

SYNTHESIS AND RESEARCH OF NEW DEEP EUTECTIC SOLVENTS BASED ON BETAINES AND CHOLINE CHLORIDE

K.A. Sadykov¹, *S.B. Ryspaeva², A. Zh. Kerimkulova², Sh. S. Islam²
D. B. Adikanova², T.K. Chalov¹, N.A. Bektenov¹

¹JSC Bekturov Institute of Chemical Sciences, Almaty, Kazakhstan

²NJSC Satbayev University, Almaty, Kazakhstan

*E-mail: rysapaeva95@inbox.ru

Abstract: *Introduction.* Deep eutectic solvents (DESs) are easy to synthesize, exhibit high purity, and are, importantly, cost-effective. Recent studies have shown that they are biodegradable, environmentally friendly, and hydrophobic. DESs are typically described as mixtures of a hydrogen bond acceptor (HBA) and a hydrogen bond donor (HBD), which, when combined, form a eutectic mixture with a melting point lower than that of its individual components. *The purpose of the work:* is to synthesize new DESs based on betaine and examine their physicochemical properties. *Results and discussions:* the optimal synthesis ratio for these DESs was determined. Their pH values were found to be 6.85 and 7.0, respectively. The density and viscosity were measured, and the functional groups and interactions were analyzed through IR spectroscopy. *Conclusion:* It was demonstrated that the proposed deep eutectic solvents, due to their unique structural properties, can be utilized in various industrial applications due to their optimal chemical and physical characteristics.

Keywords: eutectic solvents, betaine, choline chloride, hydrogen bond acceptor, hydrogen bond donor, ionic liquid systems.

Kanat Amirkulovich Sadykov -	Master of Chemistry, e-mail: kanat.sadykov.80@bk.ru
Salimat Bukenkyzy Ryspayeva -	Master of Natural Sciences, Doctoral student of KazNRTU named after K. I. Satpayev, e-mail: rysapaeva95@inbox.ru
Kerimkulova Aigul Zhadraevna	Candidate of Chemical Sciences, Associate Professor, e-mail: kerimkulova07@mail.ru
Islam Sholpan Saparbayeva	PhD, e-mail: sholpan_islamova@mail.ru
Adikanova Dinara Bakytbekovna	PhD, e-mail: adikanovadinara@gmail.com
Chalov Tolegen Kamenovich	Doctor of Chemical Sciences, Professor, e-mail: chalov.45@mail.ru
Nesiphan Abzhaparovich Bektenov	Doctor of Chemical Sciences, Professor, e-mail: bektenbna@gmail.com

Citation: Sadykov K.A. Ryspaeva S.B., Kerimkulova A. Zh., Islam Sh. S., Adikanova D. B., Chalov T.K., Bektenov N.A. Synthesis and research of new deep eutectic solvents based on betaine and choline chloride. *Chem. J. Kaz.*, 2025, 2(90), 33-41. (In Kaz.). DOI: <https://doi.org/10.51580/2025-2.2710-1185.20>

БЕТАИН НЕГІЗІНДЕГІ ЖАҢА ТЕРЕҢ ЭВТЕКТИКАЛЫҚ ЕРІТКІШТЕР СИНТЕЗІ ЖӘНЕ ЗЕРТТЕЛУІ

К.А. Садықов¹, *С.Б. Рыспаева², А.Ж. Керимкулова²,
Ш.С. Ислам², Д.Б. Адиканова², Т.К. Чалов¹, Н.А. Бектенов¹

¹«Ә.Б. Бектұров атындағы химия ғылымдары институты» АҚ, Алматы, Қазақстан

²Satbayev University, КеАҚ, Алматы, Қазақстан

*E-mail: ryspaeva95@inbox.ru

Түйіндемe. *Kіріспе.* Терең эвтектикалық еріткіштер (ТЭЕ) оңай дайындалады, химиялық тазалыққа ие және ең маңыздысы – экономикалық тұрғыдан тиімді. Жакында жүргізілген зерттеулер көрсеткендей, олар биоыдырайтын, экологиялық зиянсыз және гидрофобты қасиеттерге ие. ТЭЕ негізінен сутектік байланыс акцепторы (СБА) мен сутектік байланыс доноры (СБД) болатын қосындылар ретінде сипатталады, бұл қоспалар араласқан кезде сутектік байланыстар түзіліп, өз құрамдас бөліктерінің еріту температурасынан әлдеқайда төмен эвтектикалық заттарды түзеді. *Жұмыстың мақсаты* – Бетаин негізінде жаңа экологиялық қауіпсіз еріткіш синтездеп, олардың физика-химиялық қасиеттерін зерттеу.

