

**ACADEMIC SCIENTIFIC
JOURNAL OF CHEMISTRY**

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

**№2
2026**

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



ACADEMIC SCIENTIFIC JOURNAL OF CHEMISTRY

2 (467)

APRIL – JUNE 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 Жұрынұлы, химия ғылымдарының докторы, профессор, ХФАҚ 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 Енокович (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), Реддинг университетінің профессоры (Реддинг, 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 (Карачи, 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/arithv>

© 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 Енокович (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 Драгметович, 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 № KZ23VPY00121156 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

Akimbekova B.B., Karilkhan A., Zhorabek A.A., Bakyt Z.E. Selective flotation of sulfide copper ores.....	11
Assembayeva E.K., Dikhanbay S. Zh., Nurmukhanbetova D. E., Toktamyssova A.B., Tulegenova G. Physical, chemical, and biochemical properties of vegetable juices fermented by the <i>Lactobacillus plantarum</i> strain.....	23
Baidul M., Zhalgasbek N., Shybyray Ye., Muzaffarova N.Sh., Jenis J. Determination of antimicrobial activity and GC-MS analysis of <i>Artemisia scopiforme</i> extract.....	41
Baikenov Ye.A., Safarov R.Z., Shomanova Zh.K. TGA-DSC quantification of calcite with XRF cross-validation in Central Kazakhstan manganese ores.....	55
Baisalova G., Bauyrzhan A., Bakdaulet A., Taltenov A., Akpayeva K. Determination of sodium and potassium ion content in the plant common mallow by a potentiometric method with an ion-selective electrode.....	75
Duzelbayeva S.D., Kassenova B.A., Akhatova Z.S., Konuspayev S.R. The composition of wool fat and its physiological effect on living organisms.....	88
Erkinqyzy A., Zholdas M., Kudaibergenova B.M., Dyusebaeva M.A. Study of the pharmacognostic characteristics of <i>Maclura pomifera</i>	104
Yegissinova A.M., Nurlybayeva A.N., Taubayeva R.S., Seitkan A.S., Matniyazova G.K. Effect of ultrasound-treated cellulose filler on the morphology and intermolecular interactions of TPS matrix.....	118
Jumadilov T.K., Khimersen Kh., Imangazy A., Olzhabekova G. Study of the sorption capacity of an interpolymer system based on industrial ion exchangers KU-2-8 and AV-17-8 towards vanadium and molybdenum ions.....	131
Zamanbekova A.T., Talgatov E.T., Jumekeyeva A.I., Akhmetova S.N., Saryuisin S.N. Sorption properties of titanium dioxide toward polymer modifiers of different nature.....	143
Imangaliyeva B., Arynova K., Trenova A., Kozhabay D., Azamatkyzy A. Production of organic glue based on fish scales, study of properties.....	161
Kabdrasova A.Zh., Berganayeva A.E., Baiburkutova M.A., Sadvakas A.M., Bekesheva K.B. Molecular iodine from antiseptic iodophors: compatibility with pharmaceutical excipients and UV-Vis spectroscopic evaluation.....	176

Kanykeshova A.A., Kunarbekova M., Toktar M., Abdukhalikova Sh., Azat S. Hydrothermal and microwave synthesis of porous carbon materials from coffee grounds using KOH and H ₃ PO ₄ for activation.....	191
Kenzhaliev B., Koizhanova A., Abdyl daev N., Magomedov D., Yerdenova M. Study of the behavior of impurity elements during the chemical leaching of copper ore.....	209
Kipchakbayeva A.K., Tagabay A.K., Targyn A.B. Phytochemical analysis of extractive substances and biologically active compounds of <i>Verbascum thapsus</i> l.	223
Kuandykova A.B., Dzhiembaev B.Zh. Synthesis of dialkyl N-(2-phenylethyl)- and N-[2-(3,4-dimethoxyphenyl) ethyl] amidophosphates under todd-atherton reaction conditions.....	238
Omarova A.A., Nurzhanova S.B., Medetkyzy Z., Saidilda G.T., Abilmagzhanov A.Z. Production of high-octane gasoline by processing N-alkanes over a zeolite-containing catalyst.....	253
Orazbekova R.S., Tungatarova S.A., Baizhumanova T.S., Ilyassova O.S., Kassymkhan K. Steam reforming of bioethanol on a catalyst synthesized by the pechini method.....	272
Seitmagzimova G., Serikbayeva Zh., Serikbaeva B. The effect of phosphorite composition on the decomposition efficiency and filtration properties of phosphogypsum.....	286
Suleimenova M., Jumadilov T., Gražulevičius J. Selective sorption of gold and iron ions from cyanide solutions using Lewatit(h ⁺)–AV-17-8(OH ⁻) and Lewatit(Na ⁺)–AV-17-8(Cl ⁻) interpolymer systems.....	304
Taganov Zh., Kozhanova K., Mombekov S., Ewa P., Jumabayeva S. Stability evaluation of multi-polymer hydrogel bases intended for topical probiotic and postbiotic delivery systems.....	319
Taussarova B.R., Shaikhova Zh.E., Abilkasova S.O. Synthesis of silver nanoparticles to impart antimicrobial properties to biodegradable packaging materials.....	331
Tleuova S.T., Zhussipbek G.S., Raiymbekov Y., Nazarbek U., Pochitalkina I.A. Compositional and microstructural features of lignite deposits.....	347
Toleubekova A., Amantaiuly K., Toktassynov S.K., Toshtay K. Trans and saturated fatty acids in edible oils and fat-based products.....	359

МАЗМҰНЫ

Акимбекова Б.Б., Карилхан А., Жорабек А.А., Бақыт З.Е. Сульфидті мыс кендерін селективті флотациялау.....	11
Асембаева Э.К., Диханбай С.Ж., Нурмуханбетова Д.Е., Токтамысова А.Б., Тулегенова Г.У. <i>Lactobacillus Plantarum</i> штаммымен ашытылған көкөніс шырындарының физика-химиялық және биохимиялық қасиеттері.....	23
Байдул М., Жалғасбек Н., Шыбырай Е., Музаффарова Н.Ш., Жеңіс Ж. <i>Artemisia Scopiforme</i> сығындысының микробқа қарсы белсенділігі мен GC-MS талдауы.....	41
Байкенов Е.А., Сафаров Р.З., Шоманова Ж.К. Орталық Қазақстан марганец кендеріндегі кальцитті ТГА-ДСК әдісімен сандық бағалау және РФА бойынша кросс-валидация.....	55
Байсалова Ғ., Бауыржан А., Бақдәулет А., А. Талтенов, Акпаева Қ. Орман құлқайыры өсімдігіндегі натрий және калий иондарының мөлшерін ионселективті электрод қатысында потенциометриялық әдіспен анықтау.....	75
Дүзелбаева С.Д., Қасенова Б.А., Ахатова З.С., Қонысбаев С.Р. Жүн майының құрамы және оның тірі организмге физиологиялық әсері.....	88
Еркинқызы А., Жолдас М., Қудайбергенова Б.М., Дюсебаева М.А. <i>Maclura Pomifera</i> өсімдігінің фармакогностикалық сипаттамаларын зерттеу.....	104
Егисинаова А.М., Нурлыбаева А.Н., Таубаева Р.С., Сейтқан А.С., Матниязова Г.К. Ультрадыбыстық өңделген целлюлоза толтырғышының ТПК матрицасының морфологиясы мен молекулааралық өзара әрекеттесуіне әсері.....	118
Джумадилов Т.К., Химэрсэн Х., Имангазы А., Олжабекова Г. КУ-2-8 және АВ-17-8 өндірістік иониттері негізіндегі интерполимерлі жүйенің ванадий және молибден иондарын сорбциялау қабілетін зерттеу.....	131
Заманбекова А.Т., Талғатов Э.Т., Джумекеева А.И., Ахметова С.Н., Сарыүйсін С.Н. Табиғаты әртүрлі полимерлік модификаторларға қатысты титан диоксидінің сорбциялық қасиеттері.....	143
Имангалиева Б., Арынова К., Тренова А., Қожабай Д., Азаматқызы А. Балық қабыршағы негізінде органикалық желім алу, қасиеттерін зерттеу.....	161
Кабдраисова А.Ж., Берганаева А.Е., Байбуркутова М.А., Садвақас Ә.М., Бекешева Қ.Б. Антисептикалық йодофорлардан алынған молекулалық йод: фармацевтикалық қосалқы заттармен үйлесімділігін уф-спектроскопия әдісімен зерттеу.....	176

Қаныкешова А.А., Қунарбекова М.С., Тоқтар М., Абдухаликова Ш., Азат С. КОН және H_3PO_4 қолдана отырып, кофе ұнтағынан кеуекті көміртекті материалдарды гидротермальды және микротолқынды синтездеу.....	191
Кенжалиев Б., Қойжанова А., Абдылдаев Н., Магомедов Д., Ерденова М. Мыс шикізатын химиялық шаймалау кезіндегі қоспа элементтерінің әрекетін зерттеу.....	209
Кипчакбаева А.К., Тағабай Ә.Қ., Тарғын А.Б. <i>Verbascum Thapsus</i> L. өсімдігінің экстрактивті заттары мен биологиялық белсенді қосылыстарының фитохимиялық талдауы.....	223
Қуандықова А.Б., Джиембаев Б.Ж. Тодд-атертон реакциясы жағдайында диалкил N-(2-фенилэтил)- және N-[2-(3,4-диметоксифенил)-этил]амидофосфаттардың синтезі.....	238
Омарова А.А., Нуржанова С.Б., Медетқызы З., Сайділді Ғ.Т., Абильмағжанов А.З. Цеолитқұрамды катализаторда қ-алкандарды өндеп жоғары сапалы бензин алу.....	253
Оразбекова Р.С., Тунгатарова С.А., Байжұманова Т.С., Ильясова О.С., Қасымқан Қ. Печини әдісімен синтезделген катализаторда бумен биоэтанолды реформингтеу.....	272
Сейтмағзимова Г.М., Серікбаева Ж.С., Серикбаева Б.С., 2026. Фосфорит құрамының ыдырау тиімділігіне және фосфогипстің сүзу қасиеттеріне әсері.....	286
Сүлейменова М., Джумадилов Т., Гражулявичюс Ю. Цианидті ерітінділерден алтын мен темір иондарын Lewatit(h^+)–AV-17-8(OH^-) және Lewatit(Na^+)–AV-17-8(Cl^-) интерполимерлік жүйелерімен селективті сорбциялау.....	304
Таганов Ж., Кожанова К., Момбеков С., Ева Р., Жұмабаева С. Көпполимерлі гидрогельді негіздердің топикалық пробиотикалық және постбиотикалық жеткізу жүйелері үшін тұрақтылығын бағалау.....	319
Таусарова Б.Р., Шаихова Ж.Е., Әбілқасова С.О. Биоыдырайтын орама материалдарына антимикробтық қасиет беру үшін күміс нанобөлшектерін синтездеу.....	331
Тлеуова С., Жүсіпбек Г., Райымбеков Е., Назарбек У., Почиталкина И. Қоңыр көмір кен орындарының құрамдық және микроқұрылымдық ерекшеліктері.....	347
Төлеубекова А.Ғ., Амантайұлы Қ., Токтасынов С.К., Тоштай Қ. Сұйық майлар мен май негізіндегі өнімдердегі транс және қаныққан май қышқылдары.....	359

СОДЕРЖАНИЕ

Акимбекова Б.Б., Карилхан А., Жорабек А.А., Бакыт З.Е. Селективная флотация сульфидных медных руд.....	11
Асембаева Э.К., Диханбай С.Ж., Нурмуханбетова Д.Е., Токтамысова А.Б., Тулегенова Г.У. Физико-химические и биохимические свойства овощных соков, ферментированных штаммом <i>Lactobacillus plantarum</i>	23
Байдул М., Жалгасбек Н., Шыбырай Е., Музаффарова Н.Ш., Женис Ж. Определение антимикробной активности и ГХ-МС-анализ экстракта <i>Artemisia scopiforme</i>	41
Байкенов Е.А., Сафаров Р.З., Шоманова Ж.К. Количественная оценка калыцита методом ТГА-ДСК с кросс-валидацией по РФА в марганцевых рудах Центрального Казахстана.....	55
Байсалова Г., Бауыржан А., Бакдаулет А., Талтенов А., Акпаева К. Определение содержания ионов натрия и калия в растении лесная мальва потенциометрическим методом с ионселективным электродом.....	75
Дузелбаева С.Д., Касенова Б.А., Ахатова З.С., Конуспаев С.Р. Состав шерстного жира и его физиологическое действие на живой организм.....	88
Еркинқызы А., Жолдас М., Кудайбергенова Б.М., Дюсебаева М.А. Изучение фармакогностических характеристик <i>Maclura pomifera</i>	104
Егиснинова А.М., Нурлыбаева А.Н., Таубаева Р.С., Сейткан А.С., Матниязова Г.К. Влияние обработанного ультразвуком целлюлозного наполнителя на морфологию и межмолекулярные взаимодействия в матрице ТПК.....	118
Джумадилов Т.К., Химэрсэн Х., Имангазы А., Олжабекова Г. Исследование сорбционной способности интерполимерной системы на основе промышленных ионитов КУ-2-8 и АВ-17-8 по отношению к ионам ванадия и молибдена.....	131
Заманбекова А.Т., Талгатов Э.Т., Джумекеева А.И., Ахметова С.Н., Сарыүйсін С.Н. Сорбционные свойства диоксида титана по отношению к полимерным модификаторам различной природы.....	143
Имангалиева Б., Арынова К., Тренова А., Қожабай Д., Азаматқызы А. Получение органического клея на основе рыбной чешуи и изучение его свойств.....	161
Кабдраисова А.Ж., Берганаева А.Е., Байбуркутова М.А., Садвакас А.М., Бекешева К.Б. Молекулярный йод из антисептических иодофоров: исследование совместимости с фармацевтическими вспомогательными веществами методом УФ-спектроскопии.....	176

Каныкешова А.А., Кунарбекова М.С., Тоқтар М., Абдухаликова Ш., Азат С. Гидротермальный и микроволновый синтез пористых углеродных материалов из кофейного жмыха с применением КОН- и H_3PO_4 -активации.....	191
Кенжалиев Б., Койжанова А., Абдылдаев Н., Магомедов Д., Ерденова М. Исследование поведения примесных элементов при химическом выщелачивании медного сырья.....	209
Кипчакбаева А.К., Тагабай А.К., Таргын А.Б. Фитохимический анализ экстрактивных веществ и биологически активных соединений растения <i>Verbascum thapsus</i> L.....	223
Куандыкова А.Б., Джиембаев Б.Ж. Синтез диалкил N-(2-фенилэтил)- и N-[2-(3,4-диметоксифенил) этил] амидофосфатов в условиях реакции Тодда–Аттертона.....	238
Омарова А.А., Нуржанова С.Б., Медеткызы З., Сайділдә Ғ.Т., Абиьмагжанов А.З. Получение высокооктанового бензина путём переработки n-алканов на цеолитсодержащем катализаторе.....	253
Оразбекова Р.С., Тунгатарова С.А., Байжуманова Т.С., Ильясова О.С., Касымқан К. Паровой риформинг биоэтанола на катализаторе, синтезированном методом Печини.....	272
Сейтмагзимова Г.М., Серикбаева Ж.С., Серикбаева Б.С. Влияние состава фосфорита на эффективность разложения и фильтрующие свойства фосфогипса.....	286
Сулейменова М., Джумадилов Т., Гражулявичюс Ю. Селективное извлечение ионов золота и железа из цианидных растворов интерполимерными системами Lewatit(H^+)–AV-17-8(OH^-) и Lewatit(Na^+)–AV-17-8(Cl^-).....	304
Таганов Ж., Кожанова К., Момбеков С., Poleszak E., Жумабаева С. Оценка стабильности многополимерных гидрогелевых основ, предназначенных для топических пробиотических и постбиотических систем доставки.....	319
Таусарова Б.Р., Шаихова Ж.Е., Абилкасова С.О. Синтез наночастиц серебра для придания антимикробных свойств биоразлагаемым упаковочным материалам.....	331
Глеуова С., Жусипбек Г., Райымбеков Е., Назарбек У., Почиталкина И. Составные и микроструктурные особенности залежей бурого угля.....	347
Толеубекова А.Г., Амантайулы К., Токтасынов С.К., Тоштай К. Транс- и насыщенные жирные кислоты в пищевых маслах и жировых продуктах.....	359

© **Akimbekova B.B., Karilkhan A., Zhorabek A.A., Bakyt Z.E., 2026.**
Abylkas Saginov Karaganda Technical University, Karaganda, Kazakhstan.
E-mail: aia86@mail.ru

SELECTIVE FLOTATION OF SULFIDE COPPER ORES

Akimbekova Bakhyt — Candidate of Chemical Sciences, Associate Professor, Karaganda State Technical University, Karaganda, Kazakhstan,

E-mail: akimbekova.b@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-7413-1914>;

Zhorabek Aigul — «Abylkas Saginov Karaganda Technical University», Karaganda, Kazakhstan,

E-mail: aia86@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4309-9720>;

Karilkhan Aidyngul — «Abylkas Saginov Karaganda Technical University», Karaganda, Kazakhstan,

E-mail: aidynguljj@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1568-7904>;

Bakyt Zamira — Undergraduate student in Mineral Processing, «Abylkas Saginov Karaganda Technical University», Karaganda, Kazakhstan,

E-mail: zamira.bakyt@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0002-1455-5069>.

Abstract. The article examines the conditions of selective flotation of galena from copper–sulfide ores. Selective flotation of galena occurs when elemental sulfur, which is hydrophobic, forms on its surface, while oxygen-containing compounds on the surface of copper sulfides exhibit increased wettability.

To identify compositional differences in the surface compounds of galena and copper sulfides (chalcocite, bornite, chalcopyrite), the effects of two stage-specific reagents were studied: sodium thiosulfate ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 5\text{H}_2\text{O}$) and potassium ferricyanide $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. The flotation of the valuable minerals is carried out without collectors, based on the natural floatability of galena. On the chalcocite surface, the action mechanism of sodium thiosulfate consists in increasing hydrophilic oxygen-containing zones as a result of the formation of thiosulfate copper complexes. When interacting with the galena surface, sodium thiosulfate slows the oxidation of elemental sulfur and reduces sulfur within the surface layer, thereby enhancing its hydrophobization. IR spectroscopy results revealed the presence of elemental sulfur on the galena surface and of oxygen-containing compounds on copper minerals; differential thermal analysis determined the degree of mineral wettability. Mineralogical analysis established that sodium thiosulfate suppresses (inhibits) the flotation of chalcocite and bornite. To determine the degree of surface hydration of sulfide minerals, differential thermal analysis in combination with thermogravimetric analysis was employed. The differential thermal analysis curves

exhibited endothermic peaks caused by the desorption of physically bound water from the mineral surface upon heating. The degree of surface hydration was characterized by the onset temperature of the endothermic effect (t^0C), the proportion of adsorbed moisture relative to the total (n), and the desorption heat QD. A decrease in the onset temperature of the endothermic effect indicates an increase in surface hydrophobicity, since at lower temperatures the adsorbed moisture begins to evaporate, and consequently, the hydrogen bonds are weakened. The obtained results demonstrate that sodium thiosulfate creates favorable conditions for the selective separation of galena from copper sulfides by modifying the physicochemical properties of mineral surfaces. The reagent increases the contrast between the hydrophobicity of galena and the hydrophilicity of copper minerals, thereby improving flotation selectivity. The study confirms the перспективность of reagent regimes based on sulfur-containing compounds for processing complex copper–lead sulfide ores and increasing the efficiency of mineral beneficiation technologies.

Keywords: concentrate, sulfide ore, galena, flotation, selective, chalcocite, chalcopyrite, xanthate, sodium thiosulfate, potassium ferrocyanide, acidic medium

For citations: Akimbekova B.B., Karil Khan A., Zhorabek A.A., Bakyt Z.E. Selective flotation of sulfide copper ores. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. — P. 11-22. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.360>

© Акимбекова Б.Б., Карилхан А., Жорабек А.А., Бақыт З.Е., 2026.

Әбілқас Сағынов атындағы Қарағанды техникалық университеті,
Қарағанды, Қазақстан.
E-mail: aia86@mail.ru

СУЛЬФИДТІ МЫС КЕНДЕРІН СЕЛЕКТИВТІ ФЛОТАЦИЯЛАУ

Акимбекова Бахыт — Әбілқас Сағынов атындағы Қарағанды техникалық университетінің химия және химиялық технология кафедрасының доценті, техника ғылымдарының кандидаты, Қарағанды, Қазақстан,

E-mail: akimbekova.b@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-7413-1914>;

Жорабек Айгуль — Әбілқас Сағынов атындағы Қарағанды техникалық университетінің химия және химиялық технология кафедрасының аға оқытушысы, Қарағанды, Қазақстан,

E-mail: aia86@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4309-9720>;

Карилхан Айдынгүл — Әбілқас Сағынов атындағы Қарағанды техникалық университетінің химия және химиялық технология кафедрасының аға оқытушысы, Қарағанды, Қазақстан,

E-mail: aidynguljj@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1568-7904>;

Бақыт Замира — Әбілқас Сағынов атындағы Қарағанды техникалық университетінің Пайдалы қазбаларды байыту білім беру бағдарламасы, білім алушы, Қарағанды, Қазақстан,

E-mail: zamira.bakyt@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0002-1455-5069>.

Аннотация. Мақалада мыс-сульфид кендерінен галениттің селективті флотация шарттары қарастырылады. Галениттің селективті флотациясы оның құрамында су жұқпайтын қарапайым күкірт пайда болған жағдайда жүреді және мыс сульфидінің бетінде оттегі құрамды қосылыстардың сулануы басым болады. Галенит және мыс сульфидтерінің (халькозин, борнит, халькопирит) бетіндегі қосылыстардың

құрамында айырмашылықтарын білу үшін екі бастапқы реагенттердің әсері зерттелді: натрий тиосульфаты ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 5\text{H}_2\text{O}$) және қызыл қан тұзы $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Пайдалы қазбалардың флотациясы галениттің табиғи флотациясына негізделген жинағышсыз жүзеге асырылады. Халькозин бетінде натрий тиосульфатының әсер ету механизмі тиосульфатты мыс кешендерін қалыптастыру нәтижесінде оттегі бар гидрофильді аймақтарды арттыру болып табылады. Натрий тиосульфаты, галенит бетіндегі әсерлесу кезінде, қарапайым күкірттің тотығуын бәсеңдетеді және оның ішіндегі күкіртті қалпына келтіріп, оның қабатының гидрофобизациясын (су жұқпайтындай етіп) күшейтеді. ИҚ спектроскопиясының нәтижелері галенит бетіндегі қарапайым күкірттің және мыс минералдарының, дифференциалдық термиялық талдау арқылы минералдардың ылғалдану дәрежесінің болуын анықтады. Минералдық талдау натрий тиосульфатының халькозин пен борниттің флотациясын басады (тежейді). Сульфидті минералдар бетінің гидратация дәрежесін анықтау үшін дифференциалды-термиялық талдау термогравиметриялық талдаумен біріктіріліп қолданылды. Дифференциалды-термиялық талдау қисықтарында қыздыру кезінде минералдар бетінде физикалық байланысқан судың десорбциялануынан туындайтын эндотермиялық шыңдар байқалды. Минералдар бетінің гидратация дәрежесі эндоэффекттің басталу температурасы $t^\circ\text{C}$, жалпы мөлшердегі адсорбцияланған ылғалдың үлесі n , және десорбция жылуы Q_d арқылы сипатталды. Эндоэффекттің басталу температурасы төмендеген сайын беттің гидрофобтылығы артады, себебі төменірек температурада адсорбцияланған ылғал булана бастайды және соның нәтижесінде сутектік байланыстар әлсірейді.

Түйін сөздер: концентрат, сульфидті кен, галенит, флотация, селективті, халькозин, халькопирит, ксантат, натрий тиосульфаты, калий ферроцианиді, қышқыл орта

© Акимбекова Б.Б., Карилхан А., Жорабек А.А., Бақыт З.Е., 2026.

Карагандинский технический университет имени Абылкаса Сагинова,

Караганда, Казахстан.

E-mail: aia86@mail.ru

СЕЛЕКТИВНАЯ ФЛОТАЦИЯ СУЛЬФИДНЫХ МЕДНЫХ РУД

Акимбекова Бахыт — Карагандинский технический университет имени Абылкаса Сагинова, кандидат технических наук, Караганда, Казахстан,

E-mail: akimbekova.b@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-7413-1914>;

Жорабек Айгүл — ст. преподаватель кафедры химии и химических технологий Каргандинского технического университета имени Абылкаса Сагинова., Караганда, Казахстан,

E-mail: aia86@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4309-9720>;

Карилхан Айдынгүл — ст. преподаватель кафедры химии и химических технологий Каргандинского технического университета имени Абылкаса Сагинова., Караганда, Казахстан,

E-mail: aidynguljj@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1568-7904>;

Бақыт Замира — студент Каргандинского технического университета имени Абылкаса Сагинова., Караганда, Казахстан,

E-mail: zamira.bakyt@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0002-1455-5069>.

Аннотация. В статье исследованы условия селективной флотации галенита из медно-сульфидных руд. Показано, что эффективное разделение минералов достигается при образовании на поверхности галенита гидрофобной элементной серы, тогда как на поверхности медных сульфидов преобладают гидрофильные кислородсодержащие соединения. Для формирования различий в составе поверхностных продуктов окисления галенита и медных минералов (халькозина, борнита и халькопирита) изучено влияние двух реагентов-депрессоров - тиосульфата натрия ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) и красной кровяной соли $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Флотацию проводили без применения собирателя, используя естественную флотирруемость галенита. Установлено, что механизм действия тиосульфата натрия на поверхность халькозина связан с увеличением количества гидрофильных кислородсодержащих участков вследствие образования тиосульфатных комплексов меди. При взаимодействии с галенитом тиосульфат натрия замедляет окисление элементной серы и в результате внутримолекулярных окислительно-восстановительных процессов способствует дополнительному образованию элементной серы, усиливающей гидрофобность поверхности минерала. Методом ИК-спектроскопии подтверждено наличие элементной серы на поверхности галенита и медных минералов. Минералогический анализ показал, что тиосульфат натрия эффективно подавляет флотацию халькозина и борнита. Для оценки степени гидратации поверхности сульфидных минералов использовали дифференциально-термический и термогравиметрический анализы. На кривых ДТА зафиксированы эндотермические эффекты, обусловленные десорбцией физически связанной воды при нагревании. Степень гидратации поверхности характеризовали температурой начала эндоэффекта, долей адсорбированной влаги и теплотой десорбции. Установлено, что снижение температуры начала эндоэффекта свидетельствует о повышении гидрофобности поверхности, поскольку адсорбированная влага удаляется при более низких температурах, что указывает на ослабление водородных связей. Полученные результаты подтверждают возможность использования тиосульфата натрия в качестве эффективного реагента для селективного разделения галенита и медных сульфидов.

Ключевые слова: сульфидная руда, галенит, селективная флотация, халькозин, борнит, халькопирит, тиосульфат натрия, феррицианид калия, гидрофобность, гидратация поверхности

Introduction. The object of the article's research is copper-sulfide ore containing chalcocite, galena, chalcopyrite, and bornite minerals. The purpose of the research is to reduce the lead (galena) content, as lead pollution of the atmosphere occurs during the metallurgical processing with the exhaust gases of the copper smelter. In the beneficiation of copper-sulfide ores from the Zhezkazgan deposit, a significant amount of associated components is recovered together with the copper concentrate. Among them, lead is the most important: a high lead content in the copper concentrate complicates its metallurgical separation, promotes the accumulation of copper in slags, contaminates

the final product- anode copper and, most importantly, the release of fumes from copper smelters pollutes the atmosphere (Karmazin et al., 2020).

To achieve this objective, the natural flotation advantages of galena compared to copper sulfides were utilized.

The selective flotation of minerals without collectors is based on regulating the composition of their surface compounds. When elemental sulfur forms in the surface layer of sulfide minerals, the flotation rate reaches its maximum (Akimbekova et al., 2024).

The higher the electronegativity of the atoms present in the surface layer, the more strongly the minerals become hydrated. The electronegativity series is known to be $F > O > N > Cl > Br > S > P$. Thus, during selective flotation of galena, free sulfur forms on the mineral surface, whereas oxygen-containing compounds form on the surface of copper sulfides.

Differences in surface compounds are determined by the specific interaction of reagents with active surface sites. The first objective of this study is to create conditions that ensure the formation of free elemental sulfur on the galena surface (Omarova et al., 2025; Karilkhan A. 2024). The second objective is to promote the formation of oxygen-containing compounds on the surface of copper sulfides under the reagent regime. This task can be accomplished through various approaches:

- oxidation of elemental sulfur to sulfoxide compounds;
- formation of insoluble oxygen-containing compounds (salts or complex compounds);
- adhesion of mineral residues formed in the pulp onto the surface;
- introduction of selectively acting depressants.

From the perspective of ecologists and economists, the first three methods have been found preferable, as they allow for reducing reagent consumption, minimizing reagent nomenclature, improving water recycling, and facilitating the treatment of wastewater. Furthermore, during selective flotation, depressants exert a temporary dominant effect on the minerals.

Literary review. The main factors complicating the selective flotation of galena from the Zhezkazgan deposit are the presence of three copper minerals (chalcocite, bornite, and chalcopyrite). Considering this, the present article provides results on the use of two depressants for galena flotation: sodium thiosulfate and potassium ferricyanide. Depressant reagents are inorganic chemicals that increase the wettability of mineral surfaces and prevent the attachment of collectors. Many ores contain several valuable minerals, and to separate them from one another, depressants must be applied. Depressants are principally inorganic chemicals (salts, alkalis, acids) that interact effectively in ionic form.

The hydration of mineral surfaces by depressants occurs through several mechanisms. The primary mechanism is adsorption onto the mineral surface: depressant ions interact with the surface atoms of minerals and form surface compounds similar to those formed by collectors. Inorganic ions attract water molecules according to their charge and remain continuously surrounded by them (ionic hydration). These ions are drawn to the

mineral surface. As a result, the mineral surface becomes hydrated, and the adsorption of collector reagents decreases sharply or ceases completely. Secondly, some depressants remove surface compounds formed through the interaction between collectors and the mineral surface; thus, the mineral surface becomes free of collectors and more highly wetted.

The collector film on the mineral surface can be destroyed in two ways—thermal and chemical. Concentrate evaporation and roasting belong to thermal methods.

Thirdly, several depressant ions (e.g., sodium sulfite) displace collector ions from the mineral surface through substitution.

Fourthly, depressant ions compete with collectors on the mineral surface. As a result, some regions become hydrophilic while others remain hydrophobic. If the hydrophilic regions dominate, the particle does not attach to the bubble.

Fifthly, the mineral surface may be treated with reagents that form hydrophilic, poorly soluble compounds. For example, when calcite or quartz reacts with liquid glass, calcium silicate and silicic acid form. Collectors cannot adsorb onto a mineral surface coated with a poorly soluble silicate film.

Sulfides of heavy metals typically form covalent bonds. The most significant interactions are strong chemical bonds (ionic and polar covalent), accompanied by many intermediate types. The degree of ionic bonding in compounds can be estimated using the electronegativity values of atoms. The calculated ionic bond fractions are: MnO_2 – 44%, ZnS – 22,1%, PbS – 19,7%, FeS – 14,8%.

The greater the proportion of ionic bonding in a mineral, the more strongly it interacts with water; that is, the degree of hydrophilization of the mineral surface becomes higher.

The main processes occurring on the surface of a solid phase include:

- hydration of ions on the solid surface;
- formation of a hydrating water film;
- formation of the electrical double layer;
- complete hydration and diffusion of ions in the surface layer;
- ion exchange between the solid and the aqueous phase of the pulp;
- adsorption and chemisorption of ions and molecules dissolved in the aqueous phase;
- heterogeneous chemical reactions between ions and molecules dissolved in the aqueous phase and the solid;
- adhesion of micelles and micro-particles present in the aqueous phase;
- coagulation or flocculation with other solid particles.

The electrical double layer at the phase boundary arises for two reasons:

- adsorption of certain ions from an electrolyte solution onto the dielectric surface, forming ion pairs;
- ionization of atoms or molecules on the solid surface with the release or capture of ions, depending on the ionization potential, accompanied by ion exchange with the solution.

The formation of the electrical double layer at the metal–solution interface is determined by the magnitude and sign of the potential difference between the metal

and the solution. The ratio of the electrode potential (at zero surface charge) to the normal hydrogen electrode potential is known as the potential of zero charge. It is equal to the EMF of a galvanic cell formed by the given electrode and the normal hydrogen electrode.

When a metal is immersed in water or a solution containing ions of this metal, a double electrical layer is formed and the potential changes abruptly.

In solution, copper dissolves and releases positively charged ions into the medium, while the metal surface itself becomes negatively charged. Due to electrostatic attraction by the negatively charged layer, copper cations do not diffuse deeply into the solution; a dynamic equilibrium is established through the continuous exchange of ions across the interface.

For efficient flotation selectivity, more than half of the coagulated aggregates must be dispersed. Mechanical dispersion is primarily used for this purpose, although in some cases, physicochemical methods are required.

Before the addition of reagents and dispersed air, the flotation pulp constitutes a complex heterogeneous system whose main components are:

a) solid particles with a multicomponent surface, characterized by a diffuse electrical double layer, a surface film adsorbing ions, molecules, and colloidal particles, products of heterogeneous reactions, and chemisorbed ions;

b) a hydrating water film of complex structure, which may be considered a separate phase;

c) a complex aqueous medium whose composition is altered by the dissolution of mineral surfaces and gases;

d) dissolved substances that enter the pulp at different rates;

e) the formation of ionic complexes and molecules.

Materials and methods. To study the effects of flotation depressants, the influence of potassium ferrocyanide and sodium thiosulfate on chalcocite and galena was investigated using a flotation apparatus without froth. The sample weight was 500 mg, and the grinding size was -0.074 mm. Soda was used as the alkalinity regulator of the pulp. The surface of each mineral was treated for one minute with a 1% solution of the corresponding depressant reagent, after which flotation was carried out in a Hallimond tube (Avdohin et al., 2020). The selective flotation of sulfide minerals without collectors is based on the natural floatability of galena and the regulation of the composition of surface compounds (Fazylov et al 2021)

Using a spectrophotometric analysis method, the amount of elemental sulfur on the surfaces of galena and chalcocite was determined after treatment with sodium thiosulfate. The absorption spectrum of the hexane extract was measured at 330 nm using a spectrophotometer. The degree of hydration of galena and chalcocite surfaces was determined by differential thermal analysis (DTA) and thermogravimetric analysis (TGA). This method aims to measure the onset temperature of the endothermic effect t_b , the desorption heat Q_d , and the proportion “n” of adsorbed moisture in the total moisture content.

Laboratory studies were conducted on copper–sulfide underground ores from the

Zhezkazgan deposit containing 0.09% lead. A 1 kg sample was ground in a ball mill to 65% passing -0.074 mm. The experiment was performed according to an open-circuit scheme consisting of primary flotation followed by two cleaning stages. Soda was added as an alkalinity regulator to the pulp before the depressant was added in the primary flotation cycle. The optimal consumption of sodium thiosulfate and soda was determined at pH 9.2, corresponding to the maximum difference in lead and copper recovery, with a sodium thiosulfate consumption of 200 g/t (Figures 1 and 2). The addition of sodium thiosulfate in the cleaning flotation stage does not improve selective flotation.

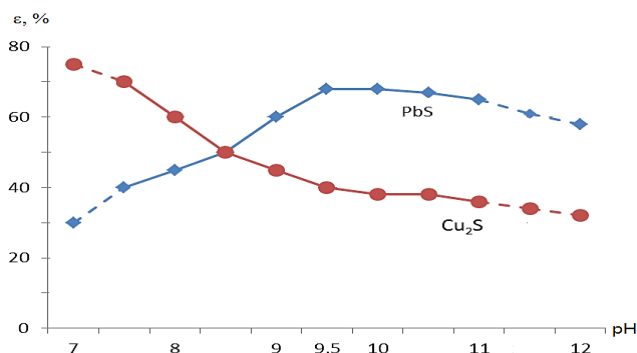


Figure 1 — Effect of the pH value of the pulp on the production of chalcocite and galena

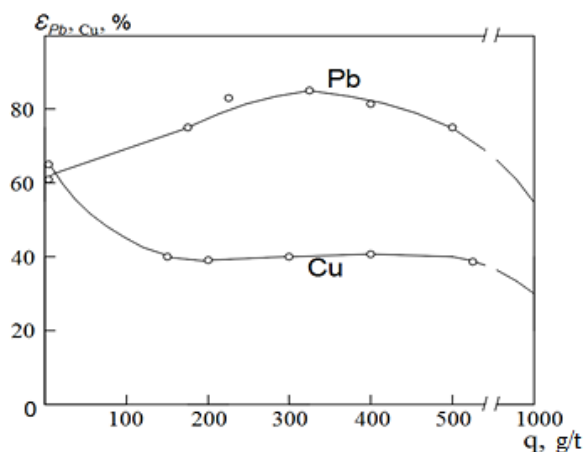


Figure 2 — Influence of sodium thiosulfate ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) consumption on the recovery of lead and copper at pH 9.2

The natural flotation of chalcocite is suppressed by potassium ferricyanide, and at pH 9.2, there is no need to add acid. At the optimal pulp medium of $\text{pH} = 9.2$, with a sodium thiosulfate consumption of 200 g/t during the primary flotation, and with the addition of 5 g/t of ferricyanide during the second cleaning stage, an intermediate lead product of commercial grade is obtained: with a concentrate yield of 0.1%, the product contains 52% Pb and 4.3% Cu. Mineralogical analysis of the concentrates showed that

thiosulfate depresses secondary copper minerals (chalcocite, bornite), with bornite being depressed several times more strongly, while potassium ferricyanide selectively depresses only chalcocite. Chalcopyrite is not depressed by either of these reagents. The mechanism of sodium thiosulfate action has been shown to slow the oxidation of elemental sulfur on the galena surface, leading to the formation of free sulfur via intramolecular redox reactions. The hydrophilization of chalcocite and bornite may be associated with the high content of oxygen-containing compounds in the hydrophilic regions of the copper surface and the formation of thiosulfate complexes.

Potassium ferricyanide exhibits oxidizing and depressing properties in alkaline media: it oxidizes sulfides and monovalent copper ions and, in the second stage, forms poorly soluble ferro- and ferricyanide complexes together with copper cations (Akimbekova et al 2021).

Results. The hypothesized effects of sodium thiosulfate and potassium ferricyanide on galena and copper minerals are supported by the determination of elemental sulfur on the mineral surfaces via extractive spectrophotometry and by assessing the degree of surface hydration through differential thermal analysis. The absorption spectrum of the hexane extract was measured at a wavelength of 330 nm using a *Specord M40* spectrophotometer (Akimbekova et al 2020).

Table 1 — Results of differential thermal analysis and thermogravimetric measurements of sulfide minerals

Mineral	Reagent	t, °C	n, %	Qd, Ѓip. м.
Galena	H ₂ O	50	7,02	7,56
Chalcocite	H ₂ O	65	9,75	12,06
Galena	Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O	32	2,8	3,97
Chalcocite	Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O	57	10,25	10,46
Galena	K ₃ [Fe(CN) ₆]	29	2,30	3,77
Chalcocite	K ₃ [Fe(CN) ₆]	62	4,00	7,14

To determine the degree of hydration on the surface of sulfide minerals, differential thermal analysis (DTA) was used in combination with thermogravimetric analysis (TGA). The DTA curves exhibit an endothermic peak at 100–110°C corresponding to the physical desorption of water from the minerals (Abramov et al 2020; Grjadunov 2014).

Discussion. The degree of hydration of the mineral surface is characterized by the initial temperature of the endothermic effect t⁰C, the proportion of adsorbed moisture (n) relative to the total, and the heat of desorption Q_d (Table 1). Selective flotation of minerals without collectors is based on regulating the composition of surface compounds. Under conditions of elemental sulfur formation on the sulfide surface, their flotation rate reaches a maximum.

Spectrophotometric analysis showed that when galena and chalcocite surfaces were treated with sodium thiosulfate, the amount of absorbed sulfur on galena increased, while on chalcocite it decreased twofold, contributing to the hydrophilization of the chalcocite surface. These results explain the suppression of chalcocite flotation. As the

endothermic temperature decreases, the hydrophobicity of the surface increases because water adsorbed at lower temperatures begins to evaporate, weakening hydrogen bonding. In all cases, the differences in correlation between mineral recovery and the amount of sulfur on the surface were observed depending on the initial endothermic temperature and the desorption heat (Figures 4, Table 2).

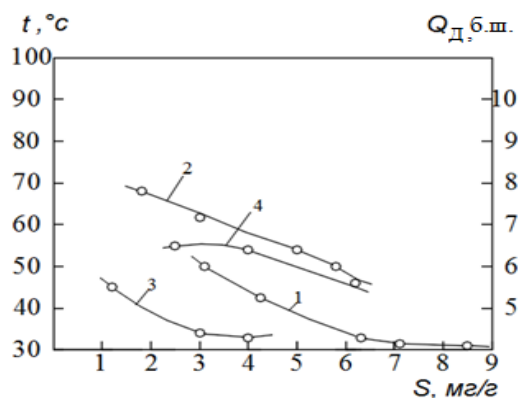


Figure 4 — Dependence of the heat of desorption (Q_d) and the initial temperature of the endothermic effect (t^0C) on the amount of sulfur on the mineral surface

The curves in Figure 4 are arranged according to a specific pattern: for more hydrophobic minerals, they are located in the region of higher heat of desorption and lower endothermic temperatures. Based on these properties, the minerals are ordered as follows: chalcopyrite (curve 3) > galena (curve 1) > chalcocite (curve 4) > bornite (curve 2). This sequence corresponds to the flotation order of the sulfides (Sherembaeva et al 2020). As the temperature decreases, the initial endothermic effect increases in the hydrophobic surface region; that is, at lower temperatures, the adsorbed moisture begins to vaporize, and hydrogen bonds are weakened.

Table 2 — Determination of the amount of adsorbed sulfur on the surface of sulfide minerals by spectrophotometric analysis

Mineral	Sulfur content on the mineral surface		
	Untreated	After treatment with $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$	After treatment with $K_3[Fe(CN)_6]$
Galena	2,98	6,02	7,74
Chalcocite	2,4	1,09	1,01
Chalcopyrite	1,02	1,40	3,7
Bornite	4,01	2,60	1,25

When sulfide minerals were re-treated with sodium thiosulfate, the amount of adsorbed sulfur on galena doubled, while on chalcocite it decreased by 2 times, respectively, in chalcocite it decreases by 2.2 times. After treatment with potassium ferricyanide, the amount of adsorbed sulfur increased 2.6 times on galena and 2.9 times on chalcopyrite, while it decreased 2.4 times on bornite and chalcocite. These results are associated with the suppression of copper mineral flotation.

Conclusion. In summary, the results demonstrate that in the presence of sodium thiosulfate and potassium ferrocyanide, the selective flotation of galena with a collector is enhanced, while the natural flotation of bornite and chalcocite is suppressed.

The mechanism of sodium thiosulfate action on the surface of chalcocite involves the formation of thiosulfate–copper complexes, which increase the oxygen-containing hydrophilic regions. When interacting with the galena surface, sodium thiosulfate slows down the oxidation of elemental sulfur, leading to the formation of free sulfur through intramolecular oxidation–reduction reactions. The elemental sulfur formed on the surfaces of sulfide minerals contributes to increased hydrophobicity.

The correlation between the flotation of galena and copper sulfides is determined by the amount of sulfur on their surfaces, the heat of desorption of water and molecules, and the initial temperature of the endothermic effect.

References

- Akimbekova B.B., Omarova N.K., Sherembaeva R.T. (2024) Flotacijalyk reagentter zhane olardyn koldanyly [Flotation reagent and their use]. Karagandy, KarTU. — 94 p. ISBN 978-601-355-270-5. (in Kazakh)
- Omarova N.K., Akimbekova B.B. (2025) Technology of non-ferrous metal ores. Karaganda, KarTU. Publ. House. — 143 p. (in Eng.)
- Avdohin V. M. (2020) Osnovy obogashheniya poleznyh iskopaemyh [Basics of enrichment of useful casbas]. T.1—2. MGGU, — 417 p. (in Russian)
- Akimbekova B.B., Kaiyrbaeva M.Zh., Amirkhan A.A. (2021) Studying minerals for dressability. Educational edition. Karaganda:KTU. Publ. House. — 93 p. (in English)
- Akimbekova B.B., Kajyrbaeva M.Zh., Amirhan A.A. (2020) Issledovanie poleznyh iskopaemyh na obogatimost [Mineral solubility study]. Karaganda, KarGTU. — 92 p. ISBN 978-601-320-183-2. (in Russian)
- Abramov A.A. Flotatsionnyye metody obogashcheniya. Moskva, MGTU, 2018. — 711 p. (in Russian)
- Abramov A.A. Pererabotka, obogashcheniye i kompleksnoye ispol'zovaniye tverdykh poleznykh iskopayemykh. — Tom 1. «Obogatitel'nyye protsessy i apparaty». Moskva, MGTU, 2018. (in Russian)
- Grjadunov I.V. (2014) Fiziko-himicheskie metody issledovaniya [Physico-chemical research methods]. M.: Jeksmo. — 410 p. (in Russian)
- Karilkhan A. (2024) Chemistry of natural compounds – Karaganda: Abilkas Sagynov KTU Publishing House. — 88 p. (in Eng.)
- Karmazin V.I., Mladeckij I.K., Pilov P.I. (2020) Raschety tehnologicheskikh pokazatelej obogashheniya poleznyh iskopaemyh [Calculation of technological indicators of mineral enrichment] M.: Nedra. — 221 p. (in Russian)
- Nechaev A.P., Bolotov V.M., Komarova E.V., Savvin P.N. (2024) Organicheskaja himija [Organic chemistry]. Izdatel'stvo "Lan" ISBN 978-5-507-48181-1. — 700 p. (in Russian)
- Kosherbaev K. T. (2013) Flotacijalyk bajytu adisteri [Flotation enrichment methods]. Almaty. Daur. — 264 p. (in Kazakh)
- Kozin V.Z. (2011) Issledovanie rud na obogatimost' [Study of ores for enrichment]. Ucheb.posobie. Ekaterinburg. — 90 p. (in Russian)
- Kulazhanov K.S., Syileimenova M.Sh., Hamzina Zh.B. (2015) Beiorganikalyk himiiyan negizderi [Fundamentals of inorganic chemistry]. Almaty: Jekonomika. — 568 p. (in Kazakh)
- Kuznetsov V.V., Aleksandrova T.N. Razrabotka metodov opredeleniya flotiruyemosti mineralov dlya effektivnogo proyektirovaniya tekhnologii flotatsi. Gornyy informatsionno-analiticheskiy byulleten', 2022. — № 10–1. — P. 145–154. (in Russian)
- Oralova A.T., Zhorabek A.A. (2023) Analitikalyk himia [Analytical chemistry]. oku kuraly, Karaganda: Abilkas Sagynov KTU. — 71 p. (in Kazakh)
- Samojlik V. G. (2023) Issledovanie poleznyh iskopaemyh na obogatimost [Study of minerals for enrichment]. Uchebnoe posobie. Moskva, Vologda, Infra –Inzheneriya. — 196 p. (in Russian)

Tyukavkina N. A. (2008) Organic chemistry [Organic chemistry]. B 2 kn. M.: Book 1. — 640 p.; Book 2, — 592. (in Russian)

Fazylov S.D., Muldahmetov M.Z., Sviderskij A.K., Zhakupova D.N. (2014) Fiziko-himicheskie metody issledovaniya struktury organicheskikh soedinenij [Physico-chemical methods for studying the structure of an organic compound]. Pavlodar. — 166 p. (in Russian)

Sherembaeva R.T., Omarova N.K., Rahimbekova A.B. (2020) Pajdaly kazbalardy bajytu negizderi [Basics of enrichment of useful casbas]. Karagandy. KarMTU baspasy. — 40 p. (in Kazakh)

©Assembayeva E.K.^{1*}, Dikhanbay S.Zh.¹,
Nurmukhanbetova D.E.², Toktamyssova A.B.³, Tulegenova G.³ 2026.

¹Almaty Technological University, Almaty, Kazakhstan;

²Narxoz University, Almaty, Kazakhstan;

³Kazakh-Russian Medical University, Almaty, Kazakhstan.

E-mail: asembayevae@bk.ru

PHYSICAL, CHEMICAL, AND BIOCHEMICAL PROPERTIES OF VEGETABLE JUICES FERMENTED BY THE *LACTOBACILLUS* *PLANTARUM* STRAIN

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

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

Dikhanbay Samal — Almaty Technological University, Department of Applied Biotechnology, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: samal.dikhanbay@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0002-5762-6664>;

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

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

Toktamyssova Aiman — candidate of biological sciences, Kazakh-Russian Medical University, Department of Molecular biology, general chemistry and biochemistry with a course in medical genetics, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: a.toktamys@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9215-8291>;

Tulegenova Gulmira — candidate of chemical sciences, Kazakh-Russian Medical University, Department of Molecular biology, general chemistry and biochemistry with a course in medical genetics, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: gulmiratulegenova@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-9396-2617>.

Abstract. This article presents a comprehensive analysis of the physicochemical and biochemical parameters of vegetable juices obtained from beets, carrots, and a 1:1 mixture of the two, fermented with a *Lactobacillus plantarum* strain. The vegetables used for juice extraction were pre-washed, peeled, mechanically crushed, and pasteurized at 72°C for 15 minutes. To assess changes in the fermentation process over time, pH, total titratable acidity, density, and the content of dietary fiber, vitamins, and minerals were determined in juice samples over days 0–7. The results showed that titratable acidity significantly increased in all samples during fermentation (from 1.6–3.5 to 11.8–

13.6), while pH decreased from 6.6–6.2 to 3.5–3.7. These changes are explained by the active conversion of carbohydrates into organic acids by lactic acid bacteria. The most intense changes were observed between 2 and 4 days, with the technologically optimal fermentation period being 3–5 days. Density values ranged from 1030 to 1046 kg/m³ and remained relatively constant across all samples. Dietary fiber levels ranged from 0.61 to 0.86 g/100 ml, with the highest value found in beetroot juice. In terms of mineral content, potassium was the dominant element in all samples (235.2–285.6 mg/100 ml), while beetroot juice was rich in magnesium, phosphorus, and iron. Vitamin analysis revealed that carrot juice was rich in β -carotene (7.5 mg) and B vitamins, while beetroot juice contained a large amount of folate (75.3 μ g). In conclusion, vegetable juice obtained from beets and carrots in a 1:1 ratio was proposed as a balanced probiotic functional drink with high nutritional and biological value.

Keywords: *Lactobacillus plantarum* strain, vegetable juice, fermentation, physicochemical and biochemical parameters

For citations: Assembayeva E.K., Dikhanbay S.Zh., Nurmukhanbetova D.E., Toktamyssova A.B., Tulegenova G. Physical, chemical, and biochemical properties of vegetable juices fermented by the Lactobacillus plantarum strain. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. — P. 23–40. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.361>

© Асембаева Э.К.^{1*}, Диханбай С.Ж.¹, Нурмуханбетова Д.Е.²,
Токтамысова А.Б.³, Тулегенова Г.У.³ 2026.

¹Алматы технологиялық университеті, Алматы, Қазақстан;

²Нархоз университеті, Алматы, Қазақстан;

³Қазақстан-Ресей медициналық университеті, Алматы, Қазақстан.

E-mail: asembayevae@bk.ru

LACTOBACILLUS PLANTARUM ШТАММЫМЕН АШЫТЫЛҒАН КӨКӨНІС ШЫРЫНДАРЫНЫҢ ФИЗИКА-ХИМИЯЛЫҚ ЖӘНЕ БИОХИМИЯЛЫҚ ҚАСИЕТТЕРІ

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

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

Диханбай Самал — Алматы технологиялық университеті, «Қолданбалы биотехнология» кафедрасы, Алматы, Қазақстан,

E-mail: samal.dikhanbay@mail.ru <https://orcid.org/0009-0002-5762-6664>;

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

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

Токтамысова Айман — биология ғылымдарының кандидаты, Қазақстан-Ресей медициналық университеті, «Молекулалық биология, жалпы химия және биохимия кафедрасы медициналық генетика курсымен» кафедрасы, Алматы, Қазақстан,

E-mail: a.toktamys@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9215-8291>;

Түлегенова Гульмира — химия ғылымдарының кандидаты, Қазақстан-Ресей медициналық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: gulmiratulegenova@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-9396-2617>.

Аннотация. Бұл мақалада *Lactobacillus plantarum* штаммымен ашытылған қызылшадан, сәбізден және екеуінің 1:1 көлемдік қоспасынан алынған көкөніс шырындарының физика-химиялық және биохимиялық көрсеткіштерінің кешенді талдауы келтірілген. Шырын алу үшін пайдаланылған көкөністер алдын ала жуылып, аршылып, механикалық түрде ұсақталып, 72°C температурада 15 минут пастерленді. Ферментация процесінің уақытқа тәуелді өзгерістерін бағалау мақсатында 0–7 тәулік аралығындағы шырын үлгілеріндегі рН мәні, жалпы титрлеу қышқылдығы, тығыздық және тағамдық талшық, дәрумендер мен минералды заттар мөлшері анықталды. Алынған нәтижелер ферментация барысында барлық үлгілерде титрлеу қышқылдығы айтарлықтай жоғарылағанын (1,6-3,5-тен 11,8-13,6-ға дейін), ал рН мәні 6,6-6,2-ден 3,5-3,7-ге дейін төмендегенін көрсетті. Бұл өзгерістер сүтқышқылды бактериялардың әсерінен көмірсулардың органикалық қышқылдарға белсенді түрде айналуымен түсіндіріледі. Ең қарқынды өзгерістер 2-4 күн аралығында байқалды, ал технологиялық тұрғыдан оңтайлы ферментация кезеңі 3-5 тәулік екені анықталды. Тығыздық көрсеткіштері 1030-1046 кг/м³ аралығында өзгеріп, барлық үлгілерде салыстырмалы түрде тұрақты болып қалды. Тағамдық талшықтың мөлшері 0,61 және 0,86 г/100 мл аралығында ауытқып тұрды, ең жоғары мән қызылша шырынында болды. Минералдық құрамы бойынша калий барлық үлгілерде басым элемент болды (235,2-285,6 мг/100 мл), ал қызылша шырыны магнийге, фосфорға және темірге бай болды. Дәрумендік құрамын талдау сәбіз шырынының β-каротинге (7,5 мг) және В тобы дәрумендеріне бай екенін, ал қызылша шырынының құрамында фолий қышқылының көп мөлшерде болатынын (75,3 мкг) көрсетті. Қорытындылай келе, қызылша мен сәбіздің 1:1 қатынасында алынған көкөніс шырыны жоғары тағамдық және биологиялық құндылығы бар теңдестірілген пробиотикалық функционалды сусын ретінде ұсынылды.

Түйін сөздер: *Lactobacillus plantarum* штаммы, көкөніс шырыны, ферментация, физика-химиялық, биохимиялық көрсеткіш

© Асембаева Э. К.^{1*}, Диханбай С.Ж.¹, Нурмуханбетова Д. Е.², Токтамысова А.Б.³, Тулегенова Г.У.³ 2026.

¹ Алматинский технологический университет, Алматы, Казахстан;

² Университет Нархоз, Алматы, Казахстан;

³ Казахстанско-Российский медицинский университет, Алматы, Казахстан.

E-mail: asembayevae@bk.ru

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ И БИОХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ОВОЩНЫХ СОКОВ, ФЕРМЕНТИРОВАННЫХ ШТАММОМ *LACTOBACILLUS PLANTARUM*

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

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

Диханбай Самал — Алматинский технологический университет, кафедра «Прикладная биотехнология», Алматы, Казахстан,

E-mail: samal.dikhanbay@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0002-5762-6664>;

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

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

Токтамысова Айман — кандидат биологических наук, Казахстанско-Российский медицинский университет, кафедра «Молекулярная биология, общая химия и биохимия с курсами медицинской генетики», Алматы, Казахстан,

E-mail: a.toktamys@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9215-8291>;

Тулегенова Гульмира — кандидат химических наук, Казахстанско-Российский медицинский университет, кафедра «Молекулярная биология, общая химия и биохимия с курсами медицинской генетики», Алматы, Казахстан,

E-mail: gulmiratulegenova@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-9396-2617>.

Аннотация. В статье представлен комплексный анализ физико-химических и биохимических свойств овощных соков из свеклы, моркови и их смеси в соотношении 1:1, ферментированных штаммом *Lactobacillus plantarum*. Актуальность исследования обусловлена растущим интересом к разработке функциональных пробиотических напитков растительного происхождения с высокой пищевой и биологической ценностью. Для получения соков овощное сырьё предварительно промывали, очищали, измельчали и пастеризовали при температуре 72 °С в течение 15 минут. В процессе ферментации в течение 0–7 суток определяли значения pH, титруемой кислотности, плотности, а также содержание пищевых волокон, витаминов и минеральных веществ. Установлено, что в ходе ферментации титруемая кислотность всех образцов существенно возрастала с 1,6–3,5 до 11,8–13,6, тогда как значение pH снижалось с 6,2–6,6 до 3,5–3,7. Выявленные изменения обусловлены образованием органических кислот в результате метаболической активности молочнокислых бактерий. Наиболее интенсивное протекание ферментационных процессов наблюдалось на 2–4-е сутки, а оптимальная продолжительность ферментации составила 3–5 суток. Плотность исследуемых образцов изменялась незначительно и находилась в

пределах 1030–1046 кг/м³. Содержание пищевых волокон варьировало от 0,61 до 0,86 г/100 мл, при этом максимальные значения отмечены в свекольном соке. Среди минеральных компонентов доминирующим элементом во всех образцах являлся калий (235,2–285,6 мг/100 мл), тогда как свекольный сок отличался повышенным содержанием магния, фосфора и железа. Анализ витаминного состава показал, что морковный сок характеризуется высоким содержанием β-каротина (7,5 мг) и витаминов группы В, а свекольный сок содержит повышенное количество фолиевой кислоты (75,3 мкг). Полученные результаты свидетельствуют о высокой пищевой и функциональной ценности ферментированных овощных соков. Наиболее сбалансированным по составу признан напиток, полученный из смеси свекольного и морковного соков в соотношении 1:1, который может рассматриваться в качестве перспективного пробиотического функционального продукта.

Ключевые слова: *Lactobacillus plantarum*, овощной сок, ферментация, функциональные напитки, физико-химические показатели, биохимический состав, пробиотики

Kіріспе. Соңғы жылдары функционалды тағамдар мен пробиотикалық сусындар адамның физиологиялық жағдайын қолдауға, әсіресе ас қорыту функциясын оңтайландыру тұрғысынан қарқынды зерттелуде. Пробиотикалық микроорганизмдерді пайдаланып жеміс-жидек пен көкөніс шырындарын ашыту дәстүрлі сүт өнімдеріне балама технология болып саналады, олардың тағамдық және функционалдық қасиеттерін жақсартады (Žvirauskienė et al., 2025; Garcia et al., 2020; Voaides et al., 2022). Көкөніс шырындары көмірсуларға, дәрумендерге, минералдарға және биологиялық белсенді қосылыстарға бай болғандықтан, олар пробиотикалық штамдардың өсуі мен метаболикалық белсенділігін қолдау үшін тиімді субстрат болып табылады. Олар сондай-ақ лактозасыз, вегетариандықтарға жарамды және «clean label» белгісіне сәйкес келеді (Szutowska et al., 2020).

Сүтсіз ашытылған жеміс-жидек және көкөніс шырындарына деген қызығушылық соңғы онжылдықта тұтынушылардың пайдалы тағамдар туралы хабардарлығының артуына, лактозаға төзбеушіліктің және вегетариандық үрдістердің таралуына және осы өнімдердің функционалдық қасиеттерін белсенді зерттеуге байланысты артты (Rahman et al., 2023; Malik et al., 2019).

Қызылша мен сәбіз шырыны *Lactobacillus plantarum*, *L. casei*, *L. delbrueckii* және *L. acidophilus* сияқты сүт қышқылы бактерияларының өсуіне ықпал етеді. Ферментация кезінде бұл бактериялар рН мәнін төмендетеді, сүт қышқылын түзеді, антиоксиданттық және бактерияға қарсы белсенділікті арттырады. Пробиотиктер концентрациясы 10⁶–10¹⁰ КТБ/мл мөлшерінде тұрақты болып қалады (Jafar et al., 2019; Yoon et al., 2005; Machulin et al., 2022; Xu et al., 2020; El-Sayed et al., 2016; Tamminen et al., 2013).

Жемістер мен көкөністер қоректік заттарға бай болғанымен, оларды сақтау және өңдеу мүмкіндіктері шектеулі, ал жаңа піскен өнімдерді сатуға қойылатын қатаң талаптар шикізаттың шамадан тыс ысырап болуына әкеледі. Бұл мәселелерді

пешу үшін озық өңдеу технологияларын қолдану өте маңызды. Пробиотикалық ферментация әдістерін қолдана отырып, ашытылған жеміс-жидек және көкөніс шырындарын әзірлеу өнімнің тағамдық және функционалдық қасиеттерін жақсартып қана қоймай, сонымен қатар шикізаттың ысырап болуын азайтады, дәмін жақсартады және түсін байытады (Guan et al., 2021; Žuntar et al., 2020). Көкөністер адам рационында маңызды рөл атқарады, бірақ олардың тез бұзылуы олардың сақтау мерзімін ұзартатын өңдеу әдістерін іздеуді қажет етеді. Көкөністі ферментациялау өнімнің дәмін сақтайды, оның тағамдық және биологиялық құндылығын арттырады және сонымен қатар қосымша құндылыққа ие өнімдер алуға мүмкіндік береді (Enayatian et al., 2025). Осылайша, ферменттелген көкөніс шырындары сүтсіз пробиотикалық функционалды сусындар өндірісінде перспективалы бағыт болып табылады.

Қызылша мен сәбіз Қазақстанда ең көп өсірілетін көкөністердің қатарына жатады. Қызылша биологиялық белсенді заттарға бай, жоғары тағамдық және функционалдық құндылыққа ие. Әдеби деректер олардың құрамындағы беталиндер мен нитраттар антиоксиданттық қасиеттерге ие екенін, жүрек-қан тамырлары функциясын жақсартуға және қан қысымын төмендетуге ықпал ететінін көрсетеді. Осыған байланысты қант қызылшасы функционалды және профилактикалық тағамдық өнім болып саналады (Кароматов и др., 2019). Сәбіз шырыны (*Daucus carota L.*) – жоғары тағамдық және биологиялық құндылығы бар кеңінен тұтынылатын көкөніс шырыны. Әдебиеттерге сәйкес, оның құрамында β-каротин, басқа каротиноидтар, Е және К дәрумендері, В тобы дәрумендері, калий, магний және темір сияқты минералдар айтарлықтай мөлшерде кездеседі. Бұл биологиялық белсенді қосылыстар сәбіз шырынының антиоксиданттық, кардиопротекторлық және гипотензивті әсерін анықтайды, бұл оны функционалды және профилактикалық тағамдық өнім деп санауға мүмкіндік береді (Khomich et al., 2020).

Lactobacillus plantarum факультативті гетероферментативті бактериялар тобына жатады. Бұл түрлер экзополисахаридтер, бактериоциндер, γ-аминомай қышқылы, фолий қышқылы және рибофлавин сияқты биологиялық белсенді қосылыстарды синтездеуге қабілетті және сондықтан оларды тағамды консервілеу үшін пайдалануға болады (Cui et al., 2021). Бұл зерттеудің мақсаты – *Lactobacillus plantarum* штаммының қатысуымен жүргізілген ферментация процесінің қызылша, сәбіз және қызылша-сәбіз негізіндегі шырындардың физика-химиялық көрсеткіштеріне тигізетін әсерін және биохимиялық қасиеттерін бағалау.

Әдеби шолу. Жеміс-көкөніс шырындары табиғи түрде көмірсуларға, дәрумендерге, минералдарға, органикалық қышқылдарға және фитохимиялық заттарға бай, бұл оларды пробиотикалық микроорганизмдердің өсуі мен метаболикалық белсенділігі үшін қолайлы өсіру ортасына айналдырады. *Lactobacillus*, *Bifidobacterium*, *Lactococcus*, *Bacillus* және *Streptococcus* сияқты пробиотикалық бактериялардың әртүрлі тұқымдары өсімдік шырындарының физика-химиялық жағдайларына әртүрлі бейімделу дәрежесін көрсетеді. Бұл айырмашылықтар дайын ферменттелген өнімнің негізгі сипаттамаларына,

соның ішінде антиоксиданттық белсенділікке, сақталу тұрақтылығына, дәм мен хош иіс қасиеттеріне әсер етеді (Žvirdauskienė et al., 2025). Заманауи зерттеулер ферменттеу өсімдік тектес сусындардың биологиялық құндылығын айтарлықтай арттыра алатынын, қоректік заттардың сіңуін жақсарта алатынын және В тобы дәрумендерінің, фенолдық қосылыстардың және антиоксиданттардың құрамын арттыратынын көрсетеді. Сонымен қатар, ферментация өнімнің сақтау мерзімін және микробиологиялық қауіпсіздігін ұзартуға көмектеседі (Saud et al., 2024).

Өсімдік негізіндегі пробиотикалық сусындарды дамыту әсіресе дұрыс тамақтануға және ішек микробиотасының теңгерімсіздігімен байланысты аурулардың алдын алуға қызығушылықтың артуы жағдайында өзекті болып табылады. Урбанизациямен және диеталық әдеттердің өзгеруімен дәстүрлі ашытылған тағамдарды тұтыну төмендеді, бұл жоғары тағамдық құндылықты, жағымды органолептикалық қасиеттерді және қауіпсіздікті біріктіретін жаңа пробиотикалық тасымалдаушыларды іздеуді қажет етті. Көкөніс шырындары табиғи құрамы мен қолжетімділігіне байланысты тірі пробиотикалық дақылдарды жеткізу үшін тиімді матрица ретінде ерекше назар аударады.

Goderska және т.б. авторлар пробиотикалық микроорганизмдерді өсіру үшін матрицалар ретінде сәбіз, қызылша және қызанақ шырындары сияқты көкөніс шырындарын пайдалануды ұсынды. Зерттеу барысында *L. plantarum*, *L. acidophilus* және *L. delbrueckii* штаммдары осы субстраттарда өмір сүрудің және бейімделудің әртүрлі деңгейлерін көрсетті. *L. plantarum* штаммы ең жоғары өміршендігін көрсетті, бұл оның сүтсіз пробиотикалық сусындарды жасауда қолдану мүмкіндігін көрсетеді (Goderska et al., 2022).

Akın және т.б. авторлар *Lactobacillus casei* және *Lactobacillus paracasei* штаммдарын пайдалана отырып, брокколиден, гүлді қырыққабаттан, қызыл қырыққабаттан және ақ қырыққабаттан ашытылған көкөніс шырындарын алды. Авторлар 30 °C температурада 24 сағат ферментациядан кейін және одан кейін 42 күн бойы 4 °C температурада сақтаудан кейін пробиотикалық дақылдардың жоғары өміршендігін сақтағанын атап өтті. Бұл сүтқышқылды бактериялар үшін қоректік орта және функционалды сусындар үшін негіз ретінде көкөніс шырындарының әлеуетін растады (Akin et al., 2016).

Žvirdauskienė және т.б. авторлар *Lactiplantibacillus paracasei* SP5 және *Pediococcus pentosaceus* SP2 пробиотикалық штаммдарымен ашытқаннан кейінгі жеміс және көкөніс шырындарының химиялық құрамына кешенді талдау жүргізді. Нәтижелер фенолдық қосылыстардың, каротиноидтардың және сусындардың антиоксиданттық белсенділігінің айтарлықтай жоғарылауын анықтады. Авторлар пробиотиктермен ферментация өміршең бактерия жасушаларын сақтауға көмектесіп қана қоймай, сонымен қатар сусындардың функционалдық құндылығын арттыратынын атап көрсетті (Žvirdauskienė et al., 2025).

Yuan және т.б. авторлар көкөністер мен өсімдік субстраттарын ферментациядағы пробиотикалық микроорганизмдердің рөлін қарастырды. Олар ферменттеу кезіндегі микробиологиялық процестер органикалық қышқылдар, В тобы дәрумендері, антиоксиданттық қасиеттері бар полифенолдар сияқты

биологиялық белсенді метаболиттердің түзілуіне ықпал ететінін атап өтті. Авторлар ферменттелген өнімдердің сапасы мен тұрақтылығын жақсарту үшін оңтайлы штаммдар мен технологиялық жағдайларды таңдаудың маңыздылығын атап көрсетті (Yuan et al., 2023).

Voaides C басқарған румын ғалымдарының зерттеуі көкөніс шырындарын ферментацияға жарамды сүт қышқылды бактерияларды таңдау мен сипаттауға бағытталған. Антибиотиктерге төзімділік, дәрумендер мен ферменттерді синтездеу қабілеті және дақыл қауіпсіздігі сияқты параметрлер бағаланды. Зерттеу нәтижелері өсімдік шикізатынан қауіпсіз және денсаулыққа пайдалы пробиотикалық сусындар дайындауға мүмкіндік бар екенін дәлелдеді (Voaides et al., 2022).

Көкөніс және жеміс шырындарын пробиотикалық микроорганизмдермен ферментация функционалды сусындарды дамытудың перспективалық бағыты болып табылады. Өсімдік шырындары пробиотикалық дақылдардың өміршеңдігін сақтау және өнімнің биологиялық құндылығын арттыру үшін тиімді орта ретінде қызмет етеді. Ағымдағы зерттеулер ферментация қоректік заттардың сіңуін жақсартатынын, антиоксиданттар мен дәрумендердің құрамын арттыратынын және сусындардың жарамдылық мерзімін ұзартатынын көрсетеді. Оңтайлы штаммдарды таңдау және процесс жағдайларын бақылау тұрақты және функционалды құнды сусындарды өндірудің негізгі факторлары болып табылады.

Зерттеу нысаны мен әдістері. Қызылша мен сәбіз жергілікті сауда орындарынан сатып алынды. Ферментация үшін пробиотикалық қоспа ретінде дайын *Lactobacillus plantarum* (Vitamatic, Ресей) алынды.

Lactobacillus plantarum HP 59 (Vitamatic, Ресей) – нутрициология саласындағы мамандар әзірлеген пробиотикалық қоспа. Өнім еуропалық GMP стандарттарына сәйкес Ресейде өндіріледі және әр партиясы тазалығы мен тиімділігі бойынша лабораториялық бақылаудан өтеді.

Сәбіз бен қызылша көкөністері жуылып, тазартылды. Механикалық сығу арқылы шырын алынды. Әрі қарай талдау жүргізу үшін үш түрлі шырын қолданылды: қызылша, сәбіз және екеуінің қоспасы 1:1 көлем қатынасында. Барлық шырындар жергілікті микрофлораны жою үшін 72°C температурада 15 минут пастерленді.

Органолептикалық көрсеткіштерді бағалау ГОСТ 32100–2013. «Консервілер. Шырын өнімдері. Көкөніс және жеміс-көкөніс шырындары, нектарлары және құрамында шырыны бар сусындар. Жалпы техникалық шарттар» талаптарына сәйкес жүргізілді.

Ферментация процесінің уақытқа тәуелді өзгерістерін бағалау мақсатында 0–7 тәулік аралығындағы шырын үлгілеріндегі рН мәні, жалпы титрлеу қышқылдығы, тығыздығы және дәрумендер мен минералды заттар мөлшері анықталды.

Көкөніс шырындарының белсенді қышқылдығы (рН мәні) потенциометриялық әдіспен анықталды. Өлшеулер зертханалық рН-метр көмегімен жүргізілді. Әрбір шырын үлгісі өлшеу алдында 20 ± 2 °C температураға дейін жеткізілді. Электрод тікелей үлгіге батырылып, көрсеткіш тұрақтанғаннан кейінгі рН мәні алынды.

Көкөніс шырындарының титрлеу қышқылдығы MEMСТ Р 51434-99 «Жеміс және көкөніс шырындары. Титрлеу қышқылдығын анықтау әдісі» стандартына сәйкес сілтімен титрлеу әдісі арқылы анықталса, ал тығыздық ареометрдің көмегімен анықталды.

Тағамдық талшық мөлшері MEMСТ 34844–2022 стандартына сәйкес ферменттік-гравиметриялық әдіспен анықталды.

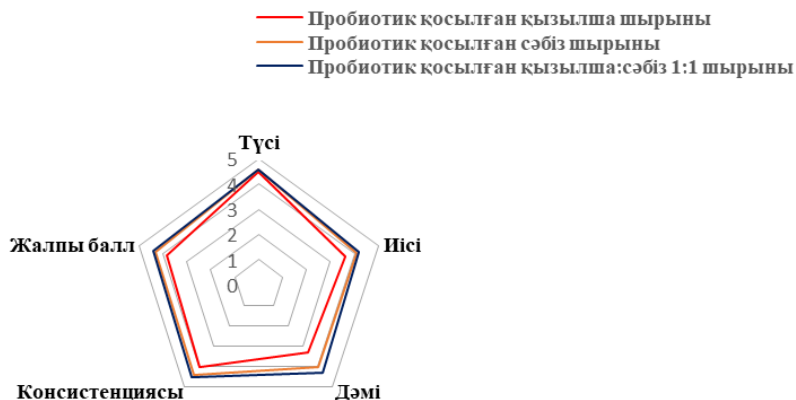
Шырын үлгілеріндегі β -каротин мөлшері спектрофотометриялық әдіс арқылы анықталса, ал В тобындағы дәрумендер және аскорбин қышқылы мөлшері М-04-41-2005 әдістемесі бойынша «Капель-105М» құрылғысында анықталды.

Шырын үлгілеріндегі кальций, калий, натрий, магний, кальций, темір, мырыш, марганец, мыс және фосфор элементтерінің массалық үлесі атомды-адсорбциялық спектрометрия әдісі арқылы анықталды.

Зерттеу нәтижелері. Соңғы уақытта ашытылған тағамдар, әсіресе қоректік заттардың бай көзі болып табылатын сүтқышқылды бактериялармен ферментацияланған көкөніс шырындары танымал болуда.

Пробиотикалық ферментация барысында микроорганизмдердің метаболикалық белсенділігі өнімнің химиялық құрамына әсер етіп, оның органолептикалық қасиеттерінің өзгеруіне ықпал етеді. Осыған байланысты ферментация процесінің өнімнің дәмі, иісі, түсі және консистенциясы сияқты органолептикалық көрсеткіштеріне әсерін бағалау зерттеудің маңызды кезеңдерінің бірі болып табылады.

Зерттеу барысында көкөніс шырындарының органолептикалық көрсеткіштеріне салыстырмалы сенсорлық бағалау жүргізілді. Бағалау сыртқы түрі, түсі, дәмі, иісі және консистенциясы бойынша жүзеге асырылды. Алынған нәтижелер 1-суретте көрсетілген.



Сурет 1 – *L. plantarum* штаммымен ашытылған көкөніс шырындарының профилдік сенсорлық талдау нәтижесі

Органолептикалық көрсеткіштерді сенсорлық бағалау нәтижелері бойынша зерттелген үлгілер арасында ең жоғары балл қызылша–сәбіз (1:1) қоспасында анықталды (4,40 балл). Сәбіз шырыны 4,28 балл жинаса, қызылша шырыны 3,85 балл көрсетіп, зерттелген үлгілер ішінде ең төмен бағаланды.

Көкөніс шырындарының рН мәні олардың микробиологиялық тұрақтылығы мен ферментацияға жарамдылығын айқындайтын негізгі физика-химиялық көрсеткіштердің бірі.

Зерттеу барысында *L. plantarum* штаммымен ашытылған көкөніс шырындағы титрлеу қышқылдығының және рН мәнінің 0–7 тәулік аралығындағы өзгерісіне талдау жүргізілді, нәтижелері 1,2-кестелерде келтірілген.

Кесте 1 – *L. plantarum* штаммымен ашытылған көкөніс шырындарындағы титрлеу қышқылдығы (0–7 тәулік)

Шырын түрі	0	1	2	3	4	5	6	7
Сәбіз шырыны	1,6	6,5	7,0	9,5	10,6	11,0	11,2	11,8
Қызылша шырыны	3,5	5,5	6,5	9,0	10,5	10,8	11,0	12,0
Сәбіз+қызылша шырыны	2,1	5,6	6,6	10,5	10,0	11,5	12,5	13,6

Алынған нәтижелер барлық үлгілерде титрлеу қышқылдығының уақытқа тәуелді жоғарылауын көрсетеді, бұл *Lactobacillus plantarum* штаммының органикалық қышқылдарды белсенді түрде өндіру қабілетін растайды.

рН мәні төмендеуі титрлеу қышқылдығының артуымен тығыз байланысты болды. Бастапқыда титрлеу қышқылдығы төмен болды, сәбіз шырынында –1,6, қызылша шырынында – 3,5 және сәбіз-қызылша шырынында – 2,1. Ферментация кезінде бұл мән барлық шырын үлгілерінде тұрақты түрде өсті. Ең қарқынды жоғарылау 2 - 4 тәулікте байқалды, ферментация барысында титрлеу қышқылдығы 9,0-10,6 жетті. Ферментацияның соңғы кезеңінде (6 - 7 тәулік) титрлеу қышқылдығы ең жоғары мәндерге жетеді, бұл органикалық қышқылдардың, ең алдымен сүт қышқылының жиналуын көрсетеді. Көкөніс шырындарын *Lactobacillus plantarum* штаммымен ашыту кезінде титрлеу қышқылдығы уақыт өте келе айтарлықтай жоғарылады, ең тұрақты және ең жоғары қышқылдық 4 - 7 тәулік аралығында байқалады, бұл сүтқышқылды бактериялардың жоғары метаболикалық белсенділігін көрсетеді.

Кесте 2 – *L. plantarum* штаммымен ашытылған көкөніс шырындарындағы рН мәні (0–7 тәулік)

Шырын түрі	0	1	2	3	4	5	6	7
Сәбіз шырыны	6,6	4,8	4,4	3,8	3,6	3,5	3,5	3,5
Қызылша шырыны	6,3	5,2	4,6	4,0	3,8	3,7	3,6	3,6
Сәбіз + қызылша шырыны	6,2	5,0	4,5	3,9	3,7	3,7	3,6	3,6

Алынған нәтижелерден көкөніс шырындарын *Lactobacillus plantarum* штаммымен ферментациялау кезінде барлық үлгілерде рН мәнінің айқын төмендеуі байқалды. Бастапқы тәулікте (0-тәулік) сәбіз, қызылша және сәбіз-қызылша шырындарының рН мәндері сәйкесінше – 6,6, 6,3 және 6,2 болды, бұл көкөніс шырындарына тән аздап қышқыл немесе бейтарап ортаға сәйкес келеді.

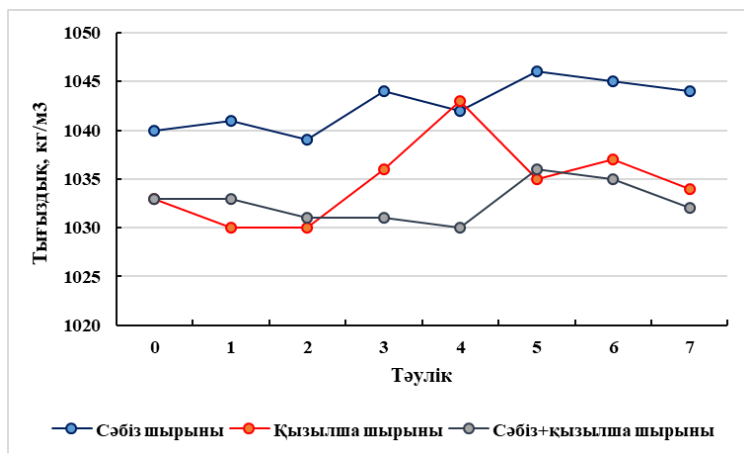
Ферментацияның алғашқы 2-3 тәулігінде рН мәні күрт төмендеді, бұл *L. plantarum* штаммы арқылы көмірсулардың сүт қышқылына белсенді түрде айналуымен байланысты. 3-ші тәулікке қарай барлық үлгілердегі рН мәні 3,8-4,0

аралығына дейін төмендеді. 4-7 тәулікте рН мәндері шамамен 3,5-3,7 деңгейінде салыстырмалы түрде тұрақты болып қалды. Бұл қышқыл орта ферментация процесінің аяқталуға жақындап келе жатқанын көрсетеді. Талдау нәтижелері рН мәні, титрлеу қышқылдығы және сүтқышқылды бактериялар саны арасындағы айқын кері байланыс болатынын көрсетті. Сүтқышқылды бактериялар санының артуы органикалық қышқылдардың жиналуына әкелді, бұл титрлеу қышқылдығын жоғарылатып, рН мәнін төмендетті.

Жалпы алғанда, 3-5 тәулік технологиялық тұрғыдан оңтайлы ферментация кезеңі болып табылады, себебі сүтқышқылды бактериялар саны максималды мөлшерде сақталады және рН мәні микробиологиялық тұрақтылықты қамтамасыз ететін деңгейге жетті.

Шырындардың физика-химиялық тұрақтылығын бағалауда тығыздық маңызды технологиялық көрсеткіштердің бірі болып табылады. Тығыздық еріген құрғақ заттардың (қанттар, органикалық қышқылдар, минералды заттар), коллоидтық бөлшектердің және микробиологиялық өзгерістердің динамикасын жанама түрде сипаттайды.

Осы зерттеуде сәбіз шырыны, қызылша шырыны және олардың 1:1 көлемдік қатынастағы қоспасының 7 тәулік бойындағы тығыздығын анықтауға талдау жүргізілді, нәтижесі төмендегі 2-суретте келтірілген.



Сурет 2 – *L. plantarum* штаммымен ашытылған көкөніс шырындарының тығыздығы (0–7 тәулік)

Көкөніс шырындарының тығыздық көрсеткіштері 7 тәулік бойы салыстырмалы түрде тұрақты деңгейде сақталды және айтарлықтай күрт ауытқулар байқалмады. Бұл зерттелген үлгілердің физика-химиялық тұрақтылығының жеткілікті дәрежеде екенін көрсетеді.

Сәбіз шырынының бастапқы тығыздығы –1040 кг/м³ болды. Екінші тәулікте аздап төмендеу (1039 кг/м³) болғанымен, кейінгі күндері көрсеткіш біртіндеп жоғарылап, 5-тәулікте –1046 кг/м³ ең жоғары мәнге жетті. Жетінші тәулікте тығыздық –1044 кг/м³ құрады.

Қызылша шырынының бастапқы тығыздығы -1033 кг/м^3 болды. Алғашқы екі тәулікте көрсеткіш -1030 кг/м^3 -ге дейін төмендеді, кейін 3 - 4 тәуліктерде айқын өсіп, 4-тәулікте -1043 кг/м^3 максималды мәнге жетті. Келесі күндері тығыздық қайтадан $1034 - 1037 \text{ кг/м}^3$ аралығында тұрақтанды.

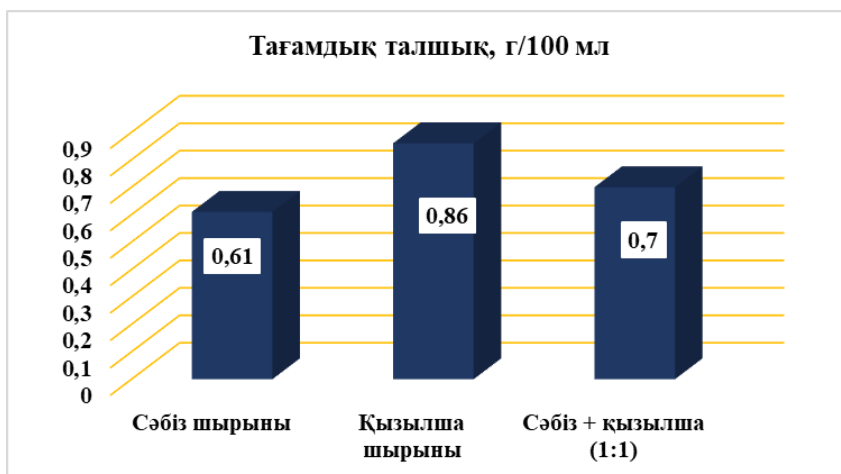
Сәбіз бен қызылшаның 1:1 көлемдік қатынастағы қоспасында бастапқы тығыздық -1033 кг/м^3 болды. Алғашқы төрт тәулікте тығыздық аздап төмендеп ($1033 \rightarrow 1030 \text{ кг/м}^3$), 5-тәулікте -1036 кг/м^3 дейін жоғарылады. Зерттеу соңында көрсеткіш -1032 кг/м^3 құрады.

Жалпы алғанда, барлық шырын түрлерінде 7 тәулік ішінде тығыздық қатты өзгермеді және көрсеткіштердің тұрақты сақталуы өнімдердің физика-химиялық тұрғыдан тұрақтылығын дәлелдейді. Ең жоғары өзгеріс қызылша шырынында байқалса, ең тұрақты нәтиже сәбіз бен қызылша қоспасында анықталды. Бұл қоспаның компоненттері өзара теңгеріліп, жүйенің жалпы тұрақтылығын арттыруы мүмкін екенін көрсетеді.

Жұмыстың барысында алынған көкөніс шырындарының биологиялық құндылығын анықтау мақсатында құрамындағы тағамдық талшықтың, дәрумендік және минералдық заттардың мөлшерін анықтау мақсатында талдаулар жүргізілді.

Тағамдық талшық – адам ағзасында қорытылмайтын, бірақ ас қорыту жүйесінің қалыпты жұмысын қамтамасыз ететін өсімдік текті полисахаридтер мен туыстас компоненттер кешені. Оның физиологиялық рөлі ішек перистальтикасын жақсарту, гликемиялық жауапты реттеу, холестерин деңгейін төмендету және ішек микробиотасының белсенділігін қолдау арқылы жүзеге асады (Das et al., 2026, von Muhlenbrock et al., 2025, Pugh et al., 2025).

L. plantarum штаммымен ашытылған көкөніс шырындарының құрамындағы тағамдық талшықтың мөлшерін анықтау нәтижелері төмендегі 3-суретте келтірілген.



Сурет 3 – *L. plantarum* штаммымен ашытылған көкөніс шырындардың құрамындағы тағамдық талшық мөлшері, г/100мл

Зерттелген шырын үлгілеріндегі тағамдық талшық мөлшері сәбіз шырынында – 0,61 г/100 мл, қызылша шырынында – 0,86 г/100 мл, ал 1:1 қатынасындағы сәбіз бен қызылша қоспасында – 0,7 г/100 мл. Алынған нәтижелерге сәйкес, ең жоғары көрсеткіш қызылша шырынында анықталды (0,86 г/100 мл). Бұл қызылшаның құрылымдық көмірсуларының, әсіресе гемицеллюлоза мен пектиндік заттардың салыстырмалы түрде жоғары болуымен түсіндіріледі.

Жалпы алғанда, барлық үлгілер тағамдық талшықтың орташа көзі болып табылады және функционалдық сусын ретінде қарастыруға негіз бар.

Көкөніс шырындарының минералдық құрамы олардың тағамдық және физиологиялық құндылығын айқындайтын негізгі көрсеткіштердің бірі болып табылады. Минералдық заттар – адам ағзасында синтезделмейтін, бірақ зат алмасу, ферменттік реакциялар, осмостық қысым мен қышқыл-сілтілік тепе-теңдікті реттеу сияқты маңызды биохимиялық үдерістерге қатысатын бейорганикалық элементтер (Khomich et al., 2022; Dawei et al., 2025; Ali et al., 2025).

Минералдық құрам көкөніс түріне, өсіру жағдайына (топырақ құрамы, агротехникалық факторлар), жинау мерзіміне және өңдеу технологиясына байланысты өзгеріп отырады (Ali et al., 2025). Шырын өндіру барысында минералдық заттардың басым бөлігі сақталады, себебі олардың көпшілігі суда еритін және салыстырмалы түрде тұрақты қосылыстар болып табылады. Осыған байланысты көкөніс шырындары минералдық заттарды ағзаға биожетімді формада жеткізетін тиімді өнім ретінде қарастырылады.

L. plantarum штаммымен ашытылған көкөніс шырындарының минералдық құрамына жүргізілген зерттеу нәтижесі 3-кестеде келтірілген.

Кесте 3 – *L. plantarum* штаммымен ашытылған көкөніс шырындарының минералдық құрамы

Минералдар	Қызылша шырыны	Сәбіз шырыны	Сәбіз +қызылша+ шырыны
Калий (K), мг	285,6	235,2	265,3
Кальций (Ca), мг	22,7	32,7	28,7
Магний (Mg), мг	27,2	17,8	22,5
Фосфор (P), мг	42,5	32,3	37,3
Натрий (Na), мг	45,5	60,9	50,5
Темір (Fe), мг	0,9	0,45	0,7
Мырыш (Zn), мг	0,32	0,27	0,30
Марганец (Mn), мг	0,52	0,22	0,38
Мыс (Cu), мг	0,07	0,04	0,05

L. plantarum штаммымен ашытылған көкөніс шырындарының минералдық құрамын салыстырмалы талдау олардың құрамы қолданылған шикізат түріне және компоненттердің арақатынасына тәуелді екенін көрсетті. Барлық үлгілерде калий негізгі макроэлемент болып анықталды: ең жоғары мөлшері қызылша шырынында – 285,6 мг/100 мл, сәбіз шырынында – 235,2 мг/100 мл, ал 1:1 қоспа шырынында – 265,3 мг/100 мл болды.

Кальций бойынша ең жоғары көрсеткіш сәбіз шырынында – 32,7 мг/100 мл, қызылша шырынында – 22,7 мг/100 мл, ал қоспа шырынында – 28,7 мг/100

мл құрады. Магний мен фосфор қызылша шырынында басым (тиісінше 27,2 және 42,5 мг/100 мл), сәбізде төмен, ал қоспада орташа мән көрсетті, бұл оның теңгерімді құрамын дәлелдейді.

Натрий мөлшері сәбіз шырынында ең жоғары – 60,9 мг/100 мл, қызылшада төмен – 45,5 мг/100 мл, ал қоспада аралық мөлшерде – 50,5 мг/100 мл болды. Микроэлементтер ішінде темір қызылша шырынында жоғары – 0,90 мг/100 мл, сәбіз шырынында – 0,45 мг/100 мл шамамен екі есе көп, ал қоспада – 0,70 мг/100 мл мөлшерінде сақталды. Сонымен қатар, мырыш, марганец және мыс та қызылшада басым болып, қоспада олардың үйлесімді мөлшері байқалды.

Көкөніс шырындарының дәрумендік құрамы олардың биологиялық және тағамдық құндылығын сипаттайтын негізгі көрсеткіштердің бірі болып табылады. Дәрумендер – адам ағзасында жеткілікті мөлшерде синтезделмейтін, зат алмасу үдерістеріне, иммундық жауапқа, жасушалық жаңаруға және антиоксиданттық қорғанысқа қатысатын төмен молекулалы биологиялық белсенді қосылыстар (Mitra et al., 2022).

Көкөніс шырындары, әсіресе жаңа дайындалған өнімдер, суда еритін дәрумендердің және майда еритін дәрумендердің маңызды көзі болып табылады. *L. plantarum* штаммымен ашытылған көкөніс шырындарының дәрумендік құрамына жүргізілген талдау нәтижесі 4-кестеде келтірілген.

Кесте 4 – *L. plantarum* штаммымен ашытылған көкөніс шырындарының дәрумендік құрамы

Дәрумендер	Қызылша шырыны	Сәбіз шырыны	Сәбіз +қызылша шырыны
С дәрумені, мг	3,5	4,8	4,2
β-каротин, мг	0,02	7,5	3,8
V ₁ (тиамин), мг	0,030	0,040	0,035
V ₂ (рибофлавин), мг	0,020	0,030	0,025
V ₃ (ниацин), мг	0,35	0,80	0,55
V ₆ (пиридоксин), мг	0,060	0,120	0,090
V ₉ (фоллий қышқылы), мкг	75,3	20,5	45,3

L. plantarum штаммымен ашытылған көкөніс шырындарының дәрумендік құрамын салыстырмалы талдау олардың құрамы бастапқы өсімдік шикізатының биохимиялық ерекшеліктеріне тәуелді екенін көрсетті. С дәруменінің ең жоғары мөлшері сәбіз шырынында – 4,8 мг, қызылшада – 3,5 мг, ал 1:1 аралас шырында – 4,2 мг құрады.

β-каротин бойынша айқын айырмашылық байқалды. Сәбіз шырынында оның мөлшері ең жоғары – 7,5 мг, ал қызылша шырынында өте төмен – 0,02 мг болды. Қоспа үлгісінде β-каротин – 3,8 мг мөлшерінде сақталып, функционалдық тұрғыдан жеткілікті көрсеткіш көрсетті.

В тобы дәрумендері бойынша сәбіз шырыны басым болды: V₁ және V₂ мөлшері тиісінше 0,040 мг және 0,030 мг, ал қызылша шырынында бұл көрсеткіштер төмен 0,030 мг және 0,020 мг. Ұқсас үрдіс V₃ және V₆ дәрумендерінде де байқалды: сәбіз шырынында жоғары (0,80 мг және 0,120 мг, қызылша шырынында төмен 0,35 мг және 0,060 мг, ал аралас шырында орташа мөлшерде 0,55 мг және 0,090 мг. V₉

(фолий қышқылы) бойынша ең жоғары мөлшер қызылша шырынында – 75,3 мкг, сәбіз шырынында төмен – 20,5 мкг, ал аралас шырында – 45,3 мкг мөлшерінде болды.

Жалпы алғанда, *L. plantarum* штаммымен ашытылған қызылша шырыны фолий қышқылына бай, ал сәбіз шырыны β-каротин, С дәрумені және В тобы дәрумендерінің негізгі көзі болып табылады. Қызылша мен сәбіздің 1:1 қатынастағы шырынында суда және майда еритін дәрумендердің теңгерімді комбинациясын қамтамасыз етіп, функционалдық пробиотикалық сусын ретінде жоғары биологиялық құндылыққа ие.

Талқылау. Алынған нәтижелер *Lactobacillus plantarum* штаммы қатысында жүретін ферментация процесінің көкөніс шырындарының физика-химиялық қасиеттеріне айтарлықтай әсер ететінін көрсетті. Титрлеу қышқылдығының артуы мен рН мәнінің төмендеуі микроорганизмдердің көмірсуларды органикалық қышқылдарға, негізінен сүт қышқылына айналдыруымен түсіндіріледі. Бұл заңдылық сүтқышқылды ашу процестеріне тән және алынған нәтижелермен толық сәйкес келеді.

Ферментацияның алғашқы 2–4 тәулігінде байқалған қарқынды өзгерістер микроорганизмдердің белсенді өсу фазасына сәйкес келеді. 4–7 тәуліктерде көрсеткіштердің тұрақтануы қоректік субстраттардың азаюымен және метаболизмнің баяулауымен байланысты. Осыған байланысты 3–5 тәулік аралығы технологиялық тұрғыдан оңтайлы кезең ретінде негізделді, себебі бұл уақытта қышқылдық жеткілікті мәнге жетіп, микробиологиялық тұрақтылық қамтамасыз етіледі.

Тығыздық көрсеткіштерінің айтарлықтай өзгермеуі ферментация кезінде еріген құрғақ заттардың жалпы мөлшерінің салыстырмалы тұрақтылығын көрсетеді. Қызылша шырынындағы өзгерістің жоғары болуы оның химиялық құрамының ерекшеліктерімен және коллоидтық жүйесінің қайта құрылуымен байланысты болуы мүмкін. Ал аралас шырындағы ең төмен өзгеріс компоненттердің өзара үйлесімділігінің әсерін көрсетеді.

Тағамдық талшықтың жоғары мөлшері қызылша шырынында анықталуы оның пектиндік және гемицеллюлозалық заттарға бай болуымен түсіндіріледі. Бұл көрсеткіштер өнімнің функционалдық қасиеттерін арттырады.

Минералдық және дәрумендік құрам нәтижелері көкөніс түріне тәуелділікті растады: қызылша – минералдарға, әсіресе темір мен фолий қышқылына бай, ал сәбіз – β-каротин мен В тобы дәрумендерінің негізгі көзі. Аралас шырында осы компоненттердің үйлесуі нәтижесінде теңгерімді тағамдық өнім алынады.

Жалпы алғанда, алынған нәтижелер ферменттелген көкөніс шырындарының жоғары биологиялық құндылыққа ие функционалдық өнім ретінде қарастырылуы мүмкін екенін көрсетеді. Әсіресе сәбіз бен қызылшаның комбинациясы физика-химиялық тұрақтылық, қоректік теңгерім және технологиялық тиімділік тұрғысынан перспективалы бағыт болып табылады.

Қорытынды. Жүргізілген зерттеу нәтижелері *Lactobacillus plantarum* штаммымен қатысуымен ферменттелген қызылша, сәбіз және олардың 1:1

қатынастағы қоспасынан алынған көкөніс шырындарының жоғары тағамдық және функционалдық қасиетке ие екенін көрсетті.

Ферментация кезінде барлық үлгілерде титрлеу қышқылдығының жоғарылауы және рН мәні төмендейді, бұл сүтқышқылды бактериялардың метаболикалық белсенділігін және органикалық қышқылдардың жиналуын көрсетеді. Ферментацияның оңтайлы уақыты 3-5 тәулік деп анықталды, себебі бұл кезең микробиологиялық тұрақтылықты қамтамасыз етті және пробиотикалық микроорганизмдердің жоғары тіршілік қабілетін сақтады. Физика-химиялық талдау көкөніс шырындарының тығыздығы ферментация кезінде айтарлықтай өзгермегенін көрсетті, бұл жүйенің тұрақтылығы сақталғанын көрсетеді.

Тағамдық талшық мөлшері бойынша қызылша шырыны басым болғанымен, барлық үлгілер функционалдық сусын ретінде қарастыруға жеткілікті мөлшерде талшық көзі болып табылады.

Минералдық құрамды бағалау нәтижесінде қызылша шырыны калий, магний, фосфор және темірге бай екені, ал сәбіз шырыны кальций мен натрийдің жоғары мөлшерімен ерекшеленетіні анықталды. Қоспа шырын макро- және микроэлементтердің теңгерімді арақатынасын қамтамасыз етті. Дәрумендік құрам бойынша сәбіз шырыны β -каротин, С дәрумені және В тобы дәрумендерінің негізгі көзі ретінде анықталса, қызылша шырыны фолий қышқылына (B_9) бай болды. Қызылша мен сәбізден алынған шырын суда және майда еритін дәрумендердің үйлесімді комбинациясын көрсетті.

Осылайша, қызылша мен сәбіздің 1:1 көлемдік қатынастағы қоспасынан алынған пробиотикалық шырын теңгерімді химиялық құрамы, тұрақты физика-химиялық көрсеткіштері және жоғары биологиялық құндылығы арқасында функционалдық тағам өнімі ретінде ерекше қызығушылық тудырады. Алынған нәтижелер көкөніс шырындарын *Lactobacillus plantarum* штаммымен ферментациялау сүтсіз функционалдық сусындар өндірісінің перспективалы бағыты екенін және мұндай өнімдерді дұрыс тамақтану рационына енгізудің ғылыми негізделгенін дәлелдейді.

References

- Akın M., & Fadhil Z.H. (2016) Fermentation of Vegetable Juice by Probiotic Bacteria. Selcuk University Journal of Science Faculty, 42(1). — P. 1-9. <https://izlik.org/JA24XL65RP> (in Eng.)
- Ali N. A., Singha S., & Mitra S. (2025). Leafy vegetables as a significant source of minerals: Minerals interaction with plant components, effects of processing and their potential absorption. Trends in Food Science & Technology, 161. — P. 105071. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.tifs.2025.105071> (in Eng.)
- Cui Y., Wang M., Zheng Y., Miao K., & Qu X. (2021) The carbohydrate metabolism of *Lactiplantibacillus plantarum*. International Journal of Molecular Sciences, 22(24). — P. 13452. <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/ijms222413452> (in Eng.)
- Das S., Fletcher C.J., & Wu Y. (2026). The Role of Different Dietary Fibers in Modulating Human Gut Microbiota. Nutraceuticals, 6(1). — P. 18. <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/nutraceuticals6010018> (in Eng.)
- Dawei L.I., Min Y., Cheng C., Liu X., Xie X., Chalchisa G., ... & Zhong C. (2025) The diversity and disparity of mineral elements in global kiwifruits. Food Research International, 203. — P. 115844. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.foodres.2025.115844> (in Eng.)

El-Sayed A.A., Rabie M. A., Abu El-Maaty S. M., & El-Nemr S. E. A. (2016). Fermentation of yellow carrot juice (*Daucus carota* L.) via probiotic lactic acid bacteria during storage. *Zagazig Journal of Agricultural Research*, 43(5). — P. 1659-1671. <https://doi.org/https://doi.org/10.21608/zjar.2016.98124> (in Eng.)

Enayatian A., Anvar S.A. A., & Nowruzi B. (2025) Evaluation of semi prepared probiotic dessert containing phycoerythrin and *Lactobacillus plantarum* for period of up to two months within the refrigerator. *Scientific Reports*, 15(1). — P. 26357. <https://doi.org/https://doi.org/10.1038/s41598-025-11972-1> (in Eng.)

Garcia, C., Guerin, M., Souidi, K., & Remize, F. (2020) Lactic fermented fruit or vegetable juices: Past, present and future. *Beverages*, 6(1). — P. 8. <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/beverages6010008> (in Eng.)

Goderska K., Dombhare K., & Radziejewska-Kubzdela E. (2022) Evaluation of probiotics in vegetable juices: tomato (*Solanum lycopersicum*), carrot (*Daucus carota* subsp. *sativus*) and beetroot juice (*Beta vulgaris*). *Archives of Microbiology*, 204(6). — P. 300. <https://doi.org/https://doi.org/10.1007/s00203-022-02820-1> (in Eng.)

Guan Q., Xiong T., & Xie M. (2021) Influence of probiotic fermented fruit and vegetables on human health and the related industrial development trend. *Engineering*, 7(2). — P. 212-218. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.eng.2020.03.018> (in Eng.)

Jafar N.B., Ghaleb, Z.T., & Fadhil Z.H. (2019) Production of fermented red beet juice using probiotic lactobacilli bacteria. *Annals of Tropical Medicine & Public Health*, 22. — P. S211. <https://doi.org/https://doi.org/10.36295/ASRO.2019.220712> (in Eng.)

Khomich L.M., & Kopytko M.V. (2022) Juices in a healthy diet: Recommendations for consumption based on chemical composition data. *Voprosy Pitaniia*, 91(6):102-109. <https://doi.org/10.33029/0042-8833-2022-91-6-102-109> (in Eng.)

Karomatov I.D., & Abduvohidov A.T. (2019) Svekla-profilakticheskoe i lechebnoe znachenie (obzor literatury). [Beetroot: preventive and therapeutic value (literature review)] *Biologiya i integrativnaya medicina*, (2). — P. 97-124. (in Russian)

Malik M., Bora J., & Sharma V. (2019) Growth studies of potentially probiotic lactic acid bacteria (*Lactobacillus plantarum*, *Lactobacillus acidophilus*, and *Lactobacillus casei*) in carrot and beetroot juice substrates. *Journal of Food Processing and Preservation*, 43(11). — P. e14214. <https://doi.org/https://doi.org/10.1111/jfpp.14214> (in Eng.)

Mitra S., Paul S., Roy S., Sutradhar H., Bin Emran T., Nainu F., ... & Mubarak M.S. (2022) Exploring the immune-boosting functions of vitamins and minerals as nutritional food bioactive compounds: a comprehensive review. *Molecules*, 27(2). — P. 555. <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/molecules27020555> (in Eng.)

Machulin A.V., Kosarev I.V., Hlebnikov V.S., Vasilenko R.N., Samojlenko V. A., Pchelincev S. Yu., & Abramov V. M. (2022) Fermentirovannyj svekol'nyj sok.[Fermented beetroot juice] *Biomedicina*, 18(3):95-98. <https://doi.org/https://doi.org/10.33647/2074-5982-18-3-95-98> (in Russian)

Pugh J.E., & Chambers E.S. (2025) Dietary fibre and the gut microbiome: implications for glucose homeostasis. *Current Opinion in Clinical Nutrition & Metabolic Care*, 28(6). — P. 483-488. <https://doi.org/https://doi.org/10.1097/MCO.0000000000001160>(in Eng.)

Rahman M.S., Emon D.D., Toma M.A., Nupur A.H., Karmoker P., Iqbal A., ... & Alim M. A. (2023) Recent advances in probiotication of fruit and vegetable juices. *Journal of Advanced Veterinary and Animal Research*, 10(3). — P. 522. <https://doi.org/https://doi.org/10.5455/javar.2023.j706> (in Eng.)

Saud S., Xiaojuan T., & Fahad S. (2024) The consequences of fermentation metabolism on the qualitative qualities and biological activity of fermented fruit and vegetable juices. *Food Chemistry: X*, 21. — P. 101209. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.fochx.2024.101209> (in Eng.)

Szutowska J. (2020) Functional properties of lactic acid bacteria in fermented fruit and vegetable juices: A systematic literature review. *European Food Research and Technology*, 246(3). — P. 357-372. <https://doi.org/https://doi.org/10.1007/s00217-019-03425-7> (in Eng.)

Tamminen M., Salminen S., & Ouwehand A.C. (2013) Fermentation of carrot juice by probiotics: Viability and preservation of adhesion. *International Journal of Biotechnology for Wellness Industries*, 2(1). — P. 10. <https://doi.org/https://doi.org/10.6000/1927-3037.2013.02.01.2> (in Eng.)

Voaides C., Boiu-Sicuia O., Israel-Roming F., Zamfir M., Grosu-Tudor S.S., Angelescu I.R., & Cornea C.P. (2022) Lactobacillus strains for vegetable juice fermentation—quality and health aspects. *Biomedicines*, 10(11). — P. 2867. <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/biomedicines10112867> (in Eng.)

von Muhlenbrock C., Aronsohn F., Quera R., & Madrid A.M. (2025) The role of dietary fiber in the gastrointestinal tract: when, how and why? *Best Practice & Research Clinical Gastroenterology*. — P. 102080. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.bpg.2025.102080> (in Eng.)

Xu Y., Hlaing M. M., Glagovskaia O., Augustin M.A., & Terefe N.S. (2020) Fermentation by probiotic Lactobacillus gasseri strains enhances the carotenoid and fibre contents of carrot juice. *Foods*, 9(12). — P. 1803. <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/foods9121803> (in Eng.)

Yoon K.Y., Woodams E.E., & Hang Y.D. (2005) Fermentation of beet juice by beneficial lactic acid bacteria. *LWT - Food Science and Technology*, 38(1). — P. 73–75. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.lwt.2004.04.008> (in Eng.)

Yuan Y., Yang Y., Xiao L., Qu L., Zhang X., & Wei Y. (2023) Advancing insights into probiotics during vegetable fermentation. *Foods*, 12(20). — P. 3789. <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/foods12203789> (in Eng.)

Žuntar I., Petric Z., Bursać Kovačević D., & Putnik P. (2020) Safety of probiotics: functional fruit beverages and nutraceuticals. *Foods*, 9(7). — P. 947. <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/foods9070947> (in Eng.)

Žvirdauskienė R., Jonikė V., Bašinskienė L., & Čižeikienė D. (2025) Fruit and vegetable juices as functional carriers for probiotic delivery: microbiological, nutritional, and sensory perspectives. *Microorganisms*, 13(6). — P. 1272. <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/microorganisms13061272> (in Eng.)

Khomich, L. M., Perova, I. B., & Eller, K. I. (2020). Nutrientnyy profil'morkovnogo soka [The nutritional profile of carrot juice], *Vopr. pitaniya*, 89(1). — P. 86-95. <https://doi.org/https://doi.org/10.24411/0042-8833-2020-10010> (in Russ.)

© **Baidul M.^{1,2}, Zhalgasbek N.^{1,2}, Shybyray Ye.¹, Muzaffarova N.Sh.³,
Jenis J.^{1,2*}, 2026.**

¹Research Center for Medicinal Plants, Al-Farabi Kazakh National University,
Almaty, Kazakhstan;

²Research Institute for Natural Products & Technology, Almaty, Kazakhstan;

³Department of Medical and Biological Chemistry, Termez branch of Tashkent
Medical Academy, Termez, Uzbekistan.

E-mail: janarjenis@kaznu.kz

DETERMINATION OF ANTIMICROBIAL ACTIVITY AND GC-MS ANALYSIS OF *ARTEMISIA SCOPIFORME* EXTRACT

Baidul Medet — scientific researcher, Research Center for Medicinal Plants, Al Farabi Kazakh National University; Research Institute for Natural Products & Technology, Almaty, Kazakhstan,
E-mail: baidul.medet@bk.ru, ORCID ID: <https://orcid.org/0009-0002-8793-9258>;

Zhalgasbek Nurmaue — scientific researcher, Research Center for Medicinal Plants, Al Farabi Kazakh National University; Research Institute for Natural Products & Technology Almaty, Kazakhstan,
E-mail: nurmaue@bk.ru, ORCID ID: <https://orcid.org/0009-0007-3631-8271>;

Shybyray Yergazy — PhD, Leading Researcher, Research Center for Medicinal Plants, Al Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan,
E-mail: erhazi88@mail.ru, ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0001-9716-2417>;

Muzaffarova Nazokat — teacher, Department of Medical and Biological Chemistry, Termez branch of Tashkent Medical Academy, Termez, Uzbekistan,
E-mail: hilolanazokat2010@gmail.com, ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-9419-2300>;

Jenis Janar — PhD, Professor, Director of the Research Center for Medicinal Plants, Al Farabi Kazakh National University; Research Institute for Natural Products & Technology, Almaty, Kazakhstan,
E-mail: janarjenis@kaznu.kz, ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-7148-7253>.

Abstract. The petroleum ether extract and dichloromethane extract of *Artemisia scopiforme* from Almaty, detailed chemical constituents of this herb has not been investigated yet, were systematically explored by GC-MS analysis. As a results totally 88 compounds from petroleum ether extract were identified, the major contents are 1,3-Benzenedicarboxylic acid, bis (2-ethylhexyl) ester (1.03%), 3,5-di-tert-Butyl-4-hydroxyanisole (1.8%), 3-allyl-6-methoxyphenol (3.42%), of which scoparone (19.63%) and methyl eugenol (38.55%) are the most prominent and abundant compounds. The dichloromethane extract was characterized by a more complex and diverse chemical composition and contained 129 compounds, the main constituents are

9h-thioxanthen-9-one, 2-(1-methylethyl) (1.36%), eugenol (1.48%), *n*-hexadecanoic acid (1.29%), *p*-dimethylaminobenzylidene (4.09%), 3,6-acridinediamine, 2,7-dimethyl- (4.72%). Additionally, the antimicrobial activities of ethanol extract of *Artemisia scopiforme* and Rotocan plant extract were screened comparatively. As a results, the tested sample of *Artemisia scopiforme* has bactericidal activity and inhibits the growth of ATCC strains of *Escherichia coli* (8739) and *Pseudomonas aeruginosa* (9027), both gram-negative bacterial at dilution 1:1. It is active against Gram-positive strains of *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 and *Enterococcus hirae* ATCC 10541 in dilution 1:2, and against *Candida albicans* ATCC 10231 and *Candida utilis*, it inhibits growth in dilution 1:3. Rotocan plant extract exhibits antimicrobial activity against *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 9027 and *Candida albicans* ATCC 10231 in dilutions 1:1 and 1:4, respectively. It has no antimicrobial activity against *Escherichia coli* strains ATCC 8739, *Staphylococcus aureus* ATCC 6538, *Enterococcus hirae* ATCC 10541, and *Candida utilis*.

Keywords: *Artemisia scopiforme*, antimicrobial activity, chemical constituents, ethanol extract, GC-MS

Acknowledgements

This work was financially supported by the Science Committee of the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan (Grant No. AP 19676281) and through an international collaboration with the Central Asia Center of Drug Discovery and Development, Chinese Academy of Sciences (Grant No. CAM202404).

For citations: Baidul M., Zhalgasbek N., Shybyray Ye., Muzaffarova N.Sh., Jenis J. Determination of antimicrobial activity and GC-MS analysis of artemisia scopiforme extract. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. — P. 41–54. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.362>

© Байдул М.^{1,2}, Жалғасбек Н.^{1,2}, Шыбырай Е.¹, Музаффарова Н.Ш.³, Жеңіс Ж.^{1,2*}, 2026.

¹Дәрілік өсімдіктерді ғылыми зерттеу орталығы, Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан;

²Табиғи өнімдер мен технологиялар ғылыми-зерттеу институты, Алматы, Қазақстан;

³Ташкент медицина академиясы, Термез филиалының медициналық және биологиялық химия кафедрасы, Термез, Өзбекстан.

E-mail: janarjenis@kaznu.kz

ARTEMISIA SCOPIFORME СЫҒЫНДЫСЫНЫҢ МИКРОБҚА ҚАРСЫ БЕЛСЕНДІЛІГІ МЕН GC-MS ТАЛДАУЫ

Байдул Медет — ғылыми қызметкер, Дәрілік өсімдіктерді ғылыми зерттеу орталығы, Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті; Табиғи өнімдер мен технологиялар ғылыми-зерттеу институты, Алматы, Қазақстан,

E-mail: baidul.medet@bk.ru, ORCID ID: <https://orcid.org/0009-0002-8793-9258>;

Жалғасбек Нұрмауе — ғылыми қызметкер, Дәрілік өсімдіктерді ғылыми зерттеу орталығы, Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті; Табиғи өнімдер мен технологиялар ғылыми-зерттеу институты, Алматы, Қазақстан,

E-mail: nurmaue@bk.ru, ORCID ID: <https://orcid.org/0009-0007-3631-8271>;

Шыбырай Ергазы — PhD, жетекші ғылыми қызметкер, Дәрілік өсімдіктерді ғылыми зерттеу орталығы, Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: erhazi88@mail.ru, ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0001-9716-2417>;

Мұзаффарова Назокат — оқытушы, Ташкент медицина академиясы, Термез филиалының медициналық және биологиялық химия кафедрасы, Термез, Өзбекстан,

E-mail: hilolanazokat2010@gmail.com, ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-9419-2300>;

Жеңіс Жанар — PhD, профессор, Дәрілік өсімдіктерді ғылыми зерттеу орталығының директоры, Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: janarjenis@kaznu.kz, ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-7148-7253>.

Аннотация. Алматы өңірінен жиналған *Artemisia scopiforme* мұнай эфирі сығындысы мен дихлорметан сығындысының химиялық құрамын газ-хроматография-масс-спектрометрия (ГХ-МС) әдісімен жүйелі түрде талдау жүргізілді, *A. scopiforme* өсімдіктің химиялық құрамы осыған дейін егжей-тегжейлі толық зерттелмеген. Талдау нәтижесінде мұнай эфирі сығындысынан жалпы 88 қосылыс анықталды, олардың ішінде мөлшері көбірек негізгі қосылыстардан 1,3-бензолдикарбон қышқылының бис (2-этилгексил) эфирі (1,03%), 3,5-ди-трет-бутил-4-гидроксианизол (1,8%), 3-аллил-6-метоксифенол (3,42%), және метилевгенол (38,55%) мен скопарон (19,63%) ең көп мөлшерде кездесетін құрамдастар ретінде анықталды. Дихлорметан сығындысы күрделі және әртүрлі химиялық құрамымен сипатталды және құрамында 129 қосылыс анықталды, оның негізгі компоненттері: 9Н-тиоксантен-9-он, 2-(1-метилэтил) (1,36%), эвгенол (1,48%), н-гексадекан қышқылы (1,29%), п-диметиламинобензилиден (4,09%), 2,7-диметил-3,6-акридиндиамин (4,72%) болды. Сонымен қатар, *Artemisia scopiforme* этанол және Ротокан өсімдік сығындыларының антимикробтік белсенділігі салыстырмалы түрде бағаланды. Зерттеу нәтижесінде *Artemisia scopiforme* үлгісі бактерицидтік белсенділікке ие екені анықталды және грамтеріс бактериялардың *Escherichia coli* (ATCC 8739) және *Pseudomonas aeruginosa* (ATCC 9027) ATCC штаммдарының өсуін 1:1 сұйылтқанда тежейді. *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 және *Enterococcus hirae* ATCC 10541 грам — позитивті штаммдарына қарсы белсенділік 1:2 қатынаста сұйылтуда, ал *Candida albicans* ATCC 10231 және *Candida utilis* үшін 1:3 қатынаста сұйылтқанда байқалды. Ротокан өсімдік сығындысы *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 9027-ге қатысты 1:1 сұйылтқанда, ал *Candida albicans* ATCC 10231-ге қатысты 1:4 сұйылтқанда антимикробтік әсер көрсетті. Ол *Escherichia coli* ATCC 8739, *Staphylococcus aureus* ATCC 6538, *Enterococcus hirae* ATCC 10541 және *Candida utilis* штаммдарына қатысты антимикробтік белсенділікке ие емес.

Түйін сөздер. *Artemisia scopiforme*, микробқа қарсы белсенділік, химиялық құрамдас бөліктер, этанол сығындысы, GC-MS

© Байдул М.^{1,2}, Жалгасбек Н.^{1,2}, Шыбырай Е.¹, Музаффарова Н.Ш.³,
Женис Ж.^{1,2*}, 2026.

¹ Научно-исследовательский центр лекарственных растений, Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан;

² Научно-исследовательский институт природных продуктов и технологий, Алматы, Казахстан;

³ Термезский филиал Ташкентской медицинской академии, Термез, Узбекистан
E-mail: janarjenis@kaznu.kz

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АНТИМИКРОБНОЙ АКТИВНОСТИ И ГХ-МС-АНАЛИЗ ЭКСТРАКТА *ARTEMISIA SCOPIFORME*

Байдул Медет — научный сотрудник, Научно-исследовательский центр лекарственных растений, Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан,
E-mail: baidul.medet@bk.ru, <https://orcid.org/0009-0002-8793-9258>;

Жалгасбек Нурмае — научный сотрудник, Научно-исследовательский центр лекарственных растений, Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан,
E-mail: nurmaue@bk.ru, <https://orcid.org/0009-0007-3631-8271>;

Шыбырай Ергазы — PhD, преподаватель кафедры медицинской и биологической химии, Термезский филиал Ташкентской медицинской академии, Термез, Узбекистан,
E-mail: erhazi88@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9716-2417>;

Музаффарова Назокат — преподаватель кафедры медицинской и биологической химии, Термезский филиал Ташкентской медицинской академии, Термез, Узбекистан,
E-mail: hilolanazokat2010@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-9419-2300>;

Женис Жанар — PhD, профессор, директор Научно-исследовательского центра лекарственных растений, Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан,
E-mail: janarjenis@kaznu.kz, <https://orcid.org/0000-0002-7148-7253>.

Аннотация. Методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием (ГХ-МС) проведён систематический анализ химического состава экстрактов *Artemisia scopiforme*, полученных с использованием петролейного эфира и дихлорметана. Данный вид и его экстракты ранее изучались ограниченно, что определяет актуальность исследования их фитохимического состава и биологической активности. В результате ГХ-МС-анализа в петролейно-эфирном экстракте идентифицировано 88 соединений. К основным компонентам отнесены бис(2-этилгексиловый) эфир 1,3-бензолдикарбоновой кислоты (1,03 %), 3,5-ди-трет-бутил-4-гидроксианизол (1,8 %), 3-аллил-6-метоксифенол (3,42 %), метилэвгенол (38,55 %) и скопарон (19,63 %). Наибольшую долю в составе экстракта составляли метилэвгенол и скопарон. Дихлорметановый экстракт характеризовался более сложным и разнообразным химическим составом: в нём идентифицировано 129 соединений. Среди доминирующих компонентов выявлены 9Н-тиоксантен-9-он, 2-(1-метилэтил)- (1,36 %), эвгенол (1,48 %), н-гексадекановая кислота (1,29 %), п-диметиламинобензилиден (4,09 %) и 2,7-диметил-3,6-акридиндиамин (4,72 %). Дополнительно проведена сравнительная оценка антимикробной активности этанольного экстракта *Artemisia scopiforme* и растительного препарата «Ротокан». Установлено, что исследуемый

экстракт проявляет выраженную бактерицидную активность, подавляя рост *Escherichia coli* ATCC 8739 и *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 9027 при разведении 1:1. В отношении грамположительных бактерий *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 и *Enterococcus hirae* ATCC 10541 активность отмечена при разведении 1:2, тогда как в отношении *Candida albicans* ATCC 10231 и *Candida utilis* — при разведении 1:3. Препарат «Ротокан» проявил ограниченную антимикробную активность и оказался менее эффективным по сравнению с исследуемым экстрактом. Полученные результаты свидетельствуют о перспективности дальнейшего изучения *Artemisia scopiforme* как источника биологически активных соединений с антимикробным потенциалом.

Ключевые слова. *Artemisia scopiforme*, антимикробная активность, химические компоненты, этанольный экстракт, ГХ-МС, метилэвгенол, скопарон

Introduction. *Artemisia* genus, also known as “Wormwood”, is a member of the *Asteraceae* family. There are more than 500 species in this genus distributing in North America, Africa, Asia, Australia and Mediterranean area. In 81 species of *Artemisia*, 19 endemic growing in Kazakhstan (Nurlybekova et al., 2022; Kurmanbayeva, 2018). Plants of this species have been used as well-known medicinal herb in the traditional medicines. They have the treatments of influenza, liver diseases, nervous disorders, wounds, diarrhea, increasing appetite, bronchial asthma, rheumatism, dermatitis, malaria, tuberculosis, cardiovascular diseases, headaches and toothaches in Kazakh and other folk medicine (Jenis, 2020; Zibae et al., 2010; Zant et al., 2014; Yang et al., 2017; Ha et al., 2014; Elfawal et al., 2012). Plants from the *Artemisia* family, like wormwood, have so many benefits, including protecting nerve cells (neuroprotective), reducing fever (antipyretic), stopping excessive bleeding (antihemorrhagic), relieving heart pain (antianginal), and preventing cell damage (antioxidant), healing stomach ulcers (antiulcer), fighting malaria, cancer, varuses, and blood clots (Sailike et al., 2022; Akzhigitova et al., 2018; Abilova et al., 2019; Vallès et al., 2011; Ferreira et al., 2013). These plants contain natural chemicals, or we can call them active compounds like essential oils, terpenes, esters, and flavonoids, in addition to phenolic compounds, lignans, sesquiterpenoids, coumarins, glycosides, caffeoylquinic acids, sterols, polyacetylenes, and others that give them medical properties (Abad et al., 2012; Koul et al., 2017).

Artemisia scopiforme is an endemic plant belongs to the genus *Artemisia* of the family *Asteraceae*. This is a rare species in Kazakhstan, which the Chu-Ili Mountains and Karatau deserts. It grows to a height of 20 to 50 cm in sandy and clay soils. Its stems are erect, occasionally branched, and characterized by grayish or greenish-gray bark. The leaves are arranged alternately, pinnately dissected, and composed of small segments. The flowers are small, yellowish to greenish in color, and grouped in inflorescences. This plant has not been studied much yet.

For the aim of investigating the chemical constituents of this plant, our research group previously analyzed the hexane and chloroform extracts of *Artemisia scopiforme* by Gas Chromatography and Mass Spectroscopy (GC-

MS) technique, and discovered various bioactive compounds, they are methyl eugenol, butyl 4,7,10,13,16,19-docosahexaenoate, 4H-1,2,4-Triazole-3-thiol, 4-(2-fluorophenyl)-5-(1-methylethyl), hexadecanoic acid, ethyl ester, hexasiloxane, 1,1,3,3,5,5,7,7,9,9,11,11-dodecamethyl, *p*-Dimethylaminobenzylidene *p*-anisidine (Bopi et al., 2019).

In the present study, in order to further obtain more information of chemical constituents and biological investigations of *Artemisia scopiforme* which grown in Almaty region of Kazakhstan. The petroleum ether and dichloromethane extracts from this species were analysed by GC-MS and the antimicrobial activity of ethanol extract of *Artemisia scopiforme* were tested.

Materials and methods. *Plant material.* We collected the leaves, stems, and other above-ground parts of *Artemisia scopiforme* plants from the Almaty region in Kazakhstan, and authenticated by Prof. Janar Jenis from the Medicinal Plants Research Center at Al-Farabi Kazakh National University. The plants *Artemisia scopiforme* were stored at room temperature, crushing the air-dried ground parts.

Extraction and partition of the crude extract. Dried 2 kg stems and leaves (aerial parts) of *A. scopaeformis* in the air, ground them into powder, and soaked/extracted them in 90% ethyl alcohol (1:1 using equal amounts of plant material and alcohol). This soaking/extracting process was repeated five times, with each round lasting seven days (one week) at room temperature. The dried ethanol crude extract of *A. scopiforme* was suspended in water and successively extracted with petroleum ether, dichloromethane, ethyl acetate and *n*-butanol, respectively. Petroleum ether extraction, dichloromethane extraction, ethyl acetate extraction and *n*-butanol extraction were obtained by rotational evaporation.

Study samples. The studied samples were ethanol extract of *Artemisia scopiforme* and Rotocan plant extract. The ethanol extract of *Artemisia scopiforme* is dark brown, with a specific odor. Rotocan plant extract was used to compare the activity (Figure 1).



Artemisia scopaeformis.



Rotocan

Figure 1 — Samples under study

Test strains of microorganisms. The following reference strains recommended for evaluating the antimicrobial activity of various agents were used as test strains [17-19]:

1) *Escherichia coli* ATCC 8739 – a reference strain for the determination of antimicrobial activity obtained from the American Type Culture Collection (ATCC), USA;

2) *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 9027 – a reference strain for the determination of antimicrobial activity obtained from the American Type Culture Collection (ATCC), USA;

3) *Staphylococcus aureus* ATCC 6538-P – a standard strain used for antibiotic testing. Source: Republic Collection of Microorganisms (Astana, PKZ);

4) *Enterococcus hirae* ATCC 10541 – a reference strain for antimicrobial studies. Obtained from the American Type Culture Collection (ATCC), USA;

5) *Candida albicans* ATCC 10231 – a standard fungal strain used to test antifungal treatments. The test culture was obtained from the American Type Culture Collection (ATCC), USA;

6) *Candida utilis* – Test culture for testing fungicidal activity. Clinical isolate strain.

Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS) determination. We analyzed the Petroleum ether (PE) and Dichloromethane (DCM) parts of the extract of *A. scopiforme* using advanced chemical analysis (GC-MS system 7890A/5975C). The system was operated with Agilent software that:

- Controls the instrument;
- Records the data;
- Helps analyze the results.

For identification of compounds:

- Measured how long each component took to pass through the system (retention time);

- Calculated the amount of each component (peak area);

- Compared the chemical fingerprints (mass spectra) against two major reference databases (Wiley 7th and NIST'02) containing over 550000 chemical profiles.

Nutrient media and reagents. Mueller-Hinton agar (Himedia, India); Mueller-Hinton broth (Himedia, India); sodium chloride, x.h., (Mikhailovsky plant of chemical reagents, Russia); ethanol ("Talgar Spirt", Kazakhstan); purified water.

Results. The antimicrobial activities of the ethanol extract of *Artemisia scopaeformis* and the Rotocan plant extract were comparatively evaluated. The results demonstrated that the *Artemisia scopaeformis* extract exhibited pronounced bactericidal activity, inhibiting the growth of the Gram-negative bacteria *Escherichia coli* ATCC 8739 and *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 9027 at a dilution of 1:1. The extract was also active against the Gram-positive strains *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 and *Enterococcus hirae* ATCC 10541 at a dilution of 1:2, while growth inhibition of *Candida albicans* ATCC 10231 and *Candida utilis* was observed at a dilution of 1:3. The Rotocan plant extract demonstrated antimicrobial activity against *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 9027 and *Candida albicans* ATCC 10231 at dilutions of 1:1 and 1:4, respectively (Figure 2-3).

The petroleum ether (PE) and dichloromethane (DCM) parts of the extract of *A. scopiforme* analysed by Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS). According

to our expected results, totally 88 compounds from the PE part (Figure 4) and 129 compounds from the DCM part (Figure 5) were identified.

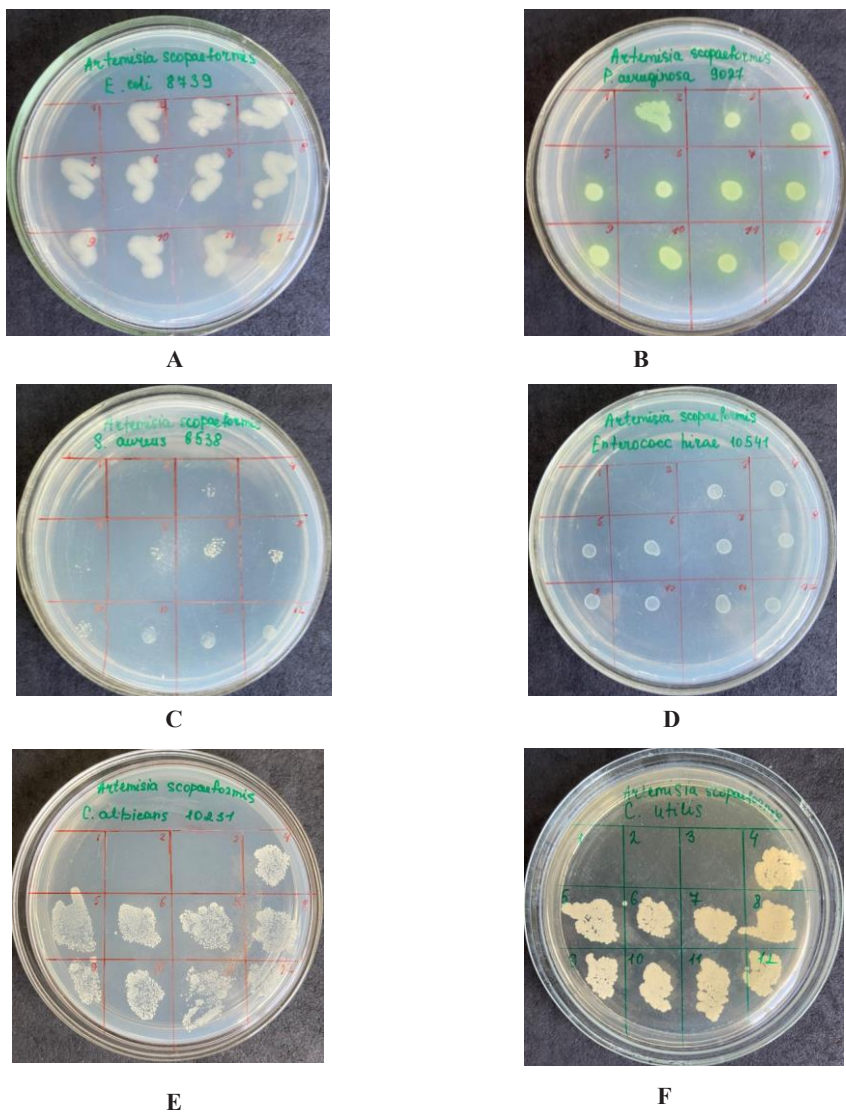
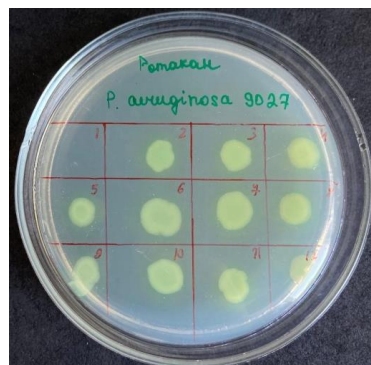


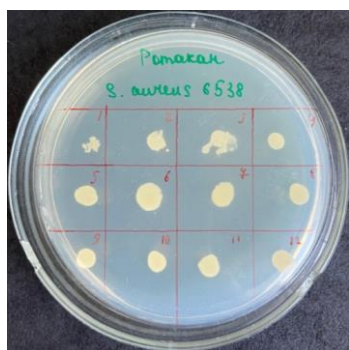
Figure 2 – Results of testing the antimicrobial activity of *Artemisia scopiformis*
 A – *Escherichia coli* ATCC 8739; B – *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 9027;
 C – *Staphylococcus aureus* ATCC 6538-P; D – *Enterococcus hirae* ATCC 10541;
 E – *Candida albicans* ATCC 10231; F - *Candida utilis*.



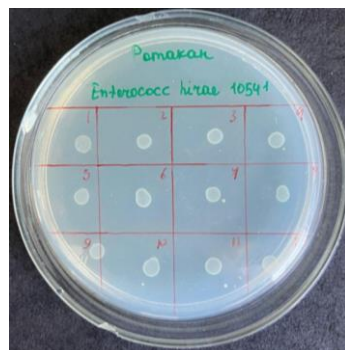
A



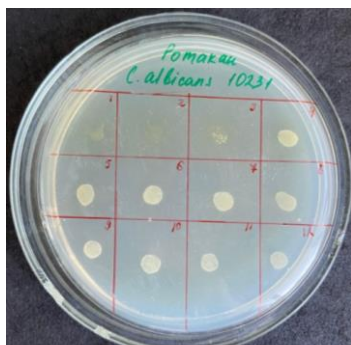
B



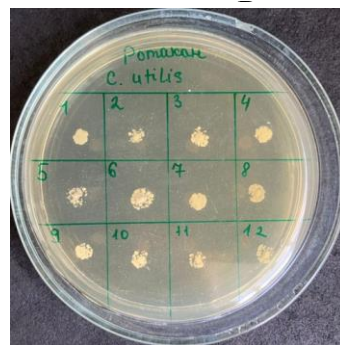
C



D



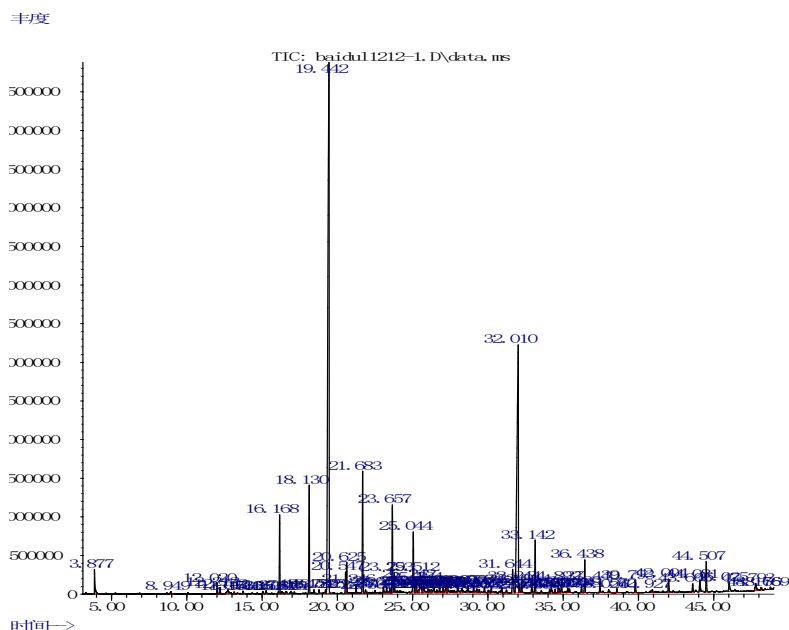
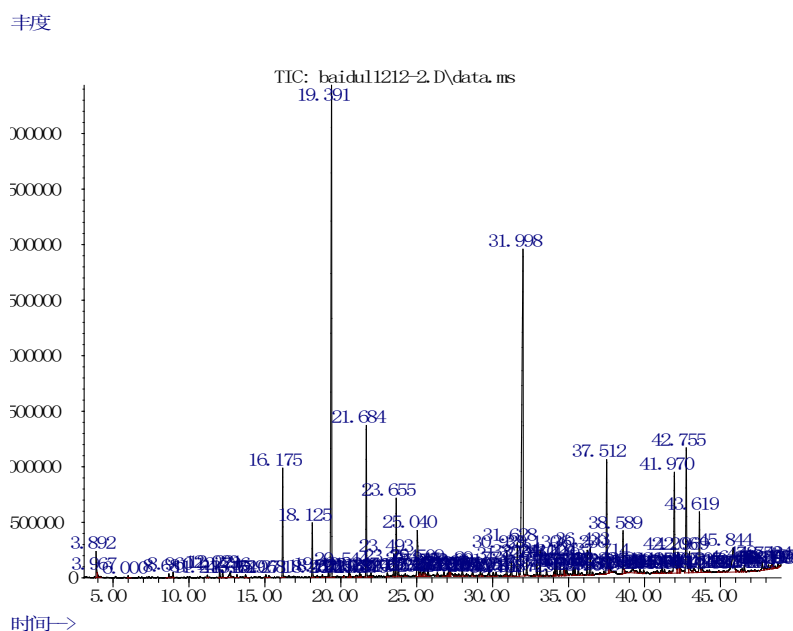
E



F

Figure 3 — Rotocan antimicrobial activity test results

A – *Escherichia coli* ATCC 8739; B – *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 9027;
C – *Staphylococcus aureus* ATCC 6538-P; D – *Enterococcus hirae* ATCC 10541;
E – *Candida albicans* ATCC 10231; F - *Candida utilis*.

Figure 4 — Chromatogram of Petroleum ether part of the extract of *A. scopiforme*Figure 5 — Chromatogram of Dichloromethane part of the extract of *A. scopiforme*

Discussion. *Determination of antimicrobial activity.* Microorganism suspension preparation: The direct suspension method was employed. Using a sterile bacteriological loop, 24-hour colonies grown on solid medium were collected and transferred into a test tube containing 10 ml of sterile sodium chloride solution. The mixture was

thoroughly homogenized to obtain a uniform turbid suspension. For concentration standardization, optical density was measured using a densitometer (per SOP-EQ-029), and cell concentration was adjusted to 0.5 McFarland units ($\sim 1.5 \times 10^8$ CFU/ml). After that working suspension was prepared by 100-fold dilution with saline ($\sim 1.5 \times 10^6$ CFU/ml).

Antimicrobial activity testing, inoculation: 150 μ l Mueller-Hinton broth was dispensed into designated wells of a 96-well plate. The next part is serial dilution: 150 μ l test sample was added to the first well, after thorough mixing, 150 μ l was transferred to the second well. This created a two-fold dilution series (each subsequent well contained half the concentration).

Table 1 — Ratio of extract to Mueller-Hinton solution

№	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Ratio	1:1	1:2	1:4	1:8	1:16	1:32	1:64	1:128	1:256	1:512	1:1024	1:2048

After dilution of the suspension, 20 μ l of bacterial suspension was added to each well. To check the purity and viability of the test strains, control wells were prepared, where Mueller-Hinton broth and bacterial suspension were added (Table 1).

The plate thus prepared was incubated in MB-INC-01 thermostat at 37 ± 1.0 degrees and the plate with *Candida utilis* culture was placed in MB-INC-02 at 22 ± 1.0 degrees for 18-24 hours. The next day the obtained suspension was seeded on solid agar in Petri dishes labeled according to twofold dilutions of bacteriological suspensions.

The nutrient medium and cultures were seeded in a separate dish for purity determination.

We recorded whether bacteria grew or did not grow in each marked section of the agar plate. The outcomes were recorded based on the presence of visible microbial colonies in specific areas of the solid growth medium. Data were collected by observing which squares showed bacterial growth and which remained clear.

Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS) determination. To determine the chemical compositions of petroleum ether and dichloromethane fractions of *A. scopiforme* by GC-MS, with 1 mL of each parts were injected for analysis. Methyl eugenol (38.55%), the most abundant constituent identified from PE extract of *A. scopiforme*, has been reported to have anesthetic, antinociceptive, anti-epileptic, hypothermic and myorelaxant effects. It also used to treat toothache and different disorders (Wang et al., 2015). Scoparone (19.63%) is a second major constituent analyzed from petroleum ether extract of *A. scopiforme*, which exhibits anti-inflammatory, anti-allergic, antioxidant, immunosuppressive, vasodilation, lipid lowering and anti-tumor activities (Choi et al., 2009). *n*-Hexadecanoic acid (1.29%), also found from dichloromethane extract of *A. scopiforme*, is a saturated fatty acid. According to the previous studies, fatty acids has a variety of biological activities such as antibacterial, antimicrobial and antifungal properties (Vasudevan et al., 2012). Eugenol (1.48%) is a member of phenols. It is used to treat toothache and pulpitis in dentistry, also used as a flavoring agent in cosmetics and food products. Eugenol illustrated have anti-inflammatory,

neuroprotective, antipyretic, anti-oxidant, antifungal and analgesic properties (Yukio et al., 2003).

