazakhstan,

E-mail: dbukeykhay@mail.ru; <https://orcid.org/0009-0007-6238-2015>;

**Turlanova Aigerim** — Master's student, K.Zhubanov Aktobe Regional State University, Aktobe, Kazakhstan,

E-mail: aigerim.162204@gmail.com; <https://orcid.org/0009-0008-5811-212>.

**Abstract.** The research work is aimed at a comprehensive comparison of the chemical and agronomic efficiency of mineral wool and coconut fibre substrates for growing plants in greenhouse conditions. The relevance of the research is due to the depletion of soil resources, the annual intensification of salinisation and erosion processes, the decline in the natural fertility of agroecosystems, the need to apply environmentally sustainable technologies in agriculture. In many regions, soil structure is disrupted and organic matter reserves are declining, leading to instability in agricultural productivity. Simultaneous use of soil in greenhouse farming over several seasons leads to deterioration of its physical properties, proliferation of pathogenic microorganisms, and rapid depletion of nutrients. The use of alternative substrates is one of the main ways to improve the environmental efficiency of agricultural production, while increasing yields and reducing pressure on natural soils. Scientific comparison of artificial and natural substrates, such as mineral wool and coconut fibre, is an important scientific task for saving soil resources, reducing environmental impact, and introducing sustainable agricultural technologies. The main objective of the work is to identify an effective, environmentally safe substrate for

greenhouse farming by assessing the impact of two substrates on plant physiology and productivity and comparing them with traditional garden soil. The acid-base indicators of the substrates, primary salinity, water retention capacity, effect on acid and alkali, and structural features were identified. In the microgreen model, plant growth rate, biomass accumulation, and root system development were evaluated agronomically. The high ion exchange capacity, moisture retention stability, and natural microstructure of the coconut substrate significantly accelerate plant growth. Although mineral wool substrate is easy to handle, its biodegradability, reusability, and environmental impact are important limitations. Coconut substrate is recommended as the most effective substrate for greenhouse farming in terms of environmental safety, physicochemical stability, agronomic advantages.

**Keywords:** mineral substrate, chemical neutrality, salinity, buffer property, plant growth dynamics, agronomic efficiency, environmental sustainability

*For citations: Imangaliyeva B., Duzelbayeva S., Tolesinova I., Bukeykhan D., Turlanova A. Chemical and agronomic assessment of the use of mineral wool and coconut fiber as a substrate in a greenhouse. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.1. – P. 190–207. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.349>*

© **Имангалиева Б. \*, Дүзелбаева С., Төлесінова И., Букейхан Д., Тұрланова А., 2026.**

Қ. Жұбанов атындағы Ақтөбе өңірлік университеті, Ақтөбе, Қазақстан.  
E-mail: [nur\\_b\\_@mail.ru](mailto:nur_b_@mail.ru)

## **ЖЫЛЫЖАЙДА МИНЕРАЛДЫ ЖҮН МЕН КОКОС ТАЛШЫҒЫН СУБСТАРТ РЕТІНДЕ ҚОЛДАНУДЫҢ ХИМИЯ-АГРОНОМИЯЛЫҚ БАҒАСЫ**

**Имангалиева Базархан** — педагогика ғылымдарының кандидаты, профессор, Қ. Жұбанов атындағы Ақтөбе өңірлік университеті, Ақтөбе, Қазақстан,  
E-mail: [nur\\_b\\_70@mail.ru](mailto:nur_b_70@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0002-3121-3135>;

**Дүзелбаева Самал** — Мұнайхимия магистрі, аға оқытушы, Қ. Жұбанов атындағы Ақтөбе өңірлік университеті, Ақтөбе, Қазақстан,

E-mail: [samal\\_25\\_78@mail.ru](mailto:samal_25_78@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0003-3752-8119>;

**Төлесінова Индира** — педагогика ғылымдарының магистрі, Қ. Жұбанов атындағы Ақтөбе өңірлік университеті, Ақтөбе, Қазақстан,

E-mail: [indira\\_9\\_85@mail.ru](mailto:indira_9_85@mail.ru), <https://orcid.org/0009-0008-0665-7309>;

**Букейхан Диана** — студент, Қ. Жұбанов атындағы Ақтөбе өңірлік университеті, Ақтөбе, Қазақстан,

E-mail: [dbukeykhay@mail.ru](mailto:dbukeykhay@mail.ru); <https://orcid.org/0009-0007-6238-2015>;

**Тұрланова Айгерім** — магистрант, Қ. Жұбанов атындағы Ақтөбе өңірлік университеті, Ақтөбе, Қазақстан,

E-mail: [aigerim.162204@gmail.com](mailto:aigerim.162204@gmail.com); <https://orcid.org/0009-0008-5811-212>.

**Аннотация.** Зерттеу жұмысы жылыжай жағдайында өсімдіктерді өсіруге арналған минералды жүн мен кокос талшығы субстраттарының химиялық және агрономиялық тиімділігін кешенді салыстыруды мақсат етеді. Зерттеу өзектілігі

топырақ ресурстарының сарқылуы, тұздану мен эрозия процестерінің жыл сайын күшеюі, агроэкожүйелердің табиғи құнарлылығының төмендеуі және ауыл шаруашылығында экологиялық орнықты технологияларды қолдану қажеттілігімен анықталады. Қазіргі кезде көптеген аймақтарда топырақтың құрылымы бұзылып, органикалық заттардың қоры азаюда, бұл ауыл шаруашылығы өнімділігінің тұрақсыздығына алып келеді. Сонымен қатар жылыжай шаруашылығында топырақты бірнеше маусым қатар қолдану оның физикалық қасиеттерінің нашарлауына, патогендердің көбеюіне және қоректік элементтердің тез сарқылуына әкеледі. Баламалы субстраттарды пайдалану - өнімділікті арттырумен қатар, табиғи топыраққа түсетін қысымды азайтып, агроөндірістің экологиялық тиімділігін көтерудің негізгі жолдарының бірі. Сондықтан минералды жүн мен кокос талшығы сияқты жасанды және табиғи субстраттарды ғылыми тұрғыдан салыстыру топырақ ресурстарын үнемдеу, экологиялық жүктемені азайту және тұрақты агротехнологияларды енгізу үшін маңызды ғылыми міндет болып табылады. Жұмыстың негізгі мақсаты - екі субстраттың өсімдік физиологиясы мен өнімділігіне әсерін бағалап, оларды дәстүрлі бақша топырағымен салыстыру арқылы жылыжай шаруашылығына тиімді, тұрақты және экологиялық қауіпсіз субстратты айқындау. Зерттеу барысында субстраттардың қышқылдық-негіздік көрсеткіші, бастапқы тұздылығы, су ұстау қабілеті, қышқыл мен сілтіге әсері және құрылымдық ерекшеліктері анықталды. Микрожасылдар үлгісінде өсімдіктің өсу қарқыны, биомасса жинақталуы және тамыр жүйесінің дамуы агрономиялық тұрғыдан бағаланды. Нәтижелер кокос субстратының жоғары ион алмасу сыйымдылығы, ылғал сақтау тұрақтылығы және табиғи микроқұрылымы өсімдік өсуін айтарлықтай жеделдететінін көрсетті. Минералды жүн субстраты басқаруға ыңғайлы болғанымен, оның биологиялық ыдырамауы мен қайта қолдануға жарамсыздығы және экологиялық жүктемесі маңызды шектеу болып табылады. Жалпы қорытынды кокос субстраты экологиялық қауіпсіздігі, физика-химиялық тұрақтылығы және агрономиялық артықшылықтары бойынша жылыжай шаруашылығына ең тиімді субстрат ретінде ұсынылады.

**Түйін сөздер:** минералды субстрат, химиялық бейтараптық, тұздылық, буферлік қасиет, өсімдік өсу динамикасы, агрономиялық тиімділік, экологиялық тұрақтылық

© Имангалиева Б. \*, Дузелбаева С., Төлесінова И., Букейхан Д.,  
Турланова А., 2026.

Актюбинский региональный университет имени К. Жубанова,

Актобе, Казахстан.

E-mail: nur\_b\_@mail.ru

## ХИМИКО-АГРОНОМИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА ИСПОЛЬЗОВАНИЯ МИНЕРАЛЬНОЙ ВАТЫ И КОКОСОВОГО ВОЛОКНА В КАЧЕСТВЕ СУБСТРАТА В ТЕПЛИЦЕ

**Имангалиева Базархан** — кандидат педагогических наук, профессор, Актюбинский региональный университет им. К. Жубанова, кандидат педагогических наук, профессор, Актобе, Казахстан,

E-mail: nur\_70\_@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-3121-3135>;

**Дузелбаева Самал** — магистр нефтехимии, старший преподаватель, Актюбинский региональный университет имени К. Жубанова, Актобе, Казахстан,

E-mail: samal\_25\_78@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-3752-8119>;

**Төлесінова Индира** — магистр педагогических наук, Актюбинский региональный университет имени К. Жубанова, Актобе, Казахстан,

E-mail: indira\_9\_85@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0008-0665-7309>;

**Букейхан Диана** — студент, Актюбинский региональный университет им. К. Жубанова, Актобе, Казахстан,

E-mail: dbukeykhay@mail.ru; <https://orcid.org/0009-0007-6238-2015>;

**Турланова Айгерим** — магистрант, Актюбинский региональный университет им. К. Жубанова, Актобе, Казахстан,

E-mail: aigerim.162204@gmail.com; <https://orcid.org/0009-0008-5811-212>.

**Аннотация:** Исследование направлено на комплексное сравнение химической и агрономической эффективности субстратов на основе минеральной ваты и кокосового волокна при выращивании растений в тепличных условиях. Актуальность работы обусловлена деградацией почвенных ресурсов, усилением процессов засоления и эрозии, снижением плодородия агроэкосистем и необходимостью внедрения экологически устойчивых технологий в сельском хозяйстве. Многократное использование почвы в теплицах приводит к ухудшению её физических свойств, развитию патогенной микрофлоры и истощению питательных элементов, что снижает продуктивность. Использование альтернативных субстратов рассматривается как эффективный способ повышения урожайности и снижения антропогенной нагрузки на почвенные ресурсы. Сравнительный анализ искусственных и природных субстратов, таких как минеральная вата и кокосовое волокно, является важной задачей для развития устойчивых агротехнологий. Цель исследования - определить наиболее эффективный и экологически безопасный субстрат для тепличного выращивания растений на основе оценки их физико-химических и агрономических характеристик по сравнению с традиционной почвой. В работе изучены кислотно-основные свойства субстратов, уровень первичной солёности, водоудерживающая способность, буферные характеристики и структурные особенности. На модели микрорзелени проведена оценка скорости

роста растений, накопления биомассы и развития корневой системы. Результаты показали, что кокосовый субстрат благодаря высокой ионообменной способности, стабильной влагоудерживающей способности и развитой микроструктуре способствует ускоренному росту растений и повышению их продуктивности. Минеральная вата характеризуется удобством использования, однако имеет ограничения, связанные с низкой биоразлагаемостью, сложностями повторного применения и повышенной экологической нагрузкой. Таким образом, кокосовое волокно рекомендуется как более эффективный субстрат для тепличного хозяйства с точки зрения экологической безопасности, физико-химической стабильности и агрономической эффективности.

**Ключевые слова:** минеральный субстрат, химическая нейтральность, соленость, буферные свойства, динамика роста растений, агрономическая эффективность, экологическая устойчивость

**Кіріспе.** Инновациялық ауыл шаруашылығында өнімділікті арттыру, өнім сапасын жақсарту және табиғи ресурстарды тиімді пайдалану маңызды мәселелердің қатарында. Бұл мәселе әсіресе климаттық жағдайлары қолайсыз немесе ауыл шаруашылық жерлері шектеулі аймақтар үшін өзекті. Мұндай жағдайда жылыжай шаруашылығы агроөнеркәсіптік кешеннің негізгі бағыттарының бірі ретінде жыл бойы сапалы өнім алуға мүмкіндік береді. Сонымен қатар, топырақ ресурстарының азаюы, эрозия мен тұздану процестерінің күшеюі ауыл шаруашылығына айтарлықтай кедергі келтіріп отыр. Осы жағдайларда топырақсыз егіншілік пен жасанды субстраттарды қолдану заманауи және тиімді шешім болып табылады. Жылыжайдағы өсімдіктерді өсіру технологиясында субстратты дұрыс таңдау олардың денсаулығы мен өнімділігін қамтамасыз ететін негізгі фактор болып табылады. Дәстүрлі бақша топырағы физикалық қасиеттерінің (тығыздалу, аэрацияның төмендеуі) және қоректік элементтердің жетіспеушілігі салдарынан әрдайым тұрақты нәтиже бермейді, бұл баламалы субстраттарды қолдануды талап етеді.

Қазіргі уақытта әлемдік тәжірибе көрсеткеніндей, жылыжай шаруашылығында кокос жүні мен минералды жүнді субстрат ретінде қолдану өсімдіктің өсуін арттыру, өнімділікті тұрақтандыру және қоректік заттарды тиімді жеткізу үшін кеңінен пайдаланылады. Мысалы, Еуропа мен Азия елдерінде гидропоника және жылыжай технологияларында кокос жүнін қолдану өнімнің сапасын жақсартып, су мен қоректік ерітінді шығынын азайтуға мүмкіндік береді, ал минералды жүн су ұстайтын қасиеті мен құрылымдық тұрақтылығы үшін бағаланады. Қазақстандағы жылыжай шаруашылығы үшін бұл мәселе өзекті болып отыр, себебі елімізде топырақ ресурстары шектеулі, кейбір аймақтарда тұздану мен топырақ эрозиясы байқалады, ал өнімділікті тұрақты сақтау және сапалы өнім алу қиындық тудырады. Осыған байланысты, минералды және кокос жүнін қолдану тәжірибесін зерттеу, олардың физикалық, химиялық және агрономиялық қасиеттерін бағалау қазіргі ғылым мен практика үшін аса маңызды болып саналады, себебі бұл жылыжайдағы өсімдіктің дамуына оң әсер етуге, өнімділікті

арттыруға және экологиялық тұрғыдан тұрақты технологияларды дамытуға мүмкіндік береді.

Минералды жүн мен кокос талшығы – қазіргі ауыл шаруашылығында жиі қолданылатын тиімді субстрат түрлері. Әрбір субстраттың артықшылықтары мен шектеулері бар, сондықтан оларды бір-бірімен және дәстүрлі топырақпен салыстыра зерттеу тәжірибелік маңызы жоғары бағыт болып табылады. Қазақстанда жылыжай шаруашылығы соңғы жылдары қарқынды дамып келе жатқанын ескерсек, мұндай заманауи субстраттарды зерттеу отандық агрономия және экологиялық химия үшін өзекті.

**Әдеби шолу.** Минералды жүн (роквул) - базальт, доломит және әктасты жоғары температурада балқыту арқылы алынатын жасанды талшықты материал. Бұл субстраттың басты артықшылығы – инерттілігі мен физикалық тұрақтылығы. Ол химиялық реакцияларға түспейді, сондықтан өсімдікке қажетті элементтерді қоректік ерітінді түрінде дәл және реттелген мөлшерде беруге мүмкіндік жасайды. Сонымен қатар, оның ауа және су өткізгіштігі жоғары, бұл өсімдіктің тамыр жүйесіне қолайлы орта қалыптастырады (FutureGarden Expert Team, 2022).

Кокос талшығы - бұл табиғи және экологиялық тұрғыдан таза субстрат, ол жылыжай мен бақша шаруашылығында өсімдіктерді өсіру үшін тиімді материал болып табылады. Ол кокос жаңғағының қабығынан өндіріледі және құрамында лигнин мен целлюлоза сияқты құрылымдық компоненттер көп, сондықтан ылғалды ұзақ уақыт бойы сақтап, топырақтағы ауа айналымын қамтамасыз етеді (Thomas et al, 2023). Кокос жүнінің басты артықшылықтарының бірі - оның биологиялық жолмен ыдырайтындығы, яғни қолданылғаннан кейін экожүйеге зиян келтірмей, қайта өңдеуге жарамды. Сонымен қатар, кокос талшығы өсімдіктің тамыр жүйесін дамытады, тамырлар арқылы қоректік заттарды тиімді сіңіруді қамтамасыз етеді, бұл өсімдік өнімділігін арттыруға ықпал етеді. Оның құрылымы тамырларға жақсы тірек болып, су мен қоректік ерітіндінің тиімді бөлінуін қамтамасыз етеді, соның нәтижесінде өсімдік тез өседі, ауруларға төзімді болады және жалпы денсаулығы жақсарады. Осы қасиеттерінің арқасында кокос талшығы қазіргі заманауи жылыжай және гидропоника технологияларында ең перспективалы және тұрақты субстраттардың бірі болып саналады.

Зерттеудің басты мақсаты – жылыжай жағдайында минералды жүн мен кокос жүнін субстрат ретінде қолданудың химиялық және агрономиялық тиімділігін жан-жақты бағалау. Осы мақсатқа қол жеткізу үшін келесі міндеттер қойылды:

1. Минералды және кокос жүннің химиялық құрамын зерттеп, олардың субстрат ретіндегі негізгі қасиеттерін талдау;
2. Минералды және кокос жүннің агрономиялық тиімділігін дәстүрлі топырақпен салыстыру;
3. Бұл субстраттарды жылыжайда қолданудың артықшылықтары мен шектеулерін ғылыми тұрғыдан негіздеу.

#### **Материалдар мен әдістер**

Минералды жүн (роквул) - базальт, доломит және әктасты жоғары температурада балқыту арқылы алынатын жасанды талшықты материал. Оның

басты ерекшелігі - химиялық тұрғыдан инертті және физикалық тұрақты болуы. Бұл қасиеті өсімдікке қажетті қоректік элементтерді ерітінді арқылы дәл және бақылаулы мөлшерде жеткізуге мүмкіндік береді (Thomas et al, 2023). Сонымен қатар, минералды жүннің ауа және су өткізгіштік қасиеті жоғары болғандықтан, өсімдіктің тамыр жүйесі үшін қолайлы орта қалыптастырады.

Дегенмен, минералды жүннің құрамында органикалық заттар мен табиғи микроэлементтер жоқ, сондықтан барлық қорек сырттан берілуі тиіс. Ал бұл ұзақ мерзімді пайдалануда шығынды көбейтеді және экологиялық тұрғыдан қалдық мәселесін туындатады, себебі ол **биологиялық жолмен ыдырамайды**.

Кокос жүні - табиғи, экологиялық таза субстрат. Ол кокос жаңғағы қабығынан алынады және құрамында лигнин мен целлюлоза мол болғандықтан, ылғалды ұзақ ұстап тұрады әрі ауа айналымын қамтамасыз етеді. Кокос жүнінің басты артықшылығы ол биологиялық тұрғыдан ыдырайды, қайта өңдеуге жарамды және экожүйеге зиян келтірмейді. Сонымен қатар, ол тамыр жүйесін жақсы дамытып, өсімдіктің қоректік заттарды тиімді сіңіруіне мүмкіндік береді.

Соңғы жылдары оның биологиялық қауіпсіздігі мен табиғи қасиеттері ауыл шаруашылығында кеңінен қолданылуына себеп болды. Кокос жүнінің құрамында К, Mg және аз мөлшерде N бар (Heller et al, 2022), бұл өсімдіктің бастапқы өсу кезеңінде маңызды рөл атқарады. Оның су сіңіру және ылғал сақтау қабілеті жоғары, сондықтан суару жиілігі азаяды. Сонымен қатар, кокос жүні микрофлораның дамуына қолайлы орта тудырады, бұл өсімдік тамырының табиғи дамуына ықпал етеді. Алайда кокос субстратында алғашқы кезде тұз концентрациясы жоғары болуы мүмкін, сондықтан оны алдын ала шаю немесе бейтараптандыру қажет. Бұл - қолдану алдында міндетті агротехникалық шаралардың бірі.

Табиғи топырақта өсіру дәстүрлі түрде ауыл шаруашылығында ғасырлар бойы негізгі әдіс болып келді. Дегенмен, соңғы онжылдықтарда топырақ эрозиясының күшеюі, тыңайтқыштардың шамадан тыс қолданылуы және патогендердің көбеюі ауыл шаруашылығы өнімдерінің сапасына және тұрақты өсуіне теріс әсер етуде. Жылыжай жағдайында топырақты жиі пайдалану оның құрылымын бұзып, физикалық қасиеттерін нашарлатуы мүмкін, бұл өсімдіктің тамыр жүйесінің дамуына және су мен қоректік заттарды сіңіруіне кері әсерін тигізеді. Сондықтан қазіргі уақытта жасанды субстраттармен салыстырмалы зерттеу үлкен маңызға ие болып отыр. Минералды жүн мен кокос жүнін бақша топырағымен салыстыру арқылы субстраттардың физикалық қасиеттерін (су өткізгіштік, ауа айналымы), химиялық сипаттамаларын (рН деңгейі, тұздық құрам) және олардың өсімдіктің өнімділігіне әсерін анықтауға болады. Мұндай зерттеу ең тиімді және экологиялық тұрақты субстратты таңдауға мүмкіндік береді, сондай-ақ жылыжай шаруашылығында өнімділікті арттыру мен қоректік ерітінді шығынын оңтайландыруға жол ашады.

Химиялық тұрғыдан алғанда, минералды жүн мен кокос талшығының құрылымында айырмашылық көп. Минералды жүн негізінен базальт пен диабаз сияқты тау жыныстарын балқыту арқылы алынған талшықтардан тұрады. Оның құрамында кальций (CaO), магний (MgO), кремний диоксиді (SiO<sub>2</sub>) және

алюминий оксиді ( $Al_2O_3$ ) сияқты элементтер бар (Wikipedia Contributors). Бұл заттар субстраттың тұрақтылығын қамтамасыз етіп, оның рН деңгейін сәл сілтілі етеді. Ал кокос талшығы табиғи органикалық материал болғандықтан, құрамында лигнин, целлюлоза, калий (K) және азот қосылыстары кездеседі. Бұл элементтер өсімдікке биологиялық тұрғыда қолайлы орта қалыптастырады.

Бақша топырағының құрамында табиғи гумус, темір (Fe) және фосфор (P) қосылыстары бар, алайда оның құрылымы тығыз болғандықтан, ауа айналымы мен су өткізгіштік деңгейі төмен болады. Сол себепті бұл зерттеу үш түрлі ортадағы химиялық және физикалық факторлардың өсімдікке әсерін кешенді түрде салыстыруды көздейді.

### **Субстрат таңдауды анықтайтын факторлар:**

1. Жылыжай шаруашылығында қолданылатын субстрат тек өнім көлеміне ғана емес, жеміс-көкөніс құрамындағы нитраттар, ауыр металдар, артық тұздар деңгейіне де әсер етеді. Субстрат құрамында хлорид, сульфат, натрий сияқты элементтердің мөлшері жоғары болса, ол өсімдікке жиналып, өнім сапасын төмендетуі мүмкін. Сондықтан субстраттардың химиялық инерттілігі, тұздықтығы және рН тұрақтылығы - өсімдік өнімдерінің экологиялық қауіпсіздігін қамтамасыз етуде маңызды фактор.

2. Қазақстанның көптеген өңірінде су тапшылығы бар, ал жылыжайларда су тұтыну дәстүрлі топыраққа қарағанда әлдеқайда көп болуы мүмкін. Кокос жүні ылғалды ұзақ сақтайды, ал минералды жүн суды біркелкі таратады, бұл тамшылатып суару жүйесімен бірге су үнемдеудің тиімді тәсілдерінің бірі болып табылады. Субстраттарды салыстыру су пайдалану тиімділігіне де ғылыми тұрғыдан баға береді.

3. Топырақта түрлі саңырауқұлақтар, бактериялар, зиянкестер көп болады. Минералды жүн мен кокос талшығы стерилді материалдар болғандықтан, бастапқы кезеңде фитопатогендердің таралу қаупі төмендейді. Бұл фактор өнімнің сапасы мен өсімдік тіршілігі үшін маңызды және зерттеу қажеттілігін арттыра түседі.

4. Әрбір субстраттың рН деңгейі өсімдіктің қоректік заттарды сіңіруіне тікелей әсер етеді. Минералды жүн әдетте сілтілілеу ортаға ие, ал кокос жүнінің рН деңгейі бейтарапқа жақын. Бұл айырмашылық тыңайтқыштарды таңдауға, қоректік ерітінді концентрациясын есептеуге, тамырдың өсу қарқынына әсер етеді.

5. Жылыжай шаруашылығында субстратты таңдау тек агрономиялық жағынан емес, экономикалық тұрғыдан да маңызды.

Минералды жүн бірнеше маусым қолданылуы мүмкін, бірақ қайта өңдеу қиын.

Кокос жүнінің бастапқы бағасы жоғары болуы мүмкін, бірақ ол биологиялық тұрғыдан ыдырайды және топырақты жақсартқыш ретінде қайта пайдалануға болады.

Бұл факторларды салыстырмалы түрде талдау зерттеудің практикалық маңызын арттырады.

6. Қазақстанда климат құрғақ, күн радиациясы жоғары, су ресурстары шектеулі. Дәл осы себепті субстраттардың физика-химиялық қасиеттерін зерттеу - отандық

жылыжай шаруашылығы үшін стратегиялық маңызды тақырып. Әр субстраттың жергілікті климатқа бейімділігі, ылғал сақтау қабілеті, тұздануға орнықтылығы зерттеудің өзектілігін айқындай түседі.

Сонымен қатар, зерттеу пәні тек химиялық тұрғыдан емес, экологиялық және технологиялық тұрғыдан да маңызға ие. Минералды жүн ұзақ уақыт пайдалануға жарамды, бірақ оның қайта өңделуі қиын; ал кокос субстраты экологиялық таза, биологиялық ыдырауға қабілетті материал болып табылады. Сондықтан екі материалды бақша топырағымен салыстыру арқылы жылыжайдағы экологиялық және экономикалық тиімді шешім қабылдауға ғылыми негіз қалыптасады.

### Нәтижелер.

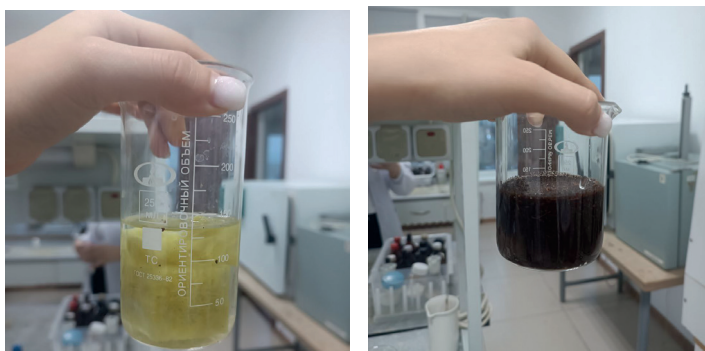
**Зерттеу материалдары мен әдістері.** Зерттеу барысында үш түрлі субстрат: минералды жүн блоктары (стандартты көлем  $10 \times 10 \times 7$  см), кокос субстраты (алдын ала жуылып, рН бейтараптандырылған) және бақша топырағы (алаңнан алынған, кептірілген және 2–4 мм сүзгіден өткізілген) қолданылды. Барлық субстраттар 1 литрлік горшоктарға салынып, әр контейнерге бір өсімдік орналастырылды. Өсіру жағдайлары жылыжай стандарттарына сәйкес қатаң бақыланды: күндізгі температура  $+24 \pm 2$  °С, түнгі температура  $+18 \pm 2$  °С және ылғалдылық 60–70% деңгейінде ұсталды. Суару күніне бір рет тазартылған сумен жүргізілді, ал қоректендіру үшін барлық топтарға құрамында азот, фосфор және калий элементтері бар бірдей қоректік ерітінді (биогурус) берілді. Салыстырмалы талдау мен тәжірибелік бақылау әдістері арқылы субстраттардың химия-физикалық және агрономиялық қасиеттері зерттелді. Зерттеу барысында салыстырмалы талдау және бірқатар химиялық зерттеу әдістері қолданылды.

### Субстраттардың ылғал ұстау қабілетін зерттеу:

Субстраттың өсімдікке суды қаншалықты тиімді сақтап, біркелкі бере алатынын бағалау үшін қажет. Бұл өсімдіктің өсу жылдамдығына, тамыр жүйесінің дамуына және жалпы өнімділікке тікелей әсер етеді.

**Қажетті реагенттер:** дистилденген су ( $H_2O$ ), минералды жүндер, кокос субстраты

**Қажетті құрал-жабдықтар:** Электронды таразы-субстраттарды дәл өлшеу үшін, сүзгі қағазы - дистилденген суда тұндырылған субстратты сүзу.



Сурет 1 – Ылғал ұстау қабілетін зерттеу

Минералды жүннен (МЖ) 5 г сынама алынды және оған 150 мл суды құйып, 10 минутқа қалдырылды. Сол уақыт өткен соң ерітінді толықтай сүзілді, нәтижесінде 75 мл су ағып шықты. Осы тәжірибе арқылы МЖ-нің суды ұстап қалу мөлшері анықталды. Кокос жүнде осылайша дайындалып, су ұстайтын қабілеті салыстырмалы түрде бағаланды.

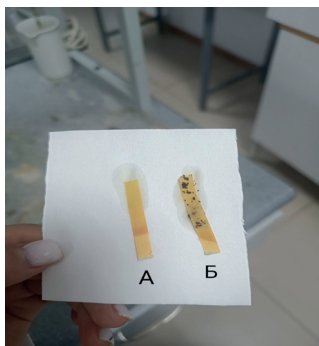
Нәтижесінде минералды жүн, кокос жүн және бақша топырағының ылғал ұстау қабілеті салыстырмалы түрде тең, яғни өсімдіктерге қажетті ылғал мөлшері барлық субстратта қамтамасыз етілген. Сондықтан, жылыжайда осы үш субстраттың кез келгенін пайдалану өсімдіктің бастапқы физиологиялық дамуына және тамыр жүйесінің қалыпты жұмыс істеуіне қолайлы деп бағаланады. Зерттеу нәтижесі бойынша МЖ судың 50% мөлшерін өзінде сақтай алған.

#### **Қышқыл мен сілтілік ортасын анықтау:**

Қышқыл және сілтілік ортаны анықтау субстраттың рН деңгейі өсімдіктің қоректік заттарды қалай сіңіретінін тікелей анықтайды. Егер орта тым қышқыл не тым сілтілі болса, тамырлар қажетті элементтерді қабылдай алмайды, бұл өсу қарқынының төмендеуіне, жапырақ сарғаюына және өнімділіктің азаюына әкеледі. Сонымен қатар рН субстраттың химиялық тұрақтылығын, тұздардың жиналу ықтималдығын және қоректік ерітіндімен әрекеттесуін бақылауға мүмкіндік береді. Сондықтан рН-ды анықтау – субстраттың өсімдікке қауіпсіз және тиімді екеніне көз жеткізудің негізгі тәсілі.

**Қажетті реагентте:** дистилденген су ( $H_2O$ ), минералды жүндер, кокос субстраты

**Қажетті құрал жабдықтар:** Электронды таразы-субстраттарды дәл өлшеу үшін, лакмус қағазы-қышқылдық ортасын анықтау, тұндыру үшін пробиркалар.



Сурет 2 – рН көрсеткіші

Кокос субстраты мен минералды жүннің қышқылды-сілтілі ортасын анықтау үшін әр субстратты (5/1 қатынасында) сумен тұндырып, 10 минуттан кейін лакмус қағазы арқылы ортасы анықталды.

Нәтижесінде МЖ (А) рН көрсеткіші бейтарапқа жақын, шамамен 7,0-7,5 диапазонында болды, ал КС (Б) сәл қышқыл орта қалыптастырып, рН 5,5-6,5 аралығында өлшенді. Бұл көрсеткіштер өсімдіктердің қоректік заттарды тиімді

сіңіруіне және тамыр жүйесінің қалыпты дамуына оң әсерін тигізетінін көрсетті (1-сурет). Минералды жүн химиялық тұрғыдан тұрақты болғанымен, органикалық заттарды ұсынбайды, ал кокос жүн табиғи органикалық құрамымен суды ұзақ ұстап, өсімдікке қоректік орта қамтамасыз етеді.

**Минералды жүн мен кокос субстратының қышқыл мен сілтіге әсерін зерттеуде:**

Бұл зерттеу субстраттардың химиялық тұрақтылығын, рН өзгеру мүмкіндігін және өсімдікке қауіпсіздігін анықтау үшін жүргізіледі.

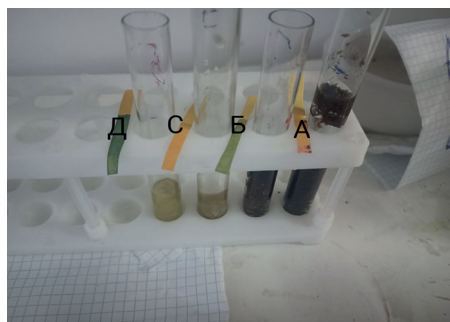
**Қажетті реагенттер:** дистилденген су ( $H_2O$ ), натрий гидрооксиді ( $Na(OH)$ ) сілтілі ортадағы ерітінді дайындау үшін, тұз қышқылы ( $HCl$ ) қышқылды ортадағы ерітінді дайындау үшін, минералды жүндер, кокос субстраты

**Қажетті құрал-жабдықтар:** Электронды таразы-субстраттарды дәл өлшеу үшін, лакмус қағазы-қышқылдық ортасын анықтау, тұндыру үшін пробиркалар.

Қышқыл мен сілтіге әсерін анықтау үшін алғашында ерітінділер дайындалды. Қышқыл ерітінді дайындау үшін дистилденген су мен тұз қышқылы (2н) ерітіндісін (2/1) көлемде араластырамыз. Ал сілтілі орта дайындау үшін тұз қышқылының орнына натрий гидрооксидін араластырамыз (2-сурет). Пробиркаларға минералды жүн мен кокос субстратын кішкене бөлшегін салып, үстіне дайындалған ерітінділер құйылды.



Сурет 3 – Дайын ерітінділер



Сурет 4 – Бір апта өткеннен кейін

Бір апта уақыт өткеннен кейін лакмус қағазымен қайтадан тексеру арқылы бірқатар өзгерістер байқалды (3-сурет). Нәтижесінде минералды жүн (МЖ) субстратының қышқыл ортадағы әсері (С) кезінде лакмус қағазының түсі қызылдан ашық қызғылтқа өзгерді, бұл қышқылдың ішінара бейтараптанғанын көрсетеді. Ал сілтілік ортада (Д) түс өзгерісі байқалмады, бұл минералды жүннің химиялық тұрғыдан инертті және сілтіге төзімді материал екенін дәлелдейді. Минералды жүн қышқылдарға салыстырмалы түрде сезімтал, ал сілтілерге тұрақты. Бұл қасиет оны ұзақ мерзімді жылыжай жағдайында құрылымын сақтауға мүмкіндік береді. КС-да байқалған рН өзгерісі (А,Б) оның органикалық табиғатымен түсіндіріледі. КС иондық буферлік қабілетке ие болғандықтан бастапқы қышқылдық немесе негіздік қосылыстар уақыт өте бейтараптанады.

**Титрлеу әдісі арқылы құрамындағы тұздарды анықтау:**

Минералды жүн мен кокос субстраты өсімдіктерді жылыжай немесе гидропоника жағдайында өсіру үшін қолданылатын кең тараған субстраттар болып табылады. Бұл субстраттар тек су мен ауа өткізгіштік қасиеттерімен ғана шектелмейді, олардың химиялық құрамы, яғни тұздардың мөлшері мен түрі де өсімдіктердің өсуіне тікелей әсер етеді. Субстраттағы тұздардың деңгейін анықтау маңызды, себебі тұздардың артық мөлшері өсімдіктердің тамырлары арқылы суды және қоректік элементтерді сіңіруін қиындатады. Мысалы, егер субстратта натрий немесе хлоридтердің концентрациясы жоғары болса, өсімдік «тұз стресі» жағдайына ұшырап, өсуі бәсеңдеп, жапырақтары сарғайып немесе күйіп қалуы мүмкін. Сонымен қатар, тұздардың мөлшері субстраттың химиялық балансын, соның ішінде рН көрсеткішін де өзгертеді. Минералды жүн сияқты инертті субстраттар табиғи қоректік заттардан айырылған болғандықтан, олардағы тұздар мен қоректік элементтердің концентрациясын білу өсімдіктерге қажетті қоректік ерітінді мөлшерін дұрыс есептеуге мүмкіндік береді. Қысқаша айтқанда, субстраттағы тұз мөлшерін анықтау – бұл өсімдіктің дұрыс өсуі мен дамуын қамтамасыз ету, субстратты тиімді пайдалану және өсімдіктерге зиян келтіретін факторларды болдырмау үшін маңызды зерттеу болып табылады.

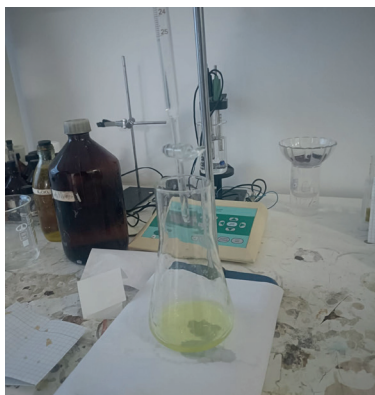
**Қажетті реагенттер:** дистилденген су ( $H_2O$ ), калий дихроматы ( $K_2Cr_2O_7$ ) тұздарды анықтауда индикатор рөлін атқарды, күміс нитраты ( $AgNO_3$ ) негізгі титр, бюреткаға құйылды, минералды жүн, кокос субстраты

**Қажетті құрал-жабдықтар:** Электронды таразы-субстраттарды дәл өлшеу үшін, лакмус қағазы-қышқылдық ортасын анықтау, сүзгі қағазы - дистилденген суда тұндырылған субстратты сүзу, конустық колба-ерітінді мен индикаторды араластыруға, бюретка - титрантты дайын ерітіндіге тамызуға, штатив - титрлеген кезде бюретканы ұстап тұру үшін, пробиркалар-тұндыру үшін.

Құрамындағы тұздардың ( $NaCl$ ) мөлшерін анықтау үшін титр әдісі маңызды. Өр субстратты суда тұндыру арқылы құрамындағы тұздарды ерітіндіге өткіземіз, индикатор ретінде калий дихроматының (1-2 тамшысы) қосылды. Дайын ерітіндіні конустық колбаға құйып, бюреткаға титрді, яғни күміс нитратын құйып тамшылату тәсілімен құрамындағы тұздарды анықтаймыз.



Сурет 5 – Дайын ерітінді



Сурет 6 – Титрден кейін

Конустық колбаны үнемі шайқап отырып, сары түстен қызыл-қоңыр түске ауысқан сәтке дейін минералды жүнде 3 тамшы кетті. Дәл осылай кокос субстратына жасағанда қызыл-қоңыр тұнбаға өзгерем дегенше 43 тамшы тамшы жұмсалды.

### Формула

$$C_{NaCl} = V_{AgNO_3} \cdot N_{AgNO_3} \cdot 58,44 / V$$

#### 1. Минералды жүн (МЖ):

$$C = (0,15 \cdot 0,01 \cdot 58,44) / 30 = 0,0029 \text{ г/л} \approx 2,9 \text{ мг/л}$$

#### 2. Кокос жүні (КС):

$$C = (2,15 \cdot 0,01 \cdot 58,44) / 30 = 0,0419 \text{ г/л} \approx 41,9 \text{ мг/л}$$

Мор формуласына сәйкес есептегенде МЖ-да 2,9 мг/л, ал КС-да 41,9 мг/л титр жұмсалғанын көрсетеді. КС-ге қарағанда МЖ-дегі хлоридтер мен тұздар шамамен 14 есе аз. Бұл минералды жүннің тұз жағынан қауіпсіз екенін дәлелдейді, яғни ол химиялық бейтарап субстрат. Минералды жүн инертті болып келеді, ол өсімдікке тікелей қоректік элемент бермейді, сондықтан қоректік ерітіндінің құрамын дәл бақылауға мүмкіндік береді. Кокос субстратының бастапқы құрамында Na, K тұздарының болатынын және қолданар алдында шаю міндетті екенін көрсетеді.

Жүргізілген тәжірибелер нәтижесінде алынған деректер химиялық және агрономиялық көрсеткіштер бойынша үш субстратты салыстыруға мүмкіндік берді. 1-кестеде субстраттардың рН, тұздылық, ылғал ұстау қабілеті сияқты негізгі химиялық қасиеттері көрсетілген.



Сурет 7 – Субстраттарға өсірілген микрожасыл  
А) кокос субстраты, Б) бақша топырағы, С) минералды жүн

Кесте 1 – Химиялық қасиеттері

Көрсеткіштер	Минералды жүн (МЖ)	Кокос субстраты (КС)	Бақша топырағы (БТ)
рН деңгейі	7,0–7,5 (бейтарап)	5,5–6,5 (сәл қышқыл)	6,0–7,0 (бейтарапқа жақын)
Ылғал ұстау қабілеті	50%	Жоғары	Орташа/төмен
Тұздылық (AgNO <sub>3</sub> тамшысы)	3 (≈ 2,9 мг/л NaCl)	43 (≈ 41,9 мг/л NaCl)	-

Қышқыл/сілтіге төзімділігі	Қышқылға ішінара бейтарап, сілтіге тұрақты	Қышқыл/сілтіге төзімді	Орташа
----------------------------	--	------------------------	--------

**Кесте 2 – Агрономиялық көрсеткіштер**

Көрсеткіштер	Минералды жүн (МЖ)	Кокос субстраты (КС)	Бақша топырағы (БТ)
Өсу қарқыны (см/ апта)	3–4	7–8	5–6
Тамыр ұзындығы (см)	9–10	13–15	11–12
Жапырақ ауданы (см <sup>2</sup> )	18–22	30–35	24–27

Кестеден көрініп тұрғанындай, кокос субстраты (КС) химиялық қасиеттері мен агрономиялық көрсеткіштері (2-кесте) бойынша ең тиімді болып, өсімдіктердің тұрақты өсуі мен жоғары өнімділікке қолайлы ортаны қамтамасыз етеді. Минералды жүн (МЖ) бейтарап рН мәніне ие болғанымен, тұздылығы төмен және биологиялық ыдырауы шектеулі, ал бақша топырағы орташа нәтижелер көрсетеді.

Минералды жүн химиялық тұрғыдан инертті болып, тұзсыз және бейтарап ортаға жақын рН деңгейінде (7,0–7,5) екені анықталды. Бұл көрсеткіш МЖ-ның химиялық тұрақтылығын дәлелдейді және қоректік ерітіндінің өсімдіктерге біркелкі әсер етуін қамтамасыз етеді. Титрлеу әдісі бойынша МЖ ерітіндісінде хлорид иондарын анықтау үшін бар болғаны 3 тамшы  $\text{AgNO}_3$  жұмсалды, бұл оның тұздылығының төмен екенін көрсетеді.

Кокос субстраты (КС) тәжірибе барысында жоғары физикалық құрылымның қолайлығын көрсетті. Алайда бастапқыда тұздылығы жоғары болып, МЖ-ға қарағанда шамамен 14 есе көп (43 тамшы  $\approx 41,9$  мг/л  $\text{NaCl}$ ) болды. Бұл КС-ны қолданар алдында шаюдың және бейтараптандырудың міндетті екенін дәлелдейді. Соған қарамастан, КС-да өсірілген өсімдіктердің өсу қарқыны аптасына 7–8 см, соңғы өнімділігі 38–40 г/өсімдікке жетіп, МЖ және БТ-ға қарағанда айтарлықтай жоғары болды. Тамыр жүйесі де КС-да жақсы дамып, ұзындығы 13–15 см болған. Бұл жоғары өнімділік КС-ның қоректік элементтерді біртіндеп және біркелкі беру қабілетімен, сондай-ақ аэрация мен физикалық құрылымының тиімділігімен түсіндіріледі.

Бақша топырағы орташа нәтиже көрсетті: өсу қарқыны 5–6 см/апта, соңғы өнімділігі 30–32 г/өсімдік, тамыр ұзындығы 11–12 см болды. Бұл көрсеткіштер КС-ның жоғары агрономиялық тиімділігін нақты дәлелдейді.

Экологиялық тұрғыдан КС табиғи және биологиялық жолмен ыдырайтын материал болып, жылыжайда ұзақ мерзімді тұрақтылықты қамтамасыз етеді. Минералды жүн химиялық тұрғыдан инертті болғанымен, биологиялық жолмен ыдырамайды, қолданылғаннан кейін үлкен көлемдегі қалдықтар түзеді және талшықтары арқылы денсаулыққа қауіп төндіруі мүмкін (Londra, P.; et al, M, 2018).

Зерттеу барысында анықталған нәтижелер жылыжай шаруашылығында тиімді субстраттарды таңдауға ғылыми негіздерді ұсынады. КС агрономиялық

көрсеткіштері мен экологиялық қасиеттері бойынша ең тиімді субстрат болып, өсімдіктердің тұрақты өсуіне және жоғары өнімділікке қолайлы орта қамтамасыз етеді. Минералды жүннің қолданылуы қосымша өңдеуді қажет етеді [Eric Gardening Editorial Team], ал БТ-ның өнімділігі орташа деңгейде қалды.

Алдағы зерттеулерде КС-ны жуу процесін оңтайландыру, МЖ қалдықтарын қайта өңдеу жолдарын зерттеу, ұзақ мерзімді әсерді бағалау және жылыжайда экологиялық таза субстраттарды қолдануды басымдыққа алу ұсынылады. Осылайша, алынған нәтижелер жылыжай шаруашылығында тұрақты және тиімді өсіру жүйесін құруға нақты ғылыми негіз береді.

**Талқылау.** Зерттеу жылыжай жағдайында минералды жүн (МЖ), кокос субстраты (КС) және бақша топырағы (БТ) сияқты үш түрлі өсіру ортасының химиялық және агрономиялық қасиеттерін кешенді салыстыруға бағытталды. Алынған нәтижелер субстраттардың өсімдік физиологиясына, химиялық тепе-теңдігіне және өнімділік динамикасына әртүрлі деңгейде әсер ететінін көрсетті.

Субстраттардың қышқылдық-негіздік қасиеттерін бағалау олардың өсімдік тамырларымен әрекеттесу мүмкіндігін түсінуге мүмкіндік берді. МЖ бейтарапқа жақын рН көрсеткішін сақтап, химиялық тұрақтылық танытты. Бұл оның инертті құрылымына және құрамында органикалық немесе реактивті компоненттердің жоқтығына байланысты. Ал КС сәл қышқыл орта қалыптастырып, қоректік элементтердің сіңірілуін белсендіретін биологиялық тұрғыдан тиімді жағдай жасады. Топырақтың рН көрсеткіші тұрақсыз болғанымен, оның табиғи буферлік қабілеті қоректік элементтердің сіңірілуін қолайлы деңгейде ұстап отырды.

Қышқыл және сілті әсеріне жүргізілген тәжірибелер субстраттардың химиялық беріктігін айқындады. МЖ сілтіге тұрақты болғанымен, қышқыл әсерінен ішінара бейтараптану байқалды. Бұл оның минералдық құрамындағы оксидтердің әлсіз химиялық белсенділігін көрсетеді. КС органикалық талшықтарға тән буферлік қасиет танытып, қышқыл да, сілті де әсер еткен жағдайда рН біртіндеп тұрақтанды. Бұл кокос талшығының ион алмастыру қабілеті жоғары екенін дәлелдейді.

Титрлеу нәтижелері субстраттардағы тұз жиналу деңгейіндегі айқын айырмашылықтарды көрсетті. МЖ өте төмен тұздылыққа ие болып, өсімдіктерге тұз стресін туындатпайтын қауіпсіз жағдай қалыптастырды. КС-дағы тұз мөлшерінің жоғары болуы кокос субстратының табиғи шикізаттан алынуы және құрамында бастапқы калий, натрий иондарының болуымен түсіндіріледі. Сондықтан КС-ны қолданар алдында шаю міндетті екені эксперимент арқылы дәлелденді. БТ-ның тұздық құрамы тұрақсыз болғандықтан бұл көрсеткіш зерттеуде негізгі талдау объектісі болмады.

Ылғал ұстау қабілетін бағалау өсімдіктің өсу қарқыны мен су жеткізу режимінің тиімділігін анықтауға мүмкіндік берді. КС ылғалды ұзақ сақтап, оны біртіндеп беретін құрылымымен ерекшеленді. Бұл оның талшықты табиғатына және капиллярлық жүйесінің дамығандығына байланысты. МЖ суды тез сіңіріп, тез жоғалтатын материал болғандықтан, ылғал сақтау деңгейі төмен болды. БТ ылғалды ұстай алғанымен, оның капиллярлық өткізгіштігі төмен болғандықтан, судың біркелкі бөлінуі баяу жүрді.

Агрономиялық тұрғыда КС ең жоғары көрсеткіштерді көрсетті. Өсімдіктердің өсу қарқыны, жапырақ ауданы, тамыр ұзындығы және жалпы биомасса КС-да айтарлықтай жоғары болды. Бұл оның аэрациясының жақсы болуы, органикалық құрылымы және ион алмастыру қабілетінің жоғары болуымен тікелей байланысты. МЖ-да өсімдіктердің өсуі баяу жүрді, себебі ол қоректік заттарды табиғи түрде ұсынбайды және өсімдіктің барлық қажетті элементтері сыртқы ерітінді арқылы ғана беріледі. БТ-ның көрсеткіштері орташа деңгейде қалып, табиғи топырақтың құрылымдық және химиялық артықшылықтары мен кемшіліктерінің қатар байқалатынын көрсетті.

Экологиялық тұрғыдан екі субстрат арасында айқын айырмашылық анықталды. КС биологиялық жолмен толық ыдырайтын, қайта пайдалануға болатын, табиғи материал болса, МЖ-ның ыдырамауы және талшықтарының адам денсаулығына әсер ету қаупі оның экологиялық тиімділігін төмендетеді. Сондықтан экологияны ескере отырып, табиғи субстраттарға көшу маңызды екенін зерттеу көрсетіп отыр.

Жалпы талқылау нәтижелері көрсеткендей, КС химиялық, физикалық және агрономиялық параметрлер бойынша ең тиімді орта болып табылады. МЖ басқаруға ыңғайлы, тұрақты субстрат болғанымен, экологиялық тұрғыдан шектеулі. БТ табиғи болғанымен, өнімділік пен тұрақтылық тұрғысынан заманауи өсіру материалдарына қарағанда әлсіз.

**Қорытынды.** Жүргізілген «Жылыжайда минералды жүнмен кокос жүнді субстрат ретінде қолданудың химиялық-агрономиялық бағасы» атты зерттеу жұмысы өзінің негізгі мақсатына толық жетті. Зерттеу мақсаты жылыжай жағдайында минералды және кокос жүнін субстрат ретінде пайдаланудың химиялық және агрономиялық тиімділігін, сондай-ақ олардың артықшылықтары мен шектеулерін жан жақты бағалау болды. Белгіленген міндеттер субстраттардың химиялық құрамын, агрономиялық көрсеткіштерін және экологиялық қасиеттерін зерттеу толық орындалды.

Зерттеу барысында жасанды (МЖ) және табиғи (КС) субстраттардың өсімдіктерге әсері салыстырылып, олардың теориялық қасиеттері тәжірибе жүзінде дәлелденді. Минералды жүн химиялық тұрғыдан бейтарап (рН 7,0–7,5) және тұз жағынан қауіпсіз болып шықты; титрлеу нәтижесі бойынша хлорид иондарының концентрациясы  $\approx 2,9$  мг/л NaCl болды. Кокос субстратының бастапқы тұз мөлшері МЖ-ға қарағанда шамамен 14 есе көп ( $\approx 41,9$  мг/л NaCl) болып, оны қолданар алдында шаюдың қажеттігін дәлелдеді. Агрономиялық талдау бойынша КС ең жоғары өнімділікті көрсетті: өсімдіктердің соңғы өнімділігі 38–40 г/өсімдікке жетіп, өсу қарқыны 7–8 см/апта болды, ал тамыр ұзындығы 13–15 см-ге жетті. МЖ-да өсімдік өсуі баяу, өнімділік төмен (25–28 г/өсімдік) болды. Бақша топырағы орташа көрсеткіштерге ие болды, бұл КС-ның үстемдігін көрсетеді.

Экологиялық тұрғыдан КС табиғи, биологиялық жолмен ыдырайтын және қоршаған ортаға зиянсыз материал болып табылады, ал МЖ химиялық тұрақты болғанымен, биологиялық жолмен ыдырамайды және үлкен көлемдегі қалдық тудырады, бұл экологиялық қауіп төндіреді (Epic Gardening Editorial Team).

Зерттеу нәтижелері практикалық ұсыныстар береді: минералды жүн мен кокос

жүнін араластырып қолдану арқылы әр субстраттың артықшылықтарын біріктіру, мысалы, МЖ-ның су сақтау қасиеті мен КС-ның қоректік әлеуетін пайдалану арқылы өсімдіктің өсуін оңтайландыруға болады; КС қолданғанда тұз мөлшерін бақылап, қажет болған жағдайда алдын ала шаю арқылы өсімдіктің стресс алуын азайтуға болады. Экономикалық тұрғыдан, КС қолдану арқылы өнімділікті арттырып, қоректік ерітінді шығынын төмендетуге, ал МЖ қалдықтарын өңдеудің қосымша шығындарын ескере отырып, шығындарды оңтайландыруға болады. Болашақ зерттеулерде әртүрлі өсімдіктерде субстраттардың ұзақ мерзімді әсерін, тұз деңгейін бақылауды және өсімдіктің физиологиялық стресс реакцияларын талдау маңызды болып саналады. Осы қосымшаларға сүйене отырып, экологиялық қауіпсіздік, агрономиялық тиімділік және өнімділікті арттыру тұрғысынан кокос субстратының қолданылуына басымдық беру отандық жылыжай шаруашылығы үшін ең тиімді шешім болып табылады.

Болашақ зерттеулерде минералды және кокос жүнін әртүрлі өсімдіктерде қолданудың ұзақ мерзімді әсерін зерттеу маңызды болып табылады, өйткені әр өсімдік түрі субстратқа әртүрлі реакция көрсетеді. Сонымен қатар, экологиялық тұрғыдан таза және қайта өңдеуге болатын субстраттарды өндірудің инновациялық жолдарын қарастыру өзекті болып табылады, бұл жылыжай шаруашылығында тұрақты және экологиялық қауіпсіз технологияларды дамытуға мүмкіндік береді. Сондай-ақ, субстраттағы тұз деңгейін үнемі бақылап, қажет болған жағдайда алдын ала шаю арқылы өсімдіктің стресстік жағдайын азайту ұсынылады, бұл өсімдіктің өсуін тұрақтандыруға және өнімділікті арттыруға ықпал етеді.

Химиялық, агрономиялық және экологиялық зерттеулердің нәтижелері көрсеткеніндей, КС, алдын ала шаю арқылы, жылыжайда өсімдік өсіруге ең тиімді, тұрақты және экологиялық қауіпсіз субстрат болып табылады. Бұл зерттеу отандық жылыжай шаруашылығында практикалық маңызға ие. Зерттеу нәтижелері агрономдарға субстрат таңдауда ғылыми негіз береді, өнімділікті арттыруға, қоректік ерітінді шығынын азайтуға және экологиялық таза жылыжай технологияларын дамытуға мүмкіндік жасайды. Минералды жүннің экологиялық кемшіліктері анықталғандықтан, экологиялық таза КС субстратын қолдануға басымдық беру ұсынылады.

#### References

“6 Top Tips For Growing Plants in Rockwool.” (2022) FutureGarden Technical Resource. <https://www.futuregarden.co.uk/expert-advice/six-top-tip-for-growing-plants-in-rockwool/> (in English).

A state-of-the-art review on coir fiber-reinforced biocomposites. (2021) PMC Scientific Review. [https://www.researchgate.net/publication/350018366\\_A\\_state-of-the-art\\_review\\_on\\_coir\\_fiber-reinforced\\_biocomposites](https://www.researchgate.net/publication/350018366_A_state-of-the-art_review_on_coir_fiber-reinforced_biocomposites). — P. 7–10 (in English).

Akhmetov N.S. (2021) *Obshchaya i neorganicheskaya khimiya* [General and inorganic chemistry]. Krasnodar: Vysshaya Shkola. — 744 p. (in Russian).

“Damage of mineral wool.” Epic Gardening. <https://www.epicgardening.com/rockwool-harmful/> (in English).

Duzelbayeva S., Konuspayev S., Murzin D., Akhatova Z., Kassenova B. (2022) Development of the electrocoagulation and electro dialysis technologies for the quantitative recovery of lanolin. Separation and Purification Technology, 57. DOI: 10.1080/01496395.2022.2097924 (in English).

Egorov V.V. (2021) *Obshchaya khimiya* [General chemistry]. St. Petersburg: Lan. — 192 p. (in Russian).

Goncharov E.G., et al. (2017) *Kratkiy kurs teoreticheskoy neorganicheskoy khimii* [A short course in

Goncharov E.G., et al. (2017) *Kratkiy kurs teoreticheskoy neorganicheskoy khimii* [A short course in theoretical inorganic chemistry]. St. Petersburg. — 464 p. (in Russian).

GOST 26423–85. (1985) *Pochvy. Metod opredeleniya udel'noy elektricheskoy provodimosti, pH i plotnogo ostatka vodnoy vytyazhki* [Soil. Method for determining the hydrogen index (pH)]. Moscow: State Standard of the USSR (in Russian).

GOST 26483–85 (1985) *Pochvy. Prigotovlenie solevoy vytyazhki i opredelenie ee pH po metodu TsINAO* [Soil solution. Method for determining the concentration of salts]. Moscow: State Standard of the USSR (in Russian).

GOST 28268–89 (1989) *Pochvy. Metody opredeleniya vlazhnosti, maksimal'noy gigroskopicheskoy vlazhnosti i vlazhnosti ustoychivogo zavyadaniya rasteniy* [Soil. Method for determining moisture content]. Moscow: State Standard of the USSR (in Russian).

Heller C.R., et al. (2022) *Preplant Fertilization Increases Substrate Microbial Activity in Coconut Coir-based Media*. *HortScience Journal*. — P: 17–18. <https://www.researchgate.net/publication/357496532> (in English).

Londra P., Paraskevopoulou A., Psychogiou M. (2018) *Hydrological Behavior of Peat- and Coir-Based Substrates and Their Effect on Begonia Growth*. *Water*, 10(6):722. DOI: 10.3390/w10060722 (in English).

Mariotti B., et al. (2023) *Cultivation Using Coir Substrate and P or K Enriched Media: Effects on Seedlings under Water Stress*. *Plants (MDPI)*, 12(3):525–533 (in English).

“Rock wool (mineral wool).” (2023) *Wikipedia: The Free Encyclopedia*. <https://en.wikipedia.org/wiki/Hydroponics>— P. 2–6 (in English).

Saginayev A., Dosmurzina E., Apendina A., Dossanova B., Imangaliyeva B. (2023) *Development of individual approaches to the use of the gasoline fraction as a raw material for the process of hydrocatalytic isomerization*. *Materials Science for Energy Technologies*. DOI: 10.1016/j.mset.2022.12.008 (in English).

The effect of varying coconut coir substrates and loam soil on the physiology and biochemical constituents of tomato grown under greenhouse environment. (2025) *Discover Sustainability*, 6:143. <https://ui.adsabs.harvard.edu/abs/2025DiSus...6..143M/abstract> (in English).

Thomas P., et al. (2023) *The Hydroponic Rockwool Root Microbiome*. *PMC Research Database*. <https://pmc.ncbi.nlm.nih.gov/articles/PMC10141029/>, — P. 7–13 (in English).

© **Kurmanaliev M.K., Shaikhova Zh.E., Abilkasova S.O.\***, Kalimoldina L.M.,  
**Bugubaeva G.O., 2026.**

Almaty Technological University, Almaty, Kazakhstan.

E-mail: sandugash.abilkasovaa@gmail.com

### **CROWN ESTERS IMMOBILIZED ON POLYMERIC SUPPORTS AS NOVEL INTERFACIAL CATALYSTS**

**Kurmanaliev Musrepbek** — Doctor of Chemical Sciences, Professor, Almaty Technological University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: mkk@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8561-4332>;

**Shaikhova Zhanat** — Magister of Technical sciences, Senior-lecturer, Almaty Technological University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: Zh.shaikhova1965@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-5909-4182>;

**Abilkasova Sandugash** — Candidate of Technical Science, Associate Professor, Almaty Technological University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: sandugash.abilkasovaa@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-8322-4592>;

**Kalimoldina Laila** — Candidate of Technical Science, Associate Professor, Almaty Technological University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: kalimoldina.laila@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-4397-9629>;

**Bugubaeva Gulnar** — Candidate of Chemical Sciences, Assistant of Professor, Almaty Technological University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: bugubaevagulnar@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-6550-5275>.

**Abstract.** This work proposes a new approach to the preparation of efficient crown-ether-containing phase-transfer catalysts. Phase-transfer catalysis is an effective method for intensifying organic reactions and is widely used in fine organic synthesis and polymer chemistry. Of particular interest are polymer-supported phase-transfer catalysts that combine the high catalytic activity of crown ethers with the advantages of heterogeneous systems, including regeneration, and applicability in continuous processes. The influence of the polymer matrix structure and the degree of immobilization of active sites on the catalytic properties remains insufficiently studied. The aim of this work is the immobilization of benzo-derived crown ethers on anion exchangers with different morphologies and the investigation of their catalytic activity under phase-transfer catalysis conditions. The immobilization of chlorosulfonyl derivatives of benzo-12-crown-4, benzo-15-crown-5, and benzo-18-crown-6 was carried out on AN-15, AN-21, and AN-22 anion exchangers in organic solvent media. The obtained

materials were characterized by IR spectroscopy and elemental analysis. Catalytic activity was evaluated in the nucleophilic substitution reaction of n-butyl bromide under heterogeneous conditions. It was established that the degree of immobilization and catalytic activity depend on the structure of the polymer support, the degree of crosslinking, and the content of crown-ether groups. The results demonstrate that the activity of immobilized crown-ether catalysts is governed by multiple factors, among which the most important are the amount of crown-ether groups and the composition and structure of the polymer matrix, which determine the swelling of the support and the accessibility of active sites. The obtained results can be used in the development of efficient and regenerable phase-transfer catalysts for organic and industrial synthesis.

**Keywords:** Crown ether, interphase catalyst, ion exchangers, model carrier

*For citations: Kurmanaliev M.K., Shaikhova Zh.E., Abilkasova S.O., Kalimoldina L.M., Bugubaeva G.O. Crown esters immobilized on polymeric supports as novel interfacial catalysts. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.1. — P. 208–220. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.350>*

© Құрманалиев М.Қ., Шайхова Ж.Е., Әбілқасова С.О. \*, Калимолдина Л.М., Бугубаева Г.О., 2026.

Алматы технологиялық университеті, Алматы, Қазақстан.

E-mail: sandugash.abilkasovaa@gmail.com

## ПОЛИМЕРЛІК ТАСЫМАЛДАУШЫЛАРДА ИММОБИЛИЗАЦИЯЛАНҒАН КРАУН-ЭФИРЛЕР — ЖАҢА ФАЗААРАЛЫҚ КАТАЛИЗАТОРЛАР РЕТІНДЕ

**Құрманалиев Мүсірепбек** — химия ғылымдарының докторы, профессор, Алматы технологиялық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: mkk@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8561-4332>;

**Шайхова Жанат** — техника ғылымдарының магистрі, сениор-лектор, Алматы технологиялық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: Zh.shaikhova1965@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-5909-4182>;

**Әбілқасова Сандұғаш** — техника ғылымының кандидаты, қауымдастырылған профессор, Алматы технологиялық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: sandugash.abilkasovaa@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-8322-4592>;

**Калимолдина Лайла** — техника ғылымының кандидаты, қауымдастырылған профессор, Алматы технологиялық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: kalimoldina.laila@mail.ru <https://orcid.org/0000-0003-4397-9629>;

**Бугубаева Гульнар** — химия ғылымының кандидаты, профессор ассистенті, Алматы технологиялық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: bugubaevagulnar@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-6550-5275>.

**Аннотация.** Бұл жұмыста тиімді краункұрамды фазааралық катализаторларды алудың жаңа әдісі ұсынылады. Фазааралық катализ органикалық реакцияларды қарқынды жүргізудің экологиялық тұрғыдан тиімді әдісі болып табылады және органикалық синтезде және полимерлік химияда кеңінен қолданылады. Әсіресе,

краун-эфирлердің жоғары каталитикалық белсенділігін гетерогенді жүйелердің артықшылықтарымен, атап айтқанда регенерациялау, қайта пайдалану және үздіксіз процестерде қолдану мүмкіндігімен үйлестіретін полимерлі тасымалдағыштағы межфазалық катализаторлар үлкен қызығушылық тудырады. Сонымен қатар, полимерлі матрицаның құрылымы мен белсенді орталықтардың иммобилизация дәрежесінің каталитикалық қасиеттерге әсері жеткілікті дәрежеде зерттелмеген. Жұмыстың мақсаты - әртүрлі морфологиялы аниониттерге бензотуынды краун-эфирлерді иммобилизациялау және олардың фазааралық катализ жағдайындағы каталитикалық белсенділігін зерттеу. Зерттеу әдістері. Бензо-12-краун-4, бензо-15-краун-5 және бензо-18-краун-6 хлорсульфонил туындыларын иммобилизациялау АН-15, АН-21 және АН-22 аниониттерінде органикалық еріткіштер ортасында жүргізілді. Алынған материалдар ИҚ-спектроскопия және элементтік талдау әдістерімен зерттелді. Каталитикалық белсенділік н-бутилбромидтегі нуклеофильдік орынбасу реакциясында гетерофазалық жағдайларда бағаланды. Иммобилизация дәрежесі мен каталитикалық белсенділік полимерлі тасымалдағыштың құрылымына, тігілу дәрежесіне және краун-эфир топтарының құрамына тәуелді екені анықталды. Алынған нәтижелер иммобилизацияланған краун-эфирлі катализаторлардың белсенділігі көптеген факторларға байланысты екенін көрсетті, олардың ішінде ең маңыздылары — краун-эфир топтарының мөлшері, тасымалдағыштың ісінуін және белсенді орталықтардың қолжетімділігін анықтайтын полимерлі матрицаның құрамы мен құрылымы болып табылады. Алынған нәтижелер органикалық және өнеркәсіптік синтезге арналған тиімді әрі регенерацияланатын межфазалық катализаторларды әзірлеуде қолданылуы мүмкін.