Нәтижелер мен талқылаулар: Жоғарыда көрсетілген терең эвтектикалық еріткіштердің синтезінің оптималды арақатынасы анықталды. Еріткіштердің рН мәні сәйкесінше 6.85 және 7.0 болды. Тығыздықтары, тұтқырлық мәндері өлшеніп, ИК спектроскопиясы арқылы функционалдық топтар мен олардың арасындағы байланыстар анықталды. *Қорытынды:* Зерттеу нәтижесінде, көрсетілген терең эвтектикалық еріткіштердің құрылымдық ерекшеліктері мен физика-химиялық қасиеттерінің үйлесімділігі арқасында оларды әртүрлі өнеркәсіп салаларында тиімді қолдануға болатындығы көрсетілді.

Түйін сөздер: эвтектикалық еріткіштер, бетаин, холин хлориді, сутектік байланыс доноры, сутектік байланыс акцепторы, иондық сұйықтық системалары.

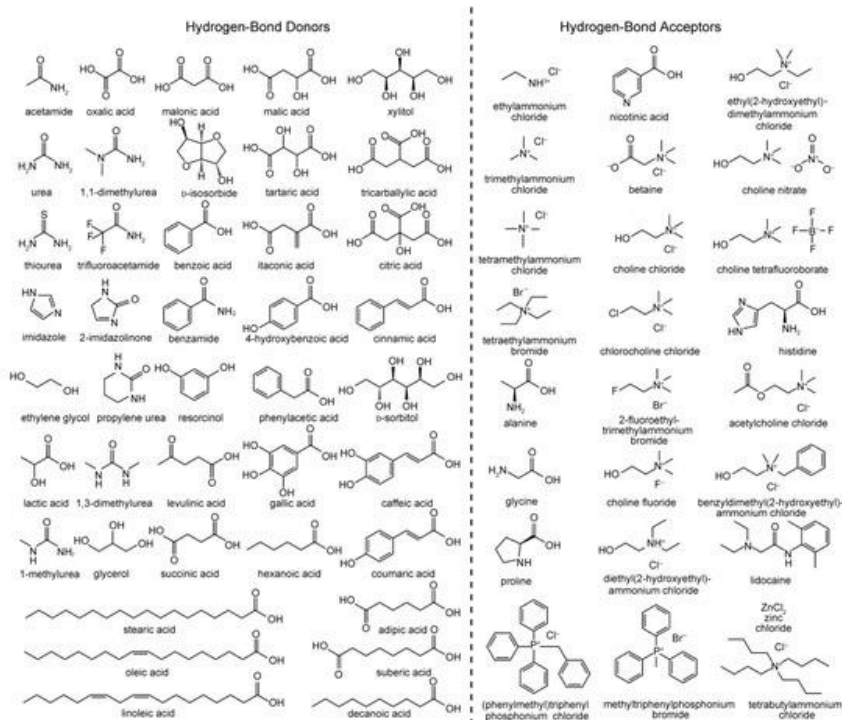
<i>Садықов Қанат Амиркулович</i>	<i>Химия ғылымдарының магистрі</i>
<i>Рыспаева Салимат Букенқызы</i>	<i>Жаратылыстану ғылымдарының магистрі, докторант</i>
<i>Керимкулова Айгүл Жадраевна</i>	<i>Химия ғылымдарының кандидаты, қауымдастырылған профессор</i>
<i>Ислам Шолпан Сапарбайқызы</i>	<i>PhD</i>
<i>Адиканова Динара Бакытбековна</i>	<i>PhD</i>
<i>Чалов Төлеген Каменович</i>	<i>Химия ғылымдарының докторы, профессор</i>
<i>Несіпхан Әбжапарұлы Бектенов</i>	<i>Химия ғылымдарының докторы, профессор</i>

1 Кіріспе

Терең эвтектикалық еріткіштер (ТЭЕ) – соңғы жылдары иондық сұйықтықтардың (ИС) баламасы ретінде өте қатты танылып келеді, себебі олар ИС-ға ұқсас ерекшеліктер мен қасиеттерге ие. Зерттеу көздері ТЭЕ мен ИС терминдері өзара орындарына айтылғанымен, бұл екі түрлі еріткіш түрі екенін ескеру маңызды [1].