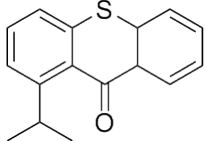
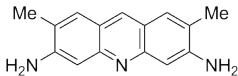
Compounds with a percentage content greater than 1% are considered as the main compounds. Their retention time, molecular formula, molecular weight as well as percentage content are listed in Table 2 and Table 3 respectively.

Table 2 — Main compounds identified in Petroleum ether extract of *A. scopiforme* by GC-MS

№	t_R (min)	Compounds	Molecular Formula	MW	Structure	Content, %
1	8.12	3-Allyl-6-methoxyphenol	$C_{10}H_{12}O_2$	164		3.42
2	9.44	Methyl eugenol	$C_{11}H_{14}O_2$	178		38.55
3	32.01	Scoparone	$C_{11}H_{10}O_4$	206		19.63
4	33.14	3,5-di-tert-Butyl-4-hydroxyanisole	$C_{10}H_{12}O_2$	236		1.8
5	44.51	1,3-Benzenedicarboxylic acid, bis(2-ethylhexyl) ester	$C_{24}H_{38}O_4$	390		1.03

Table 3 — Main compounds identified in Dichloromethane extract of *A. scopiforme* by GC-MS

№	t_R (min)	Compounds name	Molecular Formula	MW	Structure	Content, %
1	8.12	Eugenol	$C_{10}H_{12}O_2$	164		1.48
2	1.62	<i>n</i> -Hexadecanoic acid	$C_{16}H_{32}O_2$	256		1.29
3	37.51	<i>p</i> -Dimethylaminobenzylidene <i>p</i> -anisidine	$C_{16}H_{18}N_2O$	254		4.09

4	38.58	9H-Thioxanthen-9-one, 2-(1-methylethyl)	C ₁₆ H ₁₄ OS	254		1.36
5	41.96	3,6-Acridinediamine,2,7-dimethyl	C ₁₅ H ₁₅ N ₃	237		4.72

Conclusion. In summary, the petroleum (PE) ether extract and dichloromethane (DCM) extracts of *Artemisia scopiforme*, collected from Kazakhstan's Almaty region, were analyzed using gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). According to the analysis results, 88 identifiable compounds were found in the petroleum extract, and 129 distinct constituents were found in the dichloromethane extract of *A. scopiforme*. And ethanol extract of *Artemisia scopiforme* was revealed to have antimicrobial activity against two standard gram-negative pathogens, *Escherichia coli* ATCC 8739 and *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 9027 at dilution 1:1, gram-positive strains of *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 and *Enterococcus hirae* ATCC 10541 in dilution 1:2, *Candida albicans* ATCC 10231 and *Candida utilis* in dilution 1:3. For comparison, Rotocan plant extract displayed antimicrobial activity against *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 9027 in dilutions 1:1 and *Candida albicans* ATCC 10231 1:4, respectively. Based on the research results, it can be provided that chemical composition of *Artemisia scopiforme* is a rich source of bioactive complexes with good prospects and beneficial effects in the future.

References

- Abad M.J., Bedoya L.M., Apaza L., Bermejo P. (2012) The *Artemisia* L. Genus: A Review of Bioactive Essential Oils. *Molecules*, vol.17. — P. 2542–2566. <https://doi.org/10.3390/molecules17032542> (in English).
- Abilova Zh., Yuan J., Janar J., Tang Ch. P., Ye Y. (2019) Monomeric and dimeric sesquiterpene lactones from *Artemisia heptapotamica*. *Chin. J. Nat. Med.*, vol.17 (10). — P. 785– 791 (in English).
- Akzhigitova Zh.Zh., Baiseitova A.M., Ye Y., Jenis J. (2018) Investigation of chemical constituents of *Artemisia absinthium*. *Int. j. biol. chem.*, vol. 11(2). — P. 169 (in English).
- Bopi A.K., Kudaibergen A.A., Dyusebaeva M.A., Feng Y., Jenis J. (2019) Chemical composition of hexane and chloroform extracts from *Artemisia scopaeformis*. *Int. j. biol. chem.*, vol.12 (2). — P. 122-128 (in English).
- Choi Y.H., Yan G.H. (2009) Anti-allergic effects of scoparone on mast cell-mediated allergy model. *Phytomedicine*, vol.16. — P. 1089-1094. <https://doi.org/10.1016/j.phymed.2009.05.003> (in English).
- Elfawal M.A., Towler M.J., Reich N.G., Golenbock D., Weathers P.J., Rich S.M. (2012) Dried whole plant *Artemisia annua* as an antimalarial therapy. *PLoS ONE*, vol. 7(12). — P. 1-7 (in English).
- Ferreira M.P., Gendron F., Kindscher K. (2013) Bioactive prairie plants and aging adults: Role in health and disease. In *Bioactive Prairie Plants and Aging Adults. Bioactive Food as Dietary Interventions for the Aging Population*. — P. 263–275. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-397155-5.00032-5> (in English).
- Ha H., Lee H., Seo C.S. (2014) *Artemisia capillaris* inhibits atopic dermatitis-like skin lesions in Dermatophagoides farinae-sensitized Nc/Nga mice. *BMC Complement Altern. Med.*, vol.14, PP. 100. <https://doi.org/10.1186/1472-6882-14-100> (in English).
- Jenis J. (2020) *Bioactive Natural Products from Medicinal Plants*, Almaty: Qazaq University.162p. ISBN 978-601-04-4903-9 (in English).

Koul B., Taak P., Kumar A., Khatri T., Sanyal I. (2017) The *Artemisia* Genus: A Review on Traditional Uses, Phytochemical Constituents, Pharmacological Properties and Germplasm Conservation. *J. Glycom. Lipidom.*, vol.7. — P.142–149. <https://doi.org/10.4172/2153-0637.1000142> (in English).

Kurmanbayeva A., Shynykul Zh., Ye Y., Dyusebaeva M.A., Jenis J. (2018) Chemical Constituents of *Artemisia sublessingiana*. *Int. j. biol. chem.*, vol. 11(2). — P. 117-123 (in English).

Nurlybekova A.K., Kudaibergen A.A., Kazymbetova A., Amangeldi M., Aisa H., Jenis J., et al. (2022) Traditional Use, Phytochemical Profiles and Pharmacological Properties of *Artemisia* Genus from Central Asia. *Molecules*, vol. 27 (16). — P. 31-38. <https://doi.org/10.3390/molecules27165128> (in English).

Sailike B., Omarova Zh., Jenis J., Adilbayev A., Akbay B., Askarova S., et al. (2022) Neuroprotective and Anti-Epileptic Potentials of Genus *Artemisia* L. *Frontiers in Pharmacology*, vol.13. — P. 1-13. <https://doi.org/10.3389/fphar.2022.1021501> (in English).

Vallès J., García S., Hidalgo O., Martín J., Pellicer J., Sanz M., et al. (2011) Biology, Genome Evolution, Biotechnological Issues and Research Including Applied Perspectives in *Artemisia* (Asteraceae). *Adv. Bot. Researc.*, vol.60. — P. 349–419. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-385851-1.00015-9> (in English).

Vasudevan A., Kalarickal V. D., Pradeep K. M., Ponnuraj K., Chittalakkottu S., Madathilkovilakathu H. (2012) Anti-Inflammatory Property of n-Hexadecanoic Acid: Structural Evidence and Kinetic Assessment. *Chem. Biol. Drug. Des.*, vol.80. — P. 434–439. <https://doi.org/10.1111/j.1747-0285.2012.01418.x> (in English).

Wang Z.J., Tabakoff. B., Levinson S.R., Heinbockel T. (2015) Inhibition of Nav1.7 channels by methyl eugenol as a mechanism underlying its antinociceptive and anesthetic actions. *Acta Pharmacologica Sinica*. — P. 1-9. <https://doi.org/10.1038/aps.2015.26> (in English).

Yang M., Guo M.Y., Luo Y., Yun M.D., Yan J., Liu T., et al. (2017) Effect of *Artemisia annua* extract on treating active rheumatoid arthritis: A randomized controlled trial. *Chin. J. Integr. Med.*, vol. 23. — P. 496–503. <https://doi.org/10.1007/s11655-016-2650-7> (in English).

Yukio M., Masao Sh., Shigemasa H., Shoji T., Seiichiro F. (2003) Preventive effect of bis-eugenol, a eugenol ortho dimer, on lipopolysaccharide-stimulated nuclear factor kappa B activation and inflammatory cytokine expression in macrophages. *Biochemical Pharmacology* vol.66. — P. 1061–1066. [https://doi.org/10.1016/S0006-2952\(03\)00419-2](https://doi.org/10.1016/S0006-2952(03)00419-2) (in English).

Zant D., Gubler D.A. (2014) The presence of eucalyptol in *Artemisia australis* validates its use in traditional Hawaiian medicine. *Asian Pac. J. Trop. Biomed.*, vol. 4. — P. 520–522. <https://doi.org/10.12980/APJTB.4.2014C1112> (in English).

Zibae A., Bandani A.R. (2010) Effects of *Artemisia annua* L. (Asteracea) on the digestive enzymatic profiles and the cellular immune reactions of the Sunn pest, *Eurygaster integriceps* (Heteroptera: Scutellaridae), against *Beauveria bassiana*. *Bull. Entomol. Res.*, vol.100. — P. 185–196. <https://doi.org/10.1017/S0007485309990149> (in English).

© **Baikenov Ye.A., Safarov R.Z.*, Shomanova Zh.K.***, 2026.

L.N. Gumilyov Eurasian National University, Astana, Kazakhstan.

E-mail: safarov_rz@enu.kz

TGA-DSC QUANTIFICATION OF CALCITE WITH XRF CROSS- VALIDATION IN CENTRAL KAZAKHSTAN MANGANESE ORES

Baikenov Yerlan — PhD student, L.N. Gumilyov Eurasian National University, Astana, Kazakhstan,
E-mail: baikenov_yea_1@enu.kz, <https://orcid.org/0009-0003-4582-111X>;

Safarov Ruslan — candidate of chemical sciences, L.N. Gumilyov Eurasian National University, Astana, Kazakhstan; Kh. Dosmukhamedov Atyrau University, Atyrau, Kazakhstan,
E-mail: safarov_rz@enu.kz, <https://orcid.org/0000-0003-2158-6330>;

Shomanova Zhanat — Doctor of technical sciences, Margulan University, Pavlodar, Kazakhstan,
E-mail: zshoman@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-3290-0113>.

Abstract. Thermogravimetric analysis (TGA) is used to estimate calcite content in ore feedstock through the mass loss in the CaCO_3 decarbonation window (700–850 °C). In manganese ores this interval overlaps with the $\text{MnO}_2 \rightarrow \text{Mn}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Mn}_3\text{O}_4$ reduction chain and silicate dehydroxylation, making unambiguous attribution of the mass loss to carbonate decomposition impossible. X-ray fluorescence (XRF) provides only the bulk Ca content without phase assignment. A cross-validation protocol is proposed to test the carbonate hypothesis. Since $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$ releases 43.97 wt.% CO_2 , the calcite fraction from TGA equals the mass loss divided by 0.4397; an independent XRF estimate uses the molar ratio $M(\text{CaCO}_3)/M(\text{Ca}) = 2.4973$. Agreement within a relative discrepancy of about 5 % ($|\delta| \lesssim 5 \%$, the propagated 1σ limit) indicates that the mass loss is attributable to decarbonation. The protocol is tested on two contrasting ores from Central Kazakhstan: carbonate-bearing Bogach (positive control) and silicate-bearing Zhaksy (negative control). For Bogach the two estimates agree (14.33 wt.% TGA, 13.58 wt.% XRF; $\delta = +5.2 \%$), confirming a carbonate origin of the high-temperature mass loss. These mutually consistent bulk values nonetheless exceed the phase-resolved XRD value (8.4 wt.%), so the protocol screens for carbonate-bound Ca rather than quantifying calcite absolutely. For Zhaksy $\delta = +70.5 \%$, clearly violating the hypothesis; two independent checks corroborate this: the DSC heat effect (537 J g^{-1}) is sixteen times higher than expected for the XRF-based calcite content, and the dTG–DSC minimum offset of +77 °C (versus +9 °C for Bogach) indicates different underlying processes.

The protocol flags samples for which naive TGA-based estimation would overestimate calcite and directs them to phase-resolved analysis (XRD Rietveld, TG–MS).

Keywords: manganese ore, calcite quantification, thermogravimetric analysis, differential scanning calorimetry, X-ray fluorescence, Bogach deposit

Financing. *The given research was carried out within the framework of a project funded by the Science Committee of the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan (Grant No. AP23488858).*

For citations: Baikenov Ye.A., Safarov R.Z., Shomanova Zh.K. TGA-DSC quantification of calcite with XRF cross-validation in Central Kazakhstan manganese ores. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. — P. 55–74. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.363>

© Байкенов Е.А., Сафаров Р.З.*, Шоманова Ж.К.*, 2026.

Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті, Астана, Қазақстан.

E-mail: safarov_rz@enu.kz

ОРТАЛЫҚ ҚАЗАҚСТАН МАРГАНЕЦ КЕНДЕРІНДЕГІ КАЛЬЦИТТІ ТГА-ДСК ӘДІСІМЕН САНДЫҚ БАҒАЛАУ ЖӘНЕ РФА БОЙЫНША КРОСС-ВАЛИДАЦИЯ

Байкенов Ерлан — докторант, Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті, Астана, Қазақстан,

E-mail: baikenov_yea_1@enu.kz, <https://orcid.org/0009-0003-4582-111X>;

Сафаров Руслан — химия ғылымдарының кандидаты, Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті, Астана, Қазақстан; Х. Досмұхамедов атындағы Атырау университеті, Атырау, Қазақстан,

E-mail: safarov_rz@enu.kz, <https://orcid.org/0000-0003-2158-6330>;

Шоманова Жанат — техникалық ғылымдарының докторы, Әлкей Марғұлан атындағы Павлодар педагогикалық университеті, Павлодар, Қазақстан,

E-mail: zshoman@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-3290-0113>.

Аннотация. Термогравиметриялық талдау (ТГА) кальцит мөлшерін CaCO_3 декарбонизация интервалындағы (700–850 °C) масса жоғалуы арқылы бағалауға қолданылады. Марганец кендерінде бұл интервал $\text{MnO}_2 \rightarrow \text{Mn}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Mn}_3\text{O}_4$ тотықсыздану тізбегімен және силикаттардың дегидроксилденуімен қабаттасады, бұл масса жоғалуын карбонатты реакцияға бір мәнді жатқызуды мүмкін емес етеді. Рентгенфлуоресценттік талдау (РФА) Са-ның тек жалпы мөлшерін фазалық байланыссыз береді. Карбонатты гипотезаны айқастырып тексеру хаттамасы ұсынылды. $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$ ыдырауы кезінде 43,97 мас.% CO_2 бөлінетіндіктен, ТГА бойынша кальцит мөлшері масса жоғалуын 0,4397-ге бөлуге тең; РФА бойынша тәуелсіз бағалау $M(\text{CaCO}_3)/M(\text{Ca}) = 2,4973$ мольдік қатынасын пайдаланады. Шамамен 5% шегіндегі ($|\delta| \lesssim 5\%$, есептелген 1σ-шегі) сәйкестік масса жоғалуының декарбонизациядан туындайтынын көрсетеді. Хаттама

Орталық Қазақстанның екі қарама-қарсы кенінде сыналды: карбонатты Боғаш (оң бақылау) және силикатты Жақсы (теріс бақылау). Боғаш үшін екі бағалау үйлеседі (14,33 мас.% ТГА, 13,58 мас.% РФА; $\delta = +5,2\%$), бұл жоғары температуралы масса жоғалуының карбонатты шығу тегін растайды. Дегенмен бұл өзара үйлесімді жалпы мөндер фазалық сезімтал XRD бағалауынан (8,4 мас.%) асып түседі, сондықтан хаттама кальцитті абсолютті анықтау емес, карбонатты-байланысқан Са үшін үйлесімділікті тексеру құралы болып табылады. Жақсы үшін $\delta = +70,5\%$, гипотеза бұзылады; екі тәуелсіз критерий мұны растайды: ДСК жылу эффектісі ($537 \text{ Дж} \cdot \text{г}^{-1}$) РФА бойынша кальцитке күтілгеннен он алты есе жоғары, ал dTG–ДСК минимумдарының $+77^\circ\text{C}$ ығысуы ($+9^\circ\text{C}$ Боғашқа қарсы) процестердің әртүрлі табиғатын көрсетеді. Хаттама тікелей ТГА қолдану кальцитті асыра бағалайтын үлгілерді анықтап, оларды фазалық сезімтал талдауға (XRD–Ритвельд, ТГ–МС) жібереді.

Түйін сөздер: марганец кені, кальцит мөлшерін бағалау, термогравиметриялық талдау, дифференциалды сканерлеуші калориметрия, рентгенфлуоресценттік талдау, Боғаш кен орны

© Байкенов Е.А.¹, Сафаров Р.З.^{1,2*}, Шоманова Ж.К.^{3*}, 2026.

¹Евразийский национальный университет им. Л.Н. Гумилёва, Астана, Казахстан.

²Атырауский университет имени Х. Досмухамедова, Атырау, Казахстан;

³ Павлодарский педагогический университет имени Алкей Маргулан, Павлодар, Казахстан.

E-mail: safarov_rz@enu.kz

КОЛИЧЕСТВЕННАЯ ОЦЕНКА КАЛЬЦИТА МЕТОДОМ ТГА-ДСК С КРОСС-ВАЛИДАЦИЕЙ ПО РФА В МАРГАНЦЕВЫХ РУДАХ ЦЕНТРАЛЬНОГО КАЗАХСТАНА

Байкенов Ерлан — докторант, Евразийский национальный университет имени Л.Н. Гумилёва, Астана, Казахстан,

E-mail: baikenov_yea_1@enu.kz, <https://orcid.org/0009-0003-4582-111X>;

Сафаров Руслан — кандидат химических наук, Евразийский национальный университет имени Л.Н. Гумилёва, Астана, Казахстан; Атырауский университет имени Х. Досмухамедова, Атырау, Казахстан,

E-mail: safarov_rz@enu.kz, <https://orcid.org/0000-0003-2158-6330>;

Шоманова Жанат — доктор технических наук, Павлодарский педагогический университет имени Алкей Маргулан, Павлодар, Казахстан,

E-mail: zshoman@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-3290-0113>.

Аннотация: Термогравиметрический анализ (ТГА) применяется для оценки содержания кальцита через масс-потерю в интервале декарбонизации CaCO_3 ($700\text{--}850^\circ\text{C}$). В марганцевых рудах этот интервал перекрывается с восстановительными превращениями $\text{MnO}_2 \rightarrow \text{Mn}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Mn}_3\text{O}_4$ и дегидроксилированием силикатов, что делает однозначное отнесение масс-потери к карбонатной реакции невозможным. Рентгенофлуоресцентный анализ (РФА) даёт лишь валовое содержание Са без

фазовой привязки. Предложен протокол перекрёстной проверки карбонатной гипотезы. Поскольку при разложении $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$ выделяется 43,97 мас.% CO_2 , содержание кальцита по ТГА равно масс-потере, делённой на 0,4397; независимая оценка по РФА использует молярное отношение $M(\text{CaCO}_3)/M(\text{Ca}) = 2,4973$. Согласие в пределах относительного расхождения около 5 % ($|\delta| \lesssim 5$ %, рассчитанный 1 σ -предел) указывает на карбонатное происхождение масс-потери. Протокол испытан на двух контрастных рудах Центрального Казахстана: карбонатной руде Богач (положительный контроль) и силикатной руде Жаксы (отрицательный контроль). Для Богач обе оценки согласуются (14,33 мас. % ТГА, 13,58 мас. % РФА; $\delta = +5,2$ %), что подтверждает карбонатное происхождение высокотемпературной масс-потери. Эти взаимно согласованные валовые значения, тем не менее, превышают фазочувствительную оценку XRD (8,4 мас.%), поэтому протокол служит инструментом проверки согласованности для карбонатно-связанного Ca, а не абсолютного определения кальцита. Для Жаксы $\delta = +70,5$ %, гипотеза нарушена; два независимых критерия подтверждают это: тепловой эффект ДСК (537 Дж·г⁻¹) в шестнадцать раз превышает ожидаемый для содержания кальцита по РФА, а смещение минимумов dTG–ДСК +77 °C (против +9 °C для Богач) указывает на разную природу процессов. Протокол выявляет пробы, для которых прямое применение ТГА завышает содержание кальцита, и направляет их на фазочувствительный анализ (XRD–Ритвельд, ТГ–МС).

Ключевые слова: марганцевая руда; количественная оценка кальцита; термогравиметрический анализ; дифференциальная сканирующая калориметрия; рентгенофлуоресцентный анализ; месторождение Богач

Introduction. Manganese ores of the Atasu mineralogical province in Central Kazakhstan supply feedstock for the domestic ferroalloy industry (Gordon et al., 2018; Matsanga et al., 2025) and are considered as a raw material for trimanganese tetraoxide (Mn_3O_4) pigment production (Safarov et al., 2021). The province is dominated by hydrothermal–sedimentary deposits of the Atasu type (Brusnitsyn et al., 2021), which carry oxide–carbonate parageneses with cryptomelane, hollandite, braunite, hausmannite and a variable carbonate fraction. The Bogach deposit (Karaganda region) and the Zhaksy deposit (Akmola region) are end-member representatives of this paragenesis. Bogach is an oxide–carbonate ore enriched in calcite, whereas Zhaksy is a silicate-bearing braunite ore with a negligible carbonate component (Safarov et al., 2021, 2025). Quantification of the Ca-bearing phase in such ores is a prerequisite for predicting their pyrometallurgical behaviour and for selecting the appropriate beneficiation route (Matsanga et al., 2025).

Calcite acts simultaneously as a gangue mineral and as a carbonate precursor during high-temperature processing of Mn ore. Its decarbonation releases CaO that participates in slag formation and conditions the charge during calcination and sintering stages (Gordon et al., 2018). At the same time, calcite imposes a substantial energy penalty on the smelting stage. The decarbonation reaction $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$ is endothermic with a standard enthalpy of about 178 kJ mol⁻¹ (Rodriguez-Navarro et al.,

2009). Quantification of the calcite mass fraction therefore enters the energy balance of the smelting stage and the estimate of CO₂ released during pre-sintering of Mn ore feedstock (Gordon et al., 2018). For deposits with variable Ca content along the body, such as Bogach and Zhaksy, this requirement translates into a need for an applicable analytical protocol that can be deployed on many bulk samples without resorting to slow phase-resolved methods.

Reliable calcite quantification in this matrix calls for an analytical decision rule that flags samples in which the decarbonation interpretation of the TGA signal becomes unreliable. The present work develops such a rule by combining two routinely available bulk methods – TGA and XRF – and using the discrepancy between the two derived calcite estimates as a diagnostic of carbonate-bound Ca. The protocol is applied to two contrasting ores from Central Kazakhstan: the carbonate-bearing Bogach ore as a positive control and the silicate-bearing Zhaksy ore as a negative control. The objectives are (i) to derive the consistency criterion from propagated measurement uncertainties rather than postulating it, (ii) to apply the criterion to a paired comparison and interpret the resulting discrepancy values in terms of Ca-phase speciation, and (iii) to support the interpretation by an independent dTG–DSC co-registration test and by a plausibility check based on the standard enthalpy of CaCO₃ decarbonation.

Literary review.

Quantification of calcite in a manganese matrix is non-trivial because the decarbonation window of pure calcite at 10 K min⁻¹ under flowing N₂ lies between 700 and 850 °C (Zhuang et al., 2025), a range consistent with data obtained in flowing air at 2–15 K min⁻¹ (Rodriguez-Navarro et al., 2009). The decarbonation window overlaps with two competing thermal processes specific to Mn-rich ores. The reduction chain MnO₂ → Mn₂O₃ → Mn₃O₄ proceeds through 400–1000 °C with mass losses of up to several wt.% (Song et al., 2023), and slow oxygen release from Mn(III)-bearing oxide phases extends the upper edge of this interval (Mei et al., 2022). In silicate-bearing ores an additional dehydroxylation contribution from clay-like phases falls in the same window, with reported activation energies of 35–60 kcal mol⁻¹ for kaolinite-type structures (Polcowñuk Iriarte et al., 2025). As a consequence, the integrated mass loss between 700 and 850 °C cannot be assigned to calcite by inspection of the TG curve alone, and the carbonate signal must be cross-checked against an independent measurement.

The magnitude of the competing thermal signals must also be considered if calcite is to be identified by both mass loss and heat flow. Calorimetric measurements have established formation enthalpies for the Mn-oxide end-members and constrain the heat budget of each redox step (Birkner & Navrotsky, 2017), while crystallographic compilations describe the structural relationships between the phases that coexist during reduction. Simultaneous TGA/DSC/XRD analysis of mechanically activated Mn₃O₄ has resolved its oxidation behaviour as a stepwise transformation through Mn₂O₃, with mass changes of several wt.% in the 400–800 °C interval (Berbenni & Marini, 2003). Pyrometallurgical surveys of Mn-ore feedstock report cumulative pre-smelting mass losses that combine calcite decarbonation with Mn-oxide reduction and water release

(Gordon et al., 2018), confirming that the bulk thermal record of a Mn ore is intrinsically multi-source. These reference data fix the order of magnitude of the non-carbonate background against which any TGA-based calcite assignment in such a matrix must be performed.

Several analytical strategies are available to address this overlap. X-ray diffraction with Rietveld refinement is the most direct phase-sensitive route (Dos Santos et al., 2017), but its accuracy degrades when the sample contains a substantial X-ray amorphous fraction or when carbonate stoichiometry deviates from pure end-members (Akinbodunse et al., 2024; Gualtieri, 2000). Wet-chemical decarbonation under acid attack is destructive and slow. Coupled TG–MS resolves CO₂ evolution and reaches detection limits below 100 ppm of calcite (Bartels et al., 2024), at the cost of an instrumental complexity not always available in routine ore-control laboratories. Rock-Eval analysis offers comparable kinetic resolution and is widely used for sedimentary carbonates (Baudin et al., 2023). X-ray fluorescence delivers the bulk Ca content quickly and with low uncertainty (Chubarov et al., 2020; Pashkova et al., 2020), but, by itself, does not distinguish carbonate-bound from silicate-bound Ca, and remains sensitive to sample preparation effects in heterogeneous ore powders. None of these methods, taken alone, combines high throughput with an unambiguous Ca-phase assignment for Mn-rich ores.

In summary, none of the bulk methods reviewed above provides unambiguous calcite quantification in Mn-rich ores when used in isolation. The remainder of this work tests whether the combined use of TGA and XRF can fill this gap by treating the disagreement between two independent calcite estimates as a diagnostic of carbonate-bound calcium. The framework relies on standard error-propagation rules (Vyazovkin et al., 2011).

Materials and methods. Objects of study. Two manganese ores from the Atasu mineralogical province of Central Kazakhstan were selected as a contrasting pair. The first sample, taken as the positive control, was an oxide–carbonate ore from the Bogach deposit (Nurinsky district of the Karaganda region; coordinates 49°44'43.4" N, 68°57'16.5" E). The deposit is of metamorphosed sedimentary type. A previous Rietveld refinement of the as-received material returned a mineralogical assemblage dominated by cryptomelane and hollandite (about 70.6 wt.%) together with braunite (10.4 wt.%), calcite (8.4 wt.%), bixbyite (6.4 wt.%) and quartz (4.3 wt.%) (Safarov et al., 2021). The second sample, taken as the negative control, was a silicate-bearing braunite ore from the Zhaksy deposit (Zhaksy district of the Akmola region; coordinates 51°56'26.7" N, 67°21'52.1" E), in which braunite and quartz are the dominant phases and crystalline calcite is below the XRD detection limit (Safarov et al., 2021, 2025). Together the two samples span the principal range of Ca-phase configurations encountered in the Atasu province and offer the maximum methodological contrast at the minimum number of test specimens.

Sample preparation. Both ores were processed by an identical scheme. Lump material was crushed in a jaw crusher to a particle size below 5 mm and then milled in a Pulverisette-7 PL planetary mill (Fritsch, Germany) at 400 rpm for 4 h with hardened-steel grinding bodies. The milled powder was passed through a 75 µm sieve to obtain

the analytical fraction, after which it was dry-homogenised in a closed container for 30 min on a roller mixer to suppress segregation prior to the TGA, XRF and XRD measurements.

Thermogravimetric and differential scanning calorimetry analysis. Simultaneous thermogravimetric and differential scanning calorimetry measurements were carried out on a Labsys Evolution TG-DTA/DSC instrument (Setaram, France) using corundum (Al_2O_3) crucibles. Sample masses ranged from 10 to 20 mg. Each sample was heated from 30 to 1200 °C at a constant rate of 10 K/min under a flow of dry nitrogen of 30 mL/min. A baseline correction was applied by recording an empty-crucible run under identical conditions and subtracting it from the sample signal. Mass-loss intervals were defined by the inflection points of the dTG curve, and DSC integrals were obtained by linear-baseline integration in the Setaram Calisto software.

X-ray fluorescence spectroscopy. The bulk elemental composition was determined by wavelength-dispersive X-ray fluorescence spectroscopy on an S2 Puma benchtop spectrometer (Bruker, Germany) equipped with a silver anode operated in the range from 20 to 50 kV under vacuum. Pressed tablets were prepared by the sandwich technique: 5 g of homogenised ore powder were laid over a 9 g layer of boric acid serving as the backing, and the assembly was compacted at a load of 25 t for 30 s in a steel die. Quantitative calibration of the major-element channels relied on the factory parameter set of the instrument, and the reported wt.% values for Mn, Ca, Si, Fe and other elements were taken directly from the standard output of the Bruker Spectra.Elements software.

X-ray diffraction. The qualitative and quantitative mineralogical composition of the as-received ores was investigated by X-ray powder diffraction on a D6 Phaser benchtop diffractometer (Bruker, Germany) using copper $\text{K}\alpha$ radiation ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$). The X-ray tube was operated at 40 kV and 15 mA. Diffractograms were recorded in the 2θ range from 15 to 85° with a step size of 0.02° and a counting time of 0.8 s per step. The sample was rotated at 10 rpm throughout the measurement in order to suppress preferred-orientation effects. Phase identification and Rietveld refinement of the recorded patterns were performed in Profex v5.4.0 against structural models drawn from the Crystallography Open Database (revision 240108). XRD served as an external method for cross-checking the outcome of the TGA–XRF protocol rather than as the basis of the quantitative calculation in the present work.

Quantitative calculations. The TGA-based calcite estimate is obtained from the mass loss in the decarbonation window, equation (1):

$$w_{\text{CaCO}_3}^{\text{TGA}} = \frac{\Delta m_{\text{decarb}}}{M(\text{CO}_2) / M(\text{CaCO}_3)} = \frac{\Delta m_{\text{decarb}}}{0.4397}, \quad (1)$$

where Δm_{decarb} is the mass loss in the decarbonation stage (wt.%), $M(\text{CO}_2) = 44.009 \text{ g/mol}$, $M(\text{CaCO}_3) = 100.087 \text{ g/mol}$. The ratio 0.4397 is the mass fraction of CO_2 in calcite.

The XRF-based estimate follows from the Ca content and the CaCO_3/Ca mass ratio, equation (2):

$$w_{\text{CaCO}_3}^{\text{XRF}} = w_{\text{Ca}}^{\text{XRF}} \cdot \frac{M(\text{CaCO}_3)}{M(\text{Ca})} = w_{\text{Ca}}^{\text{XRF}} \cdot 2.4973, \quad (2)$$

where $w_{\text{Ca}}^{\text{XRF}}$ is the Ca mass fraction by XRF and $M(\text{Ca}) = 40.078$ g/mol. The coefficient $2.4973 = 100.087 / 40.078$.

The consistency between the two estimates was assessed through their relative discrepancy $\delta = (w_{\text{TGA}} - w_{\text{XRF}}) / w_{\text{TGA}} \times 100 \%$. The acceptance threshold ($|\delta| \lesssim 5 \%$) was derived from standard error propagation of the input uncertainties at the working composition rather than postulated, and is specific to the present measurement regime (10 K/min, N₂); for other heating rates, atmospheres or Ca levels it is re-evaluated by the same procedure.

Results.

Bulk elemental composition

Major-element XRF data for the two ores are shown in Figure 1. Bogach contains Mn 60.77 wt.%, Ca 5.44 wt.%, Si 3.49 wt.% and Fe 0.89 wt.%. Zhaksy contains Mn 44.88 wt.%, Ca 0.76 wt.%, Si 20.85 wt.% and Fe 6.14 wt.%. The seven-fold contrast in Ca content (5.44 vs. 0.76 wt.%) and the six-fold contrast in Si (3.49 vs. 20.85 wt.%) define the two samples as a carbonate-bearing and a silicate-bearing end-member. Fe is enriched in Zhaksy by a factor of seven and indicates a larger Fe-silicate fraction.

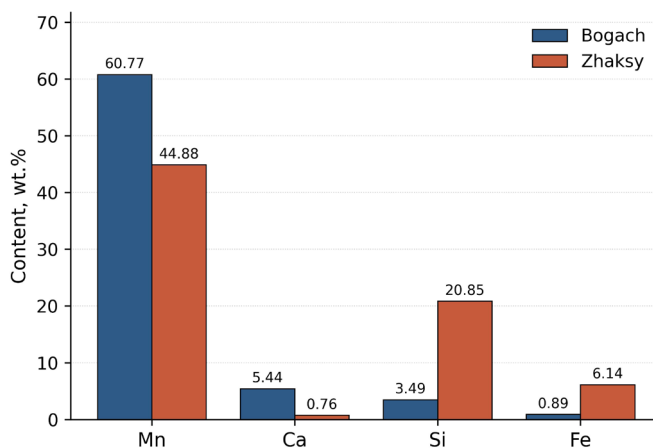


Figure 1 – Bulk elemental composition of the Bogach and Zhaksy manganese ores by XRF (wt.%; Mn, Ca, Si, Fe).

Thermal behaviour of the Bogach ore

Figure 2 shows the TG and dTG curves of Bogach recorded at 10 K/min under N₂. The total mass loss at 1200 °C is 27.44 wt.%. Mass release is distributed across several intervals. The largest single step lies in the 693–836 °C window. It produces a sharp dTG minimum at 714 °C with a rate of -1.21 %/min and accounts for 6.30 wt.% of the total mass loss. Smaller steps below 693 °C are attributed to adsorbed water release (30–200 °C), dehydroxylation (200–364 °C), the MnO₂ → Mn₂O₃ transition (365–495 °C)

and cryptomelane–hollandite breakdown (557–693 °C). Above 911 °C the TG baseline drifts downward by an additional 6 wt.%, consistent with the $\text{Mn}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Mn}_3\text{O}_4$ step and partial sintering.

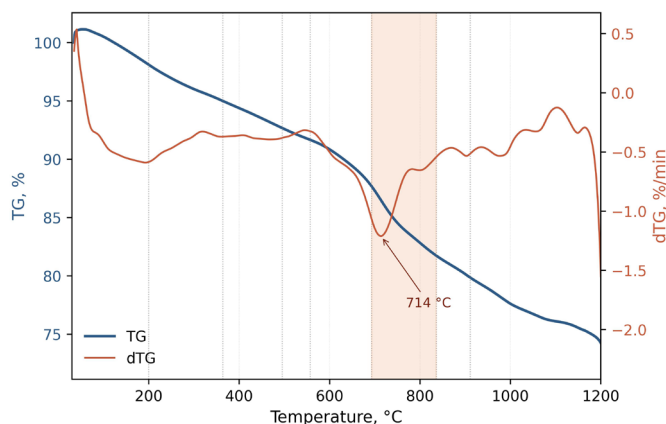


Figure 2 – TG and dTG curves of the Bogach ore (10 K/min, N_2 , Al_2O_3 crucible). Decarbonation window 693–836 °C is shaded; dTG minimum at 714 °C is marked.

The DSC curve of Bogach (Figure 3) carries two endothermic features separated by a broad exothermic envelope. The low-temperature peak is centred at 215 °C with an integrated enthalpy of 96 J/g over the narrow window 38–272 °C. This window corresponds to desorption of physically adsorbed moisture and the loss of any weakly bound hydroxyl species from the ore surface. Compared with the Zhaksy counterpart (146 J/g over a wider 32–381 °C window), the Bogach low-T event is smaller in both enthalpy and temperature extent, in line with the lower silicate fraction (Si 3.49 wt.% against 20.85 wt.% in Zhaksy) and the consequently smaller contribution from silicate dehydroxylation.

Between 300 and 600 °C the DSC signal rises above the baseline into a broad exothermic envelope. The envelope is the superposition of the oxidative $\text{MnO}_2 \rightarrow \text{Mn}_2\text{O}_3$ transition in the cryptomelane and hollandite tunnel phases, which proceeds exothermically under the carrier gas atmosphere used here, with residual dehydroxylation of OH-bearing phases (Berbenni & Marini, 2003; Song et al., 2023). The exothermic maximum near 440 °C brackets the dTG stage attributed to the $\text{MnO}_2 \rightarrow \text{Mn}_2\text{O}_3$ transition

The high-temperature endothermic event is centred at 721 °C with an integrated enthalpy of 3536 J/g over 498–1213 °C, with the minimum at 723 °C and –27.9 mW. The temperature, the magnitude of the integrated heat and the temperature co-registration with the dTG minimum at 714 °C (offset +9 °C) jointly identify this event as the decarbonation of CaCO_3 (Rodriguez-Navarro et al., 2009) under the standard enthalpy of about 178 kJ mol^{–1} of calcite. Minor contributions from continuing Mn-oxide reduction above 700 °C and from the onset of sintering add a broad tail to the endotherm extending to 1213 °C, but they do not displace the minimum from the calcite decarbonation range.

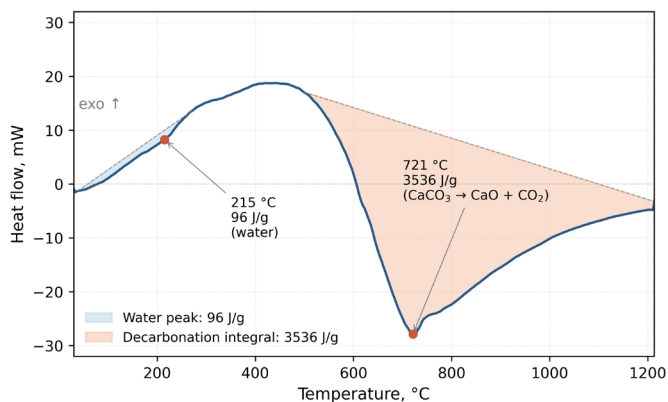


Figure 3 – DSC curve of the Bogach ore.

Low-temperature shoulder (215 °C, 96 J/g) and high-temperature endotherm (721 °C, 3536 J/g over 569–1213 °C) are labelled.

Thermal behaviour of the Zhaksy ore

The TG and dTG curves of Zhaksy are shown in Figure 4. The total mass loss at 1200 °C is 12.33 wt.%, less than half of the Bogach value. The dTG profile contains no sharp step comparable to the 714 °C feature of Bogach. Within the 723–922 °C window the only minimum is broad and shallow at –0.35 %/min at 806 °C, and the integrated mass loss in this window is 2.83 wt.%. The low-temperature dehydration stage below 400 °C is pronounced, in agreement with the higher clay and Fe-silicate content indicated by XRF.

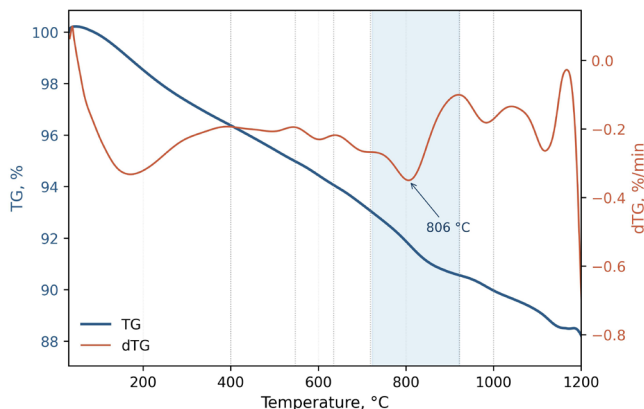


Figure 4 – TG and dTG curves of the Zhaksy ore (10 K/min, N₂).

The high-temperature window 723–922 °C is shaded in blue; the broad dTG minimum at 806 °C is marked.

The Zhaksy DSC curve (Figure 5) displays two endothermic events. The low-temperature peak is centred at 139 °C with an integrated enthalpy of 146 J/g over the window 32–381 °C. This window spans two overlapping mass-loss processes reported

by the TG curve below 400 °C – desorption of loosely bound moisture in the 30–150 °C range and subsequent dehydroxylation of OH-bearing silicate and Fe-oxyhydroxide phases between 150 and 381 °C. The integrated enthalpy of 146 J/g is consistent with the combined heat of evaporation of adsorbed water and the dehydroxylation of clay-like silicates (Polcowñuk Iriarte et al., 2025); the high silicate fraction of the Zhaksy ore (Si 20.85 wt.%, Fe 6.14 wt.%) explains the pronounced low-T event relative to the Bogach equivalent.

The high-temperature endotherm peaks at 729 °C with 537 J/g integrated over 467–1212 °C. The window covers a superposition of non-carbonate transformations. In the lower part of the window (467–700 °C) the Mn-oxide reduction chain $\text{MnO}_2 \rightarrow \text{Mn}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Mn}_3\text{O}_4$ releases lattice oxygen with an accompanying endothermic signal (Song et al., 2023), while residual dehydroxylation of silicates continues into the same interval. The deep minimum at 729 °C and the upper part of the window (700–1000 °C) reflect the onset of partial $\text{Mn}^{3+} \rightarrow \text{Mn}^{2+}$ reduction in the braunite structure – a mechanism analogous to the CLOU-type oxygen release documented for other Mn(III)-bearing phases (Mei et al., 2022) and consistent with the thermodynamics of Mn-oxide reduction established by calorimetric measurements on Mn-oxide end-members (Birkner & Navrotsky, 2017) – together with the onset of silicate recrystallisation in the silica-rich matrix. Relative to Bogach, the Zhaksy high-temperature enthalpy is 6.6 times smaller, while the dTG mass-loss ratio between the two ores in the same window is 2.2; the mismatch between the two ratios is the first indication that the Zhaksy signal is not dominated by a single decarbonation event. A broad exothermic envelope near 440 °C superimposed on the descending baseline indicates Mn-oxide redox activity accompanying the transitions above.

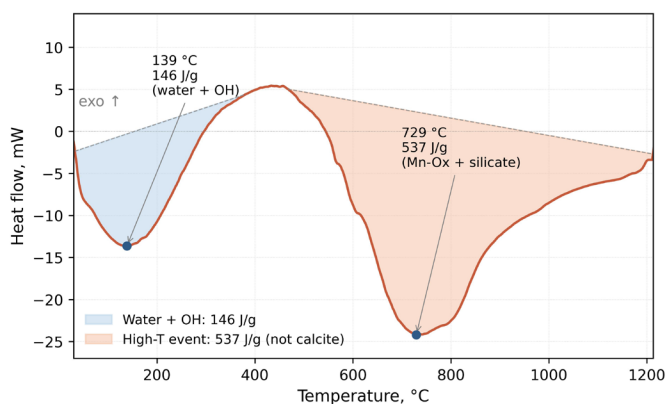


Figure 5 – DSC curve of the Zhaksy ore.

Low-temperature peak (139 °C, 146 J/g) and high-temperature endotherm (729 °C, 537 J/g over 467–1212 °C) are labelled.

Co-registration of dTG and DSC

The co-registration test places the two instrumental channels on a common temperature axis and measures the offset between their minima inside the putative

carbonate window. At 10 K/min a single decarbonation event produces a dTG minimum that leads the DSC minimum by a small kinetic lag.

For Bogach (Figure 6) the dTG minimum lies at 714 °C and the DSC minimum at 723 °C. The offset is +9 °C. This value is within the range expected for a common mass-release and heat-uptake process.

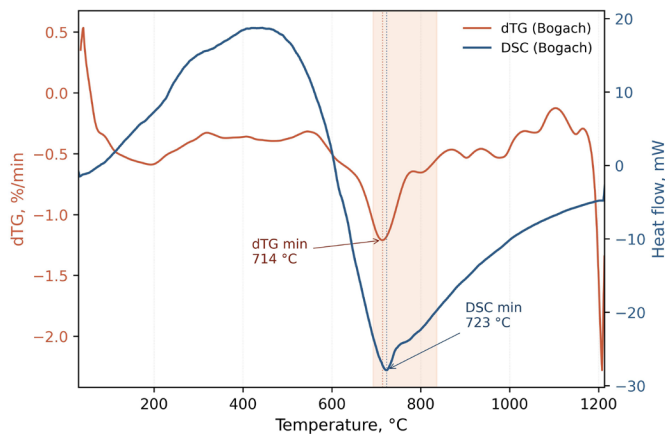


Figure 6 – Co-registration of dTG (Bogach, red) and DSC (Bogach, blue) on a common temperature axis.

The dTG minimum (714 °C) and DSC minimum (723 °C) fall within +9 °C of each other.

For Zhaksy (Figure 7) the broad dTG minimum lies at 806 °C and the DSC minimum at 729 °C. The offset is +77 °C, almost an order of magnitude larger than for Bogach. The two channels peak in different parts of the 700–900 °C interval.

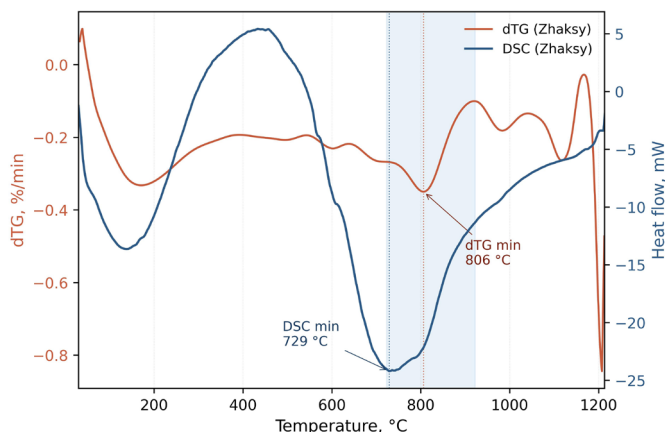


Figure 7 – Co-registration of dTG (Zhaksy, red) and DSC (Zhaksy, blue).

The dTG minimum (806 °C) and DSC minimum (729 °C) are separated by +77 °C, far above the kinetic-lag range expected for a common reaction.

Quantitative calcite estimates and the TGA–XRF cross-check

Equations (1) and (2) were applied to the decarbonation windows identified above. The stoichiometric constants used were $k_{\text{TGA}} = M(\text{CO}_2)/M(\text{CaCO}_3) = 0.4397$ and $k_{\text{XRF}} = M(\text{CaCO}_3)/M(\text{Ca}) = 2.4973$. Input values and outputs are listed in Table 1.

Table 1 – Calcite content derived from TGA (equation 1) and XRF (equation 2) and the relative discrepancy $\delta = (w_{\text{TGA}} - w_{\text{XRF}})/w_{\text{TGA}} \times 100 \%$.

Sample	$\Delta m_{\text{decarb.}}$, wt. %	w_{TGA} , wt. %	w_{Ca} (XRF), wt. %	w_{XRF} , wt. %	δ , %
Bogach	6.30	14.33	5.44	13.58	+5.2
Zhaksy	2.83	6.44	0.76	1.90	+70.5

Bogach sits at the +5.2% boundary of the consistency band. Zhaksy exceeds the band by a factor of fourteen. Figure 8 maps both samples on the w_{TGA} vs. w_{XRF} diagnostic plane. Bogach falls on the upper edge of the $\pm 5 \%$ envelope around the 1:1 line. Zhaksy lies far above the 1:1 line, in the region where w_{TGA} overestimates w_{XRF} .

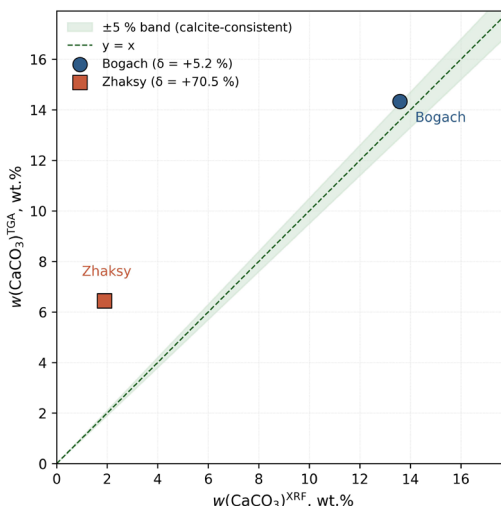


Figure 8 – Diagnostic diagram for the TGA–XRF cross-check.

Dashed line is the 1:1 reference; grey band is the $\pm 5 \%$ consistency envelope. Bogach sits at the upper edge of the envelope; Zhaksy lies far above the 1:1 line.

Discussion.

The TGA–XRF cross-check as a diagnostic test

The decision rule rests on a simple mass balance. If all Ca measured by XRF is contained in calcite, equation (2) is exact. If the decarbonation window in the TGA is correctly identified, equation (1) is exact. Under these two assumptions the two estimates must coincide within the combined measurement uncertainty. Agreement between the two bulk estimates establishes the internal consistency of the carbonate hypothesis, not the absolute accuracy of the calcite content; both estimates are bulk-averaged upper bounds and are reconciled with the phase-resolved value in the XRD comparison below.

Two random sources dominate the uncertainty budget. The TGA mass-loss reading in a well-defined decarbonation window has a 1σ uncertainty of about 0.3 wt.%, accumulated from baseline drift, window-edge selection ($\pm 5^\circ\text{C}$ in the inflection-point procedure used here) and within-sample inhomogeneity after 4 h of planetary milling (Vyazovkin et al., 2011). The XRF Ca content in a sandwich-pressed pellet has a 1σ uncertainty of about 0.1 wt.% absolute at the 5 wt.% level, set by the calibration residuals and matrix correction of the factory parameter set on the S2 Puma (Chubarov et al., 2020). The stoichiometric constants $k_{\text{TGA}} = 0.4397$ and $k_{\text{XRF}} = 2.4973$ are exact and contribute no uncertainty.

Propagating these inputs through equations (1) and (2) gives the standard deviations of the two calcite estimates:

$$\sigma(w_{\text{TGA}}) = \frac{\sigma(\Delta m)}{k_{\text{TGA}}} = 0.68 \text{ wt.}\%, \quad (3)$$

$$\sigma(w_{\text{XRF}}) = \sigma(w_{\text{Ca}}) \cdot k_{\text{XRF}} = 0.25 \text{ wt.}\%. \quad (4)$$

The relative discrepancy between the two estimates is defined as

$$\delta = \frac{w_{\text{TGA}} - w_{\text{XRF}}}{w_{\text{TGA}}} \times 100 \%, \quad (5)$$

with partial derivatives

$$\frac{\partial \delta}{\partial w_{\text{TGA}}} = \frac{w_{\text{XRF}}}{w_{\text{TGA}}^2} \times 100 \%, \quad \frac{\partial \delta}{\partial w_{\text{XRF}}} = -\frac{1}{w_{\text{TGA}}} \times 100 \%. \quad (6)$$

Under the assumption of independent errors, $\sigma(\delta)$ follows from the standard quadrature rule:

$$\sigma(\delta) = \sqrt{\left(\frac{\partial \delta}{\partial w_{\text{TGA}}} \sigma(w_{\text{TGA}})\right)^2 + \left(\frac{\partial \delta}{\partial w_{\text{XRF}}} \sigma(w_{\text{XRF}})\right)^2}. \quad (7)$$

At the Bogach working point ($w_{\text{TGA}} = 14.33_{\text{wt.}\%}$, $w_{\text{XRF}} = 13.58_{\text{wt.}\%}$) the partial derivatives evaluate to 0.0661 and -0.0698 per wt.%, which, substituted into equation (7), give $\sigma(\delta) = \sqrt{(0.0661 \times 0.68)^2 + (0.0698 \times 0.25)^2} \times 100 \% \approx 4.8 \%$. The 1σ uncertainty band on δ is therefore close to 5%. Inputs and propagated outputs are summarised in Table 2.

Table 2 – Uncertainty budget for the TGA–XRF cross-check at the Bogach point. Stoichiometric factors $k_{\text{TGA}} = \text{M}(\text{CO}_2)/\text{M}(\text{CaCO}_3) = 0.4397$ and $k_{\text{XRF}} = \text{M}(\text{CaCO}_3)/\text{M}(\text{Ca}) = 2.4973$ are treated as exact.

Source	Symbol	1 σ value
TGA mass-loss reading	$\sigma(\Delta m)$	0.30 wt. %
XRF Ca content	$\sigma(w_{\text{Ca}})$	0.10 wt. %
Propagated TGA calcite	$\sigma(w_{\text{TGA}})$	0.68 wt. %
Propagated XRF calcite	$\sigma(w_{\text{XRF}})$	0.25 wt. %
Propagated relative discrepancy at the Bogach point	$\sigma(\delta)$	4.8 %

The acceptance threshold is therefore the 1 σ band derived from propagated measurement errors rather than a postulated value. Because the propagated value $\sigma(\delta) = 4.8\%$ rounds to 5 %, the band is properly read as an approximate 1 σ limit ($|\delta| \lesssim 5\%$) and not as a sharp cut-off, and a measured δ is judged against it within its propagated 1 σ uncertainty ($\pm 4.8\%$ at the Bogach point). A sample whose discrepancy does not significantly exceed this band – that is, whose δ remains statistically indistinguishable from zero at the 1 σ level – is consistent with a single-phase calcite assignment within measurement error. A sample whose discrepancy exceeds the band by several standard deviations requires an alternative explanation of the mass loss in the high-temperature window. The use of disagreement between two bulk methods as a phase-speciation diagnostic follows the broader pattern in carbonate analytics, in which TG–MS, Rock-Eval and XRD have been combined to validate one another for sedimentary materials (Bartels et al., 2024; Baudin et al., 2023); the present formulation transposes that logic to a Mn-rich matrix in which all three single-method routes carry phase ambiguity.

Calcite assignment in the Bogach ore

For Bogach the two estimates agree to $\delta = +5.2\%$, carrying a propagated 1 σ uncertainty of $\pm 4.8\%$ (Table 2). The point estimate exceeds the nominal 5 % limit by only 0.4 percentage points — an order of magnitude smaller than its own uncertainty — and the discrepancy interval ($+5.2 \pm 4.8\%$) overlaps both zero and the threshold. Bogach therefore lies on the 1 σ boundary of the consistency band and is statistically indistinguishable from it; this is the sense in which the sample is classified as consistent, rather than as falling below an exactly defined 5.000 % line. Three further observations support the calcite assignment for the 693–836 °C step. First, the dTG peak at 714 °C lies within the accepted temperature range for calcite decarbonation at 10 K/min in N₂ (700–850 °C).

Second, the DSC endotherm peaks at 721 °C, within +9 °C of the dTG minimum. The kinetic lag between mass release and heat uptake has the expected sign and magnitude for a single decarbonation event.

Third, the XRF-based estimate (13.58 wt. %) sits below the TGA value (14.33 wt. %). The sign of the discrepancy is the one expected when a small fraction of the 693–836 °C mass loss originates from residual Mn-oxide or hydroxyl contributions rather than from decarbonation. The TGA value is therefore an upper bound and the XRF value a lower bound on the true calcite content in Bogach.

Enthalpy budget rules out decarbonation in Zhaksy

The Zhaksy cross-check fails by a wide margin ($\delta = +70.5\%$). The independent enthalpy budget confirms that failure. The standard enthalpy of CaCO_3 decarbonation is about 178 kJ mol^{-1} (Rodriguez-Navarro et al., 2009), or 1778 J per gram of calcite.

The XRF-based upper bound on the calcite content in Zhaksy is 1.90 wt.%. Complete decarbonation of this amount would release $1.90 \times 17.78 = 33.8 \text{ J}$ per gram of ore. The DSC integral in the 467–1212 °C window is 537 J/g, sixteen times higher than any plausible calcite contribution.

The excess enthalpy and the mass loss itself originate from non-carbonate chemistry. X-ray diffraction of the as-received Zhaksy ore shows braunite (nominal $\text{Mn}_7\text{SiO}_{12}$, containing both Mn^{3+} and Mn^{2+}) as the dominant manganese phase, with no calcite and no hausmannite detected. Under N_2 above 700 °C two processes contribute to the 723–922 °C window. The lower part of the window ($\approx 700\text{--}800$ °C) is dominated by dehydroxylation of OH-bearing silicates. The upper part ($\approx 800\text{--}900$ °C) reflects the onset of partial $\text{Mn}^{3+} \rightarrow \text{Mn}^{2+}$ reduction in the braunite structure with limited oxygen release. The full braunite $\rightarrow$ hausmannite + silicate transformation proceeds above 1000 °C, outside the integration window used here, and has been observed independently in SQUID magnetometry of heated Zhaksy material. The 2.83 wt.% Δm therefore represents a precursor stage of these non-carbonate reactions, not calcite decarbonation.

Co-registration of the two channels as an independent check

The mass-loss and heat-flow channels of a simultaneous TGA–DSC record the same event at slightly different times. At 10 K/min the kinetic lag rarely exceeds 10–15 °C for a single-step reaction. The +9 °C offset measured for Bogach (Figure 6) lies inside this range.

The +77 °C offset measured for Zhaksy (Figure 7) cannot be rationalised as a kinetic lag. The two channels must therefore respond to different underlying reactions. The dTG minimum at 806 °C tracks the onset of $\text{Mn}^{3+} \rightarrow \text{Mn}^{2+}$ reduction in braunite with slow oxygen release. The DSC minimum at 729 °C tracks silicate dehydroxylation, which releases less mass but more heat per unit mass and therefore dominates the DSC signal at a lower temperature than the dTG signal.

Co-registration requires no stoichiometric assumption. It adds a second independent criterion to the TGA–XRF cross-check. It is particularly useful when the XRF Ca value is low (below 1 wt.%) and equation (2) becomes numerically noisy.

Comparison with XRD Rietveld phase analysis

The TGA–XRF cross-check returned $w(\text{CaCO}_3) \approx 14 \text{ wt.}\%$ for the Bogach ore, whereas an independent XRD Rietveld refinement of the same material yields a calcite phase fraction of 8.4 wt.% (Safarov et al., 2021). The two values differ by 5–6 wt.% absolute, well beyond the combined TGA + XRF uncertainty established in the uncertainty budget above. The discrepancy is informative about the limitations of each method and is examined here.

Three contributions plausibly account for the gap. First, the Rietveld refinement was performed without an internal standard, so the reported phase fractions are normalised on a 100 % crystalline basis. If the sample contains a non-negligible X-ray

amorphous component, this normalisation acts in opposite ways for different phases. With cryptomelane and hollandite as the dominant Mn-oxide carriers in Bogach, both characterised by large unit cells with intrinsic tunnel disorder and moderate peak broadening (Birkner & Navrotsky, 2017), part of the diffracted intensity from these phases distributes into the amorphous halo and escapes the structural model. A formal correction with corundum as internal standard is the established remedy (Gualtieri, 2000) but was not applied in the original refinement. Akinbodunse et al. (2024) report absolute errors within ± 3 wt.% (95 % confidence interval) for internal-XRD-amorphous quantification and relative errors below 10 % once the amorphous fraction exceeds 10 wt.%, magnitudes commensurate with the gap observed here when the amorphous contribution is not explicitly refined.

Second, the calcite signal in a multiphase Mn-rich matrix is particularly vulnerable to peak overlap. The strongest calcite reflection at $2\theta \approx 29.4^\circ$ ($d \approx 3.04$ Å, hkl 104) sits close to high-intensity reflections of cryptomelane and braunite at 28.7° and 32.9° , which broaden under tunnel disorder and Fe substitution, respectively. Fitting the 28 – 34° region without a fixed calcite occupancy can therefore redistribute intensity from calcite to the surrounding Mn phases. Non-stoichiometric carbonates (Mn- or Fe-substituted calcite) shift the reflections by up to 0.1° 2θ and broaden them, further depressing the apparent calcite fraction unless the substitution is refined explicitly (Dos Santos et al., 2017).

Third, the TGA and XRF estimates retain their own sources of bias. As noted in the calcite-assignment analysis above, the TGA window 693 – 836°C may receive a residual contribution of 1 – 2 wt.% from continued breakdown of the cryptomelane/hollandite framework above 700°C (Song et al., 2023), which inflates the apparent calcite mass loss. The XRF estimate assumes that all bulk Ca resides in calcite; even a small Ca-silicate fraction at the level of 0.5 – 1 wt.% Ca would shift $w(\text{CaCO}_3)^{\text{XRF}}$ down by 1.2 – 2.5 wt.%. Taken together, plausible adjustments push the TGA value down by 2 – 3 wt.%, the XRF value down by 1 – 2 wt.%, and, after correction for the amorphous fraction, the Rietveld value up by 2 – 4 wt.%. The three estimates then converge to a common range of 10 – 12 wt.% within their respective uncertainties.

The wider methodological implication is that the TGA–XRF cross-check and the Rietveld refinement carry complementary biases. The bulk methods are insensitive to crystallinity but vulnerable to overlap with non-carbonate mass losses and to Ca redistribution into other phases. The Rietveld refinement is phase-resolved but biased toward crystalline contributions and sensitive to peak-overlap effects in Mn-rich matrices. The TGA–XRF protocol therefore should be read as a screen for whole-sample carbonate balance rather than as a substitute for properly standardised Rietveld refinement when phase-resolved quantification is required.

Assumptions, limitations and scope

Two features of the present validation set its limits. The protocol was tested on a single measurement of one positive and one negative control, without replicate runs. The uncertainty budget in Table 2 is obtained analytically, by propagating literature and instrument-specification input uncertainties through equations (3)–(7), and not from

experimental repeatability; the propagated value $\sigma(\delta) = 4.8\%$ is therefore a theoretical 1σ estimate that awaits confirmation on replicate measurements and on a larger, compositionally diverse sample set. In addition, the numerical values used throughout — the 700–850 °C decarbonation window, the $|\delta| \lesssim 5\%$ acceptance threshold, the +10–15 °C dTG–DSC kinetic-lag range and the 178 kJ mol⁻¹ decarbonation enthalpy — are tied to the specific measurement regime (10 K min⁻¹ under flowing N₂) and, for the threshold, to the working composition of the Bogach point (≈ 14 wt.% CaCO₃). They are not universal constants of the method: a different heating rate, atmosphere or Ca level shifts both the decarbonation window and the propagated threshold, each of which must then be re-derived by the procedure of equations (3)–(7).

The protocol assumes that calcite is the only Ca-bearing phase above the XRF detection limit and that no other carbonate contributes significantly to the 700–850 °C window. Both assumptions must be checked sample-by-sample. In the Mn ores of Central Kazakhstan the main alternative Ca carriers are dolomite and manganocalcite. Dolomite would split the decarbonation into two dTG peaks near 750 and 850 °C. Manganocalcite would shift the onset to 650–700 °C and would also appear in XRD as a Mn carbonate. Neither feature is present in the Bogach data.

For ores with mixed carbonate mineralogy the protocol still returns a binary pass/fail verdict. A failed cross-check does not identify the interfering phase, only that calcite is not the dominant Ca carrier. In the present study the independent XRD patterns confirm both branches of the test directly: calcite is identified in Bogach, whereas Zhaksy shows braunite as the dominant Mn phase with no calcite above the XRD detection limit. XRD therefore serves here as an independent confirmation of the cross-check outcome rather than as a missing next step. Full quantitative phase attribution, including Rietveld refinement of all Mn-bearing phases and complete assignment of the individual dTG and DSC stages, lies outside the scope of the present methodological paper and is the subject of a companion study. Within its intended scope the TGA–XRF cross-check combined with dTG/DSC co-registration provides a rapid pre-screen (about 3 h per sample including sample preparation) that flags whether a full Rietveld refinement is required.

Conclusion. The present study examined a dual-method screening protocol that combines TGA–DSC and XRF measurements for the quantification of calcite in manganese-rich ores, on a paired sample set drawn from the Atasu province of Central Kazakhstan — the carbonate-bearing Bogach ore as a positive control and the silicate-bearing Zhaksy ore as a negative control. The principal results obtained in the course of the study are as follows.

1. A dual-method protocol for quantitative calcite assessment in carbonate-type manganese ores has been developed and verified, based on independent calculations of $w(\text{CaCO}_3)$ from TGA–DSC and XRF.

2. For the Bogach ore the two estimates are $w(\text{CaCO}_3) = 14.33$ wt.% (TGA) and 13.58 wt.% (XRF); the relative discrepancy is $\delta = +5.2\%$, which coincides with the propagated 1σ limit ($\sigma(\delta) = 4.8\%$) and is statistically indistinguishable from it.

3. The threshold $|\delta| \lesssim 5\%$ is justified by error propagation and proposed as a

consistency criterion between the two methods and, simultaneously, as an indicator that no significant non-carbonate Ca-bearing phases are present.

4. The negative control on the Zhaksky ore ($\delta = +70.5\%$) confirms the specificity of the protocol and is supported by an independent enthalpy balance: the measured DSC integral of 537 J/g is sixteen times higher than the maximum calcite contribution permitted by the XRF Ca value.

5. Co-registration of the dTG and DSC channels adds an independent diagnostic criterion. The $+9\text{ }^{\circ}\text{C}$ offset for Bogach and the $+77\text{ }^{\circ}\text{C}$ offset for Zhaksky distinguish a single decarbonation event from the superposition of Mn-oxide redox chemistry and silicate transformations.

6. Comparison with phase-resolved XRD Rietveld refinement shows that the bulk TGA–XRF protocol and the diffraction-based method carry complementary biases. The protocol is intended as a screen for whole-sample carbonate balance rather than as a substitute for an internally standardised Rietveld refinement when full phase-resolved quantification is required.

The work was directed at deriving an applicable analytical decision rule for Ca-phase speciation in Mn-rich matrices that does not rely on slow phase-resolved measurements. The results may find application in routine ore-control laboratories at the beneficiation stage of Mn feedstock processing for ferroalloy production and for Mn_3O_4 pigment manufacture, in the preliminary triage of unfamiliar Mn-ore samples prior to full Rietveld refinement, and as an input to energy balance calculations for the smelting stage where the calcite mass fraction directly governs the projected CaO yield and the corresponding CO_2 release.

References

- Akinbodunse S.J., Ufer K., Dohrmann R., & Mikutta C. (2024) Evaluation of the Rietveld method for determining content and chemical composition of inorganic X-ray amorphous materials in soils. *American Mineralogist*, 109(12). — P. 2037–2051. <https://doi.org/10.2138/am-2023-9240> (in Eng.).
- Bartels M.F., Miller Q.R.S., Cao R., Lahiri N., Holliman J.E., Stanfield C.H., & Schaef H.T. (2024) Parts-Per-Million Carbonate Mineral Quantification with Thermogravimetric Analysis–Mass Spectrometry. *Analytical Chemistry*, 96(11). — P. 4385–4393. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.3c03936> (in Eng.).
- Baudin F., Bouton N., Wattripont A., & Carrier X. (2023) Carbonates thermal decomposition kinetics and their implications in using Rock-Eval® analysis for carbonates identification and quantification. *Science and Technology for Energy Transition*, 78, 38. <https://doi.org/10.2516/stet/2023038> (in Eng.).
- Berbenni V., & Marini A. (2003) Oxidation behaviour of mechanically activated Mn_3O_4 by TGA/DSC/XRPD. *Materials Research Bulletin*, 38(14). — P. 1859–1866. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2003.07.008> (in Eng.).
- Birkner N., & Navrotsky A. (2017) Thermodynamics of manganese oxides: Sodium, potassium, and calcium birnessite and cryptomelane. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 114(7). — P. 1162–1167. <https://doi.org/10.1073/pnas.1620427114> (in Eng.).
- Brusnitsyn A.I., Perova E.N., Vereshchagin O.S., Britvin S.N., Platonova N.V., & Shilovskikh V.V. (2021) The Mineralogy of Iron and Manganese Ores of the Ushkatyn-III Deposit in Central Kazakhstan. *Geology of Ore Deposits*, 63(8). — P. 772–792. <https://doi.org/10.1134/S1075701521080031> (in Eng.).
- Chubarov V.M., Amosova A.A., & Finkelshtein A.L. (2020) X-Ray Fluorescence Determination of Ore Elements in Ferromanganese Formations. *Inorganic Materials*, 56(14). — P. 1423–1430. <https://doi.org/10.1134/S0020168520140046> (in Eng.).
- Dos Santos H., Neumann R., & Ávila C.A. (2017) Mineral Quantification with Simultaneous

Refinement of Ca-Mg Carbonates Non-Stoichiometry by X-ray Diffraction, Rietveld Method. *Minerals*, 7(9), 164. <https://doi.org/10.3390/min7090164> (in Eng.).

Gordon Y., Nell J., & Yaroshenko Y. (2018) Manganese Ore Thermal Treatment Prior to Smelting. *KnE Engineering*, 3(5), 71. <https://doi.org/10.18502/keg.v3i5.2656> (in Eng.).

Gualtieri A.F. (2000) Accuracy of XRPD QPA using the combined Rietveld–RIR method. *Journal of Applied Crystallography*, 33(2). — P. 267–278. <https://doi.org/10.1107/S002188989901643X> (in Eng.).

Matsanga N., Tangstad M., Kalenga M.W., & Nheta W. (2025) Manganese Alloy Production—A Review of the SAF Process and Emerging Technologies. *ACS Omega*, 10(39). — P.44840–44857. <https://doi.org/10.1021/acsomega.5c05889> (in Eng.).

Mei D., Lyngfelt A., Leion H., Linderholm C., & Mattisson T. (2022) Oxygen Carrier and Alkali Interaction in Chemical Looping Combustion: Case Study Using a Braunite Mn Ore and Charcoal Impregnated with K₂CO₃ or Na₂CO₃. *Energy & Fuels*, 36(17). — P. 9470–9484. <https://doi.org/10.1021/acs.energyfuels.2c00553> (in Eng.).

Pashkova G.V., Chubarov V.M., Akhmetzhanov T.F., Zhilicheva A.N., Mukhamedova M.M., Finkelshtein A.L., & Belozerova, O. Yu. (2020). Total-reflection X-ray fluorescence spectrometry as a tool for the direct elemental analysis of ores: Application to iron, manganese, ferromanganese, nickel-copper sulfide ores and ferromanganese nodules. *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, 168, 105856. <https://doi.org/10.1016/j.sab.2020.105856> (in Eng.).

Polcowñuk Iriarte I.A., Mocciaro A., Rendtorff N.M., & Richard D. (2025) Dehydroxylation of Kaolinite: Evaluation of Activation Energy by Thermogravimetric Analysis and Density Functional Theory Insights. *Minerals*, 15(6), 607. <https://doi.org/10.3390/min15060607> (in Eng.).

Rodriguez-Navarro C., Ruiz-Agudo E., Luque A., Rodriguez-Navarro A.B., & Ortega-Huertas M. (2009) Thermal decomposition of calcite: Mechanisms of formation and textural evolution of CaO nanocrystals. *American Mineralogist*, 94(4). — P. 578–593. <https://doi.org/10.2138/am.2009.3021> (in Eng.).

Safarov R.Z., Baikenov Y.A., Zhandildenova A.K., Kopishev E.E., Kamatov R.M., Kargin J.B., Sanchez Cornejo H., Barnes C.H.W., & De Los Santos Valladares L. (2025) Phase Transitions and Structural Evolution of Manganese Ores During High-Temperature Treatment. *Metals*, 15(1), 89. <https://doi.org/10.3390/met15010089> (in Eng.).

Safarov R.Z., Kargin J.B., Aibuldinov Y.K., Zhandildenova A.K., Makhmutov B.B., Sviderskiy A.K., & Vati N.I. (2021) Structure and content analysis of raw materials for production of trimanganese tetraoxide pigment. *Crystals*, 11(12), 1460. <https://doi.org/10.3390/cryst11121460> (in Eng.).

Song J., Liu M., Ma X., Tian Q., Feng J., Zhong X., & Duan F. (2023) Thermal decomposition behavior and computational analysis of alpha and beta manganese dioxide nanorods. *Journal of Alloys and Compounds*, 962, 171208. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.171208> (in Eng.).

Vyazovkin S., Burnham A.K., Criado J.M., Pérez-Maqueda L.A., Popescu C., & Sbirrazzuoli N. (2011) ICTAC Kinetics Committee recommendations for performing kinetic computations on thermal analysis data. *Thermochimica Acta*, 520(1–2). — P. 1–19. <https://doi.org/10.1016/j.tca.2011.03.034> (in Eng.).

Zhuang D., Chen Z., & Sun B. (2025) Thermal Decomposition of Calcium Carbonate at Multiple Heating Rates in Different Atmospheres Using the Techniques of TG, DTG, and DSC. *Crystals*, 15(2), 108. <https://doi.org/10.3390/cryst15020108> (in Eng.).

© Baisalova G.^{1*}, Bauyrzhan A.¹, Bakdaulet A.², Taltenov A.¹,
Akpayeva K.², 2026.

¹L.N. Gumilyov Eurasian National University, Astana, Kazakhstan;

²Astana Medical University, Astana, Kazakhstan.

E-mail: galya_72@mail.ru

DETERMINATION OF SODIUM AND POTASSIUM ION CONTENT IN THE PLANT COMMON MALLOW BY A POTENTIOMETRIC METHOD WITH AN ION-SELECTIVE ELECTRODE

Baisalova Galiya — Candidate of chemical sciences, acting professor of L.N. Gumilyov Eurasian National university, Astana, Kazakhstan,

E-mail: galya_72@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1338-0308>;

Bauyrzhan Ayaulym — L.N. Gumilyov Eurasian National university, Astana, Kazakhstan,

E-mail: ayaulym.bauyrzhan.04@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0005-6852-4956>;

Bakdaulet Ayazhan — Astana Medical university, Astana, Kazakhstan,

E-mail: ayazhan.bakdaulet@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0004-7462-1528>;

Taltenov Abzal — Doctor of chemical sciences, Professor L. N. Gumilyov National university, Astana, Kazakhstan,

E-mail: abzal06@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0620-3816>;

Akpayeva Karlygash — Head of the department of pharmaceutical disciplines at Astana Medical university, Astana, Kazakhstan,

E-mail: karlygash.manapovna@mail.ru, <https://orcid.org/00000-0001-9753-1315>.

Abstract. The expanding use of herbal remedies in traditional and modern therapy increases the importance of their analysis. The presence of natural or toxic elements in these herbal remedies and their low mineral requirements make the search for analytical methods that can accurately determine the concentration of elements in these products to ensure safety, quality, and efficacy a pressing issue. Ionometry, a special type of potentiometry, was used to determine the potassium and sodium ion content in aqueous extracts obtained from various parts of the *Malva silvestris* L. plant (fruits, leaves, roots). Conducting ionometric measurements using this method is simpler and faster than traditional analytical chemistry methods. Highly accurate ionometry requires optimal dilution of the sample medium and calibration of the ionometer with standard solutions to ensure the ion concentration in the sample is within the calibration limits. To calibrate ion-selective electrodes, standard solutions were prepared using national standard samples of ions (K^+ , Na^+). Aqueous extracts were prepared from plant samples,

and the concentrations of potassium and sodium ions were determined. Experiments were performed in triplicate, and the mean, standard deviation (σ), standard error (SE), and absolute error (Δ) were calculated. Based on the average percentage of water-soluble potassium ions in a sample, plant organs can be arranged in the following order: fruits ($0,2400 \pm 0,0176\%$) < roots ($1,2300 \pm 0,0516\%$) < leaves ($2,6130 \pm 0,1676\%$). For sodium ions, the order is: leaves ($0,0491 \pm 0,0009\%$) < roots ($0,5416 \pm 0,1483\%$) $\approx$ fruits ($0,5743 \pm 0,0242\%$). This technique, developed for ionometry, can be used to monitor the dynamics of changes in potassium and sodium ion content during the production of biofertilizers and biostimulants from the aforementioned plant materials.

Keywords: ionometry, ion-selective electrodes, potassium ion, sodium ion, *Malva silvestris* L.

For citations: Baisalova G., Bauyrzhan A., Bakdaulet A., Taltenov A., Akpayeva K. Determination of sodium and potassium ions content in the plant common mallow by a potentiometric method with an ion-selective electrode. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. — P. 75-87. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.364>

© Байсалова Ғ.^{1*}, Бауыржан А.¹, Бакдәулет А.², А. Талтенов¹,
Акпаева Қ.², 2026.

¹Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті, Астана, Қазақстан;

²Астана Медицина университеті, Астана, Қазақстан.

E-mail: galya_72@mail.ru

ОРМАН ҚҰЛҚАЙЫРЫ ӨСІМДІГІНДЕГІ НАТРИЙ ЖӘНЕ КАЛИЙ ИОНДАРЫНЫҢ МӨЛШЕРІН ИОНСЕЛЕКТИВТІ ЭЛЕКТРОД ҚАТЫСЫНДА ПОТЕНЦИОМЕТРИЯЛЫҚ ӘДІСПЕН АНЫҚТАУ

Байсалова Галия — химия ғылымдары кандидаты, профессор м.а, Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті, Астана, Қазақстан,

E-mail: galya_72@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1338-0308>;

Бауыржан Аяулым — Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университетінің магистранты, Астана, Қазақстан,

E-mail: ayaulym.bauyrzhan.04@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0005-6852-4956>;

Бакдәулет Аяжан — Астана Медицина университеті магистранты, Астана, Қазақстан,

E-mail: ayazhan.bakdaulet@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0004-7462-1528>;

Абзал Талтенов — Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия Ұлттық университетінің профессоры, Астана, Қазақстан,

E-mail: abzal06@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0620-3816>;

Акпаева Карлыгаш — Астана Медицина университеті фармацевтикалық пәндер кафедрасының меңгерушісі, Астана, Қазақстан,

E-mail: karlygash.manapovna@mail.ru, <https://orcid.org/00000-0001-9753-1315>.

Аннотация. Өсімдік текті дәрілік препараттарды дәстүрлі және заманауи терапияда қолдану аясының кеңеюі, оларды талдаудың маңыздылығын арттыруда. Бұл дәрілік фитопрепараттарда табиғи немесе улы элементтердің болуы және

минералды заттарға қажеттіліктің аз деңгейде болуы – қауіпсіздікті, сапаны және тиімділікті қамтамасыз ету мақсатында осы өнімдердегі элементтердің концентрациясын дәл анықтайтын аналитикалық әдістерді іздеу өзекті мәселе болып табылады. *Malva silvestris* L. өсімдігінің түрлі мүшелерінен (жемісі, жапырағы, тамыры) алынған сулы сығындылар құрамындағы калий мен натрий иондарының мөлшерін анықтау үшін потенциометрияның ерекше түрі болып саналатын ионометрия қолданылды. Бұл әдіспен ионометриялық өлшеулерді жүргізу аналитикалық химияның дәстүрлі әдістерімен салыстырғанда оңай және жылдам. Ионометрияда өлшеуді жоғары дәлдікте іске асыру үшін, талданатын орта оңтайлы сұйылтылуы, стандартты ерітінділермен ионометр калибрленуі және зерттелетін үлгідегі ион концентрациясы калибрлеудің шекті диапазондар арасында болуы қажет. Иондардың (K^+ , Na^+) мемлекеттік эталондық үлгілерінің көмегімен стандартты ерітінділер даярланып, электродтың калибровкасы жүргізілді. Өсімдік үлгілерінен сығындылар даярланып, ондағы калий мен натрий иондарының концентрациялары анықталды. Алынған тәжірибелер үш рет қайталауда орындалып, орташа мән, стандартты ауытқу (σ), орташа стандартты қате (SE) және абсолюттік қате (Δ) сияқты көрсеткіштер есептелді. Суда еритін калий иондарының үлгідегі пайыздық үлесінің орташа шамасы бойынша өсімдік мүшелерін мына қатарға орналастыруға болады: жемісі ($0,2400 \pm 0,0176\%$) < тамыры ($1,2300 \pm 0,0516\%$) < жапырағы ($2,6130 \pm 0,1676\%$). Бұл қатар натрий иондары үшін мына ретпен орналасады: жапырағы ($0,0491 \pm 0,0009\%$) < тамыры ($0,5416 \pm 0,1483\%$) $\approx$ жемісі ($0,5743 \pm 0,0242\%$). Ионометрия әдісі бойынша жасалған осы әдістемені аталмыш өсімдік шикізатынан биотыңайтқыштар мен биостимуляторлар жасағанда калий, натрий иондарының мөлшерінің өзгеру динамикасын бақылауда қолдануға мүмкіндік береді.

Түйін сөздер: ионометрия, ионселективті электродтар, калий ионы, натрий ионы, *Malva silvestris* L.

© Байсалова Г.^{1*}, Бауыржан А.¹, Бакдаулет А.², Талтенов А.¹, Акпаева К.², 2026.

¹Евразийский национальный университет имени Л.Н. Гумилева, Астана, Казахстан;

²Медицинский университет Астана, Астана, Казахстан.

E-mail: galya_72@mail.ru

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ИОНОВ НАТРИЯ И КАЛИЯ В РАСТЕНИИ ЛЕСНАЯ МАЛЬВА ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ИОНСЕЛЕКТИВНЫМ ЭЛЕКТРОДОМ

Байсалова Галия — кандидат химических наук, исполняющий обязанности профессора Евразийского национального университета имени Л.Н. Гумилёва, Астана, Казахстан, E-mail: galya_72@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1338-0308>;

Бауыржан Аяулым — Евразийский национальный университет имени Л.Н. Гумилёва, Астана, Казахстан,

E-mail: ayaulym.bauyrzhan.04@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0005-6852-4956>;

Бакдаulet Аяжан — Медицинский университет Астана, Астана, Казахстан,

E-mail: ayazhan.bakdaulet@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0004-7462-1528>;

Талтенов Абзал — доктор химических наук, профессор Евразийского национального университета имени Л.Н. Гумилёва, Астана, Казахстан,

E-mail: abzal06@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0620-3816>;

Акпаева Карлыгаш — кандидат фармацевтических наук, заведующая кафедрой фармацевтических дисциплин Медицинского университета Астана, Астана, Казахстан,

E-mail: karlygash.manapovna@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9753-1315>.

Аннотация. Расширение сферы применения лекарственных растений в традиционной и современной медицине повышает значимость контроля их минерального состава. Наличие как биогенных, так и потенциально токсичных элементов в растительном сырье обуславливает необходимость разработки аналитических методов, обеспечивающих точное определение концентраций макро- и микроэлементов для оценки безопасности, качества и эффективности фитопрепаратов. В работе методом ионометрии определено содержание ионов калия и натрия в водных экстрактах различных органов растения *Malva sylvestris* L. (листьев, корней и плодов). Ионометрические измерения с использованием ионселективных электродов характеризуются простотой, оперативностью и высокой точностью по сравнению с традиционными методами аналитической химии. Для обеспечения достоверности результатов проводили оптимальное разбавление исследуемых растворов и калибровку прибора стандартными растворами ионов K^+ и Na^+ , приготовленными на основе государственных стандартных образцов. Исследования выполняли в трех повторностях. Для обработки экспериментальных данных рассчитывали среднее значение, стандартное отклонение (σ), стандартную ошибку среднего (SE) и абсолютную погрешность (Δ). Установлено, что по содержанию водорастворимых ионов калия органы растения располагаются в следующем порядке: плоды ($0,2400 \pm 0,0176$ %) < корни ($1,2300 \pm 0,0516$ %) < листья ($2,6130 \pm 0,1676$ %). Для ионов натрия последовательность имеет вид: листья ($0,0491 \pm 0,0009$ %) < корни ($0,5416 \pm 0,1483$ %) $\approx$ плоды ($0,5743 \pm 0,0242$ %). Полученные результаты свидетельствуют о возможности применения разработанной методики для мониторинга содержания ионов калия и натрия при переработке растительного сырья и производстве биоудобрений и биостимуляторов.

Ключевые слова: ионометрия, ионселективные электроды, калий, натрий, *Malva sylvestris* L., растительное сырье, водные экстракты

Кіріспе. Қазақстан флорасында Құлқайыр туысының (Құлқайырлар тұқымдасы) 7 түрі кездеседі. Соның бірі орман құлқайыры (*Malva sylvestris* L.). Орманқұлқайыры қызылкүрең гүлдері мен қалақшалы жапырақтары бар біржылдық өсімдік. Бұл Еуропа, Солтүстік Африка мен Оңтүстік-Батыс Азиядан шыққан өсімдік түрі. Мұхит жағалаулары, сортаңдар, шалғындар мен арық жағалары сияқты ылғалды жерлерде өседі. Өсімдік гүлдері экзема, тері инфекциялары, кесілген жарақаттарда, бронхит, асқорыту ауруларында,

қабынуларда қолданылады. Гүлдеріндегі антоциандар холестериннің жалпы мөлшері мен плазманың триглицеридтерін төмендету қабілетіне ие. Құлқайырдың кейбір түрлерінен алынған сығындылар этил спирті әсерінен егеуқұйрықтардың асқазанын күйден қорғайтыны да анықталған. Асқазан жарасына қарсы белсенділікке ие болуы өсімдікте көп мөлшерде шырыштың болуына байланыста. Кейбір елдерде оның жас жапырақтары салат жасауда, жапырақтары мен өркендері сорпа немесе асылған көкөніс түрінде тұтынады. Өсімдік құрамында көп мөлшерде флавоноидтардың болуы, антиоксиданттық және қабынуға қарсы белсенділіктердің болуына септігін тигізеді. Оған дәлел ретінде орман құлқайырынан алынған сығындылардың тотығу және тотықсыздану күйзелістерін төмендету арқылы, жануарларды ишемиядан туындаған бауыр, жүрек, бүйреkteгі бұзылулардан қорғауын айтуға болады. Келесі бір еңбекте (Ye et al., 2019) өсімдік сығындысы липополисахаридтер туындатқан қабыну күйзелісі мен астроглиозд мөлшерінің деңгейін айтарлықтай төмендеткен.

Соңғы уақыттарда жүргізілген фитохимиялық зерттеулерден (Batiha et al., 2022) *Malva silvestris* L. өсімдігінің жапырақтары мен гүлдерінде түрлі биологиялық белсенді заттар, атап айтқанда флавоноидтар, терпеноидтар, фенол туындылары, кумариндер, стеролдар, илегіш заттар, сапониндер, алкалоидтар, май қышқылдары, С, Е дәрумендері бар екендігі анықталған. Келесі бір еңбекте (Samavati et al., 2013) аталмыш өсімдіктерден полисахаридтерді экстракциялау жұмыстары жүргізілгенін көруге болады. Осы үдерісті «Беттік жауап беру» әдісін қолдана отырып, экстракциялау уақыты, ұзақтығы, экстракция саны мен сұйықтықтық модуль сияқты шамалар бойынша моделдеген.

Әдеби шолу. Өсімдіктің түрлі мүшелерінде емдік қосылыстардан бөлек, өмірлік маңызды макро-, микроэлементтер болатыны белгілі. Мысалы, калий мен натрий макроэлементтер болып саналады.

Калий (K) - табиғатта кең таралған, тірі ағза үшін өмірлік маңызды макроэлементтердің бірі. Ол минералдар мен топырақта, теңіз суының құрамында әртүрлі формада кездеседі. Адам ағзасында калий мөлшері орташа 1,6-2,0 г/кг, жануарларда 1,5–2 г/кг болса, өсімдіктерде бұл көрсеткіш 3–4 есе жоғары. Адам ағзасында калийдің күнделікті қажетті мөлшері орта есеппен 1,5–2 грамм аралығында болады (Lanham-New et al., 2012). Калий - жасуша ішіндегі негізгі катион болып табылады, оның жасушалық сұйықтықтағы концентрациясы шамамен 5,6 г/л тең.

Жасушаішілік K^+ көптеген ферменттердің каталитикалық әсерін реттестіреді. Бұл жағдайда катион ферменттік ақуыздардың теріс заряды бар белсенді бөліктерімен байланысуы барысында макромолекула конформациясы мен оның белсенділігін өзгертеді. Сонымен қатар жасуша бөліну үдерісіне де қатысады. Жасуша сыртындағы калийдің аздаған бөлігі (ағзадағы калийдің жалпы мөлшерінің 2%) үлкен физиологиялық әсерге ие, себебі жүйке-бұлшықет қозуын (жүйке импульсі мен қаңқалық бұлшықеттерінің жиырылуын) анықтайтын критикалық фактор. Жасушалық мембрана деңгейіндегі натрийдің шығарылуымен қатар жүретін және Na/K АТФазаға тәуелді калийдің тасымалдануы мен өтімділігі

жүйке, бұлшықет жасушаларының дұрыс қызмет етуіне қажет мембраналардың потенциалдарын туындату үшін қажет. Бұл үдерістің арқасында қышқылдық-сілтілік тепе-теңдік, қан қысымы қалпында тұрады және осмостық қысымды реттеледі (Moreno-Rojas et al., 2016).

Калийдің жеткіліксіздігі, яғни гипокалиемия, ағзада түрлі ауыр бұзылыстарға себеп болады. Бұл жағдай жүрек ырғағының бұзылуына (аритмия), бұлшықет әлсіздігіне, артериялық қысымның жоғарылауына және жүйке жүйесінің қызметінің бұзылуына әкелуі мүмкін. Сонымен қатар, гипокалиемия бүйрек жұмысының бұзылуын, сүйек тіндерінің минералдық тығыздығының төмендеуін, асқазан-ішек жолдарында эрозиялар мен ойық жаралардың пайда болуын, зат алмасу үдерістерінің бұзылуын және репродуктивтік жүйе патологияларын (мысалы, бедеулік пен жүктіліктің үзілу қаупі) тудыруы ықтимал.

Калийдің өсімдіктің өсуіндегі маңызы да зор. Калийдің мөлшерін арттыру өсімдіктегі оттегінің белсенді формаларының түзілуін азайтады. Калий никотинамидаденин-динуклеотидфосфат-оксидаз белсенділігін тежейді және электрондардың фотосинтетикалық тасымал белсенділігін сақтайды. Бұл оттегінің белсенді формаларын кемітуге ықпал етеді. Калий жеткіліксіздігі көміртек диоксидінің (CO_2) фотосинтетикалық бекітілуін, сонымен қатар ассимиляттардың тасымалдануы мен қолданылуын төмендетеді. Мембраналар мен хлорофилл деградациясы орын алады. Калий мөлшерінің реттелуі оттегінің белсенді формаларының детоксикациясына қатысатын ферменттердің белсенділігіне тәуелді. Аталмыш катион аденозинтрифосфатсинтаз ферментінің (АТФ) белсенділігін туындатады. Плазмалық мембраналық байланысқан H^+ -АТФаза калий мөлшеріне тәуелді. Калий мөлшері жеткіліксіз өсімдіктер жарыққа өте сезімтал, демек хлоротикалық және некротикалық белгілер байқалады. Сонымен қатар калий құрғақшылық, суық және жарықтың жоғары қарқындылығы, жоғары температура сияқты түрлі стрестік факторлар әсерлерін әлсіретеді.

Натрий (Na^+) - ағзадағы тіршілікке қажетті негізгі макроэлементтердің бірі болып табылады. Ол калиймен бірге жасуша ішіндегі және сыртындағы иондық тепе-теңдікті қамтамасыз етіп, гомеостазды сақтауға қатысады (Bernal et al., 2023). Жер қыртысында натрий орта есеппен 2,6% мөлшерінде кездеседі, көбіне әртүрлі тұздар – натрий хлориді, сульфаты және карбонаты түрінде таралған. Адам ағзасында натрийдің мөлшері шамамен 100 граммды құрайды және ол негізінен жасушааралық сұйықтықта орналасады. Бұл ион қанның осмостық қысымын тұрақты ұстап тұруда, қышқыл-сілтілік тепе-теңдікті реттеуде, жүйке серпіндерін өткізу мен бұлшықет талшықтарының жұмысына қатысуда маңызды рөл атқарады. Қан плазмасындағы натрийдің қалыпты концентрациясы шамамен 135–146 ммоль/л аралығында болады, ал оның ауытқулары ағзада жүрек-қан тамыр ауруларына, әсіресе артериалдық гипертензияның дамуына алып келеді. Ағзада натрийдің жоғары деңгейі жүрек жеткіліксіздігі, инсульт, бүйрек қызметінің бұзылыстары мен семіздік қаупін арттыратыны соңғы зерттеулерде көрсетілген. Сондай-ақ, натрийдің жоғары концентрациясын атопиялық дерматит (экзема) және 2-типті қант диабетінің дамуымен де байланыстырады (Chiang et al.,

2024). Керісінше, натрий тапшылығы (гипонатриемия) ағзаның жүйке жүйесіне теріс әсер етеді. Мысалы әлсіздік, бас айналу, когнитивті бұзылыстар және ауыр жағдайларда конвульсиялар тудыруы мүмкін. Эксперименттік зерттеулерде натрий тапшылығы эмоционалдық күйге, соның ішінде мазасыздық пен стресс деңгейіне әсер ететіні дәлелденген.

Зерттеулерде натрий өсімдіктер үшін өмірлік маңызды элемент болмаса да, «функционалды қоректік элемент» ретінде сипатталады, яғни ол өсімдіктің өмірлік цикліне толықтай қажетті емес, бірақ белгілі бір жағдайларда өсімдік өсуі мен өнімділігін жақсартуға қабілетті. Na^+ иондарының төмен концентрациясы калий (K^+) мөлшері жетіспегенде өсімдіктердің осмостық қысымын тепе-теңдікте сақтауға көмектеседі. Бұл механизм Na^+ иондарының вакуольдерде жинақталуымен байланысты және судың жасуша ішіне енуін реттеуге оң ықпал етеді. Алайда Na^+ жоғары концентрациясы K^+ тасымалына бәсекелесіп, физиологиялық стресс тудыруы мүмкін. Қазіргі таңда өсімдіктердегі бейорганикалық элементтердің құрамы мен таралуын зерттеу улылығы мен фармакологиясын түсінуге, сонымен қоса жаңа терапевтикалық заттар, биотыңайтқыштар алуға ықпалын тигізеді.

Элементтерді түрлі экологиялық, өндірістік және азықтық матрицаларда анықтауда спектрометрлік әдістер кеңінен қолданылуда. Олардың арасында атомдық-флуоресценттік, жалынды-абсорбциялық, графитті пеші бар атомдық-абсорбциялық спектрометрия, ультракүлгін-көрінетін молекулалық абсорбциялық спектрофотометрия, индуктивті байланысқан плазмалы оптикалық эмиссиялық спектрометрия және индуктивті байланысқан плазмалы масс-спектрометрия бар (Naozuka et al., 2025). Дәрілік өсімдіктердегі бейорганикалық элементтерді зерттеуде соңғы он жылдықтағы жарияланымдарда ең қолданысқа ие индуктивті байланысқан плазмалы масс-спектрометрия екендігі белгілі болды. Жоғары сезімталдығы мен өте төмен концентрацияларды анықтау қабілетіне байланысты индуктивті байланысқан плазмалы масс-спектрометрия іздік және ультраіздік элементтерді анықтауда өзін қуатты аналитикалық әдіс ретінде көрсетті.

Алайда индуктивті байланысқан плазмалы масс-спектрометрия анықтау шектері төмен көпэлементті аналитикалық әдіс болғанымен, ол спектроскопиялық және спектроскопиялық емес кедергілерге ұшырайды. Спектроскопиялық кедергілер қатарында изобаралық қабысу, көп атомды иондар және қос зарядты иондар бар. Ал спектроскопиялық емес әсерлердің туындауы матрицаның ықпал етуімен сигналдың бәсеңдеуіне немесе ұлғаюына әкеледі. Ол өз кезегінде аэрозоль тасымалына, иондану тиімділігіне немесе иондар шоғырының өтуіне әсер етеді.

Ионометрия әдісі потенциометрияның ерекше түрі. Ионометрия анықталатын иондардың концентрациясын ионселективті электродтар көмегімен анықтауға негізделген. Ионселективті электрод белгілі бір иондар түріне қатысты таңдамалы сезімталдыққа ие, оның потенциалы сол иондардың мөлшеріне тәуелді. Ионометрия негізі ионселективті электрод пен салыстыру электроды арасындағы потенциалдар айырымын өлшеуге негізделген. Ионометрияның жоғарыда аталған әдістерден артықшылығы үлгіні талдауға жіберу үшін, көп процедураларды қажет етпейді. Яғни алдын-ала үлгіні күлге айналдыруды, қышқылдық ыдыратуды қажет

етпейді. Бастапқы сынамалар түрлі манипуляцияларға түспегендіктен, талдаудан кейін оны басқа да зерттеулерге жіберуге болады. Ионселективті электродтардың жауап беру уақыты бар болғаны 30 секундты құрайды, яғни өте экспрессивті әдіс. Ионметрлік әдіспен зерттеу жүргізуге қажет аспаптар, жұмсалатын материалдар күрделі спектрометрлік жүйелерге қарағанда көп есе арзан тұрады.

Ионселективті электрод көмегімен жүргізілетін ионометрияның ең басты артықшылықтары ретінде бос иондарды таңдамалы өлшеу мүмкіндігі болып табылады. Бұл әдістің артықшылығы - жоғары сезімталдық пен селективтілігі, яғни басқа катиондардың әсерін азайта отырып, калий, натрий иондарының мөлшеріне дәл баға беруге мүмкіндік береді. Ионометрия әдісі ионселективті электродтардың көмегімен реалды уақыт режимінде гидропонды жүйедегі өсімдіктердің иондарды сіңіру үдерісін бақылауға мүмкіндік береді. Калий иондарының концентрациясын өлшеу вермикомпосттаудың бастапқы, аяқталу (5 жыл) және “пісіп-жетілу” (1,5 жыл) кезеңдерінде өлшенген. Ионометриялық өлшеулерден алынған тәжірибе нәтижелері суда еритін калийдің субстратты өңдеу үдерісі барысында өсу динамикасындағы ықпалын көрсетеді (Kurovsky et al., 2024).

Жұмыстың өзектілігі биологиялық белсенді заттардың көзі ретінде дәрілік өсімдіктерге деген қызығушылықтың артуына және олардың фармакологиялық құндылығы мен пайдалану қауіпсіздігін бағалау үшін, минералдық құрамын зерттеу қажеттілігіне байланысты. Ұсынылып отырған зерттеудің мақсаты ионометрия әдісінің көмегімен *Malva silvestris* L. өсімдігінің түрлі мүшелерінен (жемісі, жапырағы, тамыры) суға экстракцияланған кейбір сілтілік металл (Na^+ , K^+) иондарының концентрациясын анықтау болып табылады (Eliseeva et al., 2020; Lee et al., 2017).

Жұмыстың ғылыми жаңалығы алғаш рет ионометрия әдісінің көмегімен аталмыш өсімдіктің жекелеген мүшелеріндегі натрий, калий иондарының суда ерімтал фракциясын анықтаудың әдістемесін жасау және өсімдіктің әртүрлі мүшелеріндегі ерімтал натрий және калий иондарының мөлшері туралы сандық мәліметтер алу болып табылады.

Материалдар мен зерттеу әдістері.

А) Зерттеу сынамаларын даярлау

Өсімдік шикізаты Шығыс Қазақстан облысы Қатонқарағай ауданында 2025 жылдың тамыз айында терілген. Өсімдік шикізатының жемісін, жапырағын, тамырын жеке бөліктерге бөлген. Құрғақ, қараңғы жерде тұрақты масса болғанша кептірген.

Суық экстракция жүргізу үшін, өсімдік шикізатының таразыда өлшенген массаларын экстрактор-ыдысқа салып, қажетті судың көлемі құйылады. Бірнеше сағат мацерацияланады.

Ә) Потенциометрия көмегімен сулы сығындылардағы натрий иондарын анықтау әдістемесі (жұмыс жасау алгоритмі) (РД 52.24.415-2007)

1. Алдымен концентрациясы 0,1 моль/л, көлемі 500 мл аммиак ерітіндісі 25%-тік аммиак ерітіндісінен сұйылту арқылы даярланады.

2. Na^+ иондарының градуирлеу ерітінділерін даярлау

Натрий иондарының стандартты ерітіндісінен (ГСО 7474-98) мына концентрация диапазонындағы 10^{-2} - 10^{-4} моль/л ерітінділер даярланды.

3. Кальций хлоридінің ерітіндісін даярлау

500 мл өлшегіш колбада 110 грамм кальций хлоридін салып, өлшегіш белгіге дейін сумен толтырылады.

4. $E = f(p\text{Na})$ Градуирлеу тәуелділігін алу

Сыйымдылығы 50 мл колбаға 30 мл натрий хлоридінің мына концентрациядағы ерітінділері 0,0001; 0,0002; 0,0006; 0,001; 0,001 моль/л құйылып, үстіне 4 мл CaCl_2 ерітіндісі және 1 мл аммиак ерітіндісі құйылады. Магнитті араластырғышқа қондырып, электродтарды батырып, өлшеуді төменгі концентрациядан (0,0001 моль/л) жоғарыға қарай (0,01 моль/л) өлшей бастайды.

Алынған нәтижелер бойынша потенциалдың (E) натрий иондары концентрациясының кері логарифіміне ($p\text{Na}$) тәуелділік қисығы тұрғызылады.

5. Сулы сығындылардағы Na^+ иондарының концентрациясын анықтау

Даярланған сулы сығындылардағы натрий иондарын анықтау үшін, сыйымдылығы 50 мл болатын таза үш стақандарға 30 мл ерітіндіден құйып, әрбіреуіне 4 мл CaCl_2 ерітіндісі және 1 мл NH_3 ерітіндісі қосылады. Араластырған соң, потенциалы өлшенеді.

Б) Потенциометрия көмегімен сулы сығындылардағы калий иондарын анықтау әдістемесі (жұмыс жасау алгоритмі) (РД 52.24.365-2008)

1. Концентрациясы 0,1 моль/дм³ буферлік ерітіндісін даярлау үшін, 30,3 грам трис-(оксиметил)-аминометанды өлшегіш колбаға (250 мл) 70-80 мл суда ерітеді. Оған 15 мл концентрлі тұз қышқылын құяды. Өлшегіш белгіге дейін сумен толтырады, араластырады. «Ақ лента» маркалы қағаз фильтрден өткізіледі. Буферлік ерітінді $pH=8,5-9,0$ болуы керек.

2. K^+ иондарының градуирлеу ерітінділерін даярлау

Калий иондарының стандартты ерітіндісінен (ГСО 7473-98) мына концентрациядағы

10^{-2} - 10^{-5} моль/л градуирлеу ерітінділері даярланады.

3. $E = f(p\text{K})$ Градуирлеу тәуелділігін алу

Жоғарыдағы дайындалған градуирлеу ерітінділерінің 30 мл ерітіндісін стақанға құйып, 1,5 мл буферлік ерітінді құйылады. Араластырып, калийдің ионселективті электроды мен көмекші электрод батырады. Жүйенің потенциалы өлшенеді. Әрбір градуирлеу ерітіндісі үшін 3 параллель тәжірибе жүргізіледі.

Калий иондарының градуирлеу ерітінділерінің концентрациясының кері логарифмі ($p\text{K}$) мен электрод потенциалының (E , мВ) арасында тәуелділік графигі тұрғызылады.

4. Сулы сығындылардағы K^+ иондарының концентрациясын анықтау

Зерттелетін ерітіндінің 30 мл көлемін стақанға құйып, 1,5 мл буферлік ерітінді қосып, араластырады. Ерітіндінің потенциалы өлшенеді. Тәжірибе үш рет қайталанады (Dedkova et al., 2020).

Статистикалық есептеулерді ғылыми зерттеулерде кеңінен қолданылатын

Python бағдарламалау тілінің мамандандырылған SciPy (Scientific Python) кітапханасының көмегімен жүргізілді.

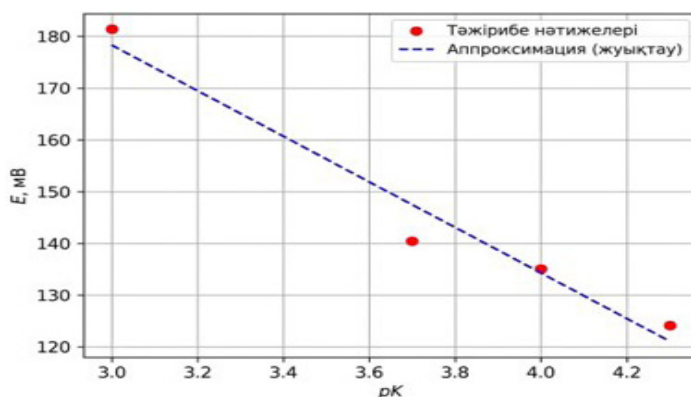
Нәтижелерді және оларды талқылау. Суға өткен натрий, калий иондарының концентрациясы ионометрия әдісімен анықталды. Орман құлқайырының түрлі мүшелерінен суға өткен калий, натрий иондарының концентрациялары осы әдіске негізделіп анықталды (сурет 1).

Ионометриялық өлшеулер жүргізудің белгілі-бір шарттары бар.

- Талданатын сулы сығындылар оңтайлы дәрежеде сұйылтылған болуы керек. Бұл дегеніміз анықталатын ион концентрациясы бір жағынан иономердің сезімталдық шегінен жоғары, екінші жағынан активтілік коэффициенті 1-ден төмен болмауы керек;

- Иондық күші зерттелетін сулы сығындылармен бірдей болатын стандарттық ерітінділер болуы қажет (иономерді калибрлеу үшін). Ол үшін зерттелетін ерітінділерге қажетті иондық күшті қамтамасыз ететін арнаулы буферлік ерітінділер, мысалы калий ионын анықтауда трис-(оксиметил)-аминометан мен концентрлі тұз қышқылынан тұратын қоспа қолданады. Ал натрий иондарын өлшегенде кальций хлориді ерітіндісі мен аммиак ерітіндісі қоспасы қолданады;

- Зерттелетін үлгідегі ион концентрациясы калибрлеудің шекті диапазондар арасында болатындай етіп, анықталатын ионның стандартты ерітінділер концентрациясын таңдау керек.



Сурет 1 – Стандартты ерітінділердегі калий-селективті электрод потенциалының (E) pK мәніне тәуелділігі

Осы алынған градуирлеу графиктерінің көмегімен әрбір сығындының потенциал-дарына сәйкес калий мен натрий иондарының молярлық концентрациялары анықталды.

Зерттеліп отырған өсімдік мүшелеріндегі суға экстракцияланатын калий иондарының ең жоғары мөлшері жапырағында ($2,6130 \pm 0,1676\%$), одан кейін тамырында ($1,2300 \pm 0,0516\%$) анықталған. Жемісінде суға экстракцияланатын калийдің мөлшері ең төменгі шамаға ($0,2400 \pm 0,0176\%$) ие болды (кесте 1).

Кесте 1 — K^+ иондарының *Malva sylvestris* L. өсімдігінің түрлі мүшелеріндегі мөлшері

Үлгілер	Талданатын үлгідегі K^+ иондарының мөлшері	
	$C_m(K^+)$ сығындыдағы, моль/л	$\omega(K^+)$ құрғақ үлгідегі, %
Жемісі	0,0021±0,0001 ^a	0,2400±0,0176 ^a
Тамыры	0,0211±0,0015 ^b	1,2300±0,0516 ^b
Жапырақ	0,0067±0,0004 ^c	2,6130±0,1676 ^c

Жемісі мен тамырынан суға өткен натрий иондарының үлесі, сәйкесінше, 0,5743±0,0242% және 0,5416±0,1483%. Бұл шама жапырақтарында төмен мәнге ие (кесте-2).

Кесте 2 — Na^+ иондарының *Malva sylvestris* L. өсімдігінің түрлі мүшелеріндегі мөлшері

Үлгілер	Талданатын үлгідегі Na^+ иондарының мөлшері	
	$C_m(Na^+)$ сығындыдағы, моль/л	$\omega(Na^+)$ құрғақ үлгідегі, %
Жапырақ	0,000214±0,000003 ^a	0,0491±0,0009 ^a
Тамыры	0,0157±0,0043 ^b	0,5416±0,1483 ^b
Жемісі	0,0083±0,0034 ^b	0,5743±0,0242 ^b

Зерттелетін өсімдік үлгілеріндегі калий (K^+) және натрий (Na^+) иондарының суда еритін фракцияларының мөлшерін салыстырмалы талдау барысында олардың өсімдік мүшелеріндегі таралу заңдылықтары анықталды. Алынған деректердің сенімділігін арттыру мақсатында үлгілер арасындағы айырмашылықтар Стюденттің t -критерийі көмегімен статистикалық тұрғыдан бағаланды (1,2-кестелер). Суда еритін калий иондарының үлгідегі пайыздық үлесінің орташа шамасы бойынша өсімдік мүшелерін келесі өсу қатарына орналастыруға болады: жемісі (0,2400±0,0176%) < тамыры (1,2300 ± 0,0516%) < жапырағы (2,6130 ± 0,1676%). Статистикалық талдау нәтижелері калий иондарының суда еритін фракцияларының мөлшері бойынша барлық зерттелген мүшелер арасындағы айырмашылықтардың жоғары деңгейде маңызды екендігін көрсетті ($p < 0,01$). Натрий иондары үшін бұл заңдылық өзгеше сипатқа ие болды. Талдау нәтижесінде өсімдік мүшелері мына ретпен орналастырылды: жапырағы (0,0491±0,0009%) < тамыры (0,5416±0,1483%) ≈ жемісі (0,5743±0,0242%). Статистикалық бағалау көрсеткендей, тамыры мен жемісіндегі натрий иондарының суда еритін фракциясының мөлшері арасындағы айырмашылық кездейсоқ сипатта және статистикалық тұрғыдан маңызды емес ($p > 0,05$). Дегенмен, бұл екі мүше де натрий иондарының бұл фракциясын жинау көрсеткіші бойынша жапырақтан айтарлықтай және сенімді түрде басым түсті ($p < 0,01$).

Алынған нәтижелерді өсімдік физиологиясы мен минералды қоректену заңдылықтары тұрғысынан қарастыру өсімдік мүшелеріндегі иондардың таралу механизмін түсіндіруге мүмкіндік береді.

Калий (K^+) иондарының суда еритін фракциясының жапырақтарда ең жоғары деңгейде (2,6130±0,1676%) жиналуы оның басты физиологиялық рөлімен байланысты. Калий — фотосинтез процесін белсендіруші, ферменттердің

кофакторы және лептесіктердің (устыицалардың) жұмысын (тургорлық қысымды) реттейтін негізгі элемент. Фотосинтез және транспирация процестері белсенді жүретін вегетативті мүше ретінде жапырақ калий иондарын тамырдан жоғары бағытталған тоқ (ксилема) арқылы белсенді селективті тасымалдау есебінен өзіне тартады. Ал жемісте калийдің ең аз ($0,2400 \pm 0,0176\%$) болуы бұл кезеңде элементтің негізгі ағыны жаңа өсіп жатқан жас жапырақтар мен өркендерге бағытталғанын көрсетеді.

Натрий (Na^+) иондарының суда еритін фракциясы бойынша кері заңдылық байқалды: ең төменгі мөлшер жапырақта ($0,0491 \pm 0,0009\%$), ал жоғары мөлшер тамыр ($0,5416 \pm 0,1483\%$) мен жемісте ($0,5743 \pm 0,0242\%$) тіркелді. Өсімдік физиологиясында бұл құбылыс өсімдіктің «барьерлік функциясымен» түсіндіріледі. Натрий жоғары концентрацияда хлоропластардың құрылымына кері әсер етіп, фотосинтезді тежейтіндіктен, өсімдік бойындағы қорғаныс механизмдері натрий иондарының жапыраққа өтуін шектейді. Натрий тамыр жасушаларының вакуольдерінде (сегрегация) және жеміс ұлпаларында жинақталып, фотосинтездеуші аппаратты (жапырақтарды) артық тұзданудан қорғайды (Datta et al., 2019; Fraszczak et al., 2016; Paul et al., 2018). Тұздардың мұндай талғаммалы бөлінуі өсімдіктің минералды қоректенуді гомеостаз деңгейінде реттеу қабілетін дәлелдейді.

Қорытынды. Дәстүрлі және заманауи терапияда кеңінен қолданыс табуына байланысты өсімдік текті дәрілік заттарды талдаудың маңыздылығы артуда. Бұл өсімдіктерде жоғары мөлшерде фитохимиялық молекулалар, атап айтқанда илегіш заттар, фенолды қосылыстар, алкалоидтар мен флавоноидтар, сонымен қатар көптеген өмірлік қажетті макро- және микроэлементтердің де бар екендігі белгілі. Өсімдік сығындылары түрлі ауруларға шипа. Алайда бұл өсімдік текті дәрілік заттардың адам денсаулығына созылмалы жанама әсерлері де бар. Осы орайда бейорганикалық элементтерді анықтау терапевтикалық әсерледі оптимизациялауда зор мәнге ие. Қазіргі таңда өсімдік шикізаттарынан биотыңайтқыштар, биостимуляторлар даярлағанда осы қоректік ерітінділердегі иондардың мөлшерінің өзгеру динамикасын бақылауға мүмкіндік беретін әдістердің орны ерекше. Осы орайда сулы ерітінділердегі иондардың концентрациясын анықтауда – ионометрия әдісінің маңызы зор.

Ионселективті электродтар қолдана отырып, *Malva silvestris* L. өсімдігінің түрлі мүшелеріндегі суға өткен калий, натрий иондарының концентрациясы анықталды. Калий мен натрий иондарының түрлі мүшелердегі суға өткен мөлшерлерінің арасындағы заңдылықтар, олардың тірі ағзадағы физиологиялық рөлімен түсіндірілді.

References

- Batiha G.E.S., Tene S.T., Teibo J.O., Shaheen H.M., Oluwatoba O.S., Teibo T.K.A., Al-kuraishy H.M., Al-Garbee A.I., Alexiou A., and Papadakis M. (2022) The phytochemical profiling, pharmacological activities and safety of malva sylvestris. A review. *Naunyn schmeiedebergs arch pharmacol.*, 396(3). — P. 421-440. doi: 10.1007/s00210-022-02329-w (in Eng.)
- Bernal A., Zafra M.A., Simón M. J., Mahía J. (2023) Sodium homeostasis, a balance necessary for life. *Nutrients*, 15(2). — 395 p. <https://doi.org/10.3390/nu15020395> (in Eng.)

Chiang B.M., Ye M., Chattopadhyay A., Halezeroglu Y., Van Blarigan E. L., Abuabara K. (2024) Sodium Intake and atopic dermatitis. *JAMA Dermatology*, 160(7). — P. 725–731. <https://doi.org/10.1001/jamadermatol.2024.1544> (in Eng.)

Datta S., Sinha B.K., Bhattacharjee S., and Seal T. (2019) Nutritional composition, mineral content, antioxidant activity and quantitative estimation of water soluble vitamins and phenolics by RP-HPLC in some lesser used wild edible plants. *Heliyon*, 5(3):e01431. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2019.e01431> (in Eng.)

Dedkova D.A., Platonova E.A. (2023) Issledovanie neorganicheskikh komponentov v rastitel'noj produkcii metodom potenciometrii [Study of inorganic components in plant products by potentiometry]. *Uchenye zapiski BGU*, 1. — P. 37-41 (in Russ).

Eliseeva, T., Mironenko, A. (2020). Kaliy (K, potassium) – opisanie, vliyanie na organizm, luchshie istochniki [Potassium (K, potassium) – description, effect on the body, best sources]. *Journal of Healthy Nutrition and Dietetics*, 3:13. — P. 59-70. (in Russ).

Fraszczak B., Bosiacki M., and Kaluzewicz A. (2016) Mineral composition and the content of phenolic compounds of ten broccoli cultivars. *Journal of elementology*, 21(1). — P. 53-65. DOI: 10.5601/jelem.2015.20.2.915 (in Eng.)

Kurovsky A., Khan I., and Gummer Y. (2024) Electrochemical methods in plant nutritional physiology: ionometry and conductometry. *Organic fertilizers*, <https://doi.org/10.5772/intechopen.1007335> (in Eng.)

Lanham-New S.A., Lambert H., Frassetto L. (2012) Potassium. *Advances in Nutrition*, 3(6). — P. 820–821. <https://doi.org/10.3945/an.112.003012> (in Eng.)

Lee Y.J., Sung J.K., Lee S.B., Lim J.E., Song Y.S., Lee D.B., and Hong S.Y. (2017) Plant analysis methods for evaluating mineral nutrient. *Korean journal of soil science and fertilizer*, 50(2). — P. 93-99 (in Eng.)

Moreno-Rojas R., Cámara-Martos F., Amaro-López, M. Á. (2016) Potassium: Properties and Determination. *Encyclopedia of Food and Health*, 4(1). — P. 439–445 (in Eng.)

Naozuka J., Pereira de Oliveira A., Bolignano de Oliveira H., de Oliveira Lima L., and Seimi Nomura C. (2025). Determination of essential and toxic elements by ICP-MS in herbal medicines. *ACS Omega*, 10(43). — P. 50695–50708. <https://doi.org/10.1021/acsomega.5c05971> (in Eng.)

Paul S.H., Usman A.A., Gana I.N., Manase A., Adeniyi O.D., and Olutoye M.A. (2018) Comparative study of mineral and nutritional composition of a multifunctional flora composite formulated from seven medicinal plants and their applications to human health. *Engineering technology*, 1(5). — P. 555572 (in Eng.)

RD 52.24.415-2007 (2007) Massovaya kontsentratsiya ionov natriya v vodakh. Metodika vypolneniya izmereniy potentsiometricheskim metodom s ionoselektivnym elektrodom [Mass concentration of sodium ions in waters. Measurement procedure by the potentiometric method with an ion-selective electrode]. (in Russ).

RD 52.24.365-2008 Massovaya kontsentratsiya ionov kaliya v vodakh. Metodika vypolneniya izmereniy potentsiometricheskim metodom s ionselektivnym elektrodom. [Mass concentration of potassium ions in water. Methodology for performing measurements using a potentiometric method with an ion-selective electrode.] (in Russ).

Samavati V., Manoochehrizade A. (2013) Polysaccharide extraction from *Malva sylvestris* and its anti-oxidant activity. *International journal of biological macromolecules*, 60. — P. 427-436. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2013.04.050> (in Eng.)

Wu Y., Qiu A., Yang Zh., Wu J., Li X., Bao K., Wang M., and Wu B. (2019) *Malva sylvestris* extract alleviates the astrogliosis and inflammatory stress in LPS-induced depression mice. *Journal of neuroimmunology*, 336(15). — P. 577029. <https://doi.org/10.1016/j.jneuroim.2019.577029> (in Eng.)

Zare Z., Ali A.J., Sara S., Ali A.M. (2025) Leaf physio-biochemical traits and antioxidant responses of *Malva sylvestris* to drought stress. *Sci Rep.*, 15:45243. <https://doi.org/10.1038/s41598-025-28940-4> (in Eng.)

© **Duzelbayeva S.D.¹, *Kassenova B.A.², Akhatova Z.S.³,
Konuspayev S.R.⁴, 2026.**

¹K. Zhubanov Aktobe Regional University, Aktobe, Kazakhstan;

²Institute of Metallurgy and Ore Beneficiation, Satbayev University,
Almaty, Kazakhstan;

³Kazakh National Agrarian Research University, Almaty, Kazakhstan;

⁴JSC «A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences», Almaty, Kazakhstan.

E-mail: batih@mail.ru

THE COMPOSITION OF WOOL FAT AND ITS PHYSIOLOGICAL EFFECT ON LIVING ORGANISMS

Duzelbaeva Samal — PhD student, K. Zhubanov Aktobe Regional University, Aktobe, Kazakhstan,
E-mail: samal2578@mail.ru, <https://doi.org/10.1080/01496395.2022.2097924>;

Kassenova Batikha — Cand. Sc. (Chemistry), Leading Researcher, Patent and Information Department,
Institute of Metallurgy and Ore Beneficiation, Satbayev University, Almaty, Kazakhstan,
E-mail: batih@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4360-8687>;

Akhatova Zauyesh — Associate Professor at the Department of "Horticulture, Plant Protection and
Quarantine" of the Kazakh National Agrarian Research University, Almaty, Kazakhstan,
E-mail: zsakhatova@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0000-6730-6985>;

Konuspayev Saparkaly — A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences, Doctor of Chemical Sciences,
Professor, Almaty, Kazakhstan,
E-mail: srkonuspayev@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-7962-6107>.

Abstract. Wool fat is a valuable fatty substance extracted from sheep's wool during washing at factories that primarily process industrial wool. Purified wool fat (lanolin) is widely used in the pharmaceutical and cosmetic industries. Lanolin is a unique natural product consisting of a complex mixture of fatty acid and alcohol esters, as well as free fatty acids. Lanolin's structure determines its hydrophobic (water-repellent) and lipophilic (fat-soluble) properties, making it an excellent moisturizing and protective agent. However, it is precisely this complexity and heterogeneity of lanolin that makes its processing a challenging task. Advanced processing of wool fat allows for the extraction of a wide range of valuable components from this complex natural raw material, with a wide range of applications. The aim of this study is the advanced processing of wool fat (lanolin) and the determination of the composition of the isolated synthesis products. Wool fat was analyzed for its trace element, vitamin, and cholesterol content. Gas chromatography was used on a GC 2010 Plus (Shimadzu, Japan) to determine

the composition of fatty acid methyl esters. This composition, obtained from both the wool fat itself and the sodium salts of its hydrolysis products, was found to be virtually identical. Wool fat is known to contain 18 fatty acids, seven of which have a saturated fatty acid radical, while the rest have from one to five unsaturated bonds. The highest content is observed for eicosapentaenoic acid, accounting for 32.6% of its total isomers, followed by linolenic acid (14.9%) and seco-lecithin (13.9%). All unsaturated fatty acids identified in wool fat play a crucial role in the metabolism of humans and animals. These essential acids serve as the basis for lipid synthesis and are essential for normal bodily functions. Wool fat is a potential raw material for the production of essential acids, which can be used as medicinal products and dietary supplements.

Keywords: wool fat, lanolin, fatty acids, cholesterol, hydrolysis, analysis, chromatography

For citations: Duzelbayeva S.D., Kassenova B.A., Akhatova Z.S., Konuspayev S.R. The composition of wool fat and its physiological effect on living organisms. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. — P. 88–103. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.365>

© Дүзелбаева С.Д.¹, Қасенова Б.А.^{2*}, Ахатова З.С.³, Қонысбаев С.Р.⁴, 2026.

¹ «Қ. Жұбанов атындағы университеті», Ақтөбе, Қазақстан;

² «Металлургия және кен байыту институты» Сәтбаев университеті, Алматы, Қазақстан;

³ «Қазақ ұлттық аграрлық зерттеу университеті» Алматы, Қазақстан;

⁴ «Ә.Б. Бектұров атындағы Химия ғылымдары институты» АҚ, Алматы, Қазақстан.

E-mail: batiha@mail.ru

ЖҮН МАЙЫНЫҢ ҚҰРАМЫ ЖӘНЕ ОНЫҢ ТІРІ ОРГАНИЗМГЕ ФИЗИОЛОГИЯЛЫҚ ӘСЕРІ

Дүзелбаева Самал — докторант, «Қ. Жұбанова атындағы Ақтөбе өңірлік университеті», Ақтөбе, Қазақстан,

E-mail: samal2578@mail.ru, ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0003-3752-8119>;

Қасенова Батиха — х.ғ.к., "Металлургия және кен байыту институты" АҚ Satbayev University, Алматы, Қазақстан,

E-mail: batiha@mail.ru, ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-4360-8687>;

Ахатова Зауеш — х.ғ.к., «Қазақ ұлттық аграрлық зерттеу университеті» қауымдастырылған профессор, Алматы, Қазақстан, E-mail: zsakhatova@mail.ru, ORCID ID: <https://orcid.org/0009-0000-6730-6985>;

Конуспаев Сапаркали — х.ғ.д., профессор, Ә.Б. Бектұров атындағы Химия ғылымдары институты, Алматы, Қазақстан,

E-mail: srkonuspayev@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-7962-6107>.

Аннотация. Жүн майы - жүн өңдеу зауыттарында жуу кезінде қой жүнінен алынатын құнды майлы зат болып табылады. Тазартылған жүн майы (ланолин) фармацевтика және косметика өндірістерінде кеңінен қолданылады. Ланолин - май

қышқылдары мен спирт эфирлерінің, сондай-ақ бос май қышқылдарының күрделі қоспасынан тұратын бірегей табиғи өнім. Ланолиннің құрылымы оның гидрофобты (су өткізбейтін) және липофильді (майда еритін) қасиеттерін анықтайды, бұл оны өте жақсы ылғалдандыратын және қорғайтын агент етеді. Ланолинді өңдеу оның күрделі құрамы мен гетерогенділігіне байланысты өте маңызды күрделі мәселе екенін көрсетеді. Жүн майын терең өңдеу бізге осы күрделі табиғи шикізаттан кең ауқымды қолданыстағы құнды компоненттердің кең ауқымын алуға мүмкіндік береді. Бұл зерттеудің мақсаты - жүн майын (ланолин) терең өңдеу және окшауланған синтез өнімдерінің құрамын анықтау. Жүн майларынан микроэлементтер, витаминдер және холестерол анықталған. Жүн майымен және гидролизде түзілген натрий тұздардан алынған майлы қышқылдардың метил эфирлері құрамы бірдей болды. Май қышқылдарының метил эфирлерінің құрамы хроматография әдісімен «Gas chromatograph GC 2010 Plus, Shimadzu» (Жапон) приборында анықталды. Жүн майлары құрамында 18 майлы қышқыл табылды, олардың ішінде 7 қаныққан майлы қышқыл радикалымен, қалғандарында 1 ден 5 дейін қанықпаған байланыстар бар. Ең жоғары мөлшері анықталған эйкозапентаен қышқылы, олардың изомерлерін қосқанда 32,6 % құрайды, одан кейін линолен қышқылы 14,9 % және селархон қышқылы 13,9 %. Осы анықталған қанықпаған майлы қышқылдар адам мен жануарлардың метаболизмінде маңызды рөл атқарады. Бұл маңызды қышқылдар липидтер синтезінің негізі болып табылады және қалыпты дене функциялары үшін маңызды. Жүн майы - дәрілік заттар мен тағамдық қоспалар ретінде пайдаланылуы мүмкін маңызды қышқылдарды өндіруге арналған шикізат.

Түйін сөздер: жүн майы, ланолин, майлы қышқылдар, холестерол, гидролиз, талдау, хроматография

© Дузелбаева С.Д.¹, Касенова Б.А.^{2*}, Ахатова З.С.³, Конуспаев С.Р.⁴, 2026.

¹Актюбинский региональный университет им. К. Жубанова, Актөбе, Қазақстан;

²АО «Институт металлургии и обогащения» Сатпаев университет,
Алматы, Қазақстан;

³Қазақстан миллионнальнй аграрный исследовательский университет,
Алматы, Қазақстан;

⁴АО «Институт химических наук им. А.Б. Бектурова», Алматы, Қазақстан.
E-mail: batiha@mail.ru

СОСТАВ ШЕРСТНОГО ЖИРА И ЕГО ФИЗИОЛОГИЧЕСКОЕ ДЕЙСТВИЕ НА ЖИВОЙ ОРГАНИЗМ.

Дузелбаева Самал — докторант, Актюбинский региональный университет им. К. Жубанова, Актөбе, Қазақстан,

E-mail: samal2578@mail.ru, ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0003-3752-8119>;

Касенова Батиха — к.х.н., ведущий научный сотрудник АО «Институт металлургии и обогащения» Satbayev University, Алматы, Қазақстан,

E-mail: batiha@mail.ru, ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-4360-8687>;

Ахатова Зауеш — к.х.н., ассоциированный профессор, Казахский национальный аграрный исследовательский университет, Алматы, Казахстан,

E-mail: zsakhatova@mail.ru, ORCID ID: <https://orcid.org/0009-0000-6730-6985>;

Конуспаев Сапаркали — д.х.н., профессор, главный научный АО «Институт химических наук им. А.Б. Бектурова», Алматы, Казахстан,

E-mail: srkonuspayev@mail.ru, ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-7962-6107>.

Аннотация. Шерстный жир является ценным жировым веществом, извлекаемым из овечьей шерсти при её мойке на предприятиях первичной обработки технической шерсти. Очищенный шерстный жир, известный как ланолин, широко применяется в фармацевтической и косметической промышленности. Ланолин представляет собой уникальный природный продукт, в состав которого входит сложная смесь эфиров жирных кислот и спиртов, а также свободных жирных кислот. Его структура обуславливает выраженные гидрофобные и липофильные свойства, благодаря чему ланолин используется как эффективный увлажняющий и защитный компонент. Вместе с тем сложность и неоднородность состава ланолина делают его глубокую переработку технологически сложной задачей. Глубокая переработка шерстного жира позволяет выделять из данного природного сырья широкий спектр ценных компонентов, пригодных для дальнейшего практического применения. Целью настоящей работы является переработка шерстного жира (ланолина) и определение состава выделенных продуктов. В ходе исследования в образцах шерстного жира проанализировано содержание микроэлементов, витаминов и холестерина. Состав метиловых эфиров жирных кислот изучали методом газовой хроматографии на приборе GC 2010 Plus (Shimadzu, Япония). Установлено, что состав метиловых эфиров жирных кислот, полученных как из исходного шерстного жира, так и из натриевых солей продуктов его гидролиза, практически идентичен. В составе шерстного жира выявлено 18 жирных кислот, из которых семь относятся к насыщенным, а остальные содержат от одной до пяти ненасыщенных связей. Наибольшее содержание установлено для эйкозапентаеновой кислоты, доля которой составляет 32,6 % от общего количества изомеров; далее следуют линоленовая кислота (14,9 %) и секо-лецитин (13,9 %). Выявленные ненасыщенные жирные кислоты играют важную роль в метаболизме человека и животных, участвуют в синтезе липидов и необходимы для нормального функционирования организма. Полученные результаты свидетельствуют о том, что шерстный жир может рассматриваться как перспективное сырьё для получения физиологически значимых жирных кислот, используемых в составе лекарственных средств и биологически активных добавок.

Ключевые слова: шерстный жир, ланолин, жирные кислоты, холестерол, гидролиз, анализ, хроматография

Благодарность: Авторы благодарят сотрудников **ТОО НПО «Антиген»**, которые оказали существенную помощь в проведении хроматографического анализа.

Введение. В сельском хозяйстве Казахстана овцеводство имеет важное значение, так как оно обеспечивает производство мяса, молока и шерсти. В настоящее время овцеводческом производстве регионов страны приоритетным направлением является производство мяса и молока. Шерсть стала наименее рентабельным продуктом, так как направление шерсти столкнулась с падением мировых цен и закрытием многих перерабатывающих предприятий первичной обработки шерсти. Овечья шерсть - это уникальный материал не только для создания одежды и домашнего текстиля, это экологический чистое, безопасное сырье, которое может иметь применение в инновационные использования технологических, фармацевтических и косметических сферах. Из шерсти при его обработке в процессе мойки в промывные воды переходит шерстный жир, из которого в свою очередь получают продукт ланолин. Ланолин - это натуральное воскообразное вещество, полученное из овечьей шерсти. Оно ценится благодаря своим защитными и увлажняющими свойствами, что делает его востребованным компонентом в многочисленных средствах по уходу за кожей, включая лосьоны, бальзамы и увлажняющие крема. Шерстяной жир (ланолин) представляет собой сложную смесь эфиров, образованных различными жирными кислотами и тремя типами спиртов: алифатическими, терпеновыми и стироловыми. Каждый из этих компонентов обладает значительной биологической ценностью. Алифатические и терпеновые спирты могут выполнять функцию растворителей. Стироловые спирты, к которым относится, например, холестерин, служат исходными соединениями для синтеза стероидных лекарственных препаратов, часто применяемых в качестве альтернативы антибиотикам. Соли жирных кислот, входящие в состав смеси, используются в качестве эмульгаторов в фармацевтике и ветеринарии. Выделенные в чистом виде жирные кислоты или их соли могут применяться в качестве лекарственных средств или биологически активных добавок.

При глубокой переработке компоненты шерстного жира находят широкое применение в народном хозяйстве, особую ценность среди них это стероидные спирты, являющиеся исходными соединениями для получения стероидных лекарственных препаратов. В настоящее время потребление натуральных продуктов стало глобальным трендом, что показывает на стремление людей к здоровому образу жизни. Исследования проводимое нами в этой области актуально так как, в Республике постепенно увеличивается поголовье овец, что может обеспечить огромную сырьевую базу. Разработка методов извлечения и глубокая переработка шерстного жира решает стратегические и экологические задачи.

Литературный обзор. Шерстяные волокна состоят из кератина и покрыты лепестками, под которыми и образуется шерстяной жир. Количество шерстяного жира зависит от породы овец, и чем тоньше шерстяные волокна, тем больше его образуется. У тонкошерстных овец количество шерстяного жира может достигать 25% от веса шерсти, тогда как у грубошерстных овец оно составляет не более 5%, как описано в (Vasil'eva et al.,2022).

Промывка грязной шерсти является одним из трудоёмких процессов, который

требует полной очистки шерсти от глины, песка, жира и различных примесей. Фабрики легкой промышленности придают большое значение чистоте шерсти и требуют, чтобы его жирность не превышала 1% так как качество обработанного изделия должно быть высоким (Tkachuk et al., 2013). В фабриках первичной обработки шерсти во время мойки грязной шерсти весь жир смывается уходит в промывные воды шерсти. На пример для промывки 1 тонны шерсти требуется до 50 тонн пресной воды, а промывная вода после мойки шерсти сливают в канализацию или в окружающую среду, тем самым создают экологическую проблему (Belorukhov et al., 2023). Очистка сточных вод шерсти может решить проблемы загрязнения природы и экономить расход воды в процессе мойки шерсти, так как очищенную воду можно будет возвращать в цикл мойки шерсти.

Для извлечения шерстного жира из промывных вод на практике используются механические сепараторы, где степень извлечения не превышает 40 %. Нами в работах (Konuspaev et al., 2019) предложены пути извлечения шерстного жира со степенью извлечения 98 % с возможностью использования очищенной воды для повторного использования в мойке шерсти. Авторами (Konuspaev et al., 2019). представлены альтернативные извлечения шерстного из промывных вод шерсти, так в (López-Mesas et al., 2007) предлагается экстрагирование шерстного жира из промывных вод шерсти органическими растворителями, в (Bhavsar et al., 2023) экстрагирование простыми и сложными эфирами, в (Inostroza et al., 2024) высаживанием шерстного жира с помощью кислот, а в (Sengupta et al., 2014) экстрагированием смесью различных растворителей для получения максимального извлечения.

Жир (воск) шерсти является исходным материалом для производства ланолина, который представляет собой идеальную основу для мазей. Особенность использования ланолина в качестве основы для мазей заключается в том, что при растирании водой он может впитать до 150% воды, при этом сохраняя мазевые свойства. Фармацевтическая промышленность признает ценность ланолина как незаменимое натуральное сырье в широком спектре применения, благодаря его исключительным качеством, проникающим в кожу и заживлению. Современная индустрия красоты уделяет большое внимание на индивидуальный уход и косметическим средствам, что является основным направлением расширения рынка ланолина. Известно, что рынок ланолина составляет около 0,5 миллиардов долларов США в 2024 году до 0,8 миллиарда долларов США, а к 2033 году, среднегодовой темп роста может составить 6,0%. (Ermolova et al., 2006)

Практическое применение компонентов шерстного жира предопределило получение патентов, так в патенте (Roden et al., 2004) приводятся сведения о получении стероидов, в частности ланостерола и холестерина из шерстного жира, а в работе (Ivanov et al., 2005) получение сложных стероидов или в получении жирных кислот (Konuspaev et al., 2018)

Авторы (Konuspaev et al., 2018) приводят сведения о щелочном гидролизе шерстного жира, так в работах авторов (Kasenova et al., 2019) показано, что для полной конверсии исходного шерстного жира необходимо проводить

процесс в смеси протонного и апротонного растворителей, препятствующих образованию устойчивых эмульсий, когда частицы жира обволакиваются двойным электрическим слоем, образуя коллоидный раствор. В работах авторов (Duzelbaeva et al., 2022) показано, что эти закономерности действуют при гидролизе неочищенного шерстного жира (технического жиропота). В работах (Duzelbaeva et al., 2022) обобщены результаты по созданию методов извлечения шерстного жира из промывных вод шерсти, технологии производства фармакопейного ланолина и методам его глубокой переработки шерстного жира. Определению состава и выделению некоторых компонентов составных частей продуктов гидролиза шерстного жира посвящены работы (Korner et al., 1992). В работе (Hassan et al., 2016) проведен хроматографический анализ метиловых эфиров жирных кислот от C_{15} до C_{21} , полученных из шерстного жира и сравнен с составом шерстного жира овец Австралии, Уругвая и Бразилии. Авторы (Inostroza et al., 2022) выделили и идентифицировали 20 наименований жирных кислот из шерстного жира, которые содержат одну или несколько непредельных связей. В работе (Nosam et al., 2018) приводятся сведения о составе стеринных спиртов, выделенных из шерстного жира и ланолиновых кислотах.

Целью данной работы является определение состава продуктов, образующихся при щелочном гидролизе шерстного жира, изучение их воздействия на живой организм и выявление потенциальных направлений практического использования.

Экспериментальная часть. Процесс гидролиза шерстного жира проводили в растворе, содержащем 20 % гидроксида натрия, растворенного в смеси воды и 40 % этилового спирта. В ходе данной реакции жирные кислоты, образовавшиеся из шерстного жира, преобразовывались в водорастворимые натриевые соли. С целью повышения степени конверсии исходного сырья в реакционную массу вводили гексан или бензол, причем их количество не превышало 2% от общей массы всех веществ в реакторе. Реакцию проводили в двух типах реакторов: первый вариант в стеклянной трехгорлой колбе, снабженной мешалкой и обратным холодильником, и контролем температуры реакции; второй вариант в автоклаве с турбинной мешалкой, снабженный термостатированным кожухом для поддержки постоянной температуры с помощью термостата, условия проведения реакции подробно описаны в (Kasenova et al., 2019). Степень превращения шерстного жира оценивали по значению эфирного числа. Моментом завершения реакции считали полное исчезновение сложных эфиров в реакционной системе. Для мониторинга состава образующихся продуктов использовали ряд аналитических методов.

Анализ жирнокислотного состава шерстного жира выполняли в соответствии с ГОСТ 32916–2014, регламентирующим определение данного состава методом газовой хроматографии жировой фазы. Сущность методики заключается в проведении переэтерификации с метанольным раствором метилата натрия с последующим газохроматографическим анализом образующихся метиловых эфиров жирных кислот. Процедура получения метиловых эфиров осуществлялась согласно ГОСТ 31665–2012. Для этого в центрифужную пробирку ёмкостью 50 мл вносили 0,1 г навески шерстного жира, добавляли 2 мл гексана и 0,1 мл 2

М раствора метилата натрия в метаноле. Пробирку герметично закрывали пробкой и содержимое интенсивно перемешивали в течение двух минут. После перемешивания реакционную смесь оставляли для отстаивания на пять минут, после чего верхний слой, содержащий целевые метиловые эфиры, подвергали фильтрации через бумажный фильтр.

Для проведения анализа был задействован подготовленный раствор. Исследование жирнокислотного состава шерстного жира выполняли методом газовой хроматографии на японском оборудовании «Gas chromatograph GC 2010 Plus, Shimadzu». Анализ проводили с использованием капиллярной колонки HP-88 производства Agilent серия 112-88A7, выполненной из полиметилсилоксановая, длиной 100 метров и внутренним диаметром 0,25 мм при толщине пленки 0,2 мм. Программа термостатирования колонки включала выдержку при 100°C в течение 5 минут, последующий нагрев со скоростью 4°C/мин до 240°C и финальную изотермическую стадию при этой температуре длительностью 8 минут. Общее время хроматографирования составило 48 минут. Температура испарителя была установлена на уровне 260°C, а пламенно-ионизационного детектора - 240°C. В качестве газа-носителя применяли азот чистотой 0,9995. Скорости потоков газов были следующими: азот - 30 мл/мин, водород - 30 мл/мин, воздух - 400 мл/мин.

Для количественного определения содержания холестерина в указанном образце использовали газовый хроматограф с масс-спектрометрическим детектором GC7890B-MS5977B производства Agilent США. Общая продолжительность анализа составила 24 минуты. Хроматографическое разделение проводили на капиллярной колонке Agilent 19091S-433UI Ultra-Inert марки HP-5ms. Температурный режим был запрограммирован следующим образом: начальная изотермическая стадия при 115°C длительностью 1 минута, затем быстрый нагрев до 260°C со скоростью 130°C в минуту без выдержки, и последующий плавный подъем до 290°C со скоростью 5°C в минуту, завершающийся 6-минутной финальной изотермой.