**Түйін сөздер:** краун-эфир, фазааралық катализатор, иониттер, полимерлі тасымалдағыш

© Курманалиев М.К., Шаихова Ж.Е., Абилкасова С.О. \*, Калимолдина Л.М., Бугубаева Г.О., 2026.

Алматинский технологический университет, Алматы, Казахстан.

E-mail: sandugash.abilkasovaa@gmail.com

## КРАУН-ЭФИРЫ, ИММОБИЛИЗОВАННЫЕ НА ПОЛИМЕРНЫХ НОСИТЕЛЯХ, КАК НОВЫЕ МЕЖФАЗНЫЕ КАТАЛИЗАТОРЫ

**Курманалиев Мусрепбек** — доктор химических наук, профессор, Алматинский технологический университет, Алматы, Казахстан,

E-mail: mkk@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8561-4332>;

**Шаихова Жанат** — магистр технических наук, сеньор-лектор, Алматинский технологический университет, Алматы, Казахстан,

E-mail: Zh.shaikhova1965@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-5909-4182>;

**Абилкасова Сандугаш** — кандидат технических наук, ассоциированный профессор, Алматинский технологический университет, Алматы, Казахстан,

E-mail: sandugash.abilkasovaa@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-8322-4592>;

**Калимолдина Лайла** — кандидат технических наук, ассоциированный профессор, Алматинский технологический университет, Алматы, Казахстан,

E-mail: kalimoldina.laila@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-4397-9629>;

**Бугубаева Гульнар** — кандидат химических наук, ассистент-профессор, Алматинский технологический университет, Алматы, Казахстан,

E-mail: bugubaevagulnar@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-6550-5275>.

**Аннотация.** В работе предложен новый способ получения эффективных межфазных краунсодержащих катализаторов. Межфазный катализ представляет собой экологически ориентированный и высокоэффективный метод интенсификации органических реакций, широко применяемый в тонком органическом синтезе и полимерной химии. Особый интерес вызывают полимерно-иммобилизованные катализаторы межфазного переноса, сочетающие высокую каталитическую активность краун-эфиров с преимуществами гетерогенных систем, такими как возможность регенерации, многократного использования и применения в непрерывных технологических процессах. Вместе с тем влияние структуры полимерной матрицы и степени иммобилизации активных центров на каталитические свойства таких систем остаётся недостаточно изученным. Целью работы является иммобилизация бензо-производных краун-эфиров на анионитах различной морфологии и исследование их каталитической активности в условиях межфазного катализа. Иммобилизацию хлорсульфонильных производных бензо-12-краун-4, бензо-15-краун-5 и бензо-18-краун-6 осуществляли на анионитах АН-15, АН-21 и АН-22 в среде органических растворителей. Полученные материалы были исследованы методами ИК-спектроскопии и элементного анализа, что позволило подтвердить успешность иммобилизации и определить состав полученных соединений. Каталитическую активность синтезированных систем оценивали в реакции нуклеофильного замещения *n*-бутилбромида в гетерофазных условиях. Установлено, что степень иммобилизации и каталитическая активность существенно зависят от структуры полимерного носителя, степени его сшивки и содержания краун-эфирных групп. Показано, что каталитическая активность иммобилизованных краун-эфирных систем определяется совокупностью факторов, среди которых ключевыми являются концентрация активных центров, состав и морфология полимерной матрицы, влияющие на набухаемость носителя и доступность реакционных центров. Полученные результаты демонстрируют перспективность использования синтезированных материалов в качестве эффективных и регенерируемых катализаторов межфазного переноса для органического и промышленного синтеза.

**Ключевые слова:** Краун-эфир, межфазный катализатор, иониты, проимерный носитель

**Introduction.** High complexing ability and catalytic activity of polymers containing crown ether groups determine their wide application in interphase catalysis. These systems provide several important advantages, including simplicity of implementation, reduced consumption of organic solvents, mild reaction conditions, high selectivity, and the ability to control both reaction conditions and rates. Interphase (phase-transfer) catalysis is considered an environmentally friendly approach due to reduced waste

generation, replacement of hazardous reagents (e.g., sodium hydride) with safer aqueous bases (e.g., sodium hydroxide), and the use of more sustainable solvents.

Despite the extensive application of interphase catalysts in industrial and laboratory processes, polymer-supported systems (three-phase catalysts) remain insufficiently studied and have not yet achieved wide industrial implementation. At the same time, such systems combine the advantages of heterogeneous catalysis, including easy separation from the reaction mixture, reusability, and suitability for continuous processes. Therefore, the development of efficient polymer-supported interphase catalysts based on crown ethers remains a relevant scientific and practical task.

The aim of this work is to immobilize crown ethers on polymer carriers and to study their catalytic activity under interphase catalysis conditions.

**Literary review.** The concept of phase-transfer catalysis was first introduced by Starks in 1971 to explain the role of catalysts in reactions occurring between reagents located in immiscible phases (Demlov, 1987; Hashimoto et al., 2007). Since then, this methodology has become widely used in both academic research and industrial applications. Phase-transfer catalysis has found applications in the synthesis of fine chemicals, including flavorings, pharmaceuticals, agrochemicals, and polymers, as well as in large-scale industrial processes (Ooi et al., 2007; Starks et al., 2012).

Various types of interphase catalysts have been developed, including quaternary ammonium and phosphonium salts, crown ethers, and cryptands (Ford et al., 1984; Makosza et al., 2003; Makosza et al., 2020; Cozzi, 2006). Among them, quaternary ammonium salts are the most widely used due to their low cost and availability. Special attention has been given to crown ether-based catalysts due to their high complexing ability toward metal cations, which significantly enhances catalytic efficiency in organic reactions (Ergozhin et al., 1994; Ergozhin et al., 1995; Dong et al., 2013; Duan et al., 2022).

In recent years, increasing interest has been focused on polymer-supported phase-transfer catalysts, which combine the high activity of homogeneous catalysts with the operational advantages of heterogeneous systems. The most commonly used polymer supports include polyethylene glycol and crosslinked polystyrene based on divinylbenzene (Lu et al., 2009; Benaglia et al., 2003; Shuangshuang et al., 2022). Such catalysts have been successfully applied in various organic transformations, including esterification, amidation, polymerization, and the synthesis of  $\alpha$ -amino esters (Siewniak et al., 2022; Rosaria et al., 2024). However, the influence of the polymer matrix structure, degree of crosslinking, and immobilization of active centers on catalytic performance remains insufficiently understood.

**Materials and methods.** Anion exchangers AN-15, AN-21, and AN-22 based on styrene–divinylbenzene copolymers were used as polymer supports. These ion-exchange resins were manufactured by the Cherkasy Chemical Plant (Ukraine) and differed in their structural characteristics, including the degree of crosslinking and morphology (gel, macroporous, and macroreticular types). Prior to use, the anion exchangers were washed successively with distilled water and organic solvents to remove residual impurities and then dried to constant weight.

Benzo-12-crown-4, benzo-15-crown-5, and benzo-18-crown-6 (Kente, China) were used as initial macrocyclic compounds. Their chlorosulfonyl derivatives — 4'-chlorosulfonylbenzo-12-crown-4 (CSB12C4), 4'-chlorosulfonylbenzo-15-crown-5 (CSB15C5), and 4'-chlorosulfonylbenzo-18-crown-6 (CSB18C6) — were synthesized according to the method previously described by Ergozhin et al. (1991). These derivatives contain reactive chlorosulfonyl groups, which enable covalent immobilization onto polymer matrices.

The immobilization of crown ether derivatives onto anion exchangers was carried out in an organic solvent medium. Typically, a known amount of the anion exchanger was placed in a reaction vessel and swollen in an appropriate solvent (chloroform, dichloromethane, or pyridine) to ensure maximum accessibility of functional groups within the polymer matrix. After swelling, the corresponding chlorosulfonyl derivative of the crown ether was added to the system. The reaction mixture was maintained at a temperature of 50–70 °C under continuous stirring for 24 hours. Pyridine was found to be the most effective solvent, as it not only promotes swelling of the polymer matrix but also acts as an acid acceptor, neutralizing hydrogen chloride released during the reaction. This prevents degradation of the polymer and increases the efficiency of immobilization.

After completion of the reaction, the modified anion exchangers were thoroughly washed with organic solvents and distilled water to remove unreacted reagents and by-products. The samples were then dried to constant weight under vacuum. The degree of immobilization of crown ether groups was evaluated based on the sulfur content determined by elemental analysis, since sulfur is present in the sulfonyl functional group of the immobilized fragment. The content of crown ether groups (mmol/g) and conversion degree (%) were calculated accordingly.

Infrared (IR) spectra of the initial and modified samples were recorded using a “Specord IR-75” spectrophotometer in order to confirm the successful immobilization of crown ether groups. The appearance of characteristic absorption bands corresponding to SO<sub>2</sub> groups ( $\approx 1350$  and  $1150\text{ cm}^{-1}$ ), as well as Ar–O–C and C–O–C bonds, was used as evidence of chemical modification. The main physicochemical characteristics of the ion exchangers, including exchange capacity, swelling degree, and structural parameters, were determined according to standard procedures described in (Ergozhin et al., 2020).

**Results.** Anion exchangers based on styrene-divinylbenzene (DVB) copolymer AN-15, AN-21, and AN-22 were used to fix crown ethers.

Since the structure of the macromolecular network plays an important role in immobilization and use, the polymerization carriers had gel, macroporous, and macromolecular structures with varying crosslinking agent content (1–20 mol%).

In order to regulate the complex-forming properties of catalyst macrocycles with metal ions, chlorosulfonyl derivatives of benzo-12-crown-4, benzo-15-crown-5, and benzo-18-crown-6 were used.

Pyridine proved to be the most suitable solvent, which is simultaneously an acceptor of HCl released during the reaction.

The amount of crown ether groups introduced was judged by the sulfur content. Table

1 shows the results of immobilization of crown ethers on anion exchangers. As can be seen from the table, the reactivity of crown ethers during immobilization is practically the same, and the degree of conversion depends on the structure of the anion exchanger used. Thus, up to 5.4% sulfur can be introduced into macro-mesh anion exchangers, which is 92% conversion, while for gel anion exchangers it is 85.5%. Modified anion exchangers containing 1.45 to 1.92 mmol/g of crown ether groups have a swelling capacity in water of 2.4 to 3.0 g/cm<sup>3</sup>.

Table 1 — Data on the immobilization of crown ethers on anion exchangers

Anionite	Copolymer structure	Immobil, crown ether	Sulfur content, %	Conversion rate, %	Crown ether group content, mmol/g
AN -15	Gel	CSB12C4	5,98	80,2	1,85
		CSB15C5	5,40	79,8	1,68
		CSB18C6	4,89	79,0	1,52
	Macropor.	CSB12C4	6,15	82,3	1,92
		CSB15C5	5,51	81,5	1,72
		CSB18C6	5,02	81,0	1,56
AN -22	Gel	CSB12C4	5,57	83,1	1,74
		CSB15C5	5,04	82,7	1,57
		CSB18C6	4,63	82,5	1,44
	Macropor.	CSB12C4	5,79	85,5	1,81
		CSB15C5	5,27	85,2	1,64
		CSB18C6	4,85	84,9	1,52
AN -21	Gel	CSB12C4	5,05	85,6	1,58
		CSB15C5	4,65	85,2	1,45
		CSB18C6	4,32	85,0	1,35
	Macropor.	CSB12C4	5,17	87,6	1,61
		CSB15C5	4,77	87,4	1,49
		CSB18C6	4,43	87,2	1,39
	Macroset.	CSB12C4	5,43	92,0	1,69
		CSB15C5	5,01	91,8	1,56
		CSB18C6	4,66	91,7	1,46

Thus, by using macromolecules with different spatial structures, it is possible to specifically alter the swelling properties of polymers and the accessibility of crown ether groups when using anions as interphase catalysts.

The IR spectra of the modified anion exchangers clearly confirm the successful immobilization of crown ether fragments onto the polymer matrix. In particular, the appearance of characteristic absorption bands corresponding to asymmetric and symmetric stretching vibrations of the sulfonyl (SO<sub>2</sub>) group at approximately 1350 and 1150 cm<sup>-1</sup> indicates the formation of sulfonamide linkages between the chlorosulfonyl derivatives of crown ethers and the functional groups of the anion exchanger.

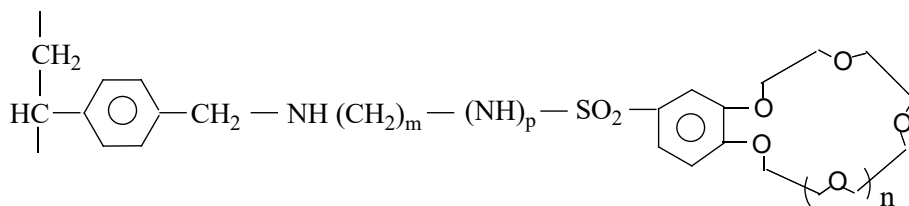
Additionally, the presence of absorption bands in the regions of 1200–1300 cm<sup>-1</sup> and 1050–1150 cm<sup>-1</sup> can be attributed to stretching vibrations of Ar–O–C and C–O–C bonds, respectively, which are characteristic of the crown ether macrocyclic structure. The preservation of these bands after immobilization suggests that the macrocyclic cavity of

the crown ether remains intact, which is essential for maintaining its complexing ability toward metal cations.

A slight shift in the position and intensity of these absorption bands, compared to the initial compounds, may be associated with changes in the electronic environment of functional groups due to their incorporation into the polymer matrix. This also indirectly confirms the formation of covalent bonds between the crown ether derivatives and the polymer support.

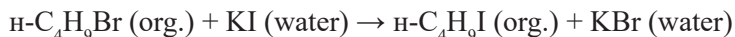
Based on the combined data of elemental analysis and IR spectroscopy, it can be concluded that the immobilization process proceeds with a high degree of efficiency and leads to the formation of chemically bound crown ether groups within the polymer structure. Accordingly, the repeating (elementary) unit of the modified polymer can be represented as a fragment of the styrene–divinylbenzene matrix functionalized with sulfonamide-linked crown ether moieties, where the macrocyclic fragment is covalently attached to the polymer backbone through a spacer group.

Such a structural organization ensures not only the stability of the immobilized active sites but also their accessibility for interaction with substrate molecules and metal cations during catalytic processes.



- 1a.  $m=0, n=0, p=0$ , 2a.  $m=2, n=0, p=1$ , 3a.  $m=6, n=0, p=1$ ,  
 1б.  $m=0, n=1, p=0$ , 2б.  $m=2, n=1, p=1$ , 3б.  $m=6, n=1, p=1$ ,  
 1B.  $m=0, n=2, p=0$ , 2B.  $m=2, n=2, p=1$ , 3B.  $m=6, n=2, p=1$ .

In order to determine the catalytic activity of synthesized polycrown esters, the nucleophilic substitution reaction of bromine was studied.



This reaction has previously been used by other researchers to evaluate the effectiveness of crown-containing catalysts.

We examined the influence of the number of immobilized crown ether groups, the presence of a connecting chain (spacer) between the crown ring and the matrix, and the structure of the initial polymer carrier on the yield of *n*-butyl iodide.

Table 2 — Dependence of the yield of n-butyl iodide on the number of functional groups

Content of crown ether groups in polymer, %	Output, %
-	4.1
7.1	93.3
16.2	99.1
32.4	92.3
50.0	83.1
64.2	77.4
92.0	72.1

An important parameter of catalysts is the number of active groups on the carrier, since catalytic activity depends on the distance between active centers, which, in turn, is determined by the degree of substitution. The table shows that the dependence of the target product yield on the content of crown ether groups in the polymer passes through a maximum.

**Discussion.** The catalytic activity of modified anion exchangers increases with the degree of substitution up to a maximum value, which corresponds to the presence of 20% active groups in the structure of the carrier, and then gradually decreases. Apparently, a change in polarity in the microenvironment of the active center and a certain degree of interaction between free and complexed cations during the reaction can weaken the activity of the macromolecular catalyst at a high degree of substitution. However, there are examples of the opposite effect of the number of active centers on the efficiency of catalysts, i.e., this parameter requires optimization in each specific case.

It is known that the limiting stage in three-phase catalysis is the diffusion of reagents into and out of polymer granules. Limited diffusion of reagents from the solution to the active groups is one of the main obstacles to the use of polymer catalysts. This disadvantage can be eliminated either by changing the nature of the polymer matrix and its morphology, or by introducing spacer groups between the active center and the polymer backbone. In the catalysts we synthesized, the macrocyclic fragment is connected to the polymer matrix by a hydrocarbon chain of varying length. As expected, the reaction yield increases with increasing length of the connecting chain. Thus, the yield of n-butylium iodide on catalysts 1b, 2b, and 3b is 67.6, 79.4, and 90.1%, respectively.

The speed of reactions carried out under heterophasic conditions strongly depends on both the degree of cross-linking and the morphology of macromolecules.

The effect of the degree of swelling was studied on catalysts based on AN-22 anionite (Table 3).

Table 3 — Effect of crosslinking degree copolymer of styrene and divinylbenzene

Content crown ether, %	DVW content, mol. %	Output, %
Catalyst 2v		
20	1	89,4
	2	83,1
	4	65,7
	8	58,4
	12	54,6

10	1	82,1
	2	64,5
Catalyst 2v		
20	1	89,1

The table shows that as the amount of DVB in the anionite increases, the activity of the catalyst decreases sharply.

The observed trend may also be caused by different diffusion rates of reagents in the catalyst grain, associated with an increase in the density of cross-links in the macromolecule and, accordingly, a decrease in the swellability of the polymer.

The influence of the morphology of the initial anion exchangers was studied on catalysts obtained by immobilizing CSB15C5 on AN-21 gel, macroporous, and macromolecular structures with a 1% cross-linking agent content (see Fig.). The figure shows that the catalysts studied are ranked in the following order in terms of activity: macro-mesh > macroporous > gel. The higher activity observed when using macro-mesh anion exchangers (divinylbiphenyl instead of divinylbenzene) is due to the presence of larger pores in the polymer mesh.

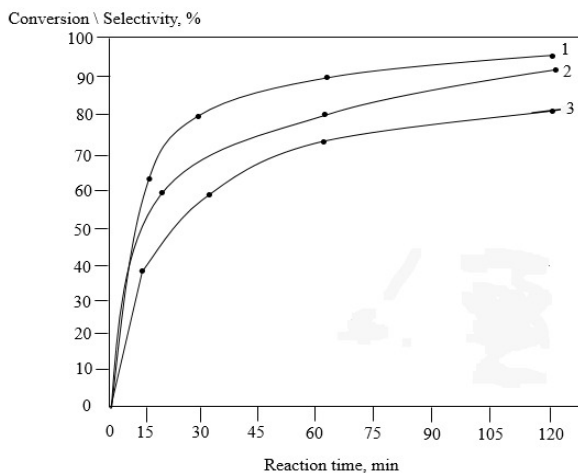


Figure 1 — Kinetic conversion curves of n-butyloxyde in the presence of catalysts macro-mesh (1), macroporous (2) and gel (3) structures

The catalytic effect also depends on the nature of the salt cation used in the nucleophilic substitution reaction in n-butyl bromide. The data in Table 4 show that when crown-containing catalysts are used, the principle of matching the crown ring cavity to the diameter of the salt cation is preserved.

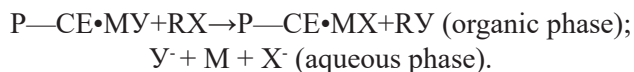
Table 4 — Dependence of the catalytic activity of catalysts on the content of natural salts

Salt	Catalyst	Output, %
Catalyst 2v		
KI	3B	99,1

NaI	3B	96,4
KI	3C	97,6
NaI	3C	94,6
KI	3a	51,4
NaI	3a	56,2

The results obtained in this work show that the activity of immobilized crown ether catalysts depends on many factors, among which the most important are the number of crown ether groups, the composition and structure of the polymer matrix, which determines the swelling of the carrier and the accessibility of active centers.

The mechanism of action of an interphase catalyst can be represented as follows:



When the interphase transfer catalyst is insoluble in both the organic and aqueous phases, the interphase transfer catalyst will be present in the third phase, so that both reactants are transferred to the third phase, where the two reactants are dissolved in each other and the concentration is very high, which can show high reactivity, so that the reaction rate is obviously improved.

The reaction should occur in the organic phase around the catalytic center. Anions are exchanged at the water-organic phase interface with inorganic  $\text{K}^+$  cations and cations on the P-KE polymer carrier in the aqueous and organic phases, respectively. Thanks to the presence of a phase transfer catalyst, the negative ions involved in the reaction have high reactivity, and the process is simplified.

**Conclusion.** In this work, crown ether derivatives were successfully immobilized onto polymeric anion exchangers with different structural characteristics, resulting in the formation of efficient polymer-supported interphase transfer catalysts. The obtained materials combine the high complexing ability of crown ethers with the advantages of heterogeneous systems, including stability, reusability, and ease of separation. It was demonstrated that the catalytic activity of the synthesized systems strongly depends on several key factors, including the structure and morphology of the polymer carrier, the degree of crosslinking, the swelling ability of the matrix, and the content and spatial accessibility of crown ether groups. In particular, macroreticular and macroporous supports обеспечивают higher catalytic efficiency due to improved diffusion of reagents and better accessibility of active centers.

The results of catalytic testing in nucleophilic substitution reactions confirmed that polymer-supported crown ether catalysts exhibit high activity and selectivity under interphase conditions. At the same time, an optimal concentration of active groups was identified, at which maximum catalytic efficiency is achieved, indicating the importance of balancing functionalization degree and microenvironment polarity. A significant advantage of the developed catalysts is their heterogeneous nature. Being insoluble in aqueous and organic media, they can be easily separated from the reaction mixture by simple filtration and reused multiple times without significant loss of activity. This

makes them particularly attractive for practical applications, including continuous-flow processes and industrial-scale synthesis. In addition, the use of such catalysts contributes to the development of environmentally friendly chemical technologies, as they reduce the need for hazardous reagents, minimize waste generation, and allow the use of milder reaction conditions.

Thus, polymer-supported crown ether catalysts represent a promising class of interphase transfer catalysts with high potential for application in organic synthesis and industrial processes. Further research should focus on optimizing the structure of polymer matrices, improving mass transfer characteristics, and expanding the range of catalytic reactions in order to fully realize their practical potential.

### References

- Benaglia M., Puglisi A. Cozzi F. (2003) Polymer-Supported Organic Catalysts. *Chem. Rev.* 103:3401–3429. (in English)
- Cozzi F. (2006) Immobilization of organic catalysts. When, why, and how. *Adv. Synth. Catal.* 348:1367–1390. (in English)
- Demlov E., Demlov Z. (1987) *Mezhfaznyj kataliz [Interphase Catalysis]*. Moscow. — 488 p. (in Russian)
- Dong S., Gao L., Chen J., Yu G., Zheng B., & Huang F. (2013). A supramolecular polymer formed by the combination of crown ether-based and charge-transfer molecular recognition. *Polymer Chemistry*, 4(4):882-886. (in English)
- Duan Z., Xu F., Huang X., Qian Y., Li H., & Tian W. (2022). Crown Ether-Based Supramolecular Polymers: From Synthesis to Self-Assembly. *Macromolecular Rapid Communications*, 43(14):2100775. (in English)
- Ergozhin E.E., Kurmanaliev M.K. (1994) *Polimery na osnove kraun-soedinenij [Polymers based on crown compounds]*. – Almaty: Gylym. — 272 p. (in Russian)
- Ergozhin E.E., Kurmanaliev M.K. (1995) *Polikraunefiry, problemy i perspektivy [Polycrown ethers, problems and prospects]*. Proceedings of the National Academy of Sciences of Kazakhstan. Chemistry series. 1:4-257. (in Russian)
- Ergozhin E.E., Kurmanaliev M.K. (2020) *Osnovy ionoobmena [Fundamentals of Ion Exchange]*. – Almaty, Almanac. — 275 p. (in Russian)
- Ergozhin E.E., Kurmanaliev M.K., Idrisova K.S. (1991) *Sintez i issledovanie svojstv kraunsoedershashchih polisulfonamidov [Synthesis and study of the properties of crown-containing polysulfonamides]*. Reports of the USSR Academy of Sciences. 320:6. — P.1389-1391. (in Russian)
- Ford W. T., Tomoi M. I. (1984) *Advances in Polymer Science*. Berlin, 1984. 55:50-104. (in English)
- Hashimoto T., Maruoka K. (2007). Recent development and application of chiral phase-transfer catalysts. *Chemical Reviews*, 107(12):5656-5682. (in English)
- Huang F., Scherman O. A. (2012). Supramolecular polymers. *Chemical Society Reviews*, 41(18):5879-5880. (in English)
- Lu, J., Toy P.H. (2009) Organic Polymer Supports for Synthesis and for Reagent and Catalyst Immobilization. *Chem. Rev.* 109: 815–838. (in English)
- Mąkosza M., Fedoryński M. (2003). Phase transfer catalysis. *Catalysis reviews*. 45(3-4):321-367. (in English)
- Makosza M., Fedorynski M. *Interfacial Processes*. (2020) The Key Steps of Phase Transfer Catalyzed Reactions. *Catalysts*. 10:1436 (in English)
- Ooi T., Maruoka K. (2007). Recent advances in asymmetric phase-transfer catalysis. *Angewandte Chemie International Edition*, 46 (23):4222-4266. (in English)
- Rosaria Schettini, Maria Rosaria Acocella. (2024) State Of The Art Of Supported Phase Transfer-Catalysts Onium Salt-Based. *ChemCatChem*. 16:1-14. (in English)
- Shuangshuang Liu and Weihao Zhu. A (2022) Minireview of Phase-Transfer Catalysis and Recent Trends. *Biomed J Sci & Tech Res* 45(4). BJSTR. MS.ID.007237. (in English)

Siewniak A., Monasterska E., Pankalla E., Chrobok A. (2022) Polymer-Supported Poly (Ethylene Glycol) as a Phase-Transfer Catalyst for Cross-Aldol Condensation of Isobutyroaldehyde and Formaldehyde. *Molecules*. 27:6459. (in English)

Starks C. M., Halper M. (2012). Phase-transfer catalysis: fundamentals, applications, and industrial perspectives. Springer Science & Business Media. (in English)

© Mataev M.M., Ongarbek A.T.\*, Sarsenbayeva Z.B., Nurbekova M.A.,  
Abdraimova M.R., 2026.

Kazakh National Women's Teacher Training University, Almaty, Kazakhstan.

E-mail: akniet.ongarbek@mail.ru

## SYNTHESIS AND MORPHOLOGY OF PEROVSKITE-STRUCTURED $\text{CaMnO}_{2.98}$

**Mataev Mukhametkali** — doctor of chemical sciences, professor, Kazakh national women's teacher training university, Department of Chemistry, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: mataev\_06@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-9057-5443>;

**Ongarbek Akniet** — Kazakh National Women's Teacher Training University, Department of Chemistry, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: akniet.ongarbek@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0008-4891-1512>;

**Sarsenbayeva Zamira** — PhD student in the 8D05301 “Chemistry” EP, senior lecturer, Kazakh national women's teacher training university, Department of Chemistry, 050000, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: sarsenbayeva.z@qyzpu.edu.kz, <https://orcid.org/0000-0002-7434-0441>;

**Nurbekova Marzhan** — candidate of chemical sciences, acting associate prof., Kazakh national women's teacher training university, Department of Chemistry, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: marzhan85@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7258-3338>;

**Abdraimova Moldir** — PhD, acting associate prof., Kazakh national women's teacher training university, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: abdraimova87@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-8040-512>.

**Abstract.** In this work, a  $\text{CaMnO}_{2.98}$ -based perovskite was synthesized. Additionally, its structural and morphological properties were investigated. The Pechini sol-gel method and the environmentally friendly Green synthesis method were used for the synthesis. In the Pechini method, metal ions formed a homogeneous gel with the help of citric acid and ethylene glycol. As a result, a nanocrystalline compound was obtained. Aloe vera extract was used in the green synthesis method. As a result, the perovskite was synthesized. Both methods enabled the synthesis of the perovskite-structured  $\text{CaMnO}_{2.98}$ . X-ray diffraction (XRD) analysis confirmed that the synthesized compound belongs to the orthorhombic space group. Furthermore, it was determined that the structure is perovskite. The sample prepared by the Pechini method yielded lattice parameters of  $a = 5.27 \text{ \AA}$ ,  $b = 7.46 \text{ \AA}$ ,  $c = 5.28 \text{ \AA}$ , and a unit cell volume of  $V = 207.92 \text{ \AA}^3$ . The structure obtained via green synthesis had lattice parameters  $a = 5.28 \text{ \AA}$ ,  $b = 5.26 \text{ \AA}$ ,  $c = 7.45 \text{ \AA}$ , and a unit cell volume of  $V = 207.24 \text{ \AA}^3$ . The Mn-O bond lengths ranged

from 1.041 to 2.450 Å, with an average of 1.971 Å. The Ca-O bond lengths ranged from 1.319 to 3.211 Å, with an average of 2.343 Å. These values indicate that the  $\text{MnO}_6$  octahedral structure is stable. Furthermore, they demonstrate that the  $\text{Ca}^{2+}$  ions stabilize the lattice. The EBSD and SAED results showed that the  $\text{CaMnO}_{2.98}$  perovskite is in the pure orthorhombic (Pnma) phase. The sample's surface composition was analyzed by scanning electron microscopy (SEM). The composition of the manganite was analyzed by EDS SEM analysis. This corresponds to the chemical composition of the compound. According to these analysis results, the average particle sizes were 0.24  $\mu\text{m}$  and 0.7  $\mu\text{m}$ . In the FTIR spectra, the bands in the 662  $\text{cm}^{-1}$  and 671  $\text{cm}^{-1}$  regions corresponded to Ca-O and Mn-O bonds. The obtained results demonstrate that the  $\text{CaMnO}_{2.98}$  perovskite is a good material for various applications.

**Keywords:**  $\text{CaMnO}_{2.98}$ , perovskite structure, Pechini method, green synthesis, orthorhombic structure

*For citations: Mataev M.M., Ongarbek A.T., Sarsenbayeva Z.B., Nurbekova M.A., Abdraimova M.R. Synthesis and morphology of perovskite-structured  $\text{CaMnO}_{2.98}$ . Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.1. — P. 221–237. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.351>*

© **Матаев М.М., Оңғарбек А.Т.\*, Сарсенбаева З.Б., Нурбекова М.А.,  
Абдраимова М.Р., 2026.**

Қазақ ұлттық қыздар педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан.  
E-mail: [akniet.ongarbek@mail.ru](mailto:akniet.ongarbek@mail.ru)

## ПЕРОВСКИТ ҚҰРЫЛЫМДЫ $\text{CaMnO}_{2.98}$ СИНТЕЗІ МЕН МОРФОЛОГИЯСЫ

**Матаев Мухаметкали** — химия ғылымдарының докторы, профессор, Қазақ ұлттық қыздар педагогикалық университеті, химия кафедрасы, Алматы, Қазақстан,  
E-mail: [mataev\\_06@mail.ru](mailto:mataev_06@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0002-9057-5443>;

**Оңғарбек Ақниет** — Қазақ ұлттық қыздар педагогикалық университеті, химия кафедрасы, Алматы, Қазақстан,  
E-mail: [akniet.ongarbek@mail.ru](mailto:akniet.ongarbek@mail.ru), <https://orcid.org/0009-0008-4891-1512>;

**Сарсенбаева Замира** — 8D05301-Химия БББ докторанты, аға оқытушы, Қазақ ұлттық қыздар педагогикалық университеті, Химия кафедрасы, Алматы, Қазақстан,  
E-mail: [sarsenbayeva.z@qyzpu.edu.kz](mailto:sarsenbayeva.z@qyzpu.edu.kz), <https://orcid.org/0000-0002-7434-0441>;

**Нурбекова Маржан** — химия ғылымдарының кандидаты, қауым.проф.м.а., Қазақ ұлттық қыздар педагогикалық университеті, химия кафедрасы, Алматы, Қазақстан,  
E-mail: [marzhan85@mail.ru](mailto:marzhan85@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0001-7258-3338>;

**Абдраимова Молдир** — PhD, қауым. профессор м.а., Қазақ ұлттық қыздар педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан,  
E-mail: [abdraimova87@mail.ru](mailto:abdraimova87@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0002-8040-512>.

**Аннотация.** Бұл жұмыста  $\text{CaMnO}_{2.98}$  негізіндегі перовскиті синтезделіп алынды. Сонымен қатар, құрылымдық және морфологиялық қасиеттері зерттелді. Печинидің зол-гель әдісі және экологиялық таза болып табылатын Жасыл синтез

әдісі синтездеу үшін пайдаланылды. Печини әдісі арқылы металл иондары лимон қышқылы мен этиленгликоль көмегімен біртекті гель түзді. Нәтижесінде нанокұрылымды қосылыс алынды. Ал жасыл синтез әдісінде алоэ сығындысы қолданылды. Нәтижесінде перовскит синтезделіп алынды. Осы екі әдіс перовскит құрылымды  $\text{CaMnO}_{2.98}$  алуға мүмкіндік берді. Рентгендік дифракциялық (XRD) талдау кезінде синтезделген қосылыстың орторомбты сингонияға жататыны дәлелденді. Сонымен қатар, құрылымы перовскит екені анықталды. Печини әдісімен алынған үлгінің тор параметрлері  $a = 5.27 \text{ \AA}$ ,  $b = 7.46 \text{ \AA}$ ,  $c = 5.28 \text{ \AA}$ , элементар ұяшық көлемі  $V = 207.92 \text{ \AA}^3$  мәндерін берді. Жасыл синтез арқылы алынған құрылым мәндері  $a = 5.28 \text{ \AA}$ ,  $b = 5.26 \text{ \AA}$ ,  $c = 7.45 \text{ \AA}$  және  $V = 207.24 \text{ \AA}^3$  болды. Mn-O байланысының ұзындықтары  $1.041\text{--}2.450 \text{ \AA}$  аралығында болып, орта мәні  $1.971 \text{ \AA}$  құрады. Ca-O байланыстары болса,  $1.319\text{--}3.211 \text{ \AA}$  аралығында, орта мәні  $2.343 \text{ \AA}$  болды. Бұл мәндер  $\text{MnO}_6$  октаэдрлерінің құрылымы жағынан тұрақты екенін көрсетеді. Сонымен қатар,  $\text{Ca}^{2+}$  иондарының торды тұрақтандыратынын дәлелдейді. EBSD және SAED нәтижелері  $\text{CaMnO}_{2.98}$  перовскитінің таза орторомбты (Pnma) фаза екенін көрсетті. Сканерлеуші электрондық микроскопия (SEM) бойынша үлгінің беттік құрамы талданды. EDS SEM анализі арқылы манганиттің құрамы талданды. Бұл қосылыстың химиялық құрамына сәйкес келеді. Осы талдау нәтижелері арқылы бөлшектердің орта өлшемдері  $0.24 \text{ мкм}$  және  $0.7 \text{ мкм}$  құрады. FTIR спектрлерінде  $662 \text{ см}^{-1}$  және  $671 \text{ см}^{-1}$  аймақтарындағы жолақтар Ca-O және Mn-O байланыстарына сәйкес келді. Алынған нәтижелер  $\text{CaMnO}_{2.98}$  перовскитінің әртүрлі қолдануларға жақсы материал екенін дәлелдейді.

**Түйін сөздер:**  $\text{CaMnO}_{2.98}$ , перовскит құрылымы, Печини әдісі, Жасыл синтез, орторомбты құрылым

© Матаев М.М., Онгарбек А.Т.\*, Сарсенбаева З.Б., Нурбекова М.А.,  
Абдраимова М.Р., 2026.

Казахский национальный женский педагогический университет,

Алматы, Казахстан.

E-mail: akniet.ongarbek@mail.ru

## СИНТЕЗ И МОРФОЛОГИЯ ПЕРОВСКИТНОЙ СТРУКТУРЫ $\text{CaMnO}_{2.98}$

**Матаев Мухаметкали** — доктор химических наук, профессор Казахский национальный женский педагогический университет, кафедра химии, Алматы, Казахстан,

E-mail: mataev\_06@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-9057-5443>;

**Онгарбек Акниет** — студент 4 курса ОП 6В05301-Химия. Казахский национальный женский педагогический университет, кафедра химии, Алматы, Казахстан,

E-mail: akniet.ongarbek@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0008-4891-1512>;

**Сарсенбаева Замира** — докторант по ОП 8D05301-Химия, старший преподаватель. Казахский национальный женский педагогический университет, кафедра химии, Алматы, Казахстан,

E-mail: sarsenbayeva.z@qyzpu.edu.kz, <https://orcid.org/0000-0002-7434-0441>;

**Нурбекова Маржан** — кандидат химических наук, и.о.ассоц.профессор. Казахский национальный женский педагогический университет, кафедра химии, Алматы, Казахстан,

E-mail: marzhan85@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7258-3338>;

**Абдраимова Молдир** — PhD, и.о.ассоц.профессор, Казахский национальный женский педагогический университет, Алматы, Казахстан,  
E-mail: abdraimova87@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-8040-512>.

**Аннотация.** В работе представлен синтез перовскитного соединения состава  $\text{CaMnO}_{2.98}$  и исследование его структурных и морфологических свойств. Синтез осуществлялся двумя методами: золь-гель-методом Печини и экологически безопасным методом «зелёного» синтеза. В методе Печини ионы металлов формировали однородный гель с использованием лимонной кислоты и этиленгликоля, что позволило получить нанокристаллический материал. В «зелёном» методе в качестве восстановителя использовался экстракт алоэ вера. Оба подхода обеспечили успешное получение перовскита  $\text{CaMnO}_{2.98}$ . Рентгенофазовый анализ (XRD) показал, что синтезированное соединение кристаллизуется в орторомбической пространственной группе (Pnma). Для образца, полученного методом Печини, параметры решётки составили:  $a = 5,27 \text{ \AA}$ ,  $b = 7,46 \text{ \AA}$ ,  $c = 5,28 \text{ \AA}$ , объём элементарной ячейки  $V = 207,92 \text{ \AA}^3$ . Для образца, синтезированного «зелёным» методом, параметры составили:  $a = 5,28 \text{ \AA}$ ,  $b = 5,26 \text{ \AA}$ ,  $c = 7,45 \text{ \AA}$ ,  $V = 207,24 \text{ \AA}^3$ . Анализ длин связей показал, что Mn–O варьируются в диапазоне 1,041–2,450  $\text{ \AA}$  (среднее значение 1,971  $\text{ \AA}$ ), а Ca–O - 1,319–3,211  $\text{ \AA}$  (среднее 2,343  $\text{ \AA}$ ), что свидетельствует о стабильности октаэдрической структуры  $\text{MnO}_6$  и стабилизирующей роли ионов  $\text{Ca}^{2+}$ . Результаты EBSD и SAED подтвердили наличие чистой орторомбической фазы. Морфология образцов, исследованная методом сканирующей электронной микроскопии (SEM), показала однородное распределение частиц, а элементный состав, определённый методом EDS, соответствует стехиометрии соединения. Средний размер частиц составил 0,24–0,7 мкм. В FTIR-спектрах полосы поглощения в области 662–671  $\text{ см}^{-1}$  соответствуют колебаниям связей Ca–O и Mn–O. Полученные результаты демонстрируют, что перовскит  $\text{CaMnO}_{2.98}$  является перспективным материалом для различных функциональных применений.

**Ключевые слова:** перовскиты,  $\text{CaMnO}_{2.98}$ , метод Печини, зелёный синтез, орторомбическая структура, морфология

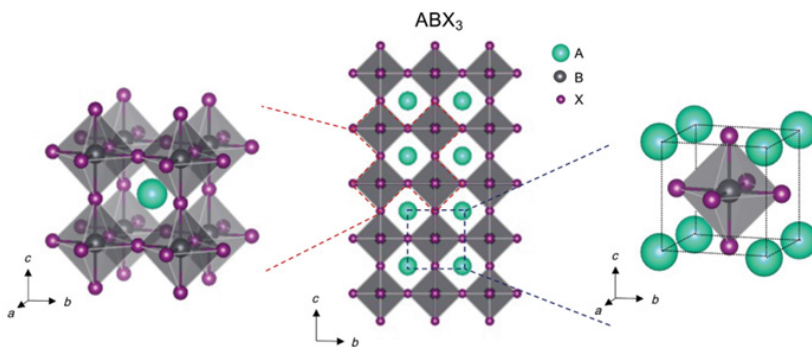
**Кіріспе.** Перовскит сияқты құрамы жағынан ұқсас оксидтер, әсіресе әртүрлі қабатты құрылымға ие қосылыстар, қазіргі таңда зерттеушілердің ерекше назарына ілігеді (Gubareva, 2023). Олардың ішінде  $\text{CaMnO}_3$  ерекше құрылымдық, термоэлектрлік, магниттік және электрлік қасиеттеріне байланысты өте үлкен қызығушылық тудырып отыр. Кальций манганиті негізден n-типті жартылай өткізгіш қасиеттері бар болып табылады. Бұдан бөлек, орторомбикалық құрылымда кристаллдануымен ерекше сипат алады. Жалпы алғанда,  $\text{CaMnO}_3$  кристалдық құрылымының ыңғайлылығы бірнеше өзге де құрылымдар мен қосылыстарға оның қасиеттерін өзгертуге, айқындауға мүмкіндік береді (Nandan et al., 2022). Манганиттердің негізгі ерекшелігіне олардың өте жақсы өткізгіштік пен үлкен магниттік кедергі құбылыстарын көрсетуі жатады. Mn–Ca құрылымы тұрақты перовскит құрылымына сәйкес келетін кальций манганитін

(CaMnO<sub>3-δ</sub>) түзе алады, ол фазалық құрылымын өзгертпей оттегіні (O<sub>2</sub>) бөлуге қатыса алады (Li et al., 2024). Осындай химиялық ерекшеліктердің спин, заряд және орбитальдық жүйелер арасындағы күшті өзара әрекеттесумен сәйкес келуі нәтижесінде манганиттерде әртүрлі металлдық, оқшаулағыш және магниттік фазаларды қамтитын өте күрделі фазалық диаграмма түзіледі (Suresh et al., 2024).

**Әдеби шолу.** Перовскит құрамында ABO<sub>3</sub> (A-бағытында сілтілік, сілтілік жер және сирек металдар болады (Li, Na, K, Ca, Ba, Mg, Y, La, Ho т.б.), B-бағытында ауыспалы металдар (Mn, Fe, Ni, Co, Cr т.б.) металдары болады. Перовскит құрылысының ерекшелігі В позициясындағы MeO<sub>6</sub> октаэдрлі пішін түзіп байланысуымен ерекшеленеді. Перовскит оксидтерінің А- және В-құрамын әртүрлі металл прекурсорларын пайдалану немесе олардың пропорцияларын өзгерту арқылы жеңіл түрде басқаруға болады, нәтижесінде перовскит оксидтеріндегі вариациялардың үлкен ауқымы болады. Қазіргі уақытта перовскит оксидтерінің 1000-нан астам түрі анықталған, олардың 60 000-ға жуық әртүрлі түрлері бар. Бұл мүмкіндік перовскит оксиді электрокатализаторларын каталитикалық реакциялардың кең ауқымында қолдануға мүмкіндік береді. Перовскит оксидтерінің жоғары сапалы кристалды құрамы бар бөлшектерін қатты фазалық күйдіру және Печини әдісі арқылы алуға болады, ал перовскит оксидтерінің монокристалды пленкаларын лазерлік эпитаксис және химиялық тұндыру сияқты әдістерді қолдану арқылы өсіруге болады. Бұл синтезделген перовскит оксиді катализаторларына теориялық модельге сәйкес келуіне мүмкіндік береді, тығыздықтың функционалдық теориясы және негізгі құрылымын зерттеу үшін бастапқы молекулалық динамика сияқты теориялық есептеу әдістерін қосып, пайдалануды жеңілдетеді. Сонымен қатар, жоғары температурада синтезделген перовскит оксидтері әдетте жоғары химиялық тұрақтылықты көрсетеді және сәйкес электрокаталитикалық жағдайларда олардың көлемдік құрылымын сақтайды. Кейбір зерттеулерде перовскит оксидтері жүйелі түрде зерттеліп, шынайы дескрипторлары жинақталған болса, көптеген дескрипторлар күрделі электрокаталитикалық процестерден туындаған құрылымдық кезеңдермен өзара шектелген. Мысалы, OER процесі кезінде перовскит оксидтерінің беткі кезеңі бастапқы құрылымдарға негізделген дескрипторларды сәйкес келмеуіне алып келеді. Сонымен қатар, перовскит оксидтері әр түрлі электрокаталитикалық реакцияларда нақты каталитикалық механизмдерді көрсетеді, өнімділіктің негізгі құрамы сәйкесінше ерекшеленеді. Жоғары өнімді перовскит оксиді электрокатализаторларын жобалау каталитикалық механизмдерді және осы материалдарға ғана тән маңызды факторларды дәл түсінуден алынған принциптерді сақтауды қажет етеді. Дегенмен, перовскит оксидтерін басқаратын әртүрлі механизмдер мен негізгі факторларды түсіндіретін жан-жақты шолулардың тапшылығы болды, нәтижесінде перовскит оксидінің тиімді электрокатализаторларын жобалауға көмектесетін арнайы қолданылатын әдістемелер жоқ. Сондықтан әртүрлі каталитикалық реакциялардағы перовскит оксидтерінің өнімділігіне әсер ететін каталитикалық механизмдер мен негізгі факторларды қорытындылау үшін қарау қажет. Мұнда

перовскит оксиді электрокатализінің механизмдеріне тоқталып, зерттеу негізін ұсынуға толық негіз бар. Осы құрылым арқылы зерттеушілер перовскит оксиді электрокатализаторларын зерттеу мен жобалаудағы механизмдер мен әсер етуші факторларды талдап, анықтай алады, оларды фотокатализ бен термокатализдегі көптеген басқа реакцияларға кеңейте алады (Zhao et al., 2024).

Перовскит құрылымы бар материалдар заманауи технологияның көптеген салаларында қолданылып, үлкен қызығушылық тудыруда. Олардың негізгі бірнеше ерекше қасиеттері жұқа қабатты конденсаторлар, лазері бар құрылғыларда, сенсорлар жасауда және дәрі жеткізу сияқты әртүрлі қолданбаларға тиімді түрде жарамды етеді (Aswathy et al., 2022). Перовскиттер  $ABX_3$  жалпы формуласына жататын материалдар класына кіреді, мұнда А - катион, В - металл, ал X - анион болып табылады. Олардың өлшемдері әртүрлі болуы мүмкін (0D, 1D, 2D, 3D). Бұл тікелей кристалдық тор құрылымына байланысты. Негізінен  $ABO_3$  типті құрылым кристалдық тормен сипатталады, онда фотокаталитикалық және фотоэлектрокаталитикалық қасиеттер материалдардың электрондық құрылымына байланысты (Pokutnyi et al., 2025).



Сурет 1 - Кеңістіктегі 3D перовскиттің құрылымы (Duan et al., 2024).

Кальций манганит оксиді ( $CaMnO_3$ ) - жоғары термоэлектрлік қозғаушы күшке ( $S = -550 \mu V/K$ ) және төмен жылуөткізгіштікті құрайды, бұл оны перспективалы термоэлектрлік материал ретінде сәйкес келіп сипатталады. Перовскит құрылымында екі қоспалау түрінің болуы оның қасиеттерін әртүрлі қолдану салаларына пайдалануға мүмкіндік береді. Алайда, бұл оксидтердің бөлме температурасындағы электрлік кедергісі өте жоғары болғандықтан, олардың ZT мәні небәрі 0,06 шамасына ғана сәйкес келеді. Осыған байланысты соңғы зерттеулер  $CaMnO_3$  қосылысының термоэлектрлік қасиеттерін арттыру мақсатында нанокұрылымдау немесе электрондық қоспалау арқылы электрлік кедергіні азайтуға, тежеуге бағытталған (Pant et al., 2025).

Құрамында  $Ca_2Fe_2O_5$ ,  $CaMnO_3$  сияқты аралас оксидтері бар кальций, перовскит құрылымы бар  $CaTiO_3$  және  $CaZrO_3$  күн энергиясының маңызы ретінде айтарлықтай қызығушылық тудырады. Жоғарыда айтылғандардан перовскит құрылымдарына электрохимиялық және көптеген салаларда қолдануда көп көңіл бөлінді.  $CaMnO_3$

даму кезеңінде ерекше назар аударуға лайық жоғары қолдануларға, экологиялық тазалыққа және төмен бағаға байланысты күн батареяларындағы балама  $n$ -түрі. Соңғы зерттеулер  $\text{CaMnO}_3$ -ның электрлік қасиеттерін зерттеу мақсатында судың адсорбциясына байланысты  $\text{CaMnO}_3$  төмен температурада синтездеу үшін маңызды болып табылады. Демек, жоғары біртекті және ұсақ ұнтақты перовскит оксиді материалдарын дайындау үшін салқындату арқылы кептіру, жану процесі және гель синтезі сияқты әртүрлі әдістер қолданылды (Nurhaziqah et al., 2020).

Перовскиттердегі заряд тасымалдау үдерісі вакансиялар, қосылыстар немесе қоспалар сияқты ақаулардың әсеріне ұшырайды, олар заряд тасымалдаушылар үшін арнай жасалған орталықтар ретінде жұмыс істей алады (Afre et al., 2024).

Күрделі металл оксидтеріндегі және әсіресе перовскиттердегі оттегінің бос орындары материалдың ішкі қасиеттерін бақылау дәрежесін жеңілдетуге байланысты олардың электрокаталитикалық белсенділігін айтарлықтай арттыратыны көрсетілген. Перовскиттердегі оттегі бос орындары олардың түзілу энергиясының төмендігіне байланысты сәйкес келетін ең қолайлы анионды немесе Шоттки ақауларының бірі болып саналады. Перовскит оксидтері, өтпелі металл оксидтерінің класы, біртекті құрылымдық, электронды, иондық және электрокаталитикалық сипаттамаларына байланысты перспективалы электрокаталитизаторлар ретінде пайда болды. Басқа электрокаталитикалық материалдармен салыстырғанда, перовскит оксидтері арзан, өйткені олар жерге бай элементтерге негізделген, синтезделуі оңай және қоршаған ортаға зиянсыз болып келеді (Badreldin et al., 2020).

Оттек вакансияларының болуы және марганецтің көпваленттілігі перовскит құрылымы бар материалды электрохимиялық салалар үшін тартысты қарсылас етеді (Yu et al., 2019). Сондықтан  $\text{CaMnO}_{3-\delta}$  жүйесіндегі оттек вакансияларының әсерін түсіну оның практикалық қолданбалардағы тиімділігін анықтау үшін аса қажет (Gastaldi et al., 2026).

$\text{CaMnO}_{2.98}$  бейстехиометриялық перовскиттің ( $\text{CaMnO}_{3-\delta}$ ) құрамындағы оттегі вакансияларының болуына ( $\delta=0.02$ ) байланысты ерекшеленеді және осының әсерінен классикалық перовскитке қарағанда физика-химиялық қасиеттері де өзгереді. Сондай-ақ, құрамындағы оттегі вакансияларымен қатар  $\text{Mn}^{3+}/\text{Mn}^{4+}$  валенттілігінің өзгерісі де манганитті материалдың құрамындағы оттегінің алмасуын көрсетеді. Перовскит пішінді кальций манганитіне магний оксидін қосу арқылы композит құрамында  $\text{CaMnO}_{2.98}$  түзілгендігі жұмыста көрсетілген. Аталмыш материал туралы әдеби шолу барысында құрамы рентген фазалы талдау әдісімен (XRD) әдісімен талданып, қазіргі таңда синтезделіп алынған және кристаллографиялық тұрғыдан кеңінен талқылған. Кеңістіктік тобы  $R\bar{3}m$  және сингония типі орторомбты екені талданған (Löhnert and Töpfer, 2022). Алайда, температураны жоғарылату арқылы және оттегінің порциялды қысымын арттыру арқылы құрылысын тетрагональды немесе кубты құрылысқа өзгертуге болады (Löhnert and Töpfer, 2022; Rosa et al., 2024). Бұл өзгерістер құрамындағы  $\text{Mn}$  ионының  $\text{MnO}_6$  октоэдрлі пішін түзуі және оттегі вакансияларының болуымен жүзеге асады. (Pant and Mahapatro, 2025) талмыш материал құрамындағы оттегінің

тапшылығы тұрақты  $\delta$  шама деп кесіп айта алмаймыз және шамасына тәуелді .

Оттегі вакансиясының әсері және электробейтарап молекула түзілу үшін бейстехиометриялық манганит түзілуі үшін  $Mn^{3+}/Mn^{4+}$  ауыспалы валенттілікте таралуы арқылы олардың каталитикалық, магниттік және электрлік/диэлектрлік қасиеттерінің өзгеруімен мүмкіндік беріп материалды көпфункционалды етеді. Магниттік қасиетіне тоқталар болсақ, әдеттегі  $CaMnO_3$  перовскитті манганитіміз антиферромагнитті изолятор болса, оттегі вакансиялы манганитіміздің құрамында  $Mn^{3+}$  ионының түзілуінен магниттік ауысуынан әлсіз ферромагнитті қасиет көрсетеді. Қолданбалы тұрғыдан,  $CaMnO_{3-\delta}$  және оның туындылары жоғары температураға төзімділігімен және Зеебек коэффициентімен N-типті материал болғандықтан термоэлектрлік қосылыс болып табылады және соның әсерінен жану реакцияларында қолданылады (1-кесте) (Löhnert and Töpfer, 2022).

Кесте 1 - Перовскитті кальций манганитінің түрлері

Формуласы	Кристалдық құрылымы	Қасиеттері	Фазаның ерекшеліктері
$CaMnO_3$	Орторомбты	G-типті антиферромагнитті, жартылай өткізгішті және диэлектрлік	Құрамында $Mn^{4+}$ бар классикалық перовскит және қыздырғанда тетрагональды (896 °C) және кубты (913 °C) пішінге ауысады.
$CaMnO_{3-\delta}$	Бұрмаланған орторомбты	n-типті өткізгіштік және әлсіз ферромагнитті	$Mn^{4+} \rightarrow Mn^{3+}$ ауысу мен Ян–Теллер бұрмалануы болады.

$CaMnO_{3-\delta}$  бейстехиометриялық перовскиттің физика-химиялық қасиеттерін өзгерту немесе түрлендіру жайында көптеген зерттеулер бар. Атап өткендей, қосылыстың көпфункционалды қасиеттері өнімнің морфологиясы, құрылысы және құрамындағы элементтердің валенттілік ауысуы мен оттегінің тасымалдағыштымен байланысты (Andoulsi-Fezei and Horchani-Naifer, 2023). Мәселен, Chang және әріптестері алғаш рет  $CaMnO_3$  перовскитін литий-ионды батареялар үшін анодтық материал ретінде талдаулар жүргізді. Бұл материалды қайта зарядталатын батареяларда және энергия сақтау құрылғыларында қолдануға болатыны көрсетілді (Abdel-Khalek et al., 2025).

Стехиометриялы перовскиттен өзгеше  $CaMnO_{3-\delta}$  перовскитіндегі оттегі вакансиялары ( $\delta$ ) электрохимиялық қолданбаларда  $Mn^{4+}/Mn^{3+}$  тотығу-тотықсыздану реакцияларына негізделген процестерді жеңілдетеді (Kuganathan and Chronos, 2021). Стехиометриясы бұзылған перовскит типті  $CaMnO_3$  қосылыстары (мысалы,  $CaMnO_{3-\delta}$  және  $Ca_{1-x}A_xMnO_3-\delta$ , мұндағы А – позициясының элементтерін лигерлеу арқылы) жоғары температуралы TCES қолданбалары үшін жақсартылған редокс қасиеттері мен үлкен әлеуетке ие екені кеңінен көрсетілген (Ma et al., 2025).

**Зерттеу материалдары мен әдістері.** Синтез кезінде жоғары тазалықтағы реагенттер қолданылды. Атап айтқанда, кальций оксиді ( $CaO$ ) (ГОСТ 8677-76), марганец (II) нитраты гидраты ( $Mn(NO_3)_2 \cdot xH_2O$ ) (ГОСТ 15710-66-4), сондай-ақ кешен түзуші және тұрақтандырғыш ретінде этиленгликоль ( $C_2H_6O_2$ ) (ГОСТ 10164-75) және лимон қышқылы ( $C_6H_8O_7$ ) (ГОСТ 908-79) пайдаланылды. Осы

реагенттер синтез кезеңінде гомогенді ерітінді алу мақсатында алдын-ала есептеліп алынған мөлшерде арнайы қолданылды.

Кальций манганитті комплекс оксидін синтездеп алуға арнайы золь-гель (Печини әдісі) және жасыл синтез әдістері қолданылды. Синтездеу үшін қыздыру аппараты ретінде SNOL (Литва, Утена) муфель Оның кристалл құрылымын, фазалық құрамын және кристаллит өлшемін анықтау үшін рентгендік дифракция (XRD) MINIFLEX 600 Rigaku құрылғысы көмегімен (Жапония, Токио) фазалық талдау жүргізілді.

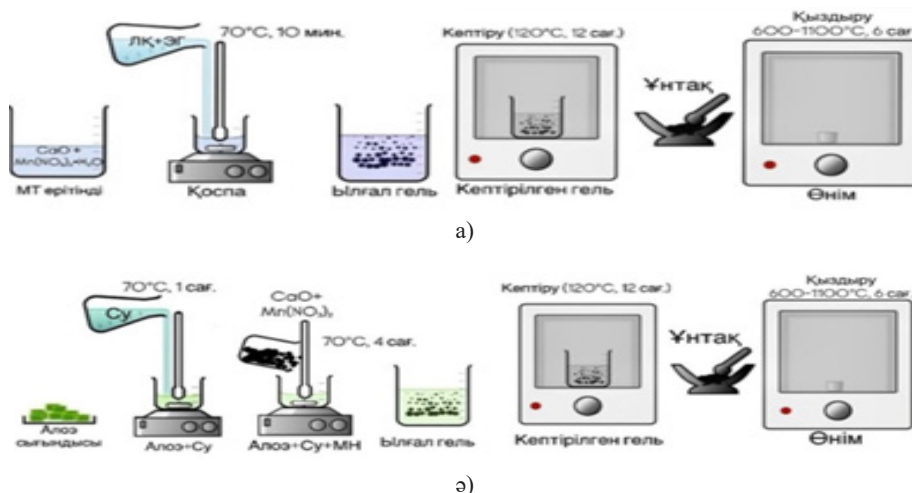
4000–400  $\text{cm}^{-1}$  диапазонында жұмыс істейтін Фурье инфрақызыл (FTIR) спектрометрі BRUKER ALPHA құрылғысы (Германия, Эттлинген) материалдағы функционалдық топтар мен металл-оттегі (M-O) байланыстарын зерттеу үшін қолданылады. Құрылымдық сипаттамаларды алу үшін сканерлеуші электронды микроскоп SEM Thermo Fisher Scientific Axia құрылғысы (АҚШ, Уолтем, Массачусетс құрама штаты) пайдаланылды. Бұл әдіс үлгінің беттік құрылымын, морфологиясын және өлшемдік таралуын анықтауға мүмкіндік берді. SEM суреттері зерттелетін материалдың біртектілігі мен құрылымдық ерекшеліктерін толық түсінуді қамтамасыз етті.

**Эксперименттік бөлім.** Кальций манганитін синтездеп алу үшін Печини золь-гель әдісі және экологиялық таза «жасыл синтез» әдісі пайдаланылды. Печини золь-гель әдісі үлгіні тұрақты түрде хелатты тұрақтандыру кезінде кеңінен қолданылады. Жасыл синтез әдісі болса үлгіні табиғи ортаға зиянсыз, тиімді әдіс етеді. Жалпы алғанда, екі әдісте металл иондарын органикалық қосылыстар (лимон қышқылы және этиленгликоль) арқылы біртекті нанокұрылымды материал алуға мүмкіндік береді. Синтез процесі кезінде реагенттерді еріту, осы реагенттерге комплекс түзуші компоненттерді қосу, арнайы біртекті гель қалыптастыру және қатты құрамы бар өнімді алу мақсатында термиялық өңдеу сияқты кезеңдерді қамтыды. Бұл кезеңдердің нәтижесінде перовскит құрылымды кальций манганиті алынған болатын.

Ең алғашқы синтез Печини үшін бастапқы реагенттер ретінде кальций оксиді және марганец нитраты қолданылды. Бұл реагенттер дәл есептеліп, өлшеніп алынды. Өлшенген реагенттер дистильденген суда толығымен ерітілді. Ерітілген реагенттер біртекті ерітіндіге айналды. Осы мөлдір ерітінді магнитті араластырғышта 70-90°C дейін қыздырылды. Қыздыру барысында органикалық тұрақтандырғыш ретінде лимон қышқылын және гель түзуші ретінде этиленгликоль қосылды. Бұл реагенттер гелденуді жеңілдетеді. Осы процесте қоймалжың гель түзілді. Алынған гель үлгісі 12 сағат бойы 120°C температурада кептіріліп, кеуекті құрылымы бар өнім алынды. Бұл қатты материал біртекті құрылым болуы үшін бірнеше рет ұнтақталды. Соңында алынған ұнтақ 6 сағат бойы 600-1100°C температурада пеште күйдірілді. Нәтижесінде органикалық қалдықтар түгел жойылғаны байқалды. Синтез соңында перовскит құрылымды кальций марганец оксидінен ( $\text{CaMnO}_{2.98}$ ) тұратын материал алынды (5-сурет).

Жасыл синтез процесі зияны жоқ таза әдіс болғандықтан алоэ қолданылды. Алоэден сығынды алынып, кальций оксиді және марганец нитраты «жасыл синтез»

әдісіне бастапқы реагенттер ретінде пайдаланылды. Бұл реагенттер өлшеніп, дистильденген суда толығымен ерітілді. Алынған мөлдір ерітінді 70-90°C дейін қыздырылды. Алынған гель 12 сағат бойы 120°C температурада кептірілді. Содан кейін алынған кеуекті өнім ұнтақталды және 6 сағат бойы 600-1100°C күйдірілді. Соңында перовскит құрылымы бар  $\text{CaMnO}_{2.98}$  ұнтағы синтезделіп алынды (2-сурет).



Сурет 2 - (а,ә) - Печини әдісімен (а) және Жасыл синтез әдісімен (ә)  $\text{CaMnO}_{2.98}$  синтез кезеңдері

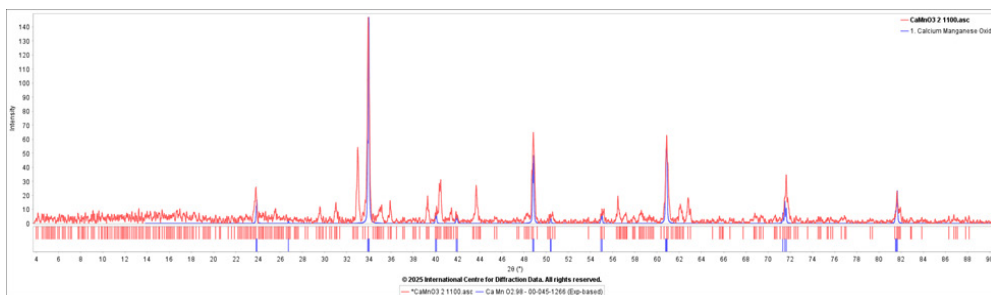
Печини және Жасыл синтез әдістерімен синтезделген перовскит құрылымы бар кальций манганиті туралы ақпараттарды өңдеу мақсатында екі үлгінің де элементтік құрамы мен кристалдық құрылымы рентгендік дифракциямен (XRD), Фурье инфрақызыл спектроскопиясымен (FTIR) және сканерлеуші электронды микроскоппен (SEM) сипатталды.

## Нәтижелер

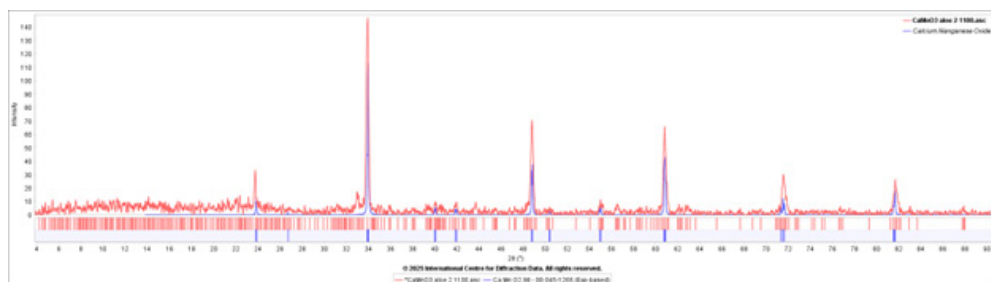
### Рентгендік фазалы (XRD) талдау нәтижелері

Үлгілердің кристалдық құрылымы мен фазалық құрамын анықтау үшін рентгендік дифракциялық талдау (XRD) жүргізілді. Бұл әдіс әртүрлі фазалардың болуын анықтай отырып, заттың ішкі атомдық құрылымын сипаттай алады. Талдауға  $\text{CuK}\alpha$  сәулесі қолданылды, өлшеу диапазоны  $2\theta = 3-120^\circ$ , өлшеу қадамы  $0,01-0,02^\circ$  және қадам уақыты 0.3-0.5 с.