Эбботт (2001 ж.) [2] және оның әріптестері төрттік аммоний тұздарын мырыштың (II) хлоридімен қыздырып, түзілген ерітінділердің кату нүктелерін өлшеген. Төмен балку температурасы 23-25 °С аралығында болды және ол холин хлоридін аммоний тұзы ретінде пайдалану арқылы алынғаны анықталды [3]. Бұл алғашқы зерттеу әрі қарай жалғастырылып, қазіргі таңда тұздар мен сутегі байланысы донорларының (1 сурет) эвтектикалық қоспаларынан тұратын бірнеше жаңа сұйықтықтар әзірленді

[4]. Осы сұйықтықтар, дискретті аниондардан тұратын иондық сұйықтықтардан айырмашылығы, терең эвтектикалық еріткіштер деп аталды. Терең эвтектикалық еріткіштер - қоспалардың эвтектикалық құрамына жақын сұйықтықтарды білдіреді, бұл дегеніміз олар төменгі балқу температурасын қамтамасыз ететін компоненттердің мольдік қатынасына сәйкес келеді.



Сурет 1 – Терең эвтектикалық еріткіштер алу үшін қолданылатын сутектік байланыс донорлары мен акцепторлары

ТЭЕ құрамына кіретін сутектік байланыс донорлары мен акцепторларының арақатынасына және түріне байланысты 4 типке бөлінеді (кесте 1).

Кесте 1 – ТЭЕ құрамына байланысты түрлері

Түрі	Қоспалар
1	Аммонидің төрттік тұздары + MeCl
2	Аммонидің төрттік тұздары + MeONCl
3	Аммонидің төрттік тұздары + СБД
4	MeONCl + СБД

Эвтектикалық еріткіштерді дайындаған кезде СБД және СБА арнайы берілген температурада екі жолмен араластыра отырып жасауға болады [5]:

1) СБД мен СБА қоспа түзген кезде балқу температурасы төмен компонент ери бастайды, келесі кезекте балқу температурасы жоғары екінші қосылыс сұйықтыққа салынып, қоспалар бірге ериді.

2) СБА мен СБД бір уақытта араласа отырып эвтектикалық еріткішті түзеді.

ТЭЕ – «жасыл химия» талаптарына сәйкес келетін, физикалық қасиеттері ерекше еріткіштер тобы. Осы эвтектикалық еріткіштердің физикалық қасиеттері ИС ұқсас келгенімен, олардың химиялық қасиеттері елеулі түрде өзгешеленетін жаңа түрлерді ұсынады [7]. ТЭЕ иондық сұйықтықтарға ұқсас сипаттамаларына отқа төзімділік, жоғары химиялық және термиялық тұрақтылық, төмен булану мүмкіндігі, қайта өңделу мүмкіндігі және әртүрлі қосылыстарды жоғары еріту қабілеті жатады. Сонымен қатар, олардың құрамы мен молекулалық қатынастарын өзгерте отырып жаңа түрлер алуға болады [8]. Негізгі артықшылығы – шикізаттың төмен құны, қарапайым дайындау әдісі және қосымша тазарту қадамдарының болмау және экологияға зиянды әсерінің аздығы мен биологиялық ыдырауға ұшырауы [9]. Осыған орай, ТЭЕ тұрақты еріткіштер класы болып табылады, оның қосымшалары үнемі кеңейіп келеді.