Пробу вводили в режиме Split с коэффициентом деления потока 10:1. Температура ввода пробы поддерживалась на уровне 310°C при давлении 11,4 psi. 78,600 КПа. Скорость потока газа-носителя составляла 12 мл в минуту. В соответствии с методикой ГОСТ 33490–2015, регламентирующей выявление растительных масел и жиров методом газожидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием, были получены свободные стеринны. Анализ проводился в режиме мониторинга выбранных ионов (SIM) на масс-спектрометре. Контролировались ионы со следующими значениями m/z : 386 для холестерина, 398 для брассикостерина, 400 для кампестерина, 412 для стигмастерина и 414 для β -ситостерина. В качестве газа-носителя применялся гелий, расход которого составлял 1 см³/мин. Температурные параметры прибора были установлены следующим образом: TAUX = 2900 °C, TSource = 2300 °C, Tauad = 1500 °C.

Результаты и их обсуждение. В соответствии с ранее разработанной методикой (Kasenova et al., 2019) для углубленного изучения компонентного

состава шерстного жира были синтезированы продукты гидролиза. В автоклаве подверглись обработке фармакопейный ланолин и технический жиропот, что позволило в дальнейшем провести идентификацию их химической структуры. Уровень конверсии исходных веществ в условиях щелочного гидролиза достиг 89%; реакция проводилась с использованием 20% раствора щелочи в 40% этиловом спирте.

Аналізу гидролизованных продуктов ланолина и жиропота предшествовала оценка исходного сырья на содержание макро- и микроэлементов, а также витаминов. Полученные данные по элементному составу жиропота и ланолина систематизированы в таблице 1. Содержание меди, цинка, селена и фосфора демонстрирует относительное постоянство. Существенные расхождения наблюдаются по другим элементам. Например, концентрация марганца в ланолине возрастает до 170,07 единиц, в то время как в жиропоте этот показатель составляет лишь 10,54. Также фиксируется рост содержания кальция, магния и железа.

Таблица 1 — Содержание макро и микроэлементов в ланолине и жиропота ГОСТ 30178–96

Наименование	Содержание в мг/г	
	жиропот	ланолин
Кальций	9,1	48,2
Медь	0,25	0,27
Железо	12,22	63,13
Калий	-	-
Марганец	10,54	170,07
Селен	0,008	0,009
Цинк	0,82	1,95
Магний	77,5	261,4
Фосфор	1,2	2,2

В таблице 2 приведено содержание витаминов, обнаруженных в ланолине и жиропоте. Содержание витамина D₁ (холекальциферола) в жиропоте составляет 243,34 мг/кг, а в ланолине всего 0,29. Аналогичная картина наблюдается и с витамином Е, содержание которого в жиропоте 1781,0, а в ланолине 3,41 мг/кг. Очевидно такое изменение содержания элементов и витаминов связано с переработкой жиропота в ланолин.

Таблица 2 — Содержание витаминов в шерстном жире в мг/кг

Наименование	жиропот	ланолин
Витамин D ₁ (холекальциферол)	243,34	0,29
Витамин Е (токоферол)	1781,0	3,41

Ланолин производят из технического жиропота, включающего две составляющие: основу (шерстный жир) и потовую часть. Потовая часть представляет собой продукт овечьей жизнедеятельности, отличающийся выраженным тяжелым запахом, неприемлемым для товарного продукта. Следовательно, ключевым этапом

получения без запаха мазевой основы становится устранение специфического запаха шерстного жира. Данная задача решается через окисление потовой фракции, в ходе которого пахучие соединения окисляются и элиминируются в форме углекислого газа. Последующее рафинирование осуществляется с применением раствора кальцинированной соды и изопропилового спирта, что обеспечивает полное удаление остаточных ароматических компонентов. Предположительно, именно описанные технологические процедуры влекут за собой изменения в концентрации витаминов и микроэлементов в конечном продукте.

Получение свободных стерина было реализовано в соответствии с ГОСТ 33490–2015, регламентирующим «Обнаружение растительных масел и жиров на растительной основе методом газожидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием». Процесс гидролиза осуществляли в аппарате Сокслета при температуре 60°C с продолжительностью 60 мин. В колбу помещали 0,1 г шерстного жира, добавляли 0,3 г гидроксида натрия, 30 мл этилового спирта. По завершении омыления реакционную смесь охлаждали до комнатной температуры и разбавляли 30 мл дистиллированной воды. Содержимое колбы помещали в делительную воронку вместимостью 250 мл, добавляли 15 мл гексана и проводили экстракцию не омыляемых веществ, осторожно встряхивая в течение одной минуты. Для наилучшего разделения слоев к смеси добавляли 2–4 мл этанола. После расслоения фаз верхний гексановый слой сливали в колбу, а нижний слой дважды подвергали повторной экстракции с новыми порциями 15 мл гексана. Затем гексановые экстракты промывали в делительной воронке несколькими порциями по 20 мл воды до нейтральной реакции. Чистую фракцию пропускали через бумажный фильтр с безводным сульфатом натрия, фракцию переносили в колбу для упаривания и концентрировали в ротаторном испарителе при температуре 40°C до получения раствора объемом 1,5–2 мл. Полученный раствор переносили в виолу и анализировали с помощью газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием.

По результатам анализа выявлено наличие стерина спиртов. Основным компонентом данной группы, составляющим до 90% её массы, является холестерин, который представляет собой спирт, способный образовывать сложные эфиры с жирными кислотами. Холестерин является исходным соединением для получения стероидных лекарственных препаратов. Современное производство этих препаратов базируется на использовании спинномозгового вещества крупного рогатого скота, что создаёт существенное ограничение для наращивания объёмов выпуска, поскольку указанное сырьё относится к категории деликатесных пищевых продуктов. В качестве перспективной альтернативы для решения этой проблемы рассматривается шерстный жир.

На рисунке 1 приведена хроматограмма метиловых эфиров жирных кислот, выделенных из жиропота овечьей шерсти. Хроматографические профили шерстного жира и ланолина демонстрируют практическую идентичность. Анализ прибора позволил установить количественное содержание метиловых эфиров жирных кислот в составе шерстного жира. Исследование состава жирных кислот

проводили на двух образцах: первом - непосредственно шерстном жире (Табл. 3), втором - продуктах его гидролиза, для чего была применена ранее описанная методика (Konusraev et al., 2018). Полученные результаты являются идентичными.

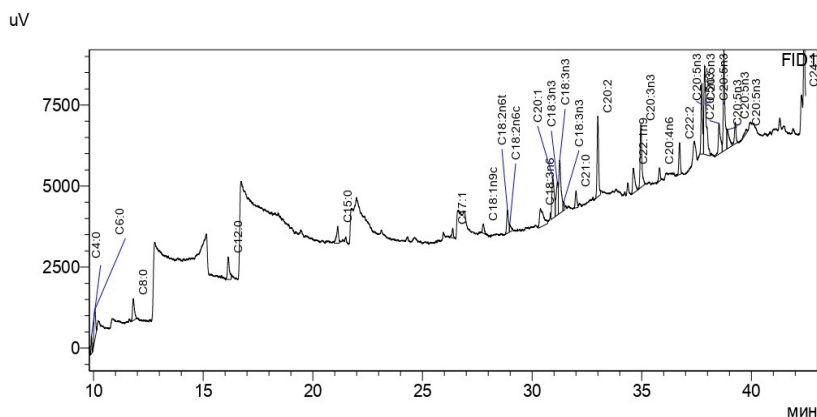


Рисунок 1 — Хроматограмма функциональных групп метиловых эфиров жирных кислот

Результаты хроматограммы показывают, что состав шерстного жира очень сложный и в нем содержатся практически многие известные жирные кислоты от C_4 до C_{24} , в состав, которых входит как предельные, так и непредельные углеводороды. В таблице 3 представлены следующие группы метиловых эфиров жирных кислот, полученные из шерстного жира, который отличаются углеводородным составом и их содержанием в процентном соотношении.

Таблица 3 — Жирные кислоты входящие в состав шерстного жира.

№	Названия кислот	Время выхода, мин	%, содержание
1	Масляная ($C_{4:0}$)	9,904	0,7
2	Капроновая ($C_{6:0}$)	10,059	2,9
3	Каприловая ($C_{8:0}$)	11,815	2,2
4	Лауриновая ($C_{12:0}$)	16,140	2,3
5	Пальмитиновая ($C_{15:0}$)	21,134	1,8
6	Маргариновая ($C_{17:0}$)	26,379	0,7
7	Олеиновая ($C_{18:1\ n-9}$)	27,778	0,8
8	Линолевая ($C_{18:2\ n-6}$)	28,887	2,2
9	Линоленовая ($C_{18:3\ n-6}$)	28,961	0,6
	γ -Линоленовая ($C_{18:3\ n-6}$)	30,375	3,9
	α -Линоленовая ($C_{18:3\ n-6}$)	31,149	3,5
	α -Линоленовая ($C_{18:3\ n-6}$)	31,253	6,3
	α -Линоленовая ($C_{18:3\ n-6}$)	31,445	0,6
10	Эйкозеновая ($C_{20:1}$)	30,937	5,0
11	Бегеновая ($C_{20:0}$)	31,999	1,4
12	Эйкозодиеновая ($C_{20:2}$)	32,994	6,5

13	Эруковая ($C_{22:1\ n-9}$)	34,616	2,9
14	Эйкозантириеновая ($C_{20:3,\ n-3}$)	34,956	5,7
15	Арахидоновая ($C_{20:4,\ n-6}$)	35,809	1,1
16	Докозодиеновая ($C_{22:2}$)	36,722	2,4
17	Эйкозапентаеновая ($C_{20:5,\ n-3}$)	37,731	5,6
	Эйкозапентаеновая ($C_{20:5,\ n-3}$)	37,861	9,8
	Эйкозапентаеновая ($C_{20:5,\ n-3}$)	38,519	3,6
	Эйкозапентаеновая ($C_{20:5,\ n-3}$)	38,743	8,8
	Эйкозапентаеновая ($C_{20:5,\ n-3}$)	38,911	2,4
	Эйкозапентаеновая ($C_{20:5,\ n-3}$)	39,262	1,8
	Эйкозапентаеновая ($C_{20:5,\ n-3}$)	39,756	0,6
18	Селахоловая ($C_{24:1}$)	42,396	13,9
Итого			100,0

Эйкозапентаеновая кислота (ЭПК, $C_{20}H_{30}O_2$) идентифицирована как ключевой компонент шерстного жира, достигая концентрации 32,6 % согласно данным таблицы 3. Хроматографический анализ выявил семь пиков, соответствующих стереоизомерам данной кислоты. По своей химической природе ЭПК представляет собой полиненасыщенную жирную кислоту класса омега-3; её молекула включает углеводородный радикал с пятью двойными связями, что определяет её роль в составе липидов. Структурная формула представлена на рисунке 2.

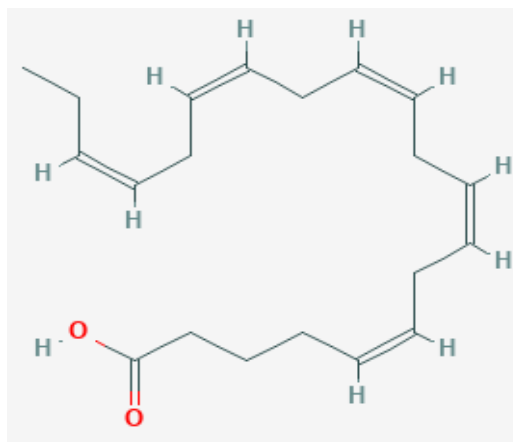


Рисунок 2 — Структурная формула (цис-5,8,11,14,17) эйкозапентаеновой кислоты.

В организме животных ЭПК выступает незаменимым элементом мембранных липидов и необходима для синтеза сложных липидных структур. Основными природными источниками для человека этой кислоты являются жирные и полужирные виды рыб, например, скумбрия, тунец, лосось, а также некоторые растительные продукты, включая зелёные водоросли, семена чиа и кунжута. Несмотря на способность живого организма к синтезу данного вещества, его естественная выработка характеризуется крайне низкими объемами. Присутствие

в организме эйкозапентаеновой кислоты, входящей в состав этого вещества, оказывает значительный положительный эффект, что и обуславливает его широкое медицинское применение.

Линоленовая кислота ($C_{17}H_{29}COOH$) представляет собой следующую полиненасыщенную жирную кислоту, обнаруженную в составе шерстного жира. Альфа-линоленовая кислота - это полиненасыщенное соединение состава с общей формулой $C_{17}H_{29}COOH$, структуру которого определяют три изолированные двойные связи в цис-конфигурации, которые представлены на рисунке 3. В области биохимии существует строгое разграничение между α - и γ -изомерами данной кислоты. Эта структурная вариация не является тривиальной, поскольку влечет за собой существенные различия в ее физиологическом влиянии на биологические организмы. Позиция двойных связей в молекуле определяет участие соответствующих изомеров в различных метаболических путях, что, в свою очередь, обуславливает их различные нутритивные характеристики. Фундаментальное различие между γ -линоленовой кислотой (также называемой гамоленовой кислотой) и ее α -изомером заключается в специфическом расположении двойных связей в углеводородной цепи: в γ -форме они находятся в позициях 6, 9 и 12.

Несмотря на то, что эти соединения являются изомерами, их функции в живых организмах существенно отличаются. Альфа-линоленовая кислота относится к группе омега-3 жирных кислот и считается эссенциальной. Так как организм человека не обладает необходимыми ферментами для её производства, она является жизненно важным питательным веществом, которое необходимо получать только из рациона.

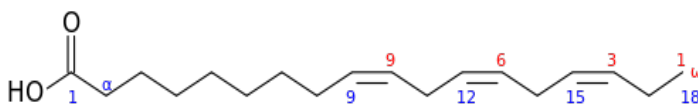


Рисунок 3 — Структурная формула α -линоленовой кислоты (цис- 9,12, 15).

Гамма-линоленовая кислота (ГЛК) играет ключевую роль в метаболизме омега-6 жирных кислот в организме человека. Её основная функция заключается в обеспечении организма «строительным материалом» для синтеза простагландинов и лейкотриенов. Эти биологически активные вещества выступают в качестве регуляторов воспалительных процессов и болевых ощущений, имея как провоспалительные, так и противовоспалительные свойства. Включение ГЛК в рацион питания способствует усилению противовоспалительного ответа, что делает её перспективным компонентом в терапии хронических заболеваний. В медицинском сообществе существуют различные точки зрения на применение ГЛК. В то время как в ряде европейских стран её уже давно используют для лечения таких состояний, как экзема и циклическая масталгия, научные данные об её эффективности остаются предметом дискуссий из-за противоречивости результатов исследований. Однако, более убедительные доказательства

свидетельствуют о её пользе при диабетической нейропатии. Важно отметить, что ГЛК не действует изолированно. Вместе с линолевой и арахидоновой кислотами она формирует так называемый витамин F. Этот комплекс является не просто нутриентом, а фундаментальной основой метаболических процессов, необходимых для поддержания жизнедеятельности организма.

Селахолевая (нервоновая) кислота занимает третье место по содержанию в шерстном жире 13,9%, (табл. 3). Это соединение с общей формулой $C_{24}H_{46}O_2$ (рациональная форма: $CH_3-(CH_2)_7-CH=CH-(CH_2)_{13}-COOH$) имеет двойную связь в положении цис-15. Олеиновая кислота, относящаяся к омега-9-ненасыщенным жирным кислотам, играет ключевую роль в процессах биосинтеза. Концентрация омега-9-ненасыщенных кислот в жире лососевых или семенах технических культур минимальны, шерстяной жир является важным источником. Кроме вышеназванных кислот в составе шерстного жира найдены: эйкозеновая кислота в количестве 5,0 %; эйкозодиеновая – 6,5 %; эйкозатриеновая – 5,7 % (Табл.3). Всего в составе шерстного жира обнаружено 18 жирных кислот, из которых 9 не имеют непредельных связей в углеводородном радикале. Остальные жирные имеют от одной до пяти непредельных связей в углеводородном радикале и все они имеют важное значение в жизнедеятельности человека и животных. Шерстный жир так же как и воск в основном состоит из сложных эфиров алифатических, терпеновых и стероидных спиртов.

Согласно данным, полученным в ранних исследованиях (Konuspaev et al., 2018), 25% от общего состава жирных кислот этерифицированы холестерином и его гомологами. Проведённый хроматографический анализ продуктов гидролиза шерстного жира выявил максимальную концентрацию эйкозапентаеновой кислоты, достигающую 32,6 %. Современное производство данной кислоты основано на использовании микроорганизмов, способных к направленному синтезу липидов ЭПК. Эйкозапентаеновую кислоту получают преимущественно путем сложного микробиологического синтеза, который обходится крайне дорого: низкая концентрация в растворе (до 550 мг/л) создает серьезные трудности при выделении. На этом фоне ситуация в Казахстане выглядит парадоксально: готовое сырье для получения ценнейших лекарственных средств и БАДов сегодня просто сливают в канализацию вместе с промывными водами шерсти. Использование шерстного жира как источника чистой ЭПК могло бы стать эффективным решением для фармацевтической отрасли.

Шерстный жир представляет собой доступное и экономически выгодное сырье для производства ненасыщенных жирных кислот.

На территории республики предприятия, занимающиеся первичной обработкой шерсти, в процессе её мойки сбрасывают промывные воды непосредственно в окружающую среду. Данные стоки содержат комплекс моющих и химических веществ, что приводит к загрязнению водных объектов, почвенных покровов и, как следствие, всей экосистемы. При этом Казахстан обладает значительным потенциалом для организации процесса извлечения шерстного жира из овечьей шерсти. Реализация этого потенциала позволила бы стране стать ключевым поставщиком сырья для последующего синтеза ненасыщенных жирных кислот.

Эйкозапентаеновая кислота, линоленовая, селажолевая кислоты в чистом виде представляет собой очень ценное лекарственное средство, и входит в состав комплексных биологических активных добавок с содержанием омега 3 жирных кислот необходимые для поддержания здоровья или лечения некоторых патологий.

В работах авторов (Kasenova et al., 2019) основной задачей было получение стеринных спиртов из продуктов гидролиза ланолина, тогда как состав непредельных жирных кислот в шерстном жире является не менее ценным. Таким образом исходя из вышеприведенных результатов можно сделать следующие **выводы:**

1. Определены содержания витаминов и микроэлементов в ланолине и техническом жире.

2. Среди стеринных спиртов, образующих сложные эфиры с жирными кислотами, 90 % приходится на холестерол.

3. Впервые выявлен состав жирных кислот в шерстном жире овец Казахстана, найдено и количественно определено 18 жирных кислот, из которых 7 кислот с предельным углеводородным радикалом, а остальные имеют от одной до пяти непредельных связей в углеводородном радикале.

4. В шерстном жире обнаружено 32,6 % изомеров эйкозапентаеновой кислоты, которая участвует в образовании липидов.

5. В шерстном жире обнаружено содержание линоленовой кислоты 14,9 %, селажолевой кислоты 13,9 %, которые очень важны для функционирования живого организма.

References

Vasil'eva L.G., Kulakov B.S., Miroshnichenko S.I., Bondarenko G.M., Panteleeva L.M. (2022) Nekotorye tendencii izmeneniya tekhnologicheskikh harakteristik zhiropota v shersti ovec [Some trends in the change in the technological characteristics of fat in sheep wool]. Sheep, Goats, Wool Business 4. — P. 44-46. (in Russian).

Tkachuk V.M., Stapaj P.V., Gavrilyak V.V., Paranyak N.N. (2013) Kolichestvennyj i kachestvennyj sostav zhiropota i mikroflora runa ovcevatok razlichnyh porod [Quantitative and qualitative composition of sweat and microflora of fleeces of ewes of various breeds]. Bulletin of the Altai State Agrarian University, Vestnik Altajskogo gosudarstvennogo agrarnogo universiteta. — 7. (105). — P. 79-81. (in Russian).

Belopuhov S.L., Shanaeva E.A., Zharkih O.A., Dmitrevskaya I.I., Razumeev K.E., Zhevnerov A.V., Yuldashbaeva A.Yu. (2023) Ocenka kachestva sherstyanogo i l'nyanogo volokna metodom blizhnej infrakrasnoj spektroskopii i rastrojnoj elektronnoj mikroskopii. [Evaluation of the quality of wool and flax fiber by near infrared spectroscopy and scanning electron microscopy]. Sheep, goats, wool business. №1. — P. 43-48. (in Russian).

Konuspaev S.R., Ahatova Z.S., Konuspaev E.S. (2019) Ustrojstvo dlya vydeleniya sherstnogo zhira iz stochnyh vod. [Device for separating wool fat from wastewater]. Patent RK № 4182. (in Russian).

Konuspaev S.R., Ahatova Z.S., Kasanova B.A., Nurbaeva R.K. (2016) Uovershenstvovanie metoda izvlecheniya sherstnogo zhira iz promyvnyh vod ovech'ej shersti [Improvement of the method for extracting wool fat from sheep wool wash water]. Proceedings of the 5th Russian Conf. "Current Problems of Petrochemistry" Zvenigorod, Russia. — P. 193-194. (in Russian).

Konuspaev S.R., Ahatova Z.S. (2015) Izvlechenie sherstnogo zhira iz promyvnyh vod shersti. [Extraction of wool fat from wool washing water]. Veterinary Science 1(41). — P. 41-43. (in Russian).

López-Mesas M., Carrillo F., Gutiérrez M.C. and Crespi M. (2007) Alternative methods for the wool wax extraction from wool scouring wastes. Grasas y aceites, 58 (4). — P. 402-407. (in Eng)

Bhavsar P., Zoccola M., Fontana G.D., Pallavicini M., Roda G. and Bolchi Cr. Sustainable Routes for Wool Grease Removal Using Green Solvent Cyclopentyl Methyl Ether in Solvent Extraction and Biosurfactant Wool Protein Hydrolyzate in Scouring. Processes 2023 (11), 1309. <https://doi.org/10.3390/pr11051309> (in Eng)

Inostroza K., Larama G., Díaz-Matus de la Parra M., Bravo S., Guerrero A., and Cancino-Baier D. Saturated Fatty Acids in Wool as Markers Related to Intramuscular Fat Content in Lambs. Animals 2024, 14. — P. 2822. <https://doi.org/10.3390/ani14192822>. (in Eng)

Sengupta A. and Behera J. Comprehensive view on chemistry, manufacturing & applications of lanolin extracted from wool pretreatment. Amer. J. of Engineering Research (AJER) 2014, Vol.03. Issue-07. — P. 33-43. www.ajer.org/ (in Eng)

Sajt: www.emergenresearch.com

Ermolova L.S., Ermolov I.A (2006) Sposob proizvodstva sterinov: lanosterola i holesterola iz sherstnogo zhira [Method of producing sterols: lanosterol and cholesterol from wool fat]. Russian Federation Patent 2283318. (in Russian).

Roden A., Ull'yams D.A., Bryus R. (2004) Sposob polucheniya slozhnykh efirov stanolov/sterinov. [Method for producing stanol/sterol esters]. Russian Federation Patent 2283318. (in Russian).

Ivanov A.M., Ivanov I.A (2005) Sposob polucheniya zhirnykh kislot [Method for obtaining fatty acids]. Russian Federation Patent 2246535. (in Russian).

Konuspaev S.R., Kasenova B.A., Ahatova Z.S., Nurbaeva R.K. (2018) Shchelochnoj gidroliz sherstnogo zhira (lanolina) v srede protonnykh i aprotonnykh rastvoritelej [Alkaline hydrolysis of wool fat (lanolin) in protic and aprotic solvents]. Bulletin of KazNU Ser. Khim. 1(88). — P. 3–9. (in Russian).

Kasenova B., Duzelbaeva S., Ahatova Z., Konuspaev S. (2019). Gidroliz neochishchennogo sherstnogo zhira (zhiripot) v shchelochnoj srede [Hydrolysis of unrefined wool fat (sweat) in an alkaline medium]. Proceedings of the X- International Beremzhanovsky Congress on Chemistry and Chemical Engineering. — P. 67–70. (in Russian).

Duzelbaeva S., Ahatova Z., Kasenova B., Konuspaev S. (2022) Izvlechenie sherstnogo zhira iz promyvnykh vod shersti, poluchenie lanolina i ego glubokaya pererabotka. [Extraction of wool fat from wool washing water, production of lanolin and its advanced processing]. Izvestiya NAS RK, ser. Chem. i tech... 3(452).68-85. (in Russian).

Duzelbayeva S., Konuspayev S., Murzin D., Akhatova Z., Kassenova B. (2022) Development of the electrocoagulation and electrodialysis technologies for the quantitative recovery of lanolin. Taylor & Francis, Separation science and technology. — P. 1-13. <https://doi.org/10.1080/01496395.2022.2097924>.

Hassan M.M., Shao J. Chemical Processing of Wool: Sustainability Considerations. Key Engineering Materials 2016. Vol. 671. — P. 32-39. (in Eng)

Korner A., Hocker H., and Rivett D.E. The fatty acid composition of lipids from the wool cell membrane complex. Fresenius J Anal Chem 1992. Vol. 344. — P. 501-509. (in Eng)

Hosam El-Din Zakaria El-Sayed, Salwa Mowafi, Amira Abou El-Kheir, Eman M. El-Khatib. A Comprehensive Critique on Wool Grease Extraction, Properties and Applications. Egypt. J.Chem. 2018, Vol. 61, No 6. — P. 1151- 1159. (in Eng)

Inostroza K., Larama G., Bravo S., Díaz M. and Sepúlveda N. Utilization of Wool Integral Lipids to Determine Milk Fat Content in Suffolk Down Ewes. Appl. Sci. 2022, Vol 12. — P. 1046-1057. (in Eng)

Inostroza K., Larama G., Díaz-Matus de la Parra M., Bravo S., Rodríguez R., Guerrero A. and Cancino-Baier D. Saturated Fatty Acids in Wool as Markers Related to Intramuscular Fat Content in Lambs. Animals 2024, Vol.14. — P. 2822-2834. (in Eng)

©Erkinqyzy A., Zholdas M., Kudaibergenova B.M.*, Dyusebaeva M.A., 2026.

Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan.

E-mail: bateskudaibergenova1@gmail.com

STUDY OF THE PHARMACOGNOSTIC CHARACTERISTICS OF *MACLURA POMIFERA*

Erkinqyzy Aruzhan — Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: aruzhan.yerknyzy.04@bk.ru, <https://orcid.org/0009-0003-0304-8333>;

Zholdas Merrey — Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: zholdas.merrey05@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0003-7415-5515>;

Kudaibergenova Bates — PhD, Associate professor Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: bateskudaibergenova1@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-6881-6765>;

Dyusebaeva Moldyr — Can.ChemSci., Associate professor Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: moldyr.dyusebaeva@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-3873-5099>.

Abstract. The article presents the results of studies aimed at developing a technology for obtaining biologically active compounds from the leaves and fruits of *Maclura pomifera*. The relevance of the study is based on the need to identify and quantitatively evaluate biologically active substances in medicinal plant raw materials, as they determine the plant's pharmacological properties and its potential applications in pharmaceutical practice. During the study, key pharmacognostic parameters such as moisture content, total ash, and extractive matter were determined. It was found that using an 80% hydroalcoholic solvent provided a higher yield of extractive substances compared to a 50% solution. Quantitative analysis revealed that the leaves and fruits contain significant amounts of flavonoids and coumarins, as well as saponins, tannins, alkaloids, and small amounts of free organic acids. Elemental analysis indicated that the main macroelements are potassium, calcium, and magnesium, while the levels of heavy metals comply with regulatory standards. Additionally, an amino acid analysis was performed. Comparative analysis showed that the fruits of *Maclura pomifera* have higher amounts and a greater diversity of amino acids compared to the leaves. These results confirm that *Maclura pomifera* is a promising source of biologically active compounds.

Keywords: *Maclura pomifera*, medicinal plant raw materials, biologically

active complexes, pharmacognostic parameters, flavonoids, elemental composition, phytopreparations

This work was carried out within the framework of the program-targeted funding competition for scientific and scientific-technical programs for 2025–2027 (MSHE RK), project BR28713093, “Development of domestic pharmaceutical substances and medicinal products based on natural and synthetic biologically active compounds.”

*For citations: Erkinqyzy A., Zholdas M., Kudaibergenova B.M., Dyusebaeva M.A. Study of the pharmacognostic characteristics of *maclura pomifera*. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. — P. 104–117. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.366>*

©**Еркинқызы А., Жолдас М., Кудайбергенова Б.М.*, Дюсебаева М.А., 2026.**

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

E-mail: bateskudaibergenova1@gmail.com

MACLURA POMIFERA ӨСІМДІГІНІҢ ФАРМАКОГНОСТИКАЛЫҚ СИПАТТАМАЛАРЫН ЗЕРТТЕУ

Еркінқызы Аружан — Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан,
E-mail: aruzhan.yerknyzy.04@bk.ru, <https://orcid.org/0009-0003-0304-8333>;

Жолдас Мерей — Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан,
E-mail: zholdas.merey05@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0003-7415-5515>;

Құдайбергенова Батес — PhD, қауымдастырылған профессор, Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан,
E-mail: bateskudaibergenova1@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-6881-6765>;

Дюсебаева Молдир — х.ғ.к., қауымдастырылған профессор, Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан,
E-mail: moldyr.dyusebaeva@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-3873-5099>.

Аннотация. Мақалада *Maclura pomifera* өсімдігінің жапырақтары мен жемістерінен биологиялық белсенді кешендерді алу технологиясын әзірлеуге бағытталған зерттеулердің нәтижелері ұсынылған. Зерттеудің өзектілігі дәрілік өсімдік шикізатындағы биологиялық белсенді заттарды анықтау және сандық бағалау қажеттілігімен негізделеді, өйткені олар өсімдіктің фармакологиялық қасиеттерін және фармацевтикалық тәжірибеде қолдану перспективаларын айқындайды. Зерттеу барысында ылғалдылық, жалпы күлділік және экстрактивті заттар мөлшері сияқты негізгі фармакогностикалық көрсеткіштер анықталды. Экстрагент ретінде 80%-дық су-спирт ерітіндісін қолдану 50%-дық ерітіндімен салыстырғанда экстрактивті заттардың жоғары шығымын қамтамасыз ететіні анықталды. Сандық талдау нәтижесінде жапырақтар мен жемістер құрамында флавоноидтар мен кумариндердің едәуір мөлшері, сондай-ақ сапониндер, тері илегіш заттар, алкалоидтар және бос органикалық қышқылдардың аз мөлшерде кездесетіні анықталды. Элементтік талдау деректері бойынша негізгі

макроэлементтерге калий, кальций және магний жатады, ал ауыр металдардың мөлшері нормативтік талаптарға сәйкес келеді. Сонымен қатар аминқышқылдарына да талдау жүргізіліп, салыстырмалы талдаудан маклюра жемістерінің құрамында аминқышқылдарының мөлшері мен алуан түрлілігі жағынан жоғары екенін қанықталды. Алынған нәтижелер *Maclura pomifera* өсімдігінің биологиялық белсенді қосылыстардың перспективалы көзі екенін дәлелдейді.

Түйін сөздер: *Maclura pomifera*, дәрілік өсімдік шикізаты, биологиялық белсенді кешендер, фармакогностикалық көрсеткіштер, флавоноидтар, элементтік құрам, фитопрепараттар

©Еркинқызы А., Жолдас М., Кудайбергенова Б.М.*, Дюсебаева М.А., 2026.

Казахский национальный университет имени Аль-Фараби,

Алматы, Казахстан.

E-mail: bateskudaibergenova1@gmail.com

ИЗУЧЕНИЕ ФАРМАКОГНОСТИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК *MACLURA POMIFERA*

Еркинқызы Аружан — Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

E-mail: aruzhan.yerknyzy.04@bk.ru, <https://orcid.org/0009-0003-0304-8333>;

Жолдас Мерей — Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

E-mail: zholdas.merey05@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0003-7415-5515>;

Кудайбергенова Батес — PhD, ассоциированный профессор, Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

E-mail: bateskudaibergenova1@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-6881-6765>;

Дюсебаева Молдир — кандидат химических наук, ассоциированный профессор, Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

E-mail: moldyr.dyusebaeva@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-3873-5099>.

Аннотация. В статье представлены результаты исследований, направленных на разработку технологии получения биологически активных комплексов из листьев и плодов *Maclura pomifera*. Актуальность исследования обусловлена необходимостью идентификации и количественной оценки биологически активных веществ лекарственного растительного сырья, поскольку именно они определяют фармакологические свойства растения и перспективы его применения в фармацевтической практике. В ходе исследования определены основные фармакогностические показатели, включая влажность, общую зольность и содержание экстрактивных веществ. Установлено, что использование 80%-ного водно-спиртового экстрагента обеспечивает более высокий выход экстрактивных веществ по сравнению с 50%-ным раствором этанола. Результаты количественного анализа показали, что листья и плоды содержат значительные количества флавоноидов и кумаринов, а также сапонинов, дубильных веществ, алкалоидов и небольшое количество свободных органических кислот. Согласно данным элементного анализа, основными макроэлементами являются калий, кальций

и магний, при этом содержание тяжёлых металлов соответствует нормативным требованиям. Дополнительно был проведён анализ аминокислотного состава. Сравнительный анализ показал, что плоды маклюры характеризуются более высоким содержанием и большим разнообразием аминокислот по сравнению с листьями. Полученные результаты подтверждают, что *Maclura pomifera* является перспективным источником биологически активных соединений и может рассматриваться в качестве ценного сырья для создания фитопрепаратов.

Ключевые слова: *Maclura pomifera*, лекарственное растительное сырьё, биологически активные соединения, фармакогностические показатели, флавоноиды, элементный состав, фитопрепараты

Introduction. Currently, about 15–20% of herbal medicinal products are manufactured at domestic pharmaceutical enterprises, while the majority of medicines are imported from abroad. This leads to an increase in the cost of pharmaceutical products and a greater dependence of the pharmaceutical market on synthetic drugs (WHO, 2013). At the same time, synthetic medicines are often characterized by insufficient biocompatibility and difficulties in elimination from the body, which reduces their effectiveness from the perspective of public health protection and economic feasibility. In this regard, the study of medicinal plants traditionally used in folk medicine, as well as the development of technologies for obtaining biologically active complexes based on them, are relevant tasks of modern pharmaceutical science and industry (Heinrich et al., 2018). The development of organic chemistry and the pharmaceutical industry is closely associated with the study of natural compounds isolated from plant raw materials. Medicinal plants represent a valuable source of biologically active substances possessing a wide spectrum of pharmacological activity, including anti-inflammatory, antioxidant, and antimicrobial effects. In this context, plant raw material of *Maclura pomifera* is of particular interest, as it is distinguished by a rich chemical composition and promising prospects for practical application (Evans, 2009).

Maclura pomifera belongs to plants containing a complex of phenolic compounds, flavonoids, coumarins, and other biologically active substances that determine its pharmacological potential. Despite the availability of certain information on the chemical composition of this plant, issues related to raw material standardization, quantitative assessment of biologically active compounds, and the development of rational technology for their extraction remain insufficiently studied. This determines the relevance of conducting pharmacognostic and phytochemical studies of the leaves and fruits of *Maclura pomifera* (Heinrich et al., 2018).

The study of the chemical composition of *Maclura pomifera* plant raw material, including the determination of pharmacognostic parameters, quantitative evaluation of the main groups of biologically active substances, and analysis of the elemental composition, is a necessary stage for substantiating the possibility of its application in pharmaceutical practice. The development of technology for obtaining biologically active complexes based on this plant creates prerequisites for expanding the range of domestically produced herbal medicines and reducing dependence on synthetic drugs

(Kang et al., 2006). The data obtained during the study are considered as a basis for the further use of *Maclura pomifera* in the development of dosage forms of various types, including liquid, solid, and semi-solid forms, as well as for the implementation of the results into pharmaceutical technology and phytopharmaceutics.

Literary review

Maclura pomifera (Raf.) Schneid., commonly known as Osage orange, is a woody plant species of North American origin belonging to the family Moraceae. The species is known by various common names, including Adam's apple, Osage orange, hedge apple, horse apple, and monkey ball. Its native range includes the present-day states of Texas, Oklahoma, and Missouri (USA), where the Osage people traditionally used its durable wood for bow making, while the milky latex was employed as a natural dye. The scientific name of the genus was given in honor of the American geologist and president of the Academy of Natural Sciences of Philadelphia, William Maclure (Gubanov et al., 2003).

Under the climatic conditions of Kazakhstan, *M. pomifera* has been successfully introduced and is currently cultivated in the Turkestan region, particularly within the territory of the Sairam-Ugam State National Natural Park, as well as in the dendrological park of Shymkent city, demonstrating good adaptation to local environmental conditions (Abdulina et al., 1999).

The plant is a dioecious deciduous tree reaching 15–20 m in height, characterized by a short, massive trunk covered with dark brown, deeply furrowed bark. The crown is dense and spreading, while the branches bear sharp thorns. The leaves are alternate, ovate, thick, and glossy, measuring 8–13 cm in length. The upper leaf surface is dark green, whereas the lower surface is lighter in color. During autumn, the foliage turns bright yellow, enhancing the ornamental value of the plant (Komarov et al., 1936).

Flowering occurs from May to mid-June. The flowers are small and unisexual: male flowers are arranged in catkin-like inflorescences, whereas female flowers form spherical capitulate inflorescences. Pollination is predominantly wind-mediated, although insects may occasionally participate (Sokolov et al., 1954). Although *M. pomifera* is generally dioecious, favorable environmental conditions may result in the development of both male and female flowers on the same tree, thereby increasing the likelihood of fruit production.

The fruits mature between September and October. They are large, spherical syncarps reaching up to 15 cm in diameter, with a rough orange-green surface resembling that of an orange. The interior contains a milky latex and a sticky white pulp characterized by a distinct fresh cucumber-like aroma. The fruits are not edible and may exhibit toxic properties when ingested. Furthermore, the latex can cause skin irritation; therefore, harvesting should be carried out using appropriate protective equipment (Bobrov et al., 1949).

Despite its toxicity, *M. pomifera* has been widely used in traditional medicine. Alcoholic tinctures, extracts, and ointments prepared from the fruits, leaves, bark, and young shoots are traditionally applied for the treatment of inflammatory and degenerative joint disorders, osteochondrosis, intervertebral hernias, and metabolic disturbances.

The species exhibits remarkable ecological plasticity and resistance to extreme

climatic conditions. It tolerates temperatures as low as -15°C and as high as $+38^{\circ}\text{C}$ and prefers sunny, well-drained habitats. Fruiting generally begins at 5–6 years of age without the need for growth stimulants. Owing to its dense crown and distinctive fruits, *M. pomifera* is widely utilized in landscape architecture as a hedge plant and as an ornamental focal element in park and garden compositions (Kurkin et al., 2004).

Therefore, *Maclura pomifera* represents not only an ornamental and utilitarian species but also a promising pharmacological resource. Its rich phytochemical composition, adaptability to diverse environmental conditions, and pronounced biological potential make it an attractive subject for further phytochemical, pharmacological, and biomedical investigations aimed at the discovery and development of natural bioactive compounds.

Materials and Methods

Plant Material

The study was performed using the leaves and fruits of *Maclura pomifera* (Raf.) Schneid. collected during the active vegetation period in the Turkestan region of Kazakhstan. Botanical identification of the plant material was carried out according to standard taxonomic descriptions and floristic references. The collected samples were cleaned from mechanical impurities, washed with distilled water when necessary, and dried under natural ventilation conditions at room temperature ($22\text{--}25^{\circ}\text{C}$) until constant weight was achieved. The dried material was ground using a laboratory mill and passed through a sieve to obtain a homogeneous powder suitable for analytical procedures. The prepared samples were stored in airtight containers protected from light and moisture until further analysis.

Chemicals and Reagents

All chemicals and reagents used in the study were of analytical grade. Ethyl alcohol solutions (50% and 80%) were employed for extraction procedures. Ninhydrin reagent was used for the qualitative and quantitative determination of amino acids. Glycine served as the reference standard for calibration during spectrophotometric amino acid analysis. Hydrogen peroxide and nitric acid were used during ash analysis and sample preparation procedures. Solvents for chromatographic analysis included n-propanol, ethyl acetate, pyridine, acetic acid, and purified water. All reagents complied with the requirements of the State Pharmacopoeia of the Republic of Kazakhstan and were used without further purification.

Analytical Methods

The quality assessment of medicinal plant raw material was carried out according to the requirements of the State Pharmacopoeia of the Republic of Kazakhstan (XI edition). Pharmacognostic parameters including moisture content, total ash, and extractive substances were determined.

The content of biologically active substances (flavonoids, coumarins, saponins, tannins, alkaloids, and free organic acids) was evaluated using standard pharmacognostic and spectrophotometric methods.

Qualitative and quantitative determination of amino acids was carried out using ninhydrin-based colorimetric methods, supported by chromatographic identification techniques.

Experimental Procedures

Determination of Moisture Content

Moisture content was determined as the loss in mass after drying to constant weight. Plant material was ground to approximately 10 mm particle size and thoroughly mixed. Samples weighing 3–5 g were placed in previously dried weighing bottles and dried at 100–105 °C until constant weight was achieved. Constant weight was considered reached when the difference between two consecutive weighings did not exceed 0.01 g after cooling in a desiccator.

Determination of Total Ash

The total ash content was determined according to the procedures described in the State Pharmacopoeia of the Republic of Kazakhstan (XI edition). Approximately 2–3 g of accurately weighed powdered plant material was placed in a previously ignited and weighed porcelain crucible. The sample was gradually heated over a low flame until complete carbonization and then transferred to a muffle furnace maintained at 500–550 °C. Incineration was continued until a light gray or white residue indicating complete combustion of organic matter was obtained.

The crucibles were cooled in a desiccator and weighed. If carbon particles remained, the residue was moistened with a small volume of hydrogen peroxide or nitric acid solution and reheated until complete ashing. The process of heating, cooling, and weighing was repeated until constant weight was achieved.

Determination of Extractive Substances

The content of extractive substances was determined using 50% and 80% aqueous ethanol solutions as extraction solvents in order to evaluate the extraction efficiency of biologically active compounds from *Maclura pomifera* leaves and fruits. Approximately 5.0 g of air-dried and powdered plant material was accurately weighed and transferred into a conical flask. The sample was extracted with the appropriate solvent at a raw material-to-solvent ratio of 1:10. Extraction was performed under continuous stirring at room temperature for 24 h. The resulting extracts were filtered through filter paper to remove insoluble plant residues.

An accurately measured aliquot of each filtrate was transferred into a pre-weighed evaporating dish and evaporated to dryness in a water bath. The residue was subsequently dried in a drying oven at 100–105 °C to constant weight, cooled in a desiccator, and weighed.

Quantitative Determination of Biologically Active Substances

The quantitative content of biologically active compounds was evaluated using standard pharmacognostic and spectrophotometric methods. The analyzed groups of compounds included flavonoids, coumarins, tannins, alkaloids, saponins, and free organic acids.

Flavonoids were quantified spectrophotometrically based on the formation of colored complexes with specific reagents and expressed as a percentage of dry plant material.

Coumarins were determined using extraction and spectrophotometric measurement techniques based on their characteristic absorption spectra.

Tannins were quantified using established pharmacopoeial procedures involving complex formation reactions.

Alkaloids were isolated through acid-base extraction and subsequently quantified using gravimetric and spectrophotometric approaches.

Saponins were determined according to their ability to form stable foam and through quantitative extraction methods.

The content of free organic acids was evaluated by titrimetric procedures and expressed as a percentage of absolutely dry raw material.

Determination of Elemental Composition

The macro- and microelement composition of *Maclura pomifera* leaves and fruits was investigated to assess their nutritional, pharmacological, and toxicological significance. The samples were subjected to acid digestion prior to instrumental analysis.

The concentrations of sodium (Na), potassium (K), calcium (Ca), magnesium (Mg), manganese (Mn), iron (Fe), zinc (Zn), copper (Cu), nickel (Ni), cadmium (Cd), and lead (Pb) were determined using atomic absorption spectrometry. Calibration curves were constructed using certified standard solutions. The results were expressed in µg/mL and compared with established safety standards for medicinal plant materials.

Qualitative Determination of Amino Acids

The presence of amino acids was initially confirmed using the ninhydrin reaction. One milliliter of the test solution was mixed with an equal volume of freshly prepared 0.2% ninhydrin solution and heated in a water bath for 5–10 min. The appearance of a violet-red coloration indicated the presence of free amino acids.

Chromatographic Identification of Amino Acids

Thin-layer chromatography (TLC) and paper chromatography were used to identify individual amino acids. Silufol UV-254 plates were developed using the solvent systems n-propanol–water (7:3) and ethyl acetate–pyridine–acetic acid–water (30:20:6:11). Standard amino acids including alanine, glycine, and leucine were used as reference compounds. Detection was performed using 0.2% aqueous ninhydrin solution followed by heating.

Quantitative Determination of Amino Acids

The quantitative content of amino acids in the studied extracts was determined by the colorimetric (biuret) method using ninhydrin reagent. For analysis, a sample of the dry extract (accurate weight) was dissolved in 20 mL of purified water and kept at room temperature for 24 hours with periodic stirring. After filtration, the resulting extract was used for analysis. To 10 mL of the test solution, 10 mL of 0.2% ninhydrin reagent was added, and the mixture was heated in a water bath at a temperature of $(80 \pm 5)^\circ\text{C}$ for 15 minutes. After cooling, the optical density of the solution was measured using a spectrophotometer at a wavelength of 540 nm. A control solution was prepared by mixing the ninhydrin reagent with purified water. The quantitative content of amino acids was determined using a calibration curve constructed with a standard glycine solution. The obtained results were expressed as milligrams of amino acids per 1 g of dry extract by formula.

$$X = \frac{C \cdot 50 \cdot 25 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 10 \cdot (100 - W)}$$

Results

Pharmacognostic Characteristics of *Maclura pomifera* Raw Material. The pharmacognostic characteristics of *Maclura pomifera* leaves and fruits are presented in Table 1. Evaluation of moisture content, total ash, and extractive values is an essential stage in assessing the quality, purity, and storage stability of medicinal plant raw materials.

The moisture content of the investigated samples ranged from 4.97% in fruits to 6.39% in leaves. These values are within the permissible limits established for medicinal plant materials and indicate satisfactory storage stability. The lower moisture content observed in the fruits suggests a reduced susceptibility to microbiological spoilage and biochemical degradation during storage compared with the leaves.

Total ash content, which reflects the overall mineral composition and the possible presence of inorganic impurities, amounted to 8.70% in leaves and 5.33% in fruits. The higher ash content in the leaves may be associated with greater accumulation of mineral elements in photosynthetically active tissues. At the same time, the obtained values indicate the absence of excessive contamination by foreign inorganic matter and confirm the acceptable quality of the studied raw material.

The determination of extractive substances demonstrated a significant influence of solvent concentration on extraction efficiency. Extraction using 80% ethanol provided substantially higher yields of extractive substances compared with 50% ethanol in both plant organs. In the leaves, the extractive value increased from 13.86% to 29.33%, whereas in the fruits it increased from 14.94% to 18.41%.

Among all investigated samples, the highest extraction yield was obtained from the leaves using 80% ethanol (29.33%). This result suggests that a considerable proportion of biologically active compounds present in *Maclura pomifera* leaves exhibits higher solubility in hydroalcoholic mixtures with increased ethanol concentration. Therefore, 80% ethanol can be considered a more effective extraction solvent for recovering bioactive constituents from this species.

Overall, the obtained pharmacognostic parameters confirm the good quality of *Maclura pomifera* raw material and demonstrate the suitability of hydroalcoholic extraction, particularly with 80% ethanol, for the efficient isolation of biologically active compounds from both leaves and fruits.

Table 1 – Pharmacognostic Indicators of *Maclura pomifera* Raw Material Calculated on an Absolutely Dry

Name of raw material	Moisture content, %	Total ash, %	Extractive substances, % (50%)	Extractive substances, % (80%)
Leaves of <i>M.pomifera</i>	6,391	8,7	13,86	29,33
Fruits of <i>M. pomifera</i>	4,968	5,33	14,94	18,41

Content of Biologically Active Substances. The quantitative content of biologically active substances in the leaves and fruits of *Maclura pomifera* is presented in Table 2 and illustrated in Figures 1–2. The phytochemical analysis revealed the presence of several groups of secondary metabolites, including flavonoids, coumarins, saponins, tannins,

alkaloids, and free organic acids, which are known to contribute to the biological and pharmacological activities of medicinal plants.

Among the identified compounds, flavonoids represented one of the dominant groups in both plant organs. Their content reached 3.3% in the leaves and 3.2% in the fruits, indicating a relatively uniform distribution within the plant. The high concentration of flavonoids suggests that *Maclura pomifera* may serve as a valuable source of natural antioxidant compounds. Flavonoids are widely recognized for their antioxidant, anti-inflammatory, antimicrobial, and membrane-protective properties, which significantly enhance the therapeutic potential of medicinal plant materials.

A pronounced difference was observed in the accumulation of coumarins between the investigated plant organs. The highest coumarin content was detected in the fruits (3.12%), whereas the leaves contained only 0.28%. Thus, the concentration of coumarins in the fruits was more than ten times higher than that in the leaves. This finding indicates that the fruits may represent a particularly rich source of coumarin derivatives, which are known for their anti-inflammatory, vasoprotective, anticoagulant, and antimicrobial activities.

Saponins were also present in considerable amounts in both plant organs. The highest concentration was observed in the fruits (3.35%), while the leaves contained 2.81%. The elevated saponin content in fruits may contribute to enhanced biological activity, as these compounds are characterized by expectorant, immunomodulatory, antimicrobial, and surface-active properties. In addition, saponins can improve the bioavailability of other biologically active compounds by increasing membrane permeability.

Tannins were detected in both samples, with a higher concentration in the leaves (0.5773%) compared with the fruits (0.3062%). The predominance of tannins in leaves may be associated with their protective function against environmental stress factors, pathogens, and herbivores. Due to their astringent, antioxidant, and antimicrobial properties, tannins are considered important pharmacologically active constituents of medicinal plants.

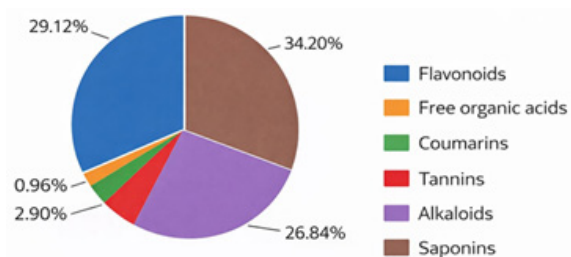
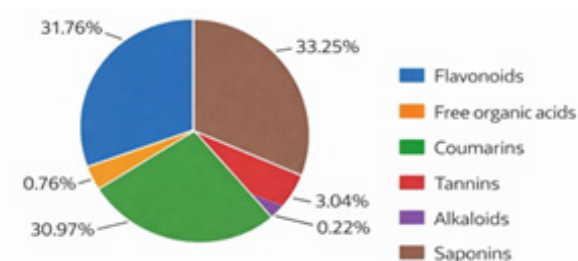
A significant difference was also observed in alkaloid content. The leaves contained 2.59% alkaloids, whereas only trace amounts were detected in the fruits (0.022%). The relatively high alkaloid concentration in leaves indicates their potential pharmacological significance, as alkaloids are known to exhibit a broad spectrum of biological activities, including analgesic, antimicrobial, anti-inflammatory, and neuroactive effects.

Free organic acids were found in comparatively low concentrations in both plant organs. Their content amounted to 0.093% in leaves and 0.077% in fruits. Despite their relatively low abundance, organic acids play an important role in plant metabolism and may contribute to the antioxidant activity and stability of plant extracts.

Overall, the obtained results demonstrate that both leaves and fruits of *Maclura pomifera* are rich sources of biologically active compounds. However, the distribution of individual metabolite groups differs considerably between plant organs. Fruits are characterized by elevated concentrations of coumarins and saponins, whereas leaves contain higher levels of alkaloids and tannins. Such differences should be taken into account when selecting plant material for the development of phytopharmaceutical preparations and biologically active extracts with specific therapeutic properties.

Table 2 – Content of Biologically Active Substances in *Maclura pomifera* Raw Material, %

Biologically active substances	Leaves, %	Fruits, %
Flavonoids	3,3	3,2
Free organic acids	0,093	0,077
Coumarins	0,28	3,12
Tannins	0,5773	0,3062
Alkaloids	2,59	0,022
Saponins	2,81	3,35

Figure 1 – Content of Biologically Active Substances in the Leaves of *Maclura pomifera*, %Figure 2 – Content of Biologically Active Substances in the Fruits of *Maclura pomifera*, %

Elemental Composition. The macro- and microelement composition of *Maclura pomifera* is shown in Table 3. Potassium, calcium, and magnesium were identified as the dominant macroelements. The highest calcium concentration was observed in leaves (1550.52 $\mu\text{g/mL}$), whereas potassium predominated in fruits (1417.48 $\mu\text{g/mL}$). Trace elements including Mn, Fe, Zn, Cu, and Ni were detected in both organs. Toxic elements such as Cd and Pb were present only in low concentrations.

Table 3 – Macro- and Microelement Composition of *Maclura pomifera* Raw Material ($\mu\text{g/mL}$)

Element	Leaves	Fruits
Na	52,310	56,690
Ca	1550,520	386,770
K	1222,90	1417,480
Mg	476,265	168,982
Mn	11,415	3,385
Ni	0,6497	0,445
Fe	16,678	12,273
Cd	0,0571	0,0248

Zn	2,7759	2,3693
Cu	2,2112	2,8564
Pb	0,1608	0,1013

Free Amino Acid Composition. The quantitative composition of free amino acids is presented in Figures 3 and 4. The total amino acid content was 12.52 mg/g in fruits and 2.83 mg/g in leaves. In fruits, arginine (4.17 mg/g), glycine (1.61 mg/g), asparagine (1.61 mg/g), and cysteine (1.36 mg/g) were the predominant amino acids. In leaves, cysteine was the major amino acid, reaching 0.6776 mg/g.

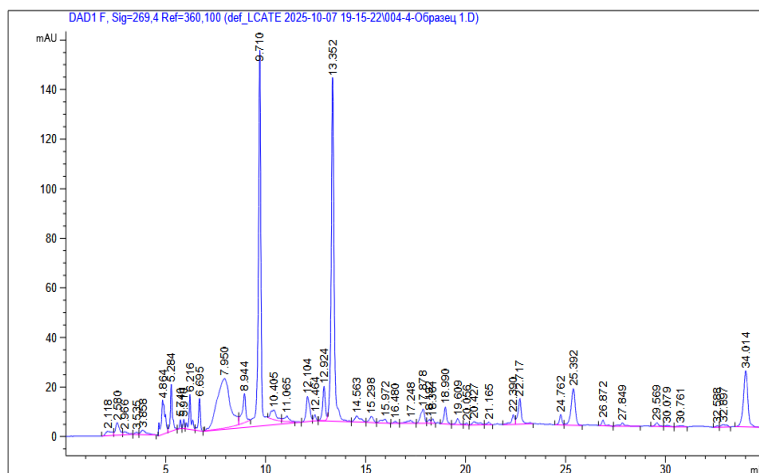


Figure 3 – Quantitative Content of Free Amino Acids in the Fruits of *Maclura pomifera*

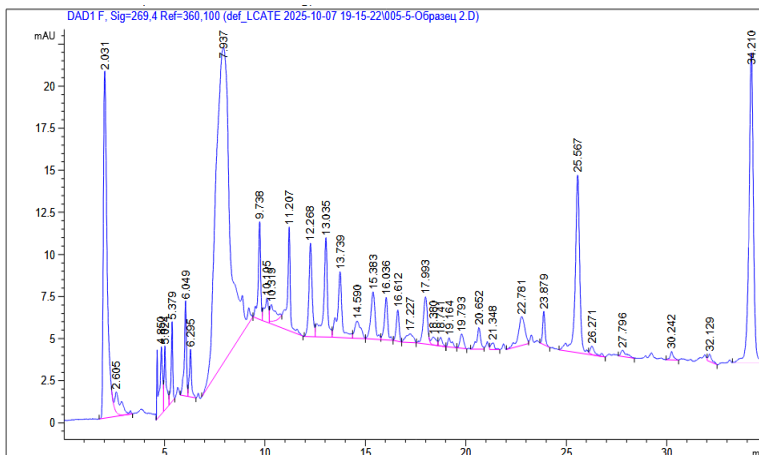


Figure 4 – Quantitative Content of Free Amino Acids in the Leaves of *Maclura pomifera*

Discussion. The obtained pharmacognostic parameters indicate good quality and stability of *Maclura pomifera* raw material. The low moisture content suggests a reduced risk of microbial contamination during storage, while the ash values confirm the absence

of significant inorganic impurities. The significantly higher extraction yields obtained with 80% ethanol demonstrate that hydroalcoholic mixtures with increased ethanol concentration are more efficient for recovering biologically active compounds.

The phytochemical analysis revealed that both leaves and fruits are rich in flavonoids, supporting the potential antioxidant and anti-inflammatory properties of this species. A notable difference was observed in coumarin accumulation, with fruits containing more than ten times higher concentrations than leaves. Such variation may be associated with differences in physiological functions and metabolite distribution between vegetative and reproductive organs.

The elevated saponin content in fruits suggests their potential contribution to improving the bioavailability of other phytochemicals, whereas the higher tannin concentration in leaves may explain their potential astringent and antimicrobial effects. The presence of alkaloids mainly in leaves further supports the biological activity of leaf extracts.

Elemental analysis demonstrated that potassium, calcium, and magnesium are the principal mineral constituents of *Machura pomifera*. The high calcium concentration in leaves is consistent with its role in structural stabilization and regulation of cellular processes in photosynthetically active tissues. Potassium accumulation in fruits may reflect its involvement in fruit maturation and metabolic regulation. Importantly, cadmium and lead concentrations remained within acceptable limits, confirming the safety of the studied raw material for potential pharmaceutical applications.

The amino acid profile revealed substantial differences between leaves and fruits. Fruits contained more than four times higher total amino acid levels, indicating their function as metabolically active storage organs. The predominance of arginine is of particular interest due to its role as a precursor of nitric oxide and its involvement in vascular regulation, immune response, and tissue repair. In contrast, the relatively high cysteine content in leaves may contribute to antioxidant defense mechanisms through glutathione biosynthesis.

Overall, the results demonstrate that both leaves and fruits of *Maclura pomifera* represent promising sources of biologically active compounds. Their rich phytochemical composition, favorable mineral profile, and diverse amino acid content support the potential use of this species in the development of phytopharmaceutical products and functional health-promoting formulations.

Conclusion. During the study, the moisture content, total ash, and extractive substance content were determined in the leaves and fruits of *Maclura pomifera*. The obtained data confirm the quality of the plant raw material and its suitability for further processing. It was established that 80% ethyl alcohol provides a higher yield of extractive substances, making it the optimal extractant for obtaining biologically active complexes.

Quantitative analysis showed that the main biologically active compounds are flavonoids and coumarins, which possess antioxidant and anti-inflammatory activity. Saponins, tannins, alkaloids, and organic acids were also identified. Elemental analysis confirmed a high content of potassium, calcium, and magnesium, with no exceedance of permissible levels of toxic elements. In addition, an analysis of the amino acid

composition was carried out. Comparative analysis has shown that maclura fruits are characterized by a higher content and variety of amino acids than leaves. Thus, Maclura pomifera represents a promising medicinal plant raw material for the development of phytopharmaceuticals with antioxidant and anti-inflammatory effects.

References

- Abdulina S.A. (1999) *Checklist of Vascular Plants of Kazakhstan*. Almaty: Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan. — 187 p. (in English)
- Bobrov E.G. (1949) Semejstvo Zygophyllaceae, rod Tribulus [Family Zygophyllaceae, genus *Tribulus*]. In B.K. Shishkin (Ed.), *Flora of the USSR* (Vol. 14. — P. 194–196). Moscow: Academy of Sciences of the USSR. (In Russian).
- Heinrich M., Barnes J., Gibbons S., Williamson E.M. (2018) *Fundamentals of Pharmacognosy and Phytotherapy*. Edinburgh: Elsevier Churchill Livingstone. (in English)
- Evans W.C. (2009) *Trease and Evans' Pharmacognosy*. 16th ed. Edinburgh: Saunders Elsevier. (in English)
- Gubanov I.A., Kiseleva K.V., Novikov V.S., & Tikhomirov V.N. (2003) *Illyustrirovannyj putevoditel' po rasteniyam Srednej polosy Rossii [Illustrated Guide to the Plants of Central Russia]*. Moscow, Russia. (In Russian).
- Kang J., Chen R.Y., Yu D.Q. (2006) Structures and biological activities of natural products from the genus Maclura. *Chemistry & Biodiversity*, 3(1). — P. 1–15. (in English)
- Kokate C.K., Purohit A.P., Gokhale S.B. (2010) *Pharmacognosy*. Pune: Nirali Prakashan (in English)
- Komarov V.L., & Shishkin B.K. (Eds.) (1936) *Flora SSSR [Flora of the USSR]* (Vol. 5). Moscow, USSR. — 396 p. (In Russian).
- Kurkin V.A. (2004) *Pharmacognosy: Textbook for Students of Pharmaceutical Universities*. Samara: OFORT Publishing House; Samara State Medical University. — 1180 p. (In Russian).
- Heinrich M., Barnes J., Gibbons S., Williamson E.M. (2018) *Fundamentals of Pharmacognosy and Phytotherapy*. Edinburgh: Elsevier Churchill Livingstone. (in English)
- State Pharmacopoeia of the Republic of Kazakhstan (2015) *General Pharmacopoeial Articles. Determination of Moisture Content of Medicinal Plant Raw Materials*. XI Edition. Astana. (in Russian)
- Harborne J.B. (1998) *Phytochemical Methods: A Guide to Modern Techniques of Plant Analysis*. London: Chapman & Hall. (in English)
- Sofowora A. (2008) *Medicinal Plants and Traditional Medicine in Africa*. Ibadan: Spectrum Books Ltd. (in English)
- Sokolov S.Ya., et al. (1954) *Trees and Shrubs of the USSR*. Moscow, USSR. 871 p. (In Russian).
- World Health Organization (2013) *WHO Traditional Medicine Strategy 2014–2023*. Geneva: World Health Organization. (in English)

© Yegissinova A.M.^{1*}, Nurlybayeva A.N.¹, Taubayeva R.S.¹,
Seitkan A.S.², Matniyazova G.K.³, 2026.

¹M.Kh. Dulaty Taraz University, Taraz, Kazakhstan;

²L.N. Gumilyov Eurasian National University, Astana, Kazakhstan;

³Astana International University, Astana, Kazakhstan.

E-mail: aiazhan.iegiesinova@mail.ru

EFFECT OF ULTRASOUND-TREATED CELLULOSE FILLER ON THE MORPHOLOGY AND INTERMOLECULAR INTERACTIONS OF TPS MATRIX

Yegissinova Ayazhan — PhD student, Department of Chemistry and Chemical Technology, Taraz University named after M.Kh. Dulaty, Taraz, Kazakhstan,

E-mail: aiazhan.iegiesinova@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7067-2468>;

Nurlybayeva Aisha — PhD, Associate Professor, Department of Chemistry and Chemical Technology, Taraz University named after M.H. Dulaty, Taraz, Kazakhstan,

E-mail: rustem_ergali@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9904-9979>;

Taubayeva Raushan — PhD, Associate Professor, Taraz University named after M.H. Dulaty, Taraz, Kazakhstan,

E-mail: raushan.taubaeva@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9772-2496>;

Seitkan Ainur — candidate of technical sciences, L.N. Gumilyov Eurasian National University, Astana, Kazakhstan,

E-mail: seitkan_as@enu.kz, <https://orcid.org/0000-0001-9309-500X>;

Matniyazova Gulsim — PhD, Associate Professor, Astana International University, Astana, Kazakhstan,

E-mail: gulsim.matniyazova@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6820-5219>.

Abstract. This study examines how cellulose fillers, including ultrasound-treated cellulose, affect the structure and interaction in thermoplastic starch (TPS). Scanning electron microscopy (SEM) has shown that pure TPS has a smooth and compact morphology, while TPS/cellulose composites have a coarser and heterogeneous structure with visible fibrillar formations and micro- and submicron scale features. The untreated cellulose forms a coarse layered structure with limited fibrillation, while the ultrasound-treated samples exhibit a more developed fibrous network, indicating improved dispersion and partial fibrillation of the filler. These observations suggest that cellulose functions as an effective hardening phase in the TPS matrix. Fourier Transform infrared analysis (FTIR) confirmed intermolecular interactions between starch and cellulose. Changes in the O–H stretching region and C–O/C–O–C bands indicate the formation of hydrogen

bonds and improved interfacial compatibility. The introduction of pretreated ultrasound cellulose enhances these interactions, resulting in a more integrated composite structure. The combination of SEM and IR analysis results makes it possible to understand how processing methods, such as ultrasound treatment, affect filler dispersion, adhesion, and overall morphology. These structural changes at the micro and submicron levels contribute to the creation of a more interconnected structure in the composite material. Overall, the results show that ultrasound treatment significantly enhances the structural role of cellulose in TPS, improving both morphology and intermolecular interactions. As a result, the developed starch–cellulose biocomposites demonstrate great potential for use in biodegradable packaging and other environmentally friendly applications.

Keywords: ultrasound treatment, cellulose, starch, SEM, FTIR

For citations: Yegissinova A.M., Nurlybayeva A.N., Taubayeva R.S., Seitkan A.S., Matniyazova G.K. Effect of ultrasound-treated cellulose filler on the morphology and intermolecular interactions of TPS matrix. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. — P. 118-130. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.367>

© Егиссинова А.М.^{1*}, Нурлыбаева А.Н.¹, Таубаева Р.С.¹, Сейткан А.С.²,
Матниязова Г.К.³, 2026.

¹М.Х. Дулати атындағы Тараз университеті, Тараз, Қазақстан;

²Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті, Астана, Қазақстан;

³Астана халықаралық университеті, Астана, Қазақстан.
E-mail: aiazhan.iegiesinova@mail.ru

УЛЬТРАДЫБЫСТЫҚ ӨНДЕЛГЕН ЦЕЛЛЮЛОЗА ТОЛТЫРҒЫШЫНЫҢ ТПК МАТРИЦАСЫНЫҢ МОРФОЛОГИЯСЫ МЕН МОЛЕКУЛААРАЛЫҚ ӨЗАРА ӘРЕКЕТТЕСУІНЕ ӘСЕРІ

Егиссинова Аяжан — докторант, «Химия и химическая технология» кафедрасы, М.Х. Дулати атындағы Тараз университеті, Тараз, Қазақстан,

E-mail: aiazhan.iegiesinova@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7067-2468>;

Нурлыбаева Айша — PhD, қауымдастырылған профессор, М.Х. Дулати атындағы Тараз университетінің «Химия және химиялық технология» кафедрасы, Тараз, Қазақстан,

E-mail: rustem_ergali@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9904-9979>;

Таубаева Раушан — PhD, қауымдастырылған профессор, М.Х. Дулати атындағы Тараз университетінің «Химия және химиялық технология» кафедрасы, Тараз, Қазақстан,

E-mail: raushan.taubaeva@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9772-2496>;

Сейткан Айнур — техника ғылымдарының кандидаты, Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті, Астана, Қазақстан,

E-mail: seitkan_as@enu.kz, <https://orcid.org/0000-0001-9309-500X>;

Матниязова Гүлсім — PhD, қауымдастырылған профессор, Астана халықаралық университеті, Астана, Қазақстан,

E-mail: gulsim.matniyazova@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6820-5219>.

Аннотация. Бұл жұмыс целлюлоза толтырғышының, соның ішінде ультрадыбыстық өңделген целлюлозаның термопластикалық крахмал матрицасындағы

(ТПК) морфологиясы мен молекулааралық өзара әрекеттесуіне әсері зерттелді. SEM талдауы негізінде, таза ТПК салыстырмалы түрде тегіс бетке ие екенін көрсетті, Ал ТПК /целлюлоза композиттерінде целлюлозаның көрінетін фибриллярлық құрылымдары, талшықтардың микро және субмикрондық масштабтағы гетерогенді морфологиясы бар екені анықталды. Өңделмеген сынамада өзіне тән талшықсыз құрылым сақталды, ал өңделген үлгілерде целлюлоза толтырғышының дисперсиясы мен ішінара фибрилляциясының жақсарғанын көрсететін жақсартылған талшықты тор пайда болды. Бұл морфологиялық өзгерістер целлюлозаның ТПК матрицасында тиімді орналасу фазасы ретінде әрекет еткенін көрсетеді. FTIR талдауы крахмал мен целлюлозаның өзара әрекеттесуін -ОН созылу аймағындағы және C—O/C—O—C толқын жолақтарындағы өзгерістер арқылы растады, бұл сутектік байланысуды және фазааралық үйлесімділіктің жақсы екенін көрсетеді. Целлюлоза толтырғышы ТПК матрицасына енгізіліп қана қоймайды, сонымен қатар ультрадыбыспен алдын ала өзгертіледі, содан кейін микро және субмикрондық масштабтағы құрылымдық өзгерістерді ИК спектрін талдаумен бірге бағаланды. Бұл тәсіл толтырғышты өңдеу режимдерін сутектік байланыстарының сипатымен, композиттің морфологиясымен және фазааралық үйлесімділікпен тікелей байланыстыруға мүмкіндік береді, бұл крахмал-целлюлоза биокompозиттеріндегі құрылымның пайда болу механизмдері туралы түсініктерді кеңейтеді. Тұтастай алғанда, зерттеу нәтижелері ультрадыбыстық өңдеудің целлюлозаның ТПК матрицасында орналасудағы құрылымдық рөлін күшейтетінін және өзара байланысты композициялық морфологияның қалыптасуына ықпал ететінін көрсетеді. Бұл зерттеулер болашақта биологиялық ыдырайтын қаптамаға және басқа да экологиялық таза қаптамаларда қолдану үшін перспективті болып келеді.

Түйін сөздер: ультрадыбыстық өңдеу, целлюлоза, крахмал, SEM, FTIR

© Егисина А.М.^{1*}, Нурлыбаева А.Н.¹, Таубаева Р.С.¹, Сейткан А.С.²,
Матниязова Г.К.³, 2026.

¹Таразский университет имени М.Х. Дулати, Тараз, Казахстан;

²Евразийский национальный университет им. Л.Н. Гумилёва, Астана, Казахстан;

³Международный университет Астана, Астана, Казахстан.

E-mail: aiazhan.iegiesinova@mail.ru

ВЛИЯНИЕ ОБРАБОТАННОГО УЛЬТРАЗВУКОМ ЦЕЛЛЮЛОЗНОГО НАПОЛНИТЕЛЯ НА МОРФОЛОГИЮ И МЕЖМОЛЕКУЛЯРНЫЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ В МАТРИЦЕ ТПК

Егисина Аяжан — докторант, кафедра «Химия и химическая технология», Таразский университет имени М.Х. Дулати, Тараз, Казахстан,

E-mail: aiazhan.iegiesinova@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7067-2468>;

Нурлыбаева Айша — PhD, ассоциированный профессор кафедры «Химия и химическая технология», Таразский университет имени М.Х. Дулати, Тараз, Казахстан,

E-mail: rustem_ergali@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9904-9979>;

Таубаева Раушан — PhD, ассоциированный профессор, Таразский университет имени М.Х. Дулати, Тараз, Казахстан,

E-mail: raushan.taubaeva@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9772-2496>;

Сейткан Айнур — кандидат технических наук, Евразийский национальный университет имени Л.Н. Гумилёва, Астана, Казахстан,

E-mail: seitkan_as@enu.kz, <https://orcid.org/0000-0001-9309-500X>;

Матниязова Гюльсим — PhD, ассоциированный профессор, Международный университет Астана, Астана, Казахстан,

E-mail: gulsim.matniyazova@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6820-5219>.

Аннотация: В работе исследовано влияние целлюлозного наполнителя, включая целлюлозу, подвергнутую ультразвуковой обработке, на морфологию и межмолекулярные взаимодействия в матрице термопластичного крахмала (ТПК). Результаты СЭМ-анализа показали, что чистый ТПК характеризуется относительно гладкой и компактной поверхностью, тогда как композиты ТПК–целлюлоза обладают более шероховатой и неоднородной морфологией с выраженными фибриллярными структурами микро- и субмикронного масштаба. Необработанная целлюлоза сохраняла крупную слоистую структуру с ограниченной фибриллизацией, тогда как ультразвуковая обработка способствовала формированию более развитой волокнистой сети, что свидетельствует об улучшении дисперсности наполнителя и его частичной фибриллизации. Полученные морфологические изменения указывают на эффективное армирующее действие целлюлозы в матрице ТПК. ИК-спектроскопический анализ подтвердил наличие взаимодействия между крахмалом и целлюлозой, проявляющегося изменением полос поглощения в области валентных колебаний О–Н и С–О/С–О–С, что свидетельствует о формировании водородных связей и повышении межфазной совместимости компонентов. Научная новизна работы заключается в использовании предварительной ультразвуковой модификации целлюлозного наполнителя с последующей комплексной оценкой структурных изменений на микро- и субмикронном уровнях в сочетании с анализом ИК-спектров. Такой подход позволил установить взаимосвязь между режимами обработки наполнителя, характером межмолекулярных взаимодействий и морфологией композита. В целом результаты исследования показывают, что ультразвуковая обработка усиливает структурообразующую роль целлюлозы в матрице термопластичного крахмала и способствует формированию более однородной и взаимосвязанной структуры биокompозита. Полученные материалы представляют интерес для создания биоразлагаемой упаковки и других экологически безопасных изделий.

Ключевые слова: термопластичный крахмал, целлюлоза, ультразвуковая обработка, биокompозиты, СЭМ-анализ, ИК-спектроскопия, межфазная совместимость, биоразлагаемые материалы

Introduction. With the continuous growth of the world's population, energy demand and demand for traditional household materials are also increasing. These materials are often sourced from non-renewable resources, which entails a significant carbon footprint throughout the life cycle. This trend poses global environmental risks due to the release of pollutants during combustion and the accumulation of microplastics in ecosystems. In addition to pollution, an increase in the concentration of greenhouse

atmosphere leads to a climate crisis, manifested in an increase in the global average temperature, a change in precipitation patterns and an increase in extreme weather events. One of the first approaches to solving the problems was to reduce dependence on non-renewable raw materials. This led to a breakthrough in the field of biopolymers, in other words, the use of renewable resources expanded its diversity by dividing it by the properties of decomposition in biological conditions, the method of production and origin. Classification by origin divides them into biobased and non-biobased. However, despite bio-occurrences, polymers such as Bio-PET, PE, PTT, PIT do not decompose in biological conditions and are capable of accumulating microplastics as well as synthetic polymers. On the contrary, biopolymers may be petroleum-based in origin but be capable of biodegradation, or may contain both types of raw materials.

These differences require separate sorting to maintain the efficiency and quality of recycling. Consequently, modern research focuses not only on developing an environmentally friendly composition but also on controlling the subsequent life cycle of biomaterials. For the production of bio-based polymers, raw materials of natural origin are used, such as edible sugars, starch, chitosan, and lactic acid. However, their targeted cultivation is expensive, especially for edible raw materials such as rice, corn, and potatoes. However, waste with a similar composition can reduce costs. Lignocellulosic biomass from agro-industrial and forest waste and even food waste (bread, pasta) can be substituted in the form of cheap raw materials (Mujtaba et al., 2023). In these circumstances, the transition to sustainable agriculture, which focuses on the rational use of resources, waste reduction, and the protection of ecosystem services, is particularly important. A distinctive feature of biogenic synthesis is the ability to select plant raw materials and process parameters to obtain nanomaterials with specific properties. Agricultural residues vary in lignin, cellulose, hemicellulose, polyphenols, organic acids, and other compounds, which affects their reducing ability, sorption properties, and role in stabilizing nanoparticles. Understanding how the size, morphology, chemical composition, and biocorona of nanoparticles affect their toxicity and bioavailability remains limited. Taken together, these factors create a scientific and practical contradiction: on the one hand, using agricultural waste for the "green" synthesis of nanomaterials has significant potential to solve urgent agroecological problems; on the other hand, existing knowledge about the properties, behavior, and safety of such materials remains fragmentary.

This necessitates comprehensive research aimed at analyzing the potential of agricultural waste as a raw material for nanomaterial production, systematizing existing approaches to their synthesis and application, and identifying key limitations and prospects for further development of this area. Therefore, technologies are required that simultaneously increase agricultural productivity and reduce its resource and environmental burden. Second, in many agricultural regions of the world, the problem of recycling plant residues and other types of agrobiomass persists, leading to additional greenhouse gas emissions and air and soil pollution during their combustion or uncontrolled decomposition. Transforming these wastes into highly functional materials not only reduces the negative impact on the environment but also creates new value chains in rural areas (Barik et al., 2026).

Literary review

Starch is a widely known polysaccharide of natural origin, consisting of amylose and amylopectin. It has hydrophilic properties due to the presence of OH groups and decomposes completely in the natural environment. In addition, it can be extracted both from primary resources such as rice, potatoes, corn, and from secondary resources in the form of plant waste. Despite its significant potential for application, native starch has disadvantages in mechanical strength and water resistance. As a result, the films are brittle and prone to swelling upon contact with water due to their hydrophilic nature, which limits their performance, especially when used as packaging films where condensation occurs during temperature changes. These shortcomings can be eliminated through modern modification methods. For example, ultrasonic treatment enables the creation of thinner, denser structures with reduced vapor permeability.; Crosslinking with citric acid significantly increases thermal stability at 164°C, transparency and hydrophobicity of the surface (Pooja et al. 2024). Due to this, starch finds application in various fields. One of the breakthroughs in modern science is the use of starch in the form of a coating as an indicator of external signals (pH, temperature, water, and enzymes) to control the release of fertilizers (Azeem, 2025). Starch-based materials are considered safe and non-toxic for food contact. It is for this reason that it is used as food packaging material for fruits, vegetables, snacks, and dry foods. Depending on the purpose of modification and functionalization, various materials can be obtained. For example, by filling the starch matrix with antimicrobial agents and essential oils, active packages can be obtained that can inhibit the growth of fungi and bacteria. To reduce gas permeability, nanoclay or titanium dioxide fillers are incorporated, and the resulting mixtures are also mixed with various biopolymers such as chitosan and/or PVA to obtain stronger films (Onyeaka et al., 2022). In addition, the ability to control biodegradation and biocompatibility expands starch applications in biomedicine and pharmacy, including wound-healing dressings, drug-delivery systems, and skeletons for bone and cartilage regeneration (Sobeih et al., 2025).

Common reed (*Phragmites australis*) is a promising source of lignocellulosic biomass for the production of high-strength fibers, packaging materials, and modern biocomposites. It consists of 35-45% cellulose and 18-25% lignin. In Kazakhstan, reed reserves are mainly concentrated in the southern part and distributed in deltas and along floodplains of large rivers, as well as on the shores of lakes located along the Syrdarya, Shu, Or Ili rivers, and the shores of Lake Balkhash. In the Syrdarya delta alone, its volume reaches 1.24 million tons on 58,935 hectares. Biomass is promising due to its high cellulose content, and its utilization is now limited not only to the paper industry but also to the production of innovative polymers, biofuels, and high-strength fibers. Despite its high potential, biomass in Kazakhstan is mainly used for animal husbandry as livestock feed.

Regarding chemical properties, the presence of hydroxyl groups (-OH) in cellulose allows it to interact with starch molecules, forming hydrogen bonds. High compatibility inhibits the mobility of starch chains, thereby increasing the rigidity and strength of the composite. Despite this, composites face several difficulties, including uneven

dispersion, poor interfacial adhesion, and hydrophilicity, which hinder blending with hydrophobic polymers (Baibagyssov et al., 2020; Baibagyssov et al., 2025). To eliminate these disadvantages, modern research suggests various methods of physical and chemical modification: chemical modification of the cellulose surface is carried out by: - alkaline treatment to remove lignin/ hemicellulose and improve mechanical adhesion; - silanization by introducing hydrophobic groups, reducing hydrophilicity and improving adhesion; - esterification of nanocellulose fibers to increase the interfacial compatibility of composite films with hydrophobic polymers.

The use of compatibilizers and plasticizers. For example, maleic anhydride as a compatibilizer improves the dispersion of fibers in a polymer matrix (García-Castellanos et al., 2025). In the case of plasticizers, increasing their concentration to 40% by weight of starch also enabled more uniform dispersion of CNCs (cellulose nanocrystals) in the TPS polymer matrix (Csiszar et al., 2021).

Mechanical processing. According to the results of a study by Kong et al. (2023), ball milling of NFC (nanofibrillated cellulose) leads to improved adhesion between the matrix and the filler. In addition, it is worth noting that a more uniform distribution of cellulose can be achieved with a suspension than with a dry one. In this case, there are known methods for converting cellulose into a more homogeneous structure. For example, in the TEMPO-oxidation method, replacing hydroxyl groups on the cellulose surface with negatively charged carboxyl groups prevents the formation of agglomerates, ensuring the uniformity of the suspension. Acid hydrolysis (e.g., H_3PO_4) also helps to reduce particle size and improve compatibility with the matrix. Moreover, not only chemical but also physical effects, such as ultrasonic homogenization, make it possible to effectively disperse cellulose by breaking the hydrogen bonds between the fibers. Ultrasonic homogenization is a method that uses sound waves to induce acoustic cavitation in a liquid medium. Important process parameters include the amplitude, power, and duration of ultrasonic exposure, which directly affect the degree of dispersion, particle morphology, and the material's final properties. However, excessive ultrasonic treatment can degrade the structure, reducing the material's overall crystallinity and thermal stability. Based on this, when working with thermosensitive matrices, to avoid thermal destruction, it is necessary to maintain a low temperature using an ice bath (Hafid et al., 2023; Raeisi et al., 2025). This article is aimed at investigating the effect of reinforcing thermoplastic starch with modified cellulose from common reed.

Materials and methods. Materials: Lignocellulose biomass from common reed (*Phragmites australis*) was collected near the Talas River, Zhambyl region. Chemical reagents sodium hydroxide (NaOH) purity $\geq 98.3\%$ (JSC "Base No. 1 of Chemical Reagents"), hydrogen peroxide (H_2O_2) 50% of PJSC "Khimprom", glycerol purity $\geq 99.5\%$, citric acid $\geq 99.9\%$, concentrated sulfuric acid (H_2SO_4) from which the solution was further prepared, were used for extraction with $1\% \text{H}_2\text{SO}_4$.

Methods.

1. *Cellulose extraction* was carried out according to the method with minor modifications by Başaran Kankılıç and Metin (2020). The collected biomass was washed with distilled water and dried in an oven at 65°C for 48 hours. Next, the dried

biomass was crushed with a blender and sieved through a sieve with a mesh size of 0.45 mm. The process of lignin removal (delignification) includes alkaline treatment and bleaching. For the first time, a 2-hour alkaline cooking of biomass was carried out in a 5% NaOH solution at 70°C. To bleach the pulp, a 4% NaOH and 7% H₂O₂ solution mixture was used at a 1:1 ratio, and the biomass was also boiled for 2 hours at 60°C. Each step is repeated 3 times and requires constant rinsing with distilled water between repetitions. Further processing was carried out according to the method of Asem et al. (2023), with minor modifications. First, 1 hour of mild acid hydrolysis was performed in 1% H₂SO₄ at 80°C, and the sample was then rinsed with distilled water 10 times. The resulting pulp was subjected to ultrasonic homogenization for 2 hours. An ice bath was used to maintain the temperature regime and prevent the loss of fiber properties. After that, the processed samples were stored in a refrigerator at 4°C. The pulp yield was calculated gravimetrically using the following formula (Başaran Kankılıç, G., & Metin, A. Ü., 2020):

$$\text{Cellulose efficiency (\%)} = \frac{\text{Weight of extracted dried cellulose}}{\text{Weight of untreated biomass used for extraction}} \cdot 100\%$$

2. Film preparation. Extraction of native starch from corn kernels using ultrasonic exposure was carried out as described by Liu et al. (2021). To identify differences between films made of pure TPS and TPS reinforced with cellulose, 2 samples were prepared. Citric acid was used instead of the co-plasticizer. The films were formed by casting using an Elcometer 3580 (casting knife). The ratio of starch and plasticizers for film (Table 1) formation was based on our previous study with minor changes (Yegissinova et al., 2025).

Table 1 — Ratio of components for biofilm preparation

The ratio of components	
TPS biofilm	TPS-cellulose biofilm
15 g Corn starch	15 g Corn starch
125 ml Demineralized water	100 ml Demineralized water
15 g Glycerol	15 g Glycerol
15 ml Citric acid 6%	15 ml Citric acid 6%
	25 g Suspension of cellulose 0,5%



Figure 1 — Preparation process of TPS-cellulose biofilm from *Phragmites australis* biomass.

Results and discussions.

FTIR analysis

IR spectroscopy was used to study the molecular structure of TPS and evaluate the effect of an ultrasound-treated cellulose filler on intermolecular interactions in a composite system. The initial substances of the biocomposite were also studied: starch and suspension of fibrillated cellulose.

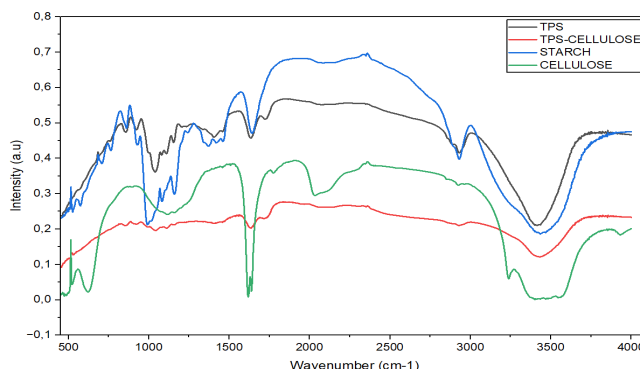
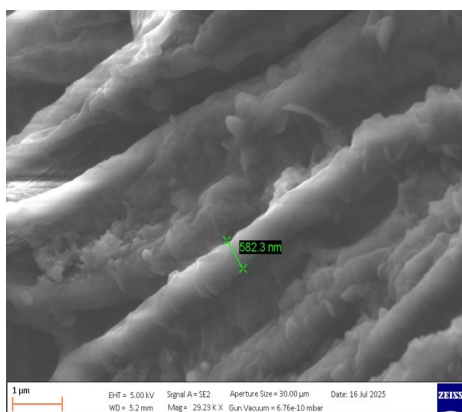


Figure 2 — FTIR spectra: 1 – thermoplastic starch (TPS); 2 – thermoplastic starch with cellulose filler (TPS-Cellulose); 3 – native corn starch (Starch); 4 – cellulose (suspension).

The spectrum of native starch is characterized by a wide absorption band in the range of 3200-3600 cm^{-1} , corresponding to O-H stretching fluctuations associated with hydroxyl groups and extensive intermolecular hydrogen bonds. The absorption peak near 2920 cm^{-1} is explained by the stretching fluctuations of the C-H aliphatic groups. Characteristic starch bands are observed in the fingerprint region between 1200 and 900 cm^{-1} , which corresponds to the stretching fluctuations of C-O, C-O-C and C-C glucopyranose units. The cellulose spectrum showed a similar wide band of O-H elongation of about 3330-3400 cm^{-1} , which reflects the structure of cellulose fibers with a high degree of hydrogen bonds. The band of about 2890 cm^{-1} corresponds to the C-H elongation fluctuations, while the absorption bands in the range of 1430-1160 cm^{-1} are associated with the bending of CH_3 and the asymmetric C-O-C elongation fluctuations characteristic of cellulose. Strong peaks in the range of 1050-1030 cm^{-1} are attributed to the stretching of the C-O polysaccharide chains of cellulose. After plasticization, the TPS spectrum retained its characteristic polysaccharide bands but showed noticeable changes in intensity. The O-H absorption band broadened and shifted slightly, indicating degradation of the native starch crystal structure and the formation of new hydrogen bonds between starch chains and the plasticizer. In addition, decreased intensities of several peaks in the fingerprint region indicate partial destruction of the starch structure during heat treatment. The spectrum of the TPS-Cellulose composite combines the characteristic absorption bands for both TPS and cellulose without the appearance of new absorption peaks. This observation indicates that no new covalent bonds were formed during the preparation of the composite. However, significant changes were observed in the intensity and shape of the O-H stretching region (3200-3600 cm^{-1}) compared

with TPS without filler, which indicates an increase in intermolecular hydrogen bonds between the hydroxyl groups of starch and cellulose. A slight shift of the O–H band towards lower wavenumbers further supports stronger hydrogen-bond interactions in the composite matrix. In addition, the increased intensity of the absorption bands in the region of $1000\text{--}1150\text{ cm}^{-1}$ confirms the contribution of cellulose to the composite structure. These bands are associated with C–O–C and C–O–O tension fluctuations and indicate the successful incorporation of cellulose fibers into the TPS matrix.

SEM analysis



Figures 3 —TPS-hemp composite (without ultrasound and chemical treatment) (Yegissinova et al., 2025)

Figures 4 and 5, without filler, show a smoother, more solid, and more homogeneous surface, with fewer pronounced fiber elements. Images of cellulose-filled TPS samples show elongated fibrils, bridges, and fibrous inclusions, indicating more pronounced phase heterogeneity and the presence of a reinforcing cellulose mesh within the starch matrix. Samples show a denser, sometimes layered surface morphology and indicate the absence of a reinforcing fibrous phase. The structure remains compact, with relief, folds, and rare small defects; this confirms the relatively homogeneous matrix.

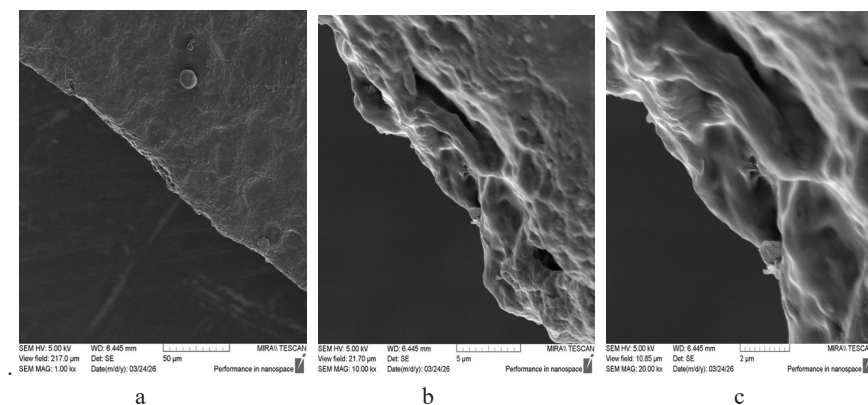


Figure 4 — SEM image of the surface (edge part) of thermoplastic starch without cellulose at magnification: a -1000; b -10,000; c -20,000

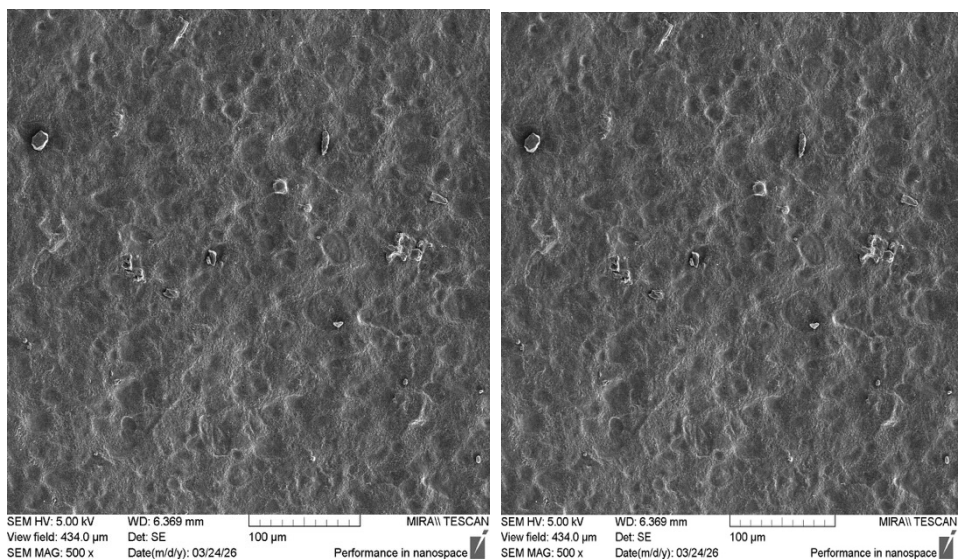


Figure 5 — SEM micrograph of the surface morphology of cellulose-free thermoplastic starch (TPS).

In Figure 6, in the TPS-cellulose biocomposite, thin and thicker fibrous elements appear, sometimes elongated relative to the matrix; this indicates good visibility of the cellulose phase and partial preservation of its fibrous nature. The surface here is not smooth: the cellulose protrudes from the starch matrix, stretches in places, and forms bridges. This indicates that the filler has not completely dissolved but has retained its fibrous nature and remains involved in reinforcing the material. $D_1 = 3.54 \mu\text{m}$ is a larger fibrous element, probably a cellulose bundle or a thickened fibril. $D_1 = 0.37 \mu\text{m}$, $D_2 = 0.33 \mu\text{m}$; $D_1 = 0.36 \mu\text{m}$, $D_2 = 0.32 \mu\text{m}$ are thinner fibrillar areas, indicating partial fibrillation of the filler after ultrasound treatment.

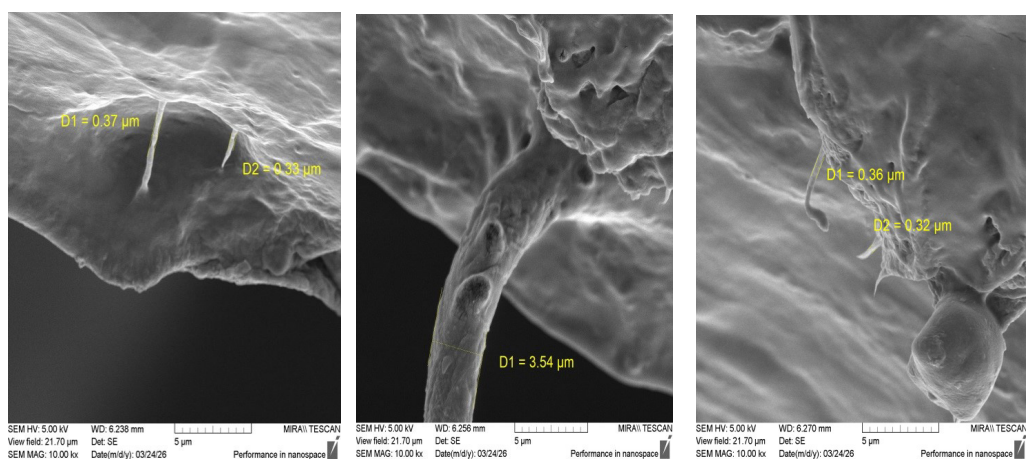


Figure 6 — SEM images of micro- and nanofibrillated cellulose structures in thermoplastic starch-cellulose composite (edge part)

In comparison with our previous researches paper result (Figure 3), where the effect on cellulose was only physical, using ball milling, larger fibers are observed than in this study, confirming the effective effect of ultrasound treatment on fibrillation. Also, visually, the chemically treated films, namely those that have undergone delignification and bleaching, differ significantly in uniformity compared with the previous study.

Conclusion. The results obtained confirm that the introduction of a cellulose filler significantly alters the structure and interfacial characteristics of thermoplastic starch (TPS). SEM analysis showed that pure TPS has a relatively smooth and compact morphology, while cellulose-containing samples have a rougher, heterogeneous, and fibrillar surface with visible fiber protrusions, bridges, and micro- and submicron-sized cellulose fragments. The untreated material retained a coarse-layered structure with limited fibrousness, while the processed samples showed a more developed fibrous network, indicating improved dispersion and structural modification of the filler. The morphology of TPS/cellulose composites suggests that ultrasound treatment and delignification contributed to partial cellulose fibrillation and increased its availability within the starch matrix. The presence of fibers of different sizes reflects a heterogeneous but effective reinforcement structure in which both larger bundles and smaller fibrils contribute to the composite architecture. This morphological change indicates that cellulose acted as an active reinforcement phase rather than a passive additive. IR analysis also confirmed the presence of intermolecular interactions between starch and cellulose. Changes in the O–H stretching region and in the C–O/C–O–C oscillation ranges indicate the development of hydrogen bonds and improved interfacial compatibility between the two biopolymer components. Spectral differences between TPS, starch, cellulose, and TPS-cellulose confirm that the composite is not a simple physical mixture but a system with a modified chemical environment and enhanced phase interactions. Overall, the study demonstrates that cellulose filler, especially after ultrasonic treatment, increases the morphological complexity and interphase organization of TPS. These structural changes are expected to increase the effectiveness of filler reinforcement and make the composite more suitable for further development as a biodegradable material for packaging and related applications.

References

- Mujtaba M., Fernandes Fraceto L., Fazeli M., Mukherjee S., Savassa S. M., Araujo de Medeiros G., do Espírito Santo Pereira A., Mancini S. D., Lipponen J., & Vilaplana F. (2023) Lignocellulosic biomass from agricultural waste to the circular economy: a review with focus on biofuels, biocomposites and bioplastics. *Journal of Cleaner Production*. — P. 402, 136815. https://cris.vtt.fi/ws/portalfiles/portal/82214551/1_s2.0_S0959652623009733_main.pdf (in Eng.).
- Barik B., Acharya B., & Afshari M. (2026) Agricultural Waste–Derived Nanotechnology for Sustainable Agri-Environmental Solutions. In *Journal of Nanotechnology* (Vol. 2026, Issue 1). John Wiley and Sons Ltd. <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1155/jnt/8812105> (in Eng.).
- Pooja N., Shashank S., Singh B. N., & Mazumder N. (2024) Advancing sustainable bioplastics: chemical and physical modification of starch films for enhanced thermal and barrier properties. *RSC Advances*, 14(33). — P. 23943–23951. <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2024/ra/d4ra04263h> (in Eng.).
- Azeem B. (2025) Stimuli-Responsive Starch-Based Biopolymer Coatings for Smart and Sustainable Fertilizers. *Gels* 2025, Vol. 11, Page 681, 11(9). — P. 681. <https://www.mdpi.com/2310-2861/11/9/681> (in Eng.).

Onyeaka H., Obileke K., Makaka G., & Nwokolo N. (2022) Current Research and Applications of Starch-Based Biodegradable Films for Food Packaging. *Polymers* 2022, Vol.14(6). — P. 1126. <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/35335456/> (in Eng.).

Sobeih M.O., Sawalha S., Hamed R., Ali F., & Kim M.P. (2025) Starch-Derived Bioplastics: Pioneering Sustainable Solutions for Industrial Use. *Materials* 2025, Vol. 18(8). — P. 1762. <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/40333376/> (in Eng.).

Baibagyssov A., Thevs N., Nurtazin S., Waldhardt R., Beckmann V., & Salmurzauly R. (2020) Biomass Resources of *Phragmites australis* in Kazakhstan: Historical Developments, Utilization, and Prospects. *Resources* 2020, Vol. 9(6). — P. 74. <https://www.landscapealliance.org/knowledge/publication/24039/> (in Eng.).

Baibagyssov A., Magiera A., Thevs N., & Waldhardt R. (2025) Resource Characteristics of Common Reed (*Phragmites australis*) in the Syr Darya Delta, Kazakhstan, by Means of Remote Sensing and Random Forest. *Plants (Basel, Switzerland)*, 14(6). <https://library.kab.ac.ug/Record/doaj-art-9ec2e29438c64e30bff5d5c4f3fab97f> (in Eng.).

García-Castellanos I., Nath D., Krishnan R., Misra M., & Mohanty A.K. (2025) Green Composites from Plasticized Cellulose Acetate and Microcrystalline Cellulose: Effect of Maleated Cellulose Acetate on the Biocomposite Performance. *ACS Sustainable Resource Management*, 2(4), — P. 594–604. <https://doi.org/10.1021/ACSSUSRESMGT.4C00484> (in Eng.).

Csiszár E., Kun D., & Fekete E. (2021) The Role of Structure and Interactions in Thermoplastic Starch–Nanocellulose Composites. *Polymers* 2021, Vol.13(18). — P. 3186. <https://doi.org/10.3390/POLYM13183186> (in Eng.).

Kong Y., Qian S., Zhang Z., & Tian J. (2023) The impact of esterified nanofibrillated cellulose content on the properties of thermoplastic starch/PBAT biocomposite films through ball-milling. *International Journal of Biological Macromolecules*, — P. 253 <https://doi.org/10.1016/J.IJBIOMAC.2023.127462> (in Eng.).

Hafid H.S., Omar F.N., Bahrin E.K., & Wakisaka M. (2023) Extraction and surface modification of cellulose fibers and its reinforcement in starch-based film for packaging composites. *Bioresources and Bioprocessing* 2023 10(1). — P. 7. <https://doi.org/10.1186/S40643-023-00631-W> (in Eng.).

Raeisi A., Ara I., Holt, G., & Bajwa D. (2025) Unveiling the Role of Ultrasonication Variables on Lignin-Containing Cellulose Nanocrystal Dispersion in Poly(ethylene oxide)-Based Suspension and Resulting Morphology and Mechanical Properties. *ACS Omega*, 10(9). — P. 9018–9027. <https://doi.org/10.1021/ACSOMEGA.4C06854> (in Eng.).

Başaran Kankılıç G., & Metin A. Ü. (2020). *Phragmites australis* as a new cellulose source: Extraction, characterization and adsorption of methylene blue. *Journal of Molecular Liquids*. — P. 312. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2020.113313> (in Eng.).

Asem M., Noraini Jimat D., Huda Syazwani Jafri N., Mohd Fazli Wan Nawawi W., Fadhilah Mohamed Azmin N., & Firdaus Abd Wahab M. (2023). Entangled cellulose nanofibers produced from sugarcane bagasse via alkaline treatment, mild acid hydrolysis assisted with ultrasonication. *Journal of King Saud University - Engineering Sciences*, 35(1). — P. 24–31. <https://doi.org/10.1016/J.JKSUES.2021.03.003> (in Eng.).

Liu J., Yu X., & Liu Y. (2021). Effect of ultrasound on mill starch and protein in ultrasound-assisted laboratory-scale corn wet-milling. *Journal of Cereal Science*, 100. — P. 103264. <https://doi.org/10.1016/J.JCS.2021.103264> (in Eng.).

Yegissinova, A., Taubayeva, R., Rakhmetullaeva, R., Seitkan, A., & Satkozhayeva, E. (2025). Physicochemical properties of thermoplastic starch/ hemp biofilm produced by casting method. *Academic Scientific Journal of Chemistry*, 4(465). — P. 41–53. <https://doi.org/10.32014/2025.2518-1491.319> (in Eng.).

©Jumadilov T.K., Khimersen Kh.*, Imangazy A., Olzhabekova G., 2026.

A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences JSC, Almaty, Kazakhstan.

E-mail: huana88@mail.ru

STUDY OF THE SORPTION CAPACITY OF AN INTERPOLYMER SYSTEM BASED ON INDUSTRIAL ION EXCHANGERS KU-2-8 AND AV-17-8 TOWARDS VANADIUM AND MOLYBDENUM IONS

Jumadilov Talkybek — Doctor of Chemical Sciences, Professor; A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences JSC, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: jumadilov@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9505-3719>;

Khimersen Khuangul — PhD, Scientific Researcher; A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences JSC, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: huana88@mail.ru. <https://orcid.org/0000-0002-5138-5997>;

Imangazy Aldan — Scientific Researcher; A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences JSC, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: kazpetrochem@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-7834-1022>;

Olzhabekova Gauhar — Engineer; A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences JSC, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: gauharolzhabek@gmail.com, <https://orcid.org/0009-0000-4730-5248>.

Abstract: This scientific article describes the sorption properties of the KU-2-8:AV-17-8 interpolymer system in a binary solution containing vanadium and molybdenum. The aim of the work is to investigate the sorption properties of interpolymer systems based on the widely used industrial ion-exchange resins KU-2-8 (cation exchanger) and AV-17-8 (anion exchanger) in a complex solution containing vanadium and molybdenum ions. Inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES), Fourier-transform infrared (FTIR) spectroscopy, and thermogravimetric analysis were employed in the study. The research findings indicate that the highest degree of molybdenum sorption was recorded at the KU-2-8:AV-17-8 interpolymer system ratios of 1:5 and 2:4. After 48 hours, the sorption degree at these points reached 48.30% and 45.51%, respectively. The sorption activity in the interpolymer system is significantly higher compared to individual ion exchangers. For vanadium ions, the 2:4 ratio of the KU-2-8:AV-17-8 system demonstrated a high sorption degree (~52% at 48 hours). In cases involving only the cation exchanger (6:0) or only the anion exchanger (0:6), the sorption degree remained low (within the range of 25–38%). The distribution coefficients of the system were $K_d(\text{Mo}) = 1.392 \cdot 10^3$ and $K_d(\text{V}) = 1.826 \cdot 10^3$. The optical density values in the IR spectra of the polymer samples changed after the sorption process.

Since vanadium exists in various ionic forms (VO^{2+} , VO_4^{3-}) depending on the pH of the solution, sorption occurred simultaneously on both the cation and anion exchangers. This proves the importance of the simultaneous effect of two different functional groups (acidic and basic). The study results demonstrated that the use of an interpolymer system composed of KU-2-8:AV-17-8 industrial resins is an effective and promising method for the complex extraction of molybdenum and vanadium ions from aqueous solutions.

Keywords: KU-2-8; AV-17-8; interpolymer system; vanadium; molybdenum; sorption degree

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 (Program No. BR27101179)*

For citations: Jumadilov T.K., Khimersen Kh., Imangazy A., Olzhabekova G. Study of the sorption capacity of an interpolymer system based on industrial ion exchangers KU-2-8 and AV-17-8 towards vanadium and molybdenum ions. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. — P. 131–142. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.368>

©Джумадилов Т.К., Химэрсэн Х.*, Имангазы А., Олжабекова Г., 2026.
«Ө.Б. Бектұров атындағы химия ғылымдары институты» АҚ, Алматы, Қазақстан.
E-mail: huana88@mail.ru

КУ-2-8 ЖӘНЕ АВ-17-8 ӨНДІРІСТІК ИОНИТТЕРІ НЕГІЗІНДЕГІ ИНТЕРПОЛИМЕРЛІ ЖҮЙЕНІҢ ВАНАДИЙ ЖӘНЕ МОЛИБДЕН ИОНДАРЫН СОРБЦИЯЛАУ ҚАБІЛЕТІН ЗЕРТТЕУ

Джумадилов Талқыбек — химия ғылымдарының докторы, профессор, «Ө.Б. Бектұров атындағы химия ғылымдары институты» АҚ, Алматы, Қазақстан,

E-mail: jumadilov@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9505-3719>;

Химэрсэн Хуангул — PhD, ғылыми қызметкер, «Ө.Б. Бектұров атындағы химия ғылымдары институты» АҚ, Алматы, Қазақстан,

E-mail: huana88@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5138-5997>;

Имангазы Алдан — ғылыми қызметкер, «Ө.Б. Бектұров атындағы химия ғылымдары институты» АҚ, Алматы, Қазақстан,

E-mail: kazpetrochem@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-7834-1022>;

Олжабекова Гаухар — инженер, «Ө.Б. Бектұров атындағы химия ғылымдары институты» АҚ, Алматы, Қазақстан,

E-mail: gauharolzhabek@gmail.com, <https://orcid.org/0009-0000-4730-5248>.

Аннотация: Бұл ғылыми мақалада КУ-2-8:АВ-17-8 интерполимерлік жүйесінің ванадий және молибденнен тұратын бинарлы ерітіндідегі сорбциялық қасиеті сипатталған. Жұмыстың мақсаты өндірісте кеңінен қолданылатын КУ-2-8 (катионит) және АВ-17-8 (анионит) ион алмастырғыш шайырлары негізінде құрылған интерполимерлі жүйелердің ванадий мен молибден иондары бар күрделі ерітіндідегі сорбциялық қасиетін зерттеу. Зерттеуге индуктивті байланысқан

плазмалық оптикалық эмиссиялық спектрометрі, Фурье түрлендіру инфрақызыл (FTIR) спектрометрі және термогравиметриялық талдау әдістері қолданылды. Зерттеу нәтижелерінен молибденнің ең жоғары сорбция дәрежесі интерполимерлі жүйенің КУ-2-8:АВ-17-8 1:5 және 2:4 қатынастарында тіркелді. 48 сағаттан кейін бұл нүктелерде сорбция дәрежесі 48.30% және 45.51%-ға жетті. Жеке иониттермен салыстырғанда интерполимерлі жүйеде сорбция белсенділігі айтарлықтай жоғары. Ванадий иондары үшін КУ-2-8:АВ-17-8 интерполимерлі жүйенің 2:4 қатынасы жоғары сорбция дәрежесін (48 сағатта ~52%) көрсетті. Тек ғана катионит (6:0) немесе тек ғана анионит (0:6) жағдайында сорбция дәрежесі төмен (25-38% шамасында). Жүйенің таралу коэффициенттері $K_d(\text{Mo}) = 1.392 \cdot 10^3$ және $K_d(\text{V}) = 1.826 \cdot 10^3$ болды. Сорбциядан кейінгі полимер үлгілерінің ИҚ спектрлерінде оптикалық тығыздық мәндері өзгерген. Ерітіндінің рН мәніне байланысты ванадий әртүрлі иондық формада (VO_2^{2+} , VO_4^{3-}) кездесетіндіктен катионит пен анионитте сорбция қатар жүрген. Бұл екі түрлі функционалды топтың (қышқылдық және негіздік) бір мезгілде әсер етуі маңызды екенін дәлелдейді. Зерттеу нәтижелері КУ-2-8:АВ-17-8 өндірістік шайырлардан құрылған интерполимерлік жүйесін қолдану сулы ерітінділерден молибден және ванадий иондарын кешенді түрде бөліп алудың тиімді әрі перспективалы әдісі екенін көрсетті.

Түйін сөздер: галлий, катионалмастырғыш шайырлар, ПАҚ гидрогелі, леватит CNPLF, КУ-2-8, Amberlite IR120, сорбция дәрежесі

©Джумадилов Т.К., Химэрсэн Х.*, Имангазы А., Олжабекова Г., 2026.

АО «Институт химических наук имени А.Б. Бектурова», Алматы, Казахстан.

E-mail: huana88@mail.ru

ИССЛЕДОВАНИЕ СОРБЦИОННОЙ СПОСОБНОСТИ ИНТЕРПОЛИМЕРНОЙ СИСТЕМЫ НА ОСНОВЕ ПРОМЫШЛЕННЫХ ИОНИТОВ КУ-2-8 И АВ-17-8 ПО ОТНОШЕНИЮ К ИОНАМ ВАНАДИЯ И МОЛИБДЕНА

Джумадилов Талкыбек — доктор химических наук, профессор, АО «Институт химических наук имени А.Б. Бектурова», Алматы, Казахстан,

E-mail: jumadilov@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9505-3719>;

Химэрсэн Хуангул — PhD, научный сотрудник, АО «Институт химических наук имени А.Б. Бектурова», Алматы, Казахстан,

E-mail: huana88@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5138-5997>;

Имангазы Алдан — научный сотрудник, АО «Институт химических наук имени А.Б. Бектурова», Алматы, Казахстан,

E-mail: kazpetrochem@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-7834-1022>;

Олжабекова Гаухар — инженер, АО «Институт химических наук имени А.Б. Бектурова», Алматы, Казахстан,

E-mail: gauharolzhabek@gmail.com, <https://orcid.org/0009-0000-4730-5248>.

Аннотация: В статье представлены результаты исследования сорбционных свойств интерполимерной системы КУ-2-8:АВ-17-8 в бинарном растворе, содержащем ионы ванадия и молибдена. Целью работы является изучение

эффективности интерполимерных систем, созданных на основе широко применяемых в промышленности ионообменных смол КУ-2-8 (катионит) и АВ-17-8 (анионит), при извлечении ионов ванадия и молибдена из сложных водных растворов. В работе использованы методы оптико-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой, ИК-спектроскопии с преобразованием Фурье (FTIR) и термогравиметрического анализа. Установлено, что максимальная степень сорбции молибдена достигается при соотношениях компонентов интерполимерной системы КУ-2-8:АВ-17-8, равных 1:5 и 2:4. Через 48 часов степень сорбции составила 48,30 % и 45,51 % соответственно. Сорбционная активность интерполимерной системы оказалась значительно выше по сравнению с индивидуальными ионитами. Для ионов ванадия наиболее эффективным оказалось соотношение КУ-2-8:АВ-17-8 = 2:4, при котором степень сорбции через 48 часов достигала около 52 %. При использовании только катионита (6:0) или только анионита (0:6) степень сорбции оставалась существенно ниже и составляла 25–38 %. Коэффициенты распределения составили $K_d(\text{Mo}) = 1,392 \times 10^3$ и $K_d(\text{V}) = 1,826 \times 10^3$. Анализ ИК-спектров полимеров после сорбции показал изменение значений оптической плотности, что свидетельствует о взаимодействии функциональных групп сорбентов с извлекаемыми ионами. Поскольку ванадий в зависимости от pH среды может существовать в различных ионных формах (VO_2^+ , VO_4^{3-}), процесс сорбции протекает одновременно на катионите и анионите. Это подтверждает важную роль совместного действия кислотных и основных функциональных групп. Полученные результаты свидетельствуют о том, что интерполимерная система на основе промышленных смол КУ-2-8 и АВ-17-8 является эффективным и перспективным сорбционным материалом для комплексного извлечения ионов молибдена и ванадия из водных растворов.

Ключевые слова: КУ-2-8, АВ-17-8, интерполимерная система, ионы ванадия, ионы молибдена, сорбция, степень сорбции, коэффициент распределения

Кіріспе. Қазіргі таңда молибден (Mo), ванадий (V) элементтері энергетика, аэроғарыш техникасы, материалтану және химия өнеркәсібінің тұрақты дамуын қамтамасыз ететін стратегиялық маңызды металдар (de Paz Carmona et al., 2024). Молибден мұнай өңдеу процестеріндегі катализаторлардың ажырамас құрамдас бөлігі ретінде танылса, ванадий энергияны сақтау жүйелеріндегі ерекше рөліне байланысты «энергетикалық металдар» қатарына жатады (Yarui et al., 2023). Алайда, аталған металдарға деген жаһандық сұраныстың қарқынды өсуі олардың табиғи қорларының азаюына және тапшылық мәселесінің туындауына әкеліп соқты. Осыған байланысты, ресурс қауіпсіздігін қамтамасыз ету мақсатында молибден, ванадий сияқты металдарды бастапқы шикізаттан ғана емес, сонымен қатар қайталама ресурстардан алу мен бөлудің тиімді технологияларын жасау өзекті мәселеге айналып отыр (Henckens et al., 2018; Elshkaki et al., 2017).

Әдеби шолу. Ванадий (IV) мен молибденді (VI) сулы ерітінділерден бөлу процесі олардың кең pH диапазонында әртүрлі химиялық формаларда тұрақты болуына байланысты айтарлықтай қиындықтар тудырады. Осы мәселені шешу

мақсатында зерттеушілер тұндыру, белсендірілген көмірмен адсорбциялау, еріткіш экстракциясы және ион алмасу сияқты әртүрлі әдістерді ұсынды (Kim et al., 2015; Fu et al., 2018; Nguyen et al., 2015; Liu et al., 2020; Yang et al., 2020; Wang et al., 2019). Ион алмасу әдісі ванадий мен молибденнің экологиялық таза және пайдалануға оңай екінші реттік ресурстарды қалпына келтіру әдістерінің бірі. Бұл элементтер сулы ортада анион түрінде болатындықтан, оларды бөліп алу және қалпына келтіру үшін анион алмастырғыш шайырлар қолданылады (Ismailova et al., 2025; An et al., 2017; Wang et al., 2024; MacKeown et al., 2021). Дегенмен, қолданыстағы ион алмасу әдістерінің бірқатар кемшіліктері бар: десорбция процесінің күрделілігі, сорбциялық сыйымдылықтың төмендігі және т.б. Сондықтан, иондарды сұрыптап бөлу мүмкіндігі жоғары, десорбция мен регенерация тиімділігі жақсартылған жаңа шайырларды синтездеу заманауи бөлу технологияларының басым бағыты болып табылады (Guo et al., 2021).

Соңғы жылдары сулы ортадан сирек жер металдары және бағалы металдарды селективті бөліп алу мақсатында өзара активтенген ион алмастырғыштар мен интерполимерлі жүйелерге бірқатар зерттеулер жүргізілді (Jumadilov et al., 2024; Dyussebayeva et al., 2025). Функционалды полимерлердің өзара активтенуі полимер тізбектерінің иондану дәрежесі мен конформациясын өзгертіп, металл иондарымен донорлы-акцепторлы байланыс түзуге қабілетті жаңа адсорбциялық орталықтардың қалыптасуына жағдай жасайды. Бұл үдеріс полимерлі жүйенің сорбциялық сыйымдылығын және таңдамалылығын арттыруға мүмкіндік береді (Jumadilov et al., 2024a; Dyussebayeva et al., 2025; Jumadilov et al., 2024b). Осыған орай, бұл зерттеудің мақсаты – өндірісте кеңінен қолданылатын КУ-2-8 (катионит) және АВ-17-8 (анионит) ион алмастырғыш шайырлары негізінде құрылған интерполимерлі жүйелердің ванадий мен молибден иондары бар күрделі ерітіндідегі сорбциялық қасиетін зерттеу.

Зерттеу материалдары мен әдістері. Зерттеуге КУ-2-8 (Новохим, Харьков, Украина) күшті катион алмастырғыш және АВ-17-8 (Азот, Черкассы, Украина) күшті анион алмастырғыш шайырлары қолданылды. Мо және V бар модельді ерітінді Na_2MoO_4 (Sigma-Aldrich) және NaVO_4 (Sigma-Aldrich) тұздарын дистилденген суда еріту арқылы дайындалды. Ерітіндідегі Мо және V концентрациясы 5 мг/л.

Жабдықтар. Молибден және ванадий иондарының концентрациясы индуктивті байланысқан плазмалық оптикалық эмиссиялық спектрометрде (ICP-OES, iCAP PRO XP, Thermo Fisher Scientific) анықталды. Фурье түрлендіру инфрақызыл (FTIR) спектроскопиясы (Nicolet 5700, ThermoFisher Scientific, Мэдисон, АҚШ) функционалдық топтардағы өзгерістерді зерттеу үшін пайдаланылды, үлгілердің $500\text{--}4000\text{ см}^{-1}$ диапазонындағы спектрлері алынды. ТГ/ДСК талдауы TG 209 F3 (NETZSCH, Германия) құралында жүргізілді.

Сорбция параметрлері. Полимерлердің сорбция дәрежесі келесі теңдеумен есептелді:

$$\eta = \frac{c_0 - c_e}{c_0} * 100\%, \quad (1)$$

мұндағы C_0 және C_e (мг/л) ерітіндідегі металл иондарының бастапқы және тепе-теңдік концентрациялары, мг/л.

Металл иондарының ерітіндімен ионалмастырғыш шайыр арасында таралу коэффициенті (K_d) мына теңдеумен есептелді:

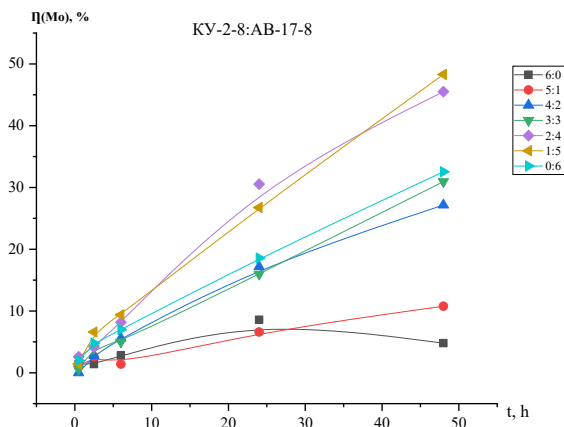
$$Kd = \frac{C_0 - C_e}{C_e} \cdot \frac{V}{m}, \quad (3)$$

мұндағы C_0 және C_e (мг/л) – металл иондарының бастапқы және тепе-теңдік концентрациялары; V – ерітіндінің көлемі, мл; m – полимердің құрғақ массасы, г.

Mo және V иондарының бөліну коэффициенті мына теңдеумен есептелді:

$$\beta = \frac{Kd_{Mo}}{Kd_V} \quad (4)$$

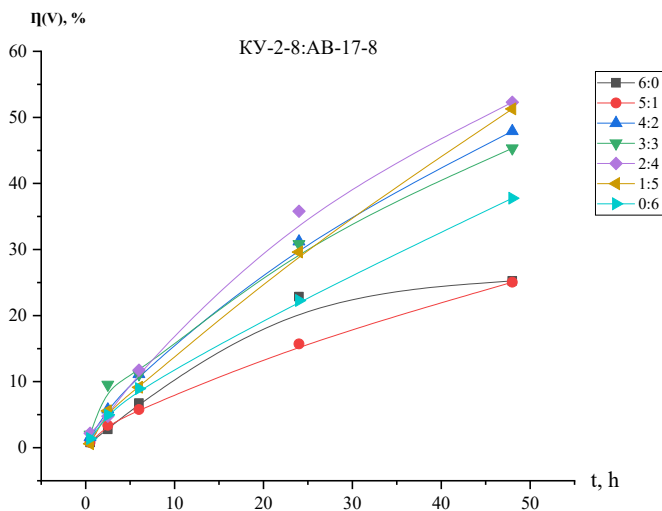
Зерттеу нәтижелері және оларды талқылау. Сорбциялық тәжірибелер $Mo-V$ бинарлы ерітіндісінде ($pH \approx 5.4$, $C_0=5$ мг/л, полимерлердің массасы $\Sigma m=0.12$ г, 298 К) жүргізілді. 1-суретте КУ-2-8:АВ-17-8 интерполимерлі жүйесінің молибден иондарына қатысты сорбция дәрежесі берілген. Алғашқы 30 минут ішінде молибденнің айтарлықтай сінуі байқалмады. Молибденнің сорбциясы 6 сағаттан кейін 5% дан 48 сағатта 48%-ға дейін біртіндеп өсіп, содан кейін қаныққан күйге жетті. Ең жоғары сорбция дәрежесі интерполимерлі жүйенің КУ-2-8:АВ-17-8 1:5 және 2:4 қатынастарында тіркелді. 48 сағаттан кейін бұл нүктелерде сорбция дәрежесі тиісінше 48.30% және 45.51%-ға өскен. Жеке иониттермен салыстырғанда (6:0 қатынасында 4.79% немесе 0:6 қатынасында 32.53%), интерполимерлі жүйеде сорбция белсенділігі айтарлықтай жоғары. Бұл жүйедегі полимерлердің өзара активтену барысында иондану дәрежесі мен конформациясы өзгеріп, жүйенің сорбциялық сыйымдылығы артқанын көрсетеді.



Сурет 1 – Молярлық қатынастары әртүрлі КУ-2-8:АВ-17-8 интерполимерлі жүйелердің молибден иондарына қатысты сорбция дәрежесі

КУ-2-8-АВ-17-8 интерполимерлі жүйенің ванадий иондарын сорбциялау динамикасы 2-суретте берілген. Барлық молдік қатынастар үшін ортақ заңдылық байқалады. Бастапқы 6-сағатқа дейін полимерлердің сорбция дәрежесі барлық молдік қатынас үшін төмен. Әрекеттесу уақыты 24 сағатқа жеткенде сорбция өте қарқынды жүрген. 48 сағатта сорбция жылдамдығы баяулап, қисықтар түзу сызыққа жақындай бастайды. Бұл жүйенің сорбциялық тепе-теңдікке жақындағанын білдіреді. Ең жоғары сорбция дәрежесі КУ-2-8-АВ-17-8 интерполимерлі жүйенің 2:4 қатынасында (48 сағатта ~52%) байқалды. Тек қана катионит (6:0) немесе тек қана анионит (0:6) жағдайында сорбция дәрежесі төмен (25-38% шамасында). Бұл таза шайырларға қарағанда, интерполимерлі жүйе әлдеқайда тиімді екенін көрсетеді.

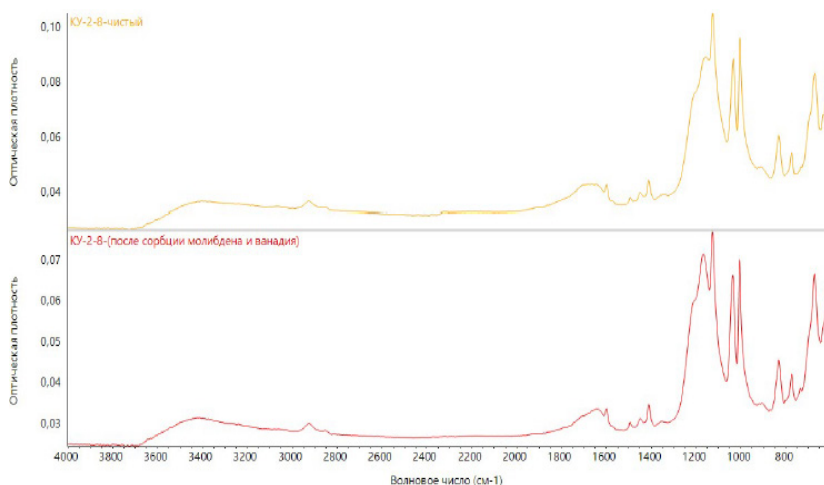
Ванадий ерітіндіде ортаның рН мәніне байланысты әртүрлі формада (катионды VO_2^+ немесе анионды VO_4^{3-} , $\text{VO}_2(\text{OH})_2^-$ т.б.) кездесе алады (Zeng et al., 2010; Nwe Shwan et al., 2014). Берілген қисықтардан катионит пен анионитте сорбция қатар жүргені көрініп тұр. Бұл ерітіндіде ванадийдің полианионды немесе кешенді формаларының бар екенін және олардың сорбциялануы үшін екі түрлі функционалды топтың (қышқылдық және негіздік) бір мезгілде әсер етуі маңызды екенін дәлелдейді. Таралу коэффициенттері (K_d) сорбциялық артықшылықты сандық бағалау үшін (3) теңдеуге сәйкес есептелді. Есептеуге сәйкес $K_d(\text{Mo}) = 1.392 \cdot 10^3$ және $K_d(\text{V}) = 1.826 \cdot 10^3$ болды. Селективтілік коэффициенті $\beta_{\text{V/Mo}} = 1,312 \times 10^3$ берді. Бұл нәтижелер КУ-2-8:АВ-17-8 жүйесінің V(IV) иондары үшін орташа артықшылық көрсетті.



Сурет 2 – Молярлық қатынастары әртүрлі КУ-2-8:АВ-17-8 интерполимерлі жүйелердің ванадий иондарына қатысты сорбция дәрежесі

3-суретте КУ-2-8 катион алмастырғыш шайырының молибден (Mo) және ванадий (V) иондарының сорбциясына дейінгі және кейінгі ИҚ-спектрлері берілген. Екі суреттеде мынадай тұрақты жолақтар бар: $3405\text{--}3422\text{ см}^{-1}$ – гидроксил

топтарының ($-\text{OH}$) және шайыр құрамындағы су молекулаларының созылмалы тербелістері; 2929 см^{-1} – полимерлі қаңқадағы алифатты CH_2 топтарының тербелісі, $1600\text{--}1647\text{ см}^{-1}$ – бензол сақинасындағы $\text{C}=\text{C}$ байланыстарының тербелісі және судың деформациялық тербелістері; $1127\text{--}1160\text{ см}^{-1}$ және $1006\text{--}1038\text{ см}^{-1}$ – бұл сульфотоптардың (SO_3^-) асимметриялық және симметриялық тербелістері. Ал сорбциядан кейінгі спектрде оптикалық тығыздық мәндері төмендеген. Бұл металл иондарының сульфотоптармен байланысқа түскенін көрсетеді. Сульфотоптар аймағында ($1000\text{--}1200\text{ см}^{-1}$) шыңдар аздап ығысып 1128 см^{-1} және 1008 см^{-1} , пішіні өзгерген. Бұл металл катиондарының (Mo және V оксикатиондары түрінде болуы мүмкін) күкірт қышқылы топтарымен иондық байланыс түзгенін дәлелдейді. Молибден мен ванадий иондары шайырдың активті орталықтарымен химиялық әрекеттесіп, кешенді қосылыстар немесе иондық жұптар түзетіндіктен, негізгі өзгерістер сульфотоптар мен сақиналы құрылымдар аймағында байқалады.

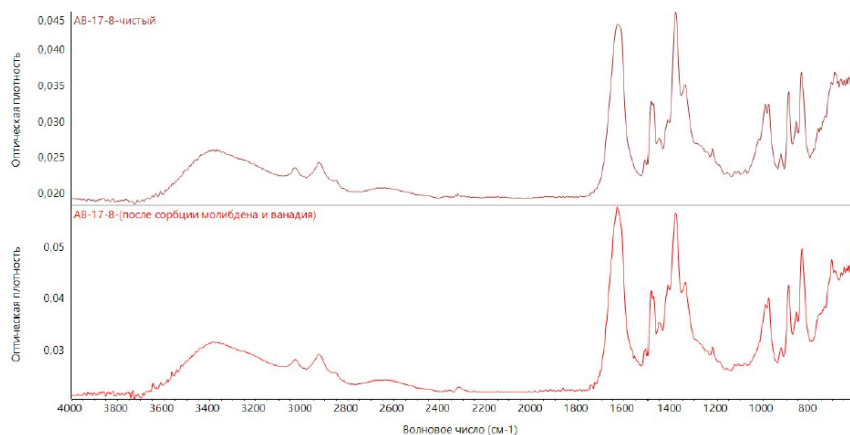


Сурет 3 – КУ-2-8 катион алмастырғыш шайырының молибден (Mo) және ванадий (V) иондарының сорбциясына дейінгі және кейінгі ИҚ-спектрлері

АВ-17-8 ионалмастырғышының таза күйіндегі және сорбциядан кейінгі ИҚ-спектрлері 4-суретте берілген. Екі спектрде де шайырдың негізгі құрылымына тән жолақтар сақталған: $3371\text{--}3389\text{ см}^{-1}$ – шайыр құрамындағы су молекулалары мен гидроксил топтарының ($-\text{OH}$) созылмалы тербелістері; 3028 см^{-1} – ароматты сақинадағы $\text{C}-\text{H}$ байланыстарының тербелісі; 2929 см^{-1} – алифатты CH_2 және CH_3 топтарының тербелістері; $1630\text{--}1632\text{ см}^{-1}$ – бензол сақинасындағы $\text{C}=\text{C}$ байланыстары; 1488 см^{-1} және 1382 см^{-1} – төрттік аммоний тобына тән тербелістер.

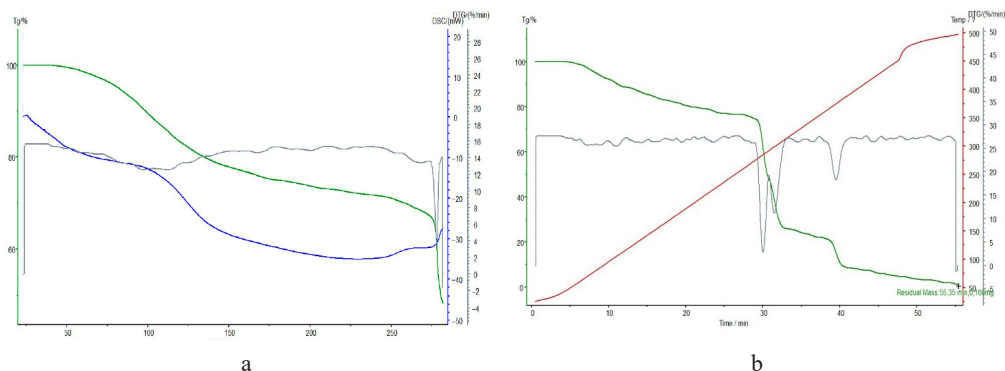
Сорбциядан кейінгі үлгінің спектрінде барлық негізгі шыңдардың оптикалық тығыздығы өскен. Мысалы, 1630 см^{-1} тұсындағы шың 0.043 -тен 0.058 -ге дейін жоғарылаған. Бұл шайыр құрылымына ауыр металл кешендерінің енуіне байланысты жүйенің поляризациялануының артқанын көрсетеді. $991\text{--}992\text{ см}^{-1}$ және $924\text{--}925\text{ см}^{-1}$ аймағындағы өзгерістер молибденил (MoO_2^{2+}), ванадил (VO^{2+})

топтарының тербелістеріне сәйкес келеді. 1416 см^{-1} және 1339 см^{-1} аймағындағы өзгерістер төрттік аммоний топтарының металл аниондарымен ($[\text{MoO}_4]^{2-}$ немесе $[\text{V}_{10}\text{O}_{28}]^{6-}$) электростатикалық әрекеттесуге түскенін растайды.



Сурет 4 – АВ-17-8 анион алмастырғыш шайырының молибден (Mo) және ванадий (V) иондарының сорбциясына дейінгі және кейінгі ИҚ-спектрлері

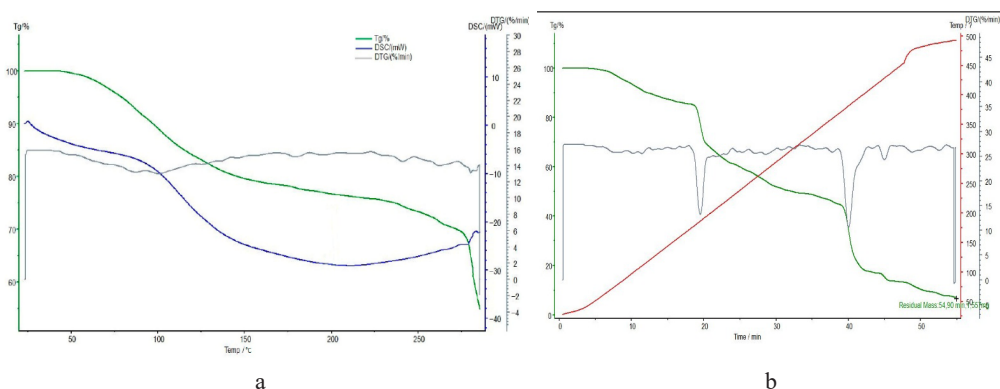
КУ-2-8:АВ-17-8 интерполимерлі жүйесінің термиялық тұрақтылығын және фазалық ауысуларын анықтау мақсатында катиониттің таза және сорбциядан кейінгі үлгілеріне ТГ/ДСК талдаулары жасалды. Таза КУ-2-8 шайыры мен оның металл иондарымен (Mo, V) қаныққан үлгілерінің термогравиметриялық қисықтарын (5-сурет) салыстырсақ, үш негізгі ыдырау кезеңінен өткенін көреміз. Салмақ жоғалту шамамен $50\text{--}150^\circ\text{C}$ аралығында басталып, біртіндеп төмендейді. Бұл шайырдың гидрофильді сульфотоптарымен байланысқан гидратты судың булануына сәйкес келеді. $250\text{--}350^\circ\text{C}$ аралығында ДТГ қисығында айқын экзотермиялық эффектімен қатар жүретін төмендеу байқалады. Бұл сульфотоптардың ($-\text{SO}_3\text{H}$) ыдырап, күкірт оксидтерінің бөліну кезеңі. Ал металл иондарының сорбциясынан кейін $100\text{--}180^\circ\text{C}$ аймағында салмақ жоғалту қисығы өзгерген. Бұл кезеңдегі салмақ жоғалту қарқындылығы (ДТГ шыңы) аздап төмендейді. Бұл металл иондарының сульфотоптармен берік химиялық байланыс түзіп, олардың термиялық тұрақтылығын аздап арттырғанын көрсетеді. $400\text{--}500^\circ\text{C}$ жоғары температурада стирол-дивинилбензол матрицасының көміртекті қаңқасы ыдырайды. Термогравиметриялық талдаудан КУ-2-8 шайырының матрицасына молибден мен ванадий иондарының енуі жүйенің термиялық сипаттамаларын өзгерткенін және соңғы қалдық массаның едәуір артқаны байқалады.



Сурет 5 – ТГ, ДСК және ДТГ қисықтары: а - KV-2-8 таза ; б - молибден (VI) және ванадий (IV) иондарымен

AB-17-8 аниониттің бастапқы және металл иондарымен қаныққан үлгілерінің термогравиметриялық талдауларына келер болсақ (6-сурет), таза аниониттің термиялық деструкциясы бірнеше кезеңнен тұрады: 40–120 °C массаның шамамен 15-18%-ға кемуі байқалады. Бұл процесс ионит құрылымындағы бос судың және гидраттық қабықшадағы су молекулаларының бөлінуімен (дегидратация) түсіндіріледі. ДТГ қисығындағы алғашқы ауытқу осы температура аралығына сәйкес келеді. Келесі 180–280 °C полимерлік қаңқаның функционалдық топтарының ыдырауы басталады. ДСК қисығындағы эндотермиялық эффектілер химиялық байланыстардың үзілуін растайды. 280 °C-тан жоғары температурада үлгінің массасы күрт төмендеп, полимерлік матрицаның деструкциясы тереңдей түседі. Мо және V иондарына қаныққан анионит үлгісінде термограмманың сипаты айтарлықтай өзгереді, бұл сорбент құрылымында жаңа химиялық кешендердің түзілгенін көрсетеді.

Термиялық ыдырау соңында (500 °C-қа жуық) үлгінің қалдық массасы шамамен 5-7%-ды құрайды. Бұл қалдық сорбцияланған металдардың (Мо және V) тұрақты оксидті қосылыстары болып табылады.



Сурет 6 – ТГ, ДСК және ДТГ қисықтары: а – бастапқы АВ-17-8 ; б - АВ-17-8 молибден (VI) және ванадий (IV) иондарымен

Қорытынды. Зерттеу жұмысының нәтижелері КУ-2-8 және АВ-17-8 иониттерінен құралған интерполимерлік жүйенің ванадий мен молибден иондарын сорбциялауда жекелеген шайырларға қарағанда тиімділігі жоғары екенін көрсетті. Жүргізілген талдаулар негізінде келесідей негізгі тұжырымдар жасалды:

1. Интерполимерлік жүйенің құрамындағы компоненттердің қашықтан өзара әрекеттесуі сорбциялық қабілетті едәуір арттырады. Молибден (Мо) үшін ең жоғары сорбция дәрежесі КУ-2-8:АВ-17-8 жүйесінің 1:5 және 2:4 молдік қатынастарында байқалды (45-48%). Ванадий (V) үшін полимерлердің 2:4 молдік қатынасы тиімді болды, мұнда сорбция дәрежесі 52%-ға жетті. Бұл нәтижелер жеке катионит (6:0) немесе анионитпен (0:6) салыстырғанда (25-38%) жоғары.

2. Сорбциядан кейінгі ИҚ спектрлердегі оптикалық тығыздықтың өзгеруі металл иондары мен полимерлердің функционалды топтары арасында химиялық байланыстың түзілгенін растайды. Жүйенің таралу коэффициенттері ($K_d(\text{Mo}) = 1.392 \cdot 10^3$, $K_d(\text{V}) = 1.826 \cdot 10^3$) металдарды ерітіндіден бөліп алудың тиімділігін көрсетеді.