Байқалған дифракциялық үлгіде әрбір сәуле белгілі бір кристалдық жазықтыққа сәйкес келетінін көрсетіледі. Сәулелер арқылы фазаның сәйкестігін анықтауға мүмкіндік бар. Сонымен қатар үлгінің тор параметрлері туралы ақпаратты да осы сәулелердің көмегімен алуға болады. Осы зерттеулерде алынған  $\text{CaMnO}_{2.98}$  үлгілерінің дифракциялық үлгілері PDF-5 дерекқорын пайдалану арқылы анықталды және фаза сәйкестігі мен құрылымдық параметрлері халықаралық стандарттарға сәйкестігі расталды.

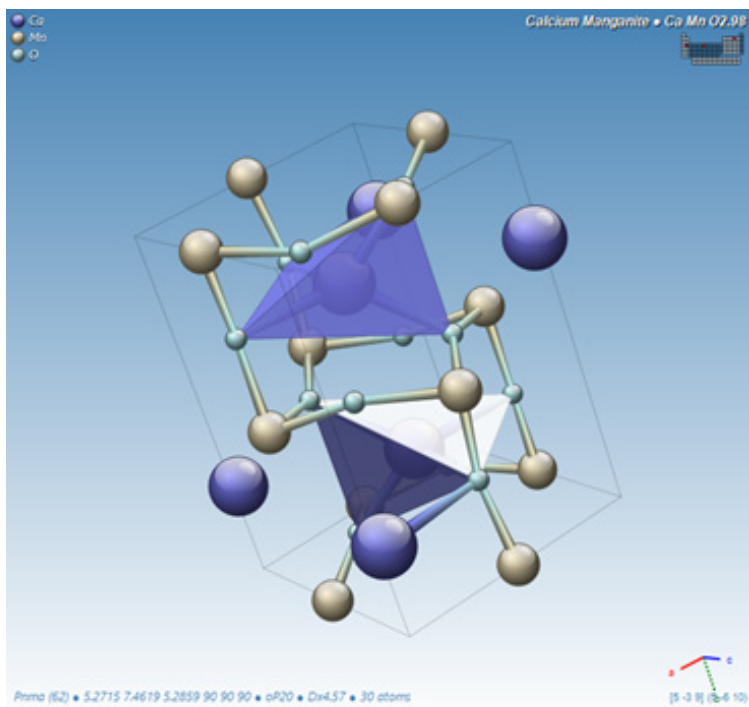


a)

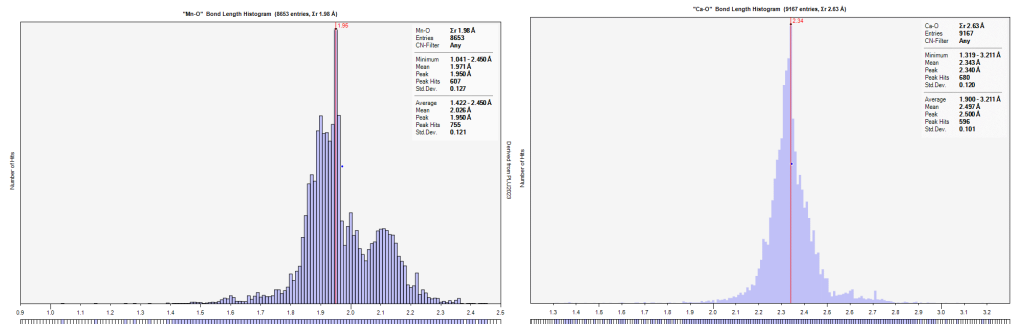


ә)

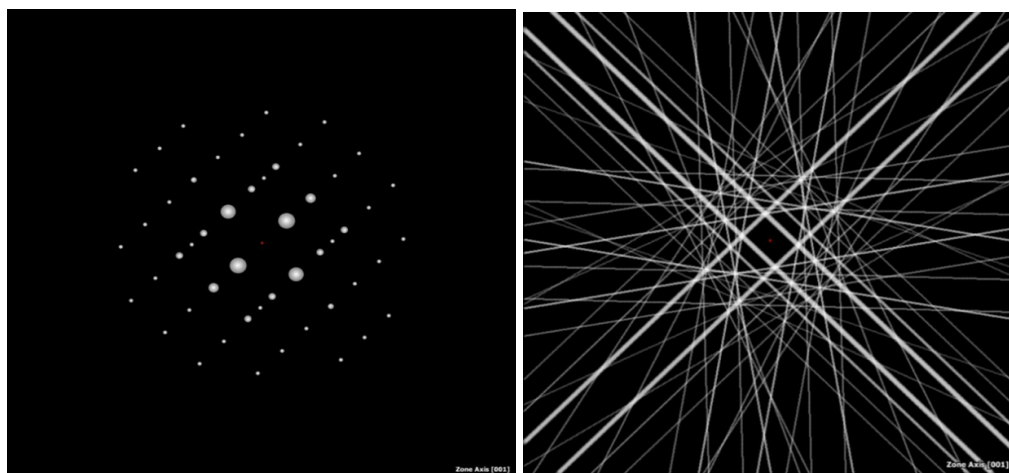
Сурет 3 - (а,ә) - Печини әдісімен (а) және Жасыл синтез әдісімен синтезделіп алынған (ә)  $\text{CaMnO}_{2.98}$  рентгенографиялық дифрактограммасы



Сурет 4 -  $\text{CaMnO}_{2.98}$  құрылымының кеңістіктегі бейнесі



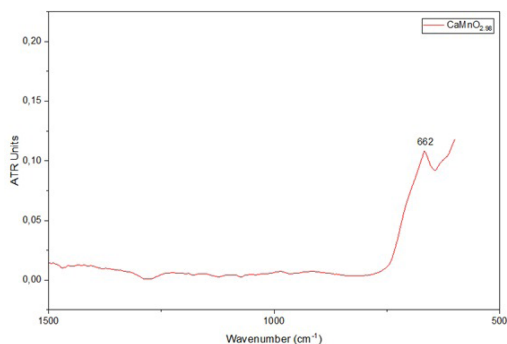
Сурет 5 - (а,ә) - а) Mn-O және ә) Ca-O арасындағы байланыс ұзындығының гистограммасы



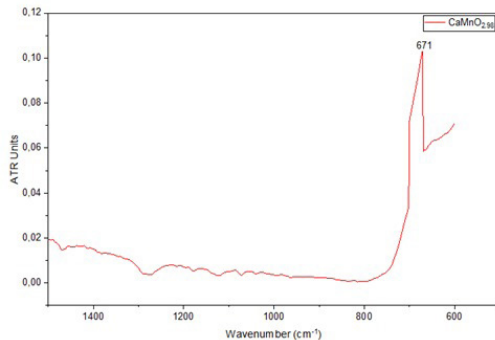
Сурет 6 - (а,ә) - CaMnO<sub>2,98</sub> құрылымының (а) SAED Pattern және (ә) EBSD Pattern талдаулары

### Инфрақызыл спектроскопиялық (FTIR) талдау нәтижелері

Инфрақызыл спектроскопия (FTIR) перовскит құрылымды кальций манганиті туралы ақпаратты жұтылған жиіліктер арқылы береді. Яғни оның көмегімен синтезделген үлгілердің химиялық құрылымын, функционалдық топтарын және металл-оттегі байланыстарын анықтауға болады. Зерттеу Bruker ALPHA спектрометрінде (Эттлинген, Германия) бөлме температурасында 1 см<sup>-1</sup> спектрлік арақашықтық арқылы жүргізілді. Осы арқылы тербеліс жиіліктері бойынша заттың функционалдық топтарын анықтауға мүмкіндік береді (7-сурет).



а)

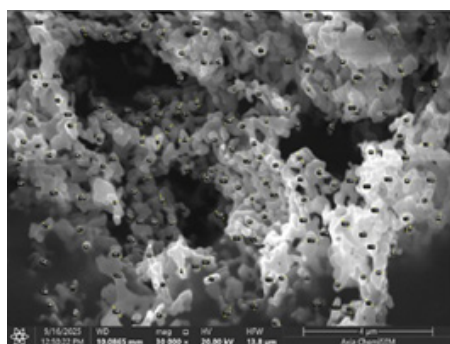


ә)

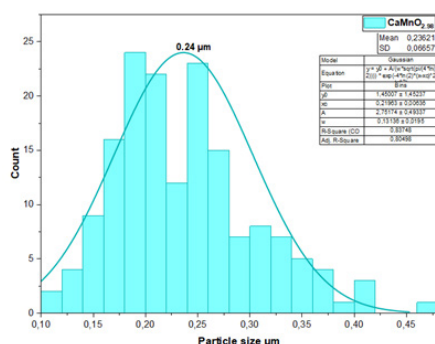
Сурет-7 (а,ә) - (а) Печини әдісімен және (ә) Жасыл синтез әдісімен синтезделген  $\text{CaMnO}_{2.98}$  қосылысының ИҚ спектрлері

*SEM-EDX әдісімен талдау нәтижелері*

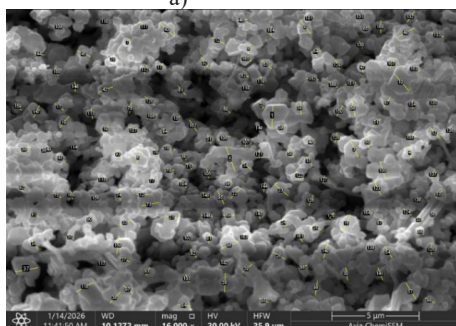
Сканерлеуші электронды микроскоп (SEM) арқылы қатты материалдың бетін өте жақын көрсететін дәрежеде үлкейту арқылы зерттеуге болады. Детектор арқылы тіркелген шашыраған электрондар осылай зерттеп алған үлгі туралы мәліметтер бере алады. Осы негізде  $\text{CaMnO}_{2.98}$  морфологиялық құрылымы сканерлеуші электрондық микроскопия (SEM) көмегімен анықталды (8-сурет).



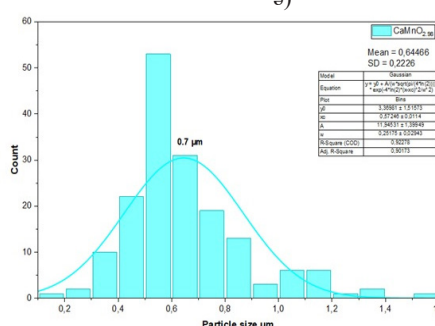
а)



ә)



б)



в)

Сурет-8 (а,ә,б,в) - Печини әдісі (а) және Жасыл синтез (б) арқылы алынған  $\text{CaMnO}_{2.98}$  сканерлеуші электрондық микросуреті, бөлшектер өлшемінің өзара таралу диаграммасы (ә), (в)

**Нәтижелерді талқылау***XRD нәтижелерін талқылау*

3(a, ә)-суреттерінде рентгендік дифракция нәтижелері үлгінің бір фазалы екенін анық көрсетеді. Нақты анықталған шыңдар материалдың жоғары кристалдық құрамын көрсетеді.

Кесте 2 – Фазалардың кристаллографиялық мәндері

Фаза атауы	Сингония түрі	a, Å	b, Å	c, Å	$V_{\text{ун}}^*$ , (Å <sup>3</sup> )	Z	Тығыздығы ( $\rho_{\text{рентг}}$ , г/см <sup>3</sup> )	Кеңістіктегі тобы
CaMnO <sub>2.98</sub>	орторомбты	5.27	7.46	5.28	207.92	4	4.55	Pnma
CaMnO <sub>2.98</sub>	орторомбты	5.28	5.26	7.45	207.24	4	4.56	Pnma

2-кестеде XRD кристаллографиялық мәндері арқылы алынған негізгі мәндер көрсетілген. Осы нәтижелер бойынша екі әдіспен алынған үлгілердің негізгі фазасы орторомбты сингонияға сәйкес химиялық формуласы бар CaMnO<sub>2.98</sub> қосылысы болып табылады. Печини әдісімен алынған үлгінің торлы параметрлері: қабырғаларының ұзындықтары a = 5.27 Å, b = 7.46 Å, c = 5.28 Å, бірлік ұяшық көлемі V = 207.92 Å<sup>3</sup>. Жасыл синтез арқылы алынған үлгіде бұл мәндер өзгерді және a = 5.28 Å, b = 5.26 Å, c = 7.45 Å, V = 207.24 Å<sup>3</sup> болды.

Бұл айырмашылық үлгінің кристалдық торының аздап тығыздалуымен және жасыл синтез процесі кезінде биологиялық реагенттер әсерінен болатын өзгерістермен түсіндіріледі. Сонымен қатар, дифракцияның екі үлгісінде де нақты шыңдар синтезделген материалдардың жақсы кристалданғанын көрсетеді. Кеңістіктік симметрия тобы Pnma, үлгілердің перовскит тәрізді құрылымын көрсетеді. Печини әдісімен синтезделген CaMnO<sub>2.98</sub> тығыздығы 4,55 г/см<sup>3</sup> құрайды, бұл жасыл синтез әдісімен алынған үлгінің мәніне жақын.

4-суретте көрсетілгендей, перовскит CaMnO<sub>2.98</sub> орторомбты құрылымға ие (Pnma кеңістік тобы). Кеңістікте Ca<sup>2+</sup> ионы Mn<sup>4+</sup> ионымен байланысқан. Тор ұяшықтары оттегі арқылы ортақ бұрышпен байланысып, тордың тұрақтылығын қамтамасыз етеді.

5(a, ә)-суретінен көріп отырғанымыздай, CaMnO<sub>2.98</sub> перовскит құрылымын Mn-O және Ca-O байланыстары арқылы қарастырғанда, оның орторомбты тор құрылымы анық көрінеді.

Кесте 3 – CaMnO<sub>2.98</sub> перовскитіндегі Mn-O және Ca-O байланыстарының құрылымдық параметрлері

Байланыстар	Минимум мәні	Орташа шыңы	Шыңдардың саны	Стандартты ауытқуы
Mn-O	1.041 - 2.450 Å	1.971 Å	607	0.127
Ca-O	1.319 - 3.211 Å	2.343 Å	680	0.120

3-кестеде CaMnO<sub>2.98</sub> перовскит құрылымындағы Mn-O және Ca-O атомаралық өзара байланыстарының мәндік көрсеткіштері көрсетілген. Mn-O байланысының ұзындығы 1,041-ден 2.450 Å-ге дейінгі мәнді құраса, орташа шыңы 1.971 Å.

Төмен стандартты ауытқу (0,127) тордың аз деформацияларын көрсетеді. Са-О байланысының ұзындығы 1.319-дан 3.211 Å-ге дейін, орташа шыңы 2.343 Å. Бұл  $\text{Ca}^{2+}$  иондарының перовскит торында әртүрлі координация ортасында екенін көрсетеді.

Са-О байланыстары үшін салыстырмалы төмен стандартты ауытқу мәндері (0,120) тұрақтылықты көрсетеді. Негізінен, көрсетілген Mn-О және Са-О байланыс параметрлері  $\text{CaMnO}_{2,98}$  перовскиттің жақсы қалыптасқан орторомбты құрылымын және оның жоғары кристалдық сапасын дәлелдейді.

б(а, ә)-суретте көрсетілгендей,  $\text{CaMnO}_{2,98}$  перовскиттің микроқұрылымы EBSD және SAED көмегімен зерттелді. EBSD талдауы материалдың таза перовскит екенін және ешқандай қосымша фазалардың жоқ екенін көрсетті. Граиндердің мөлшері 1–5 мкм болды, шекаралары анық, ал мүлдем басқаша сипаттағы граиндердің шекаралары мәні жағынан көбірек болды. Бұл жоғары кристалдылықты көрсетеді.

SAED дифракциялық үлгілері қабаттасатын шеңберлер  $\text{CaMnO}_{2,98}$  перовскиттің таза орторомбты (Pnma) құрылымының болуын растады. Олардың айқын көрінуі үлгінің жақсы кристалдылығын көрсетеді. SAED және EBSD нәтижелері  $\text{CaMnO}_{2,98}$  перовскитінің жоғары кристалдылыққа, таза фазалық құрамға ие екенін көрсетеді. Бұл қасиеттер оны катализаторларда, электрохимиялық құрылғыларда және басқа функционалдық материалдарда қолдануға жарамды етеді.

#### *FTIR нәтижелерін талқылау*

662  $\text{cm}^{-1}$  және 671  $\text{cm}^{-1}$  спектріндегі жұтылу жолақтары металл-оттегі байланыстарының тербелістері болып табылады. Бұл жиіліктер Са-О, Mn-О байланыстарына тән болып, материалда сәйкес металл оксидтерінің түзілуін көрсетеді. Сонымен қатар, тербеліс жиіліктері металл иондарының оттегімен байланысуына сәйкес өзгеріске ұшырауы мүмкін.

#### *SEM-EDX нәтижелерін талқылау*

Морфология сканерлеуші электрондық микроскопия (SEM) деректері арқылы талданды. Бұл деректердің талдамасында EDS жүйесі қолданылды. Алынған мәліметтер бойынша 4 мкм және 5 мкм беттік өлшемдер орташа бөлшектер өлшемі тиісінше 0,24 мкм және 0,7 мкм екенін көрсетті. Бөлшектердің салыстырмалы түрде біркелкі пішіні мен мөлшері алынған  $\text{CaMnO}_{2,98}$  құрылымының дұрыстығын көрсетеді.

**Қорытынды.** Бұл зерттеу жұмысында екі түрлі синтез әдістері арқылы перовскит құрылымынан тұратын  $\text{CaMnO}_{2,98}$  синтезделіп алынды. Сонымен қатар, оның құрылымдық және морфологиялық қасиеттері XRD, FTIR, SEM сияқты құрылғылар мен деретер базасы арқылы зерттелді. Синтез әдістері ретінде Печини золь-гель әдісі және Жасыл синтез әдісі қолданылды. Печини әдісі металл иондарын органикалық қосылыстармен (лимон қышқылы және этиленгликоль) комплекстеуге қолданылды. Нәтижесінде біркелкі гель түзуіліп, біртекті материал алынды. Экологиялық тұрғыдан таза әдіс ретінде Жасыл синтез әдісі қолданылды. Бұл әдісте алоэ сығындысы мен металл иондарын әрекеттестіру арқылы перовскит құрылымы бар  $\text{CaMnO}_{2,98}$  алынды.

Үлгілер XRD талдауынан өтіп, ол туралы мәліметтер арнайы нақты шыңдар

арқылы анықталды. Дифрактограммадағы шындардың айқындығы синтезделіп алынған материалдың жоғары кристалдық сапада екендігін көрсетті. Бұл оның біртекті құрылымы бар екенін дәлелдейді. Кристалл құрылымын талдау барысында екі үлгі де орторомбты сингонияға жататыны анықталды. Печини әдісімен алынған үлгінің тор параметрлерінде кристалдық ұяшық қабырғаларының ұзындығы  $a = 5.27 \text{ \AA}$ ,  $b = 7.46 \text{ \AA}$ ,  $c = 5.28 \text{ \AA}$ , элементар ұяшықтың көлемі  $V = 207.92 \text{ \AA}^3$ , ал жасыл синтез кезінде алынған мәндер  $5.28 \text{ \AA}$ ,  $b = 5.26 \text{ \AA}$ ,  $c = 7.45 \text{ \AA}$ ,  $V = 207.24 \text{ \AA}^3$  құрады.

Mn–O байланыстары  $1.041\text{--}2.450 \text{ \AA}$  аралығында болды, орташа мәні  $1.971 \text{ \AA}$  және стандартты ауытқуы  $0.127$  құрады. Бұл  $\text{MnO}_6$  октаэдрлерінің тұрақтылығын көрсетеді. Ca–O байланыстары  $1.319\text{--}3.211 \text{ \AA}$  аралығында болды, орташа мәні  $2.343 \text{ \AA}$  және стандартты ауытқуы  $0.120$  болды. Осы мәндер тордағы  $\text{Ca}^{2+}$  иондарының тұрақтандырғыш рөлін көрсетеді. Бұл нәтижелер  $\text{CaMnO}_{2.98}$  перовскитінің орторомбты құрылымы тұрақты және жоғары кристалдық сапада екенін көрсетеді.

$\text{CaMnO}_{2.98}$  перовскитінің таза орторомбты фазаға сәйкес келетінін дәлелдеу мақсатында EBSD және SAED талдаулары жүргізілген болатын. Сонымен қатар, жоғары кристалдық сапасымен және біртекті микроқұрылымымен түзілгенін көрсетті. Түйіршіктердің өткір шекаралары құрылымдық тұрақтылықты көрсетеді. Алынған нәтижелер  $\text{CaMnO}_{2.98}$  перовскит каталитикалық, электрохимиялық және функционалдық қолдану үшін жақсы материал екенін дәлелдейді.

Морфологиялық талдау SEM көмегімен жүргізілді және бөлшектердің орташа өлшемі  $0.24 \text{ мкм}$  және  $0.7 \text{ мкм}$  екені анықталды. Үлгі бетіндегі элементтердің біркелкі таралуы алынған материалдың сәтті синтезін көрсетеді. FTIR талдауы кезінде спектрдегі  $662 \text{ см}^{-1}$  және  $671 \text{ см}^{-1}$  аймақтарында байқалған жолақтар металл-оттегі байланыстарының тербелістеріне сәйкес келді. Бұл жиіліктер материалдағы сәйкес металл оксидтерінің түзілуін көрсететін Ca–O, Mn–O байланыстарына тән.

Қорытындылай келе,  $\text{CaMnO}_{2.98}$  біртекті құрылымы мен ерекше морфологиялық қасиеттерінің арқасында энергетика және қоршаған орта салаларында қолдануға жарамды көп функционалды материал ретінде ерекшеленеді.

### References

- Abdel-Khalek E.K., Mohamed E.A., & Ismail Y.A.M. (2025) Study the role of oxygen vacancies and Mn oxidation states in nonstoichiometric  $\text{CaMnO}_{3-\delta}$  perovskite nanoparticles. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 113(2)7 — P. 461–472. <https://doi.org/10.1007/s10971-024-06632-1> (in English)
- Afre R.A., & Pugliese D. (2024) Perovskite Solar Cells: A Review of the Latest Advances in Materials, Fabrication Techniques, and Stability Enhancement Strategies. *Micromachines*, 15(2). — 192 p. <https://doi.org/10.3390/mi15020192> (in English)
- Andoulsi-Fezei R., & Horchani-Naifer K. (2023) Investigations on the electric and dielectric response in  $\text{CaMnO}_{3-\delta}$  perovskite. *Bulletin of Materials Science*, 46(3). — 177 p. <https://doi.org/10.1007/s12034-023-03018-x> (in English)
- Aswathy P.K., Ganga R., & N Rajendran D. (2022). Impact of A-site calcium on structural and electrical properties of samarium cobaltite perovskites. *Solid State Communications*, 350, 114748. <https://doi.org/10.1016/j.ssc.2022.114748> (in English)
- Badreldin A., Abusrafa A.E., & Abdel-Wahab A. (2020) Oxygen-deficient perovskites for oxygen evolution reaction in alkaline media: A review. *Emergent Materials*, 3(5). — P. 567–590. <https://doi.org/10.1007/s42247-020-00123-z> (in English)

- Duan T., Mora-Seró I., & Zhou Y. (2024) Introduction to Perovskite. In Y. Zhou & I. Mora Seró (Eds.), *Halide Perovskite Semiconductors* (1st ed., pp. 1–8). Wiley. <https://doi.org/10.1002/9783527829026.ch1> (in English)
- Gastaldi J., Brorsson J., Hellman A., & Mattisson T. (2026) Electronic Structure and Defect-Induced Properties of Oxygen-Deficient  $\text{CaMnO}_{3-\delta}$ : Insights from First-Principles Calculations. *The Journal of Physical Chemistry C*, 130(4). — P. 1726–1735. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.5c06816> (in English)
- Gubareva I.S., Gaan A.A., Belova O.V., Novozhenov V.A., Smagin V.P., Kalinin A.I., & Zatonskaya L.V. (2023) Sintez i kharakterizatsiya gallata gadoliniya perovskitnoy struktury: JZSKAR. [Synthesis and Characterization of Gadolinium Gallate with a Perovskite Structure: JZSKAR]. *Polzunovskiy Vestnik*, (2). — P. 238–244. (in Russian) <https://doi.org/10.25712/ASTU.2072-8921.2023.02.031> (in Russian)
- Kuganathan N., & Chronos A. (2021) Defect and dopant properties in  $\text{CaMnO}_3$ . *AIP Advances*, 11(5). — 055106 p. <https://doi.org/10.1063/5.0048401> (in English)
- Li X., Faust R., Purnomo V., Mei D., Linderholm C., Lyngfelt A., & Mattisson T. (2024) Performance of a perovskite-structured calcium manganite oxygen carrier produced from natural ores in a batch reactor and in operation of a chemical-looping combustion reactor system. *Chemical Engineering Journal*, 497. — 154516 p. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2024.154516> (in English)
- Löhnert R., & Töpfer J. (2022). Enhancing the thermoelectric properties of  $\text{CaMnO}_{3-\delta}$  via optimal substituent selection. *Journal of Solid State Chemistry*, 315, 123437. <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2022.123437> (in English)
- Ma S., Min J., Zhou Y., Yang T., Zhao X., & Shih K. (2025) Beyond  $\text{CaMnO}_{3-\delta}$ : Unlocking Cation and Oxygen Vacancies and Potential Thermal Energy Storage in  $\text{Ca}(1-x)\text{Mn}_2\text{O}_{4-\delta}$ . *Materials Today Energy*, 53. — 102040 p. <https://doi.org/10.1016/j.mtener.2025.102040> (in English)
- Nandan K.R., Lobo L.S., Murugesan G., Maruthi N., & Ruban Kumar A. (2022). Dielectric relaxation in  $\text{CaMnO}_3$  ceramics synthesized by sol–gel method. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 33(11). — P. 8355–8360. <https://doi.org/10.1007/s10854-021-06185-x> (in English)
- Nurhaziqah A.M.S., Afiqah I.Q., Hisam Abd. Aziz M.F., Aziz N.A.N., Zalani Daud M., Hasiah S., & Nurhayati I. (2020). Microstructure Study of Calcium Manganese Oxide ( $\text{CaMnO}_3$ ) as Perovskite Materials. *Journal of Physics: Conference Series*, 1535(1), 012024. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1535/1/012024> (in English)
- Pant M., & Mahapatro A.K. (2025) Giant dielectric constant in calcium manganese oxide ceramics. *Journal of Alloys and Compounds*, 1038. — 182875 p. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2025.182875> (in English)
- Pokutnyi S. & Gromovoy T. & Korochkova T. & Mashira V. & Moshkivska N. (2025) New possibilities for using perovskites for defense technologies. *Surface*. DOI: 17. 101 - 115. 10.15407/Surface.2025.17.101 (in English)
- Rosa J.P.M.M., Torres S.O.A., Thomazini D., & Gelfuso M.V. (2024) Microwave sintering of  $\text{CaMnO}_3$  thermoelectric perovskites synthesized by modified Pechini method. *Materials Science and Engineering: B*, 299, 116956. <https://doi.org/10.1016/j.mseb.2023.116956> (in English)
- Suresh S., Vindhya P.S., & Kavitha V.T. (2024) A comprehensive study of dielectric, magnetic and anticancerous properties of lanthanum manganite perovskite nanoparticles. *Journal of Alloys and Compounds*, 976, 173222. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.173222> (in English)
- Yu N., Nair M.M., & Mahinpey N. (2019) Structure and phase evolution of  $\text{CaMnO}_3$  perovskite during isothermal redox cycles. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 97(7). — P. 2131–2136. <https://doi.org/10.1002/cjce.23495> (in English)
- Zhao J.W., Li Y., Luan D., & Lou X.W. (David) (2024) Structural evolution and catalytic mechanisms of perovskite oxides in electrocatalysis. *Science Advances*, 10(39), eadq4696. <https://doi.org/10.1126/sciadv.adq4696> (in English)

<https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.352>

IRSTI 33.24.20

UDC 543.42

© Medeuova G.Zh., Azimbayeva G.E., Kaliyeva A.N.\*, Sadykova D.A.,  
Anuarova L.E., 2026.

Kazakh National Women's Teacher Training University, Almaty, Kazakhstan.

E-mail: anar.kaliyeva28@gmail.com

### DETERMINATION OF VITAMINS IN *POLYGONUM AVICULARE* L. USING CAPILLARY ELECTROPHORESIS

**Medeuova Galiya** — Cand. Sci. (Agric.), Associate Professor, Kazakh National Women's Teacher Training University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: medeuova.galiya96@gmail.com; <https://orcid.org/0000-0003-3750-4758>;

**Azimbayeva Gulbayra** — Candidate of Chemical Sciences, Acting professor, Kazakh National Women's Teacher Training University, Almaty, Kazakhstan,

Email: gulbayra60@qyzpu.edu.kz; <https://orcid.org/0000-0002-6558-8146>;

**Kaliyeva Anar** — PhD, Associate Professor, Kazakh National Women's Teacher Training University, Almaty, Kazakhstan,

Email: anar.kaliyeva28@gmail.com; <https://orcid.org/0000-0003-2429-2610>;

**Sadykova Damezhan** — PhD, Senior lecturer, Kazakh National Women's Teacher Training University, Almaty, Kazakhstan,

Email: Sadykovadameli77@gmail.com; <https://orcid.org/0000-0003-0092-4636>;

**Anuarova, Lyailya** — candidate of Biological Sciences, Associate Professor, Kazakh National Women's Teacher Training University, Almaty, Kazakhstan,

Email: anuarova1968@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0003-1761-26557>.

**Abstract.** This study presents the quantitative analysis of water-soluble and fat-soluble vitamins in the aerial parts of *Polygonum aviculare* L. (Polygonaceae) using capillary electrophoresis. B-group vitamins (B1, B2, B3, B5, B6, B9), as well as vitamins C and E, were determined. *Polygonum aviculare* L. is a valuable medicinal plant widely used in traditional medicine. Infusions prepared from the aerial parts collected during flowering exhibit anti-inflammatory, hemostatic, hypotensive, diuretic, and vitamin effects, and are used in the treatment of chronic gastritis, gastric ulcers, bronchitis, kidney stones, uterine bleeding, cystitis, pulmonary tuberculosis, and other diseases. The study object included the leaves, stems, and roots of *Polygonum aviculare* L., collected in September 2024 in Akzhar village, Karasai district, Almaty region. Vitamin content was determined by capillary electrophoresis, micellar electrokinetic chromatography, and vitamin E was quantified according to GOST 27547–87. Results showed the distribution of vitamins B1, B2, B3, B5, B6, B9, and vitamins C and E

in different morphological parts. B1 content in leaves was 2.75 times lower than in stems and roots. B2 content in stems and roots was 1.86 and 2.65 times lower than in leaves, respectively. B6 was predominantly in leaves. Vitamin C content was 0.18 mg/100 g in leaves, 1.17 times higher in stems, and 2.65 times lower in roots. Vitamins B3 and B5 were mainly present in stems, B9 only in leaves (0.003 mg/100 g). Vitamin E ( $\alpha$ -,  $\gamma$ -, and  $\sigma$ -tocopherols) showed uneven distribution:  $\alpha$ -tocopherol predominated in roots and stems,  $\gamma$ -tocopherol in roots,  $\sigma$ -tocopherol in leaves and stems. The results confirm the high vitamin value of *Polygonum aviculare* L. and support its application in pharmacology and herbal preparations.

**Keywords:** *Polygonum aviculare* L., vitamins, B-group vitamins, vitamin C, vitamin E, capillary electrophoresis, plant morphological parts

*For citations: Medeuova G.Zh., Azimbayeva G.E., Kaliyeva A.N., Sadykova D.A., Anuarova L.E. Determination of vitamins in polygonum Aviculare L. using capillary electrophoresis. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.1. — P. 238–250. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.352>*

© Медеуова Г.Д., Азимбаева Г.Е., Калиева А.Н.\*, Садыкова Д.А.,  
Ануарова Л.Е., 2026.

Қазақ ұлттық қыздар педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан.  
mail: [anar.kaliyeva28@gmail.com](mailto:anar.kaliyeva28@gmail.com)

## POLYGONUM AVICULARE L. ӨСІМДІГІНІҢ ҚҰРАМЫНДАҒЫ ДӘРУМЕНДЕРДІ КАПИЛЛЯРЛЫ ЭЛЕКТРОФОРЕЗ ӘДІСІМЕН АНЫҚТАУ

**Медеуова Галия** — қауымдастырылған профессор, ауыл шаруашылығы ғылымдарының кандидаты, Қазақ ұлттық қыздар педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан,  
Email: [medeuova.galiya96@gmail.com](mailto:medeuova.galiya96@gmail.com), <https://orcid.org/0000-0003-3750-4758>;

**Азимбаева Гүлбайра** — профессор міндетін атқарушы, химия ғылымдарының кандидаты, Қазақ ұлттық қыздар педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан,  
Email: [gulbayra60@qyzpu.edu.kz](mailto:gulbayra60@qyzpu.edu.kz), <https://orcid.org/0000-0002-6558-8146>;

**Калиева Анар** — PhD, қауымдастырылған профессор, Қазақ ұлттық қыздар педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан,  
Email: [anar.kaliyeva28@gmail.com](mailto:anar.kaliyeva28@gmail.com), <https://orcid.org/0000-0003-2429-2610>;

**Садыкова Дамежан** — PhD, аға оқытушысы, Қазақ ұлттық қыздар педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан,  
Email: [Sadykovadamej77@gmail.com](mailto:Sadykovadamej77@gmail.com), <https://orcid.org/0000-0003-0092-4636>;

**Ануарова Ляйля** — б.ғ.к., қауымдастырылған профессор, Қазақ ұлттық қыздар педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан,  
Email: [anuarova1968@gmail.com](mailto:anuarova1968@gmail.com), <https://orcid.org/0000-0003-1761-26557>.

**Аннотация.** Бұл жұмыста *Polygonum aviculare* L. (Polygonaceae) өсімдігінің жер үсті бөлігіндегі суда еритін және суда ерімейтін дәрумендердің сандық мөлшері капиллярлық электрофорез әдісімен анықталды. Зерттеу барысында В тобы дәрумендері (B1, B2, B3, B5, B6, B9), сондай-ақ С және Е дәрумендерінің

мөлшері анықталды. *Polygonum aviculare* L. – халықтық медицинада кеңінен қолданылатын құнды дәрілік өсімдік. Өсімдіктің гүлдену кезеңінде жиналған жер үсті бөлігінен дайындалған тұнбалар қабынуға қарсы, қан тоқтататын, гипотензивті, несеп айдағыш және дәрумендік әсерге ие болып, созылмалы гастрит, асқазан жарасы, бронхит, бүйрек тастары, жатырдан қан кету, цистит, өкпе туберкулезі және басқа да ауруларды емдеуде қолданылады. Зерттеу нысаны ретінде Алматы облысы, Қарасай ауданы, Ақжар елді мекенінен 2024 жылдың қыркүйек айында жиналған *Polygonum aviculare* L. өсімдігінің жапырағы, сабағы және тамыры пайдаланылды. Дәрумендердің сандық мөлшері капиллярлық электрофорез, мицеллярлық электрокинетикалық хроматография әдістерімен, ал Е дәрумені ГОСТ 27547–87 әдісі бойынша анықталды. Зерттеу нәтижелері бойынша В1 (тиамин хлориді), В2 (рибофлавин), В3 (пантотен қышқылы), В5 (никотин қышқылы), В6 (пиридоксин), В9 (фолий қышқылы) және С (аскорбин қышқылы), Е дәрумендерінің өсімдіктің әртүрлі морфологиялық бөліктерінде таралу ерекшеліктері анықталды. Жапырақтағы В1 дәруменінің мөлшері сабағы мен тамырына қарағанда 2,75 есе төмен болды. В2 дәрумені сабағында 1,86 есе, тамырында 2,65 есе аз, В6 дәрумені жапырақта басым болды. С дәрумені жапырақта 0,18 мг/100 г құрап, сабағында 1,17 есе көп, тамырында 2,65 есе аз. В3 және В5 дәрумендері негізінен сабағында, В9 тек жапырағында анықталды. Е дәруменінің  $\alpha$ -,  $\gamma$ -,  $\sigma$ -токоферолдары әртүрлі бөліктерде әркелкі таралғаны көрсетілді. Алынған нәтижелер *Polygonum aviculare* L. өсімдігінің дәрумендік құндылығын ғылыми тұрғыдан дәлелдеп, оны фармакология мен фитопрепараттарда қолдану мүмкіндігін көрсетеді.

**Түйін сөздер:** *Polygonum aviculare* L., дәрумендер, В дәрумендері, С дәрумені, Е дәрумені, капиллярлық электрофорез, өсімдіктің морфологиялық бөліктері

© Медеуова Г.Д., Азимбаева Г.Е., Калиева А.Н.\*, Садыкова Д.А.,  
Ануарова Л.Е., 2026.

Казахский национальный женский педагогический университет,  
Алматы, Казахстан.

E-mail: anar.kaliyeva28@gmail.com

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВИТАМИНОВ СОДЕРЖАЩИХСЯ В РАСТЕНИИ *POLYGONUM AVICULARE* L., МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА

**Медеуова Галия** — кандидат сельскохозяйственных наук, ассоциированный профессор, Казахский национальный женский педагогический университет, Алматы, Казахстан,

E-mail: medeuova.galiya96@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0003-3750-4758>;

**Азимбаева Гулбайра** — кандидат химических наук, и.о. профессор, Казахский национальный женский педагогический университет, Алматы, Казахстан,

E-mail: gulbayra60@qyzpu.edu.kz, <https://orcid.org/0000-0002-6558-8146>;

**Калиева Анар** — PhD, ассоциированный профессор, Казахский национальный женский педагогический университет, Алматы, Казахстан,

E-mail: anar.kaliyeva28@gmail.com@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0003-2429-2610>;

**Садыкова Дамежан** — PhD, старший преподаватель, Казахский национальный женский педагогический университет, Алматы, Казахстан,

E-mail: Sadykovadamel177@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0003-0092-4636>;

**Ануарова Ляйля** — кандидат биологических наук, ассоциированный профессор, Казахский национальный женский педагогический университет, Алматы, Казахстан,

E-mail: anuarova1968@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0003-1761-26557>.

**Аннотация.** В данной работе представлены результаты количественного анализа водорастворимых и жирорастворимых витаминов в надземной части растения *Polygonum aviculare* L. (Polygonaceae) методом капиллярного электрофореза. Были определены витамины группы В (В1, В2, В3, В5, В6, В9), а также витамины С и Е. *Polygonum aviculare* L. является ценным лекарственным растением, широко используемым в народной медицине. Настои из надземной части растения, собранной в период цветения, обладают противовоспалительным, гемостатическим, гипотензивным, диуретическим и витаминным действием и применяются при хроническом гастрите, язвенной болезни, бронхите, камнях в почках, маточных кровотечениях, цистите, туберкулезе лёгких и других заболеваниях. Объектом исследования служили листья, стебли и корни *Polygonum aviculare* L., собранные в сентябре 2024 года в селе Акжар Карасайского района Алматинской области. Количественный состав витаминов определялся методами капиллярного электрофореза и мицеллярной электрокинетической хроматографии, а содержание витамина Е - по ГОСТ 27547–87. Результаты показали различное распределение витаминов В1, В2, В3, В5, В6, В9, а также витаминов С и Е в различных морфологических частях растения. Так, содержание витамина В1 в листьях оказалось в 2,75 раза ниже, чем в стеблях и корнях. Витамин В2 содержится в стебле в 1,86 раза, а в корне в 2,65 раза меньше, чем в листьях. Витамин В6 преимущественно сосредоточен в листьях. Содержание витамина С составило 0,18 мг/100 г в листьях, в стебле - в 1,17 раза больше, а в корне - в 2,65 раза меньше. Витамины В3 и В5 обнаружены преимущественно в стебле, витамин В9 - только в листьях (0,003 мг/100 г). Витамин Е ( $\alpha$ -,  $\gamma$ - и  $\delta$ -токоферолы) распределяется неравномерно:  $\alpha$ -токоферол преобладает в корнях и стеблях,  $\gamma$ -токоферол - в корнях,  $\delta$ -токоферол - в листьях и стеблях. Полученные данные подтверждают высокую витаминную ценность *Polygonum aviculare* L. и обосновывают его использование в фармакологии и разработке фитопрепаратов.

**Ключевые слова:** *Polygonum aviculare* L., витамины, витамины группы В, витамин С, витамин Е, капиллярный электрофорез, морфологические части растения

**Introduction.** For centuries, natural raw materials have served as the primary source for medicinal compounds. At the present stage, special attention is given to the development and use of plant-based medicinal preparations, reflecting a stable trend aimed at expanding the range of domestic herbal products. This interest is explained by the relatively low toxicity of medicinal plant raw materials, their non-addictive properties, and the rare occurrence of allergic reactions. Medicinal plants play an important role

for both humans and society. Their value is determined by the presence of biologically active compounds, such as alkaloids, tannins, flavonoids, phenolic compounds, and vitamins, which exert specific physiological effects on the human body. These properties provide the basis for the pharmacological use of plants and their application for dietary and therapeutic purposes (Kaliyeva et al., 2024; Rakhimberdiyeva et al., 2022).

Several studies on *Polygonum aviculare* L. have demonstrated that its accumulation of biologically active compounds, particularly flavonoids, is dependent on environmental factors. Specifically, research conducted on the synanthropic flora of the Rostov region assessed the relative content of avicularin flavonoids in plants collected at varying distances from railways and low-intensity roads. These findings indicate that anthropogenic influences directly affect the biosynthesis of secondary metabolites.

*Polygonum aviculare* L., commonly known as common knotgrass, is an annual plant belonging to the genus *Polygonum* of the family *Polygonaceae*. To date, more than 300 species within this genus have been described. Members of the genus *Polygonum* have historically been used by various cultures in traditional medicine as both dietary and medicinal plants. This species is widely distributed across Central Asia, the Caucasus, Eastern and Western Siberia, the Far East, North America, Africa, and Australia.

**Literary review.** In traditional medicine, *Polygonum aviculare* has been used in the form of tinctures, ointments, and powders to treat cardiovascular diseases, as well as for its anti-inflammatory and hemostatic effects, and in the management of diabetes, nervous system disorders, cough, skin diseases, anemia, diarrhea, hypertension, hepatitis, cancer, snake bites, and various urological conditions (Bralley et al., 2008; Hasan, 2009; Wang et al., 2005; Yim et al., 2000). Additionally, knotgrass has been shown to possess antibacterial and antiviral properties, which are directly associated with its chemical composition. Representatives of the family *Polygonaceae* have been reported to contain vitamins, macro- and microelements, flavonoids, triterpenoids, anthraquinones, coumarins, phenylpropanoids, lignans, sesquiterpenoids, stilbenoids, tannins, and other biologically active compounds (Hyoung et al., 1994; Jansone, 2015).

N.M. Mukhitdinov, R.A. Muzychkina, and colleagues were the first to conduct a comparative phytochemical study of four *Polygonum* species in relation to their growth regions and experimentally identified the species suitable for large-scale production (Mukhitdinov et al., 2015). According to the literature, knotgrass contains avicularin flavonoids, up to 0.9% ascorbic acid of dry weight, vitamins K and E, carotene, silicic acid and its soluble compounds, resins, bitter substances, mucilage, oils, sugars, up to 0.35% tannins, and trace amounts of essential oils. N. Tupitsina conducted a comprehensive study of representatives of the family *Polygonaceae* Juss. occurring in the southern flora of the Krasnoyarsk region, covering 54 species belonging to 13 genera and 4 taxa of the subfamily *Polygonoideae*.

N.A. Yunuskhajeva and V.N. Abdullabekova studied the chemical composition of *Polygonum aviculare* L. and isolated the flavonoids avicularin, liquiritin, and cinnaroside from the aerial parts of the plant, while also determining the content of polysaccharides, macro- and microelements, and vitamin K<sub>1</sub> (Yunuskhajeva et al., 2012). Using an ultrasonic bath method, a 14% ethanol extract of *Polygonum aviculare* L. was found to

contain a high level of phenolic compounds (976 mg GAE/g) (Holmatova et al., 2024). According to studies, the total protein content is higher in leaves than in roots, and using HPLC, 20 amino acids were identified in leaves compared to 19 in roots. Regarding water-soluble vitamins, 4 were detected in leaves and 2 in roots. These findings support the feasibility of using different parts of the plant in the production of medicinal preparations and biologically active supplements. The results of the study indicate that under normal anthropogenic influence, the synthesis of polyphenolic compounds can be induced, whereas complex toxic stress leads to suppression of the antioxidant system and a decrease in the biosynthesis of phenolic compounds. These conclusions are consistent with similar studies conducted in the Voronezh region and provide insights into the general patterns of flavonoid biosynthesis across different ecotopes (Selivanova et al., 2022).

In Kazakhstan, research on *Polygonum aviculare* L. over the past decade has been categorized into several directions. Pharmacogenetic and technological studies have led to the development of ointments for dermatological purposes based on *P. aviculare* extracts, and their quality indicators have been evaluated, representing preclinical-level investigations (Ergazina et al., 2024). The anticorrosive and applied properties of knotgrass extracts have been experimentally studied in the Western Kazakhstan regions, and the reliability of the obtained results was confirmed through methodological rigor. Floristic and botanical reviews have described the distribution and resource potential of *Polygonaceae* representatives within the territory of Kazakhstan, providing an important source of information for future systematic reviews (Abdrakhmanova et al., 2019).

Studies published in international journals have demonstrated the hemostatic and pharmacological activity of dry extracts of *Polygonum aviculare* L. in animal models (Kadyrova et al., 2022).

Additionally, data on its use in traditional medicine have ethnopharmacological significance and play a key role in formulating hypotheses for pharmacological research. Scientific evidence has demonstrated that *Polygonum aviculare* L. exhibits high levels of antioxidant and anti-inflammatory activity, based on its flavonoid and phenolic composition. By activating the Wnt/ $\beta$ -catenin signaling pathway, it accelerates wound healing, enhancing its therapeutic potential. The molecular anti-inflammatory effects of the extract, mediated through HO-1/Nrf2 and NF- $\kappa$ B pathways, contribute to the suppression of inflammatory processes in the body. Published, scientifically validated studies provide robust evidence of the biological activity of *Polygonum aviculare* L. and indicate its significant medicinal and preclinical potential (Jang et al., 2024; Lee et al., 2016; Joriya et al., 2025).

Thus, the study of *Polygonum aviculare* L. is highly relevant, as the plant represents an important raw material for the development of pharmacological preparations and dietary supplements. Its flavonoid and vitamin content exerts beneficial effects on the human body, and research conducted in Kazakhstan, taking into account local ecological conditions and the species' distribution patterns, provides an opportunity to generate novel scientific data.

**Materials and Methods.** The study material consisted of leaves, stems, and roots

of *Polygonum aviculare* L. collected in September 2024 from Akzhar village, Karasai district, Almaty region. The collected plant material was air-dried at room temperature and ground into powder. The moisture content and ash content of the plant material were determined using gravimetric methods (OFS.1.5.3.0007.15; OFS.1.2.2.2.0013.15). The results of these analyses are presented in Table 1.

Determination of Vitamin Content: Vitamin E in the plant material was determined according to the GOST 27547–87 method, whereas vitamins B1, B2, B3, B5, B6, B9, and C were analyzed using the M04-41-2005 method, i.e., by capillary electrophoresis. The analyses were performed using a Kapel-105M “Lumex” (Russia) instrument.

During vitamin determination, each vitamin was measured at its specific absorption wavelength of 200 nm and 267 nm. Vitamin B5 was analyzed using micellar electrokinetic chromatography at a wavelength of 200 nm. Separation conditions were as follows: borate buffer, pH 8.9; capillary:  $L_{\text{eff}}/L_{\text{total}} = 65/75$  cm, ID = 50  $\mu\text{m}$ ; sample injection pressure = 600 mbar·s; operating voltage +25 kV; temperature +30 °C.

Indirect detection was performed under the following conditions: capillary  $L_{\text{eff}}/L_{\text{total}} = 50/60$  cm, ID = 75  $\mu\text{m}$ ; applied voltage +13 kV; detection wavelength 267 nm; temperature 40 °C; pressure 150 mbar·s; the running buffer contained 10 mM benzimidazole, 5 mM tartaric acid, and 2 mM 18-crown-6.

The results of the study are presented in Tables 2–5, which allow for a comparative assessment of the content and composition of vitamins in different parts of the plant. This methodological approach provided a basis for accurately determining the biochemical composition of *Polygonum aviculare* L. and evaluating its pharmacological potential.

**Results.** In this section, the chemical characteristics of the aerial and underground parts of *Polygonum aviculare* L. were determined, and the quantitative composition of vitamins was analyzed using capillary electrophoresis, with the results presented and comprehensively evaluated. The study assessed the content of water-soluble (B-complex and C vitamins) and fat-soluble (E vitamin) biologically active compounds and examined their distribution patterns within the plant matrix.

The high selectivity and sensitivity of the capillary electrophoresis method allowed for the accurate determination of vitamin content in complex plant material. The obtained results were compared with literature data and scientifically substantiated the pharmacological potential of *Polygonum aviculare* L.

In analyzing the results, the relative proportions of vitamins, their biological significance, and the role of the studied plant as a natural source of antioxidants were considered. As shown in table 1, the moisture and ash content of the plant meet the requirements of GOST standards.

Table 1 - Chemical composition of *Polygonum aviculare* L.

No.	Plant part	Moisture, %	Ash content, %
1	Leaves	4.76 ± 0.1	8.33 ± 0.1
2	Stems	7.32 ± 0.1	10.00 ± 1
3	Roots	7.14 ± 0.1	3.00 ± 0.1

The moisture content of the leaves is relatively low (4.76%), indicating that they can be stored for extended periods without quality loss during drying. The ash content of the stems and roots varies, reflecting differences in the concentration of organic and mineral substances across the different parts of the plant.

Table 2 - Vitamin E content in *Polygonum aviculare* L., mg/100 g

Plant part/Raw material	Parameter, Unit of measurement	Observed values	Standard according to test method
Leaves	-E: - alpha-Tocopherol - gamma-Tocopherol - sigma- Tocopherol	2.28±0.01 1.07±0.01 0.67±0.015	ГОСТ 27547-87
Stem	-E: - alpha-Tocopherol - gamma-Tocopherol - sigma- Tocopherol	1.12±0.011 - 0.46±0.012	ГОСТ 27547-87
Root	-E: - alpha-Tocopherol - gamma-Tocopherol - sigma- Tocopherol	4.58±0.01 3.96±0.012 -	ГОСТ 27547-87

Based on the results presented in table 2, the  $\alpha$ - and  $\gamma$ -tocopherol content is highest in the roots (4.58 and 3.96 mg/100 g, respectively), indicating that vitamin E is a significant nutrient in this part of the plant. The content in leaves and stems is comparatively lower.

Vitamin E exhibits antioxidant activity, protecting cells from aging and stress, and facilitates the absorption of vitamins A and D. It also affects endocrine and reproductive system functions, stimulates muscle activity, supports the metabolism of proteins, fats, and carbohydrates, and serves as an antioxidant. Vitamin E protects cells that produce melanin from damage caused by hormonal changes, regulates melanin synthesis, and thereby prevents the formation of age spots. The highest levels of vitamin E are found in plant oils and nuts. The recommended daily intake is 12–15 mg, and deficiency may lead to infertility and miscarriage (Shchetinina, 2024).

The content of vitamins in the plant material is presented in tables 3–5.

Table 3 - Vitamin content in the leaves of *Polygonum aviculare* L.

№	Time	Component	Height	Start	End	Area	Concent. mg/L	Concent. kg/kg	Cocont. mg/100 g
1	6.167	B1(Thiamine chloride)	0.068	6.077	6.338	7.90	0.003	0.0001±0.00002	0.011±0.002
2	11.078	B2 (Riboflavin)	0.416	10.998	11.472	61.79	0.019	0.00069±0.00029	0.069±0.029
3	12.028	B6 (Pyridoxine)	0.367	11.852	12.768	79.47	0.018	0.00066±0.00013	0.066±0.013
4	15.107	C (Ascorbic acid)	0.176	14.743	15.417	27.26	0.05	0.0018±0.0006	0.18±0.06

5	15.923	B3 (Pantothenic acid)	0.103	15.778	16.028	8.212	0.0062	0.00023± 0.00005	0.023±0.005
6	16.570	B5 (Niacin)	1.117	16.340	16.675	65.95	0.013	0.00047± 0.00009	0.047±0.009
7	18.258	B9 (Folic acid)	0.099	18.153	18.347	6.295	0.00071	0.00003± 0.000005	0.003±0.0005

Based on the data presented in Table 3, the highest vitamin content in the leaves was observed for vitamin C (0.18 mg/100 g). The levels of vitamins B2, B6, and B5 were higher compared to B1, B3, and B9. This indicates that the leaves contribute significantly to the plant's antioxidant activity and play an important role in metabolic processes in the body. B vitamins in the leaves support the function of the nervous, endocrine, and cardiovascular systems, while vitamin C enhances vascular strength and strengthens the immune system.

Table 4 - Vitamin content in the stems of *Polygonum aviculare* L.

№	Time	Component	Height	Start	End	Area	Con- cent. mg/L	Concent. g/kg	Concent. mg/100g
1	6.005	B1(Thiamine chloride)	0.043	5.838	6.097	4.594	0.0018	0.00004=0.000008	0.004=0.008
2	10342	B2 (Riboflavin)	0.531	10.307	10603	61.69	0.019	0.00037±0.00016	0.037±0.16
3	11.345	B6 (Pyridoxine)	0.266	11.055	12.005	52.42	0.012	0.00023±0.00005	0.023±0.05
4	5.033	C (Ascorbic acid)	0.172	14.283	15.312	61.5	0.11	0.0021=0.0007	0.21=0.07
5	5.817	B3 (Pantothenic acid)	0.902	15.622	15.893	48.1	0.037	0.00072±0.00014	0.072±0.014
6	6.250	B5 (Niacin)	0.508	15.937	16.432	51.24	0.0099	0.00019=0.00005	0.019=0.005
7	7.735	B9 (Folic acid)	0.096	17.388	17.980	16.58	0.0019	0.0000±0.0000	0.00±0.00

According to the results presented in Table 4, the vitamin C content in the stems of *Polygonum aviculare* L. is the highest, at 0.21 mg/100 g. Vitamins B3, B6, B5, and B1 are present in comparatively lower amounts, while vitamin B9 is detected in minimal quantities. The high concentration of vitamin C enhances the antioxidant properties of the stems. The stems are particularly rich in vitamins B3, B6, and B5, indicating their involvement in enzymatic and metabolic processes. Elevated vitamin C levels contribute to supporting the body's overall defense mechanisms.

Table 5 - Vitamin content in the roots of *Polygonum aviculare* L.

No	Time	Component	Height	Start	End	Area	Concent. mg/L	Concent. g/kg	Concent. mg/100g
1	5.417	B1 (Thiamine chloride)	0.180	5.345	5.558	4.969	0.0019	0.00004± 0.000008	0,004±0.0008
2	11.260	B2 (Riboflavin)	0.141	10.785	11.458	40.99	0.013	0,00026± 0,00011	0,026±0,011
3	12.378	B6 (Pyridoxine)	0.045	12.178	12.557	5.365	0.0012	0,00002± 0.000005	0,002±0.0005
4	14.590	C(Ascorbic acid)	0.145	14.310	14.723	16.73	0.034	0.00068 ±0,00023	0.068±0,023
5	15.712	B3 (Pantothenic acid)	0.088	15.628	15.795	4.019	0.0031	0,00006 ±0.00001	0,006±0.001
6	16.275	B5 (Niacin)	0.948	16.090	16.450	41.56	0,0081	0.00016 ±0.00003	0.016±0.003

According to the results presented in Table 5, the vitamin C content in the roots of *Polygonum aviculare* L. is 0.068 mg/100 g. Vitamins B2 and B5 are relatively abundant, whereas vitamin B9 was not detected. Vitamins B1, B3, and B6 are present in low amounts. The presence of  $\alpha$ - and  $\gamma$ -tocopherols, along with B vitamins in the roots, reflects the plant's nutritional value. Extracts obtained from the roots may be used in pharmacological preparations for their antioxidant and vitamin activity.

**Discussion.** Comparison of the vitamin concentrations in the leaves, stems, and roots of *Polygonum aviculare* L. reveals significant differences among the plant parts. Vitamin B1 (thiamine) was found at 0.011 mg/100 g in the leaves, whereas its content in the stems and roots was 2.75 times lower than in the leaves. Thiamine plays a crucial role in the function of the nervous system, acetylcholine synthesis, and the metabolism of proteins, carbohydrates, and fats. Additionally, vitamin B1 supports the normal function of the endocrine, cardiovascular, and digestive systems. Thiamine deficiency (hypovitaminosis) can lead to central nervous system dysfunction, fatigue, reduced appetite, and decreased resistance to infections.

The concentration of vitamin B2 (riboflavin) in stems was 1.86 times lower, and in roots 2.65 times lower than in the leaves. Riboflavin, as a component of various enzymes, supports visual acuity, skin and mucous membrane health, liver function, and hematopoiesis. Its primary sources include animal products (beef liver, eggs, cheese, mackerel) and plant products (buckwheat, green peas). The recommended daily intake is 2–3 mg. Vitamin B3 (pantothenic acid / niacin) was measured at 0.023 mg/100 g in the leaves, 3.13 times higher in stems, and 3.83 times lower in roots. Vitamin B3 is a cofactor in enzymatic reactions, participates in cellular respiration, blood formation, and the dilation of capillaries. It is abundant in meat products but poorly absorbed from cereals. Deficiency may cause impaired hormone synthesis and lead to digestive and nervous system disorders.

Vitamin B5 (pantothenic acid) was found at 0.047 mg/100 g in the leaves, 2.47

times higher in stems, and 2.94 times lower in roots. B5 is involved in the synthesis of fatty acids, steroid hormones, and other biologically important compounds. The daily requirement is 4–12 mg; deficiency can result in general weakness, neuromotor disorders, and dermatitis.

Vitamin B6 (pyridoxine) was present at 0.066 mg/100 g in leaves, 2.87 times higher in stems, and 33 times lower in roots. Vitamin B6 is essential for amino acid absorption, regulation of fat and cholesterol metabolism, and hemoglobin formation. Its presence in the leaves contributes significantly to the biological activity of the plant.

Vitamin C (ascorbic acid) was detected at 0.18 mg/100 g in leaves, 1.17 times higher in stems, and 2.65 times lower in roots, with the highest concentration observed in the stems. Vitamin C exhibits antioxidant activity, strengthens the immune system, and supports the structural integrity of bones and joints. Deficiency is associated with scurvy.

Vitamin B9 (folic acid) was detected exclusively in the leaves (0.003 mg/100 g). Folic acid is crucial for enzyme synthesis, stimulates hematopoiesis, and participates in cell division processes. Its main dietary sources include green leafy vegetables, meat, liver, dairy products, and yeast.

Comparison of vitamin content in the leaves, stems, and roots of *Polygonum aviculare* L. revealed the following patterns:

- Vitamin B1 was most abundant in the leaves, while its concentration in the stems and roots was 2–3 times lower.

- Vitamin B2 was relatively higher in the roots, with lower levels observed in the stems and leaves.

- Vitamin C exhibited the highest concentration in the stems, moderate levels in the leaves, and the lowest in the roots.

- Vitamins B3, B5, and B6 were present in all plant parts, with maximum concentrations observed in the leaves and stems.

- Vitamin B9 was detected exclusively in the leaves.

These results indicate that the vitamin composition varies among different parts of *Polygonum aviculare* L., reflecting its pharmacological and nutritional value. The leaves and stems exhibit high antioxidant and vitamin activity, whereas the roots are characterized by a predominance of  $\alpha$ - and  $\gamma$ -tocopherols, highlighting their potential use in pharmacological preparations.

**Conclusion.** The results of this study allowed for the precise quantification of water- and fat-soluble vitamins (B1, B2, B3, B5, B9, C, and E) in the leaves, stems, and roots of *Polygonum aviculare* L. The analytical methods employed—capillary electrophoresis, HPLC, and GOST standard procedures—provided reliable, highly sensitive, and reproducible determination of vitamin content within the complex plant matrix.

The measured vitamin levels confirm that *Polygonum aviculare* L. represents a rich source of biologically active compounds. These findings substantiate the plant's high nutritional value and support its use for therapeutic and prophylactic purposes. Furthermore, *Polygonum aviculare* L. has been identified as a scientifically and practically significant phytochemical resource with considerable potential.

Overall, the study demonstrates the applicability of *Polygonum aviculare* L. in

traditional medicine, pharmaceutical formulations, and the production of functional food products. These data provide a solid scientific basis for its future research and industrial utilization.

### References

- Abdrakhmanova A.A., Nurzhanova A.S., & Iskakova G.T. (2019) Sostoyanie i perspektivy izucheniya nekotorykh kazakhstanskikh vidov semeystva Polygonaceae Juss [State and prospects of studying some Kazakhstan species of the Polygonaceae Juss. family]. *Bulletin of Al-Farabi Kazakh National University. Biology Series*. <https://doi.org/10.26577/BB-2019-1-b8> (in Russian)
- Bralley E.E., Greenspan P., Hargrove J.L., Wicker L., & Hartle D.K. (2008) Topical anti-inflammatory activity of *Polygonum cuspidatum* extract in the TPA model of mouse ear inflammation. *Journal of Inflammation*, 5, Article 1. <https://doi.org/10.1186/1476-9255-5-1> (in Eng.)
- Ergazina S.E., Zhaksylykova G.K., & Tuleuova A.M. (2024) Razrabotka optimal'nogo sostava i tekhnologii mazi na osnove ekstrakta *Polygonum aviculare* L. [Development of the optimal composition and technology of an ointment based on *Polygonum aviculare* L. extract]. *Pharmacy of Kazakhstan*. — P. 242–247. <https://doi.org/10.52565/PharmKaz.2024.242> (in Russian)
- Hasan M.F. (2009) The determination of antibacterial and antifungal activities of *Polygonum hydropiper* (L.) root extract. *Advances in Biological Research*, 3(1–2). — P. 53–56. <https://doi.org/10.3923/abr.2009.53.56> (in Eng.)
- Holmatova M.A., Mamatkulova S.A., & Askarov I.R. (2024) Izuchenie aminokislot i vodorastvorimyykh vitaminov revenya, proizrastayushchego v Uzbekistane [Study of amino acids and water-soluble vitamins of rhubarb growing in Uzbekistan]. *Universum: Chemistry and Biology*, 8(122). — P. 34–38. <https://doi.org/10.32743/UniChem.2024.122.8> (in Russian)
- Hyoung J.K., Eun R.W., & Hokoon P. (1994) A novel lignan and flavonoids from *Polygonum aviculare*. *Journal of Natural Products*, 57(5). — P. 581–586. <https://doi.org/10.1021/np50107a003> (in Eng.)
- Jang C.H., Chung Y.C., Lee A., & Hwang Y.H. (2024) Hydroethanolic extract of *Polygonum aviculare* L. mediates the anti-inflammatory activity in RAW 264.7 murine macrophages through induction of heme oxygenase-1 and inhibition of inducible nitric oxide synthase. *Plants*, 13(23), Article 3314. <https://doi.org/10.3390/plants13233314> (in Eng.)
- Jansone B. (2015) *Assessment report on Polygonum aviculare* L. herba. Committee on Herbal Medicinal Products. (in Eng.)
- Joriya A., Shrivastava M., & Kumar J. (2025) Pharmacological evaluation of *Polygonum aviculare* L. leaf extract for antioxidant, anti-inflammatory, and anti-ulcer activities. *American Journal of Psychiatric Rehabilitation*, 28(2), Article 625. <https://doi.org/10.69980/ajpr.v28i2.625> (in Eng.)
- Kadyrova G.K., Akhmetova Z.B., & Omarova A.M. (2022) Issledovanie spetsificheskikh svoystv sukhogo ekstrakta *Polygonum aviculare* L. kak gemostaticeskogo sredstva [Study of specific properties of *Polygonum aviculare* L. dry extract as a hemostatic agent]. *Pharmacognosy Research Journal*. <https://doi.org/10.5530/pnr.2022.13.58> (in Russian)
- Kaliyeva A.N., Mamytova N.S., Medeuova G.Zh., Sadykova D.A., & Rakhimova Z.S. (2024) Study of tanning substances and flavonoids in the leaves of *Agrimonia asiatica* Juz. *Al-Farabi Kazakh National University Ekology*, 3(80). — P. 111–118. <https://doi.org/10.26577/EJE.2024.v80.i3-011> (in Eng.)
- Lee H.J., Lee J., Jung H., & Kang D. (2016) *Polygonum aviculare* L. and its active compounds activate the Wnt/ $\beta$ -catenin pathway and induce cutaneous wound healing. *Journal of Dermatological Science*, 81. — P. 172–181. <https://doi.org/10.1016/j.jdermsci.2015.12.004> (in Russian)
- Muchitdinov N.M., et al. (2015) Sostoyanie i perspektivy izucheniya nekotorykh kazakhstanskikh vidov semeystva Polygonaceae Juss. [State and prospects of studying some Kazakhstan species of the Polygonaceae Juss. family]. *Vestnik Kazakh National University. Biological Series*, 63(1). — P. 253–260. (in Russian)
- Rakhimberdiyeva Z., Kaliyeva A., Aksoy A., Kassymbayev B., & Medeuova G. (2022) Molecular genetic identification of plants of the genus *Artemisia* L. growing in southern regions of Kazakhstan. *Jordan Journal of Biological Sciences*, 15(3). — P. 501–509. <https://doi.org/10.54319/jjbs/150320> (in Eng.)
- Selivanova Yu.A., Slivkin A.I., Vervikina A.A., & Dyakova N.A. (2022) Izuchenie osobennostey

nakopleniya flavonoidov travoy gortsa ptich'yego sinantropnoy flory Rostovskoy oblasti [Features of flavonoid accumulation in *Polygonum aviculare* herb of synanthropic flora of the Rostov region]. *Aspirantskiy Vestnik Povolzhya*, 22(4). — P. 58–63. <https://doi.org/10.55531/2072-2354.2022.22.4.59> (in Russian)

Shchetinina S.Yu. (2024) Znachenie vitaminov dlya zdorovoy zhiznedeyatel'nosti cheloveka [The importance of vitamins for healthy human life]. *International Journal of Humanities and Natural Sciences*, 3–3(90), 26–30. <https://doi.org/10.24412/2500-1000-2024-3-3-26-31> (in Russian)

Wang K. J., Zhang Y.J., & Yang C.R. (2005) Antioxidant phenolic compounds from rhizomes of *Polygonum paleaceum*. *Journal of Ethnopharmacology*, 96(3). — P. 483–487. <https://doi.org/10.1016/j.jep.2004.10.010> (in Eng.)