Ғалымдардың зерттеулеріне сүйенсек, ТЭЕ көптеген салаларда, атап айтқанда нанотехнология, биодизель өндірісі, биокатализ, электрохимия, экстракция мен бөліну процестері, полимерлер және онымен байланысты материалдарды синтездеуде кеңінен қолданылуда. Бірқатар мамандар DES-тің ерекше қасиеттерін атап өтіп, олардың тұндыру, бөліну және экстракция сияқты технологиялар, биотехнология, экологиялық инженерия, сіңіру мен адсорбция, тіпті ағынды суларды тазартуда қоршаған ортаға ең қолайлы шешім ретінде қолданылуға үлкен мүмкіндігі бар екендігін атап өтті [10].

2.Тәжірибелік бөлім

ТЭЕ үшін келесі компоненттер қолданылды (кесте 2):

Кесте 2 – ТЭЕ синтезінде қолданылған компоненттер

Бетаин	Sigma-Aldrich >99%
Глицерин	Sigma-Aldrich >99%
Этиленгликоль	Sigma-Aldrich >99%

Эвтектикалық қоспалар екі компонентті сәйкес молярлық қатынаста (кесте 3) 80 °с температурада және қалыпты қысымда біртекті түссіз сұйықтық пайда болғанша араластыру арқылы алынды. ТЭЕ алынғаннан кейін олардың тығыздығы (Density meter Excellence D6, Mettler Toledo), тұтқырлығы (Ostwald viscometer , China) және рН (pH meter HM Digital HM-200, USA) анықталды.

Тығыздық, тұтқырлық және рН мәндері сәйкесінше діріл түтігі бар тығыздық өлшегіші, Оствальд вискозиметрі және рН өлшегіші арқылы 25°С температурада анықталды. Функционалдық топтар ИҚ спектромері көмегімен талданды.

Кесте 3 – Терең эвтектикалық еріткіштердің бастапқы компоненттерінің арақатынасы

№	СБА	Құрылымдық формула	СБД	Құрылымдық формула	Молярлық арақатынасы
3	Бетаин		Глицерин		1:2
4	Бетаин		Этилен гликоль		1:3

3. Нәтижелер және оларды талқылау

Жұмыс барысында СБА ретінде бетаин, ал СБД ретінде глицерин мен этиленгликоль қолданылды. Бұған дейін айтылғандай, синтезделген ТЭЕ үлгілерінің тұтқырлығы, рН, тығыздығы зерттелді (кесте 4). Барлық химиялық процесстер үшін рН мәні маңызды рөл атқарады, себебі ол химиялық реакцияларға ықпал етеді. Осы тұрғыдан алғанда, алынған еріткіштердің рН мәні 6.7-7 аралығында болып, бейтарап орта болғандықтан, реагенттердің қышқылдығына әсер етпейтін орта ретінде ұсынылатын ТЭЕ пайдалануға болады.

Кесте 4 – Синтезделген ТЭЕ физикалық қасиеттерінің мәндері

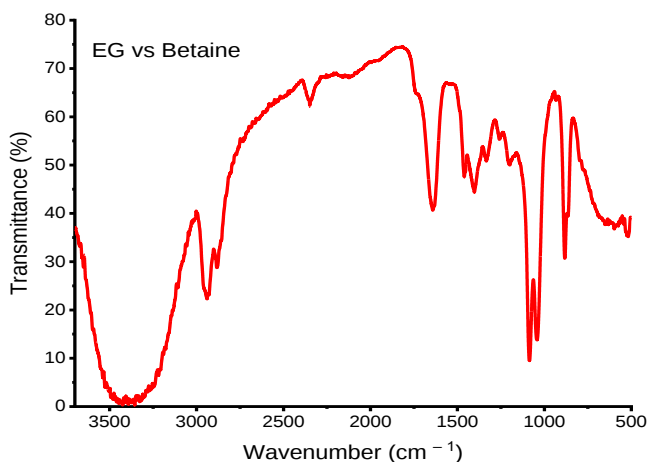
ТЭЕ атауы	рН	Тығыздығы, г/см ³	Тұтқырлық, сР
Бетаин:Глицерин	6.7	1.12	135.3
Бетаин:Этиленгликоль	7.0	1.03	133.5

Молекулалар арасындағы байланысты сипаттайтын қажетті физикалық көрсеткіш және технологиялық процестердің тиімділігіне әсер ететін факторлардың бірі — тығыздық. 25 °С температурада жүргізілген жұмыста олардың тығыздығы 1.12 г/см³ және 1.03 г/см³ сәйкесінше көрсетті. Әдеби мәліметтерге сәйкес, ТЭЕ-тің көпшілігінің тығыздығы 25 °С температурада 1.0-ден 1.35 г/см³ ортасында болады.