References

- de Paz Carmona H., Kocík J., Hidalgo Herrador J.M. & Vráblík A. (2024) Effectiveness of Mo, NiMo, and CoMo catalysts for co-hydroprocessing furfural-acetone aldol condensation adducts with atmospheric gas oil to produce biofuels. *Fuel*. – 355. – Art. No. 129489. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2023.129489>. (in English)
- An Y., Ma B., Li X., Chen Y., Wang C., Wang B., Gao M. & Feng G. (2023) A review on the roasting-assisted leaching and recovery of V from vanadium slag. *Process Safety and Environmental Protection*. – 173. – P. 263-276. <https://doi.org/10.1016/j.psep.2023.03.013>. (in English)
- Henckens M.L.C.M., Driessen P.P.J. & Worrell E. (2018) Molybdenum resources: Their depletion and safeguarding for future generations. *Resources, Conservation and Recycling*. – 134. – P. 61-69. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2018.03.002>. (in English)
- Elshkaki A., Barbara K.R. & Graedel T.E. (2017) Anthropogenic nickel supply, demand, and associated energy and water use. *Resources, Conservation and Recycling*. – 125. – P. 300-307. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2017.07.002>. (in English)
- Kim H.I., Lee K.W., Mishra D., Yi K.M., Hong J.H., Jun M.K. & Park H.K. (2015) Separation of molybdenum and vanadium from oxalate leached solution of spent residue hydrosulfurization (RHDS) catalyst by liquid–liquid extraction using amine extractant. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. – 21. – P. 1265-1269 <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2014.05.043>. (in English)
- Fu H., Li Y., Cao G. & Zhao Z. (2018) Separation of Tungsten from Phosphorus-Containing Molybdate Solution Using Solvent Extraction with Primary Amine N1923. *JOM (The journal of the Minerals, Metals & Materials Society)*. – 70 (12). – P. 2864–2868. <https://doi.org/10.1007/s11837-018-3167-7>. (in English)
- Nguyen T.H. & Lee M.S. (2015) Separation of molybdenum(VI) and tungsten(VI) from sulfate solutions by solvent extraction with LIX 63 and PC 88A. *Hydrometallurgy*. – 155. – P. 51–55. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2015.04.014>. (in English)
- Liu F., Hua R., Zhang F., Liu H., Lee C.-P., Liu H. & Xu B. (2020) Adsorption and separation of Re (VII) using trimethylaminefunctionalized strong base anion exchange resin. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. – 326. – P. 445–454. <https://doi.org/10.1007/s10967-020-07305-3>. (in English)
- Yang B., Wu S., Liu X., Yan Z., Liu Y., Li Q., Yu F. & Wang J. (2020) Solid-phase extraction and separation of heavy rare earths from chloride media using P227-impregnated resins. *Rare Metals*. – 40. – P. 2633–2644. <https://doi.org/10.1007/s12598-020-01549-4>. (in English)
- Wang W., Maimaiti A., Shi H., Wu R., Wang R., Li Z., Qi D., Yu G. & Deng S. (2019) Adsorption behavior and mechanism of emerging perfluoro-2-propoxypropanoic acid (GenX) on activated carbons and resins. *Chemical Engineering Journal*. – 364. – P. 132–138. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.01.153>. (in English)

Ismailova A., Rashit D., Kossova T. & Tileuberdi Y. (2025) Selective Removal of Mo and W from Acidic Leachates Using Thiourea Modified Macroporous Anion Exchanger. *Molecules*. – 30 (18). – 3803. <https://doi.org/10.3390/molecules30183803>. (in English)

An F.Q., Wu R.Y., Li M., Hu T.P., Gao J.F. & Yuan Z.G. (2017) Adsorption of heavy metal ions by iminodiacetic acid functionalized D301 resin: Kinetics, isotherms and thermodynamics. *Reactive and Functional Polymers*. – 118. – P. 42–50. <https://doi.org/10.1016/j.reactfunctpolym.2017.07.005>. (in English)

Wang M., Yang X., Wen J., Li W., Yang H. & Liu W. (2024) Selective anion exchange adsorption of molybdenum (VI) at low concentrations from an acid leached vanadium shale solution containing aluminium and phosphorus. *Hydrometallurgy*. – 229. – 106366. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2024.106366>. (in English)

MacKeown H., Gyamfi J.A., Delaporte M., Schoutteten K.V.K.M., Verdickt L., Ouddane B. & Criquet J. (2021) Removal of disinfection by-product precursors by ion exchange resins. *Journal of Environmental Chemical Engineering*. – 9. – P. 20–24. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2020.104602>. (in English)

Guo F., Xi X., Ma L., Nie Zh. & Nie Z. (2021) Highly efficient sorption of molybdenum from tungstate solution with modified D301 resin. *RSC Advances*. – 11. – P. 32047-32056. <https://doi.org/10.1039/d1ra04458c>. (in English)

Jumadilov T.K., Khimersen K., Haponiuk J.T. & Totkhuskyzy B. (2024) Enhanced Lutetium Ion Sorption from Aqueous Solutions Using Activated Ion Exchangers. *Polymers*. – 16 (2). – 220. <https://doi.org/10.3390/polym16020220>. (in English)

Dyussebayeva G., Jumadilov T., Gražulevicius J., Mukatayeva Z., Khimersen K. & Totkhuskyzy B. (2025) Selective Gold Ion Sorption from Iron-Containing Solution Using an Interpolymer System of Industrial Ion Exchangers. *Polymers*. – 17 (20). – 2808. <https://doi.org/10.3390/polym17202808>. (in English)

Jumadilov T.K., Imangazy A.M., Khimersen K. & Haponiuk J.T. (2024) Remote interaction effect of industrial ion exchangers on the electrochemical and sorption equilibrium in scandium sulfate solution. *Polymer Bulletin*. – 81. – P. 2023–2041. <https://doi.org/10.1007/s00289-023-04800-x>. (in English)

Zeng L., Li Q.G., Xiao L.S. & Zhang Q.X. (2010) A study of the vanadium species in an acid leach solution of stone coal using ion exchange resin. *Hydrometallurgy*. – 105. – P. 176-178. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2010.07.001>. (in English)

Nve Shwan W. (2014) Sorbcionnoe izvlechenie vanadiya (V) iz razbavlenykh rastvorov [Sorption extraction of vanadium (V) from dilute solutions]. Dissertation for the degree of Candidate of Technical Sciences. Moscow. (in Russian)

© **Zamanbekova A.T.¹, Talgatov E.T.¹, Jumekeyeva A.I.¹, Akhmetova S.N.¹, Saryuisin S.N.^{1,2*}, 2026.**

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

² Abai Kazakh National Pedagogical University, Almaty, Kazakhstan.
E-mail: Saryuisin.sn@gmail.com

SORPTION PROPERTIES OF TITANIUM DIOXIDE TOWARD POLYMER MODIFIERS OF DIFFERENT NATURE

Zamanbekova Aigul — Candidate of Chemical Sciences, Leading Researcher of the Laboratory of Organic Catalysis,

D.V. Sokolsky Institute of Fuel, Catalysis and Electrochemistry, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: zamanbekova@bk.ru, ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0003-4129-0190>;

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>;

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

Akhmetova Sandugash — PhD, Researcher of the Laboratory of Organic Catalysis, D.V. Sokolsky Institute of Fuel, Catalysis and Electrochemistry, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: sn.akhmetova@mail.ru, ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0003-1048-2640>;

Saryuisin Saniya — PhD Doctoral Student of Abai Kazakh National Pedagogical University; Leading Engineer of the Laboratory of Organic Catalysis, D.V. Sokolsky Institute of Fuel, Catalysis and Electrochemistry, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: Saryuisin.sn@gmail.com, ORCID ID: <https://orcid.org/0009-0001-1464-3926>.

Abstract. In this work, the sorption properties of titanium dioxide (TiO₂) toward polymer modifiers of different chemical nature were investigated in order to obtain hybrid organic–inorganic composite materials with tunable surface characteristics. Surface modification of TiO₂ with macromolecules makes it possible to purposefully alter the acid–base properties, interfacial interactions, and structural parameters of the support, thereby expanding its potential practical applications. Chitosan (Chit), pectin (Pec), and poly-4-vinylpyridine (P4VP), differing in functional composition and the nature of active groups, were used as polymer modifiers. The composites were prepared by introducing 1% polymer solutions into an aqueous TiO₂ suspension at room temperature, followed by aging, precipitate separation, washing, and drying.

The amount of adsorbed polymer was determined by a viscometric method based on changes in the viscosity of the mother solution before and after sorption. Additional information on the interaction mechanism was obtained using FTIR spectroscopy. It was established that the degree of polymer immobilization strongly depends on the chemical nature of the macromolecule. The highest adsorption was observed for chitosan (98.6%), indicating nearly quantitative immobilization of the polymer on the TiO₂ surface. The immobilization degree for P4VP was 80.3%, whereas for pectin it was 30%. FTIR spectroscopic data confirmed the involvement of functional groups (-NH₂, C-N, C=O) in interactions with the acid–base surface centers of TiO₂. The obtained results demonstrate a pronounced dependence of the sorption properties of titanium oxide on the nature of the polymer and provide a basis for the development of functional polymer-modified materials.

Keywords: titanium dioxide, polymer, sorption, chitosan, poly-4-vinylpyridine, pectin

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: Zamanbekova A.T., Talgatov E.T., Jumekeyeva A.I., Akhmetova S.N., Saryuisin S.N. Sorption properties of titanium dioxide toward polymer modifiers of different nature. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. — P.145-160. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.369>

© Заманбекова А.Т.¹, Талғатов Э.Т.¹, Джумекеева А.И.¹, Ахметова С.Н.¹, Сарыүйсін С.Н.^{1,2*}, 2026.

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

² «Абай атындағы Қазақ ұлттық педагогикалық университеті» КЕАҚ, Алматы, Қазақстан.

E-mail: Saryuisin.sn@gmail.com

ТАБИҒАТЫ ӘРТҮРЛІ ПОЛИМЕРЛІК МОДИФИКАТОРЛАРҒА ҚАТЫСТЫ ТИТАН ДИОКСИДІНІҢ СОРБЦИЯЛЫҚ ҚАСИЕТТЕРІ

Заманбекова Айгүл — химия ғылымдарының кандидаты, органикалық катализ зертханасының жетекші ғылыми қызметкері, «Д.В.Сокольский атындағы жанармай, катализ және электрохимия институты» АҚ, Алматы, Қазақстан,

E-mail: zamanbekova@bk.ru, ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0003-4129-0190>;

Талғатов Эльдар — PhD, 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>;

Джумекеева Айгуль — химия ғылымдарының кандидаты, органикалық катализ зертханасының аға ғылыми қызметкері,

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

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

Ахметова Сандугаш — PhD, органикалық катализ зертханасының ғылыми қызметкері, «Д.В. Сокольский тындағы жанармай, катализ және электрохимия институты» АҚ, Алматы, Қазақстан,

E-mail: sn.akhmetova@mail.ru, ORCID ID: <http://orcid.org/0000-0003-1048-2640>;

Сарыүйсін Сәния — Абай атындағы Қазақ ұлттық педагогикалық университеті PhD докторанты; органикалық катализ зертханасының жетекші инженері, «Д.В. Сокольский атындағы жанармай, катализ және электрохимия институты» АҚ, Алматы, Қазақстан,

E-mail: Saryuisin.sn@gmail.com, ORCID ID: <https://orcid.org/0009-0001-1464-3926>.

Аннотация. Бұл жұмыста реттелетін беттік сипаттамалары бар гибриді органикалық-бейорганикалық композициялық материалдарды алу мақсатында титан диоксидінің (TiO_2) әртүрлі химиялық табиғаттағы полимерлік модификаторларға қатысты сорбциялық қасиеттері зерттелді. TiO_2 бетін макромолекулалармен модификациялау тасымалдағыштың қышқыл-негіздік қасиеттерін, фазалар арасындағы әрекеттесулерін және құрылымдық параметрлерін мақсатты түрде өзгертуге мүмкіндік береді, бұл оның практикалық қолдану аясын кеңейтеді. Полимер ретінде функционалдық құрамы мен белсенді топтарының табиғаты бойынша ерекшеленетін хитозан (Хит), пектин (Пек) және поли-4-винилпиридин (П4ВП) қолданылды. Композиттерді алу үшін полимерлердің 1%-дық ерітінділері бөлме температурасында TiO_2 -нің сулы суспензиясына енгізіліп, кейін қоспа белгілі уақыт ұсталып, тұнба бөлініп алынып, жуылып және кептірілді. Адсорбцияланған полимер мөлшері сорбцияға дейінгі және кейінгі аналық ерітіндінің тұтқырлығының өзгеруі бойынша вискозиметриялық әдіспен анықталды. Әрекеттесу сипаты туралы қосымша мәліметтер ИҚ-спектроскопия әдісі арқылы алынды. Полимердің бекітілу дәрежесі макромолекуланың химиялық табиғатына едәуір тәуелді екені анықталды. Ең жоғары адсорбция хитозан үшін байқалды (98,6%), бұл полимердің TiO_2 бетінде іс жүзінде толық иммобилизацияланғанын көрсетеді. П4ВП үшін бекітілу дәрежесі 80,3%, ал пектин үшін 30% құрады. ИҚ-спектроскопиялық деректер ($-\text{NH}_2$, $\text{C}-\text{N}$, $\text{C}=\text{O}$) функционалдық топтарының TiO_2 бетінің қышқыл-негіздік орталықтарымен әрекеттесуге қатысатынын растады. Алынған нәтижелер титан оксидінің сорбциялық қасиеттерінің полимер табиғатына айқын тәуелділігін көрсетеді және функционалдық полимер-модификацияланған материалдарды әзірлеуге негіз болады.

Түйін сөздер: титан диоксиді, полимер, сорбция, хитозан, поли-4-винилпиридин, пектин

©Заманбекова А.Т. ¹, Талгатов Э.Т. ¹, Джумекеева А.И. ¹, Ахметова С.Н. ¹,
Сарыүйсін С.Н. ^{1,2*}, 2026.

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

² Казахский национальный педагогический университет имени Абая,
Алматы, Казахстан.

E-mail: Saryuisin.sn@gmail.com

СОРБЦИОННЫЕ СВОЙСТВА ДИОКСИДА ТИТАНА ПО ОТНОШЕНИЮ К ПОЛИМЕРНЫМ МОДИФИКАТОРАМ РАЗЛИЧНОЙ ПРИРОДЫ

Заманбекова Айгуль — кандидат химических наук, ведущий научный сотрудник лаборатории органического катализа АО «Институт топлива, катализа и электрохимии имени Д.В. Сокольского», Алматы, Казахстан,

E-mail: zamanbekova@bk.ru, <https://orcid.org/0000-0003-4129-0190>;

Талгатов Эльдар — PhD, ассоциированный профессор, заведующий лабораторией органического катализа АО «Институт топлива, катализа и электрохимии имени Д.В. Сокольского», Алматы, Казахстан,

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

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

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

Ахметова Сандугаш — PhD, научный сотрудник лаборатории органического катализа АО «Институт топлива, катализа и электрохимии имени Д.В. Сокольского», Алматы, Казахстан,

E-mail: sn.akhmetova@mail.ru, ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1048-2640>;

Сарыүйсін Сания — PhD докторант Казахского национального педагогического университета имени Абая; ведущий инженер лаборатории органического катализа АО «Институт топлива, катализа и электрохимии имени Д.В. Сокольского», Алматы, Казахстан,

E-mail: saryuisin.sn@gmail.com, ORCID: <https://orcid.org/0009-0001-1464-3926>.

Аннотация: В работе исследованы сорбционные свойства диоксида титана (TiO₂) по отношению к полимерным модификаторам различной химической природы с целью получения гибридных органо-неорганических композиционных материалов с регулируемыми поверхностными характеристиками. Поверхностная модификация TiO₂ макромолекулами позволяет целенаправленно изменять кислотно-основные свойства, межфазные взаимодействия и структурные параметры носителя, что расширяет возможности его практического применения. В качестве полимерных модификаторов использованы хитозан, пектин и поли-4-винилпиридин, различающиеся функциональным составом и природой активных групп. Композиты получали путём введения 1%-ных растворов полимеров в водную суспензию TiO₂ при комнатной температуре с последующим выдерживанием, отделением осадка, промывкой и сушкой. Количество адсорбированного полимера определяли вискозиметрическим методом по изменению вязкости исходного раствора до и после сорбции. Дополнительную информацию о характере взаимодействия получали методом ИК-спектроскопии. Установлено, что степень закрепления полимеров существенно зависит от их химической

природы. Максимальная адсорбция характерна для хитозана и составляет 98,6 %, что свидетельствует о практически полной иммобилизации полимера на поверхности TiO_2 . Для поли-4-винилпиридина степень закрепления составила 80,3 %, тогда как для пектина - около 30 %. Результаты ИК-спектроскопического анализа подтвердили участие функциональных групп ($-\text{NH}_2$, $\text{C}-\text{N}$ и $\text{C}=\text{O}$) во взаимодействии с кислотно-основными центрами поверхности диоксида титана. Полученные результаты демонстрируют выраженную зависимость сорбционных свойств TiO_2 от природы полимерного модификатора и создают научную основу для разработки новых функциональных полимер-модифицированных материалов.

Ключевые слова: диоксид титана, сорбция, полимерные модификаторы, хитозан, пектин, поли-4-винилпиридин, гибридные материалы, ИК-спектроскопия

Введение. В рамках современной парадигмы «зеленой химии» и устойчивого технологического развития одной из наиболее приоритетных задач материаловедения является создание многофункциональных гибридных материалов для сорбции, гетерогенного катализа и экологии. Среди широкого спектра неорганических матриц особое место занимает диоксид титана (TiO_2), что обусловлено его термической и химической стабильностью, нетоксичностью, развитой удельной поверхностью и уникальными полупроводниковыми свойствами (Zhang et al., 2014). Также диоксид титана является одним из наиболее востребованных оксидных материалов благодаря амфотерной природой поверхности, обусловленной наличием гидроксильных групп $\equiv\text{Ti}-\text{OH}$, способных к протонированию и депротонированию в водных растворах (Zhang et al., 2009). В зависимости от pH среды на поверхности могут формироваться положительно заряженные ($\equiv\text{TiOH}_2^+$) или отрицательно заряженные ($\equiv\text{TiO}^-$) центры, что определяет адсорбционные свойства оксида. Точка нулевого заряда (pH_{pzc}) для TiO_2 , согласно литературным данным, находится в диапазоне pH 5-6 для анатазной формы (Kartal et al., 2016). Вблизи этого значения поверхность является электрически нейтральной, тогда как при $\text{pH} < \text{pH}_{\text{pzc}}$ она приобретает положительный заряд, а при $\text{pH} > \text{pH}_{\text{pzc}}$ - отрицательный. Это обстоятельство играет ключевую роль в процессах взаимодействия с ионогенными полимерами, содержащими аминные, карбоксильные и гетероциклические функциональные группы.

Индивидуальный диоксид титана является эффективным фотокатализатором и адсорбентом, однако его практическое применение в ряде процессов ограничивается недостаточной селективностью по отношению к целевым соединениям и фиксированным характером поверхностных функциональных центров. В связи с этим значительный интерес представляет направленная модификация поверхности TiO_2 органическими молекулами и полимерами, позволяющая регулировать кислотно-основные свойства, поверхностный заряд и адсорбционные характеристики материала (Dahl et al., 2014; Haghighi et al., 2023).

Модифицирование поверхности оксидов макромолекулами позволяет синергетически объединить механическую и химическую стабильность неорганической матрицы с гибкостью, технологичностью и функциональным разнообразием полимерной фазы (Kickelbick, 2007). Адсорбированный полимерный слой способен существенно изменять поверхностный заряд, межчастичные взаимодействия, сорбционные характеристики и коллоидную стабильность дисперсных систем, что открывает возможности для целенаправленного регулирования свойств гибридных материалов (González García et al., 2019; Schubert J., Chanana M., 2019).

Фундаментом межфазных процессов на границе раздела «TiO₂ – водный раствор» является гидроксильный покров оксида. Поверхностные титанольные группы ($\equiv \text{Ti}-\text{OH}$) обладают амфотерными свойствами и способны вовлекаться в обратимые процессы протонирования и депротонирования в зависимости от кислотности среды. Электроповерхностные свойства и смещение равновесий между центрами $\equiv \text{TiOH}_2^+$, $\equiv \text{TiOH}$ и $\equiv \text{TiO}^-$ определяют знак и величину термодинамического потенциала поверхности, что критически важно при адсорбции ионогенных полимеров (Niemstra T., Van Riemsdijk W.H., 1996). Изменение pH раствора позволяет гибко управлять интенсивностью кулоновских сил при взаимодействии с макромолекулами, содержащими кислотные или основные группы.

Среди многообразия модификаторов поверхности оксидов металлов значительный интерес представляют природные биополимеры, содержащие реакционноспособные функциональные группы. Особое место занимает хитозан – линейный полисахарид, содержащий первичные аминогруппы и гидроксильные фрагменты, способные участвовать в электростатических, координационных и водородных взаимодействиях с поверхностными центрами оксидов металлов (Rinaudo, 2006). Благодаря высокой плотности аминогрупп хитозан широко используется для модификации неорганических носителей и получения функциональных сорбентов.

Другим перспективным природным полимером является пектин, содержащий карбоксильные группы, способные к ионному обмену, комплексообразованию и координационному взаимодействию с металлическими центрами поверхности. Наличие большого количества кислородсодержащих функциональных групп обеспечивает возможность формирования устойчивых межфазных взаимодействий с оксидными материалами и регулирования их сорбционных свойств (Sriamornsak, 2003).

Параллельно с биополимерами для модификации оксидных материалов активно используются синтетические азотсодержащие макромолекулы, среди которых особый интерес представляет поли-4-винилпиридин (П4ВП). Наличие пиридинового атома азота придает данному полимеру свойства слабого полиоснования и обеспечивает его способность к протонированию, комплексообразованию и донорно-акцепторным взаимодействиям с поверхностными центрами неорганических материалов (Mavronasou et al.,

2022). Благодаря этим свойствам П4ВП широко используется при создании функциональных сорбентов, мембран и гибридных органо-неорганических композитов. Использование полимеров, содержащих аминогруппы (хитозан), карбоксильные группы (пектин) и пиридиновые фрагменты (П4ВП), позволяет провести сравнительный анализ влияния природы функциональных групп на процессы адсорбции и закрепления макромолекул на амфотерной поверхности диоксида титана.

Несмотря на интенсивное развитие этой области, в современной литературе наблюдается дефицит прямых сравнительных исследований, в которых адсорбционное поведение природных и синтетических полимеров исследовалось бы на одной и той же матрице диоксида титана в идентичных физико-химических условиях. Большинство имеющихся работ сфокусировано на изучении индивидуальных бинарных систем, что затрудняет установление общих закономерностей влияния природы функциональных групп на термодинамические параметры закрепления полимерных цепей.

Целью настоящей работы является установление общих закономерностей и физико-химических механизмов адсорбционного модифицирования диоксида титана (TiO_2) полимерными агентами различной химической природы (хитозаном, пектином и поли-4-винилпиридином), а также комплексное исследование структурно-морфологических свойств и термической стабильности формируемых гибридных композиционных материалов.

Литературный обзор. В последние годы диоксид титана рассматривается не только как фотокаталитический материал, но и как универсальный носитель для создания гибридных органо-неорганических систем. Высокая удельная поверхность, химическая стабильность, нетоксичность и возможность формирования развитой системы поверхностных гидроксильных групп обуславливают его широкое применение в сорбционных технологиях, катализе, медицине и создании функциональных покрытий. Согласно обзору (Dahl et al., 2014), поверхность TiO_2 может быть целенаправленно модифицирована органическими молекулами и полимерами, что позволяет регулировать гидрофильность, кислотно-основные свойства и способность к селективному связыванию различных соединений.

Особый интерес представляет модификация диоксида титана природными и синтетическими полимерами. Полимерные оболочки способны изменять поверхностный заряд, предотвращать агрегацию частиц и создавать дополнительные активные центры сорбции. По данным (Haghighi et al., 2023), закрепление органических молекул на поверхности TiO_2 приводит к существенному изменению межфазных взаимодействий и расширяет область применения материала в биомедицинских и экологических технологиях. Одним из наиболее изученных природных полимеров является хитозан. Благодаря наличию первичных аминогрупп он способен эффективно взаимодействовать с поверхностью оксидов металлов посредством электростатических взаимодействий, водородных связей и координационных механизмов. В обзоре

(Vakili et al., 2014) показано, что хитозан обладает высокой сорбционной способностью по отношению к красителям, ионам тяжелых металлов и органическим загрязнителям, а его эффективность определяется степенью протонирования аминогрупп и структурой полимерной цепи. Аналогичные выводы представлены (Ahmed and Ikram, 2015), которые отмечают, что наличие аминогрупп обеспечивает высокую адгезию хитозана к поверхности различных оксидов и

способствует формированию устойчивых композитов.

При взаимодействии хитозана с TiO_2 важную роль играет кислотно-основное состояние поверхности оксида. Согласно данным (Xiao et al., 2020), поверхностные гидроксильные группы являются эффективными центрами связывания электронодонорных соединений, содержащих атомы азота и кислорода. В результате могут образовываться

устойчивые поверхностные комплексы, обеспечивающие прочное закрепление макромолекул на носителе.

Другим перспективным биополимером является пектин, представляющий собой природный полисахарид, содержащий значительное количество карбоксильных групп. Благодаря наличию функциональных групп пектин способен участвовать в процессах комплексообразования и ионного обмена. По данным (Tortorella et al., 2021), карбоксильные группы пектина активно взаимодействуют с поверхностью неорганических материалов, однако эффективность закрепления во многом зависит от степени этерификации и pH среды. Высокая гидратация макромолекул пектина может ограничивать эффективность его адсорбции на оксидных поверхностях вследствие стерических факторов и конкуренции с молекулами растворителя.

Среди синтетических полимеров значительный интерес представляет поли-4-винилпиридин. Наличие пиридинового атома азота придает полимеру выраженные основные свойства и способность к протонированию в кислой среде. Согласно данным (Mavronasou et al., 2022), образование катионов пиридиния существенно влияет на процессы межмолекулярного взаимодействия и сорбционные характеристики материала. Благодаря этому поли-4-винилпиридин широко используется при создании сорбентов, мембран и функциональных покрытий. Особенности взаимодействия азотсодержащих полимеров с поверхностью оксидов металлов подробно рассмотрены в работе (Carvalho et al., 2024), где показано, что донорные свойства атомов азота способствуют образованию координационных связей с поверхностными центрами металлооксидов. Подобные механизмы могут реализовываться и при взаимодействии поли-4-винилпиридина с поверхностью диоксида титана.

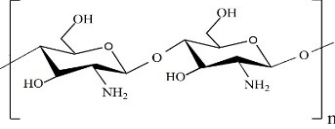
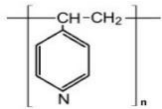
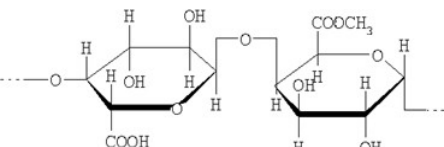
Следует отметить, что эффективность закрепления полимеров определяется не только природой функциональных групп, но и структурными особенностями поверхности самого оксида. В работе (Zhou et al. 2013) показано, что размер частиц, степень агрегации и морфология нанокристаллов TiO_2 оказывают существенное влияние на доступность активных центров и сорбционную

емкость материала. При уменьшении размеров частиц возрастает удельная поверхность и увеличивается количество поверхностных гидроксильных групп, что способствует усилению взаимодействия с полимерными модификаторами.

С точки зрения современной теории поверхностного комплексообразования взаимодействие макромолекул с поверхностью диоксида титана рассматривается как результат сочетания электростатических сил, водородного связывания и образования внутренних координационных комплексов. Согласно работе (Vlasova и Markitan, 2019), вклад каждого из перечисленных механизмов зависит от природы функциональных групп сорбируемого вещества и кислотно-основных характеристик поверхности оксида. Поэтому изучение закономерностей сорбции полимеров различной химической природы представляет значительный интерес как с фундаментальной, так и с прикладной точки зрения.

Материалы и методы. Реактивы и материалы: TiO_2 (титан(IV) оксид, частицы ~25 нм), 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). Структурные формулы полимеров приведены в следующей таблице (таблица 1).

Таблица 1 – Структурные формулы полимеров

Полимеры	Формула
Хитозан	
Поли-4-винилпиридин (П4ВП)	
Пектин	

Приготовление рабочих растворов. В водную суспензию TiO_2 (1 г/10 мл воды) при комнатной температуре добавляли 1%-ный раствор полимера с последующим перемешиванием 2 ч. Образовавшийся осадок отделяли центрифугированием, промывали водой и сушили на воздухе. Количество вводимого раствора рассчитывали для получения композита с содержанием 10 мас.% полимера. Растворы полимеров готовили следующим образом: Хитозан (1 г) растворяли в 100 мл 1%-ном растворе HNO_3 при 60°C ; пектин (1 г) - в 100 мл воде при 60°C ; П4ВП (1 г) - в 100 мл этаноле при комнатной температуре при перемешивании 4 ч. Содержание закреплённого полимера определяли вискозиметрическим методом

с использованием градуировочного графика. ИК-спектры регистрировали в диапазоне 4000–400 см^{-1} (Socrates et al., 2001).

Результаты и обсуждение. Композиты (Хит- TiO_2 , П4ВП- TiO_2 и Пек- TiO_2) были получены методом адсорбции. Степень адсорбции пектина, хитозана и поли-4-винилпиридина определяли вискозиметрическим методом с применением градуировочного графика на вискозиметре ВПЖ-2 в криостатической ячейке КРИОВИСТ-01 при температуре $20 \pm 0,1$. Были построены калибровочные кривые полимеров. По разнице количества полимера в маточном растворе до и после закрепления определяли их массу в композите (таблица 2). Для системы Хит- TiO_2 маточный раствор после синтеза, в отличие от других систем был мутным. После доведения pH до 7,5 раствором 0,25 М NaOH образовывался набухший осадок, а надосадочная жидкость становилась прозрачной. Вискозиметрическое измерение надосадочного раствора композита Хит- TiO_2 показало отсутствие полимера, что свидетельствует о практически полном закреплении хитозана (98,6 %) (таблица 2). В системах П4ВП- TiO_2 и Пек- TiO_2 также наблюдалось образование набухших осадков. Степень закрепления составила 80,3 % и 30 %, соответственно.

Таблица 2 — Результаты оценки содержания полимеров в композитах полимер/ TiO_2

Вводимое количество полимера, %	m (полимер) в исходном растворе, мг	m (полимер) в растворе после сорбции, мг	m (полимер) адсорбированного на носителе, мг	Степень адсорбции, %	Содержание полимера в композите, %
Пек/ TiO_2					
10	111	77,7	33,3	30,0	3,00
Хит/ TiO_2					
10	111	1,6	109,4	98,6	9,86
П4ВП/ TiO_2					
10	111	21,9	89,1	80,3	8,03

Полученные результаты свидетельствуют о существенном влиянии химической природы функциональных групп на эффективность иммобилизации макромолекул на поверхности TiO_2 . Высокая степень закрепления хитозана согласуется с литературными данными о сильном взаимодействии протонированных аминогрупп с поверхностными гидроксильными центрами оксидов металлов (Vakili et al., 2014; Ahmed et al., 2015). Практически количественная адсорбция хитозана указывает на возможность формирования плотного полимерного слоя на поверхности частиц TiO_2 . Для поли-4-винилпиридина наблюдается несколько меньшая степень закрепления, что может быть связано с более жесткой структурой макромолекулярной цепи и меньшей доступностью функциональных групп для взаимодействия с поверхностью. В случае пектина значительное влияние оказывают гидратация карбоксильных групп и пространственные ограничения, снижающие эффективность адсорбции. Полученные закономерности хорошо согласуются с современными представлениями о сорбции ионогенных полимеров

на оксидных поверхностях и подтверждают определяющую роль кислотно-основных взаимодействий.

По уменьшению степени адсорбции полимеры располагаются в ряду: Хит > П4ВП > Пек (рисунок 1). Высокая адсорбция хитозана обусловлена протонированием аминогрупп и их взаимодействием с кислотными центрами поверхности TiO_2 (Vakili et al., 2014, Ahmed et al., 2015). Для П4ВП характерно образование катиона пиридиния при взаимодействии с оксидной поверхностью (Carvalho et al., 2024, Mavronasou et al., 2022). Более низкая степень закрепления пектина может быть связана с конкуренцией гидратации карбоксильных групп и стерическими факторами (Tortorella et al., 2021).

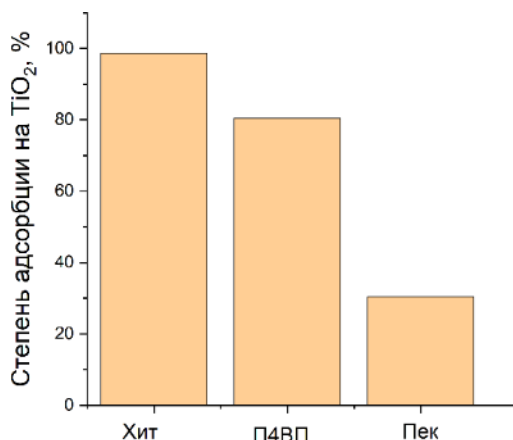


Рисунок 1 — Результаты оценки сорбционных свойств TiO_2 к полимерам

Присутствие Хит, П4ВП и Пек на поверхности диоксида титана было подтверждено с помощью ИК-спектроскопии (рисунок 2). В спектре П4ВП/ TiO_2 наблюдается смещение полос $\text{C}-\text{N}$ с 1686 до 1637 см^{-1} , что свидетельствует о формировании катиона пиридиния (Carvalho et al., 2024, Mavronasou et al., 2022). В системе Хит/ TiO_2 отмечены изменения полос $\text{C}=\text{O}$ (1635 см^{-1}) и $\text{N}-\text{H}$ (1559 см^{-1}), что подтверждает участие аминогрупп во взаимодействии с поверхностью оксида (Vakili et al., 2014, Ahmed et al., 2015). Для Пек/ TiO_2 фиксируется смещение полосы $\text{C}=\text{O}$ с 1747 до 1749 см^{-1} , что указывает на взаимодействие карбоксильных групп с поверхностными центрами TiO_2 (Tortorella et al., 2021). Интерпретация спектров соответствует современным представлениям о взаимодействии органических функциональных групп с оксидными поверхностями (Vlasova et al., 2019).

Дополнительный анализ ИК-спектров позволяет более детально рассмотреть характер взаимодействия функциональных групп полимеров с поверхностью диоксида титана и оценить особенности формирования межфазного слоя в исследуемых композитах. Как известно, инфракрасная спектроскопия является одним из наиболее информативных методов исследования поверхностных взаимодействий в гибридных органо-неорганических системах. Метод позволяет

идентифицировать функциональные группы, участвующие в сорбции, а также фиксировать изменения их колебательных характеристик, возникающие вследствие образования водородных связей, электростатических взаимодействий и поверхностных комплексов. Изменение положения полос поглощения, их интенсивности и ширины свидетельствует о модификации электронного окружения соответствующих химических групп после взаимодействия с поверхностью оксида.

Для исходного диоксида титана характерно наличие широкой полосы поглощения в области $3200\text{--}3600\text{ см}^{-1}$, обусловленной валентными колебаниями гидроксильных групп поверхности и адсорбированной воды (Vasconcelos et al., 2024, Primet et al., 1971). Наличие поверхностных групп Ti-OH играет ключевую роль в процессах адсорбции органических соединений, поскольку именно они выступают основными реакционными центрами, обеспечивающими взаимодействие с функциональными группами полимеров. Кроме того, в низкочастотной области спектра наблюдаются интенсивные полосы поглощения, соответствующие колебаниям связей Ti-O-Ti, характерным для кристаллической структуры оксида титана.

В спектре исходного хитозана наблюдаются характерные полосы поглощения в области $3430\text{--}3450\text{ см}^{-1}$, относящиеся к валентным колебаниям гидроксильных и аминогрупп (Baxter et al., 1992). Полосы в области $1655\text{--}1630\text{ см}^{-1}$ относятся к колебаниям амид I ($\nu(\text{C}=\text{O})$) остаточных N-ацетильных групп хитозана (Kumirska et al., 2010), тогда как сигнал около 1560 см^{-1} соответствует амид II и деформационным колебаниям N-H-групп. После закрепления хитозана на поверхности TiO₂ наблюдаются изменения положения и интенсивности указанных полос. В частности, смещение полос, относящихся к аминогруппам, свидетельствует о вовлечении атомов азота в процессы взаимодействия с поверхностными центрами оксида. Изменение интенсивности полосы N-H указывает на образование водородных связей между аминогруппами хитозана и гидроксильными группами поверхности TiO₂.

Дополнительно следует отметить, что аминогруппы хитозана способны не только участвовать в водородном связывании, но и выступать электронодонорными центрами. В результате возможно образование координационных взаимодействий между неподеленной электронной парой атома азота и поверхностными атомами титана, обладающими акцепторными свойствами. Подобный механизм хорошо согласуется с практически количественной адсорбцией хитозана, установленной вискозиметрическим методом. Вероятно, именно сочетание нескольких механизмов закрепления – электростатического взаимодействия, водородного связывания и координации – обеспечивает наиболее высокую степень иммобилизации данного полимера.

Для поли-4-винилпиридина характерны полосы поглощения, соответствующие колебаниям пиридинового кольца и связей C-N. После взаимодействия с поверхностью диоксида титана наблюдается смещение полосы C-N в область меньших волновых чисел. Подобное изменение может свидетельствовать

о перераспределении электронной плотности в пиридиновом фрагменте вследствие взаимодействия атома азота с поверхностными центрами оксида. Согласно литературным данным, подобные спектральные изменения характерны для образования протонированных форм пиридина либо поверхностных координационных комплексов.

Наличие пиридинового атома азота придает П4ВП свойства слабого полиоснования. В водной среде часть атомов азота может протонироваться с образованием катионов пиридиния, которые способны взаимодействовать с отрицательно заряженными участками поверхности TiO_2 . Одновременно непротонированные пиридиновые группы могут участвовать в донорно-акцепторных взаимодействиях с кислотными центрами поверхности оксида. Таким образом, адсорбция поли-4-винилпиридина может реализовываться по смешанному механизму, включающему как электростатические, так и координационные взаимодействия.

В спектре пектина основными диагностическими полосами являются полосы карбонильных групп сложноэфирных и карбоксильных фрагментов. После модификации поверхности TiO_2 наблюдается изменение положения полосы C=O , что свидетельствует об участии карбоксильных групп в процессах взаимодействия с поверхностью оксида.

Известно, что карбоксильные группы способны образовывать водородные связи с поверхностными гидроксильными группами, а также участвовать в реакциях поверхностного комплексобразования.

Однако по сравнению с хитозаном и поли-4-винилпиридином спектральные изменения для пектина выражены менее значительно. Данный факт хорошо согласуется с результатами количественного определения адсорбции. Вероятно, значительная гидратация карбоксильных групп приводит к образованию устойчивой сольватной оболочки вокруг макромолекул пектина, которая препятствует их непосредственному контакту с поверхностью оксида титана. Кроме того, разветвленное строение полисахаридной цепи может создавать дополнительные стерические затруднения при адсорбции.

Сопоставление спектров всех исследованных композитов показывает, что наиболее существенные изменения наблюдаются для азотсодержащих полимеров – хитозана и поли-4-винилпиридина. Это свидетельствует о более высокой способности аминных и пиридиновых групп к взаимодействию с поверхностными центрами диоксида титана по сравнению с карбоксильными группами пектина. Полученные данные хорошо согласуются с результатами вискозиметрического анализа, согласно которым степень адсорбции уменьшается в ряду Хитозан > П4ВП > Пектин.

Таким образом, данные ИК-спектроскопии подтверждают успешное формирование гибридных полимер-оксидных композитов и свидетельствуют о непосредственном участии функциональных групп макромолекул в процессах закрепления на поверхности TiO_2 . Наблюдаемые изменения спектральных характеристик указывают на образование межфазных взаимодействий различной

природы, включая водородное связывание, электростатическое притяжение и поверхностное комплексообразование. Результаты ИК-спектроскопического исследования находятся в хорошем согласии с данными по сорбции и подтверждают определяющую роль химической природы полимера в процессах формирования композитных материалов на основе диоксида титана.

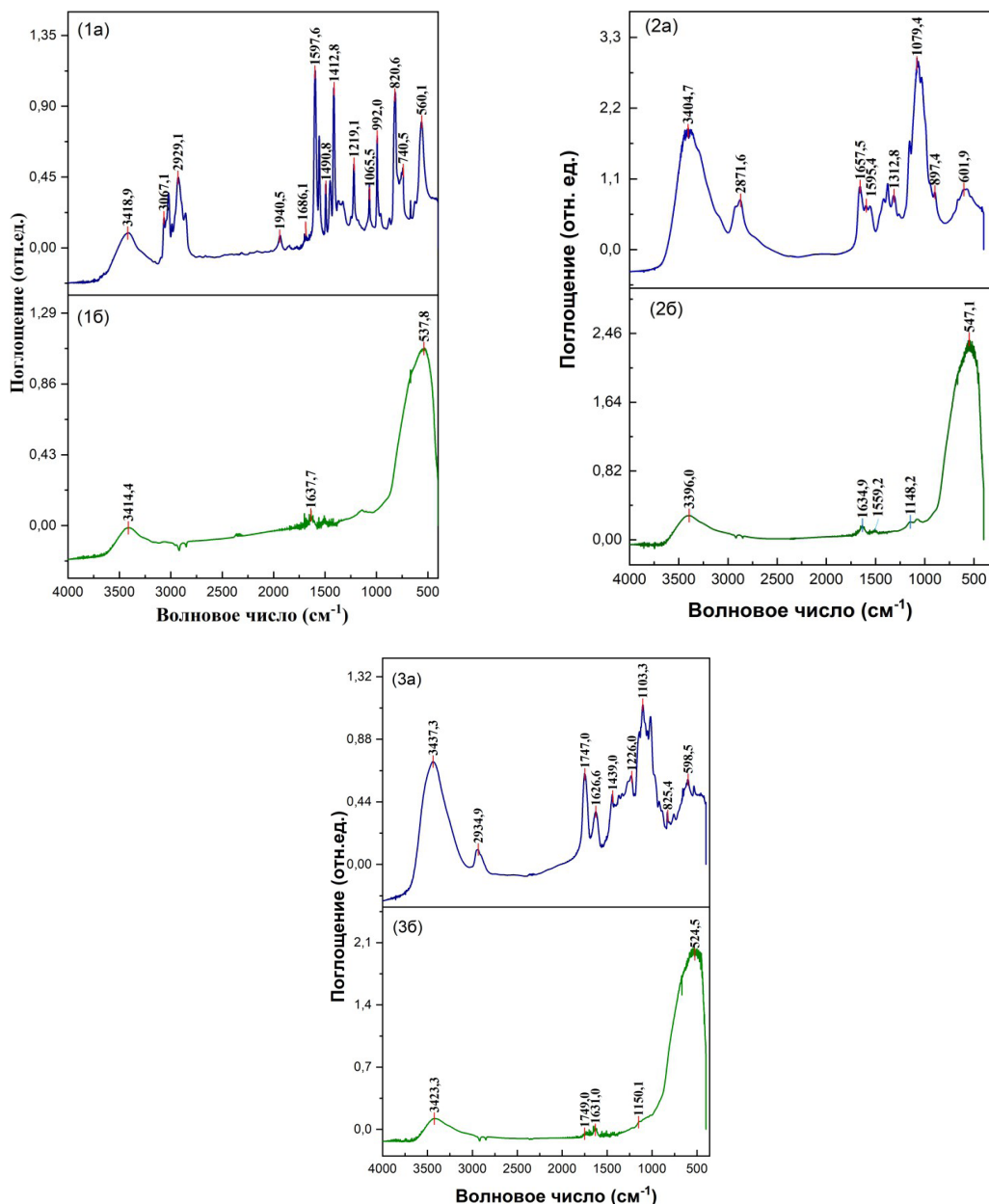
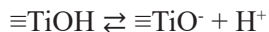
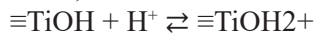


Рисунок 2 – Данные ИК спектров исследуемых образцов: (1а) П4ВП, (1б) П4ВП-TiO₂, (2а) Хит, (2б) Хит-TiO₂, (3а) Пектин, (3б) Пек-TiO₂

Полученные различия в степени адсорбции полимеров могут быть дополнительно объяснены с позиции кислотно-основных свойств поверхности TiO_2 и состояния функциональных групп макромолекул в растворе. Как известно, поверхность диоксида титана характеризуется наличием равновесий (Kartal et al., 2016):



При значениях pH, близких к точке нулевого заряда ($\text{pH}_{\text{pZC}} \approx 5-6$), поверхность содержит как положительно, так и отрицательно заряженные центры, что создает условия для адсорбции амфотерных и ионогенных соединений. В рассматриваемых условиях синтеза (водная среда, близкая к нейтральной) поверхность TiO_2 частично заряжена отрицательно, что способствует электростатическому взаимодействию с протонированными аминогруппами хитозана. Высокая степень закрепления хитозана (98,6%) может быть обусловлена тем, что при $\text{pH} < 6$ его аминогруппы находятся преимущественно в протонированной форме ($-\text{NH}_3^+$), что обеспечивает сильное электростатическое притяжение к отрицательно заряженным центрам поверхности TiO_2 . Дополнительно возможна координация через донорные атомы азота. Для поли-4-винилпиридина адсорбция также определяется протонированием пиридинового атома азота с образованием катиона пиридиния, однако меньшая плотность функциональных групп и более жесткая структура цепи ограничивают степень взаимодействия. Низкая степень закрепления пектина (30 %) может быть объяснена тем, что его карбоксильные группы при нейтральном pH находятся преимущественно в ионизированной форме ($-\text{COO}^-$), что приводит к электростатическому отталкиванию от отрицательно заряженной поверхности TiO_2 . Кроме того, значительная гидратация полисахаридной цепи и стерические факторы дополнительно снижают эффективность адсорбции. Таким образом, наблюдаемый ряд адсорбции: Хитозан > П4ВП > Пектин обусловлен сочетанием электростатических взаимодействий, кислотно-основных свойств функциональных групп и структурных особенностей макромолекул.

Следует отметить, что выявленные различия в степени закрепления полимеров могут оказывать непосредственное влияние на физико-химические свойства формируемых композитов. Высокая степень иммобилизации хитозана обеспечивает образование развитого поверхностного слоя с большим количеством аминогрупп, способных участвовать в сорбции ионов металлов и органических соединений. В случае поли-4-винилпиридина наличие пиридиновых групп может способствовать формированию дополнительных координационных центров и повышать комплексообразующую способность материала. Несмотря на более низкую степень адсорбции пектина, наличие карбоксильных групп создает возможности для дальнейшей химической модификации поверхности и формирования композитов с регулируемыми кислотно-основными и сорбционными характеристиками. Таким образом, выбор полимерного модификатора позволяет целенаправленно регулировать функциональные свойства гибридных материалов на основе диоксида титана.

Заключение. Таким образом, полученные данные свидетельствуют о перспективности использования диоксида титана в качестве универсальной матрицы для иммобилизации полимеров различной природы. Выявленные закономерности взаимодействия могут служить основой для разработки новых сорбционных и каталитических материалов с регулируемыми поверхностными свойствами. Практическая значимость работы заключается в возможности целенаправленного выбора полимерного модификатора в зависимости от предлагаемой области применения композита, включая очистку водных сред, создание функциональных покрытий и получение материалов медицинского назначения.

В работе исследованы сорбционные свойства диоксида титана по отношению к полимерным модификаторам различной химической природы – хитозану, пектину и поли-4-винилпиридину. Установлено, что эффективность закрепления полимеров на поверхности TiO_2 определяется совокупностью факторов, включающих природу функциональных групп, степень их ионизации в растворе, особенности строения макромолекулярной цепи и кислотно-основные свойства поверхности оксида. Установленные закономерности согласуются с литературными представлениями о механизмах адсорбции.

Методом вискозиметрии показано, что максимальной степенью адсорбции характеризуется хитозан (98,6 %), тогда как для поли-4-винилпиридина и пектина данный показатель составляет 80,3 % и 30 % соответственно. Полученный ряд адсорбции Хитозан

> П4ВП > Пектин свидетельствует о существенной роли азотсодержащих функциональных групп в процессах взаимодействия с поверхностью диоксида титана. Результаты ИК-спектроскопических исследований подтверждают участие аминогрупп хитозана, пиридиновых фрагментов поли-4-винилпиридина и карбоксильных групп пектина в формировании межфазных взаимодействий с поверхностными центрами TiO_2 .

Показано, что высокая эффективность закрепления хитозана обусловлена сочетанием электростатического притяжения протонированных аминогрупп к поверхности оксида и возможностью образования дополнительных координационных взаимодействий. Для поли-4-винилпиридина важную роль играет протонирование атома азота пиридинового кольца, тогда как для пектина значительное влияние оказывают процессы гидратации карбоксильных групп и стерические ограничения.

Полученные результаты расширяют представления о механизмах взаимодействия полимеров различной природы с поверхностью диоксида титана и могут быть использованы при разработке новых гибридных органико-неорганических материалов для сорбционных, каталитических, мембранных и биомедицинских применений. Установленные закономерности могут служить основой для рационального выбора полимерных модификаторов при создании функциональных композитов с регулируемыми поверхностными характеристиками.

References

- Zhang H., Banfield J.F. (2014) Structural Characteristics and Mechanical and Thermodynamic Properties of Nanocrystalline TiO₂. *Chem. Rev.*, 19:9613–9644. <https://doi.org/10.1021/cr500072j> (in Eng.).
- Zhang H., Chen G., Bahnemann D. (2009) Photoelectrocatalytic Materials for Environmental Applications. *Journal of Materials Chemistry*, 19:5089–5121. <https://doi.org/10.1039/B821991E> (in Eng.).
- Kartal Temel N., Gürkan R., Ayan F. (2016) Photocatalytic TiO₂-catalyzed degradation of bromophenol blue-mediated Mo(VI)-peroxo complexes in the presence of SDS. *Desalination and Water Treatment*, 57:21083–21090. <https://doi.org/10.1080/19443994.2015.1111813> (in Eng.).
- Dahl M., Liu Y., Yin Y. (2014) Composite Titanium Dioxide Nanomaterials. *Chemical Reviews*, 114(19):9853–9889. <https://doi.org/10.1021/cr400634p> (in Eng.).
- Haghighi F.H., Mercurio M., Cerra S., Salamone T.A., Bianymotlagh R., Palocci C., Romano Spica V., Fratoddi I. (2023) Surface modification of TiO₂ nanoparticles with organic molecules and their biological applications. *Journal of Materials Chemistry B*, 11:2334–2366. <https://doi.org/10.1039/D2TB02576K> (in Eng.).
- Kickelbick G. (2007) Introduction to Hybrid Materials. *Hybrid Materials: Synthesis, Characterization, and Applications*, pp.1 – 48. DOI:10.1002/9783527610495.ch1 (in Eng.).
- González García Á., Nagelkerke M.M.B., Tuinier R., Vis M. (2019) Polymer-mediated colloidal stability: on the transition between adsorption and depletion. *Adv Colloid Interface Sci.*, 275:102077. doi: 10.1016/j.cis.2019.102077. (in Eng.).
- Schubert J., Chanana M. (2019) Coating Matters: Review on Colloidal Stability of Nanoparticles with Biocompatible Coatings in Biological Media, Living Cells and Organisms. *Curr Med Chem.*, 25(35):4556–4586. doi: 10.2174/0929867325666180601101859 (in Eng.).
- Hiemstra T., Van Riemsdijk W.H. (1996) A Surface Structural Approach to Ion Adsorption: The Charge Distribution (CD) Model. *Journal of Colloid and Interface Science*, 179(2): 488–508. DOI: 10.1006/jcis.1996.0242 (in Eng.).
- Rinaudo M. (2006) Chitin and chitosan: Properties and applications. *Progress in Polymer Science*, 31(7):603–632. 10.1016/j.progpolymsci.2006.06.001 (in Eng.).
- Sriamornsak P. (2003) Chemistry of pectin and its pharmaceutical uses: A review. 206–228. https://www.researchgate.net/publication/215872059_Chemistry_of_pectin_and_its_pharmaceutical_uses_A_review (in Eng.).
- Mavronasou K., Zamboulis A., Klonos P., Kyritsis A., Bikiaris D., Papadakis R., Deligkiozi I. (2022) Poly (vinyl pyridine) and Its Quaternized Derivatives: Understanding Their Solvation and Solid State Properties. *Polymers*, 14(4):804. <https://doi.org/10.3390/polym14040804> (in Eng.).
- Vakili M., Rafatullah M., Salamatinia B., Abdullah A.Z., Ibrahim M.H., Tan K.B., Gholami Z., Amouzgar P. (2014) Application of chitosan and its derivatives as adsorbents for dye removal from water and wastewater: a review. *Carbohydrate Polymers*, 113:115–130. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.07.007> (in Eng.).
- Ahmed S., Ikram S. (2015) Chitosan & its derivatives: A review in recent innovations. *International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research*, 6:14–30. [https://doi.org/10.13040/IJPSR.0975-8232.6\(1\)](https://doi.org/10.13040/IJPSR.0975-8232.6(1)) (in Eng.).
- Xiao S.-T., Wu S.-M., Dong Y., Liu J.-W., Wang L.-Y., Wu L., Zhang Y.-X., Tian G., Janiak C., Shalom M., Wang Y.-T., Li Y.-Z., Jia R.-K., Bahnemann D.W., Yang X.-Y. (2020) Rich surface hydroxyl design for nanostructured TiO₂ and its hole-trapping effect. *Chemical Engineering Journal*, 400:125909. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.125909> (in Eng.).
- Tortorella S., Inzalaco G., Dapporto F., Maturi M., Sambri L., Buratti V., Chiariello M., Comes-Franchini M., Locatelli E. (2021) Biocompatible Pectin-based Hybrid Hydrogels for Tissue Engineering Applications. *New Journal of Chemistry* <https://doi.org/10.1039/D1NJ04142H> (in Eng.).
- Carvalho O.Q., Nguyen H.K.K., Padavala S.K.M., Árnadóttir L., Crumlin E.J., Stoerzinger K.A. (2024) Interaction of Nitric Oxide with Late 3d Transition Metals: Dissociation and Metal Oxidation. *The Journal of Physical Chemistry C*, 128(42):18006–18017. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.4c03048> (in Eng.).

Zhou D., Ji Z., Jiang X., Dunphy D.R., Brinker J., Keller A.A. (2013) Influence of Material Properties on TiO₂ Nanoparticle Agglomeration. *PLOS ONE*, 8(11): e81239. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0081239> (in Eng.).

Vlasova N.N., Markitan O.V. (2019) Surface Complexation Modeling of Biomolecule Adsorptions onto Titania. *Colloids and Interfaces*, 3(1):28. <https://doi.org/10.3390/colloids3010028> (in Eng.).

Socrates G. (2001) *Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies: Tables and Charts*. John Wiley & Sons Ltd. [<https://api.semanticscholar.org/CorpusID:92333066>] (<https://api.semanticscholar.org/CorpusID:92333066>) (in Eng.).

Vasconcelos H.C., Meirelles M., Özmenteş R., Korkut A.(2024) Vacuum Ultraviolet Spectroscopic Analysis of Structural Phases in TiO₂ Sol–Gel Thin Films. *Coatings* , 15(1), 19. <https://doi.org/10.3390/coatings15010019> (in Eng.).

Primet M., Pichat P., Mathieu M.V. (1971) Infrared study of the surface of titanium dioxides. I. Hydroxyl groups. *The Journal of Physical Chemistry*, 75(9):1216. <https://doi.org/10.1021/j100679a007> (in Eng.).

Baxter A., Dillon M., Taylor K.D.A., Roberts G.A.F. (1992) Improved method for i.r. determination of the degree of *N*-acetylation of chitosan. *International Journal of Biological Macromolecules*, 14(3):166-169. 10.1016/S0141-8130(05)80007-8 (in Eng.).

Kumirska J., Czerwicka M., Kaczyński Z., Bychowska A., Brzozowski K., Thöming J., Stepnowski P. (2010) Application of Spectroscopic Methods for Structural Analysis of Chitin and Chitosan. *Mar Drugs*., 8(5):1567–1636. doi: 10.3390/md8051567 (in Eng.).

© **Imangaliyeva B.^{1*}, Arynova K.², Trenova A.¹, Kozhabay D.¹,
Azamatkyzy A.¹, 2026.**

¹Aktobe Regional University named after K. Zhubanov, Aktobe, Kazakhstan;

²Korkyt Ata Kyzylorda University, Kyzylorda, Kazakhstan.

E-mail: nur_b_70@mail.ru

PRODUCTION OF ORGANIC GLUE BASED ON FISH SCALES, STUDY OF PROPERTIES

Imangaliyeva Bazarkhan — Candidate of Pedagogical Sciences, Professor, K. Zhubanov Aktobe Regional State University, Aktobe, Kazakhstan,

E-mail: nur_b_70@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-3121-3135>;

Arynova Karima — Candidate of Pedagogical Sciences, Professor, Korkyt Ata Kyzylorda University, Kyzylorda, Kazakhstan,

E-mail: omar_erbolatt@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1186-769X>;

Trenova Arailym — Senior Lecturer, K. Zhubanov Aktobe Regional State University, Aktobe, Kazakhstan,

E-mail: atrenova@zhubanov.edu.kz, <https://orcid.org/0000-0002-2934-8321>;

Kozhabay Darkhan — K. Zhubanov Aktobe Regional University, Aktobe, Kazakhstan,

E-mail: darkhan_95.09.25kz@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0009-0797-7096>;

Azamatkyzy Ayazhan — K. Zhubanov Aktobe Regional State University, Aktobe, Kazakhstan,

E-mail: aazanazamatkyzy@gmail.com, <https://orcid.org/0009-0002-1779-9085>.

Abstract. The article examines the rational utilization of fish scales, a collagen-rich secondary raw material that poses an environmental problem in the fish processing industry, by converting them into a high-value, eco-friendly product. The aim of the research is to scientifically substantiate a technology for producing natural organic glue suitable for industrial use from fish scale waste through simple and environmentally safe methods of thermal denaturation and hydrolysis. The experimental work included purification of the raw material, collagen denaturation by boiling, filtration, and drying. The physicochemical properties of the obtained glue were analyzed. The pH value was determined, peptide bonds were confirmed by the Biuret reaction, and collagen functional groups were identified using reactions with ferric (III) chloride and silver nitrate. As a result, both liquid glue and dry glue with extended shelf life were obtained. The dry glue demonstrated thermoplastic properties, fully restoring its adhesive capacity after heating or moistening. Furthermore, the adhesive properties of the obtained organic glue were tested on paper and fabric materials. Experimental results showed that the adhesion strength of a mixture of natural fish scale glue with synthetic

PVA (polyvinyl acetate) glue in a 2:1 ratio significantly increased, reaching the level of industrial analogs. In conclusion, the proposed technology allows for reducing the environmental load, replacing synthetic glues with a biodegradable natural alternative, and practically implementing the principles of the "green economy." This work proves that fish scales are not merely waste but an economically viable raw material.

Keywords: fish scales, collagen, organic glue, gluten, thermal denaturation, adhesion, green economy, waste-free technology, PVA

For citations: Imangaliyeva B., Arynova K., Trenova A., Kozhabay D., Azamatkyzy A. Production of organic glue based on fish scales, study of properties. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. — P. 161-175. DOI <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.370>

© Имангалиева Б.^{1*}, Арынова К.², Тренова А.¹, Қожабай Д.¹,
Азаматқызы А.¹, 2026.

¹Қ. Жұбанов атындағы Ақтөбе өңірлік университеті, Ақтөбе, Қазақстан;

²Қорқыт Ата атындағы Қызылорда университеті, Қызылорда, Қазақстан.

E-mail: nur_b_70@mail.ru

БАЛЫҚ ҚАБЫРШАҒЫ НЕГІЗІНДЕ ОРГАНИКАЛЫҚ ЖЕЛІМ АЛУ, ҚАСИЕТТЕРІН ЗЕРТТЕУ

Имангалиева Базархан — педагогика ғылымдарының кандидаты, профессор, Қ. Жұбанов атындағы Ақтөбе өңірлік университеті, Ақтөбе, Қазақстан,
E-mail: nur_b_70@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-3121-3135>;

Арынова Карима — педагогика ғылымдарының кандидаты, профессор, Қорқыт Ата атындағы Қызылорда университеті, Қызылорда, Қазақстан,
E-mail: omar_erbolat@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1186-769X>;

Тренова Арайлым — аға оқытушы, Қ. Жұбанов атындағы Ақтөбе өңірлік университеті, Ақтөбе, Қазақстан,
E-mail: atrenova@zhubanov.edu.kz, <https://orcid.org/0000-0002-2934-8321>;

Қожабай Дархан — Қ. Жұбанов атындағы Ақтөбе өңірлік университеті, Ақтөбе, Қазақстан,
E-mail: darkhan_95.09.25kz@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0009-0797-7096>;

Азаматқызы Аяжан — Қ. Жұбанов атындағы Ақтөбе өңірлік мемлекеттік университеті, Ақтөбе, Қазақстан,
E-mail: aazanazamatkyzy@gmail.com, <https://orcid.org/0009-0002-1779-9085>.

Аннотация. Мақалада балық өңдеу өнеркәсібінің өзекті экологиялық мәселелерінің бірі – коллагенге бай екінші реттік шикізат болып табылатын балық қабыршағын тиімді кәдеге жарату және оны жоғары құндылыққа ие экологиялық таза өнімге айналдыру жолдары қарастырылған. Зерттеу жұмысының негізгі мақсаты – қалдық ретінде тасталатын балық қабыршағынан қарапайым әрі экологиялық қауіпсіз термиялық денатурация және гидролиз әдістерін қолдана отырып, өндірісте қолдануға жарамды табиғи органикалық желім (глютин) алу технологиясын ғылыми тұрғыда негіздеу болып табылады. Тәжірибелік бөлімде шикізатты тазарту, қайнату арқылы коллагенді денатурациялау, сүзу және кептіру

кезеңдерін қамтитын желімалу процесі жүзеге асырылды. Алынған өнімнің сапалық құрамы мен қасиеттері арнайы физикалық-химиялық әдістермен зерттелді. Атап айтқанда, желімнің рН көрсеткіші (7,5–9,0 аралығы), биурет реакциясы арқылы пептидтік байланыстардың болуы, сондай-ақ темір (III) хлориді және күміс нитратымен реакциялар арқылы коллагеннің функционалдық топтары расталды. Зерттеу нәтижесінде сұйық және ұзақ мерзімге сақтауға болатын құрғақ желім үлгілері алынды. Құрғақ желімнің ерекшелігі – оның термопластикалық қасиеті, яғни қыздыру немесе ылғалдандыру кезінде жабысқақтық қабілетін толық қалпына келтіруі. Сонымен қатар, алынған органикалық желімнің адгезиялық (жабысу) қасиеттері қағаз және мата материалдарында сыналды. Тәжірибе нәтижелері балық қабыршағынан алынған табиғи желімнің синтетикалық ПВА (поливинилацетат) желімімен 2:1 қатынасындағы қоспасының жабысу беріктігі айтарлықтай жоғарылап, өнеркәсіптік аналогтар деңгейіне жеткенін көрсетті. Қорытындылай келе, ұсынылып отырған технология қоршаған ортаға түсетін жүктемені азайтуға, синтетикалық желімдерді биологиялық ыдырайтын табиғи баламамен алмастыруға және «жасыл экономика» қағидаттарын нақты іске асыруға мүмкіндік береді. Бұл жұмыс балық қабыршағының жай ғана қалдық емес, экономикалық тиімді шикізат екенін дәлелдейді.

Түйін сөдер: балық қабыршағы, коллаген, органикалық желім, глютин, термиялық денатурация, адгезия, жасыл экономика, қалдықсыз технология, ПВА

© Имангалиева Б. ^{1*}, Арынова К. ², Тренова А. ¹, Қожабай Д. ¹,
Азаматқызы А. ¹, 2026.

¹Актюбинский региональный университет имени К. Жубанова,
Актобе, Казахстан,

²Кызылординский университет имени Коркыт Ата, Кызылорда, Казахстан.
E-mail: nur_b_70@mail.ru

ПОЛУЧЕНИЕ ОРГАНИЧЕСКОГО КЛЕЯ НА ОСНОВЕ РЫБНОЙ ЧЕШУИ, ИЗУЧЕНИЕ СВОЙСТВ

Имангалиева Базархан — кандидат педагогических наук, профессор, Актюбинский региональный университет имени К. Жубанова, Актобе, Казахстан,
E-mail: nur_b_70@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-3121-3135>;

Арынова Карима — кандидат педагогических наук, профессор, Кызылординский университет имени Коркыт Ата, Кызылорда, Казахстан,
E-mail: omar_erbolatt@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1186-769X>;

Тренова Арайлым — старший преподаватель, Актюбинский региональный университет имени К. Жубанова, Актобе, Казахстан,
E-mail: atrenova@zhubanov.edu.kz, <https://orcid.org/0000-0002-2934-8321>;

Қожабай Дархан — Актюбинский региональный университет имени К. Жубанова, Актобе, Казахстан,
E-mail: darkhan_95.09.25kz@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0009-0797-7096>;

Азаматқызы Аяжан — Актюбинский региональный университет имени К. Жубанова, Актобе, Казахстан,
E-mail: aazanazamatkyzy@gmail.com, <https://orcid.org/0009-0002-1779-9085>.

Аннотация: В статье рассмотрены возможности эффективной утилизации рыбной чешуи, являющейся вторичным сырьём рыбоперерабатывающей промышленности и богатой коллагеном. Актуальность исследования обусловлена необходимостью переработки биологических отходов и получения экологически безопасных материалов с высокой добавленной стоимостью. Цель работы заключается в научном обосновании технологии получения природного органического клея (глютина) из рыбной чешуи с использованием простых и экологически безопасных методов термической денатурации и гидролиза. В экспериментальной части исследования осуществлён процесс получения клея, включающий стадии предварительной очистки сырья, термической денатурации коллагена, фильтрации и сушки. Физико-химическими методами изучены состав и свойства полученного продукта. Установлены значения pH клея в диапазоне 7,5–9,0, подтверждено наличие пептидных связей с помощью биуретовой реакции, а также идентифицированы функциональные группы коллагена посредством реакций с хлоридом железа (III) и нитратом серебра. В результате исследования получены образцы жидкого и сухого клея, пригодные для длительного хранения. Установлено, что сухой клей обладает термопластическими свойствами и способен восстанавливать клеящую способность при увлажнении или нагревании. Адгезионные свойства полученного продукта были исследованы на бумажных и текстильных материалах. Показано, что смесь натурального клея из рыбной чешуи с поливинилацетатным клеем (ПВА) в соотношении 2:1 обеспечивает повышение прочности склеивания и позволяет достичь характеристик, сопоставимых с промышленными аналогами. Полученные результаты свидетельствуют о возможности использования рыбной чешуи в качестве ценного сырья для производства биоразлагаемых клеевых материалов. Предлагаемая технология способствует снижению экологической нагрузки и соответствует принципам «зелёной экономики» и безотходного производства.

Ключевые слова: рыбная чешуя, коллаген, органический клей, глютин, термическая денатурация, адгезия, биоразлагаемые материалы, зелёная экономика, безотходные технологии, поливинилацетат

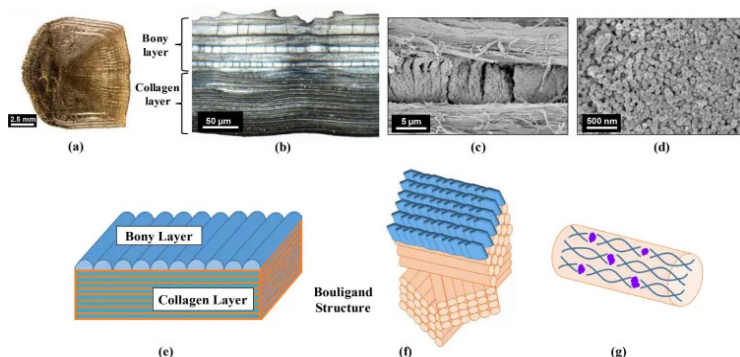
Кіріспе. Қазіргі заманғы экологиялық күн тәртібінде өндірістік қалдықтарды тиімді басқару, қайта өңдеу және «жасыл экономика» қағидаттарына көшу мәселесі басты назарда. Балық өңдеу өнеркәсібі бұл тұрғыда ерекше орын алады, себебі шикізаттың айтарлықтай бөлігі (жалпы салмағының шамамен 30%-ы) тағамға жарамсыз қалдықтарға айналады. Бұл қалдықтардың құрамында балық қабыршағының үлесі 2,0–9,7%-ды құрайды (Иванова и Якубова, 2013). Балық қабыршағы – құрамында жоғары пайызды коллаген ақуызы бар бағалы шикізат, алайда көптеген кәсіпорындар оны өңдеусіз тастайды. Мұндай әрекеттер тек қоршаған ортаға жүктеме түсіріп қана қоймай, санитарлық нормаларды бұзу қаупін тудырады.

Аталған экологиялық және экономикалық мәселені шешудің тиімді жолы – қабыршақтағы коллагенді гидролиз және термиялық денатурация әдістері арқылы

табиғи органикалық желімге (глутин) айналдыру болып табылады. Балық желімі (ихтиокол немесе глутин) тарихта ежелден, яғни б.з.д. 2000 жылдардан бастап, Египеттен табылған артефактілерде қолданылғаны белгілі. Ол дәстүрлі түрде ағаш өңдеуде, музыкалық аспаптар жасауда, сондай-ақ көркем туындыларды реставрациялауда қолданылған, өйткені ол сүйек пен тері желімдеріне қарағанда әлдеқайда қауіпсіз және қайтымды болып саналады (The Book and Paper Group of the American Institute for Conservation, n.d.).

Алайда, қазіргі нарықта жоғары сапалы балық желімдерінің көбінесе шет елдерден импортталуы оның құнын арттырып, отандық өндірісте қолданылуын шектейді. Сондықтан, отандық шикізат базасын қолдана отырып, қалдықтардан жоғары сапалы, бәсекеге қабілетті желім өндіру технологиясын әзірлеу өзекті ғылыми және өндірістік міндет болып табылады. Зерттеу жұмысының негізгі мақсаты – балық қабыршағынан қарапайым термиялық денатурация әдісі арқылы табиғи органикалық желім әзірлеу, сондай-ақ алынған өнімнің физикалық-химиялық және адгезиялық қасиеттерін жан-жақты зерттеу. Осылайша, зерттеу балық өңдеу қалдықтарын тиімді пайдалану арқылы өндірістік шығындарды азайтуға және нарықты биологиялық ыдырайтын, қауіпсіз желіммен қамтамасыз етуге айтарлықтай үлес қосады.

Материалдар мен әдістер. Зерттеудің негізгі шикізаты ретінде Ақтөбе аймағындағы балық өңдеу орындарынан жиналған тұщы су балықтарының аралас қабыршақтары қолданылды. Қабыршақ – балық денесін қорғаушы табиғи құрылым болып табылады, ол қатты, бірақ икемді қасиеттерімен ерекшеленеді. Оның құрылымында органикалық және бейорганикалық компоненттер үйлесімі бар. Қабыршақтың сыртқы қабаты қатты, минералданған беткі қабаттан тұрса, ішкі қабаты негізінен I типтегі коллаген талшықтарынан құралған. Бұл коллаген талшықтары геликоид тәрізді орналасып, қабыршаққа икемділік және механикалық беріктік береді (Ruyi Ji, 2026), (1-сурет).



Сурет 1 — Жолақты лаврак балығының қабыршағы:

а-балық қабыршағы; б-бір қабыршақтың көлденең қимасы, сүйек және коллаген қабаттарымен; с-коллаген талшықтарының көлденең-қабатталған құрылымы; d-коллаген фибрилдері; е-сүйек және коллаген қабаттарының схемалық бейнелері; f-коллаген талшықтары Булиган үлгісінде орналасқан; g-бір фибрилдің құрамдастары НАР (гидроксипатит) нанобөлшектерімен

Химиялық құрамына келетін болсақ, басым органикалық компонент коллаген болып табылады, сондай-ақ, оның термиялық гидролизі арқылы алынатын желатин және полисахаридтік құрылым – хитин кездеседі. Бейорганикалық компоненттердің негізі – қабыршаққа қаттылық беретін гидроксипатит ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) (Rawat, Zhu, Rahman, & Barthelat, 2020).

Коллаген – жануарлар организміндегі ең кең таралған фибриллярлы нәруыз, ол үш α -тізбектен тұратын оңға бұралған үштік спираль түрінде болады (Потехина, 2016). Физикалық тұрғыдан коллаген суда ерімейді. 40–45 °C-тан жоғары температурада қыздыру әсерінен оның үштік спираль құрылымы бұзылып, денатурация және гидролиз арқылы желатин (глютин) түзіледі – бұл табиғи желімнің негізі.

Балық қабыршағынан желім алу

Тәжірибе мақсаты – балық қабыршағындағы коллагенді пайдаланып, қарапайым термиялық денатурация әдісі арқылы сұйық және құрғақ күйдегі табиғи желімді алу.

Желімді алу процесі балық қабыршағын бастапқы өңдеуден басталды. Шикізат ретінде алынған қабыршақтардан алдымен шырыш, май және басқа бөгде заттар алынып, таза сумен бірнеше рет мұқият жуылды (2-сурет).



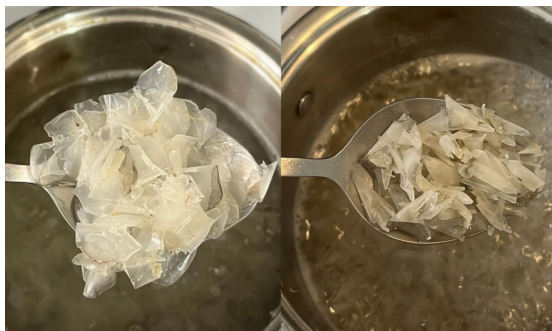
Сурет 2 — Бастапқы және тазартылған балық қабыршақтары

Тазартылған қабыршақтар эмальданған ыдысқа салынып, үстіне аздаған су құйылып, үй жағдайында 50 минуттан 1 сағатқа дейін баяу қайнатылды (3-сурет). Бұл кезең коллагенді экстракциялауға бағытталған термиялық денатурация процесі болып табылады.



Сурет 3 — Балық қабыршағын желім алу барысында қайнату процесі

Қайнату уақытында қабыршақтардың біртіндеп шиыршықтанып, көлемі кішірейіп, пішінін өзгертуі (4-сурет) – коллагеннің үштік спираль құрылымының бұзылып, нәруыздық кеңістіктік формасының өзгергенін көрсетеді.



Сурет 4 — Қайнату барысында балық қабыршағының пішінінің өзгеруі және коллагеннің денатурация процесі

Қайнату аяқталған соң алынған ыстық ерітінді марля арқылы фильтрациядан өткізіліп, бөлек ыдысқа құйылды. Салқындау кезінде сұйықтық біртіндеп тұтқыр, мөлдірлеу **гель тәрізді массаға** айналды (5-сурет) – бұл алынған балық желімі (глутин).



Сурет 5 — Сүзуден кейін алынған балық желімінің салқындау және гель түзу кезеңі

Құрғақ күйдегі желімді алу үшін алынған ерітінді жұқа қабатпен ыдыс бетіне құйылып, бөлме температурасында табиғи жолмен кептірілді, нәтижесінде қатты, мөлдір және аздап сынғыш қабыршақ түріндегі құрғақ желім алынды.

Нәтижелер мен талқылау. Кептірілген желімнің сипаттамасы: зерттеу барысында дайындалған балық желімі алдын ала сұйық күйінде ыдыс бетіне жұкалап құйылып, бөлме температурасында **5–6 сағат** бойы ашық ауада кептірілді. Нәтижесінде желімнің беті толықтай құрғап, қатты пластинка түріндегі үлгі алынды (6-сурет).



Сурет 6 — Кептірілген балық желімінің үлгісі

Кептірілген балық желімі **түссіз, иіссіз және жеңіл** болып келеді. Ол қолмен ұстағанда жұқа пластик тәрізді сезіледі және сынғыштығы жоғары. Желімнің негізгі ерекшелігі – оған сәл ылғал тиген жағдайда бірден жабысқақтық қасиетінің қайта пайда болуы. Бұл қасиет желім құрамындағы коллагеннің термопластикалық табиғатымен түсіндіріледі: гидролизденген коллаген (желатин) құрылымы суды сіңіріп, бастапқы желімдік қасиеттерін тез қалпына келтіреді.

Құрғақ желім су моншасында немесе ыстық суда қыздырылған кезде бастапқы сұйық күйіне қайта оралады және өзінің жабысқақ қасиетін толық қалпына келтіреді. Органикалық балық желімінің сұйық түрі шамамен үш күн ғана тиімді жабысқақ күйде сақталса, оны кептіру арқылы ұзақ мерзімді — жылдап сақтауға болатын тұрақты материал алу мүмкіндігі бар. Бұл қасиет балық желімін сақтау мен тасымалдауда үлкен артықшылық береді және оны түрлі өндірістік және тұрмыстық салаларда тиімді пайдалануға жол ашады.

Желімнің физикалық қасиеттерін зерттеу

Алынған балық желімінің физикалық қасиеттерін тексеру мақсаты – оның температураға, еріткіштерге сезімталдығын зерттеп, ерігіштігін, ісінгіштігін және құрылымдық өзгерістерін салыстыру болды.

Балық қабыршағынан алынған сұйық желім жартылай тұтқыр, иіссіз, сұр түсті жылтыр сұйықтық түрінде болды (7-сурет; а). Жүргізілген бақылаулар бойынша, желім төмен температурада ($-1...-2^{\circ}\text{C}$) коллоидты, желе тәріздес күйге ауысады (7-сурет; ә), яғни **гельдену** процесі жүреді. Ал жоғары температурада оның тұтқырлығы азайып, жабысқақтық қасиеті артады. Бұл коллаген негізді өнімдерге тән сипат, мұнда температура деңгейі ақуыздың молекулааралық байланыстарына тікелей әсер етеді.



Сурет 7 — Балық желімінің физикалық күйінің өзгеруі
а — сұйық ерітінді; ә — гель тәрізді масса

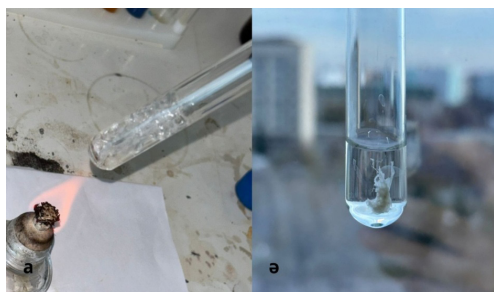
Кептірілген (қатты) желім үлгісінің ерігіштігі дистилденген су (H_2O), 96% этил спирті ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) және 1 М тұз қышқылы (HCl) орталарында зерттелді.

1. Суда (H_2O) зерттеу: Бөлме температурасында желім қиындылары суда ерімеді, бірақ біртіндеп ісінді (8-сурет; а). Қыздырылған кезде желім біртіндеп еріп, тұтқыр ерітінді түзеді (8-сурет; ә). Бұл құбылыс судың жоғары полярлы еріткіш болуымен және жылу әсерінен коллагеннің спиральді құрылымының бұзылуымен түсіндіріледі. Жылу гидрогендік байланыстарды әлсіретіп, су молекулаларының нәруыз тізбектерімен әрекеттесуіне мүмкіндік береді, нәтижесінде желім ериді.



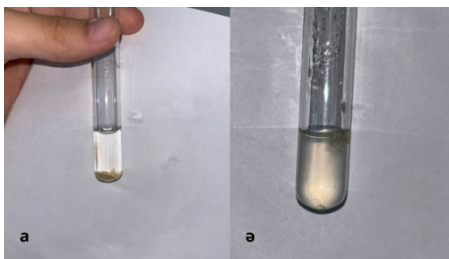
Сурет 8 — Кептірілген балық желімінің суда және қыздырғаннан кейінгі күйі
а — суда ісінген желім қиындылары; ә — қыздырғаннан кейінгі еріген және тұтқыр күйдегі желім.

2. Этанолда ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) зерттеу: Этил спиртінің ортасында бөлме температурасында да, қыздырғанда да желім ерімеді. Керісінше, қыздырған кезде желім пластинкалары шиыршықтанып жиырылып қалды (9-сурет). Себебі, этил спирті судағыдай полярлы емес және ол желім құрамындағы коллаген молекулаларын сусыздандырады, яғни су молекулаларын байланыстан босатып, коллагеннің жиырылуына және пішінінің өзгеруіне әкеледі.



Сурет 9 — Этанолда қыздырғаннан кейінгі балық желімінің құрылымдық өзгерісі

3. Тұз қышқылында (HCl) зерттеу: тұз қышқылының 1 М ерітіндісінде бөлме температурасында желім үлгісі тез ісінді (10-сурет; а). Ал қыздырғанда үлгі лезде еріп кетті (10-сурет; ә). Қышқыл ортада коллаген молекулаларының пептидтік және молекулааралық байланыстары бұзылып, құрылымы әлсірейді, бұл желімнің тез еруіне әсер етеді.



Сурет 10 — Тұз қышқылында балық желімінің ісінуі және қыздырғаннан кейінгі еруі
 а — тұз қышқылында ісінген балық желімінің қиындылары;
 э — қыздырғаннан кейін еріген желім

Жалпы зерттеу нәтижелері балық желімінің гидрофильді табиғатын растайды. Желім полярлы еріткіштерде (су, HCl) температура әсерінен ериді, ал полярлығы төмен еріткіште (этанол) сусызданады және құрылымы өзгереді. Бұл деректер желімнің негізі коллаген екендігін және оның қолдану аясын анықтауға мүмкіндік береді.

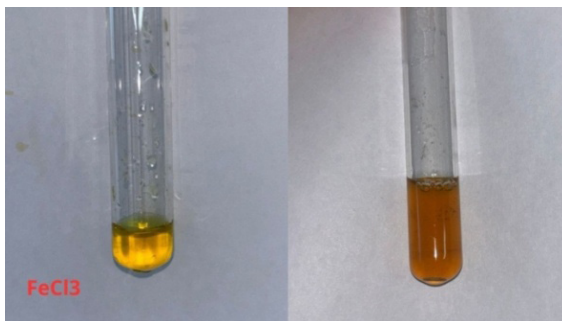
Желімнің химиялық қасиеттерін зерттеу

Желім үлгісінің рН көрсеткіші 7,5 болды. Бұл алынған глютин ерітіндісінің бейтарапқа жақын, әлсіз сілтілік ортаға жататынын көрсетеді. Кальций гидроксиді ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) қосылған үлгіде рН көрсеткіші 9-ға дейін өсті.

Бұл $\text{Ca}(\text{OH})_2 \rightarrow \text{Ca}^{2+} + 2\text{OH}^-$ реакциясы арқылы ерітіндідегі гидроксид-иондарының (OH^-) концентрациясының артуынан ортаның сілтілік сипаты күшейтілгенін дәлелдейді.

Коллагеннің сапалық реакциялары Глютиннің нәруызды табиғатын және оның құрамындағы функционалдық топтарды дәлелдеу үшін металл катиондарымен сапалық реакциялар жүргізілді.

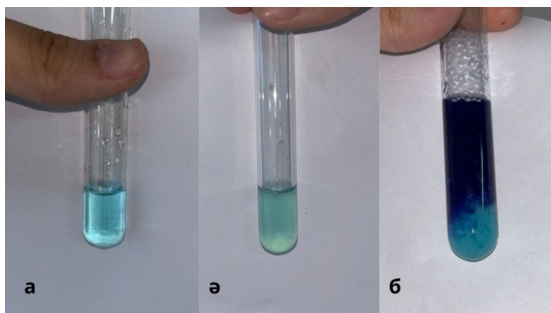
1. Темір (III) хлоридімен (FeCl_3) реакция: Желімге FeCl_3 ерітіндісін тамызғанда қоңыр түсті қосылыс түзілді (11-сурет). Бұл комплексті қосылыс түзілу реакциясы коллаген құрамындағы тирозиннің фенолдық тобының ($\text{Ar}-\text{OH}$) Fe^{3+} ионымен әрекеттесіп, түсті координациялық комплекс түзгенін көрсетеді. Реакция теңдеуі: $6 \text{Ar}-\text{OH} + \text{FeCl}_3 \rightarrow [\text{Fe}(\text{Ar}-\text{O})_6]^{3-} + 3\text{H}^+ + 3\text{Cl}^-$



Сурет 11 — Балық желімінің темір (III) хлоридімен әрекеттесуі

2. Мыс сульфатының (CuSO_4) сілтілік ортадағы әрекеттесуі (Биурет реакциясы): Желімге NaOH ерітіндісі қосылғаннан кейін CuSO_4 ерітіндісімен әрекеттескен сұйықтық қанық көк түске айналып, іркілдек масса түзілді (12-сурет). Бұл Биурет реакциясының оң нәтижесі болып табылады және глютиннің полипептидтік тізбектерден тұратындығын, яғни пептидтік байланыстардың ($-\text{CO}-\text{NH}$) бар екенін дәлелдейді

Реакция тендеулері: $\text{CuSO}_4 + 2\text{NaOH} \rightarrow \text{Cu}(\text{OH})_2\downarrow + \text{Na}_2\text{SO}_4$
 $2\text{R}-\text{CONH}-\text{R}' + \text{Cu}(\text{OH})_2 \rightarrow [\text{Cu}(\text{R}-\text{CONH}-\text{R}')_2] + 2\text{H}_2\text{O}$



Сурет 12 — Балық желімінің мыс сульфатымен және сілтілік ортамен әрекеттесуі
 а — CuSO_4 ерітіндісі; ә — CuSO_4 мен балық желімінің араласқан ерітіндісі; б — NaOH қосылғаннан кейін түзілген іркілдек (тұтқыр) масса

3. Күміс нитратымен (AgNO_3) әрекеттесуі (тотықсыздандырғыш қасиет): Желімге AgNO_3 ерітіндісі қосылғанда бастапқыда өзгеріс байқалмағанымен, біраз уақыт өткен соң пробирка түбінде қара тұнба (AgI) түзілді. Бұл — тотығу-тотықсыздану реакциясы. Ол глютин құрамында гидролиз нәтижесінде пайда болған тотықсыздандырғыш топтардың бар екенін көрсетеді.

Жүргізілген химиялық зерттеулер балық желімінің әлсіз сілтілік ортаға жататынын және $\text{Ca}(\text{OH})_2$ қосылғанда оның жабысқақтық қасиетінің өзгеретінін көрсетті. Fe^{3+} , Cu^{2+} және Ag^+ иондарымен жүргізілген сапалық реакциялар коллагендегі фенолдық топтардың, пептидтік байланыстардың және редукциялық қасиетке ие топтардың бар екенін дәлелдеді. Осылайша, желімнің химиялық қасиеттері оның нәруызды табиғатын толық растады.

Желімнің адгезиялық қасиеттерін зерттеу:

Желімдердің адгезиялық (жабысқақтық) қасиеттерін салыстырмалы түрде бағалау үшін үш түрлі желім үлгісі зерттелді:

1. балық желімі (табиғи органикалық компонент),
2. поливинилацетат (ПВА) желімі (синтетикалық полимер),
3. балық желімі мен ПВА желімінің 2:1 массалық қатынастағы қоспасы.

Зерттеу барысында үлгілердің әртүрлі материалдармен байланыс түзу қабілеті, жыртылуға қарсы тұруы және адгезиялық беріктігі бақылау әдісі арқылы бағаланды.

Зерттеу нәтижелері

Балық желімі: табиғи коллаген негізіндегі желім синтетикалық желімдермен салыстырғанда адгезиялық беріктігі төмендеу болғанымен, қағаз, картон сияқты жұмсақ және кеуекті материалдарда жеткілікті деңгейде жабысу қасиетін көрсетті. Бұл органикалық желімнің табиғи байланыс түзу механизмімен түсіндіріледі.

ПВА желімі: синтетикалық полимер ретінде ПВА жоғары адгезиялық қасиет танытты. Ол қатты, тегіс және кеуекті емес беттерде де мықты байланыс түзе алды. ПВА молекулаларының полимерлік тізбектері материал бетімен тиімді әрекеттесіп, жоғары беріктік беретінін көрсетті.

Балық желімі мен ПВА қоспасы (2:1): қоспа үлгісі екі компоненттің оң қасиеттерін біріктірді. Желімнің иілімділігі, беріктігі және байланыс сапасы артты. Қағаз және мата сияқты материалдарда бекітілген үлгілердің ажыратылуы қиын болып, жыртылған қағаздардың беріктігі жоғары деңгейде сақталғаны байқалды. Бұл табиғи желімнің құрылымына ПВА енгізу оның адгезиялық қасиеттерін жақсартатынын дәлелдейді.

Балық желімінің ең маңызды тұтынушылық қасиеттері - оның жабысқақ қасиеттері, яғни жанасатын әртүрлі заттардың беттері арасындағы молекулалық өзара әрекеттесу. Адгезия дәрежесі әртүрлі материалдар арасындағы байланыс дәрежесін және өнім беттерінде қорғаныш, сәндік және басқа да полимерлі жабындардың пайда болуын анықтайды. Балық терісі желімінің адгезия беріктігі 1174,0-ден 1960,0 Н/м-ге дейін, ал балық қабыршағы желімінікі 1960,0 Н/м құрайды (Иванова и Якубова, 2013).

Жүргізілген зерттеу нәтижелері балық желімінің жұмсақ материалдар үшін жеткілікті адгезия беретінін, алайда ПВА желімінің жабысу беріктігі әлдеқайда жоғары екенін көрсетті. Балық желімі мен ПВА қоспасы (2:1) синтетикалық желімге жақын адгезиялық қасиет көрсетіп, байланыс беріктігін арттырды. Бұл табиғи желімді өндірістік мақсатта қолдануға бейімдеудің тиімді тәсілі болып табылады.

Талқылау. Жүргізілген эксперименттік зерттеу нәтижесінде балық қабыршағындағы коллаген гидролиз (қайнату) арқылы желатинге (глютинге) айналып, экологиялық таза органикалық желім ретінде алынды. Бұл процесс балық өңдеу қалдықтарын тиімді пайдалануға негізделген, қалдықсыз технологияның нақты үлгісі болып табылады. Алынған өнімнің сипаттамаларына сәйкес, сұйық күйдегі желім жартылай тұтқыр, иіссіз және гель тәрізді болып келеді. Құрғақ күйде – ол түссіз, жеңіл, сынғыш пластинка түрінде. Желімнің негізгі практикалық құндылығы – оның қайта белсендірілу қабілетінде: ылғал немесе қыздыру әсерінен оның жабысқақтық қасиеті толық қалпына келеді. Бұл қасиет желімнің сақталу мерзімін ұзартады: сұйық түрі тек 3 күнге дейін тиімді болса, құрғақ түрі жыл бойы ұзақ мерзімді сақтауға мүмкіндік береді.

Физикалық қасиеттерді зерттеу барысында желімнің гидрофильді сипаты расталды: ол суда қыздырғанда ериді, ал полярлығы төмен этанолда (C_2H_5OH) шиыршықтанып, құрылымы өзгереді. Төмен температурада ($-1...-2$ °C) желе күйіне өтуі және жоғары температурада жабысқақтығының артуы оның коллоидтық табиғатын көрсетеді.

Химиялық талдаулар желімнің нәруызды табиғатын толық дәлелдеді: рН деңгейі 7,5 (әлсіз сілтілік) оның бейтарап материалдармен үйлесімділігін көрсетеді. Дегенмен, $\text{Ca}(\text{OH})_2$ қосқанда рН 9,0-ға дейін ығысып, желімнің жабысқақтығы төмендегені, күшті сілтілік ортаның полимер торына кері әсер ететінін көрсетті. Биурет реакциясының оң нәтижесі глютиннің полипептидтік тізбектерден (пептидтік байланыстардан) тұратындығын растады. FeCl_3 – қоңыр комплекс, $\text{CuSO}_4 + \text{NaOH}$ – көк іркілдек және AgNO_3 – қара тұнба түзілуі желім құрамындағы фенолдық топтардың және тотықсыздандырғыш қасиетке ие топтардың бар екенін дәлелдеді.

Адгезиялық қасиеттерін бағалау нәтижесінде таза глютиннің қағазға жабысу беріктігі орташа деңгейде болды. Алайда, оны коммерциялық ПВА желімімен қоспасында (2:1) қолданғанда, жабысу күші айтарлықтай артты. Бұл нәтиже балық глютинінің табиғи қоспа ретінде немесе синтетикалық желімдердің қосалқы компоненті ретінде қолдану әлеуетін көрсетеді, бұл оның экономикалық тиімділігін арттырады.

Орындалған тәжірибені қорытындылай келе, алынған желім коллагеннің денатурациясы арқылы түзілген желатин болып табылады және оның физикалық, химиялық қасиеттері ГОСТ 11293-2017 "Желатин. Технические условия" стандартының негізгі талаптарына (еріткіште ерігіштік, рН, адгезия) сәйкес келеді. Зерттеу сапалық сипатта жүргізілгендіктен шығым есептелмесе де, өнімнің ұзақ сақталуы, қайта белсендірілуі және ПВА-мен үйлесімділігі оны өндірістік масштабтауға және күнделікті қолдануға жарамды етеді. Бұл нәтиже балық қабыршағы қалдықтарына «екінші өмір» беру мүмкіндігін тәжірибе жүзінде дәлелдеді.

Қорытынды. Орындалған зерттеу қалдық саналатын балық қабыршағынан органикалық желім алу және оның күнделікті желімдерге балама ретіндегі әлеуетін дәлелдеу мақсатын толығымен жүзеге асырды. Гипотеза толық расталды: балық қабыршағынан қарапайым термиялық денатурация әдістерімен алынған глютин күнделікті қолданыстағы желімдерден кем түспейді, оның биологиялық ыдырайтыны және балық қабыршағы сияқты қалдыққа «екінші өмір» беруге болатыны тәжірибе жүзінде көрсетілді.

Зерттеудің практикалық құндылығы зор: балық өңдеу зауыттарындағы және сауда орындарындағы күнделікті тасталынатын қабыршақ енді қалдық емес, тегін шикізат көзі болып саналады. Алынған желімнің негізгі артықшылығы – оның сақтау мерзімі мен белсендіру қасиеті. Құрғақ күйдегі желімді жылдап сақтауға болады, ал оны қыздыру немесе ылғалмен қамтамасыз ету арқылы жабысқақтық қасиетін толықтай қалпына келтіруге болады. Адгезиялық сынақтар глютиннің қағаз, мата және жұмсақ материалдарға орташа беріктік көрсеткенімен, оны ПВА желімімен қоспасында (2:1 арақатынасында) қолданғанда, қағаз беттердің ажырамайтындай мықты байланыс түзетіні анықталды.

Нәтижелер қалдықты толық қайта өңдеу арқылы балық өңдеу кәсіпорындарының экологиялық жүктемесін азайтуға және синтетикалық желім шығынын төмендетіп, құны арзан табиғи балама ұсынуға бағытталған жаңа даму

бағыттарын ашады. Органикалық таза глютин немесе ПВА + глютин гибриді желімі құрылыс, қаптама, қолөнер және үй шаруашылығы сияқты көптеген салаларда қолдануға дайын.

Болашаққа арналған негізгі ұсыныстар ретінде зауыттық деңгейде пилоттық өндіріс – балық өңдеу кәсіпорындарында глютин алу желісін сынау және өнімнің шығымын сандық өлшеу қажеттілігін атап өтуге болады. Сондай-ақ, ПВА + глютин қоспасын құрылыс немесе қаптама салаларында сынақтан өткізіп, гибриді желімді дамыту (биоыдырау қасиетін сақтау үшін глютин үлесін арттыру) ұсынылады.

Қорытындылай келе, балық қабыршағы жай ғана қалдық емес, ол – құнды шикізат. Алынған глютин қалдықтан өнімге дейінгі жолды ашып, синтетикалық желімдердің экологиялық жүктемесін азайта отырып, балық өңдеу өнеркәсібінің тұрақты дамуына нақты үлес қосады. Бұл технология қалдықты жүз пайыз қайта өңдеуге мүмкіндік беріп, циклдік экономика мен жасыл химия принциптерін нақты жүзеге асырады.

References

- Dunky M., Mittal K.L. (Eds.) (2023) Biobased adhesives: Sources, characteristics, and applications. Scrivener Publishing LLC. DOI: 10.1002/9781394175406 (in English).
- Fish Glue Analysis Report 2025: Market to grow by a CAGR of XX to 2033, driven by government incentives, popularity of virtual assistants, and strategic partnerships. (2025) Market Report Analytics. — 93 p. <https://www.marketreportanalytics.com/reports/fish-glue-165611> (in English).
- Glinka N.L. (2018) Obshchaya himiya: Uchebnoye posobie dlia studentov [General chemistry: Manual for graduate students]. Almaty: TechSmith. (in Russian).
- GOST 11293-2017. (2017) Zhelatin. Tekhnicheskyye talaparty [Gelatin. Technical requirements]. M.: Standartinform. — 12 p. (in Kazakh).
- Ivanova E.A., Yakubova O.S. (2013) Tovarovednaia harakteristika kleia, poluchaemogo iz cheshui ryb [Commodity characteristics of glue obtained from fish scales]. Vestnik Astrahanskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta. Seriya: Rybnoe hoziaistvo, 3:45–52. (in Russian).
- Ruyi Ji, Tianyang Cai, Hongwei Wang, Hongqiang Song, Qingli Xu, Yan Zhang, Ping Wang (2026) A fish-scale structured SiO₂-embedded polyvinyl alcohol composite for superior flexibility and puncture resistance, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 10.1016/j.colsurfa.2026.140333. — 742 p. (140333)
- Laidmäe I., Salum T., Sawyer E.S., Janmey P.A., Uibo R. (2010) Characterization of the biological effect of fish fibrin glue in experiments on rats: Immunological and coagulation studies. Journal of Biomedical Materials Research Part A, 93(1):29–36. DOI: 10.1002/jbm.a.32505 (in English).
- Lee S., et al. (2025) Collagen as a bio-ink for 3D printing: A critical review. Journal of Materials Chemistry B, 13(5):567–589. <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2025/tb/d4tb01060d> (in English).
- Nalinanon S., Sothornvit R., Soponronnarit S. (2011) Properties of fish gelatin and its applications in food and non-food industries. Food Hydrocolloids, 25(6):1395–1404. (in English).
- Nano Home (2023) Drywall construction in your home and VOC's: A comprehensive guide. <https://nanohome.com/blogs/news/drywall-construction-in-your-home-and-vocs-a-comprehensive-guide> (in English).
- Petukhova T. (2000) A history of fish glue as an artist's material: Applications in paper and parchment artifacts. The Book and Paper Group Annual, 19:29–45. Cornell University Library. (in English).
- Potekhina Yu.P. (2016) Struktura i funktsii kolagena [Structure and functions of collagen]. Nepreryvnoe medicinskoe obrazovanie, 4:87–99. (in Russian).
- Radzhabov O.I., Gulyamov T., Turaev A.S., Atazhanov A.Y., Buriev D.A. (2020) Izuchenie fiziko-

himicheskikh svoistv suhogo kolagena [Study of the physicochemical properties of dry collagen]. *Universum: himiia i biologiya*, 10(76):25–28. (in Russian).

Rawat P., Zhu D., Rahman M.Z., Barthelat F. (2020) Structural and mechanical properties of fish scales for the bio-inspired design of flexible body armors: A review. *Acta Biomaterialia*. — P. 121:46–67. (in English).

The marvellous bond: Animal glue and isinglass as vital waste in England, 1600–1800. (2020) *Studies in History and Philosophy of Science*, 82:76–89. Department of Science & Technology Studies, University College London. (in English).

Wang Y., et al. (2019) Study of the preparation, characterization, and sizing performance of modified collagen surface sizing agent. *BioResources*, 14(1):1234-1248. (in English).

Wills M. (2020) Isinglass; or, the many miracles of fish glue. *JSTOR Daily*. <https://daily.jstor.org/isinglass-or-the-many-miracles-of-fish-glue/> (in English).

Zhang H., Li Q., Wang L. (2020) Fish-derived collagen: Biomedical applications and advances in tissue engineering. *Materials Science & Engineering C*, 110:110674. (in English).

© **Kabdrisova A.Zh.^{1*}, Berganayeva A.E.¹, Baiburkutova M.A.²,
Sadvakas A.M.², Bekesheva K.B.³, 2026.**

¹Scientific Research Institute for New Chemical Technologies and Materials, Al-Farabi
Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan;

²JSC Scientific Center for Anti-Infectious Drugs, Almaty, Kazakhstan;

³JSC «National Holding «QazBioPharm», Astana, Kazakhstan

E-mail: zhaksais@gmail.com

MOLECULAR IODINE FROM ANTISEPTIC IODOPHORS: COMPATIBILITY WITH PHARMACEUTICAL EXCIPIENTS AND UV-VIS SPECTROSCOPIC EVALUATION

Kabdrisova Aisulu — Candidate of Chemical Sciences, Scientific Research Institute for New Chemical Technologies and Materials, Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: zhaksais@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-6562-9796>;

Berganayeva Aliya — Scientific Research Institute for New Chemical Technologies and Materials, Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: aberganayeva@bk.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1417-2992>;

Baiburkutova Marzhan — JSC Scientific Center for Anti-Infectious Drugs, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: B_Marzhan81@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4765-674X>;

Sadvakas Aigerim — JSC Scientific Center for Anti-Infectious Drugs, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: a_sadvakas@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5559-7567>;

Bekesheva Kuralay — PhD, JSC «National Holding «QazBioPharm», Astana, Kazakhstan,

E-mail: k.bekesheva@qbp-holding.kz, <https://orcid.org/0000-0001-8133-6654>.

Abstract. The development of new dosage forms is one of the most important tasks in pharmaceutical technology, especially in the creation of iodine-containing antiseptics. Iodophors exhibit high antimicrobial activity; however, their application is limited by the chemical instability of molecular iodine and its ability to participate in redox-reactions within pharmaceutical systems. Therefore, studying the influence of dosage form components on the properties of iodophors and evaluating their stability are important stages of pharmaceutical development. The aim of this study was to investigate the chemical compatibility of an iodine-containing compound with excipients used in the development of liquid and solid dosage forms and to determine the stability of the complex in aqueous media under temperature exposure. The study was carried out using UV-Vis spectroscopy by evaluating the influence of excipients on changes in the absorption spectra of the iodophor. The stability of the iodine complex

under temperature influence was investigated through changes in iodine concentration and, since the iodophor represents a dextrin complex, through changes in the content of reducing sugars. It was shown that mannitol, sorbitol, *beta*-cyclodextrin, sodium hydroxide, and Plasdone S-630 accelerate the reduction of molecular iodine within the iodine-containing complex. *Gamma*-cyclodextrin, glycerol, and citric acid demonstrated the highest chemical compatibility in aqueous media. The stability of the complex under temperature influence was confirmed: over 6 months, the content of molecular iodine decreased by 14%, while the total iodine content remained unchanged. The study demonstrates the stability of the complex under accelerated storage conditions and expands the possibilities for the use of iodophors in the development of effective and safe antiseptic drugs. The obtained results represent an important step toward the creation of new pharmaceutical formulations with improved stability and reduced toxicity.

Keywords: Iodophor, iodine, excipients, compatibility, stability, temperature

For citations: Kabdrisova A.Zh., Berganayeva A.E., Baiburkutova M.A., Sadvakas A.M., Bekesheva K.B. Molecular iodine from antiseptic iodophors: compatibility with pharmaceutical excipients and UV-Vis spectroscopic evaluation. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. — P. 176-190. DOI <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.371>

© Кабдраисова А.Ж.^{1*}, Берганаева А.Е.¹, Байбуркутова М.А.²,
Садвақас Ә.М.², Бекешева Қ.Б.³, 2026.

¹Жаңа химиялық технологиялар мен материалдар ғылыми-зерттеу институты,
Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан;

²Инфекцияға қарсы препараттар ғылыми орталығы АҚ, Алматы, Қазақстан;

³QazBioPharm ұлттық холдингі акционерлік қоғамы, Астана, Қазақстан.

E-mail: zhaksais@gmail.com

АНТИСЕПТИКАЛЫҚ ЙОДОФОРЛАРДАН АЛЫНҒАН МОЛЕКУЛАЛЫҚ ЙОД: ФАРМАЦЕВТИКАЛЫҚ ҚОСАЛҚЫ ЗАТТАРМЕН ҮЙЛЕСІМДІЛІГІН УФ-СПЕКТРОСКОПИЯ ӘДІСІМЕН ЗЕРТТЕУ

Кабдраисова Айсулу — химия ғылымдарының кандидаты, Жаңа химиялық технологиялар мен материалдар ғылыми-зерттеу институты, Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: zhaksais@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-6562-9796>;

Берганаева Алия — Жаңа химиялық технологиялар мен материалдар ғылыми-зерттеу институты, Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: aberganayeva@bk.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1417-2992>;

Байбуркутова Маржан — Инфекцияға қарсы препараттар ғылыми орталығы АҚ, Алматы, Қазақстан,

E-mail: B_Marzhan81@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4765-674X>;

Садвақас Әйгерім — Инфекцияға қарсы препараттар ғылыми орталығы АҚ, Алматы, Қазақстан,
E-mail: a_sadvakas@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5559-7567>;

Бекешева Құралай — PhD, QazBioPharm Ұлттық холдингі акционерлік қоғамы, Астана, ҚР,
E-mail: k.bekesheva@qbp-holding.kz, <https://orcid.org/0000-0001-8133-6654>.

Аннотация. Жаңа дәрілік түрлерді әзірлеу фармацевтикалық технологияның маңызды және өзекті міндеттерінің бірі болып табылады, әсіресе құрамында йод бар антисептиктерді жасау кезінде. Иодофорлар жоғары антимикробтық белсенділікке ие, алайда олардың қолданылуы молекулалық йодтың химиялық тұрақсыздығымен және дәрілік жүйелер құрамында тотығу-тотықсыздану реакцияларына түсу қабілетімен шектеледі. Осыған байланысты дәрілік түр компоненттерінің иодофор қасиеттеріне әсерін зерттеу және олардың тұрақтылығын бағалау фармацевтикалық әзірлеменің маңызды кезеңдері болып табылады. Осы зерттеудің мақсаты – құрамында йод бар қосылыстың сұйық және қатты дәрілік түрлерді әзірлеуде қолданылатын қосымша заттармен химиялық үйлесімділігін зерттеу және кешеннің су ортасында температура әсеріне тұрақтылығын анықтау. Зерттеу UV-Vis спектроскопия әдісімен жүргізіліп, қосымша заттардың иодофордың жұтылу спектрлерінің өзгеруіне әсері бағаланды. Йод кешенінің температура әсеріне тұрақтылығы йод концентрациясының өзгеруі бойынша, сондай-ақ иодофор декстринмен кешен болғандықтан, тотықсыздандырғыш қанттардың мөлшерінің өзгеруі бойынша зерттелді. Маннитол, сорбитол, *бета*-циклодекстрин, натрий гидроксиді және Plasdone S-630 йод құрамды кешендегі молекулалық йодтың тотықсыздануын жеделдететіні көрсетілді. Су ортасында ең жоғары химиялық үйлесімділік *гамма*-циклодекстрин, глицерин және лимон қышқылына тән екені анықталды. Сонымен қатар, кешеннің температура әсеріне тұрақтылығы дәлелденді: 6 ай ішінде молекулалық йод мөлшері 14 %-ға төмендегенімен, йодтың жалпы мөлшері өзгермейді. Зерттеу жеделдетілген сақтау жағдайларында кешеннің тұрақтылығын көрсетіп, тиімді әрі қауіпсіз антисептикалық препараттарды жасау кезінде иодофорларды қолдану мүмкіндіктерін кеңейтеді. Алынған нәтижелер тұрақтылығы жақсартылған және уыттылығы төмендетілген жаңа дәрілік препараттарды жасау жолындағы маңызды қадам болып табылады.

Түйін сөздер: Иодофор, йод, қосымша заттар, үйлесімділік, тұрақтылық, температура

© Кабдраисова А.Ж.^{1*}, Берганаева А.Е.¹, Байбуркутова М.А.²,
Садвакас А.М.², Бекешева К.Б.³, 2026.

¹Научно-исследовательский институт новых химических технологий и материалов, Казахский национальный университет имени Аль-Фараби, Алматы, Казахстан;

²АО «Научный центр противомикробных препаратов», Алматы, Казахстан;

³АО «Национальный холдинг «QazBioPharm», Астана, Казахстан.

E-mail: zhaksais@gmail.com

МОЛЕКУЛЯРНЫЙ ЙОД ИЗ АНТИСЕПТИЧЕСКИХ ИОДОФОРОВ: ИССЛЕДОВАНИЕ СОВМЕСТИМОСТИ С ФАРМАЦЕВТИЧЕСКИМИ ВСПОМОГАТЕЛЬНЫМИ ВЕЩЕСТВАМИ МЕТОДОМ УФ- СПЕКТРОСКОПИИ

Кабдраисова Айсулу — кандидат химических наук, научный сотрудник Научно-исследовательского института новых химических технологий и материалов Казахского национального университета имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

E-mail: zhaksais@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-6562-9796>;

Берганаева Алия — Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

E-mail: aberganayeva@bk.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1417-2992>;

Байбуркутова Маржан — АО «Научный центр противомикробных препаратов», Алматы, Казахстан,

E-mail: B_Marzhan81@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4765-674X>;

Садвакас Айгерім — АО «Научный центр противомикробных препаратов», Алматы, Казахстан,

E-mail: a_sadvakas@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5559-7567>;

Бекешева Куралай — PhD, АО «Национальный холдинг «QazBioPharm», Астана, Казахстан,

E-mail: k.bekesheva@qbp-holding.kz, <https://orcid.org/0000-0001-8133-6654>.

Аннотация. Разработка новых лекарственных форм является одной из важнейших задач фармацевтической технологии, особенно при создании йодсодержащих антисептических препаратов. Иодофоры обладают высокой антимикробной активностью, однако их применение ограничивается химической нестабильностью молекулярного йода и его способностью вступать в окислительно-восстановительные реакции в составе лекарственных систем. В связи с этим изучение влияния вспомогательных компонентов на свойства и стабильность иодофорных комплексов является важным этапом фармацевтической разработки. Целью исследования являлось изучение химической совместимости йодсодержащего комплекса со вспомогательными веществами, применяемыми при создании жидких и твёрдых лекарственных форм, а также оценка устойчивости комплекса в водной среде при различных температурных условиях. Исследование проводили методом УФ-видимой спектроскопии (UV-Vis) путём анализа изменений спектров поглощения иодофора в присутствии вспомогательных веществ. Устойчивость комплекса к температурному воздействию оценивали по изменению концентрации молекулярного йода и содержанию редуцирующих сахаров, поскольку исследуемый иодофор представляет собой комплекс йода с декстрином. Установлено, что маннитол, сорбитол, β -циклодекстрин, гидроксид

натрия и Plasdone S-630 ускоряют процессы восстановления молекулярного йода в составе комплекса. Наиболее высокой химической совместимостью в водной среде характеризовались γ -циклодекстрин, глицерин и лимонная кислота. Показано, что при ускоренном хранении в течение шести месяцев содержание молекулярного йода уменьшается на 14 %, тогда как общее содержание йода остаётся неизменным. Полученные результаты свидетельствуют о высокой стабильности исследуемого комплекса и расширяют возможности применения иодофоров при создании эффективных и безопасных антисептических препаратов. Результаты работы могут быть использованы при разработке новых лекарственных форм с улучшенной стабильностью и сниженной токсичностью.

Ключевые слова: иодофор, молекулярный йод, вспомогательные вещества, химическая совместимость, стабильность, УФ-спектроскопия, антисептические препараты, γ -циклодекстрин

Introduction. The development of new dosage forms remains one of the most important and rapidly evolving areas in pharmaceutical technology. Modern pharmaceutical research is focused not only on discovering biologically active compounds but also on improving their stability, safety, bioavailability, and therapeutic efficacy through rational formulation design. Particular attention is currently directed toward dosage forms capable of providing rapid onset of therapeutic action, accurate dosing, prolonged stability during storage, and ease of administration. In this context, the selection of suitable active substances and compatible pharmaceutical excipients plays a critical role in the successful development of effective and stable medicinal products (Nangare et al., 2021).

Among various biologically active substances, iodine-containing compounds attract considerable attention due to their pronounced antimicrobial properties. Molecular iodine exhibits broad-spectrum bactericidal, fungicidal, virucidal, and sporicidal activity and remains effective against a wide range of pathogenic microorganisms (Makhayeva et al., 2023). Unlike many conventional antimicrobial agents, iodine demonstrates a low tendency to induce microbial resistance because of its multiple mechanisms of action involving oxidation and disruption of cellular structures. For this reason, iodine-containing preparations are widely used in medicine, surgery, wound treatment, dermatology, and disinfection.

Despite their high antimicrobial efficacy, pharmaceutical applications of iodine-containing compounds remain limited by several significant disadvantages. Molecular iodine is chemically unstable in aqueous media and readily undergoes redox-transformations leading to the formation of iodides, triiodides, and other iodine-containing species. Such transformations may reduce antimicrobial activity and negatively affect the stability and shelf life of pharmaceutical formulations. In addition, aqueous iodine solutions may cause local irritation of tissues, possess an unpleasant odor, and exhibit volatility and staining properties. Furthermore, prolonged storage may result in gradual discoloration and formation of degradation products, complicating pharmaceutical formulation development.

Literary review

Iodophores have been developed as stabilized polymeric complexes capable of binding and gradually releasing molecular iodine. Iodophores improve the stability and safety profile of iodine-containing systems while preserving high antimicrobial activity. These complexes are able to maintain pronounced biocidal activity even in the presence of proteins, blood, pus, and other biological materials that often reduce the efficacy of conventional antiseptics (Wulandari et al., 2023). Recent studies have additionally confirmed the effectiveness of iodophoric systems against antibiotic-resistant microorganisms, including multidrug-resistant bacterial strains (Edis et al., 2024). Consequently, iodophores are considered promising candidates for the development of modern antimicrobial pharmaceutical formulations.

The use of elemental iodine in the form of complex compounds provides several important pharmaceutical advantages compared with conventional aqueous iodine solutions. Complexation may reduce volatility, improve storage stability, decrease irritation, and allow more controlled release of active iodine species (Moulay, 2019). In addition, incorporation of iodine into polymeric or supramolecular systems may improve physicochemical stability and facilitate the development of novel liquid, semi-solid, and solid dosage forms (Kulkarni et al., 2024; Dattilo et al., 2023; Makhayeva et al., 2022). The stability of such systems strongly depends on the nature of the complexing agent and the interactions occurring between iodine-containing species and pharmaceutical excipients.

Our previous investigations described a novel iodophor complex consisting of an aqueous dextrin-based system containing molecular iodine together with lithium, potassium, and magnesium halides (Korotetskiy et al., 2020). Dextrin was selected as the complexing polymer due to its biocompatibility, water solubility, and ability to stabilize iodine-containing species through intermolecular interactions. The developed complex demonstrated high antimicrobial activity against various pathogenic microorganisms and was additionally shown to enhance the antibiotic sensitivity of several bacterial strains, including methicillin-resistant *Staphylococcus aureus* (MRSA) (Korotetskiy et al., 2021). These findings indicate the potential pharmaceutical applicability of the developed iodophor system.

An important stage in the development of any pharmaceutical formulation is the evaluation of compatibility between the active pharmaceutical ingredient and excipients. Interactions between active compounds and excipients may influence the stability, therapeutic efficacy, dissolution behavior, appearance, and shelf life of the final dosage form. In iodine-containing systems, such interactions are especially important because many excipients may participate in oxidation–reduction reactions or alter the equilibrium between different iodine species. Therefore, compatibility studies are necessary for selecting excipients capable of preserving the stability and biological activity of iodophoric complexes during storage.

In our previous work, compatibility of the iodophor substance with excipients intended for direct compression was investigated using differential scanning calorimetry (DSC) (Kabdraisova et al., 2020). However, thermal analysis alone does not fully characterize

possible transformations occurring in aqueous systems or provide detailed information regarding changes in iodine-containing species during storage. Spectrophotometric methods, particularly UV–Vis spectroscopy, represent highly informative approaches for investigating iodophors because characteristic absorption bands of iodine species allow monitoring of chemical transformations and redox processes in solution.

Therefore, the aim of the present study was to investigate the compatibility of the newly developed iodophor complex with pharmaceutical excipients used in the development of solid and liquid dosage forms using UV–Vis spectroscopy. Particular attention was devoted to evaluating the influence of excipients on the stability of iodine-containing species during storage and under accelerated temperature conditions. The obtained results may contribute to the rational selection of excipients and provide additional insight into the development of stable iodine-based pharmaceutical formulations.

Materials and methods. The following equipment was used for the research: analytical balance Pioneer PA 214 C (Ohaus, USA), automatic burette Titronic universal, automatic titrator Basic Titrino 794 (Metrohm AG, Switzerland), Lambda spectrometer 35 (Perkin Elmer, USA), climatic chamber model KBWF 720 (Binder, Germany).

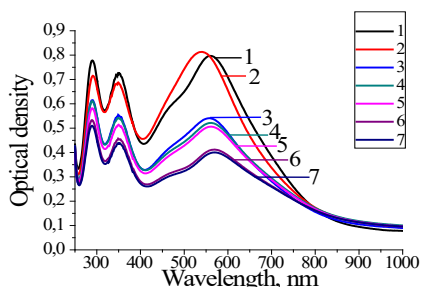
Electronic Spectroscopy. The UV spectra of the investigated systems were studied in the UV and visible regions of the spectrum using a UV-Vis Lambda 35 absorption spectrophotometer (PerkinElmer). The registration of the absorption spectrum in the UV and visible regions was carried out in the wavelength range from 190 to 780 nm (SCAN mode) using quartz cuvettes with a path length of 10 mm at a temperature of $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ with distilled water as the reference solution and using a cuvette with a path length of 1.0 cm at room temperature.

Accelerated Stability Testing. The stability of the iodine-containing complex was evaluated under accelerated conditions in accordance with international and national regulatory requirements (ICH Q1A(R2) and order of the Minister of Health of the Republic of Kazakhstan No. KPДCM-165/2020). The complex solutions were dispensed into 50 mL dark glass bottles and stored in a climate chamber maintained at $40^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ and $75\% \pm 5\%$ relative humidity for up to 6 months. At predetermined intervals, samples were analyzed in triplicate to assess iodine content, iodides and the presence of reducing sugars.

Results. Investigation of drug–excipient compatibility represents one of the key stages in pharmaceutical development, since interactions occurring between active pharmaceutical ingredients and excipients may significantly affect the physicochemical stability, therapeutic efficacy, safety, and shelf life of the final dosage form. This aspect is especially important for iodine-containing pharmaceutical systems because the biological activity of iodine directly depends on its oxidation state and chemical stability in solution. Iodine-containing compounds are known to undergo gradual redox-transformations during storage, resulting in redistribution between molecular iodine, triiodide ions, iodide ions, and intermediate iodine-containing species. Therefore, understanding the influence of pharmaceutical excipients on these processes is essential for rational formulation development.

UV–Vis spectroscopy was employed as the principal analytical method for monitoring

the stability of the iodophor system and evaluating interactions between the iodophor and excipients. The method proved highly informative due to the characteristic absorption bands of iodine species in the UV and visible regions of the spectrum. During storage of the pure iodophor solution, gradual decreases in absorption intensity at approximately 290, 350, and 570 nm were observed together with an increase in optical density at 226 nm. These spectral changes were accompanied by progressive discoloration of the solution and are consistent with gradual transformation and redistribution of iodine-containing species within the system (Figure 1).

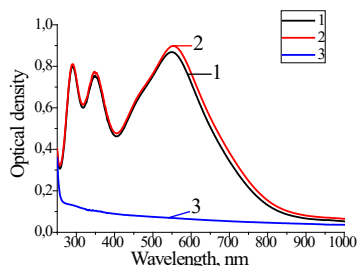


1 – 1 days; 2 – 1 month; 3 – 2 months; 4 – 3 months; 5 – 4 months; 6 – 5 months; 7 – 6 months.

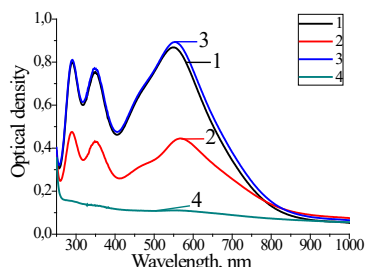
Figure 1 – UV-Vis spectra of Iodophor after 6 months of storage

The observed changes developed progressively throughout the storage period, indicating slow but continuous redox processes occurring in aqueous media.

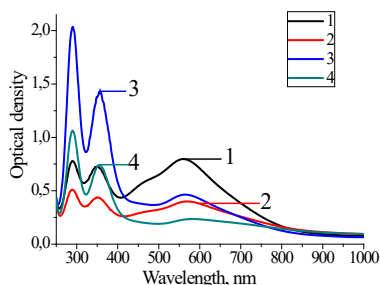
Polyols demonstrated a considerable influence on iodophor stability. In the presence of mannitol and sorbitol, significant reductions in the intensity of absorption bands at $\lambda_{\text{max}} \sim 290, 350, \text{ and } 570 \text{ nm}$ were observed during storage. The spectral behavior suggests accelerated transformation of iodine species compared with the pure iodophor solution. However, the rate of transformation differed substantially between the two polyols. In the presence of mannitol, spectral changes developed rapidly and the characteristic absorption bands almost completely disappeared after approximately 2 months of storage. In contrast, in the presence of sorbitol, similar transformations occurred much more gradually and continued throughout the 6-month observation period (Figure 2 a,b).



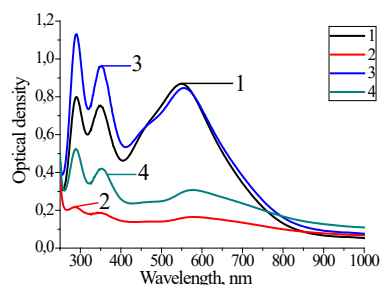
(a) 1 – Iodophor; 2 – Iodophor with sorbitol; 3 – Iodophor with sorbitol after 6 months.



(b) 1 – Iodophor; 2 – Iodophor after 2 months; 3 – Iodophor with mannitol; 4 – Iodophor with mannitol after 2 months.



(c) 1 – Iodophor; 2 – Iodophor after 6 months; 3 – Iodophor with *beta*-cyclodextrin; 4 – Iodophor with *beta*-cyclodextrin after 6 months.



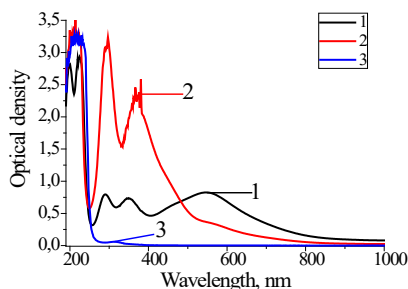
(d) 1 – Iodophor; 2 – Iodophor after 6 months; 3 – Iodophor with *gamma*-cyclodextrin; 4 – Iodophor with *gamma*-cyclodextrin after 6 months.

Figure 2 – UV-Vis spectra of Iodophor in the presence of excipients before and after storage

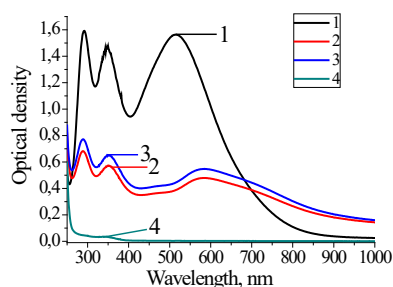
These findings indicate that the stereochemical structure of the polyol substantially influences its interaction with iodine-containing species and the overall stability of the system.

Cyclodextrins demonstrated different effects depending on their structural characteristics. In the presence of *beta*-cyclodextrin, increases in absorption intensity at λ_{max} ~290 and 350 nm together with a decrease at 570 nm were observed in the initial spectra, suggesting formation of inclusion complexes and redistribution of iodine species within the cyclodextrin cavity (Figure 2c). Nevertheless, prolonged storage resulted in gradual decreases in the intensity of these absorption bands, indicating that the initially formed complexes did not completely prevent subsequent transformation of iodine-containing species during storage. In contrast, *gamma*-cyclodextrin produced less pronounced spectral changes and significantly slowed the discoloration process of the iodophor solution (Figure 2d). Even after prolonged storage, the spectra remained comparatively stable relative to the pure iodophor solution and *beta*-cyclodextrin-containing systems. These results suggest that *gamma*-cyclodextrin provides more efficient stabilization of iodine-containing species in aqueous solution.

The influence of pH-modifying agents and stabilizing excipients was also investigated. Addition of sodium hydroxide caused immediate discoloration of the iodophor solution accompanied by disappearance of the characteristic absorption bands of the iodine complex (Figure 3a).



(a) 1 – Iodophor; 2 – Iodophor with Plasdione S-630; 3 – Iodophor with NaOH.



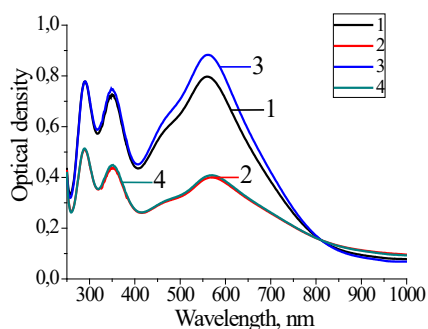
(b) 1 – Iodophor; 2 – Iodophor with sodium dihydrogen phosphate dihydrate after 6 months; 3 – Iodophor with sodium chloride after 6 months; 4 – Iodophor with sodium citrate dehydrate after 6 months.

Figure 3 – UV-Vis spectra of Iodophor in the presence of Plasdione S-630 and pH stabilizers (sodium dihydrogen phosphate dihydrate, sodium chloride, sodium hydroxide, and sodium citrate dehydrate)

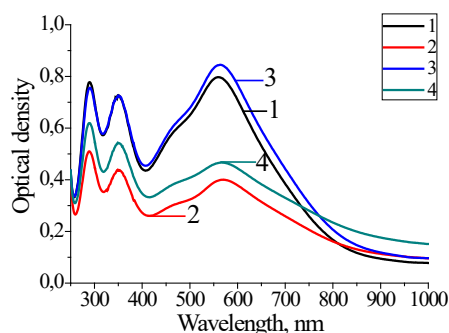
Similar behavior was observed in the presence of Plasdone S-630. The absence of the characteristic absorption maxima indicates substantial destruction of the original iodine-containing system and confirms incompatibility of these excipients with the iodophor complex under the investigated conditions.

In contrast, sodium chloride, sodium dihydrogen phosphate dihydrate, and sodium citrate dihydrate demonstrated comparatively milder effects on iodophor stability. During storage, gradual decreases in absorption intensity at $\lambda_{\text{max}} \sim 290$ and 350 nm together with slight increases in optical density at 226 nm were observed (Figure 3b). These spectral changes indicate slow transformation of iodine species rather than rapid degradation of the system. Among the investigated excipients, sodium chloride demonstrated the highest stabilizing effect, with the slowest spectral changes observed during storage. Sodium citrate, on the other hand, accelerated the transformation process more noticeably, although the system retained partial stability throughout the observation period.

Citric acid demonstrated high compatibility with the iodophor complex. Spectral changes observed during storage were nearly identical to those observed in the pure iodophor solution, indicating minimal influence of citric acid on the stability of iodine-containing species (Figure 4b). Similarly, glycerol exhibited good compatibility with the iodophor system. During 6 months of storage, only slight differences between the spectra of the binary solution and the pure iodophor solution were detected (Figure 4a), indicating that glycerol does not substantially accelerate degradation or redistribution of iodine species.



(a) 1 – Iodophor; 2 – Iodophor after 6 months;
3 – Iodophor with glycerol; 4 – Iodophor with glycerol after 6 months.



(b) 1 – Iodophor; 2 – Iodophor after 6 months;
3 – Iodophor with citric acid; 4 – Iodophor with citric acid after 6 months.

Figure 4 – UV-Vis spectra of Iodophor in the presence of glycerol and citric acid

The thermal stability of the iodophor complex was further evaluated under accelerated and stress storage conditions. During storage at 40 °C and 75% relative humidity for 6 months, the concentration of molecular iodine gradually decreased by approximately 14%, whereas the concentration of iodides increased by approximately 12% (Figure 5).

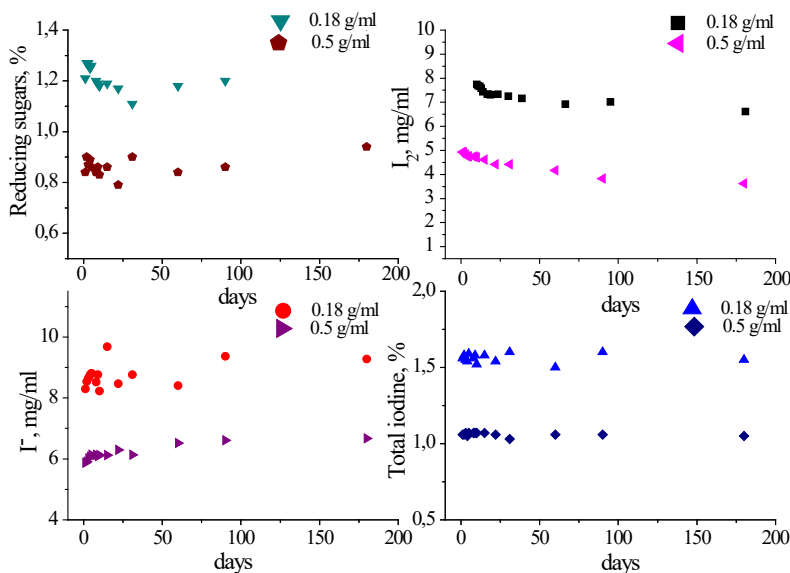


Figure 5 – Content in the amount of iodine (molecular iodine, iodides, total iodine), reducing sugars in the Iodophor during 6 months of storage at 40 °C

Importantly, the total iodine content remained essentially unchanged throughout the storage period. This finding suggests that the observed changes are primarily associated with interconversion of iodine species rather than irreversible iodine loss from the system.

The concentration of reducing sugars increased from 1.21% to 1.42% after storage at 40 °C for 6 months, corresponding to an increase of approximately 17%. However, these values remained within the specification limits established for the initial material, indicating the absence of significant degradation of the dextrin-containing system.

Under stress conditions at 60 °C, changes occurred considerably faster. Molecular iodine content decreased by approximately 15% after only 5 days of storage, accompanied by an increase in iodide concentration. Nevertheless, total iodine content remained stable. These findings indicate that elevated temperatures accelerate redistribution between iodine species but do not result in substantial loss of iodine from the iodophor system.

Overall, the obtained results demonstrate that the investigated iodophor complex exhibits satisfactory stability under accelerated storage conditions and that the nature of the excipient strongly influences the rate and extent of redox-transformations occurring within the iodine-containing system.

Discussion. The obtained results demonstrate that the stability of the iodophor system is strongly influenced by the physicochemical properties of the excipients as well as their ability to participate in redox reactions, hydrogen bonding, and supramolecular interactions with iodine-containing species. Since molecular iodine exists in equilibrium with iodide and triiodide ions in aqueous systems, even relatively weak interactions with excipients may shift the equilibrium and affect the stability of the pharmaceutical

formulation. UV–Vis spectroscopy proved to be a highly sensitive and informative technique for monitoring these changes because the characteristic absorption bands of iodine species allow direct observation of redistribution processes occurring during storage.

One of the most important findings of the study was the different stabilizing behavior of *beta*- and *gamma*-cyclodextrins. Cyclodextrins are known to form inclusion complexes with hydrophobic molecules through incorporation into their internal cavities, thereby altering the physicochemical properties and stability of active substances (Omar et al., 2020). In the present study, *beta*-cyclodextrin initially promoted formation of inclusion complexes with iodine-containing species, as indicated by changes in absorption intensity in the UV region. However, prolonged storage demonstrated that the formed complexes did not completely suppress gradual reduction processes. In contrast, *gamma*-cyclodextrin provided greater stabilization of the iodophor system during storage, slowing discoloration and reducing spectral changes. These differences are likely associated with the larger cavity size and greater conformational flexibility of *gamma*-cyclodextrin, which may allow more effective encapsulation and stabilization of iodine-containing species. The obtained results are consistent with previous reports indicating that the structural properties of cyclodextrins strongly influence the stability of inclusion complexes and the protection of active molecules against degradation.

Polyols such as mannitol and sorbitol significantly accelerated transformation processes within the iodophor system. Both compounds contain multiple hydroxyl groups capable of participating in slow redox-transformations and hydrogen-bonding interactions in aqueous media. Nevertheless, mannitol produced substantially faster destabilization than sorbitol. Since both compounds possess identical molecular formulas but differ in stereochemical configuration, the observed differences likely originate from differences in molecular arrangement, solvation behavior, and accessibility of hydroxyl groups for interaction with iodine-containing species. These findings demonstrate that not only the chemical composition but also stereochemical properties of excipients may influence iodophor stability.

Among the investigated excipients, sodium hydroxide demonstrated the strongest destabilizing effect. Under alkaline conditions, rapid disappearance of the characteristic absorption bands was observed, indicating destruction of the iodine-containing complex. This effect can be explained by increased susceptibility of iodine species to disproportionation and redox-transformations in alkaline media. Similar incompatibility was observed for Plasdone S-630, suggesting that certain polymeric excipients may interact unfavorably with iodine-containing systems. The mechanism of this interaction may involve complexation, adsorption phenomena, or changes in the local chemical environment surrounding iodine species.

In contrast, citric acid, glycerol, sodium chloride, and sodium phosphate exhibited comparatively good compatibility with the iodophor complex. Particularly notable was the stabilizing effect of sodium chloride, which demonstrated the slowest spectral changes during storage. This stabilizing effect may be associated with the absence of significant redox activity and minimal disturbance of iodine equilibrium in solution. Sodium citrate

maintained partial compatibility but promoted somewhat faster redistribution of iodine species compared with sodium chloride.

Thermal stability studies demonstrated that elevated temperature accelerates redistribution between molecular iodine and iodide species, leading to gradual decreases in molecular iodine concentration and increases in iodide concentration. However, total iodine content remained essentially unchanged throughout storage, indicating that the observed transformations represent reversible interconversion processes rather than irreversible iodine degradation or volatilization. This finding is particularly important for pharmaceutical development because it demonstrates that the iodophor system retains its total iodine content even under accelerated storage conditions.

According to accelerated stability testing principles and Arrhenius-based estimations, storage at 40 °C for several months may correspond to prolonged storage at room temperature. Therefore, the obtained results indicate satisfactory long-term stability of the investigated iodophor complex under recommended storage conditions. The preservation of total iodine content together with relatively slow spectral changes suggests that the investigated system may be suitable for development of stable pharmaceutical formulations.

Importantly, the compatibility behavior observed in aqueous systems does not necessarily predict behavior in solid-state formulations. In solid dosage forms, molecular mobility, diffusion processes, and redox-interactions are substantially reduced, which may improve compatibility between iodine-containing compounds and excipients that appear incompatible in solution. Therefore, further studies using infrared spectroscopy, differential scanning calorimetry, and solid-state analytical methods will be necessary to comprehensively evaluate the suitability of these excipients for formulation development.

Conclusion. The compatibility of the iodophor complex with selected pharmaceutical excipients was evaluated using UV-Vis spectroscopy as a sensitive analytical method for monitoring changes in iodine-containing species during storage. The obtained results demonstrated that the nature of the excipient significantly influences the stability of the iodophor system and the rate of redox-transformations occurring in aqueous media.

Among the investigated excipients, *gamma*-cyclodextrin, glycerol, and citric acid exhibited the highest chemical compatibility with the iodophor complex and provided the greatest stability during storage. These excipients caused minimal spectral changes and effectively preserved the characteristic absorption bands of the iodine-containing system. In contrast, sodium hydroxide and Plasdane S-630 demonstrated clear incompatibility with the iodophor, resulting in rapid destruction of the active iodine-containing complex.

Accelerated stability studies showed that prolonged exposure of the iodophor to 40 °C resulted in an approximately 14% decrease in molecular iodine content, while the total iodine concentration remained essentially unchanged. These findings indicate that the observed changes are primarily associated with redistribution between iodine species rather than irreversible iodine loss from the system, confirming satisfactory stability of the complex under accelerated storage conditions.

Based on Arrhenius-based estimations and accelerated stability testing principles, storage at 40 °C for 3 months approximately corresponds to 6-9 months of storage at 25 °C, whereas 6 months at 40 °C is equivalent to more than 1-1.5 years of storage at room temperature. Therefore, the investigated iodophor system demonstrates promising stability characteristics for potential pharmaceutical applications.

The obtained data are of practical importance for the development of iodine-based pharmaceutical formulations, particularly liquid dosage forms requiring long-term chemical stability of iodine species. Furthermore, the results provide additional insight into the influence of excipient structure and physicochemical properties on the stability of iodophoric systems.

However, since the present study focused primarily on compatibility in aqueous media, further investigations are required to evaluate the behavior of the iodophor in solid-state formulations. Future studies will therefore include additional analytical techniques, including infrared spectroscopy (IR) and differential scanning calorimetry (DSC), to investigate interactions between the iodophor and excipients in the solid phase. Particular attention will be paid to excipients that demonstrated incompatibility in solution but may still be suitable for solid dosage forms prepared by direct compression, where molecular mobility and redox-interactions are considerably reduced.

References

- Dattilo S., Spitaleri F., Aleo D., Saita M.G., Patti A. (2023) Solid-state preparation and characterization of 2-hydroxypropylcyclodextrins–iodine complexes as stable iodophors. *Biomolecules*, 13(3). — P. 474. <https://doi.org/10.3390/biom13030474> (in Eng.).
- Edis Z., Bloukh S.H. (2024) Thymol, a monoterpenoid within polymeric iodophor formulations and their antimicrobial activities. *International Journal of Molecular Sciences*, 25. — P. 4949. <https://doi.org/10.3390/ijms25094949> (in Eng.).
- International Conference on Harmonisation. (2003). ICH Q1A (R2) stability testing of new drug substances and drug products. Geneva (in Eng.).
- Kabdrasova A.Zh., Berganaeva A.E., Bolatova D.K., Nabieva I.D., Sadvakas A.M., Ilin A.I. (2020) Issledovanie sovmestimosti novogo kompleksa yoda s komponentami lekarstvennoy formy metodom DSK [Investigation of the compatibility of a new iodine complex with dosage form components using DSC]. *Proceedings of the Scientific and Technical Society “KAHAK”, (3).* — P. 72–75 (in Russian).
- Korotetskiy I., Joubert M., Magabotha S., Jumagazyeva A., Shilov S., Suldina N., Kenesheva S., Yssel A., Reva O., Ilin A. (2020) Complete genome sequence of a collection strain *Acinetobacter baumannii* ATCC BAA-1790 used as a model to study the antibiotic resistance reversion induced by the iodine-containing complexes. *Microbiology Resource Announcements*, 9(3). — P. e01467-19. <https://doi.org/10.1128/MRA.01467-19> (in Eng.).
- Korotetskiy I., Shilov S., Kuznetsova T., Ilin A., Joubert M., Taukobong S., Reva O. (2021) Comparison of transcriptional responses and metabolic alterations in three multidrug-resistant model microorganisms, *Staphylococcus aureus* ATCC BAA-39, *Escherichia coli* ATCC BAA196, and *Acinetobacter baumannii* ATCC BAA-1790, on Exposure to Iodine-Containing Nano-micelle Drug FS-1. *mSystems*, 6(2). — P. e01293-20. <https://doi.org/10.1128/msystems.01293-20> (in Eng.).
- Kulkarni A., Sharma D., Ermlich A., Manjure S., Narayan R., Bergholz T.M. (2024) Antimicrobial solid starch–iodine complex via reactive extrusion and its application in PLA-PBAT blown films. *Polymers*, 16(11). — P. 1487. <https://doi.org/10.3390/polym16111487> (in Eng.).
- Kurakula M., Koteswara Rao G.S.N. (2020) Pharmaceutical assessment of polyvinylpyrrolidone (PVP): As excipient from conventional to controlled delivery systems with a spotlight on COVID-19 inhibition. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 60. — P. 102046. <https://doi.org/10.1016/j.jddst.2020.102046> (in Eng.).

Makhayeva D.N., Filippov S.K., Yestemes S.S., Irmukhametova G.S., Khutoryanskiy V.V. (2022) Polymeric iodophors with poly(2-ethyl-2-oxazoline) and poly(N-vinylpyrrolidone): Optical, hydrodynamic, thermodynamic, and antimicrobial properties. *European Polymer Journal*, 165. — P. 111005. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2022.111005> (in Eng.).

Makhayeva D.N., Irmukhametova G.S., Khutoryanskiy V.V. (2023) Advances in antimicrobial polymeric iodophors. *European Polymer Journal*, 201. — P. 112573. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2023.112573> (in Eng.).

Ministry of Health of the Republic of Kazakhstan. (2020) Prikaz Ministra zdavookhraneniya Respubliki Kazakhstan ot 28 oktyabrya 2020 goda № KR DSM-165/2020. Ob utverzhdenii pravil provedeniya proizvoditelem lekarstvennogo sredstva issledovaniya stabil'nosti, ustanovleniya sroka khraneniya i povtornogo kontrolya lekarstvennykh sredstv [Order of the Minister of Health of the Republic of Kazakhstan dated October 28, 2020 No. KR DSM-165/2020. On approval of the rules for conducting stability studies, establishing shelf life, and retesting of medicinal products by the manufacturer] (in Russian).