Yim T.K., Wu W.K., Pak W.F., Mak D.H., Liang S.M., & Ko K. M. (2000) Myocardial protection against ischaemia–reperfusion injury by a *Polygonum multiflorum* extract supplemented Dang-Gui decoction. *Phytotherapy Research*, 14(3). — P. 195–199. [https://doi.org/10.1002/1099-1573\(200005\)14:3<195::AID-PTR607>3.0.CO;2-5](https://doi.org/10.1002/1099-1573(200005)14:3<195::AID-PTR607>3.0.CO;2-5) (in Eng.)

Yunuskhoeva N.A., & Abdullabekova V.N. (2012) Issledovanie khimicheskogo sostava travy *Polygonum aviculare* L. [Study of the chemical composition of *Polygonum aviculare* L. herb]. *Chemistry of Plant Raw Material*, 4. — P. 187–191. (in Russian)

© **Mukusheva G.K.<sup>1</sup>, Jalmakhanbetova R.I.<sup>2</sup>, Seilkhanov T.M.<sup>3</sup>, Bakibaev A.A.<sup>4</sup>, Aliyeva M.R.\*<sup>1</sup>, 2026.**

<sup>1</sup>Karaganda National Research University named after academician Ye.A. Buketov, Karaganda, Kazakhstan;

<sup>2</sup>L.N. Gumilyov Eurasian National University, Astana, Kazakhstan;

<sup>3</sup>Shokan Ualikhanov Kokshetau University, Kokshetau, Kazakhstan;

<sup>4</sup>National Research Tomsk State University, Tomsk, Russian Federation.

E-mail: [madina\\_aliyeva\\_1207@list.ru](mailto:madina_aliyeva_1207@list.ru)

## FUNCTIONAL MODIFICATION REACTIONS AT THE NITROGEN ATOM OF SALSOLIN AND BIOLOGICAL ACTIVITY OF THE OBTAINED DERIVATIVES

**Mukusheva Gulim** — Candidate of Chemical Sciences, Professor of the Department of Inorganic and Technical Chemistry, Karaganda National Research University named after academician Ye.A. Buketov, Karaganda, Kazakhstan,

E-mail: [mukushevagulim5@gmail.com](mailto:mukushevagulim5@gmail.com), <https://orcid.org/0000-0001-6706-4816>;

**Jalmakhanbetova Roza** — Doctor of Chemical Sciences, Associate Professor of the Department of Chemistry, L.N. Gumilyov Eurasian National University, Astana, Kazakhstan,

E-mail: [rjalmakhanbetova@gmail.com](mailto:rjalmakhanbetova@gmail.com), <https://orcid.org/0000-0001-9937-275X>;

**Seilkhanov Tolegen** — Professor, Head of the Engineering Laboratory for NMR Spectroscopy at Kokshetau Shoqan Ualikhanov University, Kokshetau, Kazakhstan,

E-mail: [tseilkhanov@mail.ru](mailto:tseilkhanov@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0003-0079-4755>;

**Bakibaev Abdigali** — Doctor of Chemical Sciences, Tomsk State University, Tomsk, Russian Federation, E-mail: [bakibaev@mail.ru](mailto:bakibaev@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0002-3335-3166>;

**Aliyeva Madina** — PhD student, Karaganda National Research University named after academician Ye.A. Buketov, Karaganda, Kazakhstan,

E-mail: [madina\\_aliyeva\\_1207@list.ru](mailto:madina_aliyeva_1207@list.ru), <https://orcid.org/0000-0002-4046-311X>.

**Abstract.** Natural alkaloids of plant origin are one of the important objects of research in organic chemistry and medicinal chemistry, since their structural diversity and biological activity allow obtaining new pharmacologically active compounds. Chemical modification of alkaloids is one of the effective ways to improve their biological properties. One of the promising natural compounds is the isoquinoline alkaloid salsolin, which is known for exhibiting various types of biological activity. Therefore, targeted chemical modification of the salsolin molecule allows obtaining new biologically active derivatives, and this direction is of great scientific interest in

the field of organic synthesis. The aim of the study is to synthesize new derivatives of salsolin by N-propargylation reactions at different temperatures on the nitrogen atom in the molecule, to prove the structure of the obtained derivatives and to evaluate their biological activity. The structures of the new propargyl derivatives obtained as a result of the synthesis were confirmed by  $^1\text{H}$  and  $^{13}\text{C}$  NMR spectroscopy, as well as by COSY ( $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$ ) and HMQC ( $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ ) two-dimensional spectral methods. The antiradical activity of the obtained new compounds was evaluated in vitro in the presence of the stable free radical 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl. As a result of the study of biological activity, it was found that the synthesized propargyl derivatives exhibit significantly higher antiradical activity compared to the original object - salsolin. These results indicate that targeted modification of the molecular structure allows enhancing biological properties. The new compounds obtained as a result of the conducted studies demonstrate the possibility of improving the pharmacological properties of alkaloids. In addition, the results of the study form a promising basis for future scientific work in the direction of searching for new biologically active molecules and create scientific prerequisites for the development of targeted chemical modification of alkaloids.

**Keywords:** isoquinoline alkaloids, salsolin, synthesis, N-propargylation, NMR spectroscopy, antiradical activity

*For citations: Mukusheva G.K., Jalmakhanbetova R.I., Seilkhanov T.M., Bakibaev A.A., Aliyeva M.R. Functional modification reactions at the nitrogen atom of salsolin and biological activity of the obtained derivatives. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.1. — P. 251–266. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.353>*

© Мукушева Г.К.<sup>1</sup>, Джалмаханбетова Р.И.<sup>2</sup>, Сейлханов Т.М.<sup>3</sup>, Бакибаев А.А.<sup>4</sup>, Алиева М.Р.<sup>1\*</sup>, 2026.

<sup>1</sup>Академик Е.А. Бөкетов атындағы Қарағанды ұлттық зерттеу университеті, Қарағанды, Қазақстан;

<sup>2</sup>Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті, Астана, Қазақстан;

<sup>3</sup>Шоқан Уалиханов атындағы Көкшетау университеті, Көкшетау, Қазақстан;

<sup>4</sup>Томск Мемлекеттік Ұлттық зерттеу университеті, Томск, Ресей.

E-mail: madina\_aliyeva\_1207@list.ru

## САЛЬСОЛИННИҢ АЗОТ АТОМЫ БОЙЫНША ФУНКЦИОНАЛДЫҚ МОДИФИКАЦИЯ РЕАКЦИЯЛАРЫ ЖӘНЕ АЛЫНҒАН ТУЫНДЫЛАРДЫҢ БИОЛОГИЯЛЫҚ БЕЛСЕНДІЛІГІ

**Мұқышева Гүлім** — химия ғылымдарының кандидаты, бейорганикалық және техникалық химия кафедрасының профессоры, Академик Е.А. Бөкетов атындағы Қарағанды ұлттық зерттеу университеті, Қарағанды, Қазақстан,  
E-mail: mukushevagulim5@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-6706-4816>;

**Джалмаханбетова Роза** — химия ғылымдарының докторы, химия кафедрасының қауымдастырылған профессоры, Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті, Астана, Қазақстан,

E-mail: rjalmakhanbetova@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-9937-275X>;

**Сейлханов Төлеген** — химия ғылымдарының кандидаты, ЯМР спектроскопиясы инженерлік зертханасының меңгерушісі, Шоқан Уалиханов атындағы Көкшетау университеті, Көкшетау, Қазақстан,

E-mail: tseilkhanov@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-0079-4755>;

**Бакибаев Абдіғали** — химия ғылымдарының докторы, профессор, Томск мемлекеттік университеті, Томск, Ресей,

E-mail: bakibaev@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-3335-3166>;

**Алиева Мадина** — PhD докторант, Академик Е.А. Бөкетов атындағы Қарағанды ұлттық зерттеу университеті, Қарағанды, Қазақстан,

E-mail: madina\_alieva\_1207@list.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4046-311X>.

**Аннотация.** Өсімдік тектес табиғи алкалоидтар органикалық химия мен дәрілік химияда маңызды зерттеу объектілерінің бірі болып табылады, себебі олардың құрылымдық әртүрлілігі мен биологиялық белсенділігі жаңа фармакологиялық белсенді қосылыстарды алуға мүмкіндік береді. Алкалоидтардың химиялық модификациясы олардың биологиялық қасиеттерін жақсартудың тиімді жолдарының бірі болып табылады. Перспективті табиғи қосылыстардың бірі - изохинолинді алкалоид сальсолин, ол әр түрлі биологиялық белсенділік түрлерін көрсетуімен белгілі. Сондықтан сальсолин молекуласын мақсатты түрде химиялық модификациялау жаңа биологиялық белсенді туындыларды алуға мүмкіндік береді және бұл бағыт органикалық синтез саласында үлкен ғылыми қызығушылық тудырады. Зерттеудің мақсаты – молекуладағы азот атомы бойынша әр түрлі температура жағдайында N-пропаргилдеу реакциялары арқылы сальсолиннің жаңа туындыларын синтездеу, алынған туындылардың құрылысын дәлелдеу және биологиялық белсенділігін бағалау. Синтез нәтижесінде алынған жаңа пропаргилді туындылардың құрылымы  $^1\text{H}$  және  $^{13}\text{C}$  ЯМР-спектроскопиясы әдістерімен, сондай-ақ COSY ( $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$ ) және НМҚС ( $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ ) екі өлшемді спектрлік әдістермен дәлелденді. Алынған жаңа қосылыстардың антирадикалды белсенділігі тұрақты еркін радикал 2,2-дифенил-1-пикрилгидразил қатысында *in vitro* жағдайында бағаланды. Биологиялық белсенділікті зерттеу нәтижесінде синтезделген пропаргилді туындылардың бастапқы объект - сальсолинмен салыстырғанда айтарлықтай жоғары антирадикалды белсенділік көрсететіні анықталды. Бұл нәтижелер молекула құрылымын мақсатты түрде модификациялау биологиялық қасиеттерді күшейтуге мүмкіндік беретінін көрсетеді. Жүргізілген зерттеулер нәтижесінде алынған жаңа қосылыстар алкалоидтардың фармакологиялық қасиеттерін жақсарту мүмкіндігін көрсетеді. Сонымен қатар, зерттеу нәтижелері жаңа биологиялық белсенді молекулаларды іздеу бағытында болашақ ғылыми жұмыстар үшін перспективті негіз қалыптастырады және алкалоидтардың бағытталған химиялық модификациясын дамытуға ғылыми алғышарттар жасайды.

**Түйін сөздер:** изохинолинді алкалоидтар, сальсолин, синтез, N-пропаргилдеу, ЯМР спектроскопиясы, антирадикалды белсенділік

© Мукушева Г.К.<sup>1</sup>, Джалмаханбетова Р.И.<sup>2</sup>, Сейлханов Т.М.<sup>3</sup>,  
Бакибаев А.А.<sup>4</sup>, Алиева М.Р.<sup>1\*</sup>, 2026.

<sup>1</sup>Карагандинский национальный исследовательский университет имени академика Е.А. Букетова, Караганда, Казахстан;

<sup>2</sup>Евразийский национальный университет имени Л.Н. Гумилева, Астана, Казахстан;

<sup>3</sup>Кокшетауский Университет имени Шокана Уалиханова, Кокшетау, Казахстан;

<sup>4</sup>Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск, Россия.

E-mail: madina\_aliyeva\_1207@list.ru

## РЕАКЦИИ ФУНКЦИОНАЛЬНОЙ МОДИФИКАЦИИ САЛЬСОЛИНА ПО АТОМУ АЗОТА И БИОЛОГИЧЕСКАЯ АКТИВНОСТЬ ПОЛУЧЕННЫХ ПРОИЗВОДНЫХ

**Мукушева Гулим** — кандидат химических наук, профессор, Карагандинский национальный исследовательский университет имени академика Е.А. Букетова, Караганда, Казахстан, E-mail: mukushevagulim5@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-6706-4816>;

**Джалмаханбетова Роза** — доктор химических наук, ассоциированный профессор, Евразийский национальный университет имени Л.Н. Гумилева, Астана, Казахстан, E-mail: rjalmakhanbetova@gmail.com; <https://orcid.org/0000-0001-9937-275X>;

**Сейлханов Тулеген** — кандидат химических наук, профессор, Кокшетауский Университет имени Шокана Уалиханова, Кокшетау, Казахстан, E-mail: tseilkhanov@mail.ru; <https://orcid.org/0000-0003-0079-4755>;

**Бакибаев Абдигали** — доктор химических наук, профессор, Томский государственный университет, Томск, Россия, E-mail: bakibaev@mail.ru; <https://orcid.org/0000-0002-3335-3166>;

**Алиева Мадина** — PhD докторант, Карагандинский национальный исследовательский университет имени академика Е.А. Букетова, Караганда, Казахстан, E-mail: madina\_aliyeva\_1207@list.ru; <https://orcid.org/0000-0002-4046-311X>.

**Аннотация.** Природные алкалоиды растительного происхождения являются важными объектами исследований в органической и медицинской химии, поскольку их структурное разнообразие и выраженная биологическая активность позволяют получать новые фармакологически перспективные соединения. Химическая модификация алкалоидов один из эффективных способов улучшения их биологических свойств. Одним из перспективных соединений является изохинолиновый алкалоид сальсолин, обладающий различными видами биологической активности. В связи с этим направленная модификация его молекулы представляет значительный научный интерес. Целью исследования является синтез новых производных сальсолина путём реакций N-пропаргилирования по атому азота при различных температурных условиях, подтверждение их структуры и оценка биологической активности. Структуры синтезированных пропаргильных производных были подтверждены методами ЯМР-спектроскопии ( $^1\text{H}$  и  $^{13}\text{C}$ ), а также двумерными методами COSY

( $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$ ) и НМҚС ( $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ ). Антирадикальная активность полученных соединений оценивалась *in vitro* с использованием стабильного свободного радикала 2,2-дифенил-1-пикрилгидразила. Установлено, что синтезированные производные обладают значительно более высокой антирадикальной активностью по сравнению с исходным соединением - сальсолином. Полученные результаты подтверждают, что целенаправленная химическая модификация молекулы позволяет существенно улучшить биологические свойства соединений. Новые производные демонстрируют потенциал для дальнейшего изучения в качестве фармакологически активных веществ. Таким образом, проведённые исследования формируют научную основу для разработки новых биологически активных молекул на основе алкалоидов и открывают перспективы для дальнейших исследований в области медицинской химии.

**Ключевые слова:** изохинолиновые алкалоиды, сальсолин, синтез, N-пропаргилирование, ЯМР спектроскопия, антирадикальная активность

**Кіріспе.** Өткен ғасырда дәрі-дәрмек ашудағы басты қозғаушы күштердің бірі – табиғи өнімдер мен олардың метаболиттерін химиялық тұрғыдан алуан түрлі бастапқы құрылыс блогы ретінде пайдалану болды. Алайда табиғи өнімдерді қолдану тек қана қазіргі заманмен шектелмейді, себебі дәстүрлі түрде қолданылатын шикі дәрілердің (емдік құралдардың) көбі өсімдіктен алынған экстрактілерден тұрады. Сонымен қатар, заманауи технологиялардың дамуы мен өсімдіктердегі табиғи биоактивті ингредиенттерді бөліп алу және анықтау мүмкіндігі зерттеушілерді оларды тағам мен нутрацевтикалық өнімдерде, сондай-ақ медицинада зерттеп, қолдануға ынталандырды. Құрылымы алуан түрлі және көптеп кездесетін табиғи алкалоидтар ғалымдардың назарын барған сайын көбірек аударып келеді. Бұл топқа қызығушылық табиғатта кеңінен таралуымен және фармакологиялық әсерлерінің кең спектрімен түсіндіріледі, мысалы: вирусқа қарсы, бактерияға қарсы, қант диабетіне қарсы, ойық жараға қарсы, седативтік, ұстамаға қарсы, ауырсынуды басатын, нейропротекторлық, қатерлі ісікке қарсы, антиоксиданттық, бауырды қорғайтын әсері және т.б.

**Әдеби шолу.** Қазақстан Республикасында биологиялық белсенді заттарды алу үшін ыңғайлы және жаңартылатын дәрілік өсімдіктердің үлкен ресурстары бар. *Salsola richteri* ең көп зерттелген, ол салсолидин мен сальсолин сияқты алкалоидтарды алу үшін шикізат болып табылады. Өсімдіктің құрамында 0,3 % сальсолин алкалоиды бар, оны тамыр ішіне енгізгенде 20–30 минутқа созылатын қан қысымының төмендеуін анықтайды. Артериосклероздық сипаттағы қатерсіз гипертензия жағдайларында қан қысымын ұзақ мерзімді төмендетуге болады. Бұл өсімдік артериосклероздық гипертензияда және қатерлі бүйрек гипертензиясында қолданылады, сонымен қатар бас айналуға да қарсы препарат ретінде көрсетілген. *Salsola* туысының фитохимиялық құрамы мен биологиялық әсерлері бойынша зерттеулер әдебиеттерде кездеседі (Murshid, 2022). *Salsola* L. туысы (орыс арамшөбі, тұзды шөп) тұзға төзімді өсімдіктерді қамтиды және *Amaranthaceae* тұқымдасының ең ірі туысының бірі болып саналады.

Кейбір ғалымдардың зерттеулерінде сальсолин алкалоидының модификациясы арқылы жаңа биологиялық белсенді қосылыстарды синтездеуде алкалоидқа гетероцикл енгізу арқылы фармакологиялық сынақтар үшін перспективалы туындылар алынады. Мысалы, сальсолин аллилизотиоцианатпен реакцияға түсіріп, содан кейін концентрлі HCl көмегімен ішкі молекулалық гетероциклизация арқылы 1,3-тиазолин туындысы синтезделді. Бұл әдіс сальсолиннің гипотензивті қасиеттерін пайдаланып, жаңа жүрек-қан тамыр препараттарын іздеуге мүмкіндік берді. Бұл жұмыс тиазол гетероциклінің алкалоид туындыларына енгізілуін қамтиды, бұл қосылыстардың биологиялық белсенділігін арттыруға бағытталған жұмыс болып табылады (Kulakov, 2015). Келесі зерттеуде сальсолиннің  $^1\text{H}$  және  $^{13}\text{C}$  ядроларының химиялық ығысуы мәндерінің шамасы бойынша  $\alpha$ - және  $\gamma$  циклодекстриндермен супрамолекулалық өздігінен жинауы алкалоид жағынан да, циклодекстриндер жағынан да гидроксильді топтардың молекулааралық өзара әрекеттесуі (сыртқы) әсерлердің көмегінсіз-ақ, кешендердің пайда болуын, түзілген суда еритін агрегаттар субстрат молекуласын инклюзивтік емес кешен құру арқылы солюбилизациялауға қабілетті екенін қарастырған (Nurkenov, 2019). Зерттеушілер компьютерлік модельдеу (in silico зерттеулер) көмегімен төрт табиғи қосылыс – сальсолин туындылары, генистеин, кой қышқылының жартылай синтетикалық туындысы және нарингенин – тековиримат препаратына қарағанда маймыл шешек (monkeurox virus) вирусының жоғары байланыс қабілетін көрсетіп, қосылыстар вирустың перспективті потенциалды ингибиторлары ретінде қарастырылған (Mollaei, 2021). Авторлар табиғи терпеноидтар, оның ішінде сесквитерпенді лактондармен сальсолинді екіншілік аминдер ретінде қарастырып, Михаэль типті қосылу өнімдерін алған (Klochkov, 2011). Зерттеушілер бірқатар алкалоидтардың, оның ішінде сальсолиннің хиноксолинді туындыларын синтездеген (Postnikov, 2010).

Қазіргі уақытта сальсолин және оның туындылары жоғары потенциалды белсенділікті ескере отырып, сальсолин туындылары арасында жаңа препараттарды алу реакциясын іздеуге бағытталған көптеген зерттеулер жүргізілуде.

Бұл жұмыстың мақсаты азот атомында функционалды модификациялау арқылы сальсолиннің жаңа туындыларын синтездеу және олардың биологиялық белсенділігін зерттеу болып табылады.

**Материалдар және негізгі әдістер.** Материалдар: Сальсолин гидрохлориді, тазалығы 98,0%, пропаргил бромиді, тазалығы  $\geq 80,0\%$ , N, N-диметилформамид, тазалығы  $\geq 99,9\%$ , калий карбонаты тазалығы  $\geq 99,5\%$ , (Sigma-Aldrich). Барлық бастапқы заттар талдамалық сапада болды және алдын ала өңдеусіз қолданылды.

Жұқа қабатты хроматография талдауы (ЖҚХ) Silufol UV-254 пластинкаларында жүргізілді, хроматограммалар йод буы арқылы бақыланды.  $^1\text{H}$  және  $^{13}\text{C}$  ЯМР спектрлері  $\text{CDCl}_3$  еріткішінде JNM-ECA Jeol 400 спектрометрінде (жиіліктері тиісінше 399,78 және 100,53 МГц) тіркелді. Химиялық ығысулар дейтерленген еріткіште қалдық протон немесе көміртек атомдарының сигналдарына қатысты өлшенді.

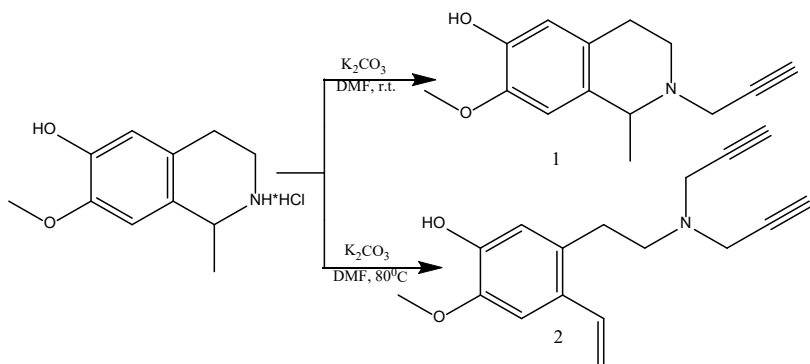
7-метокси-1-метил-2-(проп-2-ин-1-ил)-1,2,3,4-тетрагидроизохинолин-6-ол (1).

Дөңгелек түпті колбада мұз моншасында салқындалатын диметилформамидте ерітілген сальсолиннің гидрохлоридіне (0,3 гр, 1,55 ммоль) баяу тамшылату арқылы пропаргил бромиді (2 гр, 1,2 ммоль) және артық мөлшерде калий карбонаты (0,43 гр, 2 ммоль) қосылды. Реакциялық қоспа бөлме температурада 12 сағат бойы магниттік араластырғышта ұсталды. Синтездің барысы ЖҚХ әдісі арқылы бақыланды. Реакция аяқталғаннан кейін реакциялық қоспа этилацетатпен және дистилденген сумен өңделді. Реакциялық қоспаға натрий хлоридінің қаныққан ерітіндісі (тұзды ерітінді) қосылып, этилацетатпен экстракцияланды. Органикалық қабат бөлініп алынып, біріктірілген соң,  $MgSO_4$  қатысында кептіріліп, айналмалы буландырғыш арқылы еріткіштен бөлініп алынды. Өнімді таза алу үшін бағаналы хроматография әдісі қолданып, элюент ретінде хлороформ пайдаланып тазаланды. Нәтижесінде сары түсті ұнтақ зат (1) бөлініп алынды. Шығымы – 0,27 гр (90 %).

5-(2-(ди) проп-2-ин-1-ил) амино) этил)-2-метокси-4-винилфенол (2).

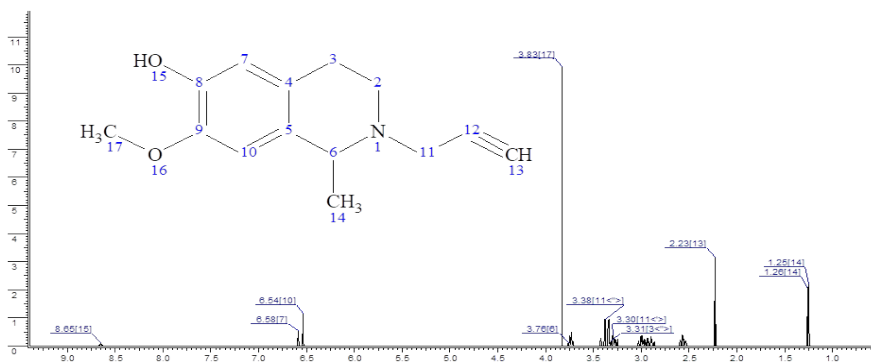
Дөңгелек түпті колбада мұз моншасында салқындалатын диметилформамидте ерітілген сальсолиннің гидрохлоридіне (0,3 гр, 1,55 ммоль) баяу тамшылата отырып пропаргил бромиді (2 гр, 1,2 ммоль) және артық мөлшерде калий карбонаты (0,43 гр, 2 ммоль) қосылды. Реакциялық қоспа  $80^{\circ}C$  температурада 12 сағат бойы магниттік араластырғышта ұсталды. Синтездің барысы ЖҚХ әдісі арқылы бақыланды. Реакция аяқталғаннан кейін реакциялық қоспа этилацетатпен және дистилденген сумен сұйылтылды. Реакциялық қоспаға натрий хлоридінің қаныққан ерітіндісі (тұзды ерітінді) қосылып, органикалық еріткіш этилацетатпен экстракцияланды. Органикалық қабат кептіргіште ( $MgSO_4$ ) кептірілді, фильтрленді, айналмалы буландырғыш айдалды. Қалдық бағаналы хроматографияда элюент ретінде хлороформды қолданып хроматографияланды. Сонда ашық сарғыш түсті ұнтақ зат (2) бөлінді. Шығымы – 0,25 гр (87 %).

**Нәтижелер.** Сальсолиннің жаңа туындыларын алу мақсатында субстрат пропаргил бромидпен әрекеттестірілді. Реакция екі түрлі жағдайда жүргізілді. Нәтижесінде сальсолиннің жаңа пропаргил туындылары 7-метокси-1-метил-2-(проп-2-ин-1-ил)-1,2,3,4-тетрагидроизохинолин-6-ол (1) және 5-(2-(ди) проп-2-ин-1-ил) амино) этил)-2-метокси-4-винилфенол (2) синтезделді (1-сызба).



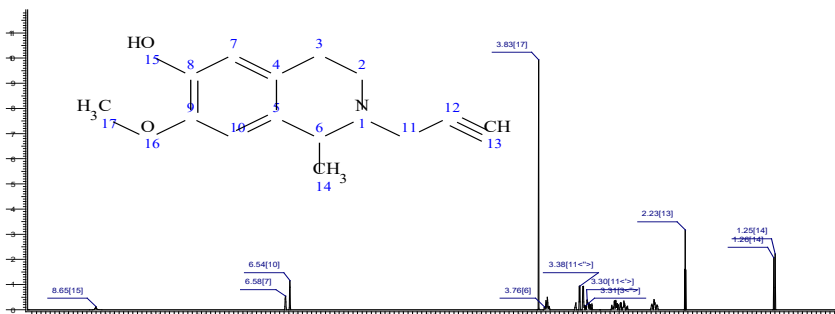
1-сызба – Сальсолин туындыларының синтезі

Синтезделіп алынған жаңа өнімдер 1–2 жақсы кристалданатын ашық-сары ұнтақтар болып табылады, органикалық еріткіштерде орташа еритін қосылыстар. 1-қосылыстың  $^1\text{H}$  және  $^{13}\text{C}$  ЯМР спектрлері (1,2-суреттер) JNM-ECA Jeol 400 спектрометрінде (сәйкесінше 399.78 және 100.53 МГц жиіліктерде)  $\text{CDCl}_3$  еріткіші қолданыла отырып түсірілді. Химиялық ығысулар дейтерленген еріткіштің қалдық протондарының немесе көміртегі атомдарының сигналдарына қатысты өлшенді.



Сурет 1– Қосылыстың (1)  $^1\text{H}$  ЯМР спектрі

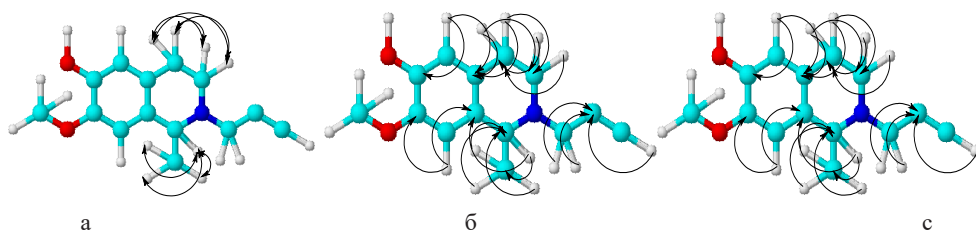
1-қосылыстың  $^1\text{H}$  ЯМР спектрінде алифаттық циклдің метил протондары Н-14,14,14 үшпротондық мультиплет ретінде 1.35-1.36 м.д. мәнінде көрінді. Пропинил фрагментінің Н-13 протоны бірпротондық синглет ретінде 2.21 м.д. мәнінде тіркелді. Пропинил фрагментінің метилен протондары Н-11ах және Н-11еқ екі дублет ретінде сәйкесінше 3.46 және 3.62 м.д. мәнінде  $^2\text{J}$  17.2 Гц көрінді. Тетрагидроизохиолин фрагментінің метилен протондары Н-3ах, Н-3еқ, Н-2ах және Н-2еқ бірпротондық мультиплеттер ретінде сәйкесінше 2.65-2.67, 2.73-2.77, 2.85-2.91 және 2.97-3.01 м.д. мәнінде тіркелді. Тетрагидроизохиолин фрагментінің метин протоны Н-6 бірпротондық мультиплет ретінде 3.88-3.91 м.д. мәнінде көрінді. Ароматтық протондар Н-10,7 екіпротондық синглет ретінде 6.56 м.д. мәнінде көрінді. Метокси протондар Н-17,17,17 үшпротондық синглет ретінде 3.80 м.д. мәнінде көрінді. Гидроксил протондары Н-15 кеңейтілген бірпротондық синглет ретінде 5.99 м.д. мәнінде тіркелді.



Сурет 2 – Қосылыстың (1)  $^{13}\text{C}$  ЯМР спектрі

1-қосылыстың  $^{13}\text{C}$  ЯМР спектрінде пропирил фрагментінің көміртек атомдарының сигналдары 43.38 (C-11), 72.98 (C-13) және 79.39 (C-12) м.д. мәнінде көрінді. Тетрагидроизохинолин фрагментінің көміртек атомдары 27.50 (C-3), 46.56 (C-2), 55.24 (C-6), 109.33 (C-10), 114.38 (C-7), 126.77 (C-4), 130.75 (C-5), 143.97 (C-9) және 145.28 (C-8) м.д. мәнінде көрінді. Метил көміртек атомы C-14 20.57 м.д. мәнінде көрінді. Метокси көміртек атомы C-17 56.04 м.д. мәнінде резонанстық көрінді.

1-қосылыстың құрылымы сондай-ақ COSY ( $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$ ), HMQC ( $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ ) және HMBC ( $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ ) екіөлшемді ЯМР спектроскопиясының әдістерімен расталды, бұл гомо- және гетероядролық спин-спин өзара әрекеттерін анықтауға мүмкіндік береді. Молекуладағы бақыланған COSY ( $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$ ) және HMQC ( $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ ) ЯМР корреляциялары 3 – суретте көрсетілген.



Сурет 3 – Қосылыстың (1) COSY (а), HMQC (б) және HMBC (с) спектрлеріндегі корреляциялық үлгі

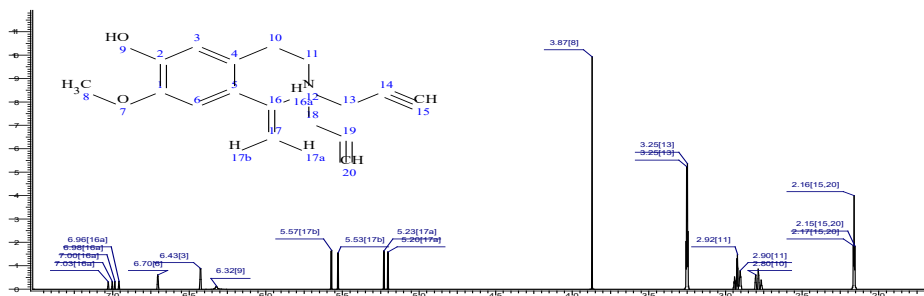
1-қосылыстың  $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$  COSY спектрлерінде қосылыстың көрші метилен-метилен және метин-метилен топтарының протондарының үш байланыс арқылы спин-спин корреляциялары бақыланады: групп  $\text{H}^{13}\text{-H}^{11\text{ax}}$  (2.20, 3.46 и 3.46, 2.20),  $\text{H}^{13}\text{-H}^{11\text{eq}}$  (2.20, 3.62 и 3.62, 2.20),  $\text{H}^{14}\text{-H}^6$  (1.34, 3.90 и 3.90, 1.34),  $\text{H}^{11\text{ax}}\text{-H}^{11\text{eq}}$  (3.45, 3.61 и 3.61, 3.45) м.д.

Протондардың көміртек атомдарымен бір байланыс арқылы гетероядролық өзара әрекеттері  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  HMQC спектроскопиясының көмегімен қосылыстағы келесі жұптар үшін анықталды:  $\text{H}^{14}\text{-C}^{14}$  (1.35, 20.39),  $\text{H}^{3\text{ax}}\text{-C}^3$  (2.62, 27.65),  $\text{H}^{3\text{eq}}\text{-C}^3$  (2.79, 27.64),  $\text{H}^{2\text{ax}}\text{-C}^2$  (2.85, 46.66),  $\text{H}^{2\text{eq}}\text{-C}^2$  (2.99, 46.68),  $\text{H}^{11\text{ax}}\text{-C}^{11}$  (3.45, 43.31),  $\text{H}^{11\text{eq}}\text{-C}^{11}$  (3.62, 43.31),  $\text{H}^{17}\text{-C}^{17}$  (3.79, 56.20),  $\text{H}^6\text{-C}^6$  (3.90, 55.12),  $\text{H}^7\text{-C}^7$  (6.55, 114.33),  $\text{H}^{10}\text{-C}^{10}$  (6.55, 109.40) м.д.

Протондардың көміртек атомдарымен екі және одан көп байланыс арқылы гетероядролық өзара әрекеттері  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  HMBC спектроскопиясының көмегімен қосылыстағы келесі жұптар үшін анықталды:  $\text{H}^{14}\text{-C}^6$  (1.34, 55.13),  $\text{H}^{14}\text{-C}^5$  (1.34, 130.70);  $\text{H}^{11\text{ax}}\text{-C}^2$  (3.46, 46.46),  $\text{H}^{11\text{ax}}\text{-C}^6$  (3.46, 55.13),  $\text{H}^{11\text{ax}}\text{-C}^{13}$  (3.46, 73.06),  $\text{H}^{11\text{ax}}\text{-C}^{12}$  (3.46, 79.11);  $\text{H}^{11\text{eq}}\text{-C}^2$  (3.61, 46.46),  $\text{H}^{11\text{eq}}\text{-C}^6$  (3.61, 55.13),  $\text{H}^{11\text{eq}}\text{-C}^{13}$  (3.61, 73.06),  $\text{H}^{11\text{eq}}\text{-C}^{12}$  (3.61, 79.11);  $\text{H}^{10}\text{-C}^9$  (6.55, 144.23),  $\text{H}^{10}\text{-C}^5$  (6.55, 131.51),  $\text{H}^{10}\text{-C}^4$  (6.55, 126.87),  $\text{H}^{10}\text{-C}^6$  (6.55, 55.33),  $\text{H}^{10}\text{-C}^3$  (6.55, 27.32) м.д. 2-қосылыстың  $^1\text{H}$  және  $^{13}\text{C}$  ЯМР спектрлері (4,5-суреттер) JNM-ECA Jeol 400 спектрометрінде (сәйкесінше 399.78 және 100.53 МГц жиіліктерде)  $\text{CDCl}_3$  еріткіші қолданыла отырып түсірілді.

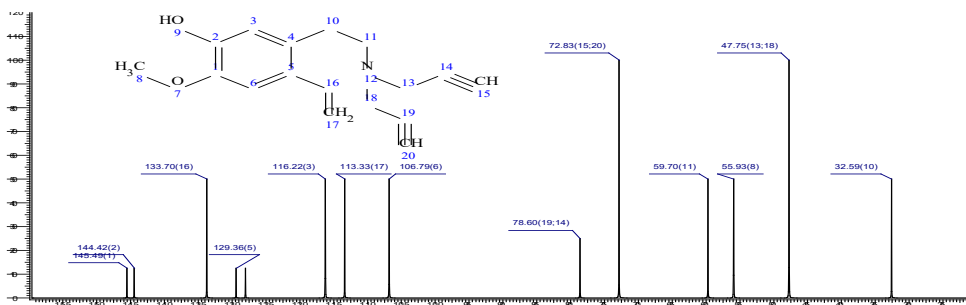
Химиялық ығысулар дейтерленген еріткіштің қалдық протондарының немесе көміртек атомдарының сигналдарына қатысты өлшенді.

2-қосылыстың  $^1\text{H}$  ЯМР спектрі дипропинил фрагментінің ацетилендік протондары Н-15,20 екі протонды синглет сигнал ретінде 2,25 м.д. шегінде көрсетілді. Дипропинил фрагментінің метилендік протондары Н-13,13 және Н-18,18 төрт протонды синглет ретінде 3,51 м.д. шегінде тіркелді. N-этилдік фрагменттің метилендік протондары Н-10ах,11ах,10еқ,11еқ төрт протонды мультиплет ретінде 2,71-2,80 м.д. шегінде көрінді.



Сурет 4 – Қосылыстың (2)  $^1\text{H}$  ЯМР спектрі

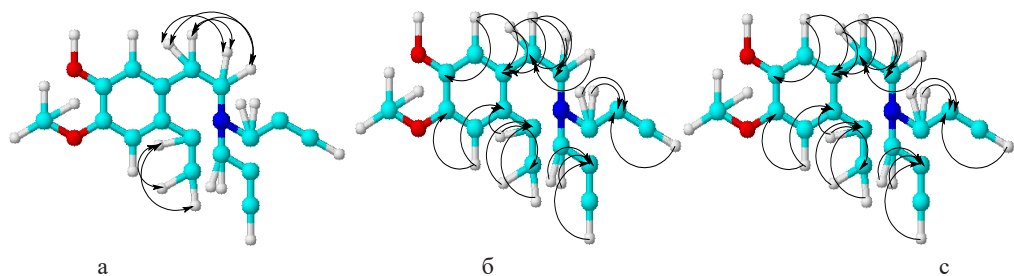
Этилендік протондар Н-17а және Н-17б екі бір протонды дублет ретінде тіркелді: Н-17а — 5,19 м.д. жерінде  $^3J = 10,4$  Гц мәнімен және Н-17б — 5,52 м.д. жерінде  $^2J = 17,2$  Гц мәнімен сәйкесінше ароматикалық протон Н-3 бір протонды синглет ретінде 6,74 м.д. шегінде көрсетілді. Басқа ароматикалық протон Н-6 этилендік протон Н-16 бірге екі протонды мультиплет ретінде 6,91-6,99 м.д. шегінде тіркелді. Метоксипротондары Н-8,8,8 үш протонды синглет ретінде 3,89 м.д. шегінде көрінді. Гидроксилдік протондар Н-9 кеңейтілген бір протонды синглет ретінде 5,72 м.д. шегінде тіркелді.



Сурет 5 – Қосылыстың (2)  $^{13}\text{C}$  ЯМР спектрі

2-қосылыстың  $^{13}\text{C}$  ЯМР спектрінде дипропил фрагментінің көміртек атомдарының сигналдары 42,27 (C-13,18), 73,39 (C-15,20) және 78,66 (C-14,19) м.д. шегінде көрсетілді. Этилдік көміртек атомдары 30,94 және 54,37 м.д. шегінде тіркелді. Этилендік көміртек атомдары 113,41 (C-17) және 134,14 (C-16) м.д.

шегінде көрсетілді. Метоксикөміртек атомы C-8 56,05 м.д. шегінде резонанс жасады. Ароматикалық көміртек атомдары 107,93 (C-6), 116,03 (C-3), 128,58 (C-4), 130,59 (C-5) және 145,53 (C-1,2) м.д. шегінде тіркелді. 2-қосылыстың құрылымы COSY ( $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$ ), HMQC ( $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ ) және HMQC ( $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ ) сияқты екіөлшемді ЯМР спектроскопия әдістерімен де расталды, олар гомо- және гетероядролық спин-спин өзара әрекеттесулерді анықтауға мүмкіндік береді. Молекулада байқалған COSY ( $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$ ) және HMQC ( $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$ ) ЯМР корреляциялары 6 – суретте көрсетілген.



Сурет 6 – 2-қосылыстың COSY (а), HMQC (б) және HMQC (с) спектрлеріндегі корреляциялық үлгі

2-қосылыстың  $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$  COSY спектрінде көршілес метилен-метилен және метин-метилен мен метин-метин топтарының  $\text{H}^{10\text{ax},11\text{ax}}-\text{H}^{10\text{eq},11\text{eq}}$  үш протон байланысы арқылы спин-спин корреляциялары байқалады  $\text{H}^{10\text{ax},11\text{ax}}-\text{H}^{10\text{eq},11\text{eq}}$  (2.68, 2.78 и 2.78, 2.68),  $\text{H}^{15,20}-\text{H}^{13,18}$  (2.25, 3.51 и 3.51, 2.25),  $\text{H}^{17\text{a}}-\text{H}^{16}$  (5.18, 6.94 и 6.94, 5.18),  $\text{H}^{17\text{b}}-\text{H}^{16}$  (5.52, 6.91 и 6.94, 5.52) м.д.

2-қосылыстағы келесі жұптар үшін  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  HMQC спектроскопиясы арқылы протон мен көміртек атомдары арасындағы бір байланыс арқылы гетероядролық өзара әрекеттесулер анықталды:  $\text{H}^{10\text{ax}}-\text{C}^{10}$  (2.69, 31.02),  $\text{H}^{10\text{eq}}-\text{C}^{10}$  (2.78, 31.04),  $\text{H}^{11\text{ax}}-\text{C}^{11}$  (2.69, 54.36),  $\text{H}^{11\text{eq}}-\text{C}^{11}$  (2.78, 54.43),  $\text{H}^{13,18}-\text{C}^{13,18}$  (3.50, 42.29),  $\text{H}^8-\text{C}^8$  (3.88, 56.06),  $\text{H}^{17\text{a}}-\text{C}^{17}$  (5.18, 113.52),  $\text{H}^{17\text{b}}-\text{C}^{17}$  (5.53, 113.52),  $\text{H}^{16}-\text{C}^{16}$  (6.94, 134.02),  $\text{H}^3-\text{C}^3$  (6.74, 115.92),  $\text{H}^6-\text{C}^6$  (6.99, 107.97) м.д.

2-қосылыстағы келесі жұптар үшін протон мен көміртек атомы арасындағы екі немесе одан да көп байланыс арқылы гетероядролық өзара әрекеттесулер  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  HMQC спектроскопиясы арқылы анықталды:  $\text{H}^{10\text{eq}}-\text{C}^{11}$  (2.77, 54.19);  $\text{H}^{13,18}-\text{C}^{11}$  (3.50, 54.76),  $\text{H}^{13,18}-\text{C}^{15,20}$  (3.50, 73.66),  $\text{H}^{13,18}-\text{C}^{19,14}$  (3.50, 78.76);  $\text{H}^8-\text{C}^1$  (3.88, 145.49);  $\text{H}^{17\text{a}}-\text{C}^4$  (5.18, 128.48);  $\text{H}^{17\text{b}}-\text{C}^4$  (5.62, 128.68);  $\text{H}^3-\text{C}^1$  (6.74, 145.49),  $\text{H}^3-\text{C}^{10}$  (6.74, 31.13),  $\text{H}^3-\text{C}^4$  (6.74, 128.67);  $\text{H}^6-\text{C}^4$  (6.99, 145.69) м.д.

Ұсынылған үлгілердің антирадикалды әсерін *in vitro* жағдайында 2,2-дифенил-1-пикрилгидразил (ДФПГ) еркін радикалын ингибирлеу қабілеті бойынша бағаланды. Зерттеу Brand-Williams және т.б. (1995) ұсынған кейбір өзгертулер енгізілген әдістеме негізінде жүргізілді. Зерттелетін үлгілердің антирадикалды белсенділігін тұрақты еркін радикал 2,2-дифенил-1-пикрилгидразил (ДФПГ)-мен жүргізілген тесті арқылы бағаланды. Жұмыс ерітіндісі ретінде 100 мкМ (0,1 мМ) концентрациядағы этанолдағы ДФПГ ерітіндісін қолданды. Алғашқы скрининг үшін 1980 мкл 100 мкМ этанолдық ДФПГ ерітіндісін 20 мкл зерттелетін заттың этанолдағы 10 мг/мл концентрациядағы ерітіндісімен араластырды.

**Талқылау.** Осылайша, реакциялық қоспадағы зерттелетін заттың соңғы концентрациясы 100 мкг/мл болды. Зерттелетін қосылыстың ерітіндісін ДФПГ-радикал ерітіндісіне қосқаннан кейін 10 минуттан соң реакциялық қоспаның оптикалық тығыздығын 515 нм толқын ұзындығында спектрофотометриялық әдіспен өлшеді.

Оптикалық тығыздықты 50 %-дан артық төмендеткен заттар үшін толық доза-тәуелділік қисығын алу мақсатында қосылыстарды реакциялық қоспадағы соңғы концентрациялары 10, 25, 50, 75 және 100 мкг/мл болатын сериялық сұйылтуларда зерттеді. Қосылыстың ДФПГ-радикалдың оптикалық тығыздығын 50 %-ға төмендететін концентрациясын ( $IC_{50}$ ) графикалық әдіспен немесе регрессиялық талдау арқылы анықтады. Барлық өлшеулер үш қайталанымда жүргізілді. Нәтижелер орташа мән  $\pm$  стандартты ауытқу түрінде берілді. Зерттелетін қосылыстардың антирадикалдық белсенділігіне скрининг жүргізу нәтижелері 1-кестеде келтірілген.

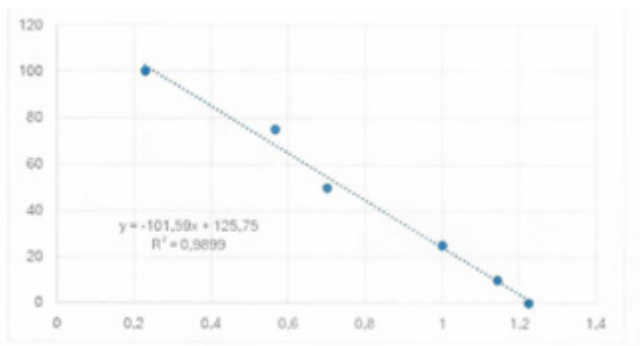
Кесте 1 – 100 мкг/мл соңғы концентрациядағы сынама затымен 10 минут инкубациядан кейінгі 100  $\mu$ М ДФПГ радикалды ерітіндісінің оптикалық тығыздық мәндері

№	Қосылыстың атауы	Оптикалық тығыздық
1	7-метокси-1-метил-2-(проп-2-ин-1-ил)-1,2,3,4-тетрагидроизохинолин-6-ол	0,229
2	5-(2-(ди проп-2-ин-1-ил) амино) этил)-2-метокси-4-винилфенол	0,599
	Бақылау (сынама үлгісі жоқ ДФПГ ерітіндісі)	1,324

1-кестеден көрініп тұрғандай, 1 және 2 қосылыстар ДФПГ – радикалын едәуір ингибирлеу қабілетін көрсетті және осы тест-жүйесінің жағдайында одан әрі зерттеуге перспективті болып табылады. Екінші серия эксперименттерде біз 1 және 2 қосылыстарының әртүрлі концентрацияларда (10-нан 100 мкг/мл-ге дейін) ДФПГ – радикалмен өзара әрекеттесу қабілетін зерттедік (2,3 – кестелер).

Кесте 2 – 1-затпен 10 минут инкубациядан кейінгі 100 $\mu$ М ДФПГ ерітіндісінің оптикалық тығыздық мәндері

№	Реакция қоспасындағы концентрация мкг/мл	Оптикалық тығыздық
1	100	0,229
2	75	0,568
3	50	0,702
4	25	1,001
5	10	1,143
	Бақылау (сынама үлгісі жоқ ДФПГ ерітіндісі)	1.225

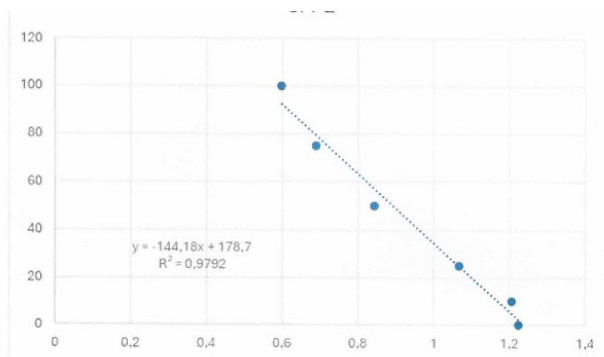


Сурет 7 – 1 – қосылыстың калибрлеу сызығы

Салынған калибрлеу қисығының (7-сурет) көмегімен оптикалық тығыздығы 100  $\mu\text{M}$  ДФПГ радикалды ерітіндісі 1 – қосылыстың концентрациясы 50% төмендетуге қабілетті екені анықталды. 1 – қосылыс үшін  $\text{IC}_{50}$  ДФПГ 63,5 мкг/мл тең болды.

Кесте 3 – 2-затпен 10 минут инкубациядан кейінгі 100 $\mu\text{M}$  ДФПГ ерітіндісінің оптикалық тығыздық мәндері

№	Реакция қоспасындағы концентрация мкг/мл	Оптикалық тығыздық
1	100	0,599
2	75	0,689
3	50	0,845
4	25	1,068
5	10	1,207
	Бақылау (сынама үлгісі жоқ ДФПГ ерітіндісі)	1.225



Сурет 8 – 2 – қосылыстың калибрлеу сызығы

Салынған калибрлеу қисығының (8-сурет) көмегімен оптикалық тығыздығы 100  $\mu\text{M}$  ДФПГ радикалды ерітіндісі 2 – қосылыстың концентрациясы 50% төмендетуге қабілетті екені анықталды. 2 – қосылыс үшін  $\text{IC}_{50}$  ДФПГ 90,4 мкг/мл тең болды.

ДФПГ-радикалына қарсы зерттелген үлгілердің антирадикалды белсенділігі бағаланды. Жүргізілген зерттеу нәтижелері бойынша, 1 және 2 үлгілері аталған тест-жүйесінде ең жоғары антирадикалды белсенділік көрсетті. 1-үлгі үшін  $IC_{50}$ (ДФПГ) мәні 63,5 мкг/мл құрады, бұл 100  $\mu$ M ДФПГ-радикалы ерітіндісінің оптикалық тығыздығын 50%-ке төмендету үшін қажетті концентрацияны білдіреді. 2-үлгі үшін бұл көрсеткіш 90,4 мкг/мл болды.

Алынған нәтижелерді салыстырғанда, 1-үлгі 2-үлгімен салыстырғанда айтарлықтай жоғары антирадикалды белсенділікке ие екендігі анықталды. 1-үлгінің  $IC_{50}$  мәні 2-үлгінің  $IC_{50}$  мәнінен шамамен 30%-ке төмен болып, бұл 1-үлгінің ДФПГ радикалын бейтараптандыруда тиімдірек екендігін көрсетеді. Қорытындылай келе, зерттелген үлгілер ішінде 1-қосылыс ең перспективті антирадикалды агент болып табылады және болашақ зерттеулер үшін негізгі зат ретінде ұсынылады.

Азот атомында пропаргил тобының енгізілуі қосылыстардың антирадикалды қасиеттеріне айтарлықтай әсер етеді. sp-гибридтелген көміртегі бар ацетилен бөлігінің болуы молекуладағы электрон тығыздығының қайта бөлінуіне ықпал етуі мүмкін, бұл өз кезегінде қосылыстардың бос радикалдармен әрекеттесу қабілетіне әсер етеді.

Сонымен қатар, пропаргил тобы конъюгация арқылы аралық радикал түрлерін тұрақтандыруға қатыса алады, бұл антиоксиданттық белсенділікті арттыруы мүмкін. Реакция орталығының қолжетімділігіне әсер ететін ықтимал стерикалық әсерлерді де ескеру қажет.

Осылайша, азот атомында сальсолинді пропаргил алмастырғышымен модификациялау жақсартылған антирадикалды қасиеттері бар қосылыстар жасаудың перспективалы бағытын білдіреді.

**Қорытынды.** Зерттеу нәтижесінде салсолиннің жаңа пропаргил туындылары алынды. Алғаш рет синтезделген қосылыстардың *in vitro* жағдайында антирадикалды белсенділігі бар екені анықталды. Дегенмен, аталған туындылардың молекулалық әсер ету механизмдерін және мүмкін уыттылығын нақтылау үшін қосымша зерттеулер қажет. Статистикалық талдау нәтижелері зерттеу шарттары арасында маңызды айырмашылықтардың барын көрсетті. Зерттеу барысында бірқатар факторлардың өлшенетін көрсеткіштерге әсер ететіні анықталды, бұл деректер одан әрі жұмыстар мен қолданбалы зерттеулер үшін құнды болуы мүмкін. Нәтижелер зерттелетін параметрлерде айтарлықтай вариабельділік бар деген гипотезаны растайды.

Алынған нәтижелер зерттеу жүргізілген сала үшін практикалық маңызға ие. Оларды шешім қабылдау, процестерді оңтайландыру немесе қызмет сапасын жақсарту үшін пайдалануға болады. Алынған нәтижелерге сүйене отырып, қосымша зерттеулер үшін бірқатар ұсыныстар беруге болады. Бұл белгілі бір факторлардың әсерін тереңірек талдауды, үлгіні кеңейтуді немесе басқа талдау әдістерін қолдануды қамтуы мүмкін.

Сонымен, жүргізілген зерттеу шарттар арасындағы статистикалық маңызды айырмашылықтарды анықтады, бұл оның зерттелетін сала үшін құндылығы мен

маңыздылығын растайды. Алынған тұжырымдар негізделген шешімдер қабылдау және зерттеудің осы бағытын одан әрі дамыту үшін пайдаланылуы мүмкін. Қорытындылай келе, бұл мақала алкалоидтардың фармакологиялық қасиеттерін зерттеуге маңызды үлес қосады және осы саладағы қосымша зерттеулерге негіз бола алады.

### References

- Chebaibi M., Bourhia M., Amrati F.E.Z., Slighoua M., Mssillou I., Aboul-Soud M.A., & Daoud R. (2024) Salsoline derivatives, genistein, semisynthetic derivative of kojic acid, and naringenin as inhibitors of A42R profilin-like protein of monkeypox virus: in silico studies. *Frontiers in Chemistry*, 12. — 1445606 p. <https://doi.org/10.3389/fchem.2024.1445606>. (in Eng.)
- ElNaggar M.H., Abdelmohsen U.R., Bar F.M.A., Kamer A.A., Bringmann G., & Elekhawy E. (2024) Investigation of bioactive components responsible for the antibacterial and anti-biofilm activities of *Caroxylon volkensii* by LC-QTOF-MS/MS analysis and molecular docking. *RSC advances*, 14(16). — P. 11388-11399. <https://doi.org/10.1039/D4RA01646G>. (in Eng.)
- ElNaggar M.H., Eldehna W.M., Abourehab M.A., & Abdel Bar F.M. (2022) The old world salsola as a source of valuable secondary metabolites endowed with diverse pharmacological activities: a review. *Journal of Enzyme Inhibition and Medicinal Chemistry*, 37(1). — P. 2036-2062. <https://doi.org/10.1080/14756366.2022.2102005>. (in Eng.)
- Grover P., Rohilla S., Bhardwaj M., Mehta L., & Malhotra A. (2023) Piperidine nucleus as a promising scaffold for alzheimer's disease: current landscape and future perspective. *Current Topics in Medicinal Chemistry*, 23(13). — P. 1221-1259. <https://doi.org/10.2174/15680266230406084315>. (in Eng.)
- Ibrayev M.K., Nurkenov O.A., Rakhimberlinova Z.B., Takibayeva A.T., Palamarchuk I.V., Turdybekov D.M., ... & Kulakov I.V. (2022) Synthesis, structure and molecular docking of new 4, 5-dihydrothiazole derivatives based on 3, 5-dimethylpyrazole and cytosine and salsoline alkaloids. *Molecules*, 27(21). — 7598 p. <https://doi.org/10.3390/molecules27217598>. (in Eng.)
- Klochkov S.G., Afanas'eva S.V., Ermatova A.B. et al. Modification of alantolactones by natural alkaloids. *Chem Nat Compd* 47. — P. 716–725 (2011). <https://doi.org/10.1007/s10600-011-0043-x>. (in Eng.)
- Kulakov I.V. (2015) Synthesis and Intramolecular Heterocyclization of the N-Allylthiocarbamide of the Alkaloid Salsoline. *Chem Nat Compd* 51. — P. 1204–1205. <https://doi.org/10.1007/s10600-015-1534-y>. (in Eng.)
- Koval'skaya A.V., Gil'mutdinov, A. R., Lobov, A. N., Tsypysheva, I. P., & Yunusov, M. S. (2025). (+)-Salsolidine in Synthesis of 5, 6-Dihydropyrrolo [2, 1-a] Isoquinolines. *Chemistry of Natural Compounds*, 61(3). — P. 520-524. <https://doi.org/10.1007/s10600-025-04690-7>. (in Eng.)
- Mollaei S. (2021) Metabolic Profiling and Inhibitory Properties of Different Parts of Salsola Vermiculata Towards Acetylcholinesterase and  $\alpha$ -glucosidase. *Research Square (Research Square)*. <https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-923017/v1>. (in Eng.)
- Murshid S.S., Atoum D., Abou-Hussein D.R., Abdallah H.M., Hareeri R.H., Almkadi H., & Edrada-Ebel R. (2022) Genus Salsola: Chemistry, biological activities and future prospective—A review. *Plants*, 11(6). — 714 p. <https://doi.org/10.3390/plants11060714>. (in Eng.)
- Nurkenov O.A., Fazylov S.D., Nurmaganbetov Z.S., Seilkhanov T.M., Seidakhmetova R.B., Muldakhmetov Z.M., & Gazaliev A.M. (2023) Synthesis and Antimicrobial Activity of Phthalide Derivatives of Cytosine, Anabesine, and Salsoline. *Chemistry of Natural Compounds*, 59(6). — 1147-1150 p. <https://doi.org/10.1007/s10600-023-04213-2>. (in Eng.)
- Nurkenov O.A., Seilkhanov T.M., Fazylov S.D., Issayeva A.Zh., Seilkhanov O.T. (2019) Obtaining and research of the supramolecular complexes of alkaloid salsoline with cyclodextrins by NMR spectroscopy. *Academic Scientific Journal of Chemistry*, (1). — P. 64-69. <https://doi.org/10.32014/2019.2518-1491.9>. (in Eng.)
- Palamarchuk I.V., Ogurtsova D.N., Seilkhanov T.M., & Kulakov I.V. (2019) Synthesis of N-derivatives of cytosine, anabesine, and salsoline alkaloids with pharmacophore 3-aminopyridine-2 (1 H)-one and

5-methyl-7-phenyloxazole [5, 4-b] pyridine cycles. *Russian Journal of General Chemistry*, 89(12), 2487-2491. <https://doi.org/10.1134/S1070363219120259>. (in Eng.)

Postnikov L.S. Quinoxaline derivatives of severalalkaloids. *Chem Nat Compd* 46. — P. 72–74 (2010). <https://doi.org/10.1007/s10600-010-9528-2>. (in Eng.)

Selim D.A., Shawky E., Ghareeb D.A., Abdulmalek S.A., & El-Khair R.M.A. (2023) Comparative metabolomics of the different fractions of two saltwort (*Salsola L.*) species in relation to their anti-inflammatory activity. *Food Bioscience*, 51. — 102306 p.<https://doi.org/10.1016/j.fbio.2022.102306>. (in Eng.)

Voon S.M., Ng K.Y., Chye S.M., Ling A.P., Voon K.G.L., Yap Y.J., & Koh R.Y. (2020) The mechanism of action of salsolinol in brain: implications in Parkinson's disease. *CNS & Neurological Disorders-Drug Targets-CNS & Neurological Disorders*, 19(10). — P. 725-740. <https://doi.org/10.2174/1871527319666200902134129>. (in Eng.)

ACADEMIC SCIENTIFIC JOURNAL OF CHEMISTRY

ISSN 2224–5286

Volume 1.

Number 466 (2026), 267–279

<https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.354>

IRSTI 31.25.19

UDC 547.885+66.084.8

© **Muldakhmetov Z.M., Zhakina A.Kh.\* , Arnt O.V., Vassilets Ye.P.,  
Zhakin A.M., 2026.**

LLP «Institute of Organic Synthesis and Coal Chemistry of the Republic of  
Kazakhstan», Karaganda, Kazakhstan.

E-mail: [alzhakina@mail.ru](mailto:alzhakina@mail.ru)

## COMPOSITE MATERIALS MODIFIED WITH CARBON FILLER

**Muldakhmetov Zainulla** — Doctor of Chemistry, Academician of the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan, Karaganda, Kazakhstan,

E-mail: [iosu@mail.ru](mailto:iosu@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0001-9497-2545>;

**Zhakina Alma** — Candidate of Chemical Sciences, Professor, Head of the Laboratory of Polymer Chemistry of LLP "Institute of Organic Synthesis and Coal Chemistry of the Republic of Kazakhstan", Karaganda, Kazakhstan,

E-mail: [alzhakina@mail.ru](mailto:alzhakina@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0001-5724-2279>;

**Arnt Oxana** — Master of Technical Sciences, Researcher at the Laboratory of Polymer Chemistry of LLP "Institute of Organic Synthesis and Coal Chemistry of the Republic of Kazakhstan", Karaganda, Kazakhstan,

E-mail: [oxana230590@mail.ru](mailto:oxana230590@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0002-8996-4572>;

**Vassilets Yevgeniy** — PhD student, Researcher at the Laboratory of Polymer Chemistry of LLP "Institute of Organic Synthesis and Coal Chemistry of the Republic of Kazakhstan", Karaganda, Kazakhstan,

E-mail: [vassilets88@mail.ru](mailto:vassilets88@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0003-2242-486X>;

**Zhakin Almat** — Master of Technical Sciences, Researcher at the Laboratory of Polymer Chemistry of LLP "Institute of Organic Synthesis and Coal Chemistry of the Republic of Kazakhstan", Karaganda, Kazakhstan,

E-mail: [zhakin-almat@mail.ru](mailto:zhakin-almat@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0002-5940-7097>.

**Abstract.** Currently, one of the most promising and dynamically developing areas in materials science and nanotechnology is the synthesis of composite materials containing carbon nanofillers. The integration of such nanoscale carbon structures into the composite matrix allows for significant modification of its physicochemical properties, including thermal and chemical stability. The aim of the work was to obtain new composite materials based on the processing product of coal waste modified with graphene oxide, as well as to study the influence of various factors on the process of their production, and to study their composition and physical and chemical properties. The methodology of the work includes the synthesis of composite materials based on HA using GO was carried out under the action of ultrasound. Synthesis of composite

materials based on humic acids modified with graphene oxide was carried out at different ratios of the initial reagents (HA:GO=10:0.1, 20:0.1) and different times of ultrasonic exposure (0, 15, 30 minutes). The results of the study showed that ultrasonic treatment has a significant impact on the chemical structure and functional properties of humic acid-based composites. The optimal ultrasonication time was found to be 30 minutes; further increases in time lead to destructive processes in the humic acid structure and a reduction in the number of functional groups. The introduction of graphene oxide into the humic acid shifts thermal degradation processes to higher temperatures. The resulting composite materials are characterized by increased thermal stability and a developed surface structure, making them promising materials for use in wastewater treatment processes and as components of catalytic systems.