Қолданылатын саласына байланысты құралдарды жобалау және сұйықтық ағынын есептеу кезінде ТЭЕ тердің тұтқырлығын анықтап білу маңызды параметр болып табылады. Екі компонентті байланыстыратын сутегі байланыстарының күшті желісі нәтижесінде олардың тұтқырлығы әдетте жоғары көрсеткіштерге ие болады (> 100 сР). Бұл өз кезегінде терең эвтектикалық еріткіштер ішіндегі молекулалардың қозғалысының баяулауына әкеледі. Осы жұмыс нәтижесінде алынған терең эвтектикалық еріткіштер тұтқырлығы 135.3 сР және 133.5 сәйкесінше сР болды.

Тұтқырлықтың үлкен мәні иондық өлшемдерден, Ван-дер-Валс күштерінен, болмаса көлемнің аздығынан пайда болуы мүмкін.

Бетаин мен этиленгликольдің қосындысы негізіндегі ТЭЭ ИҚ спектрлері келесі суретте көрсетіледі.



Сурет 2 - Бетаин мен этиленгликольдің қосындысы негізіндегі ТЭЭ ИҚ спектрі

2-суретте көрсетіліп тұрған бетаин мен этиленгликоль негізіндегі терең эвтектикалық еріткіштердің ИҚ спектрінде анықталған функционалдық топтар мыналар:

-Гидроксил (ОН) спектрлері: этиленгликольдегі гидроксил топтарының тербелісіне байланысты $3200-3600\text{ см}^{-1}$ диапазонында байқалады.

-Карбоксилат (COO-) спектрлері: $1600-1400\text{ см}^{-1}$ аймағындағы шыңдар бетаиндегі карбоксилат топтарын көрсетеді.

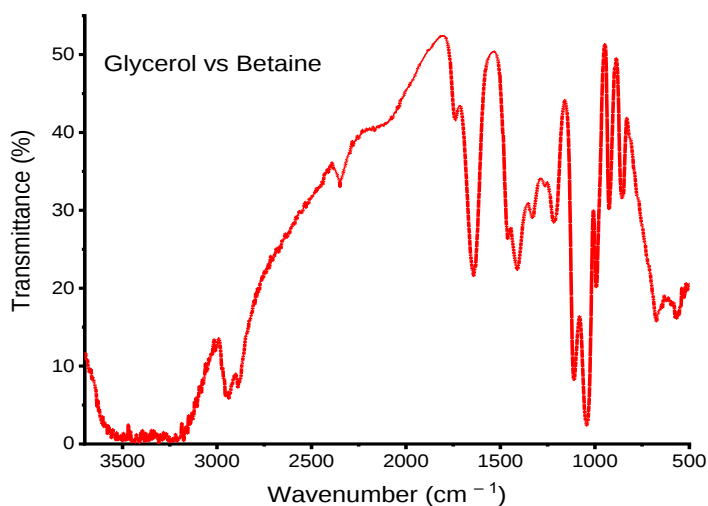
-Аммоний (NH₄⁺) спектрлері: $1600-1400\text{ см}^{-1}$ аймағында бетаиндегі аммоний иондарымен байланысты шыңдар байқалады.

-C-H спектрлері: бетаин мен этиленгликольдегі C-H байланыстары $3000-2800\text{ см}^{-1}$ аймағында шыңдар анықталды.

-C-O спектрлері: этиленгликольдегі C-O байланысты $1100-1000\text{ см}^{-1}$ шамасында шыңдар байқалады.

-O-H спектрлері: этиленгликольдегі гидроксил тобына байланысты $1400-1300\text{ см}^{-1}$ аралығында шыңдар көрінеді.

Бетаин және глицериннен тұратын ТЭЭ ИҚ спектрі төменде көрсетілген.