Moulay S. (2019) Macromolecule/polymer-iodine complexes: An update. *Recent Innovations in Chemical Engineering*, 12(3). — P. 174–233. <https://doi.org/10.2174/2405520412666190716163611> (in Eng.).

Nangare S., Vispute Y., Tade R., Dugam S., Patil P. (2021) Pharmaceutical applications of citric acid. *Future Journal of Pharmaceutical Sciences*, 7. — P. 54–23. <https://doi.org/10.1186/s43094-021-00203-9> (in Eng.).

Omar S.M., Ibrahim F., Ismail A. (2020) Formulation and evaluation of cyclodextrin-based nanosponges of griseofulvin as pediatric oral liquid dosage form for enhancing bioavailability and masking bitter taste. *Saudi Pharmaceutical Journal*, 28. — P. 349–361. <https://doi.org/10.1016/j.jsps.2020.01.016> (in Eng.).

Wulandari E., Bilimoria K., Krasowska M., Al-Bataineh S., Beattie D., Gillam T., Ge W., Whittle J.D., Wong E.H.H., Blencowe A. (2023) Nanoscale iodophoric poly(vinylamide) coatings for the complexation and release of iodine for antimicrobial surfaces. *Applied Surface Science*, 641. — P. 158422. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2023.158422> (in Eng.).

© **Kanykeshova A.A ***, **Kunarbekova M.**, **Toktar M.**, **Abdukhalikova Sh.**,
Azat S., 2026.

Satbayev University, Almaty, Kazakhstan.

E-mail: a.aslmasovna@gmail.com

HYDROTHERMAL AND MICROWAVE SYNTHESIS OF POROUS CARBON MATERIALS FROM COFFEE GROUNDS USING KOH AND H₃PO₄ FOR ACTIVATION

Kanykeshova Akerke — researcher at the Laboratory of Engineering Profile, Satbayev University, Department of Materials Science, Nanotechnology and Engineering Physics, Almaty, Kazakhstan,
E-mail: a.aslmasovna@gmail.com , <https://orcid.org/0009-0005-6517-6933>;

Kunarbekova Makhabbat — PhD, Leading researcher at the Laboratory of Engineering Profile, Satbayev University, "Chemical Processes and Industrial Ecology" Department, Almaty, Kazakhstan,
E-mail: m.kunarbekova@satbayev.university , <https://orcid.org/0000-0002-8640-0667>;

Toktar Murat — associate professor, researcher at the Laboratory of Engineering Profile, Satbayev University, Department of Mine Surveying and Geodesy, Almaty, Kazakhstan,
E-mail: toktar-soil@mail.ru , <https://orcid.org/0000-0002-0953-7491>;

Abdukhalikova Shakhida — researcher at the Laboratory of Engineering Profile, Al-Farabi Kazakh National University, Department of Biodiversity and Bioresources, Almaty, Kazakhstan,
E-mail: Sha_hi@mail.ru , <https://orcid.org/0009-0003-3238-7086>;

Azat Seitkhan — PhD, professor, Head of the Laboratory of Engineering Profile, Satbayev University, Almaty, Kazakhstan,
E-mail: s.azat@satbayev.university, <https://orcid.org/0000-0003-4131-0905>.

Abstract: The article investigated the effect of hydrothermal and microwave chemical activation conditions on the porous structure of carbon materials based on waste coffee cake (SCG) - a multi-tonnage waste from the coffee processing industry. The use of this raw material is due to its rich lignocellulosic composition, high content of organic carbon and wide availability, which makes it a promising precursor for the synthesis of porous sorption materials within the framework of the closed cycle concept. At the first stage, the optimal mode of reagent-free activation was determined by hydrothermal carbonation in a high-pressure microreactor, taking into account the treatment temperature (180-220 °C) and the holding time (2-6 hours). The highest specific surface area was demonstrated by a NTK220/6 sample (5,9 m²/g) taken for subsequent chemical modification. At the second stage, a comparative study of the modifying ability of KOH and H₃PO₄ was carried out under microwave activation conditions in the temperature

range of 80-160 °C. It was found that microwave activation with KOH is ineffective due to the dominance of low-temperature resin formation processes (maximum specific surface area 7,05 m²/g). In contrast, microwave activation with H₃PO₄ demonstrated a multiple advantage: at a temperature of 120 °C, a specific surface area of 24,78 m²/g was achieved. This effect is due to the optimal balance between acid hydrolysis of raw materials and fixation of the carbon frame by phosphate bridges. The surface morphology and elemental composition of the samples were characterized by SEM-EDS, FTIR and BET methods. As a result, it was found that the combination of microwave heating and directional acid modification allows multiple intensification of the development of porosity, making this method the most promising technological solution for producing effective sorption materials from coffee processing waste.

Keywords: coffee waste, hydrothermal treatment, microwave activation with KOH, microwave activation with H₃PO₄, porous carbon materials

Financing. *This research was funded by the Science Committee of the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan (No. BR28712925, topic: "Research and Development of Cold Plasma Technologies for the Comprehensive Rehabilitation of Ecosystems").*

For citations: Kanykeshova A.A., Kunarbekova M., Toktar M., Abdukhalikova Sh., Azat S. Hydrothermal and microwave synthesis of porous carbon materials from coffee grounds using KOH and H₃PO₄ for activation. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. — P.191-208. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.372>

© Қаныкешова А.А.*, Кунарбекова М.С., Тоқтар М., Абдухаликова Ш.,
Азат С., 2026.

Satbayev University, Алматы, Қазақстан.

E-mail: a.aslmasovna@gmail.com

КОН ЖӘНЕ Н₃РО₄ ҚОЛДАНА ОТЫРЫП, КОФЕ ҰНТАҒЫНАН КЕУЕКТІ КӨМІРТЕКТІ МАТЕРИАЛДАРДЫ ГИДРОТЕРМАЛЬДЫ ЖӘНЕ МИКРОТОЛҚЫНДЫ СИНТЕЗДЕУ

Қаныкешова Акерке — Инженерлік-бейінді зертханасының ғылыми қызметкері, Satbayev University, Материалтану, нанотехнологиялар және инженерлік физика кафедрасы, Алматы, Қазақстан,

E-mail: a.aslmasovna@gmail.com, <https://orcid.org/0009-0005-6517-6933>;

Кунарбекова Махаббат — PhD, Сәтбаев Университеті, Инженерлік-бейінді зертханасының жетекші ғылыми қызметкері, «Химиялық процестер және өндірістік экология» кафедрасы, Алматы, Қазақстан,

E-mail: m.kunarbekova@satbayev.university, <https://orcid.org/0000-0002-8640-0667>;

Тоқтар Мұрат — қауымдастырылған профессор, Инженерлік-бейінді зертханасының ғылыми қызметкері, Satbayev University, Маркшейдерлік іс және геодезия кафедрасы, Алматы, Қазақстан, E-mail: toktar-soil@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0953-7491>;

Абдухаликова Шахида — Инженерлік-бейінді зертханасының ғылыми қызметкері, Satbayev University, Алматы, Қазақстан,

E-mail: Sha_hi@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0003-3238-7086>;

Азат Сейтхан — PhD, профессор, Инженерлік бейіндегі зертхананың жетекшісі, Satbayev University, Алматы, Қазақстан,

E-mail: s.azat@satbayev.university, <https://orcid.org/0000-0003-4131-0905>.

Аннотация. Мақалада кофе өңдеу өнеркәсібінің көптоннажды қалдығы болып табылатын өңделген кофе ұнтағы (SCG) негізіндегі көміртекті материалдардың кеуекті құрылымының қалыптасуына гидротермиялық және микротолқынды химиялық активтендіру жағдайларының әсері зерттелді. Аталған шикізатты пайдалану оның бай лигноцеллюлозалық құрамымен, жоғары органикалық көміртек мөлшерімен және кең қолжетімділігімен негізделеді, бұл оны тұйық цикл тұжырымдамасы аясында кеуекті сорбциялық материалдар синтезіне арналған перспективалы прекурсор ретінде қарастыруға мүмкіндік береді. Бірінші кезеңде жоғары қысымды микрореактордағы гидротермиялық карбонизация әдісімен өңдеу температурасы (180–220 °C) мен ұстау уақытын (2–6 сағ) ескере отырып, реагентсіз активтендірудің оңтайлы режимі анықталды. Ең жоғары меншікті бет ауданын НТК220/6 үлгісі көрсетті (5,9 м²/г), ол кейінгі химиялық модификация үшін таңдалды. Екінші кезеңде 80–160 °C температура аралығындағы микротолқынды активтендіру жағдайында КОН мен Н₃РО₄-тің модификациялаушы қабілеті салыстырмалы түрде зерттелді. КОН қатысындағы микротолқынды активтендіру төмен температуралы шайырлану процестерінің басымдығына байланысты тиімсіз екені анықталды (максималды меншікті бет ауданы 7,05 м²/г). Керісінше, Н₃РО₄ қатысындағы микротолқынды активтендіру айқын басымдық танытты: 120°C температурада меншікті бет ауданы 24,78 м²/г-ға жетті. Бұл әсер шикізаттың қышқылдық гидролизі мен фосфатты көпіршелер арқылы көміртекті қаңқаның бекітілуі арасындағы оңтайлы тепе-теңдікпен түсіндіріледі. Үлгілердің беткі морфологиясы мен элементтік құрамы SEM-EDS, FTIR және BET әдістерімен сипатталды. Қорытындысында микротолқынды қыздыруды бағытталған қышқылдық модификациямен үйлестіру кеуектіліктің дамуын бірнеше есе қарқындататыны анықталды, бұл әдісті кофе өңдеу қалдықтарынан тиімді сорбциялық материалдар алудың ең перспективалы технологиялық шешімі ретінде қарастыруға мүмкіндік береді.

Түйін сөздер: кофе қалдықтары, гидротермиялық әдіс, КОН-пен микротолқынды активация, Н₃РО₄-пен микротолқынды активация, кеуекті көміртекті материалдар

© Каныкешова А.А.*, Кунарбекова М.С., Токтар М., Абдухаликова Ш.,
Азат С., 2026.

Satbayev University, Алматы, Казахстан.

E-mail: a.aslmasovna@gmail.com

ГИДРОТЕРМАЛЬНЫЙ И МИКРОВОЛНОВЫЙ СИНТЕЗ ПОРИСТЫХ УГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ КОФЕЙНОГО ЖМЫХА С ПРИМЕНЕНИЕМ КОН И H_3PO_4 АКТИВАЦИИ

Каныкешова Акерке — научный сотрудник Лаборатории инженерного профиля, кафедра материаловедения, нанотехнологий и инженерной физики, Satbayev University, Алматы, Казахстан, E-mail: a.aslmasovna@gmail.com, <https://orcid.org/0009-0005-6517-6933>;

Кунарбекова Махаббат — PhD, ведущий научный сотрудник Лаборатории инженерного профиля, кафедра «Химические процессы и промышленная экология», Satbayev University, Алматы, Казахстан, E-mail: m.kunarbekova@satbayev.university, <https://orcid.org/0000-0002-8640-0667>;

Токтар Мұрат — ассоциированный профессор, научный сотрудник Лаборатории инженерного профиля, кафедра маркшейдерского дела и геодезии, Satbayev University, Алматы, Казахстан, E-mail: toktar-soil@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0953-7491>;

Абдухаликова Шахида — научный сотрудник, кафедра биоразнообразия и биоресурсов, Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан, E-mail: Sha_hi@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0003-3238-7086>;

Азат Сейтхан — PhD, профессор, руководитель Лаборатории инженерного профиля, Satbayev University, Алматы, Казахстан, E-mail: s.azat@satbayev.university, <https://orcid.org/0000-0003-4131-0905>.

Аннотация: В статье исследовано влияние условий гидротермальной и микроволновой химической активации на формирование пористой структуры углеродных материалов, полученных из отработанного кофейного жмыха (spent coffee grounds, SCG), представляющего собой многотоннажный отход кофеперерабатывающей промышленности. Использование данного сырья обусловлено его высоким содержанием органического углерода, лигноцеллюлозной природой и доступностью, что делает его перспективным прекурсором для синтеза сорбционных материалов в рамках принципов циркулярной экономики. На первом этапе методом гидротермальной карбонизации в микрореакторе высокого давления определены оптимальные параметры безреагентной активации в зависимости от температуры обработки (180–220 °C) и времени выдержки (2–6 ч). Максимальную удельную площадь поверхности продемонстрировал образец НТК220/6, для которого данный показатель составил 5,9 м²/г. Этот образец был выбран для последующей химической модификации. На втором этапе проведено сравнительное исследование эффективности активации с использованием КОН и H_3PO_4 в условиях микроволнового нагрева при температурах 80–160 °C. Установлено, что обработка гидроксидом калия малоэффективна вследствие преобладания процессов низкотемпературного смолообразования; максимальная удельная площадь поверхности составила 7,05 м²/г. Напротив, активация ортофосфорной кислотой обеспечила значительное развитие пористой структуры: при температуре 120 °C удельная площадь поверхности достигла 24,78 м²/г.

Полученный эффект обусловлен сочетанием кислотного гидролиза органической матрицы и стабилизации углеродного каркаса за счёт образования фосфатных мостиков. Морфология поверхности и элементный состав образцов исследованы методами SEM-EDS, FTIR и BET. Полученные результаты свидетельствуют о высокой эффективности сочетания микроволнового нагрева и кислотной активации для получения пористых углеродных материалов из отходов переработки кофе.

Ключевые слова: кофейный жмых, гидротермальная карбонизация, микроволновая активация, гидроксид калия, ортофосфорная кислота, пористые углеродные материалы, сорбенты

Введение. Кофе является одним из наиболее распространенных сельскохозяйственных товаров во многих частях мира и в настоящее время является одним из наиболее широко потребляемых напитков. Его выращивают почти в более чем 70 странах, давая около 16 миллиардов фунтов кофейных зерен в год (Vilaysit et al., 2021). Кофейная гуща, широко известная как кофейные отходы (SCG), является основным остатком, образующимся после предприятий по переработке кофе, в основном образующимся при экстракции напитка из кофейного порошка горячей водой. Такие отходы, согласно одному исследованию, могут даже составлять до 6 миллионов тонн в год (Kovalcik et al., 2018).

Динамика мирового экспорта кофе в феврале 2026 года характеризовалась умеренной отрицательной коррекцией: объем поставок снизился до 11,46 млн мешков по сравнению с 12,15 млн мешков в аналогичном периоде предыдущего года. Тем не менее, совокупный показатель за первые пять месяцев кофейного сезона 2025/26 (октябрь–февраль) демонстрирует устойчивую восходящую тенденцию. Общий объем экспорта в данном периоде увеличился на 4,5%, составив 57,77 млн мешков против 55,3 млн мешков в цикле 2024/25. При анализе годовой ретроспективы (март 2025 - февраль 2026) выявлена существенная дивергенция в объемах поставок основных сортов. Экспорт кофе вида *Coffea arabica* (арабика) сократился на 3,2% (с 83,63 млн до 86,42 млн мешков в годовом исчислении), в то время как сегмент *Coffea canephora* (робуста) продемонстрировал значительный рост, достигнув 59,15 млн мешков против 51,9 млн мешков годом ранее (International Coffee Organization (ICO), 2026). Количественные соотношения указанных показателей и векторные изменения в структуре мирового рынка подробно визуализированы на соответствующей диаграмме (рис. 1).

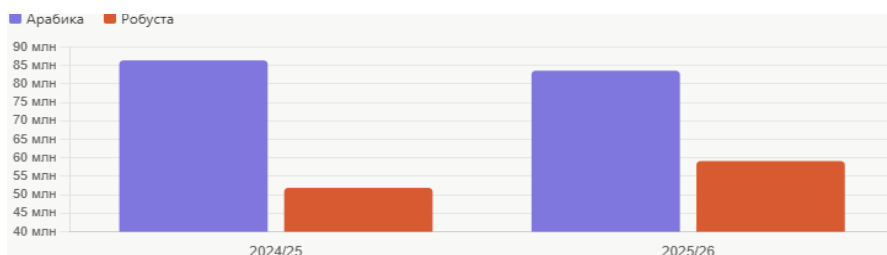


Рисунок 1 — Экспорт за 12 месяцев (март 2025 - февраль 2026), млн мешков

Литературный обзор. В 2025/2026 году мировой рынок кофе потребил 11,46 миллиона мешков, образуя большие объемы отходов, включая отработанную кофейную гущу (SCG), из домов, предприятий и кофеен. Ежегодно во всем мире производится более 6 миллионов тонн SCG как в промышленности растворимого кофе, так и в регулярном потреблении кофе, что соответствует примерно 58,7% от общего мирового потребления кофе. Однако SCG часто выбрасывают на свалки или сжигают (Freitas et al., 2023). Такая практика утилизации влечет за собой высокие экологические риски, особенно для водных экосистем. Таким образом, можно использовать устойчивые стратегии управления SCG для смягчения их воздействия на окружающую среду. Многообещающим подходом является термохимическое преобразование в биоуголь, который может управлять отходами SCG, одновременно производя богатый углеродом материал с потенциалом применением в системах очистки воды. Исследования усилили этот потенциал, продемонстрировав применение углерода, полученного из SCG, при удалении тяжелых металлов и усовершенствованной очистке сточных вод (Ly et al., 2023). Поскольку SCG содержит большое количество органических соединений, таких как жирные кислоты, целлюлоза, гемицеллюлоза и другие углеводы, его можно использовать в технологиях преобразования биомассы в энергию для производства продуктов с добавленной стоимостью (Campos-Vega et al., 2015). кофейные отходы широко используются в качестве предшественника при подготовке углеродных материалов для очистки воды (Oliveira et al., 2009). Многие исследователи сосредоточили внимание на повышении ценности SCG для таких применений, как производство биодизеля, адсорбенты, и наполнителей для композиционных материалов. Углеродные материалы, полученные из биологических отходов, используются в качестве адсорбентов для очистки воды, поскольку они обладают преимуществами низкой стоимости, обилия и экологичности (Sukhbaatar Ly et al., 2021). Неправильная утилизация SCG может иметь значительные последствия для окружающей среды. Основным экологическим ущербом, причиняемым кофейной гущей, является загрязнение воздуха, воды и земель (Stylianou et al., 2018). При воздействии окружающей среды кофейная гуща выделяет азот и углекислый газ. Азот реагирует с кислородом с образованием смога и озона, которые наносят ущерб окружающей среде, в то время как углекислый газ, парниковый газ, способствует изменению климата. SCG также могут вызывать загрязнение воды за счет введения химикатов, повышения уровня кислотности и стимулирования вредного цветения водорослей и бактерий, отрицательно влияя на водную жизнь и здоровье человека. SCG могут привлекать вредителей на суше и нарушать рост растений из-за их органических и неорганических соединений (Kamil et al., 2019).

Чтобы смягчить воздействие кофейного жмыха на окружающую среду, его следует компостировать, повторно использовать или перерабатывать. Правильная утилизация может свести к минимуму экологический вред. SCG могут служить предшественником для производства биоугля благодаря своей пористости, площади поверхности и богатому органическому составу, что делает их отличными кандидатами для синтеза адсорбентов для удаления загрязняющих веществ

из воды (Vedran Milanković et al., 2024). Их изобилие и доступность делают SCG устойчивым и экономически эффективным предшественником синтеза адсорбентов, способствуя принципам экономики замкнутого цикла и повышению ценности отходов за счет снижения загрязнителей окружающей среды и бремени утилизации отходов (Ahmed et al., 2024).

Существует два метода активации, которые широко известны как физическая активация и химическая активация. Для физической активации сырье сначала карбонизируют с помощью пара и/или углекислого газа при более высоких температурах. Тем не менее, такие методы физической активации позволяют получить активированный уголь с низкой удельной поверхностью и меньшим объемом пор по сравнению с методами химической активации (Januszewicz et al., 2020). Для химической активации сырье пропитывают активирующими агентами с последующей карбонизацией при температурах в диапазоне от 600–900 °C в атмосфере азота (Vilaysit et al., 2021). Для таких процессов наиболее часто адаптируемые химические вещества включают KOH, $ZnCl_2$, NaOH, K_2CO_3 и H_3PO_4 . В рамках таких процессов на стадии пропитки активирующие агенты транспортируются в стенки ячеек подложки, образуя эффективные поперечные связи между ними, обеспечивая тем самым образование большего количества пор при их высвобождении (Örkün et al., 2012). Химическая активация биологических отходов повышает их адсорбционные свойства, делая их более эффективными для восстановления окружающей среды и хранения энергии. Этот процесс включает обработку биоотходов химическими агентами до или во время высокотемпературной карбонизации, разработку внутренних структур пор и введение функциональных групп со специфическими химическими свойствами (Nurian et al., 2024). Преимуществом гидротермального метода является возможность предварительной активации кофейного жмыха без применения химических реагентов при относительно умеренных температурах (80–160 °C). Данный подход способствует частичной карбонизации и развитию пористой структуры материала при сниженных энергетических затратах. В свою очередь, метод микроволновой активации относится к «зеленым» технологиям обработки углеродных материалов, поскольку обеспечивает эффективную активацию поверхности за счет объемного и быстрого нагрева без необходимости использования высоких температур, характерных для традиционного пиролиза. Кроме того, микроволновая обработка позволяет сократить продолжительность процесса и минимизировать образование отходящих газов и вторичных загрязнителей в ходе производства.

Экспериментальная часть

Используемые материалы.

Отработанный кофейный жмых (SCGs) был получен из кафе Satbayev University в виде твёрдого остатка после процесса экстракции кофе. Перед дальнейшей обработкой образцы были высушены и использованы в качестве углеродсодержащего прекурсора для получения пористых углеродных материалов. Исходное сырьё представляло собой зёрна Brazil Mogiana (*Coffea*

arabica), обработанные в стандартизированных условиях эспрессо-экстракции: температура воды 90–94 °C и давление экстракции около 9 бар (0,9 МПа) в соответствии с протоколом производителя для коммерческой эспрессо-машины Nuova Simonelli. Гидроксид калия аналитической чистоты (KOH, чистота ≥97%, CAS: 1310-58-3) был приобретён у компании Sigma-Aldrich, фосфорная кислота (H_3PO_4 , ≥85%, AR, CAS 7664-38-2, Merger, Китай), которая применялась без дополнительной очистки. Деионизированная вода с удельным электрическим сопротивлением до 18,2 МОм·см была получена с использованием лабораторной системы водоочистки (Basic-Q15-II, LabSoul, Китай).

Процедуры гидротермального метода проводились в программируемой микрореакторной системе (PR 250, LabSoul Technology, Китай) при контролируемых температурных и атмосферных условиях. Активация с использованием микроволнового излучения осуществлялась в многомодовом микроволновом реакторе (YMW-HP80, LabSoul Technology, Китай), работающем на частоте 2,45 ГГц с регулируемой выходной мощностью, что обеспечивало быстрый объёмный нагрев и интенсификацию кинетики активации.

Синтез гидроугля из отработанной кофейной гущи.

Отработанный кофейный жмых сушили в сушильном шкафу при 110 °C в течение 24 часов. Затем 50 г высушенного материала смешивали со 150 мл деионизированной воды и загружали в микрореактор высокого давления (PR-250, LabSoul, Китай). Гидротермальную карбонизацию проводили при 180–220 °C со временем выдержки 2–6 часов (рис. 2).

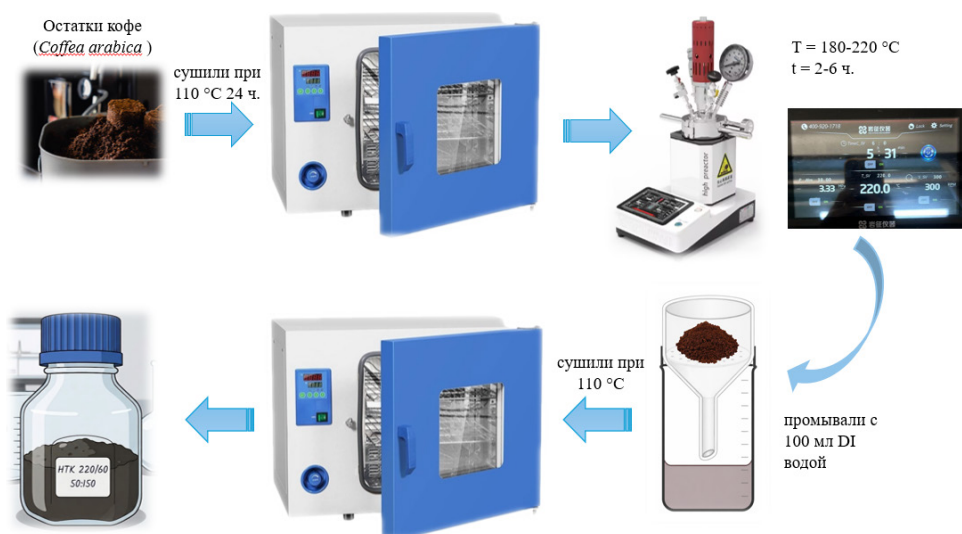


Рисунок 2 — Гидротермальная обработка кофейного жмыха

Полученные в микрореакторе активированные образцы тщательно промывали 100 мл деионизированной воды, затем фильтровали с помощью воронки Бюхнера и сушили при 110 °С в лабораторной сушильной печи (DHG-9145A, LabSoul, Китай). Полученные образцы идентифицировали согласно табл.1.

Таблица 1 — Экспериментальные условия и результаты синтеза углеродного материала на основе кофейного жмыха в микроволновом реакторе

№	Образец	Время, (ч.)	Температура, (°С)	Рацион (масса сырого кофе в DI)	Давление, МПа	Выход, (%)	Масса, г
1	НТК180/2	2	180	(50:150)	1.17	73.2	36.60
2	НТК180/6	6	180	(50:150)	1.16	70.56	35.28
3	НТК200/2	2	200	(50:150)	2.19	69.7	34.85
4	НТК200/6	6	200	(50:150)	2.43	68.34	34.17
5	НТК220/2	2	220	(50:150)	2.23	61.6	30.80
6	НТК220/6	6	220	(50:150)	3.06	62.92	31.46

Из полученных образцов наибольшую удельную поверхность продемонстрировал образец НТК 220/6, где НТК обозначает *Hydrothermal Kazakhstan*, 220 - температура гидротермальной обработки (°С), а 6 - время выдержки процесса (ч). Полученные результаты свидетельствуют о существенном влиянии температуры и продолжительности обработки на формирование пористой структуры углеродного материала.

Вторым этапом было проведение микроволновой активации образца НТК 220/6 с использованием 2 М водного раствора гидроксида калия (КОН) и фосфорной кислоты (H_3PO_4 , $\geq 85\%$). Соотношение массы образца к объёму раствора активатора составляло 1:10. Обработку проводили в микроволновом реакторе YMW-HP80, оснащённом двухмагнетронной системой микроволнового излучения частотой 2450 МГц, при температуре 80–160 °С и давлении 5–20 psi (0,035–0,138 МПа). Активацию с КОН осуществляли в течение 2 ч, тогда как обработку H_3PO_4 проводили с выдержкой 20 мин для каждой экспериментальной точки. После обработки образцы тщательно промывали деионизированной водой до достижения нейтрального значения pH (pH 7), затем фильтровали, сушили при 110 °С в лабораторной сушильной печи до постоянной массы и получали готовый активированный образец (рис. 3). Выход активированного продукта относительно массы исходного образца составлял 41–48% в зависимости от условий активации. Эксперименты выполняли для исследования влияния химической активации на состав, структуру и текстурные характеристики материала.

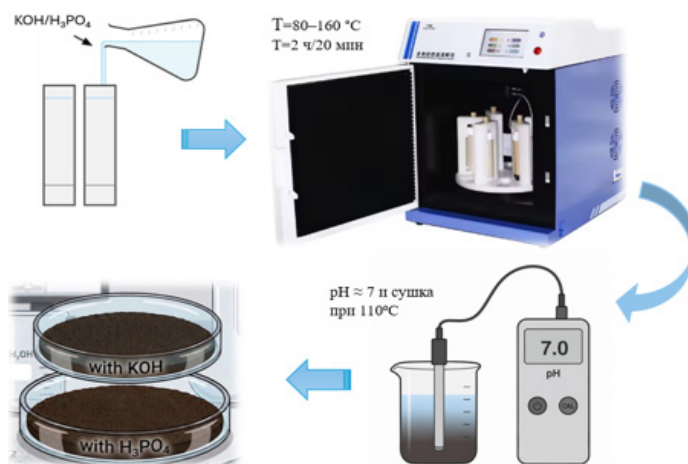


Рисунок 3 — Схема микроволновой химической активации синтезированного материала

На данном этапе проводилось сравнение удельной поверхности углеродных материалов, полученных с использованием KOH и H_3PO_4 в качестве активирующих агентов, с целью выявления наиболее эффективного реагента, оказывающего влияние на структурные характеристики синтезированных материалов. Следует отметить, что процесс активации осуществлялся в диапазоне температур $80-160\text{ }^\circ\text{C}$, соответствующем условиям мягкой активации, что позволяло сохранить углеродную матрицу и одновременно обеспечить развитие пористой структуры.

Для характеристики образцов применялись следующие методы:

Сканирующая электронная микроскопия и энергодисперсионная спектроскопия (SEM -EDS).

Методом сканирующей электронной микроскопии (SEM) изучена морфология поверхности образцов, а с помощью энергодисперсионного микроанализа (EDS) определен их качественный и количественный элементный состав. Анализ изображений в режимах вторичных (SE) и обратно-рассеянных (BSE) электронов позволил оценить микрорельеф и фазовую однородность материала, а построение карт распределения элементов (mapping) подтвердило локализацию компонентов в структуре образца.

Определение удельной поверхности и параметров пористой структуры материалов методом низкотемпературной адсорбции-десорбции азота (BET).

Удельная площадь поверхности и параметры пористой структуры образцов определялись методом низкотемпературной адсорбции-десорбции азота при 77 K . Расчет удельной площади поверхности S_{BET} проводился по методу Брунауэра–Эммета–Теллера (БЭТ) в линейном диапазоне относительных давлений $P/P_0 = 0.05-0.30$. Распределение пор по размерам и их суммарный объем рассчитывались по десорбционной ветви изотерм с использованием модели Баррета–Джойнера–Халенды (BJH). Для удаления адсорбированных паров воды и газов перед измерениями образцы подвергались предварительной дегазации в вакууме при температуре $250\text{ }^\circ\text{C}$ в течение 8 часов.

Характеризация функциональных групп и структуры методом FTIR-спектроскопии.

Идентификацию функциональных групп и молекулярного состава образцов проводили методом инфракрасной спектроскопии с преобразованием Фурье (FTIR) на спектрометре Bruker ALPHA II Platinum (Bruker Optics GmbH, Германия). Метод основан на избирательном поглощении инфракрасного излучения молекулами вещества на частотах, соответствующих собственным колебаниям химических связей. Регистрацию спектров осуществляли в диапазоне $400\text{--}4000\text{ см}^{-1}$ в режиме нарушенного полного внутреннего отражения с использованием универсального модуля Platinum-ATR с алмазным кристаллом. Стабильность измерений обеспечивалась перманентно настроенным интерферометром RockSolid и детектором DTGS с регулируемой температурой. Пробоподготовка образцов не проводилась; для регистрации спектра образец приводили в непосредственный контакт с измерительным интерфейсом НПВО. Интерпретацию полученных спектров осуществляли путём сравнения характеристических полос поглощения с литературными данными и стандартными спектральными базами данных.

Результаты и обсуждение.

Результаты сканирующей электронной микроскопии (SEM) и энергодисперсионная спектроскопия (EDS).

Исследование морфологических особенностей поверхности сорбентов методом сканирующей электронной микроскопии позволило визуализировать структурные изменения, происходящие в процессе химической модификации. На микрофотографиях исходного кофейного жмыха (рис. 4) наблюдается относительно плотная и неоднородная структура, характерная для лигноцеллюлозных биоматериалов. Поверхность сырья представлена крупными чешуйчатыми наслоениями с минимальным количеством видимых пор, что свидетельствует о низкой удельной площади поверхности и ограниченном доступе к внутренним сорбционным центрам.

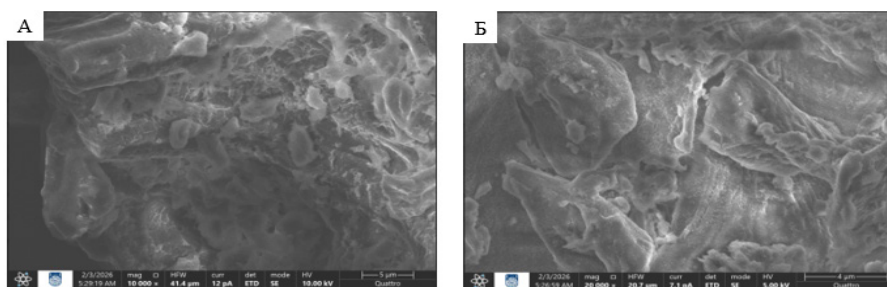


Рисунок 4 — SEM снимок сырья кофейного жмыха

Согласно данным энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDS), представленным на рис.4, исследуемые кофейные остатки представляют собой гетероатомный углеродный материал с высоким содержанием функциональных групп. Основу структуры формирует углерод (табл. 2), составляющий 39.1 ат. % (32.5 мас. %), в сочетании со значительным количеством кислорода - 52.7 ат.

% (58.5 мас. %), что характерно для недопирилизованной биомассы с развитым кислородсодержащим каркасом. Особый интерес представляет наличие азота в количестве 7.5 ат. % (7.2 мас. %), что классифицирует данный образец как перспективный азотсодержащий (1 таблица) углеродный прекурсор. Минеральная составляющая представлена калием (0.7 ат. %), который может выступать в роли естественного катализатора при дальнейшей активации материала.

Таблица 2 — Элементный состав поверхности исходного кофейного жмыха полученного методом

Элемент	Атомный процент (At.%)	Массовый процент (Wt.%)
Кислород (O)	52.7%	58.5%
Углерод (C)	39.1%	32.5%
Азот (N)	7.5%	7.2%
Калий (K)	0.7%	1.8%

Обработка НТК 220/6 гидроксидом калия приводит к радикальной трансформации его текстурных характеристик. Как следует из SEM -снимков образца после модификации КОН (рис. 5), щелочная активация вызывает глубокую деструкцию плотных слоев исходного сырья. Наблюдается формирование развитой макропористой структуры с выраженными кавернами и разломами. Процесс «травления» углеродного каркаса щелочью способствует фрагментации материала и созданию губчатой морфологии.

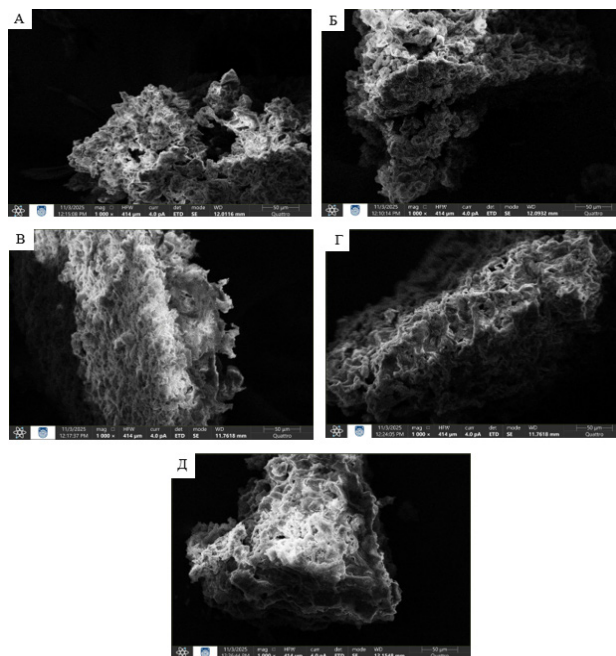


Рисунок 5 – SEM снимки углеродного материала на основе кофейного жмыха после микроволновой активации КОН, А) НТК 220/6-80, Б) НТК 220/6-100, В) НТК 220/6-120, Г) НТК 220/6-140, Д) НТК 220/6-160.

Использование H_3PO_4 в качестве модифицирующего агента также приводит к существенному развитию пористости, однако характер изменений отличается от щелочной обработки. На снимках образца, активированного H_3PO_4 (рис. 6), отчетливо видна мягкая активация поверхности с образованием множества мелких, равномерно распределенных пор. Дегидратирующее действие кислоты способствует формированию жесткого углеродного скелета, пронизанного сетью каналов. Такая «сотовая» структура указывает на значительное увеличение микро- и мезопористости, что является определяющим фактором для повышения емкости сорбента по отношению к целевым компонентам.

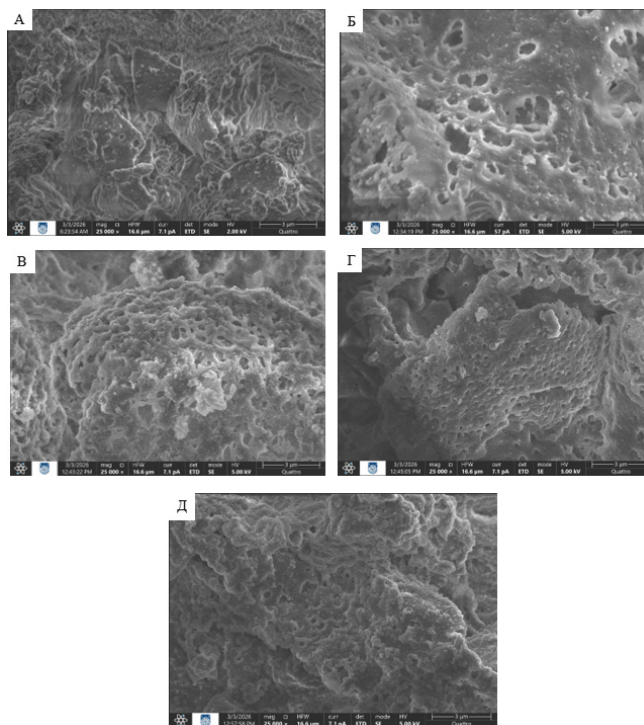


Рисунок 6 – SEM снимки углеродного материала на основе кофейного жмыха после микроволновой активации H_3PO_4 , А) НТК 220/6-80_1, Б) НТК 220/6-100_2, В) НТК 220/6-120_3, Г) НТК 220/6-140_4, Д) НТК 220/6-160_5.

Сравнительный анализ представленных микрофотографий подтверждает эффективность обоих методов химической активации. В то время как исходное сырье обладает барьерной структурой, мягкая активация с использованием KOH и H_3PO_4 позволяет сформировать высокопористую матрицу с развитым рельефом. Полученные данные свидетельствуют о целесообразности химической обработки для направленного изменения текстуры поверхности кофейных отходов и формирования развитой пористой структуры.

Результаты удельной поверхности и параметров пористой структуры материалов методом низкотемпературной адсорбции-десорбции азота (ВЕТ).

После проведения первого этапа эксперимента в микрореакторе полученные образцы были подвергнуты ВЕТ-анализу с целью определения удельной площади поверхности и выбора наиболее оптимального образца для дальнейших исследований.

Результаты показали чёткую зависимость площади поверхности от условий гидротермальной обработки: с увеличением температуры и продолжительности воздействия удельная площадь поверхности последовательно возрастала - от 0,80 м²/г у образца НТК180/2 до 5,9 м²/г у образца НТК220/6 (рис. 7). Наибольшее значение было зафиксировано у образца №6 - НТК220/6 (220 °С, 6 ч), что указывает на наиболее развитую пористую структуру среди всех исследованных образцов.

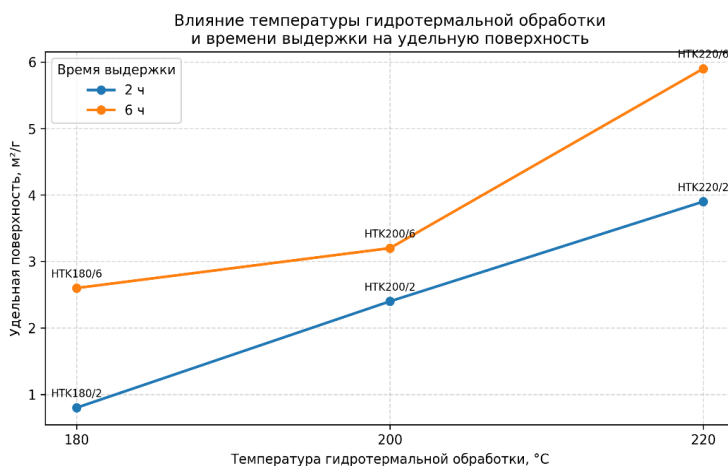


Рисунок 7 — Влияние температурной гидротермальной обработки и времени выдержки на удельную поверхность углеродных материалов

На основании полученных данных образец НТК220/6 был признан оптимальным для проведения последующих этапов эксперимента, поскольку развитая удельная площадь поверхности обеспечивает более эффективный контакт с активирующим агентов при микроволновой активации.

После выбора оптимального образца НТК220/6, образцы остатков кофе после микроволнового реактора были подвергнуты химической активации с использованием двух активирующих агентов – КОН и Н₃РО₄, с последующим определением удельной площади поверхности методом ВЕТ.

Таблица 3 — Результаты ВЕТ образцов остатки кофе после микроволнового реактора

№	Образец	Температура, (°C)	Площадь поверхности образца с КОН, m ² /g	Площадь поверхности образца с Н ₃ РО ₄ , m ² /g
1	НТК#6_80	80	3,9	15,64
2	НТК#6_100	100	3,2	9,75
3	НТК#6_120	120	7,05	24,78
4	НТК#6_140	140	-	9,63
5	НТК#6_160	160	-	9,67

Согласно полученным данным (табл. 3), случае использования КОН в качестве активирующего агента при микроволновой активации не наблюдается значительное изменение удельной поверхности углеродных материалов на основе кофейного жмыха, максимальное из которых составляет $7,05 \text{ м}^2/\text{г}$. Такое поведение углеродной матрицы свидетельствует о том, что в данных условиях КОН не проявляет активирующих свойств, а лишь катализирует процессы низкотемпературного смолообразования и оплавления пор щелочью. Сравнительный анализ двух модификаторов однозначно показал, что активация H_3PO_4 является наиболее оптимальной, демонстрируя кратное преимущество во всем диапазоне температур. Использование этого агента позволило существенно увеличить удельную площадь поверхности материала: если у исходного безреагентного образца НТК220/6 этот показатель составлял всего $5,9 \text{ м}^2/\text{г}$, то после микроволновой модификации H_3PO_4 при 120°C удельная поверхность составила $24,78 \text{ м}^2/\text{г}$. Это указывает на достижение оптимального баланса между индуцированным кислотой гидролизом сырья и фиксацией пористого каркаса фосфатными мостиками. Дальнейший нагрев до $140\text{--}160^\circ\text{C}$ приводит к падению и стабилизации значений на уровне $\sim 9,6 \text{ м}^2/\text{г}$ вследствие химической активации фосфорных эфиров и усадки пор под действием микроволн. Таким образом, микроволновое модифицирование фосфорной кислотой при 120°C является наиболее эффективным и оптимальным режимом для формирования развитой пористой структуры материала.

FTIR -спектроскопический анализ кофейного жмыха, подвергнутого щелочной и кислотной химической активации.

Для идентификации функциональных групп на поверхности синтезированных углеродных материалов и оценки влияния природы активирующего агента и температуры гидротермальной карбонизации (НТК) был выполнен анализ ИК-спектров полученных образцов. Оба ряда материалов демонстрируют схожий набор базовых характеристических полос, что указывает на общую углеродную основу, формирующуюся в процессе гидротермального обугливания. Однако профили полос и их температурная динамика претерпевают существенные изменения в зависимости от типа используемого активатора.

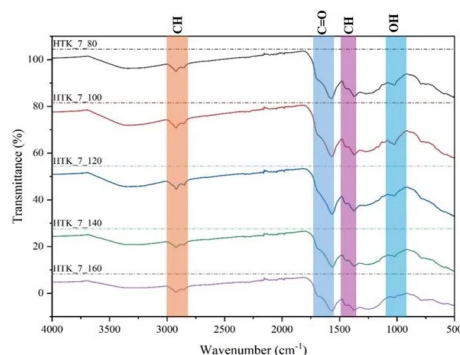


Рисунок 8 – FTIR -спектры образцов серии НТК_7, активированных КОН при температурах $80\text{--}160^\circ\text{C}$

В спектрах обеих серий наблюдается полоса поглощения в области $\sim 2850\text{--}3000\text{ см}^{-1}$, соответствующая колебаниям С–Н связей алифатических фрагментов (рис.8,9). Интенсивность данной полосы закономерно снижается с повышением температуры активации от 80 до 160°C , что свидетельствует о прогрессирующей ароматизации углеродной матрицы. В образцах серии НТК_7 (рис. 8) деградация С–Н-полос происходит более равномерно, тогда как в серии $\text{MV H}_3\text{PO}_4$ (рис. 9) их интенсивность остаётся относительно высокой при повышенных температурах, что может указывать на стабилизирующее действие фосфорной кислоты на алифатические структуры.

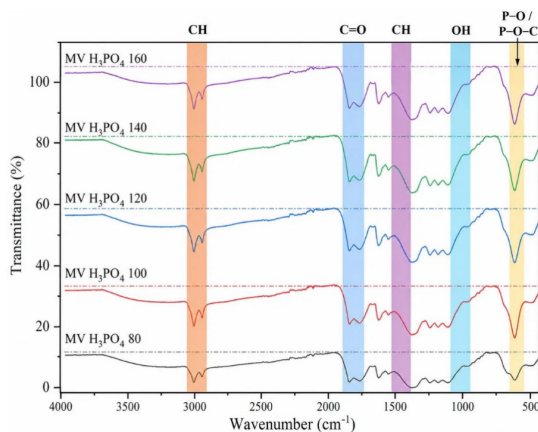


Рисунок 9 – FTIR -спектры образцов серии $\text{MV H}_3\text{PO}_4$, активированных фосфорной кислотой при температурах $80\text{--}160^\circ\text{C}$

Полосы в диапазоне $\sim 1700\text{--}1800\text{ см}^{-1}$, отвечающие валентным колебаниям карбонильных групп С=О, присутствуют в спектрах обеих серий, однако их характер существенно различается. В серии НТК_7 (рис.8) интенсивность карбонильных полос снижается при температурах выше 120°C , что отражает деструкцию кислородсодержащих групп в условиях щелочной активации. В серии $\text{MV H}_3\text{PO}_4$ (рис.9), напротив, данные полосы сохраняют выраженный характер вплоть до 140°C , что связано с образованием эфирных и фосфатных связей при взаимодействии угля с кислотным агентом.

Широкая полоса в области $\sim 950\text{--}1200\text{ см}^{-1}$, отнесённая к деформационным колебаниям О–Н групп, значительно более интенсивна в образцах серии НТК_7 при низких температурах активации ($80\text{--}100^\circ\text{C}$) и заметно убывает по мере её повышения (рис.8). Это согласуется с классическим механизмом щелочной активации, при котором КОН инициирует раскрытие пор с последующей деструкцией гидроксильных групп.

В спектрах серии $\text{MV H}_3\text{PO}_4$ (рис. 9) в области $500\text{--}800\text{ см}^{-1}$ наблюдаются полосы, которые могут быть отнесены к колебаниям связей Р–О и Р–О–С. Их появление может свидетельствовать о возможном взаимодействии фосфорной кислоты с углеродной матрицей и формировании фосфорсодержащих поверхностных

фрагментов. В серии НТК_7 данные полосы отсутствуют, что указывает на различие химической природы поверхности.

Таким образом, ИК-спектроскопические данные показывают, что щелочная активация КОН преимущественно приводит к развитию углеродной матрицы с уменьшением количества поверхностных кислородсодержащих групп, тогда как обработка H_3PO_4 способствует сохранению кислородсодержащих фрагментов и может приводить к формированию фосфорсодержащих поверхностных структур.

Заключение. В ходе проведенного исследования успешно реализован двухэтапный подход к гидротермальной и химической модификации кофейного жмыха (отходов переработки кофе), позволивший установить фундаментальную взаимосвязь между условиями обработки и эффективностью формирования пористого каркаса углеродных материалов. Экспериментально доказано, что если традиционное безреагентное гидротермальное воздействие требует жестких режимов для достижения минимально развитой поверхности (оптимальный образец НТК220/6 показал $5,9 \text{ м}^2/\text{г}$), то последующая интенсифицированная микроволновая активация качественно меняет текстурные свойства. Сравнительный анализ применяемых активирующих агентов при микроволновой активации выявил неэффективность использования КОН в исследованном низкотемпературном интервале $80\text{--}160^\circ\text{C}$ из-за доминирования процессов смолообразования, где максимальное значение удельной поверхности составило $7,05 \text{ м}^2/\text{г}$. В свою очередь, микроволновая активация с H_3PO_4 продемонстрировало выраженный синергетический эффект сочетания воздействия кислых сред и микроволнового поля, где температура 120°C оказалась оптимальной для достижения максимальной удельной поверхности - $24,78 \text{ м}^2/\text{г}$. Полученные результаты имеют высокую практическую значимость и открывают новые технологические возможности для дальнейшего использования разработанных материалов в качестве перспективных и эффективных сорбентов для очистки сточных и природных вод от растворенных органических веществ и других загрязнителей.

References

- Vilaysit Thithai, Xuanjun Jin; Muhammed Ajaz Ahmed; (2021) Joon-Weon Choi. Physicochemical Properties of Activated Carbons Produced from Coffee Waste and Empty Fruit Bunch by Chemical Activation Method. *Energies*. 14(11). — 3002 p. DOI: 10.3390/en14113002 (in Eng.).
- Kovalcik A., Obruca S., Marova I. (2018) Valorization of spent coffee grounds: A review. *Food Bioprod. Process.* 110. — P. 104–119. DOI: 10.1016/j.fbp.2018.05.002 (in Eng.).
- International Coffee Organization (ICO), 2026 г. Ежемесячный отчет о рынке кофе за 2025/26 год. <https://ico.org> (in Eng.).
- Freitas, C.P.M. De, Marangon B.B., Pereira E.G., Renato N.S. (2023) Exploring spent coffee grounds energy potential in the brazilian scenario Special Issue: Energy in Agriculture, Scientific Paper DOI: 10.1590/1809-4430 (in Eng.).
- N.H. Ly, N.L.M. Khoa, N.B. Nguyen, V.T. Huong, B. Van Duc, T.M. Aminabhavi, Y. Vasseghian, S.W. Joo. (2023) Microalgae-enhanced bioremediation of Cr(VI) ions using spent coffee ground-derived magnetic biochar MoS₂–Ag composites. *J. Env. Manage.* 348 DOI: 10.1016/j.jenvman.2023.119259 (in Eng.).
- R. Campos-Vega, G. Loarca-Pina, H.A. (2015) Vergara-Castañeda and B.D. Oomah, *Trends Food Sci. Technol.*, 45. — P. 24–36 DOI: 10.1016/j.tifs.2015.04.012 (in Eng.).

L.C. Oliveira, E. Pereira, I. R. Guimaraes, A. Vallone M. Pereira J.P. (2009) Mesquita and K. Sapag, J. Hazard. Mater, 165. — P. 87–94 DOI: 10.1016/j.jhazmat.2008.09.064 (in Eng).

B. Sukhbaatar, B. Yoo, J. Lim. (2021) Metal-free high-adsorption-capacity adsorbent derived from spent coffee grounds for methylene blue. RSC Adv., 11. — P. 5118–5127 DOI: 10.1039/D0RA09550H (in Eng).

Stylianou M., Agapiou A., Omirou M., Vyrides I., Ioannides I.M., Maratheftis G., Fasoula D. (2018) Converting environmental risks to benefits by using spent coffee grounds (SCG) as a valuable resource. Environ. Sci. Pollut. Res. Int. 25:35776–35790. DOI: 10.1007/s11356-018-2359 (in Eng).

Kamil M., Ramadan K.M., Awad O.I., Ibrahim T.K., Inayat A., Ma X. (2019) Environmental impacts of biodiesel production from waste spent coffee grounds and its implementation in a compression ignition engine. Sci. Total Environ. 675:13–30. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2019.04.156 (in Eng).

Vedran Milanković, Tamara Tasić, Igor A Pašti, Tamara Lazarević-Pašti. (2024) Resolving Coffee Waste and Water Pollution-A Study on KOH-Activated Coffee Grounds for Organophosphorus Xenobiotics Remediation. Xenobiot. Sep 10;14(3):1238–1255. DOI: 10.3390/jox14030070 (in Eng).

Ahmed H., Abolore R.S., Jaiswal S., Jaiswal A.K. (2024) Toward Circular Economy: Potentials of Spent Coffee Grounds in Bioproducts and Chemical Production. Biomass. 4:286–312. DOI: 10.3390/biomass4020014 (in Eng).

Januszewicz, K.; Kazimierski, P.; Klein, M.; Kardaś, D.; Łuczak, J. (2020) Activated carbon produced by pyrolysis of waste wood and straw for potential wastewater adsorption. Materials 13, 2047. DOI: 10.3390/ma13092047 (in Eng).

Örkün Y.; Karatepe N.; Yavuz R. (2012) Influence of temperature and impregnation ratio of H₃PO₄ on the production of activated carbon from hazelnut shell. Acta Phys. Pol. A 121. — P. 277–280. DOI: 10.12693/APhysPolA.121.277 (in Eng).

Hupian M., Galamboš M., Viglašová E., Rosskopfová O., Kusumkar V.V., Daño M. (2024) Activated carbon treated with different chemical agents for pertechnetate adsorption. J. Radioanal. Nucl. Chem. 333:1815–1829. DOI: 10.1007/s10967-024-09399-5 (in Eng).

© **Kenzhaliev B., Koizhanova A., Abdyldaev N*, Magomedov D.,
Yerdenova M., 2026.**

JSC “Institute of Metallurgy and Mineral Processing,” Satbayev University,
Almaty, Kazakhstan.

E-mail: nur.ab.kz@mail.ru

STUDY OF THE BEHAVIOR OF IMPURITY ELEMENTS DURING THE CHEMICAL LEACHING OF COPPER ORE

Kenzhaliev Bagdaulet — Doctor of Technical Sciences, Professor, Chief Researcher at JSC “Institute of Metallurgy and Mineral Processing” Satbayev University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: bagdaulet_k@satbayev.universit, <https://orcid.org/0000-0003-1474-8354>;

Koizhanova Aigul — Candidate of Technical Sciences, Associate Professor, Head of the Laboratory at JSC “Institute of Metallurgy and Mineral Processing” Satbayev University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: aigul_koizhan@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9358-3193>;

Magomedov David — Research Associate, JSC “Institute of Metallurgy and Mineral Processing” Satbayev University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: davidmag16@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7216-2349>;

Yerdenova Maria — Research Associate, JSC “Institute of Metallurgy and Mineral Processing” Satbayev University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: erdenova_mariya@mail., <https://orcid.org/0000-0002-7496-5097>;

Abdyldaev Nurgali — Junior Researcher, JSC “Institute of Metallurgy and Mineral Processing” Satbayev University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: nur.ab.kz@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8145-5741>.

Abstract. This paper presents the results of studies on the behavior of impurity elements during the chemical sulfuric acid leaching of oxidized copper ores. The relevance of this research lies in the need for effective purification of leachate solutions from impurities, as high iron concentrations impair copper electrolysis performance and increase the consumption of process reagents. The objective of this study is to investigate the behavior of impurity elements during the chemical leaching of copper ore and their selective separation from the leach solutions. The research was conducted using modern analytical equipment. As part of the study, comparative investigations were carried out on the selective precipitation of impurity elements and the method of extractive removal of iron ions. According to the results of chemical analysis, the composition of the copper sample is characterized by the following values: SiO₂ – 56 %, Al₂O₃ – 5.2 %, Fe₂O₃ – 7.35 %, CaO – 4.9 %, and MgO – 5.2 %. Mineralogical analysis showed that the main

phases are silicates and hematite. The crystalline structure is characterized by a uniform distribution of crystals measuring 100–150 μm . The studies revealed the behavior of impurities in an acidic environment during the leaching of copper ore. High efficiency in the removal of impurities (iron) was observed when phosphate solutions were used as a precipitant in a 1:1 ratio; in this case, the overall efficiency of removing iron ions from copper solutions reached over 93.53m%. The iron phosphate precipitates obtained during the purification process may subsequently be of interest as an additional valuable product. The results obtained confirm the possibility of controlling the composition of productive solutions through targeted chemical treatment and highlight the potential for obtaining valuable by-products during the purification of solutions from impurities.

Keywords: Leaching, extraction, raffinate, selective extraction, iron precipitation

For citations: Kenzhaliev B., Koizhanova A., Abdylдаев N., Magomedov D., Yerdenova M. Study of the behavior of impurity elements during the chemical leaching of copper ore. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. — P. 208-223. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.373>

© Кенжалиев Б., Қойжанова А., Абдылдаев Н., Магомедов Д.,
Ерденова М., 2026.

АҚ "Металлургия және кен байыту институты" Satbayev University,
Алматы, Қазақстан.
E-mail: nur.ab.kz@mail.ru

МЫС ШИКІЗАТЫН ХИМИЯЛЫҚ ШАЙМАЛАУ КЕЗІНДЕГІ ҚОСПА ЭЛЕМЕНТТЕРІНІҢ ӘРЕКЕТІН ЗЕРТТЕУ

Кенжалиев Бағдәулет — техника ғылымдарының докторы, профессор, бас ғылыми қызметкері АҚ "Металлургия және кен байыту институты" Satbayev University, Алматы, Қазақстан,
E-mail: bagdaulet_k@satbayev.universit, <https://orcid.org/0000-0003-1474-8354>;

Қойжанова Айгүл — техника ғылымдарының кандидаты, қауымдастырылған профессор, АҚ "Металлургия және кен байыту институты" Satbayev University, Алматы, Қазақстан,
E-mail: aigul_koizhan@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9358-3193>;

Магомедов Давид — ғылыми қызметкер, АҚ "Металлургия және кен байыту институты" Satbayev University Алматы, Қазақстан,
E-mail: davidmag16@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7216-2349>;

Ерденова Мария — ғылыми қызметкер, АҚ "Металлургия және кен байыту институты" Satbayev University Алматы, Қазақстан,
E-mail: erdenova_mariya@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-7496-5097>;

Әбділдаев Нұрғали — кіші ғылыми қызметкер, АҚ "Металлургия және кен байыту институты" Satbayev University Алматы, Қазақстан,
E-mail: nur.ab.kz@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8145-5741>.

Аннотация. Бұл жұмыста тотыққан мыс кендерін химиялық күкірт қышқылымен шаймалау кезіндегі қоспа элементтерінің мінез-құлқын зерттеу нәтижелері келтірілген. Зерттеудің өзектілігі өнімді ерітінділерді қоспалардан тиімді тазарту қажеттілігінде, өйткені темірдің жоғары концентрациясы мыс

электролизінің көрсеткіштерін нашарлатады және технологиялық реагенттердің шығынын арттырады. Бұл жұмыстың мақсаты мыс шикізатын химиялық шаймалау кезіндегі қоспа элементтерінің мінез-құлқын зерттеу және оларды өнімді ерітінділерден селективті окшаулау болып табылады. Зерттеулер заманауи аналитикалық жабдықты қолдана отырып жүргізілді. Жұмыс барысында қоспа элементтерін селективті Тұндыру және темір иондарын экстракциялау әдісі бойынша салыстырмалы зерттеулер жүргізілді. Химиялық талдау нәтижелері бойынша мыс сынамасының құрамы бақылау мәндерімен сипатталады; SiO_2 - 56 %, Al_2O_3 - 5,2 %, Fe_2O_3 - 7,35%, CaO - 4,9% және MgO -5,2%. Минералогиялық талдау негізгі фазалар силикаттар мен гематит екенін көрсетті. Кристалдық құрылым 100-150 мкм кристалдардың біркелкі таралуымен сипатталады. Жүргізілген зерттеулер нәтижесінде мыс кенін шаймалау процесінде қышқыл ортадағы қоспалардың мінез-құлқының ерекшеліктері анықталды. Фосфат ерітінділерін 1:1 қатынасында тұндырғыш ретінде пайдаланған кезде қоспаларды (темірді) жоюдың жоғары тиімділігі тіркелді; мыс ерітінділерін темір иондарынан тазартудың соңғы тиімділігі 93,53% - дан астамға жетті. Тазарту процесінде алынған темір фосфатының шөгінділері қосымша құнды өнім ретінде қызығушылық тудыруы мүмкін. Нәтижелер мақсатты химиялық өңдеу арқылы өнімді ерітінділердің құрамын басқару мүмкіндігін растайды және ерітінділерді қоспалардан тазарту процесінде ілеспе құнды өнімдерді алу перспективасын көрсетеді.

Түйін сөздер: шаймалау, экстракция, рафинат, селективті экстракция, темір тұндыру

© Кенжалиев Б., Койжанова А., Абдылдаев Н., Магомедов Д.,
Ерденева М., 2026.

АО «Институт металлургии и обогащения» Satbayev University,
Алматы, Казахстан.

E-mail: nur.ab.kz@mail.ru.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПОВЕДЕНИЯ ПРИМЕСНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ПРИ ХИМИЧЕСКОМ ВЫЩЕЛАЧИВАНИИ МЕДНОГО СЫРЬЯ

Кенжалиев Багдаулет — доктор технических наук, профессор, главный научный сотрудник АО «Институт металлургии и обогащения» Satbayev University, Алматы, Казахстан,
E-mail: bagdaulet_k@satbayev.university, <https://orcid.org/0000-0003-1474-8354>;

Койжанова Айгуль — кандидат технических наук, ассоциированный профессор, заведующая лабораторией АО «Институт металлургии и обогащения» Satbayev University, Алматы, Казахстан,
E-mail: aigul_koizhan@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9358-3193>;

Абдылдаев Нургали — младший научный сотрудник АО «Институт металлургии и обогащения» Satbayev University, Алматы, Казахстан,
E-mail: nur.ab.kz@mail.ru, ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8145-5741>;

Магомедов Давид — научный сотрудник АО «Институт металлургии и обогащения» Satbayev University, Алматы, Казахстан,
E-mail: davidmag16@mail.ru, ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7216-2349>;

Ерденова Мария — научный сотрудник АО «Институт металлургии и обогащения» Satbayev University, Алматы, Казахстан,
E-mail: erdenova_mariya@mail.ru, ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7496-5097>.

Аннотация. В настоящей работе представлены результаты исследования поведения примесных элементов при сернокислотном выщелачивании окисленного медного сырья. Актуальность исследования обусловлена необходимостью эффективной очистки продуктивных растворов от примесей, поскольку повышенное содержание железа отрицательно влияет на показатели электролитического получения меди и приводит к увеличению расхода технологических реагентов. Целью работы являлось изучение поведения примесных элементов в процессе химического выщелачивания медного сырья и разработка подходов к их селективному выделению из продуктивных растворов. Исследования проводились с использованием современных физико-химических и аналитических методов. В рамках работы выполнено сравнительное исследование методов селективного осаждения примесей и экстракционного удаления ионов железа. По результатам химического анализа установлено, что исследуемая проба содержит 56,0 % SiO_2 , 5,2 % Al_2O_3 , 7,35 % Fe_2O_3 , 4,9 % CaO и 5,2 % MgO . Минералогический анализ показал, что основными фазами являются силикаты и гематит. Кристаллическая структура характеризуется равномерным распределением зерен размером 100–150 мкм. В результате проведенных исследований установлены особенности поведения примесных элементов в кислой среде при выщелачивании медной руды. Наиболее высокая эффективность удаления железа достигнута при использовании фосфатных растворов в качестве осадителя при соотношении реагентов 1:1. Степень очистки продуктивных растворов от ионов железа составила более 93,53 %. Образующиеся осадки фосфата железа могут представлять практический интерес в качестве дополнительного ценного продукта. Полученные результаты подтверждают возможность управления составом продуктивных растворов путём целенаправленной химической обработки и свидетельствуют о перспективности комплексного использования продуктов очистки.

Ключевые слова: выщелачивание, медное сырьё, примесные элементы, железо, селективное осаждение, экстракция, продуктивные растворы, рафинат

Работа выполнена при финансовой поддержке Комитета науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан (грант № BR24992757)

Введение. Современной проблемой характерной для многих отраслей цветной металлургии является необходимость вовлечения в производство забалансового труднообогатимого сырья. Сложностью гидрометаллургии никеля и меди являются также условия их селективного разделения, характеристика состава исходного сырья, свойства медь и никель содержащих минералов, а также специфика влияния примесных элементов на процесс выщелачивания. С учетом различий химических свойств никеля и меди, возникает необходимость изучения влияния примесей различных элементов на процессы выщелачивания

данных металлов. Так, например, присутствие хлорид ионов в выщелачивающем растворе благоприятно сказывается на извлечении никеля, но неприемлемо для гидрометаллургического производства меди при использовании в дальнейшем жидкостно-экстракционной технологии.

Согласно современным исследованиям, повышение концентрации ионов хлора в сульфатном электролите до 0,5 г/л существенно возрастает скорость растворения металлического никеля, а его извлечение повышается в 2-2,5 раза. В тоже время, присутствие ионов хлора, более 0,1 г/л, крайне негативно отражается на экстрактивной технологии извлечения меди, что делает неприемлемым способ хлорного окисления для коллективных медно-никелевых методов выщелачивания. (Avfukova et al., 2022; Brožová et al., 2025; Caetano et al., 2024; Chepushtanova et al., 2024). Другой проблемой, особенно характерной для гидрометаллургии меди, является фактор накопления в технологических растворах избыточного количества соединений железа, а также других снижающих производственную эффективность примесей. В процессе переработки медного сырья продуктивный раствор находится в постоянной рециркуляции, что приводит к постепенному накоплению в нем побочных элементов, в частности соединений железа, кальция, силикатных соединений и других. На начальных этапах запуска гидрометаллургического производства, соединений трехвалентного железа в умеренных концентрациях выступают в качестве катализирующего окислителя. Однако, превышение концентрации ионов трехвалентного железа, более 10 г/л, негативно сказывается на процессе экстракции, т.к. снижает селективность органического экстрагента по меди, что приводит к ухудшению качества электролита и получаемой при электролизе катодной меди, а также повышению расхода электроэнергии. Также, крайне нежелательно присутствие в продуктивном растворе ионов железа в степени окисления 2^{+} , способных даже при небольших концентрациях переходить при экстракции в электролит. Другие побочные примеси, особенно соединения силикатов, также крайне негативно сказываются на производственном процессе, приводя к образованию межфазной взвеси на стадиях экстракции и реэкстракции и существенно сокращая срок эксплуатации органической фазы и системы фильтров. В связи с чем, для гидрометаллургических производств катодной меди, поиск методов экологически безопасной утилизации или переработки подобных растворов является актуальной задачей.

Литературный обзор. На сегодняшний день имеются исследования, раскрывающие те или иные методы выделения и осаждения железа. Однако практика применения данных методов к гидрометаллургическому производству меди и никеля не изучена. К основным направлениям поиска методов способствующих осаждению и коагуляции ионов железа можно отнести: Методы применения реагентов, образующих с железом простые и комплексные гидратные/гидроксидные нерастворимые соединения (Kenzhaliyev et al., 2025; Koizhanova et al., 2023). Получение нерастворимых гидроксидов железа потребует увеличения показателя pH среды. Во многих изданиях и справочниках указано, что при $\text{pH} < 4,5$ железо преимущественно находится в водной среде в виде ионов Fe^{3+} , Fe^{2+} и

$\text{Fe}(\text{OH})^{2+}$; повышение pH приводит к окислению железа (II) в железо (III), которое выпадает в осадок; в восстановительной среде в присутствии карбонатов и при $\text{pH} \geq 8,4$ возможно выделение карбоната железа и др. (Koizhanova et al., 2024; Latyuk et al., 2024; Li et al., 2023; Liu et al., 2022; Ma et al., 2024).

Методы экстрактивного удаления железа, аналогичны процессам экстракции меди и никеля. Для селективного извлечения железа предполагается использование органических соединений, не растворимых в водных фазах, поддающихся последующей регенерации (реэкстракция). В качестве подходящих органических фаз в данном случае можно рассматривать некоторые типы ароматических углеводородов, алифатические спирты, эфиры и др. Методы, включающие получение малорастворимых и нерастворимых солей железа (Niu et al., 2021; Voropanova et al., 2016; Wan et al., 2021; Yu et al., 2024). Основной принцип очистки растворов в данном методе, как и в первом примере, основывается на переводе железа в осадок. В отличие от образования нерастворимых гидроксидов железа, получение некоторых нерастворимых солей железа, не требует изменения кислотности среды. Возможность применения ограничивается только рафинатом после экстракции, т.к. большинство кислотных остатков (анионов) образуют нерастворимые соли с медью и никелем. Это связано с тем, что некоторые соли меди обладают меньшим произведением растворимости, что приведет к их первоочередному выпадению в осадок, в случае применения к медьсодержащему продуктивному раствору. Поэтому использование данного метода предусматривается на обезмеженном рафинате и предполагает последующее удаление осадка, содержащего соли железа. Методы, связанные с получением комплексных соединений железа (Zhou et al., 2024). Получение комплексных соединений железа, как и предыдущий метод, основывается на образовании нерастворимых или малорастворимых соединений. Возможность образования железом тех или иных нерастворимых комплексных соединений зависит от множественных факторов, таких как константа устойчивости, показатель pH среды, насыщенность раствора, примеси и др. Так, например, получение достаточно устойчивого комплексного соединения выпадающего в осадок, гексацианоферрата (II) железа (III) $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$, невозможно в кислой среде. Кроме того, компонент, участвующий в образовании с железом устойчивого нерастворимого комплексного соединения, не должен образовывать устойчивых соединений с медью при использовании продуктивного раствора; Комбинированные методы удаления железа. Данная методика предполагает комбинацию нескольких методов из описанных ранее. Процесс удаления железа до сих пор является малоизученным, несмотря на достаточно большое количество работ, посвящённых ему. В большинстве случаев достижение результата возможно только комплексным подходом: помимо снижения концентрации железа изменяются и другие показатели качества раствора: жёсткость, pH, минерализация, окисляемость (ОВП); механизмы этих изменений различны для отдельных показателей и нуждаются в отдельных исследованиях. В большинстве случаев, существующие методы выделения, осаждения железа и других примесей в основном рассчитаны на небольшие

концентрации водоемов и сточных вод. Кроме того, некоторые составы растворов методы очистки могут быть неприемлемыми по химическим параметрам для жидкостно-экстракционной технологии производства меди и никеля. Актуальность данной работы заключается апробация наиболее эффективного и подходящего метода снижения концентрации железа и прочих примесей из растворов гидрометаллургического производства.

Материалы и основные методы. Для исследований физико-химических методов использовались следующие приборы и устройства: оптической эмиссионной спектрометр Optima 2000 DV (США). Рентгенофазовый анализ BRUKER D8 ADVANCE. Рентгенофлуоресцентный анализ осуществлялся на спектрометре Venus 200 (Нидерланды). Минералогический анализ выполнялся с использованием поляризационного микроскопа OLYMPUS BX-51. Проба руды представлена медно-сульфидной рудой. Отбор и подготовку проб для полного химического анализа исходного материала проводили с учетом характеристики этого материала в соответствии с требованиями нормативно-технических документов, а технологические исследования – в соответствии с общепринятыми методиками

Для выполнения анализов из дробленой руды крупностью -2,5 мм отобраны пробы и истерты до крупности 98% класса -0,071 мм. Результаты определения химического состава руды, фазового состава на соединения меди.

Далее изучен фазовый состав с помощью рентгенофазового метода анализа. Анализ проводился на дифрактометре D8 Advance (BRUKER), излучение Cu – K_α. Далее изучен качественный и полуколичественный рентгенофазовый анализ, и элементный состав с помощью рентгенофазового и рентгенофлуоресцентного методов анализа. Порошковый рентгеновский дифрактометр D8 ADVANCE «Bruker Elemental GmbH» (Германия) измеряет зависимость интенсивности рентгеновских лучей, рассеянных порошкообразными образцами, плёнками, стёклами, ориентированными монокристаллами и т. д. Качественный и полуколичественный рентгенофазовый анализ; определение параметров и сингонии кристаллической решетки; определение размеров кристаллов. Для рентгенофазового анализа обычно используются рентгеновские трубки с медным (Cu) или кобальтовым (Co) анодом. Выбор анода зависит от характеристик исследуемого материала и требуемого разрешения.

Для изучения минералогического состава пробы руды были отобраны куски зерна с рудной минерализацией. Минералогические исследования шлифов и аншлифов проводились на микроскопе Leica P2500. На изучение вещественного состава поступили исходные образцы. Из них изготовлены полированные аншлифы, которые изучались под микроскопом марки OLYMPUS BX51.

Тесты по выщелачиванию проведены с использованием агитационного и бутылочного агитатора со скоростью вращения 40 оборотов в минуту. Масса навесок проб руды 100-200 г. Соотношение Т: Ж = 1:3.

В данной работе приведены результаты гидрометаллургических исследований медно - никелевой руды на исходной крупности (-0,074 мм). Выполнение

экспериментов агитационному выщелачиванию на каждой пробе с концентрацией серной кислоты 15 и 25 г/дм³ в выщелачивающем растворе 1,5 и 2,5 % и значении рН пульпы в ходе выщелачивания поддерживается на уровне значений 1.2-1.3, поддерживаемого в процессе выщелачивания:

Время проведения каждого теста – 8 часов (отбор 4 ч, 6 ч, 8 ч для проверки кислоты) по следующей методике: После загрузки в агитаторы руды и подачи раствора выщелачивания отбирается проба пульпы для замера исходного рН. В случае превышения рН пульпы выше необходимого значения в пульпу подается концентрированная серная кислота до достижения $\text{pH} \leq 1,5 \div 1,8$ необходимого значения рН, расход кислоты при этом фиксируется. В каждой пробе раствора определяется значение рН, содержание меди общего. рН продуктивного раствора поддерживается на уровне необходимого значения путем добавления в пульпу серной кислоты.

Для осаждение железа из продуктивных растворов осуществляли комбинированные химические соединений следующих типов действия: аммоний фтористый (фторид аммония) NH_4F – комплексобразующее, аммоний фтористый кислый (би-фторид аммония) NH_5F_2 и сульфонал $\text{R-C}_6\text{H}_4\text{NaO}_3\text{S-}$ – комплексобразующее/осаждающее, трибутилфосфат $(\text{C}_4\text{H}_9\text{O})_3\text{PO}$ – экстрактивное; гидрофосфат натрия Na_2HPO_4 и триполифосфат натрия $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ – осаждающее. Процесс вели при интенсивном перемешивании при комнатной температуре 20-25 °С и различных значениях рН: 1,5-2,0. Реагент-осадитель дозировали в реактор с заданным объемом продуктивный раствор порциями по 1–2 г в течение одного часа до достижения требуемого рН, после чего пульпу выдерживали один час при перемешивании для укрупнения частиц осадка. Затем осадок отделяли от маточного раствора фильтрацией на фильтровальной бумаге и промывали, после чего проводили сушку осадка при температуре 100 °С. Маточные растворы осаждения анализировали на содержание железа методом ICP-AES на атомно-эмиссионном спектрометре Optima 2000 DV (Perkin Elmer, США).

Для проведения исследований по эффективному выщелачиванию медно-никелевого минерального сырья и изучения влияния побочных примесей был произведен отбор проб участков одного из месторождения Казахстана. Первоначальный этап исследований включал в себя проведение химических, физических и минералогических анализов образцов руд участков данных месторождений. Участки представленных месторождений характеризуются различными уровнями содержания меди и никеля, а также особенностями минералогического строения. По результатам химического анализа состав медной пробы характеризуется следующими значениями: SiO_2 - 56 %, Al_2O_3 - 5,2 %, Fe_2O_3 - 7,35 %, CaO - 4,9 % и MgO - 5,2 %. Подробный элементный состав данной медной руды был определен рентгенофлуоресцентным анализом, результаты которого представлены в таблице 1.

Таблица 1 – элементный состав медной руды.

Элемент	Содержание	Элемент	Содержание
O	52,292	Ti	0,659
Na	0,55	V	0,011
Mg	5,512	Mn	0,110
Al	5,140	Fe	7,818
Si	18,419	Co	0,018
P	0,063	Ni	0,089
S	0,045	Cu	0,608
Cl	0,035	Zn	0,006
K	0,330	Sr	0,026
Ca	5,411	Pb	0,011

Далее был выполнен рентгенофазовый анализ на исходной руде с применением метода равных навесок и искусственных смесей. Определялись количественные соотношения кристаллических фаз. Результаты рентгенофазового анализа исходной руды представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Рентгенофазовый анализ исходной руды

Наименование	Формула	%
Кальцит (магний содержащий)	$(\text{Mg}_{0,03}\text{Ca}_{0,97})\text{CO}_3$	27,2
Клинохлор (железистый)	$(\text{Mg,Fe,Al})_6(\text{Si,Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$	12,8
Тальк	$\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$	11,6
Вермикулит	$\text{Mg}_3((\text{Al,Si})_4\text{O}_{10})(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	9,2
Монтмориллонит	$(\text{Na, Ca})_{0,3}(\text{Al,Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	8,9
Кварц	SiO_2	8,4
Кордиерит	$\text{Mg}_2\text{Al}_4\text{Si}_5\text{O}_{18}$	8,0
Лизардит	$\text{Mg}_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$	7,7
Антигорит	$\text{Mg}_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$	6,2

По результатам рентгенофазового анализа установлено, что основными фазами, составляющими являются кальцит– 27,2 %, клинохлор – 12,8 %. Минералогическим анализом были изучены основные порообразующие минералы, а также включения сульфидных фрагментов. На изучение вещественного состава поступали дробленные рудные материалы, из которых были изготавливалось аншлифы (брикеты). Наблюдение рудного материала производилось под микроскопом марки Olympus BX 51.

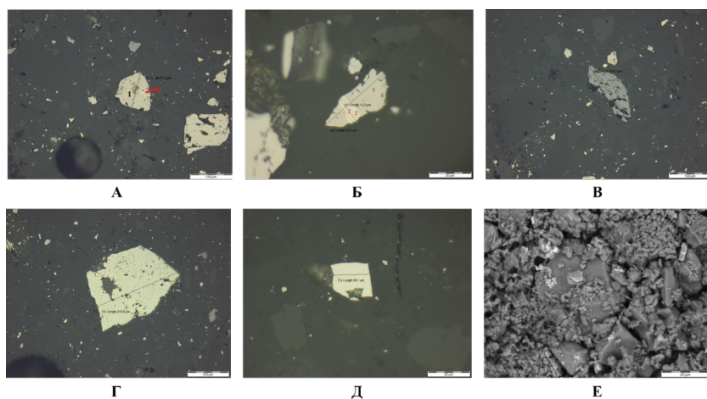


Рисунок 1 – Микроснимок исходной медно-никелевой руды

Разделение меди и никеля, на стадии кучного выщелачивания, на практике будет предусматривать два отдельных гидрометаллургических цикла. Несмотря на то, что оба металла извлекаются в кислых растворах, специфика химических свойств меди позволяет производить ее извлечение при более низких концентрациях серной кислоты, чем никель.

Процесс агитационного выщелачивания меди проводился методом перемешивания при соотношении твердого к жидкому (Т:Ж) 1:3, вес каждой экспериментальной пробы составлял 200 г, а концентрации серной кислоты варьировались от 1,5 до 2,5 %. Результаты агитационного выщелачивания меди представлены в таблице 3.

Таблица 3 – Результаты агитационного выщелачивания меди.

Наименование	H_2SO_4 %	C_{Cu} г/л	$V_{п.р.ра.}$ л	E_{Cu} %	Время, ч	pH	Температура °C
1 опыт	1,5	0,8	0,5	33,3	8	1-2	25
2 опыт	2,5	1,3	0,4	52,5	8	1-2	25

В результате агитационного выщелачивания медной руды установлено, что максимальное извлечение меди 52,54 % достигается с использованием 2,5 % серной кислоты. Получаемый продуктивный раствор анализировался на содержание меди и наличие некоторых потерь совместно извлекаемого никеля. Анализы продуктивных растворов, на содержание побочных примесей после стадий медного и никелевого выщелачивания показали в основном наличие ионов железа +3 и +2. Фиксировались незначительные концентрации хрома и хлор ионов, что не окажет заметного влияния на процессы извлечения меди и никеля. Таким образом, к основным побочным примесям выщелачивания данных образцов медно-никелевых руд можно отнести железо +3 и +2, концентрации которого для растворов каждого варианта представлены в таблице 4.

Таблица 4 – Содержание примеси железа в растворах после выщелачивания меди

Стадия выщелачивания - Cu						
Наименование	H ₂ SO ₄ %	Fe ³⁺ г/л	Fe ²⁺ г/л	Fe _{общ} г/л	V _{р-ра} , л	E, Fe %
1 опыт	1,5	5,30	1,10	6,40	0,500	22,28
2 опыт	2,5	5,45	1,22	6,67	0,485	22,53

Далее были выполнены исследование по изучению влияния побочных примесей на процессы выщелачивания и селективного извлечения из продуктивных растворов меди и никеля. Проведенными ранее анализами продуктивных растворов, показавшими в качестве основной побочной примеси железо, других примесей способных оказать влияние на процессы выщелачивания и селективного извлечения из продуктивных растворов меди и никеля. Наличие ионов железа, в растворах никелевого выщелачивания выступает как фактор снижающий извлечение металла, до определеннй уровень концентрации железа при медном выщелачивании. В качестве дополнительных реагентов в ряде экспериментов предусматривалось применение щелочи, серной кислоты, а также разбавление водой. Результаты экспериментов по удалению примесей железа и их результативности представлено в таблице 5.

Таблица 5 – Результаты экспериментов по удалению примесей железа (Fe²⁺, Fe³⁺)

Описание механизма удаления Fe, типа реакции	Комбинация, количеств. соотношение реагентов	pH	Железо в очищенном растворе, г/л			Эффективность удаления, %		
			Fe ³⁺	Fe ²⁺	Fe _{общ}	Fe ³⁺	Fe ²⁺	Fe _{общ}
Экстрактивный+ Комплексообразование/ осаждение	(C ₄ H ₉ O) ₃ PO(1:2)/ NH ₅ F ₂ -3,5%+ NaOH-2,5%	1,1→2,4	4,9	0,3	5,2	48,55	73,20	51,81
Экстрактивный	(C ₄ H ₉ O) ₃ PO(1:2)	1,1→2,4	4,8	0,3	5,2	49,07	75,26	52,54
Комплексообразование/ осаждение	R-C ₆ H ₄ NaO ₃ S- 5,0 %	1,2	3,8	0,4	4,2	59,78	69,76	61,10
Осаждение	Na ₂ HPO ₄ - 7,0 %	1,4	5,6	0,4	6,0	40,46	71,82	44,62
Разбавление (1:1) Осаждение	разбавленной водой 1:1; Na ₅ P ₃ O ₁₀ - 10,0 %	1,5	0,3	0,3	0,7	96,32	75,26	93,53

В результате проведенных экспериментов наибольшая эффективность 93,5 % удаления примесей железа была отмечена при использовании методов осаждения на основе обработки растворами фосфатов при соотношениях 1:1, тогда как при осаждении чистым фосфатом без водного разбавления удаляется только 44,62 %. В вариантах, предполагающих образование малорастворимых комплексов удаление железа не превышало 61,1 %. Полученные осадки, анализировались на общий элементный и фазовый составы, результаты которых представлены в таблицах 6-7.

Таблица 6 – Результаты флуоресцентного анализа осадков удаления железа из продуктивных растворов.

Элемент	Содержание	Элемент	Содержание
O	41,463	Ni	0,011
Na	7,145	Mn	0,152
Mg	0,628	Fe	27,640
Al	1,335	Co	0,052
Si	0,162	Cu	1,925
P	14,725	Zn	0,042
S	4,012	As	0,299
Cl	0,06	Sr	0,005
Ca	0,332	Zr	0,012

Таблица 7 – Результаты рентгенофазового анализа осадков удаления железа из продуктивных растворов.

Название компонента	Формула	%
Полифосфат железа	$\text{Fe}_4(\text{P}_3\text{O}_{10})_3$	57,3%
Натрия полифосфат гидрат	$\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	27,8%
Маггемит	Fe_2O_3	14,9%

По результатам физических анализов был подтвержден состав осадков, свойственный пирофосфату железа. Получаемый пирофосфат железа может рассматриваться в качестве дополнительного ценного продукта, так как он находит широкое применение в качестве инсектицида, гербицида, пищевой добавки (стабилизатора Е450), а также применяется в производстве стекла, бумаги, керамических изделий и строительных материалов.

Обсуждение. В образце медно-никелевой руды представлены пентландит, пирротин, пирит и магнетит. Пирротин обладает желтовато-кремовым цветом. Он образует относительно крупные зерна неправильной формы с извилистыми границами и тесно взаимно прорастает с пентландитом. Его размер зерен достигает до 216,8 мкм (рисунок 1 А,Б,В). Пентландит имеет розовато-кремовый цвет. Представлен в виде ангедральной формы зерен. Он имеет характер удлиненных выделений, приуроченных к трещинам в пирротине, вдаваясь во внутренние участки пирротина. Размер зерен достигает до 13,2 мкм (рисунок 1 А, Б). Пирит имеет желтый цвет и высокую отражательную способность. Встречается в виде форме четырехугольника. Размер зерен достигает до 18,1 мкм (рисунок 1 Г). Магнетит-серый, изотропный минерал, без внутренних рефлексов, магнитен. Представлен в виде удлиненной формы зерен. Отмечается в виде свободных зерен с размером 164,3 мкм (рисунок 1 Д). Медные и никелевые частицы не имеют четко выраженных минеральных образований и представлены различными вкраплениями в общей порообразующей массе (рисунок 1 Е).

Проведенные исследования по выщелачиванию медно-никелевого минерального сырья показали возможность эффективного раздельного извлечения меди и никеля. Так, с учетом существенных различий химических свойств и

потенциалов меди и никеля, возможность их раздельного извлечения возникает еще на этапе выщелачивания.

Максимальное извлечение меди 52,5 %, при первой стадии выщелачивания из медно-никелевой руды, было также достигнуто при выщелачивании серной кислотой с концентрацией 2,5 %. Попутные потери никеля на медном выщелачивании при его концентрации 0,005 г/л составили 0,63 %. Анализы продуктивных растворов, на содержание побочных примесей после стадий медного и никелевого выщелачивания показали в основном наличие ионов железа $^{+3}$ и $^{+2}$. Фиксировались незначительные концентрации хрома и хлор ионов, что не окажет заметного влияния на процессы извлечения меди и никеля. Таким образом, процесс выщелачивания медно-никелевого сырья подобного состава можно разделить на две стадии. Первоочередное выщелачивание меди ведется при концентрации серной кислоты на уровне 2,0-2,5 %, с получением медных продуктивных растворов.

Из данных таблицы 4 видно, что основная часть примесей в виде ионов железа $+2$ и $+3$, извлекается еще на стадии медного выщелачивания. Так, максимальные концентрации общего железа на уровне 6,4 – 6,9 г/л, достигались при кислотном выщелачивании 2,5 % на всех образцах руды. Однако, дальнейшее выщелачивание никеля, продемонстрировало примерно одинаковые концентрации железа для каждого варианта параметров эксперимента. С учетом данных концентраций примесей железа в растворах, а также его исходного содержания установлено, что основное извлечение железа из медно - никелевой руды происходит на стадии выщелачивания меди - 22 %.

Очистка растворов медного выщелачивания от избыточного количества железа может включать такие методы как разбавление рафината водой, получение выпаркой солей сульфата железа. Рассмотрены методы удаления железа на основе получения его малорастворимых и нерастворимых соединений, свойств комплексообразования, экстракционных свойств и комбинированные методы. Испытания методов селективного осаждения примеси производилось первоначально на растворе рафината после извлечения меди с максимальной концентрацией железа; Fe^{2+} - 1,455 г/л, Fe^{3+} - 9,523 г/л. В качестве основных реагентов были задействованы комбинации химических соединений следующих типов действия:

- 1) аммоний фтористый (фторид аммония) NH_4F – комплексообразующее;
- 2) аммоний фтористый кислый (би-фторид аммония) NH_5F_2 и сульфанол $\text{R-C}_6\text{H}_4\text{NaO}_3\text{S-}$ – комплексообразующее/осаждающее;
- 3) трибутилфосфат $(\text{C}_4\text{H}_9\text{O})_3\text{PO}$ - экстрактивное;
- 4) гидрофосфат натрия Na_2HPO_4 и триполифосфат натрия $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ - осаждающее.

В результате, наиболее высокая эффективность удаления избыточного железа была выявлена при использовании метода осаждения с помощью триполифосфата натрия. Дозировка данного реагента осуществляется в зависимости от необходимого уровня очистки растворов медного выщелачивания от солей

железа. Обработка данным реагентом растворов участка медного выщелачивания осуществляется после стадии экстракции на рафинате.

Выводы. В данной работе рассмотрены исследование поведения примесных элементов при химическом выщелачивании медного сырья. По результатам исследования можно контактировать следующее переработка окисленных забалансовых медно-никелевых руд представляет собой два этапа выщелачивания с включениями в производственные циклы операций по осаждению избыточного железа. Технология раздельных стадий выщелачивания может быть применима как агитационному, так и кучному методам выщелачивания (после выработки меди из отвала – выщелачивание никеля), а также выполнена интенсификация процессов извлечения меди и удаления железа на стадии медного производства. Итоговая эффективность очистки медных растворов от примесей железа может достигать более 93 %. Получаемые в процессе очистки осадки пиросульфата железа могут представлять интерес в качестве дополнительного ценного продукта.

References

- Avfukova L.S., Belova T.P. (2022) Sposoby kislotnogo vyshchelachivaniya nikel'soderzhashchih [Methods of Acid Leaching of Nickel-containing]. *Ores Advances in Contemporary Natural Science*. — No. 4. — P. 80-85 (in Russ.)
- Brožová S., Akçıl A., Čablík V. (2025) Bazan-Wozniak A. Selective separation and recovery of copper from industrial waste by leaching in sulfuric acid and hydrogen peroxide *Acta Montanistica Slovaca*, 30 (2). — P. 235-248. DOI: 10.46544/AMS.v30i2.02 (in Eng.)
- Caetano G.C., Ostroski I.C., de Barros M.A.S.D. (2024) Lateritic Nickel and Cobalt Recovery Routes: Strategic Technologies Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review, DOI:10.1080/08827508.2024.2328696 (in Eng.)
- Chepushtanova T., Yessirkegenov M., Bochevskaya Y., Sharipova A., Baigenzhenov O., Merkibaev Y., Altmyshbayeva A. (2024) The Testing Results of ACORGA, LIX Extractants and CR60 Crud Mitigation Reagent Influence during SX-EW Copper Extraction Sustainability (Switzerland), 16 (17), art. no. 7815, DOI: 10.3390/su16177815 (in Eng.)
- Kenzhaliyev, B., Koizhanova A., Yerdenova, M., Magomedov, D., Bakraeva, A., Abdyldayev, N., Kassenova, B. (2025). Study of Copper Leaching Technology from Copper Ores by Biochemical Method. *Kompleksnoe Ispolzovanie Mineralnogo Syra = Complex Use of Mineral Resources*, 338(3). — P. 101–111. <https://doi.org/10.31643/2026/6445.33> (in Eng.)
- Koizhanova A., Kenzhaliyev B., Magomedov D., Kamalov E., Yerdenova M., Bakrayeva A., Abdyldayev N. (2023) Study of Factors Affecting the Copper Ore Leaching Process *ChemEngineering*, 7 (3), art. no. 54, DOI: 10.3390/chemengineering7030054 (in Eng.)
- Koizhanova A.K., Kenzhaliyev B.K., Magomedov D.R., Erdenova M.B., Bakrayeva A.N., Abdyldayev N.N. (2024) Hydrometallurgical studies on the leaching of copper from man-made mineral formations. *Kompleksnoe Ispolzovanie Mineralnogo Syra = Complex Use of Mineral Resources*, 330(3):32-42. DOI: 10.31643/2024/6445.26 (in Eng.)
- Latyuk E., Goryachev A., Melamud V., Bulaev A. (2024) Hydrometallurgical Processing of a Low-Grade Sulfide Copper–Nickel Ore Containing Pt and Pd Processes, 12 (6), art. no. 1213, DOI:10.3390/pr12061213 (in Eng.)
- Li G., Chen Y., Mang C., Teng X., Luo J., Rao M. (2023) Near-Zero-Waste Approach for the Treatment of Saprolitic Nickel Laterite via a Combined Hydrometallurgical Process *ACS Sustainable Chemistry and Engineering*, 11 (18). — P. 6856 - 6865, DOI: 10.1021/acssuschemeng.2c05403 (in Eng.)
- Liu W., Su H., Zhang J., Wang L., Liu Y., Liang J., Zhu Z. (2022) Synthesis of N-(2-ethylhexyl)-pyridine-4-carboxamide and its synergistic behaviors with dinonylnaphthalene sulfonic acid for the selective extraction of nickel and cobalt Separation and Purification Technology, 286, art. no. 120385, DOI: 10.1016/j.seppur.2021.120385 (in Eng.)

Ma C., Li B., Li J., Wang P., Dong J., Cui Z., Yang S. (2024) Characteristics and Deep Mineralization Prediction of the Langmuri Copper–Nickel Sulfide Deposit in the Eastern Kunlun Orogenic Belt, China *Minerals*, 14 (8), art. no. 786, DOI: 10.3390/min14080786 (in Eng.)

Niu Z., Li G., He D., Fu X., Sun W., Yue T. Resource-recycling and energy-saving innovation for iron removal in hydrometallurgy: Crystal transformation of ferric hydroxide precipitates by hydrothermal treatment. *Journal of Hazardous Materials*. 41615 August 2021. — Article No. 125972. (in Eng.)

Voropanova L.A., Kokoyeva N.B. (20.01. 2016) Ekstrakciya ionov zheleza (III) iz vodnyh rastvorov tributilfosfatom [Extraction of iron (III) ions from aqueous solutions with tributyl phosphate]. Patent RU 2 572 927 C1. Bull. — No. 2 (in Russ.)

Wan, B., Yang, P., Jung, H., Zhu, M., Diaz, J.M., Tang, Y. (2021) Iron oxides catalyze the hydrolysis of polyphosphate and precipitation of calcium phosphate minerals *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 305. — P. 49-65. (in Eng.)

Yu J., Ma B., Shi L., Wang C., Chen Y. (2024) Selective removal of Fe(III) from HNO₃ leach liquor of saprolitic laterite ore: Precipitation efficiency, hydrolysis mechanism, and removal strategy *Separation and Purification Technology*, 344, art. no. 127273, DOI: 10.1016/j.seppur.2024.127273 (in Eng.)

Zhou X., Chen Y., Tan F., An J., Yang W. (2024) Selective removal of iron from sulfuric acid leaching solution of aerospace magnetic material scraps by jarosite process *Waste Management*, 188. — P. 107 - 116, DOI: 10.1016/j.wasman.2024.08.007 (in Eng.)

© Kipchakbayeva A.K., Tagabay A.K.* , Targyn A.B., 2026.

Al Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan.

E-mail: adem.tagabay@mail.ru

PHYTOCHEMICAL ANALYSIS OF EXTRACTIVE SUBSTANCES AND BIOLOGICALLY ACTIVE COMPOUNDS OF *VERBASCUM THAPSUS* L.

Kipchackbaeva Aliya — PhD, Associate Professor, Al -Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: aliya_k85@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0235-9661>;

Tagabay Ademi — Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: adem.tagabay@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0005-6432-4295>;

Targyn Aizhan — Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: aizhan.targyn2011@gmail.com, <https://orcid.org/0009-0006-7897-4050>.

Abstract. Biologically active compounds that have great pharmacological potential are largely obtained through medicinal plants. *Verbascum thapsus* L. has received scientific attention among them because of its varied phytochemical structure and extensive biological activity. The current research was conducted to examine the phytochemical composition of *V. thapsus* roots collected in the Almaty region of Kazakhstan. Spectrophotometric, permanganatometric, and colorimetric determination of biologically active classes of compounds were performed to quantitative determination. The atomic emission spectroscopy, gas chromatography and high-performance liquid chromatography techniques was also applied. Phytochemical analysis revealed that the content of moisture was 6.26%, total ash was 5.31% and extractive substances was 38.83%, which were in confirmation of the quality of the plant material. The quantitative analysis demonstrated the existence of significant content of the secondary metabolites (polysaccharides – 6.35%, tannins – 4.52%, flavonoids – 2.35%, saponins – 2.19%, alkaloids – 1.39%). The mineral analysis showed high level of such essential macroelements as potassium (1189.98 µg/mL), calcium (796.69 µg/mL) and magnesium (220.12 µg/mL) and trace elements, including the following: iron (15.4503 µg/mL), zinc (2.9316 µg/mL), and manganese (2.2882 µg/mL). Fatty acid analysis revealed the existence of saturated (42.288%), monounsaturated (22.190%), and polyunsaturated (34.397%) fatty acids with palmitic, oleic, and linoleic acids being the dominant ones. The HPLC result showed that the vitamin C content was 33.483 mg/100 g, and the

vitamin E was 0.665 mg/100 g. The obtained results indicate that *V. thapsus* growing in the Almaty region contains biologically active compounds, essential mineral elements, fatty acids, and antioxidant vitamins. These findings expand the existing knowledge on the phytochemical composition of this species in Kazakhstan. However, further biological and pharmacological studies are required to confirm its practical application in pharmaceutical and nutraceutical products.

Keywords: phytochemistry, biological active compounds, mineral composition, vitamins, fatty acids, GC, HPLC

For citations: Kipchakbayeva A.K., Tagabay A.K., Targyn A.B. Phytochemical analysis of extractive substances and biologically active compounds of Verbascum thapsus L.. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. — P.224-237. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.374>

© Кипчакбаева А.К., Тағабай Ә.Қ.*, Тарғын А.Б., 2026.

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

E-mail: adem.tagabay@mail.ru

VERBASCUM THAPSUS L. ӨСІМДІГІНІҢ ЭКСТРАКТИВТІ ЗАТТАРЫ МЕН БИОЛОГИЯЛЫҚ БЕЛСЕНДІ ҚОСЫЛЫСТАРЫНЫҢ ФИТОХИМИЯЛЫҚ ТАЛДАУЫ

Кипчакбаева Алия — PhD, доцент Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: aliya_k85@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0235-9661>;

Тағабай Әдемі — Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: adem.tagabay@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0005-6432-4295>;

Тарғын Айжан — Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: : aizhan.targyn2011@gmail.com, <https://orcid.org/0009-0006-7897-4050>.

Аннотация. Фармакологиялық әлеуеті жоғары биологиялық белсенді қосылыстардың негізгі көзі ретінде дәрілік өсімдіктер қарастырылады. Олардың ішінде *Verbascum thapsus* L. өсімдігі өзінің фитохимиялық құрамымен және кең ауқымды биологиялық белсенділігімен ғылыми қызығушылық тудырады. Бұл зерттеу Қазақстанның Алматы облысында өсетін *V. thapsus* өсімдігінің фитохимиялық құрамын зерттеуге бағытталған. Биологиялық белсенді қосылыстар кластарын сандық анықтау үшін спектрофотометриялық, перманганатометриялық және колориметриялық әдістер қолданылды. Сонымен қатар атомдық-эмиссиялық спектроскопия, газды хроматография және жоғары тиімді сұйықтықтық хроматография әдістері пайдаланылды. Фитохимиялық талдау нәтижелері бойынша ылғал мөлшері 6.26%, жалпы күл мөлшері 5.31%, ал экстрактивті заттардың үлесі 38.83% екені анықталды, бұл өсімдік шикізатының сапасын растайды. Сандық талдау нәтижесінде екінші реттік метаболиттердің айтарлықтай мөлшері анықталды: полисахаридтер—6.35%, дубильді заттар—4.52%, флавоноидтар — 2.35%, сапониндер — 2.19%, алкалоидтар — 1.39%. Минералдық

құрамды зерттеу маңызды макроэлементтердің жоғары мөлшерін көрсетті: калий (1189.98 мкг/мл), кальций (796.69 мкг/мл) және магний (220.12 мкг/мл). Сонымен қатар микроэлементтер де анықталды, олардың ішінде темір (15.4503 мкг/мл), мырыш (2.9316 мкг/мл) және марганец (2.2882 мкг/мл). Май қышқылдарының талдауы нәтижесінде қаныққан (42.288%), моноқанықпаған (22.190%) және полиқанықпаған (34.397%) май қышқылдарының бар екені анықталды, олардың ішінде пальмитин, олеин және линол қышқылдары басым болды. ЖТСХ талдауы бойынша С дәруменінің мөлшері 33.483 мг/100 г, ал Е дәруменінің мөлшері 0.665 мг/100 г екені анықталды. Алынған нәтижелер Алматы өңірінде өсетін *V. thapsus* өсімдігінің биологиялық белсенді қосылыстарға, маңызды минералдарға, май қышқылдарына және антиоксиданттық дәрумендерге бай екенін көрсетеді. Бұл нәтижелер аталған түрдің фитохимиялық құрамы туралы бұрынғы мәліметтерді толықтырып, оны фармацевтикалық және нутрицевтикалық мақсаттарда қолдануға перспективалы өсімдік шикізаты ретінде қарастыруға мүмкіндік береді. Аталған зерттеу нәтижелері *V. thapsus* негізінде өсімдік текті дәрілік препараттар және табиғи антиоксиданттық өнімдер әзірлеуде қолданылуы мүмкін.

Түйін сөздер: Фитохимия, биологиялық белсенді заттар, минералдық құрам, дәрумендер, май қышқылдары, ГХ, ЖТСХ

© Кипчакбаева А.К., Тагабай А.К.*, Таргын А.Б., 2026.

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

E-mail: adem.tagabay@mail.ru,

ФИТОХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ЭКСТРАКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ И БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫХ СОЕДИНЕНИЙ РАСТЕНИЯ *VERBASCUM THAPSUS* L.

Кипчакбаева Алия — PhD, доцент Казахский Национальный университет им. аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

E-mail: aliya_k85@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0235-9661>;

Тагабай Адеми — Казахский Национальный университет им. аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

E-mail: adem.tagabay@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0005-6432-4295>;

Таргын Айжан — Казахский Национальный университет им. аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

E-mail: aizhan.targyn2011@gmail.com, <https://orcid.org/0009-0006-7897-4050>

Аннотация: Биологически активные соединения с высоким фармакологическим потенциалом в значительной степени получают из лекарственных растений. Среди них *Verbascum thapsus* L. привлекает внимание исследователей благодаря богатому фитохимическому составу и широкому спектру биологической активности. Целью настоящего исследования являлось изучение фитохимического состава *Verbascum thapsus* L., произрастающего в Алматинской области Республики Казахстан. Для количественного определения основных классов биологически активных соединений использовали спектрофотометрический, перманганатометрический и колориметрический методы. Дополнительно применяли атомно-эмиссионную

спектроскопию, газовую хроматографию и высокоэффективную жидкостную хроматографию. Установлено, что содержание влаги в исследуемом сырье составляет 6,26 %, общая зольность - 5,31 %, а содержание экстрактивных веществ - 38,83 %, что свидетельствует о высоком качестве растительного материала. Количественный анализ выявил наличие полисахаридов (6,35 %), дубильных веществ (4,52 %), флавоноидов (2,35 %), сапонинов (2,19 %) и алкалоидов (1,39 %). Анализ минерального состава показал высокое содержание калия (1189,98 мкг/мл), кальция (796,69 мкг/мл) и магния (220,12 мкг/мл). Среди микроэлементов выявлены железо (15,4503 мкг/мл), цинк (2,9316 мкг/мл) и марганец (2,2882 мкг/мл). Исследование жирнокислотного состава показало наличие насыщенных (42,288 %), мононенасыщенных (22,190 %) и полиненасыщенных (34,397 %) жирных кислот, среди которых преобладают пальмитиновая, олеиновая и линолевая кислоты. По результатам ВЭЖХ содержание витамина С составило 33,483 мг/100 г, а витамина Е - 0,665 мг/100 г. Полученные результаты подтверждают, что *Verbascum thapsus* L., произрастающий в Алматинской области, является перспективным источником биологически активных соединений, минералов, жирных кислот и антиоксидантных витаминов. Полученные данные расширяют существующие представления о фитохимическом составе данного вида и подтверждают перспективность его использования в качестве растительного сырья для фармацевтической и нутрицевтической промышленности. Результаты исследования могут быть использованы при разработке растительных лекарственных препаратов и натуральных антиоксидантных продуктов на основе *Verbascum thapsus* L.

Ключевые слова: *Verbascum thapsus* L., фитохимический состав, биологически активные соединения, экстрактивные вещества, минеральный состав, жирные кислоты, витамины, газовая хроматография, высокоэффективная жидкостная хроматография

Introduction. The flora and plant resources of the Kazakhstan are rich in the variety of medicinal plants which can find the usage in medicine. The capacity of medicinal plants to produce a broad range of secondary metabolite under natural conditions has seen medicinal plants being identified as one of the promising sources of new therapeutic agents (Bhat et al., 2022; Gani et al., 2024). These natural products are in several bioactive classes, including phenolic compounds, flavonoids, terpenoids, alkaloids, glycosides and saponins, and many of them are highly biologically active. Considerable pharmacological research studies have proved the existence of a wide spectrum of bioactivities of plant-derived compounds with anti-inflammatory, antioxidant, antibacterial, anticancer and antifungal effects (Li et al., 2022; Mir et al., 2022; Wang et al., 2024). Medicinal plant materials have traditionally played a critical role in discovering and developing new drugs, as either direct source of therapeutic compounds or as structural models of the synthetic modification.

Verbascum thapsus L. (*V. thapsus*) is one of such medicinal species, which is of high scientific interest due to its rich phytochemical profile and long tradition of being used

in traditional medicine. It belongs to the *Scrophulariaceae* family which has over 400 species that are found in Asia, North America and Europe (Dong et al., 2022). *V. thapsus* L. may be defined as a perennial herb with a short life cycle which was able to adapt to a variety of ecological habitats. The phytochemical studies have been able to identify a set of bioactive compounds within this medicinal plant that assists in explaining why it has a wide variety of pharmacological effects that include wound-healing, antioxidant, antibacterial, antifungal, anti-inflammatory, diuretic and detoxifying effects (Keaveney et al., 2020). *V. thapsus* represents a promising source of phytochemicals and therefore deserves further investigation for potential pharmaceutical applications.

Literature review. *Verbascum thapsus* L. is a plant also referred to as mullein. The herb is known as a medicine plant since time immemorial and has a significant medicinal potential in the prevention of some health disorder. The studies on phytochemicals have shown that mullein contains several biologically active compounds such as triterpenes, tetraglycosides, saponins, terpenes, flavonoids, carotenoids, tannins, carbohydrates, phenolic acids, sugars, proteins, and essential minerals. This fact of a wide range of such phytochemicals adds to the pharmacological potential of the plant. Therefore, mullein has been widely used in traditional and folk medicine by the local communities in most parts of the world to treat and prevent numerous diseases (Jan et al., 2022).

The extraordinary biological activity of *V. thapsus* is mostly linked to the existence of vast array of phytochemical constituents. The research into phytochemicals has proved that *V. thapsus* L. contains a high concentration of some groups of secondary metabolites, such as flavonoids, lignans, triterpenoid saponins, iridoid glycosides, steroids, and polysaccharides (Amin et al., 2020). Moreover, the plant also holds a major collection of phenylethanoid glycosides, such as verbascoside, isoverbacoside, leucosceptoside A, martynoside, alyssonoside, and leucosceptoside B. These compounds have been regarded as total key from the chemotaxonomic standpoint in *V. thapsus* L. since it made its chemical characterization and classification (Frezza et al., 2019).

One of the earlier studies outlined chemical composition of aerial parts of two species of *Verbascum*, that is, *V. thapsus* and *V. marschallianum* that was gathered in Altai region of Kazakhstan (Nykmukanova et al., 2017). The quantitative content of certain bioactive classes of alkaloids, saponins, organic acids, tannins, flavonoids and coumarins, as well as the content of macro and microelements, amino and fatty acids of the two species were the targets of the authors.

Unlike the study that was published before, this study will seek to do a systematic phytochemical characterization of *V. thapsus*. In this paper, a particular focus is made on a determination of the phytochemical profile of *V. thapsus* specimens in the Almaty region of Kazakhstan. Besides the biochemical characterization of bioactive components, the amounts of the noteworthy antioxidant vitamins like vitamin C and E, were also revealed. With this, the purpose of the current research is to enlarge the current knowledge on the phytochemical composition of *V. thapsus* with the new data on the plant material grown in another geographical area and the quantitative analysis of the main vitamins that could have biological implications.

Materials and methods.

Materials.

Root samples of *Verbascum thapsus* L. were collected in the Almaty region of Kazakhstan during the vegetation period. The collected plant material was cleaned, air-dried under shade conditions, ground to a fine powder, and stored in airtight containers until analysis. All reagents used in the study were of analytical grade.

Statistical analysis.

All analyses were performed in triplicate ($n = 3$), and the results are presented as mean $\pm$ standard deviation (SD). Statistical calculations were performed using Microsoft Excel 2021.

Methods.

The general procedures for the analysis of medicinal plant raw materials were carried out according to the State Pharmacopoeia of the Republic of Kazakhstan. Atomic emission spectroscopy was used as the total content of macro- and microelements. The amounts of flavonoids, coumarins, saponins, and alkaloids were determined into spectrophotometric analysis. The tannins and organic acid levels were determined through the permanganatometric method, and coumarins were also determined using a colorimetric procedure. The fatty acid samples were identified and measured through the gas chromatography (GC) (Muzychkina et al., 2008). Vitamin C and E content were also determined quantitatively using the high-pressure liquid chromatography (HPLC).

Identification of mineral composition.

About 3 grams of finely ground medicinal plant substance was put into a pre-weighed porcelain crucible and uniformly spread evenly at the bottom. The fire was slowly fried to enable the material to burn or evaporate at the minimum possible temperature. The rest of the carbon particles were also burnt at low temperature, when the majority of the carbon was burnt, the temperature rose. Calcination was done at dull red heat (around 500°C) until a constant mass was reached, without melting the ash or sintering with the walls of the crucible. The ash was dried in a desiccator after which it was heated again at a temperature of approximately 600°C until it had a uniform gray appearance. With heating, 5 mL of HNO_3 (1:1) was used to dissolve the residue. The solution was dried into moist salts and then was dissolved in 10-15 mL of 1 N HNO_3 , moved into a 25 mL volumetric flask, and diluted to the mark. An identical solution, of the same acid and concentration, in blank solution was prepared under the same conditions. Atomic absorption spectroscopy IPS-28 (LLC «Mors», Russia) was applied to the prepared samples.

Fatty acid analysis.

A fine and dry powdered plant material was then subsequently placed in a mixture of chloroform and methanol (2:1) and allowed to run for 5 minutes. The extracts obtained were filtered using a paper filter after which the solvent was evaporated to dryness. After this, 10 mL of methanol and 2-3 drops of acetyl chloride was added to the extracts obtained and the process of methylation done at 60-70°C in a special system and lasted 30 minutes. Methanol was eliminated with the help of a rotary evaporator after the reaction, and the samples were dissolved with hexane (5 mL). The fatty acid composition was analyzed using a Carlo Erba-420 gas chromatograph (Italy) equipped

with a flame ionization detector (FID). Fatty acid methyl esters were separated on a capillary column using nitrogen as carrier gas. Injector and detector temperatures were maintained at 250°C and 280°C, respectively. Identification of fatty acids was performed by comparison with standard fatty acid methyl ester mixtures.

Quantitative determination of vitamin content.

Vitamin C and vitamin E were determined using high-performance liquid chromatography (HPLC). Prior to analysis, samples were filtered through a 0.45 µm membrane filter. Chromatographic separation was performed on a C18 reversed-phase column (250 × 4.6 mm, 5 µm). The mobile phase consisted of methanol and water. The flow rate was maintained at 1.0 mL/min, the column temperature was 25°C, and detection was carried out using a UV detector at 254 nm. Identification of vitamins was performed by comparing the retention times of sample peaks with those of authentic vitamin C and vitamin E standards. Quantification was based on calibration curves prepared from standard solutions.

Results. Based on the described methodology, the authenticity and the content of classes of biologically active compounds of *V. thapsus* were identified and presented in tables 1 and 2.

Table 1 – The authenticity of *V. thapsus* plant material

Authenticity parameters Plant material	Moisture	Ash content	Extractive substances
Content (%) in <i>V. thapsus</i>	6.26 ± 0.07	5.31 ± 0.05	38.83 ± 0.41

Data are presented as mean ± SD (n = 3).

Quantitative analysis demonstrated the presence of several groups of biologically active compounds in the roots of *V. thapsus* L. The obtained results are presented in Table 2.

Table 2 – The biological active constituents of *V. thapsus* L.

Biological active classes	Quantitative determination (%)
Tannins	4.52 ± 0.06
Organic acids	0.39 ± 0.01
Saponins	2.19 ± 0.04
Flavonoids	2.35 ± 0.05
Coumarins	0.42 ± 0.01
Alkaloids	1.39 ± 0.03
Polysaccharides	6.35 ± 0.09

Data are presented as mean ± SD (n = 3).

The received results proved that polysaccharides were the most common class (Figure 1) which amounted to 6.35% of the dry plant material. The predominance of polysaccharides suggests that *V. thapsus* roots contain compounds of potential biological significance, as polysaccharides are frequently associated with immunomodulatory

and protective properties. Tannins were also found in large quantities of 4.52%. The flavonoids content was established at 2.35% that also may be a large concentration of the biologically active compounds.

The content of saponins was determined as 2.19% which showed a moderate level of saponins in *V. thapsus* roots. The alkaloid concentration was 1.39% which proved the appearance of nitrogen-containing secondary metabolites. In addition, the coumarins and organic acids were also found in lower concentrations of 0.42 and 0.39% respectively. Although these classes are relatively low, they are very crucial in the biological activity of plants. Coumarins are known to possess anticoagulant, antioxidant, anti-inflammatory, and antimicrobial properties, whereas organic acids contribute to metabolic regulation and may enhance the antioxidant potential of extracts. Therefore, even minor concentrations of these bioactive groups can influence the overall biological activity and therapeutic potential of the investigated plant material.

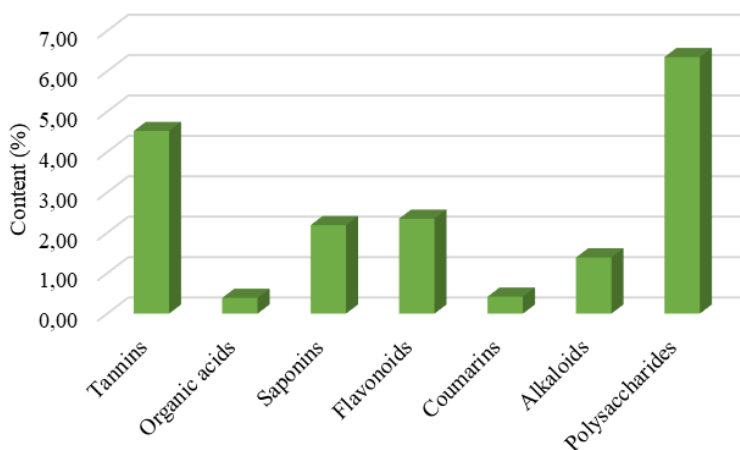


Figure 1 – The content of biologically active constituents of *V. thapsus* L.

Error bars represent SD (n = 3).

The mineral composition of the root was detected to quantify the concentrations of essential macro and microelements. The results are shown in Table 3. As a major component of plant metabolism, minerals have the potential to play a major role in the pharmacological and nutritional quality of medicinal plant raw materials hence the checking out (Wang et al., 2023).

Table 3 – Mineral composition of *Verbascum thapsus* L. roots

Content of microelements (µg/mL)	
Cadmium (Cd)	0.0207 ± 0.0004
Lead (Pb)	0.0735 ± 0.0015
Copper (Cu)	0.0997 ± 0.0020
Nickel (Ni)	0.1504 ± 0.0030
Manganese (Mn)	2.2882 ± 0.04
Zinc (Zn)	2.9316 ± 0.05

Iron (Fe)	15.4503 ± 0.21
Content of macroelements (µg/mL)	
Sodium (Na)	21.090 ± 0.32
Magnesium (Mg)	220.12 ± 3.15
Calcium (Ca)	796.69 ± 11.24
Potassium (K)	1189.98 ± 16.42

Data are presented as mean ± SD (n = 3).

The largest micro-element that was found is iron (Fe), with a maximum concentration of 15.4503 µg/mL (Figure 2A). The second one was zinc (Zn) and manganese (Mn) with 2.9316 and 2.2882 µg/mL respectively. Nickel (Ni) (0.1504 µg/mL) and copper (Cu) (0.0997 µg/mL) were moderate. The amount of lead (Pb) and cadmium (Cd) was relatively low, 0.0735 µg/mL and 0.0207 µg/mL, respectively. Lastly, the high concentration among macro-elements was potassium (K) (1189.98 µg/mL) as shown in Figure 2B, then calcium (Ca) (796.69 µg/mL), magnesium (Mg) (220.12 µg/mL), then sodium (Na) (21.090 µg/mL). Each element plays own role in plant nutritional and pharmacological importance. The macroelements may support physiological processes, including electrolyte balance, bone metabolism, enzymatic activity, oxygen transport, and antioxidant defense mechanisms. The identified microelements contribute to immune regulation, antioxidant enzyme activity, and metabolic functions. Furthermore, the concentrations of lead and cadmium were found to be low, suggesting a low level of heavy-metal contamination in the investigated plant material.

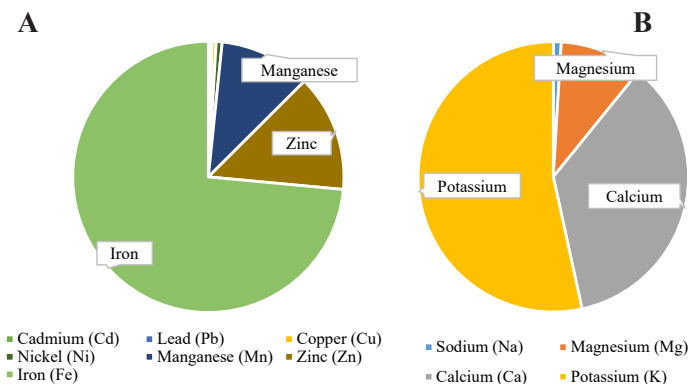


Figure 2 – The content of (A) micro- and (B) macroelements of *V. thapsus* L.

Error bars represent SD (n = 3).

The fatty acid content of the roots of *Verbascum thapsus* was analyzed to determine the distribution of saturated and unsaturated fatty acids and to further get their possible biological implications (Table 4). Analytical findings demonstrated a variety of fatty acids, both in terms of chain lengths and levels of unsaturation.

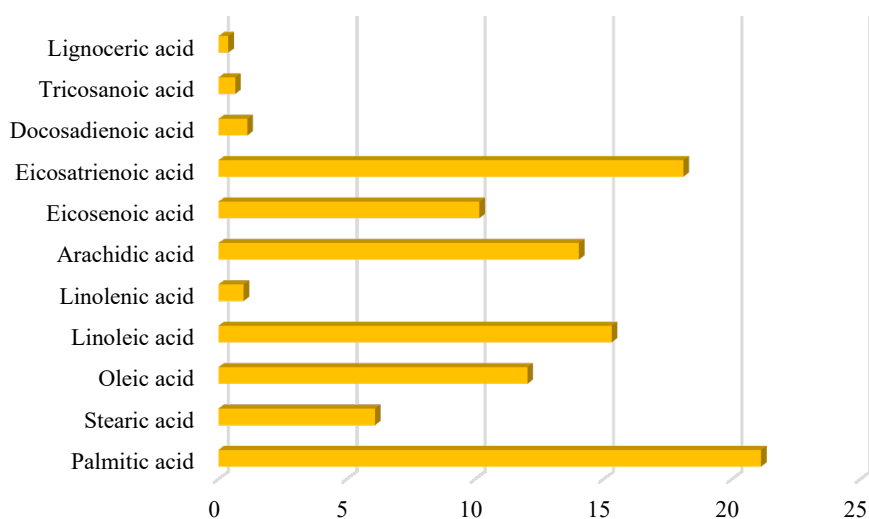
Table 4 – The fatty acids content of *V. thapsus* L.

Fatty Acid (Notation)	Fatty Acid Name	Group	Content (%)
C _{16:0}	Palmitic acid	saturated	21.127 ± 0.32
C _{18:0}	Stearic acid	saturated	6.093 ± 0.09
C _{18:1n9c}	Oleic acid	monounsaturated	12.031 ± 0.18
C _{18:2n6c}	Linoleic acid	polyunsaturated	15.313 ± 0.23
C _{18:3n3}	Linolenic acid	polyunsaturated	0.978 ± 0.02
C _{20:0}	Arachidic acid	saturated	14.035 ± 0.21
C _{20:1 (cis-11)}	Eicosenoic acid	monounsaturated	10.159 ± 0.15
C _{20:3n3 (cis-11,14,17)}	Eicosatrienoic acid	polyunsaturated	18.106 ± 0.27
C _{22:2}	Docosadienoic acid	polyunsaturated	1.125 ± 0.02
C _{23:0}	Tricosanoic acid	saturated	0.651 ± 0.01
C _{24:0}	Lignoceric acid	saturated	0.382 ± 0.01

Data are presented as mean ± SD (n = 3).

Palmitic acid became the major saturated fatty acid and its proportion in the total fatty acid pool was 21.127% as can be seen in Figure 3. Other saturated fatty acids were arachidic acid (14.035%), and stearic acid (6.093%). Ligoceric acid and tricosanoic acid were also identified as minor long-chain saturates. The saturated fatty acids were found to make up 42.288 % of the total composition of fatty acids. Oleic acid and eicisenoic acid were the main monounsaturated fatty acids, and their concentrations were 12.031% and 10.159%, respectively. The total percentage of monounsaturated material was 22.190%, which is a moderate percentage of the investigated plant material.

There were also large quantities of polyunsaturated fatty acids. Eicosatrienoic acid and the linoleic acid were the main compounds. Reduced levels of linolenic acid and docosadienoic acid were detected. Polyunsaturated fatty acids are associated with anti-inflammatory mechanisms, cell signalling and membrane activities. Their total percentage composition was 34.397% of the total fatty acids.

Figure 3 – The fatty acids content of *V. thapsus* L.

Error bars represent SD (n = 3).

High-Performance Liquid Chromatography (HPLC) was adopted to establish the concentrations of vitamins in the sample under analysis. The outcome revealed that vitamin C content was 33.483 mg/100 g and vitamin E concentration was 0.665 mg/100 g. These discoveries show that the plant material under study contains antioxidant vitamins that can be attributed to its possible pharmaceutical applications. The level of vitamin C is relatively high, suggesting the plant has potential as a natural source of water-soluble antioxidants. The role of ascorbic acid in reducing the level of ROS, preventing the damage of cellular components and supporting the physiological functions such as collagen synthesis and immune function are of paramount importance (Boo, 2022). Therefore, the detected level of vitamin C suggests a significant antioxidant potential of the sample studied. Vitamin E had lower concentration as compared to vitamin C but has a pharmacologic significance. Vitamin E is an antioxidant which is lipid soluble and protects the biological membrane from lipid peroxidation and contributes to the stabilization of cell structure (Abdelqader et al., 2023). Tocopherols can be synergistic with vitamin C and may have an even more protective effect when they are present in plants at relatively low levels.

Discussion. The authenticity parameters confirmed the good quality of the investigated plant material. The moisture content (6.26%) was within acceptable limits for medicinal plant raw materials, indicating adequate drying and suitability for storage and further phytochemical analysis. The ash content (5.31%) reflected the presence of inorganic constituents, whereas the relatively high extractive value (38.83%) suggested a considerable amount of soluble phytochemicals in the plant material.

Quantitative phytochemical analysis revealed that polysaccharides (6.35%) and tannins (4.52%) were the predominant groups of biologically active compounds in *V. thapsus* roots. The high content of polysaccharides may contribute to the biological significance of the species, as these compounds are frequently associated with immunomodulatory and protective effects (Mizuno and Minato, 2024). Tannins and flavonoids were also detected in appreciable amounts (4.52% and 2.35%, respectively), indicating that the investigated plant material contains measurable amounts of phenolic constituents. Compared with previous studies on *Verbascum* species from Kazakhstan (Nykmukanova et al., 2017), the present results demonstrate a generally comparable phytochemical profile. Nevertheless, variations in the concentrations of individual compounds may reflect differences in geographical and environmental conditions. Furthermore, this study provides a more comprehensive characterization of *V. thapsus* roots by combining the quantitative determination of major groups of secondary metabolites, mineral elements, fatty acids, and antioxidant vitamins C and E, thereby expanding the currently available data on this species in Kazakhstan.

Mineral analysis demonstrated that potassium, calcium, and magnesium were the predominant macroelements, whereas iron was the major microelement. The relatively high concentrations of these essential elements may contribute to the nutritional value of the plant material. At the same time, the concentrations of lead and cadmium were low, suggesting minimal heavy-metal contamination of the investigated samples. The

detected concentrations of lead and cadmium were within the limits recommended by the WHO guidelines for medicinal plant materials, indicating the absence of significant heavy-metal contamination. These findings indicate favorable environmental conditions in the collection area and support the suitability of the plant material for further phytochemical investigation (World Health Organization, 2011).

Fatty acid profiling revealed a balanced composition of saturated (42.288%), monounsaturated (22.190%), and polyunsaturated fatty acids (34.397%). Palmitic acid, linoleic acid, and eicosatrienoic acid were identified as the dominant constituents. The presence of substantial amounts of unsaturated fatty acids may enhance the biological relevance of the plant material because these compounds are known to participate in membrane structure and various physiological processes (Henschel et al., 2024).

The determination of vitamins C (33.483 mg/100 g) and E (0.665 mg/100 g) represents an additional contribution of the present study. These antioxidant vitamins may contribute to the overall biological activity of the plant material. However, it should be emphasized that the current investigation was limited to phytochemical characterization and did not include biological assays. Therefore, the obtained results indicate the presence of potentially bioactive constituents but do not directly confirm pharmacological efficacy. Further biological and pharmacological studies are required to evaluate the therapeutic significance of the identified compounds.

Conclusion. The current research offered detailed phytochemical and physicochemical description of *Verbascum thapsus* that grows in Almaty region, Kazakhstan. The received results proved the idea that the investigated plant material is of good quality as indicated by the acceptable values of moisture, total ash, and extractive substances. Quantitative analysis indicated the presence of diverse groups of biologically active compounds, including polysaccharides, tannins, flavonoids, saponins and alkaloids with potential biological significance.

The mineral composition of *V. thapsus* revealed that the plant is a significant source of such macroelements as potassium, calcium, and magnesium, and such microelements as iron, zinc, and manganese. Moreover, fatty acid profiling indicated that saturated fatty acids, monounsaturated and polyunsaturated fatty acids were present with palmitic, oleic and linoleic acids being dominant. Existence of antioxidant vitamins especially vitamin C and vitamin E further points out the nutritional and therapeutic potential of this species.

On the whole, the data show that *Verbascum thapsus* growing in Almaty area is a source of biologically active substances and important nutrients. The results expand the current understanding of the phytochemical composition of this species and highlight its potential as a promising source of plant raw material for future pharmaceutical, nutraceutical, and functional food applications. Future research can concentrate on the isolation of individual bioactive compounds and analyzing their pharmacological activities in more detail. The novelty of the present study lies in the comprehensive phytochemical characterization of *V. thapsus* collected in the Almaty region, including quantitative determination of antioxidant vitamins C and E together with mineral and fatty acid profiling. Nevertheless, further biological and pharmacological investigations are necessary to confirm the biological activity and therapeutic relevance of the identified compounds.

References

- Abdelqader A., Obeidat M.D., Al-Rawashdeh M.S., & Alrazak A.A. (2023) The role of vitamin E as an antioxidant and preventing damage caused by free radicals. *Journal of Life Science and Applied Research*, 4(2): 88-95. DOI: 10.59807/jlsar.v4i2.89 (in Eng.)
- Amin H.I., Hussain F.H., Gilardoni G., Thu Z.M., Clericuzio M., & Vidari G. (2020) Phytochemistry of *Verbascum* species growing in Iraqi Kurdistan and bioactive iridoids from the flowers of *Verbascum calvum*. *Plants*, 9(9):1066. DOI: 10.3390/plants9091066 (in Eng.).
- Bhat B.A., Mir W.R., Sheikh B.A., Rather M.A., & Mir M.A. (2022) In vitro and in silico evaluation of antimicrobial properties of *Delphinium cashmerianum* L., a medicinal herb growing in Kashmir, India. *Journal of ethnopharmacology*, 291:115046. DOI: 10.1016/j.jep.2022.115046 (in Eng.).
- Boo Y.C. (2022) Ascorbic acid (vitamin C) as a cosmeceutical to increase dermal collagen for skin antiaging purposes: emerging combination therapies. *Antioxidants*, 11(9): 1663. DOI: 10.3390/antiox11091663 (in Eng.)
- Cosme F., Aires A., Pinto T., Oliveira I., Vilela A., & Gonçalves B. (2025) A comprehensive review of bioactive tannins in foods and beverages: Functional properties, health benefits, and sensory qualities. *Molecules*, 30(4): 800. DOI: 10.3390/molecules30040800 (in Eng.).
- Dong X., Mkala E.M., Mutinda E.S., Yang J.X., Wanga V. O., Oulo MA., Wang Q.F. (2022) Taxonomy, comparative genomics of Mullein (*Verbascum*, *Scrophulariaceae*), with implications for the evolution of *Verbascum* and *Lamiales*. *BMC genomics*, 23(1): 566. DOI: 10.1186/s12864-022-08799-9 (in Eng.).
- Frezza C., Bianco A., Serafini M., Foddai S., Salustri M., Reverberi M., Bonina, F. P. (2019). HPLC and NMR analysis of the phenyl-ethanoid glycosides pattern of *Verbascum thapsus* L. cultivated in the Etnean area. *Natural product research*, 33(9): 1310-1316. DOI: 10.1080/14786419.2018.1473398 (in Eng.).
- Gani R., Sheikh B.A., Mir R.A., Bhat B.A., Dar P.A., Mohany M., Bhat Z.A. (2026) Unravelling the antianxiety activity of various fractions of aerial parts of *Salvia moorcroftiana* Wall. Ex Benth., by in vivo implicated through computational studies. *Natural Product Research*, 40(4): 992-1002. DOI: 10.1080/14786419.2024.2412303 (in Eng.).
- Henschel J.M., Andrade A.N.D., dos Santos J.B.L., da Silva R.R., da Mata D.A., Souza T., Batista D.S. (2024) Lipidomics in plants under abiotic stress conditions: An overview. *Agronomy*, 14(8): 1670. DOI: 10.3390/agronomy14081670 (in Eng.).
- Jan F., Jan B., Akbar Dar M., Sofi F.A., Alsuwayni B.M., Afzal S., Fawzi Mahomoodally M. (2022) A review on traditional uses, phytochemistry, and pharmacological activities of *Verbascum thapsus*. *Edible Plants in Health and Diseases: Volume II: Phytochemical and Pharmacological Properties*, 483-500. DOI: 10.1007/978-981-16-4959-2_16 (in Eng.).
- Keaveney A.M., Furey A., & Lucey B. (2020) Approaches to Analytical Techniques–Characterizing Phytochemicals in *Verbascum* spp. Herbs, Spices and Medicinal Plants: Processing, Health Benefits and Safety, 129-175. DOI: 10.1002/9781119036685.ch6 (in Eng.).
- Li M., Wei D., Huang S., Huang L., Xu F., Yu Q., Li P. (2022) Medicinal herbs and phytochemicals to combat pathogens in aquaculture. *Aquaculture International*, 30(3): 1239-1259. DOI: 10.1007/s10499-022-00841-7 (in Eng.).
- Mir W.R., Bhat BA., Rather M.A., Muzamil S., Almilaibary A., Alkhanani M., & Mir M.A. (2022) Molecular docking analysis and evaluation of the antimicrobial properties of the constituents of *Geranium wallichianum* D. Don ex Sweet from Kashmir Himalaya. *Scientific reports*, 12(1):12547. DOI: 10.1038/s41598-022-16102-9 (in Eng.).
- Mizuno M., & Minato K.I. (2024) Anti-inflammatory and immunomodulatory properties of polysaccharides in mushrooms. *Current Opinion in Biotechnology*, 86:103076. DOI: 10.1016/j.copbio.2024.103076 (in Eng.).
- Muzychkina P.A., Korulkin D.Yu., Abilov Zh.A. (2004) Kachestvennyi i kolichestvennyi analiz osnovnykh grupp biologicheskii aktivnykh veshchestv v lekarstvennom rastitel'nom syr'e i fitopreparatakh [Qualitative and quantitative analysis of the main groups of biologically active compounds in medicinal plant raw materials and phytopreparations] Almaty: Kazakh University. (in Russ.).
- Nykmukanova M.M., Turalyeva A.S., Yeskaliyeva B.K., & Burasheva G.S. (2017) Sravnitel'nyy analiz mineral'nogo i kislotnogo sostava *Verbascum thapsus* i *Verbascum marschallianum* [Comparative analysis

of the mineral and acid composition of *Verbascum thapsus* and *Verbascum marschallianum*] Chemical Bulletin of Kazakh National University, 84(1): 26-32. DOI: 10.15328/cb788 (in Russ.).

Roemhild K., von Maltzahn F., Weiskirchen R., Knüchel, R., von Stillfried S., Lammers T. (2021) Iron metabolism: pathophysiology and pharmacology. Trends in pharmacological sciences, 42(8): 640-656. DOI: 10.1016/j.tips.2021.05.001 (in Eng.).

Timilsena Y.P., Phosanam A., Stockmann R. (2023) Perspectives on saponins: food functionality and applications. International Journal of Molecular Sciences, 24(17): 13538. DOI: 10.3390/ijms241713538 (in Eng.).

Udensi U.K., & Tchounwou P.B. (2017) Potassium homeostasis, oxidative stress, and human disease. International journal of clinical and experimental physiology, 4(3): 111. DOI: 10.4103/ijcep.ijcep_43_17 (in Eng.).

Wang H., Chen Y., Wang L., Liu Q., Yang S., & Wang C. (2023) Advancing herbal medicine: enhancing product quality and safety through robust quality control practices. Frontiers in pharmacology, 14: 1265178. DOI: 10.3389/fphar.2023.1265178 (in Eng.).

Wang X., Izzo A.A., Papapetropoulos A., Alexander S.P., Cortese-Krott M., Kendall D.A., Ferdinandy P. (2024) Natural product pharmacology: the British Journal of Pharmacology perspective. British Journal of Pharmacology, 181(19):3547-3555. DOI: 10.1111/bph.17300 (in Eng.).

World Health Organization (WHO) (2011) Quality Control Methods for Herbal Materials. Geneva, Switzerland: World Health Organization. (in Eng.).

© Kuandykova A.B.*, Dzhienbaev B.Zh., 2026.

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

E-mail: bota.kuandyk1702@gmail.com

SYNTHESIS OF DIALKYL N-(2-PHENYLETHYL)- AND N-[2-(3,4-DIMETHOXYPHENYL) ETHYL] AMIDOPHOSPHATES UNDER TODD-ATHERTON REACTION CONDITIONS

Kuandykova Akbota — Centre for Interdisciplinary Research, PhD, Kazakh National Women's Teacher Training University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: bota.kuandyk1702@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-7610-9983>;

Dzhienbaev Bulat — doctor of chemical sciences, professor, Kazakh National Women's Teacher Training University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: bulat.dzhienbaev@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-7868-7285>.

Abstract. This article presents the results of the phosphorylation of phenylethylamine and 3,4-dimethoxyphenylethylamine under Todd-Atterton reaction conditions using dialkyl phosphites. It was found that the selected conditions ensure the efficient formation of the corresponding amido phosphates with satisfactory yields. The compounds obtained are of interest as promising N-phosphorylated derivatives possessing potential biological activity due to the presence of a P-N bond and the high reactivity of compounds of this class. The structures of the obtained compounds were established using IR and ^1H , ^{13}C , and ^{31}P NMR spectroscopy. The IR spectra exhibited absorption bands characteristic of amidophosphate derivatives. In particular, the bands observed at $1230\text{--}1235\text{ cm}^{-1}$ were assigned to the stretching vibrations of the P=O group, whereas the intense absorptions at $1022\text{--}1028\text{ cm}^{-1}$ corresponded to P-O-C stretching vibrations. The presence of NH groups was confirmed by bands appearing in the $3216\text{--}3240\text{ cm}^{-1}$ region. These spectral features are consistent with the proposed structures of the synthesized amidophosphates. The experimental results obtained expand our understanding of the reactivity of aromatic amines in phosphorylation reactions with dialkyl phosphites and provide additional insights into the spectral characteristics of amido phosphates. It has been shown that the Todd-Atterton reaction is a promising method for the synthesis of functionalized N-phosphorylated compounds of the aromatic series. Compounds of this class continue to attract the attention of researchers due to their wide range of chemical transformations and potential for practical application in various fields of science and technology. The development of the chemistry of N-phosphorylated compounds, based on the use of

modern physicochemical research methods and theoretical approaches, contributes to a deeper understanding of the structure, properties, and reactivity of organophosphorus compounds.

Keywords: Todd–Atherton reaction, amidophosphates, phenylethylamine, 3,4-dimethoxyphenethylamine, dialkyl phosphites

For citations: Kuandykova A.B., Dzhiembaev B.Zh. Synthesis of dialkyl N-(2-phenylethyl)- and N-[2-(3,4-dimethoxyphenyl) ethyl] amidophosphates under todd-atherton reaction conditions. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. — P. 238-252. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.375>

© Куандықова А.Б. *, Джиембаев Б.Ж., 2026.

Қазақ ұлттық қыздар педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан.

E-mail: bota.kuandyk1702@gmail.com

ТОДД-АТЕРТОН РЕАКЦИЯСЫ ЖАҒДАЙЫНДА ДИАЛКИЛ N-(2-ФЕНИЛЭТИЛ)- ЖӘНЕ N-[2-(3,4-ДИМЕТОКСИФЕНИЛ)-ЭТИЛ] АМИДОФОСФАТТАРДЫҢ СИНТЕЗІ

Куандықова Ақбота — Пәнаралық зерттеу орталығы, PhD, Қазақ ұлттық қыздар педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: bota.kuandyk1702@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-7610-9983>;

Джиембаев Булат — химия ғылымдарының докторы, профессор, Қазақ ұлттық қыздар педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: bulat.dzhiembaev@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-7868-7285>.

Аннотация. Бұл жұмыста Тодд–Аттертон реакциясы жағдайында фенилэтиламин мен 3,4-диметоксифенэтиламиннің диалкилфосфиттермен әрекеттесуі зерттелді. Реакцияның таңдалған шарттары сәйкес амидофосфаттардың тиімді түзілуіне және олардың жоғары шығыммен алынуына мүмкіндік беретіні анықталды. Құрамында Р–N байланысы бар синтезделген қосылыстар осы класқа жататын заттардың жоғары реакциялық қабілетімен ерекшеленеді және биологиялық белсенділігі мен практикалық маңызына байланысты перспективті N-фосфорланған туындылар ретінде қызығушылық тудырады. Алынған нәтижелер ароматты аминдердің фосфорлану ерекшеліктерін тереңірек түсінуге және жаңа фосфорорганикалық қосылыстарды синтездеу саласындағы зерттеулерді кеңейтуге мүмкіндік береді. Синтезделген қосылыстардың құрылысы ИҚ-спектроскопия, сондай-ақ ^1H , ^{13}C және ^{31}P ЯМР спектроскопиясы сияқты заманауи физика-химиялық талдау әдістерінің көмегімен анықталды. ИҚ-спектрлерді талдау амидофосфатты құрылымдардың түзілуін дәлелдейтін сипаттамалық жұтылу жолақтарының бар екенін көрсетті. Атап айтқанда, $1230\text{--}1235\text{ см}^{-1}$ аймағындағы жолақтар $\text{P}=\text{O}$ байланысының валенттік тербелістеріне сәйкес келеді. $1022\text{--}1028\text{ см}^{-1}$ аралығындағы қарқынды сигналдар $\text{P}-\text{O}-\text{C}$ фрагментінің тербелістеріне жатқызылды, ал $3216\text{--}3240\text{ см}^{-1}$ диапазонында байқалатын

жолақтар NH-топтарының валенттік тербелістерімен байланысты. Алынған спектрлік деректердің жиынтығы синтезделген қосылыстардың құрылымын толық растайды. Алынған нәтижелер диалкилфосфиттердің қатысуымен жүретін фосфорлану реакцияларындағы ароматты аминдердің реакциялық қабілеті туралы мәліметтерді толықтырып, синтезделген амидофосфаттардың спектрлік сипаттамаларын нақтылауға мүмкіндік берді. Зерттеу барысында Тодд–Аттертон реакциясының функционалданған N-фосфорланған ароматты қосылыстарды алудың тиімді тәсілдерінің бірі екендігі көрсетілді. Мұндай қосылыстардың химиялық түрленулерге бейімділігі және олардың биологиялық белсенді заттар, функционалдық материалдар мен басқа да қолданбалы бағыттар үшін перспективті құрылымдық платформалар ретінде қарастырылуы бұл салаға деген ғылыми қызығушылықты арттыруда. N-фосфорланған қосылыстар химиясының одан әрі дамуы заманауи физика-химиялық зерттеу әдістері мен теориялық тәсілдерді қолдану арқылы олардың құрылымдық ерекшеліктерін, қасиеттерін және реакциялық қабілетін тереңірек түсінуге жол ашады.