**Keywords:** composite materials, carbon filler, humic acids, graphene oxide, ultrasound

**Financing.** *This research was conducted as part of the targeted funding program for the project IRN BR BR24992921, titled "Development of innovative technologies for obtaining new organic substances and composite materials from waste from coal mining and coal chemical enterprises in Kazakhstan".*

*For citations: Muldakhmetov Z.M., Zhakina A.Kh., Arnt O.V., Vassilets Ye.P., Zhakin A.M. Composite materials modified with carbon filler. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.1. — P. 267–279. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.354>*

© **Мулдахметов З.М., Жакина А.Х. \*, Арнт О.В., Василец Е.П., Жакин А.М., 2026.**

ЖШС «Қазақстан Республикасының Органикалық синтез және көмір химиясы институты», Қарағанды, Қазақстан.  
E-mail: [alzhakina@mail.ru](mailto:alzhakina@mail.ru)

## **КӨМІРТЕКТІ ТОЛТЫРҒЫШПЕН МОДИФИКАЦИЯЛАНҒАН КОМПОЗИЦИЯЛЫҚ МАТЕРИАЛДАР**

**Мулдахметов Зайнулла** — химия ғылымдарының докторы, ҚР ҰҒА академигі, ЖШС «Қазақстан Республикасының Органикалық синтез және көмір химиясы институты», Қарағанды, Қазақстан,  
E-mail: [iosu@mail.ru](mailto:iosu@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0001-9497-2545>;

**Жакина Алма** — химия ғылымдарының кандидаты, профессор, "Полимер химиясы" зертханасының меңгерушісі ЖШС «Қазақстан Республикасының Органикалық синтез және көмір химиясы институты», Қарағанды, Қазақстан,  
E-mail: [alzhakina@mail.ru](mailto:alzhakina@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0001-5724-2279>;

**Арнт Оксана** — техника ғылымдарының магистрі, "Полимерлер химиясы" зертханасының ғылыми қызметкері ЖШС «Қазақстан Республикасының Органикалық синтез және көмір химиясы институты», Қарағанды, Қазақстан,  
E-mail: [oxana230590@mail.ru](mailto:oxana230590@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0002-8996-4572>;

**Василец Евгений** — PhD студенті, "Полимерлер химиясы" зертханасының ғылыми қызметкері

ЖШС «Қазақстан Республикасының Органикалық синтез және көмір химиясы институты»,  
Қарағанды, Қазақстан,

E-mail: vassilets88@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-2242-486X>;

**Жакин Алматы** — техника ғылымдарының магистрі, "Полимерлер химиясы" зертханасының кіші ғылыми қызметкері ЖШС «Қазақстан Республикасының Органикалық синтез және көмір химиясы институты», Қарағанды, Қазақстан,

E-mail: zhakin-almat@mail.ru , <https://orcid.org/0000-0002-5940-7097>.

**Аннотация.** Қазіргі таңда материалтану мен нанотехнология саласындағы ең қарқынды дамып келе жатқан әрі болашағы зор бағыттардың бірі — құрамында көміртекті нанотолтырғыштар бар композиттік материалдарды синтездеу болып табылады. Осындай наноөлшемді көміртекті құрылымдарды композиттік матрицаға енгізу оның физика-химиялық қасиеттерін, соның ішінде жылулық және химиялық тұрақтылығын айтарлықтай өзгертуге мүмкіндік береді. Жұмыстың мақсаты — графен оксидімен модификацияланған көмір қалдықтарын өңдеу өнімдері негізінде жаңа композиттік материалдар алу, сондай-ақ олардың алыну процесіне әртүрлі факторлардың әсерін зерттеу және олардың құрамы мен физика-химиялық қасиеттерін жан-жақты талдау болып табылады. Зерттеу әдістемесіне сәйкес, гумин қышқылдары (НА) негізіндегі композиттік материалдарды графен оксидін (GO) қолдана отырып синтездеу ультрадыбыс әсерінде жүзеге асырылды. Синтез бастапқы реагенттердің әртүрлі қатынасында (НА:GO = 10:0.1, 20:0.1) және ультрадыбыстық өндеудің әртүрлі уақыт аралықтарында (0, 15, 30 минут) жүргізілді. Зерттеу нәтижелері ультрадыбыстық өндеудің гумин қышқылдары негізіндегі композиттердің химиялық құрылымы мен функционалдық қасиеттеріне елеулі әсер ететінін көрсетті. Ультрадыбыстық өндеудің оңтайлы уақыты 30 минут екені анықталды; уақытты одан әрі ұзарту гумин қышқылдарының құрылымында деструктивті өзгерістерге әкеліп, функционалдық топтардың санының азаюына себеп болады. Графен оксидін енгізу нәтижесінде термиялық ыдырау процестері жоғары температура аймағына ығысады. Алынған композиттік материалдар жоғары жылулық тұрақтылықпен және дамыған беткі құрылымымен ерекшеленеді. Бұл оларды ағынды суларды тазарту процестерінде және каталитикалық жүйелердің компоненттері ретінде қолдануға перспективалы материалдар қатарына жатқызуға мүмкіндік береді.

**Түйін сөздер:** композиттік материалдар, көміртекті толтырғыш, гумин қышқылдары, графен оксиді, ультрадыбыстық

© Мулдахметов З.М., Жакина А.Х. \*, Арнт О.В., Василец Е.П.,  
Жакин А.М., 2026.

«ТОО Институт органического синтеза и углехимии РК», Караганда, Казахстан.  
E-mail: alzhakina@mail.ru

## КОМПОЗИТНЫЕ МАТЕРИАЛЫ, МОДИФИЦИРОВАННЫЕ УГЛЕРОДНЫМ НАПОЛНИТЕЛЕМ

**Мулдахметов Зайнулла** — доктор химических наук, академик НАН РК, директор «ТОО Институт органического синтеза и углехимии РК», Караганда, Казахстан,  
E-mail: iosu@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9497-2545>;

**Жакина Алма** — кандидат химических наук, профессор, заведующая лабораторией «Химии полимеров» «ТОО Институт органического синтеза и углехимии РК», Караганда, Казахстан,  
E-mail: alzhakina@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-5724-2279>;

**Арнт Оксана** — магистр технических наук, научный сотрудник лаборатории «Химии полимеров» «ТОО Институт органического синтеза и углехимии РК», Караганда, Казахстан,  
E-mail: oxana230590@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-8996-4572>;

**Василец Евгений** — PhD-докторант, научный сотрудник лаборатории «Химии полимеров» «ТОО Институт органического синтеза и углехимии РК», Караганда, Казахстан,  
E-mail: vassilets88@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-2242-486X>;

**Жакин Алмат** — магистр технических наук, младший научный сотрудник лаборатории «Химии полимеров» «ТОО Институт органического синтеза и углехимии РК», Караганда, Казахстан,  
E-mail: zhakin-almat@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5940-7097>.

**Аннотация:** В настоящее время одним из наиболее перспективных направлений в области материаловедения и нанотехнологий является разработка композитных материалов, содержащих углеродные наполнители. Интеграция наноразмерных углеродных структур в состав композитной матрицы позволяет существенно модифицировать их физико-химические свойства, включая термическую устойчивость, химическую стабильность и структурные характеристики. Целью работы является получение композитных материалов на основе продуктов переработки углеотходов, модифицированных оксидом графена, а также исследование влияния технологических параметров на их структуру и свойства. Методология исследования включает синтез композитов на основе гуминовых кислот, модифицированных оксидом графена, с использованием ультразвуковой обработки. Синтез проводился при различных соотношениях компонентов (ГК:ОГ = 10:0,1 и 20:0,1) и времени ультразвукового воздействия (0, 15 и 30 минут). Результаты исследования показали, что ультразвуковая обработка оказывает значительное влияние на химическую структуру и функциональные свойства полученных композитов. Установлено, что оптимальное время ультразвуковой обработки составляет 30 минут, тогда как дальнейшее увеличение времени приводит к деструкции структуры гуминовых кислот и снижению содержания функциональных групп. Введение оксида графена способствует повышению термической устойчивости композитов за счёт смещения процессов термической деструкции в область более высоких температур. Полученные материалы характеризуются развитой поверхностной структурой и повышенной

термостойкостью по сравнению с исходными гуминовыми кислотами. Практическая значимость работы заключается в возможности применения разработанных композитов в процессах очистки сточных вод, а также в качестве компонентов каталитических систем.

**Ключевые слова:** композитные материалы, углеродный наполнитель, гуминовые кислоты, оксид графена, ультразвук

**Introduction.** In recent decades, the rapid development of nanotechnology has led to increased interest in the development of composite materials using nanoparticles. One of the most promising areas is the creation of composites based on organic polymer matrices and nanosized fillers (Chai et al., 2021; Lima et al., 2021). Such materials are widely used in various fields of science and technology due to their improved physicochemical, mechanical, and functional properties compared to traditional polymers (Li et al., 2024). Natural polymers, which are highly available, low cost, and have pronounced stabilizing properties, are attracting particular attention from researchers.

One of the promising natural polymers capable of serving as a matrix for the creation of composites are humic acids (HA), products of the transformation of organic matter from coals of varying degrees of metamorphism. HA are a complex set of high-molecular compounds that differ in structure, degree of aromaticity, and content of functional groups. Depending on the formation conditions, such as the degree of metamorphism, genesis, and oxidation level, their composition may be dominated by both low-molecular-weight and high-molecular-weight components, including aromatic and aliphatic fragments in various ratios (Feng et al., 2024; Sazawa et al., 2026). Recent studies have shown the effectiveness of using humic acids as sorbents for organic pollutants and heavy metals, as well as in membrane technologies for wastewater treatment (Zhakina et al., 2024; Papadaki et al., 2023).

**Literary review.** In Kazakhstan, where coal remains one of the main energy sources, a significant share of the coal balance consists of low-energy coals and coal waste, which are not suitable for efficient use in traditional power plants. The disposal and processing of such carbon-containing materials represent both an environmental and technological challenge that requires modern solutions. One promising area is the extraction of humic acids from them – natural high-molecular substances with a wide range of functional properties. Due to their ability to sorb heavy metals, organic pollutants, and ions, humic acids are used in wastewater treatment technologies, the creation of sorbents and nanocomposites, and in electrochemical systems. The use of coal waste as a raw material for the production of humic acids not only promotes rational environmental management but also increases the added value of low-grade carbon raw materials. Graphene and its derivatives serve as a promising source for the creation of nanocomposite materials (Brahma et al., 2025; Ibragimova et al., 2026). Graphene and its oxidized form (graphene oxide, GO) have become new promising materials in the field of nanotechnology due to their unique thermal, chemical, mechanical, electronic, electrical, and optical properties (Haque et al., 2025; Lin et al., 2024). This material is applicable in various fields, from medicine to the oil industry and nanoelectronics

(Huang et al., 2025; Milka et al., 2026; Amigues et al., 2026). Additionally, its sensory qualities make it a potential sensor for detecting hazardous elements (Elhaes and Ibrahim, 2025; Harini and Ponraj, 2024).

Graphene oxide is small islands of graphene with sp<sup>2</sup>-hybridized bonds, randomly distributed over the surface of the substrate, surrounded by large areas with sp<sup>3</sup>-bonds, functionalized with oxygen-containing groups (epoxy, hydroxyl, carbonyl and carboxyl) (Jirickova et al., 2022). Graphene oxide has a relatively high exchange capacity (from 5 to 8 mmol-eq/g) due to the ion-exchange properties of its carboxyl groups, which effectively extract cations of transition metals, rare earth elements, actinides, and radionuclides.

In the future, this material can be used in tap water purification systems or portable bactericidal filters, avoiding chemical oxidation processes (Gayen et al., 2024; Tiwary et al., 2024). The significant advantage of this material is its low consumption and easy regeneration (Avila-Aviles, 2025).

The combination of natural polymers and graphene oxide is a promising direction in the field of creating multifunctional nanocomposite systems. However, there are still open questions related to optimizing the synthesis conditions, ensuring uniform distribution of nanoparticles, and studying the physical and chemical properties of the composite.

The primary objective of this study is to produce composites based on humic acids and graphene oxide, as well as to investigate the influence of various factors on the production process, their composition, structure, and physicochemical properties. This work is a logical continuation of research conducted in the “Polymer Chemistry” laboratory of the “Institute of Organic Synthesis and Coal Chemistry of the Republic of Kazakhstan”, aimed at creating new functional materials based on man-made carbon sources.

**Materials and methods.** Materials: Composite materials modified with graphene oxide were obtained from humic acids (HA) isolated from samples of weathered coal from the Shubarkol deposit (Karaganda, Kazakhstan) using a method we developed earlier (Zhakina et al., 2020).

The following were used as a composite modifier:

– graphene oxide (GO) from Sigma Aldrich (USA, 796034-1G) with the following characteristics: powder, 15-20 sheets, 4-10% oxidation at the edges, average number of layers 15-20.

Methods: As a source of ultrasonic radiation, an IL 100-6/2 ultrasonic unit with a maximum power of 1200 W and a cylindrical waveguide, equipped with an IL10-1.0 ultrasonic generator with a magnetostrictive transducer operating at a frequency of 22 kHz, was used. An “Anion-4100” (Infraspec-Analyte, Novosibirsk, Russia) laboratory conductivity meter was used to measure the total content of oxygen-containing functional groups  $\Sigma(\text{COOH}+\text{OH})$ . Measurements were performed sequentially with three sample weights, and the average value of the three runs was taken as the final value.

The elemental composition (C, H, O) of the starting humic acids, GO, and composites was determined by elemental analysis using an Elementar Unicube analyzer (Germany).

Fourier-transform infrared spectroscopy was used to study the chemical composition of the composites and identify functional groups. Spectra were recorded in the 400-4000  $\text{cm}^{-1}$  range with an error of no more than 2  $\text{cm}^{-1}$  using an FSM-1201 spectrometer (Infraspec Company, St. Petersburg, Russia).

The morphology and surface structure of the starting compounds and the resulting composites were examined using a MIRA 3 scanning electron microscope (Tescan Orsay Holding, Brno-Kohoutovice, Czech Republic).

Synthesis of composite materials.

Synthesis of HA-based composite materials using GO was accomplished using ultrasound. The synthesis was performed using various ratios of the starting reagents (HA:GO = 10:0.1, 20:0.1) and different ultrasonic exposure times (0, 15, 30 min). To form the composite material, the mixture after ultrasonic treatment was subjected to thermal holding at 90°C for 6 hours. Ultrasonic treatment has a significant impact on the chemical structure and functional properties of humic acid-based composites. One of the key indicators is the content of oxygen-containing groups, which determine the sorption and reactivity properties of the composite.

**Results.** Table 1 evaluates the change in the total content of oxygen-containing functional groups  $\Sigma(\text{COOH}+\text{OH})$  under the influence of ultrasonic irradiation (0, 15, 30 minutes) at different mass ratios of the HA:GO components. The composition of the HA:GO composites varied in HA:GO mass ratios of 10:0.1 and 20:0.1, with ultrasonic treatment durations of 0, 15, and 30 minutes. A study examining the effect of ultrasonication on the production of HA:GO composites revealed that ultrasonic irradiation leads to a slight but consistent increase in the total oxygen-containing functional groups  $\Sigma(\text{COOH}+\text{OH})$ . The most pronounced effect is observed after 30 minutes of treatment, after which the  $\Sigma(\text{COOH}+\text{OH})$  values stabilize.

Table 1 – Effect of the ratio of initial components and the time of ultrasonic treatment on the product yield and other characteristics

Composite (mass%)	US, min	$\Sigma(\text{COOH}+\text{OH})$ , mg-eq/g	Yield, %
HA:GO 10:0.1	–	4.2±0.2	82.15
	15	4.2±0.2	82.74
	30	4.4±0.2	83.07
HA:GO 20:0.1	–	4.5±0.2	87.64
	15	4.5±0.2	87.99
	30	4.6±0.2	88.53

This effect is explained by the fact that ultrasound improves the dispersion of graphene oxide in the humic acid matrix and activates the surface through cavitation processes, which create localized zones of high temperatures and pressures. With an increase in the content of graphene oxide from 10 to 20 wt.%, an increase in  $\Sigma(\text{COOH}+\text{OH})$  to 4.6 mg-eq/g and an increase in the product yield to 88.53% are observed with a ratio of HA:GO=20:0.1 and an ultrasonic treatment duration of 30 minutes, which can be considered the optimal combination of synthesis parameters.

Table 2 presents the results of elemental analysis of composites based on humic acid with graphene oxide.

Table 2 – Characteristics of synthesized composites.

Composite (mass, %)	C <sup>g</sup> , %	H <sup>g</sup> , %	O <sup>g</sup> , %
HA:GO 10:0.1 (US=30 min)	48.91±0.2	3.04±0.1	48.05±0.2
HA:GO 20:0.1 (US=30 min)	45.63±0.2	3.33±0.1	51.04±0.2

Elemental analysis revealed that all composites contain three main elements: carbon, hydrogen, and oxygen, the ratio of which reflects the characteristics of the chemical interaction of HA with GO. The oxygen content varies from O<sup>g</sup>=48.0 to 51.0%, which is explained by the presence of numerous oxygen-containing groups in the structure of graphene oxide (C–OH, C=O, C–OOH).

The structure of the starting compounds and the HA:GO composite was evaluated using IR spectroscopy. Figure 1 shows the IR spectra of the starting components and the HA:GO composite (20:0.1) obtained by ultrasonic treatment for 30 min. The IR spectrum of HA (a) is characterized by a broad, intense band in the 3000-3600 cm<sup>-1</sup> region, corresponding to the stretching vibrations of hydroxyl groups (–OH) involved in the hydrogen bond system. The band at ~1710 cm<sup>-1</sup> is due to the stretching vibrations of carbonyl groups (C=O) of carboxyl fragments. A set of bands in the 1595-1500 cm<sup>-1</sup> range is due to vibrations of aromatic C=C bonds, as well as asymmetric vibrations of COO<sup>-</sup> groups. The bands at 1270-1230 and 1030-1010 cm<sup>-1</sup> correspond to the stretching vibrations of C–O in phenolic, alcohol, and ester groups, reflecting the polyfunctional nature of the humic matrix.

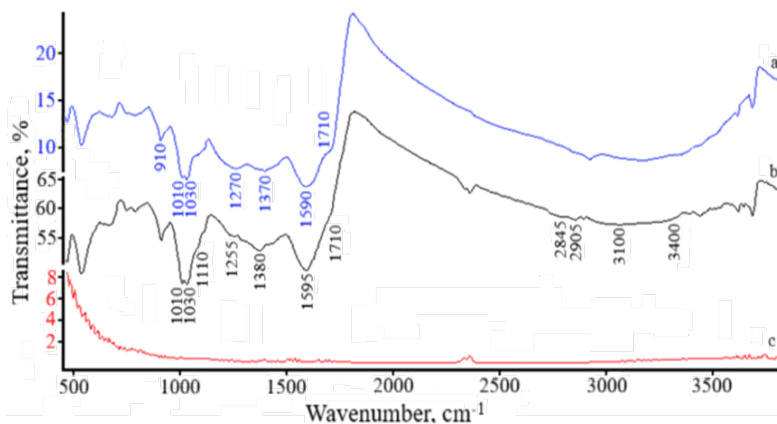


Figure 1 - IR spectra: graphene oxide (c), humic acids (b), composite HA:GO (20:0.1, US=30 min) (a).

The IR spectrum of graphene oxide is inert and lacks any clearly defined peaks. Weak vibrations in the spectrum are due to the minimal content of oxygen-containing reaction centers. The IR spectrum of the HA:GO composite (b) retains the main spectral signatures of both initial components but exhibits a number of significant changes.

A redistribution of the –OH band intensity is noted in the 3100-3400  $\text{cm}^{-1}$  region, indicating increased hydrogen bonding between the humic acid functional groups and the oxygen-containing groups of graphene oxide. A slight shift of the carbonyl band in the 1710  $\text{cm}^{-1}$  region in the composite spectrum demonstrates a change in intensity and indicates the involvement of the carboxyl groups of HA and GO in interfacial interactions. The weakening and smoothing of the bands in the 1200-1000  $\text{cm}^{-1}$  region may be due to partial shielding of the C–O groups of the humic matrix during adsorption on the graphene oxide surface. Overall, the combination of spectral changes confirms the formation of a HA:GO composite system.

**Discussions.** The thermal stability of the resulting HA:GO composite and a comparative assessment with the original components (HA and GO) were determined using thermogravimetric analysis (TGA). Thermograms of all samples are shown in Figure 2. As Figure 2 shows, the thermogravimetric curve combining data for the three samples (HA, GO, and HA:GO) reveals marked differences in thermal behavior, reflecting the specific features of their chemical composition and structural organization. The curve for humic acids is characterized by a three-stage mass loss. The first stage records moisture removal of ~5%. In the range of 180-600°C, intense decomposition of organic matter is observed, with a mass loss of approximately 45%, corresponding to the destruction of aliphatic and aromatic fragments containing oxygen functional groups. At the final stage (600-1000°C), further destruction of heat-resistant structural fragments occurs, accompanied by an additional mass loss of approximately 25%. The total mass loss is approximately 75%, reflecting the relatively low thermal stability of humic acids.

Graphene oxide is characterized by a multi-step curve shape. In the range of 30-770°C, adsorbed moisture is removed and oxygen-containing functional groups (hydroxyl, carboxyl, and epoxy) undergo sequential degradation, accompanied by a total mass loss of approximately 25%. An additional loss (~5%) in the range of 770-1000°C is due to the destruction of residual functional groups and the onset of oxidation of the carbon core. The total residue after heating is approximately 70%, indicating a high degree of ordering of the carbon layers and good thermal stability of GO.

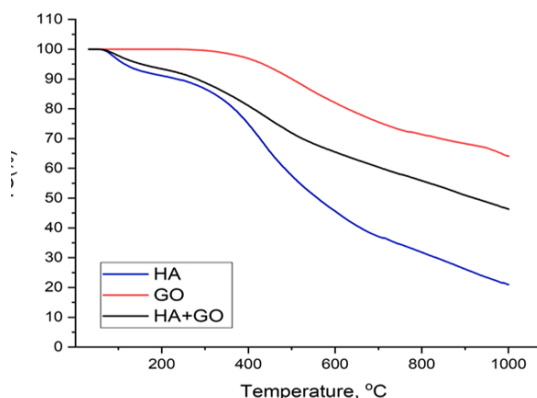


Figure 2 - Thermograms: HA, GO and HA:GO (20:0.1, US=30 min).

The TGA curve of the HA:GO composite demonstrates an intermediate behavior between the initial components. At the first stage (30-190°C), moisture evaporation (~5%) is recorded. The second stage (190-570°C) corresponds to the main stage of destruction, including the decomposition of the organic components of humic acids and partial destruction of the functional groups of graphene oxide, with a mass loss of about 40%. At the final stage (570-1000°C), a number of less pronounced processes associated with the oxidation of stable structural fragments are observed, accompanied by an additional mass loss of about 12%. The total mass loss is approximately 57%, the remainder is 43%. A combined analysis of the TGA curves showed that the thermal stability of the studied samples increases in the following order: HA < HA:GO < GO.

Thus, the introduction of graphene oxide into the humic acid structure reduces overall mass loss and shifts thermal degradation processes to higher temperatures. This indicates a stabilizing effect of the graphene filler, associated with enhanced interfacial interactions and the formation of a denser compo-site structure. The resulting composite exhibits improved heat-resistant properties compared to the original humic acids, making it a promising material for the creation of heat-resistant sorbents and functional coatings.

Figure 3 shows topographic images of the surface morphology of the initial components and the composite of the composition HA:GO (20:0.1, US=30 min), obtained using scanning electron microscopy (SEM). Humic acids (Figure 3a) exhibits a complex porous structure with a distinctly uneven and rough surface containing numerous pores and cracks. HA particles have an irregular, predominantly rounded shape, often indicative of its natural origin and complex chemical composition. At  $\times 100,000$  magnification, pores of varying sizes are observed, which is important for the sorption properties of the composite.

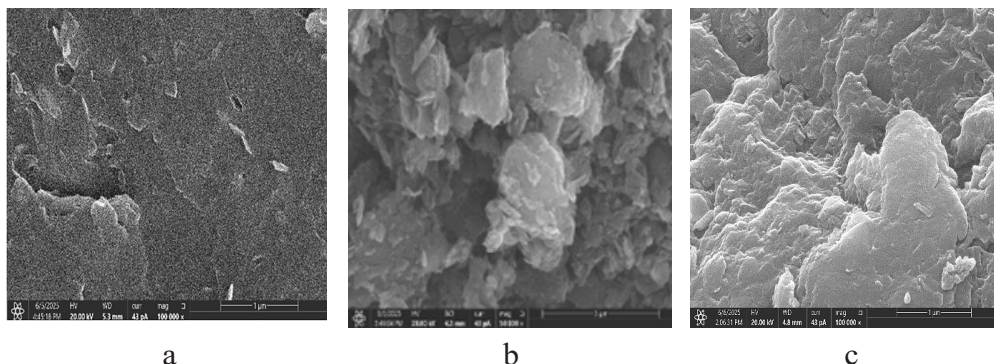


Figure 3 - Electron microscopic images: HA (a), GO (b) and composite HA:GO (20:0.1, US=30 min) (c).

Graphene oxide (Figure 3b) appears in microscopic images as a multilayered, flaky structure typical of graphene. The plates vary in size and thickness, forming loose agglomerates. The particle surface appears rough and wavy, due to the presence of oxygen-containing functional groups (hydroxyl, carboxyl, and epoxy) that deform the

graphene crystal lattice. The samples exhibit non-uniform particle sizes, which may be due to incomplete oxidation of the original graphite and partial aggregation of GO sheets. Micrographs confirm that the synthesized graphene oxide is a thin-platelet, porous material with a high degree of exfoliation and a developed specific surface area, suitable for modification and the formation of composites.

The presented micrograph (Figure 3c) shows the surface morphology of a composite HA:GO (20:0.1, US=30 min). The sample exhibits a dense, uniform surface morphology with aggregated particles of predominantly rounded and irregular shapes. Unlike pure graphene oxide, which is characterized by a pronounced layered, flaky structure, this composite exhibits a reduced degree of delamination and a more compact structure, indicating the intercalation of GO layers into the organic HA matrix. The particle surface appears relatively smooth and compact, indicating the formation of strong interactions between the functional groups of HA and the oxygen-containing centers of GO. Small pores and microcracks are locally present, which could act as active sites for the sorption of metal ions or other target molecules. Composite formation is accompanied by chemical and physical modification of the surface, during which the layered GO structure is partially degraded, and amorphous humic acids fill the interlayer spaces and bind individual graphene oxide sheets. This results in a stable hybrid structure with a uniform distribution of components, a high degree of compaction, and a developed specific surface area. Ultrasonic treatment also has an additional effect, promoting the breakdown of agglomerates and uniform dispersion of GO nanoparticles within the organic matrix of the HA.

This results in the formation of a stable hybrid structure with a uniform distribution of components, a high degree of compaction, and a developed specific surface area. Ultrasonic treatment has an additional effect, promoting the breakdown of agglomerates and the uniform dispersion of GO nanoparticles within the organic matrix of the HA. Cavitation effects, arising from the propagation of ultrasonic waves in a liquid medium, improve the homogeneity of the composition and activate interfacial interactions. According to SEM data, it can be concluded that the obtained HA:GO composite is a dense but porous nanostructured material with a developed surface microrelief, which makes it promising for use in sorption and catalytic systems.

**Conclusion.** During the study, composites based on humic acids and graphene oxide were synthesized. Using modern physicochemical methods, the composition and structure of the resulting composites were studied. The effect of ultrasonic irradiation on the structure and properties of the resulting composites was examined. The optimal ultrasonication time was found to be 30 minutes; further increases in time lead to destructive processes in the humic acid structure and a reduction in the number of functional groups.

The introduction of graphene oxide into the humic acid structure reduces overall mass loss and shifts thermal degradation processes to higher temperatures. This indicates a stabilizing effect of the graphene filler, associated with enhanced interfacial interactions and the formation of a denser composite structure. A composite of HA:GO, 20:0.1, with a 30-minute ultrasonic treatment, exhibits improved heat-resistant properties compared

to the original humic acids, making it a promising material for creating heat-resistant sorbents and functional coatings.

It was found that at low HA content, ultrasound causes partial destruction of oxygen-containing groups, whereas with an increase in the HA proportion to the optimal ratio, activation of the functional groups is observed without their destruction. Thus, regulating the composition and duration of ultrasonic exposure allows one to control the chemical properties of the material.

IR spectroscopic analysis confirmed the formation of physicochemical interactions between the HA and GO components, including hydrogen and electrostatic bonds, which ensure the structural stability and homogeneity of the material.

Micrographs of the HA:GO composite are characterized by a dense yet porous nanostructure with a developed surface microrelief, which increases its effectiveness in sorption and catalytic processes.

Thus, modifying a humic matrix with graphene oxide results in the formation of structurally ordered composites with increased thermal stability, a developed surface area, and stable functional groups. These characteristics combined ensure high activity and thermal stability, making the developed materials promising for use in wastewater treatment processes and catalytic systems.

### References

- Amigues S., Krasteva N., Hristova-Panusheva K., Keremidarska-Markova M., Speranza G., & Awaja F. (2026) Differential Cytotoxic Effects of Graphene Oxide and Its Functionalized Derivatives on Colon 26 Carcinoma Cells: Implications for Cancer Therapeutic Applications. *C*, 12(1), 3. DOI: 10.3390/c12010003 (in Eng.).
- Ávila-Avilés R.D. (2025) Graphene-based materials for neuromuscular regeneration: a perspective on eco-friendly reduction approaches. *Explor BioMat-X*. 2025; 2:101349. DOI: 10.37349/ebmx.2025.101349 (in Eng.).
- Brahma S., Wang C.-Y., Huang Y.-H., Lin W.-F., & Huang J.-L. (2025) One-Pot Bottom-Up Synthesis of SiO<sub>2</sub> Quantum Dots and Reduced Graphene Oxide (rGO) Nanocomposite as Anode Materials in Lithium-Ion Batteries, 11(1), 23. DOI: 10.3390/c11010023 (in Eng.).
- Chai W.S., Cheun J.Y., Kumar P.S., Mubashir M., Majeed Z., Banat F., Ho S.-H., Show P.L. (2021) A review on conventional and novel materials towards heavy metal adsorption in wastewater treatment application. *J. Clean. Prod.* 296. DOI: 10.1016/J.JCLEPRO.2021.126589 (in Eng.).
- Elhaes H., Ibrahim M.A. (2025) Investigating the electronic properties of graphene oxide functionalized with benzoic acid. *Sci Rep.* 2025 Oct 31;15(1):38105. DOI: 10.1038/s41598-025-22839-w (in Eng.).
- Feng X., Xiao R., Conde S. M., Dong C., Xun Y., Guo D., Liu H., Liu K., & Liang M. (2024) Preparation of Humic Acid from Weathered Coal by Mechanical Energy Activation and Its Properties. *Minerals*, 14(7), 648. DOI: 10.3390/min14070648 (in Eng.).
- Gayen S., Barnali B., Boxi S.S. Ghosh R. (2023). Synthesis of graphene oxide and its application for purification of river water. Volume 72, Part 5. — P. 2630-2636. DOI: 10.1016/j.matpr.2022.08.131 (in Eng.).
- Haque M.A., Zaman M.T.U., Hasan M., Mostakim M., Tiang J.J., Singh N.S.S., & Ateya A.A. (2025) High-performance terahertz MIMO antenna for 6G: Graphene integration and machine learning prediction. *Diamond and Related Materials*, 113182. DOI: 10.1016/j.diamond.2025.113182 (in Eng.).
- Harini U., Ponraj C. (2024) Review-Graphene-Based Electrochemical Sensors for Detecting Environmental Pollutants. *J. Electrochem. Soc.* 171 027521. DOI: 10.1149/1945-7111/ad26e3 (in Eng.).
- Huang X., Zhao, W., Khalilov, F., & Xu, N. (2025) Graphene Oxide: Preparation and Medical Research. *Materials*, 18(12), 2855. DOI: 10.3390/ma18122855 (in Eng.).

Ibragimova V., Mitiushev N., Kozlova L.; Sapkov I., Shatalova T., Efremova E., Kozerozhets I., Ioni Y.V. (2026) Ultrasound-Assisted Deposition and Supercritical Reduction of Graphene Oxide on  $\theta$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Microspheres for Selective Adsorption of Methylene Blue. *J. Compos. Sci.* 10, 31. DOI: 10.3390/jcs10010031 (in Eng.).

Jirikova A., Jankovsky O., Sofer Z., Sedmidubsky D. (2022) Synthesis and Applications of Graphene Oxide. *Materials* (Basel). 2022 Jan 25;15(3):920. DOI: 10.3390/ma15030920 (in Eng.).

Li G., Du R., Cao Z., Li C., Xue J., Ma X., & Wang S. (2024) Research Progress in Graphene-Based Adsorbents for Wastewater Treatment: Preparation, Adsorption Properties and Mechanisms for Inorganic and Organic Pollutants, 10(3), 78. DOI: 10.3390/c10030078 (in Eng.).

Lima E.C., Dehghani M.H., Guleria A., Sher F., Karri R.R., Dotto G.L., Tran H.N. (2021) Adsorption: Fundamental aspects and applications of adsorption for effluent treatment. *Green Technol. Defluor. W.* Chapter 3, 41-88. DOI: 10.1016/B978-0-323-85768-0.00004-X (in Eng.).

Lin C-Y., Weng D-W., Chiu C-W., Gumbs G. (2024) Unique electronic and optical properties of stacking-modulated bilayer graphene under external magnetic fields. *Phys. Chem. Chem. Phys.*, 26. — P. 19316-19331. DOI: 10.1039/D4CP01576B (in Eng.).

Milka I.A., Ahadito B.R., Desnelli, Hidayati, N., & Said, M. (2026) A Review of Graphene Oxide and Reduced Graphene Oxide Applications: Multifunctional Nanomaterials for Sustainable Environmental and Energy Devices, 12(1), 11. DOI: 10.3390/c12010011 (in Eng.).

Papadaki E.S., Chatzimitakos T., Athanasiadis V., Kalompatsios D., Bozinou E., Mitlianga P., & Lalas S.I. (2023) Assessment of Humic and Fulvic Acid Sorbing Potential for Heavy Metals in Water. *Foundations*, 3(4). — P. 788-804. DOI: 10.3390/foundations3040044 (in Eng.).

Sazawa K., Koyama H., Yamazaki Y., Hara Y., Kohama N., Yustiawati Y., & Kuramitz H. (2026) Novel Method for Characterizing Humic Substances Using Fluorescent Solvatochromism. *Sensors*, 26(1), 107. DOI: 10.3390/s26010107 (in Eng.).

Tiwary, S.K., Singh, M., Chavan, S.V. et al. (2024) Graphene oxide-based membranes for water desalination and purification. *npj 2D Mater Appl* 8, 27. DOI: 10.1038/s41699-024-00462-z (in Eng.).

Zhakina A.K., Vassilets Y.P., Arnt O.V., Kudryavtseva Ye.V., Zhivotova T.S., Gazaliev A.M., Muldakhmetov Z.M. (2020) Synthesis and Properties of a Nanocomposite Material Based on a Product of Coal Waste Processing. *Solid Fuel Chem.* 54. — P. 274-279. DOI: 10.3103/S0361521920050109 (in Eng.).

Zhakina, A. K., Rakhimova, B. B., Vassilets, Y. P., Arnt, O. V., & Muldakhmetov, Z. (2024) Synthesis and Modification of a Natural Polymer with the Participation of Metal Nanoparticles, Study of Their Composition and Properties. *Polymers*, 16(2), 264. DOI: 10.3390/polym16020264 (in Eng.).

© **Nazarbek U.<sup>1</sup>, Raiymbekov Y.<sup>1\*</sup>, Abdurazova P.<sup>2</sup>, Kambarova G.<sup>1</sup>, 2026.**

<sup>1</sup>M. Auezov South Kazakhstan University, Shymkent, Kazakhstan;

<sup>2</sup>Zhanibekov University, Shymkent, Kazakhstan.

\*E-mail: [eraiymbekov@gmail.com](mailto:eraiymbekov@gmail.com)

## STUDY ON THE EFFICIENCY OF WATER TREATMENT USING NANOSTRUCTURED WATER

**Nazarbek Ulzhalgas** — PhD, Associate Professor, M. Auezov South Kazakhstan University, Research Laboratory “EcoGreenLab”, Shymkent, Kazakhstan,

E-mail: [unazarbek@mail.ru](mailto:unazarbek@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0001-8890-8926>;

**Raiymbekov Yerkebulan** — PhD, M. Auezov South Kazakhstan University, Research Laboratory “EcoGreenLab”, Shymkent, Kazakhstan,

E-mail: [eraiymbekov@gmail.com](mailto:eraiymbekov@gmail.com), <https://orcid.org/0000-0002-2119-2406>;

**Abdurazova Perizat** — PhD, Associate Professor, O. Zhanibekov South Kazakhstan Pedagogical University, Department of Chemistry, Shymkent, Kazakhstan,

E-mail: [abdurazova.perizat@okmpu.kz](mailto:abdurazova.perizat@okmpu.kz), <https://orcid.org/0000-0002-5244-7678>;

**Kambarova Galiya** — Candidate of Technical Sciences, M. Auezov South Kazakhstan University, Research Laboratory “EcoGreenLab”, Shymkent, Kazakhstan,

E-mail: [kambarova85@mail.ru](mailto:kambarova85@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0002-8417-3384>.

**Abstract.** Contamination of water resources with heavy metal ions, organic dyes, and dissolved salts represents one of the most pressing environmental and sanitary challenges of the modern era. Ions such as  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ , and  $\text{Zn}^{2+}$  are characterized by high toxicity and bioaccumulation potential, while synthetic dyes such as methylene blue are resistant to biological degradation and exert adverse effects on aquatic ecosystems. The objective of this study was to experimentally evaluate the effectiveness of nanostructured water (NSW) as an active medium for the purification of aqueous solutions from heavy metal ions, organic dyes, and components determining water hardness and mineralization. Nanostructured water was obtained through prolonged contact of deionized water with a Nafion ion-exchange membrane. Purification experiments were carried out using model aqueous solutions at a volumetric ratio of contaminated water to NSW of 1:1, followed by settling and filtration. Concentrations of  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ , and  $\text{Zn}^{2+}$  ions were determined by atomic absorption spectroscopy. The concentration of methylene blue was measured using UV-Vis spectrophotometry. The results demonstrated that the application of nanostructured water ensures a high removal efficiency of heavy metals (up to 92.8% for  $\text{Pb}^{2+}$  and 88.0% for  $\text{Cu}^{2+}$ ), as well as effective removal of methylene blue (82.5%). A significant reduction in water hardness

due to the removal of  $\text{Ca}^{2+}$  and  $\text{Mg}^{2+}$  ions was also observed. In addition, a decrease in total dissolved solids and electrical conductivity, along with a shift of pH toward neutral values, was recorded.

**Keywords:** nanostructured water, water purification, heavy metals, methylene blue, sorption processes

**Financing.** The work was supported by the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan under project AP23487663.

For citations: Nazarbek U., Raiymbekov Y., Abdurazova P., Kambarova G. Study on the efficiency of water treatment using nanostructured water. *Academic Scientific Journal of Chemistry*, 2026. — No.1. – P. 280–294. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.355>

© Назарбек У.<sup>1</sup>, Райымбеков Е.<sup>1,\*</sup>, Абдуразова П.<sup>2</sup>, Қамбарова Ғ.<sup>1</sup>, 2026.

<sup>1</sup>М. Әуезов атындағы Оңтүстік Қазақстан университеті, Шымкент, Қазақстан;

<sup>2</sup>Ө. Жәнібеков атындағы Оңтүстік Қазақстан педагогикалық университеті, Шымкент, Қазақстан.

E-mail: [eraiymbekov@gmail.com](mailto:eraiymbekov@gmail.com)

## НАНОҚҰРЫЛЫМДАНҒАН СУДЫ ҚОЛДАНУ АРҚЫЛЫ СУДЫ ТАЗАРТУ ТИІМДІЛІГІН ЗЕРТТЕУ

**Назарбек Улжалғас** — PhD, қауымдастырылған профессор, М. Әуезов атындағы ОҚУ, «EcoGreenLab» ғылыми-зерттеу зертханасы, Шымкент, Қазақстан,  
E-mail: [unazarbek@mail.ru](mailto:unazarbek@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0001-8890-8926>;

**Райымбеков Еркебұлан** — PhD, М. Әуезов атындағы ОҚУ, «EcoGreenLab» ғылыми-зерттеу зертханасы, Шымкент, Қазақстан,  
E-mail: [eraiymbekov@gmail.com](mailto:eraiymbekov@gmail.com), <https://orcid.org/0000-0002-2119-2406>;

**Абдуразова Перизат** — PhD, қауымдастырылған профессор, Химия кафедрасы, Ө. Жәнібеков атындағы ОҚПУ, Шымкент, Қазақстан,  
E-mail: [abdurazova.perizat@okmpu.kz](mailto:abdurazova.perizat@okmpu.kz), <https://orcid.org/0000-0002-5244-7678>;

**Қамбарова Ғалия** — техника ғылымдарының кандидаты, М. Әуезов атындағы ОҚУ, «EcoGreenLab» ғылыми-зерттеу зертханасы, Шымкент, Қазақстан,  
E-mail: [kambarova85@mail.ru](mailto:kambarova85@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0002-8417-3384>.

**Аннотация.** Су ресурстарының ауыр металл иондары, органикалық бояғыштар және еріген тұздармен ластануы қазіргі заманның ең өзекті экологиялық және санитарлық мәселелерінің бірі болып табылады.  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$  және  $\text{Zn}^{2+}$  иондары жоғары уыттылығымен және биожинақталу қабілетімен сипатталса, метилен көгі сияқты синтетикалық бояғыштар биологиялық ыдырауға төзімді болып, су экожүйелеріне елеулі зиян келтіреді. Осыған байланысты суды тазартудың экологиялық қауіпсіз әрі энергия үнемдейтін баламалы тәсілдерін әзірлеу өзекті мәселе болып табылады. Осы зерттеудің мақсаты нанокұрылымданған суды (НҚС) белсенді орта ретінде пайдалану арқылы су ерітінділерін ауыр металл иондарынан, органикалық бояғыштардан, сондай-ақ судың қаттылығы мен

минералдануын анықтайтын компоненттерден тазарту тиімділігін эксперименттік тұрғыда бағалау болып табылады. Нанокұрылымданған су деионизделген судың NaFоп ионалмастырғыш мембранасымен ұзақ уақыт бойы жанасуы нәтижесінде алынды. Тазарту тәжірибелері модельдік су ерітінділерінде ластанған су мен НҚС көлемдік қатынасы 1:1 болған жағдайда жүргізіліп, одан кейін тұндыру және сүзу сатыларымен жүзеге асырылды.  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$  және  $\text{Zn}^{2+}$  иондарының концентрациялары атомдық-абсорбциялық спектроскопия әдісімен анықталды. Метилен көгінің мөлшері ультракүлгін спектрофотометрия арқылы өлшенді.  $\text{Ca}^{2+}$  және  $\text{Mg}^{2+}$  иондары титриметриялық әдіспен, жалпы тұз мөлшері мен меншікті электрөткізгіштік кондуктометриялық әдіспен, ал рН потенциометриялық әдіспен анықталды. Зерттеу нәтижелері нанокұрылымданған суды қолдану ауыр металдарды жоюдың жоғары тиімділігін қамтамасыз ететінін көрсетті ( $\text{Pb}^{2+}$  үшін 92,8 %-ға дейін,  $\text{Cu}^{2+}$  үшін 88,0 %), сондай-ақ метилен көгінің 82,5 % деңгейінде алынуын қамтамасыз етті. Сонымен қатар  $\text{Ca}^{2+}$  және  $\text{Mg}^{2+}$  иондарының концентрацияларының төмендеуі есебінен судың қаттылығының айтарлықтай азаюы байқалды. Жалпы тұз мөлшері мен меншікті электрөткізгіштіктің төмендеуі және рН мәнінің бейтарап аймаққа жақындауы тіркелді. Алынған деректер тазарту процесінің селективті сипатын және сорбциялық-коагуляциялық механизмдердің қатысуын көрсетеді.

**Түйін сөздер:** нанокұрылымданған су, суды тазарту, ауыр металдар, метилен көгі, сорбциялық процесстер

*Зерттеу Қазақстан Республикасы Ғылым және жоғары білім министрлігінің (AP23487663) гранттық қолдауымен жүзеге асырылды.*

© Назарбек У.<sup>1</sup>, Райымбеков Е.<sup>1,\*</sup>, Абдуразова П.<sup>2</sup>, Камбарова Г.<sup>1</sup>, 2026.

<sup>1</sup> Южно-Казахстанский университет имени М. Ауэзова, Шымкент, Казахстан;

<sup>2</sup> Южно-Казахстанский педагогический университет имени О. Жанибеков, Шымкент, Казахстан.

E-mail: eraiyimbekov@gmail.com

## ИССЛЕДОВАНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ОЧИСТКИ ВОДЫ С ПРИМЕНЕНИЕМ НАНОСТРУКТУРИРОВАННОЙ ВОДЫ

**Назарбек Улжалгас** — PhD, ассоциированный профессор, ЮКУ имени М. Ауэзова, Научно-исследовательская лаборатория «EcoGreenLab», Шымкент, Казахстан,  
E-mail: unazarbek@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8890-8926>;

**Райымбеков Еркебулан** — PhD, ЮКУ имени М. Ауэзова, Научно-исследовательская лаборатория «EcoGreenLab», Шымкент, Казахстан,

E-mail: eraiyimbekov@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-2119-2406>;

**Абдуразова Перизат** — PhD, ассоциированный профессор, ЮКПУ имени О. Жанибекова, кафедра Химии, Шымкент, Казахстан,

E-mail: abdurazova.perizat@okmpu.kz, <https://orcid.org/0000-0002-5244-7678>;

**Камбарова Галия** — кандидат технических наук, ЮКУ имени М. Ауэзова, Научно-исследовательская лаборатория «EcoGreenLab», Шымкент, Казахстан,

E-mail: kambarova85@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-8417-3384>.

**Аннотация.** Загрязнение водных ресурсов ионами тяжёлых металлов, органическими красителями и растворёнными солями представляет собой одну из наиболее актуальных экологических и санитарных проблем. Ионы  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$  и  $\text{Zn}^{2+}$  характеризуются высокой токсичностью и способностью к биоаккумуляции, тогда как синтетические красители, в частности метиленовый синий, обладают высокой устойчивостью к биодegradации и оказывают негативное воздействие на водные экосистемы. Целью настоящего исследования является экспериментальная оценка эффективности применения наноструктурированной воды в качестве активной среды для очистки водных растворов от ионов тяжёлых металлов, органических загрязнителей и компонентов, определяющих жёсткость воды. Наноструктурированная вода получалась путём длительного контакта деионизированной воды с ионообменной мембраной Nafion. Очистка осуществлялась в модельных растворах при объёмном соотношении загрязнённой воды и наноструктурированной воды 1:1 с последующим отстаиванием и фильтрацией. Концентрации ионов  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$  и  $\text{Zn}^{2+}$  определялись методом атомно-абсорбционной спектроскопии, содержание метиленового синего - методом УФ-спектрофотометрии. Жёсткость воды оценивалась титриметрически ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ), общее солесодержание и электропроводность - кондуктометрически, pH - потенциометрически. Результаты показали, что использование наноструктурированной воды обеспечивает высокую степень удаления тяжёлых металлов (до 92,8 % для  $\text{Pb}^{2+}$  и 88,0 % для  $\text{Cu}^{2+}$ ), метиленового синего (82,5 %), а также значительное снижение жёсткости воды. Дополнительно наблюдается уменьшение общего солесодержания и электропроводности, а также стабилизация pH до нейтральных значений. Полученные данные свидетельствуют о селективном характере очистки и возможном участии сорбционно-коагуляционных механизмов. Предложенный подход характеризуется простотой реализации, отсутствием химических реагентов и возможностью повторного использования наноструктурированной воды, что делает его перспективным для экологически безопасных технологий водоочистки.

**Ключевые слова:** наноструктурированная вода, очистка воды, тяжёлые металлы, метиленовый синий, сорбционные процессы

**Кіріспе.** Бүгінгі таңдағы ең өзекті экологиялық мәселелердің бірі - су ресурстарының улы ластаушы заттармен - ауыр металдармен және тұрақты органикалық бояғыштармен ластануы. Металлургиялық, тау-кен, химиялық және басқа да өнеркәсіптік зауыттардың ағынды суларында жиі кездесетін қорғасын ( $\text{Pb}^{2+}$ ), кадмий ( $\text{Cd}^{2+}$ ), мыс ( $\text{Cu}^{2+}$ ) және мырыш ( $\text{Zn}^{2+}$ ) сияқты ауыр металл иондары ерекше алаңдаушылық тудырады (Balali-Mood et al., 2021). Ауыр металдар биологиялық ыдырауға ұшырамайды және қоршаған ортада және биотада жиналып, тіпті төмен концентрацияда да ұзақ мерзімді ластануға әкеледі. Бұл элементтер адам денсаулығы мен экожүйеге ауыр зиян келтіретіндіктен басым токсиканттар болып саналады.

Тірі организмдерге ауыр металдардың улы әсері жақсы құжатталған. Қорғасын - күшті нейротоксин, ол созылмалы әсер ету орталық жүйке жүйесіне әсер етеді,

когнитивті бұзылуларды тудырады және бүйрек жеткіліксіздігі мен қатерлі ісікке әкелуі мүмкін. Кадмий өзінің кумулятивті әсерлерімен танымал, денедегі  $Cd^{2+}$  шөгінділері сүйектің зақымдануына және бүйрек пен бауырдың ауыр зақымдануына әкеледі. Мыс пен мырыш аз мөлшерде тіршілік үшін маңызды микроэлементтер болып табылады, бірақ олардың артық мөлшері улы,  $Cu^{2+}$  жоғары концентрациясы шаштың түсуіне, анемияға және бүйрек пен бауырдың зақымдалуына әкеледі, ал  $Zn^{2+}$  артық мөлшері құсуды, қызбаны, дерматитті және анемияны тудырады (Bayar et al., 2024). Бұл металдардың салыстырмалы түрде төмен дозаларының ұзақ уақыт әсер етуі созылмалы аурулардың қаупін арттырады. Мысалы, кадмийдің ұзақ уақыт әсер етуі бүйректе қайтымсыз өзгерістерге әкелетіні, ал қорғасын сүйектер мен мида жиналып, неврологиялық бұзылулар мен көптеген жүйелік аурулардың дамуына қауіп төндіретіні анықталды. Ауыр металдар әдетте канцероген және мутагендер ретінде танылады, олардың ауыз суда болуы қатаң ережелермен дәлелденгендей, қолайсыз. Мысалы, ауыз судағы  $Pb^{2+}$ -ның ең жоғары рұқсат етілген концентрациясы тек 0,01 мг/л құрайды. Ауыр металдардың су айдындарына түсуі экожүйелер мен қоғамдық денсаулыққа маңызды қауіп төндіреді (National Primary Drinking Water Regulations, 2023).

Ауыр металдардан басқа, метилен көк (МБ) сияқты синтетикалық бояғыштардың кең ауқымы судың ластануына айтарлықтай ықпал етеді (Zhang et al., 2020). Тоқыма және былғары өнеркәсібінде, фармацевтикада және биологияда кеңінен қолданылатын бұл катионды бояғыш өте тұрақты және улы. Метилен көк ағынды суларға түскенде, ол қанық түс береді және мөлдірлікті азайтады, күн сәулесінің су бағанына енуіне жол бермейді. Бұл өз кезегінде су өсімдіктері мен балдырлардағы фотосинтезді тежейді, оттегі тепе-теңдігін және экожүйенің жұмысын бұзады (Hardness in Drinking Water, 2025). МБ және басқа да бояғыштарды қамтитын түрлі-түсті өнеркәсіптік ағынды сулар химиялық және биологиялық оттегіге деген сұраныстың артуымен сипатталады және көбінесе су организмдері мен адамдар үшін мутагендік және канцерогендік улы хош иісті фрагменттерді қамтиды. Метилен көк түсінің әсер етуі терінің және шырышты қабықтың тітіркенуін, ас қорытудың бұзылуын және жоғары дозаларда серотонин синдромын қоса алғанда, денсаулыққа байланысты күрделі мәселелерді тудыруы мүмкін екендігі анықталды (World Health Organization, 2003). Осылайша, суда синтетикалық бояғыштардың болуы оның эстетикалық қасиеттерін нашарлатып қана қоймай, сонымен қатар ұзақ мерзімді экологиялық және санитарлық қауіптерді тудырады.

**Әдеби шолу.** Бүгінгі таңда суды тазарту әдістерінің арсеналы өте кең, бірақ барлық қоспа түрлерін тиімді түрде кетіретін әмбебап технология жоқ. Судан әртүрлі қоспа түрлерін кетірудің ең әмбебап және тиімді тәсілдерінің бірі - кеуекті сорбенттерге адсорбциялау. Кешенді тазартудың белгілі әдісі тазартылып жатқан суға белсендірілген беті бар табиғи кальций карбонатына негізделген наноқұрылымды сорбент қосуды қамтиды. Жоғары меншікті беттік ауданы бар ұсақ дисперсті кальций карбонаты (бөлшектердің өлшемі шамамен 0,1-50 мкм) су көлемінің 1% - 10 ppm жылдамдықпен енгізіледі; сорбент бөлшектері ауыр металдарды, органикалық токсиканттарды (мысалы, фенолдар, гормон тәрізді қосылыстар) және басқаларын қоса алғанда, ластаушы заттардың кең ауқымын адсорбциялайды. Араластырғаннан кейін су сүзіледі, жұмсалған сорбент пен жинақталған ластаушы заттарды кетіреді, осылайша қоспаларды бір

мезгілде тазарту және бейтараптандыру жүзеге асырылады. Бұл әдіс ұсынылған өнертабыстан ерекшеленеді, себебі ол сыртқы реагентті ( $\text{CaCO}_3$  ұнтағын) қосуды және оны судан шығару үшін кейіннен сүзуді қажет етеді, ал талап етілген тазарту әдісі наноқұрылымды суды сорбенттерді қоспай тікелей пайдаланады. Кемшіліктеріне жұмсалған сорбентті жою қажеттілігі (ластаушы шөгіндінің пайда болуы) және тиімділіктің доза мен байланыс уақытына тәуелділігі жатады. Сонымен қатар, көп мөлшерде ұнтақ енгізу судың лайлылығын арттырып, қосымша сүзуді қажет етуі мүмкін (Gantenbajn et al., 2013).

Суды тазартудың белгілі әдісі наноқұрылымды сүзгі ортасын пайдаланады. Бұл ерітіндіде субстрат бөлшектері (мысалы, құм) металл оксиді нанобөлшектерімен (<1000 нм өлшемде) қапталған. Ластанған су осындай ортадан өткен кезде, нанобөлшектер ван-дер-Ваальс күштері мен электростатикалық адгезияға байланысты ең ұсақ суспензияланған қоспаларды байланыстырады және сақтайды. Сүзгі бетіндегі нанобөлшектер коллоидты ластаушы бөлшектердің кеуекті қабатта сақталатын үлкен агрегаттарға агломерациялануына әкеледі, бұл сұйықтықты лайлылық пен ұсақ қоспалардан жоғары деңгейде тазартуды қамтамасыз етеді. Бұл әдіс ұсынылған өнертабыстан ерекшеленеді, себебі тазарту ортасы қатты наноқұрылымды сүзгі болып табылады, ал талап етілген ерітіндіде тазартылған судың өзі наноқұрылымды қасиеттерге ие болады. Сонымен қатар, әдіс негізінен қалқымалы қатты заттарды кетіруге бағытталған және еріген химиялық ластаушы заттарды (мысалы, тұздар немесе органикалық заттарды) бейтараптандыруды қарастырмайды. Белгілі кемшіліктері - сүзгі жұмыс істеген кезде, сорбциялық қабаттың біртіндеп қанығуына және нанобөлшектермен жабылуына байланысты тиімділік төмендеуі мүмкін, бұл сүзгі ортасын мерзімді түрде қалпына келтіруді немесе ауыстыруды қажет етеді. Нанобөлшектерді толтырғышқа біркелкі жағудағы қиындықтар және олардың тазартылған суға шайылу қаупі де қиын болуы мүмкін (Huang and Crews, 2009).

Белгілі әдіс дезинфекциялау мен сорбцияның нанотехнологиялық әдістерін біріктіретін мембраналық сүзгіні сипаттайды. Композиттік наноқұрылымды мембрана екі функционалды қабаттан тұрады. Біріншісі - күміс нанобөлшектері, полидопамин және күміс нанобөлшектерімен қапталған поливинил спирті нанобөлшектері су ағыны кезінде бактериялар мен вирустарды жоюға арналған (микробқа қарсы әсері бар Ag иондарының үздіксіз бөлінуіне байланысты). Екіншісі - химиялық түрлендірілген қабат, аниондық топтармен (сульфонат фрагменттері бар PVA сополимері) функционалдандырылған нанотәжелер судағы ауыр металл иондары мен басқа да еріген қоспаларды байланыстыруға қызмет етеді. Бұл қос қабатты мембрана суды пассивті түрде зарарсыздандырады және улы бейорганикалық ластаушы заттарды кетіреді. Ұсынылған өнертабыстан айырмашылығы, белгілі ерітінді мерзімді ауыстыруды немесе регенерацияны қажет ететін сүзгі материалын пайдаланады, ал талап етілген әдіс наноқұрылымды суды тікелей (сүзгі элементтерінсіз) пайдаланады. Әлеуетті кемшіліктерге күрделі көп қабатты мембрананы өндіру және оның қызмет ету мерзімі аяқталған кезде оны ауыстыру қажеттілігі жатады, антибактериалды қабаттың тиімділігі күмістің шайылуына байланысты уақыт өте келе төмендеуі мүмкін, ал сорбциялық қабаттың селективтілігі белгілі бір ион түрлерімен шектеледі, бұл өңдеудің әмбебаптығын төмендетеді (Guo et al., 2006).

Зерттеудің мақсаты - наноқұрылымды суды өзгертілген физика-химиялық

қасиеттері бар белсенді орта ретінде пайдалану арқылы суды ластаушы заттардың кең ауқымынан (ауыр металл иондарын, органикалық қосылыстарды және қаттылық иондарын қоса алғанда) тазарту тиімділігін арттыру. Қосымша мақсаттарға тазарту процесін жеңілдету, реагент шығындарын азайту, жұмыс ортасын қайта пайдалануды қамтамасыз ету және процесте сүзгілеу немесе ион алмасу материалдарын пайдалану қажеттілігін жою жатады.

**Материалдар мен әдістер.** Мәселе ластанған судың белсенді ортамен әрекеттесуін қамтитын суды тазарту әдісінде белсенді орта ретінде наноқұрылымды суды (НҚС) пайдалану арқылы шешіледі. Белсенді орта деиондалған суды перфторсульфон қышқылы полимеріне (мысалы, Nafion) негізделген ион алмасу мембранасымен 24-48 сағат бойы жанастырып ұстау арқылы алынады. Алынған НҚС жоғары реттелген құрылымы, өзгертілген рН және жоғары диэлектрлік тұрақтысы бар оқшаулау аймағына (EZ) ие. Тазарту ластанған суды НҚС белгіленген арақатынаста араластыру, содан кейін тұндыру, тұндыру және/немесе сүзу арқылы жүзеге асырылады. Бұл қосымша реагенттерді пайдаланбай еріген және дисперсті ластаушы заттардың жойылуын қамтамасыз етеді. НҚС тиімділігін айтарлықтай жоғалтпай үш циклге дейін қайта пайдалануға болады.

Ұсынылған суды наноқұрылымды суды пайдалану арқылы тазарту әдісінің тиімділігін растау үшін бірқатар зертханалық тәжірибелер жүргізілді. Наноқұрылымды суды (НҚС) қалыптастыру үшін 25 x 75 мм шыны негізге жұқа қабат ретінде Nafion ион алмасу мембранасының (DuPont) 5% сулы ерітіндісі жағылды. Негіздер этанолмен алдын ала тазартылып, 120°C температурада күйдірілді. Ерітіндіні қолданғаннан кейін мембрана тығыз полимер қабаты пайда болғанша бөлме температурасында 12 сағат бойы кептірілді.

Кедергілігі  $\geq 18,2$  МОм см<sup>-1</sup> болатын деиондалған су тығыздалған шыны камераға (қақпағы бар Петри ыдысы сияқты) орналастырылды, оған мембраналық сырғымалар орнатылды. Мембрана бетімен судың жанасуы  $22 \pm 1$ °C температурада статикалық жағдайда араластырмай жүзеге асырылды. Әсер ету 48 сағатқа созылды. Әсер ету аяқталғаннан кейін 20 мл су бөлек резервуарға мұқият жиналып, наноқұрылымды су (НҚС) ретінде жіктелді. Ластанған судың әртүрлі түрлерін модельдеу үшін модельдік ерітінділер келесі қосылыстармен деионданған суды пайдаланып дайындалды: ауыр металл иондары Cu<sup>2+</sup> (10 мг/л), Pb<sup>2+</sup> (5 мг/л), Cd<sup>2+</sup> (2 мг/л), Zn<sup>2+</sup> (8 мг/л), органикалық бояғыш метилен көк (20 мг/л), қаттылық иондары Ca<sup>2+</sup> (60 мг/л), Mg<sup>2+</sup> (40 мг/л), жалпы еріген қатты заттар (TDS) 950 мг/л (рН мәні бойынша NaCl), рН және меншікті өткізгіштік те өлшенді. Модельдік ерітінділердегі ластаушы заттардың бастапқы концентрациялары су ортасының әртүрлі типтегі ластануын имитациялау, қолданылған аналитикалық әдістердің жұмыс диапазонында сенімді анықталу және наноқұрылымданған судың тазарту тиімділігін айқын бағалау қағидалары негізінде таңдалды. Концентрациялар тым төмен емес, өзгерісті сенімді тіркеуге жеткілікті, әрі тым жоғары емес, жүйенің модельдік сипатын сақтайтын деңгейлерде алынды. Мұндай тәсіл әртүрлі табиғаттағы ластаушы заттар үшін НҚС әсерін салыстырмалы түрде бағалауға мүмкіндік берді.

Тазарту келесі әдіспен жүргізілді - НҚС әрбір 50 мл модельдік үлгіге

1:1 қатынасында қосылды. Қоспа бөлме температурасында 30 минут бойы араластырмай ұсталды. Тұндырылғаннан кейін ол қағаз сүзгі арқылы сүзілді. Бақылау үлгілері (НҚС-сіз) бірдей өңделді, бірақ деионданған су қосылды.

Аналитикалық әдістер. Барлық ерітінділерді дайындау үшін талдамалық дәрежедегі (analytical grade) реактивтер және деиондалған су қолданылды.  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$  иондары үшін стандартты ерітінділер коммерциялық бастапқы стандарттардан кезең-кезеңімен сұйылту арқылы дайындалды (матрицалық тұрақтандыру үшін әлсіз қышқыл орта, 1%  $\text{HNO}_3$  пайдаланылды). Ластануды бақылау мақсатында реагенттік «бос» үлгі дайындалды, ал өлшеулер кемінде 3 қайталауда жүргізілді. Әдістің дұрыстығын бағалау үшін стандарт қосу тәсілі қолданылды. Сулы үлгілер қажет болған жағдайда 0,45  $\mu\text{m}$  мембраналық сүзгі арқылы сүзілді, қатты үлгілер үшін минералдау/қышқылмен ыдырату жалпы қабылданған процедуралар бойынша жүргізілді. Ауыр металдардың ( $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ) концентрациялары AAnalyst 800 (PerkinElmer) атомдық-абсорбциялық спектрометрінде анықталды. Құрылғы жалынды атомизатормен және графитті пешпен (THGA) жұмыс істеуге мүмкіндік береді, фондық жұтылуды түзету үшін Zeeman-түзету режимі қолданылды. Өлшеулер бірэлементті катодты шамдармен (HCL) (қажет сезімталдыққа қарай EDL) жүргізілді. Күтілетін концентрациялар деңгейіне қарай атомизация режимі таңдалды. Жоғарылау концентрациялар үшін жалынды AAS (FAAS), ал іздік (төмен) концентрациялар үшін графитті пешті AAS (GFAAS) қолданылды. Өлшеулер 228,8-324,8 nm толқын ұзындықтарында орындалды. Жалын ретінде «ауа-ацетилен» жүйесі қолданылды. Абсорбция сигналы фондық түзетумен бірге тіркелді. Сигналды тіркеу көбіне пик ауданы (peak area) бойынша жүргізілді. Инертті газ (аргон) ағынында кептіру-күйдіру-атомизация-тазалау кезеңдерінен тұратын температуралық бағдарлама пайдаланылды. Матрицалық әсер байқалған жағдайда матрица модификаторлары қолданылып, режимдер бақылау үлгілері арқылы валидацияланды. Сандық анықтау сыртқы калибрлеу әдісімен орындалды. Әр элемент үшін кемінде 3-5 нүктелі калибрлеу ерітінділері дайындалып, «абсорбция-концентрация» тәуелділігі құрылды. Әр үлгі кемінде үш қайталауда өлшенді. Нәтижелер сулы үлгілер үшін мг/л, ал қатты үлгілер үшін навеска массасы мен соңғы көлемді ескере отырып мг/кг түрінде есептелді. Әдістің сапасын бақылау үшін реагенттік бланк, дубль-өлшеулер және стандарт қосылған үлгілер пайдаланылды; алынған нәтижелер калибрлеу тендеуі және сұйылту коэффициенті бойынша түзетіліп есептелді.