Сурет 3 - Бетаин және глицериннен тұратын ТЭЕ ИҚ спектрі

Бетаин және глицериннен тұратын ТЭЕ ИҚ спектрі нәтижесінде (3-сурет) анықталған функционалдық топтар мыналар:

-Гидроксил (ОН) спектрі: глицериндегі гидроксил топтарына байланысты $3200-3600\text{ см}^{-1}$ аймағы байқалады.

-Карбоксилат (COO-) спектрі: $1600-1400\text{ см}^{-1}$ бетаиннен карбоксилат топтарының тербелістерін көрсетуі мүмкін.

-Аммоний (NH_4^+) спектрі: $1600-1400\text{ см}^{-1}$ бетаиндегі аммоний иондарының байланысты болуы мүмкін.

-С-Н спектрі: бетаин мен глицериндегі С-Н байланыстары сәйкес $3000-2800\text{ см}^{-1}$ аралығында көрінеді.

-С-О спектрі: глицериннің спирттік тобындағы С-О байланысты $1100-1000\text{ см}^{-1}$ аралығында байқалады.

-ОН спектрі: глицеролға байланысты $1400-1300\text{ см}^{-1}$ аймақта анықталады.

-С-О-Н спектрі: С-О-Н топтарына сәйкес $1000-900\text{ см}^{-1}$ аймағында байқалады.

4. Қорытынды

Зерттеу жұмысының нәтижелері бойынша терең эвтектикалық ерітінділерді зерттеу арқылы оларды алу үшін тиімді қатынас пен әдіс табылды.

Қорыта келгенде, бетаин негізіндегі терең эвтектикалық еріткіштер биотехнология, дәрілік заттар технологиясы, химиялық технология, мұнайхимия өндірісінде экологиялық қауіпсіз технологияларды құру үшін таптырмас еріткіш альтернативасы ретінде қарастырылып отыр. Адсорбент, экстрагент, ингибиторлар ретінде де қоланыс табуы мүмкін.

Қаржыландыру және алғыс: Жұмыс Қазақстан Республикасы Білім және ғылым министрлігінің Ғылым комитеті BR27101179 бағдарламасы бойынша іске асыратын 2025-2026 жылдарға арналған ғылыми зерттеулерді нысаналы қаржыландыру бағдарламасы шеңберінде (келісім шарт №34/ПЦФ-25-26 05.02.2025 ж). "Ә.Б. Бектұров атындағы химия ғылымдары институты" АҚ-мен бірлесіп орындалды. Бағдарламаның ғылыми жетекшісі Тасибеков Х. С., бағдарлама тақырыбы: (ИРН BR27101179) "Инновациялық экологиялық қауіпсіз көпфункционалды химиялық өнімдер мен материалдарды алудың іргелі негіздері"

Мүдделер қақтығысы: Авторлар осы мақалада келтірілген деректер бойынша авторлар арасында мүдделер қақтығысының жоқ екенін мәлімдейді.

СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЕ НОВЫХ ГЛУБОКИХ ЭВТЕКТИЧЕСКИХ РАСТВОРИТЕЛЕЙ НА ОСНОВЕ БЕТАИНА

**К.А. Садыков¹ С.Б. Рыспаева², А.Ж. Керімқұлова², Ш.С. Ислам²,
Д.Б. Адиканова², Т.К. Чалов¹, Н.А. Бектенов¹**

¹АО «Институт химических наук имени А.Б. Бектұрова», Алматы, Казахстан

²Satbayev University, НАО, Алматы, Казахстан

^{*}E-mail: ryspaeva95@inbox.ru

Резюме. Введение. Глубокие эвтектические растворители (ГЭР) обладают простотой синтеза, высокой степенью чистоты и, что немаловажно, экономической эффективностью. Исследования последних лет показывают, что эти растворители являются биологический разлагаемыми, экологический безопасные и обладают гидрофобными свойствами. ГЭР представляют собой смесь акцепторов и доноров водородных связей, которые, взаимодействуя между собой, образуют эвтектическую смесь с температурой плавления, значительно ниже температуры отдельных компонентов. *Целью работы* является получение новых эвтектических растворителей на основе бетаина и исследовании их физико-химических характеристик. *Результаты и обсуждения:* было установлено оптимальное соотношение компонентов для синтеза глубоких эвтектических растворителей с pH 6,7 и 7,0, соответственно. Произведены исследования плотности и вязкости этих растворителей, а также с помощью инфракрасной спектроскопии идентифицированы функциональные группы и связи в их структуре. *Вывод:* Исследования показали, что полученные эвтектические растворители обладают такими физико-химическими характеристиками, которые делают их подходящими для применения в различных отраслях промышленности, благодаря их структурной особенности и оптимальным химическим свойствам.