Түйін сөздер: Тодд-Атертон реакция, амидофосфаттар, фенилэтиламин, 3,4-диметоксифенэтиламин, диалкилфосфиттер

© Куандықова А.Б. *, Джиембаев Б.Ж., 2026.

Казахский национальный женский педагогический университет,

Алматы, Казахстан.

E-mail: bota.kuandyk1702@gmail.com

СИНТЕЗ ДИАЛКИЛ N-(2-ФЕНИЛЭТИЛ)- И N-[2-(3,4-ДИМЕТОКСИФЕНИЛ)ЭТИЛ]АМИДОФОСФАТОВ В УСЛОВИЯХ РЕАКЦИИ ТОДДА–АТЕРТОНА

Куандықова Акбота — PhD, научный сотрудник Центра междисциплинарных исследований, Казахский национальный женский педагогический университет, Алматы, Казахстан,
E-mail: bota.kuandyk1702@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-7610-9983>;

Джиембаев Булат — доктор химических наук, профессор, Казахский национальный женский педагогический университет, Алматы, Казахстан,
E-mail: bulat.dzhiembaev@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-7868-7285>.

Аннотация. В данной статье представлены результаты фосфорилирования фенилэтиламина и 3,4-диметоксифенилэтиламина в условиях реакции Тодда–Аттертона с использованием диалкилфосфитов. Было обнаружено, что выбранные условия обеспечивают эффективное образование соответствующих амидофосфатов с удовлетворительными выходами. Полученные соединения представляют интерес как перспективные N-фосфорилированные производные, обладающие потенциальной биологической активностью благодаря наличию P-N-связи и высокой реакционной способности соединений этого класса. Структуры полученных соединений были установлены с помощью ИК-спектроскопии и ЯМР-спектроскопии ^1H , ^{13}C и ^{31}P . В ИК-спектрах были обнаружены полосы

поглощения, характерные для производных амидофосфата. В частности, полосы, наблюдаемые при 1230-1235 см⁻¹, были отнесены к растягивающим колебаниям группы P=O, тогда как интенсивные поглощения при 1022-1028 см⁻¹ соответствовали растягивающим колебаниям P-O-C. Присутствие NH-групп было подтверждено появлением полос в области 3216-3240 см⁻¹. Эти спектральные особенности согласуются с предполагаемыми структурами синтезированных амидофосфатов. Полученные экспериментальные результаты расширяют наше понимание реакционной способности ароматических аминов в реакциях фосфорилирования диалкилфосфитами и дают дополнительное представление о спектральных характеристиках амидофосфатов. Показано, что реакция Тодда-Аттертона является перспективным методом синтеза функционализированных N-фосфорилированных соединений ароматического ряда. Соединения этого класса продолжают привлекать внимание исследователей благодаря широкому спектру их химических превращений и потенциалу практического применения в различных областях науки и техники. Развитие химии N-фосфорилированных соединений, основанное на использовании современных физико-химических методов исследования и теоретических подходов, способствует более глубокому пониманию структуры, свойств и реакционной способности фосфорорганических соединений.

Ключевые слова: реакция Тодда–Аттертона, амидофосфаты, фенилэтиламин, 3,4-диметоксифенилэтиламин, диалкилфосфиты, фосфорилирование, фосфорорганические соединения

Введение. Амидофосфаты относятся к числу важных фосфорорганических соединений, представляющих интерес благодаря разнообразию их химических свойств и практических применений (Thimotée et al., 2026; Rachedi et al., 2019). Одной из характерных структурных особенностей этих соединений является наличие связи азот–фосфор (N-P), которая оказывает существенное влияние на их реакционную способность и способность к комплексообразованию. Соединения, содержащие фрагмент N-P, широко используются в исследованиях, связанных с медицинской химией, фармацевтикой и материаловедением (Dehmchi et al., 2024; B. J. Dzhiembaev et al., 2023; Petkowski et al., 2019). Соединения с N-P связью входят в состав ряда биологически активных веществ, включая противовирусные препараты, а также находят применение при разработке функциональных материалов. В последние годы они используются при создании катодных материалов для литий-ионных аккумуляторов, огнезащитных полимерных систем и модифицированных форм чёрного фосфора, способствуя улучшению их эксплуатационных характеристик (De Clercq, 2016; Evtushenko et al., 2025; Falk et al., 2023; Guo et al., 2021; Li et al., 2026).

Литературный обзор. Интерес к соединениям данного класса связан также с их биологическими свойствами и возможностью использования в качестве ингибиторов ферментов, лигандов для координационных соединений и промежуточных продуктов органического синтеза. Производные, содержащие

связь N-P, рассматриваются как перспективные объекты для получения новых биологически активных веществ, а также для изучения механизмов биохимических процессов (Castelot-Deliencourt et al., 2001; Djouad et al., 2022; Kim et al., 2015; Lakoud et al., 2012; Oliveira et al., 2014; Saib et al., 2014, 2014; Turgis et al., 2016; Yoshino et al., 1990). Помимо биологической активности, амидофосфаты представляют интерес как промежуточные продукты органического синтеза. Наличие полярной связи P-N и возможность её дальнейших химических превращений позволяют использовать соединения данного класса для получения различных функционализированных производных фосфора. В связи с этим продолжается поиск новых подходов к синтезу амидофосфатов, включая разработку селективных методов фосфорилирования аминов и совершенствование условий проведения реакций.

Для синтеза N-фосфорилированных соединений применяются различные методы, основанные на реакциях нуклеофильного замещения у атома фосфора. Наиболее известными среди них являются реакции Тодда-Аттертона и Кабачника-Филдса. Реакция Тодда-Аттертона предусматривает взаимодействие соединений, содержащих связь P-N, с аминами в присутствии галогенирующих реагентов и позволяет получать амидофосфаты в сравнительно мягких условиях. Простота проведения реакции и доступность исходных веществ способствовали её широкому использованию в синтезе фосфорорганических соединений различного строения.

Реакция Кабачника-Филдса представляет собой трёхкомпонентную конденсацию амина, карбонильного соединения и диалкилфосфита, в результате которой образуются α -аминофосфонаты. Благодаря универсальности и синтетическим возможностям этот метод остаётся одним из основных подходов к получению соединений данного класса. Использование реакций Тодда-Аттертона и Кабачника-Филдса позволяет расширять ряд N-фосфорилированных производных и изучать влияние строения на их физико-химические свойства и реакционную способность (Cherkasov and Galkin, 1998; Doszhanova et al., 2021; Fields, 1952; Ghigo et al., 2026; Le Corre et al., 2014; Zabiroy et al., 1991).

Среди методов получения амидофосфатов широко используется реакция Тодда-Аттертона, основанная на взаимодействии соединений, содержащих связь P-N, с аминами в присутствии тетрахлорметана. Реакция протекает в сравнительно мягких условиях и позволяет получать N-фосфорилированные производные с хорошими выходами. Впервые данное превращение было описано в 1945 году при исследовании процессов, сопровождающих очистку дибензилфосфита в системе тетрахлорметан-водный аммиак. В дальнейшем реакция получила широкое распространение в синтезе амидофосфатов и других производных фосфорорганических соединений благодаря простоте экспериментального оформления и доступности исходных реагентов (Atherton et al., 1945; Atherton and Todd, 1947; B. Zh. Dzhienbaev et al., 2023; Kuandykova et al., 2024; Le Corre et al., 2014).

Несмотря на значительное количество предложенных подходов к синтезу амидофосфатов, многие из них предусматривают использование повышенных

температур, специальных катализаторов или реакционноспособных реагентов. Поэтому поиск новых способов получения N-фосфорилированных соединений в более мягких условиях остаётся одной из актуальных задач химии фосфорорганических соединений.

Ароматические амины и их производные являются удобными объектами для изучения реакций фосфорилирования, поскольку электронные эффекты заместителей в ароматическом кольце оказывают заметное влияние на реакционную способность аминогруппы. В частности, электронодонорные заместители, такие как метоксигруппы, способны изменять распределение электронной плотности в молекуле и влиять на протекание реакций с участием атома азота. В этой связи представляет интерес сравнительное исследование фосфорилирования фенилэтиламина и 3,4-диметоксифенэтиламина в условиях реакции Тодда-Аттертона.

Следует отметить, что данные о взаимодействии функционализированных фенэтиламинов с диалкилфосфитами немногочисленны, а сведения о строении и спектральных характеристиках образующихся амидофосфатов представлены фрагментарно. Это обуславливает необходимость дальнейшего изучения закономерностей образования связи P-N и особенностей строения соответствующих N-фосфорилированных производных.

Для идентификации амидофосфатов и подтверждения их структуры широко применяются методы ИК- и ЯМР-спектроскопии (^1H , ^{13}C и ^{31}P), позволяющие получать информацию о характере химических связей и строении молекул. Накопление таких данных способствует расширению представлений о взаимосвязи между строением и свойствами соединений, содержащих связь P-N. В последние годы особое внимание уделяется разработке экологически безопасных и энергоэффективных методов синтеза фосфорорганических соединений, соответствующих принципам «зелёной химии». В этом отношении реакция Тодда-Аттертона представляет значительный интерес благодаря мягким условиям проведения, высокой селективности и возможности синтеза широкого круга функционализированных амидофосфатов.

Целью настоящей работы является синтез новых N-фосфорилированных производных ароматических аминов методом Тодда-Аттертона и исследование их строения с использованием современных физико-химических методов анализа. В ходе исследования были подобраны условия фосфорилирования фенилэтиламина и его метоксизамещённого аналога диалкилфосфитами, а также изучены спектральные характеристики полученных амидофосфатов. Работа продолжает исследования, посвящённые синтезу и изучению функционализированных фосфорорганических соединений, и дополняет сведения о возможностях применения реакции Тодда-Аттертона для получения N-фосфорилированных производных ароматического ряда.

Материалы и основные методы. В работе использовали триэтиламин, тетрахлорметан, диметилфосфит и диэтилфосфит квалификации не ниже 99.9% (Sigma-Aldrich). Все реагенты применяли без дополнительной очистки.

Спектры ЯМР ^1H и ^{31}P регистрировали на спектрометрах Bruker AVANCE II-400 (400.1 МГц для ^1H) и Bruker Avance-600 (600.1 МГц для ^1H) в ДМСО- d_6 . Химические сдвиги определяли относительно сигналов остаточных протонов растворителя. ИК-спектры записывали на Фурье-спектрометре Bruker ALPHA в диапазоне 400-4000 cm^{-1} . Температуры плавления измеряли на приборе «Boetius». Элементный анализ выполняли на анализаторе Sundry SDCHN636.

Контроль протекания реакций и чистоты продуктов осуществляли методом тонкослойной хроматографии на пластинках с оксидом алюминия в различных системах растворителей. Для визуализации хроматограмм использовали пары йода. Полученные соединения охарактеризованы методами ТСХ, ИК- и ЯМР-спектроскопии, а их состав подтверждён данными элементного анализа.

Общая методика получения соединений 3-4 а-б:

В трёхгорлую колбу, снабжённую механической мешалкой, обратным холодильником и капельной воронкой, помещали 10 ммоль фенилэтиламина (**1**), 15 ммоль триэтиламина и 10 мл тетрахлорметана. При комнатной температуре к полученному раствору при перемешивании в течение 15-20 мин по каплям добавляли 10 ммоль соответствующего диалкилфосфита **2 а-б**. После завершения добавления реакционную смесь перемешивали при комнатной температуре ещё 1-2 ч.

Образовавшийся осадок гидрохлорида триэтиламина отделяли фильтрованием, а фильтрат концентрировали при пониженном давлении. Остаток очищали вакуумной перегонкой, после чего целевые продукты перекристаллизовывали из петролейного эфира (т. кип. 70-100 $^{\circ}\text{C}$).

Ход реакции контролировали методом тонкослойной хроматографии в системе бензол-этанол (10:1). Синтезированные соединения хорошо растворимы в хлороформе, ацетоне и этаноле. Строение полученных амидофосфатов устанавливали на основании данных ИК-, ^1H , ^{13}C и ^{31}P ЯМР-спектроскопии (Схема 1).

Диметил N-(2-фенилэтил)амидофосфат (3а). Соединение получено с выходом 90% в виде масла жёлтого цвета. $R_f = 0.58$. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3220 (NH), 1235 (P=O), 1025 (P-O-C). ЯМР ^1H (400 МГц, Хлороформ- d) δ 7.02 (Ar-H, с, 1H), 6.93 (Ar-H, д, $J = 11.4$ Гц, 4H), 3.34 (OCH_3 , дт, $J = 17.4, 10.4$ Гц, 6H), 2.87 (CH_2 , д, 2H), 2.54 (NH, с, 1H). ЯМР ^{13}C (101 МГц, Хлороформ- d) δ 138.80, 128.77, 128.64, 128.38, 128.25, 126.28, 126.16, 52.63, 52.51, 52.44, 42.60, 42.46, 37.79, 37.67. Вычислено, %: C 52.40; H 6.98 $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{NO}_3\text{P}$. Найдено, %: C 52.25; H 7.08.

Диэтил N-(2-фенилэтил)амидофосфат (3б). Соединение получено с выходом 81% в виде масла жёлтого цвета. $R_f = 0.50$. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3216 (NH), 1230 (P=O), 1028 (P-O-C). ЯМР ^1H (400 МГц, Хлороформ- d) δ 7.24 (Ar-H, с, 1H), 7.19 (Ar-H, д, $J = 8.0$ Гц, 4H), 4.00 – 3.87 (OCH_2CH_3 , м, 4H), 3.11 (CH_2 , с, 2H), 3.01 (CH_2 , с, 2H), 2.78 (NH, с, $J = 7.2$ Гц, 1H), 1.25 (OCH_2CH_3 , т, $J = 9.8$ Гц, 6H). ЯМР ^{13}C (101 МГц, Хлороформ- d) δ 139.17, 128.97, 128.85, 128.57, 128.45, 126.44, 126.30, 62.04, 61.93, 61.19, 42.93, 42.78, 38.05, 16.36, 16.29, 16.16, 16.09. Вычислено, %: C 56.03; H 7.78 $\text{C}_{12}\text{H}_{20}\text{NO}_3\text{P}$. Найдено, %: C 55.90; H 7.58.

В трёхгорлую колбу, оснащённую мешалкой, обратным холодильником и капельной воронкой, помещали 10 ммоль 3,4-диметоксифенэтиламина (**4**), 10 ммоль триэтиламина

и 10 мл тетрахлорметана. К полученному раствору при комнатной температуре и постоянном перемешивании в течение 15-20 мин по каплям добавляли 10 ммоль соответствующего диалкилфосфита **2 а-б**. После завершения добавления реакционную смесь перемешивали при комнатной температуре ещё 1-2 ч. Образовавшийся осадок гидрохлорида триэтиламина отделяли фильтрованием, а фильтрат концентрировали при пониженном давлении. Полученный остаток очищали вакуумной перегонкой, после чего продукты перекристаллизовывали из ацетона. Контроль протекания реакции осуществляли методом тонкослойной хроматографии в системе бензол-этанол (10:1). Полученные соединения хорошо растворимы в хлороформе, ацетоне и этаноле. Их строение установлено на основании данных ИК-, ^1H , ^{13}C и ^{31}P ЯМР-спектроскопии. Полученные соединения представляли собой индивидуальные вещества, строение которых подтверждено данными ИК-, ^1H , ^{13}C и ^{31}P ЯМР-спектроскопии, а также результатами элементного анализа. Проведённые эксперименты показали, что выбранные условия реакции обеспечивают селективное фосфорилирование аминов с образованием соответствующих амидофосфатов в мягких условиях и с удовлетворительными выходами (Схема 2).

Диметил N-[2-(3,4-диметоксифенил)этил]амидофосфат (4а). Соединение получено в виде белого порошка с выходом 47%, т.пл. 11-12°C. $R_f = 0.47$. ИК спектр (KBr), ν , см^{-1} : 3240 (NH), 1232 (P=O), 1022 (P-O-C). ЯМР ^1H (400 МГц, Хлороформ- d) δ 6.58 – 6.52 (Ar-H, м, 3H), 3.67 (OCH $_3$, д, $J = 10.0$ Гц, 6H), 3.47 (POCH $_3$, д, $J = 11.1$ Гц, 6H), 2.98 – 2.91 (CH $_2$, м, 2H), 2.79 (NH, с, 1H), 2.56 (CH $_2$, т, $J = 7.0$ Гц, 2H). ЯМР ^{13}C (101 МГц, Хлороформ- d) δ 148.88 (д, $J = 2.9$ Гц), 147.56 (д, $J = 3.3$ Гц), 131.30, 120.81, 112.01, 111.30, 55.80 (д, $J = 6.3$ Гц), 52.85 (д, $J = 5.3$ Гц), 52.08, 42.72, 37.47 (д, $J = 5.7$ Гц). Вычислено, %: C 49.82; H 6.92 C $_{12}$ H $_{20}$ NO $_5$ P. Найдено, %: C 49.69; H 6.77.

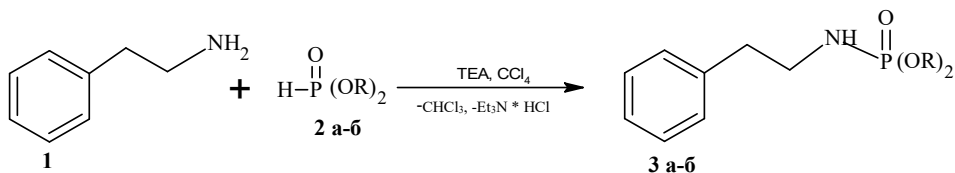
Диэтил N-[2-(3,4-диметоксифенил)этил]амидофосфат (4б). Соединение получено в виде белого порошка с выходом 51%, т.пл. 93-95°C. $R_f = 0.44$. ИК спектр (KBr), ν , см^{-1} : 3224 (NH), 1231 (P=O), 1022 (P-O-C). ^1H NMR (400 МГц, Хлороформ- d) δ 6.95 – 6.43 (Ar-H, м, 3H), 4.23 – 3.91 (OCH $_2$ CH $_3$, м, 4H), 3.86 (OCH $_3$, дд, $J = 6.3, 4.6$ Гц, 6H), 3.15 (Ar-CH $_2$, $J = 9.9, 6.9$ Гц, 2H), 2.74 (CH $_2$, т, $J = 6.9$ Гц, 2H), 1.30 – 1.28 (OCH $_2$ CH $_3$, м, 6H), 1.27 (NH, д, $J = 0.8$ Гц, 1H). ЯМР ^{13}C (151 МГц, Хлороформ- d) δ 148.37 (д, $J = 197.5$ Гц), 131.30, 120.77 (д, $J = 24.3$ Гц), 113.77 – 105.98, 62.30 (дд, $J = 9.2, 5.4$ Гц), 58.09 – 52.26, 42.80, 37.53 (д, $J = 5.8$ Гц), 16.25 (т, $J = 6.4$ Гц). ЯМР ^{31}P (162 МГц, Хлороформ- d) δ 9.02. Вычислено, %: C 52.99; H 7.57 C $_{14}$ H $_{24}$ NO $_5$ P. Найдено, %: C 52.87; H 7.42.

Результаты. В работе исследовано фосфорилирование фенолэтиламина и 3,4-диметоксифенэтиламина диалкилфосфитами в условиях реакции Тодда-Аттертона. Показано, что выбранные условия позволяют получать соответствующие амидофосфаты с хорошими выходами. Строение синтезированных соединений установлено на основании данных ИК- и ЯМР-спектроскопии (^1H , ^{13}C , ^{31}P).

Полученные результаты свидетельствуют о возможности использования реакции Тодда-Аттертона для синтеза N-фосфорилированных производных ароматических аминов. Проведённое исследование дополняет сведения о

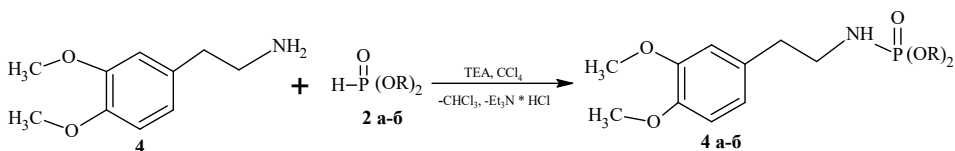
реакционной способности фенэтиламинов в реакциях фосфорилирования и расширяет ряд известных амидофосфатов ароматического ряда.

Строение синтезированных соединений (**3а-б**, **4а-б**) подтверждено комплексом физико-химических методов анализа, включающих ИК-, ^1H , ^{13}C и ^{31}P ЯМР-спектроскопию, а также данные элементного анализа.



R = Me (а), Et (б)

Схема 1 — Синтез диалкил N-(2-фенилэтил)амидофосфат (**3а-б**)



R = Me (а), Et (б)

Схема 2 - Синтез диалкил N-[2-(3,4-диметоксифенил)этил]амидофосфат (**4а-б**)

В ИК- спектрах соединений (**3 а-б**, **4 а-б**) идентифицированы полосы поглощения в области $1230\text{-}1235\text{ см}^{-1}$ характерные для $\text{P}=\text{O}$ группы, в интервале $1022\text{-}1028\text{ см}^{-1}$ наблюдаются интенсивные полосы поглощения $\text{P}-\text{O}-\text{C}$ связи, а при $3216\text{-}3240\text{ см}^{-1}$ проявляются полосы поглощения, характерные для валентных колебаний NH групп (Рисунок 1-2).

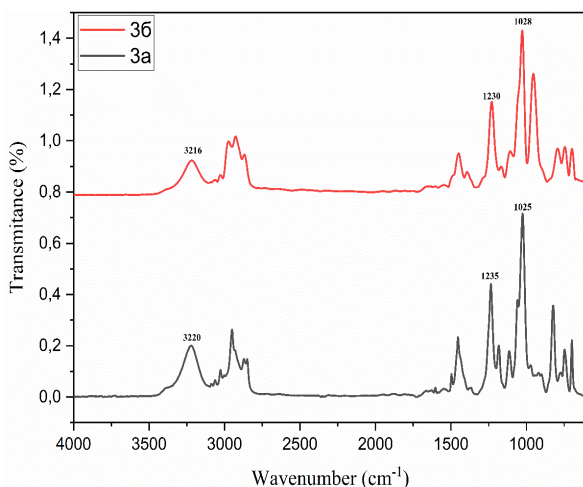


Рисунок 1 — ИК- спектр диалкил N-(2-фенилэтил)амидофосфатов (**3а-б**)

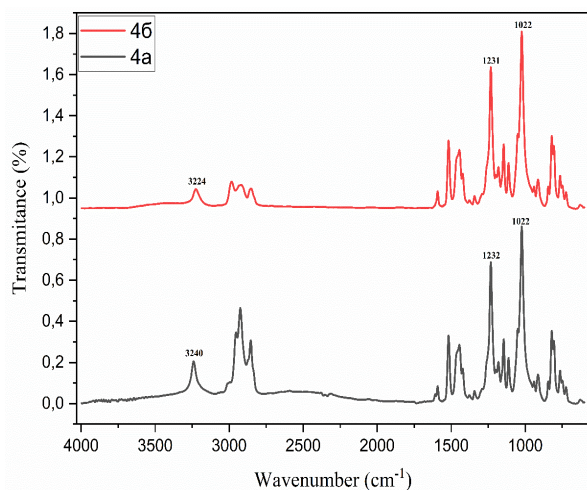


Рисунок 2 — ИК- спектр диалкил N-[2-(3,4-диметоксифенил)этил]амидофосфат (**4a-b**)

В спектрах ЯМР ^1H соединений (**3 a-b**) сигналы протона амидной группы проявляются в виде дублета в области 2.54-2.79 м.д. с константой спин-спинового расщепления $J = 7\text{--}7.2$ Гц. Сигналы протонов диалкоксифосфорильных групп для (**3 a-b**) проявляются в виде дуплета в области 3.34 м.д. (д, 6H), 4.00-3.87 м.д. (м, 4H), 1.25 м.д. (т, 6H); для (**4 a-b**) – мультиплет в области 3.47 м.д. (д, 6H), 4.23-3.91 м.д. (м, 4H), 1.30-1.28 м.д. (м, 6H). Сигналы протонов ароматического фрагмента для соединений (**3 a-b**) резонируют в виде мультиплетов в области 7.02-6.93 м.д. (м, 5H), 7.24-7.19 м.д. (м, 5H), а для соединений (**4 a-b**) в интервалах 6.58-6.52 (м, 3H), 6.95-6.43 (м, 3H).

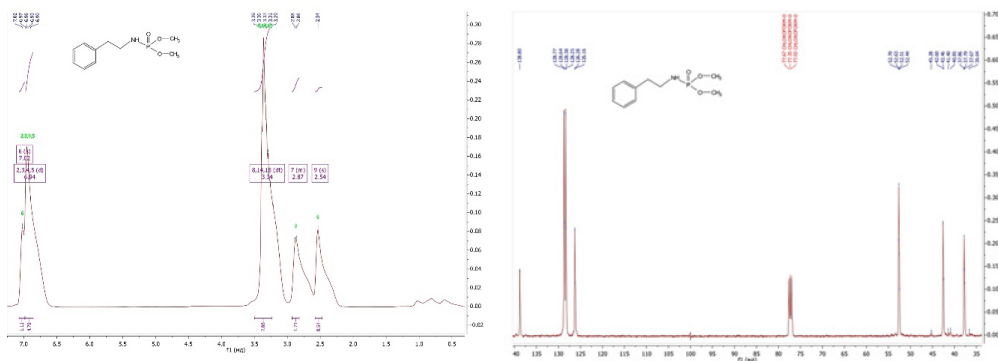
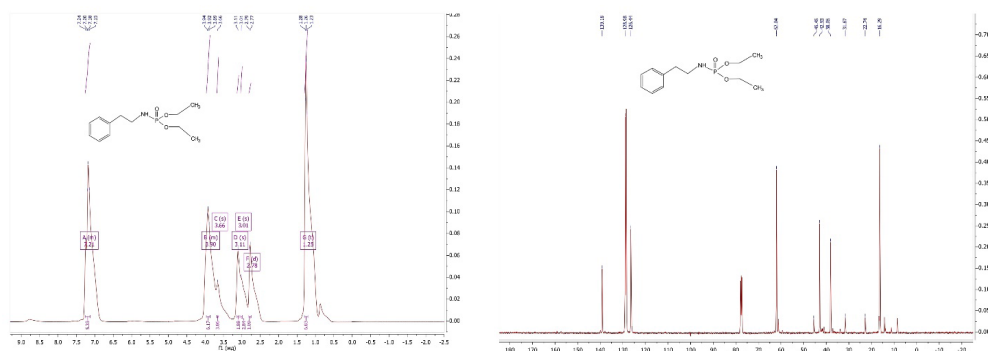
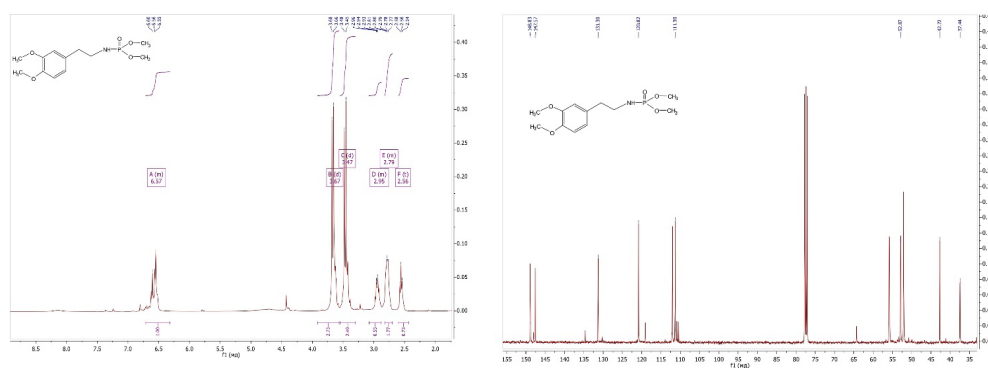
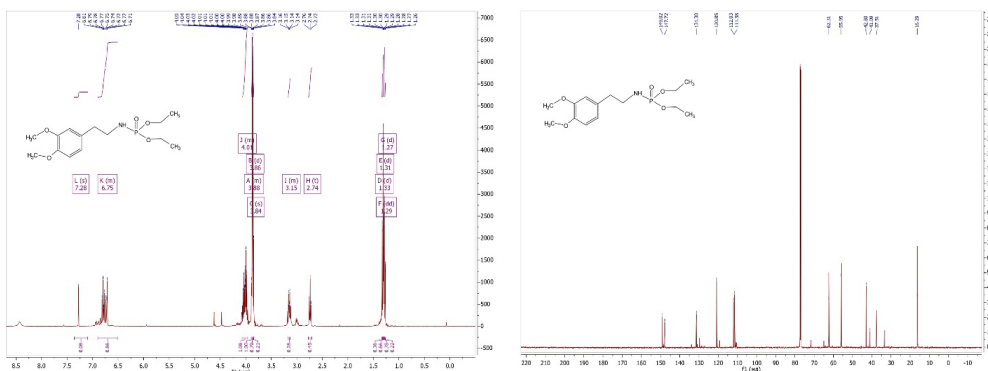


Рисунок 3 — Спектры ЯМР ^1H , ^{13}C диметил N-(2-фенилэтил)амидофосфата (**3a**)

Рисунок 4 – Спектры ЯМР ^1H , ^{13}C диэтил N-(2-фенилэтил)амидофосфата (36)Рисунок 4 — Спектры ЯМР ^1H , ^{13}C диметил N-[2-(3,4-диметоксифенил)этил]амидо-фосфат (4a)Рисунок 5 — Спектры ЯМР ^1H , ^{13}C диэтил N-[2-(3,4-диметоксифенил)этил]амидофосфат (4b)

В спектрах ЯМР ^{13}C соединений **3a-б** и **4a-б** идентифицированы сигналы всех атомов углерода, предусмотренных их строением. Положения сигналов ароматических и алкоксильных фрагментов соответствуют структурам синтезированных амидофосфатов (Рисунок 3-5).

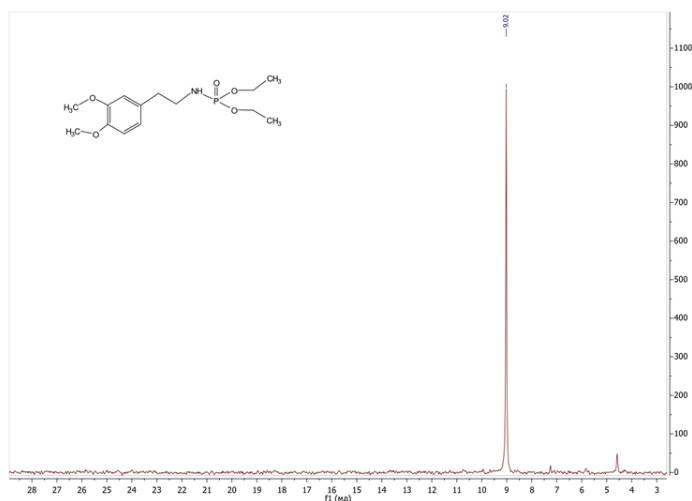


Рисунок 6 — Спектры ЯМР ^{31}P диэтил N-[2-(3,4-диметоксифенил)этил]амидофосфат (**46**)

В спектре ЯМР ^{31}P соединения **46** наблюдается один синглетный сигнал, характерный для диалкилоксиамидофосфатов. Наличие единственного сигнала фосфора свидетельствует об образовании одного фосфорсодержащего продукта. Значение химического сдвига находится в области, типичной для соединений данного класса, что согласуется с образованием связи P-N. Дополнительные сигналы в спектре отсутствуют (Рисунок 6).

Совокупность данных ИК-, ^1H , ^{13}C и ^{31}P ЯМР-спектроскопии подтверждает строение полученных амидофосфатов. Для соединений, синтезированных на основе 3,4-диметоксифенэтиламина, наличие метоксигрупп оказывает влияние на электронное распределение в ароматической системе, что может отражаться на реакционной способности аминогруппы в процессе фосфорилирования.

Полученные результаты согласуются с механизмом реакции Тодда-Аттертона, предполагающим образование промежуточных хлорфосфорных производных при взаимодействии диалкилфосфитов с тетрахлорметаном в присутствии триэтиламина и их последующее взаимодействие с амином. Отсутствие посторонних сигналов в спектрах ^{31}P ЯМР указывает на преимущественное образование целевых продуктов в выбранных условиях реакции. Полученные данные дополняют сведения о спектральных характеристиках амидофосфатов ароматического ряда.

Заключение. В последние годы возможности реакции Тодда-Аттертона были существенно расширены за счёт вовлечения в процесс различных классов аминов, включая гетероциклические соединения, аминокислоты и их производные. Развитие метода связано также с применением каталитических систем, микроволновой активации и подходов, направленных на снижение количества побочных продуктов и оптимизацию условий синтеза. Это позволяет варьировать круг используемых субстратов и получать новые N-фосфорилированные соединения различного строения.

Исследования в области химии соединений, содержащих связь P-N, продолжают охватывать широкий круг задач, связанных с их синтезом, строением и свойствами. Существенный вклад в изучение таких соединений вносят современные методы структурного анализа, включая ЯМР- и ИК-спектроскопию, а также квантово-химические расчёты, позволяющие рассматривать особенности электронного строения и реакционной способности фосфорорганических производных.

Одним из важных аспектов остаётся изучение влияния строения молекулы на её свойства. Изменение природы заместителей при атомах азота и фосфора может отражаться на устойчивости связи P-N, спектральных характеристиках и реакционной способности соединений. Введение электронодонорных или электроноакцепторных групп в ароматический фрагмент позволяет изменять электронное распределение в молекуле и получать новые производные с различными физико-химическими характеристиками.

В связи с этим исследование реакционной способности ароматических аминов в условиях реакции Тодда-Аттертона представляет значительный интерес как с практической, так и с теоретической точки зрения.

Таким образом, на основе фенилэтиламина (**1**) и 3,4-диметоксифенэтиламина (**4**), диметилфосфита (**2a**) и диэтилфосфита (**2b**) были синтезированы амидофосфаты с использованием реакции Тодда-Аттертона были синтезированы новые амидофосфаты ароматического ряда. Состав и строение полученных соединений подтверждены данными элементного анализа, а также ИК-, ЯМР ^1H , ^{13}C и ^{31}P спектроскопии. Полученные результаты свидетельствуют об эффективности применённого подхода и возможности его использования для направленного синтеза новых функционально замещённых амидофосфатов с потенциально ценными физико-химическими и биологическими свойствами. Результаты интерпретации спектральных данных исследуемых соединений могут быть использованы для установления структурных особенностей амидофосфатов и их производных, а также для дальнейшего изучения закономерностей формирования связи P-N в реакциях фосфорилирования ароматических аминов.

Полученные данные дополняют сведения о спектральных характеристиках амидофосфатов и могут быть использованы при идентификации соединений данного класса методами ИК- и ЯМР- спектроскопии. Результаты проведённого исследования также показывают возможность применения реакции Тодда-Аттертона для синтеза новых N-фосфорилированных производных ароматического ряда. Полученные амидофосфаты могут служить основой для дальнейших исследований, направленных на изучение влияния строения молекулы на её физико-химические свойства и реакционную способность.

References

Atherton F.R., Openshaw H.T., and Todd A.R. (1945) Studies on phosphorylation. Part II. The reaction of dialkyl phosphites with polyhalogen compounds in presence of bases. A new method for the phosphorylation of amines. *Journal of the Chemical Society (Resumed)*. — 660 p. DOI:10.1039/jr9450000660 (in Eng.).

Atherton F.R., and Todd A.R. (1947) Studies on phosphorylation. Part III. Further observations on the

reaction of phosphites with polyhalogen compounds in presence of bases and its application to the phosphorylation of alcohols. *Journal of the Chemical Society (Resumed)*. — 674 p. DOI:10.1039/jr9470000674 (in Eng.).

Castelot-Deliencourt G., Pannecoucke X., and Quirion J.-C. (2001) Diastereoselective synthesis of α -substituted β -amidophosphonates. *Tetrahedron Letters*, 42(6). — P. 1025–1028. DOI:10.1016/S0040-4039(00)02145-6 (in Eng.).

Cherkasov R.A., and Galkin V.I. (1998) The Kabachnik-Fields reaction: Synthetic potential and the problem of the mechanism. *Russian Chemical Reviews*, 67(10). — P. 857–882. DOI:10.1070/RC1998v-067n10ABEH000421 (in Eng.).

De Clercq E. (2016) Tenofovir alafenamide (TAF) as the successor of tenofovir disoproxil fumarate (TDF). *Biochemical Pharmacology*, 119. — P. 1–7. DOI:10.1016/j.bcp.2016.04.015 (in Eng.).

Dehmchi D.A., Bouchareb F., and Berredjem M. (2024) Recent advances in the synthesis of phosphoramidate derivatives: A comprehensive review and analysis. *Synthetic Communications*, 54(22). — P. 1909–1939. DOI:10.1080/00397911.2024.2391917 (in Eng.).

Djouad S.-E., Berredjem M., Hadjadj Aoul F.Z., Bouchareb F., Guerfi M., Ben Hadda T., Aissaoui M., and Belhani B. (2022) In silico drug design and molecular docking of novel amidophosphonates and sulfamidophosphonates as inhibitors of urokinase-type plasminogen activator. *Journal of the Indian Chemical Society*, 99(9), 100650. DOI:10.1016/j.jics.2022.100650 (in Eng.).

Doszhanova K.A., Kuandykova A.B., Dzhiembaev B.Zh., Burilov A.R., and A.E. Arbuzov Institute of Organic and Physical Chemistry (2021) Sintez novykh α -aminofosfonatov na osnove ciklogeksilaminov v usloviyah reakcii Fildsa Kabachnika [Synthesis of new α -aminophosphonates based on cyclohexylamines in the conditions of the fields kabachnik reaction]. *Chemical Journal of Kazakhstan*, 73(1). — P. 126–133. DOI: 10.51580/2021-1/2710-1185.13 (in Rus.).

Dzhiembaev B.J., Kuandykova A.B., Akyzbekov N.I., Dobrynin A., and Burilov A.R. (2023) Synthesis of Amidophosphates Based on 1-Ethynyl-1-Aminocyclohexane Upon Microwave Activation and their Biological Activity. *Eurasian Chemico-Technological Journal*, 25(1). — P. 57–64. DOI: 10.18321/ectj1495 (in Eng.).

Dzhiembaev B.Zh., Kuandykova A.B., (2023) Sintez novykh amidofosfatov na osnove aromatcheskih aminov [Synthesis of new amidophosphates based on aromatic amines]. *Chemistry and Chemical Technology*, 3. — P. 30–36. DOI: 10.52081/ChChTJ.2023.v03.i3.013 (in Rus.).

Evtushenko Yu.M., Toirov S.Kh., Ushkov V.A., and Berlin A.A. (2025) New Phosphorus–Nitrogen-Containing Flame Retardants for Composite Materials Based on Condensation Polymers. *Polymer Science, Series D*, 18(2). — P. 429–434. DOI: 10.1134/S1995421225700327 (in Eng.).

Falk E., Franchino A., Horak T., Gürtler L., and Morandi B. (2023) Azide-Free Synthesis of N -Alkyliminophosphoranes from Phosphines and Hydroxylamine Derivatives. *Organic Letters*, 25(10). — P. 1695–1700. DOI: 10.1021/acs.orglett.3c00366 (in Eng.).

Fields E.K. (1952) The Synthesis of Esters of Substituted Amino Phosphonic Acids. *Journal of the American Chemical Society*, 74(6). — P. 1528–1531. DOI: 10.1021/ja01126a054 (in Eng.).

Ghigo G., Nicoletti S., and Dughera S. (2026) The Kabachnik–Fields Reaction: A Key Transformation in Organophosphorus Chemistry. *Reactions*, 7(1), 3. DOI: 10.3390/reactions7010003 (in Eng.).

Guo Y., Meng Y., Du Y., Duan M., Li Y., and Zhu F. (2021) Nitrogen–phosphorus co-doped porous carbon using ionic liquids as a dual functional agent for high-performance long-life lithium ion batteries. *Ionic*, 27(1). — P. 97–105. DOI: 10.1007/s11581-020-03785-1 (in Eng.).

Kim I.-H., Park Y.-K., Nishiwaki H., Hammock B.D., and Nishi K. (2015) Structure-activity relationships of amide–phosphonate derivatives as inhibitors of the human soluble epoxide hydrolase. *Bioorganic and Medicinal Chemistry*, 23(22). — P. 7199–7210. DOI: 10.1016/j.bmc.2015.10.016 (in Eng.).

Kuandykova A.B., Dzhiembaev B.Zh., Dobrynin A.B., Akyzbekov N.I., and Akimbaeva N.O. (2024) Sintez, molekulyarnaya i kristallicheskaya struktury tetraetil 1,3-fenilenbis (fosforamidata) i tetrapropil 1,3-fenilenbis (fosforamidata) [Synthesis, molecular and crystal structures of tetraethyl 1,3-phenylenebis (phosphoramidate) and tetrapropyl 1,3-phenylenebis (phosphoramidate)]. *Series chemistry and technology*, 1(458). — P. 70–82. DOI: 10.32014/2024.2518-1491.208 (in Rus.).

Lakoud S.G., Berredjem M., and Aouf N.-E. (2012) Efficient Method for The Synthesis of α -Amido-

phosphonates via the Michaelis-Arbuzov Reaction. Phosphorus, Sulfur, and Silicon and the Related Elements, 187(6). — P. 762–768. DOI: 10.1080/10426507.2011.645173 (in Eng.).

Le Corre S.S., Berchel M., Couthon-Gourvès H., Haelters J.-P., and Jaffrès P.-A. (2014) Atherton–Todd reaction: Mechanism, scope and applications. Beilstein Journal of Organic Chemistry, 10. — P. 1166–1196. DOI: 10.3762/bjoc.10.117 (in Eng.).

Li J., Wang L., Li C., and Xiao J. (2026) Direct N-P bond coupling of azobenzenes and diphenylphosphine oxide enabled by decatungstate photocatalysis. Applied Catalysis A: General, 721, 121014. DOI: 10.1016/j.apcata.2026.121014 (in Eng.).

Oliveira F.M., Barbosa L.C.A., and Ismail F.M.D. (2014) The diverse pharmacology and medicinal chemistry of phosphoramidates – a review. RSC Advances, 4(36). — P. 18998–19012. DOI: 10.1039/C4RA01454E (in Eng.).

Petkowski J.J., Bains W., and Seager S. (2019) Natural Products Containing ‘Rare’ Organophosphorus Functional Groups. Molecules, 24(5), 866. DOI: 10.3390/molecules24050866 (in Eng.).

Rachedi K.O., Ouk T.-S., Bahadi R., Bouzina A., Djouad S.-E., Bechlem K., Zerrouki R., Ben Hadda T., Almalki F., and Berredjem M. (2019) Synthesis, DFT and POM analyses of cytotoxicity activity of α -amidophosphonates derivatives: Identification of potential antiviral O, O-pharmacophore site. Journal of Molecular Structure, 1197. — P. 196–203. DOI: 10.1016/j.molstruc.2019.07.053 (in Eng.).

Saib A., Berrebbah H., Berredjem M., and Djebbar M.R. (2014) Cytotoxic study of three derivatives amidophosphonates on alternative cellular model: Paramecium tetraurelia. Toxicology Research, 3(5). — 395 p. DOI: 10.1039/C4TX00033A (in Eng.).

Thimotée M., Arrachart G., Giusti F., and Pellet-Rostaing S. (2026) Development of a Synthesis Route for Chiral α -Amidophosphonates with Enhanced Optical Purity. ACS Omega, 11(7). — P.11375–11396. DOI: 10.1021/acsomega.5c08735 (in Eng.).

Turgis R., Leydier A., Arrachart G., Burdet F., Dourdain S., Bernier G., Miguiditchian M., and Pellet-Rostaing S. (2016) Carbamoylalkylphosphonates Type Ligand for Uranium Extraction from Phosphates Ores. Procedia Engineering, 138. — P. 258–266. DOI: 10.1016/j.proeng.2016.02.083 (in Eng.).

Yoshino K., Goto K., Yoshiizumi K., Morita T., and Tsukamoto G. (1990) Organic phosphorus compounds. 5. (4-Benzothiazol-2-ylbenzyl)amidophosphonate as potent calcium antagonistic vasodilators. Journal of Medicinal Chemistry, 33(8). — P. 2192–2196. DOI: 10.1021/jm00170a024 (in Eng.).

Zabirov N.G., Shamsevaleev F.M., and Cherkasov R.A. (1991) N -Phosphorylated amides and thioamides. Russian Chemical Reviews, 60(10). — P. 1128–1144. DOI: 10.1070/RC1991v060n10ABEH001134 (in Eng.).

© Omarova A.A., Nurzhanova S.B., Medetkyzy Z., Saidilda G.T.,
Abilmagzhanov A.Z., 2026.

D.V. Sokolsky Institute of Fuel, Catalysis and Electrochemistry, Almaty, Kazakhstan.

E-mail: aizhan.omarova.79@list.ru

PRODUCTION OF HIGH-OCTANE GASOLINE BY PROCESSING n-ALKANES OVER A ZEOLITE-CONTAINING CATALYST

Omarova Aizhan — Candidate of Chemical Sciences (PhD), Associate Professor, Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: aizhan.omarova.79@list.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1399-103X>;

Nurzhanova Saule — Candidate of Chemical Sciences (PhD), Associate Professor, D.V. Sokolsky Institute of Fuel, Catalysis and Electrochemistry, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: nurzhanova.s@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-3670-4010>;

Medetkyzy Zere — Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: Zere.medetkyzy@mail.ru; <https://orcid.org/0009-0003-9650-7382>;

Saidilda Galymzhan — PhD Doctoral Student, Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: galym711@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7468-7421>;

Abilmagzhanov Arlan — Candidate of Chemical Sciences (PhD), General Director, D.V. Sokolsky Institute of Fuel, Catalysis and Electrochemistry, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: a.abilmagzhanov@ifce.kz., <https://orcid.org/0000-0003-2931-9640>.

Abstract. The development of environmentally friendly, sustainable, and highly efficient catalytic technologies for the production of high-octane motor fuels remains an important challenge in the modern petrochemical industry. The design of advanced catalysts capable of deep conversion of heavy petroleum fractions and efficient transformation of normal alkanes is of particular scientific and industrial interest. The aim of this work was to synthesize multifunctional nanocatalysts based on mesoporous aluminosilicate zeolites modified with cerium oxide and to investigate their structural, physicochemical, and catalytic properties. The catalysts were prepared by the wet impregnation method using an aluminum hydroxide matrix as a support. The synthesized materials were characterized by BET surface area analysis, ammonia temperature-programmed desorption, X-ray diffraction, Fourier-transform infrared spectroscopy, and SEM-EDS analysis. The results demonstrated that cerium oxide formed highly dispersed nanoparticles with sizes of 3–5 nm uniformly distributed throughout the zeolite framework. Such distribution improved the accessibility of

active sites and enhanced catalytic performance. Catalytic tests were carried out during the conversion of n-tetradecane and n-pentadecane at temperatures ranging from 300 to 500 °C. Increasing the reaction temperature enhanced the conversion of n-tetradecane from 40.9% to 91.7% and n-pentadecane from 45.6% to 94.9%. The cerium-modified Y-type zeolite exhibited the highest specific surface area of 242.6 m²/g and the most developed porous structure among the studied samples. The catalysts demonstrated high selectivity toward the formation of branched iso-alkanes, light olefins, and high-octane gasoline fractions while suppressing coke formation. The obtained results confirm the potential of the developed nanocatalysts for deep petroleum refining processes and the production of environmentally friendly motor fuels that meet modern environmental standards.

Keywords: hydrocarbons, petroleum refining, zeolite catalyst, cerium oxide, catalytic selectivity, cracking, characterization methods

For citations: Omarova A.A., Nurzhanova S.B., Medetkyzy Z., Saidilda G.T., Abilmagzhanov A.Z. Production of high-octane gasoline by processing N-alkanes over a zeolite-containing catalyst. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. — P. 253-271. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.376>

© Омарова А.А., Нуржанова С.Б., Медетқызы З., Сәйділдә Ғ.Т.,
Абильмагжанов А.З., 2026.

Д.В. Сокольский атындағы Жанармай, катализ және электрохимия институты,
Алматы, Қазақстан.

E-mail: aizhan.omarova.79@list.ru

ЦЕОЛИТҚҰРАМДЫ КАТАЛИЗАТОРДА Қ-АЛКАНДАРДЫ ӨНДЕП ЖОҒАРЫ САПАЛЫ БЕНЗИН АЛУ

Омарова Айжан — к.х.н., қауымдастырылған профессор, Эль-Фараби атындағы ҚазҰУ, Алматы, Қазақстан,

E-mail: aizhan.omarova.79@list.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1399-103X> ;

Нуржанова Сауле — к.х.н., қауымдастырылған профессор, Д.В. Сокольский атындағы Жанармай, катализ және электрохимия институты, Қазақстан, Алматы, Кунаева, 142

E-mail: nurzhanova.s@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-3670-4010>;

Медетқызы Зере — Эль-Фараби атындағы ҚазҰУ, Алматы, Қазақстан,

E-mail: Zere.medetkyzy@mail.ru; <https://orcid.org/0009-0003-9650-7382>;

Сәйділдә Ғалымжан — докторант, Эль-Фараби атындағы ҚазҰУ, Алматы, Қазақстан,

E-mail: galym711@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7468-7421>;

Абильмагжанов Арлан — к.х.н., Бас директор Д.В. Сокольский атындағы Жанармай, катализ және электрохимия институты, Алматы, Қазақстан,

E-mail: a.abilmagzhanov@ifce.kz, <https://orcid.org/0000-0003-2931-9640>.

Аннотация. Мұнай-химия өнеркәсібінде жоғары октанды мотор отындарын өндіруге арналған экологиялық қауіпсіз, тұрақты және жоғары тиімді каталитикалық технологияларды әзірлеу маңызды ғылыми және өндірістік

міндеттердің бірі болып табылады. Қалыпты алкандарды тиімді түрлендіруге және ауыр мұнай фракцияларын терең өңдеуге қабілетті жаңа катализаторларды жасау ерекше өзектілікке ие. Осы жұмыстың мақсаты церий оксидімен модификацияланған мезокеуекті алюмосиликатты цеолиттер негізіндегі көпфункционалды нанокатализаторларды синтездеу және олардың құрылымдық, физика-химиялық және каталитикалық қасиеттерін зерттеу болып табылады. Катализаторлар алюминий гидроксиді матрицасы негізінде сіңдіру әдісі арқылы дайындалды. Алынған материалдардың қасиеттері BET әдісімен, аммиактың температуралық бағдарламаланған десорбциясы, рентгендік фазалық талдау, инфрақызыл спектроскопия және SEM-EDS әдістері арқылы зерттелді. Зерттеу нәтижелері церий оксидінің цеолит құрылымында жоғары дисперсті күйде орналасып, өлшемдері 3–5 нм болатын нанобөлшектер түзетінін көрсетті. Бұл олардың белсенді орталықтарының қолжетімділігін арттырып, каталитикалық қасиеттерінің жақсаруына ықпал етті. Каталитикалық сынақтар п-тетрадекан мен п-пентадеканды өңдеу кезінде 300–500°C температура аралығында жүргізілді. Температура жоғарылаған сайын п-тетрадеканның конверсиясы 40,9%-дан 91,7%-ға дейін, ал п-пентадеканның конверсиясы 45,6%-дан 94,9%-ға дейін артты. Цериймен модификацияланған Y типті цеолиттің меншікті бет ауданы 242,6 м²/г құрап, ең жоғары көрсеткішке ие болды. Катализаторлар изоалкандардың, жеңіл олефиндердің және жоғары октанды бензин фракцияларының түзілуіне жоғары селективтілік көрсетіп, кокстің түзілуін төмендетті. Алынған нәтижелер әзірленген нанокатализаторлардың мұнайды терең өңдеу тиімділігін арттыруға және экологиялық талаптарға сай мотор отындарын өндіруге мүмкіндік беретінін көрсетті.

Түйін сөздер: көмірсутектер, мұнай өңдеу, цеолит катализаторы, церий оксиді, каталитикалық селективтілік, крекинг, зерттеу әдістері

Қаржыландыру: бұл жұмыс Қазақстан Республикасы Ғылым және жоғары білім министрлігінің Ғылым комитеті тарапынан нысаналы қаржыландыру бағдарламасы аясында қаржылық қолдау арқылы орындалды (жоба № BR24992995 — «Мұнай-газды өңдеу және органикалық синтез процестеріне арналған өтпелі және сирекжер металдар негізіндегі жаңа композиттік каталитикалық жүйелердің қасиеттерін болжаудың ғылыми негіздерін қалыптастыру»).

© Омарова А.А.^{1*}, Нуржанова С.Б.², Медеткызы З.¹, Сайдилда Г.Т.¹,
Абильмагжанов А.З.², 2026.

¹Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

²Институт топлива, катализа и электрохимии имени Д.В. Сокольского,
Алматы, Казахстан.

E-mail: aizhan.omarova.79@list.ru

ПОЛУЧЕНИЕ ВЫСОКООКТАНОВОГО БЕНЗИНА ПУТЕМ ПЕРЕРАБОТКИ n-АЛКАНОВ НА ЦЕОЛИТСОДЕРЖАЩЕМ КАТАЛИЗАТОРЕ

Омарова Айжан — кандидат химических наук, ассоциированный профессор, Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

E-mail: aizhan.omarova.79@list.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1399-103X>;

Нуржанова Сауле — кандидат химических наук, ассоциированный профессор, Институт топлива, катализа и электрохимии имени Д.В. Сокольского, Алматы, Казахстан,

E-mail: nurzhanova.s@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-3670-4010>;

Медеткызы Зере — Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

E-mail: Zere.medetkyzy@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0003-9650-7382>;

Сайдилда Галымжан — докторант, Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

E-mail: galym711@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7468-7421>;

Абильмагжанов Арлан — кандидат химических наук, генеральный директор Института топлива, катализа и электрохимии имени Д.В. Сокольского, Алматы, Казахстан,

E-mail: a.abilmagzhanov@ifce.kz., <https://orcid.org/0000-0003-2931-9640>.

Аннотация. Разработка экологически безопасных, устойчивых и высокоэффективных каталитических технологий получения высокооктановых моторных топлив является одной из актуальных задач современной нефтехимической промышленности. Особый интерес представляет создание новых катализаторов, обеспечивающих глубокую переработку тяжёлых нефтяных фракций и эффективное превращение нормальных алканов. Целью работы является синтез многофункциональных нанокатализаторов на основе мезопористых алюмосиликатных цеолитов, модифицированных оксидом церия, а также исследование их структурных, физико-химических и каталитических свойств. Катализаторы получены методом пропитки с использованием матрицы гидроксида алюминия. Свойства синтезированных материалов изучены методами низкотемпературной адсорбции азота (BET), температурно-программируемой десорбции аммиака, рентгенофазового анализа, ИК-спектроскопии и SEM-EDS. Установлено, что оксид церия формирует высокодисперсные наночастицы размером 3–5 нм, равномерно распределённые в структуре цеолита. Такое распределение способствует увеличению доступности активных центров и улучшению каталитических характеристик. Каталитические испытания проводились при переработке n-тетрадекана и n-пентадекана в интервале температур 300–500 °С. Повышение температуры приводило к увеличению

степени конверсии н-тетрадекана с 40,9 до 91,7 %, а н-пентадекана - с 45,6 до 94,9 %. Наиболее развитой пористой структурой и максимальной удельной поверхностью 242,6 м²/г характеризовался цеолит типа Y, модифицированный оксидом церия. Исследуемые катализаторы продемонстрировали высокую селективность к образованию изоалканов, лёгких олефинов и высокооктановых бензиновых фракций при одновременном снижении коксообразования. Полученные результаты подтверждают перспективность разработанных нанокатализаторов для процессов глубокой переработки нефти и производства экологически безопасных моторных топлив.

Ключевые слова: углеводороды, нефтепереработка, цеолитный катализатор, оксид церия, каталитическая селективность, крекинг, н-алканы, высокооктановый бензин

Кіріспе. Қазіргі замғғы жаһандық және отандық мұнай өңдеу мен мұнай-химия өнеркәсібінің алдында тұрған ең басты стратегиялық әрі технологиялық міндеттердің бірі - өндірістің экономикалық тиімділігін максималды деңгейге арттырумен қатар, қоршаған ортаны қорғау, экологиялық қауіпсіздікті сақтау және орнықты дамудың қатаң халықаралық стандарттарын бұлжытпай қамтамасыз ету болып табылады. Жиырма бірінші ғасырда каталитикалық крекинг және каталитикалық изомерлеу процестері жоғары октанды мотор отындарын, авиациялық жанармай компоненттерін және бағалы төменгі молекулалы химиялық шикізаттарды (жеңіл олефиндер мен ароматты көмірсутектерді) өндірудің негізгі іргелі технологиялық платформасы ретінде танылады (Kolesnikov, 2020; Batova and Lipin, 2021). Осыған қарамастан, қазіргі таңда мұнай өңдеу зауыттарында қолданылып жүрген дәстүрлі өндірістік катализаторлар ауыр мұнай фракциялары мен ұзын тізбекті қалыпты алкандарды өңдеу барысында бірқатар маңызды технологиялық және кинетикалық шектеулерге тап болуда. Олардың басты кемшіліктеріне катализатор бетінің тез кокспен басылуы, термиялық тұрақсыздығы және қоршаған ортаға техногендік жүктемені арттыратын, сондай-ақ көміртегі қалдықтары мен улы газдардың шамадан тыс бөлінуіне әкелетін төмен селективтілігі жатады.

Осы орайда, атмосфераға тасталатын зиянды парниктік газдардың, күкіртті және азотты қосылыстардың мөлшерін барынша азайтуға, сонымен қатар каталитикалық процестің бағытын тек мақсатты өнімдер түзілуіне қарай реттеуге мүмкіндік беретін, жоғары белсенділігімен және таңдамалылығымен ерекшеленетін жаңа буын нанокатализаторларын жасау - қазіргі химия ғылымы мен катализ теориясының ең өзекті, басым бағыттарының біріне айналып отыр. Мұндай инновациялық наноқұрылымды жүйелерді өндіріске енгізу мұнай шикізатын терең өңдеу көрсеткіштерін айтарлықтай жақсартып қана қоймай, алынатын бензин мен дизель отындарының сапалық сипаттамаларын халықаралық экологиялық стандарттар деңгейіне дейін көтеруге, отынның жану тиімділігін арттыруға және қозғалтқыштардан бөлінетін улы қалдықтарды азайтуға тікелей жол ашады.

Әдеби шолу. Осы тұрғыдан алғанда, қазіргі каталитикалық жүйелердің белсенді қатты негізі немесе тасымалдаушы матрицасы рөлінде кеңінен қолданылатын мезопорлы алюмосиликатты цеолиттер, атап айтқанда, иерархиялық құрылымды цеолиттер мен олардың әртүрлі модификацияланған түрлері өздерінің бірегей физика-химиялық қасиеттеріне байланысты әлемдік ғылыми ортада ерекше қызығушылық тудыруда (Garcia and Lopez, 2022; Hernandez and Martinez, 2022). Бұл материалдар кристалдық алюмосиликаттар класына жатады және қатаң реттелген микрокеуекті, мезокеуекті және макрокеуекті каналдардың дамыған кеңістіктік иерархиялық жүйесіне ие болуымен сипатталады. Мұндай күрделі геометриялық сәулет катализатордың меншікті беттік ауданын жүздеген квадрат метрге дейін ұлғайтуға мүмкіндік береді (Hernandez and Martinez, 2022). Осының нәтижесінде реакцияға түсетін ірі өлшемді ауыр көмірсутек молекулаларының катализатордың ішкі порларында орналасқан белсенді орталықтарға кедергісіз, жылдам диффузиялануы қамтамасыз етіледі. Бұл құбылыс материалдың ішкі кеңістігіндегі масса алмасу және жылу алмасу процестерін жеделдетіп, катализатордың қызмет ету мерзімін ұзартады. Осы орайда, ашық порлы құрылымға ие бұл цеолиттер декан, тетрадекан және пентадекан сияқты ұзын тізбекті парафинді көмірсутектердің каталитикалық түрленуі, олардың молекулалық қаңқасының деструкциясы (крекинг) және изомерленуі үшін жоғары тиімді таңдамалы нанокатализаторлық негіз ретінде қолданылуға толық ғылыми негіз болады.

Цеолиттік матрицалардың каталитикалық белсенділігі мен пішіндік (стереохимиялық) селективтілігі тек олардың геометриялық кеуектерінің өлшемдерімен ғана емес, сонымен қатар қатты алюмосиликатты қышқылдардың табиғатына тән беттік қышқылдық-негіздік қасиеттерімен де тікелей анықталады. Бұл катализаторлардың кристалдық қаңқасының бетінде және оның ішкі каналдарында Бренстед және Льюис типті қышқылдық орталықтардың өте күрделі және әртүрлі энергетикалық жиынтығы қалыптасады (Singh and Patel, 2023; Karimov and Sadykov, 2023). Алайда, каталитикалық процестің кинетикалық заңдылықтарына сәйкес, бұл белсенді орталықтардың барлығы бірдей реакцияға қатыса бермейді; олардың тек белгілі бір аз ғана бөлігі нақты крекинг, изомерлену немесе алкилдену реакцияларын қоздыруға қабілетті келеді. Осыған байланысты, цеолит катализаторларының қышқылдық қасиеттерін, олардың белсенді орталықтарының табиғатын, күшін, шоғырлануын және таралу топографиясын заманауи физика-химиялық әдістермен терең зерттеу процестің ішкі механизмін нақтылау үшін ғылыми тұрғыдан аса маңызды міндет болып табылады.

Бүгінгі таңда жоғары кремнийлі цеолиттердің каталитикалық әсерінің тиімділігін арттырудың ең перспективалы және нәтижелі тәсілдерінің бірі - олардың кристалдық қаңқасының құрылымын әртүрлі өтпелі немесе сирек жер металдарымен және олардың оксидтік фазаларымен мақсатты түрде модификациялау (түрлендіру) болып табылады (Liu and Zhang, 2021; Wang and Kim, 2023). Түрлендірілген цеолиттік жүйелер катализатордың термиялық, химиялық және гидротермальды төзімділігін айтарлықтай арттырады (Wang

and Kim, 2023; Zhao et al., 2024). Сонымен қатар, металл иондары цеолит бетіндегі қышқылдық орталықтардың күшін қайта бөліп, реакцияның активтену энергиясын төмендетеді, процесс жылдамдығын тездетеді және ең бастысы - қажетсіз жанама реакциялардың (мысалы, терең деструкция, газ түзілу немесе қарқынды кокс түзілу) жүруін барынша шектейді (Liu and Zhang, 2021; Zhou and Wang, 2022).

Мұнай өңдеу өнеркәсібінде құрамында металлы бар, модификацияланған бифункционалды және композиттік цеолит катализаторларын қолдану ауыр парафинді шикізаттарды анағұрлым төменірек температуралық режимдерде тиімді өңдеуге және зауыттық өндірістің жалпы энергия шығындарын айтарлықтай төмендетуге жағдай жасайды. Нанометрлік өлшемдегі өтпелі немесе сирек жер металдарының коллоидты немесе кластерлік бөлшектерін цеолиттің кеуекті құрылымына енгізу нәтижесінде, массивті металдардың қасиеттерінен мүлдем ерекшеленетін бірегей кванттық-өлшемдік және электрондық сипаттамаларға ие белсенді фазалар қалыптасады. Мұндай нанобөлшектердің жоғары құрылымдық тұрақтылығымен жоғары дисперстілігі катализатор бетінде жаңа координациялық қанықпаған байланыстардың пайда болуына және соның есебінен дегидрлену-гидрлену және қышқылдық крекинг реакцияларының бір мезгілде үйлесімді жүруіне (бифункционалды катализ) мүмкіндік береді. Сондықтан, бұл бағытта ұсынылып отырған зерттеулер көмірсутек шикізаты негізінде жоғары қосылған құны бар мұнай-химия өнімдерін алудың жоғары тиімді әрі экологиялық таза инновациялық технологиялық негіздерін қалыптастыруға тікелей бағытталған.

Қазақстанның қазіргі заманғы даму кезеңінде және индустриалды-инновациялық экономиканы қалыптастыру жағдайында нанокатализ және наноматериалдар химиясы саласындағы іргелі және қолданбалы зерттеулер ұлттық мұнай-газ және мұнай-химия кешенін технологиялық тұрғыдан терең жаңартудың мемлекеттік стратегиялық басымдықтарымен тығыз байланысты. Еліміздің көмірсутек ресурстарының ауқымды табиғи қорын, аймақтық геосаяси жағдайын және логистикалық әлеуетін тиімді әрі ұтымды пайдалану үшін шикізаттық бағыттан жоғары технологиялық, дайын өнімдер өндіруге көшу — уақыт талабы және стратегиялық маңызды қадам болып табылады. Осы тұрғыдан алғанда, отандық жетекші ғылыми орталықтар мен университеттерде жаңа наноматериалдарды синтездеу, олардың кеуекті архитектурасын молекулалық деңгейде басқару, функционалдық модификациялау тәсілдерін енгізу және олардың каталитикалық қасиеттерін заманауи физика-химиялық әдістер кешенімен бағалау бойынша жүйелі де ауқымды жұмыстар қарқынды жүргізіліп келеді.

Жаңа буын цеолиттік нанокатализаторларын жасау мұнай өңдеу, газхимия және синтетикалық баламалы отын өндірісіндегі каталитикалық крекинг, гидроотазалау, риформинг және изомерлену сияқты ең маңызды өндірістік процестердің тиімділігін мүлдем жаңа сапалық деңгейге көтеруге мүмкіндік береді. Цеолиттердің айрықша артықшылығы — олардың молекулалық деңгейде таңдамалы әсер ету қабілетінде, бұл мақсатты өнімдердің шығымын

барынша арттырып, жанама реакцияларды шектейді. Бұл материалдардың жоғары термиялық және химиялық төзімділігі оларды өнеркәсіптік агрессивті жағдайларда, жоғары қысым мен температурада ұзақ мерзімді пайдалануға толық жағдай жасайды.

Соңғы жылдары микро- және мезокеуекті құрылымдарды өзара үйлестіретін композиттік жүйелерді алу, сондай-ақ белсенді орталықтардың табиғатын сирек жер металдарымен байыту катализ саласындағы ең перспективті бағыт ретінде қалыптасты. Қорыта айтқанда, бұл бағыттағы ғылыми ізденістер мен тәжірибелік зерттеулер табиғи ресурстарды ұтымды пайдалануға, өндірістік шығындарды барынша оңтайландыруға және қоршаған ортаға түсетін техногендік жүктемені азайта отырып, Қазақстан Республикасының экономикалық тәуелсіздігін, технологиялық қауіпсіздігін және халықаралық нарықтағы бәсекеге қабілеттілігін арттыруға тікелей және стратегиялық тұрғыдан ықпал етеді. Осыған байланысты цеолитті нанокатализаторлар қатысында декан, тетрадекан және пентадеканның каталитикалық айналу заңдылықтары мен ерекшеліктерін анықтау жаңа катализаторлық жүйелерді әзірлеу мен мұнай-химия технологияларын заманауи бағытта жаңғырту тұрғысынан жоғары ғылыми-тәжірибелік мәнге ие.

Эксперименттік бөлім. Зерттеу жұмысында катализатор ретінде мезопорлы алюмосиликатты HZSM және HY типті цеолиттер пайдаланылды. Катализатор үлгілері алюминий гидроксиді $\text{Al}(\text{OH})_3$ негізінде модификациялаушы элементтердің тұздарының сулы ерітінділерімен сіңдіру әдісі арқылы дайындалды. Алынған катализаторлардың каталитикалық белсенділігі C_{14} – C_{15} көмірсутектерін өңдеу процесінде зерттелді. Тәжірибелер инертті ортада (аргон атмосферасында) ағынды реактор қондырғысында жүргізілді. Процесс параметрлері ретінде температура 300–500°C аралығы, қысым 0,1 МПа және шикізатты беру жылдамдығы $1,5 \text{ сағ}^{-1}$ шамалары таңдап алынды. Өнімдердің құрамы мен көмірсутектердің таралуын талдау «Хромотэк-Кристалл» маркалы газды хроматографта орындалды. Бөлу колонкасы ретінде ұзындығы 3,5 м болатын, фторланған Al_2O_3 адсорбентімен толтырылған «Supelco» фирмасының капиллярлы сымы қолданылды. Аталған колонка парафинді, изопарафинді, ароматты және нафтенді көмірсутектерді тиімді ажыратуға мүмкіндік береді. Талдау барысында жалынды-ионизациялық детектор пайдаланылып, тасымалдаушы газ ретінде аргон қолданылды. Хроматографиялық өлшеулерде температуралық бағдарлама газды фаза үшін 60–130°C, ал сұйық фаза үшін 130–288°C аралығында жүргізілді. Құрылғыны калибрлеу мақсатында таза эталонды заттар бойынша абсолютті калибрлеу әдісі қолданылды. Стандартты үлгілер микрошприц көмегімен бірдей көлемде енгізіліп, салыстырмалы талдау жүргізілді.

Нәтижелерді талқылау. Модифицирленген цеолитқұрамды катализаторларының физика-химиялық қасиеттерін зерттеу

Зерттелетін катализатордың белсенділігін, құрылымы мен қасиеттерін сипаттау үшін әртүрлі физика-химиялық әдістер қолданылды. Синтезделген катализаторлардың меншікті бетінің ауданы мен кеуектілігі БЭТ әдісімен өлшенді.

Кесте 1 — Синтезделген катализаторлардың бетінің және кеуекті құрылымының сипаттамасы

Катализатор құрамы	$S_{\text{бет}} (\text{м}^2/\text{г})$
Үлгі 1 (ZSM-5 + Al_2O_3)	209.3
Үлгі 2 (Ce_2O_3 + ZSM-5 + Al_2O_3)	191.4
Үлгі (Ce_2O_3 + Ce_2O_3 + HY + Al_2O_3)	242.6

1-кестеде берілген деректерге сәйкес, зерттелген катализатор үлгілерінің арасында цериймен модификацияланған HY цеолиті ең жоғары меншікті бет ауданына ие болып, оның мәні $242,6 \text{ м}^2/\text{г}$ құрайтыны анықталды. Ал ZSM-5 цеолитін церий иондарымен модификациялау нәтижесінде материалдың меншікті бет ауданының $191,4 \text{ м}^2/\text{г}$ дейін едәуір төмендейтіні байқалды. Каталитикалық үдерістер барысында белсенді орталықтардың әртүрлі типтерінің қызметі көбіне бір-бірінен тәуелсіз қарастырылады және олардың әрекеттесуші молекулаларға бірлескен ықпалы толық ескерілмейді. Алайда каталитикалық жүйеде бірнеше функционалдық орталықтардың қатар болуы олардың өзара әрекеттесу мүмкіндігін арттырып, катализатордың полифункционалды қасиеттерін қалыптастыруы ықтимал деп пайымдауға болады.

Тәжірибелік зерттеулерде өлшеу нәтижелерінің нақтылығын арттыру мақсатында термиялық әсерлерді ескеру, сондай-ақ кеуекті құрылымдағы динамикалық өзгерістерді модельдеу тәсілдері қолданылды. Аталған әдістемелік тәсілдерді негізге ала отырып, жүргізілген зерттеу жұмысы өлшеу қателіктерін барынша азайтуға және алынған нәтижелердің сенімділігін қамтамасыз етуге бағытталды.

Катализаторлардың қышқылдық-негіздік сипаттамаларын анықтау үшін аммиакты температуралық бағдарламаланған десорбция әдісі қолданылды (2-кесте). Катализаторлар бетіндегі аммиак адсорбциясы екі түрде жүреді. Қышқылдық орталықтардың құрамына цеолит қуыстарының ішінде де, олардың сыртқы жағында да бекітілген әртүрлі тотығу дәрежесіндегі металдар кіруі мүмкін.

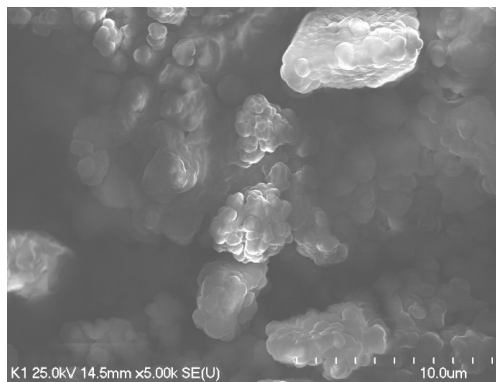
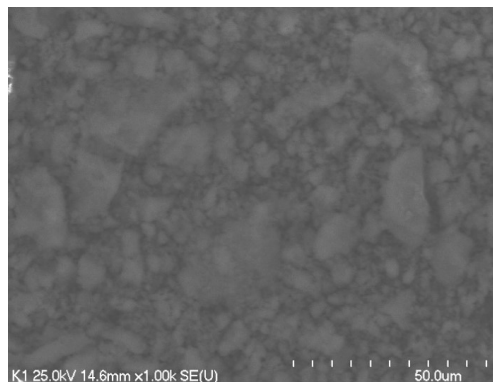
Кесте 2 — Үлгі 1-3 катализаторларының аммиактың температуралық бағдарламаланған десорбциясы нәтижелері ($\mu\text{mol g}^{-1}$)

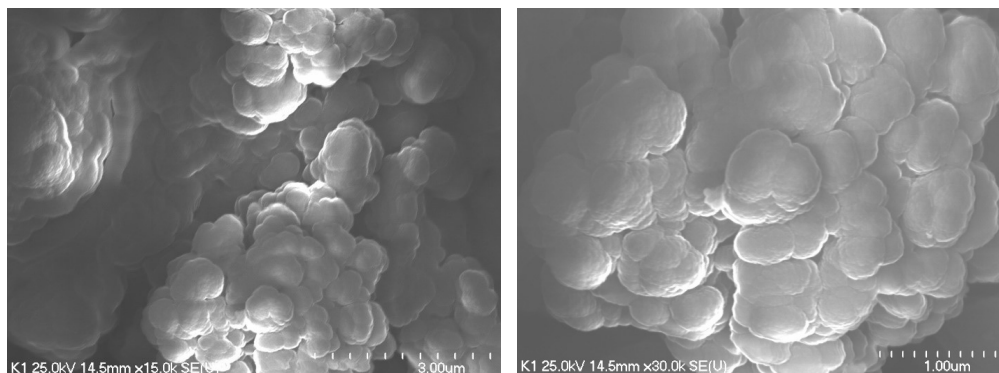
Үлгі	Десорбцияланған аммиак мөлшері, NH_3 десорбция/г катализатор ($\mu\text{mol g}^{-1}$)			
	Төмен 100-300 °C	Орташа 300-450 °C	Жоғары 450+ °C	Барлығы
Үлгі 1 (ZSM-5 + Al_2O_3)	557.7	333.5	157.9	1049.1
Үлгі 2 (Ce_2O_3 + ZSM-5 + Al_2O_3)	587.7	269.0	157.9	1014.6
Үлгі 3 (Ce_2O_3 + HY + Al_2O_3)	3015.7	2048.0	729.7	5793.4

ZSM-5 + Al_2O_3 (Үлгі 1) және Ce_2O_3 + ZSM-5 + Al_2O_3 (Үлгі 2) катализаторларының беттерінде десорбцияланған аммиак мөлшері бір-біріне жақын болды. Төмен температура диапазонында (Тдесорбция = 100–300 °C) қышқылдық орталықтар басым болып, олардың катализатордағы концентрациясы сәйкесінше $557,5 \text{ мкмоль/г}$ және $587,7 \text{ мкмоль/г}$ құрады. Орташа температура диапазонында (Тдесорбция = 300–450 °C) аммиак мөлшері Үлгі 1-де $333,5 \text{ мкмоль/г}$, Үлгі 2-де $269,0 \text{ мкмоль/г}$ деңгейінде болды. Жоғары температурада (Тдесорбция > 450 °C)

қышқылдық орталықтардың ең төменгі мөлшері екі катализаторда да 157,9 мкмоль/г болды. Нәтижесінде, аммиактың жалпы десорбцияланған мөлшері Үлгі 1-де 1049,1 мкмоль/г, Үлгі 2-де 1014,6 мкмоль/г деңгейінде тіркелді. Ең жоғары аммиак десорбциясы $\text{Ce}_2\text{O}_3 + \text{HY} + \text{Al}_2\text{O}_3$ (Үлгі 3) катализаторында байқалды. Төмен температурада ($T_{\text{десорбция}} = 100\text{--}300^\circ\text{C}$) аммиактың мөлшері 3015,7 мкмоль/г, ал орташа температурада ($T_{\text{десорбция}} = 300\text{--}450^\circ\text{C}$) 2048,0 мкмоль/г құрады. Жоғары температурада ($T_{\text{десорбция}} > 450^\circ\text{C}$) қышқылдық орталықтардың ең төменгі мөлшері 729,7 мкмоль/г болды. Үлгі 3 катализаторының бетінен алынған аммиактың жалпы көлемі 5793,4 мкмоль/г деп есептелді. Зерттеу нәтижелері үш түрлі катализатор үлгілерінің қышқылдық сипаттамаларын салыстырады. $\text{ZSM-5} + \text{Al}_2\text{O}_3$ (Үлгі 1) және $\text{Ce}_2\text{O}_3 + \text{ZSM-5} + \text{Al}_2\text{O}_3$ (Үлгі 2) катализаторлары төмен және орташа температураларда аммиакты десорбциялау көлемі ұқсас екенін көрсетеді, бұл олардың бетінде салыстырмалы түрде біркелкі қышқылдық орталықтардың орналасқанын білдіреді. Десорбцияланған аммиактың ең жоғары мөлшері $\text{Ce}_2\text{O}_3 + \text{HY} + \text{Al}_2\text{O}_3$ (Үлгі 3) катализаторында тіркелген, бұл модификацияланған HY цеолитінің жоғары қышқылдық белсенділігін және полифункционалдығын көрсетеді. Температураның жоғарылауы қышқылдық орталықтардың десорбциялық белсенділігінің төмендеуіне әкеліп, аммиак десорбциясының динамикалық өзгерісін көрсетеді. Бұл катализатор құрылымы мен модификациясының қышқылдық қасиеттерге тікелей әсер ететінін дәлелдейді.

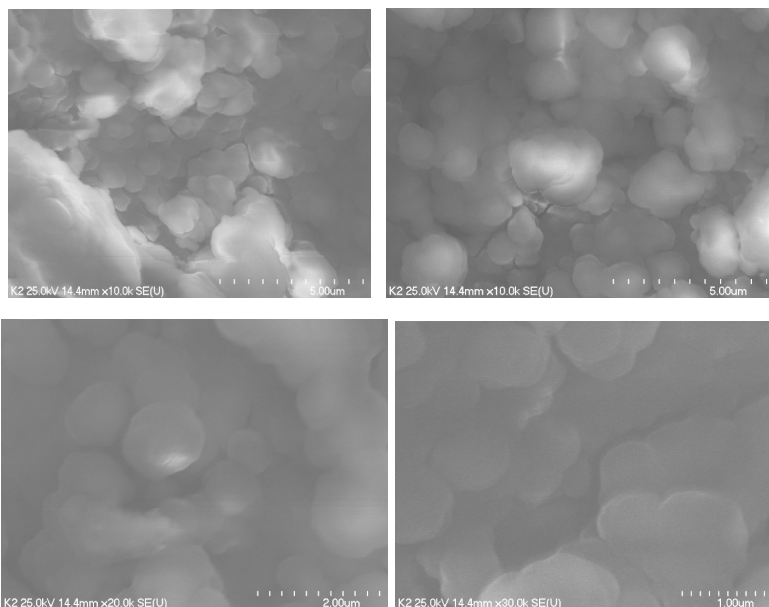
Синтезделген цеолитқұрамды наноөлшемді катализатор үлгілері трансмиссиялық және сканерлеуші электронды микроскопия әдістері арқылы зерттелді. SEM әдістерін (электрондық микроскопия және электрондық дифракция) қолдану нәтижесінде белсенді фазалық металдардың таралуы, дисперстілігі, бөлшектердің өлшемдері, сондай-ақ катализатор бетінің белсенді орталықтарының фазалық құрамы, құрылымы мен күйі анықталды. Модификацияланған цеолитқұрылымды жүйенің SEM кескіндері бастапқы цеолит үлгісімен салыстырғанда айқын айырмашылық көрсетеді. Бұл өзгерістер құрылымға церий (Ce) және фосфор (P) бөлшектерінің енгізілуі нәтижесінде жаңа белсенді орталықтардың түзілуімен түсіндіріледі.



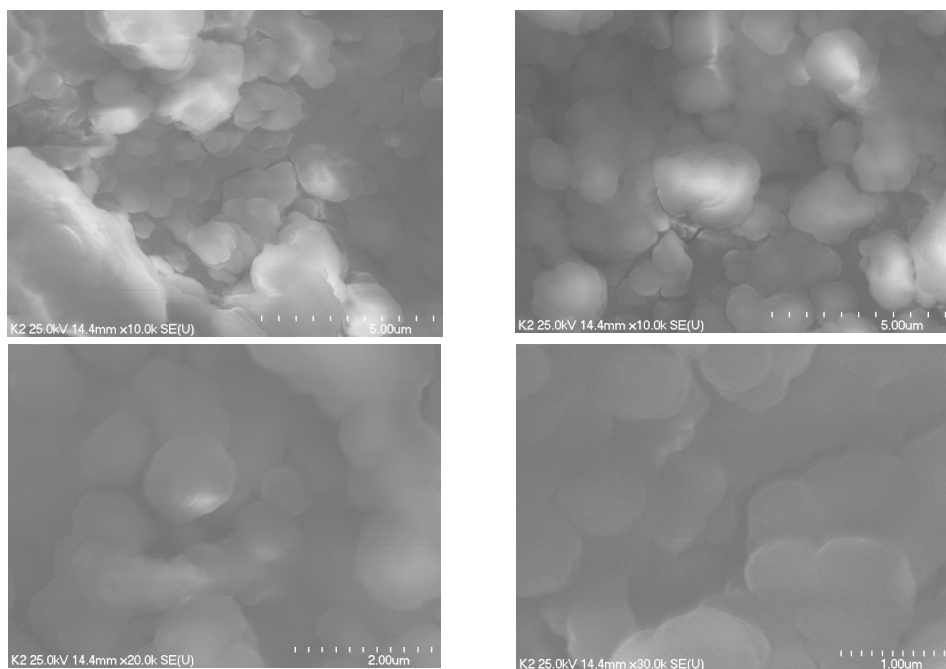


Сурет 1 — $\text{ZSM-5} + \text{Al}_2\text{O}_3$ (үлгі-1) катализаторының SEM кескіндері

Модификацияланған цеолитқұрылымды жүйенің SEM кескіндері бастапқы цеолитпен салыстырғанда айтарлықтай өзгеше екені байқалады. Бұл өзгерістер құрылымға церий (Ce) бөлшектерінің енуі нәтижесінде жаңа белсенді орталықтардың түзілуімен түсіндіріледі. Электрондық микроскопия нәтижелері бойынша модификацияланбаған $\text{ZSM-5} + \text{Al}_2\text{O}_3$ катализаторының (1 сурет) бетінде өлшемі шамамен $d \approx 2,0\text{--}4,0$ нм болатын жоғары дисперсті құрылымдардың басым екені анықталған. 1-суретте цериймен модификацияланған наноөлшемді катализатор бетінің микродифракциялық сызбасы келтірілген. Сызба деректері бойынша катализатор құрылымында $d \approx 3,0\text{--}5,0$ нм аралығындағы Ce_2O_3 наноөлшемді бөлшектерінің біркелкі таралған жинақтары түзілгені көрсетіледі.



Сурет 2 — $\text{Ce}_2\text{O}_3 + \text{ZSM-5} + \text{Al}_2\text{O}_3$ (үлгі-2) катализаторының SEM кескіндері



Сурет 3 — $\text{Ce}_2\text{O}_3 + \text{MCM-41} + \text{Al}_2\text{O}_3$ (үлгі-3) катализаторының SEM кескіндері

Атомдық адсорбциялық спектроскопия талдауы Unicam Atomic Adsorption SOLAAR M6 спектрометрі көмегімен ацетилен/ауа жалынында, толқын ұзындығы 232,0 нм жағдайында жүргізілді. Үлгілер аналитикалық таразыда дәл өлшенді. Әрбір үлгіге 3 мл 65% азот қышқылы қосылып, 25 °С температурада BANDELIN ультрадыбыстық ваннасында 25 минут бойы бастапқы минералдандыру процесінен өткізілді. Одан кейін әр үлгіге қосымша 1 мл 65% азот қышқылы енгізіліп, олар Milestone UltraWave жабық типті микротолқынды жүйесінде толық минералдандырылды. Минералданған ерітінділер 100 мл өлшемді колбаларға ауыстырылып, көлемі ионсыздандырылған сумен белгіге дейін жеткізілді. Бақылау (бос) ерітінді де дәл осы процедура бойынша дайындалды.

Кесте 3 — Үлгі 1-үлгі 3 катализаторларының атомдық адсорбциялық спектроскопия нәтижелері

Үлгі	Элементтік композиция		
	Al (%)	Si (%)	Ce (mg L ⁻¹)
K1	4.38	19.00	—
K2	3.43	15.11	52.43
K3	2.50	13.33	93.11

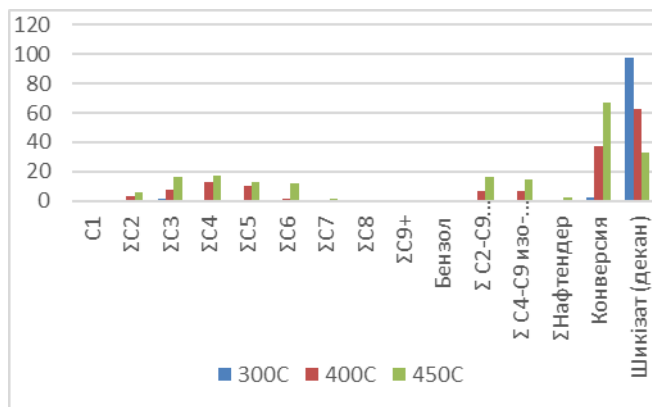
Модифицирленген цеолиті бар катализаторларда ауыр парафинді көмірсутектерді өңдеу. Модификацияланған цеолиті бар катализаторларда ауыр парафинді көмірсутектерді өңдеу мұнай өңдеу өнеркәсібіндегі өзекті бағыттардың бірі болып саналады. Мұнай өңдеу саласының алдында тұрған

негізгі міндеттердің бірі – жоғары сапалы мотор отындарын және мұнай-химиялық синтезге қажетті шикізатты алу мақсатында мұнайды терең өңдеу болып табылады. Бұл міндет әсіресе ауыр көмірсутекті шикізатты өңдеу кезінде, соның ішінде каталитикалық крекинг процесінде ерекше маңызға ие. Аталған процесте басқа өнімдермен қатар өнеркәсіптік органикалық және мұнай-химиялық синтез үшін маңызды болып табылатын олефинді көмірсутектер түзіледі. Қазіргі таңда көмірсутектерді конверсиялау реакцияларында жоғары кремнийлі цеолиттердің каталитикалық тиімділігін арттыру мақсатында оларды әртүрлі металдармен модификациялау бағытындағы зерттеулерге ерекше көңіл бөлінуде. Мұндай катализаторлар қышқылдық орталықтар жиынтығының болуымен сипатталады, алайда нақты реакция түріне сол орталықтардың тек белгілі бір бөлігі ғана қатысатыны анықталған. Осыған байланысты цеолит катализаторларының қышқылдық қасиеттерін зерттеу белсенді орталықтардың табиғатын ғылыми тұрғыдан нақтылауда маңызды рөл атқарады. Модификацияланған цеолиттерді қолдану катализатордың төзімділігін арттыруға, реакция жылдамдығын жоғарылатуға және селективтілікті күшейтуге мүмкіндік беретіні көрсетілген. Соның нәтижесінде мұндай катализаторлар мұнай өнеркәсібінде кеңінен қолданыс табады, себебі олар ауыр парафиндерді тиімді өңдеуге және энергия шығындарын азайтуға ықпал етеді. Цеолиттік жүйелер үшін каталитикалық белсенділік көбінесе меншікті бет ауданына, кеуек көлеміне, сондай-ақ микро-, мезо- және макрокеуектердің өзара қатынасына тәуелді болады. Цеолит қаңқасына металдарды енгізу беттік рельефтің күрделенуіне алып келеді, соның нәтижесінде жаңа дара белсенді орталықтар мен олардың кластерлері түзіледі. Катализаторларды дамытуда оларды дайындау әдісінің маңызы жоғары екені атап өтіледі, өйткені белсенді фазаның қалыптасуы негізінен синтездеу тәсіліне байланысты. Дайындау әдісі белсенді фазаның дисперсия дәрежесін, тасымалдаушы бетінде таралу сипатын және катализатор құрылымын анықтайды. Модификацияланған цеолиттерді қолдану нәтижесінде келесі негізгі артықшылықтарға қол жеткізілетіні көрсетілген: катализаторлық белсенділіктің жоғары болуы, селективтіліктің жақсаруы, өндірістік шығындардың азаюы және алынатын өнім сапасының артуы.

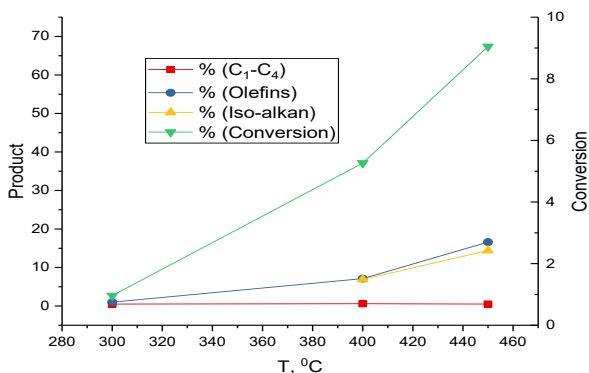


Сурет 4 — Ауыр алкандарды каталитикалық крекингпен өңдеу нәтижесінде түзілетін өнімдер

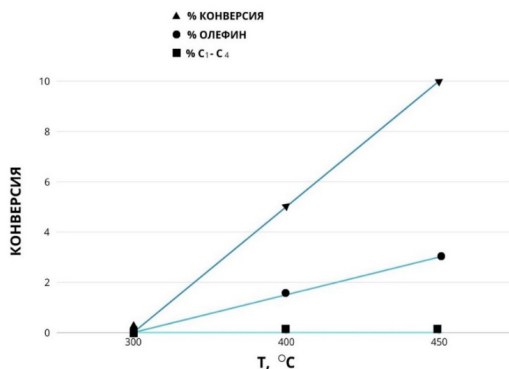
Құрамында цеолиті бар модификацияланған катализаторлардағы қ-деканның түрлену процестері зертханалық жағдайда жан-жақты зерттелген. Қ-деканның ZSM-5 + Al₂O₃ катализаторындағы түрленуі 300–450 °С температура аралығында жүргізілген (5-сурет). 5 –суретте келтірілген нәтижелер бойынша 300 °С температурада катализатордың айтарлықтай белсенділік көрсетпейтіні анықталған. Процесс температурасы 300-ден 450 °С-қа дейін артқан сайын н-деканның конверсия дәрежесі 2,7%-дан 67,4%-ға дейін өсетіні байқалады. 450 °С жағдайында қ-деканның түрленуі нәтижесінде газ фазасында келесі өнімдер түзілетіні көрсетілген: метан – 0,5%, ΣC_2 – 5,7%, ΣC_3 – 16,6%, ΣC_4 көмірсутектері – 17,1%. Ал сұйық фазада C₅–C₉ алкандар – 27,5% және ароматты көмірсутектер – 0,5% мөлшерінде анықталған. Температура жоғарылаған сайын түзілетін олефиндердің жалпы мөлшері 1,0%-дан 16,6%-ға дейін өсетіні, сондай-ақ изо-алкандардың үлесі іздік мөлшерден 14,4%-ға дейін артатыны байқалған. Бұл нәтижелер температураның өсуі катализдік крекинг пен изомерлену реакцияларының қарқындылығын күшейтетінін көрсетеді.



Сурет 5 — қ-Деканды ZSM-5 + Al₂O₃ катализаторы қатысында түрлендіру процесіне температураның әсері (p=0,1 МПа, V=1,5 сағ⁻¹)

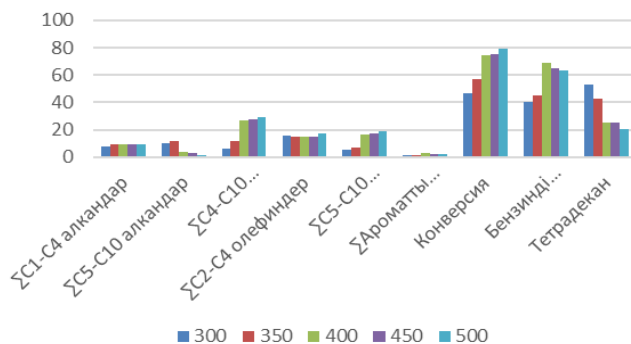


Сурет 6 — қ-Деканды ZSM-5 + Al₂O₃ катализаторы қатысында түрлендіру процесіне температураның әсері (p=0,1 МПа, V=1,5 сағ⁻¹)



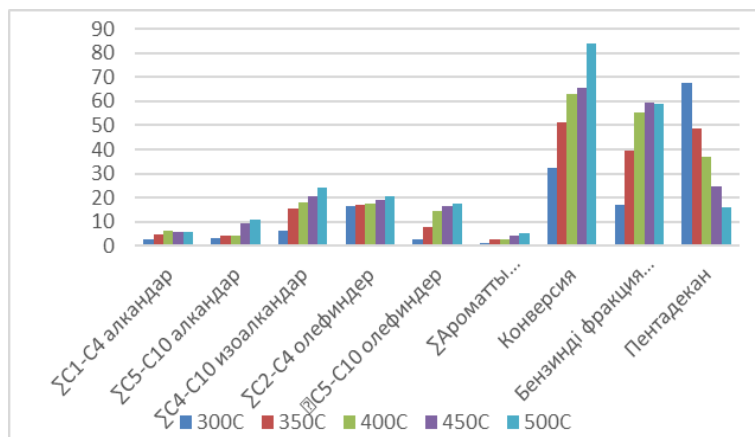
Сурет 7 — к-Деканды ZSM-5 + Al₂O₃ катализаторы қатысында түрлендіру процесіне температураның әсері (p=0,1 МПа, V=1,5 сар⁻¹)

Ce₂O₃ + ZSM-5 + Al₂O₃ катализаторы қатысында тетрадеканның түрлену процесін зерттеу нәтижелері көмірсутектердің конверсия дәрежесі мен түзілетін өнімдердің құрамы негізінен реакция температурасына тәуелді екенін көрсетеді. Зерттеу деректері бойынша температура 300–500 °C аралығында артқан сайын тетрадеканның конверсиясы 46,7%-дан 79,4%-ға дейін өсетіні анықталған. Осы жағдайларда C₄–C₁₀ изоалкандарының шығымы 6,3%-дан 29,4%-ға дейін, ал C₅–C₁₀ олефиндерінің шығымы 5,1%-дан 19,2%-ға дейін артатыны байқалған. Сонымен қатар катализатор қатысында түзілетін ароматты көмірсутектердің мөлшері 1,4–2,7% аралығына дейін жететіні көрсетілген (8-сурет). 8-суретте келтірілген мәліметтерге сәйкес, 300 °C температурада түзілетін жеңіл C₁–C₄ алкандарының мөлшері 7,6% құрайды. Температура 400 °C-қа дейін көтерілгенде бұл көрсеткіш 9,7%-ға дейін өседі, ал 500 °C-та іс жүзінде өзгеріссіз сақталатыны анықталған. Зерттелген барлық температуралық режимдерде мұнайдың бензиндік фракциясының негізгі құрамдас бөлігі болып табылатын C₄–C₁₀ көмірсутектерінің түзілуі басым бағытта жүретіні байқалады. Бензин фракциясының шығымы 300 °C-та 40,0% болса, 400 °C-та 68,6%-ға дейін өседі, ал 500 °C-та 63,4%-ға дейін аздап төмендейтіні көрсетілген (8-сурет).



Сурет 8 — Тетрадеканның Ce₂O₃ + ZSM-5 + Al₂O₃-катализаторында өңделуі (p=0,1 МПа, V=1,5 сар⁻¹)

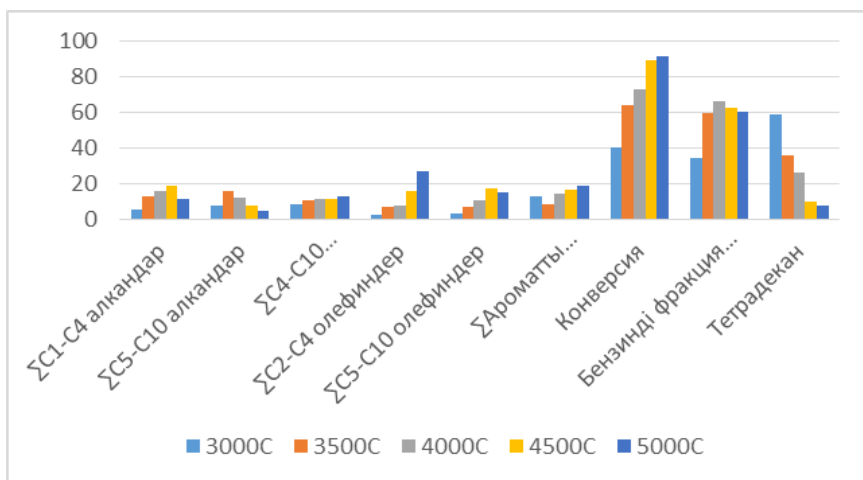
$\text{Ce}_2\text{O}_3 + \text{ZSM-5} + \text{Al}_2\text{O}_3$ катализаторы қатысында пентадеканның крекинг және трансформация процестері зерттелген. Нәтижелер бойынша 300–500 °C температура аралығында пентадеканның айналу дәрежесі тетрадеканмен салыстырғанда жоғары болатыны және 32,4–84,0% шегінде өзгеретіні анықталған. Температура 300-ден 500 °C-қа дейін артқан кезде жеңіл C_2 – C_4 олефиндерінің жалпы мөлшері 16,5%-дан 20,7%-ға дейін өсетіні байқалған. Сонымен қатар C_5 – C_{10} олефиндерінің шығымы 2,7%-дан (300 °C) 17,7%-ға (500 °C) дейін ұлғайып, шамамен 6,5 есеге артатыны көрсетілген. Осы жағдайларда изомерлену және ароматтану процестерінің қарқындылығы да күшейетіні анықталған: изоалкандардың үлесі 6,0%-дан 24,3%-ға дейін, ал ароматты қосылыстардың мөлшері 1,3%-дан 5,2%-ға дейін өседі. Бензин фракциясының шығымы 300 °C-та 16,7% болса, 450 °C-та 59,4%-ға дейін артады, ал 500 °C-та 59,1%-ға дейін сәл төмендейтіні көрсетілген. Бұл нәтижелер температураның өсуі ауыр көмірсутектердің терең крекингі мен қайта құрылу реакцияларын күшейтетінін сипаттайды.



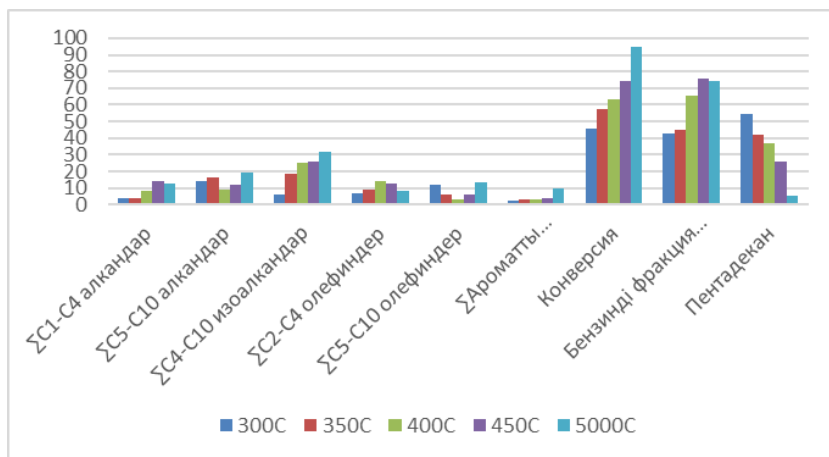
Сурет 9 — Пентадеканның $\text{Ce}_2\text{O}_3 + \text{ZSM-5} + \text{Al}_2\text{O}_3$ -катализаторында өңделуі ($p=0,1$ МПа, $V=1,5$ сағ-1)

$\text{Ce}_2\text{O}_3 + \text{H}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$ катализаторы қатысында тетрадекан мен пентадеканның түрлену процестері зерттелген. Нәтижелер бойынша көмірсутектердің конверсия дәрежесі мен түзілетін өнімдердің құрамы негізінен реакция температурасына тәуелді екені анықталған. Температура 300–500 °C аралығында артқанда тетрадеканның конверсиясы 40,9–91,7%, ал пентадеканның конверсиясы 45,6–94,9% аралығына дейін өседі. Температура жоғарылаған сайын ароматты көмірсутектердің мөлшері де ұлғаяды: тетрадекан үшін 12,8–18,9%, пентадекан үшін 2,6–10,0%. Сонымен қатар изоалкандар үлесінің едәуір артатыны байқалған, әсіресе пентадекан түрленген кезде (6,0–31,9%). 300 °C-та тетрадекан крекингі кезінде C_4 – C_{10} изоалкандар қосындысы 8,4% болса, 500 °C-та 13,1%-ға дейін жетеді. 450 °C-та пентадекан конверсиясы 74,0% болғанда бензиндік фракциялардың ең жоғары шығымы — 75,7% алынған. Октан түзуші негізгі

компоненттер болып табылатын C_5 – C_{10} олефиндерінің шығымы C_{14} және C_{15} алкандарының крекингі кезінде тиісінше 3,6–17,6% және 12,0–13,3% аралығында өсетіні көрсетілген.



Сурет 10 — Тетрадеканның $Se_2O_3 + HY + Al_2O_3$ катализаторында өңделуі



Сурет 11 — Пентадеканның $Se_2O_3 + HY + Al_2O_3$ -катализаторында өңделуі
($p=0,1$ МПа, $V=1,5$ сар-1)

HZSM-5 және HY цеолиттері мұнай өңдеу саласында катализатор ретінде кеңінен қолданылатын материалдар болып саналады (Kim and Park, 2023; Tretyakov and Talyshinsky, 2022). HZSM-5 — микрокеуекті цеолит, оның кристалдық құрылымы ZSM-5 типті торымен сипатталады. Бұл материал мұнайды крекингтеу, изомерлеу сияқты реакцияларда жоғары каталитикалық белсенділік көрсетеді. $Se_2O_3 + ZSM-5 + Al_2O_3$ катализаторы қатысында 300–500 °C аралығында тетрадекан крекингі кезінде C_4 – C_{10} изоалкандардың мөлшері 6,3–29,4% аралығында болатыны анықталған.

НҮ цеолиттері де адсорбент және катализатор ретінде, сондай-ақ ионалмасу процестерінде тиімді қолданылады. Олар экологиялық тұрғыдан қауіпсіз және экономикалық жағынан тиімді материалдар қатарына жатады. C_{14} – C_{15} қалыпты алкандарды түрлендіру барысында НҮ цеолиті бар катализаторлар жоғары белсенділік көрсететіні байқалған. $Ce_2O_3 + H_2 + Al_2O_3$ катализаторында температура 300–500 °C-қа дейін артқанда пентадекан конверсиясы 45,6–94,9% дейін өседі. Екі типті цеолит катализаторларында көмірсутектерді крекингтеу кезінде бірнеше реакция бір мезгілде қатар жүреді: крекинг, дегидрлеу, изомерлеу, дегидроциклдену және алкилдену. Бастапқы алкандардың крекингі мен дегидрленуі көміртек атомдары қысқарған және олефиндердің адсорбцияланған күйлері бар аралық белсендірілген кешендердің түзілуі арқылы жүзеге асады.

Жүргізілген зерттеу жұмыстары нәтижесінде қалыпты алкандарды (декан, тетрадекан, пентадекан) өңдеуге арналған құрамында HZSM және НҮ цеолиттері бар наноөлшемді көпфункционалды катализаторлар дайындалғаны көрсетілді. Синтезделген катализаторлардың белсенді орталықтарының табиғаты, күйі, құрылымы және қышқылдық қасиеттері заманауи физика-химиялық әдістер кешенімен анықталды. Атап айтқанда, аммиактың температуралық бағдарламаланған десорбциясы (NH_3 -TPD), БЭТ талдауы, сканерлеуші электронды микроскопия (SEM), атомдық адсорбциялық спектроскопия (AAS) және рентгендік дифракциялық талдау (XRD) әдістері қолданылды. Модификацияланған цеолитқұрамды көпфункционалды катализаторларда парафин көмірсутектерін өңдеу жоғары тиімділік көрсеткен (Omarova et al., 2025; Zhang and Liu, 2024). Түрлену процесі барысында дегидрлеу, изомерлеу, ароматтану және алкилдеу реакцияларының қатар жүретіні анықталған. Бұл катализаторлардың көпфункционалды қасиетін және реакциялық ортаның белсенділігін дәлелдейді. Көмірсутектерді сутексіз ортада цеолиті бар наноөлшемді көпфункционалды катализаторлар қатысында өңдеу нәтижесінде октан саны жоғары, экологиялық тұрғыдан салыстырмалы таза бензиндік фракциялар алынғаны көрсетілді. Бұл әзірленген катализаторлардың мұнай-химия және отын өндірісі саласында қолдануға перспективалы екенін айқындайды.

References

- Batova G.A., and Lipin P.V. (2021) Modified zeolite catalysts for isomerization and cracking of hydrocarbon feedstocks. *Russian Journal of Applied Chemistry*, 94(3). — P. 312–320. (in Eng.)
- García M., and López D. (2022) Hierarchical zeolites in catalytic upgrading of heavy oil fractions. *Catalysis Today*, 397–399. — P. 85–96. (in Eng.)
- Hernández A., and Martínez J. (2022) Mesoporous ZSM-5 for enhanced catalytic performance in bio-oil upgrading. *Microporous and Mesoporous Materials*, 341. — 112098 p. (in Eng.)
- Karimov R.B., and Sadykov T.S. (2023) Influence of rare-earth elements on the acidity and catalytic properties of Y-type zeolites. *Catalysis in Industry*, 23(2). — P. 45–53. (in Eng.)
- Kim S., and Park J. (2023) USY and HZSM-5 zeolites in catalytic cracking of vegetable oils. *Chemical Engineering Journal*, 468. — 143612 p. (in Eng.)
- Kolesnikov I.M. (2020) *Catalysis and production of high-octane gasolines*. Nedra. (in Eng.)
- Liu Y., and Zhang X. (2021) Effect of Ce oxide modification on the acidity and cracking activity of HZSM-5. *Journal of Catalysis*, 395. — P. 122–134. (in Eng.)
- Oliveira L., and Costa M. (2025) Catalytic conversion of algal oil over modified HZSM-5 catalysts. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 179. — 106415 p. (in Eng.)

Omarova A.A., Nurzhanova S.B., and Medetkyzy Z. (2025) Catalytic activity of zeolite-containing catalysts in the processing of petroleum fractions. *Chemical Journal of Kazakh National University*, 118(2). — P. 54–62. (in Eng.)

Singh R., and Patel A. (2023) Influence of acidity and pore structure of ZSM-5 on catalytic cracking performance. *Reaction Chemistry and Engineering*, 8(4). — P. 1021–1032. (in Eng.)

Tretyakov V.F., and Talyshinsky R.M. (2022) Transformations of aliphatic hydrocarbons on nanosized HZSM-5 zeolites. *Petroleum Chemistry*, 62(4). — P. 485–496. (in Eng.)

Wang L., and Kim J. (2023) Synthesis of cerium-modified Y zeolites and their application in hydrocarbon conversion. *Applied Catalysis A: General*, 657. — 119012 p. (in Eng.)

Zhang Q., and Liu H. (2024) Metal-promoted zeolite catalysts for hydroprocessing of long-chain hydrocarbons. *Energy and Fuels*, 38(6). — P. 4567–4578. (in Eng.)

Zhao L., Sun Q., and Li Y. (2024) Rare-earth modified HZSM-5 for deoxygenation of bio-derived feedstocks. *Renewable Energy*, 220. — 119845 p. (in Eng.)

Zhou K., and Wang Y. (2022) Deactivation and regeneration of modified zeolite catalysts during alkane cracking. *Fuel Processing Technology*, 235. — 107380 p. (in Eng.)

©Orazbekova R.S.^{1,2*}, Tungatarova S.A.^{1,2}, Baizhumanova T.S.^{1,2}, Ilyassova O.S.^{1,2}, Kassymkhan K.², 2026.

¹ Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan;

² D.V. Sokolsky Institute of Fuel, Catalysis and Electrochemistry, Almaty, Kazakhstan.

E-mail: raushanorazbekova14@gmail.com

STEAM REFORMING OF BIOETHANOL ON A CATALYST SYNTHESIZED BY THE PECHINI METHOD

Orazbekova Raushan — Junior Researcher, Laboratory of Oxidative Catalysis, D.V. Sokolsky Institute of Fuel, Catalysis and Electrochemistry; Doctoral Student, al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: raushanorazbekova14@gmail.com, <http://orcid.org/0000-0003-2704-5148>;

Tungatarova Svetlana — Doctor of Chemical Sciences, Head of the Laboratory of Oxidative Catalysis, D.V. Sokolsky Institute of Fuel, Catalysis and Electrochemistry; Professor, al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: tungatarova58@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0001-6005-747X>;

Baizhumanova Tolkyn — Leading Researcher, Candidate of Chemical Sciences, Laboratory of Oxidative Catalysis, D.V. Sokolsky Institute of Fuel, Catalysis and Electrochemistry; Associate Professor, al-Farabi Kazakh National University Almaty, Kazakhstan,

E-mail: baizhuma@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9851-2642>;

Ilyassova Oral — Engineer, Laboratory of Oxidative Catalysis, D.V. Sokolsky Institute of Fuel, Catalysis and Electrochemistry; Doctoral Student, al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: ilyassova.97@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-8609-6378>;

Kassymkhan Kaysar — Researcher, Laboratory of Oxidative Catalysis, D.V. Sokolsky Institute of Fuel, Catalysis and Electrochemistry, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: kaysar_007@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-5563-0462>

Abstract. This study investigated a catalyst synthesized by the Pechini method for the steam reforming of bioethanol to produce hydrogen. The catalyst was characterized by low-temperature nitrogen adsorption (BET), HAADF-STEM, and EDX spectroscopy, which allowed to determine its textural properties, morphology, and elemental composition. The specific surface area of the sample was 60 m²/g, indicating a developed porous structure and high accessibility of active sites. Catalytic testing showed that increasing the process temperature in the range of 400–800 °C significantly increased hydrogen yield. The maximum hydrogen yield reached 53.7% at 800 °C and a steam/ethanol molar ratio (S/E = 4), which is associated with the intensification of steam reforming reactions, the decomposition of intermediate oxygen-containing compounds,

and the conversion of carbon monoxide via the water-gas reaction. It was found that high-temperature treatment of the catalyst had a positive effect on its activity: after thermal treatment and subsequent cooling to 400°C, ethanol conversion increased from 64.92% to 71.25%, and hydrogen yield increased from 1.11% to 13.54% compared to the initial state at 400°C. These results indicate increased catalyst activity and stability after high-temperature activation, which may be due to changes in the surface condition and increased accessibility of active sites. Thus, the catalyst synthesized by the Pechini method demonstrates high efficiency in the steam reforming of bioethanol and represents a promising material for producing hydrogen from renewable raw materials.

Keywords: catalyst, steam reforming, bioethanol, Pechini method, hydrogen

For citations: Orazbekova R.S., Tungatarova S.A., Baizhumanova T.S., Ilyassova O.S., Kassymkhan K. Steam reforming of bioethanol on a catalyst synthesized by the pechini method. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. — P. 272-285. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.377>

©Оразбекова Р.С.^{1,2*}, Тунгатарова С.А.^{1,2}, Байжұманова Т.С.^{1,2},
Ильясова О.С.^{1,2}, Қасымқан Қ.², 2026.

¹ Әл-Фараби атындағы қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан;

² Д.В. Сокольский атындағы жанармай, катализ және электрохимия институты,
Алматы, Қазақстан.

E-mail: raushanorazbekova14@gmail.com

ПЕЧИНИ ӘДІСІМЕН СИНТЕЗДЕЛГЕН КАТАЛИЗАТОРДА БУМЕН БИОЭТАНОЛДЫ РЕФОРМИНГТЕУ

Оразбекова Раушан — кіші ғылыми қызметкер, Д.В. Сокольский атындағы жанармай, катализ және электрохимия институты; әл-Фараби атындағы қазақ ұлттық университетінің докторанты, Алматы, Қазақстан,

E-mail: raushanorazbekova14@gmail.com, <http://orcid.org/0000-0003-2704-5148>;

Тунгатарова Светлана — химия ғылымдарының докторы, тотығу катализі зертханасының меңгерушісі, Д.В. Сокольский атындағы жанармай, катализ және электрохимия институты; профессор, әл-Фараби атындағы қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: tungatarova58@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0001-6005-747X>;

Байжұманова Толқын — химия ғылымдарының кандидаты, жетекші ғылыми қызметкер, Д.В. Сокольский атындағы жанармай, катализ және электрохимия институты; доцент, әл-Фараби атындағы қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан

E-mail: baizhuma@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9851-2642>;

Ильясова Орал — инженер, Д.В. Сокольский атындағы жанармай, катализ және электрохимия институты; әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университетінің докторанты, Алматы, Қазақстан,
E-mail: ilyassova.97@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-8609-6378>;

Қасымхан Қайсар — ғылыми қызметкер, Д.В. Сокольский атындағы жанармай, катализ және электрохимия институты, Алматы, Қазақстан,
E-mail: kaysar_007@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-5563-0462>.

Аннотация: Бұл зерттеуде сутегі алу үшін Печини әдісімен синтезделген катализаторды биоэтанолдың бу реформингі процесінде зерттеді. Катализатор

төмен температуралы азот адсорбциясы (BET), HAADF-STEM және EDX спектроскопиясымен сипатталды, бұл бізге оның текстуралық қасиеттерін, морфологиясын және элементтік құрамын анықтауға мүмкіндік берді. Үлгінің меншікті бетінің ауданы $60 \text{ м}^2/\text{г}$ құрады, бұл дамыған кеуекті құрылымды және белсенді учаскелерге жоғары қолжетімділікті көрсетеді. Катализдік сынақтар процестің температурасын $400\text{--}800^\circ\text{C}$ диапазонында арттыру сутегі өнімділігін айтарлықтай арттыратынын көрсетті. Сутегінің максималды өнімділігі 800°C температурада $53,7\%$ -ға жетті және бу/этанол молярлық қатынасы ($S/E = 4$), бұл бу риформинг реакцияларының күшеюімен, аралық оттегі құрамдас қосылыстардың ыдырауымен және көміртегі тотығының су-газ реакциясы арқылы түрленуімен байланысты. Катализаторды жоғары температурада өңдеу оның белсенділігіне оң әсер ететіні анықталды: термиялық өңдеуден және кейіннен 400°C дейін салқындатудан кейін этанолдың конверсиясы $64,92\%$ -дан $71,25\%$ -ға дейін өсті, ал сутегінің шығымы 400°C температурадағы бастапқы күймен салыстырғанда $1,11\%$ -дан $13,54\%$ -ға дейін өсті. Бұл нәтижелер жоғары температурада белсендіруден кейін катализатордың белсенділігі мен тұрақтылығының артқанын көрсетеді, бұл беткі жағдайдың өзгеруіне және белсенді учаскелерге қол жетімділіктің артуына байланысты болуы мүмкін. Осылайша, Печини әдісімен синтезделген катализатор биоэтанолды бумен риформингтеудің жоғары тиімділігін көрсетеді және жаңартылатын шикізаттан сутегі алу үшін перспективалы материал болып табылады.

Түйін сөздер: катализатор, бу риформингі, биоэтанол, Печини әдісі, сутегі

© Оразбекова Р.С.^{1,2*}, Тунгатарова С.А.^{1,2}, Байжұманова Т.С.^{1,2},
Ильясова О.С.^{1,2}, Касымқан К.², 2026.

¹Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан;

²Институт топлива, катализа и электрохимии им. Д.В. Сокольского,
Алматы, Казахстан.

E-mail: raushanorazbekova14@gmail.com

ПАРОВОЙ РИФОРМИНГ БИОЭТАНОЛА НА КАТАЛИЗАТОРЕ, СИНТЕЗИРОВАННОМ МЕТОДОМ ПЕЧИНИ

Оразбекова Раушан — младший научный сотрудник Института топлива, катализа и электрохимии имени Д.В. Сокольского; докторант Казахского национального университета имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

E-mail: raushanorazbekova14@gmail.com, <http://orcid.org/0000-0003-2704-5148>;

Тунгатарова Светлана — доктор химических наук, заведующая лабораторией окислительного катализа Института топлива, катализа и электрохимии имени Д.В. Сокольского; профессор Казахского национального университета имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

E-mail: tungatarova58@mail.ru, <http://orcid.org/0000-0001-6005-747X>;

Байжұманова Толкын — кандидат химических наук, ведущий научный сотрудник Института топлива, катализа и электрохимии имени Д.В. Сокольского; доцент Казахского национального университета имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

E-mail: baizhuma@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9851-2642>;

Ильясова Орал — инженер Института топлива, катализа и электрохимии имени Д.В. Сокольского; докторант Казахского национального университета имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан, E-mail: ilyassova.97@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-8609-6378>;

Касымхан Кайсар — научный сотрудник Института топлива, катализа и электрохимии имени Д.В. Сокольского, Алматы, Казахстан, E-mail: kaysar_007@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-5563-0462>.

Работа выполнена при финансовой поддержке Комитета науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан по гранту AP26198717.

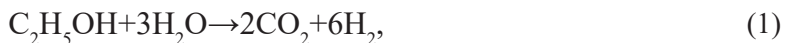
Аннотация: В работе исследован катализатор, синтезированный методом Печини, для процесса парового риформинга биоэтанола с получением водорода. Катализатор охарактеризован методами низкотемпературной адсорбции азота (BET), HAADF-STEM и EDX, что позволило определить его текстурные характеристики, морфологию и элементный состав. Удельная поверхность образца составила 60 м²/г, что свидетельствует о развитой пористой структуре и высокой доступности активных центров. Каталитические испытания показали, что повышение температуры процесса в диапазоне 400–800 °С приводит к существенному увеличению выхода водорода. Максимальный выход водорода достиг 53,7 % при температуре 800 °С и мольном соотношении пар/этанол S/E = 4, что связано с интенсификацией реакций парового риформинга, разложения промежуточных кислородсодержащих соединений и конверсии монооксида углерода по реакции водяного газа. Установлено, что высокотемпературная обработка катализатора положительно влияет на его активность. После термического воздействия и последующего охлаждения до 400 °С конверсия этанола увеличилась с 64,92 до 71,25 %, а выход водорода - с 1,11 до 13,54 % по сравнению с исходным состоянием при 400 °С. Полученные результаты свидетельствуют о повышении активности и стабильности катализатора после высокотемпературной активации, что может быть связано с изменением состояния поверхности и увеличением доступности активных центров. Таким образом, катализатор, синтезированный методом Печини, продемонстрировал высокую эффективность в процессе парового риформинга биоэтанола и представляет собой перспективный материал для получения водорода из возобновляемого сырья.

Ключевые слова: катализатор, паровой риформинг, биоэтанол, метод Печини, водород, BET, HAADF-STEM, EDX

Введение. В связи с быстрым ростом общества и мировой экономики ожидается, что первичные источники энергии, такие как уголь, нефть и природный газ, останутся доминирующим источником энергии (82 %) в течение следующих 15–20 лет (B.P. Stat. Rev., 2022). Зависимость от ископаемого топлива приводит к увеличению CO₂ в атмосфере и истощению ресурсов, что создает экономические риски. Для декарбонизации необходимы возобновляемые источники энергии, такие как ветер и солнечная энергия, а водород выделяется как перспективный вариант из-за своей чистоты и универсальности. Однако традиционные методы

его производства, основанные на природном газе, не являются устойчивыми, что делает этанол из биомассы подходящей альтернативой (Sanchez et al, 2021). Таким образом, этанол может быть получен посредством биопроцессов, таких как ферментация сахаров, полученных из остатков целлюлозы или лигноцеллюлозной биомассы, называемых этанолом второго поколения. Аналогичным образом, этанол может быть получен из остатков биомассы, подвергнутых термохимической обработке или посредством ферментации безводных сахаров, образующихся в процессе пиролиза (Vivek et al, 2022). Производство водорода из биомассы привлекает внимание как перспективный возобновляемый источник энергии, решающий глобальные проблемы, связанные с устойчивой энергетикой. В последние десятилетия его глобальные исследования были сосредоточены на паровой конверсии кислородсодержащих соединений и углеводов (Zhang et al, 2021). Биоэтанол является возобновляемым сырьем для производства водорода из-за его высокой концентрации водорода, доступности, нетоксичности, хранения, простоты обращения и безопасности. Его легко производить из возобновляемой биомассы.

Литературный обзор. В последние десятилетия мировое производство биоэтанола значительно увеличилось (Renewables, 2025). Биоэтанол может использоваться в качестве сырья для паровой конверсии этанола с целью получения водорода. Реакция паровой конверсии биоэтанола представлена в стехиометрическом виде следующим образом:



Паровый риформинг биоэтанола сопровождается некоторыми побочными реакциями, включая разложение этанола, дегидратацию, дегидрирование, гидрогенолиз и альдольную конденсацию. Другие возможные реакции включают паровую конверсию ацетальдегида, ацетона и метана, а также разложение метана, метанирование. Кроме того, могут присутствовать реакция конверсии водяного газа и реакции, приводящие к образованию углеродных отложений (Gaudillere et al, 2017)



К числу обычно используемых активных металлов в катализаторах парового риформинга биоэтанола относятся благородные металлы (Pt, Pd, Rh и Ir) и переходные металлы (Cu, Co и Ni), а также биметаллы (Sharma et al, 2016; Jia

et al, 2019). Обычно они наносятся на подложки из оксидов металлов, таких как Al_2O_3 , SiO_2 , CeO_2 , ZrO_2 и La_2O_3 (Amir et al, 2025; Grzybek et al, 2024). В качестве субстрата или активного компонента также изучались шпинельные (AB_2O_4) и перовскитные (ABO_3) оксиды, такие как NiAl_2O_4 , LaAlO_3 и $\text{BaZr}_{0.1}\text{Ce}_{0.7}\text{Y}_{0.1}\text{Yb}_{0.1}\text{O}_{3-d}$ (Li et al, 2019). Учитывая стоимость, в качестве активных элементов обычно предпочтение отдается благородным металлам, таким как Ni, Co и Fe; однако они подвержены деактивации, вызванной спеканием и осаждением углерода, особенно те, которые содержат Ni (Isarapakdeetham et al, 2020). Использование перовскитов в качестве подложки позволяет в некоторой степени избежать этих проблем, а активные металлические частицы, выделяемые *in situ* из перовскитов с дефицитом А-сайта в восстановительной атмосфере, демонстрируют повышенную устойчивость к спеканию и осаждению углерода (Ruan et al, 2025). В настоящем исследовании катализатор был синтезирован методом Печини и охарактеризован с использованием комплекса физико-химических методов анализа.

Материалы и основные методы. В работе в качестве сырья применяли биоэтанол, полученный путем переработки отходов пшеницы на заводе «Bio Operations» (Тайынша, Казахстан). Производимая продукция сертифицирована по международным стандартам и по соответствию с данными паспорта качества содержание этилового спирта в образце составляло 99,98 об. %. Перед проведением экспериментов биоэтанол смешивали с деионизированной водой, варьируя соотношение компонентов по объемному количеству $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}:\text{H}_2\text{O}$ (1:1, 3:1, 1:3, 1:4).

Катализаторы были синтезированы методом Печини. В качестве реагентов для синтеза катализаторов использовались нитраты металлов: $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Pr}(\text{NO}_3)_3$, $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3$, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$, $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$, $\text{La}(\text{NO}_3)_3$, $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$. Весь процесс проводился при непрерывном перемешивании. Лимонную кислоту растворяли в этиленгликоле при 60–80 °C, охлаждали до комнатной температуры и добавляли необходимое количество кристаллических нитратов металлов. После полного растворения солей по каплям добавляли этилендиамин для дальнейшей полимеризации органической смеси. После полного гомогенизирования в течение 2 часов полученную смесь нагревали на плите до 200 °C и медленно выпаривали для получения густого полимера с последующим разложением на твердую угольную массу, которую измельчали в ступке и прокаливали на воздухе при 700 °C в течение 2 часов. Молярное соотношение реагентов составляло: лимонная кислота: этиленгликоль: этилендиамин: $\Sigma\text{металлы}$ = 3,75:11,25:3,75:1.

Удельную площадь поверхности образцов определяли методом Бруннауэра–Эммета–Теллера (БЭТ) путем регистрации физической адсорбции азота при температуре жидкого азота с использованием автоматизированного объемного адсорбционного блока ASAP-2400 (Micromeritics Instrument. Corp., Норкросс, Джорджия, США). Перед анализом образцы дегазировали при 150 °C в течение 4 часов при давлении 1×10^{-3} Торр (~0,1 Па). Полученные изотермы адсорбции использовали для расчета удельной площади поверхности.

Изображения образцов, полученные с помощью сканирующей просвечивающей

электронной микроскопии с высокоугловым кольцевым темнопольным детектором (HAADF-STEM) и просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (HRTEM), были получены с помощью просвечивающего электронного микроскопа JEM-2200FS (JEOL Ltd., Япония, ускоряющее напряжение 200 кВ, разрешение решетки 1 Å), оснащенного корректором Cs и спектрометром EDX (JEOL Ltd., Токио, Япония). Минимальный диаметр пятна для пошагового линейного или картирующего элементного EDX-анализа составлял ~1 нм с шагом около 1,5 нм. Идентификация полученных фаз и количественные расчеты проводились с использованием базы данных ICDD.

Исследование каталитической активности синтезированных катализаторов методом Печини проводилось в каталитической проточной установке (ПКУ-1). Катализатор был загружен в кварцевый реактор диаметром 20 мм и длиной 410 см. Определение каталитической активности проводилось в диапазоне температур 400–800 °C с шагом 100 °C. Общий расход газовой смеси поддерживался на уровне 100 мл/мин, при этом подача сырья осуществлялась со скоростью 0,1 мл/мин. При каждой исследуемой температуре образцы выдерживались в потоке реагирующих компонентов в течение 10 мин, после чего выполнялся онлайн-газохроматографический анализ продуктов реакции. После повышения температуры реакционной среды аналитическая процедура повторялась аналогичным образом. Анализ жидких продуктов реакции осуществлялся методом газовой хроматографии на приборе Agilent Technologies 6890N, оснащенный пламенно-ионизационным детектором, с использованием методики определения кислородсодержащих соединений (оксигенатов).

Конверсия этанола $X(\text{EtOH})$, % и выход водорода $Y(\text{H}_2)$, % были рассчитаны по формулам:

$$X_{\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}} = \frac{F_{\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}_{\text{вход}}} - F_{\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}_{\text{выход}}}}{F_{\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}_{\text{вход}}}} * 100\% \quad (6)$$

$$Y(\text{H}_2) = \frac{F_{\text{H}_2}}{F_{\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}_{\text{вход}}}} * 100\% \quad (7)$$

Результаты. Катализатор, синтезированный методом Печини, был охарактеризован методом низкотемпературной адсорбции азота (БЭТ) для определения удельной площади поверхности, а также методами сканирующей просвечивающей электронной микроскопии с высокоугловым кольцевым темнопольным детектором (HAADF-STEM) и энергодисперсионного рентгеновского микроанализа (EDX) для исследования морфологии, структуры и элементного состава образцов.

HAADF-STEM-изображение (Рисунок 1) свидетельствует о формировании развитой агрегированной структуры, состоящей из наночастиц неправильной формы с размерами порядка нескольких десятков нанометров. Элементное картирование показывает относительно равномерное распределение Mg, Al,

La и Pr по объему катализатора, что указывает на успешное формирование многокомпонентной оксидной матрицы. Переходные металлы Fe, Ni, Co и Mn также присутствуют в образце, однако их распределение менее однородно. На картах Ni и Co наблюдаются локальные области повышенной интенсивности, свидетельствующие о частичной агломерации или образовании отдельных металлических (оксидных) частиц. Спектр EDX подтверждает наличие всех целевых элементов в составе катализатора.

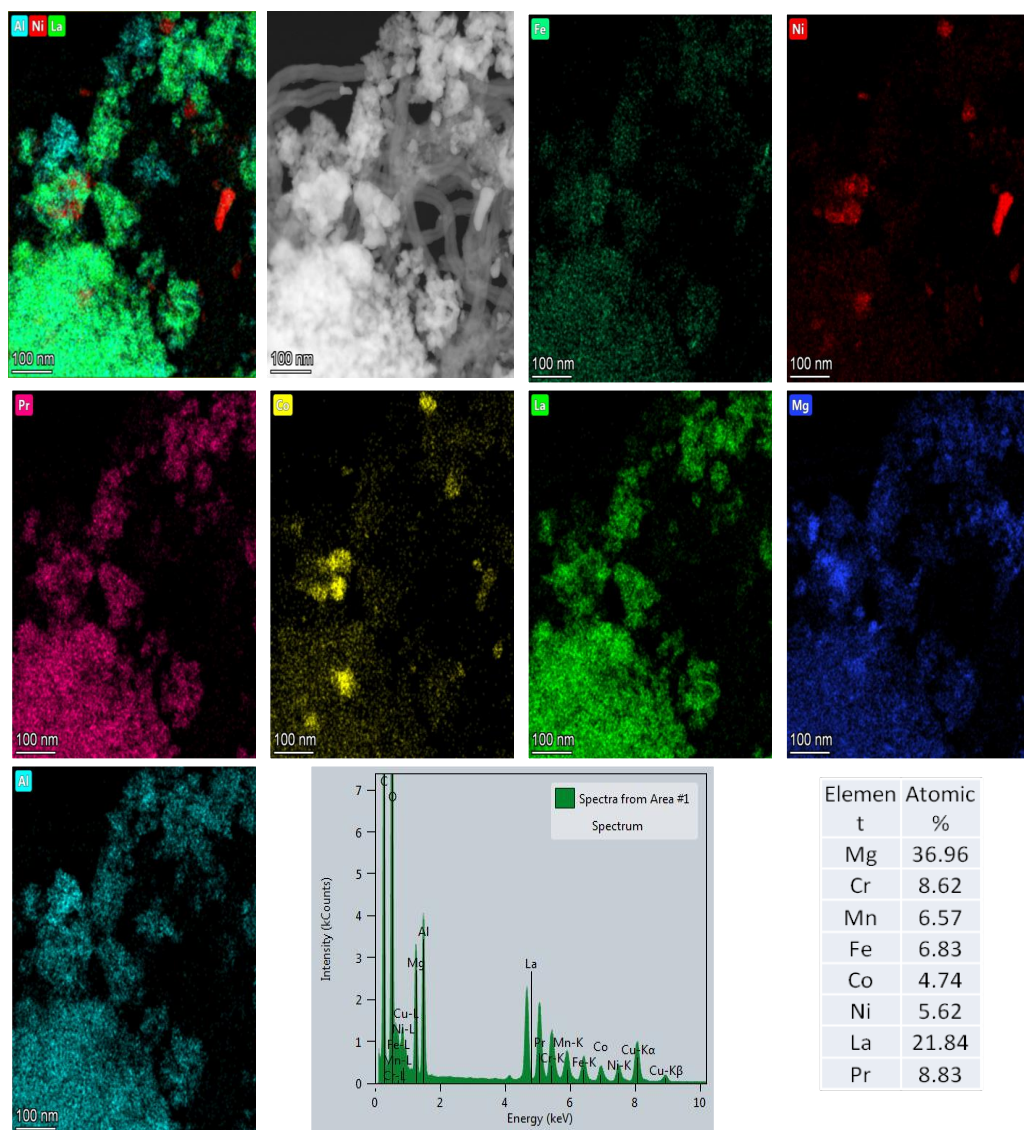


Рисунок 1 — HAADF-STEM изображение с EDX анализом синтезированного катализатора методом Печини

Количественный EDX-анализ показал, что основными компонентами катализатора являются Mg (36,96 ат. %) и La (21,84 ат. %), тогда как содержание Pr составляет 8,83 ат. %, Cr – 8,62 ат. %, Fe – 6,83 ат. %, Mn – 6,57 ат. %, Ni – 5,62 ат. % и Co – 4,74 ат. %. Полученные результаты свидетельствуют о формировании многокомпонентной каталитической системы с преимущественно однородным распределением редкоземельных элементов и магний-алюминатной матрицы, в которой активные компоненты (Ni, Co, Fe и Mn) диспергированы в виде мелких частиц с отдельными локальными областями обогащения.

На рисунке 2 представлена изотерма адсорбции-десорбции азота катализатора синтезированного методом Печини. Согласно классификации IUPAC, изотерма относится к IV типу и характеризуется наличием петли гистерезиса в области относительных давлений $P/P_0 = 0,5–1,0$, что указывает на преобладание мезопористой структуры. Постепенное увеличение объема адсорбированного азота при низких значениях P/P_0 свидетельствует о наличии микропор и мономолекулярно-многослойной адсорбции, тогда как резкий рост адсорбции при высоких относительных давлениях обусловлен капиллярной конденсацией в мезопорах. Наличие выраженной петли гистерезиса свидетельствует о неоднородности пористой структуры и наличии межчастичных пор, что способствует улучшению массопереноса реагентов и продуктов реакции в каталитических процессах.

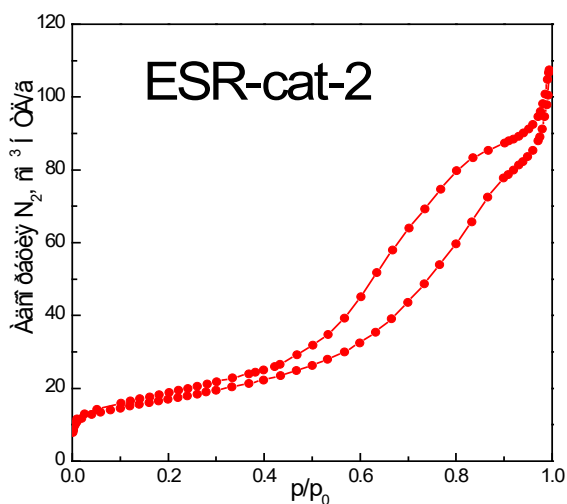


Рисунок 2 — N_2 изотерма адсорбции/десорбции синтезированного катализатора методом Печини

Согласно данным таблицы 1, синтезированный методом Печини катализатор характеризуется развитой пористой структурой и достаточно высокой удельной поверхностью. В структуре материала преобладают микропоры, при этом размер пор соответствует мезопористому диапазону. Полученные текстурные характеристики свидетельствуют о формировании развитой поверхности и

благоприятной пористой структуры, обеспечивающих эффективный массоперенос реагентов и доступ к активным центрам катализатора, что является важным фактором для проявления его каталитической активности.

Таблица 1 — Текстуальные параметры синтезированного катализатора методом Печини

Образец	Площадь поверхности ($\text{м}^2\text{г}^{-1}$)	Объем пор ($\text{см}^3\text{г}^{-1}$)	Объем микропор ($\text{см}^3\text{г}^{-1}$)	Диаметр пор (нм)
Катализатор, синтезированный методом Печини	60	0.17	0.14	6-10

На рисунке 3 представлено распределение пор по размерам для катализатора, синтезированного методом Печини, рассчитанное по данным адсорбции-десорбции азота. Кривая характеризуется наличием выраженного максимума в области 6–8 нм, что свидетельствует о преобладании мезопористой структуры. Максимум распределения для ветви адсорбции наблюдается при диаметре пор около 7 нм, тогда как для ветви десорбции максимум смещен в область больших размеров пор и составляет около 8–10 нм. Наличие гистерезиса между ветвями адсорбции и десорбции указывает на неоднородность пористой структуры и наличие межчастичных мезопор. Полученные результаты свидетельствуют о формировании развитой мезопористой структуры, способствующей эффективной диффузии реагентов и продуктов реакции, что является важным фактором для каталитических процессов.

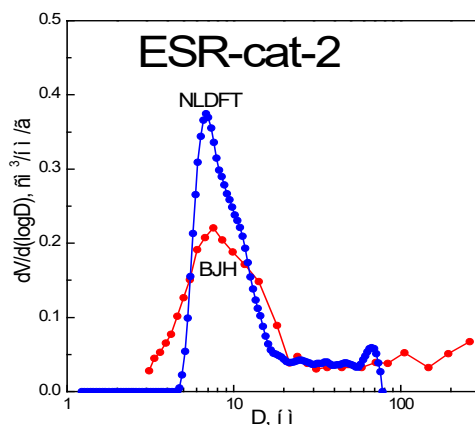


Рисунок 3 — Кривая распределения пор по размерам для катализатора, синтезированного методом Печини, рассчитанная по методу NLDFT

Обсуждение

Для оценки каталитической активности синтезированного катализатора были проведены исследования процесса парового риформинга биоэтанола в температурном диапазоне от 400 до 800 °С. Процесс парового риформинга биоэтанола наблюдалось образование как газообразных продуктов, включавших

водород, монооксид углерода, диоксид углерода и метан, так и промежуточных жидких продуктов. Среди последних наиболее характерными являлись ацетальдегид, ацетон и непрореагировавший этанол.

Анализ состава жидкой фазы показал, что при температуре 400 °С конденсат содержал 83,1 мас.% воды и 16,9 мас.% органической фазы. В составе органической фазы были обнаружены ацетальдегид, ацетон и непрореагировавший этанол в количествах 0,0033, 0,164 и 20,71 об.%, соответственно. Наличие значительного количества остаточного этанола свидетельствует о недостаточной степени его превращения при данной температуре. Одновременно протекает реакция дегидрирования этанола, приводящая к образованию ацетальдегида:



Наличие ацетона в составе продуктов реакции свидетельствовало о протекании вторичных превращений промежуточных кислородсодержащих соединений. Таким образом, было установлено, что при 400 °С наряду с паровым риформингом значительный вклад в процесс конверсии биоэтанола вносили реакции дегидрирования и частичного разложения этанола, что обуславливало образование промежуточных кислородсодержащих продуктов.

При повышении температуры до 500 °С наблюдалось значительное уменьшение содержания органической фазы до 0,6 мас.%, тогда как содержание воды увеличивалось до 99,4 мас.%. Ацетальдегид и остаточный этанол в жидких продуктах не обнаруживались, однако в конденсате присутствовал ацетон в концентрации 0,698 об.%. Вероятно, при данной температуре происходило дальнейшее превращение ацетальдегида, сопровождающееся образованием ацетона, тогда как степень конверсии этанола существенно возрастает. Кроме того, в данном температурном интервале наблюдалось образование этилена вследствие реакции дегидратации этанола. Образование этилена является нежелательным процессом, поскольку может приводить к формированию углеродистых отложений на поверхности катализатора. При температуре 600 °С конденсат практически полностью состоял из воды (100 мас.%), а содержание органической фазы стремилось к нулю. В жидких продуктах ацетальдегид и непрореагировавший этанол не обнаруживались, тогда как концентрация ацетона снижалась до 0,011 об.%. Существенное уменьшение содержания органических соединений указывает на интенсификацию процессов парового риформинга и более глубокое превращение промежуточных продуктов в газообразные компоненты. При дальнейшем повышении температуры до 700 и 800 °С жидкие органические продукты полностью отсутствовали. Конденсат состоял исключительно из воды, а ацетальдегид, ацетон и этанол не регистрировались. Отсутствие жидких органических соединений указывало на практически полную конверсию этанола и промежуточных кислородсодержащих соединений в газообразные продукты. В исследуемом температурном диапазоне процессы парового риформинга протекали с высокой интенсивностью, что сопровождалось увеличением выхода водорода.