Метилен көгінің (МВ) концентрациясы BIOBASE УФ-көрінетін спектрофотометрінде анықталды. Өлшеулер метилен көгінің сулы ерітіндідегі жұтылу максимумы сәйкес келетін  $\lambda = 664 \text{ nm}$  толқын ұзындығында жүргізілді. Үлгілер қажет болған жағдайда 0,45  $\mu\text{m}$  сүзгі арқылы сүзілді және аспаптың сызықтық диапазонына түсу үшін сұйылтылды. Оптикалық тығыздық (А) 1 cm оптикалық жолы бар кюветада «бос» ерітіндіге (деиондалған су немесе матрицалық бланк) қатысты өлшенді. МВ үшін бірнеше нүктелі калибрлеу ерітінділері дайындалып, калибрлеу графигі құрылды. Концентрациялар Бугер-

Ламберт-Бер заңына сәйкес сызықтық аймақта калибрлеу тендеуі арқылы және сұйылыту коэффициентін ескере отырып есептелді.

Кальций мен магний иондарының жалпы мөлшері ( $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$ ) ЭДТА ерітіндісімен комплексонометриялық титрлеу арқылы анықталды. Әдістің негізі -  $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$  иондарының ЭДТА-мен 1:1 стехиометрия бойынша тұрақты кешен түзуі және индикатордың түсінің эквиваленттік нүктеде өзгеруі. Үлгінің белгілі аликвотасына (аммиакты буфер қосып  $\text{pH} \approx 10$  мәніне келтірілді, содан кейін Эрихром қара Т (индикаторының 2-3 тамшысы енгізілді. Үлгі стандартталған ЭДТА ерітіндісімен титрленді. Эквиваленттік нүкте индикатор түсінің әдеттегі ауысуымен белгіленді.

Тәжірибелердің қайталануы мен нәтижелердің сенімділігін қамтамасыз ету мақсатында әрбір модельдік ерітінді үшін тазарту тәжірибесі тәуелсіз түрде кемінде үш рет ( $n = 3$ ) жүргізілді. Аналитикалық өлшеулер әр қайталауда бөлек орындалып, алынған нәтижелер бойынша орташа мән және стандартты ауытқу есептелді. Статистикалық дәлдікті бағалау үшін қосымша түрде салыстырмалы стандартты ауытқу анықталды. НҚС қолданылған және бақылау үлгілерінің айырмашылығын тексеру мақсатында деректер қалыпты таралу шартында Стьюденттің t-тесті қолданылып,  $p < 0,05$  деңгейінде айырмашылықтар статистикалық мәнді деп қабылданды. Бұл тәсіл тәжірибелердің қайталанғыштығын және алынған нәтижелердің статистикалық негізділігін қамтамасыз етеді.

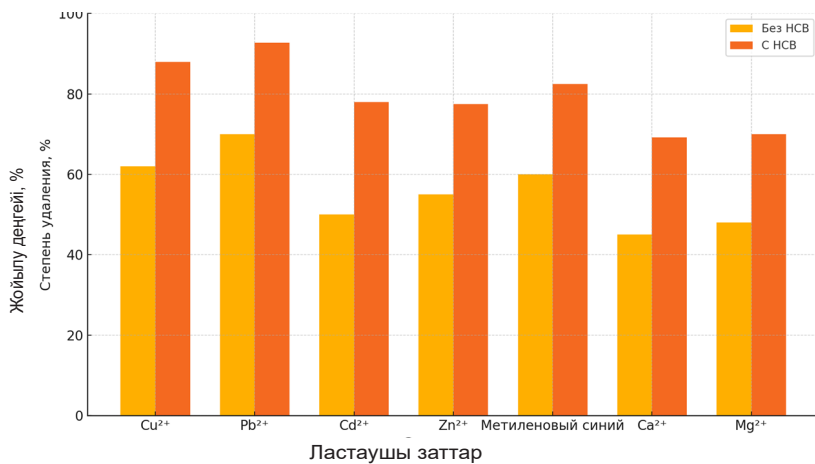
**Нәтижелер.** Нанокұрылымды суды пайдаланып модельдік сулы ерітінділерді тазарту бойынша тәжірибелердің нәтижелері 1-кестеде және 1-суретте көрсетілген. Зерттеу барысында ауыр металл иондарының ( $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ), органикалық бояғыш метилен көктің және судың қаттылығы мен минералдануын анықтайтын компоненттердің ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ , жалпы тұз мөлшері) жойылу тиімділігі бағаланды. Сондай-ақ ортаның қышқыл-негіздік және электрохимиялық сипаттамаларының өзгерістері ( $\text{pH}$  және меншікті өткізгіштік) талданды.

Кесте 1 — Нанокұрылымды суды пайдаланып модельдік сулы ерітінділерді тазарту бойынша тәжірибелердің нәтижелері

№	Лаптаушы түрі	Бастапқы концентрация, мг/л	Тазартудан кейін қалғаны, мг/л	Жойылу деңгейі, %	Талдау әдісі
1	$\text{Cu}^{2+}$	10,0	1,2	88,0 %	ААС
2	$\text{Pb}^{2+}$	5,0	0,36	92,8 %	ААС
3	$\text{Cd}^{2+}$	2,0	0,44	78,0 %	ААС
4	$\text{Zn}^{2+}$	8,0	1,8	77,5 %	ААС
5	Метилен көгі	20,0	3,5	82,5 %	УФ-спектрофотометрия
6	Кальций ( $\text{Ca}^{2+}$ )	60,0	18,5	69,2 %	Титриметрия
7	Магний ( $\text{Mg}^{2+}$ )	40,0	12,0	70,0 %	Титриметрия
8	Жалпы тұз мөлшері	950,0	740,0	22,1 %	Кондуктометрия
9	$\text{pH}$	6,2	6,8	-	$\text{pH}$ -метрия
10	UEL (мкСм/см)	1200	1040	-	Кондуктометрия

1-кестеде келтірілген деректерден көрініп тұрғандай, НҚС белсенді орта ретінде пайдаланылуы бақыланатын үлгілермен салыстырғанда зерттелген ластаушы заттардың көпшілігінің концентрациясының айтарлықтай төмендеуіне әкелді. Ауыр металл иондары үшін ең жоғары жою көрсеткіштері тіркелді -  $Pb^{2+}$  үшін 92,8%,  $Cu^{2+}$  үшін 88,0%,  $Cd^{2+}$  үшін 78,0% және  $Zn^{2+}$  үшін 77,5%. Метилен көк үшін де жоғары тазарту тиімділігі байқалды, жою жылдамдығы 82,5%-ға жетті. Бұл нәтижелер наноқұрылымды судың ластаушы заттардың су ортасымен өзара әрекеттесуін күшейтетінін көрсетеді. Сорбция және коагуляция механизмдері бұл процесте маңызды рөл атқарады, бұл сутектік байланыстардың құрылымындағы өзгерістерге және наноқұрылымды судағы реттелген су кластерлерінің пайда болуына байланысты. Бұл өз кезегінде металл иондары мен органикалық бояғыш молекулаларының агрегациялануына және кейіннен сүзу кезінде жойылуына бейімділігін арттырады. Мақсатты ластаушы заттарды жоюмен қатар, судың қаттылығына жауап беретін кальций мен магний иондарының концентрациясының төмендеуі тіркелді: олардың жою жылдамдығы сәйкесінше 69,2% және 70,0% құрады. Жалпы тұз мөлшері аз дәрежеде (22,1%-ға) төмендеді, бұл НҚС-тің, ең алдымен, көп зарядталған катиондарға және онымен байланысты иондық кешендеріне селективті әсерін көрсетеді.

1-суретте НҚС қатысуымен және оны пайдаланбай бақылау жағдайында суды тазарту тиімділігінің салыстырмасы көрсетілген. Барлық жағдайларда НҚС қолдану ластаушы заттардың концентрациясының айқын төмендеуіне әкелетіні анық, бұл оның тазарту процесіндегі белсенді рөлін растайды.

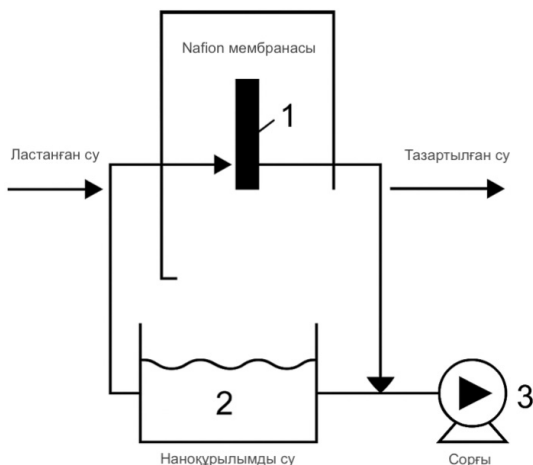


Сурет 1 — Суды тазарту тиімділігін НҚС-пен және онсыз салыстыру

Сонымен қатар, рН 6,2-ден 6,8-ге дейін жоғарылауы және ерітінділердің меншікті электр өткізгіштігінің төмендеуі байқалды, бұл өңдеу нәтижесінде сулы ортаның физика-химиялық қасиеттерінің өзгеруін көрсетеді. Бұл өзгерістер ерітіндідегі иондардың қайта бөлінуіне және еріген тұздардың ішінара жойылуына, сондай-ақ құрылымдалған су матрицасының қасиеттеріне байланысты болуы мүмкін.

Осылайша, алынған эксперименттік деректер ауыр металл иондарын, органикалық бояғыштарды және қаттылық компоненттерін жою үшін суды тазарту жүйелерінде белсенді және қайта пайдалануға болатын орта ретінде нанокұрылымды суды пайдалану мүмкіндігін растайды.

2-суретте НҚС көмегімен суды тазарту диаграммасы көрсетілген.



Сурет 2 — Нанокұрылымды суды (НҚС) пайдаланатын суды тазарту модулінің схемалық диаграммасы: 1 - Нафшонды мембрана (ион алмасу мембранасы): Суды құрылымдау үшін қолданылады. Деионданған сумен ұзақ уақыт байланыста болған кезде, оның айналасында су нанокұрылымды қасиеттерге ие болатын оқшаулау аймағы (EZ) пайда болады. 2 - Нанокұрылымды су (НҚС) резервуары: мембранамен байланыста болған кезде құрылымдалған суды жинайды және сақтайды. НҚС ластанған сумен әрекеттесу үшін белсенді фаза ретінде қолданылады. Бұл жүйеде ол қайта айналымға енгізіліп, тазарту процесіне қайта енгізіледі. 3 - Сорғы: мембрана модулі, НҚС резервуары және ластанған су кіріс жүйесі арасындағы тұйық циклде су айналымын қамтамасыз етеді. Тұрақты қысым мен біркелкі ағынды сақтайды.

Алынған тәжірибелік деректер нанокұрылымды суды (НҚС) пайдалану сулы ерітінділерден әртүрлі ластаушы заттарды кетіру тиімділігіне айтарлықтай әсер ететінін көрсетеді. Ауыр металл иондары ( $Pb^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ) және органикалық бояғыш метилен көк үшін ең жоғары кетіру дәрежесі тіркелді, бұл НҚС-ның бейорганикалық және органикалық ластаушы заттарға әмбебап әсерін көрсетеді.

**Талқылаулар.** Ауыр металл иондарын кетірудің жоғары тиімділігі НҚС қатысуымен сулы орта құрылымының өзгеруіне байланысты болуы мүмкін (Singh et al., 2023). Реттелген су кластерлерінің пайда болуы және нанокұрылымды суға тән сутектік байланыс жүйесінің қайта бөлінуі көп зарядталған катиондардың гидратациялық қабығының азаюына ықпал етеді (Jeong et al., 2021). Бұл өз кезегінде олардың агрегациясын және байланысты формаларға ауысуын жеңілдетеді, тұндыру және кейінгі сүзу кезінде олардың кету ықтималдығын арттырады.  $Pb^{2+}$  және  $Cu^{2+}$  үшін ерекше айқын әсер байқалды, бұл олардың құрылымдалған сулы ортада кешен түзілуіне және коагуляцияға жоғары бейімділігімен байланысты болуы мүмкін (Bisht et al., 2022).

Метилен көкті кетіру де өте тиімді болды, бұл таза иондық өзара әрекеттесуден тыс қосымша механизмдердің қатысуын көрсетеді. Метилен көк молекулаларының катиондық табиғаты, сондай-ақ  $\pi$ - $\pi$  өзара әрекеттесулері мен ассоциацияларына қабілетті хош иісті фрагменттердің болуы олардың реттелген сулы матрицасында сақталуын жеңілдетуі мүмкін. Құрылымдық су бұл жағдайда органикалық молекулалардың коагуляциясы мен агрегациясын ынталандыратын орта ретінде әрекет етеді, сүзу кезінде олардың механикалық жойылуын жеңілдетеді.

Судың қаттылығын анықтайтын кальций мен магний иондарының концентрациясының төмендеуі сілтілік жер катиондарына да әсер ету қабілетін көрсетеді. Дегенмен, оларды жою дәрежесі ауыр металдармен салыстырғанда төмен болды, бұл  $\text{Ca}^{2+}$  және  $\text{Mg}^{2+}$ -ның төменгі поляризациясымен және ассоциациялар мен координациялық кешендер түзуге бейімділігінің төмендеуімен сәйкес келеді. Бұл тазарту процесінің селективтілігін көрсетеді, ол жоғары заряд тығыздығы мен айқын координациялық қасиеттері бар иондарды артықшылықпен жояды (Oliveira et al., 2003).

Ерітінділердің жалпы тұз мөлшерінің және меншікті электр өткізгіштігінің салыстырмалы түрде аз төмендеуі барлық еріген тұздарды толығымен жоятынын емес, керісінше белгілі бір иондық формаларға және олардың агрегацияланған күйлеріне әсер ететінін көрсетеді (Duwieuah et al., 2022). Бұл факт практикалық тұрғыдан пайдалы, себебі ол суды толық тұзсыздандырмай улы иондардың концентрациясын азайтуға мүмкіндік береді, бұл әсіресе ауыз су және тұрмыстық сумен жабдықтау үшін маңызды.

Ерітінділерді НҚС көмегімен өңдегеннен кейін рН-ның байқалған жоғарылауы құрылымдалған су матрицасындағы протондардың қайта бөлінуіне және қышқыл-негіз тепе-теңдігіне қатысатын катиондардың ішінара жойылуына байланысты болуы мүмкін. Бұл рН өзгерісі қолайлы диапазонда және қосымша түзетуді қажет етпейді, бұл ұсынылған тәсілдің технологиялық тартымдылығын арттырады. Практикалық тұрғыдан алғанда, ластаушы заттардың концентрациясының төмендеуі ғана емес, сонымен бірге қол жеткізілген қалдық мәндердің сипаты да маңызды. Ауыр металдар үшін НҚС өңдеуден кейін қалдық концентрациялар лоб деңгейінде болады-мг/л бірліктері, бұл жұмсақ жанау жағдайында да айқын әсер көрсетеді (30 мин, араластырусыз). Мұндай нәтиже токсиканттарды нормативтік рұқсат етілген мәндерге жақын деңгейге дейін төмендетуге бағытталған суды тазарту схемалары үшін өте маңызды, өйткені бұл ауыр металдар, әдетте, негізгі тәуекелдерді (санитарлық және экологиялық) қалыптастырады және қатаң бақылауды қажет етеді. Керісінше, тұздың жалпы мөлшері азаяды, бұл НҚС толық тұзсыздандыру құралы ретінде емес, ең алдымен суды түбегейлі деминерализациялауға емес, улы және "проблемалық" компоненттерді жоюға бағытталған алдын-ала тазарту құралы ретінде түсіндіруге мүмкіндік береді. Алынған мәліметтерді Nafion ион алмасу мембранасымен байланыста болған кезде НҚС түзілу ерекшеліктері арқылы түсіндірген жөн. Nafion үшін айқын фазааралық әсерлердің болуы сипатталады. Судың беткі қабаты теріс зарядқа ие болып, иондық құрамның градиентін құра алады (интерфейске жақын протондар

мен катиондардың қайта бөлінуін қоса алғанда). Осы модель аясында жүйеде НҚС катионды ластаушы заттармен өзара әрекеттесу қабілеті жоғарылаған функционалды су фазасы ретінде әрекет ете алады. Содан кейін қорғасы және мыс иондарын жоюдың жоғары дәрежесі сорбциямен ғана емес, сонымен қатар құрылымдық су матрицасында катиондарды электростатикалық индукцияланған ұстау немесе қайта бөлумен, содан кейін ассоциацияларды үлкейтумен және оларды сүзу кезінде бөлумен түсіндірілуі мүмкін. Сол сияқты, метилен көкін (катионды бояғышты) жоюдың жоғары тиімділігі НҚС қатысуымен органикалық молекулалардың катионды байланыстыру және флокуляция процестері күшейеді деген болжаммен қисынды түрде сәйкес келеді, бұл әсіресе кейінгі қағаз сүзу кезінде байқалады.

Тәжірибе схемасы ионсыздандырылған суды бақылауды қамтитынын атап өту маңызды бірдей өңделген. Сондықтан екі үлгідегі ықтимал "механикалық" факторлардың (сүзгі қағазындағы сорбция, тұндыру процедурасының әсері) үлесін салыстыруға болады. Бұл байқалған айырмашылық НҚС белсенді орта ретінде болуына байланысты деген дәлелді күшейтеді. Сонымен қатар, механизмді неғұрлым қатаң түсіндіру үшін жүйелік қателіктің ықтимал көздерін қарастырған жөн. Мысалы, коагуляциялық-ассоциативті механизмде ластаушы заттардың бір бөлігі дисперсті агрегаттар фазасына өтуі мүмкін, содан кейін өлшенген "қалдық концентрация" олардың сүзу арқылы қаншалықты толық бөлінетініне байланысты болады. Бұл жағдайда металдардың немесе бояғыштың бөлінетін фазаға тасымалдануын тікелей көрсетуге мүмкіндік беретін тұнба қалдықтарын зерттеу пайдалы растау болар еді.

Инженерлік тұрғыдан алғанда, нәтижелер модульдік тұжырымдамамен жақсы үйлеседі (2-сурет), мұнда НҚС айналымдағы белсенді орта ретінде қабылданады. Сонымен қатар, жалпы тұз құрамының орташа төмендеуі технологияны алдын - ала тазарту немесе алдын-ала тазарту кезеңдері үшін перспективалы деп санауға мүмкіндік береді, мұнда негізгі мақсат - улы қоспалардың (ауыр металдар, бояғыштар) концентрациясын төмендету және қаттылықты ішінара төмендету, іс жүзінде тұзсыздандырылған су алу емес. Мұндай профиль әсіресе ресурстары шектеулі аймақтарға қатысты, онда белсенді фазаны қайта өңдеу мүмкіндігі бар қарапайым және төмен реагентті технология қажет.

Жалпы алғанда, алынған нәтижелер бізге нанокұрылымды суды тек пассивті еріткіш ретінде ғана емес, сонымен қатар ластаушы заттардың су фазасымен өзара әрекеттесуін өзгерте алатын белсенді функционалды орта ретінде де қарастыруға мүмкіндік береді. Іске асырылған әдістің қарапайымдылығы, химиялық реагенттерге қажеттіліктің болмауы және нанокұрылымды суды қайта пайдалану мүмкіндігі ұсынылған тәсілді энергияны тиімді және экологиялық таза суды тазарту жүйелерін дамыту үшін перспективалы етеді.

**Қорытынды.** Зерттеу нанокұрылымды судың сулы ерітінділерді әртүрлі ластаушы заттардан тазарту үшін белсенді орта ретінде тиімділігін эксперименталды түрде растады. Нанокұрылымды суды пайдалану  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$  және  $\text{Zn}^{2+}$  сияқты ауыр металл иондарын, сондай-ақ органикалық бояғыш метилен көкті жоғары деңгейде кетіруді қамтамасыз ететіні анықталды, бұл

ұсынылған тәсілдің бейорганикалық және органикалық ластаушы заттар үшін жан-жақтылығын көрсетеді. Наноқұрылымды судың қатысуымен сулы ортаның құрылымдық ұйымының өзгеруінен туындаған сорбциялық-коагуляциялық механизмдердің қатысуын көрсететін айқын координациялық қасиеттері бар көп зарядталған катиондар үшін ең жоғары тазарту тиімділігіне қол жеткізілетіні көрсетілді. Сонымен қатар, судың қаттылығына жауап беретін кальций мен магний иондарының концентрациясының төмендеуі тіркелді, бұл жалпы тұз мөлшерінің орташа деңгейін сақтап, наноқұрылымды судың селективті әсерін көрсетеді.

Сондай-ақ, наноқұрылымды суды пайдаланып суды тазарту ортаның физика-химиялық сипаттамаларының өзгеруімен, соның ішінде рН жоғарылауымен және меншікті электр өткізгіштігінің төмендеуімен қатар жүретіні анықталды. Бұл өзгерістер қолайлы шектерде және қосымша түзетулерді қажет етпейді, бұл әдісті практикалық түрде енгізу үшін маңызды артықшылық болып табылады.

Бұл нәтижелер бізге наноқұрылымды суды тек өзгертілген еріткіш ретінде ғана емес, сонымен қатар химиялық реагенттерді немесе энергияны көп қажет ететін технологиялық операцияларды пайдаланбай ластаушы заттардың су ортасымен өзара әрекеттесуін күшейтуге қабілетті функционалды белсенді фаза ретінде қарастыруға мүмкіндік береді. Тәжірибелік жобалаудың қарапайымдылығы, наноқұрылымды суды қайта пайдалану мүмкіндігі және айқын тазарту әсері ұсынылған тәсілді экологиялық таза және энергия үнемдейтін суды тазарту жүйелерін әзірлеу үшін перспективалы етеді.

Жалпы алғанда, зерттеу нәтижелері наноқұрылымды суды пайдаланып суды тазарту технологияларын одан әрі дамыту үшін ғылыми негіз береді және тазарту режимдерін оңтайландыруға және нақты су жүйелеріндегі әсердің ұзақ мерзімді тұрақтылығын зерттеуге бағытталған кең ауқымды зерттеулер жүргізудің орындылығын негіздейді.

### References

- Balali-Mood M., Naseri K., Tahergorabi Z., Khazdair M.R., Sadeghi M. (2021) Toxic mechanisms of five heavy metals: Mercury, lead, chromium, cadmium, and arsenic. *Frontiers in Pharmacology*, 12:643972. DOI:10.3389/fphar.2021.643972 (in Eng.)
- Bayar J., Kızıldağ N., Yıldız S. (2024) Biochar-based adsorption for heavy metal removal in water: A sustainable and cost-effective approach. *Environmental Geochemistry and Health*, 46(11):428. DOI: 10.1007/s10653-024-02214-w (in Eng.)
- Bisht R., Agarwal M., Singh K. (2022) Simultaneous removal of heavy metals and dye from wastewater: Modelling and experimental study. *Water Science and Technology*, 87(1):193. DOI: 10.2166/wst.2022.410 (in Eng.)
- Duwiejuah A.B., Yang S., Li Y., Wang J. (2022) Simultaneous adsorption of toxic metals in binary systems using peanut and sheanut shells biochars. *Heliyon*, 8(9):e10558. DOI: 10.1016/j.heliyon. 2022. e10558 (in Eng.)
- El-Naggar N.E.A., Hamouda R.A., Mousa I.E., Abdel-Hamid M.S., Rabei N.H. (2020) Bioprocessing optimization for efficient simultaneous removal of methylene blue and nickel by *Gracilaria* seaweed biomass. *Scientific Reports*, 10:17439. DOI: 10.1038/s41598-020-74419-6 (in Eng.)
- Gantenbajn D., Shelkopf J., Gein P.A.S. (2013) Water treatment method (Russian Federation Patent No. RU2482067C2). Russian Patent Office. (in Eng.)
- Guo H., Li X., Tang C. (2006) Nanostructured membrane filtration system for rapid water purification (China Patent No. CN113710619A). China National Intellectual Property Administration. (in Chin.)

Huang T., Crews J.B. (2009) Wastewater purification with nanoparticle-treated bed (U.S. Patent No. US8226830B2). United States Patent and Trademark Office. (in Eng.)

Jeong S., Kim J., Park J. (2021) Efficient removal of azo dye from wastewater using the non-toxic potassium ferrate oxidation-coagulation process. *Applied Sciences*, 11(15):6825. DOI: 10.3390/app11156825 (in Eng.)

Oliveira L.C.A., Fabris J.D., Pereira M.C. (2003) Clay-iron oxide magnetic composites for the adsorption of contaminants in water. *Applied Clay Science*, 22(1-2):169. DOI: 10.1016/S0169-1317(02)00156-4 (in Eng.)

Singh V., Singh J., Kumar A. (2023) Heavy metal contamination in the aquatic ecosystem: Toxicity and its remediation using eco-friendly approaches. *Toxics*, 11(2):147. DOI: 10.3390/toxics11020147 (in Eng.)

U.S. Environmental Protection Agency. (2023) National primary drinking water regulations. <https://www.epa.gov> (in Eng.)

Vermont Department of Health. (2025, March 17) Hardness in drinking water. <https://www.healthvermont.gov> (in Eng.)

World Health Organization. (2003) Total dissolved solids in drinking-water: Background document for development of WHO guidelines for drinking-water quality (2nd ed.). WHO Press. <https://www.who.int> (in Eng.)

Zhang W., Abuduwaili J., and Groll M. (2020) Distribution characteristics and assessment of heavy metals in the surface water of the Syr Darya River, Kazakhstan. *Polish Journal of Environmental Studies*, 29(1):979 (in Eng.).

ACADEMIC SCIENTIFIC JOURNAL OF CHEMISTRY

ISSN 2224–5286

Volume 1.

Number 466 (2026), 295–308

<https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.356>

IRSTI 31.23.99

UDC 54.056

© Nauanova A.P.<sup>1</sup>, Kassenov R.Z.<sup>2\*</sup>, Davrenbekov S.Zh.<sup>2</sup>, Bolatbay A.N.<sup>2</sup>,  
Altynbekkyzy A.<sup>2</sup>, 2026.

<sup>1</sup>Kazakh Agrotechnical Research University named after S. Seifullin,  
Astana, Kazakhstan;

<sup>2</sup>Karaganda National Research University named after Academician E.A. Buketov,  
Karaganda, Kazakhstan.

E-mail: r\_z\_kasenov@mail.ru

## INTENSIFICATION OF THE PROCESS OF EXTRACTION OF HUMIC SUBSTANCES FROM BROWN COAL

**Nauanova Ainash** — Doctor of Biological Sciences, Kazakh Agrotechnical Research University named after S. Seifullin, Astana, Kazakhstan,

E-mail: nauanova@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5250-196>;

**Kassenov Rymkhan** — Candidate of Chemical Science, Karaganda National Research University named after Academician E.A. Buketov, Karaganda, Kazakhstan,

E-mail: r\_z\_kasenov@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-9832-5115>;

**Davrenbekov Santai** — Doctor of Chemical Science, Karaganda National Research University named after Academician E.A. Buketov, Karaganda, Kazakhstan,

E-mail: sdavrenbekov@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-8854-6213>;

**Bolatbay Abylaikhan** — PhD, Karaganda National Research University named after Academician E.A. Buketov, Karaganda, Kazakhstan,

E-mail: abylai\_bolatbai@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-5047-3066>;

**Altynbekkyzy Aliya** — master student, Karaganda National Research University named after Academician E.A. Buketov, Karaganda, Kazakhstan,

E-mail: aliyaash17@gmail.com; <https://orcid.org/0009-0004-5279-2895>.

**Abstract:** One of the promising physical methods of influencing substances to intensify technological processes is a method based on the use of hydropulse discharge energy. The paper presents the results of a study of the process of extracting humic acids from the organic mass of brown coal from the Kumyskuduk deposit. Hydropulse discharge technology was used along with chemical extraction methods to activate humate-containing substances and increase the yield of humic compounds from the brown coal. In this work, hydropulse discharge technology was used along with chemical extraction methods to activate humate-containing substances and increase the yield of humic compounds. The effect of the hydroimpulse discharge on the yield of the target product was evaluated relative to the yield of humic substances during chemical

alkaline extraction. Options for combining heat treatment, chemical and hydro-pulse extraction of humic acids were studied. Studies of the hydro impulse effect on the process of extracting humic substances from brown coal in laboratory conditions have established that both preliminary heat treatment of raw materials and its subsequent extraction under the influence of a hydro impulse discharge leads to an increase in the yield of humic acids. Temperatures up to 150°C should be considered the temperature limit for heat treatment, which ensures the production of humates that are effective in agriculture. Experiments have shown that during the preliminary heat treatment of a mixture of brown coal with alkali and extraction in the traditional way, the yield of humic substances increases by 2.5-3 times compared to the yield of humic acids in traditional extraction. Pre-heat treatment of the mixture and extraction under the influence of hydro impulse discharge increases the yield of humic substances by 2 times compared to the yield of humic acids under the influence of hydro impulse discharge without preheating and 4 times compared to the yield of humic acids under the influence of traditional extraction. The conducted research has shown that the use of the hydroimpulse method for isolating humic acids can significantly reduce the extraction time from 120 minutes to 5 minutes.

**Keywords:** brown coal, humic acids, extraction, activation, heat treatment, hydroimpulse discharge

**Financing.** *This research is funded by the Science Committee of the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan (Grant No. BR24992961-OT-24).*

*For citations: Nauanova A.P., Kassenov R.Z., Davrenbekov S.Zh., Bolatbay A.N., Altynbekkyzy A. Intensification of the process of extraction of humic substances from brown coal. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.1. — P. 295–308. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.356>*

© Науанова А.П.<sup>1</sup>, Касенов Р.З.<sup>2\*</sup>, Давренбеков С.Ж.<sup>2</sup>, Болатбай А.Н.<sup>2</sup>,  
Алтынбекқызы Ә.<sup>2</sup>, 2026.

<sup>1</sup>С. Сейфуллин атындағы Қазақ агротехникалық зерттеу университеті,  
Астана, Қазақстан;

<sup>2</sup>Академик Е.А. Бөкетов атындағы Қарағанды Ұлттық зерттеу университеті,  
Қарағанды, Қазақстан.  
E-mail: r\_z\_kasenov@mail.ru

## ҚОҢЫР КӨМІРДЕН ГУМИНДІК ЗАТТАРДЫ БӨЛІП АЛУ ПРОЦЕСІН ҚАРҚЫНДАТУ

**Науанова Айнаш** — биология ғылымдарының докторы, С. Сейфуллин атындағы Қазақ агротехникалық зерттеу университеті, Астана, Қазақстан,  
E-mail: nauanova@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5250-196>;

**Касенов Рымхан** — химия ғылымдарының кандидаты, Академик Е.А. Бөкетов атындағы Қарағанды Ұлттық зерттеу университеті, Қарағанды, Қазақстан,

E-mail: r\_z\_kasenov@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-9832-5115>;

**Давренбеков Сантай** — химия ғылымдарының кандидаты, Академик Е.А. Бөкетов атындағы Қарағанды ұлттық зерттеу университеті, Қарағанды, Қазақстан,

E-mail: sdavrenbekov@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0218-7062>;

**Болатбай Абылайхан** — PhD, Академик Е.А. Бөкетов атындағы Қарағанды ұлттық зерттеу университеті, Қарағанды, Қазақстан,

E-mail: abyлай\_bolatbai@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-5047-3066>;

**Алтынбекқызы Алия** — магистр, Академик Е.А. Бөкетов атындағы Қарағанды ұлттық зерттеу университеті, Қарағанды, Қазақстан,

E-mail: a1iyaash17@gmail.com; <https://orcid.org/0009-0004-5279-2895>.

**Аннотация.** Технологиялық процестерді интенсификациялау үшін заттарға әсер етудің перспективті физикалық әдістерінің бірі гидроимпульстік разряд энергиясын пайдалануға негізделген әдіс болып табылады. Жұмыста Күмісқұдық кен орнындағы қоңыр көмірдің органикалық заттарынан гумин қышқылдарын алу процесін зерттеу нәтижелері берілген. Құрамында гуматы бар заттарды белсендіру және көмірден гумусты қосылыстардың шығымын арттыру үшін химиялық экстракция әдістерімен қатар гидроимпульстік разряд технологиясы қолданылды. Экстракцияның тиімділігін арттыру үшін қоңыр көмірдің сілтімен қоспасын алдын ала термиялық өңдеу (қыздыру) технологиясы және химиялық және гидроимпульстік әдістерді қолдана отырып, кейіннен сулы экстракциялау технологиясы қолданылды. Гидроимпульстік разрядтың мақсатты өнімнің шығуына әсері химиялық сілтілі экстракция кезінде гуминдік заттардың шығуына қатысты бағаланды. Гумин қышқылдарын термиялық өңдеуді, химиялық және гидроимпульстік экстракцияны біріктіру нұсқалары зерттелді. Зертханалық жағдайда қоңыр көмірден гуминді заттарды алу процесіне гидроимпульс әсерін зерттеу арқылы шикізатты алдын-ала термиялық өңдеу де, оны гидроимпульс разрядының әсерінен алу да гумин қышқылдарының көбеюіне әкелетіні анықталды. Ауыл шаруашылығында тиімді гуматтардың алынуын анықтайтын термиялық өңдеудің температуралық шегі 150°C дейін деп саналуы керек. Тәжірибелер көрсеткендей, қоңыр көмірдің сілтімен қоспасын алдын-ала термиялық өңдеу және дәстүрлі жолмен экстракциялау кезінде гуминді заттардың шығымы дәстүрлі экстракциядағы гумин қышқылдарының шығуымен салыстырғанда 2,5-3 есе артады. Қоспаны алдын ала термиялық өңдеу және гидроимпульс разрядының әсерімен экстракциялау кезінде гуминдік заттардың шығымы алдын ала қыздырусыз гидроимпульс разрядының әсерінен гумин қышқылдарының шығуымен салыстырғанда 2 есе және дәстүрлі жолмен экстракциялау кезіндегі гумин қышқылдарының шығымымен салыстырғанда 4 есе артады. Зерттеулер көрсеткендей, гумин қышқылдарын бөліп алу үшін гидроимпульсті әдісті қолдану экстракция уақытын 120 минуттан 5 минутқа дейін едәуір қысқартады.

**Түйін сөздер:** қоңыр көмір, гумин қышқылдары, экстракция, белсендіру, жылулық өңдеу, гидроимпульс разряды

© Науанова А.П.<sup>1</sup>, Касенов Р.З.<sup>2\*</sup>, Давренбеков С.Ж.<sup>2</sup>, Болатбай А.Н.<sup>2</sup>,  
Алтынбекқызы А.<sup>2</sup>, 2026.

<sup>1</sup>Казахский агротехнический исследовательский университет им. С. Сейфуллина,  
Астана, Казахстан;

<sup>2</sup>Карагандинский национальный исследовательский университет имени  
Е.А. Букетова, Караганда, Казахстан.  
E-mail: r\_z\_kasenov@mail.ru

## ИНТЕНСИФИКАЦИЯ ПРОЦЕССА ВЫДЕЛЕНИЯ ГУМИНОВЫХ ВЕЩЕСТВ ИЗ БУРОГО УГЛЯ

**Науанова Айнаш** — доктор биологических наук, Казахский агротехнический исследовательский университет им. С. Сейфуллина, Астана, Казахстан,  
E-mail: nauanova@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5250-196>;

**Касенов Рымхан** — кандидат химических наук, Карагандинский национальный исследовательский университет имени Е.А. Букетова, Караганда, Казахстан,  
E-mail: r\_z\_kasenov@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-9832-5115>;

**Давренбеков Сантай** — кандидат химических наук, Карагандинский национальный исследовательский университет имени Е.А. Букетова, Караганда, Казахстан,  
E-mail: sdavrenbekov@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0218-7062>;

**Болатбай Абылайхан** — PhD, Карагандинский национальный исследовательский университет имени Е.А. Букетова, Караганда, Казахстан,  
E-mail: abylai\_bolatbai@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-5047-3066>;

**Алтынбекқызы Алия** — магистрант, Карагандинский национальный исследовательский университет имени Е.А. Букетова, Караганда, Казахстан,  
E-mail: aliyash17@gmail.com; <https://orcid.org/0009-0004-5279-2895>.

**Аннотация:** В работе представлены результаты исследования процесса извлечения гуминовых кислот из органической массы бурого угля месторождения Кумыскудук. Одним из перспективных направлений интенсификации технологических процессов является применение физических методов воздействия, в частности технологии гидроимпульсного разряда. Целью исследования является повышение эффективности извлечения гуминовых веществ за счёт комбинирования тепловой обработки, химической щелочной экстракции и гидроимпульсного воздействия. Для активации гуматсодержащего сырья использовалась предварительная тепловая обработка смеси бурого угля со щелочью с последующей водной экстракцией. Дополнительно применялся метод гидроимпульсного разряда, позволяющий интенсифицировать процессы разрушения структуры угля и высвобождения гуминовых соединений. Результаты исследования показали, что как предварительная тепловая обработка, так и гидроимпульсное воздействие существенно повышают выход гуминовых веществ. Установлено, что оптимальная температура предварительной обработки составляет до 150 °С. При использовании только тепловой обработки и традиционной экстракции выход гуминовых веществ увеличивается в 2,5–3 раза по сравнению с классической щелочной экстракцией. Комбинированное применение тепловой обработки и гидроимпульсного разряда обеспечивает

дополнительное увеличение выхода: в 2 раза по сравнению с гидроимпульсным методом без нагрева и до 4 раз по сравнению с традиционной технологией. Дополнительно установлено, что использование гидроимпульсного воздействия позволяет значительно сократить продолжительность процесса экстракции - с 120 до 5 минут. Полученные результаты свидетельствуют о высокой эффективности предложенного подхода и его перспективности для промышленного получения гуминовых веществ, применяемых в сельском хозяйстве.

**Ключевые слова:** бурый уголь, гуминовые кислоты, экстракция, активация, тепловая обработка, гидроимпульсный разряд.

**Введение.** Твердые горючие ископаемые (ТГИ) объединяют полезные ископаемые органического происхождения от торфа и горючих сланцев до антрацита. Наибольший народнохозяйственный и научный интерес среди них традиционно представляют угли, являющиеся важным природным ресурсом для топливно-энергетической отрасли. В силу своих уникальных свойств угли необходимо рассматривать и как ценнейшее сырье для химической промышленности и сельского хозяйства. В настоящее время в мире существуют различные технологии активации гуматсодержащих веществ (уголь, торф, сапрпель, навоз и др.) для получения гуминовых удобрений, способствующих улучшению питательных свойств почвы и активно влияющих на рост растений (Fashutdinov et al., 2021). Гуминовые кислоты - это высокомолекулярные органические вещества, входящие в состав гуминовых веществ, которые являются основными компонентами органического вещества почв, торфа и углей. Они формируются в процессе преобразования растительного материала при гумусообразовании, сопровождающемся биохимическим и геохимическим превращением органических веществ. Бурые угли, как промежуточная стадия между торфом и каменными углями, представляют собой богатый источник гуминовых кислот, которые обладают уникальными химическими и физическими свойствами.

В связи с этим важнейшей задачей при изучении свойств углей является разработка новых и интенсификация существующих способов переработки применительно к нетопливым направлениям использования углей.

Одним из путей решения этой задачи является применение воздействия физических полей как на стадии обработки сырья, так и непосредственно в процессе получения продуктов переработки из угля. Это объясняет актуальность изучения влияния физических полей (температурного, электромагнитного, ультразвукового и др.) на органическую массу твердых горючих ископаемых.

**Литературный обзор.** Физические методы интенсификации очень разнообразны в различных процессах. Методические основы интенсификации основываются на том, что любой процесс связан с переводом веществ (материально-энергетических потоков) из одних состояний (вход) в другие (выход), а всякое воздействие направленно влияет через определенные свойства веществ, поэтому их знание и учет при выборе воздействий является основным фактором, предопределяющим

вид и характер воздействия (Li et.al., 2022; Denisyuk et.al., 2014; El-Morsi et al., 2020; Zhang et al. 2021).

При этом физические воздействия могут быть отнесены к одной из следующих групп:

- 1) не влияющие на свойства вещества в смысле получения по этому веществу конечного результата (нейтральные);
- 2) вызывающие приближение свойств вещества к области требуемых значений (интенсифицирующие);
- 3) вызывающие удаление свойств вещества относительно области требуемых значений (замедляющие).

После варьирования физическими воздействиями и их сочетаниями определяется их наиболее целесообразная совокупность, которая обеспечивает проведение требуемого (возможно нового) процесса. Процедура заканчивается при достижении заданной цели, т.е. при попадании свойств в область требуемых значений с учетом выполнения наложенных ограничений (Ahmad et al., 2020, Singh et al., 2018).

В связи с этим за последнее десятилетие бурное развитие получили такие новые области, как применение электромагнитных колебаний СВЧ-диапазона и ударных волн, ультразвук, лазерохимия и др. Расширение диапазона возможных воздействий на технологические процессы естественно влечет за собой требование знания свойств веществ, связанных с воздействиями различных типов.

Выбор физического воздействия, его характеристик и способа организации процесса химических превращений определяется многочисленными факторами, требующими расширенного теоретического и опытного изучения.

Поскольку физические воздействия позволяют интенсифицировать не только макроскопические, но и микроскопические процессы атомно-молекулярного уровня, то для изучения вопроса комплексной переработки ТГИ особый интерес представляют воздействия, приводящие к химическим превращениям веществ, которые невозможны при использовании других методов, так как между физическими и химическими явлениями существует глубокое единство.

Таким образом, в условиях современного производства, где одной из важнейших задач выступает повышение эффективности использования имеющихся ресурсов в совокупности с соблюдением возрастающих экологических требований, актуально развитие исследований, ориентированных на расширение применения нетрадиционных физических и физико-химических воздействий на сырьевой ресурс, позволяющих интенсифицировать производство продукта с добавленной стоимостью (Wang et al., 2018; Bauer et.al., 2019; Khalil et.al., 2020; Moskalenko et.al., 2015; Novopashin et.al., 2001).

Задача интенсификации химико-технологических процессов переработки углей заключается в выборе или поиске наиболее эффективных воздействий или их совокупности. В процессе переработки углей в разные виды продуктов можно выделить технологические операции подготовки сырья, собственно переработки и выделения целевых продуктов. На любой из этих стадий возможно применение

воздействий физическими полями. Кроме этого, возможно повышение качества продуктов переработки при наложении физических воздействий на полученный продукт.

Одним из перспективных физических методов воздействия на вещества для интенсификации технологических процессов является метод, основанный на использовании энергии гидроимпульсного разряда. В настоящей работе для активации гуматсодержащих веществ и повышения выхода гуминовых соединений наряду с методами химической экстракции была использована технология гидроимпульсного разряда.

Электрогидроимпульсный разряд – это новый способ преобразования электрической энергии в механическую, совершающийся без посредства промежуточных механических звеньев, с высоким КПД. Электрогидравлический удар даже в очень больших объемах жидкости вызывает появление давлений в десятки и сотни тысяч атмосфер, т.е. на два-четыре порядка выше давлений в канале разряда. Жидкость, получив ускорение от расширяющегося с большей скоростью канала разряда, перемещается от него во все стороны, образуя на том месте, где был разряд, значительную по объему полость, названную кавитационной, и вызывая первый (основной) гидравлический удар. Затем полость также с большей скоростью смыкается, создавая второй кавитационный гидравлический удар. На этом единичный цикл электрогидравлического эффекта заканчивается, и он может повторяться неограниченное число раз соответственно заданной частоте следования разрядов. При осуществлении последовательного ряда импульсных разрядов в жидкости каждый последующий электрогидравлический удар может возникнуть только после того, как кавитационная полость от предыдущего разряда успеет захлопнуться, что и определяет возможную максимальную частоту разрядов электрогидравлической установки (Davrenbekov et.al. 2014).

Весь процесс воспроизведения электрогидравлического эффекта можно разделить на пять основных периодов (стадий). На предразрядной стадии пробой шаров формирующего искрового промежутка или другого коммутирующего устройства приводит к резкому повышению напряжения на рабочем искровом промежутке. Напряжение мгновенно возрастает (начальный, круто поднимающийся участок кривой напряжения) от нуля до возможного для данного случая максимального значения. После достижения им некоторого значения, достаточного лавиной ионизации, в жидкости начинают расти стримеры. Визуально стримеры растут от положительного электрода к отрицательному электроду (фактически из объема жидкости в положительный электрод). На рост стримеров расходуется энергия, и поэтому на этом участке кривой наблюдается небольшое (обычно не более 2–10 %) падение напряжения. Рост стримеров сопровождается появлением в канале стримера, что фиксируется осциллограммой, в виде полого поднимающейся части кривой тока.

Давления в период предразрядной стадии невелики (вблизи канала стримера не превышает 50 Мпа). Перемещения жидкости также невелики, практически их почти нет. Действует быстро нарастающее мощное электрическое поле.

Магнитное поле ничтожно мало. Как только один из стримеров дорастает до второго электрода, предразрядная стадия заканчивается.

На стадии переднего фронта в канат стримера устремляется вся накопленная в конденсаторе энергия, ток быстро растет, достигая максимальных значений, что приводит к увеличению диаметра канала. Давления в канале резко нарастают и также достигают максимальных значений. Температура канала повышается до 4–10°C и более. Одновременно наблюдается резкое падение напряжения. Перемещения жидкости только начинаются, но вблизи зоны разряда они максимальны по ускорениям. Кавитационные процессы практически отсутствуют. Действуют очень мощное, быстро нарастающее магнитное поле.

На стадии заднего фронта процесс становится колебательным, ток и напряжение, проходя через нуль и меняя знаки, быстро уменьшаются. Давления начинают резко падать. Перемещения жидкости достигают максимальной скорости, начинается образование кавитирующего кольца.

На стадии последующих полуволн в колетельном контуре с большим затуханием, давления продолжают падать, испытывая флуктуацию, перемещения жидкости достигают максимума по расстояниям. Электрические и магнитные поля то убывают, то возрастают (с изменением знаков).

На стадии затухания реакций давления, так же, как и перемещения жидкости, практически исчезают. На поверхности жидкости в течение некоторого времени наблюдается волнение жидкости. Остаточные электрические и магнитные поля, существование которых в течение этой стадии было обусловлено остаточными объемными зарядами в жидкости, по мере их выравнивания, исчезают.

Отметим, что в момент возникновения пробоя на рабочем искровом промежутке одновременно оказывается замкнутым не только разрядный, но и зарядный контур схемы, следовательно, на рабочий искровой промежуток поступает не только ток разрядного контура, но через выпрямитель и ток трансформатора, величина которого ничтожно мала по сравнению с основным током в разрядном контуре схемы, но он все же вносит свою долю искажений в осциллограммы тока и напряжения, снимаемые на рабочем искровом промежутке. Во всяком случае, при полном устранении этого тока, «прорывающегося» в разрядный контур, вид осциллограмм заметно изменяется.

В современной импульсной технике обработки материалов электрический разряд в жидкости часто играет роль основного действующего механизма в различных технологических процессах. Из всего сложного комплекса явлений, возникающих при электрическом разряде в жидкости чаще всего в технологии, используется трансформация электрической энергии в механическую совершается без промежуточных звеньев.

Высокая эффективность гидроимпульсного воздействий на различные технологические процессы подтверждена многочисленными исследованиями. Проведенными ранее исследованиями показана принципиальная возможность увеличения выхода гуминовых кислот при применении воздействия гидроимпульсного разряда на бурый уголь и окисленные его виды. Целью

настоящего исследования было установление степени влияния тепловой обработки и гидроимпульсного разряда на различных стадиях выделения гуминовых кислот из бурых углей.

**Материалы и методы.** Термогравиметрический и колориметрический (ТГ/ДСК) анализы проводились на приборе LABSYS<sup>TM</sup>EvoTG-DTA/DSC (SETARAM, Франция) для оценки термической стабильности исследуемых образцов угля и изучения процесса их разложения при нагреве. В дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) разница в количестве тепла, необходимого для повышения температуры образца и эталона, измеряется как функция температуры. И образец, и эталон поддерживаются при практически одинаковой температуре в течение всего эксперимента. Как правило, температурная программа для анализа ДСК разработана таким образом, что температура держателя образца линейно увеличивается как функция времени (Nauanova et al. 2025).

Образцы углей и гуминовых кислот массой 10 мг были помещены в тигли из оксида алюминия и нагревались с постоянной скоростью 10°C/мин в атмосфере воздуха до температуры 800°C. В процессе измерялись изменения массы образца, что позволило определить температуры, при которых происходят основные стадии разложения органической материи, а также содержание влаги, летучих веществ, фиксированного углерода и золы. ТГА также позволил оценить стабильность органических компонентов угля и его возможную реакционную способность. Калибровка массы проводилась с использованием стандарта карбоната кальция (CaCO<sub>3</sub>), калибровка теплоты с использованием индия (In).

Для выделения гуминовых веществ взят бурый уголь Кумыскудукского месторождения Карагандинской области, измельченный до класса крупности менее 2 мм и имеющий следующие характеристики (масс. %): влажность  $W^a = 8,24$  %, зольность  $A^d = 22,4$  %, выход летучих веществ  $V^{daf} = 46,2$  %. Выход свободных гуминовых кислот по ГОСТ 9517-94 составил 6,7 % (GOST 9517-94., 1997).

Уголь массой 10 г (в пересчете на сухую беззольную массу) помещался в емкость, куда в твердом виде добавлялся NaOH в количестве 15 моля на 1 кг сухого беззольного угля. Уголь и щелочь тщательно перемешивались. Смесь выдерживалась при комнатной температуре до полного растворения щелочи, а затем помещалась в муфельный печь, где выдерживалась в течение 2 часов при определенных температурах (таблица 1).

Традиционная методика выделения гуминовых кислот из бурых углей заключается в щелочной экстракции пробы угля при температуре 80 °С. Экстракцию гуминовых кислот проводили щелочным методом: 10 г измельченного угля помещали в колбу объемом 500 см<sup>3</sup>, добавляли 100 см<sup>3</sup> 6%-ного раствора гидроксида натрия (NaOH) и экстрагировали при температуре 80 °С в течение 2 часов при постоянном перемешивании. Полученную после экстракции смесь охлаждали и фильтровали для отделения нерастворимого остатка. Щелочной фильтрат подкисляли 5%-ным раствором хлористоводородной кислоты (HCl), постепенно доводя pH до 2, что приводило к осаждению гуминовых кислот. Образовавшийся осадок отделяли фильтрацией, промывали дистиллированной

водой для удаления примесей и сушили в сушильном шкафу при температуре 80–90°C до постоянной массы.

В работе представлены **результаты** исследования процесса извлечения гуминовых кислот из органической массы бурого угля месторождения Кумыскудук. С целью активации гуматсодержащих веществ и повышения выхода гуминовых соединений из углей наряду с химическими методами экстракции использована технология гидроимпульсного разряда. Для повышения эффективности экстракции использована технология предварительной термической обработки (нагрева) смеси бурого угля со щелочью и последующей водной экстракции химическим и гидроимпульсным методами. Установлено, что как предварительная термическая обработка сырья, так и последующее его извлечение под воздействием гидроимпульсного разряда приводит к повышению выхода гуминовых веществ при химико-щелочной экстракции. Изучены варианты совмещения термической обработки, химической и гидроимпульсной экстракции гуминовых кислот.

Установка гидроимпульсного разряда для выделения гуминовых кислот из углей состоит из следующей комплектации: высоковольтный конденсатор, система защиты обслуживающего персонала, основной разрядник и разрядник системы защиты, генератор импульсного напряжения, пульт управления, ячейка, установка межэлектродного расстояния. Технические параметры гидроимпульсной установки: сила тока – 10А, емкость импульсного конденсатора – 0,25 мкФ, эти параметры оставались без изменения в течении всей серии экспериментов (Baikenov et al., 2011).. Применение высокочастотных электромагнитных и акустических излучений ограничено технической возможностью получения излучения большой мощности, поэтому их используют для малых объектов обработки. В связи с этим необходимо было найти условия, в которых действие гидравлических импульсов могло бы быть резко усилено. Для этого требовалось уменьшить толщину парогазовой оболочки и сократить продолжительность разряда, в течение которого она создается. Одновременно необходимо было повысить мощность единичного импульса.

Решить эту задачу оказалось возможным путем разработки принципиальной электрической схемы, которая обеспечила подачу тока на рабочий промежуток в виде короткого импульса при помощи мгновенного «ударного» подключения накопителя энергии (Davrenbekov et.al., 2014).

Для исследования оптимальных условия проведения процесса экстракции, такие параметры, как заряд конденсатора, напряжение и межэлектродное расстояние менялись в пределах от 17 до 20 кВ, от 160 до 170В и от 6 до 8 мм соответственно, продолжительность экстракции гуминовых кислот под воздействием гидроимпульсного разряда 5 минут. При этом наблюдается повышение температуры реакционной смеси от комнатной до 50°C. Дальнейшее осаждение гуматов проводили таким же способом, как в случае химического метода выделения гуминовых кислот.

Известна методика выделения гуминовых кислот из бурых углей, заключающаяся в смешивании угля со щелочью при минимальном количестве

воды, предварительной тепловой обработке (нагреве) полученной смеси и последующей водной экстракции. При выполнении данной серии экспериментов произведено изменение вышеприведенной методики с введением в нее гидроимпульсного воздействия на стадии экстракции гуминовых веществ. Влияние гидроимпульсного разряда оценивалось относительно выхода свободных гуминовых веществ (Nauanova et al., 2025) и выхода гуминовых веществ при традиционной щелочной экстракции. В связи с этим были изучены следующие варианты комбинирования традиционного и гидроимпульсного извлечения гуминовых кислот:

- 1 - щелочная экстракция традиционным способом;
- 2 - щелочная экстракция с помощью гидроимпульсного разряда;
- 3 – нагрев смеси угля со щелочью и экстракция традиционным способом;
- 4 - нагрев смеси угля со щелочью и гидроимпульсная экстракция.

**Обсуждение результатов.** Проведение термогравиметрического анализа (ТГА) бурых углей Кумыскудукского угольного разреза позволяет изучить их структурные свойства, термостойкость, кинетику разложения, что имеет большое значение для понимания их природного происхождения и потенциала использования. Понимание термохимических характеристик бурых углей может дать данные о процессах углефикации, а также о возможностях модификации их свойств для решения прикладных задач.

ТГА также позволил оценить стабильность органических компонентов угля и его возможную реакционную способность. Из рисунка 1 видно, что первая стадия потери массы наблюдалась при температуре 100–150°C, что соответствует испарению влаги. Вторая стадия при температуре 200–400°C соответствует выделению летучих веществ, таких как низкомолекулярные углеводороды и другие органические соединения. Третья стадия, при температуре 400–600°C, связана с разложением основной органической матрицы угля, включая распад сложных макромолекул гуминовых веществ и углеводов. Оставшаяся масса на уровне 600–800°C соответствует содержанию минеральной части (зола), что также было подтверждено остатком зола после термогравиметрического анализа.

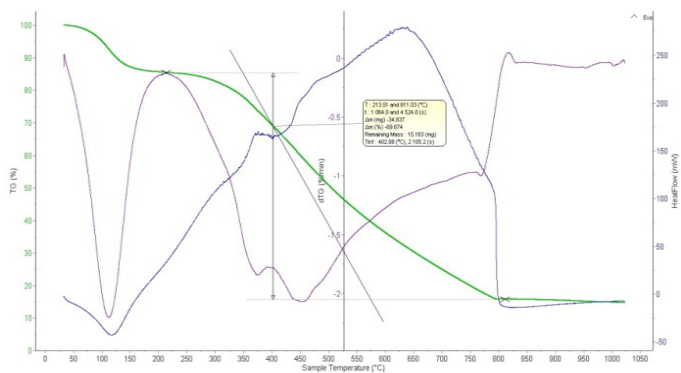


Рисунок 1 – Результаты ТГ/ДСК анализа образцов Кумыскудукских бурых углей

Термическая деструкция бурых углей начинается уже около 160°C (Nauanova et al., 2025). При начальной термической деструкции бурых углей происходят различные перегруппировки в кислородсодержащих функциональных группах. Это приводит к потере гуминовыми веществами ценных физиологических свойств, присущих стимуляторам роста растений. Поэтому процесс предварительной тепловой обработки смеси угля со щелочью проводился при температуре не выше 150°C. Условия проведения экспериментов по вариантам приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Условия проведения экспериментов и средние выходы гуминовых кислот

№ п/п	Параметры	Варианты			
		1	2	3	4
1	Сухая масса пробы угля, г	10			
2	Количество щелочи, моль на 1 кг сухой беззольной массы угля	15			
3	Температура предварительной тепловой обработки, °С	-	-	150	150
4	Время предварительной тепловой обработки, мин	-	-	120	120
5	Объем воды для экстракции, мл	100			
6	Время экстракции, мин	120	5	120	5
7	Температура традиционной экстракции, °С	80	-	80	-
8	Температура гидроимпульсной экстракции, °С	-	60-65	-	60-65
9	Выход гуминовых кислот, %	5,10	7,05	14,12	20,15

Полученный в ходе экспериментов экстракт после остывания фильтровался через сито с размером ячеек 0,13 мм, замерялся его объем, рН и выход гуминовых кислот весовым методом. Эксперименты проводились с трехкратным повторением.

В результате проведения экспериментов получены следующие результаты:

- при щелочной экстракции традиционным способом выход гуминовых кислот составил 5,10 %, что сопоставимо с их выходом, полученным по ГОСТ 9517-94;
- щелочная гидроимпульсная экстракция позволила повысить выход гуминовых кислот до 7,05 %;
- предварительный нагрев смеси угля со щелочью с последующей с экстракцией традиционным способом позволяет увеличить выход гуминовых веществ до 14,12 %;
- предварительный нагрев смеси угля со щелочью в сочетании с экстракцией под воздействием гидроимпульсного разряда позволяет достичь наилучших результатов. При таком методе переработки сырья выход гуминовых веществ из бурого угля Кумыскудукского месторождения увеличивается до 20,15 %.

Экспериментально установлено, что при одинаковом времени термообработки и расходе щелочи максимальный выход гуматов (20,15%) достигается до температуры начала разложения угля 160°C. Поэтому температурным пределом обработки, обуславливающим получение эффективных в сельском хозяйстве гуматов, следует считать 150°C. По данным предварительных исследований, при температуре 130°C выход гуминовых кислот ниже (13,2%), чем при данной температуре.

Как показали исследования гидроимпульсного воздействия на процесс извлечения гуминовых веществ из бурого угля, предварительная тепловая обработка

сырья и последующая его экстракция под воздействием гидроимпульсного разряда приводит к увеличению выхода гуминовых кислот. При предварительной тепловой обработке смеси бурого угля со щелочью и экстракцией традиционным способом выход гуминовых веществ увеличивается в 2,76 раза по сравнению с выходом гуминовых кислот при традиционной экстракции. Аналогично, предварительная тепловая обработка смеси и экстракция под воздействием гидроимпульсного разряда увеличивает выход гуминовых веществ в 2 раза по сравнению с выходом гуминовых кислот под воздействием гидроимпульсного разряда без предварительного нагрева и 4 раза по сравнению с выходом гуминовых кислот при традиционной экстракции.

Наиболее успешно энергия гидроимпульсного разряда используются в процессах, связанных с жидкими состояниями реагентов, поскольку только в них возникает специфический процесс - гидравлическая кавитация, обеспечивающий максимальные энергетические воздействия на различные вещества [16]. Воздействие энергии гидроимпульсного разряда на различные технологические процессы в жидких средах позволяет:

1)кратно ускорить процессы, протекающие между двумя или несколькими неоднородными средами (растворение, пропитку, экстрагирование и т.д.);

2)увеличить выход полезных продуктов (экстрактов) и придать им дополнительные свойства (например, биологическую активность). Полученные результаты являются основой нового метода экстракции гуминовых веществ под воздействием гидроимпульсной кавитации.

Экстракция после тепловой обработки сырья под воздействием гидроимпульсного разряда увеличивает выход гуминовых веществ в 4 раза по сравнению с выходом гуминовых кислот при традиционной экстракции.

**Заключение.** Таким образом, исследованиями гидроимпульсного воздействия на процесс извлечения гуминовых веществ из бурого угля в лабораторных условиях установлено, что как предварительная тепловая обработка сырья, так и последующая его экстракция под воздействием гидроимпульсного разряда приводит к увеличению выхода гуминовых кислот. Температурным пределом тепловой обработки, обуславливающим получение эффективных в сельском хозяйстве гуматов, следует считать температуры до 150°C. Эксперименты показали, что при предварительной тепловой обработке смеси бурого угля со щелочью и экстракцией традиционным способом выход гуминовых веществ увеличивается в 2,5-3 раза по сравнению с выходом гуминовых кислот при традиционной экстракции. Предварительная тепловая обработка смеси и экстракция под воздействием гидроимпульсного разряда увеличивает выход гуминовых веществ в 2 раза по сравнению с выходом гуминовых кислот под воздействием гидроимпульсного разряда без предварительного нагрева и 4 раза по сравнению с выходом гуминовых кислот при традиционной экстракции. Проведенные исследования показали, что применения гидроимпульсного метода выделения гуминовых кислот позволяет существенно уменьшить время экстракции со 120 до 5 минут.

## References

- Ahmad M., Bashir S., et al. (2020) Humic substances from coal as a resource for soil improvement: A review. *Environmental Science and Pollution Research*, vol. 27. — no. 30. — P. 37528-37542. DOI: 10.1007/s11356-020-09417-5. (in Eng.)
- Baikenov M.I., Kaikenov A.S., Kasenov R.Z., Mustafin E.S., Pudov A.M., Khalikova Z.S. (2011) Rotorno-pulsatsionnaya kavitatsiya v proceccah pererabotky tiygelogo uglevodorodnogo syria [Rotorpulsation cavitation in the processes of processing heavy hydrocarbon raw materials]. *Russian-Kazakh Conference on Chemistry and Chemical Technology, Tomsk, Russia*. — P. 822-836. (in Russ.)
- Bauer E., Heumann K., Becker J. (2019) The role of bio-solubilizing bacteria in the reclamation of saline soils, *Environmental Science and Technology*, 54(7): 3205-3212. DOI: 10.1021/es804896m. (in Eng.)
- Davrenbekov S.Zh., Burkeev M.Zh., Sazhin M.V. (2014) Ustroystvo dlya sozdania gidravlicheskih udarnykh voln iniciruemykh vysokovoltnym electrycheskim razrydom v gidkosti [Devices for creating hydraulic shock waves initiated by high-voltage electric discharge in a liquid]. *Innovative patent RK no.29008*. (in Russ.)
- Denisyuk E.A., Kuznetsova I.A., Mitrofanov R.A. (2014) Technologies for obtaining humic substances, [*Vestnik NGIEI*], no. 2 (33). — P. 66-79. (in Eng.)
- El-Morsi J.K., Hegazy A.M. (2020) The role of brown coal in agricultural sustainability and soil fertility improvement: A review, *Environmental Earth Sciences*, vol. 79. — no. 8. — P. 113-119. DOI: 10.1007/s12665-020-08955-z. (in Eng.)
- Fashutdinov M.F., Arynov K.T., Nurkeyeva A.B. (2021) New Kazakhstan brown coal-based humic fertilizers enriched with natural bioactive substances: production, properties, and growth-promoting activity, *Chemical Journal of Kazakhstan*, vol. 32. — no. 2. — P. 120-133. DOI: 10.1234/chem.kaz.2021.12345. (in Eng.)
- Khalil M., Rashid M., Waseem K. (2020) Utilization of low-quality coal for improving soil quality and reducing salinity: An approach for sustainable agriculture, *Journal of Environmental Management*. — no. 254. — P. 109-117. DOI: 10.1016/j.jenvman.2019.109117. (in Eng.)
- Li S., Tan J., Wang Y., Li P., Hu D., Shi Q., Yue Y., Li F., Han Y. (2022) Extraction optimization and quality evaluation of humic acids from lignite using the cell-free filtrate of *Penicillium ortum* MJ51, *Royal Society of Chemistry*. — no.12. — P. 528–539. DOI: 10.1039/d1ra08019a. (in Eng.)
- Moskalenko T.V., 1 Mikheev V.A., Moskalenko T.V., Mikheev V.A. (2015) Intensification of the process of obtaining humic substances from brown coal under ultrasonic exposure. — no. — P. 1-1. URL: <https://science-education.ru/ru/article/view?id=19225>. (in Eng.)
- Nauanova A.P., Kasenov R.Z., Davrenbekov S.Zh., Tuleuov U.B., Bolatbay A.N., Tyanakh S., Khamitova T.O., Parmanbek N. Thermal behavior and kinetics of thermal decomposition of humic acids from brown coals, *Combustion and plasma chemistry* (2025). — vol. 23. — No.1. — P. 83-92. DOI: 10.18321/cpc23(1)83-92. (in Eng.)
- Novopashin M.D., Bychev M.I., Petrova G.I., Mikheev V.A., Moskalenko T.V. (2001) Method of obtaining humic substances, *Patent RU 2174529 C2 jn 10/10 2001*. (in Eng.)
- Wang L., Zhou H., Jiang Y. (2018) Effects of Bio-organic Fertilizer on Soil Health and Crop Yield in Saline Soils, *Journal of Soil Science and Plant Nutrition*, vol. 18. — no. 2. — P. 282–291. (in Eng.)
- Zhang X., Wang W., et al. (2021) Role of humic substances in soil amelioration and improving soil fertility. *Journal of Environmental Management*, vol. 272. 110980. DOI: 10.1016/j.jenvman.2020.110980. (in Eng.)
- Singh B., et al. (2018) Coal-based biochar for sustainable soil management. *Bioresource Technology*. — Vol. 255. — P. 276-285. DOI: 10.1016/j.biortech.2018.02.074. (in Eng.)
- GOST 9517-94. The fuel is solid. Methods for determining the yield of humic acids. Date of introduction 1997-01-01. (in Eng.)