Ключевые слова: эвтектические растворители, бетаин, хлорид холина, донор водородных связей, акцептор водородных связей, ионные жидкостные системы.

Садыков Канат Амиркулович	<i>магистр химических наук</i>
Рыспаева Салимат Букенкызы	<i>магистр естественных наук, докторант</i>
Керімқұлова Айгуль Жадрәевна	<i>кандидат химических наук, ассоциированный профессор</i>
Ислам Шолпан Сапарбаевна	<i>PhD</i>
Адиканова Динара Бакытбековна	<i>PhD</i>
Чалов Толеген Каменович	<i>доктор химических наук, профессор</i>
Бектенов Несипхан Абжапарович	<i>доктор химических наук, профессор</i>

References

1. Abbott A. P., Boothby D., Capper G., Davies D. L., Rasheed R. K. Deep Eutectic Solvents Formed between Choline Chloride and Carboxylic Acids: Versatile Alternatives to Ionic Liquids. *J. Am. Chem. Soc.* **2004**, 126(29), 9142-9147, DOI:10.1021/ja048266j
2. Abbott A. P., Capper G., Davies D. L., Rasheed R. K., Tambyrajah V. Novel solvent properties of choline chloride/urea mixtures Electronic supplementary information (ESI) available: spectroscopic data. *Chem. Commun.* **2003**, 1, 70-71. DOI:10.1039/b210714g
3. Zhao B. Y., Xu P., Yang F. X., Wu H., Zong M. H., Lou W. Y. Biocompatible deep eutectic solvents based on choline chloride: characterization and application to the extraction of rutin from *Sophora japonica*. *ACS Sustain. Chem. Eng.* **2015**, 3(11), 2746-2755, DOI: 10.1021/acssuschemeng.5b00619.
4. Tang W., Li G., Chen B., Zhu T., Row K. H. Evaluating ternary deep eutectic solvents as novel media for extraction of flavonoids from *Ginkgo biloba*. *Sep. Sci. Technol.* **2016**, 52(1), 91-99, DOI:10.1080/01496395.2016.1247864.
5. Rahmalia W., Shofiyani A., Sutiknyawati Y., Septiani S. Simple Green Routes for Metal-Bixin Complexes Synthesis Using Glycerol-Based Deep Eutectic Solvent. *Indones. J. Chem.* **2022**, 22(6), 1759, DOI:10.22146/ijc.76759
6. Smith E. L., Abbott A. P., Ryder K. S. Deep Eutectic Solvents (DESs) and Their Applications. *Chem. Rev.* **2014**, 114(21), 11060-11082, DOI:10.1021/cr300162p
7. Dai Y., Van Spronsen J., Witkamp G. J., Verpoorte R., Choi Y. H. Natural deep eutectic solvents as new potential media for green technology. *Anal. Chim. Acta.* **2013**, 766, 61-68, DOI:10.1016/j.aca.2012.12.019
8. Qin H., Hu X., Wang J., Cheng H., Chen L., Qi Z. Overview of acidic deep eutectic solvents on synthesis, properties and applications. *G. Energy Environ.* **2020**, 5(1), 8-21, DOI:10.1016/j.gee.2019.03.002
9. Liu Y., Friesen J. B., McAlpine J. B., Lankin D. C., Chen S. N., Pauli G. F. Natural Deep Eutectic Solvents: Properties, Applications, and Perspectives. *J. Nat. Prod.* **2018**, 81(3), 679-690, DOI:10.1021/acs.jnatprod.7b00945
10. Dwamena A. Recent Advances in Hydrophobic Deep Eutectic Solvents for Extraction. *Separations.* **2019**, 6(1), 9, DOI:10.3390/separations6010009