Одновременно было отмечено повышение содержания монооксида углерода, диоксида углерода и метана, что было связано с протеканием реакций разрыва связи C–C, конверсии водяного газа и вторичных реакций метанирования.

На рисунке 4 представлена конверсия этанола после проведения высокотемпературной обработки и последующего охлаждения реактора до 400 °С. Установлено, что содержание воды в конденсате увеличилось до 90,6 мас.%, тогда как доля органической фазы уменьшилась до 9,4 мас.%. В составе органической фазы были обнаружены ацетальдегид, ацетон и остаточный этанол в концентрациях 0,013, 0,098 и 11,49 об.%, соответственно. По сравнению с первоначальным состоянием при 400 °С содержание непрореагировавшего этанола снизилось с 20,71 до 11,49 об.%, что свидетельствует о повышении конверсии этанола и активности катализатора после высокотемпературного воздействия. Вероятно, это связано с увеличением количества доступных активных центров и частичным удалением углеродистых отложений с поверхности катализатора.

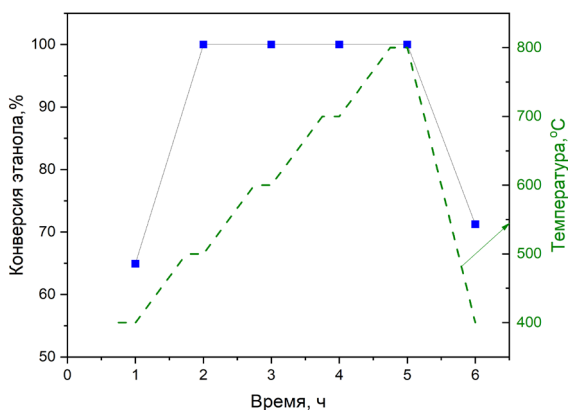


Рисунок 4 — Температурные зависимости конверсии этанола на катализаторе синтезированным методом Печини, S/E=4

Таким образом, полученные результаты показали, что повышение температуры оказывало существенное влияние на состав жидких продуктов парового риформинга биоэтанола. В области низких температур фиксировалось образование промежуточных кислородсодержащих соединений и сохранялось значительное количество непрореагировавшего этанола. При повышении температуры до 700–800 °С жидкие органические продукты в составе реакционной смеси не обнаруживались, что указывало на высокую степень конверсии исходного сырья и эффективное протекание процесса парового риформинга биоэтанола.

На рисунке 5 представлена зависимость выхода водорода от температуры в процессе парового риформинга биоэтанола. Установлено, что с повышением температуры выход водорода постепенно возрастает. При 400 °С выход водорода составлял 1,11 %, при 500 °С увеличивался до 10,57 %, а при 600 °С достигал 20,41 %. Дальнейшее повышение температуры до 700 °С способствовало увеличению выхода водорода до 42,61 %, тогда как максимальное значение

53,73 % было достигнуто при 800 °С. Полученные результаты свидетельствуют о том, что высокие температуры способствуют интенсификации реакций парового риформинга и более глубокой конверсии этанола. После проведения высокотемпературной обработки и последующего охлаждения реактора до 400 °С выход водорода составил 13,54 %, что значительно превышает первоначальное значение при 400 °С (1,11 %). Это может быть связано с повышением активности катализатора и более эффективным протеканием реакций парового риформинга после высокотемпературного воздействия.

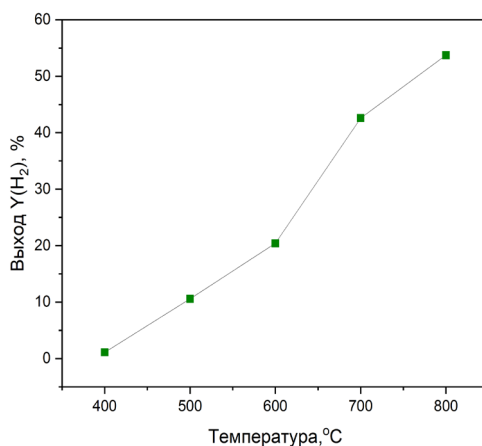


Рисунок 5 — Температурные зависимости выхода H_2 на катализаторе синтезированным методом Печини, S/E=4.

Закключение. В данной работе была исследована активность катализатора, приготовленного методом Печини, в процессе превращения биоэтанола в водород. Методом Печини были получены высокодисперсные оксидные материалы с однородным распределением активных компонентов и развитой поверхностью, что способствовало повышению каталитической активности и устойчивости к закоксуыванию. Было изучено влияние температуры в диапазоне 400–800 °С на выход водорода, а также влияние циклического изменения температуры от 400 до 800 °С с последующим охлаждением до 400 °С на конверсию этанола. В ходе экспериментальных исследований было установлено, что повышение температуры сопровождалось увеличением степени превращения этанола и выхода водорода. Полученные результаты свидетельствовали о том, что вследствие эндотермического характера реакций парового риформинга их протекание интенсифицировалось при повышении температуры. При паровом риформинге биоэтанола было обнаружено, что максимальный выход водорода составил 53,7 % при температуре 800 °С и мольном соотношении пар/этанол (S/E) = 4. Полученные результаты свидетельствуют о том, что высокая температура способствует более полному протеканию реакций разложения промежуточных соединений и конверсии монооксида углерода по реакции водяного газа, что приводит к увеличению содержания водорода в продуктах реакции. Кроме того,

было установлено, что после проведения высокотемпературной обработки и последующего охлаждения реакционной системы до 400 °С конверсия этанола увеличилась с 64,92 % до 71,25 %. Вероятно, это связано с изменением состояния поверхности катализатора, повышением доступности активных центров и удалением части углеродистых отложений, образующихся в процессе реакции. Таким образом, температурное воздействие оказывает существенное влияние не только на выход водорода, но и на каталитические свойства материала.

Полученные результаты подтверждают перспективность использования катализаторов, синтезированных методом Печини, для процесса парового риформинга биоэтанола. Высокая активность катализатора и возможность получения значительного количества водорода делают данный процесс перспективным для применения в водородной энергетике, топливных элементах и технологиях хранения энергии. Дальнейшие исследования могут быть направлены на повышение селективности по водороду, снижение образования углеродистых отложений и увеличение долговременной стабильности катализатора.

References

- Amir Baig, Sagar Dhanuskar, Lovjeet Singh, Sonal Shrivastava. Highly stable coke-resistant ethanol reforming over Ni–La catalyst: Effect of support (2025) *International Journal of Hydrogen Energy* 152. — 150145 p. (in English).
- B.P. Statistical Review, Rep. Statistical Review of World Energy Glob. Consistent Data World Energy Mark. 60 (2022). (in English)
- Gaudillere C, Gonzalez JJ, Chica A, Serra JM. YSZ monoliths promoted with Co as catalysts for the production of H₂ by steam reforming of ethanol (2017). *Appl Catal*, A 538. — P. 165-173 (in English).
- Grzybek G., Olga W., Magdalena R., Pawel S., Piotr L., Magdalena G., Grzegorz S., Marek R., Andrzej K. (2024) Developing Alumina-Based Cobalt Catalyst for Efficient Hydrogen Production via the Ethanol Steam Reforming Process. *Catalysis Today*: 439 (in English).
- Isarapakdeetham S., Kim-Lohsoontorn P., Wongsakulphasatch S., Kiatkittipong W., Laosiripojana N., Gong J., Assabumrungrat S., (2020) Hydrogen production via chemical looping steam reforming of ethanol by Ni-based oxygen carriers supported on CeO₂ and La₂O₃ promoted Al₂O₃, *International Journal of Hydrogen Energy*, 45. — P. 1477-1491 (in English).
- Jia H, Zhang J, Yu J, Yang X, Sheng X, Xu H. Efficient H₂ production via membrane-assisted ethanol steam reforming over Ir/CeO₂ catalyst. (2019) *International Journal Hydrogen Energy* 44. — P. 24733-24745 (in English).
- Li N, Pu J, Chi B, Li J. Ethanol steam reforming with a Ni- BaZr_{0.1}Ce_{0.7}Y_{0.1}Yb_{0.1}O_{3-d} catalyst (2019) *Mater Today Energy* 12. — P. 371-378 (in English).
- Renewables - energy system - IEA 2023 (2025) <https://www.iea.org/energy-system/renewables>. (in English)
- Ruan C., Dou B., Chen N., Zhang H. (2025) Hydrogen Production from Ethanol Steam Reforming by Stable LaNi_xCu_{1-x}O_{3-λ} Perovskite-Type Catalysts. *Catalysts*: 15(1), 9 (in English)
- Sanchez N.; Rodríguez Fontalvo D.; Cifuentes B.; Cantillo N.M.; Uribe Laverde M.Á.; Cobo M. (2021) Biomass Potential for Producing Power via Green Hydrogen. *Energies*, 14, 8366. (in English)
- Sharma PK, Saxena N, Roy PK, Bhatt A. Hydrogen generation by ethanol steam reforming over Rh/Al₂O₃ and Rh/CeZrO₂ catalysts: a comparative study. (2016) *International Journal Hydrogen Energy* 41, 6123-6133. (in English).
- Vivek N., Sanjay N., Vivek V. R., J. Zhang, Kumar P., Amit B., Mukesh K., Ashok P., Vinod K. (2022) Process optimization for recycling of bread waste into bioethanol and biomethane: A circular economy approach. *Energy Conversion and Management*: 266. — 115784 p. (in English)
- Zhang X., Zhang M., Deng Y. et al. A stable low-temperature H₂-production catalyst by crowding Pt on α-MoC. (2021) *Nature* 589. — P. 396–401 (in English)

© **Seitmagzimova G., Serikbayeva Zh., Serikbaeva B., 2026.**

M. Auezov South Kazakhstan University, Shymkent, Kazakhstan.

E-mail: Zhursinay.Serikbaeva@mail.ru

THE EFFECT OF PHOSPHORITE COMPOSITION ON THE DECOMPOSITION EFFICIENCY AND FILTRATION PROPERTIES OF PHOSPHOGYPSUM

Seitmagzimova Galina — Candidate of Technical Sciences, Professor of the Department of Technology of Inorganic and Petrochemical Productions; M. Auezov South Kazakhstan University, Shymkent, Kazakhstan, E-mail: galinaseit@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-2357-626X>;

Serikbayeva Zhursinay — PhD student of the Department of Technology of Inorganic and Petrochemical Productions, M. Auezov South Kazakhstan University, Shymkent, Kazakhstan, E-mail: Zhursinay.Serikbaeva@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0007-8153-8206>;

Serikbaeva Bagdagul — PhD Doctor, Leading Researcher at the research laboratory "Inorganic Salts and plant protection in the agro-industrial complex", M. Auezov South Kazakhstan University, Shymkent, Kazakhstan,

E-mail: sbagdash@bk.ru, <https://orcid.org/0009-0001-4408-7967>.

Abstract. The development of wet-process phosphoric acid production is limited by the quality of phosphate raw materials, since the impurities present can significantly affect the size and form of calcium sulfate crystals and, consequently, the filtration properties of phosphogypsum, which also affects the decomposition efficiency and the residual phosphorus content in phosphogypsum. In this regard, the goal of this study is comparative analysis of the composition of phosphate raw materials and its effect on the efficiency of wet-process phosphoric acid production. This work investigates the influence of phosphorite flour composition from the Kistas deposit of the Karatau basin and technological extraction modes on the efficiency of sulfuric acid decomposition and filtration properties of phosphogypsum. Chemical and mineralogical composition identification and morphology of the samples were studied using X-ray fluorescence (XRF) and X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and FTIR spectroscopy. Sulfuric acid decomposition of raw materials, filtration and washing of phosphogypsum were carried out according to the standard procedure. It was established that quartzite content increase above 15% decreases decomposition degree and leads to formation of insoluble aggregates and deterioration of phosphoric acid suspension filtration properties under hemihydrate conditions due to fine-dispersed

crystals formation. It was found that maximum filtration productivity for wet unwashed sediment of 348.38 kg/(m²·h) was achieved in the dihydrate mode due to the formation of large gypsum crystals. In contrast, in the hemi-hydrate high-temperature mode, this value decreased to 290 kg/(m²·h) due to formation of fine-dispersed anhydrite, which clogs the filter pores. Based on the results of the study, an optimal dihydrate mode of phosphates decomposition at temperatures of 65-80° C was substantiated, which promotes to significant improvement in filtration properties of phosphogypsum, reduction in phosphorus losses with insoluble impurities and increase in productivity of the entire production of wet-process phosphoric acid.

Keywords: phosphorite, decomposition, filtration productivity, wet-process phosphoric acid, phosphogypsum, decomposition coefficient, insoluble residue

For citations: Seitmagzimova G., Serikbayeva Zh., Serikbaeva B. The effect of phosphorite composition on the decomposition efficiency and filtration properties of phosphogypsum. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. – P. 286-304. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.378>

© Сейтмагзимова Г.М., Серікбаева Ж.С.*, Серікбаева Б.С., 2026.

М. Әуезов атындағы Оңтүстік Қазақстан университеті, Шымкент, Қазақстан.

E-mail: Zhursinay.Serikbaeva@mail.ru

ФОСФОРИТ ҚҰРАМЫНЫҢ ЫДЫРАУ ТИІМДІЛІГІНЕ ЖӘНЕ ФОСФОГИПСТІҢ СҮЗУ ҚАСИЕТТЕРІНЕ ӘСЕРІ

Сейтмагзимова Галина — техника ғылымдарының кандидаты, «Бейорганикалық және мұнай-химия өндірістерінің технологиясы» кафедрасының профессоры, М. Әуезов атындағы Оңтүстік Қазақстан университеті, Шымкент, Қазақстан,

E-mail: galinaseit@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-2357-626X>;

Серікбаева Жүрсінәй — «Бейорганикалық және мұнай-химия өндірістерінің технологиясы» кафедрасының докторанты, М. Әуезов атындағы Оңтүстік Қазақстан университеті, Шымкент, Қазақстан,

E-mail: Zhursinay.Serikbaeva@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0007-8153-8206>;

Серікбаева Багдагуль — PhD доктор, «Агроөнеркәсіп кешеніндегі бейорганикалық тұздар мен өсімдіктерді қорғау» ғылыми-зерттеу зертханасының жетекші ғылыми қызметкері, М. Әуезов атындағы Оңтүстік Қазақстан университеті, Шымкент, Қазақстан,

E-mail: sbagdash@bk.ru, <https://orcid.org/0009-0001-4408-7967>.

Аннотация. Экстракциялық фосфор қышқылын өндірудің дамуы фосфат шикізатының сапасымен шектеледі, себебі құрамындағы қоспалар кальций сульфаты кристалдарының мөлшері мен пішініне және соның салдарынан фосфогипстің сүзгілену қасиеттеріне айтарлықтай әсер етуі мүмкін. Бұл өз кезегінде шикізаттың ыдырау тиімділігіне және фосфогипстегі фосфордың қалдық құрамына әсер етеді. Осыған байланысты, зерттеудің мақсаты - фосфат шикізатының құрамын салыстырмалы талдау және оның экстракциялық фосфор қышқылы өндірісінің тиімділігіне әсерін зерттеу болып табылады.

Бұл жұмыста Қаратау бассейніндегі Кистас кен орнының фосфорит ұнының құрамы мен экстракцияның технологиялық режимдерінің күкірт қышқылды ыдырау тиімділігіне және фосфогипстің сүзгілену қасиеттеріне әсері зерттелді. Үлгілердің химиялық және минералогиялық құрамы мен морфологиясы рентген-флуоресцентті және рентген фазалық талдау әдістерімен, электронды микроскопиямен және ИҚ-спектроскопиясымен зерттелді. Шикізаттың күкірт қышқылды ыдырауы және фосфогипсті сүзгілеу және жуу стандартты әдіс бойынша жүргізілді. Шикізаттағы кварцит мөлшерінің 15%-дан артуы ыдырау дәрежесін төмендететіні және ерімейтін агрегаттардың түзілуіне, сондай-ақ жартылай гидраттық режим жағдайында ұсақ дисперсті кристалдардың түзілуі есебінен фосфор қышқылды суспензиясының сүзгілену қабілетінің нашарлауына әкелетіні анықталды. Дигидрат режимінде ірі гипс кристалдарының түзілуіне байланысты ылғалды жуылмаған тұнба бойынша сүзудің максималды өнімділігіне $348,38 \text{ кг}/(\text{м}^2 \cdot \text{сағ})$ қол жеткізілді, ал жартылайгидратты жоғары температуралық режимде бұл көрсеткіш сүзгі тесіктерін бітеп тастайтын ұсақ дисперсті ангидриттің түзілуіне байланысты $290 \text{ кг}/(\text{м}^2 \cdot \text{сағ})$ дейін төмендейтіні анықталды. Зерттеу нәтижелері негізінде $65\text{--}80^\circ\text{C}$ температура аралығы фосфаттарды ыдыратудың оңтайлы дигидратты режимі негізделді. Аталған режим фосфогипстің сүзгілену қасиеттерін едәуір жақсартуға, ерімейтін қоспалармен бірге фосфордың жоғалуын азайтуға және экстракциялық фосфор қышқылы өндірісінің жалпы өнімділігін арттыруға ықпал етеді.

Түйін сөздер: фосфорит, ыдырау, сүзу өнімділігі, экстракциялық фосфор қышқылы, фосфогипс, ыдырау коэффициенті, ерімейтін қалдық

© Сейтмагзимова Г.М., Серикбаева Ж.С.*, Серикбаева Б.С., 2026.

Южно-Казахстанский университет имени М. Ауэзова, Шымкент, Казахстан.

E-mail: Zhursinay.Serikbaeva@mail.ru

ВЛИЯНИЕ СОСТАВА ФОСФОРИТА НА ЭФФЕКТИВНОСТЬ РАЗЛОЖЕНИЯ И ФИЛЬТРУЮЩИЕ СВОЙСТВА ФОСФОГИПСА

Сейтмагзимова Галина — кандидат технических наук, профессор кафедры «Технология неорганических и нефтехимических производств», Южно-Казахстанский университет имени М. Ауэзова, Шымкент, Казахстан,

E-mail: galinaseit@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-2357-626X>;

Серикбаева Журсинай — PhD-докторант кафедры «Технология неорганических и нефтехимических производств», Южно-Казахстанский университет имени М. Ауэзова, Шымкент, Казахстан,

E-mail: Zhursinay.Serikbaeva@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0007-8153-8206>;

Серикбаева Багдауль — PhD, ведущий научный сотрудник научно-исследовательской лаборатории «Неорганические соли и защита растений в агропромышленном комплексе», Южно-Казахстанский университет имени М. Ауэзова, Шымкент, Казахстан,

E-mail: sbagdash@bk.ru, <https://orcid.org/0009-0001-4408-7967>.

Аннотация. Развитие производства экстракционной фосфорной кислоты во многом определяется качеством фосфатного сырья, поскольку содержащиеся в

нем примеси оказывают существенное влияние на размер и форму кристаллов сульфата кальция, а следовательно, и на фильтрующие свойства фосфогипса. Это, в свою очередь, отражается на степени разложения фосфатов и остаточном содержании фосфора в фосфогипсе. В связи с этим целью исследования являлся сравнительный анализ состава фосфатного сырья и его влияния на эффективность производства экстракционной фосфорной кислоты. В работе исследовано влияние состава фосфоритной муки месторождения Кистас Каратауского бассейна и технологических режимов экстракции на эффективность сернокислотного разложения и фильтрующие свойства фосфогипса. Химический и минералогический состав образцов, а также их морфологические особенности изучали методами рентгенофлуоресцентного анализа, рентгенофазового анализа, электронной микроскопии и ИК-спектроскопии. Сернокислотное разложение сырья, фильтрование и промывку фосфогипса проводили по стандартной методике. Установлено, что увеличение содержания кварца в сырье более 15 % приводит к снижению степени разложения и образованию нерастворимых агрегатов, ухудшающих фильтруемость фосфорно-кислотной суспензии в условиях полугидратного режима вследствие формирования мелкодисперсных кристаллов. Показано, что в дигидратном режиме достигается максимальная производительность фильтрования по влажному неотмытому осадку - 348,38 кг/(м²·ч), что обусловлено образованием крупных кристаллов гипса. В полугидратном высокотемпературном режиме данный показатель снижается до 290 кг/(м²·ч) вследствие образования мелкодисперсного ангидрита, закупоривающего поры фильтра. На основании полученных результатов обоснован оптимальный дигидратный режим разложения фосфатного сырья при температуре 65–80 °С, обеспечивающий улучшение фильтрующих свойств фосфогипса, снижение потерь фосфора с нерастворимыми примесями и повышение производительности процесса получения экстракционной фосфорной кислоты

Ключевые слова: фосфорит, разложение, производительность фильтрования, экстракционная фосфорная кислота, фосфогипс, коэффициент разложения, нерастворимый остаток

Введение. Фосфор - невозобновляемый жизненно важный элемент и экономически ценный минеральный ресурс, широко используемый в различных областях, таких как сельское хозяйство, химическая промышленность, фармацевтика и легкая промышленность (Dong et al., 2024). Устойчивое обеспечение мировой экономики фосфорсодержащим сырьём напрямую связано с доступностью природных фосфатов, которые служат основным источником получения фосфорной кислоты и фосфорных удобрений.

Фосфатная порода (ФР) - это природная руда осадочного или магматического происхождения, обладающая высокой концентрацией фосфатных минералов. Это природное минеральное месторождение фосфора и кальция, относящееся к видам семейства апатитов (Mar et al., 2012). Для промышленного производства фосфорсодержащих удобрений применяются фосфатные руды, которые

классифицируют по содержанию в них P_2O_5 на следующие породы: очень богатые ($> 35\% P_2O_5$); богатые ($28-35\% P_2O_5$); рядовые ($18-28\% P_2O_5$); бедные ($10-18\% P_2O_5$); очень бедные ($5-10\% P_2O_5$); фосфатсодержащие ($0,5-5\% P_2O_5$).

Фосфориты Каратау характеризуются осадочным происхождением, значительными запасами и сложным минеральным составом, что обуславливает их промышленную ценность и широкое использование в производстве минеральных удобрений и экстракционной фосфорной кислоты (ЭФК).

Фосфорная кислота служит основой для производства концентрированных фосфорных удобрений. В настоящее время наиболее экономически выгодным методом ее производства является сернокислотное разложение фосфатного сырья. При применении к фосфориту Каратау этим методом получают фосфорную кислоту с относительно низким содержанием P_2O_5 и высоким уровнем примесей. Количество и состав этих примесей зависят как от качества исходного фосфата, так и от конкретного используемого метода экстракции (Abilkasova et al., 2025). Одной из особенностей процесса получения ЭФК является образование фосфогипса в виде кристаллического осадка, от структуры и дисперсности которого зависит эффективность фильтрации технологической суспензии.

С учетом вышеизложенного целью данного исследования было сравнение состава фосфатного сырья из разных партий и его влияния на эффективность производства ЭФК. Оценка качества фосфатов основывалась на их химическом и минералогическом составе.

Литературный обзор. В последние годы наблюдается устойчивый рост мировой добычи фосфатных руд (Таблица 1) (Geological Survey, 2025), обусловленный увеличением численности населения и расширением сельскохозяйственного производства. Распределение ресурсов фосфоритов в мире крайне неравномерно, мировые запасы фосфатных руд подсчитаны в 36 странах и за 2025 год оцениваются примерно в 74 млрд т, мировые ресурсы превышают 300 млрд т.

Таблица 1 — Мировые запасы фосфатных руд и объёмы производства фосфатных руд в 2024 г., млн т.

Страны	Добыча фосфатных руд в 2024 г., млн т.	Резервы
Алжир	2,000	2,200,000
Австралия	2,500	1,100,000
Бразилия	5,300	1,600,000
Китай	110,000	3,700,000
Египет	5,000	2,800,000
Финляндия	900	1,000,000
Индия	1,600	31,000
Израиль	2,300	60,000
Иордания	12,000	1,000,000
Казахстан	1,700	260,000
Мексика	360	30,000
Марокко	30,000	50,000,000
Перу	5,000	210,000
Россия	14,000	2,400,000

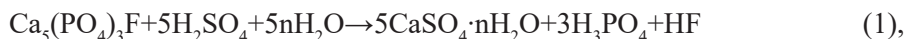
Саудовская Арабия	9,500	1,000,000
Сенегал	2,500	50,000
Южно-Африканская Республика	2,200	1,500,000
Сирия	2,000	250,000
Того	1,500	30,000
Тунис	3,300	2,500,000
Турция	800	71,000
Узбекистан	900	100,000
Соединённые Штаты Америки	20,000	1,000,000
Вьетнам	2,600	30,000
Другие страны	770	800,000
Мировой итог (округлённо)	240,000	74,000,000
Примечание: Составлена авторами на основе источника (U.S. Geological Survey, 2025)		

Крупнейшим продуцентом фосфорных концентратов остается Китай, обеспечивший в 2024 году 40% мирового производства. При этом качество его сырьевой базы сравнительно невысокое: разрабатываются фосфатные руды микрозернистого типа Гуйчжоу-Хубэй-Хунаньского фосфоритоносного бассейна со средним содержанием P_2O_5 около 17%. Абсолютным лидером по запасам высококачественных фосфатов является Марокко. Все разрабатываемые месторождения располагаются в пределах Марокканского фосфоритоносного бассейна, зернистые фосфориты которого характеризуются высоким (до 35%) содержанием P_2O_5 и легкой обогатимостью. Крупные ресурсы фосфатных руд также находятся в Египте, России и Тунисе (Geological Survey, 2025).

В Казахстане основная часть запасов фосфатных руд сосредоточена в Каратауском фосфоритоносном бассейне, который является одним из крупнейших в мире. В юго-западной части Жамбылской области расположен территориально-индустриальный комплекс ТИК "Каратау-Жамбыл" площадью 56,6 тыс. м², характеризующийся полным технологическим циклом от добычи и переработки фосфоритной руды до производства минеральных удобрений и желтого фосфора. В настоящее время здесь производится до 50% желтого фосфора в стране и около 1,3 млн тонн минеральных удобрений (Turgumbaeva et al., 2014). Бассейн Каратау является крупнейшей фосфатно-сырьевой базой среди стран Содружества независимых государств, где зарегистрировано более 45 месторождений фосфоритов. Фоссырье Каратау относится к группе пластовых микрозернистых фосфоритов и представляет собой плотные, крепкие плитчатые породы от темно-серого до черного цвета.

Производство фосфорных удобрений требует промежуточного этапа - производства фосфорной кислоты, которая является одним из важнейших промежуточных продуктов неорганической химической промышленности. Фосфорная кислота производится из фосфатной породы либо термическим, либо кислотным способом. Каждый метод имеет свои преимущества, однако для производства больших объемов фосфорной кислоты удобрительного качества кислотный процесс используется чаще из-за простоты эксплуатации и меньших энергозатрат по сравнению с термическим способом (Khalil et al., 2025). Во всём мире около 90 %

добываемого фосфатного сырья перерабатывается для получения фосфорной кислоты кислотным (экстракционным) способом, основанным на разложении фосфоритов минеральными кислотами, преимущественно серной кислотой. Реакция протекает в соответствии со следующим уравнением реакции:



где n - число молей кристаллизационной воды в полугидрате или дигидрате сульфата кальция.

При взаимодействии серной кислоты с фосфоритом образуется малоподвижная, густая суспензия, разделить которую на жидкую и твердую фазы не удастся, поэтому разложение фосфорита проводится с добавлением раствора разбавления, представляющего собой циркулирующий раствор фосфорной кислоты.

При разложении фосфатного сырья с получением ЭФК в зависимости от температуры процесса и от концентрации раствора разбавления в качестве побочного продукта образуется фосфогипс, основным компонентом которого является дигидрат $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ или полугидрат $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ сульфата кальция. По этим признакам процесс производства ЭФК классифицируется как дигидратный или полугидратный способ получения ЭФК.

В зависимости от химического и минералогического состава сырья получается ЭФК концентраций в интервале 17–28 % P_2O_5 (Ryszko et al., 2023). ЭФК используется главным образом для производства минеральных фосфорных и сложных удобрений и кормовых фосфатов (U.S. Geological Survey, 2025).

В процессе получения ЭФК на каждую тонну произведенной фосфорной кислоты образуется около 5 тонн фосфогипса. В настоящее время мировые объемы образующегося фосфогипса растут на 200 миллионов тонн в год, а общий коэффициент его использования составляет всего 10–15% (Guan et al., 2022; Bouargane et al., 2023). Фосфогипс содержит более 10% нерастворимого остатка в виде кварцита, а также соединений алюминия, железа, фтора, тяжелых металлов и других примесей (Seraya et al., 2023). Наличие примесей может влиять на рост кристаллов фосфогипса, а форма и размер кристаллов сульфата кальция являются ключевыми факторами, непосредственно влияющими на фильтрующие свойства и остаточное содержание фосфора в фосфогипсе. По данным ряда авторов основными факторами, влияющими на структуру, пористость и фильтрующие свойства фосфогипса, являются содержание P_2O_5 , MgO , R_2O_3 ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$), SiO_2 , карбонатов и органических веществ в фосфоритной руде (Zhu et al., 2023; Dong et al., 2024).

К настоящему времени многие ученые исследовали влияние примесей в фосфогипсе на зарождение и рост кристаллов сульфата кальция. Результаты показывают, что присутствие ионов Na^+ и K^+ в системе может изменить морфологию кристаллов сульфата кальция с полосчатой на игольчатую и уменьшить соотношение сторон (Zhang et al., 2019). Ионы Mg^{2+} проникают в кристаллическую структуру и снижают скорость роста кристаллов сульфата кальция, что приводит

к увеличению соотношения сторон кристаллов сульфата кальция и росту тонких игольчатых кристаллов (Mao et al., 2014; Yang et al., 2009). Ионы Al^{3+} и Fe^{3+} могут ингибировать рост кристаллов сульфата кальция и изменять их размер, прилипая к краю кристалла в процессе его роста (Ben Ahmed et al., 2014). Фильтрующие поры могут даже забиваться в процессе фильтрования из-за мелкодисперсного фосфогипса, что увеличивает нагрузку на фильтр и приводит к его закупорке. Поэтому крайне важно регулировать форму и размер кристаллов фосфогипса для улучшения фильтрующих свойств фосфогипса и интенсификации процесса разделения фосфорно-кислотной суспензии (Abdelouahhab et al., 2022). С этой целью в данной работе проведен сравнительный анализ состава фосфатного сырья и его влияния на эффективность производства ЭФК.

Материалы и методы исследований. В качестве исходного сырья использовали три пробы фосфоритной муки месторождения Кистас бассейна Каратау, предоставленные компанией ТФ ТОО «Казфосфат» «Минеральные удобрения» (Казахстан): разных партий из цехов ЭФК 1, ЭФК 2 и цеха кормовых обесфторенных фосфатов (КОФ).

Также исследованы два образца фосфогипса, образующегося при разложении фосфорита: фосфогипс с фильтра отделения ЭФК 2 (свежий) и фосфогипс, отобранный из отвала №1 с показателями согласно Сертификату соответствия предприятия (Таблица 2).

Общая стандартная неопределенность (погрешность) измерений и стандартное отклонение анализа состава проб фосфоритов и фосфогипсов и величины производительности фильтрования рассчитаны на основе 3 параллельных измерений образцов с учетом взвешивания образцов, калибровки и измерения. Для измерения состава указанных проб общая стандартная неопределенность составила 0,0067. Относительное стандартное отклонение от усредненного значения с уровнем достоверности $P = 0,95$ составило 0,0061.

Различие в составе двух проб по содержанию дигидрата сульфата кальция и гигроскопической влаги в фосфогипсе связано с самопроизвольной сушкой твердого отхода, находящегося длительное время в открытом отвале (фосфогипс с отвала №1 1-2 летней давности), тогда как влажный фосфогипс, отобранный 14.01.2026 года на ленте вакуум-фильтра, имеет влажность 20,9%.

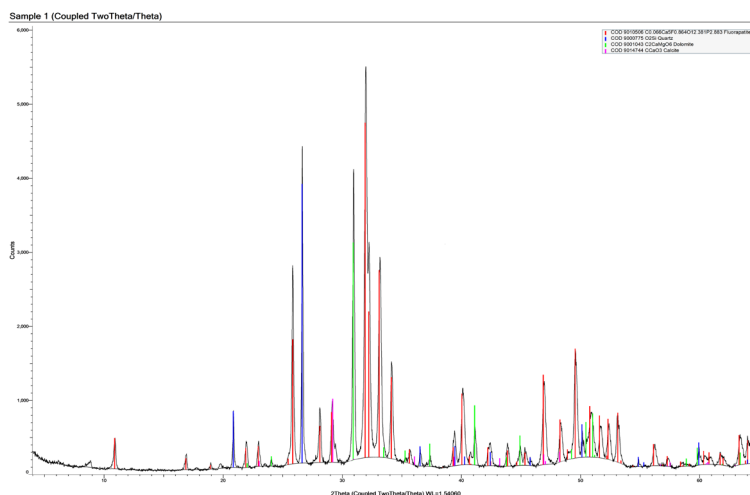
Таблица 2 — Физико-химические показатели образцов фосфогипса Таразского филиала ТОО «Казфосфат» «Минеральные удобрения»

Дата отбора проб	Наименование пробы, место отбора	Массовая доля основного вещества ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$), %	Массовая доля гигроскопической влаги, %	Массовая доля водорастворимых фтористых соединений в перерасчете на фтор, %	Удельная активность радионуклидов в фосфогипсе, Бк/кг
14.01.2026 г.	Фосфогипс с фильтра ЭФК - 2	92,9	20,9	0,09	80
14.01.2026 г.	Фосфогипс с отвала №1	82,6	7,7	0,05	2,0

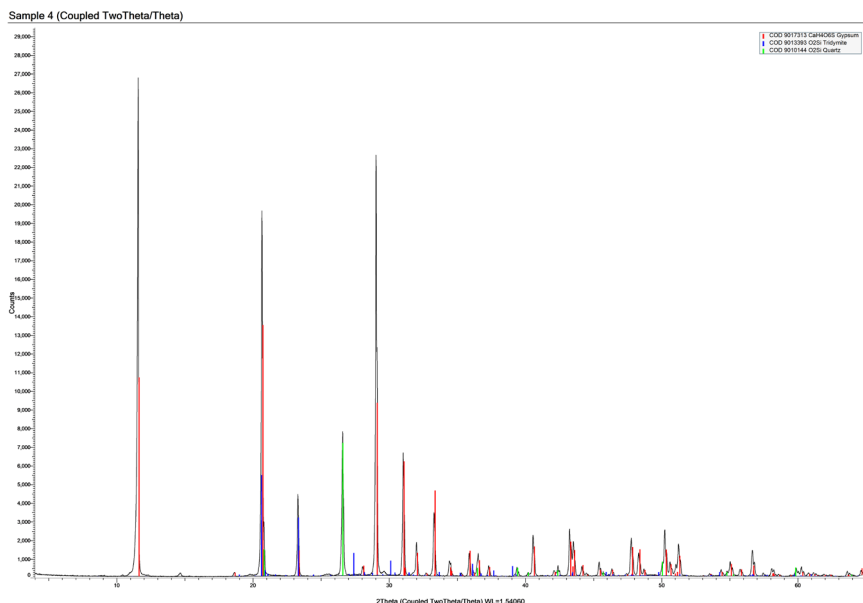
Экспериментальная часть. Экспериментальные исследования проводили в соответствии со стандартной методикой получения экстракционной фосфорной кислоты, основанной на сернокислотном разложении фосфатного сырья, с учетом расходных коэффициентов по сырью, при дигидратном режиме процесса при температуре 70°C (Moldabekov et al., 2006). Для обеспечения подвижности экстракционной пульпы и формирования хорошо фильтрующих кристаллов ФГ соотношение жидкой и твердой фаз поддерживали в интервале Ж:Т=3:1 с использованием раствора разбавления. Экстракцию осуществляли в течение 3 часов для завершения роста кристаллов ФГ. Полученную суспензию разделяли на ЭФК и осадок ФГ на вакуум-фильтровальной установке под вакуумом 0,06 МПа. Твердый побочный продукт отмывали от кислоты горячей водой.

По результатам исследования определяли коэффициент разложения фосфорита ($K_{\text{разл}}$) и коэффициент отмывки фосфогипса ($K_{\text{отм}}$) (Pozin, 1983), производительность фильтрования фосфорно-кислотной суспензии по влажному неотмытому, отмытому и сухому осадку (Moldabekov et al., 2006). Идентификацию химического и минералогического состава образцов осуществляли методами рентгенофазового анализа (XRD) и рентгенофлуоресцентного анализа (XRF) с применением дифрактометра XRF Bruker S8 Tiger, XRF PANalytical Axios max, XRD Bruker D8 Endeavor (Германия) и S8 Tiger и PANalytical Axios (Германия). инфракрасной спектроскопии (ИК) с помощью ИК-Фурье спектрометра Shimadzu IR-Prestige (Япония) и растровой электронной микроскопии (РЭМ) на JEOL JSM-6490LV (Япония).

Результаты. В рамках исследования проведён комплексный анализ трёх проб фосфоритов и двух образцов фосфогипса. Рентгенофазовым анализом установлен минералогический состав проб фосфорита, отобранного с цехов ЭФК 1 и ЭФК 2. На рисунке 1 идентифицировано содержание в их составе фторапатита, кварцита, доломита и кальцита.



a



b

Рисунок 1 — Рентгенограмма проб фосфорита, отобранного с цехов а) ЭФК 1 и б) ЭФК 2

Данные минералы также идентифицированы ИК-спектроскопическим анализом: интенсивные полосы поглощения 880, 1030 и дуплет 560–600 см^{-1} обусловлены колебаниями фосфат-ионов, спектры поглощения 1420–1450 см^{-1} – ионов кальция. Присутствие SiO_2 характеризуется полосами 800–780 см^{-1} (Рисунок 2).

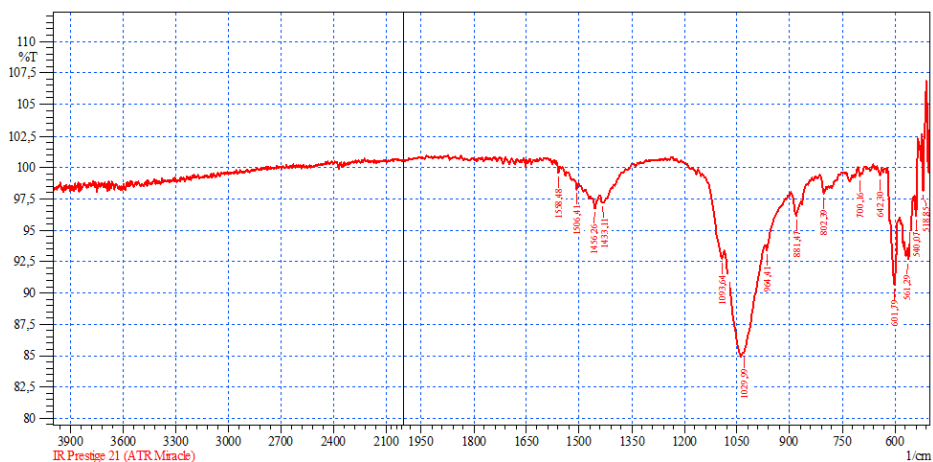


Рисунок 2- ИК-Фурье спектрограмма фосфорита

Полученные результаты коррелируют с данными рентген-флуоресцентного анализа (Таблица 3), демонстрирующими практически идентичный химический

состав проб с ЭФК 1 и ЭФК 2. Однако в образце 3 (фосфорите с КОФ) наблюдается повышенное, 20% содержание SiO_2 , формирующего значительную долю нерастворимого остатка (н.о.), тогда как содержание н.о. в первом и втором образцах находится в пределах 11%. За счет этого содержание 24,4% P_2O_5 в данном образце значительно ниже этого компонента в первых двух пробах (на 3%), также, как и CaO – 40 против 46%. Полученные результаты свидетельствуют, что по содержанию фосфорного ангидрида в образцах 24,40 - 27,52% P_2O_5 данное сырье относится к рядовым фосфатным рудам.

Таблица 3 — Рентген-флуоресцентный анализ состава фосфоритов

Проба фосфорита с цеха	Содержание компонентов, %										Показатели процесса	
	P_{205}	CaO	н.о.	MgO	Fe_2O_3	Al_2O_3	SO_3	Na_2O	K_2O	ппп	$K_{\text{разл}}$	$K_{\text{отм}}$
ЭФК 1	27,41	45,55	11,63	2,43	1,13	1,60	1,03	0,68	0,61	7,66	94,60	99,42
ЭФК 2	27,52	46,22	11,51	2,25	1,07	1,47	0,92	0,68	0,58	7,58	94,63	99,42
КОФ	24,40	40,29	20,93	2,11	0,94	1,55	0,99	0,75	0,62	7,05	92,75	99,36

Показатель «Потери при прокаливании» (ппп) всех образцов в пределах 7-8% характеризует содержание в сырье легко разлагаемых при прокатке карбонатов кальция и магния, которые при кислотном разложении вызывают повышенное пенообразование с выделением диоксида углерода. Основными показателями процесса сернокислотного разложения фосфоритной муки являются коэффициенты разложения сырья и отмывки фосфогипса. Как следует из Таблицы 3, для всех проб фосфорита достигнута максимальная, более 99%, отмывка фосфогипса от фосфорной кислоты. Установлено, что коэффициент разложения фосфорита с повышенным содержанием н.о. на 2% ниже этого показателя для фосфоритов с цехов ЭФК 1 и 2.

В ходе экспериментальных исследований при разложении фосфорита с цеха КОФ наблюдалось образование нерастворимого остатка в виде плотных отложений («камешков») в реакторе разложения цеха ЭФК-1 (Рисунок 3), что подтверждает влияние минерального состава фосфатного сырья на технологические показатели процесса получения экстракционной фосфорной кислоты.

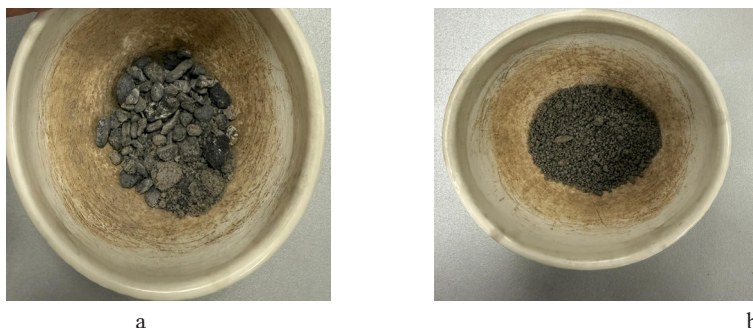
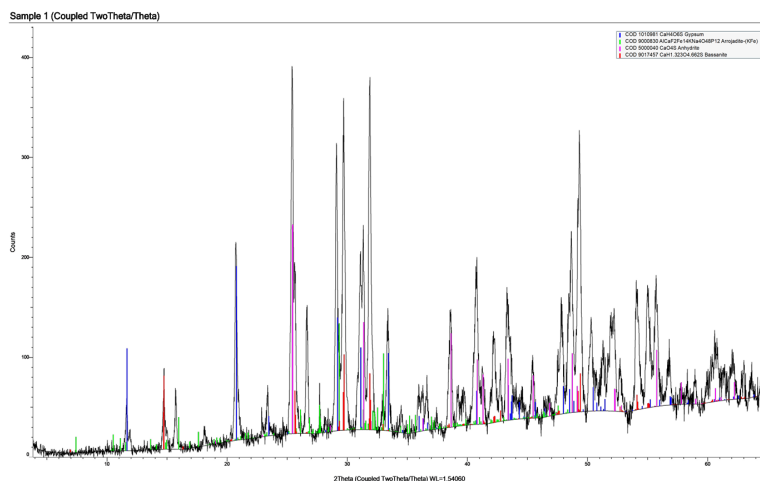
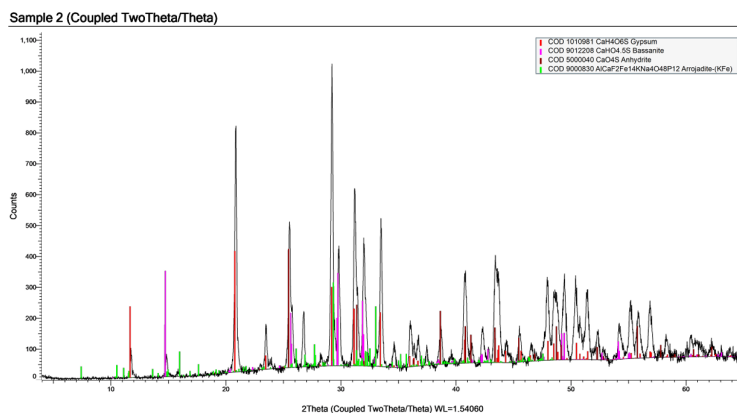


Рисунок 3 — Пробы отложений а и б, образовавшиеся в реакторе разложения

По результатам рентгенофазового анализа образцов отложений а и б в реакторе установлено (Рисунок 4), что оба образца имеют в среднем одинаковый состав и содержат преимущественно гипс и ангидрит, в меньших долях – полугидрат.



а



б

Рисунок 4 – Рентгенограмма проб отложений а и б в реакторе разложения

Присутствие ангидрита связано, очевидно, с высокотемпературным режимом (95-100°C), что приводит к формированию мелких кристаллов осадка ангидрита. Еще один компонент в составе этих «камешков» - минерал арроджадит (KFe), который представляет собой комплексное соединение в форме труднорастворимого фосфата Fe, K, Na, Mg и Al (Рисунок 4, зеленые полосы). Также РФА образца фосфорита с КОФ показал присутствие того же арроджадита, который обнаружен в камешках, но немного другой структуры (KNa), в этом составе меньше фосфора и железа.

Такой состав подтверждает ИК-спектроскопический анализ, идентифицирую-

щий арроджадит (KFe) в составе $\text{KNa}_3(\text{CaNa}_2)\text{Fe}^{2+}_{13}\text{Al}(\text{PO}_4)_{11}(\text{PO}_3\text{OH})(\text{OH})_2$ (Рисунок 5), при этом особое значение отводится фосфатам алюминия. На ИК-спектре это соединение характеризуется интенсивными полосами 877, 1029 и 1083 см^{-1} в области $700\text{--}1000\text{ см}^{-1}$. В ИК-спектре фосфата алюминия наблюдаются чёткие полосы, связанные с колебаниями фосфатной и алюмо-кислород-фосфорной групп (Al-O-P). Образование такого побочного продукта приводит к потерям фосфора и снижению фильтруемости сульфата кальция.

Кроме того, за счет высокого содержания примесей ионов Al^{3+} и Fe^{3+} изменяет морфологию кристаллов сульфата кальция с образованием фторкомплексных ионов, которые сорбируются на краю граней кристаллов и обуславливают формирование полугидратных кристаллов, легко срастающихся в агломераты (Pozin, 1983).

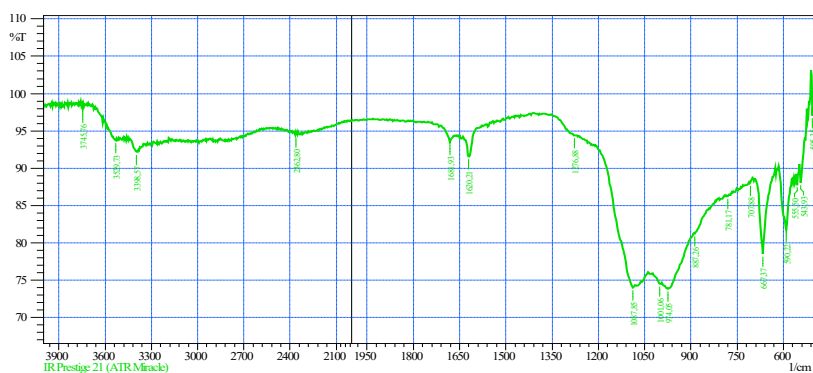
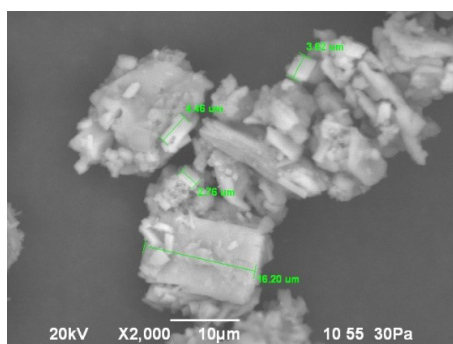
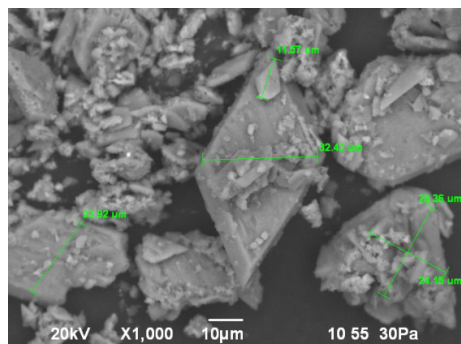


Рисунок 5 — ИК-Фурье спектрограмма образца отложений в реакторе разложения

Микрофотографии проб отложений, приведенные на Рисунке 6, характеризуют формирование плотных агрегатов (рисунок 6а), спекшихся в монолитную массу, которые невозможно разделить на фильтре, а также в виде отложений мелких комков на поверхности призматических пластинчатых кристаллов гипса (рисунок 6 б).



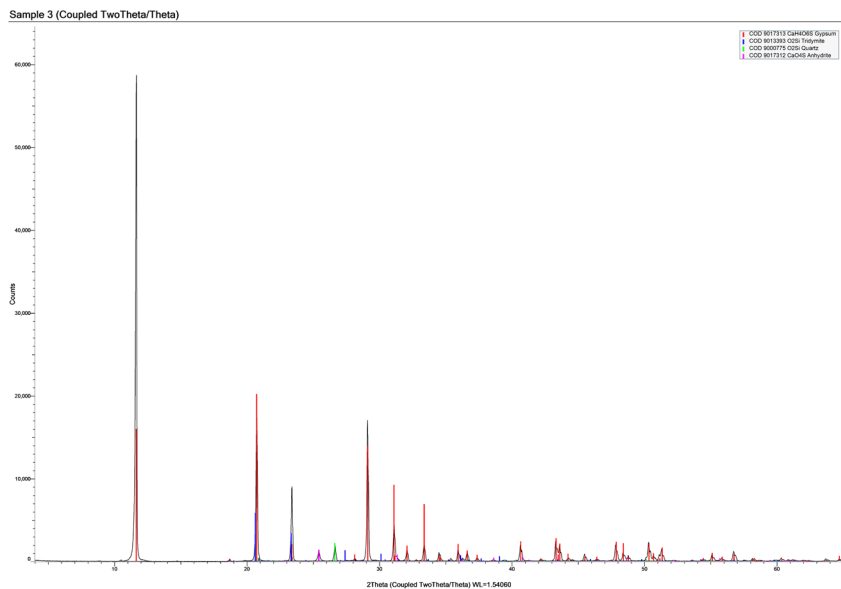
а



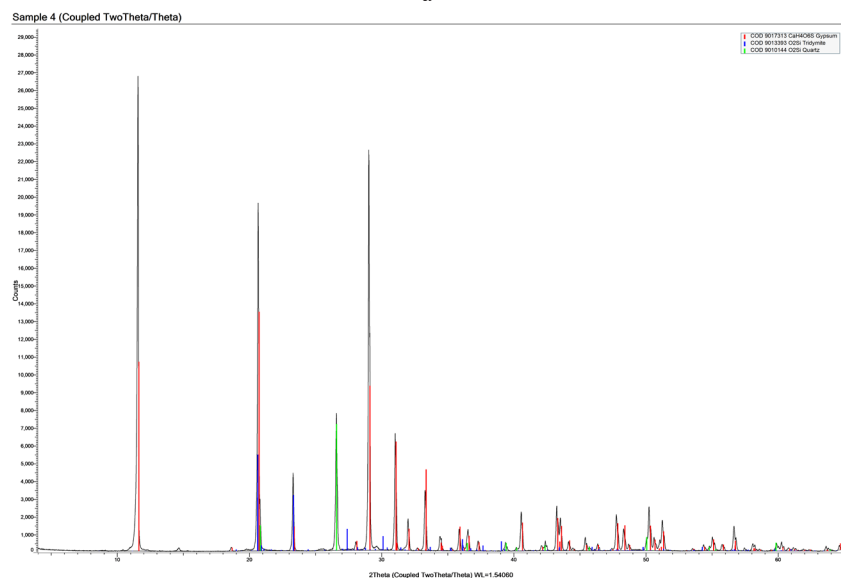
б

Рисунок 6 — Микрофотографии кристаллов фосфогипса с отложениями

Образцы фосфогипса демонстрируют стабильный минеральный состав, в котором преобладают гипс, кварцит и ангидрит. Рентгенофазовым анализом установлено (Рисунок 7, красные полосы), что свежий фосфогипс, отобранный с цеха ЭФК 2, содержит преимущественно гипс, а также кварцит и мелкодисперсный ангидрит (розовые полосы), тогда как в отлежавшемся фосфогипсе, отобранном с отвала №1, отсутствует ангидрит.



a



b

Рисунок 7 – Рентгенограмма проб фосфогипса с цеха ЭФК 2 (а) и с отвала 1 (б)

Полученные данные подтверждаются результатами ИК-Фурье спектроскопии (Рисунок 8). На ИК-спектре наблюдаются характерные полосы поглощения в области $1090\text{--}1100\text{ см}^{-1}$, которые идентифицируют присутствие сульфат-ионов, а в области $3400\text{--}3500\text{ см}^{-1}$ соответствуют кристаллизационной воде, присутствующей в фосфогипсе.

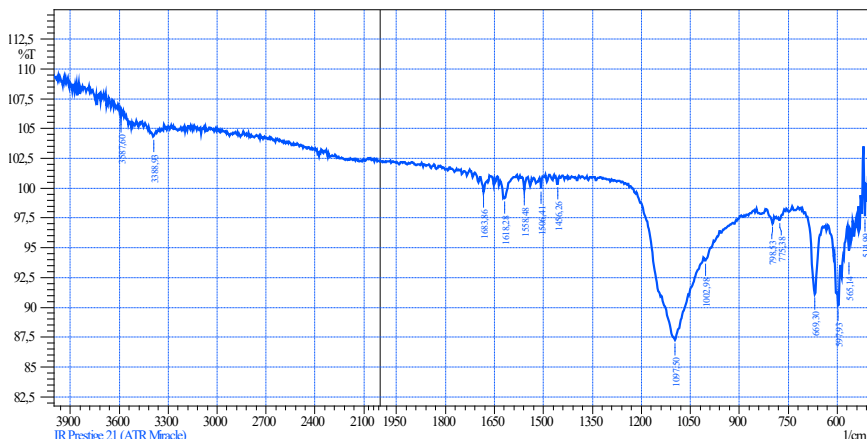


Рисунок 8 – ИК-Фурье спектрограмма образца фосфогипса

Согласно данным, полученным рентген-флуоресцентным анализом, содержание фосфора в анализируемых образцах ФГ находится в интервале $1,0\text{--}1,5\%$ P_2O_5 (Таблица 4). Следует отметить, что содержание всех примесных компонентов в фосфогипсе, отобранном в отвале, таких как MgO , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , Na_2O и K_2O , значительно выше данных показателей для ФГ, отобранного с фильтра в цехе ЭФК 2.

Таблица 4 — Рентген-флуоресцентный анализ состава фосфогипса

Проба фосфогипса	Содержание компонентов, %								
	P_2O_5	CaO	н.о. (SiO_2)	MgO	Fe_2O_3	Al_2O_3	SO_3	Na_2O	K_2O
С цеха ЭФК 2	1,085	30,53	5,97	0,037	0,17	0,32	41,51	0,12	0,18
С отвала 1	1,32	26,55	15,57	0,09	0,37	0,74	33,64	0,90	0,35

Установленный химический состав образцов фосфорита и фосфогипса подтверждается элементным анализом, определенным на растровом электронном микроскопе (Таблица 5).

Таблица 5 — Элементный состав проб фосфорита и фосфогипса

Содержание, %		Химический состав фосфорита и фосфогипса				
Элемент	В пересчете на оксиды	Фосфоритная мука с цеха			Фосфогипс	
		ЭФК 1	ЭФК 2	КОФ	Свежий с ЭФК 2	Отлежавший с отвала 1
Na	Na ₂ O	0,38	0,46	0,35	0	0,16
Mg	MgO	2,1	1,85	1,83	0	0,00
Al	Al ₂ O ₃	1,87	1,72	2,04	0,51	0,76
Si	SiO ₂	9,54	8,91	16,93	5,53	12,73
P	P ₂ O ₅	24,35	23,64	22,01	0,64	1,26
S	SO ₃	1,35	1,3	0,88	41,25	35,6
K	K ₂ O	0,61	0,57	0,63	0,16	0,28
Ca	CaO	39,94	37,17	33,32	30,38	26,45
Fe	Fe ₂ O ₃	1,51	1,17	1,27	0,3	0,54

Результаты проведенного исследования разложения фосфатного сырья разного состава и последующего фильтрования образующейся фосфорнокислотной суспензии показывают, что состав фосфатного сырья и режим экстракции существенно влияют на коэффициент разложения и производительность фильтрования (Таблица 6).

Таблица 6 — Влияние состава фосфоритов на производительность фильтрования фосфогипса и выход фильтрата

№	Фосфорит с цеха	Содержание в фосфорите P ₂ O ₅ общ., %	Содержание в кислоте P ₂ O ₅ общ., %	Производительность фильтрования, кг/(м ² ·ч).		
				по влажному неотмытому осадку	по влажному отмытому осадку	по сухому осадку
1	ЭФК 1, дигидратный режим	27,41	28,96	348,38	239,09	95,33
2	ЭФК 2, полугидратный режим	27,52	27,95	290,22	203,51	80,22
2	КОФ	24,40	17,04	219,36	137,79	56,49

При переработке фосфоритной муки, отобранной в цехе ЭФК в дигидратном режиме, достигнуты максимальные показатели фильтрования: производительность фильтрования по влажному неотмытому осадку составляет 348,38 кг/(м²·ч), тогда как для фосфорита, отобранного в цехе КОФ, с низким содержанием P₂O₅ (24,4%) и повышенным содержанием нерастворимого остатка данный показатель намного ниже и не достигает 220 кг/(м²·ч), что связано с образованием труднорастворимых монолитных комков некристаллической структуры, ухудшающих фильтруемость фосфогипса. Образование такого побочного продукта приводит к потерям фосфора и снижению фильтруемости сульфата кальция. Аналогичная зависимость наблюдается и для производительности фильтрования по влажному отмытому и сухому осадку.

Сравнение технологических режимов показало, что проведение процесса в дигидратном режиме обеспечивает образование крупных кристаллов гипса, которые легче фильтруются и отмываются, тогда как в полугидратном высокотемпературном режиме (95-100°C) данный показатель снижается до 290 кг/(м²·ч) за счет образования мелкодисперсного ангидрита, который забивает поры фильтра. Режим разложения фосфоритной муки и ее состав также влияют на производительность фильтрования и на концентрацию получаемой кислоты. ЭФК, полученная разложением фосфорита с цеха КОФ, имеет концентрацию 17,04%, что в 1,7 раза ниже, чем ЭФК, полученная в чистом дигидратном режиме.

Обсуждение. Полученные результаты показывают, что исследуемые пробы фосфоритов относятся к рядовым фосфатным рудам, которые содержат фторапатит, кварцит, доломит и кальцит. Сопоставление результатов РФА, ИК-спектроскопии и РФЛ-анализа подтверждает достоверность установленного минерального и химического состава проб. Однако повышенное содержание SiO₂ в образце фосфорита с КОФ указывает на значительную долю нерастворимого остатка, и это может негативно влиять на фильтрующие свойства фосфорнокислотной суспензии.

Основными показателями процесса сернокислотного разложения фосфоритной муки являются коэффициент разложения сырья и коэффициент отмывки фосфогипса. Для всех проб фосфорита достигнута максимальная, более 99%, отмывка фосфогипса от фосфорной кислоты. Снижение коэффициента разложения фосфорита с повышенным содержанием н.о. связано с присутствием кремнеземистых примесей. Повышенное содержание кремнезёма и алюмосиликатных минералов может способствовать образованию плотных нерастворимых агрегатов в процессе сернокислотного разложения фосфатного сырья, т.е. приводит к периодическому формированию нерастворимых комков при высокотемпературном процессе в полугидратном режиме сернокислотного разложения фосфатного сырья в цехе ЭФК.

Образование плотных нерастворимых отложений при разложении фосфорита с цеха КОФ подтверждает существенное влияние минерального состава фосфатного сырья на технологические показатели процесса получения экстракционной фосфорной кислоты. Полученные результаты образцов отложений свидетельствуют о формировании сложной минеральной системы, которые содержат преимущественно гипс и ангидрит и труднорастворимые фосфатные соединения минерала арроджадита (KFe).

Присутствие ангидрита связано, очевидно, с высокотемпературным режимом (95-100°C), что приводит к формированию мелких кристаллов осадка ангидрита. Наличие арроджадита (KFe) в составе $\text{KNa}_3(\text{CaNa}_2)\text{Fe}^{2+}_{13}\text{Al}(\text{PO}_4)_{11}(\text{PO}_3\text{OH})(\text{OH})_2$ и алюмо-кислород-фосфорной групп (Al-O-P) приводит к потерям фосфора и снижению фильтруемости сульфата кальция. Кроме того, за счет высокого содержания примесей ионов Al^{3+} и Fe^{3+} изменяется морфология кристаллов сульфата кальция с образованием фторкомплексных ионов, которые сорбируются на краю граней кристаллов и обуславливают формирование полугидратных кристаллов, легко срастающихся в агломераты (Pozin, 1983).

Образцы фосфогипса демонстрируют стабильный минеральный состав, в котором преобладают гипс, кварцит и ангидрит. Результаты указывают на различие в минеральном составе свежего и отлежавшегося фосфогипса, что связано с условиями их хранения. Отсутствие ангидрита в отлежавшемся фосфогипсе вызвано гидратацией фосфогипса при длительном хранении на открытом воздухе. ИК-Фурье спектроскопические данные подтверждают гидратированное состояние фосфогипса. Повышенное содержание примесных оксидов в отвальном фосфогипсе связано с длительным процессом хранения продукта в отвале на открытом воздухе, приводящим к сушке и испарению влаги из ФГ и, следовательно, к увеличению содержания остальных компонентов. Для основного компонента гипса, представляющего дигидрат сульфата кальция, наоборот, содержание CaO и SO_3 в фосфогипсе с отвала значительно ниже этих показателей для влажного продукта, поскольку при длительном вылеживании начинается разложение кристаллогидрата с обезвоживанием соли, и, следовательно, содержание безводной соли снижается.

В производстве ЭФК стадия фильтрования является лимитирующей, от нее зависит общая производительность функционирования системы. Полученные результаты свидетельствуют о том, что как состав фосфатного сырья, так и режим разложения оказывают заметное влияние на фильтрующие свойства фосфогипса и степень разложения сырья и, как следствие, на эффективность всего технологического процесса.

Заключение. Экспериментальное исследование влияния состава фосфоритов и технологического режима экстракции на эффективность сернокислотного разложения сырья показало, что увеличение содержания в нем кварцита приводит к снижению коэффициента разложения и периодическому формированию нерастворимых спекшихся агрегатов в виде минерала арроджадита (KFe). Установлено, что высокотемпературный полугидратный режим вызывает образование мелких кристаллов ангидрита наряду с крупнодисперсным гипсом, которые забивают поры фильтра и снижают производительность фильтрования фосфорно-кислотной суспензии. На основании результатов исследования предложен оптимальный дигидратный режим получения ЭФК при температурах 65–80°C с содержанием в сырье кварцита не более 15%, способствующий существенному улучшению фильтрующих свойств фосфогипса, снижению потерь фосфора с нерастворимыми примесями и повышению производительности всего производства экстракционной фосфорной кислоты.

References

- Dong W., Sun N., Deng X., Chen Z., Zhang Y., Chi R. and Hua L. (2024). Study on the occurrence state of main components of phosphogypsum dihydrate and its impurity distribution. *RSC Adv.*, 14. <https://doi.org/10.1039/D4RA03273J> (in Eng.)
- Mar S., Okazaki M. (2012). Investigation of Cd contents in several phosphate rocks used for the production of fertilizer. *Microchem. J.*, 104. — P. 17–21. <https://doi.org/10.1016/j.microc.2012.03.020> (in Eng.)
- Abilkasova S., Akhmetova S., Kalimoldina L., Suleimenova M., Berkinbayeva A., Kabulova G. (2025). Study on the Purification Process of Phosphoric Acid Using Organic Solvents: A Case of Wet-process

Phosphoric Acid Based On Karatau Phosphorites. The Open Chemical Engineering Journal, 19. <https://doi.org/10.2174/0118741231376942250418090353>(in Eng.)

U.S. Geological Survey, (2025), Mineral commodity summaries 2025: U.S. Geological Survey. — 212 p. <https://doi.org/10.3133/mcs2025> (in Eng.)

Turgumbaeva K., Beysekova T.I., Lapshina I.Z. Razrabotka tehnologii kompleksnoj pererabotki tverdiy othodov proizvodstva mineralnykh udobreniy v celevie produkti [Development of a technology for the integrated processing of solid waste from the production of mineral fertilizers into target products] Research report (final). Almaty: KazNTU, 2014. (in Russian)

Khalil F., Pagnanelli F., & Moscardini E. (2025) Phosphogypsum as the Secondary Source of Rare Earth Elements. Sustainability, 17(19). — 8828 p. <https://doi.org/10.3390/su17198828> (in Eng.)

Ryszko U., Rusek P., & Kołodzyńska D. (2023) Quality of Phosphate Rocks from Various Deposits Used in Wet Phosphoric Acid and P-Fertilizer Production. *Materials*, 16(2). — 793 p. <https://doi.org/10.3390/ma16020793> (in Eng.)

Guan Q., Sui Y., Yu W., Bu Y., Zeng C., Liu C., Zhang Z., Gao Z., & Chi R. (2022) Deep removal of phosphorus and synchronous preparation of high-strength gypsum from phosphogypsum by crystal modification in NaCl-HCl solutions. Separation and Purification Technology. DOI:10.1016/j.seppur.2022.121592(in Eng.)

Bouargane B., Laaboubi K., Biyoune M.G.et al. (2023) Effective and innovative procedures to use phosphogypsum waste in different application domains: review of the environmental, economic challenges and life cycle assessment. J Mater Cycles Waste Manag 25. — P. 1288–1308. <https://doi.org/10.1007/s10163-023-01617-8> (in Eng.)

Seraya N., Litvinov V., Daumova G., Zhusipov N., Idrisheva Z., & Aubakirova R. (2023) Production Waste Management: Qualitative and Quantitative Characteristics and the Calculation of the Hazard Class of Phosphogypsum. Processes, 11(10). — 3033 p. <https://doi.org/10.3390/pr11103033>(in Eng.)

Zhu G., Yang Y., He L., Li H., Meng Z., Zheng G., Li F., Su X., Xi B., & Li Z. (2023) Novel Synergistic Process of Impurities Extraction and Phosphogypsum Crystallization Control in Wet-Process Phosphoric Acid. ACS omega, 8(31), 28122–28132. <https://doi.org/10.1021/acsomega.3c01168> (in Eng.)

Dong W., Chi R., Guo W., Deng X., Chen Z., & Chen H. (2024) Study on Mechanisms for Improving Quality and Whiteness of Phosphogypsum Based on Process Mineralogy Analysis. *Minerals*, 14(5). — 471 p. <https://doi.org/10.3390/min14050471>(in Eng.)

Zhang L., Wang B., Ying D., Liu Y., Hua Q., Liu L., & Tang J. (2019) Effect of the Impurity Ions on the Crystallization of Urea Phosphate. International Journal of Chemical Reactor Engineering, 17(10). <https://doi.org/10.1515/ijcre-2018-0275> (in Eng.)

Mao X., Song X., Lu G., Sun Y., Xu Y., & Yu J. (2014) Effects of Metal Ions on Crystal Morphology and Size of Calcium Sulfate Whiskers in Aqueous HCl Solutions. Industrial & Engineering Chemistry Research, 53(45), 17625–17635. <https://doi.org/10.1021/ie5030134> (in Eng.)

Yang L., Wu Z., Guan B., Fu H., & Ye Q. (2009) Growth rate of α -calcium sulfate hemihydrate in K–Ca–Mg–Cl–H₂O systems at elevated temperature. Journal of Crystal Growth, 311(20). — P. 4518–4524. <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2009.08.013> (in Eng.)

Ben Ahmed S., Tlili M.M., Amami M., & Ben Amor M. (2014) Gypsum Precipitation Kinetics and Solubility in the NaCl–MgCl₂–CaSO₄–H₂O System. Industrial & Engineering Chemistry Research, 53(23). — P. 9554–9560. <https://doi.org/10.1021/ie5004224> (in Eng.)

Abdelouahhab, M., Manar, S., & Benhida, R. (2022). Optimization and evaluation of the effect of impurities on phosphoric acid process performance using design of experiments. Results in Engineering, 15, 100501. <https://doi.org/10.1016/j.rineng.2022.100501> (in Eng.)

Moldabekov Sh.M., Sarsenbieva R.K., Karataeva G.E., & Anarbaev A.A. (2006). Metodicheskie ukazaniya k vypolneniyu laboratornykh rabot po discipline «Himicheskaya tehnologiya neorganicheskikh veshchestv» [Guidelines for laboratory work in the discipline "Chemical technology of inorganic substances"] Shymkent: YuKGU im. M. Auezova. — 105 p. (in Russian)

Pozin T.M. (1983) Tehnologiya mineralnykh udobrenij [Technology of mineral fertilizers] Leningrad: Chemistry. — 336 p. (in Russian)

© Suleimenova M.^{1*}, Jumadilov T.^{1,2}, Gražulevičius J.³, 2026.

¹Abai Kazakh National Pedagogical University, Almaty, Kazakhstan;

²JSC A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences, Almaty, Kazakhstan;

³Kaunas University of Technology, Kaunas, Lithuania.

E-mail: suleimenova.me@gmail.com

SELECTIVE SORPTION OF GOLD AND IRON IONS FROM CYANIDE SOLUTIONS USING LEWATIT(H⁺)–AV-17-8(OH⁻) AND LEWATIT(Na⁺)–AV-17-8(Cl⁻) INTERPOLYMER SYSTEMS

Suleimenova Meruyert — PhD student, Abai Kazakh National Pedagogical University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: suleimenova.me@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0003-0773-2450>;

Jumadilov Talkybek — Head of the Laboratory of Polymer Synthesis and Physicochemistry, Doctor of Chemical Sciences, Professor, A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences JSC, Abai Kazakh National Pedagogical University Almaty, Kazakhstan,

E-mail: jumadilov@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9505-3719>;

Gražulevičius Juozas Vidas — Doctor of Chemical Sciences, Professor, Kaunas University of Technology, Kaunas, Lithuania,

E-mail: juozas.grazulevicius@ktu.lt, <https://orcid.org/0000-0002-4408-9727>.

Abstract. The scientific article presents the results of a study on the sorption and kinetic properties of Lewatit(H⁺)–AV-17-8(OH⁻) and Lewatit(Na⁺)–AV-17-8(Cl⁻) interpolpolymer systems for the extraction of gold and iron ions from cyanide solutions. The relevance of the study lies in the development of effective sorption systems capable of selectively extracting gold ions from cyanide solutions containing iron complexes. In the course of the study, interpolpolymer systems were prepared at different molar ratios, and sorption and desorption processes at various component ratios were investigated. The ionic composition of the solutions was determined by atomic emission spectroscopy (ThermoScientific iCAP PRO XP), while the interaction mechanism between the sorbent and metallocyanide complexes was studied using Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR). Sorption kinetics were analyzed using the pseudo-second-order model. The results showed that the Lewatit(H⁺)–AV-17-8(OH⁻) system exhibited higher distribution and selectivity coefficients for [Au(CN)₂]⁻ ions compared to the Lewatit(Na⁺)–AV-17-8(Cl⁻) system, especially at molar ratios of 4:2 and 1:5 ($\beta > 2.9$). Sorption kinetics were well described by the pseudo-second-order model (R^2

= 0.9896–0.9999). In the Lewatit(H⁺)–AV-17-8(OH⁻) system, k_2 values ranged from 0.016 to 0.520 g·mg⁻¹·h⁻¹, while in the Lewatit(Na⁺)–AV-17-8(Cl⁻) system they ranged from 0.055 to 0.658 g·mg⁻¹·h⁻¹. FTIR analysis showed that quaternary ammonium groups participate in the binding of metalcyanide complexes. Desorption experiments demonstrated that both systems were capable of regenerating [Au(CN)₂]⁻ ions with a high degree of efficiency (94.45–99.82%). The obtained results indicate that the Lewatit(H⁺)–AV-17-8(OH⁻) interpolymer system is capable of selectively sorbing gold ions in cyanide media containing iron complexes and confirm the scientific validity of further investigation of this system.

Keywords: interpolymer systems, selective sorption, sorption kinetics, cyanide solutions, pseudo-second-order model

For citations: Suleimenova M., Jumadilov T., Gražulevičius J. S Selective sorption of gold and iron ions from cyanide solutions using Lewatit(h⁺)–AV-17-8(OH⁻) and Lewatit(Na⁺)–AV-17-8(Cl⁻) interpolymer systems. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. — P. 305-318. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.379>

© Сулейменова М.^{1*}, Джумадилов Т.^{1,2}, Гражулявичюс Ю.³, 2026.

¹ Абай атындағы Қазақ ұлттық педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан;

² «Ә.Б. Бектұров атындағы Химия ғылымдары институты» АҚ,
Алматы, Қазақстан;

³ Каунас технологиялық университеті, Каунас, Литва.
E-mail: suleimenova.me@gmail.com

ЦИАНИДТІ ЕРІТІНДІЛЕРДЕН АЛТЫН МЕН ТЕМІР ИОНДАРЫН LEWATIT(H⁺)–AV-17-8(OH⁻) ЖӘНЕ LEWATIT(Na⁺)–AV-17-8(Cl⁻) ИНТЕРПОЛИМЕРЛІК ЖҮЙЕЛЕРІМЕН СЕЛЕКТИВТІ СОРБЦИЯЛАУ

Сулейменова Меруерт — PhD докторант, Абай атындағы Қазақ ұлттық педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: suleimenova.me@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0003-0773-2450>;

Джумадилов Талқыбек — Полимерлер синтезі және физика-химия зертханасының меңгерушісі, химия ғылымдарының докторы, профессор, «А.Б. Бектұров атындағы химия ғылымдары институты» АҚ, Абай атындағы Қазақ ұлттық педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан,
E-mail: jumadilov@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9505-3719>;

Гражулявичюс Юозас Видас — химия ғылымдарының докторы, профессор, Каунас технологиялық университеті, Каунас, Литва,
E-mail: juoas.grazulevicius@ktu.lt, <https://orcid.org/0000-0002-4408-9727>.

Аннотация. Ғылыми мақалада цианид ерітінділерінен алтын мен темір иондарын бөліп алу мақсатында Lewatit(H⁺)–AV-17-8(OH⁻) және Lewatit(Na⁺)–AV-17-8(Cl⁻) интерполимерлік жүйелерінің сорбциялық және кинетикалық қасиеттерін зерттеу бойынша нәтижелер келтірілген. Зерттеу жұмысының өзектілігі құрамында темір кешендері бар цианидті ерітінділерден алтын иондарын

селективті түрде бөліп алуға қабілетті тиімді сорбциялық интерполимерлі жүйелерді әзірлеу болып табылады. Жүргізілген зерттеу жұмысында интерполимерлік жүйелер әртүрлі мольдік қатынастарда дайындалды және компоненттердің әртүрлі мольдік қатынастарындағы сорбция және десорбция процестері қарастырылды. Ерітінділердің иондық құрамы атомдық-эмиссиялық спектроскопия (ThermoScientific iCAP PRO XP) әдісімен, ал сорбент пен металлоцианид кешендері арасындағы өзара әрекеттесу механизмі ИҚ-Фурье спектроскопиясы (FTIR) арқылы зерттелді. Сорбция кинетикасы псевдо-екінші ретті модель негізінде талданды. Нәтижелер Lewatit(H⁺)–AV-17-8(OH⁻) жүйесі Lewatit(Na⁺)–AV-17-8(Cl⁻) жүйесімен салыстырғанда [Au(CN)₂]⁻ иондары бойынша жоғары таралу және селективтілік коэффициенттерін көрсететінін анықтады, әсіресе 4:2 және 1:5 мольдік қатынастарында айқын байқалды ($\beta > 2,9$). Сорбция кинетикасы псевдо-екінші ретті (ПЕР) модельмен сипатталды ($R^2 = 0,9896–0,9999$). Lewatit(H⁺)–AV-17-8(OH⁻) жүйесінде k_2 мәндері 0,016-дан 0,520 г·мг⁻¹·сағ⁻¹, ал Lewatit(Na⁺)–AV-17-8(Cl⁻) жүйесінде 0,055-тен 0,658 г·мг⁻¹·сағ⁻¹ аралығында болды. ИҚ-спектрлік талдау төрттік аммоний топтарының металлоцианид кешендерін байланыстыруға қатысатынын көрсетті. Десорбция нәтижелері екі жүйенің де [Au(CN)₂]⁻ иондарын жоғары дәрежеде регенерациялай алатынын көрсетті (94,45 – 99,82%). Алынған нәтижелер Lewatit(H⁺)–AV-17-8(OH⁻) интерполимерлік жүйесінің темір кешендері бар цианидті ортада алтын иондарын селективті түрде сорбциялауға қабілетті екенін көрсетеді және аталған жүйені одан әрі зерттеудің ғылыми негізділігін растайды.

Түйін сөздер: интерполимерлік жүйелер, селективті сорбция, сорбция кинетикасы, цианид ерітінділері, псевдо-екінші ретті модель

© Сулейменова М.^{1*}, Джумадилов Т.^{1,2}, Гражулявичюс Ю.³, 2026.

¹ Казахский национальный педагогический университет им.Абая,

Алматы, Казахстан;

² АО «Институт химических наук им. А.Б. Бектурова», Алматы, Казахстан;

³ Каунасский технологический университет, Каунас, Литва.

mail: suleimenova.me@gmail.com

СЕЛЕКТИВНОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ ИОНОВ ЗОЛОТА И ЖЕЛЕЗА ИЗ ЦИАНИДНЫХ РАСТВОРОВ ИНТЕРПОЛИМЕРНЫМИ СИСТЕМАМИ LEWATIT(H⁺)–AV-17-8(OH⁻) И LEWATIT(Na⁺)–AV-17-8(Cl⁻)

Сулейменова Меруерт — PhD докторант, Казахский национальный педагогический университет им. Абая, Алматы, Казахстан,

E-mail: suleimenova.me@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0003-0773-2450>;

Джумадилов Талкыбек — заведующий лабораторией синтеза полимеров и физико-химии, доктор химических наук, профессор, АО «Институт химических наук им. А.Б. Бектурова», Казахский национальный педагогический университет им.Абая, Алматы, Казахстан,

E-mail: jumadilov@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9505-3719>;

Гражулявичюс Юозас Видас — доктор химических наук, профессор, Каунасский технологический университет, Каунас, Литва,

E-mail: juozas.grazulevicius@ktu.lt, <https://orcid.org/0000-0002-4408-9727>.

Аннотация. В статье представлены результаты исследования сорбционных и кинетических свойств интерполимерных систем Lewatit(H⁺)–AV-17-8(OH⁻) и Lewatit(Na⁺)–AV-17-8(Cl⁻), предназначенных для извлечения ионов золота и железа из цианидных растворов. Актуальность работы обусловлена необходимостью создания эффективных сорбционных систем, способных селективно извлекать золото из цианидных растворов, содержащих железосодержащие комплексы. В ходе исследования интерполимерные системы формировали при различных мольных соотношениях компонентов, после чего изучали процессы сорбции и десорбции. Ионный состав растворов определяли методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой на приборе Thermo Scientific iCAP PRO XR. Механизм взаимодействия сорбентов с металлоцианидными комплексами исследовали методом ИК-спектроскопии с преобразованием Фурье (FTIR). Кинетику сорбции анализировали с использованием модели псевдовторого порядка. Установлено, что система Lewatit(H⁺)–AV-17-8(OH⁻) характеризуется более высокими коэффициентами распределения и селективности по отношению к ионам [Au(CN)₂]⁻ по сравнению с системой Lewatit(Na⁺)–AV-17-8(Cl⁻), особенно при мольных соотношениях 4:2 и 1:5 ($\beta > 2,9$). Кинетические данные хорошо описываются моделью псевдовторого порядка ($R^2 = 0,9896–0,9999$). Для системы Lewatit(H⁺)–AV-17-8(OH⁻) значения k_2 изменялись в пределах 0,016–0,520 г·мг⁻¹·ч⁻¹, тогда как для системы Lewatit(Na⁺)–AV-17-8(Cl⁻) – 0,055–0,658 г·мг⁻¹·ч⁻¹. ИК-спектральный анализ показал участие четвертичных аммониевых групп в связывании металлоцианидных комплексов. Эксперименты по десорбции подтвердили, что обе системы способны регенерировать ионы [Au(CN)₂]⁻ с высокой эффективностью – 94,45–99,82 %. Полученные результаты свидетельствуют о перспективности интерполимерной системы Lewatit(H⁺)–AV-17-8(OH⁻) для селективного извлечения золота из цианидных растворов, содержащих комплексы железа.

Ключевые слова: интерполимерные системы, селективная сорбция, цианидные растворы, золото, железо, металлоцианидные комплексы, кинетика сорбции, модель псевдовторого порядка

Кіріспе. Алтын электроника, есептеуіш техника, денсаулық сақтау және агроарыш өнеркәсібі сияқты жоғары технологиялық салаларда кеңінен қолданылады. Бұл металдың ерекше маңыздылығы оның жоғары электрөткізгіштігімен, пластикалылығымен, коррозияға төзімділігімен және каталикалық белсенділігімен анықталады (Cai et al., 2025). Байытылмайтын ұсақ алтын кендерін өндеуде гидрометаллургиялық технологиялар кеңінен қолданылады. Гидрометаллургиялық өндеудің негізі ретінде алтынды сілтілік және сілтілік-жер металдарының цианид ерітінділерінде тотықтырғыштар қатысында еріту процесі қарастырылады. Цианидті шаймалау процесі оттегінің қатысуымен сілтілі ортада алтынның цианид иондарымен кешен түзуіне негізделеді, бұл төменде келтірілген реакция арқылы сипатталады (Birich et al., 2019; Neag et al., 2021).



Цианирлеу процесінен кейін ерітіндіге өткен алтынды өнеркәсіпте белсендірілген көмірде адсорбциялау арқылы бөліп алады (Barzack et al., 2015). Адсорбциядан кейін қаныққан белсендірілген көмір алтынды десорбциялау сатысына жіберіледі. Алайда, белсендірілген көмір, жоғары сорбциялық сыйымдылығы мен жылдам кинетикалық сипаттамаларына қарамастан, бірқатар кемшіліктерге ие, соның ішінде көп компонентті цианид ерітінділеріндегі шектеулі селективтілігі, механикалық деградацияға бейімділік және энергияны талап ететін регенерацияның қажеттілігі, бұл жоғары селективтілігі мен пайдалану тұрақтылығы бар балама сорбенттерді әзірлеудің өзектілігін көрсетеді (Tarfuma et al., 2026).

Көптеген кендерде алтын темірқұрамды минералдармен, атап айтқанда пирит, пирротин және арсенопиритпен тығыз ассоциацияда кездеседі (Bas et al., 2018). Сондықтан құрамында темір иондары бар көпкомпонентті жүйелерден Au(I)-ді селективті түрде бөліп алу күрделі мәселе болып табылады, өйткені Fe(II) иондарының болуы сорбция тиімділігін төмендетіп, компоненттерді бөлуді қиындатады және процестің технологиялық көрсеткіштерін нашарлатуы мүмкін (Mondal et al., 2026).

Әдеби шолу. Ионалмастырғыш шайырлар алтынды бөліп алу үдерісінде қолданылатын материалдардың бірі болып табылады, себебі олар жоғары алмасу сыйымдылығымен, химиялық тұрақтылығымен және агрессивті ортада регенерациялану мүмкіндігімен ерекшеленеді. Катионалмастырғыш және анионалмастырғыш матрицаларды қолдану арқылы жасалынатын интерполимерлік жүйелер сорбциялық қасиеттерін өзгерту мүмкіндігімен ерекшеленеді. Соңғы зерттеулерге сәйкес, мұндай жүйелерде қашықтан өзара әрекеттесу әсері, полимер тізбектерінің өзара активтенуі және функционалдық топтардың қолжетімділігінің өзгеруі байқалған, бұл олардың алтын иондарымен әрекеттесу ерекшеліктеріне әсер етеді (Biswas et al., 2026; Marin et al., 2024; Jumadilov et al., 2025).

Алтынды темірден селективті түрде бөліп алу мәселесі күрделі минералдық және техногендік шикізатты өңдеу кезінде ерекше маңызға ие, өйткені темір алтынмен қатар жүретін негізі компоненттердің бірі болып табылады. Ионалмастырғыш материалдарды қолдану алтынды бөліп алудың селективтілігін арттыруға мүмкіндік беретіні көрсетілген, алайда процестің тиімділігі сорбент табиғатына, жүйе компоненттерінің арақатынасына және десорбция жағдайларына едәуір тәуелді.

Зерттеуде Fe(II) иондарының қатысында Au(I) иондарын селективті бөліп алу үшін Lewatit(H⁺)–AV-17-8(OH⁻) және Lewatit(Na⁺)–AV-17-8(Cl⁻) негізіндегі интерполимерлік жүйелерді қолдану мүмкіндігі зерттелді және екі жүйенің тиімділігі салыстырылды. Жұмыста жүйе компоненттерінің мольдік арақатынасының сорбциялық сыйымдылыққа, селективтілікке, кинетикаға және алтынның десорбция тиімділігіне әсеріне назар аударылды. Мұндай тәсіл асыл металдардың селективті сорбциясы механизмдері туралы түсінікті кеңейтуге мүмкіндік береді және алтынқұрамды гидрометаллургиялық ерітінділерді өңдеудің жаңа технологияларын әзірлеуде қолданылуы мүмкін.

Материалдар мен зерттеу әдістері.

Интерполимерлік жүйелерді алу үшін Lewatit(H⁺) және AV-17-8(OH⁻), сондай-ақ Lewatit(Na⁺) және AV-17-8(Cl⁻) ионалмастырғыштары таңдалды. Иониттер алдын ала берілген мольдік қатынастарда (6:0, 5:1, 4:2, 3:3, 2:4, 1:5 және 0:6) дайындалып, жалпы мөлшері тұрақты сақталды. Иониттер арасындағы арақашықтық ерітінді ортасында қашықтан әрекеттесу процесінің жүруін қамтамасыз етті. Сорбция процесі құрамында 30 мг/л $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ және 30 мг/л $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ бар модельді ерітінділерде жүргізілді. Сынамалар келесі уақыт аралықтарында алынды: 0,5; 1; 2,5; 24; 48 сағат. Ерітінді көлемі 200 мл құрады. 48 сағаттан кейін иониттер десорбция процесі үшін ерітіндіден бөлініп алынды. Ерітіндідегі алтын мен темірдің қалдық концентрациялары толқын ұзындығы 167.021–852.145 нм аралығында жұмыс жасайтын және өлшеу қателігі 1%-дан аспайтын индуктивті байланысқан плазмалы оптикалық эмиссиялық спектроскопия (ICP-OES) әдісімен ICAP PRO XP спектрометрінде (Thermo Fisher Scientific, Уинсфорд, Ұлыбритания) анықталды. Полимерлердің құрылымдық сипаттамаларын зерттеу үшін функционалдық топтарды анықтауға арналған ИҚ-Фурье спектроскопиясы (FTIR) қолданылды.

Эксперименттік деректерді өңдеу.

Интерполимерлік жүйелердің сорбциялық қасиеттерін анықтау үшін металл иондарының сорбциялану дәрежесі, таралу коэффициенті және селективтілік коэффициенттері есептелді. Металдардың сорбциялану дәрежесі (η , %) келесі теңдеу бойынша анықталды:

$$\eta = \frac{(C_0 - C_e)}{C_0} \times 100 \quad (1)$$

мұндағы: C_0 – ерітіндідегі металл ионының бастапқы концентрациясы, мг/л; C_e – металл иондарының ерітіндідегі қалдық концентрациясы, мг/л.

Ионның ерітіндімен ионалмастырғыш шайыр арасында таралу коэффициенті (K_d) төмендегі формула бойынша есептелді:

$$K_d = \frac{(C_0 - C_e)}{C_0} \times \frac{V}{m} \quad (3)$$

мұндағы: C_0 – металл ионының бастапқы концентрациясы, мг/л; C_e – металл иондарының ерітіндідегі қалдық концентрациясы, мг/л. V – ерітінді көлемі, л; m – сорбент массасы, г.

Интерполимерлік жүйенің алтын иондарына селективтілігі селективтілік коэффициенті арқылы анықталды:

$$\beta = \frac{K_d(\text{Au})}{K_d(\text{Fe})} \quad (4)$$

мұндағы: $K_d(\text{Au})$ және $K_d(\text{Fe})$ – сәйкесінше алтын мен темір иондарының таралу коэффициенттері. Егер $\beta > 1$ болса жүйенің алтынға деген басым селективтілігін көрсетеді, ал $\beta < 1$ мәні темір иондарының алтынмен салыстырғанда артық сорбциялануын білдіреді.

Сорбция кинетикасын сипаттау үшін псевдо-бірінші ретті (ПБР) және псевдо-екінші ретті (ПЕР) кинетикалық модельдер пайдаланылды.

Псевдо-бірінші ретті моделі үшін келесі формула пайдаланылды:

$$q_t = q_e (1 - \exp(-k_1 t)) \quad (5)$$

мұндағы: q_t – уақыт мезетіндегі сорбциялық сыйымдылық, мг/г; q_e – тепе-теңдік сорбциялық сыйымдылық, мг/г; k_1 – псевдо-бірінші ретті модельдің жылдамдық константасы, $\text{г} \times \text{мг}^{-1} \times \text{сағ}^{-1}$; t – сорбция уақыты.

Псевдо-екінші ретті моделі үшін келесі формула пайдаланылды:

$$q_t = \frac{k_2 q_e^2 t}{1 + k_2 q_e t} \quad (6)$$

мұндағы: q_t – уақыт мезетіндегі сорбциялық сыйымдылық, мг/г; q_e – тепе-теңдік сорбциялық сыйымдылық, мг/г; k_2 – псевдо-екінші ретті модельдің жылдамдық константасы, $\text{г} \times \text{мг}^{-1} \times \text{сағ}^{-1}$; t – сорбция уақыты.

Металдардың десорбциясы.

Десорбция процесі 2%-дық күкірт қышқылы және 9%-дық тиомочевина қоспасынан тұратын ерітіндімен жүргізілді. $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ және $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ иондарының десорбциялану дәрежесі келесі формулаға сәйкес есептелді:

$$R = \frac{m_{\text{desorp}}}{m_{\text{sorp}}} \times 100 \quad (7)$$

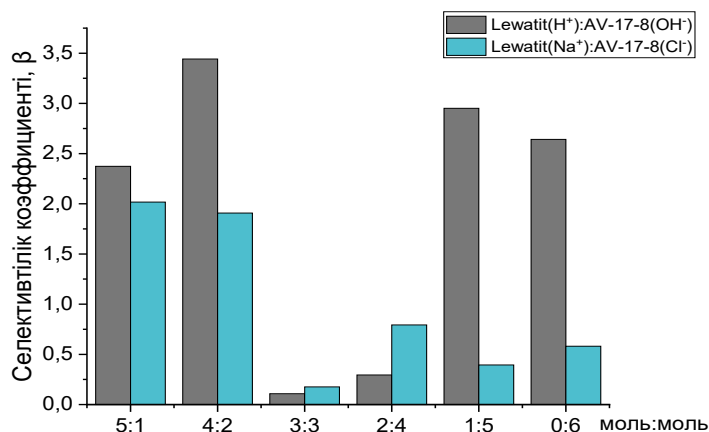
мұндағы: m_{sorp} – сорбция процесінен кейінгі сорбцияланған метал иондарының массасы, мг; m_{desorp} – ерітіндіге десорбцияланған иондардың массасы, мг.

Зерттеу нәтижелері және талқылау.

Lewatit(H⁺)–AV-17-8(OH⁻) және Lewatit(Na⁺)–AV-17-8(Cl⁻) интерполимерлік жүйелері негізіндегі сорбция нәтижелері. Lewatit(H⁺)–AV-17-8(OH⁻) және Lewatit(Na⁺)–AV-17-8(Cl⁻) интерполимерлік жүйелерінің сорбциялық қасиеттерін салыстыру нәтижелері екі жүйеде де $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ және $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ иондарының сорбциялану дәрежесі уақыттың артуымен жоғарылайтынын көрсетті. Сорбция нәтижелерін салыстыру барысында екі жүйеде де AV-17-8 үлесінің ұлғаюы $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ мен $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ бөліп алу дәрежесінің өсуімен қатар жүретіні анықталды. Жеке Lewatit(H⁺) сорбентінің 6:0 мольдік қатынасындағы сорбциялық белсенділігінің төмен болуы оның күшті қышқылды катионалмастырғыш H⁺-формасы болуымен түсіндіріледі, ал зерттелетін $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ мен $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ аниондық сипатқа ие болғандықтан катионитпен әрекеттесуі шектелген (Dizge et al., 2009). Алғашқы сағаттарда сорбция қарқынды жүріп, 24–48 сағат аралығында тепе-теңдік күйіне жақындады. Lewatit(H⁺)–AV-17-8(OH⁻) жүйесінде AV-17-8 үлесінің артуымен $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ иондарының сорбциялану дәрежесі едәуір жоғарылап, 4:2 арақатынасында 48 сағаттан кейін 97,29%-ға жетті. Сонымен қатар, 2:4, 1:5 және 0:6 арақатынастарында да алтынның жоғары

дәрежеде сорбциялануы байқалды. $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ иондары да жоғары дәрежеде сорбцияланғанымен, таралу және селективтілік коэффициенттерінің нәтижелері бұл жүйенің $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ иондарына қатысты артықшылыққа ие екенін көрсетті. Lewatit(Na^+)-AV-17-8(Cl^-) жүйесінде $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ иондарының сорбциялану дәрежесі уақыт өте жоғары мәндерге жеткенімен, көптеген арақатынастарда $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ иондарының қатар сорбциялануы байқалды. Нәтижесінде бұл жүйе үшін алтын мен темір кешендерінің бөліну тиімділігі төменірек болды.

$[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ және $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ иондарының таралу және селективтілік коэффициенттері. Lewatit(H^+)-AV-17-8(OH^-) және Lewatit(Na^+)-AV-17-8(Cl^-) интерполимерлік жүйелері үшін селективтілік коэффициенттерінің мәндері 1-суретте көрсетілген. Таралу коэффициенттерін салыстыру нәтижелері Lewatit(H^+)-AV-17-8(OH^-) интерполимерлік жүйесінде $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ иондарының сорбциясы басым жүретіні байқалды. Бұл жүйе үшін селективтілік коэффициентінің β ең жоғары мәндері 4:2 және 1:5 арақатынастарында байқалды, бұл алтынның цианидті кешендерінің темірдің ферроцианидті кешендерімен салыстырғанда тиімдірек сорбцияланатынын көрсетеді. Ал 3:3 және 2:4 арақатынастарында β коэффициентінің 1-ден төмен болуы $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ иондарының салыстырмалы түрде басым сорбцияланатынын білдіреді. Lewatit(Na^+)-AV-17-8(Cl^-) жүйесі үшін селективтілік коэффициентінің β мәндері жалпы алғанда төмен болды. β ең жоғары мәндері 5:1 және 4:2 арақатынастарынла тіпкелді. Ал 1:5 және 0:6 арақатынастарында $\beta = 0,394$ және $0,581$ құрап, $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ иондарының басым сорбцияланатынын көрсетті. Lewatit(H^+)-AV-17-8(OH^-) жүйесінде байқалған жоғары $K_d(\text{Au})$ мәндері қышқылды және негізді иониттердің қашықтан өзара әсерлесуі нәтижесінде функционалдық топтардың иондану дәрежесінің артуымен және OH^- -формасындағы AV-17-8 сорбентінде аниондық алтын кешендерінің алмасу процесінің жеңілдеуімен байланысты болуы мүмкін.



Сурет 1 — Lewatit(H^+)-AV-17-8(OH^-) және Lewatit(Na^+)-AV-17-8(Cl^-) интерполимерлік жүйелерінің $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ ионына селективтілік коэффициенттері.

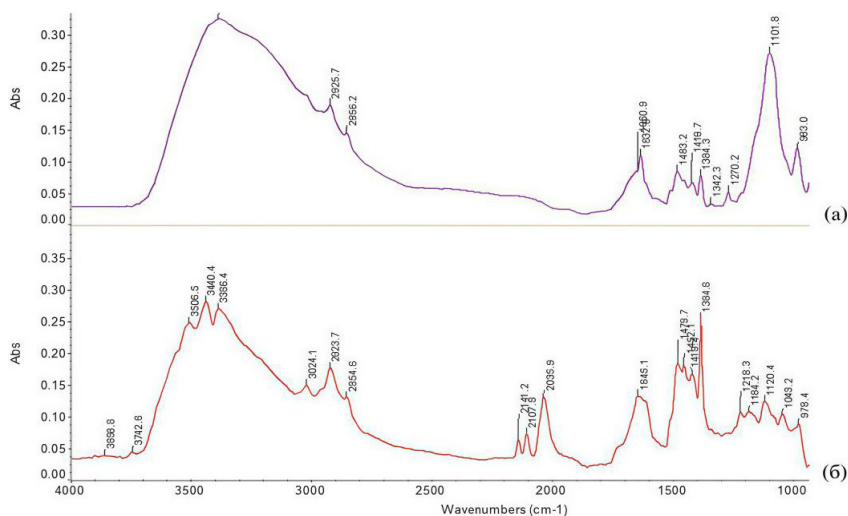
Lewatit(H)-AV-17-8(OH) және *Lewatit(Na)-AV-17-8(Cl)* интерполимерлік жүйелері үшін кинетикалық зерттеулер нәтижесі. Псевдо-бірінші ретті кинетикалық модельдің нәтижелері аппроксимациялық параметрлерінің мәндері өте төмен болғандықтан мақалада көрсетілмеді. Сондықтан сорбция кинетикасын одан әрі талқылау псевдо-екінші ретті кинетикалық моделі арқылы сипатталды. 1-кестеде көрсетілген мәндерге сәйкес, екі жүйе үшін де тепе-теңдік сорбциялық сыйымдылықтың есептелген мәндері $q_e^{\text{есеп}}$ тәжірибелік мәндермен $q_e^{\text{тәж}}$ жақсы сәйкескелетіні анықталды, бұл псевдо-екінші ретті модельдің сорбция кинетикасын сипаттауға жоғары қолданылымдылығын көрсетеді. *Lewatit(H)-AV-17-8(OH)* жүйесі үшін $q_e^{\text{тәж}}$ мәндері 26,81-ден 21,11 мг/г-ға дейін өзгереді, ал сәйкес $q_e^{\text{есеп}}$ мәндері 28,33-тен 21,14 мг/г-ға дейін құрайды, ал детерминация коэффициенттері 0,9896–0,9999 аралығында орналасады. *Lewatit(Na⁺)-AV-17-8(Cl⁻)* жүйесі үшін де сорбциялық сыйымдылықтың тәжірибелік және есептелген мәндерінің жақын сәйкестігі байқалады: $q_e^{\text{тәж}}$ 17,30–29,41 мг/г құрайды, ал $q_e^{\text{есеп}}$ - 17,70–29,41 мг/г, R^2 мәндері 0,9997–0,9999 аралығында. Алынған деректер псевдо-екінші ретті модельдің екі зерттелген интерполимерлік жүйедегі сорбция кинетикасын жақсы сипаттайтынын көрсетеді. *Lewatit(H)-AV-17-8(OH)* жүйесі үшін k_2 жылдамдық константасы 5:1 қатынасынан 0:6 қатынасына өткенде 0,016-дан 0,520 г/(мг·сағ)-ға дейін артады, бұл AV-17-8(OH) үлесінің ұлғаюымен сорбция процесінің жылдамдауын білдіреді. Ұқсас үрдіс *Lewatit(Na)-AV-17-8(Cl)* жүйесі үшін де байқалады, мұнда k_2 мәндері 0,055-тен 0,658 г/(мг·сағ)-ға дейін артады. Алынған нәтижелер сорбция процесінің сорбенттің белсенді орталықтарында жүретіні және сорбцияланатын иондар мен интерполимерлік жүйенің функционалдық топтары арасындағы хемосорбциялық әрекеттесумен байланысты болуы мүмкін екенін көрсетеді (Parlar et al., 2026).

Кесте 1 — *Lewatit(H)-AV-17-8(OH)* және *Lewatit(Na⁺)-AV-17-8(Cl⁻)* интерполимерлік жүйелері үшін псевдо екінші ретті кинетикалық модель параметрлері

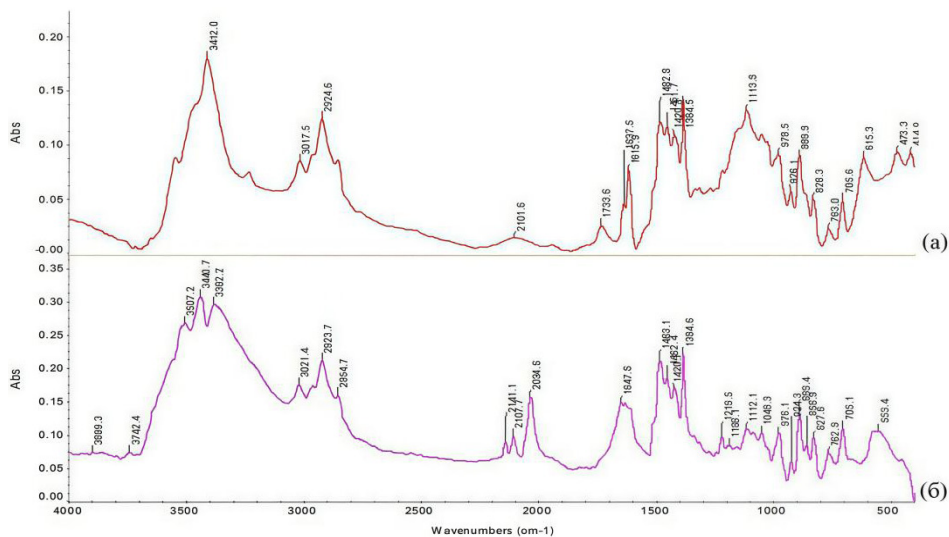
Кинетикалық модель	Параметр	Мольдік қатынас					
		5:1	4:2	3:3	2:4	1:5	0:6
Псевдо екінші ретті модель	<i>Lewatit(H⁺)-AV-17-8(OH⁻)</i>						
	$q_e^{\text{тәж}}$, мг/г	26,81	33,47	29,61	26,12	23,31	21,11
	$q_e^{\text{есеп}}$, мг/г	28,33	33,67	30,03	26,32	23,47	21,14
	k_2 , г×мг ⁻¹ ×сағ ⁻¹	0,016	0,079	0,056	0,114	0,168	0,520
	R^2	0,9896	0,9997	0,9995	0,9997	0,9999	0,9999
	<i>Lewatit(Na⁺)-AV-17-8(Cl⁻)</i>						
	$q_e^{\text{тәж}}$, мг/г	17,30	24,77	29,41	23,86	23,27	21,09
	$q_e^{\text{есеп}}$, мг/г	17,70	24,88	29,41	24,10	23,36	21,14
	k_2 , г×мг ⁻¹ ×сағ ⁻¹	0,055	0,142	0,096	0,075	0,366	0,658
	R^2	0,9997	0,9999	0,9997	0,9999	0,9999	0,9999

Lewatit(H⁺)-AV-17-8(OH⁻) және *Lewatit(Na⁺)-AV-17-8(Cl⁻)* интерполимерлік жүйелері үшін ИК-спектроскопия нәтижелері. 2, 3 – суреттерде $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$

$[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ иондарын сорбциялағаннан кейінгі AV-17-8(OH⁻) және AV-17-8(Cl⁻) аниониттерінің ИҚ-спектрлері келтірілге. Спектрлерді талдау полистиролдивинилбензол матрицасының негізгі құрылымдық элементтері мен төрттік аммоний функционалдық топтарының сорбция процесінен кейін сақталатынын көрсетті. 3400 см⁻¹ маңайындағы кең жолақ сорбент құрамындағы су молекулаларының О–Н валенттік тербелістеріне сәйкес келеді. Сорбциядан кейін бұл жолақтың қарқындылығы мен пішінінің өзгеруі гидраттық қабықшадағы сутектік байланыстар құрылымының қайта ұйымдасуымен байланысты болуы мүмкін. 2920–2850 см⁻¹ аймағындағы С–Н валенттік тербелістерінің жолақтары іс жүзінде өзгеріссіз қалады, бұл полимер қаңқасының бұзылмағанын көрсетеді. 1650–1500 см⁻¹ диапазонында ароматты С=С байланыстарының және төрттік аммоний –N⁺(CH₃)₃ топтарының тербелістеріне сәйкес келетін жолақтар байқалады. Бұл аймақта тіркелген өзгерістер сорбция процесі барысында металлоцианидті кешендердің сорбентпен өзара әрекеттесуін көрсетеді. $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ және $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ иондарының сорбциялануының негізгі спектрлік белгісі 2150–2100 см⁻¹ аймағында орналасқан С≡N байланысының валенттік тербелістеріне сәйкес жолақтардың пайда болуы болып табылады. 1300–1000 см⁻¹ аймағында С–N және С–О байланыстарының валенттік тербелістеріне сәйкес келетін жолақтардың қарқындылығы мен орналасуында өзгерістер байқалады. Бұл құбылыс төрттік аммоний топтарының иондық алмасу процесіне қатысуымен және металлоцианидті кешендердің сорбент құрылымында бекітілуімен түсіндіріледі. Ұқсас өзгерістер әдебиетте аниониттер арқылы металлоцианидті кешендерді сорбциялау кезінде де сипатталған (Lin et al., 2025). ИҚ-спектрлердегі өзгерістер металлоцианидті кешендердің AV-17-8 анионитінің функционалдық топтарымен өзара әрекеттесуін және олардың сорбент құрылымында бекітілгенін көрсетеді.

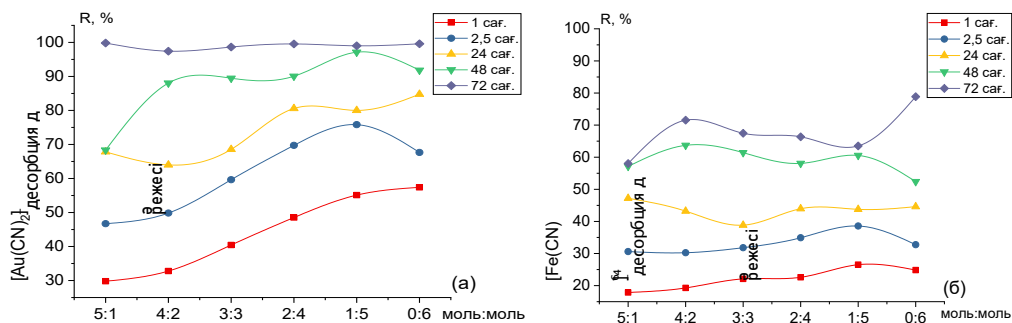


Сурет 2 — AV-17-8(OH⁻) анионитінің $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ және $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ иондарын сорбциялау процесіне дейінгі (а) және сорбция процесінен кейінгі (б) ИҚ-спектрлері.

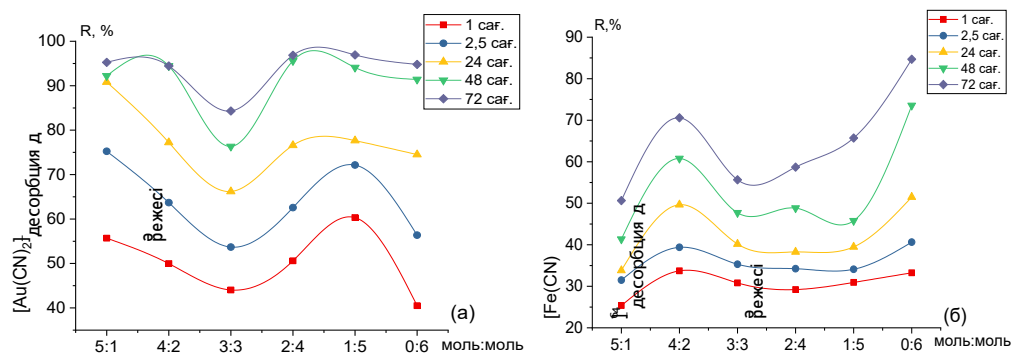


Сурет 3 — AV-17-8(Cl⁻) анионитінің $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ және $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ иондарын сорбциялау процесіне дейінгі (а) және сорбция процесінен кейінгі (б) ИК-спектрлері.

Lewatit(H)-AV-17-8(OH) және *Lewatit(Na)-AV-17-8(Cl)* интерполимерлік жүйелері үшін десорбция бойынша зерттеу нәтижелері. *Lewatit(H⁺)-AV-17-8(OH⁻)* жүйесі үшін $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ иондарының десорбция дәрежесі 72 сағаттан кейін 5:1 арақатынасында 99,82%-ға, 4:2 арақатынасында 97,42%-ға, 1:5 арақатынасында 99,01%-ға және 0:6 арақатынасында 99,59%-ға жетті. Алынған нәтижелер аталған интерполимерлік жүйеде $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ десорбциясы барлық дерлік арақатынастарда жоғары тиімділікпен жүреді. $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ иондары үшін ең төменгі көрсеткіш 5:1 арақатынасында байқалып, 58,03% - ды құрады. *Lewatit(Na⁺)-AV-17-8(Cl⁻)* жүйесінде $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ иондарының десорбция дәрежесі 72 сағаттан кейін 5:1 арақатынасында 95,25%, 4:2 арақатынасында 94,45%, 2:4 арақатынасында 96,85%, 1:5 арақатынасында 96,92% және 0:6 арақатынасында 94,80% болды. $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ иондары үшін ең төменгі мән 5:1 арақатынасында тіркеліп, 50,64%-ды құрады, ал 4:2 арақатынасында бұл көрсеткіш 70,58%-ға жетті. Қалған арақатынастарда $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ десорбциясы 55,65–84,69% аралығында өзгерді.



Сурет 4 — Lewatit(H⁺)–AV-17-8(OH⁻) интерполимерлік жүйесі үшін Au(I)(a), Fe(II)(б) десорбция нәтижелері



Сурет 5 — Lewatit(Na⁺)–AV-17-8(Cl⁻) интерполимерлік жүйесі үшін Au(I)(a), Fe(II)(б) десорбция нәтижелері

Жалпы алғанда, екі интерполимерлік жүйе де $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ иондарын жоғары дәрежеде десорбциялауға қабілетті екенін көрсетті, десорбция тиімділігі 94,45–99,82 аралығында болды. Ал $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ иондары үшін десорбция дәрежесіндегі айырмашылықтар темір кешендерінің сорбентпен әрекеттесу сипатының жүйе құрамына тәуелді екенін және зерттелген интерполимерлік жүйелердегі фазааралық өзара әсерлесу ерекшеліктерін көрсетеді.

Қорытынды. Жүргізілген зерттеу барысында $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ және $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ иондары бар модельді цианид ерітінділеріндегі Lewatit(H⁺)–AV-17-8(OH⁻) және Lewatit(Na⁺)–AV-17-8(Cl⁻) интерполимерлік жүйелерінің сорбциялық қасиеттері салыстырмалы түрде зерттеліп бағаланды. Алынған нәтижелер негізінде мынадай тұжырымдар жасалды:

1. Катионалмастырғыш және анионалмастырғыш компоненттердің мольдік арақатынасы $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ және $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ иондарының сорбциялану дәрежесіне тікелей әсер ететіні анықталды.

2. Lewatit(H⁺)–AV-17-8(OH⁻) жүйесі $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ иондарына қатысты жоғары тиімділік көрсетті. Әсіресе 4:2 және 1:5 мольдік арақатынастарында таралу және селективтілік коэффициенттерінің жоғары мәндері ($\beta > 2,9$) байқалды. Lewatit(Na⁺)–AV-17-8(Cl⁻) жүйесінде алтынның сорбциялануы тіркелгенімен, селективтілігі салыстырмалы төмен болды.

3. Кейбір мольдік арақатынастарда $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ иондарының қатар сорбциялануы алтынға деген селективтіліктің төмендеуіне алып келді, бұл жүйе құрамын оңтайландыру қажеттілігін айқындайды.

4. Сорбция кинетикасы псевдо-екінші ретті модельмен жақсы сипатталды ($R^2 = 0,9896-0,9999$), бұл модельдің тәжірибелік мәндермен жоғары сәйкестігін көрсетті.

5. ИҚ-Фурье спектроскопиялық талдау нәтижелері металлоцианид кешендердің сорбент құрылымында бекітілетінін көрсетті. Сорбциядан кейін $\text{C}\equiv\text{N}$ байланысына тән жолақтардың пайда болуы және төрттік аммоний топтарына сәйкес жолақтардың өзгеруі ион алмасу процесінің жүзеге асқанын көрсетеді.

6. Десорбция нәтижелері екі интерполимерлік жүйенің де $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ иондарын жоғары регенерация дәрежесімен бөліп шығаруға қабілетті екенін растады. $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ десорбциялану дәрежесінің жүйе құрамына тәуелділігі темір кешендерінің полимер матрицасымен байланысу беріктігінің әртүрлілігін көрсетеді.

References

- Cai A., Yang K., Xu L., Li M., Zhang W., Yang C., Tian Y., and Zhao Z. (2025) Mechanistic Study of Selective Gold Extraction by Aza-Crown Ether. *Separation and Purification Technology*, 376. — P.133974. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2025.133974> (in Eng.).
- Birich A., Stopic S., and Friedrich B. (2019) Kinetic Investigation and Dissolution Behavior of Cyanide Alternative Gold Leaching Reagents. *Scientific Reports*, 9. — P.7191. <https://doi.org/10.1038/s41598-019-43383-4> (in Eng.).
- Barczak M., Michalak-Zwierz K., Gdula K., Tyszczyk-Rotko K., Dobrowolski R., and Dąbrowski A. (2015) Ordered Mesoporous Carbons as Effective Sorbents for Removal of Heavy Metal Ions. *Microporous and Mesoporous Materials*, 211. — P. 162–173. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2015.03.010> (in Eng.).
- Neag E., Kovacs E., Dinca Z., Török A.I., Varaticeanu C., and Levei E.A. (2021) Hydrometallurgical Recovery of Gold from Mining Wastes. *Strategies of Sustainable Solid Waste Management*. — P. 108–121. <https://doi.org/10.5772/intechopen.98212> (in Eng.).
- Tapfuma A., Mutimutema P., Bazhko O., Nkabinde S., Ledwaba M., Kabangu J.M., Chiwaye N., Muller E., and Ndlovu G. (2026) Gold Tailing Metal Extraction and Sustainable End-Use: A Closed-Loop Review. *Minerals Engineering*, 239. — P. 110075. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2026.110075> (in Eng.).
- Bas A.D., Larachi F., and Laflamme P. (2018) The Effect of Pyrite Particle Size on the Electrochemical Dissolution of Gold During Cyanidation. *Hydrometallurgy*, 175. — P. 367–375. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2017.12.016> (in Eng.).
- Mondal A., Saha R., Upadhyay D., Mallick S.P., Pruseth K.L., and Chakraborty A. (2026) A Machine Learning Approach in Type-Discrimination and Exploration of Gold Deposits Using Pyrite Trace Element Chemistry. *Journal of Geochemical Exploration*. — P. 108011. <https://doi.org/10.1016/j.gexplo.2026.108011> (in Eng.).
- Biswas F.B., Rahman I., and Hasegawa H. (2026) Functionalized Biosorbents for the Sorption of Precious Metals from Waste Resources: A Review of Functionalization Methods, Sorption Mechanisms, and Post-Sorption Recovery Strategies. *Separation and Purification Technology*. — P. 137495. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2026.137495> (in Eng.).
- Marin N.M., Nita-Lazar M., Popa M., Galaon T., and Pascu L.F. (2024) Current Trends in Development and Use of Polymeric Ion-Exchange Resins in Wastewater Treatment. *Materials*, 17(23). — P.5994. <https://doi.org/10.3390/ma17235994> (in Eng.).

Jumadilov T., Kabzhalelov K., Malimbayeva Z., and Korganbayeva Z. (2025) Features of Selective Sorption of Neodymium and Praseodymium Ions by Interpolymer Systems Based on Industrial Sorbents KU-2-8 and AV-17-8. *Polymers*, 17(4). — P. 440. <https://doi.org/10.3390/polym17040440> (in Eng.).

Jumadilov T., Kabzhalelov K., Khimersen K., Totkhuskyzy B., and Mukatayeva Z. (2025) Study of the Kinetics of Sorption of Praseodymium and Neodymium Ions Using Interpolymer Systems Based on KU-2-8 and AB-17-8 in Salt Forms. *Kompleksnoe Ispolzovanie Mineralnogo Syra = Complex Use of Mineral Resources*, 339(4). — P. 21–29. <https://doi.org/10.31643/2026/6445.37> (in Eng.).

Jumadilov T., and Kabzhalelov K. (2026) Features of Extraction of Neodymium Ions by Interpolymer Systems Based on Salt Forms of Industrial Ionites. *Kompleksnoe Ispolzovanie Mineralnogo Syra = Complex Use of Mineral Resources*, 336(1). — P. 30–38. <https://doi.org/10.31643/2026/6445.03> (in Eng.).

Dizge N., Keskinler B., and Barlas H. (2009) Sorption of Ni(II) Ions from Aqueous Solution by Lewatit Cation-Exchange Resin. *Journal of Hazardous Materials*, 167(1–3). — P. 915–926. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2009.01.073> (in Eng.).

Parlar E.D., Sari M.A., Can M. (2026) Selective Recovery of Gold from Electronic Circuit Board Waste with Pyrogallol-Formaldehyde Polymer Based Resin. *Hydrometallurgy*. — P. 106633. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2026.106633> (in Eng.).

Lin X., Song M.H., Lei L., Tran D.T., Shu Y., Lim C.R., Wu X., Mao J., Yun Y.S. (2025) Rapid and Efficient Recovery of Au(I) from Cyanide Gold Leachate via Quaternary Ammonium-Functionalized Chitosan Fibers: Insights into Synthesis Mechanism and Adsorption Behavior. *Separation and Purification Technology*, 362. — P. 131830. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2025.131830> (in Eng.).

© **Taganov Zh.^{1*}, Kozhanova K.¹, Mombekov S.¹, Ewa P.², Jumabayeva S.³, 2026.**

¹Asfendiyarov Kazakh National Medical University, Almaty, Kazakhstan;

²Medical University of Lublin, Lublin, Poland;

³Scientific Center for Anti-Infectious Drugs, Almaty, Kazakhstan.

E-mail: taganovjasur@mail.ru

STABILITY EVALUATION OF MULTI-POLYMER HYDROGEL BASES INTENDED FOR TOPICAL PROBIOTIC AND POSTBIOTIC DELIVERY SYSTEMS

Taganov Zhassur — PhD doctoral student, 1st year, Specialty 8D07201 - Technology of Pharmaceutical Production, Asfendiyarov Kazakh National Medical University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: taganovjasur@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-2765-785X>;

Kozhanova Kaldanai — Candidate of Pharmaceutical Sciences, Associate Professor, Head of the Department of «Engineering Disciplines and Relevant Practices», Asfendiyarov Kazakh National Medical University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: kaldanay_k@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1512-6442>;

Mombekov Serzhan — PhD, Associate Professor of the Department of «Engineering Disciplines and Relevant Practices», Asfendiyarov Kazakh National Medical University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: mse_09.09.91@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8805-9880>;

Ewa Poleszak — Head of the Department of Applied Pharmacy, Medical University of Lublin,

E-mail: ewa.poleszak1305@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0003-4359-3953>;

Jumabayeva Saltanat — Leading Researcher, Scientific Center for Anti-Infectious Drugs, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: salta_albann@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0001-5290-5835>.

Abstract. The aim of this study was to evaluate the short-term physicochemical, rheological, and microbiological stability of model hydrogel bases composed of different combinations of hydrophilic polymers during storage under refrigerated conditions (2-8 °C). The objects of the study were eight hydrogel systems developed using hydroxypropyl methylcellulose (HPMC), sodium alginate, Carbopol 980, sodium carboxymethylcellulose, and polyvinylpyrrolidone. Glycerol and EDTA were additionally incorporated into the formulations, while purified water was used as the solvent. The obtained hydrogels were stored in sealed containers for 2 months at 2-8 °C. During storage, organoleptic characteristics, pH values, rheological properties, and microbiological purity were evaluated. Rheological studies were performed using a Brookfield rotational viscometer at different spindle rotation speeds. The obtained

results demonstrated that all investigated hydrogel systems retained homogeneity, stable consistency, and satisfactory physicochemical characteristics throughout the entire storage period. After 2 months of storage, no signs of phase separation, discoloration, or microbial contamination were observed. The pH values remained stable and within the physiologically acceptable range for topical application. The investigated hydrogels exhibited pseudoplastic flow behavior and thixotropic properties characterized by partial structural recovery after removal of mechanical stress. Combined polymer systems demonstrated greater structural stability compared to single-polymer hydrogels, indicating synergistic interactions between hydrophilic polymers within the matrix. Microbiological studies confirmed that all formulations complied with pharmacopoeial requirements for microbiological purity of non-sterile topical dosage forms. Overall, the obtained results confirm the potential applicability of the developed hydrogel matrices as carriers for the future incorporation of probiotic *Lactobacillus spp.* strains and postbiotic components in topical pharmaceutical systems.

Keywords: hydrogel stability; rheology; thixotropy; microbiological purity; *Lactobacillus spp.*; postbiotics; topical delivery systems

For citations: Taganov Zh., Kozhanova K., Mombekov S., Ewa P. Stability evaluation of multi-polymer hydrogel bases intended for topical probiotic and postbiotic delivery systems. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. — P. 319-330. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.380>

© Таганов Ж.^{1*}, Кожанова К.¹, Момбеков С.¹, Ева Р.², Жұмабаева С.³, 2026.

¹С.Ж. Асфендияров атындағы Қазақ ұлттық медицина университеті,
Алматы, Қазақстан;

²Люблин медицина университеті, Люблин, Польша;

³Инфекцияға қарсы препараттар ғылыми орталығы, Алматы, Қазақстан.
E-mail: taganovjasur@mail.ru

КОМПОЛИМЕРЛІ ГИДРОГЕЛЬДІ НЕГІЗДЕРДІҢ ТОПИКАЛЫҚ ПРОБИОТИКАЛЫҚ ЖӘНЕ ПОСТБИОТИКАЛЫҚ ЖЕТКІЗУ ЖҮЙЕЛЕРІ ҮШІН ТҰРАҚТЫЛЫҒЫН БАҒАЛАУ

Таганов Жасур — PhD докторант, 1 курс, 8D07201 - Фармацевтикалық өндіріс технологиясы мамандығы, С.Ж. Асфендияров атындағы Қазақ ұлттық медицина университеті, Алматы, Қазақстан,
E-mail: taganovjasur@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-2765-785X>;

Кожанова Калданай — фармацевтика ғылымдарының кандидаты (PhD), қауымдастырылған профессор, «Инженерлік пәндер және тиісті практикалар» кафедрасының меңгерушісі, С.Д. Асфендияров атындағы Қазақ ұлттық медицина университеті, Алматы, Қазақстан,
E-mail: kaldanayk@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1512-6442>;

Момбеков Сержан — PhD, «Инженерлік пәндер және тиісті практикалар» кафедрасының қауымдастырылған профессоры, С.Ж. Асфендияров атындағы Қазақ ұлттық медицина университеті, Алматы, Қазақстан,
E-mail: mse_09.09.91@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8805-9880>;

Ewa Poleszak — қолданбалы фармация кафедрасының меңгерушісі, Люблин медицина университеті, Польша,

E-mail: ewa.poleszak1305@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0003-4359-3953>;

Жұмабаева Салтанат — Инфекцияға қарсы препараттар ғылыми орталығы, жетекші ғылыми қызметкері, Алматы, Қазақстан,

E-mail: salta_albann@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0001-5290-5835>

Аннотация. Осы зерттеудің мақсаты әртүрлі гидрофильді полимерлер комбинацияларынан тұратын модельді гидрогельді негіздердің тоңазытқыш жағдайында (2-8 °C) сақтау кезіндегі қысқа мерзімді физика-химиялық, реологиялық және микробиологиялық тұрақтылығын бағалау болды. Зерттеу объектілері ретінде гидроксипропилметилцеллюлоза (HPMC), натрий альгинаты, Carbopol 980, натрий карбоксиметилцеллюлозасы және поливинилпирролидон негізінде әзірленген сегіз гидрогель жүйесі қолданылды. Құрамына қосымша глицерин мен ЭДТА енгізіліп, еріткіш ретінде тазартылған су пайдаланылды. Алынған гидрогельдер герметикалық жабылған контейнерлерде 2-8 °C температурада 2 ай бойы сақталды. Сақтау барысында органолептикалық сипаттамалар, pH мәндері, реологиялық қасиеттер және микробиологиялық тазалығы бағаланды. Реологиялық зерттеулер Brookfield айналмалы вискозиметрі көмегімен шпиндельдің әртүрлі айналу жылдамдықтарында жүргізілді. Алынған нәтижелер барлық зерттелген гидрогель жүйелерінің сақтау кезеңі бойы біртектілігін, тұрақты консистенциясын және қанағаттанарлық физика-химиялық сипаттамаларын сақтағанын көрсетті. 2 айлық сақтау кезеңінен кейін фазалық қабаттану, түстің өзгеруі немесе микробтық контаминация белгілері байқалмады. pH мәндері тұрақты болып, жергілікті қолдануға физиологиялық тұрғыдан қолайлы диапазонда сақталды. Зерттелген гидрогельдер механикалық әсерден кейін құрылымның ішінара қалпына келуімен сипатталатын псевдопластикалық ағу және тиксотропиялық қасиеттер көрсетті. Комбинацияланған полимерлік жүйелер бір полимерлі гидрогельдермен салыстырғанда жоғары құрылымдық тұрақтылық көрсетті, бұл гидрофильді полимерлер арасындағы синергиялық әрекеттесуді дәлелдейді. Микробиологиялық зерттеулер барлық әзірленген композициялардың жергілікті қолдануға арналған стерильді емес дәрілік түрлердің микробиологиялық тазалығы бойынша фармакопоялық талаптарға сәйкес келетінін растады. Жалпы алғанда, алынған нәтижелер әзірленген гидрогель матрицаларының *Lactobacillus spp.* пробиотикалық штаммдары мен постбиотикалық компоненттерді кейіннен енгізуге арналған топикалық фармацевтикалық жүйелер үшін перспективті тасымалдаушы екендігін көрсетті.

Түйін сөздер: гидрогель тұрақтылығы; реология; тиксотропия; микробиологиялық тазалық; *Lactobacillus spp.*; постбиотиктер; топикалық жеткізу жүйелері

© Таганов Ж.^{1*}, Кожанова К.¹, Момбеков С.¹, Ева Р.², Жұмабаева С.³, 2026.

¹Казахский национальный медицинский университет имени С.Д. Асфендиярова,
Алматы, Казахстан;

²Медицинский университет Люблина, Люблин, Польша;

³Научный центр противомикробных препаратов, Алматы, Казахстан.

E-mail: taganovjasur@mail.ru.

ОЦЕНКА СТАБИЛЬНОСТИ МНОГОПОЛИМЕРНЫХ ГИДРОГЕЛЕВЫХ ОСНОВ, ПРЕДНАЗНАЧЕННЫХ ДЛЯ ТОПИЧЕСКИХ ПРОБИОТИЧЕСКИХ И ПОСТБИОТИЧЕСКИХ СИСТЕМ ДОСТАВКИ

Таганов Жасур — докторант PhD, 1 курс, Казахский национальный медицинский университет имени С.Д. Асфендиярова, Алматы, Казахстан,

E-mail: taganovjasur@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-2765-785X>;

Кожанова Калданай — кандидат фармацевтических наук (PhD), ассоциированный профессор, заведующая кафедрой «Инженерных дисциплин и надлежащих практик», Казахский национальный медицинский университет имени С.Д. Асфендиярова, Алматы, Казахстан,

E-mail: kaldanay_k@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1512-6442>;

Момбеков Сержан — PhD, ассоциированный профессор кафедры «Инженерных дисциплин и надлежащих практик», Казахский национальный медицинский университет имени С.Д. Асфендиярова, Алматы, Казахстан,

E-mail: mse_09.09.91@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8805-9880>;

Ewa Poleszak — доктор фармацевтических наук, профессор, заведующая кафедрой прикладной фармации, Медицинский университет Люблина, Люблин, Польша,

E-mail: ewa.poleszak1305@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0003-4359-3953>;

Джумабаева Салтанат — ведущий научный сотрудник, АО «Научный центр противомикробных препаратов», Алматы, Казахстан,

E-mail: salta_albann@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0001-5290-5835>.

Аннотация. Целью настоящего исследования являлась оценка краткосрочной физико-химической, реологической и микробиологической стабильности модельных гидрогелевых основ, состоящих из различных комбинаций гидрофильных полимеров, при хранении в условиях холодильного режима (2–8 °C). Объектами исследования служили восемь гидрогелевых систем, разработанных на основе гидроксипропилметилцеллюлозы (HPMC), альгината натрия, Carborol® 980, натрий-карбоксиметилцеллюлозы и поливинилпирролидона. В состав композиций дополнительно вводили глицерин и ЭДТА, а в качестве растворителя использовали очищенную воду. Полученные гидрогели хранили в герметично закрытых контейнерах при температуре 2–8 °C в течение двух месяцев. В процессе хранения оценивали органолептические характеристики, значения pH, реологические свойства и микробиологическую чистоту. Реологические исследования проводили с использованием ротационного вискозиметра Brookfield при различных скоростях вращения шпинделя. Результаты показали, что все исследуемые гидрогелевые системы сохраняли однородность, стабильную консистенцию и удовлетворительные физико-химические характеристики на протяжении всего периода хранения. После двух месяцев хранения не наблюдалось признаков фа-

зового расслоения, изменения цвета и микробной контаминации. Значения pH оставались стабильными и находились в физиологически приемлемом диапазоне для местного применения. Исследуемые гидрогели проявляли псевдопластический характер течения и тиксотропные свойства, характеризующиеся частичным восстановлением структуры после снятия механического воздействия. Комбинированные полимерные системы демонстрировали более высокую структурную стабильность по сравнению с однополимерными гидрогелями, что свидетельствует о синергетическом взаимодействии гидрофильных полимеров внутри матрицы. Микробиологические исследования подтвердили соответствие всех разработанных композиций фармакопейным требованиям по микробиологической чистоте нестерильных лекарственных форм для местного применения. Полученные результаты подтверждают перспективность разработанных гидрогелевых матриц в качестве носителей для последующего введения пробиотических штаммов *Lactobacillus* spp. и постбиотических компонентов в состав топических фармацевтических систем.

Ключевые слова: гидрогели, стабильность, реология, тиксотропия, микробиологическая чистота, *Lactobacillus* spp., постбиотики, топические системы доставки

Introduction. Following the development and initial characterization of hydrogel systems for topical applications, the next critical step in formulation development is the evaluation of their physicochemical and microbiological stability under storage conditions. Stability assessment is a key requirement in pharmaceutical technology, as it directly determines the suitability of dosage forms for further biological incorporation and potential clinical application. Hydrogel systems are thermodynamically unstable semi-solid formulations, and their structural integrity may change over time due to polymer relaxation, water redistribution, hydrolysis, or environmental factors such as temperature and storage conditions. These processes may affect key quality attributes, including pH, viscosity, homogeneity, and microbiological purity, ultimately influencing the performance of the final dosage form (Ahmed, 2015; Buwalda et al., 2014; Vigata et al., 2020).

From a regulatory and pharmaceutical perspective, stability studies are essential for non-sterile topical formulations, particularly those intended for wound and mucosal application. Such systems must maintain acceptable microbiological quality and physicochemical parameters throughout their shelf-life to ensure safety and reproducibility (Tavakoli and Klar, 2020; Li and Mooney, 2016).

In multi-polymer hydrogel systems, stability behavior is further influenced by interactions between different polymeric components. Synergistic or antagonistic interactions may lead to changes in network density, viscosity, and water-binding capacity during storage. Therefore, combined polymer systems require detailed evaluation under real storage conditions to confirm structural integrity over time (Stojkov et al., 2021; La Gatta et al., 2022). In addition, pH stability plays a crucial role in maintaining compatibility with biological tissues and ensuring the stability of incorporated bioactive compounds. Even minor pH variations may indicate physicochemical changes within

the polymer matrix or interactions between formulation components (Ahmed, 2015; Li and Mooney, 2016).

Another important parameter is rheological stability, which reflects the ability of hydrogel systems to maintain their flow behavior and structural properties over time. Preservation of pseudoplastic and thixotropic behavior is essential for ensuring appropriate application characteristics and residence time on the skin surface (Jones et al., 1997; Stojkov et al., 2021). Despite extensive research on hydrogel formulation and characterization, there remains a lack of systematic studies addressing the combined evaluation of physicochemical, rheological, and microbiological stability of multi-polymer hydrogel systems intended for subsequent incorporation of probiotic and postbiotic components.

Therefore, the aim of the present study was to evaluate the short-term stability of previously developed hydrogel matrices under refrigerated storage conditions (2-8 °C), focusing on changes in pH, viscosity, and microbiological purity over a 2-month period.

Literature Review

In recent years, hydrogel-based systems have attracted considerable attention in pharmaceutical technology and biomedicine due to their ability to form three-dimensional hydrophilic networks capable of retaining large amounts of water while maintaining structural integrity (Mombekov et al., 2024). Such systems provide a moist environment, support gas exchange, absorb wound exudate, and improve patient comfort, making them promising carriers for topical drug delivery and wound-healing applications (Tavakoli and Klar, 2020; Cai et al., 2025).

Hydrogels may be prepared using natural, synthetic, or combined polymers. Natural polymers, including sodium alginate and cellulose derivatives, are characterized by high biocompatibility and biodegradability, whereas synthetic polymers provide improved mechanical strength and formulation reproducibility (Raus et al., 2021; Lee et al., 2023). Among the most commonly used hydrophilic polymers in topical pharmaceutical formulations are hydroxypropyl methylcellulose (HPMC), sodium carboxymethylcellulose (Na-CMC), Carbopol, and polyvinylpyrrolidone (PVP) (Amanzholkyzy et al., 2025; Abasalizadeh et al., 2020).

HPMC-based hydrogels are widely used because of their non-toxicity, viscosity-forming properties, and ability to stabilize pharmaceutical systems (Amanzholkyzy et al., 2025). Na-CMC demonstrates good swelling capacity and bioadhesive characteristics, which are important for prolonged retention on damaged tissues (Peppas and Sahlin, 1996). Carbopol-based hydrogels possess high viscosity and favorable rheological properties even at low concentrations, although their structural stability may depend on pH and neutralization conditions (Ciolacu et al., 2020). PVP is frequently used as a stabilizing polymer due to its hydrophilicity and compatibility with other polymeric systems (Swarbrick, 2020).

Recent studies indicate that combined polymer systems often exhibit superior physicochemical and rheological characteristics compared to single-polymer hydrogels because of synergistic interactions between polymer chains (Li and Mooney, 2016). Such interactions may improve viscosity, structural stability, water retention capacity,

and thixotropic behavior, which are important technological parameters for semi-solid pharmaceutical formulations.

An important characteristic of topical hydrogel systems is their rheological behavior, where most pharmaceutical hydrogels demonstrate non-Newtonian pseudoplastic flow, in which viscosity decreases with increasing shear stress (Lee et al., 2023). This property facilitates spreading during application while maintaining structural stability at rest. In addition, many hydrogel systems exhibit thixotropic behavior associated with gradual structural recovery after mechanical deformation.

Another critical aspect in the development of hydrogel formulations is physicochemical and microbiological stability during storage. Instability of hydrogel matrices may lead to phase separation, viscosity changes, polymer degradation, and microbial contamination, negatively affecting product safety and efficacy.

Particular interest has recently been directed toward probiotic and postbiotic topical systems containing *Lactobacillus* spp. strains or bacterial lysates, which demonstrate antimicrobial, anti-inflammatory, and regenerative properties and may contribute to restoration of the normal skin microbiota (Ostróžka-Cieślik and Wilczyński, 2025).

Despite numerous studies dedicated to wound-healing hydrogels, limited attention has been paid to the short-term stability of multi-polymer hydrogel systems intended for future probiotic and postbiotic incorporation under refrigerated pharmaceutical storage conditions.

Materials and Methods.

Eight hydrogel formulations were developed using a combination of hydrophilic polymers, including hydroxypropyl methylcellulose (HPMC), sodium alginate, Carbopol 980, sodium carboxymethylcellulose (Na-CMC), and polyvinylpyrrolidone (PVP), selected due to their well-established gel-forming ability, biocompatibility, and suitability for topical pharmaceutical applications. Glycerol was used as a humectant and plasticizing agent to improve moisture retention and flexibility of the hydrogel matrices, while ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA) was included as a chelating and stabilizing agent to reduce the potential influence of trace metal ions on formulation stability. Purified water was used as the dispersion medium for all hydrogel systems.

The hydrogels were prepared under laboratory conditions using a sequential hydration method. Each polymer was gradually dispersed in purified water under continuous stirring to ensure complete hydration and uniform swelling of polymer chains. After full hydration, the components were combined according to the designed formulations and mixed until homogeneous, uniform gel systems were obtained without visible aggregates, phase separation, or inhomogeneity.

The obtained hydrogel samples were transferred into airtight sealed containers to prevent contamination and moisture loss, and stored under refrigerated conditions at 2-8 °C, corresponding to standard pharmaceutical storage conditions for non-sterile temperature-sensitive dosage forms. The total storage period was 2 months.

Stability evaluation was performed at three time points: baseline (0 month), after 1 month, and after 2 months of storage. At each time point, organoleptic properties (appearance, color, homogeneity, and odor), pH values, rheological behavior, and

microbiological purity were assessed. Rheological measurements were carried out using a Brookfield rotational viscometer at a constant spindle speed of 20 rpm to evaluate viscosity changes and structural stability over time.

Microbiological purity was assessed in accordance with the requirements of the State Pharmacopoeia of the Republic of Kazakhstan, Vol. 1, Section 5.1.4 (hereinafter referred to as the SP RK), for non-sterile dosage forms for topical use. The analysis included determination of the total number of aerobic microorganisms, yeasts, and molds, and an assessment of the absence of certain pathogens, including *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa*, and members of the *Enterobacteriaceae* family, using standard microbiological methods recommended by pharmacopoeial guidelines.

Results. *pH stability of hydrogel systems.* The initial pH values of the hydrogel formulations ranged from 4.94 to 5.45 depending on polymer composition. As presented in Table 1, all formulations demonstrated high pH stability during 2 months of storage under refrigerated conditions (2-8 °C), with negligible variations over time.

Table 1 — pH values of hydrogel formulations during storage at 2-8 °C.

Polymer system		pH		
		Baseline	1 month	2 months
H1	Sodium alginate	5,01	5,02	5,01
H2	Sodium alginate + HPMC	5,34	5,33	5,34
H3	Na-CMC	5,18	5,16	5,18
H4	Na-CMC + PVP	5,45	5,46	5,46
H5	HPMC	5,12	5,12	5,11
H6	HPMC + PVP	5,28	5,29	5,28
H7	Carbopol 98	4,94	4,93	4,93
H8	Carbopol 980 + HPMC	5,08	5,08	5,07

The stability trend of pH values is additionally illustrated in Figure 1, confirming the absence of significant pH shifts during storage. Combined polymer systems (H2, H4, H6, and H8) showed slightly higher pH stability compared to single-polymer formulations, suggesting a stabilizing effect of polymer interactions within the hydrogel matrix.