© Nurlybayeva A.N.<sup>1</sup>, Zharlykapova R.B.<sup>1</sup>, Taubaeva R.S.<sup>1</sup>, Matniyazova G.K.<sup>2</sup>,  
Rustem E.I.<sup>3\*</sup>, 2026.

<sup>1</sup>Taraz University named after M.H. Dulaty, Taraz, Kazakhstan;

<sup>2</sup>Astana International University, Astana, Kazakhstan;

<sup>3</sup>South Kazakhstan University named after M. Auezov, Shymkent, Kazakhstan.

E-mail: rustem\_ergali@mail.ru

## STUDY OF PHYSICAL, CHEMICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF ACRYLIC TERPOLYMER

**Nurlybayeva Aisha** — PhD, associate professor, Taraz University named after M.Kh. Dulaty, Taraz, Kazakhstan,

E-mail: rustem\_ergali@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1243-3068>;

**Zharlykapova Roza** — PhD, associate professor, Taraz University named after M.Kh. Dulaty, Taraz, Kazakhstan,

E-mail: Ros61\_2010@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1243-3068>;

**Taunayeva Raushan** – PhD, associate professor, Taraz University named after M.Kh. Dulaty, Taraz, Kazakhstan,

E-mail: raushan.taubaeva@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9772-2496>;

**Matniyazova Gulsim** — PhD, associate professor, Astana International University, Astana, Kazakhstan,

E-mail: gulsim.matniyazova@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6820-5219>;

**Rustem Ergali** — master of technical sciences, South Kazakhstan University named after M. Auezova, Shymkent, Kazakhstan,

E-mail: rustem-ergali79@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1237-9711>.

**Abstract.** In this study, the structure and properties of a terpolymer based on methyl methacrylate (MMA), 2-ethylhexyl acrylate (2-EHA), and methacrylic acid (MAA) were investigated. The chemical structure of the resulting material was determined using infrared spectroscopy (IR). IR spectroscopy results showed that the terpolymer contains carbonyl (C=O), ester (C–O–C), and methyl and methylene groups (–CH<sub>3</sub>, –CH<sub>2</sub>), confirming the formation of a terpolymer based on MMA, 2-EHA, and MAA monomers. Furthermore, the surface morphology of the material was studied using scanning electron microscopy (SEM). SEM micrographs revealed that the terpolymer structure consists of layered aggregates, micropores, and particles of varying sizes. This morphological structure can influence the physical and mechanical properties of the polymer. The mechanical properties of the obtained copolymer samples were also studied, including their tensile strength, elongation, and viscosity. The results

revealed that the mechanical properties of the samples depend on their compositional characteristics. The studies comprehensively characterized the structure and properties of the MMA-2-EHA-MAA-based terpolymer, demonstrating its practical application. Furthermore, the mechanical properties of the terpolymer samples were studied, including their tensile strength, elongation, and viscosity. The results revealed that the tensile strength of the samples ranged from 18.6 to 31.88 MPa, elongation from 20 to 60%, and viscosity from 610 to 1100 Hz. The study demonstrated that the structural characteristics of the polymer significantly influence its mechanical properties. The studies confirmed the chemical structure and morphological properties of the MMA-2-EHA-MAK-based terpolymer, and the mechanical properties of the resulting materials demonstrated their practical application.

**Keywords:** methyl methacrylate (MMA); ethylhexyl acrylate (EHA); methacrylic acid (MAA); scanning electron microscope (SEM); infrared spectroscopy (IR)

*For citations: Nurlybayeva A.N., Zharlykapova R.B., Taubaeva R.S., Matniyazova G.K., Rustem E.I. Study of physical, chemical and mechanical properties of acrylic terpolymer. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.1. — P. 309–322. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.357>*

© Нурлыбаева А.Н.<sup>1</sup>, Жарлыкапова Р.Б.<sup>1</sup>, Таубаева Р.С.<sup>1</sup>,  
Матниязова Г.К.<sup>2</sup>, Рустем Е.І.<sup>3\*</sup>, 2026.

<sup>1</sup>М.Х. Дулати атындағы Тараз университеті, Тараз, Қазақстан;

<sup>2</sup>Астана халықаралық университеті, Астана, Қазақстан;

<sup>3</sup>М. Әуезов атындағы Оңтүстік Қазақстан университеті, Шымкент, Қазақстан.

E-mail: [rustem\\_ergali@mail.ru](mailto:rustem_ergali@mail.ru)

## АКРИЛ ТЕРПОЛИМЕРДІҢ ФИЗИКА-ХИМИЯЛЫҚ ЖӘНЕ МЕХАНИКАЛЫҚ ҚАСИЕТТЕРІН ЗЕРТТЕУ

**Нурлыбаева Айша** — PhD, қауымдастырылған профессор, М.Х.Дулати атындағы Тараз университеті, Тараз, Қазақстан,

E-mail: [rustem\\_ergali@mail.ru](mailto:rustem_ergali@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0003-1243-3068>;

**Жарлыкапова Роза** — т.ғ.к., қауымдастырылған профессор, М.Х. Дулати атындағы Тараз университеті, Тараз, Қазақстан,

E-mail: [Ros61\\_2010@mail.ru](mailto:Ros61_2010@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0003-1243-3068>;

**Таубаева Раушан** — PhD, қауымдастырылған профессор, М.Х. Дулати атындағы Тараз университеті, Тараз, Қазақстан,

E-mail: [raushan.taubaeva@mail.ru](mailto:raushan.taubaeva@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0001-9772-2496>;

**Матниязова Гүлсим** – PhD, қауымдастырылған профессор, Астана халықаралық университеті, Астана, Қазақстан,

E-mail: [gulsim.matniyazova@mail.ru](mailto:gulsim.matniyazova@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0002-6820-5219>;

**Рустем Ергали** – техника ғылымдарының магистрі, М.Әуезов атындағы Оңтүстік Қазақстан университеті, Шымкент, Қазақстан,

E-mail: [rustem-ergali79@mail.ru](mailto:rustem-ergali79@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0002-1237-9711>.

**Аннотация:** Бұл жұмыста метилметакрилат (ММА), 2-этилгексилакрилат (2-ЭГА) және метакрил қышқылы (МАК) негізінде алынған терполимердің

құрылымы мен қасиеттері зерттелді. Зерттеу барысында алынған материалдың химиялық құрылымы инфрақызыл спектроскопия (ИҚ) әдісі арқылы анықталды. ИҚ-спектр нәтижелері сополимер құрамында карбонил (C=O), эфирлік (C–O–C), сондай-ақ метил және метилен топтарының (–CH<sub>3</sub>, –CH<sub>2</sub>) бар екенін көрсетті, бұл ММА, 2-ЭГА және МАҚ мономерлері негізінде терполимердің түзілуін дәлелдейді. Сонымен қатар материалдың беткі морфологиясы сканерлеуші электрондық микроскопия (СЭМ) әдісі арқылы зерттелді. СЭМ микросуреттері сополимердің құрылымы қабатталған агрегаттардан, микрокеуектерден және әртүрлі өлшемдегі бөлшектерден тұратынын көрсетті. Мұндай морфологиялық құрылым полимердің физика-механикалық қасиеттеріне әсер етуі мүмкін. Алынған терполимер үлгілерінің механикалық қасиеттері де зерттеліп, олардың созылу беріктігі, салыстырмалы ұзаруы және тұтқырлығы анықталды. Оның нәтижелері бойынша үлгілердің механикалық көрсеткіштері олардың құрамдық ерекшеліктеріне тәуелді екені анықталды. Жүргізілген зерттеулер нәтижесінде ММА-2-ЭГА-МАҚ негізіндегі терполимердің құрылымы мен қасиеттері кешенді түрде сипатталып, оның практикалық қолдану мүмкіндігі көрсетілді. Сонымен қатар терполимер үлгілерінің механикалық қасиеттері зерттеліп, олардың созылу беріктігі, салыстырмалы ұзаруы және тұтқырлығы анықталды. Алынған нәтижелер бойынша үлгілердің созылу беріктігі 18,6 – 31,88 МПа, салыстырмалы ұзаруы 20 – 60 %, ал тұтқырлығы 610 – 1100 Гц аралығында өзгеретіні анықталды. Зерттеу нәтижелері полимердің құрылымдық ерекшеліктері оның механикалық қасиеттеріне айтарлықтай әсер ететінін көрсетті. Жүргізілген зерттеулер ММА-2-ЭГА-МАҚ негізіндегі терполимердің химиялық құрылымы мен морфологиялық ерекшеліктерін растады және алынған материалдардың механикалық қасиеттері олардың практикалық қолдану мүмкіндігін көрсететінін дәлелдеді.

**Түйін сөздер:** метилметакрилат (ММА), этилгексил акрилат (ЭГА), метакрил қышқылы (МАҚ), сканерлеуші электрондық микроскоп (СЭМ), инфрақызыл спектроскопия (ИҚ).

© Нурлыбаева А.Н.<sup>1</sup>, Жарлыкапова Р.Б.<sup>1</sup>, Таубаева Р.С.<sup>1</sup>, Матниязова Г.К.<sup>2</sup>,  
Рустем Е.И.<sup>3\*</sup>, 2026.

<sup>1</sup>М.Х. Таразский университет Дулати, Тараз, Қазақстан;

<sup>2</sup>Международный университет «Астана», Астана, Қазақстан;

<sup>3</sup>Южно-Казахстанский университет имени М.Ауэзова, Шымкент, Қазақстан.

E-mail: rustem\_ergali@mail.ru

## ИЗУЧЕНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ АКРИЛОВОГО ТЕРПОЛИМЕРА

Нурлыбаева Айша — PhD, ассоциированный профессор, Таразский университет им. М.Х. Дулати, Тараз, Қазақстан,

E-mail: rustem\_ergali@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1243-3068>;

Жарлыкапова Роза — к.т.н., ассоциированный профессор, Таразский университет им. М.Х. Дулати, Тараз, Қазақстан,

E-mail: Ros61\_2010@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1243-3068>;

**Таубаева Раушан** — PhD, ассоциированный профессор, Таразский университет им. М.Х. Дулати, Тараз, Қазақстан,

E-mail: raushan.taubaeva@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9772-2496>;

**Матниязова Гулсим** — PhD, ассоциированный профессор, Астанинский международный университет, Астана, Қазақстан,

E-mail: gulsim.matniyazova@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6820-5219>;

**Рустем Ергали Илсбекұлы** – магистр технических наук, Южно-Казахстанский университет имени М. Ауэзова, Шымкент, Қазақстан,

E-mail: rustem-ergali79@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1237-9711>.

**Аннотация:** В данной работе исследованы структура и свойства терполимера на основе метилметакрилата (ММА), 2-этилгексилакрилата (2-ЭГА) и метакриловой кислоты (МАК). В ходе исследования химическая структура полученного материала определялась методом инфракрасной спектроскопии (ИК). Результаты ИК-спектроскопии показали, что сополимер содержит карбонильные (C=O), эфирные (C–O–C), а также метильные и метиленовые группы (–CH<sub>3</sub>, –CH<sub>2</sub>), что подтверждает образование терполимера на основе мономеров ММА, 2-ЭГА и МАК. Морфология поверхности материала была изучена методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Микрофотографии СЭМ показали, что структура терполимера представлена слоистыми агрегатами, микропорами и частицами различного размера, что может оказывать влияние на физико-механические свойства материала. Были также исследованы механические свойства полученных образцов терполимера, включая прочность на разрыв, относительное удлинение и вязкость. Установлено, что механические показатели зависят от композиционных особенностей материала. Прочность на разрыв варьируется от 18,6 до 31,88 МПа, относительное удлинение – от 20 до 60%, а вязкость – от 610 до 1100 Гц. Результаты исследования показали, что структурные особенности полимера существенно влияют на его механические свойства. Проведённые исследования подтвердили химическую структуру и морфологические характеристики терполимера на основе ММА–2-ЭГА–МАК, а также продемонстрировали перспективность его практического применения.

**Ключевые слова:** метилметакрилат (ММА); этилгексилакрилат (ЭГА); метакриловая кислота (МАК); сканирующий электронный микроскоп (СЭМ); инфракрасная спектроскопия (ИК)

**Introduction.** This class of acrylic terpolymers is widely used in the production of paints and varnishes due to the ability of the ethylhexyl acrylate component to provide film elasticity, while methyl methacrylate is responsible for the hardness and resistance of the coating to external influences (Singh, 2017). The introduction of fragments with a low glass transition temperature into the copolymer structure allows for the adjustment of the adhesion characteristics of the material, making it a promising binder for the creation of highly effective pressure-sensitive adhesives (Körpınar et al., 2022). The combination of these monomers also helps improve the film-forming properties and operational durability of coatings in various climatic conditions (Boudraa et al., 2020).

Modification of these systems with functional additives allows for further variation of viscosity and crosslinking density, which is critical in the development of specialized protective compounds with specified physical and mechanical properties (Mozelewska et al., 2021). Optimization of the molecular weight distribution and ratio of acrylic components ensures the formation of stable polymer matrices capable of maintaining their strength properties when exposed to organic solvents and variable temperatures. Furthermore, the use of ethylhexyl acrylate in the copolymer significantly reduces the brittleness of the final product, preventing cracking under intense mechanical stress. Current research focuses on the influence of various radical polymerization mechanisms on the topology of molecular chains and the formation of graft copolymers. Particular attention is paid to methods for controlling the hydrophilic-hydrophobic balance of macrochains, which opens up broad possibilities for the targeted synthesis of polymers with specified physicochemical parameters (Dauitbayeva et al., 2021). Also of significant interest is the integration of organofunctional silanes into polymer matrices, which can significantly improve the adhesion properties of composites when in contact with glass and silicon-containing substrates (Andre, 2022).

**Literary review.** Methyl methacrylate and ethylhexyl acrylate are key monomers in the modern organic synthesis industry, forming the basis for a wide range of polymeric materials with high transparency, mechanical strength, and thermal stability (Lapychak et al., 2016). While methyl methacrylate is traditionally used in the production of polymethyl methacrylate, ethylhexyl acrylate is widely used as a base component of adhesives and elastomers, providing the necessary performance characteristics to the final products (Yevlampieva et al., 2016). Due to its low glass transition temperature, ethylhexyl acrylate is effectively used as a soft segment in thermoplastic elastomers, imparting the required flexibility and durability to polymer matrices (Boudraa et al., 2020). The combination of these monomers during copolymerization allows for fine-tuning the physicochemical properties of the composites, expanding their application range from high-strength engineering plastics to specialized adhesive systems (Lapichak et al., 2016). In particular, the use of copolymers based on these components enables the creation of highly effective adhesives for the electrical industry and the production of protective marking materials. Studies of the thermodynamic parameters of the interaction of such monomers with solvents play a critical role in optimizing their polymerization processes, ensuring control over the molecular weight distribution and purity of the final product (Serheyev, 2012). This paper examines the influence of the chemical structure of these monomers on the enthalpy of mixing and the nature of intermolecular interactions in solutions, which allows for a deeper understanding of the mechanisms underlying the formation of polymer film properties (Serheyev, 2015). Particular attention is paid to analyzing the influence of side-chain substituent polarity on the kinetic characteristics of radical polymerization in various reaction environments (Ezhilan and Varadhan, 2024). Comparative analysis of these systems allows us to identify patterns in the influence of steric factors on the stability of active chain growth sites. Experimental results confirm that the introduction of ethylhexyl acrylate units into the methacrylate chain significantly reduces internal stresses in cured coatings, increasing their resistance to atmospheric exposure (Singh, 2017).

**Methods and materials.**

**Synthesis of a terpolymer based on methyl methacrylate, 2-ethylhexyl acrylate and methacrylic acid.** The terpolymer based on MMA, 2-EHA and MAA monomers was synthesized by the bulk polymerization method, by the radical polymerization mechanism, in the presence of 2,2-azo-bis-isobutyronitrile (AIBN) initiator. The initial monomer mixtures in the terpolymer composition were taken in the following volume ratios: MMA-2-EHA-MAA = M1 (65-30-5), M2 (75-20-5) and M3 (80-15-5) wt.%.

A portion (10 ml) of all monomers (MMA-2-EHA-MAA) was poured into a round-bottomed three-necked flask, then heated in a water bath at 60°C. When the water bath reached a certain temperature, nitrogen or argon gas was introduced into the reaction mass. The remaining volume of the MMA-2-EHA-MAA mixture was treated with the initiator AIBN (0.1 g) and added dropwise for 4 hours at 65°C (approximately 12 ml/h), and then synthesized at 80°C for 1 hour.

The resulting MMA-2-EHA-MAA terpolymer was dissolved in acetone, reprecipitated first in methanol, then in diethyl ether several times, and dried in a vacuum oven.

The main reaction for the synthesis of the MMA-2-EHA-MAA-based terpolymer was demonstrated by conducting studies using physicochemical and physicomechanical research methods in order to characterize the various properties of the copolymers obtained with the following reaction mechanism.

**Films based on terpolymer powder.** To prepare these films, powders of the synthesized MMA-2-EHA-MAA terpolymer in different ratios were dissolved in methyl methacrylate (MMA) monomer at room temperature (25°C), and benzoyl oxide was used as an initiator (BT content 0.1% by volume of copolymer and terpolymer). When MMA monomer is added to the terpolymer chains, the polymer gradually melts, turns into a viscous state, and its viscosity increases after a few minutes.

The films were obtained by pouring the resulting mixture into a special flat container and drying at room temperature. The physicomechanical properties of the obtained films were studied.

**Results.****FTIR Analysis.**

To determine the structure of the terpolymer based on MMA, 2-EHA, and MAA, their IR spectra were recorded and studied (Fig. 1). The appearance of absorption bands corresponding to the functional groups of the original monomer components is observed.

To confirm the chemical structure of the MMA-2-EHA-MAA-based copolymer, infrared (IR) spectroscopic analysis was performed. The IR spectrum allows one to determine the presence of polymer functional groups and their interactions within the molecular structure. The spectrum shown in the figure displays several characteristic absorption bands corresponding to the main functional groups of the copolymer.

A stretching vibration region characteristic of the MMA monomer was recorded in the synthesized terpolymer; a broad absorption band at 3441 cm<sup>-1</sup> corresponds to vibrations of the hydroxyl group (-OH). This signal indicates the presence of carboxyl groups in methacrylic acid (MAA) or hydrogen bonds between polymer chains.

Absorption bands at 2960 and 2875  $\text{cm}^{-1}$  correspond to symmetric and asymmetric stretching vibrations of alkyl groups ( $-\text{CH}_3$  and  $-\text{CH}_2$ ). These signals confirm the presence of hydrocarbon chains of methyl methacrylate (MMA) and 2-ethylhexyl acrylate (2-EHA) fragments.

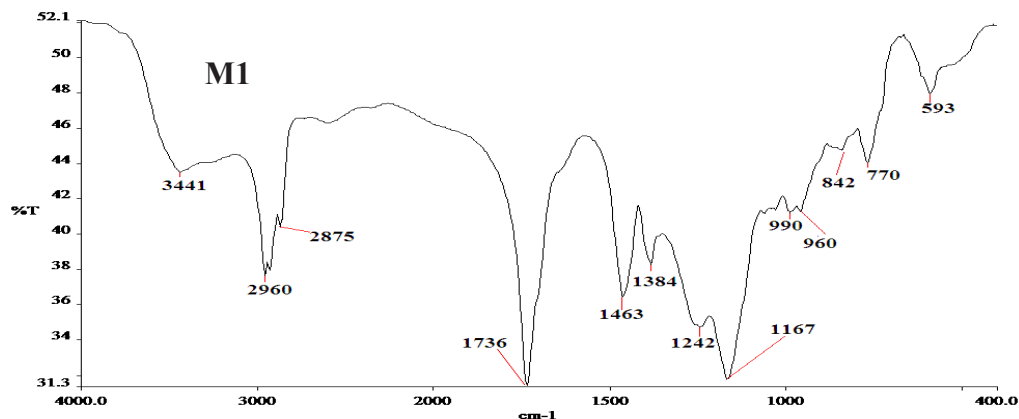
A prominent absorption band at 1736  $\text{cm}^{-1}$  is characteristic of the stretching vibrations of the carbonyl group ( $\text{C}=\text{O}$ ). This signal is one of the main functional groups characteristic of acrylate and methacrylate esters and indicates the presence of ester groups in the terpolymer.

The absorption bands at 1463 and 1384  $\text{cm}^{-1}$  correspond to the deformation vibrations of the methyl and methylene groups. These signals confirm the presence of hydrocarbon structures in the polymer chain.

The absorption bands observed at 1242 and 1167  $\text{cm}^{-1}$  correspond to the stretching vibrations of the ester bonds ( $\text{C}-\text{O}-\text{C}$ ). These bands are characteristic of the structure of acrylate and methacrylate esters.

Furthermore, the signals in the 990 and 960  $\text{cm}^{-1}$  regions correspond to vibrations of vinyl fragments or hydrocarbon backbones in the polymer chain. Meanwhile, the absorption bands in the 842 and 770  $\text{cm}^{-1}$  regions are characteristic of out-of-plane deformation vibrations of hydrocarbon groups. The weak signal in the 593  $\text{cm}^{-1}$  region may be associated with vibrations of the main chain in the molecular structure.

More specifically, the O-H group is observed in the range of 3441–3414  $\text{cm}^{-1}$ . Stretching vibrations are found in the range of 1734–1736  $\text{cm}^{-1}$  for the  $\text{C}=\text{O}$  bond, and stretching vibrations are characteristic of acidic carbonyl and ester groups, while the  $\text{C}-\text{O}-\text{C}$  bond is located in the range from 1242 to 1167  $\text{cm}^{-1}$ . Deformation vibrations were recorded in the range of 1466–1384  $\text{cm}^{-1}$  for the  $\text{CH}_2$  group, while an intense peak of the  $\text{CH}_3$  group was recorded in the region of 2960–2919  $\text{cm}^{-1}$ , and for the  $\text{CH}$  group, in the range from 2875 to 2851  $\text{cm}^{-1}$  (Smith, 2023).



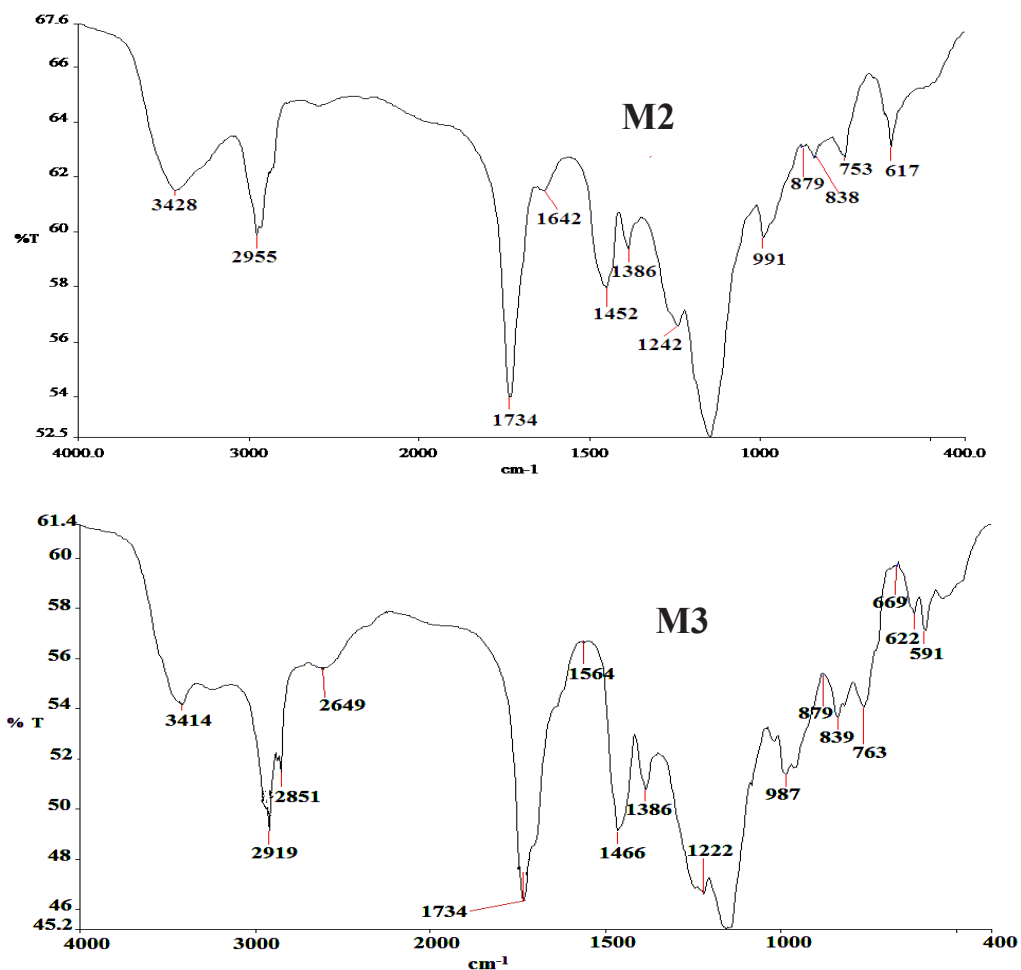


Figure 1 — IR spectrum of MMA-2-EHA-MAA-based terpolymer, M1 (65-30-5), M2 (75-20-5) and M3 (80-15-5) wt.%

**SEM Analysis.** The scanning electron microscope (SEM) method was used to study the morphology of the terpolymer structure. SEM micrographs of the terpolymer are presented in Figure 2. From the SEM analysis of the samples formed from the terpolymer, it is observed that they differ somewhat in practice depending on the amount of monomer. The nature of the monomer and the percentage of the initial monomers in the mixture affect the morphology of the polymer particles. In this regard, as shown in Figure 2, it was observed that the surface folds were observed with a decrease in the MMA concentration, and with a decrease in the concentration of 2-EHA, folds were formed due to the longer side chains, and as the concentration of MMA monomers increased, the total number of pore-like spheres increased. It was found that the surface layer of the terpolymer (M3) based on MMA and 2-EHA was thinner.

The obtained micrographs revealed that the copolymer surface structure is

uneven and has a complex morphology. The first micrograph shows that the sample structure consists of layered and lamellar aggregates. The polymer particles are tightly interconnected, forming large aggregates. This structure is formed by the interaction of polymer chains. Furthermore, the presence of small cracks and cavities in the surface layer indicates a certain degree of porosity in the internal structure of the material.

The second micrograph shows a porous structure on the sample surface, consisting of numerous micropores and small particles. This structure indicates that the micropores form within the polymer matrix, and the particles are unevenly distributed. This porous morphology can increase the surface area of the material and affect its physicochemical properties.

The third micrograph shows a relatively dense and smooth structure. In this region, the polymer layers are well interconnected, and the aggregates form large lamellar structures. This morphology indicates high structural strength of the polymer (Bikiaris, 2013).

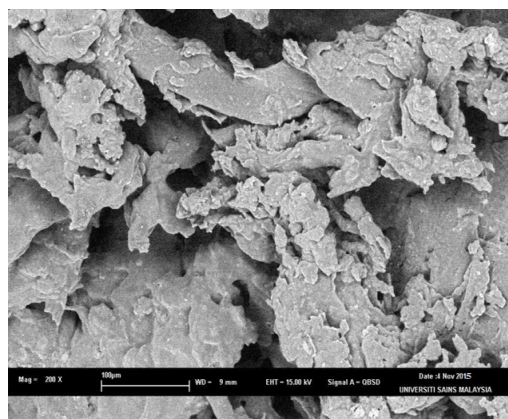
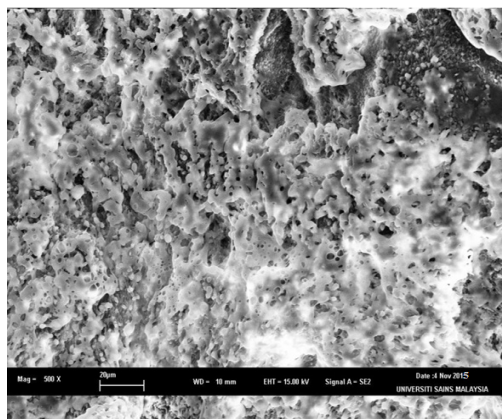
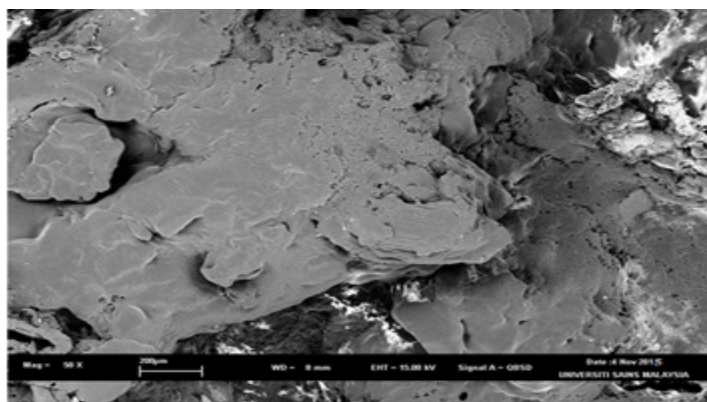
**M1****M2****M3**

Figure 2 — SEM micrographs of MMA-2-EHA-MAA-based terpolymers, M1 (65-30-5), M2 (75-20-5) and M3 (80-15-5) wt.%

**Determining the Viscosity of Powder Films.** One of the important rheological characteristics of polymer systems is their viscosity. Viscosity characterizes the internal resistance of polymer solutions or dispersions to flow and depends on the length of polymer chains, intermolecular interactions, and structural features of the system. The viscosity index is an important parameter in assessing the processability of a material, its film-forming ability, and its applicability. Viscosity is one of the most important characteristics of acrylic polymers [190-191]. The viscosity of the acrylic polymer was determined using a Brookfield viscometer. Standard method ASTM D4878 was used to determine the viscosity of acrylic compounds. The viscosity of the MMA-2-EHA-MAK copolymer was measured at 25°C and is shown in Figure 3.

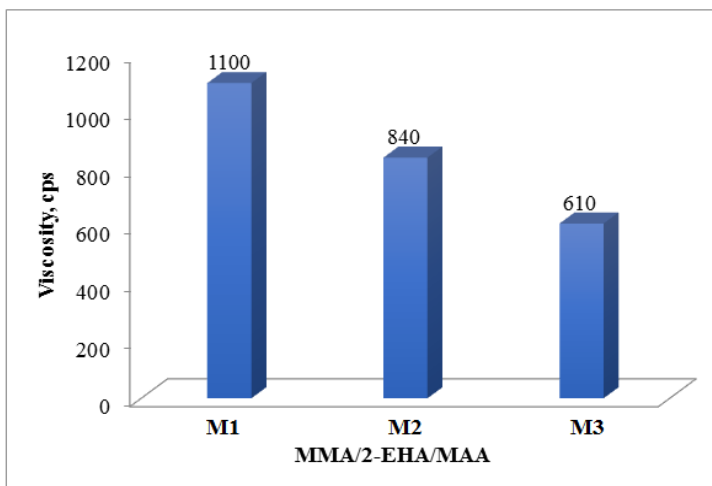


Figure 3 — Viscosity of Terpolymer Films in Different Ratios

The study determined the viscosity of MMA-2-EHA-MAA-based powder films. The results revealed differences in viscosity between the samples. As shown in the diagram, the viscosity of sample M1 was 1100 Hz, sample M2 was 840 Hz, and sample M3 was 610 Hz.

A comparative analysis of the results revealed a gradual decrease in viscosity between the samples. The highest viscosity was recorded for sample M1. This indicates strong interactions between macromolecules in the polymer system and tight bonding between molecular chains. This structure increases the internal resistance of the solution to flow, resulting in high viscosity.

The decrease in viscosity in samples M2 and M3 can be explained by increased polymer chain mobility or weakening of intermolecular bonds in the system. In particular, the lowest value (610 Hz) in sample M9 indicates that the polymer structure is relatively more flexible, and the system's flow resistance is reduced.

Thus, the obtained results demonstrate that the viscosity properties of MMA-2-EHA-MAA-based powder films depend on their composition and structural features. Changes in the viscosity index allow one to evaluate the rheological properties of the

polymer system and play an important role in determining the technological processing of materials, as well as their practical application. It was found that the methyl group in the terpolymer, i.e., the carboxylic acid, is dependent on changes in temperature and polymer concentration, and the viscosity of acrylic compounds can be controlled using these data (Deka, et al., 2020).

**Determining the Tensile Strength of Powder Films.** One important parameter when assessing the mechanical properties of powder films is their tensile strength. This parameter characterizes the load a material can withstand before failure under external forces. Tensile strength depends on the structural properties of the polymer materials, the interaction of macromolecules, and the density of the polymer network. The mechanical properties of MMA-2-EHA-MAA terpolymer films with different ratios are shown in Figure 4.

The study determined the tensile strength of MMA-2-EHA-MAA-based powder films. The results showed that the tensile strength of sample M1 was 18.6 MPa, sample M2 was 26.8 MPa, and sample M3 was 31.88 MPa. As the diagram shows, a gradual increase in tensile strength was observed between the samples.

The highest value was recorded for sample M3, indicating the high mechanical strength of this material. This phenomenon can be explained by increased interaction between polymer chains, increased network density, or the strength of intermolecular bonds. The relatively low value for sample M1 indicates a more flexible polymer structure and lower network density.

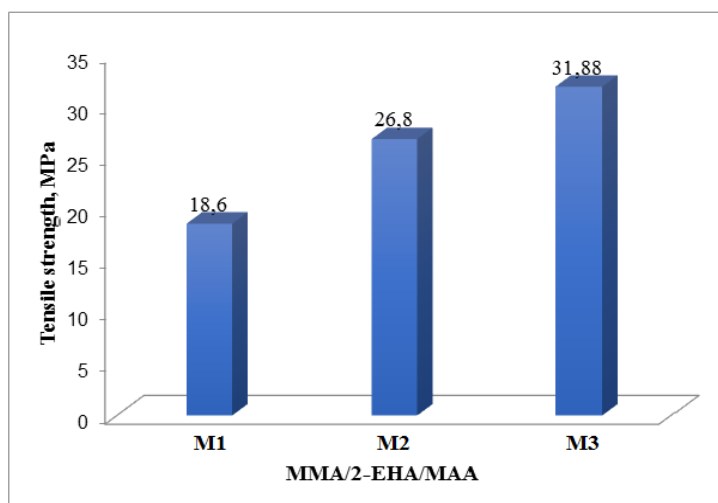


Figure 4 —Tensile Strength of terpolymer Films with Different Ratios

Thus, the study results demonstrated that the tensile strength of MMA-2-EHA-MAA-based powder films depends on their compositional properties. This indicator is important in assessing the mechanical stability of materials and determining their practical applicability.

According to the data obtained, the very high tensile strength is due to the presence of carboxyl groups in the MAA monomer in the terpolymer, which act as an additional crosslinking agent during film curing. The internal ionic center of the MAA monomer contributes positively to the polymer's properties, forming hydrogen bonds and significantly increasing the mechanical strength of the materials. Furthermore, the hard MMA segment is known to be present as a physically pure substance, which is typically associated with the strength properties of acrylic polymer (Boudraa, et al., 2020).

**Determining the Relative Elongation of Films.** One of the important parameters characterizing the mechanical properties of powder films is their relative elongation at break. This parameter characterizes the degree of elasticity of the material, its tensile strength, and the freedom of movement of the polymer chains. The higher the relative elongation, the greater the flexibility and plasticity of the material. In this terpolymer, the relative elongation at break decreases, as shown in Figure 5.

The study determined the elongation of MMA-2-EHA-MAA-based films. The results showed that the elongation of sample M1 was 60%, the highest among the samples studied. For sample M2, this value was 45%, and for sample M3, it was 20%.

The results of this study demonstrate that the compositional characteristics of the films significantly influence their mechanical properties. The high elongation of sample M1 indicates the high flexibility of the polymer chains and their ability to move together. Meanwhile, the decreased elongation values in samples M2 and M3 may be due to increased rigidity of the polymer structure or the density of the network structure.

Thus, the studies demonstrated that the mechanical properties of MMA-2-EHA-MAA-based powder films depend on their composition and structural characteristics. The relative elongation index is an important parameter in assessing the elastic properties of materials and allows determining their practical applicability (Mark, J. E. 2007).

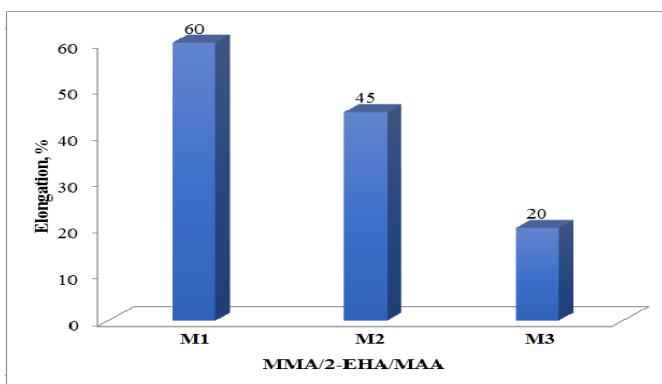


Figure 5 — Elongation of Terpolymer Films in Various Ratios

**Discussion.** When assessing the performance of polymeric materials, their mechanical and rheological properties play an important role. In this regard, the mechanical properties of powder films based on MMA-2-EHA-MAA, including tensile strength and elongation at break, as well as rheological properties (viscosity), were

studied. These parameters characterize the structural properties of polymeric materials, intermolecular interactions, and their resistance to external influences. The study found that the mechanical properties of films based on MMA-2-EHA-MAA vary depending on the compositional characteristics of the samples. According to the data obtained, the tensile strength of sample M1 was 18.6 MPa, sample M2 – 26.8 MPa, and sample M3 – 31.88 MPa. These results indicate a gradual increase in tensile strength between samples. The highest mechanical strength was observed for sample M3. This phenomenon can be explained by the strengthening of bonds between macromolecules in the polymer system, as well as an increase in the density of the structural network. Strengthening the interaction of polymer chains increases the material's resistance to external mechanical loads.

The relative elongation at break showed an inverse trend between the samples. According to the study results, the relative elongation in sample M1 was 60%, in sample M2 it was 45%, and in sample M3 it was 20%. The highest relative elongation was observed in sample M1, indicating the high elasticity of this material. This property may be related to the free movement of the polymer chains and the relatively weak bonds between them. The low relative elongation in sample M3 is explained by the increased rigidity of the material's structure and the dense arrangement of the polymer network. This situation demonstrates a pattern often observed in polymeric materials: as tensile strength increases, relative elongation decreases.

Furthermore, the study determined the viscosity of powder films based on MMA-2-EHA-MAA. According to the obtained results, the viscosity of sample M1 was 1100 Hz, sample M2 was 840 Hz, and sample M3 was 610 Hz. The gradual decrease in viscosity values may be due to increased macromolecular mobility in the polymer system or weakening of intermolecular bonds. The highest viscosity was recorded for sample M1, indicating a high level of interaction between the polymer chains and a high level of internal resistance in the system.

### **Conclusion.**

The conducted studies allowed for a comprehensive evaluation of the structural, morphological, and mechanical properties of the MMA-2-EHA-MAA-based terpolymer. IR spectroscopy results confirmed the chemical structure of the copolymer formed from MMA, 2-EHA, and MAA monomers. Absorption bands characteristic of carbonyl, ester, and hydrocarbon groups observed in the spectrum indicate the presence of acrylate and methacrylate moieties in the synthesized polymer. This demonstrates the successful formation of the chemical structure of the MMA-2-EHA-MAA terpolymer.

Scanning electron microscopy (SEM) results revealed that the surface morphology of the terpolymer consists of a layered structure, micropores, and aggregated particles. This morphological structure contributes to an increase in the surface area of the material and can influence its physicochemical properties, adhesion, and mechanical stability. Furthermore, the observed microporous structure can improve the functional properties of the material. The results of mechanical and rheological studies showed that the properties of MMA-2-EHA-MAA-based powder coatings are directly dependent on their structural features. While sample M1 exhibits high elasticity and viscosity, sample

M3 is characterized by high mechanical strength. These differences are explained by the relative positions and bonding characteristics of the macromolecules in the polymer system.

Thus, the obtained results demonstrate a relationship between the structure and properties of MMA-2-EHA-MAA-based powder coatings. The properties of polymeric materials can be specifically controlled by varying their composition and synthesis conditions. The conducted studies allowed for a comprehensive assessment of the physical and mechanical properties of the obtained materials and served as a basis for determining their potential for practical application.

### References

- Singh B. (2017) Acrylic polymers in coatings and adhesives: synthesis, properties and applications. *Progress in Organic Coatings*, 102. — P. 1–12. (in Eng.).
- Körpınar M., Acar I., and Güner A. (2022) Acrylic pressure-sensitive adhesives: synthesis, properties and applications. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 114, 103086. (in Eng.).
- Boudraa K., Boukherroub R., and Szunerits S. (2020) Acrylic polymers and their applications in coatings and elastomeric materials. *Progress in Organic Coatings*, 147. — 105862 p. (in Eng.).
- Mozelewska K., Kowalczyk D., and Plichta A. (2021) Modification of acrylic polymers with functional additives for advanced coating applications. *Materials*, 14(11). — 3042 p. (in Eng.).
- Dauitbayeva A., Nurlybayeva A., and Murali M. (2021) Functional acrylic copolymers: synthesis, structure, and application in adhesive materials. *Polymers*, 13(14). — 2381 p. (in Eng.).
- Andre A. (2022) Organofunctional silanes as adhesion promoters in polymer composites. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 36(8), 815–832. (in Eng.).
- Lapychak L., Yevlampieva N., and Fomina L. (2016) Physicochemical properties of methacrylate-based polymers and their applications. *Journal of Polymer Research*, 23(9). — 180 p. (in Eng.).
- Yevlampieva N., Lapychak L., and Lebedev S. (2016) Synthesis and characterization of acrylic elastomers based on ethylhexyl acrylate. *Polymer Science Series B*, 58(5). — P. 560–567. (in Eng.).
- Boudraa K., Bendeddouche D., and Meddour A. (2020) Synthesis and characterization of acrylic copolymers for coating applications. *Journal of Applied Polymer Science*, 137(28). — 48839 p. (in Eng.).
- Lapychak L.; Makogon V.; Pikh Z. (2016) Synthesis and properties of acrylic copolymers based on alkyl acrylates and methacrylic acid for adhesive materials. *Chemistry and Chemical Technology*, 10(3). — P. 351–356. (in Eng.).
- Serheyev V. (2015) Intermolecular interactions and polymerization behavior of methacrylate monomers in solution. *Polymer Science Series A*, 57(4). — P. 498–505. (in Eng.).
- Serheyev V. (2012) Thermodynamic parameters of mixing in solutions of acrylic monomers. *Journal of Solution Chemistry*, 41(7). — P. 1203–1215. (in Eng.).
- Ezhilan S., and Varadhan S. (2024) Influence of substituent polarity on the kinetics of radical polymerization of acrylic monomers. *Polymer Chemistry*, 15(3). — P. 421–433. (in Eng.).
- Smith B.C. (2023) Infrared spectroscopy of polymers: Polyacrylates. *Spectroscopy*. (in Eng.).
- Bikiaris D. (2013) Microstructure and morphology of acrylic copolymers studied by scanning electron microscopy. *Journal of Applied Polymer Science*, 127. — P. 3210–3218. (in Eng.).
- Deka N. Kalita R. Saikia P. (2022) Methyl methacrylate-based copolymers: synthesis, characterization and applications. *ACS Omega*, 7. — P. 28690–28705. (in Eng.).
- Boudraa K.; Bendeddouche D.; Meddour A. (2020) Synthesis and characterization of acrylic copolymers for coating materials. *Journal of Applied Polymer Science*, 137. — 48839 p. (in Eng.).
- Mark J.E. (2007) *Physical Properties of Polymers Handbook*. 2nd ed.; Springer: New York, USA. (in Eng.).

© Uali A.<sup>1\*</sup>, Omirzak U.<sup>1</sup>, Titanov A.<sup>1</sup>, Abilkanova F.<sup>2</sup>, Kunarbekova M.<sup>3</sup>, 2026.

<sup>1</sup> L.N. Gumilyov Eurasian National University, Astana, Kazakhstan;

<sup>2</sup> Karaganda Industrial University, Temirtau, Kazakhstan;

<sup>3</sup> Satbayev University, Almaty, Kazakhstan.

E-mail: uali\_as@enu.kz

## WASTE BIOMASS-DERIVED FE-MODIFIED BIOCHAR: STRUCTURE AND APPLICATION IN POTENTIOMETRIC ANALYSIS

**Uali Aitolkyn** — candidate of chemical sciences, Assoc.Professor, L.N. Gumilyov Eurasian National University, Astana, Kazakhstan,

E-mail: uali\_as@enu.kz, <https://orcid.org/0000-0002-5851-6566>;

**Omirzak Ulzhan** — L.N. Gumilyov Eurasian National University, Astana, Kazakhstan,

E-mail: ulzhan.umirzakova03@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0007-3263-2861>;

**Titanov Adlet** — L.N. Gumilyov Eurasian National University, Astana, Kazakhstan,

E-mail: titanov\_azh@enu.kz, <https://orcid.org/0009-0001-3389-0295>;

**Abilkanova Farida** — MSc., Karaganda Industrial University, Temirtau, Kazakhstan,

E-mail: f.abilkanova@ttu.edu.kz, <https://orcid.org/0000-0002-6894-5276>;

**Kunarbekova Makhabbat** — PhD, Satbayev University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: m.kunarbekova@satbayev.university, <https://orcid.org/0000-0002-8640-0667>;

**Abstract.** This study investigates a sustainable method for producing iron-modified biochar from wheat waste to fabricate a carbon-paste electrode for detecting iron in aqueous solutions. The focus lies on the dual objectives of waste utilisation and monitoring of heavy metal content in aqueous solutions. The biochar is synthesised via carbonisation, chemical modification with FeCl<sub>3</sub> and subsequent washing, and characterised using CHNS, FTIR, XRD, and SEM-EDS analyses, which reveal a carbon content of 76.46%. Furthermore, BET analysis indicates a specific surface area of 296.43 m<sup>2</sup>·g<sup>-1</sup>, with the pore distribution predominantly composed of micropores (66.98%) and mesopores (30.57%), which suggests promising textural properties. In this study, the synthesised biochar is used as an electroactive material in a carbon-paste electrode, enabling the measurement of Fe<sup>3+</sup> content from 1.0·10<sup>-6</sup> mol·L<sup>-1</sup> to 1.0·10<sup>-1</sup> mol·L<sup>-1</sup> in aqueous solutions. Also, the relationship between electrode potential and the pH of the analysed solution is explored, demonstrating a stable electrode signal within the pH range of 3 to 6, along with temperature, both of which are crucial operational parameters for optimal performance. The selectivity tests have demonstrated that the electrode's

selectivity is limited by the type of interfering ions and the analyte concentration. The electrode testing in direct potentiometry for detecting  $\text{Fe}^{3+}$  ions ( $n=3$ ) results in  $5.00 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  (added),  $4.43 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \pm 3.61 \cdot 10^{-4} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  (found), absolute error  $5.71 \cdot 10^{-4} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ , relative error 11.42%. The evaluation of the analytical method using the AGREE metric indicates that the proposed approach is environmentally friendly. The findings imply that this technique has potential for sustainable analytical applications.

**Keywords:** waste wheat, Fe-modified biochar, carbon-paste electrode, potentiometry, greenness evaluation

*For citations: Uali A., Omirzak U., Titanov A., Abilkanova F., Kunarbekova M. Waste biomass-derived fe-modified biochar: structure and application in potentiometric analysis. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.1. — P. 323–337. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.358>*

© Уәли А.<sup>1\*</sup>, Өмірзақ Ұ.<sup>1</sup>, Титанов А.<sup>1</sup>, Абилканова Ф.<sup>2</sup>,  
Кунарбекова М.<sup>3</sup>, 2026.

<sup>1</sup> Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті, Астана, Қазақстан;

<sup>2</sup> Қарағанды индустриялық университеті, Теміртау, Қазақстан;

<sup>3</sup> Сәтбаев университеті, Алматы, Қазақстан.

E-mail: uali\_as@enu.kz

## ҚАЛДЫҚ БИОМАСАДАН АЛЫНҒАН ТЕМІРМЕН ТҮРЛЕНДІРІЛГЕН БИОКӨМІР: ҚҰРЫЛЫМЫ ЖӘНЕ ПОТЕНЦИОМЕТРИЯЛЫҚ ТАЛДАУДА ҚОЛДАНЫЛУЫ

**Уәли Айтолқын** — химия ғылымдарының кандидаты, доцент, Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті, Астана, Қазақстан,

E-mail: uali\_as@enu.kz, <https://orcid.org/0000-0002-5851-6566>;

**Өмірзақ Ұлжан** — Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті, Астана, Қазақстан,

E-mail: ulzhan.umirzakova03@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0007-3263-2861>;

**Титанов Әділет** — Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті, Астана, Қазақстан,

E-mail: titanov\_azh@enu.kz, <https://orcid.org/0009-0001-3389-0295>;

**Абилканова Фарида** — MSc., Қарағанды индустриялық университеті, Теміртау, Қазақстан,

E-mail: f.abilkanova@ttu.edu.kz, <https://orcid.org/0000-0002-6894-5276>;

**Кунарбекова Махаббат** — PhD, Сәтбаев университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: m.kunarbekova@satbayev.university, <https://orcid.org/0000-0002-8640-0667>.

**Аннотация:** Бұл жұмыс бидай қалдықтарынан темірмен түрлендірілген биокөмір алудың тұрақты әдісін зерттеуге, оны одан әрі су ерітінділеріндегі темірді анықтау мақсатында көміртекті-пасталы электродын жобалауға бағытталған. Негізгі назар екі жақты мақсатты көздейді: қалдықтарды утилизациялау және сулы ерітінділердегі ауыр металдардың құрамын бақылау. Биокөмір карбонизациялау,  $\text{FeCl}_3$ -мен химиялық түрлендіру және шаю процестері арқылы синтезделіп, CHNS, FTIR, XRD және SEM-EDS талданып, көміртек мөлшері 76,46% құрайтыны анықталды. Одан әрі BET талдау үлгінің меншікті бетінің ауданы -  $296,43 \text{ м}^2 \cdot \text{г}^{-1}$ ,

ал кеуектер негізінен микро- (66,98%) және мезокеуектерден (30,57%) тұратынын көрсетті; бұл материалдың құрылымы күрделі дамыған екендігін білдіреді. Одан әрі осы жұмыста алынған биокөмір көміртекті-пасталы электродтың электроактивті материалы ретінде қолданылып, оның көмегімен сулы ерітінділер құрамындағы  $\text{Fe}^{3+}$  иондарының концентрациясын  $1,0 \cdot 10^{-6}$  моль  $\cdot$  л $^{-1}$ -ден  $1,0 \cdot 10^{-1}$  моль  $\cdot$  л $^{-1}$  аралығында анықтау мүмкіндігі зерттелді. Сондай-ақ, электрод потенциалы мен аналит ерітіндінің рН мәні арасындағы байланыс қарастырылып, рН 3-тен 6-ға дейінгі аралықта электродтың аналитикалық сигналы тұрақты екені анықталды. рН-пен қатар, температура да электродтың оңтайлы жұмысқа әсер ететін маңызды параметр екені көрсетілді. Селективтілік бойынша тестілер электродтың селективтілігі кедергі жасайтын иондардың түрімен және талданатын заттың концентрациясымен шектелетінін көрсетті.  $\text{Fe}^{3+}$  иондарын ( $n=3$ ) анықтау үшін тікелей потенциометриядағы электрод сынақ нәтижелері  $5,00 \cdot 10^{-3}$  моль  $\cdot$  л $^{-1}$  (қосылған),  $4,43 \cdot 10^{-3}$  моль  $\cdot$  л $^{-1} \pm 3,61 \cdot 10^{-4}$  моль  $\cdot$  л $^{-1}$  (табылған), абсолютті қателік  $5,71 \cdot 10^{-4}$  моль  $\cdot$  л $^{-1}$ , салыстырмалы қателік 11,42% көрсетті. AGREE метрикасына негізделген әдіс арқылы ұсынылған тәсіл экологиялық тұрғыдан қауіпсіз деп сипатталды. Осылайша, зерттеу нәтижелері бұл тәсілдің тұрақты аналитикалық қолданыс аясында потенциалы бар екенін көрсетті.

**Түйін сөздер:** бидай қалдықтары, темірмен түрлендірілген биокөмір, көміртекті-пасталы электрод, потенциометрия, экологиялық бағалау

© Уали А.<sup>1\*</sup>, Омирзак У.<sup>1</sup>, Титанов А.<sup>1</sup>, Абилканова Ф.<sup>2</sup>,  
Кунарбекова М.<sup>3</sup>, 2026.

<sup>1</sup> Евразийский национальный университет имени Л.Н. Гумилева,  
Астана, Казахстан;

<sup>2</sup> Карагандинский индустриальный университет, Темиртау, Казахстан;

<sup>3</sup> Satbayev University, Алматы, Казахстан.

E-mail: uali\_as@enu.kz

## БИОУГОЛЬ, МОДИФИЦИРОВАННЫЙ ЖЕЛЕЗОМ, ИЗ ОТХОДОВ БИОМАССЫ: СТРУКТУРА И ПРИМЕНЕНИЕ В ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ

**Уали Айтолқын** — кандидат химических наук, доцент, Евразийский национальный университет имени Л.Н. Гумилева, Астана, Казахстан,

E-mail: uali\_as@enu.kz, <https://orcid.org/0000-0002-5851-6566>;

**Омирзак Улжан** — Евразийский национальный университет имени Л.Н. Гумилева, Астана, Казахстан,

E-mail: ulzhan.umirzakova03@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0007-3263-2861>;

**Титанов Адлет** — Евразийский национальный университет имени Л.Н. Гумилева, Астана, Казахстан,

E-mail: titanov\_azh@enu.kz, <https://orcid.org/0009-0001-3389-0295>;

**Абилканова Фарида** — MSc., Карагандинский индустриальный университет, Темиртау, Казахстан, E-mail: f.abilkanova@ttu.edu.kz, <https://orcid.org/0000-0002-6894-5276>;

**Кунарбекова Махаббат** — PhD, Университет Сапсава, Алматы, Казахстан,

E-mail: m.kunarbekova@satbayev.university, <https://orcid.org/0000-0002-8640-0667>.

**Аннотация:** В данном исследовании рассматривается устойчивый метод получения биоугля, модифицированного железом, из отходов пшеницы с целью его использования при создании угольно-пастового электрода для определения ионов железа в водных растворах. Основное внимание уделено двум аспектам: утилизации биомассы и мониторингу содержания тяжёлых металлов в водных средах. Биоуголь получали методом карбонизации с последующей химической модификацией с использованием  $\text{FeCl}_3$  и промывкой. Полученные материалы были охарактеризованы методами CHNS-анализа, FTIR, XRD и SEM-EDS, которые показали содержание углерода на уровне 76,46%. Анализ BET выявил удельную поверхность  $296,43 \text{ м}^2 \cdot \text{г}^{-1}$ , при этом пористая структура представлена преимущественно микропорами (66,98%) и мезопорами (30,57%), что свидетельствует о благоприятных текстурных характеристиках. Синтезированный биоуголь использован в качестве электроактивного материала в угольно-пастовом электроде, способного определять концентрацию ионов  $\text{Fe}^{3+}$  в диапазоне от  $1,0 \cdot 10^{-6}$  до  $1,0 \cdot 10^{-1}$  моль  $\cdot \text{л}^{-1}$ . Исследовано влияние pH раствора и температуры на потенциал электрода. Установлено, что стабильный отклик наблюдается в диапазоне pH 3–6, что является оптимальным для аналитических измерений. Проведённые исследования селективности показали, что точность определения зависит от природы мешающих ионов и концентрации аналита. Результаты потенциометрического анализа ( $n = 3$ ) составили:  $5,00 \cdot 10^{-3}$  моль  $\cdot \text{л}^{-1}$  (введено),  $4,43 \cdot 10^{-3} \pm 3,61 \cdot 10^{-4}$  моль  $\cdot \text{л}^{-1}$  (найдено), абсолютная погрешность -  $5,71 \cdot 10^{-4}$  моль  $\cdot \text{л}^{-1}$ , относительная - 11,42%. Оценка аналитического метода с использованием метрики AGREE показала его экологическую безопасность. Полученные результаты свидетельствуют о высоком потенциале разработанного подхода для применения в устойчивых аналитических технологиях.

**Ключевые слова:** пшеничные отходы, Fe-модифицированный биоуголь, угольно-пастовый электрод, потенциометрия, оценка экологичности

**Introduction.** Traditionally, activated carbon (AC) and biochar (BC) production relied on fossil resources such as coal; however, recent shifts favour renewable biomass, particularly agricultural waste, as sustainable precursors. These carbon materials possess high surface areas and porosity, making them vital for environmental remediation (Adykanova et al., 2025) and energy storage (Chaudhary et al., 2024). Their properties can be optimised carefully by selection selecting feedstocks, activation techniques, and pyrolysis conditions, thereby tailoring them for applications such as water treatment and air pollution control. Of particular interest is the application of such activated carbon in carbon paste electrodes (CPEs)—devices used in electrochemical analysis, namely potentiometric analysis (Amerkhanova et al., 2022). These electrodes, composed of carbonaceous material mixed with binding agents, exhibit high electrical conductivity, chemical stability, and the potential for modification. As a result, they are practical for a range of analytical tasks. Herein, one significant application of CPEs is the determination of metal ions in aqueous environments, which is crucial for several reasons. Excessive iron concentrations, as a potential ecological risk factor, can

exert toxic effects on aquatic organisms, including humans who rely on these water sources, thereby disrupting ecosystems and causing adverse health impacts (Teschke, 2024). Therefore, developing affordable, environmentally friendly sensor systems for monitoring iron concentrations is a pivotal challenge (Amerkhanova et al., 2022).

**Literary review.** The potentiometric method is a well-established, widely used technique for detecting metal ions in aqueous solutions. It offers advantages such as high selectivity, a broad linear response, excellent reproducibility and precision, real-time analysis, non-destructive testing, and overall simplicity and robustness. Its Nernstian behaviour facilitates straightforward calibration and reliable results. Notably, potentiometry is among the most sensitive methods for  $\text{Fe}^{3+}$  ion detection, achieving a detection limit of  $1.0 \cdot 10^{-6} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ , surpassing spectrophotometry (Cheng et al., 2021), fluorometry (Shahat et al., 2022), ratiometry (Yan et al., 2019), and voltammetry (Mittal et al., 2019).

Table 1 – Comparison of different methods for the quantitative content of  $\text{Fe}^{3+}$  ions

№	Method	Concentration range, $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$	LOD, $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$	Selectivity	Cost	Environmental friendliness	Ref.
1	Spectrophotometry	$2.0 \cdot 10^{-7} - 9.5 \cdot 10^{-5}$	$6.7 \cdot 10^{-8}$	Good-Moderate	Low-Moderate	Moderate (toxic chemicals)	(Cheng et al., 2021)
2	Fluorometry	$< 3.1 \cdot 10^{-5}$	$4.12 \cdot 10^{-7}$	Good-Moderate	Moderate	Good (reusability of sensors)	(Shahat et al., 2022)
3	Ratiometry	$2 \cdot 10^{-6} - 1.4 \cdot 10^{-5}$	$1.81 \cdot 10^{-8}$	Moderate	High	Moderate (toxic chemicals)	(Yan et al., 2019)
4	Voltammetry	$1.6 \cdot 10^{-5} - 4.4 \cdot 10^{-5}$	$5.2 \cdot 10^{-8}$	Good	Low	Good (low energy costs)	(Mittal et al., 2019)
5	Potentiometry	$1.0 \cdot 10^{-6} - 1.0 \cdot 10^{-1}$	$1.01 \cdot 10^{-7}$	Moderate	Low	Good (cheap, non-toxic, recycled materials)	(Kadyrbayeva et al., 2026)
6	Potentiometry	$1.0 \cdot 10^{-6} - 1.0 \cdot 10^{-1}$	$1.0 \cdot 10^{-6}$	n.r.	Low	Good (cheap, non-toxic, recycled materials)	(Amerkhanova et al., 2022)

This method covers a broader concentration range, from  $1.0 \cdot 10^{-6}$  to  $1.0 \cdot 10^{-1} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ , than most other techniques. However, it may be less effective at very low concentrations than ratiometry. Its advantages include lower cost and eco-friendliness. Unlike some methods listed in Table 1, which can be expensive and involve toxic substances, potentiometry uses inexpensive, non-toxic, and recyclable materials. It also doesn't require complex sensors or hazardous chemicals, unlike fluorometry and spectrophotometry. Therefore, this study explores the production of biochar from local wheat waste, aligning with the UN Sustainable Development Goals, and examines its structural properties and potential as a carbon paste electrode for  $\text{Fe(III)}$  detection in water. A key innovation is the construction of the entire carbon electrode solely from wheat-waste-derived biochar, thereby avoiding the use of commercial carbon materials.

Despite biochar's environmental benefits, its application in electrochemical analysis is limited by poor selectivity and understanding of surface functional groups. This research aims to address these gaps by investigating iron-oxide-modified biochar for selective potentiometric detection of  $\text{Fe}^{3+}$  ions.

### Methods and materials.

**Chemicals and Materials:** The reagents used in this study were of chemically pure, analytical-grade, and high-purity quality:  $\text{FeCl}_3$  (1%,  $10^{-6}$ - $10^{-1}$  mol·L $^{-1}$ ), KCl (3.5 M), and  $\text{KNO}_3$  (1%) solutions. Deionised water (0.055  $\mu\text{S}$ ) was used as the solvent for all solution preparations.

**Preparation of BC:** To prepare BC from wheat husks, the raw material was sequentially washed, dried, and grinded, followed by a three-step treatment process consisting of primary carbonisation (temperature of 600 °C, heating rate of 10 °C·min $^{-1}$ , 1 h under the Ar atmosphere), chemical activation (using 1%  $\text{FeCl}_3$  solution) as the activating agent, with a precursor-to-agent mass ratio of 1:10), and secondary carbonisation (temperature of 600 °C, heating rate of 10 °C·min $^{-1}$ , 2 h under the Ar atmosphere). The intermediate product was washed with water until the pH was neutral, then dried at 105 °C to a constant weight. The final product yield was 25.64%.

**Determination of the ash content:** The biochar samples were dried in an oven at 105°C and then heated in a closed crucible in a muffle furnace at 750°C for 6 h. The remaining material after incineration is called ash. All lab tests, including the ashness test and others, were performed three times to ensure accuracy and calculate the standard deviation (SD).

**Material Characterisation:** A UNICUBE® elemental analyser for organic compounds was used for the CHNS analysis. The oxygen content (%) is obtained by recording the difference between 100 and the (CHNS+ash) content (in %) (1):

$$O_{\text{subs}} = 100 - (N + C + H + S + A) \quad (1)$$

where:

A is ash content, %

Information on the micro- and mesoporous texture (ranging from 1.7 nm to 300 nm) of carbon samples was obtained using the low-temperature nitrogen adsorption method on the device BSD-66OS A3 (China, 2024), after pretreatment at 200 °C and under a residual pressure of at least 0.001 bar. Further measurements of nitrogen adsorption/desorption isotherms were made at 77 K in the relative pressure range 0.005-0.991 bar. Standard data processing was performed using the BJH method, which applies a conventional cylindrical pore model. The total surface area ( $\Sigma\text{S}$ ) and micropore surface area ( $\text{S}_\mu$ ) were calculated using the BET method. Also, the total pore volume ( $\Sigma\text{V}$ ), micropore volume ( $\text{V}_\mu$ ), and average pore diameter ( $\text{D}_{\text{avg}}$ ) (accounting for both micro- and mesopores) were determined using DFT calculations.

FTIR-spectroscopy was performed on the IR Tracer-100 (Shimadzu) spectrometer in the 4000-400  $\text{cm}^{-1}$  region. The sample was prepared by mixing KBr with the BC sample in a 99.5%:0.5 % weight ratio and pressing the mixture into a disc for analysis, which

consisted of 32 scans at a resolution of 1 cm<sup>-1</sup>. The background was collected before each measurement.

XRD analysis was performed using a Bruker D8 Advance Eco diffractometer over a 2θ range of 10–100° with a step size of 0.05°. The acquisition time was 1.5 seconds per step at a rotation speed of 15 rpm. The X-ray source used was Cu Kα radiation (λ = 1.54060 Å).

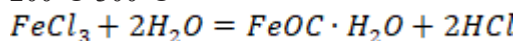
The SEM-EDX analysis was performed using a Phenom ProX Scanning Electron Microscope (voltage 15 kV, detector BSD Full, FW 519 μm, WD 7.089 mm, Vac. 1.2 Pa).

**Potentiometric analysis:** All potentiometric measurements were carried out in the following cell: Ag/AgCl//analyte/CPE/Copper. The carbon-paste electrode (CPE) (the designed one in this study) and the Ag/AgCl electrode served as the working and reference electrodes, respectively. All EMF measurements were performed using a pH-150 MI ionomer (n = 3). In direct potentiometry, CPE was immersed in a Fe(III) solution with concentrations ranging from 1.0 · 10<sup>-6</sup> mol · L<sup>-1</sup> to 1.0 · 10<sup>-1</sup> mol · L<sup>-1</sup> at room temperature (21.0°C ± 0.5°C) under continuous stirring. All analyte solutions maintained a consistent pH of 3.0. Each EMF measurement was performed in triplicate. Using the recorded data, a plot of the stabilised electrode potentials vs. pFe<sup>3+</sup> was constructed.