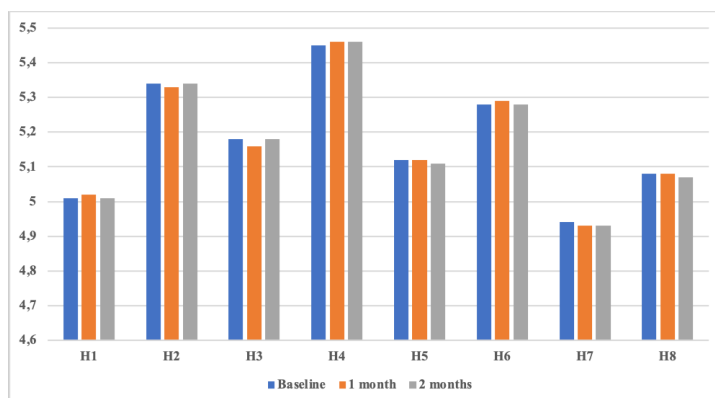


Figure 1— pH stability profile of hydrogel formulations over 2 months of storage

Rheological behavior and viscosity stability. All hydrogel systems exhibited non-Newtonian pseudoplastic behavior at all investigated time points. Viscosity measurements at 20 rpm showed minimal changes over the storage period.

As summarized in Table 2, viscosity values remained stable after 1 and 2 months of storage, with variations not exceeding 1-2% for most formulations. The temporal viscosity profile is illustrated in Figure 2, demonstrating the preservation of rheological properties throughout the study period.

Table 2 — Viscosity of hydrogel formulations measured at 20 rpm during storage at 2-8 °C.

Time (months)	H1	H2	H3	H4	H5	H6	H7	H8
	Viscosity (mPa·s) results obtained at spindle speed of 20 rpm							
Baseline	1010	945	1350	1180	1440	1260	715	705
1 month	1005	943	1355	1176	1437	1258	712	708
2 month	1010	944	1351	1181	1439	1261	715	705

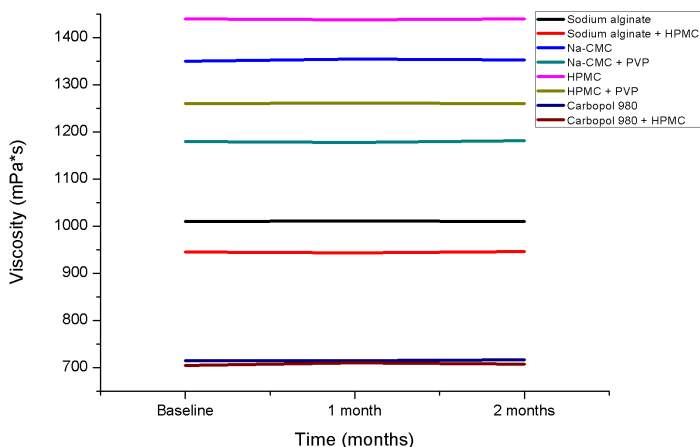


Figure 2 — Rheological behavior of multi-polymer hydrogel formulations during storage at 2–8 °C

Multi-polymer systems (H2, H4, H6) demonstrated higher viscosity and improved structural stability compared to single-polymer formulations (H3, H5, H7), indicating synergistic interactions between polymer components.

Microbiological purity. All hydrogel formulations met the pharmacopoeial requirements for non-sterile topical dosage forms throughout the entire shelf life.

The total aerobic microbial count remained below 10^2 CFU/g at baseline, after 1 month, and after 2 months, as shown in Table 3. No growth of *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa*, or *Enterobacteriaceae* was detected in any of the formulations.

Table 3 — Microbiological Purity of Hydrogel Formulations during Refrigerated Storage (2-8°C).

Hydrogel system	Total aerobic microbial count (CFU/g)	<i>S. aureus</i>	<i>P. aeruginosa</i>	<i>Enterobacteriaceae</i>
H1	<10 ²	Not detected	Not detected	Not detected
H2	<10 ²	Not detected	Not detected	Not detected
H3	<10 ²	Not detected	Not detected	Not detected
H4	<10 ²	Not detected	Not detected	Not detected
H5	<10 ²	Not detected	Not detected	Not detected
H6	<10 ²	Not detected	Not detected	Not detected
H7	<10 ²	Not detected	Not detected	Not detected
H8	<10 ²	Not detected	Not detected	Not detected

According to Table 3, the obtained results of microbiological purity tests confirm the microbiological safety and suitability of the developed hydrogel matrices for further pharmaceutical development.

Discussion. The present study demonstrated that the developed multi-polymer hydrogel systems maintained satisfactory physicochemical, rheological, and microbiological stability during refrigerated storage (2-8 °C) over a 2-month period. Preservation of these characteristics is essential for the development of topical hydrogel-based delivery systems intended for biologically active compounds. The stability of pH values throughout storage suggests the absence of significant hydrolytic degradation or unfavorable chemical interactions between formulation components. The minimal pH fluctuations observed in all formulations indicate a relatively balanced internal physicochemical environment within the hydrogel matrices.

Rheological evaluation confirmed the preservation of pseudoplastic flow behavior and structural integrity during storage. Only minor viscosity changes were observed over time, indicating stability of the internal polymer network and absence of pronounced polymer degradation or structural rearrangement. In particular, combined polymer systems demonstrated improved stability compared to single-polymer hydrogels, which may be associated with synergistic interactions between hydrophilic polymers contributing to stronger network organization and enhanced resistance to structural destabilization. The microbiological results demonstrated compliance of all formulations with pharmacopoeial requirements for non-sterile topical dosage forms. The absence of pathogenic microorganisms and low total microbial count indicate satisfactory microbiological quality and appropriate storage conditions throughout the study period.

The obtained findings are important for the future development of hydrogel-based probiotic and postbiotic delivery systems, since maintenance of physicochemical stability and microbiological safety represents a critical prerequisite for successful incorporation of biologically active components, including *Lactobacillus* spp. strains and bacterial lysates. Overall, the investigated hydrogel systems may be considered technologically stable and suitable for further pharmaceutical and biopharmaceutical studies.

Conclusion. The present study demonstrated that the developed multi-polymer

hydrogel systems possess satisfactory short-term physicochemical, rheological, and microbiological stability during storage under refrigerated conditions (2-8 °C). All investigated formulations maintained homogeneity, acceptable appearance, stable pH values, and consistent viscosity throughout the 2-month study period without visible signs of phase separation or microbial contamination. The obtained rheological results confirmed the preservation of pseudoplastic flow behavior and structural integrity of the hydrogel matrices during storage. Combined polymer systems exhibited greater structural stability compared to single-polymer formulations, indicating beneficial synergistic interactions between hydrophilic polymers within the hydrogel network.

Microbiological studies demonstrated full compliance of all formulations with pharmacopoeial requirements for non-sterile topical dosage forms, confirming the microbiological safety of the developed systems under the selected storage conditions. Overall, the obtained findings indicate that the developed hydrogel matrices represent promising carriers for future incorporation of probiotic *Lactobacillus* spp. strains and postbiotic components intended for topical pharmaceutical applications. Further studies will focus on evaluating biological activity, probiotic viability, and antimicrobial efficacy of biologically active hydrogel systems.

References

- Markowiak P. and Śliżewska K. (2017) Effects of probiotics, prebiotics, and synbiotics on human health. *Nutrients*. - Vol.9(9). — P. 1021. <https://doi.org/10.3390/nu9091021>. (in Eng.).
- Knackstedt R., Knackstedt T. and Gatherwright J. (2020) The role of topical probiotics in skin conditions: A systematic review of animal and human studies. *Dermatologic Therapy*. — Vol.33(6). <https://doi.org/10.1111/exd.14032>. (in Eng.).
- Fuller R. (1989) Probiotics in man and animals. *Journal of Applied Bacteriology*. - Vol.66(5). — P. 365–378. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2672.1989.tb05105.x>. (in Eng.).
- Metchnikoff E. (1907) *The Prolongation of Life: Optimistic Studies*. London: Heinemann. (in Eng.).
- Anukam K.C. and Reid G. (2007) Probiotics: 100 years (1907–2007) after Elie Metchnikoff's observation. *Communicating Current Research and Educational Topics and Trends in Applied Microbiology*. — Vol.1. — P. 466–474. (in Eng.).
- Shirotta M. (1935) Studies on lactic acid bacteria. *Yakult Research Reports*. — Vol.1. — P. 1–15. (in Eng.).
- Ouwehand A.C., Salminen S. and Isolauri E. (2002) Probiotics: An overview of beneficial effects. *Antonie van Leeuwenhoek*. - Vol.82(1–4). - P. 279–289. <https://doi.org/10.1023/A:1020620607611>. (in Eng.).
- Aguilar-Toalá J.E., Garcia-Varela R., Garcia H.S., Mata-Haro V., González-Córdova A.F., Vallejo-Cordoba B. and Hernández-Mendoza A. (2018) Postbiotics: An evolving term within the functional foods field. *Trends in Food Science and Technology*. — Vol.75. — P. 105–114. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2018.03.009>. (in Eng.).
- Mombekov S., Orazbekov Y., Sadykova N., Kozhamzharova A., Sharipova S., Makhatov Z. and Pushkarskaya N. (2024) Development of antifungal gel composition and technology based on pomiferin metabolite isolated from fruits of *Maclura aurantiaca* growing in Kazakhstan. *ScienceRise: Pharmaceutical Science*. — Vol.1(47). — P. 1–10. <https://doi.org/10.15587/2519-4852.2024.299230>. (in Eng.).
- Tavakoli S. and Klar A.S. (2020) Advanced hydrogels as wound dressings. *Biomolecules*. — Vol.10(8). — P. 1169. <https://doi.org/10.3390/biom10081169>. (in Eng.).
- Cai C., Li W., Zhang X., Cheng B., Chen S. and Zhang Y. (2025) Natural polymer-based hydrogel dressings for wound healing. *Advances in Wound Care*. — Vol.14(6). — P. 295–322. <https://doi.org/10.1089/wound.2024.0024>. (in Eng.).
- Polymers (2020) *Polymers for pharmaceutical applications (Special Issue)*. Edited by V.V.

Khutoryanskiy. MDPI. Available at: https://www.mdpi.com/journal/polymers/special_issues/pharmaceutical_applications. (in Eng.).

Man Y. and Liu C. (2022) Review of ointment formulations in modern pharmaceuticals. *Scientific Journal of Technology*. — Vol.4(5). — P. 72–76. <https://doi.org/10.54691/sjt.v4i5.762>. (in Eng.).

Ostróżka-Cieślak A. and Wilczyński S. (2025) Hydrogel materials for drug delivery and tissue engineering. *Polymers*. — Vol.17(21). — P. 2862. <https://doi.org/10.3390/polym17212862>. (in Eng.).

Raus R.A., Wan Nawawi W.M.F. and Nasaruddin R.R. (2021) Alginate and alginate composites for biomedical applications. *Asian Journal of Pharmaceutical Sciences*. — Vol.16(3). — P. 280–306. <https://doi.org/10.1016/j.ajps.2020.10.001>. (in Eng.).

Lee H., Jung Y., Lee N., Lee I. and Lee J.H. (2023) Nature-derived polysaccharide-based composite hydrogels for promoting wound healing. *International Journal of Molecular Sciences*. — Vol.24(23). — P. 16714. <https://doi.org/10.3390/ijms242316714>. (in Eng.).

Swarbrick J. *Encyclopedia of Pharmaceutical Technology*. CRC Press. Informa Healthcare. (in Eng.).

Li J. and Mooney D.J. (2016) Designing hydrogels for controlled drug delivery. *Nature Reviews Materials*. — Vol.1. — P. 16071. <https://doi.org/10.1038/natrevmats.2016.71>. (in Eng.).

Amanzholkyzy A. et al. (2025) Hydrogel delivery systems for biological active substances: Properties and the role of HPMC as a carrier. *Molecules*. — Vol.30(6). — P. 1354. <https://doi.org/10.3390/molecules30061354>. (in Eng.).

Abasalizadeh F. et al. (2020) Alginate-based hydrogels as drug delivery vehicles in cancer treatment and their applications in wound dressing and 3D bioprinting. *Journal of Biological Engineering*. — Vol.14. — P. 8. <https://doi.org/10.1186/s13036-020-0227-7>. (in Eng.).

Ciolacu D. et al. (2020) Cellulose-based hydrogels as sustained drug-delivery systems. *Materials*. — Vol.13(22). — P. 5270. <https://doi.org/10.3390/ma13225270>. (in Eng.).

Peppas N.A. and Sahlin J.J. (1996) Hydrogels as mucoadhesive and bioadhesive materials: A review. *Biomaterials*. — Vol.17(16). — P. 1553–1561. [https://doi.org/10.1016/0142-9612\(95\)00307-X](https://doi.org/10.1016/0142-9612(95)00307-X). (in Eng.).

© **Taussarova B.R., Shaikhova Zh.E., Abilkasova S.O.***, 2026.

Almaty Technological University, Almaty, Kazakhstan.

E-mail: sandugash.abilkasovaa@gmail.com

SYNTHESIS OF SILVER NANOPARTICLES TO IMPART ANTIMICROBIAL PROPERTIES TO BIODEGRADABLE PACKAGING MATERIALS

Taussarova Bizhamal — Doctor of Chemical Sciences, Professor, Almaty Technological University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: birtausarova@mail.ru, <https://orcid.org/ORCID ID 0000-0002-2718-2102>;

Shaikhova Zhanat — Magister of Technical sciences, Senior-lecturer, Almaty Technological University, Almaty, Kazakhstan,

E-mail: zh.shaikhova1965@gmail.com, <https://orcid.org/ORCID ID 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/ORCID ID 0000-0001-8322-4592>.

Abstract. The study is aimed at addressing two global challenges of our time: reducing environmental burden caused by the accumulation of synthetic polymer waste and improving the microbiological safety of food products. In this regard, the development of biodegradable packaging materials with antimicrobial properties represents a relevant scientific and technological direction. To develop a scientifically grounded approach to the synthesis of silver nanoparticles and to create, on their basis, an antimicrobial coating for biodegradable packaging materials that ensures a combination of environmental safety and bactericidal activity. Silver nanoparticles were synthesized using a “green” chemical reduction method, in which silver nitrate was reduced by glucose in the presence of polyvinyl alcohol acting as a stabilizer to prevent particle aggregation. A comprehensive study was carried out to evaluate the influence of reactant concentrations and synthesis conditions on the formation kinetics, morphology, size distribution, and optical properties of the nanoparticles. The optical characteristics of the hydrosols were analyzed by spectrophotometry in the 300–700 nm range based on the position and intensity of the surface plasmon resonance band. The morphology and particle size were examined using scanning electron microscopy and atomic force microscopy, while the elemental composition was confirmed by energy-dispersive analysis. The biodegradable polylactic acid food

film was modified by spraying a colloidal solution of silver nanoparticles onto its surface. It was established that the size of the synthesized silver nanoparticles ranged from 1 to 80 nm and could be controlled by adjusting the concentrations of silver nitrate and the reducing agent. An increase in silver nitrate concentration led to a growth in the average particle size and enhanced aggregation processes. It was demonstrated that, when applied by spraying, the nanoparticles were uniformly distributed and stably fixed within the porous structure of the polylactic acid film without altering its physicochemical and morphological characteristics. The resulting nanocomposite material combines biodegradability with pronounced bactericidal properties. The proposed technology is characterized by simplicity of implementation, reproducibility, and cost-effectiveness. The developed material is promising for industrial application in the production of next-generation active biodegradable packaging for the food industry, ensuring extended shelf life and improved microbiological safety of products while simultaneously reducing environmental impact.

Keywords: silver nanoparticles, biodegradable packaging materials, polyvinyl alcohol, glucose (reducing agent)

For citations: Taussarova B.R., Shaikhova Zh.E., Abilkasova S.O. Synthesis of silver nanoparticles to impart antimicrobial properties to biodegradable packaging materials. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. — P. 331-346. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.381>

© Таусарова Б.Р., Шаихова Ж.Е., Әбілқасова С.О. *, 2026.

Алматы технологиялық университеті, Алматы, Қазақстан.

E-mail: sandugash.abilkasovaa@gmail.com

БИОЫДЫРАЙТЫН ОРАМА МАТЕРИАЛДАРЫНА АНТИМИКРОБТЫҚ ҚАСИЕТ БЕРУ ҮШІН КҮМІС НАНОБӨЛШЕКТЕРІН СИНТЕЗДЕУ

Таусарова Бижамал — химия ғылымдарының докторы, профессор, Алматы технологиялық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: birtausarova@mail.ru <https://orcid.org/0000-0002-2718-2102>;

Шаихова 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 ғылымдарының кандидаты, қауымдастырылған профессор, Алматы технологиялық университеті, Алматы, Қазақстан,

E-mail: sandugash.abilkasovaa@gmail.com <https://orcid.org/0000-0001-8322-4592>.

Аннотация. Зерттеу қазіргі заманның екі жаһандық мәселесін шешуге бағытталған: синтетикалық полимер қалдықтарының жиналуынан туындайтын экологиялық жүктемені азайту және тағам өнімдерінің микробиологиялық қауіпсіздігін арттыру. Осыған байланысты антимикробтық қасиеттері бар биоыдырайтын қаптама материалдарын әзірлеу өзекті ғылыми-технологиялық бағыт болып табылады. Күміс нанобөлшектерін синтездеудің ғылыми

негізделген тәсілін әзірлеу және олардың негізінде экологиялық қауіпсіздік пен бактерицидтік белсенділікті үйлестіретін биоыдырайтын қаптама материалдары үшін антимикробтық жабын жасау. Күміс нанобөлшектері күміс нитратын глюкозамен «жасыл» химиялық тотықсыздандыру әдісі арқылы, бөлшектердің агрегациясын болдырмайтын тұрақтандырғыш қызметін атқаратын поливинил спиртінің қатысуымен алынды. Бастапқы реагенттердің концентрациясы мен синтез жағдайларының нанобөлшектердің түзілу кинетикасына, морфологиясына, өлшемдік таралуына және оптикалық қасиеттеріне әсері кешенді түрде зерттелді. Гидрозольдердің оптикалық сипаттамалары 300–700 нм диапазонында беттік плазмондық резонанс жолағының орны мен қарқындылығы бойынша спектрофотометрия әдісімен анықталды. Бөлшектердің морфологиясы мен өлшемдері сканерлеуші электрондық және атомдық-күштік микроскопия әдістерімен зерттелді, ал элементтік құрамы энергодисперсиялық талдау арқылы расталды. Полилактидті тағамдық үлдірді модификациялау күміс нанобөлшектерінің коллоидтық ерітіндісін бұрку әдісімен жүзеге асырылды. Синтезделген күміс нанобөлшектерінің өлшемдері 1–80 нм аралығында өзгеретіні және олардың мөлшері күміс нитратымен тотықсыздандырғыш концентрациясына байланысты реттелетіні анықталды. Күміс нитраты концентрациясының артуы бөлшектердің орташа өлшемінің ұлғаюына және агрегация үдерістерінің күшеюіне алып келетіні көрсетілді. Бұрку әдісімен енгізілген нанобөлшектердің полилактидті үлдірдің кеуекті құрылымында біркелкі таралып, оның физика-химиялық және морфологиялық сипаттамаларын бұзбай тұрақты бекітілетіні дәлелденді. Алынған нанокомпозиттік материал биоыдырағыштық қасиет пен айқын бактерицидтік белсенділікті үйлестіреді. Ұсынылған технология жүзеге асырудың қарапайымдылығымен, қайта өндірілу мүмкіндігімен және экономикалық тиімділігімен ерекшеленеді. Өзірленген материал тағам өнеркәсібінде өнімнің сақтау мерзімін ұлғайтуға және микробиологиялық қауіпсіздігін арттыруға мүмкіндік беретін, экологиялық жүктемені төмендететін жаңа буын белсенді биоыдырайтын қаптаманы өнеркәсіптік деңгейде енгізуге перспективалы болып табылады.

Түйін сөздер: күміс нанобөлшектері, биологиялық ыдырайтын орама материалдар, поливинил спирті, глюкоза (тотықсыздандырғыш)

© Таусарова Б.Р., Шаихова Ж.Е., Абилкасова С.О.*, 2026.

Алматинский технологический университет, Алматы, Казахстан

E-mail: sandugash.abilkasovaa@gmail.com

СИНТЕЗ НАНОЧАСТИЦ СЕРЕБРА ДЛЯ ПРИДАНИЯ АНТИМИКРОБНЫХ СВОЙСТВ БИОРАЗЛАГАЕМЫМ УПАКОВОЧНЫМ МАТЕРИАЛАМ

Таусарова Бижамал — доктор химических наук, профессор, Алматинский технологический университет, Алматы, Казахстан,

E-mail: birtausarova@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-2718-2102>;

Шаихова Жанат — магистр технических наук, сениор-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>.

Аннотация. Исследование направлено на решение двух актуальных задач: снижение экологической нагрузки, обусловленной накоплением синтетических полимерных отходов, и повышение микробиологической безопасности пищевой продукции. В этой связи разработка биоразлагаемых упаковочных материалов с антимикробными свойствами является актуальным научно-технологическим направлением. Целью работы является разработка научно обоснованного подхода к синтезу наночастиц серебра и созданию на их основе антимикробного покрытия для биоразлагаемых упаковочных материалов, обеспечивающего сочетание экологической безопасности и бактерицидной активности. Наночастицы серебра получены методом «зелёного» химического восстановления нитрата серебра глюкозой в присутствии поливинилового спирта, выполняющего функцию стабилизатора и предотвращающего агрегацию частиц. Проведено комплексное исследование влияния концентраций исходных реагентов и условий синтеза на кинетику образования, морфологию, размерное распределение и оптические свойства наночастиц. Оптические характеристики гидрозолей изучены методом спектрофотометрии в диапазоне 300–700 нм по полосе поверхностного плазмонного резонанса. Морфология и размеры частиц исследованы методами сканирующей электронной и атомно-силовой микроскопии, а элементный состав подтверждён энергодисперсионным анализом. Модификацию полилактидной пищевой плёнки проводили методом распыления коллоидного раствора наночастиц серебра. Установлено, что размеры синтезированных наночастиц варьируются в пределах 1–80 нм и регулируются концентрациями нитрата серебра и восстановителя. Повышение концентрации нитрата серебра приводит к увеличению среднего размера частиц и усилению процессов агрегации. Показано, что при нанесении методом распыления наночастицы равномерно распределяются и устойчиво фиксируются в пористой структуре полилактидной плёнки, не нарушая её физико-химические и морфологические характеристики. Полученный нанокомпозитный материал сочетает биоразлагаемость с выраженными бактерицидными свойствами. Разработанная технология отличается простотой реализации, воспроизводимостью и экономической эффективностью. Полученный материал перспективен для промышленного внедрения при создании активной биоразлагаемой упаковки нового поколения для пищевой промышленности, обеспечивающей увеличение срока хранения и повышение микробиологической безопасности продукции при одновременном снижении экологической нагрузки.

Ключевые слова: наночастицы серебра, биоразлагаемые упаковочные материалы, полилактидная плёнка, поливиниловый спирт, глюкоза, зелёный синтез, антимикробное покрытие

Introduction. Mankind's need for polymer products has been growing at an incredible rate over the past centuries. This is primarily due to their high mechanical strength, durability, heat resistance, chemical stability, light weight, and cost-effectiveness in various industrial and consumer applications. Polymers have become indispensable in construction, medicine, electronics, transportation, and especially in the food packaging sector. The versatility of polymeric materials allows manufacturers to design packaging systems with tailored barrier, mechanical, and optical properties suitable for specific food products.

However, despite their technological advantages, the environmental impact of polymers, particularly packaging materials, remains a serious global concern. Polymer packaging typically has a very short service life and goes out of circulation almost immediately after the goods have fallen into the hands of the buyer. As a result, massive quantities of plastic waste accumulate annually. Neither landfill disposal nor incineration nor even recycling fully resolves the environmental burden. While recycling technologies are being improved, they remain energy-intensive and economically limited in many regions. Consequently, long-term persistence of synthetic polymers in the environment leads to soil and water contamination, formation of microplastics, and disruption of ecological systems.

Although until recently the durability of synthetic polymers was considered their main advantage, according to modern concepts it is associated with significant environmental problems and, in the long term, poses a serious threat to ecosystems and human health. The accumulation of plastic waste in marine and terrestrial environments has become one of the most pressing ecological challenges of the 21st century (Geyer et al., 2017; Andrady, 2011).

In this context, the development of sustainable packaging materials that combine environmental safety and functional performance has become an urgent scientific and technological task. One of the promising approaches is the creation of biodegradable polymer materials with enhanced functional properties, including antimicrobial activity.

Thus, the aim of this work is to impart antibacterial properties to biodegradable packaging materials by impregnation with a silver nanoparticle solution. This study focuses on the green synthesis of silver nanoparticles using polyvinyl alcohol as a stabilizing matrix and investigates their physicochemical characteristics, morphological features, and antibacterial effectiveness. The development of such materials contributes to solving two critical challenges simultaneously: reducing environmental pollution caused by synthetic polymers and enhancing microbiological safety of food packaging systems.

Literary review. Conventional polymer packaging may contribute to microbial contamination. Pathogenic microorganisms can actively develop in polymer-based packaging under favorable storage conditions, especially in high-moisture environments (Marsh et al., 2007). Microbial growth not only reduces shelf life but also poses potential risks to consumer health.

Various technologies have been introduced to improve food safety, including

thermal treatment, irradiation, modified atmosphere packaging, and advanced sterilization methods. Although effective, these methods are often energy-intensive, require expensive equipment, and may negatively affect the organoleptic properties of food products. Therefore, the development of innovative packaging solutions remains a priority (Vanderroost et al., 2014; Siracusa, 2012; Tausarova, 2017).

In this regard, active packaging technologies have attracted significant attention. Nanotechnology plays an important role in this field, offering new approaches such as antimicrobial and smart packaging systems, improved barrier properties, and enhanced food preservation capabilities. The incorporation of nanoscale materials into polymer matrices enables modification of mechanical strength, gas permeability, UV resistance, and antimicrobial properties without significantly altering bulk characteristics.

Among nanomaterials, metal nanoparticles are of particular interest due to their strong antimicrobial activity. Silver nanoparticles, in particular, have been extensively studied and demonstrate broad-spectrum effectiveness against Gram-positive and Gram-negative bacteria, fungi, and some viruses (Duncan, 2011; Ruparelia et al., 2008; Ahmed et al., 2016). Their antimicrobial mechanism involves disruption of cell membranes, generation of reactive oxygen species, and interaction with microbial DNA and proteins.

In response to environmental concerns, significant research efforts have been directed toward the development of biodegradable polymers with antibacterial properties. Biopolymers derived from renewable resources such as cellulose, starch, wood, and polylactide are considered promising alternatives to conventional plastics. However, most biodegradable polymers lack inherent antimicrobial activity, limiting their application in food packaging. To address this limitation, nanoparticles of metals such as silver, copper, and zinc are incorporated into polymer matrices to impart antibacterial functionality (Niaounakis, 2013; Cushen et al., 2014).

Polyvinyl alcohol (PVA) is widely used in biomedical, pharmaceutical, and packaging applications due to its biocompatibility, film-forming ability, water solubility, and chemical stability. Unlike most polymers obtained through direct polymerization, PVA is produced by hydrolysis of polyvinyl acetate, which distinguishes it from other polymeric materials (Gudikandula et al., 2016; Khodashenas et al., 2019).

In recent years, increasing attention has been given to environmentally friendly (“green”) synthesis methods of nanoparticles. These approaches employ mild reaction conditions and non-toxic reducing and stabilizing agents, making them suitable for food-related applications. For instance, glucose can be used as a reducing agent, while polyvinyl alcohol serves as a stabilizer to form stable silver nanoparticle colloids under controlled conditions.

Materials and methods. The objects of the study are: biodegradable packaging material, chemical compounds - silver nitrate, glucose, polyvinyl alcohol.

Silver nitrate was used as the main reagent. Silver nitrate is used in medicine for cauterizing and sterilizing wounds. The therapeutic effect of silver nitrate is to inhibit the vital activity of microorganisms; in small concentrations it acts as an anti-inflammatory and astringent, and concentrated solutions, like AgNO₃ crystals, cauterize living tissues.

Glucose served as the reducing agent and polyvinyl alcohol (PVA) as the stabilizer. Chemical reduction is a multifactorial process. It depends on the oxidant-reductant pair, their concentrations and conditions of the process realization.

Glucose is a colorless crystalline substance of sweet taste, soluble in water, soluble in Schweitzer's reagent (ammonia solution of copper hydroxide $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4(\text{OH})_2$), in concentrated zinc chloride solution and concentrated sulfuric acid solution.

Polyvinyl alcohol (PVA) is an artificial solid white (less often light yellow or creamy) polymer in the form of powder, flakes or grits. The crystalline component of the substance can be up to 68%. The chemical formula of polyvinyl alcohol is as follows: $[-\text{CH}_2 - \text{CH}(\text{OH})-]_n$, where n is the degree of polymerization. The value of n can reach 5000, that is, a molecule of polyvinyl alcohol can have in its composition up to 5000 identical links.

Pure polyvinyl alcohol is odorless, tasteless and non-toxic. Its only solvent is water. Polyvinyl alcohol is not soluble in any organic solvent. It is particularly resistant to any oils, gasoline, kerosene and other hydrocarbons, as well as diluted alkalis and acids.

Silver nanoparticles were synthesized by reducing aqueous silver nitrate solution. In this synthesis technique, the same volume of reducing agent solution (0.001 M - 0.05 M) was added to silver nitrate solution of a certain concentration (0.0001 M - 0.0005 M) and the solutions were stabilized with 25% polyvinyl alcohol. Distilled water and reagents of qualification "CP" (chemically pure) were used for the synthesis.

Optical absorption spectra of Ag hydrosols were recorded at room temperature in the region of 300-700 nm on an Analytik Jena spectrophotometer in a quartz cuvette, the length of the optical layer was 1 cm. Concentration, size, aggregative state of nanoparticles in solutions were determined by the position and intensity of surface plasmon resonance bands. Sedimentation stability of sols was also evaluated visually (Matusiak J., et.al. 2017).

The microscopic study was carried out using JSM-6510LA electron scanning microscopy. The biopackages were examined using scanning electron microscopy (SEM). The content of carbon, oxygen and silver nanoparticles was determined in the studied samples using energy dispersive analysis.

Results. When glucose ($\text{C}(\text{AgNO}_3) = 0.001 \text{ M}$; $\text{C}(\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6) = 0.05 \text{ M}$) was used as a reducing agent, relatively stable colloidal solutions with a characteristic yellow coloration were formed. The optical spectra show a pronounced absorption maximum in the range of $\lambda = 410\text{--}420 \text{ nm}$. The presence of this band indicates the formation of silver nanoparticles. The plasmonic band is relatively narrow and symmetrical, indicating a fairly uniform particle size distribution and a limited degree of aggregation in the studied system.

When studying the influence of the initial AgNO_3 solution concentration in the range of 0.001–0.005 M (at a constant glucose concentration of $\text{C}(\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6) = 0.05 \text{ M}$), it was found that the intensity of the absorption maximum at 420 nm increases proportionally with increasing silver nitrate concentration (Figure 1).

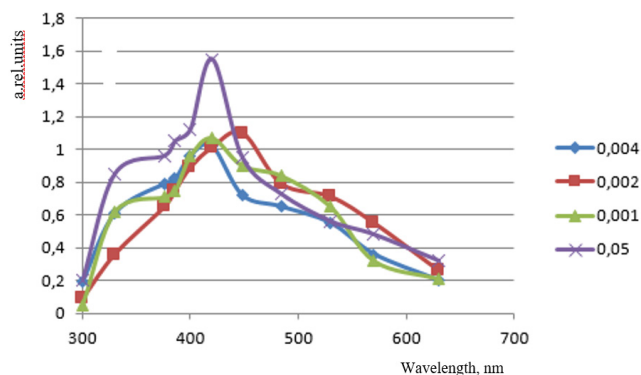


Figure 1 — Effect of initial silver nitrate concentration on optical absorption spectra of silver sols formed: 1 - 0.004M; 2 - 0.002M; 3 - 0.001M; 4 - 0.05M

At the same time, a noticeable change in the color of the solution from light yellow to dark yellow and further to brown was observed (Figure 2).

In addition to the increase in peak intensity at 420 nm, an increase in optical density at wavelengths above 500 nm was recorded with increasing silver salt concentration. In some cases, a “shoulder” appeared in the spectra within the 500–550 nm range.

A broadening of the absorption band and its shift to longer wavelengths (batochromic shift) was also noted at elevated silver concentrations.



Figure 2 — Coloring of the obtained solutions

Under the influence of the reducing agent concentration — glucose — a noticeable increase in the intensity of the absorption band maximum (Figure 3) was observed as the glucose concentration increased within the range of 0.001–0.005 M (the typical silver ion concentration in the experiments was 0.0001 M).

In addition to the increase in absorption intensity, a slight shift (approximately 20 nm) of the plasmon absorption maximum toward the short-wavelength region was observed with increasing glucose concentration. A narrowing of the plasmon resonance band was also noted at higher reducing agent concentrations.

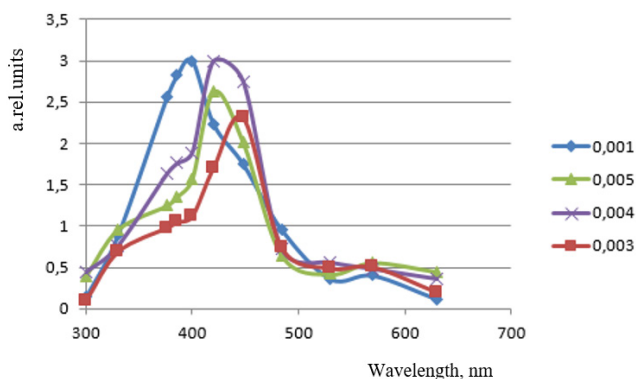


Figure 3 — Effect of glucose concentration on the optical absorption spectra of the formed silver sols:
1 - 0.001M; 2 - 0.005M; 3 - 0.004M; 4 - 0.003M

Under our determined optimal synthesis conditions ($C(\text{AgNO}_3) = 0.0001\text{M}$; $C(\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6) = 0.05\text{M}$; a few drops of 25% polyvinyl alcohol), silver nanoparticle solutions were prepared and examined by atomic force microscopy (Figure 4).

The developed nanocomposite composition was applied to the surface of bio-packaging using a spraying method.

The processed bio-packaging samples were then examined using scanning electron microscopy (SEM) and subjected to microbiological analysis.

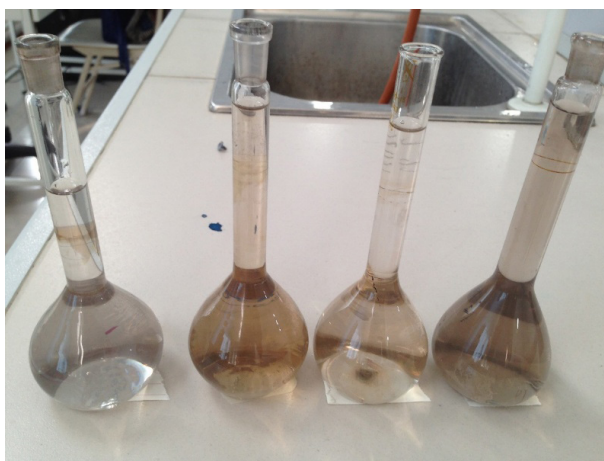


Figure 4 — Silver nanoparticle solutions with concentration: 0.0001M; 0.0002M; 0.003M; 0.005 M.

As follows from the electron microscopic study of the samples shown in Figure 5, the samples contain a fairly large number of silver nanoparticles with sizes ranging from 1-30nm.

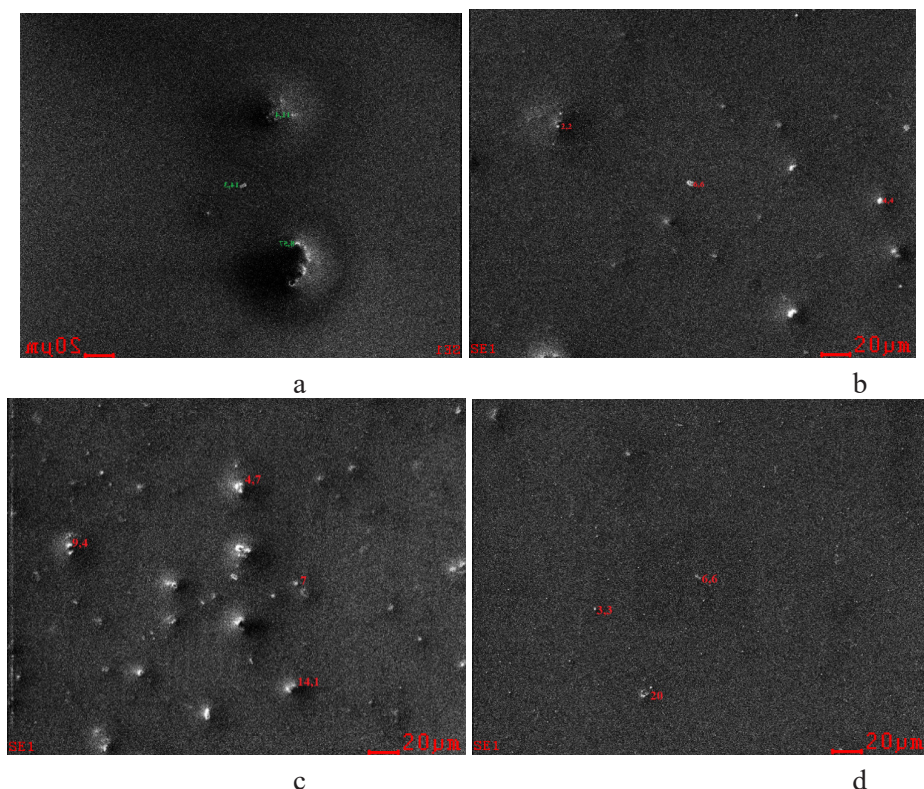
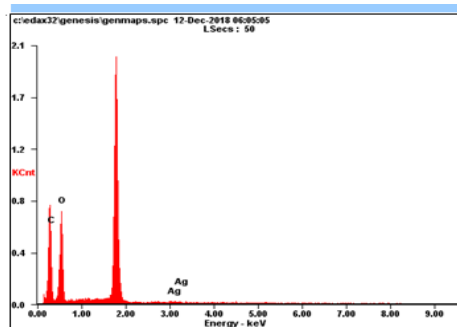


Figure 5 — Photographs of nanoparticles obtained by SEM with different concentrations: a - 0.0001M; b - 0.0002M; c - 0.0003M; d - 0.0005M

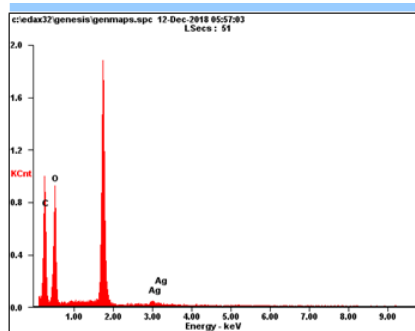
Energy dispersive analysis (EDA) of the studied samples revealed the presence of carbon, oxygen, and silver nanoparticles in their composition (in elemental and atomic percentages) (Figure 6). The spectra revealed characteristic silver peaks in the corresponding energy range, confirming its presence in the samples. The relative intensity of the Ag peaks increased with increasing initial silver concentration.

The consistent detection of silver in the analyzed regions indicates its distribution and fixation within the structure of the biodegradable packaging material.



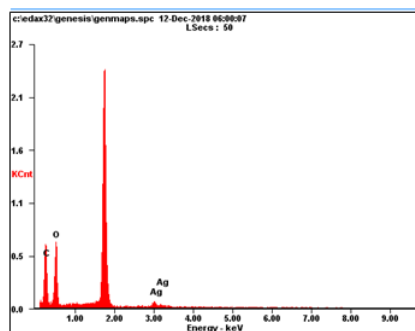
a

Element	Wt%	At%
C	50.83	59.95
O	44.53	39.44
Ag	4.64	0.61



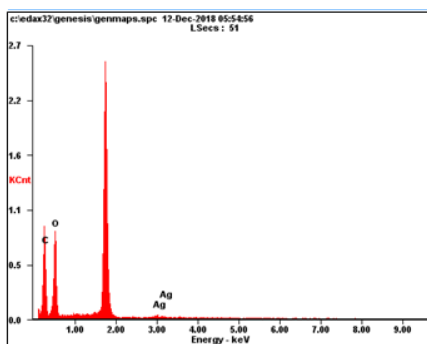
Element	Wt%	At%
C	47.65	58.34
O	44.11	40.54
Ag	8.24	1.12

b



Element	Wt%	At%
C	42.80	55.72
O	43.23	42.26
Ag	13.97	2.03

c



Element	Wt%	At%
C	48.14	58.09
O	45.30	41.03
Ag	6.56	0.88

d

Figure 6 — Results of energy dispersive analysis of the studied samples (with silver concentration a - 0.0001M; b - 0.0002M; c - 0.0003M; d - 0.0005M)

The SEM result of the investigated sample (Fig.7) treated with a solution with silver concentration of 0.0001M contains silver nanoparticles with sizes ranging from 1-35nm; 1-50nm (concentration of 0.0002M); 1-70nm (concentration of 0.003M); 1-80nm (concentration of 0.0005M).

Thus, with an increase in the concentration of silver, an expansion of the size range of nanoparticles is observed.

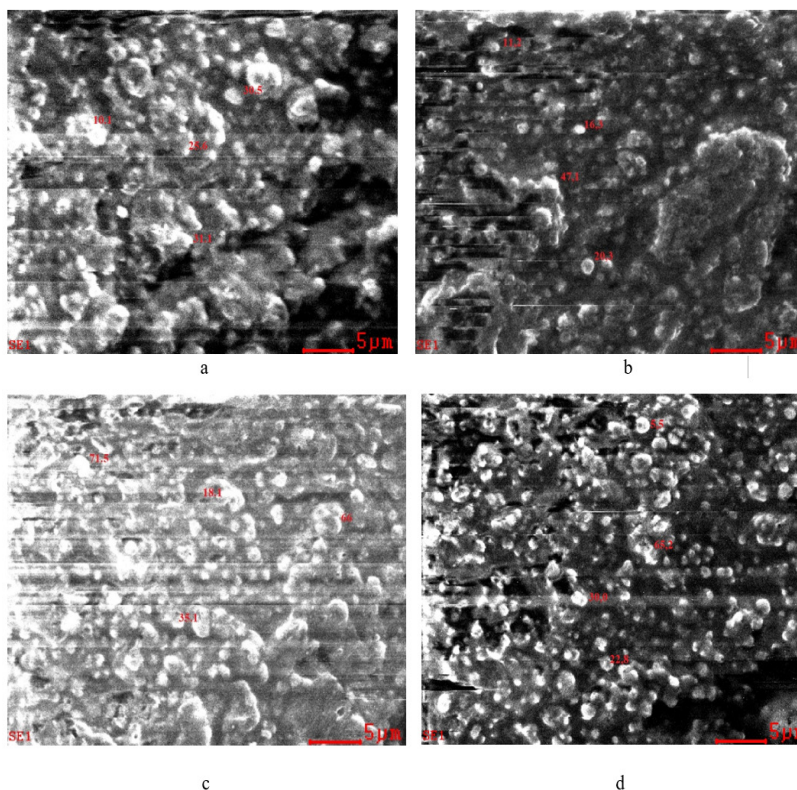


Figure 7 – Photograph of nanoparticles on the surface of the biopackage obtained by SEM (with silver concentration a - 0.0001M; b - 0.0002M; c - 0.0003M; d - 0.0005M)

Transmission electron microscopy data revealed that the resulting nanoparticles are predominantly spherical. The majority of particles are characterized by diameters of 1–10 nm, with some particles up to 80 nm in size being recorded. The spherical shape of the nanoparticles is indicated by the yellow coloration of the solution. The particles formed are stable, do not precipitate and do not change color for several weeks. When reconstituted with glucose, the solutions changed coloration from light gray to black, indicating larger silver particles (particle association). Energy dispersive analysis showed that the studied samples show an increase in the size of silver nanoparticles with increasing concentration from 0.0001M to 0.0005M.

Discussion. The appearance of a yellow color is characteristic of silver nanoparticle hydrosols and is associated with surface plasmon resonance (SPR). The absorption maximum in the 410–420 nm range confirms the formation of predominantly spherical silver nanoparticles, which is consistent with literature data for nanosized particles dispersed in an aqueous medium and stabilized by a polymer matrix.

The relative narrowness and symmetry of the plasmon resonance peak indicate a fairly uniform particle size distribution and a limited degree of aggregation under the selected synthesis conditions. The stability of the colloidal system can be explained

by the combined effect of the reduction kinetics of glucose and the steric stabilization provided by polyvinyl alcohol, which prevents rapid particle growth and agglomeration.

An increase in the peak intensity at 420 nm indicates an increase in the concentration of formed nanoparticles in the colloidal system. As the amount of precursor ions increases, the number of nucleation centers rises, resulting in a greater overall nanoparticle yield.

Such a color transition is typically associated with an increase in nanoparticle concentration and possible changes in their size distribution. The darker coloration may indicate the formation of larger particles or the occurrence of partial aggregation processes at higher precursor concentrations.

The increase in optical density in the region $\lambda > 500$ nm and the appearance of a spectral "shoulder" in the 500–550 nm range may be due to interparticle plasmonic interactions that arise as the interparticle distance decreases. These features are also characteristic of systems with partial aggregation or the formation of nonspherical (spheroidal or anisotropic) particles.

Broadening of the absorption band and its shift toward longer wavelengths (red shift) at higher silver concentrations may also indicate an increase in the average particle size. According to Mie theory, the position and width of the plasmon resonance band are sensitive to particle size, shape, and the dielectric properties of the surrounding medium. Therefore, the observed spectral changes reflect modifications in the balance between nucleation and growth processes during synthesis. At higher precursor concentrations, the reduction rate may locally increase, promoting particle growth and increasing the probability of collision and aggregation.

The increase in peak intensity indicates a higher yield of silver nanoparticles formed in the colloidal system under enhanced reducing conditions. Since the concentration of silver ions remained constant, the observed spectral changes can be directly attributed to modifications in the reduction kinetics caused by varying glucose content.

The shift of the absorption maximum to the short-wavelength region indicates a decrease in the average particle size. The shift toward shorter wavelengths is consistent with theoretical and experimental data showing that smaller silver nanoparticles exhibit plasmon resonance maxima at lower wavelengths due to quantum size effects and changes in the oscillation behavior of conduction electrons.

The narrowing of the plasmonic band confirms the formation of a narrower particle size distribution. The increased rate of recovery at high glucose concentrations promotes the rapid formation of a large number of nuclei and suppresses secondary growth and aggregation processes due to the rapid consumption of silver ions.

Polyvinyl alcohol provides additional stabilization of the system, creating steric repulsion between particles and preventing their coalescence.

Thus, increasing the reducing agent concentration shifts the balance of processes toward intense nucleation with limited particle growth. At low glucose concentrations, reduction proceeds more slowly, facilitating the formation of larger particles, whereas at high concentrations, supersaturation is quickly reached, mass nucleation is initiated, and smaller nanoparticles are formed.

The selection of optimal synthesis conditions made it possible to obtain a stable dispersed system of silver nanoparticles suitable for practical use as a functional coating. The spraying method was chosen because it is technologically simple and ensures uniform distribution of nanoparticles across the surface of the material. The use of bio-packaging as a base is driven by its environmental safety, hygiene, and ability to rapidly biodegrade, which is important for sustainable waste management.

The use of a set of analytical methods (AFM, SEM and microbiological studies) made it possible to evaluate both the morphological characteristics of the coating and its potential antimicrobial properties, which confirms the feasibility of using the developed system for the creation of functional packaging materials.

The detection of carbon and oxygen is mainly associated with the polymer matrix of the biodegradable film, as well as with the presence of polyvinyl alcohol used as a stabilizer during nanoparticle synthesis. The presence of characteristic silver peaks confirms the successful incorporation and fixation of silver nanoparticles within the material structure.

The relative intensity of silver peaks in the spectra increased with increasing initial silver concentration, indicating a higher content of metallic nanoparticles in the analyzed areas. The characteristic Ag peaks observed in the corresponding energy range provide direct evidence of the formation of metallic silver rather than ionic forms. This confirms the effectiveness of the reduction process under the selected synthesis conditions.

It should be noted that the obtained results are predominantly qualitative rather than strictly quantitative. During scanning electron microscopy combined with energy dispersive analysis, the samples were exposed to a focused electron beam, which may cause local heating or partial damage to polymer materials. In some cases, prolonged irradiation may lead to partial degradation or “burning” of organic components, affecting the measured elemental ratios. In addition, energy dispersive spectroscopy does not allow detection of hydrogen due to its low atomic number; therefore, the complete elemental composition of the polymer matrix cannot be fully determined.

Despite these limitations, energy dispersive analysis reliably confirms the presence and distribution of silver nanoparticles in the studied samples. The consistent detection of silver depending on the initial precursor concentration indicates successful deposition and fixation of nanoparticles on the surface of the biodegradable packaging material.

The expansion of the particle size range with increasing silver concentration indicates a shift in the balance of nucleation and growth processes toward more intense particle growth. Higher precursor content promotes the formation of larger nanoparticles and increases the likelihood of their coalescence.

The spherical shape of the particles is consistent with optical spectroscopy data, particularly the characteristic yellow color of the solution due to surface plasmon resonance, typical of spherical silver nanoparticles.

The stability of the colloidal solutions for several weeks indicates effective stabilization of the particles, likely due to the presence of the polymer matrix and stabilizing agent.

The change in the color of the solutions upon interaction with glucose, from light gray to black, may indicate the formation of larger particles or their association, which is associated with enhanced aggregation processes.

Thus, the combined results of SEM, TEM, and EDX confirm the dependence of silver nanoparticle size on the initial precursor concentration and reflect the kinetics of their formation in the studied system.

Conclusion. Thus, as a result of this study, an effective and reproducible method for the synthesis of silver nanoparticles by chemical reduction using glucose as a reducing agent and polyvinyl alcohol as a stabilizer has been developed. The proposed approach ensures the formation of stable colloidal systems under mild reaction conditions. The key parameters governing silver nanoparticle synthesis — primarily the concentrations of silver nitrate and glucose — were identified and optimized, allowing controlled regulation of nanoparticle size and optical properties.

Silver nanoparticles obtained via reduction of silver nitrate solution with glucose were successfully synthesized. The size of the nanoparticles was found to range from 1 to 80 nm and was directly dependent on the concentration of the reagents used during synthesis. Comprehensive characterization of the synthesized nanoparticles was performed using scanning electron microscopy (SEM), atomic force microscopy (AFM), and energy dispersive analysis (EDA), confirming their morphology, size distribution, and elemental composition.

A novel method for imparting antibacterial properties to biodegradable packaging materials, specifically polylactide-based food film, has been developed. The silver nanoparticles deposited onto the polylactide film were uniformly and stably immobilized within the porous surface structure of the material. Microscopic analysis demonstrated that the incorporation of nanoparticles does not disrupt or degrade the structural integrity of the polylactide matrix at the microlevel.

The developed nanocomposite system combines environmental compatibility with antimicrobial functionality, addressing both ecological and food safety challenges. The proposed approach can be recommended for practical application in the production of biodegradable packaging materials with antimicrobial properties, particularly in the food industry. Its environmental safety, technological simplicity, cost-effectiveness, and scalability make it a promising solution for sustainable packaging technologies.

References

- Ahmed S., Ahmad M., Swami B. L., Ikram S. (2016) A review on plants extract mediated synthesis of silver nanoparticles for antimicrobial applications: A green expertise. *Journal of Advanced Research*. 7(1):17–28. DOI 10.1016/j.jare.2015.02.007 (in English)
- Andrady A.L. (2011) Microplastics in the marine environment. *Marine Pollution Bulletin*. 62(8):596–1605. DOI 10.1016/j.marpolbul.2011.05.030 (in English)
- Chiellini E., Corti A., D'Antone S., Solaro R. (2003) Biodegradation of poly (vinyl alcohol) based materials. *Progress in Polymer Science*. 28(6):963–1014. DOI 10.1016/S0079-6700(02)00149-1. (in English)
- Cushen M., Kerry J., Morris M., Cruz-Romero M., Cummins E. (2014) Silver migration from nanosilver and a commercially available zeolite filler polyethylene composites to food simulants. *Food Additives & Contaminants: Part A*. 31(1):113–126. DOI 10.1080/19440049.2013.865147 (in English)

Duncan T.V. (2011) Applications of nanotechnology in food packaging and food safety: Barrier materials, antimicrobials, and sensors. *Journal of Colloid and Interface Science*. 363(1):1–24. DOI 10.1016/j.jcis.2011.07.017 (in English)

Geyer R., Jambeck J.R., Law K.L. (2017) Production, use, and fate of all plastics ever made. *Science Advances*. 3(7). e1700782. DOI 10.1126/sciadv.1700782. (in English)

Gudikandula K., Charya Maringanti S. (2016) Synthesis of silver nanoparticles by chemical and biological methods and their antimicrobial properties. *Journal of Experimental Nanoscience*. 11(9):714–721. DOI:10.1080/17458080.2016.1139196 (in English)

Khodashenas B., Ghorbani H.R. (2019) Synthesis of silver nanoparticles with different shapes. *Arabian Journal of Chemistry*. 12(8):1823-1838. DOI:10.1016/j.arabjc.2014.12.014 (in English)

Marsh K., Bugusu B. (2007) Food packaging-roles, materials, and environmental issues. *Journal of Food Science*. 72(3):39–55. DOI 10.1111/j.1750-3841.2007.00301.x (in English)

Matusiak J., Grządka E. (2017) Stability of colloidal systems-a review of the stability measurements methods. *Annales - Universitatis Mariae Curie-Skłodowska, Sectio AA*. LXXII:33-45. DOI:10.17951/aa.2017.72.1.33 (in English)

Niaounakis M. (2013) *Biopolymers: Applications and Trends*. William Andrew Publishing. DOI 10.1016/B978-1-4557-3140-6.00001-0 (in English)

Ruparelia J. P., Chatterjee A. K., Duttagupta S. P., Mukherji S. (2008) Strain specificity in antimicrobial activity of silver and copper nanoparticles. *Acta Biomaterialia*. 4(3):707–716. DOI 10.1016/j.actbio.2007.11.006 (in English)

Seymour R. B., Carraher C. E. *Polymer (2000) Chemistry: An Introduction (6th ed.)*. Marcel Dekker. (in English)

Siracusa V. (2012). Food packaging permeability behaviour: A report. *International Journal of Polymer Science*. 2012 (11). DOI 10.1155/2012/302029 (in English)

Tausarova B.R., Abilkasova S.O. (2017) Flame-Retardant Modification of Cellulose Materials by N- and P-Containing Composites. *Fibre Chem*. 49(4):242–245. DOI 10.1007/s10692-018-9876-4 (in English)

Vanderroost M., Ragaert P., Devlieghere F., De Meulenaer B. (2014) Intelligent food packaging: The next generation. *Trends in Food Science & Technology*. 39(1):47–62. DOI 10.1016/j.tifs.2014.06.009 (in English)

© **Tleuova S.T.**¹, **Zhussipbek G.S.**^{1*}, **Raiymbekov Y.**¹, **Nazarbek U.**¹,
Pochitalkina I.A.², 2026.

¹M. Auezov South Kazakhstan University¹, Shymkent, Kazakhstan;

²D.I. Mendeleyev University of Chemical Technology of Russia², Moscow, Russia.

E-mail: guldana.zhussipbek@mail.ru

COMPOSITIONAL AND MICROSTRUCTURAL FEATURES OF LIGNITE DEPOSITS

Tleuova Saltanat — candidate of technical sciences, Professor, M. Auezov South Kazakhstan University, Shymkent, Kazakhstan,

E-mail: saltanat.talipovna52@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4764-3500>;

Zhussipbek Guldana — PhD student. M. Auezov South Kazakhstan University, Shymkent, Kazakhstan,

E-mail: guldana.zhussipbek@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0001-2323-3523>;

Raiymbekov Yerkebulan — PhD, M. Auezov South Kazakhstan University, Shymkent, Kazakhstan,

E-mail: eplusr@bk.ru, <https://orcid.org/0000-0002-2119-2406>;

Nazarbek Ulzhalgas — PhD, Associate Professor, M. Auezov South Kazakhstan University, Shymkent, Kazakhstan,

E-mail: unazarbek@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8890-8926>;

Pochitalkina Irina — Doctor of Engineering Sciences, Professor, D.I. Mendeleyev University of Chemical Technology of Russia, Moscow, Russia,

E-mail: pochitalkina.i.a@muctr.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1063-1856>

Abstract. Our country brown coal reserves are enormous and account for a significant share of the fuel balance in energy sector. Brown coal deposits can be found in northern, central and southeastern parts of the country. It belongs to the high-ash class of coal and has a low calorific value. This research presents the compositional and microstructural characteristics of brown coal deposits in the Republic of Kazakhstan. Brown coal is typically characterized by a significant content of organic matter, high moisture and a significant content of volatile components. All these properties of lignite are due to its physicochemical properties. Insufficient knowledge of the compositional and microstructural characteristics of brown coal deposits limits their rational use. Therefore, a comprehensive study of the properties of lignite is an urgent task. The study and further use of brown coal in the chemical industry as sorbents and humate-containing fertilizers can contribute to the solution of environmental and resource-saving problems. The purpose of this study was to study the physical and chemical properties of brown coal to determine its further use in the chemical industry as a

sorbent and fertilizer. The practical significance of the obtained results for brown coal deposits could contribute to improving the economic efficiency of deposit exploitation and expanding the potential for further lignite use in the chemical industry. This paper presents the results of a structural, physicochemical, and analytical analysis of brown coal samples using X-ray diffraction (XRD), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), and scanning electron microscopy with energy-dispersive X-ray analysis (SEM-EDX). X-ray diffraction analysis of the selected samples revealed an amorphous structure of the brown coal, as well as a fine crystalline structure with inclusions of the minerals illite, kaolinite, and quartz. The absorption spectra of the studied lignite clearly show the content of oxygen-containing functional groups. These include carboxyl, hydroxyl, and carbonyl functional groups. This indicates a high degree of oxidation of the sample under study and the presence of humic substances in it. A micrograph obtained using SEM-EDX reveals a heterogeneous surface with depressions and microcracks, and also indicates the predominance of carbon and oxygen with insignificant contents of Na, Mg, Al, K, and Fe. A comprehensive study of the organomineral structure of brown coal samples and the resulting analytical data highlight its potential as a raw material for sorption materials and humate fertilizers.

Keywords: brown coal, lignite, surface morphology, mineral composition

For citations: Tleuova S.T., Zhussipbek G.S., Raiymbekov Y., Nazarbek U., Pochitalkina I.A. Compositional and microstructural features of lignite deposits. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. — P. 347-358. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.382>

© Тлеуова С.¹, Жүсіпбек Г.¹, Райымбеков Е.¹, Назарбек У.¹,
Почиталкина И.², 2026.

¹М.Әуезов атындағы Оңтүстік Қазақстан университеті, Шымкент, Қазақстан;

²Д.И. Менделеев атындағы Ресей химиялық технология университеті,

Мәскеу, Ресей.

E-mail: guldana.zhussipbek@mail.ru

ҚОҢЫР КӨМІР КЕН ОРЫНДАРЫНЫҢ ҚҰРАМДЫҚ ЖӘНЕ МИКРОҚҰРЫЛЫМДЫҚ ЕРЕКШЕЛІКТЕРІ

Тлеуова Салтанат — техника ғылымдарының кандидаты, профессор, М. Әуезов атындағы ОҚУ, Шымкент, Қазақстан,

E-mail: saltanat.talipovna52@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4764-3500>;

Жүсіпбек Гүлдана — PhD, М. Әуезов атындағы ОҚУ, Шымкент, Қазақстан,

E-mail: guldana.zhussipbek@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0001-2323-3523>;

Райымбеков Еркебұлан — PhD, М. Әуезов атындағы ОҚУ, Шымкент, Қазақстан,

E-mail: epulsr@bk.ru, <https://orcid.org/0000-0002-2119-2406>;

Назарбек Улжалғас — PhD, қауымдастырылған профессор, Химия және фармацевтикалық инженерия кафедрасы, М. Әуезов атындағы ОҚУ, Шымкент, Қазақстан,

E-mail: unazarbek@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8890-8926>;

Ирина Почиталкина — техника ғылымдарының докторы, профессор, Бейорганикалық заттар және

электрохимиялық процестер кафедрасы, Д.И. Менделеев атындағы Ресей химиялық технология университеті, Мәскеу, Ресей,
E-mail: pochitalkina.i.a@muctr.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1063-1856>

Аннотация. Республиканың отын энергетикасында қоңыр көмір біраз бөлігін алады, қоңыр көмірдің ең үлкен кен орындары мемлекеттің солтүстік, орталық және оңтүстік-шығыс бөлігінде кездеседі. Қоңыр көмір көмірдің жоғары күлді класына жатады және ылғалдылығы жоғары болғандықтан меншікті жану жылуы төмен болып келеді. Бұл зерттеуде лигниттің физико-химиялық қасиеттері мен оның құрамдық және микроқұрылымдық сипаттамалары ұсынылған. Зерттелетін көмірдің физико-химиялық қасиеттері оның құрамындағы органикалық заттардың, жоғары ылғалдылық пен ұшқыштық заттардың бар екенін көрсетеді. Республикада кездесетін қоңыр көмір кен орындарының микроқұрылымдық және құрамдық сипаттамаларын жеткіліксіз білу және жеткілікті зерттелмегендігі бұл құнды ресурсты ұтымды пайдалануды шектейді. Сондықтан қоңыр көмірді жан жақты әрі кешенді зерттеу өзекті мәселе болып табылады. Бұл арзан көмір түрін химия өнеркәсібінде сорбциялық материалдар немесе тыңайтқыштар ретінде пайдалану экологиялық, экономикалық жағынан тиімді және ресурстарды үнемді пайдалану мәселелерін шететін еді. Бұл зерттеу жұмысының мақсаты қоңыр көмірдің физико-химиялық сипаттамаларын кешенді зерттеу және оны кейін химия өнеркәсібінде сорбенттер немесе тыңайтқыштар ретінде пайдаланудың орындылығын айқындау болып табылады. Көмірдің бұл түрі үшін алынған нәтижелердің практикалық маңыздылығы химия өнеркәсібінде лигнитті одан әрі пайдалану әлеуетін арттырады және қоршаған ортаны техногенді қалдықтардан қорғау мәселелерін шешеді. Мақалада таңдалған сынамаларға рентгендік дифракция (XRD), Фурье түрлендіруінің инфрақызыл спектроскопиясы (FTIR) және энергияны дисперсиялық рентгендік талдауы бар сканерлеуші электронды микроскопия (SEM-EDX) көмегімен алынған нәтижелер келтірілген және алынған нәтижелердің аналитикалық талдауы келтірілген. XRD рентгендік дифракция зерттеуге алынған қоңыр көмірдік аморфты құрылымға ие екенін, одан қоса иллит, каолинит және кварцтың кристалды қосындылары бар екен көрсетті. Инфрақызыл спектрлері зерттелетін көмірдің құрамында көп мөлшерде гидроксил, карбонил, гидроксил функционалдық топтардың бар екенін көрсетті. Функционалды топтардың көп болуы тотығудың жоғары дәрежесін және құрамында гуминді заттардың бар екендігін айқындайды. Сканерлеуші электронды микроскопия (SEM-EDX) көмегімен микросурет алынып одан көмірдің бетіндегі жарықтақтар мен агрегацияланған ламеллялары бар кеуекті және гетерогенді бетті анықтады, EDX нәтижелері Na, Mg, Al, K, Fe аз мөлшерін, ал оттегі мен көміртегінің басым екендігін анықтап берді. Жан жақты біріктірілген аналитикалық деректер лигниттің органоминаралды құрылымын түсінуге мүмкіндік берді және де химия өнеркәсібінде сорбциялық материалдар немесе гуматты тыңайтқыштар үшін тиімді материал болатынын көрсетті.

Түйін сөздер: лигнит, қоңыр көмір, минералды құрам, беттің морфологиясы

© Тлеуова С.¹, Жусипбек Г.¹, Райымбеков Е.¹, Назарбек У.¹,
Почиталкина И.², 2026.

Южно-Казахстанский университет имени М. Ауэзова, Шымкент, Казахстан;
Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева,
Москва, Россия.

E-mail: guldana.zhussipbek@mail.ru

СОСТАВНЫЕ И МИКРОСТРУКТУРНЫЕ ОСОБЕННОСТИ ЗАЛЕЖЕЙ БУРОГО УГЛЯ

Тлеуова Салтанат — кандидат технических наук, профессор, Южно-Казахстанский университет имени М. Ауэзова, Шымкент, Казахстан,

E-mail: saltanat.talipovna52@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4764-3500>;

Жусипбек Гuldана — PhD, Южно-Казахстанский университет им. М. Ауэзова, Шымкент, Казахстан,

E-mail: guldana.zhussipbek@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0001-2323-3523>;

Райымбеков Еркебулан — PhD, Южно-Казахстанский университет имени М. Ауэзова, Шымкент, Казахстан,

E-mail: eplusr@bk.ru, <https://orcid.org/0000-0002-2119-2406>;

Назарбек Улжалгас — PhD, ассоциированный профессор, Южно-Казахстанский университет имени М. Ауэзова, Шымкент, Казахстан,

E-mail: unazarbek@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8890-8926>;

Почиталкина Ирина — доктор технических наук, профессор, Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева, Москва, Россия,

E-mail: pochitalkina.i.a@muctr.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1063-1856>.

Аннотация. Бурый уголь занимает значительную долю в топливно-энергетическом балансе Республики Казахстан и характеризуется крупными запасами, сосредоточенными в северных, центральных и юго-восточных регионах страны. Несмотря на широкую распространенность, бурые угли отличаются повышенной зольностью и сравнительно низкой теплотой сгорания, что ограничивает их традиционное энергетическое использование. В связи с этим особый интерес представляет изучение их физико-химических свойств для расширения направлений промышленного применения. В работе представлены результаты исследования составных и микроструктурных особенностей образцов бурого угля (лигнита) Казахстана. Актуальность исследования обусловлена недостаточной изученностью структурных характеристик лигнита с точки зрения его дальнейшего использования при получении сорбционных материалов и гуматных удобрений. Целью работы являлось комплексное исследование физико-химических свойств бурого угля для оценки перспектив его применения в химической промышленности и решении экологических задач, связанных с переработкой техногенных отходов. Исследования проводились с использованием методов рентгенофазового анализа (XRD), инфракрасной спектроскопии с преобразованием Фурье (FTIR), а также сканирующей электронной микроскопии с энергодисперсионным рентгеновским анализом (SEM-EDX). Результаты XRD показали, что исследуемый лигнит характеризуется преимущественно аморфной

структурой с небольшими кристаллическими включениями иллита, каолинита и кварца. По данным FTIR установлено наличие значительного количества кислородсодержащих функциональных групп - карбоксильных, гидроксильных и карбонильных, что соответствует природе лигнита и свидетельствует о присутствии гуминовых веществ. Исследования методом SEM-EDX выявили неоднородную шероховатую поверхность с развитой системой микротрещин. Элементный состав характеризуется высоким содержанием углерода и кислорода, а также присутствием Na, Mg, Al, K и Fe в небольших количествах. Полученные результаты позволяют более полно охарактеризовать органоминеральную структуру бурого угля и подтверждают перспективность его использования в качестве сырья для получения сорбционных материалов и гуматных удобрений.

Ключевые слова: бурый уголь, лигнит, рентгенофазовый анализ, FTIR-спектроскопия, SEM-EDX, минеральный состав, морфология поверхности, гуминовые вещества, сорбционные материалы

Introduction. In terms of energy resources Kazakhstan is one of the richest countries in the world. There are located more than 400 coal deposits. The most significant and rich deposits identified in Northern and central Kazakhstan, including the Karaganda, Ekibastuz, Maikube, Torgai, Shubarkol and Karazhyra coal bassins. Coal reserves of country are estimated at about 170 billion tons, of which approximately 36 billion tons extracted through open-pit mining. The share of oxidized brown coal is relatively small in these deposits, among the famous deposits are Maykubinsky near Pavlodar region, Karazhira in Semey region and Lengersky in Turkestan region, the content of humic substances in these deposits ranges from 15 to 40%. In ZKO, the Mamyt field is also known for its humic acid content of 27-44% and coal reserves of 1486 million tons. A significant content of humic acids in lignite makes them attractive for the production of humates and sorption materials (Pehlivan et al., 2006). The southern region of the country contains several brown coal deposits, including the Lengerskoye deposit in the Tolebi district, the Boraldai, Shakpak, and Kelte-Mashat deposits, which are of interest to the chemical industry. The abundance of coal resources in our country indicates potential for large-scale use in the production of fertilizers and sorbents (Franklin et al., 1988). Oxidized brown coals, which are the main raw material, are divided into three groups depending on the purpose of extraction and their humic acid content (Shi et al., 2025):

1. More than 45% humic acids, for the production of solid-phase humates.
2. Humic acid content greater than 20%, for the production of liquid fertilizers.
3. Coals containing 10-20% humic acids.

Coal has a high-molecular structure and consists of complex compounds formed by aromatic, hydroaromatic, and heterocyclic structures with various aliphatic and functional groups (Jones et al., 1995). The main element in coal is carbon, which occurs in hybridized form. Therefore, the organic component of coal consists of C, H, O, S, and N atoms, linked by condensed aromatic rings and aliphatic bonds. Oxygen atoms act as bridging groups in coal, connecting the organic and inorganic fractions. The

nuclei of the condensed aromatic rings in lignite are linked by aliphatic side chains, which in turn form spatial polymer layers. Hydrogen bonds facilitate the creation of spatial structures and molecular association. Images taken using Google Earth show accumulations of coal waste dumps in the Lenger region.

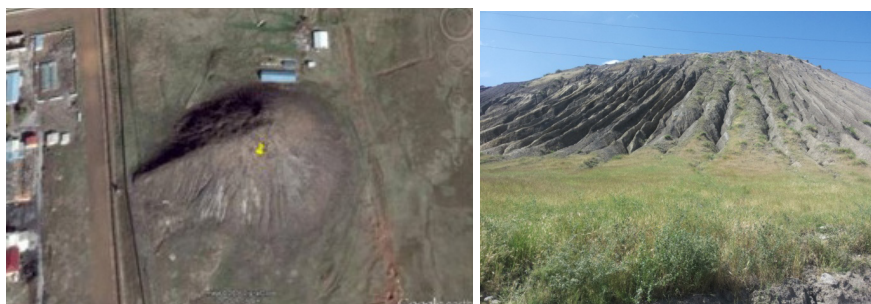
These waste dumps have encroached upon the city's boundaries, adversely affecting the environmental conditions and the quality of life of local residents, as shown in the figure below.



Slag heap 5



Slag heap 6



Slag heap 7

Figure 1 – Slag heaps of brown coals

Literary review.

Domestic scientists were engaged in the study of brown coal deposits and the solution of environmental problems and rational use of lignite, they revealed a number of specific features of this type of coal. Scientists from Karaganda, Almaty and Taraz were engaged in the study of the physical and chemical composition and further use of humic acids from lignite from the Kumuskudud and Kuznetsk deposits. They synthesized humic acids from lignite and conducted a comparative analysis using the latest analytical instruments. The study revealed significant differences in the chemical composition, functional groups and thermal stability due to differences in the geological conditions of the formation of each deposit. In particular, variations in the content of carboxyl and hydroxyl groups were found, which affect the sorption and complex-forming properties of humic acids (Allen et al., 1997). Scientists from KazNU named al-Farabi studied lignite from the Kiyak deposit and revealed the peculiarities of the chemical composition of lignite extracts with the help of IR-Fourier spectroscopy. Thanks to the obtained results, they presented that coal can serve as a raw material for the production of complex organic fertilizers, as well as the basis for the development of effective processes for the production of valuable chemical products (Kairbekov et al., 2025).

The study of physico-chemical and biological characteristics of lignite wastes of the Southern region revealed the problems of ecological character and biological transformation of carbon-containing components of lignite wastes (Alikhan et al., 2025).

Materials and methods.

Brown coal samples that were used in our study were selected from different deposits, these deposits are located in the central and southern regions of the country. The selected samples were first dried at room temperature, then crushed in a mortar to a fraction of 0.2 μm and sieved to a fraction smaller than 100 μm . Such analysis is necessary to ensure homogeneity before analyzing the sample. Lignite samples were stored in sealed glass containers to prevent moisture and oxidation of the obtained samples.

The selected brown coal samples were analyzed by X-ray diffraction analysis using a diffractometer based on source radiation ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$), and the diffractometer works at a voltage of 40 kV and a current of 30 mA, the scanning range of this device was $2\theta = 10\text{--}80^\circ$, with a step of 0.02° and a scanning speed of $2^\circ/\text{min}$. As a result of the conducted analysis, a diffractogram was obtained and further they were used to determine amorphous phases, in the diffractogram special attention was paid to the presence of reflections of quartz, kaolinite and illite.

Fourier Transform Infrared (FTIR) spectroscopy was employed to investigate the functional groups and chemical structure of the organic and inorganic components. The spectra were recorded using a Nicolet iS10 spectrometer in the range of $4000\text{--}400 \text{ cm}^{-1}$ with a resolution of 4 cm^{-1} . Samples for FTIR analysis were prepared by homogenizing 1 mg of fine powder with 200 mg KBr of spectroscopic purity and pressing the resulting mixture into a transparent tablet form. The obtained spectra

of the studied samples were corrected according to the baseline and normalized for further comparative analysis. Assignment of peaks was carried out based on literature data characteristic of humic substances and materials obtained from brown coal (Zhao et al., 2020). The main emphasis was placed on vibrational modes O – H, C – H, C=O and Si – O.

In this study, to study the microstructure and elemental composition of the surface of coal, analysis was carried out using scanning electron microscopy (SEM) in combination with energy dispersive analysis. The surface morphology of brown coal was observed using a field emission SEM JEOL JSM-7600F at a voltage of 15 kV. Samples of low-grade coal under investigation were fixed on aluminum holders and covered with a thin layer of gold before obtaining images to reduce charging effects. The spectra obtained after energy dispersive analysis were recorded using Oxford Instruments. This allowed to obtain the results of the semi-quantitative composition of elements (C, O, N, Na, Mg, Al, Si, K, Fe). The combination of SEM-EDX analyzes showed a more detailed and complete picture of the distribution of organic and mineral phases in the studied samples.

In general, in this study, the sample preparation process and the analysis scheme were developed in order to preserve the natural structure of coal and at the same time ensure accurate identification of functional groups and inorganic mineral components. The integration of the selected methods, XRD, FTIR, and SEM–EDX, allowed to comprehensively consider the characterization of structural, chemical and morphological features of brown coal, which contributed to the subsequent interpretation of their physico-chemical and functional properties.

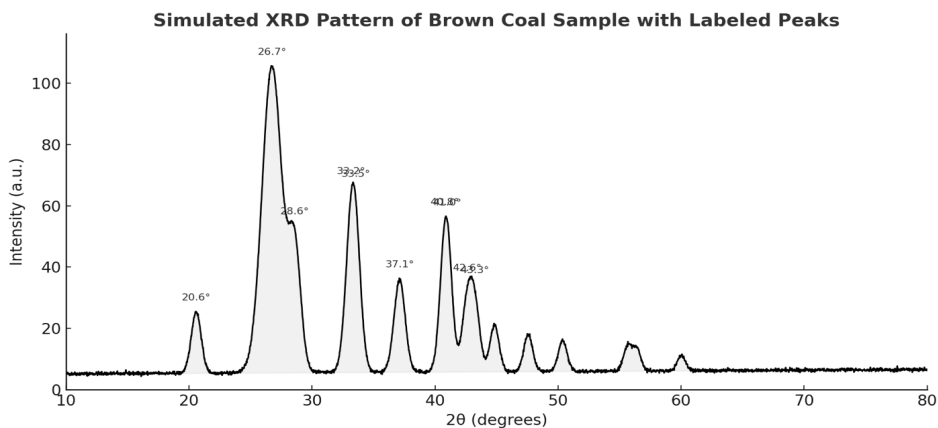


Figure 2 – XRD Pattern of Brown Coal Sample

Results.

The obtained X-ray diffraction pattern of the lignite sample shows the amorphous and weakly crystalline structure of the substance with several broad, low-intensity reflections superimposed on a slightly raised background. The results show that the diffraction maximum is clearly expressed at $2\theta \approx 26.7^\circ$, this reflection corresponds to

quartz (SiO_2), as it is the main mineral impurity in lignite and sub-bituminous coals. This peak is relatively intense and sharp, which indicates the presence of small but well-ordered quartz crystallites that were dispersed in the organic component.

In the lower range of the 2θ spectrum ($15\text{--}25^\circ$), several weak and broad peaks are clearly visible, which indicates a disordered carbonaceous matrix and interlayer structure of kaolinite and illite. The highly scattered character shows the turbostratic arrangement of aromatic plates and the limited orderliness of stacking, which is characteristic of low-grade coals rich in humic substances. The broadness of these reflections suggests an abundance of amorphous organic matter and the predominance of functionalized aromatic and aliphatic components rather than extended crystalline domains (Pyshyev et al., 2025).

As can be seen from the spectrum, the peaks in the mid-range of $30^\circ - 40^\circ$ are weak and poorly visible, indicating a small amount of mineral impurities such as feldspars or aluminosilicates. These remain in brown coal after oxidation and weathering of lignite seams. The broad background signal in the diffraction pattern also indicates the amorphous structure of the sample. This reflects the high content of humic acids and oxygen-containing functional groups found in the chemical composition.

The diffraction pattern fully confirms that the brown coal under study has a heterogeneous structure, containing both organic amorphous material and a small amount of crystalline inclusions of silicate materials. The dominant reflection peaks of quartz and the broad diffuse peaks of humic substances demonstrate a mixed composition. This is typical of oxidized lignite deposits, where mineral impurities coexist with partially aromatic organic components that formed under moderate diagenetic conditions (Ravich et al., 2025).

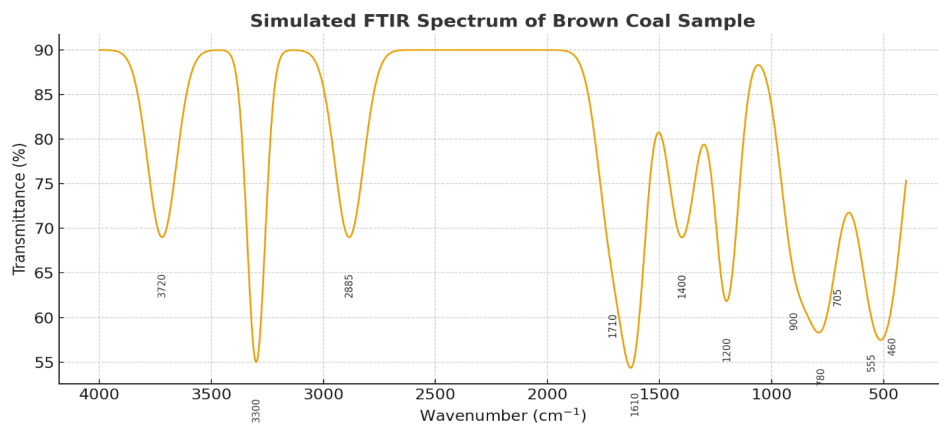


Figure 3 – FTIR Spectrum of Brown Coal Sample

The FTIR spectrum of the studied lignite sample reveals a complex organic-mineral composition, dominated by oxygen-containing functional groups (carboxyl, carbonyl, etc.), typical of lignite and humic substances. A broad and intense vibrational band centered in the $3400\text{--}3300\text{ cm}^{-1}$ range corresponds to absorption vibrations of hydroxyl

groups where hydrogen bonds are present. This indicates the presence of phenolic, alcohol, and carboxyl functional groups and adsorbed structural water. Absorption bands in the 2920-2850 cm^{-1} range indicate C-H stretching vibrations in aliphatic CH_2 and CH_3 groups, reflecting the contribution of long-chain hydrocarbons and methylene bridges linking aromatic units in the coal macromolecule (Melnikov et al., 2026). The pronounced absorption bands in the region of 1710 cm^{-1} correspond to the stretching vibrations of C=O carbonyl and carboxyl groups, which confirms the oxidative change in the coal structure and the accumulation of derivatives of humic acids and fulvic acids.

The strong band at approximately 1610 cm^{-1} signifies the aromatic C=C skeletal vibrations, combined with deformation modes of associated O-H groups in conjugated structures, which together reveal the presence of condensed aromatic clusters interspersed with oxygenated moieties. The absorption region of 1420–1380 cm^{-1} indicates bending vibrations of aliphatic C-H bonds, confirming the existence of aliphatic side chains linked to the aromatic core. A strong absorption band near 1200 cm^{-1} indicates bending vibrations of C-O and O-H bonds of alcohols, phenols, and carboxylic acids. These peaks highlight the abundance of oxygen-containing organic compounds derived from lignocellulosic precursors (Yufang et al., 2025).

Several peaks located below the 1000 cm^{-1} absorption region correspond to inorganic components. Peaks near 900 and 780 cm^{-1} exhibit bending vibrations of aromatic C-H bonds and Si-O-Al bonds from kaolinite or illite impurities. Absorption bands in the 700-500 cm^{-1} range are characteristic of lattice vibrations of silicate and aluminosilicate minerals. The band near 460 cm^{-1} indicates Si-O-Si vibrations in quartz and feldspar phases. Based on the above, the combined spectral pattern fully reflects the mixed organomineral structure of the studied lignite sample, which consists of humic substances enriched in hydroxyl, carboxyl, and carbonyl functional groups, which are closely associated with clay and silicate minerals. The resulting structure is consistent with the partial oxidation of lignite, its sorption properties, and its potential use as a precursor for the creation of sorbents and humic fertilizers.

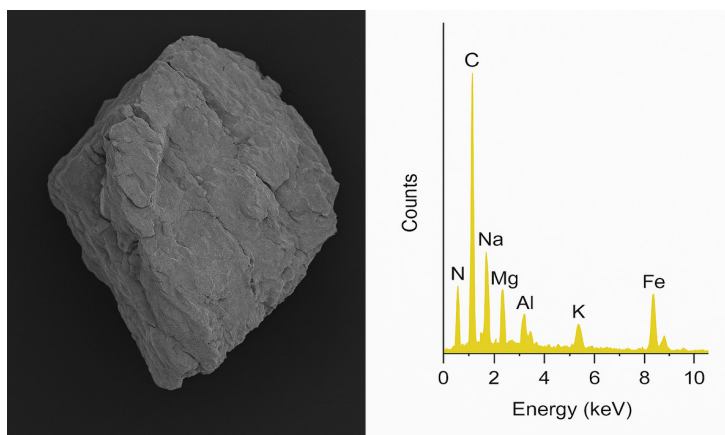


Figure 4 – SEM-EDX analysis of brown coal sample

The scanning electron microscopy (SEM) analysis yielded a micrograph demonstrating a highly heterogeneous, rough surface with cracked blocky particles and an uneven surface. This surface is characteristic of humic-rich brown coals. The micrograph of the sample under study shows microaggregates with numerous microcracks and depressions, which formed naturally during the ventilation and drying of the coal. These depressions and microcracks indicate a brittle organic matrix of the lignite with embedded mineral inclusions. The micrograph shows the absence of developed crystalline facets, confirming that the studied brown coal is highly amorphous at the microscale. Scanning electron microscopy (SEM) results generally reveal a surface morphology with a porous structure and a significant internal surface area. This is consistent with the nature of humic-rich brown coals (Zhang et al., 2024).

The resulting spectrum indicates that the material is composed primarily of a carbonaceous matrix; the weak C peak confirms the coal origin of the sample and the predominance of organic matter. The distinct N peak confirms the presence of nitrogen-containing functional groups and humic macromolecules derived from the biomass (Küçükbayrak et al., 2001). Inorganic elements Na, Mg, Al, K, and Fe are also visible in the resulting spectrum at lower intensities. Here, sodium and potassium may be associated with ion-exchange cations, which in turn are associated with the carboxylate and phenalate groups of humic substances.

In the spectrum, peaks of aluminum and magnesium indicate the presence of finely dispersed clay minerals that are characteristic of aluminosilicate phases. The iron signal is typically characteristic of iron oxides, hydroxides, or finely dispersed pyrite residues, which are commonly found as cohesive minerals in lignite seams. They facilitate the redox activity of coal.

Discussion

The combined results of scanning electron microscopy and energy-dispersive X-ray diffraction analysis indicate that the brown coal under study is a composite material consisting of a continuous organic matrix rich in humic substances with embedded mineral particles and exchangeable inorganic cations. All of this determines the sorption properties of lignite, its surface chemistry, and its subsequent use in sorption materials and as humate-containing fertilizers.

Conclusion. Water treatment is currently a pressing issue in the southern region, as it is insufficient to meet all agricultural and other needs. Industrial facilities and treatment systems require efficient methods and developments for environmentally friendly reuse. Organic and inorganic metallic impurities, such as lead, cadmium, copper, nickel, dyes, and microplastics, remain in water even after treatment. Therefore, the development of multifunctional sorbents from affordable raw materials offers significant potential for addressing this issue. In this study, the physicochemical properties of brown coal are characterized and demonstrated using the obtained results. A comprehensive and integrated analytical approach provided a complete picture of the organomineral matrix of the studied lignite, highlighting its potential as a basis for sorption materials and fertilizers.

Conflict of interest. *The authors declare no conflict of interest regarding the publication of this article.*

References

- Allen S.J., Whitten L.J., Murray M., Duggan O. and Brown P. (1997) The Adsorption of Pollutants by Peat, Lignite and Activated Chars. *J. Chem. Technol. Biotechnol.* 68: 442-452 [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-4660\(199704\)68:4<442::AID-JCTB643>3.0.CO;2-2](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-4660(199704)68:4<442::AID-JCTB643>3.0.CO;2-2) (in Eng).
- Pehlivan E., & Gode F. (2006) Batch Sorption of Divalent Metal Ions onto Brown Coal. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects*, 28. — P. 1493-1508 [doi:10.1080/15567030600817936](https://doi.org/10.1080/15567030600817936) (in Eng).
- Franklin M.S., Larm N.E., Baker G.A. and Zhao H. (2021) Functionalized ionic liquids for lignite dissolution and treatment. *J Chem Technol Biotechnol*, 96. — P. 3273-3281 <https://doi.org/10.1002/jctb.6914> (in Eng).
- Jones J.C. and Prawitasari, B. (1995) Pore entry effects in the solvent-induced swelling of low-rank coals. *J. Chem. Technol. Biotechnol.*, 64. — P. 210-212 <https://doi.org/10.1002/jctb.280640216> (in Eng).
- Zhao H. and Franklin, M.S. (2020) Ionic liquids for coal dissolution, extraction and liquefaction. *J Chem Technol Biotechnol*, 95. — P. 2301-2310 <https://doi.org/10.1002/jctb.6489> (in Eng)
- Pyshyev S., Miroshnichenko D., Shved M., Riznyk., Bilushchak H., Borisenko O. (2025) Forecasting Potential Resources of Humic Substances in the Ukrainian Lignite. *Resources*. [doi:14. 117. 10.3390/resources14080117](https://doi.org/10.3390/resources14080117) (in Eng).
- Shi C., Ya-Kun Y., Long K., Yu H., Liu, Guang-Hui G., Yong B., Jin-Jun L. (2025) Structural characterization of biohumic acid from Hongshaquan lignite degraded by *Bacillus* sp. XK1 and its application in the *Brassica chinensis* L. Growth. *Fuel*. — P. 265-385. [doi:134116. 10.1016/j.fuel.2024.134116](https://doi.org/10.1016/j.fuel.2024.134116) (in Eng).
- Ravich B. M., Okladnikov V.P., Lygach V.N. et al. Complex utilization of raw materials and wastes. — Moscow: Khimiya, 1988. — 256 p. (in Eng)
- Alikhan A.Z., Tlegenova K., Issayeva A.U., Rakhimberdiyeva Z., & Zhantassova D. (2025) Brown coal waste in South Kazakhstan: Assessment of physicochemical and biological characteristics. *International Journal of Innovative Research and Scientific Studies*, 8(3). — P. 3257–3269. <https://doi.org/10.53894/ijirss.v8i3.7224> (in Eng)
- Melnykov A., Miroshnichenko D., Pavlo P. Karnozhytskyi, Zhylina M., Karnozhytskyi P., Ozolins Y., Lypko Y, Shved M., Serhiy P. (2026) Clean technologies for the brown coal use: studying the sorption properties of lignite after the humic acids extraction: *Cleaner Engineering and Technology*, Volume 32, ISSN. — P. 2666-7908, 558 <https://doi.org/10.1016/j.clet.2026.101211> (in Eng).
- Zhang D. & Liu X. (2025) Study on the Structure and Product Characteristics of Lignite Treated with Tetrahydronaphthalene, Water, and Their Mixture in a Bench-Scale Autoclave. *ACS Omega*. — 256 p. [doi:10.1021/acsomega.4c11285](https://doi.org/10.1021/acsomega.4c11285) (in Eng).
- Küçükbayrak S., Haykırı A., Hanzade M., Yaman A., Serdar (2001) Effect of lignite properties on reactivity of lignite. *Energy Conversion and Management - ENERG CONV MANAGE*. 42. — P. 613-626. [doi:10.1016/S0196-8904\(00\)00073-X](https://doi.org/10.1016/S0196-8904(00)00073-X) (in Eng).
- Yufang Zh., Mingqiang G., Zhenyong M., Wan C., He K., Qiongqiong (2023) Physicochemical properties and combustion kinetics of dried lignite. *Energy*, 289. — 129928 p. [doi:10.1016/j.energy.2023.129928](https://doi.org/10.1016/j.energy.2023.129928) (in Eng).
- Kairbekov Zh.K., Eshova Zh.T., Akbayeva D.N., Kurmanalina M.B. (2015) Extraction of brown coal. *Chemical Bulletin of Kazakh National University*. — No. 1(77a). P. 109-112 (in Eng)

© **Toleubekova A., Amantaiuly K., Toktassynov S.K., Toshtay K.***, 2026.

Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan.

E-mail: kainaubek.toshtay@kaznu.kz

TRANS AND SATURATED FATTY ACIDS IN EDIBLE OILS AND FAT-BASED PRODUCTS

Toleubekova Alua — Al-Farabi Kazakh National University, department of «Physical Chemistry, Catalysis and Petrochemistry», Almaty, Kazakhstan,

E-mail: toleubekova_alua2@live.kaznu.kz, <https://orcid.org/0009-0002-3164-5349>;

Amantaiuly Kanat — PhD student, Al-Farabi Kazakh National University, department of «Physical Chemistry, Catalysis and Petrochemistry», Almaty, Kazakhstan,

E-mail: amantaiuly.kanat@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-4244-9629>;

Toktassynov Soltanhan — researcher, Al-Farabi Kazakh National University, department of «Physical Chemistry, Catalysis and Petrochemistry», Almaty, Kazakhstan,

E-mail: toktassynovs@gmail.com, <https://orcid.org/0009-0009-0103-1865>;

Toshtay Kainaubek — PhD, associate professor, Al-Farabi Kazakh National University, department of «Physical Chemistry, Catalysis and Petrochemistry», Almaty, Kazakhstan,

E-mail: kainaubek.toshtay@kaznu.kz, <https://orcid.org/0000-0003-1182-7460>.

Abstract. The relevance of this study is driven by the investigation of trans-fatty acids and fatty acid composition in fat-containing products, which is important for public health, food safety, and compliance with international standards. The fatty acid profile is a key indicator of nutritional and technological properties of oils and fats. The aim of this study was to evaluate fatty acid composition in liquid vegetable oils, spreads, margarines, and butter purchased in Almaty from 2023 to 2025. A total of 48 samples were analyzed using gas chromatography. Saturated, monounsaturated, polyunsaturated, and trans-fatty acids, as well as palmitic acid (C16:0), were determined. Results were compared with TR CU 024/2011 and international standards. Vegetable oils showed dominance of polyunsaturated fatty acids ranging 54–71%, with rapeseed oil highest. In some samples, trans isomers reached 3.9–4.1%, likely due to deodorization heat treatment. Spreads and margarines showed strong technological differences; some products contained 30–39% trans fatty acids indicating partially hydrogenated oils. Interesterified products showed lower trans fat levels of 0.5–3.8%, but saturated fats increased up to 50–63%. Butter mostly preserved natural lipid profiles, though some deviations suggested vegetable oil addition. The practical significance lies

in demonstrating the need for comprehensive monitoring of fat products including both trans fats and full fatty acid composition for accurate quality assessment and safety evaluation. Overall the findings highlight the importance of continuous monitoring of fat based food products in retail markets to ensure compliance with regulatory limits and to support healthier dietary choices for consumers while improving industrial processing practices and reducing trans fat exposure risks and strengthening evidence based food quality control systems in accordance with international safety requirements as well as improving public health outcomes through better regulation of lipid composition in processed foods surveillance.

Keywords: vegetable oils, trans-isomer, margarine, spread, saturated fatty acids

Acknowledgment: *The scientific work was carried out within the framework of a project funded by the Ministry of Science and Higher Education and the Science Committee (Grant No. AP23490282)*

For citations: Toleubekova A., Amantaiuly K., Toktassynov S.K., Toshtay K. Trans and saturated fatty acids in edible oils and fat-based products. Academic Scientific Journal of Chemistry, 2026. — No.2. — P. 359-372. DOI: <https://doi.org/10.32014/2026.2518-1491.383>

© Төлеубекова А.Ғ., Амантайұлы Қ., Токтасынов С.К., Тоштай Қ.* , 2026.

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

E-mail: kainaubek.toshtay@kaznu.kz

СҮЙЫҚ МАЙЛАР МЕН МАЙ НЕГІЗІНДЕГІ ӨНІМДЕРДЕГІ ТРАНС ЖӘНЕ ҚАНЫҚҚАН МАЙ ҚЫШҚЫЛДАРЫ

Төлеубекова — әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, «Физикалық химия, катализ және мұнай химиясы» кафедрасы, Алматы, Қазақстан,

E-mail: toleubekova_alua2@live.kaznu.kz, <https://orcid.org/0009-0002-3164-5349>;

Амантайұлы Қанат — PhD докторант, әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, «Физикалық химия, катализ және мұнай химиясы» кафедрасы, Алматы, Қазақстан,

E-mail: amantaiuly.kanat@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-4244-9629>;

Токтасынов Солтанхан — зерттеуші, әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, «Физикалық химия, катализ және мұнай химиясы» кафедрасы, Алматы, Қазақстан,

E-mail: toktasynovs@gmail.com, <https://orcid.org/0009-0009-0103-1865>;

Тоштай Қайнаубек — PhD, доцент, әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, «Физикалық химия, катализ және мұнай химиясы» кафедрасы, Алматы, Қазақстан,

E-mail: kainaubek.toshtay@kaznu.kz, <https://orcid.org/0000-0003-1182-7460>.

Аннотация. Жұмыстың өзектілігі – май өнімдеріндегі транс-май қышқылдары мен май қышқылдық құрамын зерттеу қазіргі таңда халық денсаулығын қорғау, өнім қауіпсіздігін қамтамасыз ету және халықаралық сапа стандарттарының талаптарына сәйкестігін бақылау тұрғысынан ерекше маңызға ие. Сонымен қатар, май қышқылдық құрам өнімнің тағамдық және технологиялық сипаттамаларын айқындайтын негізгі көрсеткіштердің бірі. Бұл зерттеудің негізгі мақса-

ты 2023-2025 жылдары Алматы қаласының әртүрлі сауда желілерінен алынған сұйық өсімдік майлары, спредтер, маргариндер және сары май үлгілеріндегі май қышқылдарының құрамын кешенді бағалауға бағытталды. 48 май өнім үлгілері газхроматографиялық әдіспен зерттеліп, өнімдердің майқышқыл құрамын анықтау бойынша талдаулар жүргізіліп, қаныққан, моноқанықпаған, полиқанықпаған және транс-май қышқылдарының, сондай-ақ пальмитин қышқылының (C16:0) мөлшері анықталды. Алынған деректер Кеден одағының ТР 024/2011 техникалық регламентінің талаптарымен және май өнімдерінің сапасын бағалаудың халықаралық нормативтік тәсілдерімен салыстырылды. Зерттеу нәтижелері сұйық өсімдік майларында полиқанықпаған май қышқылдарының басым екенін көрсетті, олардың мөлшері 54-71% аралығында болды. Сонымен қатар, рапс майында олардың мөлшері ең жоғары мәнге - 51,9%-ға жетті. Кейбір үлгілерде транс-изомерлер мөлшерінің 3,9-4,1%-ға дейін жоғарылағаны байқалды, бұл дезодорация кезіндегі термиялық өңдеумен байланысты. Спредтер мен маргариндерде айқын технологиялық айырмашылықтар анықталды: жекелеген өнімдерде транс-май қышқылдарының мөлшері 30-39% болатын анықталды, бұл ішінара гидрленген майлардың қолданылғанын көрсетеді. Перезертификацияның баламалы технологиясы қолданылған үлгілерде транс-майлардың мөлшері 0,5-3,8% аралығында болды, алайда кейбір жағдайларда қаныққан май қышқылдарының үлесі 50-63%-ға дейін артты. Сары май үлгілерінің көпшілігі табиғи липидтік профильді сақтады, дегенмен жекелеген ауытқулар өсімдік майларының қосылуы мүмкін екенін көрсетті. Зерттеудің практикалық маңыздылығы - алынған нәтижелер май өнімдерінің сапасын бағалау кезінде транс-майлар деңгейімен қатар майқышқылдық құрамды да кешенді бақылаудың қажеттілігін көрсетеді.

Түйін сөздер: өсімдік майлары, транс изомер, маргарин, спред, қаныққан май қышқылы

© **Толеубекова А.Г., Амантайұлы К., Токтасынов С.К., Тоштай К.***, 2026.

Казахский Национальный Университет имени Аль-Фараби, Алматы, Казахстан.

E-mail: kainaubek.toshtay@kaznu.kz

ТРАНС И НАСЫЩЕННЫЕ ЖИРНЫЕ КИСЛОТЫ В ПИЩЕВЫХ МАСЛАХ И ЖИРОВЫХ ПРОДУКТАХ

Толеубекова Алуа — кафедра «физической химии, катализа и нефтехимии», Казахский Национальный Университет имени Аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

E-mail: toleubekova_alua2@live.kaznu.kz, <https://orcid.org/0009-0002-3164-5349>;

Амантайұлы Канат — PhD докторант, Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

E-mail: amantaiuly.kanat@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-4244-9629>;

Токтасынов Солтанхан — научный сотрудник кафедры «Физическая химия, катализ и нефтехимия», Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

E-mail: toktasynovs@gmail.com, <https://orcid.org/0009-0009-0103-1865>;

Тоштай Кайнаубек — PhD, доцент, Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан,

E-mail: kainaubek.toshtay@kaznu.kz, <https://orcid.org/0000-0003-1182-7460>.

Аннотация. Актуальность исследования обусловлена необходимостью оценки содержания транс-жирных кислот и изучения жирнокислотного состава пищевых масел и жировых продуктов, поскольку данные показатели имеют важное значение для обеспечения безопасности пищевой продукции и охраны здоровья населения. Жирнокислотный состав является одним из ключевых критериев пищевой ценности и технологических свойств масел и жиров. Цель исследования заключалась в комплексной оценке жирнокислотного состава образцов жидких растительных масел, спредов, маргаринов и сливочного масла, приобретённых в торговых сетях города Алматы в 2023–2025 гг. Всего методом газовой хроматографии было исследовано 48 образцов. Определяли содержание насыщенных, мононенасыщенных, полиненасыщенных и транс-жирных кислот, а также пальмитиновой кислоты (C16:0). Полученные результаты сопоставляли с требованиями ТР ТС 024/2011 и международными нормативами. Установлено, что в растительных маслах преобладают полиненасыщенные жирные кислоты, содержание которых составляет 54–71 %, при этом максимальные значения характерны для рапсового масла. В отдельных образцах содержание транс-изомеров достигало 3,9–4,1 %, что, вероятно, связано с технологическими особенностями процесса дезодорации. В спредах и маргаринах выявлены существенные различия в составе жировой фазы: содержание транс-жирных кислот составляло 30–39 %, что свидетельствует об использовании частично гидрогенизированных жиров. В образцах, изготовленных на основе переэтерифицированных жиров, содержание транс-изомеров находилось в пределах 0,5–3,8 %, однако доля насыщенных жирных кислот возрастала до 50–63 %. Сливочное масло в целом сохраняло характерный природный липидный профиль, однако отдельные отклонения могли указывать на присутствие растительных жиров. Полученные результаты подтверждают необходимость регулярного мониторинга жирнокислотного состава жировых продуктов и совершенствования технологий переработки масел, направленных на снижение содержания транс-жирных кислот и повышение безопасности пищевой продукции.

Ключевые слова: растительные масла, транс-жирные кислоты, маргарин, спред, насыщенные жирные кислоты, газовая хроматография, безопасность пищевой продукции

Кіріспе. Адам денсаулығы мен өмір сүру ұзақтығының қалыптасуында тамақтану сипаты жетекші факторлардың бірі. Тағамдық рационның теңгерімділігі мен биологиялық құндылығы алиментарлық аурулардың даму қаупін айқындайды. Ал бұл үдерісте майлардың мөлшері мен сапалық құрамы ерекше маңызға ие. Майлар ағза үшін негізгі энергия көзі болумен қатар, жасуша мембраналарының құрылымдық компоненті, гормондар мен биологиялық белсенді қосылыстардың прекурсоры ретінде қызмет атқарады, сондай-ақ майда еритін витаминдердің сіңірілуін қамтамасыз етеді. Алайда тамақтану рационндағы май қышқылдарының құрылымы адам ағзасының физиологиялық функцияларының бұзылуына әкелуі мүмкін (Zhang et al., 2025).

Соңғы жылдары жұқпалы емес созылмалы аурулардың таралуы тұрақты түрде өсіп келеді, бұл олардың даму факторларын кешенді зерттеудің маңыздылығын арттырады (Oteng et al., 2020). Адамның күнделікті тағамдық рационның сапасы мен құрамындағы тепе-теңдіктің бұзылуы, созылмалы аурулардың дамуында шешуші рөл атқарады және оларға ерекше назар аудару қажет. Рациондағы макро-және микронутриенттердің теңгерімсіздігі зат алмасудың бұзылуына, көмірсу және липид алмасуының дисфункциясына әкеліп, қант диабеті, жүрек-қантамыр жүйесінің аурулары және басқа алиментарлы байланысты патологиялардың даму қаупін арттырады (Ruta et al., 2023).

Әдеби шолу. Дүниежүзілік денсаулық сақтау ұйымының сарапшылары мен мамандары халықтың күнделікті рационында кеңінен тұтынылатын тағам компоненті ретінде майлардың рөліне, сондай-ақ олардың салауатты тамақтану құрылымындағы орнына айрықша назар аударып келеді. Бұл ретте адам денсаулығына май қышқылдарының транс-изомерлерінің кері әсері ерекше атап өтіледі (Umayangani et al., 2026). Бүгінгі күні тағам өнімдеріндегі транс-изомерлердің жоғары мөлшері жаһандық деңгейде қызу талқыланып отырған өзекті мәселелердің біріне айналды. Өйткені ауқымды эпидемиологиялық және клиникалық зерттеулерде транс-майларды тұтыну жүрек-қантамыр жүйесі ауруларының, қатерлі ісіктердің, II типті қант диабетінің, семіздіктің, овуляциялық бедеуліктің, сондай-ақ жүйке, эндокриндік, иммундық және ас қорыту жүйелері ауруларының дамуымен тығыз байланысты екені дәлелденді (Wang et al., 2026).

Транс-майлардың негізгі көздеріне жартылай гидрленген өсімдік майларын пайдалану арқылы өндірілетін өнімдер жатады. Олардың қатарына маргариндер, спредтер, кондитерлік өнімдер, әртүрлі пісірмелер, фастфуд, сондай-ақ бірнеше рет қыздырылған майда дайындалатын қуырылған тағамдар мен жеңіл тағамдар кіреді. Жартылай гидрлеу процесі майлардың сақтау тұрақтылығын және технологиялық қасиеттерін жақсартқанымен, осы процесс барысында табиғи цис-май қышқылдары транс-изомерлерге айналып, олардың биологиялық тұрғыдан зиянды формалары түзіледі (Zheng et al., 2026).

Транс-майлардың адам ағзасына тигізетін теріс әсерлері жөніндегі ғылыми дәлелдер жинақталғаннан кейін, көптеген дамыған елдер бұл мәселені заңнамалық деңгейде шешуге кірісті. Әсіресе Еуропалық Одақ коммерциялық өнімдердегі транс-май қышқылдарының (тек жануар майында табиғи түрде болатын транс-майларды қоспағанда) мөлшерін жалпы майдың 2%-дан аспауын шектейтін стандарттарды қабылдады (WHO, 2015). АҚШ-тың Азық-түлік және дәрі-дәрмек басқармасы транс-майларды «жалпы қауіпсіз деп танылмайтын» заттар қатарына енгізіп, тағам өндірісінде ішінара гидрогенизацияланған майларды пайдалануды едәуір шектейтін талаптар бекітті. Бұл шешім транс-майларды тұтынуды азайту арқылы халықтың жүрек-қантамыр ауруларына шалдығу деңгейін төмендетуге бағытталды (FDA, 2005). Дүниежүзілік денсаулық сақтау ұйымы транс май қышқылдарын тұтынуды тәуліктік энергия құндылығының 1%-ынан асырмау жөнінде ұсыныстар жариялады, өнеркәсіптік жолмен алынатын транс май қышқылын тағам рационнан толықтай алып тастау қажеттігін атап өткен жаңа ережелер қабылданды (WHO, 2023).

АҚШ-тың санитарлық және тағам қауіпсіздігі саласындағы ұсынымдарына сүйене отырып, басқа да көптеген мемлекеттер өздерінің ұлттық заңнамаларын әзірледі. Бұл елдерде тағам өнімдеріндегі транс-майлардың рұқсат етілген ең жоғары мөлшері белгіленіп, өндірушілерге өнім құрамын ашық көрсету міндеттелді (Nagpal et al., 2021). Мұндай шаралар тұтынушылардың саналы таңдау жасауына мүмкіндік беріп қана қоймай, азық-түлік өнеркәсібін неғұрлым қауіпсіз және денсаулыққа пайдалы технологияларға көшуге ынталандырды. 2018 жылдан бастап Кеден одағының техникалық регламентке (ТР ТС 024/2011 «Май-тоңмай өнімдерінің қауіпсіздігі туралы» құжаты) өзгерістер енгізіліп, барлық май-тоңмай өнімдеріндегі транс май қышқылдарының ең жоғары рұқсат етілген деңгейі өнімдегі жалпы май мөлшерінің 2%-ынан аспауы тиіс деген талап заңды түрде бекітілді (Demin et al., 2020).

Шетел мемлекеттерінде транс-май қышқылдарын тұтынудың халық денсаулығына әсері кеңінен зерттеліп келеді, ал елімізде бұл бағыттағы ғылыми зерттеулер саны шектеулі. 2018 жылы техникалық регламент талаптарының қатандатылуы нәтижесінде қалыптасқан жаңа жағдайды бағалау қажеттілігі туындап отыр. Осыған байланысты тағам өнеркәсібі мен мемлекеттік зертханалар майлардың құрамына қатаң бақылау жүргізуі қажет, бұл қаныққан май қышқылдары мен транс май қышқылдарын тұтынумен байланысты аурулардың жоғары таралу жиілігін төмендетуге оң әсер етеді деп күтіледі. Қазақстанда өндірілетін майлар мен майлы өнімдердегі транс-изомерлердің құрамы туралы деректер қазіргі таңда қолжетімді емес. Дегенмен, алғашқы зерттеулер коммерциялық айналымдағы кейбір отандық май өнімдерде транс май қышқылдарының мөлшері өте жоғары екенін көрсеткен (Toshtay et al., 2025).

Осыған байланысты еліміздегі азық-түлік нарығында сатылымдағы (2023-2025 жылдар) маргариндер, спредтер, сары майлар және сұйық өсімдік майларындағы транс май қышқылдарының жалпы мөлшерін, анықтауды мақсат етті. Транс май қышқылдары мәселесін тиімдірек реттеуге негіз қалыптастыру мақсатында қосымша міндет ретінде, құрамында жартылай гидрленген майлар бар екендігі көрсетілмеген өнім үлгілерінде де транс май қышқылдарының мөлшері стандартқа сай келу-келмеуі зерттелді. Сонымен қатар, денсаулыққа пайдалырақ тағам өнімдерін өндіруге қатысты ұсынымдарды нақтылау үшін зерттелген майлардың тотығуға тұрақтылығы да бағаланды. Зерттеу нәтижелері тағам өнімдерінің қауіпсіздігін арттыруға және транс-май қышқылдарын реттеуге бағытталған нормативтік шешімдерді ғылыми тұрғыдан негіздеуге мүмкіндік береді.

Зерттеу нысандары мен әдістері. Зерттеу нысандары ретінде өсімдік майлары, маргариндер, спредтер және сары майдың жергілікті және шетелдік өндірісінен алынған 48 үлгі таңдап алынды. Үлгілерді іріктеу 2023-2025 жылдары аралығында Алматы қаласының түрлі сауда нүктелерінде жүргізілді. Өкілдікті қамтамасыз ету мақсатында әртүрлі баға санаттарындағы және өндірушілерден шыққан өнімдер таңдалды.

Май қышқыл құрамын анықтау әдісі:

Май үлгілерін дайындау барысында 0,1 г май алынып, 1,8 мл гексанмен шайқау арқылы ерітілді. Қоспаға метанолдағы 10% натрий метоксиді ерітіндісінің 0,5 мл көлемі қосылды. Қоспа гомогенизацияланғаннан кейін фазалар бөлініп, түзілген жоғарғы мөлдір қабат әрі қарай талдау үшін алынды. Барлық анықтаулар ISO 12966-2 және ISO 12966-4 стандарттарына сәйкес жүргізілді (ISO 12966-2, 2017; ISO 12966-4, 2015). Май қышқылдарының метил эфирлерін (FAME) анықтау газ хроматографиялық–жалын-ионизациялық детектор (GC-FID) әдісімен жүзеге асырылды. Идентификация дериватталған май қышқылдарының ұстау уақыттарын Supelco фирмасының стандартты FAME қоспасымен (C4–C24) салыстыру арқылы жүргізілді. Барлық үлгілер Chromos GH-1000 газды хроматографында, CP-Sil 88 капиллярлы колонкасын қолдана отырып талданды. Тасымалдаушы газ ретінде гелий пайдаланылып, инжектор мен детектор температуралары тиісінше 250 °C және 260 °C деңгейінде ұсталды.

Зерттеу нәтижелері. Бұл зерттеуде 2023-2025 жылдары аралығында Алматы қаласының сауда желілерінен алынған өсімдік майлары, маргариндер, спредтер және сары май үлгілерінің май қышқылдық құрамы талданды. Үлгілердің құрамындағы қаныққан (ҚМҚ), моноқанықпаған (МҚМҚ) және полиқанықпаған (ПҚМҚ) май қышқылдарының және транс-изомерлі (ТМҚ) май қышқылдарының пайыздық көрсеткіштері, сондай-ақ пальмитин (C16:0) қышқылының мөлшері газхроматографиялық талдау әдісімен анықталды.

Кесте 1 – ҚР әртүрлі өңірлеріндегі сауда желісінен алынған сұйық өсімдік майларының май қышқыл құрамы

Сұйық май үлгілері	жыл	ҚМҚ	МҚМҚ	ПҚМҚ	ТМҚ (<i>trans</i>)	C16:0 пальмитин
Күнбағыс майы №1	2023	11,269	26,102	62,627	0,230	9,982
Күнбағыс майы №2	2023	12,903	25,997	61,099	0,332	7,882
Күнбағыс майы №3	2023	14,130	31,251	54,619	0,460	8,781
Күнбағыс майы №4	2024	6,015	23,194	70,791	1,712	3,634
Жүгері майы №5	2024	8,816	32,518	58,667	0,000	6,865
Мақта майы №6	2024	24,258	25,321	50,423	1,751	16,867
Күнбағыс майы №7	2024	13,447	31,837	54,717	3,953	8,605
Күнбағыс майы №8	2024	14,861	29,307	55,830	0,339	9,399
Күнбағыс майы №9	2024	13,241	30,491	56,269	1,173	7,464
Күнбағыс майы №10	2024	14,593	29,070	56,335	2,627	8,599
Рыжик майы №11	2024	12,667	32,957	54,375	0,571	5,718
Рапс майы №12	2024	9,643	51,916	37,913	0,543	6,847
Күнбағыс майы №13	2025	16,120	25,379	58,502	0,772	8,256
Күнбағыс майы №14	2025	13,880	28,759	57,361	1,507	6,940
Соя майы №15	2025	15,090	22,804	62,106	4,0632	9,620
Күнбағыс майы №16	2025	13,472	28,740	56,768	0,963	7,503

1-кестеде 2023-2025 жылдары зерттелген 16 сұйық өсімдік майының құрамдық талдауы, олардың ҚМҚ, МҚМҚ және ПҚМҚ көрсеткіштері, сондай-ақ пальмитин (C16:0) қышқылының мөлшері әртүрлі деңгейде анықталды.

Күнбағыс майлары қаныққан май қышқылдары бойынша салыстырмалы түрде төмен деңгейде болып, ПҚМҚ құрамында жоғары мәнге ие екені анықталды, моноқанықпаған май қышқылдары барлық күнбағыс майларында 25-31% аралығында тіркелсе, рапс майы МҚМҚ құрамында ең жоғары - 51,916% мәнін көрсетті. ПҚМҚ мөлшері күнбағыс майлары үшін 54-71% аралығында өзгеріп, омега-6 қышқылдарының басымдылығын білдірсе, рапс майында салыстырмалы түрде төмен -37,913% болды. Жалпы талданған майлардың басым бөлігінде транс-изомерлердің аз екені анықталды. Транс май қышқылдарының мөлшері соя майында ең жоғары - 4,063% , ал №7 және №10 күнбағыс майларында транс изомерлер мөлшері сәйкесінше 3,953% және 2,627 % көрсетті. Пальмитин қышқылының мөлшері үлгілер арасында әртүрлі болып, мақта майында ең жоғары мәнге ие екені анықталды.

Кесте 2 – ҚР әртүрлі өңірлеріндегі сауда желілерінен алынған спредтердің май қышқыл құрамы (%)

Спред үлгілері, №	жыл	ҚМҚ	МҚМҚ	ПҚМҚ	ТМҚ (<i>trans</i>)	C16:0 пальмитин
1	2023	61,263	28,871	9,550	0,000	44,975
2	2023	44,146	30,038	26,480	0,000	39,751
3	2024	23,248	69,694	7,120	39,764	11,662
4	2024	15,075	79,031	5,815	34,808	7,151
5	2024	61,324	28,089	9,502	0,000	41,666
6	2024	32,487	62,836	4,304	35,190	12,015
7	2024	55,256	34,451	10,037	0,000	43,540
8	2024	22,969	69,677	7,246	37,375	9,013
9	2025	44,799	34,481	20,719	1,194	24,763
10	2025	24,282	56,749	18,97	15,323	6,675
11	2025	23,619	64,543	11,837	22,268	6,530

2-кестеде 2023-2025 жылдары сауда желілерінен алынған спред үлгілерінің май қышқылдық құрамы көрсетілген. Алынған деректер спредтердің құрамында ҚМҚ, МҚМҚ, ПҚМҚ және транс - ТМҚ үлесі бойынша айтарлықтай айырмашылықтармен сипатталады. №1, №5 және №7 сияқты кейбір үлгілерде ҚМҚ жоғары мөлшері 55-61% аралығында байқалды.

МҚМҚ мөлшері кейбір спред үлгілерінде жоғары деңгейде анықталды. Мысалы, №3, №4, №6 және №8 үлгілерінде МҚМҚ үлесі 62-79% аралығында болды. ПҚМҚ мөлшері спредтерде жалпы алғанда төменірек көрсеткіштермен сипатталды.

ТМҚ бойынша спред үлгілерінің арасында елеулі айырмашылықтар анықталды. Кейбір үлгілерде транс-май қышқылдары анықталмаған немесе өте төмен деңгейде болса, №3, №4, №6 және №8 үлгілерінде ТМҚ мөлшері 34-39% аралығында болды. 2025 жылғы №10 және №11 үлгілерінде транс-майлар сәйкесінше 15,323% және 22,268% деңгейінде тіркелді.

3-кестеде сауда желілерінен алынған маргарин үлгілерінің май қышқылдық құрамы және трнас изомерлер мөлшері көрсетілген.

Кесте 3 - ҚР әртүрлі өңірлеріндегі сауда желілерінен алынған маргариндердің май қышқыл құрамы (%)

Маргарин үлгілері, №	жыл	ҚМҚ	МҚМҚ	ПҚМҚ	ТМҚ (<i>trans</i>)	C16:0 пальмитин
1	2023	15,778	71,675	12,545	30,741	6,740
2	2023	15,928	71,167	12,072	31,142	6,456
3	2024	29,735	28,653	41,612	0,928	22,341
4	2024	47,384	28,556	24,06	0,727	19,685
5	2024	36,643	41,002	22,356	0,573	25,721
6	2024	20,860	67,100	12,041	11,893	9,426
7	2024	32,214	26,287	41,499	0,501	26,705
8	2024	35,471	38,290	23,150	1,385	27,205
9	2025	62,787	28,737	8,477	3,090	19,202
10	2025	30,914	42,733	26,351	3,830	16,375

Зерттелген маргарин үлгілерінде ҚМҚ мөлшері 15,8%-дан 62,8%-ға дейін кең диапазонда өзгереді. №9 үлгіде ҚМҚ-ның ең жоғары деңгейі тіркелді. Дәл осы үлгінің құрамындағы пальмитин қышқылының (C16:0) мөлшері де салыстырмалы түрде жоғары болды.

МҚМҚ мөлшері кейбір үлгілерде өте жоғары деңгейде байқалды. Атап айтқанда, №1, №2 және №6 үлгілерінде МҚМҚ үлесі 67-72% аралығында анықталды. ПҚМҚ үлесі де айтарлықтай өзгеріп отыр.

№3 және №7 үлгілерінде ПҚМҚ мөлшерінің 40%-дан жоғары деңгейі байқалды.

ТМҚ-на қатысты нәтижелеріне назар аударсақ, 2023 жылғы үлгілерде (№1 және №2) транс-май қышқылдарының жоғары деңгейі ($\approx 30-31\%$) анықталып, бұл гидрлеу технологиясының қолданылғанын көрсетеді. Ал 2024-2025 жылдары алынған үлгілердің басым бөлігінде транс-майлар 0,5-3,8% аралығында анықталды.

Кесте 4 – ҚР әртүрлі өңірлеріндегі сауда желілерінен алынған сары майлардың май қышқыл құрамы (%)

Сары май үлгілері, №	жыл	ҚМҚ	МҚМҚ	ПҚМҚ	ТМҚ (<i>trans</i>)	C16:0 пальмитин
1	2024	62,750	30,794	6,456	4,855	15,809
2	2024	58,517	32,342	9,141	4,256	17,088
3	2024	63,484	26,573	9,941	2,615	15,604
4	2024	65,288	28,801	5,908	4,592	14,630
5	2024	56,363	28,736	14,901	1,545	18,956
6	2024	70,937	25,038	4,025	2,468	16,019
7	2024	34,795	36,810	28,397	3,655	13,130
8	2024	64,992	28,387	6,621	5,253	14,322
9	2024	62,156	29,266	8,579	2,964	14,711
10	2025	57,420	34,023	8,557	3,601	17,901
11	2025	36,578	38,547	24,874	2,722	18,588

4-кестеде келтірілген деректерге талдау жасау зерттелген 2024-2025 жылдар аралығындағы сары май үлгілерінің басым бөлігінде ҚМҚ мөлшері 56-71% аралығында тіркелді. Ал МҚМҚ 25-34% және ПҚМҚ негізінен 4-10% деңгейінде болды. Сонымен қатар ТМҚ көрсеткішінің мәні 1,5-5,3% аралығында өзгерді. №7 және №11 - үлгілерінде қаныққан май қышқылдарының деңгейі сәйкесінше 34% және 36%-ға дейін күрт төмендеп, полиқанықпаған май қышқылдарының айтарлықтай жоғарылауы (24–28%) байқалды. Мұндай көрсеткіштер олардың май қышқылдық профилінің табиғи сары май құрамынан ерекшеленетінін көрсетеді.

Талқылау. Алынған нәтижелер зерттелген май өнімдерінің май қышқылдық құрамы олардың шикізаттық негізіне және өндірісте қолданылған технологиялық тәсілдерге тікелей байланысты екенін көрсетеді. Әр өсімдік майы өзге майлардан май қышқылдарының таралу үлесі бойынша ерекшеленеді, бұл олардың шығу көзіне тікелей байланысты. Талдауға алынған он алты өсімдік майларының көп бөлігі негізінен күнбағыс майлары болды. Атап айтқанда, күнбағыс майлары қаныққан май қышқылдары бойынша салыстырмалы түрде төмен деңгейде болып, ПҚМҚ құрамында жоғары мәнге ие екені анықталды. Жалпы сұйық өсімдік майларында ПҚМҚ мөлшерінің жоғары, ал ҚМҚ-ның төмен болуы олардың табиғи өсімдік текті липидтік құрамымен түсіндіріледі.

Әдетте сұйық өсімдік майларындағы транс-изомерлердің мөлшері төмен болады. Дегенімен кей үлгілерде ТМҚ-ның жоғары мөлшері де тіркелді. Бұл дезодорация процесімен байланысты. Дезодорация кезінде майлар жағымсыз иіс пен дәмді беретін, ұшпа қосылыстарды жою мақсатында вакуум жағдайында жоғары температурада (әдетте 180-260 °C) және су буын жіберу арқылы өңделеді. Осы қатаң жылулық жағдайларда, әсіресе линол және линолен қышқылдары сияқты полиқанықпаған май қышқылдарының цис-құрылымды түрлері геометриялық изомерленуге ұшырауы мүмкін. Жоғары температураның әсерінен көміртек-көміртек ($C=C$) қос байланысының айналасында айналу болады. Температура көтерілген кезде π -байланыс әлсіреп, молекуланың жартылай айналуына мүмкіндік береді, нәтижесінде қос байланыс термодинамикалық тұрғыдан тұрақтырақ транс-конфигурацияда қайта түзіледі. Нәтижесінде, алынған дайын өнімде транс-изомерлердің көп мөлшері түзіледі (Mavlanov et al., 2025).

Кейбір спред үлгілерінде транс-май қышқылдарының өте жоғары деңгейі (30-39%) ішінара гидрогенизация технологиясының қолданылғанын дәлелдейді. Бұл көрсеткіш өнімнің халықаралық тағамдық қауіпсіздік талаптарына сәйкес келмейтінін көрсетеді. Сонымен қатар, транс-майлары нөлге тең немесе өте төмен үлгілердің болуы қазіргі заманғы альтернативті технологиялардың (переэтерификация, фракциялау) қолданылу мүмкіндігін көрсетеді. Бұл технологиялар транс-изомерлердің түзілуін азайтуға мүмкіндік береді. Алайда мұндай тәсілдер кейбір жағдайларда қаныққан май қышқылдарының, әсіресе пальмитин қышқылының үлесін арттыруы мүмкін. Сондықтан май өнімдерінің сапасын бағалау тек транс-майлардың мөлшерімен шектелмеуі тиіс, жалпы май

қышқылдық профиль кешенді түрде қарастырылуы қажет.

Спред майларының кей үлгілері ҚМҚ-ның жоғары үлесімен (55-61%) сипатталды, бұл олардың құрамында пальма майы мен қатты май фракцияларының басым екенін және пальмитин қышқылының (C16:0) жоғары үлесімен тікелей байланысты екенін көрсетеді. Зерттелген маргарин үлгілерінде ҚМҚ мөлшері кең диапазонда өзгереді. №9 үлгіде ҚМҚ-ның ең жоғары деңгейі анықталып, бұл пальма майы немесе қатты май фракцияларының басым қолданылғанын көрсетеді, ал пальмитин қышқылының (C16:0) салыстырмалы түрде жоғары үлесі бұл тұжырымды растайды. Қаныққан майлардың жоғары болуы өнімнің құрылымдық тұрақтылығын арттырғанымен, тағамдық және денсаулық тұрғысынан қолайсыз фактор ретінде бағаланады.

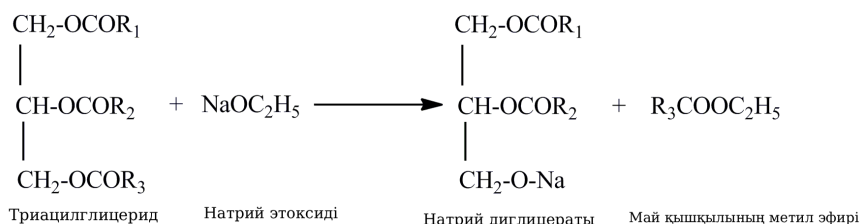
Пальма майын қосу транс-изомерлердің мөлшерін төмендетуге белгілі бір дәрежеде мүмкіндік беретіні мәлім. Алайда бұл өнімнің құрамындағы ҚМҚ мөлшерінің айтарлықтай артуына алып келеді. Бұл өз кезегінде липидтік құрамның теңгерімсіздігіне әкеліп, жүрек-қантамыр аурулары қаупін арттыруы мүмкін. Транс-изомерлерді азайтуға бағытталған технологиялық шаралар кешенді бағалауды талап етеді, өйткені бір көрсеткіштің жақсаруы екінші маңызды тағамдық параметрдің нашарлауымен қатар жүруі ықтимал. Сондықтан май өнімдерінің сапасын бағалауда тек транс-изомерлердің мөлшерін ғана емес, май қышқылдарының жалпы профильдік құрамын ескеру қажет. Пальма майының құрамында шамамен 73% пальмитин қышқылы, 6,0% стеарин қышқылы болады, ал ҚМҚ жалпы мөлшері 81,0%-ға дейін жетеді. Осындай жоғары ҚМҚ деңгейіне байланысты пальма майы маргарин, сары май алмастырғыштары және спредтер өндірісінде кеңінен қолданылады. Ол өнімдердің құрылымдық тұрақтылығын арттырып, сақтау мерзімін ұзартады, сондай-ақ дәмдік және түс көрсеткіштерін жақсартады (McNamara et al., 2010).

Дегенімен, пальма майының тағамдық тұрғыдан тиімділігі осы технологиялық артықшылықтармен шектеледі. Қаныққан май қышқылдарының, соның ішінде пальмитин және стеарин қышқылдарының, қандағы жалпы холестерин деңгейін арттыруға қабілетті екендігі көптеген зерттеулерде көрсетілген. Бұл өз кезегінде атеросклероздың дамуына, қан тамырлары тромбозына, жүрек-қантамыр жүйесі ауруларының туындауына ықпал етуі мүмкін. Сонымен қатар, қаныққан майларды шамадан тыс тұтыну семіздік, 2-типті қант диабеті және метаболикалық бұзылыстар қаупінің жоғарылауымен байланыстырылады (Fattore et al., 2013). Пальмитин қышқылы мен пальма майының адам денсаулығына әсері төңірегінде ғылыми ортада ұзақ уақыттан бері пікірталастар жүргізіліп келеді. Соңғы зерттеулердің бірінде (Pascual et al., 2021) онкологиялық аурулардың өсу себептерінің ықтимал механизмдерінің бірі ретінде пальмитин қышқылының рөлі қарастырылған. Кейбір эксперименттік деректерге сәйкес, пальмитин қышқылы ісік жасушаларының метаболизміне әсер етіп, олардың инвазиялық және метастаздық белсенділігін арттыруы мүмкін (Express, 2021).

ТМҚ-на қатысты нәтижелер маргариндер арасында айқын технологиялық айырмашылықтарды көрсетеді. Мәселен, 2023 жылғы үлгілерде транс-май

қышқылдарының жоғары деңгейі анықталып, бұл гидрлеу технологиясының қолданылғанын көрсетеді. Мұндай жоғары деңгей, негізінен, өндірісте селективті емес никель катализаторларын қолдана отырып жүргізілетін дәстүрлі гидрлеу процесінің пайдаланылуымен байланысты (Toshtay K., 2024). Аталған технология транс-изомерлердің түзілуіне әкелетіндіктен, оның кеңінен қолданылуы халық денсаулығына ықтимал қауіп төндіреді. Ал 2024-2025 жылдары алынған үлгілердің басым бөлігінде транс-майлар 0,5-3,8% аралығында болып, қазіргі заманғы баламалы технологиялардың (переэтерификация, фракциялау) біртіндеп енгізіліп жатқанын көрсетеді. Дегенмен, кейбір үлгілерде транс-майлардың әлі де анықталуы толықтай транс-майсыз өндіріс технологиясына көшу қажеттігін көрсетеді.

2018 жылдың басында кедендік одақ Техрегламенты 024/2011 күшіне енгеннен кейін, Қазақстан нарығында транс-изомерлердің мөлшері 2,0%-дан төмен қатты және жартылай қатты май өнімдері өндірілгені анық байқалады. Бұл жағдай май өндіруші компанияларға жеткізілген май негізін этилат (немесе метилат) натрий катализаторын қолдана отырып переэтерификация әдісімен алған өнімді пайдаланумен байланысты болды (1-сурет). Мұндай технологиялық тәсіл өнімдегі транс-изомерлердің мөлшерін төмендетуге мүмкіндік беріп, оның сапасын халықаралық стандарттарға сәйкестендіруге ықпал етті. Сонымен қатар, өнімдегі қатты триглицеридтердің мөлшерін тұрақтандыру үшін өндіріс процесіне пальма майы қосылады. Мұндай тәсіл транс-изомерлердің деңгейін төмендетуге мүмкіндік беріп, өнімнің сапасын халықаралық стандарттарға сәйкес келтіреді.



Сурет 1– Майларды переэтерификациялау химиялық реакциясы

Осы ретте 2023-2025 жылдары тіпті переэтерификация әдісін пайдаланатын кейбір өндірушілердің өнімдерінде де сапа көрсеткіштерінің нашарлауы байқалды. Нақтырақ айтқанда, транс-изомерлердің мөлшері 3,0-3,8%-ға дейін жоғарылаған (3-кестедегі № 9 және 10). Бұл жағдай өндірістік процестің тұрақтылығы, шикізат сапасы немесе технологиялық тәртіптің сақталуы мәселелерін қосымша зерттеуді қажет етеді.

Сары май үлгілерінің көпшілігінде табиғи сүт майына тән липидтік профиль сақталған. Алайда №7 және №11 үлгілерінде ҚМҚ мөлшерінің төмендеуі және ПҚМҚ мөлшерінің айтарлықтай артуы табиғи сары май құрамынан ауытқуды көрсетеді. Мұндай өзгерістер өнім құрамында өсімдік майларының болуы мүмкін екенін көрсететін жанама белгі ретінде қарастырылуы мүмкін. Сондықтан сары

майдың түпнұсқалығын бағалау кезінде тек жалпы май мөлшерін емес, май қышқылдық құрамын да анықтау қажет.

Жалпы алғанда, алынған нәтижелер май өнімдерінің сапасын бағалау үшін кешенді тәсіл қажет екенін көрсетеді. Транс-изомерлердің мөлшерін төмендету маңызды болғанымен, бұл көрсеткішті ҚМҚ, МҚМҚ, ПҚМҚ және пальмитин қышқылының жалпы үлесімен бірге қарастыру қажет. Осы тұрғыдан алғанда, май қышқылдық құрамды жүйелі мониторингі май өнімдерінің тағамдық қауіпсіздігін, технологиялық сапасын және нормативтік талаптарға сәйкестігін бағалаудың маңызды құралы болып табылады.

Қорытынды. 2023-2025 жылдар аралығында жүргізілген зерттеу май өнімдеріндегі транс-май және қаныққан май қышқылдары мәселесінің толық шешілмегенін көрсетті. Зерттелген үлгілердің шамамен 50 %-ы ғана ЕАЭО ТР 024/2011 және ДДСҰ ұсынымдарында белгіленген талаптарға сәйкес келді. Маргариндерде транс-май қышқылдарының төмендеу үрдісі байқалғанымен, өсімдік майлары мен спредтердің жекелеген үлгілерінде олардың артуы тіркелді. Бұл жағдайды төмендету үшін құрамына пальмалық стеарин қосу арқылы жүзеге асырылатын баламалы технологияларды қолдануына байланысты, аталған тәсіл транс-изомерлердің мөлшерін төмендетуге мүмкіндік бергенімен, өнімдегі қаныққан май қышқылдарының үлесін шамамен екі есеге дейін арттырады. Қаныққан май қышқылдарының шамадан тыс көбеюі липидтік профильдің теңгерімін бұзып, жүрек-қантамыр аурулары мен метаболикалық бұзылыстар қаупін арттыруы мүмкін. Осы тұрғыдан алғанда, қаныққан май қышқылының жоғары деңгейі транс-изомерлерден кем емес қолайсыз әсер етуі ықтимал, сондықтан технологиялық шешімдерді бағалау кешенді тәсілді талап етеді. Алынған нәтижелер май өнімдерінің сапасы мен қауіпсіздігін қамтамасыз ету үшін жүйелі және ұзақ мерзімді мониторинг жүргізудің қажеттігін негіздейді. Зерттеу нәтижелері транс-май қышқылдарын төмендету бағытындағы технологиялық өзгерістердің әрдайым өнімнің жалпы тағамдық құндылығын жақсартып бермейтінін көрсетті. Бірқатар жағдайларда транс-изомерлерді азайту қаныққан май қышқылдарының үлесінің артуымен қатар жүріп, май-қышқылдық теңгерімнің бұзылуына әкелген. Бұл май өнімдерін оңтайландыру кезінде тек транс-май қышқылдарын емес, май қышқылдық құрамның жалпы құрылымын кешенді бағалау қажеттігін айқындайды. Сонымен қатар алынған деректер қатаң нормативтік бақылауы бар елдермен салыстырғанда отандық нарықта реттеу деңгейінің жеткіліксіз екенін көрсетеді.

References

Demin A., Løge B., Zhiteneva O., Nishida C., Whiting S., Rippin H., ... & Breda J. (2020) Trans fatty acid elimination policy in member states of the Eurasian Economic Union: Implementation challenges and capacity for enforcement. *The Journal of Clinical Hypertension*, 22(8). — P. 1328-1337, DOI: 10.1111/jch.13945 (in Eng.).

Express (2021) 'Huge breakthrough: The everyday food item potentially causing 90% of cancer cases. <https://www.express.co.uk/life-style/health/1519631/Cancer-risk-fatty-acid-palm-oil-metastasis-mouth-skin>

Fattore E., & Fanelli R. (2013) Palm oil and palmitic acid: a review on cardiovascular effects

and carcinogenicity. *International journal of food sciences and nutrition*, 64(5). — P. 648-659, DOI: 10.3109/09637486.2013.768213 (in Eng.).

International Organization for Standardization (2015) ISO 12966-4: Animal and vegetable fats and oils-Gas chromatography of fatty acid methyl esters (Part 4: Determination by capillary gas chromatography) (in Eng.).

International Organization for Standardization (2017) ISO 12966-2: Animal and vegetable fats and oils-Gas chromatography of fatty acid methyl esters (Part 2: Preparation of methyl esters of fatty acids) (in Eng.).

Mavlanov U., Czaja T.P., Nuriddinov S., Dalimova D., Dragsted L.O., Engelsen S.B., & Khakimov B. (2025) The effects of industrial processing and home cooking practices on trans-fatty acid profiles of vegetable oils. *Food Chemistry*, 469. — 142571 p. DOI: 10.1016/j.foodchem.2024.142571 (in Eng.).

McNamara D.J. (2010) Palm oil and health: a case of manipulated perception and misuse of science. *Journal of the American College of Nutrition*, 29(sup3). — P. 240-244, DOI: 10.1080/07315724.2010.10719840 (in Eng.).

Nagpal T., Sahu J.K., Khare S.K., Bashir K., & Jan K. (2021) Trans fatty acids in food: A review on dietary intake, health impact, regulations and alternatives. *Journal of Food Science*, 86(12). — P. 5159-5174, DOI: 10.1111/1750-3841.15977 (in Eng.).

Oteng A.B., & Kersten S. (2020) Mechanisms of action of trans fatty acids. *Advances in Nutrition*, 11(3). — P. 697-708, DOI: 10.1093/advances/nmz125 (in Eng.).

Pascual G., Dominguez D., Elosua-Bayes M., Beckedorff F., Laudanna C., Bigas C., ... & Benitah S.A. (2021). Dietary palmitic acid promotes a prometastatic memory via Schwann cells. *Nature*, 599(7885). — P. 485-490, DOI: 10.1038/s41586-021-04075-0 (in Eng.).

Ruta F., Calin A., Timus M., Sipos R., & Ciucan-Rusu L. (2023) Knowledge, attitudes and practices regarding the dietary sources of healthy fats and essential oil supplements. *British Food Journal*, 125(8). — P. 3069-3080, DOI: 10.1108/BFJ-01-2022-0021 (in Eng.).

Toshtay K. (2024) Liquid-phase hydrogenation of sunflower oil over platinum and nickel catalysts: Effects on activity and stereoselectivity. *Results in Engineering*, 21, 101970, DOI: 10.1016/j.rineng.2024.101970 (in English).

Toshtay K., Auyezov A., Azat S., & Busquets R. (2025) Trans fatty acids and saturated fatty acids in margarines and spreads in Kazakhstan: Study period 2015–2021. *Food Chemistry: X*, 25, 102246, DOI: 10.1016/j.fochx.2025.102246 (in Eng.).

U.S. Food and Drug Administration. (2005). FDA acts to provide better information to consumers on trans. <https://www.fda.gov> (in Eng.).

Umayangani S., De Silva I., Munasinghe D., Deshika C., Chandrapala J., & Silva M. (2026) Elimination of Trans Fatty Acids from Foods Using Novel Technologies. *Food Reviews International*, 42(2). — P. 802-830, DOI: 10.1080/87559129.2025.2502439 (in Eng.).

Wang X., & Liang G. (2026) The global burden of ischemic heart disease attributable to trans fatty acid in 204 countries and territories, 1990–2023: a systematic analysis for the Global Burden of Disease Study 2023. *Human Genomics*, 20(1), 28, DOI: 10.1186/s40246-025-00883-x (in Eng.).

World Health Organization. (2023, July 17) WHO updates guidelines on fats and carbohydrates. <https://www.who.int/news/item/17-07-2023-who-updates-guidelines-on-fats-and-carbohydrates> (in Eng.).

World Health Organization. Regional Office for Europe (2015) Eliminating trans fats in Europe: A policy brief (No. WHO/EURO: 2015-6592-46358-67067). World Health Organization (in Eng.).

Zhang J., Zhang M., Chen K., & Deng D. (2025) Improvement strategies for fats and oils used in future food processing based on health orientation and sustainability: Research progress, challenges and solutions. *Critical reviews in food science and nutrition*, 65(1). — P. 47-63, DOI: 10.1080/10408398.2023.2266835 (in Eng.).

Zheng H., Cui J., Jia H., Wang S., Wu X., Yan D., & Li D. (2026) Preparation of Platinum Nanowire Supported on Carbon Catalyst and Its Effect on the Electrochemical Hydrogenation of Soybean Oil. *Journal of Food Process Engineering*, 49(1), e70302, DOI: 10.1111/jfpe.70302 (in Eng.).

**Publication Ethics and Publication Malpractice
in the journals of the «Central Asian Academic Research Center» LLP (Almaty)**

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 National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan 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 National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan 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). 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 National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan.

The Editorial Board of the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan will monitor and safeguard publishing ethics.

Requirements for articles design for publication in the journal are available on the websites:

www.nauka-nanrk.kz

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

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

*Managing Editor: A.Shormakova
Editors: D.S. Alenov, T. Apendiev
Computer layout: G.D. Zhadyranova*

Signed for print: June 30, 2026

Format: 70×90 1/16. 24.0 printed sheets. Order No. 2