For pH tests, HCl and NaOH solutions (both 0.1 M) were added to adjust the pH of the analyte solutions. In the selectivity tests, the fixed-potential method (FPM) was used to determine the selectivity coefficients for the interfering species (Na<sup>+</sup>, Ni<sup>2+</sup>, or Cr<sup>3+</sup>).

**Results.** As described by Kadyrbayeva et al. (2026), iron chloride undergoes the following chemical reactions at different temperature ranges during carbonisation and chemical activation of BC with iron chloride (chem. eq.-s 1-7):

200°C-300°C



(1)



330°C-700°C



>700°C



As a result, highly porous BC containing highly stable Fe(II, III) oxides is formed. The elemental composition, ash content, and H/C and N/C ratios of BCs formed via this mechanism are given in Table 2.

Table 2 – Elemental composition and ash content in BC

Initial Raw Material	Biochar (Caban et al., 2019)	BC7-washed (Najafi-Ghiri et al., 2022)	BC of the current interest
Conditions of carbonization			
Atmosphere	Under limited oxygen conditions	Air	Ar
Temperature, °C	400	650	600
Heating rate, °C·min <sup>-1</sup>	5	20	10
Composition			
C, %	51.50	70.09	76.46
H, %	2.50	3.78	1.683
N, %	0.00	4.23	4.01
S, %	7.01	n.r.	0.00
O <sub>subs</sub> , %		19.72	8.33
A, %	27.00	n.r.	9.52
Aromaticity and polarity indices			
H/C	0.049	0.054	0.022
N/C	-	0.060	0.052
O/C	-	0.281	0.109
(O+N)/C	-	0.342	0.161
(O+N+S)/C	-	-	0.161

As shown in Table 2, the carbon content of biochar, which depends on synthesis conditions such as an inert medium, higher temperature, and lower heating rate, is 76.46%, a value higher than that reported for similar material (Turarbek et al., 2025). The atomic ratios of hydrogen to carbon (H/C) and oxygen to carbon (O/C) are widely recognised as crucial determinants of biochar characteristics. For instance, the H/C ratio indicates the conversion of hydrocarbon carbon structures into aromatic rings, serving as a measure of aromaticity and an indicator of lifetime (Wood et al., 2024). As pyrolysis temperatures rise, the H/C ratio drops significantly, indicating depolymerisation and increased oxidation resistance. Biochar with an H/C ratio below 0.7 primarily aromatises above 400°C, forming more fused aromatic rings that boost stability and soil resistance.

The O/C ratio of 0.109 is low, indicating a significant reduction in oxygen-containing functional groups in the biochar (BC), making it less polar and more hydrophobic (Kadyrbayeva et al., 2026). During carbonisation at temperatures above 450°C, these compounds decrease and eventually disappear. As the temperature rises, the decreasing O/C ratio reflects decarboxylation, indicating more advanced carbonisation and the formation of solid carbon structures.

The atomic ratio (O + N)/C indicates the material's overall polarity. The BC produced in this study yields a low value for this indicator (0.161), indicating a low overall polarity. According to the CHNS results, the biochars' low H/C and (O + N)/C ratios—indicating high aromaticity and low polarity—suggest a greater proportion of aromatic carbon and hydrophobic sites. Higher nitrogen and oxygen levels characterise biochars with a greater proportion of polar functional groups and a higher (O + N)/C ratio. Overall, these

findings align with the FTIR and Raman spectroscopy data (Fig. 1a).

As shown, no peaks corresponding to oxygen-containing functional groups are observed in the spectrum. According to Kadyrbayeva *et al.* (2026), the absence of obvious functional groups in the AC spectrum prepared at 800°C indicates that it is graphitic C in nature. This is most likely due to the formation of condensed aromatic structures, as observed in pure graphite and in graphite-rich activated carbons.

XRD analysis was performed to analyse the phase composition of biochar (Fig. 1b). It is known that the diffraction angle ( $2\theta$ ) of the 002 peak of crystalline graphite is  $26.56^\circ$ . Nevertheless, according to Lee *et al.* (2021), the XRD 002 peak of biochar is located at approximately  $25.10^\circ$ . This showed its microcrystallites differed from those of graphite. In the current case, a flat-convex peak was observed at  $20\text{--}30^\circ$ , which, based on the above information, is attributed to the graphite 002 phase. Additionally, the sharp, high peaks recorded at  $32^\circ$ ,  $35^\circ$ , and  $46^\circ$  ( $2\theta$ ) align with the XRD patterns reported for hematite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) and magnetite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{FeO}$ ), particularly the peaks at  $32^\circ$ ,  $35^\circ$ , and  $46^\circ$  ( $2\theta$ ) (Kadyrbayeva *et al.*, 2026).

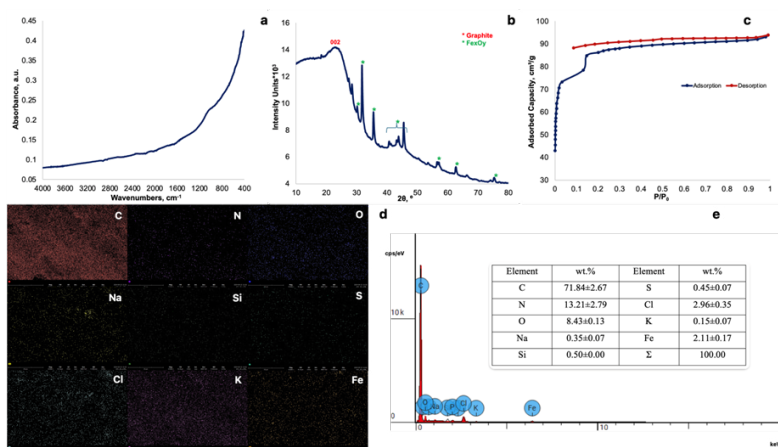


Figure 1 – (a) FTIR spectrum, (b) X-Ray diffractogram, (c) BET adsorption–desorption isotherms recorded for synthesised biochar; (d) the distribution map and (e) the content of elements on the BC's surface

BET analysis shows that the specific surface area (SSA) is  $296.43 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ , with the pore distribution as micropores (0.35–2 nm) – 66.98%, mesopores (2–10 nm) – 30.57% and (10–50 nm) – 1.76%, large pores (50–200 nm) – 0.68%. The hysteresis loop most likely represents an H4 type (Fig. 1c) (Kadyrbayeva *et al.*, 2026). In this loop, the adsorption branch exhibits a sharp increase at low relative pressure ( $p/p_0 < 0.1$ ), typical of micropore filling. As the pressure increases to medium levels, the curve rises more gradually, indicating the presence of mesopores. On the desorption side, the lower limit usually corresponds to cavitation. This pattern is common in microporous carbon materials.

The EDX analysis shows that the elements on the surface of the BC are evenly distributed (Fig. 1d). Specifically, carbon makes up 71.84% of the composition,

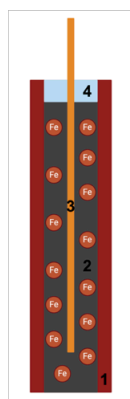
nitrogen accounts for 13.21%, and oxygen constitutes 8.43% (Fig. 1e). Additionally, minor amounts of Na, Si, S, Cl and K were identified: they are most likely derived from the inherent inorganic fraction of the wheat biomass precursor; and are typical for plant-derived biochars (Vassilev et al., 2010).

Further in this study, the synthesised biochar was employed as an electroactive material to construct a carbon-paste electrode (Fig. 2a), where 1 denotes the Teflon body, 2 denotes the modified biochar, 3 denotes the wire, and 4 denotes the glue. The results of the direct potentiometric measurements are presented in Figs. 2 b and 2c.

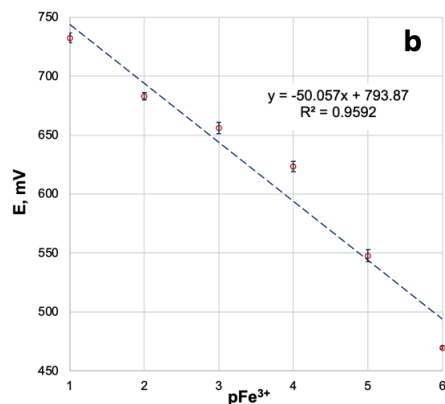
As shown in Fig. 1b, over the concentration range from  $1.0 \cdot 10^{-6} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  to  $1.0 \cdot 10^{-1} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ , a linear dependence is observed. The measured potential was  $732.33 \text{ mV} \pm 4.71 \text{ mV}$  ( $\text{pFe}^{3+}=1$ ),  $683.00 \text{ mV} \pm 3.39 \text{ mV}$  ( $\text{pFe}^{3+}=2$ ),  $656.00 \text{ mV} \pm 5.66 \text{ mV}$  ( $\text{pFe}^{3+}=3$ ),  $623.33 \text{ mV} \pm 5.10 \text{ mV}$  ( $\text{pFe}^{3+}=4$ ),  $547.67 \text{ mV} \pm 5.70 \text{ mV}$  ( $\text{pFe}^{3+}=5$ ) and  $469.67 \text{ mV} \pm 1.31 \text{ mV}$  ( $\text{pFe}^{3+}=6$ ) (95% confidence interval,  $n=3$ ). It is also characterised by an intercept of  $793.87 \text{ mV} \pm 10.31 \text{ mV}$  based on three parallel measurements, and a Nernstian slope of  $50.06 \text{ mV} \cdot \text{decade}^{-1} \pm 1.28 \text{ mV} \cdot \text{decade}^{-1}$ . This approximately corresponds to a one-electron transfer process (chem. eq. 8):



The dependence of the electrode potential on analyte pH indicates that the electrode signal is relatively stable across the pH range 3 to 6. Structural changes occur in the electrode in a strongly acidic medium ( $\text{pH} < 3$ ), destabilising the analytical signal. Conversely, at  $\text{pH} > 7$ , the decrease in electrode potential is associated with the accumulation of less-soluble forms of iron (III). In these measurements, the predicted electrode potential across the pH range was accompanied by a 95% confidence band, with a maximum deviation not exceeding  $\pm 8.49 \text{ mV}$  ( $n=3$ ). Regarding the influence of temperature on electrode performance, experiments indicate that the electrode signal remains relatively stable over the temperature range of  $21^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$  to  $40^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$  (Fig. 2d).



a



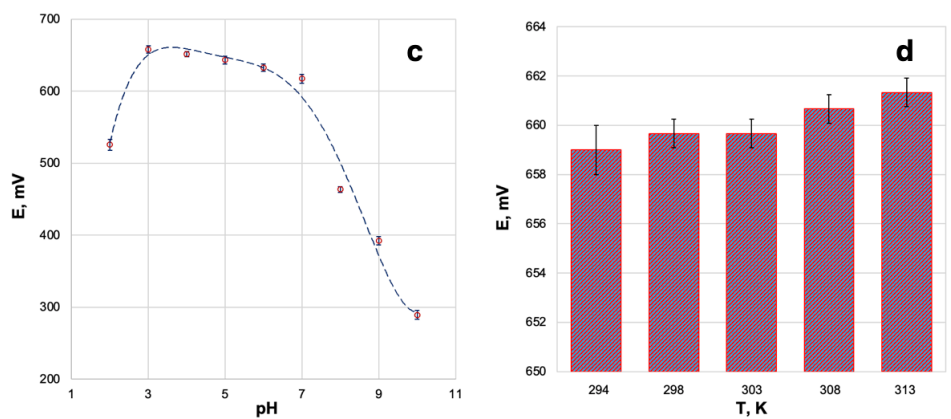


Figure 2 – Image of the carbon paste electrode made from BC (a), Nernst dependence recorded in  $\text{FeCl}_3$  (0.001 M) solution for the electrode (b), the pH-electrode potential dependence (c) and the temperature-electrode potential dependence (d)

Over the examined temperature range, the measured electrode potential fell within a 95% confidence band, with deviations limited to  $\pm 1.13$  mV ( $n=3$ ).

**Discussion.** The electroanalytical performance of the Fe-modified biochar-based carbon-paste electrode is compared with that of other iron-selective electrodes (Table 2). Unlike electrodes that use commercial carbon materials, this electrode is entirely derived from waste-biomass biochar, underscoring its novelty. The study demonstrates that a renewable, waste-based carbon material can be effectively employed for simplified electrode fabrication and sustainable sensor development.

A comparison between the new electrode (№5) and the previously reported electrodes (№1–4) reveals notable differences in key testing parameters, including slope, concentration range, and detection limit (LOD). A review of the literature indicates that the slope of electrodes used to measure  $\text{Fe}^{3+}$  ions in aqueous solutions typically ranges from 18.6 to 56 mV·decade<sup>-1</sup> (Table 3).

Table 3 – Comparison of the CPE of interest with the reference electrodes designed for detecting  $\text{Fe}^{3+}$  ions in aqueous solutions

№	Electrode-active material/ Binder	Slope, mV·decade <sup>-1</sup>	Concentration range, mol·L <sup>-1</sup>	LOD, mol·L <sup>-1</sup>	Ref.
1	1,10 -((ethane-1,2- diylbis(oxy)) bis(2,1-phenylene))bis(N-p- tolylmethanimine) /Paraffin	18.6 ± 0.2	1.0·10 <sup>-7</sup> -1.0·10 <sup>-2</sup>	5.0·10 <sup>-8</sup>	(Kaur et al., 2021)
2	1,4-Diaminoanthraquinone (DAQ)/Paraffin	19.7 ± 0.7	1.0·10 <sup>-8</sup> -1.0·10 <sup>-2</sup>	5.0·10 <sup>-9</sup>	(Ghohari et al., 2018)
3	Tetradentate ligand/ NPOE	19.5	4.9·10 <sup>-6</sup> -1.3·10 <sup>-2</sup>	1.2·10 <sup>-6</sup>	(Shafaatian et al., 2018)
4	Fe(II)-morin/ DOS	56.14 ± 0.22	1.0·10 <sup>-6</sup> -1.0·10 <sup>-1</sup>	4.5·10 <sup>-7</sup>	(Ozer & Isildak, 2018)
5	Fe-modified BC/Paraffin	50.06 ± 1.28	1.0·10 <sup>-6</sup> -1.0·10 <sup>-1</sup>	1.0·10 <sup>-6</sup>	This study

Electrodes 1-3 exhibit Nernstian slopes between  $18.57 \text{ mV}\cdot\text{decade}^{-1}$  and  $19.9 \text{ mV}\cdot\text{decade}^{-1}$ , typical of monovalent ion detection, whereas electrodes 4 and 5 show significantly higher slopes of  $56.14 \text{ mV}\cdot\text{decade}^{-1}$  and  $50.06 \text{ mV}\cdot\text{decade}^{-1}$ , indicating greater sensitivity and improved charge transfer, likely due to differences in active materials and design. The LOD of the studied electrode ( $1.0\cdot 10^{-6} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ) aligns with reported values. While electrodes 1–3 utilise organic ligands and binders such as paraffin, DAQ, or NPOE, electrode 5 employs Fe-modified BC with paraffin, thereby enhancing conductivity, electron transfer, and active-site density and improving analytical performance.

The electrode testing in direct potentiometry for the determination of  $\text{Fe}^{3+}$  ions using the added-found method ( $n=3$ ):  $5.00\cdot 10^{-3} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  (added),  $4.43\cdot 10^{-3} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}\pm 3.61\cdot 10^{-4} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  (found), absolute error  $5.71\cdot 10^{-4} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ , relative error 11.42%.

Further, the selectivity of the electrode ( $k_{A,B}^{pot}$ ) was evaluated with respect to interfering monovalent ( $\text{Na}^+$ ), divalent ( $\text{Ni}^{2+}$ ) and trivalent ( $\text{Cr}^{3+}$ ) ions using the fixed-potential method (Amerkhanova et al., 2022). It has been shown that the electrode of interest maintains its electroanalytical performance over the concentration range of  $10^{-4} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  to  $10^{-1} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  for  $\text{Na}^+$  and  $\text{Ni}^{2+}$  ions, with potentiometric selectivity coefficients of  $2.98\cdot 10^{-3}$  and  $7.29\cdot 10^{-3}$ , respectively. For  $\text{Cr}^{3+}$  ions, as the interfering ions, the selectivity coefficient is  $2.39\cdot 10^{-6}$  over the analyte concentration range of  $10^{-2} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  to  $10^{-1} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ . Based on this ( $k_{A,B}^{pot} < 1$  in the specified concentration ranges), it might be concluded that the selectivity of the electrode is limited by the type of interfering ions as well as the analyte concentration. The selectivity coefficient's dependence on ion type likely reflects variations in hydration energies and partitioning behaviours among monovalent, divalent, and trivalent ions, influencing their competition with  $\text{Fe}^{3+}$  ions at the electrode interface. The concentration dependence arises from the conditional nature of the fixed-potential method: higher  $\text{Fe}^{3+}$  activities favour ion dominance at the interface, reducing interference, whereas lower concentrations increase the impact of coexisting ions. Potentiometry is highly sensitive for  $\text{Fe}^{3+}$  detection; the proposed CPE surpasses the referenced methods in sensitivity (Table 1) with a detection limit of  $1.0\cdot 10^{-6} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ , though it is less suitable for ultra-trace analysis than the compared methods.

The greenness evaluation of the method: The Eco-Scale is an ecological assessment tool designed to evaluate the environmental impact of analytical methods (Kadyrbayeva et al., 2026). It facilitates the comparison and selection of more environmentally friendly approaches. According to Table 4, the ecological assessment of the proposed potentiometric method yielded an excellent green analysis score.

Table 4 - Penalty points (PPs) for the proposed potentiometric method

Reagents and Penalty points		Instruments and Penalty points	
$\text{FeCl}_3$	4	Tube furnace	3
HCl	4	Potentiometry	1

KCl	0	Occupational hazard	3
KNO <sub>3</sub>	3		
DI water	0		
Biomass	0		
Paraffin oil	1		
NaOH	2		
Epoxy	3		
Total:17		Total: 7	
Total Penalty points: 24		Analytical Eco-Scale total score: 76	

To comprehensively evaluate the environmental impact of our analytical methodology, the entire process was divided into three distinct stages: BC synthesis, carbon-paste electrode preparation, and analytical measurement. The greenness was independently assessed at each stage using the AGREE metric, yielding three separate circular diagrams (Fig. 3).



Figure 3 - The AGREE evaluation of the three-stage analytical process: (a) BC synthesis, (b) CPE preparation and (c) analytical measurement

The AGREE assessment indicated variable environmental friendliness across the analytical method, with an average score of 0.59. The biochar synthesis phase scored lower, while subsequent steps aligned well with green chemistry principles. Key sustainability features include using waste wheat biomass as a precursor, reducing reliance on non-renewable resources, and doping with Fe<sub>x</sub>O<sub>y</sub> to avoid noble metals and hazardous reagents. Fabrication of the carbon paste electrode is straightforward and energy-efficient. Additionally, potentiometric analysis requires minimal sample preparation, no derivatisation, and small volumes of organic solvent, collectively enhancing the method's eco-friendliness and efficacy.

**Conclusion.** It might be suggested that integrating iron oxide into the biochar matrix creates specific surface sites capable of reversible Fe<sup>3+</sup> interactions, thereby enhancing the sensitivity and selectivity of potentiometric measurements. The detected analytical performance, including a near-Nernstian response, satisfactory detection limits, relatively rapid response time, and a relatively tolerant response to interfering ions (within the specific concentration range), indicates that waste wheat-derived biochar has the potential to compete with sensors based on synthetic carbon-based materials. This improvement is evidenced by a higher slope of 50.06 mV·decade<sup>-1</sup>, a working

concentration range of  $1.0 \cdot 10^{-1} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  to  $1.0 \cdot 10^{-1} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ , and a relatively low detection limit of  $1.0 \cdot 10^{-6} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ . The reported sensitivity and efficiency of the CPE of interest may be attributed to the unique properties of the iron-modified biochar; further studies of conductivity, electron transfer rates, and the density of active centres are warranted. These findings represent a significant advance in sustainable electrochemical sensing, highlighting the potential to replace resource-intensive materials with biomass-derived alternatives without sacrificing analytical performance.

### References

- Adykanova A., Kunarbekova M., & Uali A. (2025) A hydrophobic PMS-biochar-coated sponge sorbent for pre-purification of heavily oil-polluted waters. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 720. — 137154 p. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2025.137154> (in Eng.).
- Amerkhanova Sh., Shlyapov R., Uali A., & Belgibaeva D. (2022) Prospects of application of iron-containing carbon-paste electrode in electrochemical analysis. *Materials Today: Proceedings*, 49. — P. 2532–2536. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.05.437> (in Eng.).
- Caban M., Folentarska A., Lis H., Kobylis P., Kumirska J., Stepnowski P., & Ciesielsk, W. (2019). Valuable polar moieties on cereal-derived biochars. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 561. — P. 275–282. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2018.11.008> (in Eng.).
- Chaudhar, P., Bansa, S., Sharm, B.B., Saini, S., & Joshi A. (2024) Waste biomass-derived activated carbons for various energy storage device applications: A review. *Journal of Energy Storage*, 78. — 109996 p. <https://doi.org/10.1016/j.est.2023.109996> (in Eng.).
- Cheng F., Zhang T., Sun T., Wang Y., Zhou C., Zhu H., & Li Y. (2021) A simple, sensitive and selective spectrophotometric method for determining iron in water samples. *Microchemical Journal*, 165. — 106154 p. <https://doi.org/10.1016/J.MICROC.2021.106154> (in Eng.).
- Ghohari H., Zamani H.A., Joz-Yarmohammadi F., Ebrahimi M., & Abedi M.R. (2018) Application of 1,4-Diaminoanthraquinone as a New Sensing Material for Fabrication of a Iron(III)-Selective Modified Carbon Paste Electrode. *Russian Journal of Electrochemistry*, 54(10). — P. 747–754. <https://doi.org/10.1134/S1023193518100038> (in Eng.).
- Kadyrbayeva Z., Uali A., & Özsin G. (2026) A green approach to efficient electroanalysis: Fe-modified activated carbon-based electrode from waste wheat biomass for electroanalytical sensing. *Microchemical Journal*, 220. — 116701 p. <https://doi.org/10.1016/j.microc.2025.116701> (in Eng.).
- Kaur S., Shiekh B.A., Kaur D., & Kaur I. (2021) Highly sensitive sensing of Fe(III) harnessing Schiff based ionophore: An electrochemical approach supported with spectroscopic and DFT studies. *Journal of Molecular Liquids*, 333. — 115954 p. <https://doi.org/10.1016/J.MOLLIQ.2021.115954> (in Eng.).
- Lee S.-M., Lee S.-H., & Roh J.-S. (2021) Analysis of Activation Process of Carbon Black Based on Structural Parameters Obtained by XRD Analysis. *Crystals*, 11(2). — 153 p. <https://doi.org/10.3390/cryst11020153> (in Eng.).
- Mittal S.K., Kumar S., & Kaur N. (2019) Enhanced Performance of CNT-doped Imine Based Receptors as Fe(III) Sensor Using Potentiometry and Voltammetry. *Electroanalysis*, 31, 1229. <https://doi.org/10.1002/elan.201800100> (in Eng.).
- Najafi-Ghiri M., Bijanzadeh E., & Bahadori F. (2022) Effect of Wheat-Derived Biochar on Soil Nutrients Availability and Nutrients Uptake by Two Safflower (*Carthamus tinctorius* L.) Cultivars under Water Stress. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 53(13). — P. 1592–1606. <https://doi.org/10.1080/00103624.2022.2060251> (in Eng.).
- Ozer T., & Isildak I. (2018) Potentiometric Studies of a New Solid-state Contact Iron(III)-Selective Electrode Based on Morin-Fe<sup>2+</sup> Schiff Base Complex. *International Journal of Electrochemical Science*, 13(12). — P. 11375–11387. <https://doi.org/10.20964/2018.12.22> (in Eng.).
- Pena-Pereira F., Wojnowski W., & Tobiszewski M. (2020) AGREE—Analytical GREENness Metric Approach and Software. *Analytical Chemistry*, 92(14). — P. 10076–10082. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.0c01887> (in Eng.).
- Shafaatian B., Sadati S.O., Soleymanpour A., & Amouzad F. (2018) Highly Selective Solid Contact

Sensor for Low Level Concentration Measurements of Iron(III) in Pharmaceutical and Biological Media. *Journal of Analytical Chemistry*, 73(12). — P. 1202–1208. <https://doi.org/10.1134/S106193481812002X> (in Eng.).

Shahat A., Elamin N.Y., & Abd El-Fattah W. (2022) Spectrophotometric and Fluorometric Methods for the Determination of Fe(III) Ions in Water and Pharmaceutical Samples. *ACS Omega*, 7(1). — P. 1288–1298. <https://doi.org/10.1021/acsomega.1c05899>

Teschke R. (2024) Copper, Iron, Cadmium, and Arsenic, All Generated in the Universe: Elucidating Their Environmental Impact Risk on Human Health Including Clinical Liver Injury. *International Journal of Molecular Sciences*, 25(12). — P. 6662. <https://doi.org/10.3390/ijms25126662> (in Eng.).

Turarbek A.M., Abilkanova F.Zh., & Uali A.S. (2025) Development of Novel Wheat Waste-Derived Biochar and Its Potential in Pharmaceutical Wastewater Treatment. *Eurasian Journal of Chemistry*, 30(1(117)). — P. 76–88. <https://doi.org/10.31489/2959-0663/1-25-2> (in Eng.).

Vassilev S.V., Baxter D., Andersen L.K., & Vassileva C.G. (2010) An overview of the chemical composition of biomass. *Fuel*, 89(5). — P. 913–933. <https://doi.org/10.1016/J.FUEL.2009.10.022> (in Eng.).

Wood R., Mašek O., & Erastova V. (2024) Developing a molecular-level understanding of biochar materials using public characterisation data. *Cell Reports Physical Science*, 5(7). — 102036 p. <https://doi.org/10.1016/j.xcrp.2024.102036> (in Eng.).

Yan F., Zu F., Xu, J., Zhou X., Bai Z., Ma C., Luo Y., & Chen L. (2019) Fluorescent carbon dots for ratiometric detection of curcumin and ferric ion based on inner filter effect, cell imaging and PVDF membrane fouling research of iron flocculants in wastewater treatment. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 287. — P. 231–240. <https://doi.org/10.1016/J.SNB.2019.01.144> (in Eng.).

© **Khamitova A.S.\***, **Nurmukhanbetova N.N.**, **Ostretsova I.B.**,  
**Kassenova N.B.**, **Kuderina B.T.**, 2026.

Kokshetau University named after Sh.Ualikhanov, Kokshetau, Kazakhstan.

E-mail: aina - hamitova@mail.ru

### SYNTHESIS OF METAL CORROSION INHIBITORS BASED ON AMMONIA

**Khamitova Aina** — Candidate of Chemistry Sciences, Associate Professor, Sh. Ualikhanov Kokshetau University, Kokshetau, Kazakhstan,

E-mail: aina - hamitova@mail.ru; <https://orcid.org/0000-0002-6246-5976>;

**Nurmukhanbetova Nurgul** — Candidate of Chemical Sciences, Associate Professor, Sh. Ualikhanov Kokshetau University, Kokshetau, Kazakhstan,

E-mail: nn\_nurgul@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0595-3535>;

**Ostretsova Iidiya** — Candidate of Biology Sciences, Associate Professor, Sh. Ualikhanov Kokshetau University, Kokshetau, Kazakhstan,

E-mail: agrokgu@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-3268-4411>;

**Kassenova Nazira** — PhD, Associate Professor, Sh. Ualikhanov Kokshetau University, Kokshetau, Kazakhstan,

E-mail: nazira\_kassenova09@mail.ru; <https://orcid.org/0000-0002-0570-1784>;

**Kuderina Balken** — PhD, Sh. Ualikhanov Kokshetau University, Kokshetau, Kazakhstan,

E-mail: b.kuderina@shokan.edu.kz; <https://orcid.org/0009-0001-4602-81>.

**Abstract.** This article presents a detailed study of the methods for the synthesis and application of ammonia-containing compounds as effective corrosion inhibitors for metals. For the synthesis of ammonia-based inhibitors, the reaction of ammonia with various aldehydes was investigated, which made it possible to establish the influence of the structure of the initial aldehydes on the anticorrosion properties of the resulting products. Particular attention is given to the development of a method for the interaction of ammonia with higher aldehydes in the presence of lower aldehydes, which promote the formation of highly reactive intermediate species. This approach ensures that the reaction proceeds under milder conditions and leads to the formation of compounds with improved protective characteristics and high stability. As a result of the conducted studies, a series of aldimine compounds was synthesized, the structures of which were confirmed by elemental analysis and IR spectroscopy. It was established that the obtained compounds exhibit high inhibition efficiency in acidic media, as confirmed by gravimetric and electrochemical studies. It was shown that the inhibition efficiency

depends on the molecular structure of the compounds, the length of the hydrocarbon chain, the presence of functional groups, as well as the conditions of their application. The use of the synthesized compounds contributes to an increase in the corrosion resistance of structural materials, an extension of the service life of equipment, and a significant reduction in operating costs. Ammonia and its derivatives are considered a promising and economically justified basis for the development of modern corrosion inhibitors capable of effectively regulating the acid–base balance of the medium and forming stable protective films. The obtained results can be used in the development of new complex inhibitor systems, including those based on petrochemical industry by-products, thereby ensuring both economic efficiency and environmental sustainability.

**Keywords:** corrosion inhibitors, ammonia, electrode processes, protective films, steel corrosion, inhibition mechanism

*For citations: Khamitova A.S., Nurmukhanbetova N.N., Ostretsova I.B., Kassenova N.B., Kuderina B.T. Synthesis of metal corrosion inhibitors based on ammonia. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.1. — P. 338–351. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.359>*

© Хамитова А.С.\*, Нурмуханбетова Н.Н., Острецова И.Б.,  
Касенова Н.Б., Кудерина Б.Т., 2026.

Ш. Уәлиханов атындағы Көкшетау университеті, Көкшетау, Қазақстан.

E-mail: aina - hamitova@mail.ru

## АММИАК НЕГІЗІНДЕ МЕТАЛДАР КОРРОЗИЯСЫНЫҢ ИНГИБИТОРЛАРЫН СИНТЕЗДЕУ

**Хамитова Анна** — химия ғылымдарының кандидаты, қауымдастырылған профессор, Ш. Уәлиханов атындағы Көкшетау университеті, Көкшетау, Қазақстан,

E-mail: aina - hamitova@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6246-5976>;

**Нурмуханбетова Нургуль** — химия ғылымдарының кандидаты, қауымдастырылған профессор, Ш. Уәлиханов атындағы Көкшетау университеті, Көкшетау, Қазақстан,

E-mail: nn\_nurgul@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0595-3535>;

**Острецова Идия** — биология ғылымдарының кандидаты, қауымдастырылған профессор, Ш. Уәлиханов атындағы Көкшетау университеті, Көкшетау, Қазақстан,

E-mail: agrokgu@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-3268-4411>;

**Касенова Назира** — PhD, қауымдастырылған профессор, Ш. Уәлиханов атындағы Көкшетау университеті, Көкшетау, Қазақстан,

E-mail: nazira\_kassenova09@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0570-1784>;

**Кудерина Балкен** — PhD, Ш. Уәлиханов атындағы Көкшетау университеті, Көкшетау, Қазақстан, E-mail: b.kuderina@shokan.edu.kz, <https://orcid.org/0009-0001-4602-81>.

**Аннотация.** Берілген мақалада аммиакқұрамды қосылыстарды металдардың коррозиясына қарсы тиімді ингибиторлар ретінде алу және қолдану әдістері жан-жақты, жүйелі түрде қарастырылады. Аммиак негізіндегі ингибиторларды синтездеу үшін аммиактың әртүрлі альдегидтермен реакциясы зерттеліп, бастапқы альдегидтердің құрылысының алынатын өнімдердің коррозияға қарсы

қасиеттеріне әсері анықталды. Ерекше назар аммиактың жоғары альдегидтермен төменгі альдегидтердің қатысуымен әрекеттесу әдісін әзірлеуге аударылды, бұл реакцияға қабілетті аралық қосылыстардың түзілуіне ықпал етеді. Бұл өз кезегінде реакцияның жұмсақ жағдайда, энергия үнемдей отырып жүруін қамтамасыз етіп, қорғаныш қасиеттері жақсартылған әрі жоғары тұрақтылыққа ие қосылыстар алуға мүмкіндік береді. Жүргізілген зерттеулер нәтижесінде құрылымы элементтік талдау және ИҚ-спектроскопия әдістерімен расталған альдиминді қосылыстар қатары синтезделді. Алынған қосылыстардың қышқыл ортада жоғары ингибирлеуші белсенділік көрсететіні гравиметриялық және электрохимиялық зерттеулер нәтижелерімен толық дәлелденді. Ингибирлеу тиімділігі қосылыстардың молекулалық құрылысына, көмірсутек радикалының ұзындығына, функционалдық топтардың болуына, сондай-ақ қолдану жағдайларына және ортаның параметрлеріне тәуелді екені көрсетілді. Синтезделген қосылыстарды қолдану конструкциялық материалдардың коррозияға төзімділігін арттыруға, жабдықтардың қызмет ету мерзімін ұзартуға және пайдалану шығындарын едәуір төмендетуге ықпал етеді. Аммиак және оның туындылары ортаның қышқыл-сілтілік тепе-теңдігін тиімді реттей алатын және тұрақты қорғаныш қабықшалар түзетін заманауи коррозия ингибиторларын жасаудың болашағы зор әрі экономикалық тұрғыдан негізделген ғылыми-технологиялық негізі ретінде қарастырылады. Алынған нәтижелер жаңа кешенді ингибиторлық жүйелерді әзірлеуде, соның ішінде мұнай-химия өнеркәсібі қалдықтары негізінде қолданылуы мүмкін, бұл ұсынылған тәсілдердің экономикалық тиімділігі мен экологиялық орындылығын қамтамасыз етеді және өнеркәсіптік практикада кеңінен енгізілуіне мүмкіндік береді.

**Түйін сөздер:** коррозия ингибиторлары, аммиак, электродтық үдерістер, қорғаныш қабықшалар, болат коррозиясы, ингибирлеу механизмі

© **Хамитова А.С.\***, **Нурмуханбетова Н.Н.**, **Острцова И.Б.**,  
**Касенова Н.Б.**, **Кудерина Б.Т.**, 2026.

Кокшетауский университет им. Ш. Уалиханова, Кокшетау, Казахстан.

E-mail: aina - hamitova@mail.ru

## **СИНТЕЗ ИНГИБИТОРОВ КОРРОЗИИ МЕТАЛЛОВ НА ОСНОВЕ АММИАКА**

**Хамитова Анна** — кандидат химических наук, ассоциированный профессор, Кокшетауский университет имени Ш. Уалиханова, Кокшетау, Казахстан,

E-mail: aina - hamitova@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6246-5976>;

**Нурмуханбетова Нургүль** — кандидат химических наук, ассоциированный профессор, Кокшетауский университет имени Ш. Уалиханова, Кокшетау, Казахстан,

E-mail: nn\_nurgul@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0595-3535>;

**Острцова Идия** — кандидат биологических наук, ассоциированный профессор, Кокшетауский университет имени Ш. Уалиханова, Кокшетау, Казахстан,

E-mail: agrokgu@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-3268-4411>;

**Касенова Назира** — PhD, ассоциированный профессор, Кокшетауский университет имени Ш. Уалиханова, Кокшетау, Казахстан,

E-mail: nazira\_kassenova09@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0570-1784>;

**Кудерина Балкен** — PhD, Кокшетауский университет имени Ш. Уалиханова, Кокшетау, Казахстан,

E-mail: b.kuderina@shokan.edu.kz, <https://orcid.org/0009-0001-4602-81>.

**Аннотация.** В данной статье рассматриваются методы получения и применения аммиаксодержащих соединений в качестве эффективных ингибиторов коррозии металлов. Для синтеза аммиачных ингибиторов исследована реакция аммиака с различными альдегидами, что позволило установить влияние структуры исходных альдегидов на антикоррозионные свойства получаемых продуктов. Особое внимание уделено разработке метода взаимодействия аммиака с высшими альдегидами в присутствии низших альдегидов, способствующих образованию реакционноспособных промежуточных соединений. Это обеспечивает протекание реакции в более мягких условиях и получение соединений с улучшенными защитными характеристиками и высокой стабильностью. В результате проведённых исследований синтезирован ряд альдиминовых соединений, структура которых подтверждена методами элементного анализа и ИК-спектроскопии. Установлено, что полученные соединения обладают высокой ингибирующей активностью в кислых средах, что подтверждается результатами гравиметрических и электрохимических исследований. Показано, что эффективность ингибирования зависит от молекулярной структуры соединений, длины углеводородного радикала, наличия функциональных групп, а также условий их применения. Применение синтезированных соединений способствует повышению коррозионной стойкости конструкционных материалов, увеличению срока службы оборудования и снижению эксплуатационных затрат. Аммиак и его производные рассматриваются как перспективная и экономически обоснованная основа для создания современных ингибиторов коррозии, способных эффективно регулировать кислотно-щелочной баланс среды и формировать устойчивые защитные плёнки. Полученные результаты могут быть использованы при разработке новых комплексных ингибиторных систем, в том числе на основе отходов нефтехимической промышленности, что повышает их экономическую эффективность и экологическую целесообразность.

**Ключевые слова:** ингибиторы коррозии, аммиак, электродные процессы, защитные плёнки, коррозия стали, механизм ингибирования

**Introduction.** Metal corrosion is one of the most significant problems limiting the durability and reliability of structural materials in industry. Each year, a substantial portion of resources is expended on repair, equipment replacement, and the prevention of damage to metal products. One of the most effective and technologically accessible protection methods is the use of corrosion inhibitors—chemical compounds that, when introduced into the operating environment, reduce the rate of electrochemical processes responsible for metal degradation. Interest in ammonia-based inhibitors arises from the fact that ammonia molecules and ammonium derivatives exhibit a pronounced ability to coordinate with metal surfaces, form stable adsorption layers, and modify the pH of

the medium. Ammonia is an inexpensive and readily available reagent, which makes it a promising component of protective formulations.

**Literary review.** Research in the field of corrosion inhibition using ammonia and its derivatives has been conducted for several decades. In a series of studies, I.D. Vdovenko and co-workers (Vdovenko et al., 1981; Valdez et al., 2018; Ansari et al., 2018) consistently developed the concept of the important role played by the formation of associates of solvent molecules, anions, and quaternary ammonium salts in the manifestation of their inhibiting properties. I.L. Rosenfeld and co-workers developed (Rozenfel'd et al., 1977; Dinodi et al., 2014; Liu et al., 2017) a series of universal volatile inhibitors known collectively as IFKhAN. These inhibitors are derivatives of low-molecular-weight amines and contain two heteroatoms—oxygen and nitrogen—in their molecular structure. E.S. Ivanov and V.P. Timonin (Ivanov, Timonin et al., 1988; Altsybeeva et al., 2014), as well as Ya.G. Avdeev and Yu.I. Kuznetsov (Avdeev et al., 2010; Cao et al., 2020), note a significantly higher inhibiting efficiency of aldehydes.

It has been established that benzaldehyde and its derivatives already exhibit sufficiently high inhibiting properties; according to reported data, aldehydes may undergo various chemical transformations leading to the formation of products with significant protective characteristics.

Recent studies by D. Puzikova and G.M. Khusurov (Puzikova et al., 2025; Kuznetsov et al., 2016) are focused on the synthesis of organic compounds containing amino groups capable of interacting with ammonia or acting as its functional analogues. It has been shown that such molecules are able to form compact adsorption films of a mixed physicochemical nature. Particular attention is paid to ammonium derivatives, quaternary ammonium salts, and ammonia complexes with transition metals.

The works of L.M. Kurbanov (Kurbanov et al., 2023) and M.A. Yusupov (Yusupov et al., 2025; Ojo et al., 2018) demonstrate that the efficiency of ammonia-based inhibitors is enhanced by the introduction of additional donor–acceptor centers into the system (e.g., oxygen-, nitrogen-, and sulfur-containing groups), as well as by combining ammonia with phosphates, carbonates, and surfactants. The authors note the strong influence of the medium pH, temperature, and electrolyte composition on the inhibition mechanism.

In Kazakhstan, the demand for corrosion inhibitors is very high and is fully met by imports, since there is no domestic production of metal corrosion inhibitors in the republic. Therefore, research aimed at the synthesis of metal corrosion inhibitors based on inexpensive domestic raw materials represents a highly important task. Particularly promising in this regard is the utilization of readily available large-scale wastes from petrochemical industries.

As is well known, the products of condensation reactions between ammonia or amines and aldehydes have found industrial application as highly effective metal corrosion inhibitors. For example, the condensation product of ammonia with formaldehyde—hexamethylenetetramine (urotropine)—is used as an inhibitor of acid corrosion of metals. However, its application is limited due to its relatively low efficiency, which is evidently associated with the absence of a hydrophobic moiety in the urotropine molecule. To overcome this drawback, various primary amines are widely used instead

of ammonia in condensation reactions with aldehydes. Nevertheless, these amines are expensive products. Therefore, an alternative approach appears to be of considerable interest, namely, the synthesis of metal corrosion inhibitors via the condensation of ammonia with other aldehydes in which the aldehyde group is bonded to aliphatic chains or aromatic radicals.

**Materials and methods.** The tests were carried out in a 5% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> solution for 24 hours at room temperature (20–25 °C) with an inhibitor concentration of 2 g/L. The inhibiting efficiency of the compounds was evaluated under static conditions using the gravimetric method on grade 3 steel.

The average corrosion rate  $v_{\text{avg}}$  (g·m<sup>-2</sup>·day<sup>-1</sup>) was determined based on the mass loss of steel coupons and calculated using the formula:

$$v_{\text{avg}} = \frac{m_1 - m_2}{S \cdot \tau}$$

where  $m_1$  is the mass of the steel coupon before the experiment (g);

$m_2$  is the mass of the steel coupon after the experiment (g);

$S$  is the surface area of the sample (m<sup>2</sup>);

$\tau$  is the exposure time (days).

The protective efficiency of the inhibitor ( $Z$ , %) was calculated using the following equation:

$$Z = \frac{C_0 - C_i}{C_0} \times 100$$

where  $C_0$  is the corrosion rate of the metal in the absence of the inhibitor (g·m<sup>-2</sup>·day<sup>-1</sup>);

$C_i$  is the corrosion rate of the metal in the presence of the inhibitor (g·m<sup>-2</sup>·day<sup>-1</sup>).

The corrosion penetration rate ( $\mu$ m·year<sup>-1</sup>) was calculated by the formula:

$$\mu = \frac{v_{\text{avg}} \cdot 1000}{\rho} \cdot 24 \cdot 365$$

where  $v_{\text{avg}}$  is the average corrosion rate (g·m<sup>-2</sup>·h<sup>-1</sup>);

$\rho$  is the density of the metal, (g·cm<sup>-3</sup>) ( $\rho(\text{Fe}) = 7,87 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ );

1000 is the conversion factor from mm to  $\mu$ m.

The corrosion tests were conducted in 5% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> at room temperature for 24 hours using a 2 g/L inhibitor concentration on grade 3 steel. The average corrosion rate, inhibitor efficiency, and corrosion penetration rate were calculated based on mass loss measurements, allowing quantitative evaluation of the protective effect of the synthesized compounds. These methods provided reliable data for comparing the anticorrosion performance of different inhibitors under controlled static conditions.

The experimental data demonstrated that an increase in inhibitor concentration leads to a consistent decrease in the corrosion rate of steel. At low concentrations (0.5–1.0 g/L), the protective effect is limited, which is associated with incomplete coverage of the metal surface by the adsorbed inhibitor layer. In this case, active surface sites remain accessible for anodic and cathodic reactions.

As the concentration increases to 2.0–3.0 g/L, a significant improvement in inhibition efficiency is observed, which can be attributed to the formation of a denser and more uniform protective film. It is likely that, within this concentration range, the system approaches a state close to surface saturation by adsorbed inhibitor molecules. A further increase in concentration to 4.0–5.0 g/L results in only a slight enhancement of the protective effect, indicating the attainment of maximum adsorption and the formation of a quasi-monolayer.

Analysis of adsorption isotherms suggests that the adsorption of inhibitors on the steel surface follows the Langmuir model, indicating a predominantly monomolecular nature of the surface coverage and the absence of significant interactions between the adsorbed species. At the same time, the presence of donor–acceptor centers (nitrogen and oxygen atoms) in the inhibitor molecules promotes the formation of coordination bonds with the metal surface, thereby enhancing the contribution of chemisorption.

The effect of temperature on inhibition efficiency was investigated in the range of 20–60° C at a fixed inhibitor concentration of 2 g/L. It was found that an increase in temperature leads to an acceleration of the corrosion rate both in the absence and in the presence of the inhibitor, which is associated with the intensification of electrochemical reactions and diffusion processes in the solution. However, the inhibition efficiency (Z%) shows a non-linear dependence on temperature.

At a moderate temperature increase up to 40°C, a slight decrease in the protective effect is observed, which may be attributed to partial desorption of inhibitor molecules from the metal surface. Nevertheless, the relatively high level of protection indicates a significant contribution of chemical adsorption. With a further increase in temperature up to 60°C, the inhibition efficiency decreases more substantially, suggesting disruption of the integrity of the protective film and an intensification of metal dissolution processes.

The calculation of the activation energy of the corrosion process showed that its value increases in the presence of the inhibitor compared to the uninhibited system. This indicates an increase in the energy barrier of the corrosion process and confirms the effectiveness of the studied compounds as mixed-type inhibitors.

Thus, it has been established that maximum inhibition efficiency is achieved at concentrations of 2.0–3.0 g/L and moderate temperatures. The obtained results indicate that the protective mechanism of the synthesized compounds is governed by a combination of physical and chemical adsorption, as well as the formation of stable protective films on the steel surface. Consideration of the effects of concentration and temperature is an important factor in the development and optimization of inhibitor formulations for practical application in aggressive environments.

**Results.** It could be expected that nitrogenous bases synthesized via the condensation reaction of ammonia with higher aldehydes would exhibit high anticorrosion activity.

Furthermore, higher aliphatic aldehydes are produced in large quantities as waste in the petrochemical industry.

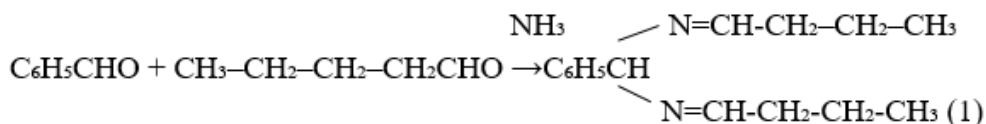
However, higher aldehydes do not react with ammonia under standard conditions, whereas lower aldehydes are known to react readily with ammonia, forming intermediate geminal hydroxyamines. From the above, it follows that geminal hydroxyamines formed during the initial stage of the reaction of ammonia with lower aldehydes cannot be isolated, as they undergo further reaction with each other, yielding more complex compounds. Based on this fact, we hypothesized that higher aldehydes could react with ammonia if lower aldehydes were added to the mixture, as these form highly reactive intermediate hydroxyamines. In these geminal hydroxyamines, the nitrogen atom exhibits increased nucleophilicity due to the  $\alpha$ -effect.

The following condensation reactions of ammonia with aldehydes were carried out and studied:

1. Reaction of ammonia with butyraldehyde in the presence of benzaldehyde;
2. Reaction of ammonia with 2-ethylhexenal-2-1 in the presence of benzaldehyde;
3. Reaction of ammonia with 2-ethylhexenal-2-1 in the presence of butyraldehyde;
4. Reaction of ammonia with 2-ethylhexenal-2-1 in the presence of formic acid.

#### 1. Reaction of Ammonia with Butyraldehyde in the Presence of Benzaldehyde.

Ammonia was passed through a mixture of butyraldehyde and benzaldehyde in a molar ratio of 2:1. Upon completion of the exothermic reaction, the reaction mixture was distilled under reduced pressure, yielding the product as a viscous liquid, benzald[butyraldimine] (1):



The structure and composition of the obtained compound (1) were confirmed by elemental analysis and IR spectroscopy. The IR spectrum of benzald[butyraldimine] (1) exhibits absorption bands at 1641, 1664, and 1688  $\text{cm}^{-1}$ , characteristic of the azomethine group vibrations ( $\text{Ar-CH=N-R}$ ). Bands in the regions 2800–3000, 1300–1400, and around 700  $\text{cm}^{-1}$  correspond to characteristic C–H vibrations of methyl, methylene, and methine groups. Additionally, absorption bands at 1500, 1600, and 1465  $\text{cm}^{-1}$  are indicative of the benzene ring.

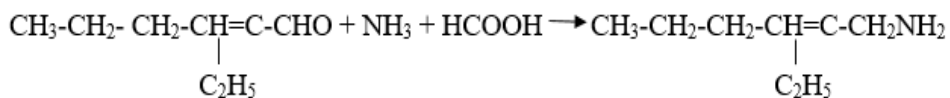
#### 2. Reaction of Ammonia with 2-Ethylhexenal-2-1 in the Presence of Benzaldehyde.

Gaseous ammonia was passed through 2-ethylhexenal-2-1, a by-product of 2-ethylhexanol production, at room temperature, while benzaldehyde was gradually added. A slight warming of the reaction mixture was observed during the process. After approximately thirty minutes, the exothermic reaction was complete, and the supply of gaseous ammonia was stopped. A solid precipitate was formed, which was separated from the unreacted liquid products:



In this case, the main product of the reaction is compound (3), while the yield of compound (4) is relatively low, which can be attributed to steric factors.

4. Reaction of Ammonia with 2-Ethylhexenal-2-1 in the Presence of Formic Acid. When ammonia reacts with aldehydes in the presence of formic acid, mixtures of primary, secondary, and tertiary amines are formed (Leuckart–Wallach reaction). It is known that the yield of specific amines depends on the molar ratio of the starting reagents. The higher the proportion of ammonia and formic acid relative to the aldehyde, the greater the yield of the primary amine. In the reaction of 2-ethylhexenal-2-1 with ammonia and formic acid, the latter were used in fourfold excess relative to the aldehyde, and the reaction was carried out at a temperature of 160 °C.



The yield of the primary amine (5) was 61% of the theoretical value. The structure and composition of the synthesized 2-ethylhexyl-2-amine (5) were confirmed by elemental analysis and IR spectroscopy. The IR spectrum of the amine exhibits absorption bands at 3329 and 3242  $\text{cm}^{-1}$ , corresponding to the amino group ( $-\text{NH}_2$ ), and a broad band at 720  $\text{cm}^{-1}$ , characteristic of primary amines. Absorption at 1158  $\text{cm}^{-1}$  is attributed to the C–N bond, while bands at 2863, 2915, 1381, and 1464  $\text{cm}^{-1}$  correspond to vibrations of methyl and methylene groups. A broad band at 1610–1648  $\text{cm}^{-1}$  is assigned to the deformation vibrations of the amino group, which overlaps with the stretching vibrations of the double bond, whose C–H stretching vibrations appear at 3025  $\text{cm}^{-1}$ .

These compounds were tested as metal corrosion inhibitors. The study demonstrated that the protective efficiency of the hydroxyamine derivatives follows the order of decreasing activity as follows: 2-ethylhexen-2-di[butyraldimine] – 98.5%, benzald[2-ethylhexen-2-aldimine] – 96.01%, N-butylenedi[butyraldimine] – 88.39%, benzald[butyraldimine] – 84.21% (Table 1).

Table 1 - Results of the Testing of Products from the Reaction of Ammonia with Aldehydes.

№	Inhibitors	$C_0, \text{g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$	$C_k, \text{g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$	Z, %	$K_n$
1	Benzald[butyraldimine]	11,15	1,76	84,21	6,33
2	Benzald[2-ethylhexen-2-aldimine]	10,79	0,43	96,01	25,09
3	N-Butylenedi[butyraldimine]	12,06	1,40	88,39	8,61
4	2-Ethylhexen-2-di[butyraldimine]	10,64	0,15	98,59	70,93

To further elucidate the inhibition mechanism of the synthesized compounds, additional electrochemical studies were performed, including potentiodynamic polarization and electrochemical impedance spectroscopy techniques.

The results of potentiodynamic measurements demonstrated that, in the presence of the investigated inhibitors, both anodic and cathodic polarization curves shift toward

lower current densities. At the same time, no significant shift in the corrosion potential was observed (not exceeding  $\pm 85$  mV), indicating that the synthesized compounds act as mixed-type inhibitors, simultaneously suppressing the anodic metal dissolution process and the cathodic hydrogen evolution reaction.

The decrease in corrosion current density in the presence of the inhibitors correlates well with the results of gravimetric measurements. The most pronounced reduction in corrosion current density was observed for compound 2-ethylhexene-2-di[butyraldimine] (4), confirming its highest inhibition efficiency (up to 98.59%). These findings suggest that an increase in the hydrocarbon chain length and the presence of multiple bonds enhance adsorption and promote the formation of a more stable protective film.

**Discussions.** The electrochemical impedance spectroscopy data also confirm the effectiveness of the inhibitors. Nyquist plots reveal an increase in the diameter of the capacitive semicircle in the presence of inhibitors, indicating an increase in charge transfer resistance. The increase in  $R_{ct}$  reflects a slowdown of electrochemical reactions at the metal–solution interface. Simultaneously, a decrease in the double-layer capacitance is observed, which is associated with the displacement of water molecules and ions from the metal surface and their replacement by adsorbed inhibitor molecules.

The reduction in double-layer capacitance can be interpreted as a result of an increase in the thickness of the protective layer and a decrease in the dielectric constant of the near-surface region. This confirms the formation of a dense adsorbed film with barrier properties.

Based on the combined gravimetric and electrochemical data, the following inhibition mechanism can be proposed. Molecules of the synthesized azomethine compounds and amines are adsorbed on the steel surface through donor–acceptor interactions between the lone electron pairs of nitrogen atoms and the vacant d-orbitals of iron atoms. Additional contribution to adsorption arises from the  $\pi$ -electrons of the azomethine group ( $-\text{CH}=\text{N}-$ ) and aromatic fragments (in the case of benzaldehyde derivatives).

Hydrophobic alkyl chains are oriented away from the metal surface toward the solution, forming a barrier layer that impedes the diffusion of aggressive ions ( $\text{H}^+$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ) to the metal surface. As a result, a combined protective film is formed, incorporating both physical and chemical adsorption components.

Thus, the inhibition mechanism of the synthesized compounds is governed by adsorption on active surface sites, blocking of anodic and cathodic reactions, formation of a dense hydrophobic protective film, an increase in charge transfer resistance, and a decrease in double-layer capacitance.

The obtained electrochemical data are in good agreement with the gravimetric results and confirm the high efficiency of the synthesized ammonia-based compounds as corrosion inhibitors for steel in acidic media.

Experimental studies demonstrated that the synthesized ammonia-containing compounds exhibit high corrosion inhibition efficiency for steel in acidic media, comparable to, and in some cases exceeding, the performance of commercially used inhibitors. The maximum protective activity of 2-ethylhexen-2-di[butyraldimin] reaches 98.59 %, which is significantly higher than the efficiency of conventional organic

inhibitors such as amines and amino acids, whose performance typically ranges from 70–90 % under similar conditions.

A comparison with industrial products highlights the following advantages of the synthesized compounds:

- High inhibitory activity at moderate concentrations – the optimal range is 2–3 g/L, within which a dense and uniform protective film is formed. While comparable to industrial inhibitors, the synthesized hydroxylamines provide a higher protection coefficient (up to 70.93 for Kp), reflecting more complete blocking of both anodic and cathodic processes.

- Temperature stability – inhibition efficiency is maintained at moderate temperature increases up to 40°C, with partial loss at 60°C. Many commercially applied inhibitors lose protection more rapidly due to weak adsorption and desorption from the metal surface.

- Mechanism of action – a combination of physical and chemical adsorption, formation of coordination bonds via donor-acceptor centers, and  $\pi$ -electrons of the azomethine group. Industrial inhibitors often rely primarily on physical adsorption or limited chemical interaction, which reduces the durability of the protective layer.

- Structural flexibility and feedstock availability – using both higher and lower aldehydes, including petrochemical by-products, allows the synthesis of compounds with varied hydrocarbon chain lengths and functional groups. This enables “fine-tuning” of properties, which is difficult to achieve with industrial inhibitors.

- Economic and environmental advantages – the synthesized compounds can be obtained from readily available, including secondary, raw materials, reducing cost and increasing environmental feasibility compared to industrial inhibitors based on expensive amines or aromatic compounds.

Consequently, the synthesized ammonia-containing hydroxylamines demonstrate high potential as effective, economical, and environmentally justified alternatives to industrial corrosion inhibitors, combining high protective activity, temperature resilience, structural adaptability, and raw material accessibility. Their use enables the formation of more stable protective films, extends equipment service life, and reduces operational costs.

**Conclusion.** Thus, as a result of the conducted studies, a new method for the condensation of higher aldehydes with ammonia in the presence of more reactive lower aldehydes was developed and experimentally validated. The proposed approach allows for increased reaction efficiency, milder synthesis conditions, and an expanded raw material base through the use of readily available aldehydes of various structures. This provides a foundation for scaling up the process and implementing it in practical organic synthesis.

It was established that the hydroxylamines synthesized during the reactions exhibit pronounced inhibiting properties. Corrosion tests demonstrated that the protective efficiency of the investigated compounds varies over a wide range, from 84.21% to 98.59%, indicating that the inhibitory effect depends on the chemical nature of the compounds, their concentration, and the conditions of application. The high levels

of protective efficiency suggest that the obtained hydroxyamines can be considered promising components of inhibitor formulations.

The practical significance of these results lies in the potential application of the synthesized hydroxyamines as effective corrosion inhibitors in various industrial sectors, including oil and gas, chemical, and metallurgical industries. The use of these compounds can contribute to extended service life of metallic equipment, reduced operational costs, and improved reliability of technological systems. Additionally, the results open avenues for further optimization of inhibitor structures and the development of new protective materials based on these hydroxyamines.

### References

- Altsybeeva A.I., Tronova E.A. & Burlov V.V. (2014) Hydrocarbon-soluble metal corrosion inhibitors. II. Physicochemical aspects of inhibitor action. Amides and salts of carboxylic acids. *International Journal Corrosion and Scale Inhibition*. — Vol.3. — P. 160-166. <https://doi.org/10.17675/2305-6894-2014-3-3-160-166>. (in Eng.).
- Ansari F.A., Verma C., Siddiqui Y.S., Ebenso E.E. & Quraishi M.A. (2018) Volatile corrosion inhibitors for ferrous and non-ferrous metals and alloys: A review. *International Journal of Corrosion and Scale Inhibition*. — Vol. 2(7). — P. 126-150. [10.17675/2305-6894-2018-7-2-2](https://doi.org/10.17675/2305-6894-2018-7-2-2) (in Eng.).
- Avdeev Ya.G., Kuznetsov Yu.I. et al. (2010) Ob ingibirovanii al'degidami korrozii stali v rastvorakh mineral'nykh kislot. *Korroziya: materialy, zashchita* [On the inhibition of aldehyde corrosion of steel in solutions of mineral acids. Corrosion: materials, protection]. — №10. — P. 31-41 (in Russ.).
- Cao S., Liu D., Ding H., Lu H., Gui J. (2020) Towards understanding corrosion Inhibition of sulfonate. carboxylate functionalized ionic liquids: An Experimental and Theoretical Study. *Journal of Colloid and InterfaceScience*. — Vol. 579. — P. 315 – 329. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2020.04.019> (in Eng.).
- Dinodi N., Nityananda A.Sh. (2014) Alkyl carboxylates as efficient and green inhibitors of magnesium alloy ZE41 corrosion in aqueous salt solution. *Corrosion Science*. — Vol. 85. — P. 411-427. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2014.04.052> (in Eng.).
- Ivanov E.S., Timonin V.P. (1988) Proizvodstvo i perspektivy primeneniya ingibitorov korrozii v khimicheskoi promyshlennosti. *Khimicheskaya promyshlennost'*. — T. №12. — P. 717-720 (in Russ.).
- Kurbanov L.M., Eshmatova N.B., Akbarov Kh.I., Kholikova Z.Z. (2023) Dvukhkomponentnye ingibitory na osnove organicheskikh aminov i khromsoderzhashchikh soedinenii. *Zhurnal "Kimyo"* (Uzbekistan).— T3(1). — P. 57-64. (in Russ.).
- Kuznetsov Yu.I. (2016). Organic corrosion inhibitors: where are we now? A review. Part II. Passivation and the role of chemical structure of carboxylates. *International Journal Corrosion and Scale Inhibition*, — Vol.5(4). — P. 282-318. <https://doi.org/10.17675/2305-6894-2016-5-4-1> (in Eng.).
- Liu J.Z., Cai J.S., Shi L., Zhao D., Chen C.C., Jiang Q. & Sha J.F. (2017) Corrosion behavior of carbon steel in chloride contaminated simulated concrete pore solution with carboxylate of benzoic acid and dimethylethanolamine. *Anti-Corrosion Methods and Materials*. — Vol. 64(5). — P. 555-562. <https://doi.org/10.1108/ACMM-03-2016-1654> (in Eng.).
- Ojo F.K., Adejoro I.A., Akromie K., Ogunyemi B., Oyeka E.E. (2018) Effect of Iodide Ions on the Inhibitive Performance of O-, M-, PNitroaniline on Mild Steel in Hydrochloric Acid Solution. *Journal Applied Sciences and Environmental Management*. — Vol. 22(5). — P. 775–782. <https://doi.org/10.4314/jasem.v22i5.32> (in Eng.).
- Puzikova D., Khussurova G., Leontyeva X., Kholkin O., Kenzin N., Zhurinov M., Peshaya S. (2025) Review of organic corrosion inhibitors: application with respect to the main functional group. *Journal of Saudi Chemical Society*. — Vol. 29, Article 20. <https://doi.org/10.1007/s> (in Eng.).
- Rozenfel'd I.L., Akimov A.G., Astaf'ev M.G. (1977) Ingibitory kislotnoi korrozii metallov. *Zashchita metallov*. — T.12, №2. — S.167 – 169 (in Russ.).
- Valdez B., Schorr M., Cheng N., Beltran E. & Salinas R. (2018) Technological applications of volatile corrosioninhibitors. *Corrosion Reviews*. — Vol. 36(3), — P. 227-238. <https://doi.org/10.1515/correv-2017-0102> (in Eng.).

Vdovenko I.D., Perekhrest N.A., Lisogor A.I. (1981) Elektrodnye protsessy pri elektroosazhdenii i rastvorenii metallov. Ukrainskii zhurnal. — T. 47, №7. — S.683 – 686 (in Russ.).

Yusupov M.A. (2025) Antikorrozionnoe deistvie aminov i ikh proizvodnykh (sintez ingibitora na osnove oleinovoii kisloty, dietilamina i bornoi kisloty). Proceedings of International Conference of Science & Technology. <https://doi.org/10.17122/ogbus-2019-3-116-125> (in Russ.).

## **Publication Ethics and Publication Malpractice in the journals of the Central Asian Academic Research Center LLP**

For information on Ethics in publishing and Ethical guidelines for journal publication see <http://www.elsevier.com/publishingethics> and <http://www.elsevier.com/journal-authors/ethics>.

Submission of an article to the journals of the Central Asian Academic Research Center LLP implies that the described work has not been published previously (except in the form of an abstract or as part of a published lecture or academic thesis or as an electronic preprint, see <http://www.elsevier.com/postingpolicy>), that it is not under consideration for publication elsewhere, that its publication is approved by all authors and tacitly or explicitly by the responsible authorities where the work was carried out, and that, if accepted, it will not be published elsewhere in the same form, in English or in any other language, including electronically without the written consent of the copyright-holder. In particular, translations into English of papers already published in another language are not accepted.

No other forms of scientific misconduct are allowed, such as plagiarism, falsification, fraudulent data, incorrect interpretation of other works, incorrect citations, etc. The Central Asian Academic Research Center LLP follows the Code of Conduct of the Committee on Publication Ethics (COPE), and follows the COPE Flowcharts for Resolving Cases of Suspected Misconduct ([http://publicationethics.org/files/u2/New\\_Code.pdf](http://publicationethics.org/files/u2/New_Code.pdf)). To verify originality, your article may be checked by the Cross Check originality detection service <http://www.elsevier.com/editors/plagdetect>.

The authors are obliged to participate in peer review process and be ready to provide corrections, clarifications, retractions and apologies when needed. All authors of a paper should have significantly contributed to the research.

The reviewers should provide objective judgments and should point out relevant published works which are not yet cited. Reviewed articles should be treated confidentially. The reviewers will be chosen in such a way that there is no conflict of interests with respect to the research, the authors and/or the research funders.

The editors have complete responsibility and authority to reject or accept a paper, and they will only accept a paper when reasonably certain. They will preserve anonymity of reviewers and promote publication of corrections, clarifications, retractions and apologies when needed. The acceptance of a paper automatically implies the copyright transfer to the Central Asian Academic Research Center LLP.

The Editorial Board of the Central Asian Academic Research Center LLP will monitor and safeguard publishing ethics.

Правила оформления статьи для публикации в журнале смотреть на сайтах:

**[www.nauka-nanrk.kz](http://www.nauka-nanrk.kz)**

**<http://chemistry-technology.kz/index.php/en/arhiv>**

**ISSN 2518-1491 (Online), ISSN 2224-5286 (Print)**

Ответственный редактор *А. Ботанқызы*

Редакторы: *Д.С. Аленов, Т. Апендиев*

Верстка на компьютере *Г.Д. Жадырановой*

Подписано в печать 31.03.2026.

Формат 60x88<sup>1</sup>/<sub>8</sub>.

22,0 п.л. Заказ 1.

---

*«Central Asian Academic Research Center» LLP*

*Алматы, Қонаев к-сі, 142*